

yet. Whereas, at 1450 and 1500 °C no B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is observed and the only impurity seen is C. This indicates that at 1450 °C and higher temperatures the reaction is completed. From the SEM patterns it can be seen that the shape of the particles is somewhat between spherical and elliptical. The free carbon and particle size of the product were analyzed.

### **Microstructure and Phase Transformation in Aged Nickel Rich Ni-Ti Alloy Using TEM Electron Microscope**

*A. H. Tavabi, S. K. Sadrnezhad\* and S. Asgari*

Dept. of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran

\* Email: sadrnezh@sharif.edu

Tel: 66005717

Microstructure and shape memory properties due to the formation of a rhombohedral phase (R-phase) formation in nickel rich binary Ni-Ti alloy containing 50.23 atom% Ni were investigated in this research. After annealing, the samples were aged for 1, 5 and 7 hours at 773K. Microscopic studies revealed that the rhombohedral phase heterogeneously nucleated and then grew within the regions near the grain boundaries of the alloy. It was also observed that the amount of this phase increased with the ageing time. Microstructural TEM observations indicated that a considerable number of dislocations were simultaneously produced during the R-phase formation as a result of the ageing process. It was, therefore, suggested that the formation of the R-phase regions was related to the presence of the stress fields produced around the dislocations. With increasing of these strain fields, possibility of direct austenite to martensite transformation apparently reduced; while the formation of the intermediate R-phase regions grew. A diverse new set of twins and self accommodated twin envelopes were observed in martensitic microstructure of the samples together with the pseudo-stable R-phase regions.

### **Effect of Bainitic Microstructure on Mechanical Properties of Microalloyed Cast Steels**

*J. Rassizadehghani\* and A. Sadeghzadeh-Attar*

School of Metallurgy & Material Engineering, University College of Engineering, University of Tehran, I.R. Iran, \* Email: jghani@ut.ac.ir  
Tel: 61114066

The effect of bainitic microstructure obtained from austempering on mechanical properties of a series of microalloyed cast steels containing Ti-V-B and V-only in comparison with base composition is investigated. The use of microalloyed wrought steels is widespread throughout the construction industry. However, the use of microalloys to increase the strength of low-carbon content cast steels, without significant reductions in toughness or weldability, is still in its infancy.

For the wrought microalloyed steels, excellent toughness and weldability are achieved by lowering the carbon content. Strength is maintained by adding small amounts of microalloying elements (usually vanadium, titanium and niobium) that precipitation strengthen the material during thermo-mechanical processing. Similar demands for low-cost, higher-strength steel casting with good toughness and weldability indicate a wide range of potential applications where microalloyed cast steels may be appropriate. Although these overseas experiences with these new materials have been reported, detailed information on the alloying and processing variables affecting mechanical properties is not available. The physical metallurgy principles governing the production of cast and wrought microalloyed steels are similar; however, significant differences can be expected in the final compositions, microstructure and processing.

In this paper, two different alloys of microalloyed cast steels and a base composition were prepared and effect of produced microstructures by austempering on mechanical properties was evaluated. The samples were austempered at 370, 410 and 450 °C for 5, 100, 300, 600, 900, 1200 and 1500 s. Results indicated that the hardness, strength decrease and toughness, elongation increase with increasing austempering temperature respectively. Also the hardness, strength decrease and toughness, elongation increase with increasing austempering time respectively. A good combination of strength and toughness is achieved by developing a microstructure of martensite and bainite.

# ریزساختار و استحاله فازی در آلیاژ پیر شده نیکل - تیتانیوم غنی از نیکل با استفاده از میکروسکوپ الکترونی TEM

امیر حسین توایی<sup>۱</sup>، سید خطیب الاسلام صدرنژاد<sup>۲\*</sup> و سیروس عسگری<sup>۳</sup>

<sup>۱</sup>دانشکده مهندسی و علم مواد - دانشگاه صنعتی شریف

<sup>۲</sup>استاد دانشکده مهندسی و علم مواد - دانشگاه صنعتی شریف

<sup>۳</sup>دانشکده مهندسی و علم مواد - دانشگاه صنعتی شریف

(تاریخ دریافت ۸۳/۱۰/۲۰، تاریخ دریافت روایت اصلاح شده ۸۵/۱/۲۶، تاریخ تصویب ۸۵/۲/۲۳)

## چکیده

در این مقاله ریزساختار و استحاله حافظه‌داری مربوط به تشکیل فاز R در آلیاژ دوتایی نیکل - تیتانیوم غنی از نیکل با ترکیب 50.23%atNi بررسی شده است. پس از آنیل کردن، نمونه دردمای 773K به مدت ۱، ۵ و ۷ ساعت پیرسازی شد. مطالعات میکروسکوپی نشان داد که فاز شبه پایدار R بصورت ناهمگن و اغلب در حوالی مرزخانه‌ها جوانه‌زده و رشد می‌کند به طوری که مقدار فاز R با زمان پیرسازی افزایش می‌یابد. مطالعات میکروسکوپ الکترونی TEM، همزمانی تشکیل نابجایی و فاز R در ریز ساختار آلیاژ در حین پیر کردن را نشان می‌دهد. بر این اساس پیشنهاد می‌شود که تشکیل فاز R در ریزساختار به میدان‌های تنش تولید شده در اطراف خطوط نابجایی مرتبط تلقی شود. با افزایش شدت میدان کرنش الاستیک در زمینه، امکان استحاله مستقیم آستنیت به مارتنزیت محدود و تولید فاز میانی R توسعه یافت. مشاهدات نشان داد که در نتیجه عملیات پیرسازی انواع جدیدی از دوقلویی و مورفولوژی خودتطبیقی بسته‌های دوقلویی در ریزساختار مارتنزیتی، همزمان با حضور فاز R، تشکیل می‌شوند.

واژه های کلیدی: آلیاژ نیکل - تیتانیوم غنی از نیکل - فاز R - پیر سازی - TEM

## مقدمه

بازگرداند. پدیده به یاد آوردن شکل فاز قبلی را حافظه‌داری می‌نامند [۳ و ۱۰].

در دو دهه گذشته این مسأله بطور کامل تبیین شده است که استحاله مارتنزیت در آلیاژهای تیتانیوم-نیکل تنها به استحاله از آستنیت به مارتنزیت ( $A \rightarrow M$ ) محدود نمی‌شود؛ بلکه استحاله‌های آستنیت به فاز R ( $A \rightarrow R$ ) و فاز R به مارتنزیت ( $R \rightarrow M$ ) نیز در سیستم ظاهر می‌شوند [۱۰-۱۲]. در هنگام سرد کردن، آستنیت می‌تواند بجای مارتنزیت به فاز R استحاله شود و سپس خود فاز R به مارتنزیت استحاله می‌یابد. اینچنین رفتار استحاله‌ای معمولاً استحاله دو مرحله‌ای ( $A \rightarrow R \rightarrow M$ ) نامیده می‌شود. مشابه با استحاله مارتنزیتی معکوس، استحاله دو مرحله‌ای معکوس می‌تواند در حین گرم کردن آلیاژ هم ظاهر شود [۱۳ و ۱۴].

منشاء نام گذاری فاز R (R-Phase) ساختار رومبو هدرال این فاز است. هرچند که بعدها ثابت شد که این ساختار دارای تقارن تری‌گونال است و نه تقارن رومبو

آلیاژهای تیتانیوم-نیکل شناخته شده‌ترین مواد حافظه‌دار می‌باشند. این آلیاژها دارای خواص منحصر به فرد متعددی هستند که عموماً در طول دهه‌های اخیر کشف شده‌اند. توانایی بازیابی شکل اولیه بعنوان اولین و مهمترین خاصیت این آلیاژها ذکر شده است. خصوصیات دیگر این آلیاژها نظیر سوپرالاستیسیته، مقاومت خوردگی، سازگاری با بافت‌های زنده<sup>۱</sup>، قابلیت کارکرد زیستی<sup>۲</sup> و قابلیت جذب ارتعاش است [۱-۶].

آلیاژهای نیکل - تیتانیوم با ترکیب استوکیومتری (50:50) و نزدیک به آن تشکیل یک فاز بین فلزی آستنیتی می‌دهند [۷]. این فاز دارای یک ویژگی چند ریختی<sup>۳</sup> بوده که در دمای پایین از طریق یک استحاله ترموالاستیک برشی، به فاز مارتنزیتی مونوکلینیک تبدیل می‌شود [۸ و ۹]. ساختار این فاز شامل دوقلوئی‌های ناشی از استحاله مارتنزیتی است [۲ و ۵]. تحت شرایط خاصی می‌توان با گرم کردن و رساندن دما به دمای پایداری فاز آستنیت، شکل ماکروسکوپی اولیه آلیاژ را

بررسی اثر پیرسازی بر ریز ساختار و استحاله فاز در دمای ۷۷۳K به مدت ۳/۶ks، ۱۸ks و ۷۲ks پیر شد.

طبق دیاگرام تعادلی آلیاژ نشان داده شده در شکل (۱)، آلیاژ در دمای ۷۷۳K دارای ترکیب شیمیایی نزدیک به حد اشباع فاز بین فلزی TiNi است. محققین قبلی از این دما برای مطالعات پیر سازی نمونه های دارای ترکیب شیمیایی مشابه استفاده کرده اند [۲۱]. لذا دمای انتخاب شده برای عملیات حرارتی، دمای مرسوم در تحقیقات قبلی است [۲۱]. در تحقیقات گذشته، معمولاً آلیاژهای دارای نیکل بیشتر مورد استفاده قرار گرفته و هدف اصلی بررسی شرایط جوانه زنی و رشد رسوبات بوده است. هدف این تحقیق بررسی تشکیل فاز R بدون ایجاد رسوبات بین فلزی است.

عملیات پیر سازی در یک کوره تونلی با اتمسفر گاز آرگون و در حالت عبور گاز از روی نمونه انجام شد. پیش از انجام عملیات پیر سازی، دو مقطع طولی و عرضی از نمونه تهیه شد و بوسیله آزمایش متالوگرافی همگن بودن و یکنواختی دانه بندی و ریزساختار آلیاژ بررسی شد. پس از پیر کردن، آزمایش پراش اشعه X (XRD) و مطالعات متالوگرافی با میکروسکوپ نوری و همچنین مطالعات ریزساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) بر نمونه ها انجام شد.

برای آزمایش XRD سطح نمونه ها بعد از سنباده زنی توسط محلول سوسپانسیون آلومینای  $0.3\mu$  و در مرحله بعدی  $0.05\mu$  بطور کامل پولیش شد. برای ثابت ماندن نمونه در نمونه گیر مخصوص دستگاه XRD از چسب استفاده شد. تعدادی پیک در زوایای کوچک دیده شد که ناشی از حضور چسب بود. به منظور ارائه کامل نتایج، این پیکها از دیاگرام حذف نشدند؛ ولی سایر پیکها که مربوط به فازهای مورد بحث در این مقاله بودند روی دیاگرام علامت گذاری شدند. برای انجام آزمایش از دستگاه XRD مدل Philips و لامپ مسی با  $\lambda_{Cu} = 1.54050$  استفاده شد. تمام منحنی ها از زاویه ۶ درجه آغاز شدند.

در مطالعات متالوگرافی بعد از پرداخت سطحی، آماده سازی سطح با عملیات پولیش در همان شرایط پیشین انجام شد. برای حکاکی نمونه ها، از محلول  $HNO_3:14\%$  استفاده شد. مطالعات ریز ساختاری توسط میکروسکوپ نوری Olympus PME3 انجام شد.

برای مطالعه توسط میکروسکوپ الکترونی، مراحل

هدرال [۱۶ و ۱۵ و ۲]. ظهور فاز R به عنوان یک فاز میانی در سیستم آلیاژی تیتانیوم-نیکل می تواند از عوامل متعددی ناشی شود که مهمترین آنها عبارتند از [۱۹-۱۵] :- ترکیب شیمیایی آلیاژ، به معنای حضور یک عنصر آلیاژی سوم مانند Fe یا Al در آلیاژ.

- ایجاد یک میدان تنشی در آلیاژ دوتایی تیتانیوم-نیکل ناشی از آرایش مناسب ساختار نابجایی در زمینه آلیاژ برای مثال از طریق سیکل حرارتی یا عملیات ترمومکانیکی.

- انجام عملیات آنیل دمای پایین بعد از کار سرد.

- انجام عملیات پیرسازی مناسب و ایجاد رسوبات همدوس که اغلب در آلیاژ های غنی از نیکل بوجود می آیند.

در این شرایط همانطور که ذکر شد، آلیاژ در حین سرد شدن دو استحاله مجزا را تجربه می کند که هر دو استحاله های ترموالاستیک هستند [۱۲]. انتالپی استحاله فاز R نسبت به انتالپی استحاله مارتنزیت بسیار کوچک است. در نتیجه هیستریزس دمایی آن بسیار باریک می باشد. این خاصیت برای بسیاری از کاربردهای صنعتی بسیار مطلوب است [۱۶]. به این لحاظ توجه تحقیقاتی فراوانی به استحاله فاز R معطوف شده است.

استحاله فاز R به مراحل زیر تقسیم می شود: فاز مادر B2 ← فاز Incommensurate (IC) ← فاز R Commensurate (R) ← فاز مارتنزیت B19' [۲۱، ۲۰]. تحقیقات مشخص کرده است که فاز Incommensurate نه قاعده مند است و نه دوره ای [۲۰، ۱۸]. بنابراین در یک بازه دمایی گسترده در بالاتر از دمای تحول فاز R بوجود می آید [۲۰ و ۱۷].

در این تحقیق تلاش شده است که شرایط ظهور فاز R در یک آلیاژ دوتایی تیتانیوم-نیکل با ترکیب بسیار نزدیک به حالت استوکیومتری در اثر عملیات پیرسازی بدون اعمال تنش خارجی تعیین شود.

## مواد و روش تحقیق

از آلیاژ دو جزئی تیتانیوم-نیکل دارای ترکیب 50.23at-%Ni ساخت شرکت Special Material در این تحقیق استفاده شد. ماده اولیه بصورت میله ای با قطر  $6.35^{mm}$  بود که سطح آن توسط یک لایه بسیار نازک اکسید پوشیده داده شده بود. بعد از آنیل اولیه، آلیاژ برای

مورد نیاز نازک شدند. اسید استفاده شده برای عملیات جت-پولیش اسید A8 با ترکیب  $\text{CH}_3\text{COOH}$ : 93% -  $\text{HClO}_4$ : 7% بود. عملیات با سرعت پاشش متوسط و در دمای محیط انجام شد. برای مطالعه ماده از میکروسکوپ الکترونی روبشی / عبوری (STEM) مدل Philips CM200 استفاده شد. شرایط آزمایش 200kV و نمونه گیر تک محوره بود.

## نتایج و بحث

### نمونه‌های آنیل شده

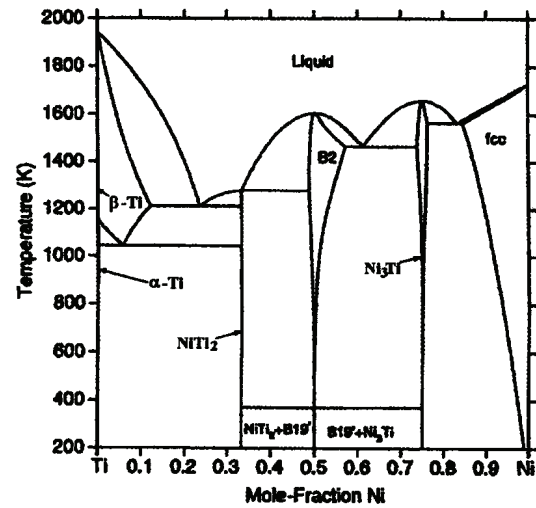
همانطور که در شکل (۲) مشاهده می‌شود نمونه‌ها قبل از پیر سازی در هر دو مقطع طولی و عرضی ریز ساختاری کاملاً یکنواخت دارند. به این لحاظ شرایط برای پیرسازی و بررسی های فازشناسی بعدی مناسب بوده است.

با توجه به ترکیب اولیه و با دانستن دمای پایان استحاله آستینیت ( $A_f = 65^\circ\text{C}$ )، همانطور که انتظار می‌رود شاهد حضور همزمان هر دو فاز آستینیت B2 و مارتنزیت مونوکلینیک B19' در ساختار نمونه هستیم (شکل ۳). تیغه های مارتنزیت در سرتاسر نمونه و بدون جهت گیری خاص پراکنده شده اند. بررسی دقیق تر فاز زمینه، دانه بندی آستینیت (B<sub>2</sub>) که حاصل کارگرم و آنیل بعدی است را به خوبی آشکار می‌کند. این ساختار دانه بندی شده نیز به صورت همسانگرد<sup>۴</sup> بوده و در تمام جهات توزیع یکنواخت دارد.

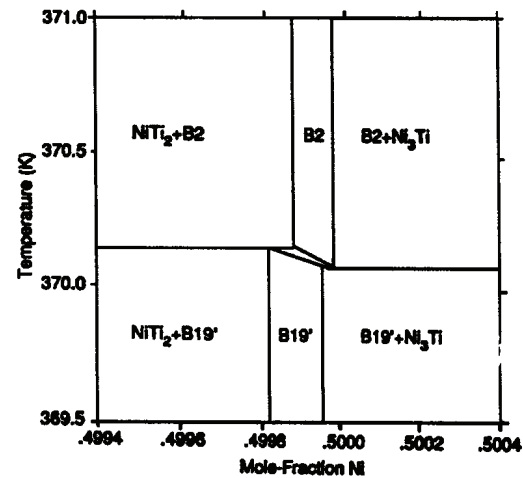
### نمونه‌های پیرشده به مدت یک ساعت در دمای

773K

شکل (۴) نشان می‌دهد که یک ساعت زمان بسیار کوتاهی برای تغییر ریزساختار در اثر پیری است؛ زیرا دو قلوبی های مارتنزیتی در تمام مناطق نمونه بطور کمابیش یکنواخت پراکنده شده و تغییر اساسی در ریز ساختار ایجاد نشده است. نکته جالب توجه در این نمونه حضور انواع دو قلوبی ها حتی در یک منطقه بسیار کوچک است. الگوی پراش الکترونی بدست آمده مشتمل بر انواع دو قلوبی هایی که بصورت کاملاً تصادفی در زمینه آستینیتی پراکنده شده اند (شکل ۵) می باشد. منحنی پراش اشعه X این نکته را تایید می‌کند و همانطور که در شکل (۶) دیده می‌شود، پیک اصلی متعلق به فاز B2 است و پیک خاصی که نشان دهنده حضور فاز R باشد در شکل



(الف)



(ب)

شکل ۱: دیاگرام تعادلی آلیاژ دو جزئی Ti-Ni نشان دهنده دو فاز آستینیت B2 و مارتنزیت B19' در محدوده غلظتهای (الف)

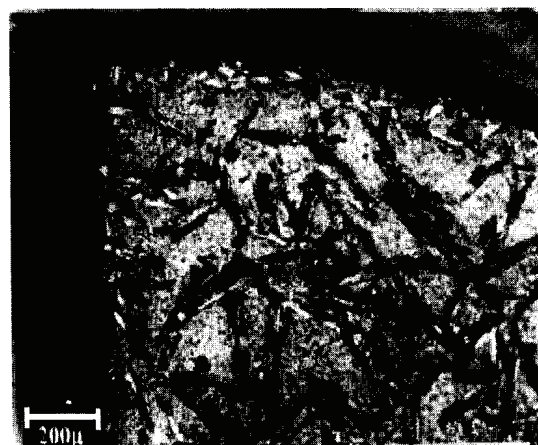
$0 \leq X_{\text{Ni}} \leq 1$  و (ب)  $0.4994 \leq X_{\text{Ni}} \leq 0.5004$

آماده سازی نمونه بصورت زیر انجام شد: ابتدا نمونه ها به روش EDM به ضخامت  $300 - 500 \mu\text{m}$  مقطع زده شدند. سپس بر یک نگهدارنده مخصوص نصب گردیده و تا ضخامت  $80 - 100 \mu\text{m}$  بوسیله سنباده ۸۰۰ و ۱۰۰۰ نازک شدند. بعلت حساسیت فوق العاده ریز ساختار به تنش و امکان وقوع استحاله ناشی از تنش در آلیاژ، حداکثر دقت و ظرافت در فرایند نازک کردن نمونه ها بکار گرفته شد. ضمناً سعی شد تا حد امکان از نرم ترین سنباده ها استفاده شود. سپس نمونه ها بصورت دیسکهایی با قطر  $3^{\text{mm}}$  پانچ شدند و در آخرین مرحله با استفاده از دستگاه جت-پولیش Tenupol-5 به میزان

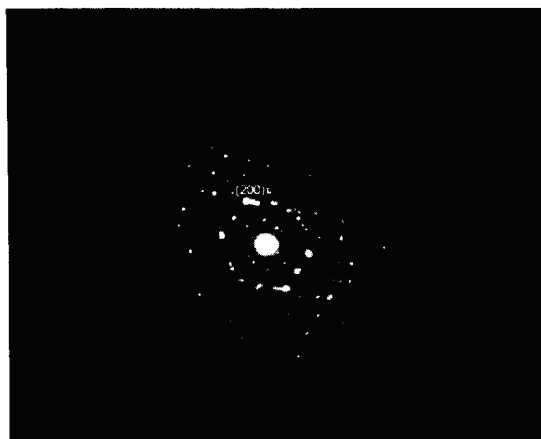
مشاهده نمی شود.



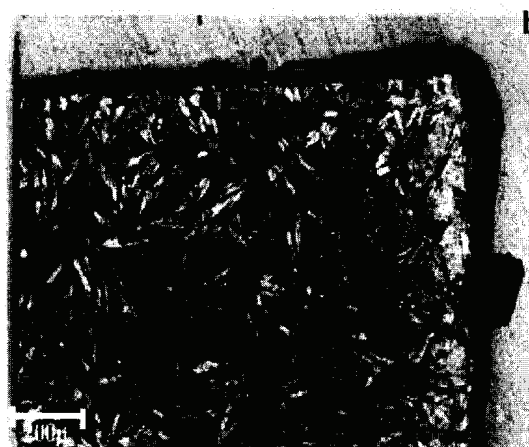
شکل ۴: تصویر TEM زمینه روشن از نمونه پیر شده در ۷۷۳K به مدت یک ساعت. بسته‌های دوقلوبی تمام سطح دانه را پوشش داده‌اند. دو نمونه دوقلوبی نوع II در کنار فاز آستنیت B2 روی تصویر شاخص گذاری شده‌اند.



(الف)



شکل ۵: الگوی پراش الکترونی شکل ۴، نشان‌دهنده ساختار دوقلوبی.



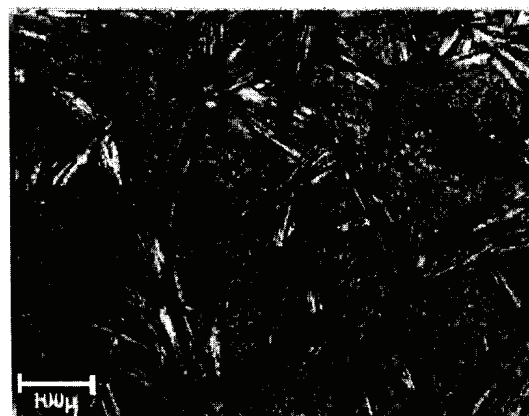
(ب)

شکل ۲: تصویر گرفته شده با میکروسکوپ نوری از مقطع آلیاز بعد از آنیل در بزرگنمایی (۶۵×): (الف) عرضی و (ب) طولی.

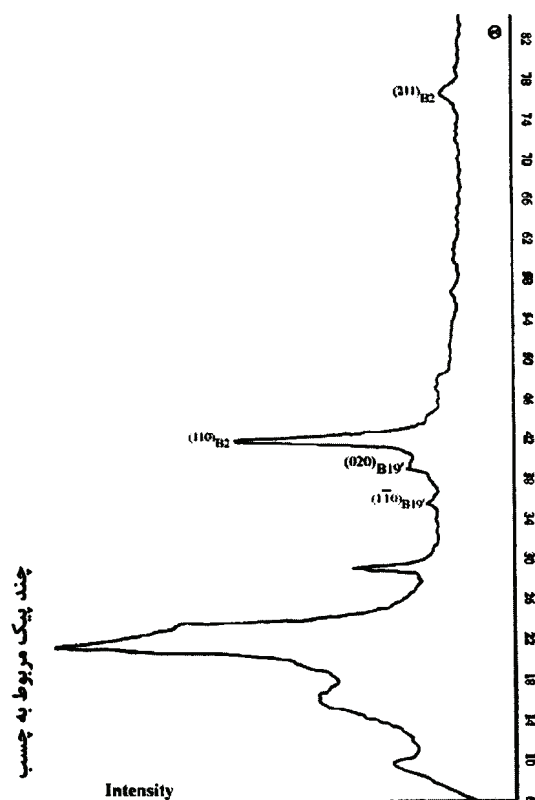
### نمونه‌های پیرشده به مدت پنج ساعت در دمای ۷۷۳K

همانطور که در منحنی شکل (۷) دیده می شود، فاز R در دیگرام پراش اشعه X نمونه پیر شده به مدت پنج ساعت وجود دارد بطوریکه جوانه های این فاز در کنار بسته های دو قلوبی مشخص هستند. اما هنوز منطقه<sup>۵</sup> فاز R در این نمونه تشکیل نشده است (شکل ۸). ظهور این پدیده نشان دهنده وقوع استتالجه چند مرحله ای و به تاخیر افتادن استتالجه مارتنزیت در حین سرد کردن می باشد. به این معنی که از حجم فاز مارتنزیت (در دمای 300K) کاسته شده و به جای آن فاز میانی R تشکیل شده است.

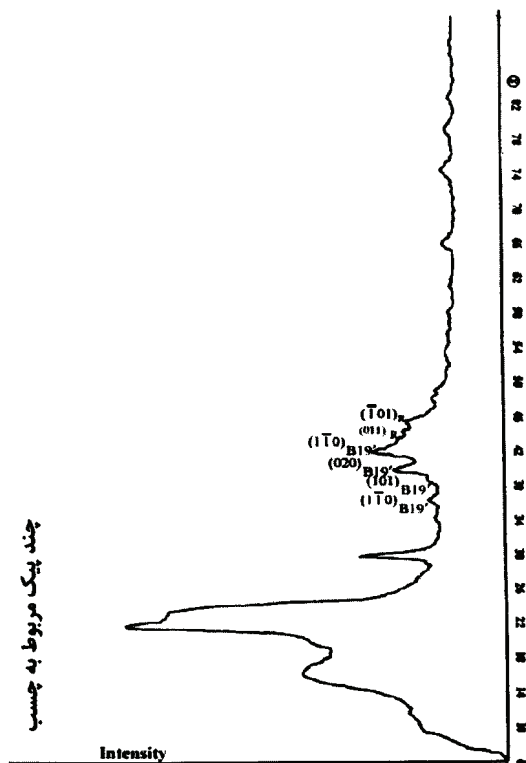
اما به نظر می رسد برای افزایش فاز R زمان پیرسازی بیشتری نیاز است. ظهور فاز R با توجه به نبودن عنصر



شکل ۳: تصویر گرفته شده با میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه آنیل شده، نشان‌دهنده توزیع یکنواخت و همسان‌گرد تیغه‌های مارتنزیتی (۱۳۰×).



شکل ۶: الگوی پراش اشعه X نمونه پیر شده در ۷۷۳K به مدت یک ساعت.



شکل ۷: الگوی پراش اشعه X نمونه پیر شده در ۷۷۳K به مدت پنج ساعت.

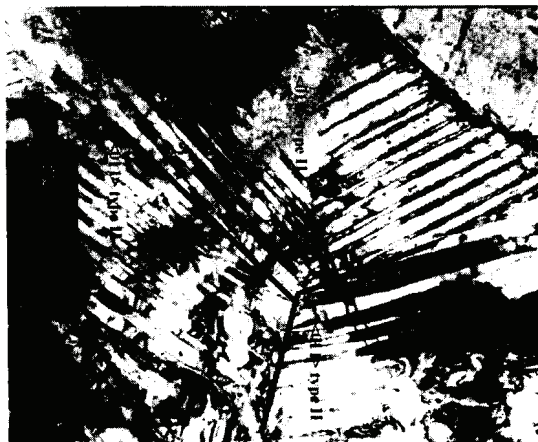
آلیاژی سوم، عدم وجود رسوب  $Ti_3Ni_4$  در نمونه و حتی فراهم نبودن نقایص ناشی از تغییر شکل به نظر می رسد در اثر تشکیل خطوط کوچک نابجایی باشد. از آنجا که انجام استحاله مارتنزیتی نیازمند مقداری کرنش است که با تشکیل خطوط نابجایی و میدان تنش ناشی از آنها حاصل نمی شود، لذا در مناطقی که این خطوط حضور دارند استحاله فاز R به عنوان یک جایگزین دارای کرنش الاستیک کمتر ظاهر می شود.

البته مناطق بسیار کوچکی از سطح نمونه نیز وجود دارد که تغییر حالت آستنیت به مارتنزیت در آنها رخ داده است. لذا فاز غالب زمینه مربوط به این مناطق نشان داده شده در شکل (۸) دو قلوبی های مارتنزیت  $B19'$  است. این نظریه بخصوص با توجه به ظهور فاز R عمدتاً در مناطق نزدیک به مرز دانه تایید می شود.

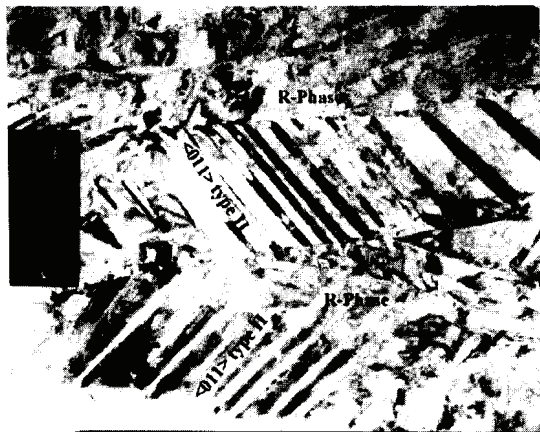
#### نمونه های پیر شده به مدت بیست ساعت در دمای 773K

بررسی منحنی پراش اشعه X (شکل ۸)، ظهور فاز R را در نمونه پیر شده به مدت ۲۰ ساعت نشان می دهد. پیکهای مربوط به فاز R در منحنی نشان داده شده در شکل (۹) در کنار پیکهای فاز  $B19'$  بطور برجسته ای بوضوح دیده می شوند. با رجوع به ریزساختار نمونه و بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی شکل های (۱۰) و (۱۱) نیز این موضوع تایید می شود. ملاحظه می شود که شرایط بسیار جالبی به لحاظ حضور همزمان دو فاز مارتنزیت  $B19'$  و R در این بررسی فراهم آمده است بطوریکه در ابتدا (شکل ۹) تشکیل یک خود تطبیقی<sup>۶</sup> از بسته های دو قلوبی مارتنزیت دیده می شود. این ترکیب در هیچکدام از نمونه های آنیل و پیر شده به مدت های یک و پنج ساعت دیده نمی شود. بنابراین استنباط می شود که در اثر عملیات پیر سازی، نوع دو قلوبی ها و همچنین شکل مورفولوژی خود تطبیقی آنها به علت تغییر کرنش الاستیک استحاله در نتیجه شرایط حاصل از عملیات پیر سازی و اعمال محدودیت برای واریانتهای مارتنزیت و یا بوجود آمدن امکان ایجاد صفحات ثابت جدید، تغییر کرده باشد. البته این مساله می بایست با استفاده از روابط کریستالوگرافیک تشکیل دو قلوبی مارتنزیتی و وارد کردن ترم کرنش الاستیک در نظریه های هندسی تشکیل مارتنزیت بررسی شود.

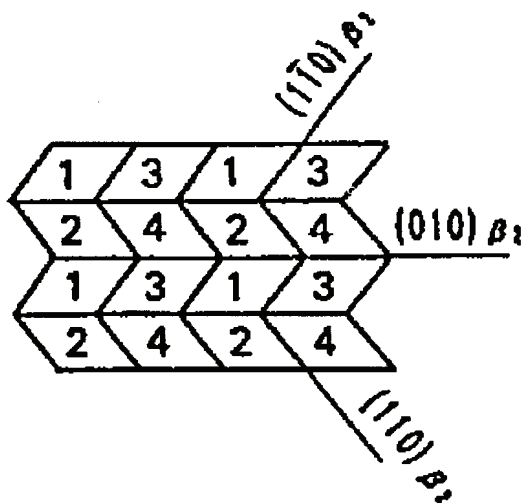
بوجود آمده که در دو طرف آن فاز R بطور کامل تشکیل شده است.



شکل ۱۰: تصویر TEM زمینه روشن از نمونه پیر شده در ۷۷۳K به مدت بیست ساعت. سه نمونه دوقلویی نوع II روی تصویر شاخص گذاری شده اند.



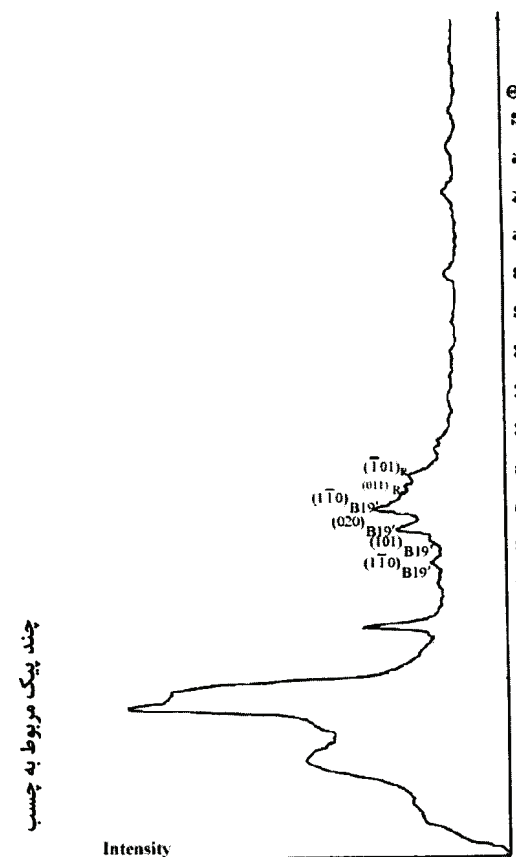
شکل ۱۱: تصویر TEM زمینه روشن از نمونه پیر شده در ۷۷۳K به مدت بیست ساعت. دو نمونه دوقلویی نوع II و فاز R روی تصویر شاخص گذاری شده اند.



شکل ۱۲: نمای شماتیکی از خودتطبیقی استخوان جناقی.



شکل ۸: تصویر TEM زمینه روشن از نمونه پیر شده در ۷۷۳K به مدت پنج ساعت. یک نمونه دوقلویی نوع I و فاز R روی تصویر شاخص گذاری شده اند.



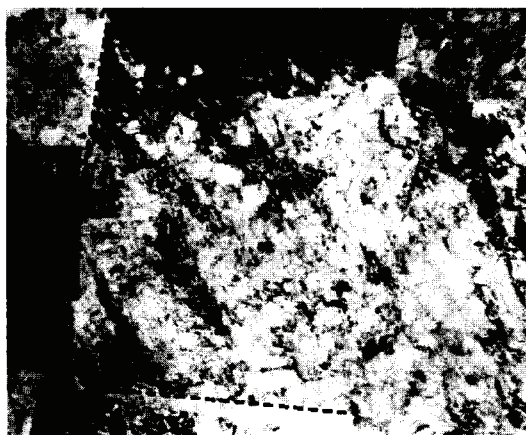
شکل ۹: الگوی پراش اشعه X برای نمونه غنی از نیکل پیر شده در ۷۷۳K به مدت بیست ساعت.

شکل (۱۰) حضور همزمان دو فاز R و مارتنزیت B19' را در کنار یکدیگر نشان می دهد. در این شکل دیده می شود که فاز R در مرز یک دوقلویی، جوانه زده و رشد کرده است. بطوریکه عملاً نیمی از یک بسته دو قلویی بدواً از نوع خود تطبیقی استخوان جناقی (شکل ۱۱)، بطور کامل مصرف شده و در نتیجه یک نوار دوقلویی

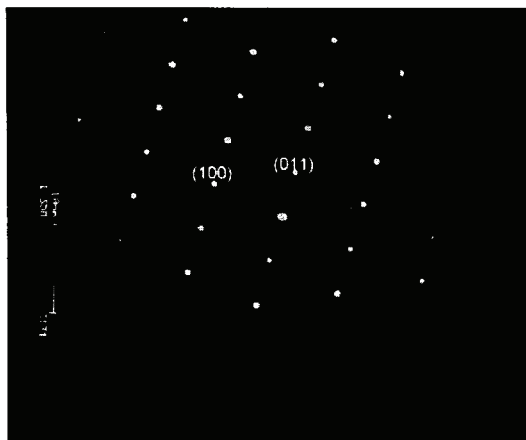
عملیات پیرسازی بدون تنش باشد [۲۲]. این حلقه های نابجایی، سبب تحمیل تنش اضافی به ریز ساختار می شوند که همانطور که قبلاً گفته شد شرایط تشکیل مستقیم فاز مارتنزیت را به میزان کافی در بر ندارند و در نتیجه فاز R بصورت یک فاز جایگزین میانی در نمونه ظاهر می شود. تفاوت مشاهده شده بین دو نمونه پیر شده به مدت های پنج و بیست ساعت به همین علت است. در مورد اخیر در زمان طولانی تر پیرسازی، نابجایی های بیشتری تشکیل شده و در نتیجه امکان وقوع استحاله فاز R بیشتر می شود. علت تشکیل نابجایی در اثر عملیات حرارتی در مرجع ۲۲ تشریح شده است.

### نتیجه گیری

دیده شد که در آلیاژهای دو جزئی تیتانیوم - نیکل با ترکیب  $50.23\text{at}\% \text{Ni}$  در اثر عملیات حرارتی فاز R بطور موضعی در ریزساختار بوجود آمده و در دمای محیط ظاهر می شود. حضور فاز R در این نمونه ها بر خلاف یافته های پیشین نه بر مبنای حضور رسوبات همدوس، نه بر اساس انجام کار سرد همراه با عملیات آنیل و نه به علت وجود عنصر آلیاژی سوم بوده است؛ بلکه در نتیجه عملیات پیرسازی، خطوط نابجایی بسته به زمان عملیات پیرسازی در نمونه بوجود آمده و میدان های تنشی ناشی از این خطوط موجب به تعویق افتادن استحاله مارتنزیتی و ظهور فاز R در دمای محیط (حدود 300K) شده است. این ویژگی بخصوص در کاربردهای آلیاژ بعنوان ریز عملگرهایی که در دمای محیط کار می کنند، با توجه به انتقالی استحاله و هیستریزس دمایی بسیار کوچک تغییر فاز  $A \rightarrow R$  نسبت به استحاله  $A \rightarrow M$ ، بسیار با اهمیت است. همچنین دیده شد که نوع دوقلوهای مارتنزیتی و نیز مورفولوژی خود تطبیقی بسته های مارتنزیت در اثر عملیات پیرسازی تغییر می کنند. این پدیده در نظریه شکل گیری مارتنزیت و نیز خواص استحاله مارتنزیتی نقش بسیار مهمی ایفا می کند.



(الف)



(ب)

شکل ۱۳: نمونه پیر شده در  $773\text{K}$  به مدت بیست ساعت: (الف) تصویر TEM زمینه روشن و (ب) الگوی پراش الکترونی از فاز R.

شکل (۱۳-الف) تصویر دانه ای را نشان می دهد که در آن حضور فاز R غلبه کامل دارد. اثبات این مدعا در الگوی پراش الکترونی نشان داده شده در شکل (۱۳-ب) دیده می شود که الگوی پراش فاز R بدون حتی یک اثر اضافی را نمایش می دهد که دقیقاً از کنار یک مرز گرفته شده است. این تصویر به همراه الگوی پراش آن نماینده پایدار شدن فاز R در زمینه آستنیت و مارتنزیت آلیاژ مورد بررسی در دمای محیط است. به نظر می رسد علت ظهور و پایداری فاز R تشکیل حلقه های نابجایی در اثر

### مراجع

- 1 - Mihalcz, I. (2001). "Fundamental characteristics and design method for Nickel-Titanium shape memory alloy." *Periodica Polytechnica Ser. Mech. Eng.*, Vol. 45, No. 1, PP. 75-86.
- 2 - Otsuka, K. and Ren, X. (1999). "Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys." *Materials*



---

*Science and Engineering A273–275*, PP. 89–105.

- 3 - Characterization of TiNi Films. At: -www.home.cwru.edu
  - 4 - Otsuka, K. and Ren, X. (1999). "Recent developments in the research of shape memory alloys." *Intermetallics* 7, PP.511-528.
  - 5 - Miyazaki, S. and Ishida, A. (1999). "Martensitic transformation and shape memory behavior in sputter-deposited TiNi-base thin films." *Materials Science and Engineering A273–275*, PP. 106–133.
  - 6 - Wu, S. K. and Lin, H. C. (2000). "Recent development of TiNi-based shape memory alloys in Taiwan." *Materials Chemistry and Physics* 64, PP. 81–92.
  - 7 - Sadrnezhad, S. K. and Lashkari, O. (2006). "Property change during fixtured sintering of NiTi memory alloy." *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 21, PP. 87-96.
  - 8 - Gyobu, A., Kawamura, Y., Horikawa, H. and Saburi, T. (1999). "Martensitic transformation and two-way shape memory effect of sputter-deposited Ni-rich Ti–Ni alloy films." *Materials Science and Engineering A273–275*, PP. 749–753.
  - 9 - Khalil Allafi, J., Ren, X. and Eggeler, G. (2002). "The mechanism of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich NiTi shape memory alloys." *Acta Materialia* 50, PP. 793–803.
  - 10 - Carroll, M. C., Somsen, Ch. And Eggeler, G. (2004). "Multiple-step martensitic transformations in Ni-rich NiTi shape memory alloys." *Scripta Materialia* 50, PP. 187–192.
  - 11 - Tan, L. and Crone, W. C. (2004). "In situ TEM observation of two-step martensitic transformation in aged NiTi shape memory alloy." *Scripta Materialia* 50, PP. 819–823.
  - 12 - Wang, Z. G., Zu, X. T., Zhu, S. and Wang, L. M. (2005). "Temperature memory effect induced by incomplete transformation in TiNi shape memory alloy." *Materials Letters* 59, PP. 491-494.
  - 13 - Wang, Z. G., Zu, X. T. and Fu, Y. Q. (2005). "Study of incomplete transformations of near equiatomic TiNi shape memory alloys by DSC methods." *Materials Science and Engineering A*, Vol. 390, PP. 400-403.
  - 14 - Wang, Z. G., Zu, X. T., Feng, X. D., Mo, H. Q. and Zhou, J. M. (2004). "Calorimetric study of multiple-step transformation in TiNi shape memory alloy with partial transformation cycle." *Materials Letters*, Vol. 58, PP. 3141– 3144.
  - 15 - Cai, W., Murakami, Y. and Otsuka, K. (1999). "Study of R-phase transformation in a Ti–50.7at%Ni alloy by in-situ transmission electron microscopy observations." *Materials Science and Engineering A273–275*, PP. 186–189.
  - 16 - Uchil, J., Mahesh, K. K. and Ganesh Kumara, K. (2002). "Electrical resistivity and strain recovery studies on the effect of thermal cycling under constant stress on R-phase in NiTi shape memory alloy." *Physica B* 324, PP. 419–428.
  - 17 - Stroz, D. (2002). "Studies of the R-phase transformation in a Ti–51at.%Ni alloy by transmission electron microscopy." *Scripta Materialia* 47, PP. 363–369.
  - 18 - Kim, J. I., Liu, Y. and Miyazaki, S. (2004). "Ageing-induced two-stage R-phase transformation in Ti–50.9at. %Ni." *Acta Materialia*, 52, PP. 487–499.
  - 19 - Zel'dovich, V. I., Sobyana, G. A. and Poshin, V. G. (1997). "Bimodal size distribution of Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub> particles and martensitic transformation in slowly cooled Nickel-Rich Ti-Ni alloys." *Scripta Materialia*, Vol. 37, No. 1, PP. 79-84.
  - 20 - Stróz, D. (2003). "TEM studies of the R-phase transformation in a NiTi shape memory alloy after thermo-
-

mechanical treatment." *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 9807, PP. 1-3.

21 - Zarandi, F. M. H. and Sadrnezhaad, K. (1997). "Thermomechanical study in combustion synthesized Ti-Ni shape memory alloy." *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 12, No. 6, PP. 1093-1105.

22 - Wang, Z. G., Zu, X. T., Feng, X. D., Zhu, S., Zhou, J. M. and Wang, L. M. (2004). "Annealing-induced evolution of transformation characteristics in TiNi shape memory alloys." *Physica B*, Vol. 353, PP. 9-14.

### واژه های انگلیسی به ترتیب استفاده در متن

- 1- Biocompatibility
- 2 - Biofunctionability
- 3 - Polymorphic
- 4 - Isotrope
- 5 - Domain
- 6 - Self-Accommodation