

بررسی خواص مکانیکی آلیاژ حافظه دار نایتینول متخلخل تولید شده به روش متالورژی پودر

سروش پرویزی^۱، حمیدرضا حفظی بور^۲، سید خطیب الاسلام صدرزاده^۳
علی سنگ قلعه^۴، مجید عباسی قرچه^۵، پدرام مهدیزاده تهرانی^۶

چکیده

آلیاژهای حافظه دار به دلیل خواص ویژه و بالقوه ای که دارند، به عنوان موادی نو در کاربردهای مهندسی مانند محركهای روبوتیک، کامپوزیت های حافظه دار و ایمپلنت های پزشکی مورد استفاده قرار گرفته است. تولید آلیاژ نایتینول با ترکیب شیمیایی دقیق و بدون آسودگی های مضر از مشکلات مهم در ساخت این آلیاژها به روش ریخته گری به شمار می رود. متالورژی پودر به عنوان یک روش مناسب برای ساخت و تولید آلیاژ نایتینول مورد توجه محققین قرار گرفته است. در این پژوهش از فرآیند پرس گرم که نقش مهمی در بهبود استحکام و تغییرات ابعادی قطعات دارد استفاده شد. همچنین با توجه به نتایج آزمایش های چگالی سنجی، بعد سنجی، سختی سنجی، آزمون پانچ برشی و آنالیز فازی XRD، اثر پارامترهای مؤثر بر فرآیند شکل دهنی و تفجوشی نمونه ها مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که شرایط بهینه برای تولید آلیاژ متخلخل نایتینول (تخلخل ۳۰٪) با کمترین ترکیبات ناخواسته، قطعه پرس شده به روش گرم (دمای ۱۲۰ °C فشار ۵۰۰ MPa) و تفجوشی در دمای ۹۸۰ °C و زمان ۴ ساعت با استحکام کششی ۱۴۷ MPa است. کلمات کلیدی: آلیاژهای حافظه دار، آلی نایتینول متخلخل، متالورژی پودر، پرس گرم، آزمون پانچ برشی

مقدمه

آلیاژهای حافظه دار مواد تقریباً جدیدی هستند که دارای خواصی مانند حافظه داری، سوپر الاستیسیته و میرایی بالا هستند. از مهم ترین آلیاژهایی که رفتار حافظه داری از خود نشان می دهند می توان به NiTi اشاره کرد که با نام نایتینول شناخته می شود. خاصیت حافظه داری این ترکیب به گونه ای است که تا ۸ درصد کرنش پلاستیک را بازیابی می کند. رفتار حافظه داری نایتینول ناشی از استحکام مارنژیتی است. معمولاً آلیاژهای NiTi دارای ترکیبات Ti_2Ni و Ti_3Ni_3 نیز هستند و مقاومت خوردگی، استحکام خستگی و چرمهگی مناسبی دارند، بنابراین کاربردهای فراوانی در صنایع نظامی و پزشکی یافته اند.^(۱-۳). ریخته گری و متالورژی پودر، مهم ترین روش های ساخت این آلیاژها است. مهم ترین مزایای متالورژی پودر می توان به کاهش مصرف انرژی، دسترسی به ترکیب شیمیایی همگن در آلیاژ، سرعت بالایی تولید، به حداقل رساندن آسودگی و قابلیت تولید قطعاتی با اشکال پیچیده اشاره کرد. روش ها و تکنیک های مختلف Hoganaes

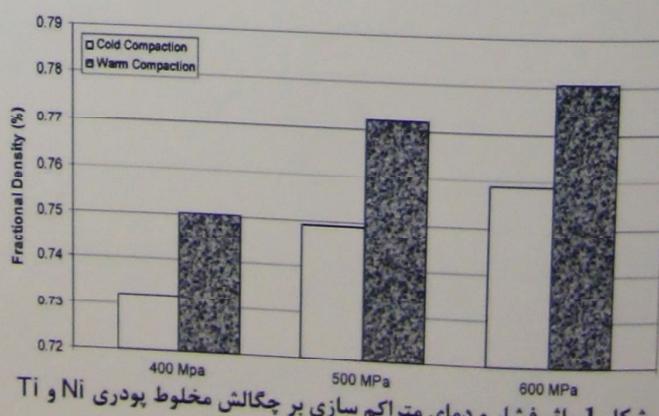
1- Spark Plasma Sintering
2- Self Propagation High Temperature Synthesis
3- Warm Compaction

ایکس (PHILIPS) تشخیص داده شد. نمونه‌های تفجوشی شده به روش راکول-B سختی سنگی شده و استحکام برشی و کششی آنها با استفاده از آزمون پانچ برشی مطابق استاندارد (ASTM D732) صورت گرفت. با استفاده از وايرکات و کاغذ سمباده، ضخامت نمونه تا $10\mu\text{m}$ کاهش یافت. نمونه ورقه‌ای نازک در داخل دستگاه پانچ برشی قرار گرفته و این آزمون با استفاده از دستگاه کشش/فشار Instron و نرخ اعمال بار 0.2 mm/min صورت گرفت. قطر سبک دستگاه پانچ ۳ میلی‌متر بود. پانچ هر نمونه سه مرتبه تکرار و میانگین داده‌ها محاسبه شد.

ارائه شد. در این روش، دمای پودر و قالب از 75°C تا 150°C تغییر می‌کند و به دلیل کاهش استحکام تسليم در دماهای بالا، چگالی بالاتر با اعمال فشارهای کمتر امکان‌پذیر است. پرس گرم سبب بهبود یکواختی چگالی، توزیع حفره‌ها، استحکام و تغییرات ابعادی می‌شود و برای بسیاری از پودرهای قابل اعمال است (۱۰ و ۱۱). هدف اصلی این پژوهش، دسترسی به نایتینول متخلخل با ترکیب همگن و خواص مکانیکی مناسب است. اثر فرآیند شکل‌دهی بر خواص نایتینول متخلخل نیز بررسی می‌شود.

مواد و روش تحقیق

پودرهای نیکل و تیتانیوم μm ۱۲۰ برای تهیه مخلوط پودری، مواد اولیه این تحقیق را تشکیل می‌دهند. نمونه‌ها پس از تو زین، به مدت ۲ ساعت با نسبت $۵۰-۵۰$ درصد اتمی مخلوط شدن. برای جلوگیری از چسبندگی پودر به دیواره قالب و سطح سبک‌ها، از اسپری تفلون استفاده شد. نمونه‌ها (قرص‌های 8 mm گرمی) تحت فشار تک محوری $400-600\text{ MPa}$ و با نرخ حرکت 0.12 mm/sec فشرده شدن. برای گرم کردن قالب و شکل‌دهی گرم در دمای 120°C ، از یک گرم کن استفاده شد. برای کنترل دما از ترمو کوبان و ترمومتر استفاده شد. کاهش اتلاف حرارتی سیستم به کمک یشم شیشه صورت گرفت. پس از بعد سنگی و تو زین نمونه‌ها، چگالی قطعات خام و تفجوشی شده به روش حجمی محاسبه شد. چگالی سنگی نمونه‌های تفجوشی شده در فاز مایع (به دلیل تغییرات ابعادی) با استفاده از روش ارشمیدوس (DIN3369) انجام شد. تفجوشی قطعات در یک کوره خلاء (10^{-4}Torr) انجام شد. نمونه‌ها در دمای 98°C و 105°C و به مدت ۲ و ۴ ساعت تفجوشی شدند. نوع فازهای تشکیل شده بعد از تفجوشی به روش پراش اشعه



شکل ۱- اثر فشار و دمای متراکم سازی بر چگالش مخلوط پودری Ni و Ti

قطعات شکل داده شده به روش پرس سرد نمود پیشتری دارد. همچنین تغییرات ابعادی نمونه‌های پرس گرم شده در مقایسه با نمونه‌های پرس شده به روش متداول، بسیار کمتر است. همان طور که اشاره شد در فرآیند پرس گرم، انتقال مؤثرتر انرژی اعمالی بر نمونه، منجر به توزیع یکنواخت تر چگالی در نمونه می‌شود. در نتیجه چگالی خام همگن تر، منجر به تغییرات ابعادی یکنواخت تر در تمامی قسمت‌های نمونه پس از تفجوشی می‌شود. زمان تفجوشی تأثیر قابل ملاحظه‌ای بر تغییرات ابعادی نمونه‌ها دارد، به طوری که با افزایش زمان تا ۴ ساعت، تفاوت ابعاد نمونه‌های خام با نمونه‌های تفجوشی شده افزایش می‌یابد. افزایش تغییرات ابعادی با افزایش انرژی درونی آلیاژ در اثر واکنش‌های تبدیلی ترکیبات بین فلزی و تشكیل فارهای جدید، توجیه می‌شود. این امر سبب می‌شود که ترکیب آلیاژی در حین تفجوشی افزایش حجم یافته و ابعاد آن در جهت شعاعی بیشتر شود.

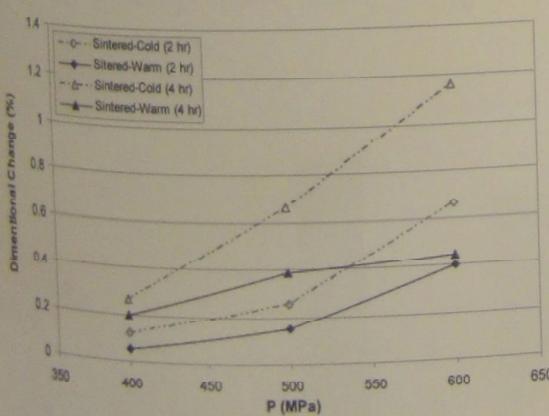
تفجوشی تا ۴ ساعت، روند افزایش تخلخل در نمونه‌ها ادامه می‌یابد. با این وجود اختلاف تخلخل در نمونه‌های پرس شده به روش سرد و گرم، بسیار ناچیز است، اما بیشترین نرخ تخلخل، مربوط به نمونه‌های پرس گرم شده است. میزان تخلخل آلیاژهای تفجوشی شده به دو عامل بستگی دارد.

الف- تشکیل حفره‌های جدید که منجر به افزایش میزان تخلخل می‌شوند و ب- انقباض حفره‌ها که افزایش چگالی در نمونه را به همراه دارد. به نظر می‌رسد که تشکیل حفره‌های جدید و کاهش چگالی نمونه‌ها که به واسطه‌ی اختلاف در نرخ نفوذ عنصر نیکل و تیتانیوم در حین فرآیند تفجوشی رخ می‌دهد (۱۳)، مکانیزم غالب در زمان‌های تفجوشی تا ۴ ساعت است. نرخ نفوذ اتم‌های نیکل در حین تفجوشی بیش از تیتانیوم است، در نتیجه مواضعی که ابتدا توسط اتم‌های نیکل اشغال شده بود با حفره‌ها جایگزین می‌شود. چنانچه زمان برای انجام واکنش‌های تبدیلی کافی نباشد، تخلخل‌ها افزایش می‌یابد.

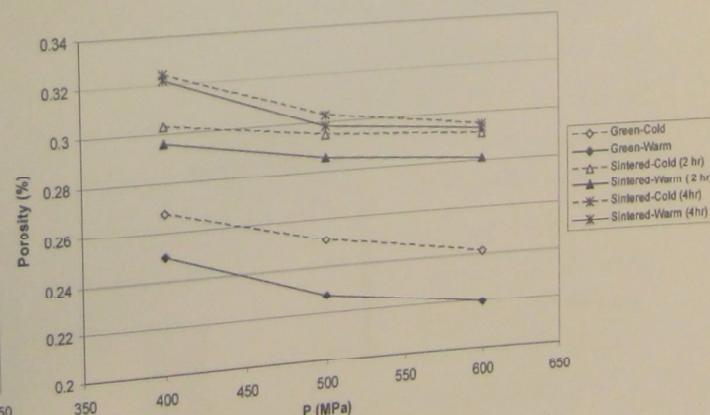
۳- بررسی فازهای تشكیل شده در آلیاژ

زمان و دمای تفجوشی با تأثیر بر سرعت و فاصله‌ی نفوذ اتمی، از متغیرهای اصلی فرآیند تفجوشی به شمار می‌روند. شکل (۴) اثر زمان تفجوشی را نشان می‌نماید. با گذشت ۲ ساعت، حضور فازهای دیگری غیر از NiTi همچون نیکل عنصری به خوبی مشخص است. به نظر می‌رسد هنوز واکنش‌های تبدیلی برای تشكیل فاز NiTi کامل نشده

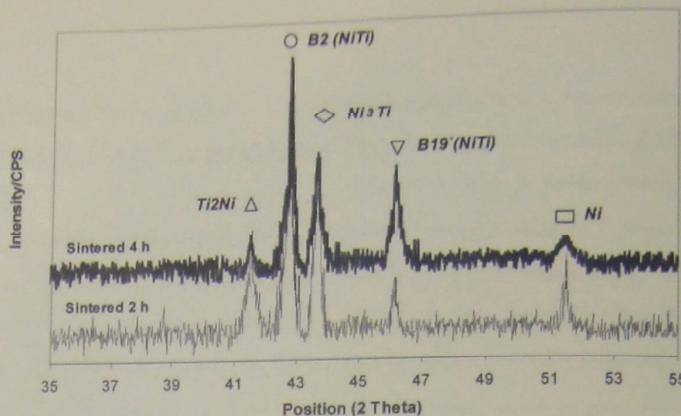
۲- بررسی تغییرات ابعادی نمونه‌های تفجوشی شده نتایج تغییرات ابعادی نمونه‌های تفجوشی شده در شکل (۳) نشان داده شده است. تفجوشی نمونه‌ها در دمای ۹۸۰°C و به مدت ۲ و ۴ ساعت صورت گرفته است. مشاهده می‌شود که با افزایش فشار متراکم‌سازی، مقدار تغییرات ابعادی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. این اثر به ویژه در مورد



شکل ۳- اثر فشار/دمای متراکم‌سازی و زمان تفجوشی بر تغییرات ابعادی قطعات آلیاژی NiTi



شکل ۴- اثر فشار/دمای متراکم‌سازی بر تخلخل نهایی نمونه‌های خام و تفجوشی شده در دمای ۹۸۰°C

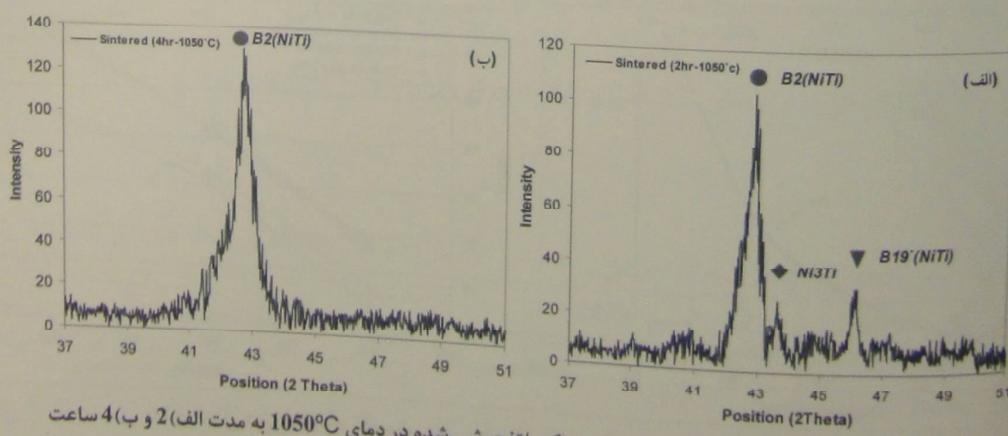


شکل ۴- طرح پراش اشعه ایکس برای نمونه پرس گرم/تفجوشی شده در دمای 980°C به مدت (الف) ۲ و (ب) ۴ ساعت

ساعت انجام شد. الگوی پراش برای نمونه تفجوشی شده به مدت ۲ ساعت در دمای مذکور، در شکل (۵-الف)، نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که افزایش دمای تفجوشی سبب افزایش تشکیل فاز NiTi می‌شود و حضور فازهای دیگر به حداقل ممکن می‌رسد. افزایش دما موجب همگنی بیشتر آلیاژ شده و اثرات فازهای دیگر در نقشه پراش را از بین می‌برد. سرعت تشکیل فاز NiTi در این دما به دلیل نقش مؤثر فرآیند تفجوشی فاز مایع بسیار بالاست و تنها با گذشت ۲ ساعت از زمان تفجوشی، ترکیب $\text{B2}(\text{NiTi})$ فاز غالب بوده و تنها مقادیر اندکی فاز مارتنتزیت (NiTi) و $\text{B19}'$ بوده. در آلیاژ دیده می‌شود. شکل (۵-ب)، الگوی پراش Ni_3Ti در آلیاژ دیده می‌شود. پس از تفجوشی در دمای 1050°C و به مدت ۴ ساعت را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که بعد از گذشت ۴ ساعت از زمان تفجوشی، فاز نایتینول تنها فاز قابل تشخیص در زمینه آلیاژ است.

در نتیجه فازهایی مانند $\text{Ni}_2\text{Ti}, \text{Ni}_3\text{Ti}, \text{Ni}$ شناسایی شده است. مناطق ناهمگن از نیکل و تیتانیوم که قبل از تفجوشی در نمونه حضور دارند، به واسطهٔ نفوذ ناکافی، مناطق غنی از این عناصر را به وجود می‌آورند که منجر به تشکیل ترکیبات Ni_2Ti و Ni_3Ti می‌شود. با افزایش زمان و نفوذ اتم‌ها، نیکل و تیتانیوم به صورت همگن تری در نمونه توزیع می‌شوند که منجر به تشکیل ترکیب NiTi می‌شود. در نتیجه با گذشت ۴ ساعت از زمان تفجوشی، شدت پیک‌های فاز نایتینول افزایش یافته در حالی که نیکل خالص و فاز Ti_2Ni در آلیاژ کم شده است. با این وجود ترکیب Ni_3Ti هنوز در نمونه مشاهده می‌شود، اما از مقدار آن کاسته شده است. نتایج به دست آمده نشان داد که دما و فشار پرس، اثری بر فازهای ایجاد شده ندارد (۵ و ۷).

بررسی دمای تفجوشی با استفاده از نمونه‌های پرس گرم شده در فشار $500 \pm 50 \text{ MPa}$ ، دمای 1050°C و به مدت ۲ و ۴ ساعت



شکل ۵- طرح پراش اشعه ایکس برای نمونه پرس گرم/تفجوشی شده در دمای 1050°C به مدت (الف) ۲ و (ب) ۴ ساعت

مهمترین عامل مؤثر بر ضریب تبدیل (C_y و C_{max})، نوع دستگاه انجام آزمایش پانچ است. لذا در پژوهش حاضر نیز ضریب تبدیل با توجه به نتایج به دست آمده از پژوهش‌های پیشین، برای استحکام تسلیم و نهایی به ترتیب $3/14$ و $1/59$ در نظر گرفته شد (۱۴). شکل (۸-الف) نتایج استحکام قطعات آلیاژ نایتینول را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، با افزایش فشار متراکم سازی، استحکام تسلیم قطعات افزایش می‌یابد. مقایسه استحکام تسلیم نمونه‌های پرس شده به روش سرد و گرم، تأثیر استفاده از پرس گرم را نشان می‌دهد.

به عنوان مثال، استحکام تسلیم نمونه‌های تفجوشی شده به مدت ۲ ساعت در کلیه فشارهای اعمالی در حدود 10 درصد با اعمال پرس گرم بهبود می‌یابد، که این مقدار با افزایش زمان تفجوشی (۴ ساعت) حدود 16 درصد افزایش یافته است. استحکام کششی نمونه‌ها نشان می‌دهد (شکل ۸-ب) که قطعات تولیدی به روش پرس گرم، در شرایطی هستند که می‌توان از آن‌ها در ساخت قطعات ساده هندسی برای کاربردهای پژوهشی استفاده کرد. مثلاً نمونه‌ی پرس گرم تفجوشی شده به مدت ۴ ساعت (دما 980°C) با تخلخل حدود 30% دارای استحکام کششی $\text{MPa} 147$ است. در تحلیل نتایج

شکل ۹، می‌توان به موارد زیر اشاره کرد:
الف) با افزایش فشار متراکم‌سازی به دلیل کاهش تخلخل در نمونه‌ها، استحکام نهایی بهبود یافته است.

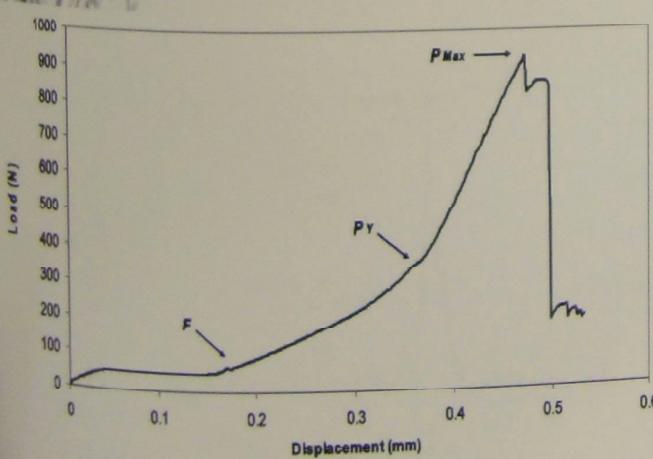
ب) پرس گرم منجر به بهبود استحکام کششی نمونه‌ها شده، به

بررسی سختی آلیاژهای تفجوشی شده
در تحلیل نتایج به دست آمده از شکل (۶)، می‌توان به موارد زیر اشاره کرد:
الف) با افزایش فشار پرس، به دلیل کاهش تخلخل، سختی افزایش می‌یابد. همچنین پرس گرم، سختی آلیاژ نایتینول را در حدود 35% بهبود می‌دهد. به نظر می‌رسد کاهش تخلخل در نمونه‌های شکل داده شده به روش گرم، دلیل اصلی افزایش سختی نمونه‌ها باشد. ب) افزایش زمان تفجوشی تا ۴ ساعت، منجر به کاهش سختی نمونه‌های پرس سرد / تفجوشی شده با افزایش زمان تفجوشی کاهش می‌یابد. از طرفی افزایش زمان اثر محسوسی بر کاهش سختی نمونه‌های پرس گرم ندارد.

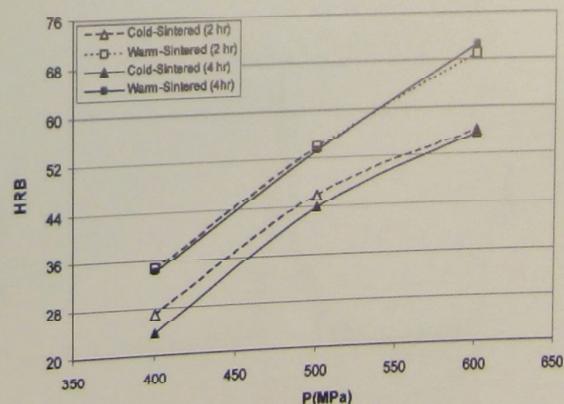
بررسی استحکام آلیاژ نایتینول تولید شده به روش متالوژی پور
بررسی دما / فشار شکل دهی و زمان تفجوشی بر استحکام نایتینول، با استفاده از آزمایش پانچ برشی صورت گرفت (شکل ۷). اطلاعات لازم از متحنی نیرو - جابجایی و معادلات ۱ و ۲، قابل دستیابی است.

P_y : نیروی اصطکاک سنبه - ماتریس، P : نیروی اعمالی سنبه، P_{MAX} : نیروی تسلیم و F : نیروی ماکزیمم

$$\tau_{y,max} = \frac{P_{y,max} - F}{2\pi r} \Rightarrow \sigma_{y,max} = C_{y,max} \times \tau_{y,max}$$



شکل ۷-نمودار نیرو - جابجایی به دست آمده از آزمایش پانچ برشی

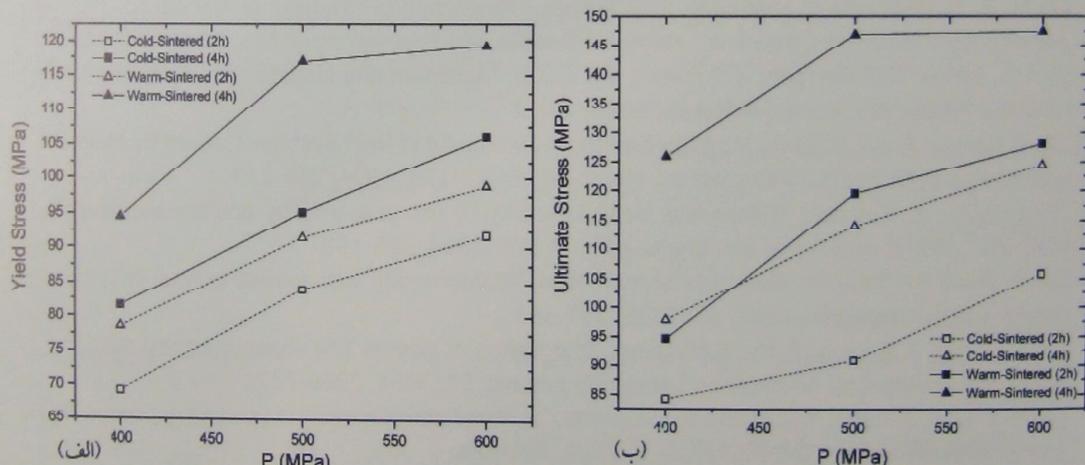


شکل ۸- اثر فشار / دمای شکل دهی و زمان تفجوشی بر سختی آلیاژ نایتینول

طوری که استحکام قطعات پرس گرم/تفجوشی شده به مدت ۲ ساعت، از استحکام نمونه‌های پرس سرد/تفجوشی شده به مدت ۴ ساعت بیشتر است. همان طور که اشاره شد، پرس گرم منجر به بهبود استحکام خام، توزیع چگالی و حفره‌ها در ساختار می‌شود.

(ج) با افزایش زمان تفجوشی، استحکام نهایی افزایش می‌یابد. به نظر می‌رسد استحکام نمونه‌ها تنها تابع مقدار تخلخل موجود در قطعات نیست بلکه اندازه و توزیع حفره‌ها نقش اصلی را ایفا می‌کنند (۵۷). به منظور بررسی استحکام نمونه‌های تفجوشی شده در فاز مایع (دماه 1050°C)، پانچ برشی بر روی نمونه‌های پرس گرم شده (فشار 500 MPa) انجام شد. تخلخل و استحکام این نمونه‌ها در جدول (۱) ارائه شده است.

استحکام آلیاژهای تفجوشی شده در فاز مایع، نسبت به نمونه‌های تفجوشی شده در دماه 980°C ، افزایش چشمگیری دارد، به طوری که استحکام نهایی نمونه‌ها در حدود 90 درصد بهبود یافته است. به نظر می‌رسد دلیل این امر، نخست حضور فاز مذاب و در نتیجه افزایش استحکام زمینه اطراف حفره‌ها و دوم تخلخل کمتر موجود در نمونه‌های تفجوشی شده در فاز مایع باشد. اما به علت تغییرات ابعادی زیاد (ناشی از افزایش سیالیت و خروج گازها) نمی‌توان نمونه‌ای با ابعاد متناسب را بدون ماشینکاری به وجود آورد.



شکل ۹- اثر فشار / دمای شکل دهنده و زمان تفجوشی بر استحکام آلیاژ نایتینول

جدول ۱-نتایج آزمایش پانچ برشی برای نمونه‌های تفجوشی شده در دماه 1050°C و در زمان‌های ۲ و ۴ ساعت

نمونه	درصد تخلخل	تش تسلیم (MPa)	تش نهایی (MPa)
2 ساعت تفجوشی	20/2	126/9	288/2
4 ساعت تفجوشی	25/1	115/2	269/6

نتیجه گیری
 ۱- متالوژی پودر آلیاژ نایتینول متخلخل، روشی مناسب برای تولید این آلیاژ است. آلیاژ همگن در صورت انتخاب مناسب دما و زمان تفحوشی قابل دستیابی است.
 ۲- در تفحوشی حالت جامد، با افزایش زمان و به دلیل نفوذ مناسب اتم‌ها، نیکل و تیتانیم به صورت یکنواخت تری توزیع می‌شوند. با گذشت ۴ ساعت از زمان تفحوشی، شدت پیک‌های فاز نایتینول افزایش یافته در حالی که نیکل عنصری و ترکیبات بین فلزی در آلیاژ کاسته شده است.
 ۳- تفحوشی فاز مایع روشی مناسب برای دسترسی سریع به فاز نایتینول با حداقل ترکیبات ناخواسته است.
 ۴- نتایج به دست آمده از آزمایش پانچ برشی نشان می‌دهد که شکل دهی گرم منجر به بهبود استحکام نمونه‌ها شده است، به طوری که استحکام تسلیم و کششی نمونه‌های پرس گرم/تفجوشی شده در فاز جامد به ترتیب حدود ۱۵ و ۲۰ درصد نسبت به نمونه‌های شکل داده شده به روش متداول، بالاتر است.
 ۵- تفحوشی فاز مایع سبب افزایش ۹۰ درصدی استحکام کنشی نایتینول می‌شود. به هر صورت تغییرات ابعاد این نمونه‌ها زیاد بوده و نمی‌توان نمونه‌ای با ابعاد مناسب را بدون ماشین کاری نهایی به وجود آورد.
 ۶- افزایش فشار پرس به دلیل محدودیت‌های ساخت و افزایش هزینه‌های تولید مقرن به صرفه نیست. بنابراین شرایط بهینه برای تولید آلیاژ متخلخل نایتینول (تخلخل ۳۰٪) با کمترین ترکیبات ناخواسته، قطعه پرس شده به روش گرم (دمای ۱۲۰°C، فشار ۵۰۰ MPa) و تفحوشی در دمای ۹۸۰°C و زمان ۴ ساعت با استحکام کششی ۱۴۷ MPa است.

مراجع

- [1] L.G. Machado and M.A. Savi, "Medical applications of shape memory alloys", Brazilian Journal of Medical and Biological Research, 36, 2003, 683-691
- [2] M. D. McNeese, D. C. Lagoudas, T. C. Pollock, "Processing of TiNi from elemental powders by hot isostatic pressing", Materials Science and Engineering: A280, 2000 334-348
- [3] P.E. Zovas, R.M. German, K.S. Hwang and G.J. Li, "Activated and Liquid Phase Sintering-Progress and Problems", Journal of Metals, 1983, 28-32
- [4] K. Wang, T. Shen, H. Jiang, M. Quan, "Structural Evaluation of Ni-Ti Systems Caused by Mechanical Alloying in Different Atmospheres", Mater. Sci. Eng: A179, 1994, 215-219
- [5] L. Krone, E. Schuller, "Mechanical behavior of NiTi parts prepared by powder metallurgical methods", Materials Science and Engineering: A 378, 2004, 185-190
- [6] Y. Zhao, M. Taya, Y. Kang and A. Kawasaki, "Compression behavior of porous NiTi shape memory alloy", Acta Materialia, 53, 2005, 337-343
- [7] S.L. Zhu, X.J. Yang, F. Hu, S.H. Deng, "Processing of porous TiNi shape memory alloy from elemental powders by Ar-sintering", Materials Letters, 58, 2004, 2369-2373
- [8] B. Y. Li, L. J. Rong, Y. Y. Li and V. E. Gjunter, "A recent development in producing porous Ni-Ti shape memory alloys", Intermetallics, 8, 2000, 881-884
- [9] C. Chu, C. Chung, "Fabrication and properties of porous NiTi shape memory alloys for heavy load-bearing medical applications", Journal of Materials Processing Technology, 169, 2005, 103-107
- [10] R.C. Leyton, » Ferritic Stainless Steel for High Density Applications », Euro PM 2003, High Alloy Steels, Spain, October 2003, 195-203
- [11] G.F. Bochini, <> Warm Compaction of Metal Powders: Why it Works, Why it Requires a Sophisticated Engineering Approach>>, Powder Metallurgy, 42, 1991, 171-180
- [12] «Hoganas Handbook For Warm Compaction», Hoganas Corporation, 2001
- [13] M. Igharo, J.V. Wood, "Compaction and sintering phenomena in Titanium-Nickel shape memory alloys", Powder Metallurgy, 28, 1985, 131-139
- [14] M. A. Gharacheh, A.H. Kokabi "The influence of the ratio of rotational speed/traverse speed on mechanical properties of AZ31 friction stir welds", International Journal of Machine Tools & Manufacture, 46, 2006, 1983-1987
- Source: <http://www.ije.ir>