

## اثر پیری بر رفتار حافظه‌داری و مقاومت الکتریکی آلیاژ $Ni_{0.9}Ti_{0.1}$ برای استفاده در عملگرهای پزشکی از طریق سنجش مقاومت الکتریکی

ناهید حسن‌زاده نعمتی<sup>۱</sup>، سیدخطیب‌الاسلام صدرنژاد<sup>۲</sup>، شایگان ریاضتی<sup>۳</sup>

فیروزه سواد کوهی<sup>۴</sup> ریحانه میرصادقی<sup>۴</sup>

۱- دانشجوی دکتری، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، دانشکده مهندسی پزشکی

۲- استاد، دانشگاه صنعتی شریف و پژوهشگاه مواد و انرژی

۳- کارشناس ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب

۴- کارشناس، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات

hasanzadeh@srbiau.ac.ir

### چکیده

پیرسازی از جمله فرآیندهای عملیات حرارتی است که برای ایجاد خاصیت حافظه‌داری دو طرفه قطعات ساخته شده از آلیاژ NiTi مورد استفاده قرار گرفته‌است. اثر این فرآیند بر دماهای استحاله فازی با روش‌های متفاوتی قابل بررسی است. سنجش مقاومت الکتریکی از جمله این روش‌ها است. در این تحقیق رفتار حافظه‌داری آلیاژ غنی از نیکل قبل و بعد از آنیل شدن در دمای  $1000^{\circ}C$  به مدت ۱h با استفاده از این آزمون مورد مطالعه قرار گرفت. سنجش مقاومت الکتریکی برای نمونه‌های سیمی که بعد از آنیل انحلالی در دماهای متفاوتی پیر شده بودند نیز انجام گرفت. آزمایش‌ها نشان داد پیری باعث شده‌است تا آلیاژ به صورت دو طرفه حافظه‌دار شده و در دماهای مناسب شکل ایجاد شده را بازیابی نماید که این خاصیت برای ساخت عملگرهای پزشکی می‌تواند مورد توجه قرار گیرد. دمای پیری مناسب می‌تواند به بهینه‌سازی جریان و ولتاژ اعمال شده به آلیاژ برای فعال‌سازی آن بیانجامد.

واژه‌های کلیدی: پیری، حافظه‌داری، مقاومت الکتریکی، دمای استحاله فازی، NiTi

## ۱- مقدمه

آلیاژهای NiTi با درصد اتمی تقریباً یکسان از نیکل و تیتانیم، مشهور به نایتینول، به دلیل مقاومت به خوردگی مناسب در محیط فیزیولوژیکی بدن و نیز رفتار منحصر بفرد سوپرالاستیکی در مقایسه با سایر بیومواد فلزی مانند فولاد زنگ نزن آهنگ رو به رشدی برای کاربرد در پزشکی پیدا کرده‌اند [۱]. معروف‌ترین کاربردهای پزشکی این آلیاژ از نوع ماکروسکوپی سیم‌های ارتودنسی [۲]، میخ داخل مغزی [۳]، سیم راهنما در آندوسکوپی [۴]، ماهیچه مصنوعی [۵]، فیلترهای لخته خون و استنت در سیستم‌های قلبی و عروقی [۱] و بست ارتوپدی [۶] است که قدمت بیش از چند دهه دارد.

آلیاژهای NiTi که جز گروه آلیاژهای حافظه‌دار (SMA) می‌باشند از دو خاصیت حافظه‌داری و سوپرالاستیسیته برخوردارند که متفاوت از هم هستند [۷]. حافظه‌داری به استحاله فازی ترموالاستیک برگشت‌پذیری اطلاق می‌گردد که طی آن فاز آستنیت (A) با ساختار کریستالی CsCl و پایدار در دمای بالا به فاز مارتنزیت (M) با ساختار کریستالی مونوکلینیک پایدار در دمای پایین تبدیل می‌شود. گاهی اوقات علاوه بر فازهای آستنیت و مارتنزیت در بعضی از ترکیبات آلیاژی و بعد از فرآیندهای عملیات حرارتی و ساخت، فاز میانه‌ای به نام فاز R ایجاد می‌گردد که ساختار کریستالی رمبهدرال دارد. فاز A در این آلیاژها با کاهش دما ابتدا به فاز R و سپس به فاز M تبدیل می‌شود. تبدیل فازهای کریستالی در آلیاژی که خاصیت سوپرالاستیسیته دارد بر خلاف اثر حافظه‌داری در اثر تغییر دما رخ نمی‌دهد. بلکه این ویژگی باعث می‌شود تا آلیاژهای سوپرالاستیک NiTi در اثر باربرداری در یک دمای خاص شکل اولیه خود را بازیابی نمایند. این خاصیت مربوط به یک مکانیزم برگشت‌پذیر تغییر شکل ریزساختار می‌باشد که طی آن فاز A به فاز مارتنزیت نوع SIM (مارتنزیت القا شده توسط تنش) تغییر حالت می‌دهد [۸]. آلیاژهای سوپرالاستیک NiTi قابل استفاده در پزشکی معمولاً

از آلیاژهای غنی از نیکل ساخته می‌شوند و شکل نهایی محصول تحت عملیات حرارتی معینی مانند پیرسازی قرار می‌گیرد تا در دمای بدن به صورت بهینه رفتار کند [۱]. هر دو خاصیت ذکر شده تحت تاثیر و حساس به عواملی مانند ترکیب آلیاژ، حضور ناخالصی‌ها، چگونگی عملیات ترمومکانیکی، پیرسازی و نیز همگن و غیرهمگن بودن ترکیب می‌باشد [۷ و ۹]. بررسی عامل پیری از طریق سنجش مقاومت الکتریکی هدف این پژوهش است.

اثر پیری و مطالعه حضور فاز R در مصارفی مانند عملگرهای حرارتی (Thermal actuators) که یکی دیگر از کاربردهای آلیاژهای حافظه‌دار NiTi می‌باشد [۱۰] حائز اهمیت است. میکروپمپ‌ها (Micropumps)، میکرودریچه‌ها (Microvalves)، میکروگیرها (Microgrippers) و میکرولفافه‌ها (Microwrappers) از جمله ریزعملگرهایی هستند که در دسته سیستم‌های میکروالکترومکانیکی زیستی (Bio-MEMs) قرار دارند [۱۱]. این ریزعملگرها نامزدهای مناسبی برای کاربردهای پزشکی مانند جراحی غیر تهاجمی، رهایش دارو، مهندسی بافت و تشخیص طبی می‌باشند [۱۲].

مطالعات نشان داده است که استحاله فاز R که همراه با اعوجاج شبکه کریستالی است همراه با خواص حافظه‌داری و سوپرالاستیسیته می‌باشد. تفاوت آن با استحاله مارتنزیتی این است که میزان کرنش قابل بازیابی حدود ۳٪ می‌باشد این در حالیست که در استحاله مارتنزیتی این میزان به ۱۰٪ هم افزایش می‌یابد [۱۳]. هنگامیکه اثر حافظه‌داری در مصارف پزشکی مد نظر است، پایداری این اثر در بارگذاری‌های سیکلی (عمر خستگی) اهمیت زیادی پیدا می‌کند. نتایج حاصل از تحقیق [۱۴] نشان داده‌است که عمر خستگی فاز R در مقایسه با فاز M بسیار خوب می‌باشد.

استحاله‌های فازی را می‌توان با روش‌های مختلفی مانند کالریمتری روبشی تفریقی (DSC) [۸ و ۱۵]، اندازه‌گیری اصطکاک درونی [۱۶]، حساسیت مغناطیسی [۱۷]، و توان ترموالکتریکی [۱۸] مورد بررسی قرار داد. این روش‌ها به‌ویژه برای به‌دست آوردن دماهای  $M_s$  (شروع استحاله مارتنزیتی)،  $M_f$  (اتمام استحاله مارتنزیتی)،  $A_s$  (شروع استحاله آستنیتی)،  $A_f$  (اتمام استحاله آستنیتی) کاربرد دارند. سنجش مقاومت الکتریکی [۲۳-۱۹ و ۸] نیز از جمله تکنیک‌هایی است که در شناسایی دماهای شروع و اتمام استحاله‌های فازی مورد استفاده قرار می‌گیرد. مطالعات نشان داده‌است که این تکنیک یکی از دقیق‌ترین و بهترین روش‌ها برای شناسایی استحاله‌های فازی انجام شده در اثر حرارت و هم در اثر القا تنش می‌باشد [۲۳-۱۹ و ۸].

تفاوت بین مقاومت الکتریکی آلیاژهای حافظه‌دار ناشی از حضور درصدهای مختلف حجمی آستنیت و مارتنزیت است. مقاومت الکتریکی تابعی از دما است لذا خاصیت مناسبی است که می‌توان از روی تغییر آن دماهای استحاله را سنجید [۲۳-۱۹ و ۸]. تحقیقات نشان داده که مقاومت الکتریکی آلیاژ NiTi وقتی فاز M به فاز A تبدیل می‌شود افزایش و در فرآیند معکوس کاهش می‌یابد. با توجه به این که تشکیل فاز R با افزایش مقاومت الکتریکی همراه است، شناسایی این فاز و همین‌طور دماهای شروع و پایان تشکیل فاز R با استفاده از این تکنیک امری قابل دستیابی است [۲۰ و ۸]. شناسایی فاز R با استفاده از روش سنجش مقاومت الکتریکی و بهینه‌سازی دمای شروع و اتمام استحاله فاز R در اثر عملیات حرارتی پیرسازی در این تحقیق مورد بررسی قرار گرفته‌است.

## ۲- روش تحقیق

نمونه‌های سوپرالاستیک NiTi از سیم‌های ارتودنسی (با سطح مقطع  $0.17 \times 0.25 \text{ in}^2$ ) ساخت شرکت MIB فرانسه انتخاب گردید. نمونه‌های صاف تهیه شده از سیم‌ها در آمپول

کوارتزی با خلاء  $10^{-6}$  torr جای گرفت و در کوره حاوی اتمسفر معمولی در دمای  $1000^{\circ}C$  به مدت ۱h آنیل شده در آب سرد گردید. نمونه‌هایی از آلیاژ آنیل شده داخل قالب تهیه شده در دماهای  $350^{\circ}C$ ،  $400^{\circ}C$ ،  $450^{\circ}C$  و  $500^{\circ}C$  به مدت 4h در کوره پیر گردیده، در آب سرد شد. قالب فولادی از سنبه و ماتریسی به شعاع انحنا  $18mm$  تشکیل یافته بود که به سیم کرنش در حدود ۲٪ اعمال می‌نمود. این قالب توسط فویل آلومینیومی پوشانده شد تا از میزان اکسیژن جذب شده در آلیاژ کاسته گردد.

طیف DSC از سیم خام توسط دستگاه DSC-NETSCHE ساخت آلمان با سرعت سرد و گرم کردن  $10^{\circ}C/min$  تهیه گردید.

مقاومت الکتریکی سیم‌ها نیز با استفاده از یک دستگاه میکرو اهم متر اندازه‌گیری شد. نمودارهای مقاومت الکتریکی/دما برای هر نمونه با وارد نمودن اطلاعاتی مانند سطح مقطع سیم (A) و طول آن (L) با استفاده از دستگاه مذکور رسم گردید. برای این منظور ابتدا سیم داخل محفظه شیشه‌ای دستگاه قرار داده شد و سپس با اعمال جریان (I) اختلاف ولتاژ بین دو سر سیم (V) اندازه گرفته شد تا با استفاده از نرم‌افزار متصل به دستگاه در هر دما مقاومت الکتریکی ( $\rho$ ) نمونه‌های سیمی از رابطه (۱) حاصل شود:

$$\rho = (V/I)(A/L) \quad (1)$$

محفظه شیشه‌ای حاوی نمونه برای رسیدن به دماهای بالا داخل بشر آب با استفاده از دستگاه گرما دهنده (هیتر) حرارت می‌دید و برای کاهش دمای نمونه به دماهای کمتر از دمای محیط از نیتروژن مایع استفاده گردید. نمونه ابتدا از درجه حرارت محیط تا دمای  $80^{\circ}C$  - سرد و سپس تا  $80^{\circ}C$  گرم و در مرحله سرد کردن تا دمای  $80^{\circ}C$  - سرد گردید.

تصویر میکروسکوپی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی SEM مدل VEGA/TESCAN تهیه شد.

## ۳- نتایج و بحث

مقاومت الکتریکی سیم سوپرالاستیک خریداری شده به صورت خام و آنیل شده در محدوده دمایی  $80^{\circ}\text{C}$  تا  $-80^{\circ}\text{C}$  به صورت رفت و برگشت اندازه گیری شد. نتایج به صورت دو منحنی (سیکل سرد کردن و سیکل گرم کردن) بر حسب تابعی از دما در شکل (۱) آورده شده است. تعیین دماهای شروع و اتمام تشکیل هر سه فاز  $M$ ،  $A$  و  $R$  در هر دو سیکل با استفاده از منحنی مقاومت الکتریکی/دما امکان پذیر است. زیرا که مقاومت الکتریکی آلیاژ با بالا رفتن دما افزایش می یابد که هنگام استحاله  $A$  از  $M$  کاهش می یابد. همینطور با کاهش دما مقاومت الکتریکی کم شده و حین تبدیل فاز  $A$  به فاز  $M$  تغییر شیب پیدا می کند. حال اگر در حین سرد کردن استحاله فاز میانه  $R$  از  $A$  رخ دهد مقاومت الکتریکی آلیاژ افزایش خواهد یافت [۲۴]. دماهای استحاله را می توان با رسم خطوط مماس بر منحنی های همجوار با شیب های مختلف و پیدا نمودن محل تقاطع آنها تعیین نمود. نوع فازهای موجود در ساختار آلیاژ و میزان حضور آنها در دماهای مختلف نیز از طریق منحنی مقاومت الکتریکی/دما و با استفاده از معادلات ریاضی [۸] قابل دستیابی است.

مقادیر بدست آمده از شکل (۱) در جدول (۱) گزارش گردیده است. ساختار آلیاژ اولیه در دماهای کمتر از  $36^{\circ}\text{C}$  کاملاً مارتنزیتی است اما با افزایش دما فاز میانه  $R$  و سپس آستنیت در ساختار آلیاژ ظاهر می گردد. ظهور فاز  $R$  در نمودار مقاومت الکتریکی/دما را می توان از روی تغییر شیب نمودار و ایجاد شکل کلاه مانند تشخیص داد. آنیل کردن نمونه یا همگن سازی ریزساختار حضور فاز میانه را در سیکل سرد کردن کم رنگ تر می کند [۲۵] لذا شناسایی فاز  $R$  و دماهای شروع و اتمام استحاله آن در طیف DSC آلیاژ آنیل شده مشکل و تقریباً غیرممکن به نظر می رسد. روش سنجش مقاومت الکتریکی در مواردی که DSC ناکارآمد می باشد به ویژه در شناسایی فاز  $R$  دقیق تر عمل می کند.

به‌دست آوردن ترکیب آلیاژ به وسیله طیف DSC از روی مقدار  $M_p$  (دمای پیک مارتنزیت) و  $H_M$  (آنتالپی تشکیل مارتنزیت) امکان‌پذیر است. این مقادیر برای آلیاژ خام به ترتیب در حدود  $19/15 \text{ J/g}$  و  $14/2^\circ\text{C}$  می‌باشد (شکل ۲). مقایسه نتایج ثبت شده در نمودارهای اشکال (۳-۳) و (الف) و (۳-ب)، مقادیر  $M_p$  و  $H_M$  حاصله و آزمون EDAX نشان‌دهنده این است که ترکیب آلیاژ به‌صورت  $\text{Ni}_{0.9}\text{Ti}_{0.1}$  می‌باشد. همان‌طور که محققان متعددی نیز اشاره داشته‌اند و در نمودارهای حاصله از روش سنجش مقاومت الکتریکی نیز مشاهده می‌نمایند منحنی سرد کردن آلیاژ غنی از نیکل که حاوی رسوبات غنی از نیکل می‌باشد به‌صورت دو مرحله‌ای است یعنی اینکه فاز میانه R در بین راه استحاله مارتنزیت از آستنیت تشکیل می‌شود. نتایج حاصل از EDAX و تصویر میکروسکوپی گرفته شده از آلیاژ حضور رسوبات غنی از نیکل را در زمینه آلیاژ تایید می‌کند شکل (۴). این رسوبات تشکیل فاز R را تسهیل می‌کند.

دماهای به‌دست آمده از روش سنجش مقاومت الکتریکی آلیاژ در تجزیه و تحلیل فرآیندهایی مثل پیری و اثرات آن بر حضور فاز میانه R نیز مفید می‌باشد. بدین منظور نمودارهای مقاومت الکتریکی/دما نمونه‌های آلیاژی که بعد از گذراندن یک مرحله آنیل انحلالی در دمای  $1000^\circ\text{C}$  و زمان ۱h، در دماهای  $350^\circ\text{C}$ ،  $400^\circ\text{C}$ ،  $450^\circ\text{C}$  و  $500^\circ\text{C}$  به مدت ۴ ساعت پیر شده‌اند به ترتیب در شکل (۵) با حروف (الف) تا (د) آورده شده‌است. دماهای شروع و پایان استحاله‌های فازی مختلف برای دماهای مختلف پیری در جدول (۲) ذکر شده‌است. پیر کردن آلیاژ دماهای استحاله را افزایش داده‌است. این دماها با افزایش دمای پیری تا  $450^\circ\text{C}$  روند صعودی دارد چرا که در این دماها رسوبات غنی از نیکل رشد کرده باعث فقیر شدن زمینه آلیاژ از نیکل و غنای آن نسبت به تیتانیم می‌گردد لذا دماهای استحاله افزایش می‌یابد. اما همان‌طور که در شکل (۶) نمایان است دماهای استحاله با افزایش دمای پیری به  $500^\circ\text{C}$  کاهش پیدا کرده‌است. همچنین فاز R در سیکل گرم کردن وجود ندارد.

حضور عیوب کریستالی مانند نابجاییها می تواند باعث تسهیل حضور فاز R گردد. با افزایش دمای پیری دانسیته نابجایی ها کاهش می یابد. علت محو فاز R می تواند در اثر حذف تنش داخلی در اثر تبلور مجدد دانه ها (رسوبات غنی از نیکل) باشد. این فاز ترجیحا در مناطق با تمرکز تنش داخلی جوانه زنی می کند. با افزایش دمای پیری، تراکم نابجایی ها و در نتیجه تنش داخلی کاهش می یابد [۲۷].

فازهای مختلف موجود در سیم های پیر شده مقاومت الکتریکی متفاوت دارند و همان طور که قبلا نیز اشاره گردیده است روش سنجش مقاومت الکتریکی بر این اساس عمل می کند. از بین دماهای اتمام استحاله های فازی بیشترین مقاومت الکتریکی متعلق به  $R'_f$  [۸] و کمترین آن متعلق به  $A_f$  می باشد. مقادیر مقاومت ها و صدق این مساله در شکل (۷) نشان داده شده است. مقاومت الکتریکی سیم ها در دماهای شروع و پایان استحاله های مختلف فازی در شکل (۸) با هم مقایسه شده است. مقاومت الکتریکی فازهای مختلف سیم ها با حرارت دادن نمونه ها و افزایش دمای پیری روند نزولی داشته است. این روند با افزایش دمای پیری از  $450^{\circ}\text{C}$  به  $500^{\circ}\text{C}$  معکوس شده است.

حافظه داری دو طرفه آلیاژ که یکی از خصوصیات لازمه آلیاژ برای کاربرد در ساخت عملگرهای پزشکی است در سیم ها بعد از پیرسازی مشاهده گردید. سیم ها در دمای کمتر از  $M_f$  به شکل خمیده است و با افزایش دما به حدود  $A_f$  به شکل صاف در می آید و با سرد شدن در حدود  $R_f$  به دلیل کرنش پایین تر از ۳٪ به شکل خمیده در می آید شکل (۹). این خصوصیات می تواند برای ساخت ریزگیره های پزشکی و سایر عملگرهای پزشکی مورد استفاده قرار گیرد. با پیرکردن آلیاژ  $\text{Ni}_{0.7}\text{Ti}_{0.3}$  در دمای  $450^{\circ}\text{C}$  به مدت ۴h به دماهای مناسب و سازگار با این کاربرد،  $A_f$  و  $R_f$ ، که به ترتیب برابر با ۴۳ و ۲۹ درجه سانتی گراد می باشد دست پیدا نمود. لازم به ذکر است برای جلوگیری از سوختن احتمالی بافت های اطراف در دمای بالاتر از  $42^{\circ}\text{C}$  می توان از روکش های عایق استفاده نمود.



## ۴- نتیجه‌گیری

مقاومت الکتریکی فازهای مختلف سیم‌ها با حرارت دادن نمونه‌ها و افزایش دمای پیری روند نزولی داشته‌است. این روند با افزایش دمای پیری از  $450^{\circ}C$  به  $500^{\circ}C$  معکوس شده‌است. پیر کردن آلیاژ باعث گردیده‌است تا دماهای تغییر حالت افزایش پیدا کرده و در دمای پیری  $450^{\circ}C$  برای ساخت عملگرهای پزشکی مناسب گردد. حافظه‌داری دو طرفه نیز در اثر فرآیند پیرسازی در سیم‌های سوپرالاستیک تحت آزمایش ایجاد گردیده‌است که در مصارف پزشکی مانند گیره‌ها ضروری است.

## ۵- مراجع

- [1] Favier D., Liu, Y., Orgeas, L., Sandel, A., Debove, L., Comte-Gaz, P.; Influence of Thermomechanical Processing on the Superelastic Properties of a Ni-rich Nitinol Shape Memory Alloy; *Materials Science and Engineering A* 2006; 429: 130-136.
- [2] Iijima M., Ohno H., Kawashima I., Endo K. and Misoguchi I.; Mechanical Behavior at Different Temperatures and Stresses for Superelastic Nickel-Titanium Orthodontic Wires Having Different Transformation Temperatures; *Dental Materials* 2002; 18: 88-93.
- [3] Kugala S., Ryhanen J., Jamsa T., Danilov A., Saaranen J., Pramila A. and Tuukkanen J.; Bone Modeling Controlled by a Ni-Ti Shape Memory Alloy Intramedullary Nail; *Biomaterials* 2002; 23: 2535-2543.
- [4] M. Takashi, M. Toshiaki, W. Yushiyuki, K. Seiya, H. Youichi and E. Masayoshi, "An Active Guide Wire with Shape Memory Alloy Bending Actuator Fabricated by Room Temperature Process", *Sensors and Actuators A*, Vol. 97-98, pp. 632-637, 2002.
- [5] Koray K., George G. and Adams S.; Modeling and simulation of an artificial muscle and its application to biomimetic robot posture control; *Robotics and Autonomous Systems* 2002; 41: 225-243.
- [۶] س.خ. صدر نژاد، س. ت. نعیمی، م. فتحی، ن. حسن زاده نعمتی، "تاثير زاويه خم شدگی بر عملکرد بست‌های حافظه دار در کاربردهای پزشکی"، مجموعه مقالات هشتمین کنگره مهندسی متالورژی، مهر ماه ۱۳۸۳.
- [7] Yeung K.W.K., Cheung K.M.C., Lu W.W., Chung C.Y.; Optimization of Thermal Treatment Parameters to Alter Austenite Phase

- Transition Temperature of NiTi Alloy for Medical Implant; *Materials Science and Engineering A* 2004;383:213-218.
- [8] Antonucci V.,Faiella G.,Giordano M.,Mennella F., Nicolais L.;Electrical Resistivity Study and Characterization during NiTi Phase Transformations; *Thermochimica Acta* 2007; 462:64-69.
- [9] Khalil-Allafi j.,Eggeler G.,Dlouhy A.,Schmahl W.W., Somsen Ch.;On the Influence of Heterogeneous Precipitation on Martensitic Transformations in a Ni-rich NiTi Shape Memory Alloy;*Materials Science and Engineering A* 2004; 378:148-151.
- [10] Otsuka K.;Introduction to The R-Phase Transition;
- [11] Fu Y., Du H. , Huang W., Zhang S., Hu M.;TiNi-based thin films in MEMs applications: a review; *Sensors and Actuators A*2004;112: 395–408.
- [12] Nah S.K. and Zhong Z.W.;A microgripper using piezoelectric actuation for micro-object manipulation;*Sensors and Actuators A: Physical* 2007; 133(1): 218 - 224.
- [13] Ling H.C.,Kaplow R.,*Met.Trans.A* 1981; 11:77 cited by Otsuka K.;Introduction to The R-Phase Transition;
- [14] Tamura H.,Suzuki Y.,Todoroki T.,*Proc.ICOMAT-86 at Nara*,p:736,1986 cited by Otsuka K.;Introduction to The R-Phase Transition;
- [15] Liu N.,Hung W.M.;DSC Study on Temperature Memory Effect of NiTi Shape Memory Alloy;*Trans.Nonferrous Met.Soc.China*2006;16:s37-s41.
- [16] Stronz D., Bojarski Z., Ilczuk J., Lekston Z., Morawiec H.;*Mater. Sci.*1991;26:1741.sited by Antonucci V.,Faiella G.,Giordano M.,Mennella F.,Nicolais L.;Electrical Resistivity Study and Characterization during NiTi Phase Transformations; *Thermochimica Acta* 2007; 462:64-69.
- [17] Todoroki ,T., Tamura, H.; *Trans. Jpn. Inst. Met.*1987; 28 (2):83–84 cited by Antonucci V.,Faiella G.,Giordano M.,Mennella F.,Nicolais L.;Electrical Resistivity Study and Characterization during NiTi Phase Transformations; *Thermochimica Acta* 2007; 462:64-69.
- [18] Wu ,X., Wu, J., Weng, Z.; *Sand Struct.*1999; 8 : 575–578 cited by Antonucci V.,Faiella G.,Giordano M.,Mennella F.,Nicolais L.;Electrical Resistivity Study and Characterization during NiTi Phase Transformations; *Thermochimica Acta* 2007; 462:64-69.
- [19] Uchil J., Mahesh K.K.,Ganesh Kumara K.; 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* 2002; 324 :419–428.
- [20] Matsumoto H.; Irreversibility in transformation behavior of equiatomic nickel–titanium alloy by electrical resistivity measurement; *Journal of Alloys and Compounds* 2004; 368 :182–186.

[21] Uchil J., Mahesh K.K., Ganesh Kumara K.; Effect of thermal cycling on R-phase stability in a NiTi shape memory alloy; *Materials Science and Engineering A* 2002; 332: 25–28.

[22] Matsumoto H.; Electrical resistivity of NiTi with high transformation temperature; *Journal of Alloys and Compounds* 2004; 370:244–248.

[23] Novák V., Sittner P., Dayananda G.N., Braz-Fernandes F.M., Mahesh K.K.; Electric resistance variation of NiTi shape memory alloy wires in thermomechanical tests: Experiments and simulation; *Materials Science and Engineering A* 2008;481-482:127-133.

[۲۴] حسن‌زاده نعمتی، ن.، صدرنژاد، س.خ.، ریاضتی، شایگان؛ اثر همگن‌سازی بر ریزساختار و خواص حافظه‌داری آلیاژ نیکل-تیتانیم؛ همایش ملی مواد نو؛ پژوهشگاه مواد و انرژی، خرداد ۱۳۸۷.

[25] Uchil J., Braz Fernandes F.M., Mahesh K.K.; X-ray Diffraction Study of the Phase Transformations in NiTi Shape Memory Alloy", *Materials Characterization* 2007;58:243-248.

#### ۶- جدول‌ها

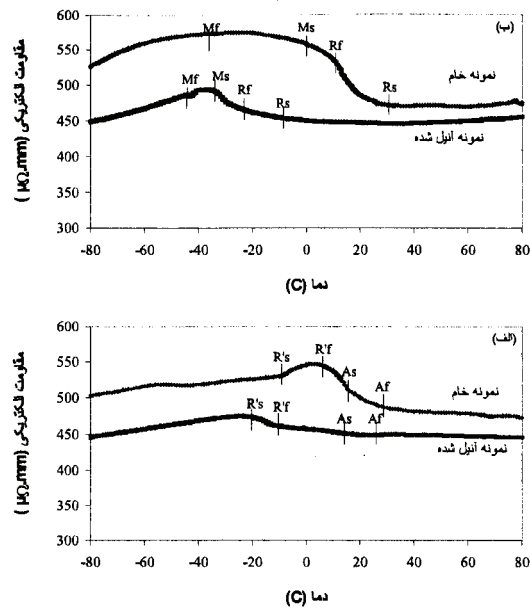
جدول ۱: دماهای استحاله آلیاژهای خام و آنیل شده

ماده	$M_f$	$M_s$	$R_s$	$R_f$	$A_f$	$A_s$	$R'_s$	$R'_f$
سیم خام	-۳۶	۰	۳۰	۱۰	۲۹	۱۷	-۹	۷
سیم آنیل شده	-۴۵	-۳۴	-۲۳	-۱۰	۲۶	۱۴	-۲۰	-۱۰

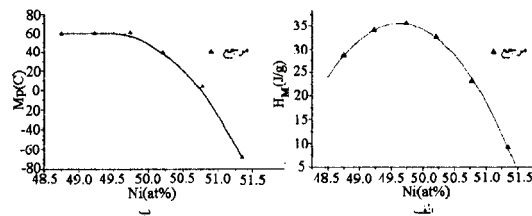
جدول ۲: دماهای استحاله برای چهار نمونه سیم پیر شده بر حسب درجه سانتی‌گراد

دمای پیر شدن ( $^{\circ}C$ )	$M_f$	$M_s$	$R_f$	$R_s$	$R'_s$	$R'_f$	$A_s$	$A_f$
۳۵۰	-۷۴	-۵۶	۲۲	۲۸	-۲۷	-۱۷	۱۵	۲۶
۴۰۰	-۴۴	-۱۸	۲۸	۴۰	-۳	۱۱	۲۸	۳۵
۴۵۰	-۴۲	-۱۴	۲۹	۴۲	۱۲	۲۱	۳۰	۴۳
۵۰۰	-۴۸	-۳۸	-۲	۱۲	-	-	۳۳	۳۹

## ۷- شکل‌ها



شکل ۱: نمودار مقاومت الکتریکی/دمای سیم اولیه و سیم آنیل شده:  
 (الف) سیکل گرم کردن؛ (ب) سیکل سرد کردن



شکل ۲: (الف) میزان  $H_m$  بر حسب میزان نیکل [۲۴]؛ (ب) میزان  $M_p$  بر حسب میزان نیکل آلیاژ [۲۵]

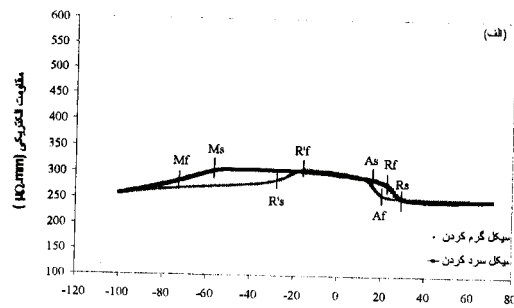


الف



ب

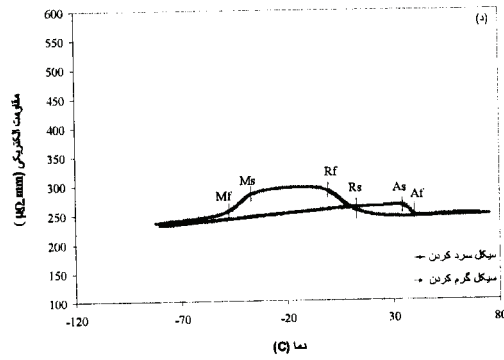
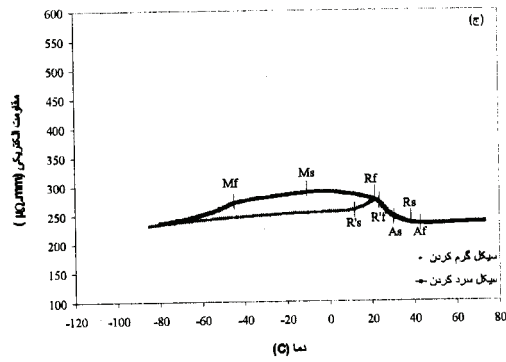
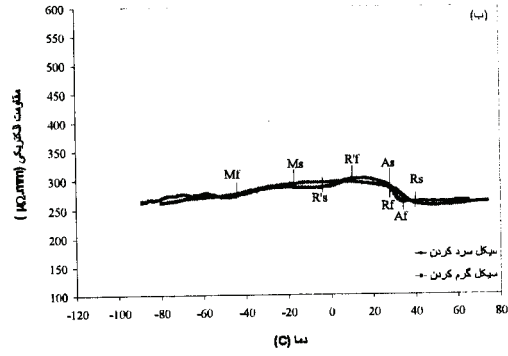
شکل ۳: تصویر میکروسکوپ الکترونی روشی (SEM) از آلیاژ اولیه: (الف) بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر؛ (ب) بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ برابر (تهیه شده در دمای  $25^{\circ}C$ )



ادامه شکل در صفحه بعد

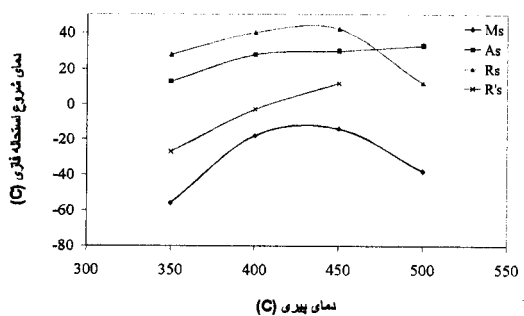
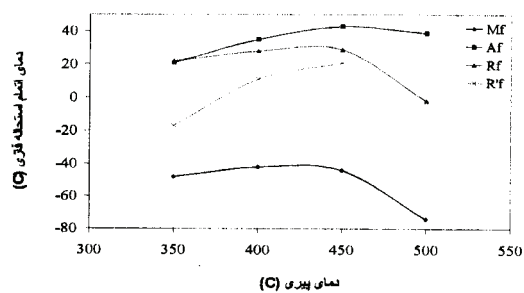
(ب)

ادامه شکل از صفحه قبل

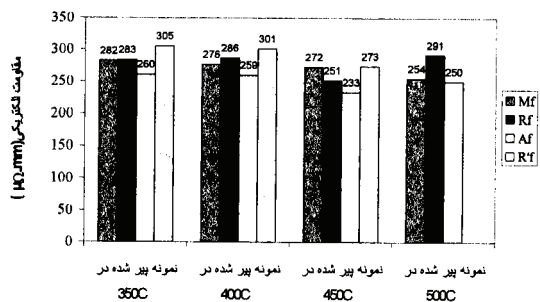


شکل ۴: نمودار مقاومت الکتریکی/دمای سیم‌های پیر شده به مدت ۴h در دمای:

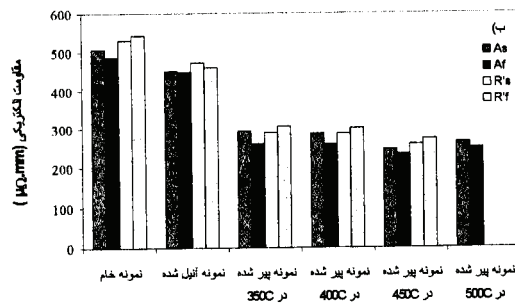
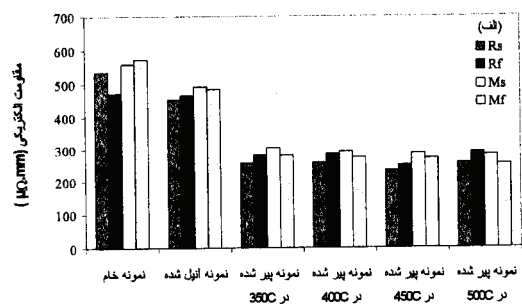
(الف) ۳۵۰ °C، (ب) ۴۰۰ °C، (ج) ۴۵۰ °C و (د) ۵۰۰ °C



شکل ۵: منحنی‌های دماهای شروع و اتمام استحاله‌های فازي بر حسب دماهای پیری مختلف

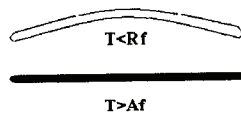


شکل ۶: نمودار ستونی مقاومت الکتریکی اتمام استحاله‌های فازي بر حسب دماهای پیری مختلف



شکل ۷: نمودار ستونی مقاومت الکتریکی دماهای استحاله‌های فازي:

(الف) سیکل سرد کردن، (ب) سیکل گرم کردن



شکل ۸: شکل سیم در دماهای مختلف