



The second Joint Conference of  
12<sup>th</sup> Iranian Metallurgical  
Engineers Society Annual  
Congress  
and  
20<sup>th</sup> Iranian Foundry Society  
Seminar  
Islamic Azad University  
Karaj Branch  
2008, 18-19 November

# ABSTRACTS

Dr. Mehrdad Abbasi



## بررسی تاثیر زمان آسیاکاری بر خواص فیزیکی الیاژ NiTi

الهام کمالی حیدری<sup>۱</sup>، مرضیه محبتی<sup>۱</sup>، سید مجتبی زهرجد<sup>۲</sup>، سید عبدالکریم سجادی<sup>۱</sup>

### چکیده:

پودر الیاژی Ni-Ti به روش متالورژی پودر تهیه گردید. بدین منظور ابتدا پودرهای عنصری نیکل و تیتانیوم با درصد اتمی برابر در یک دستگاه آسیاب گلوله ای ماهواره ای، آسیاکاری شده و تحت فشار 450MPa فشرده گردید. عملیات تف جوشی در مایکروویو و در مدت زمان های بسیار کوتاه انجام گرفت. تا اینکه پدیده SHS رخ داد و پودر الیاژی بدست آمد. از پودرهای آسیاکاری شده آنالیز XRD گرفته شد و اثر زمان آسیاکاری، بر روی اندازه متوسط کریستالیت و کرنش شبکه بررسی گردید. نتایج حاصل نشان داد که مدت زمان لازم برای شروع واکنش بین نیکل و تیتانیوم در مایکروویو، با افزایش زمان آسیاکاری افزایش می یابد. از دیلاتومتری برای بررسی رفتار حرارتی الیاژ استفاده گردید. نتایج نشان داد که دمای شروع استحاله آستنیتی با افزایش مدت زمان آسیاکاری، کاهش می یابد.

**واژه های کلیدی:** آسیاکاری مکانیکی، نایتینول، استحاله، آستنیت

۱. دانشجوی کارشناسی ارشد علوم مواد و متالورژی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد کرج، کرج، ایران  
email:kamali.elham@gmail.com

۲. دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه فرابوس مشهد، مشهد، ایران

## بررسی تاثیر زمان آسیاکاری بر خواص فیزیکی آلیاژ NiTi

الهام کمالی حیدری<sup>۱</sup>، مرضیه محبتی<sup>۲</sup>، سید مجتبی زبرجد<sup>۳</sup>، سید عبدالکریم سجادی<sup>۴</sup>

### چکیده:

پودر آلیاژی Ni-Ti به روش متالورژی پودر تهیه گردید. بدین منظور ابتدا پودرهای عنصری نیکل و تیتانیم با درصد اتمی برابر در یک دستگاه آسیاب گلوله ای ماهواره ای، آسیاکاری شده و تحت فشار 450MPa فشرده گردید. عملیات تف جوشی در مایکروویو و در مدت زمان های بسیار کوتاه انجام گرفت، تا اینکه پدیده SHS رخ داد و پودر آلیاژی بدست آمد. از پودرهای آسیاکاری شده آنالیز XRD گرفته شد و اثر زمان آسیاکاری، بر روی اندازه متوسط کریستالیت و کرنش شبکه بررسی گردید. نتایج حاصل نشان داد که مدت زمان لازم برای شروع واکنش بین نیکل و تیتانیم در مایکروویو، با افزایش زمان آسیاکاری افزایش می یابد. از دیلاتومتری برای بررسی رفتار حرارتی آلیاژ استفاده گردید. نتایج نشان داد که دمای شروع استحاله آستنیتی با افزایش مدت زمان آسیاکاری، کاهش می یابد.

واژه های کلیدی: آسیاکاری مکانیکی، نایتینول، استحاله، آستنیت

### مقدمه:

آلیاژهای حافظه دار به علت دارا بودن خواص بی نظیری از جمله حافظه داری و سوپرالاستیسیته از اهمیت ویژه ای برخوردارند [1,2]. ترکیب بین فلزی نایتینول، با درصد اتمی برابر از دو عنصر نیکل و تیتانیم، یکی از مشهورترین ترکیبات حافظه دار می باشد [2-5]. این ماده اولین بار توسط بوهرلر در اوایل دهه ی ۱۹۶۰ کشف شد [6,7]. نایتینول علاوه بر اثر حافظه داری و سوپرالاستیسیته، به علت دارا بودن خواص منحصر به فردی، از قبیل استحکام، چقرمگی و سختی نسبتا خوب، مقاومت به خوردگی و پایداری زیستی، دارای کاربردهای زیادی در صنعت و پزشکی می باشد [5,6,8].

<sup>۱</sup>دانشجوی کارشناسی ارشد نانومواد، پژوهشگاه مواد و انرژی email:kamali.elham@gmail.com

<sup>۲</sup>دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه فردوسی مشهد

<sup>۳, ۴</sup> دانشیار دانشگاه فردوسی مشهد

تولید قطعات نایتینولی به کمک روش های ذوبی در تحقیقات متعددی مورد بررسی قرار گرفته است. نیاز به کار گرم و ماشینکاری جهت حصول به قطعه نهایی و همچنین دشواری کنترل همگن بودن آلیاژ از معایب این روش ها می باشد. [9,10] روش های ریخته گری نیز برای تولید نایتینول گزارش شده اند. پدیده جدایش و رشد بیش از حد دانه ها در دمای بالا از معایب روش ریخته گری می باشد [9]. امروزه روش های متالورژی پودر به علت سهولت قابلیت کنترل ترکیب شیمیایی و تولید قطعات به شکل تقریباً نهایی بسیار مورد توجه قرار گرفته اند [8-11].

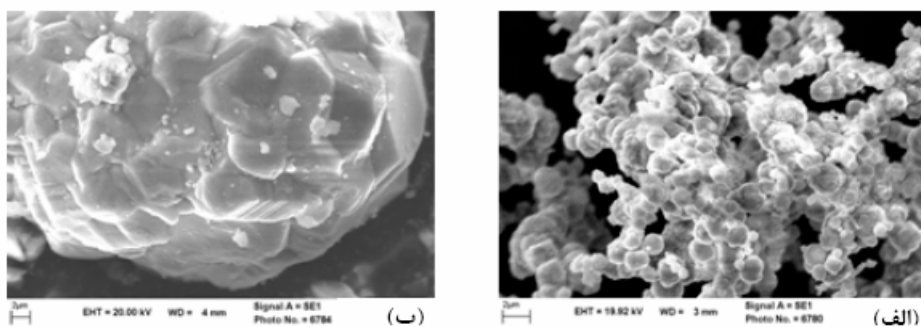
علاوه بر روش های ذکر شده، روش های سنتز احتراقی نیز به علت زمان کوتاه فرایند و مصرف کم انرژی امروزه مورد توجه قرار گرفته اند. self propagating high temperature synthesis (SHS) جزو روش سنتز احتراقی می باشد [10].

با توجه به اینکه در مقالات کمتر به سنتز آلیاژ Ni-Ti به روش های سنتز احتراقی پرداخته شده است و همچنین سریع و کم هزینه بودن این روش، در این تحقیق از این روش جهت سنتز پودر آلیاژی استفاده گردیده است. ابتدا از یک دستگاه آسیاب گلوله ای ماهواره ای جهت آسیاکاری پودر های نیکل و تیتانیوم استفاده شده و سپس پودر تهیه شده، فشرده و در مایکروویو در مدت زمان های بسیار کوتاه سنتز و تف جوشی گردیده است. در نهایت رفتار حرارتی آلیاژ بوسیله دستگاه دیلاتومتر مورد بررسی قرار گرفته است.

## روش تحقیق

### • مواد

پودر نیکل با خلوص ۹۹٫۹۹٪ و پودر تیتانیوم با خلوص ۹۹٪ ساخت شرکت Merck آلمان مورد استفاده قرار گرفت. شکل ۱ تصویر SEM پودرهای اولیه را نشان می دهد.



شکل ۱. الف: تصویر SEM از پودر نیکل و ب: تصویر SEM از پودر تیتانیوم

• آماده سازی نمونه :

برای ساخت هر نمونه ، پودرهای نیکل و تیتانیم با در صد اتمی برابر (درصد وزنی معادل  $(Ni(wt\%)/Ti(wt\%))=1.23$  ، به همراه ۱٪ وزنی متانول به مدت ۰، ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰، ۱۲، ۱۴ و ۱۶ ساعت در یک دستگاه آسیاب گلوله ای ماهواره ای آسیاکاری شدند. آسیاکاری با سرعت ۲۵۰ دور در دقیقه تحت شرایط نسبتاً همدم انجام گردید. به منظور ایجاد قدرت بهینه در آسیاکاری نسبت گلوله به پودر ۱۵:۱ انتخاب گردید.

• روش شناسایی:

از آنالیز XRD به منظور شناسایی فازهای تشکیل شده ، تعیین میزان کرنش شبکه و اندازه کریستالیت استفاده گردید. از پودر های آسیاکاری شده با زمان های ۴، ۱۰ و ۱۶ ساعت با استفاده از تشعشع Cu-K $\alpha$  با طول موج ۱،۵۴ انگستروم و  $2\theta = 4-120^\circ$  و گام  $0.020^\circ$  XRD گرفته شد.

• بررسی رفتار حرارتی آلیاژ:

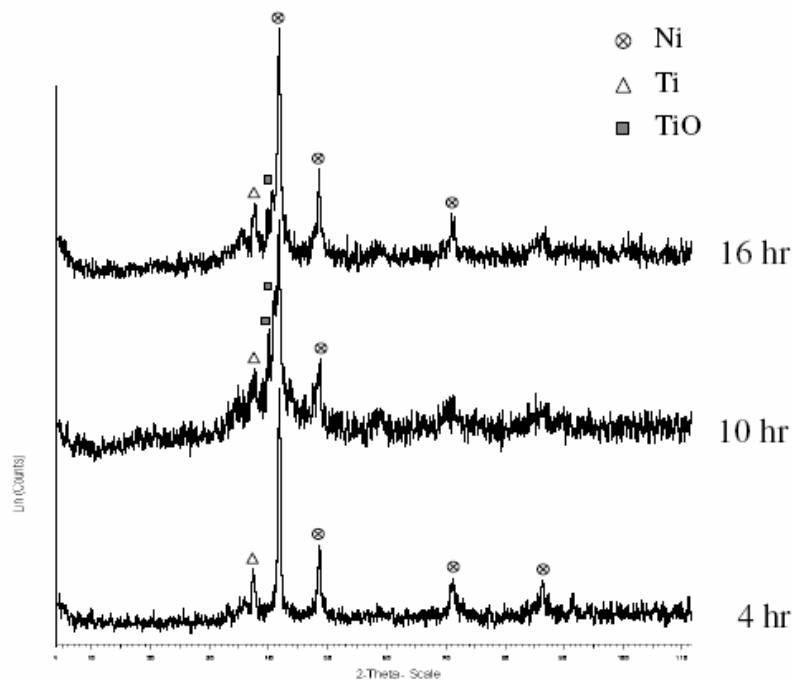
پودرها پس از مرحله آسیاکاری به کمک پرس هیدرولیک تحت فشار 450 MPa فشرده و سپس در مایکروویو زینتر گردیدند. دستگاه دیلاتومتر به منظور بررسی رفتار حرارتی ماده مورد استفاده قرار گرفت. نمونه هایی به ابعاد  $15 \times 4 \times 4$  میلی متر از قطعات زینتر شده تهیه و در دستگاه دیلاتومتر از دمای محیط تا  $300^\circ\text{C}$  با سرعت  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  گرم شدند.

یافته ها و بحث

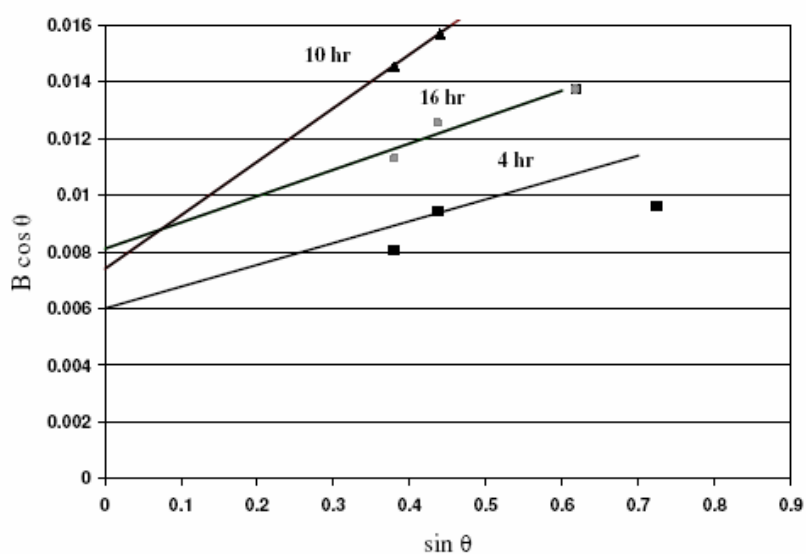
شکل شماره ۲ الگوی XRD حاصل از نمونه های ۴، ۱۰ و ۱۶ ساعت آسیاکاری شده را نشان می دهد. نتایج XRD حاکی از آن است که در مرحله آسیاکاری واکنشی بین نیکل و تیتانیم اتفاق نیفتاده و صرفاً تغییر محل پیک ها بیانگر نفوذ دو عنصر در شبکه یکدیگر است. اندازه متوسط کریستالیت و کرنش شبکه از رابطه (1) ، ویلیامسون-هال، محاسبه گردید:

$$B \cos \theta = 0.91\lambda/D + \eta \sin \theta \quad (1)$$

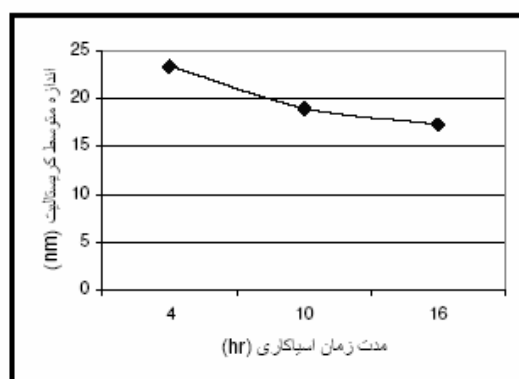
که در این رابطه  $D$  اندازه متوسط کریستالیت و  $\eta$  کرنش شبکه پودر آسیاکاری شده می باشد. شکل شماره ۳،  $\sin \theta$  را بر حسب  $B \cos \theta$  برای عنصر نیکل، برای نمونه های ۱۰، ۴ و ۱۶ ساعت آسیاکاری شده نشان می دهد. شکل شماره ۴ تغییرات اندازه متوسط کریستالیت بر حسب مدت زمان آسیاکاری را نشان می دهد. مطابق نتایج حاصل با افزایش مدت زمان آسیاکاری اندازه متوسط کریستالیت کاهش یافت. شکل شماره ۵ تغییرات میزان کرنش شبکه را بر حسب مدت زمان آسیاکاری نشان می دهد. همانطور که در این شکل دیده می شود با افزایش مدت زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت کرنش شبکه نیکل افزایش یافته و سپس کاهش می یابد. این پدیده را می توان اینگونه توجیه نمود که در اثر آسیاکاری تا ۱۰ ساعت، نفوذ تیتانیوم در شبکه نیکل افزایش می یابد و باعث افزایش کرنش شبکه می شود، ولی با افزایش مدت زمان آسیاکاری مجدداً تیتانیوم از شبکه نیکل خارج شده و کرنش شبکه کاهش می یابد.



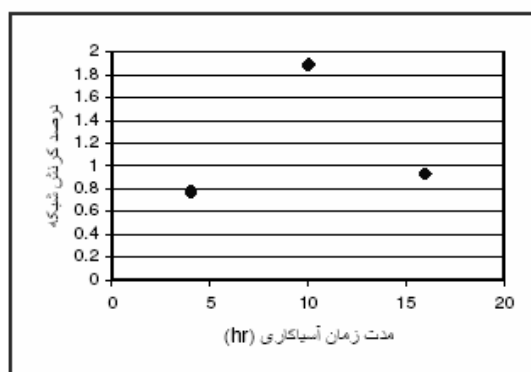
شکل شماره ۲: گراف XRD پس از ۱۰، ۴ و ۱۶ ساعت آسیاکاری



شکل شماره ۳: نمودار  $B \cos \theta$  بر حسب  $\sin \theta$  برای عنصر نیکل



شکل شماره ۴: اندازه متوسط کریستالیت (D) نیکل بر حسب مدت زمان آسیاکاری



شکل شماره ۵: کرنش شبکه نیکل بر حسب مدت زمان آسیاکاری

جدول شماره ۱ مدت زمان لازم برای شروع واکنش را برای تعدادی از نمونه‌های آسیاکاری شده نشان می‌دهد. این زمان تقریباً از لحظه شروع به کار میکروویو تا مشتعل شدن نمونه می‌باشد. با توجه به نتایج ثبت شده در جدول شماره ۱، دیده می‌شود که با افزایش مدت زمان آسیاکاری، زمان انجام واکنش کاهش می‌یابد. این نتیجه را می‌توان اینگونه توجیه نمود که با افزایش مدت زمان آسیاکاری میزان انرژی ذخیره شده در شبکه افزایش یافته و در نتیجه زمان لازم برای شروع واکنش کاهش می‌یابد.

جدول شماره ۱

زمان آسیاکاری (ساعت)	0	2	4	6
زمان لازم برای شروع واکنش (ثانیه)	واکنشی رخ نداد	150	116	58

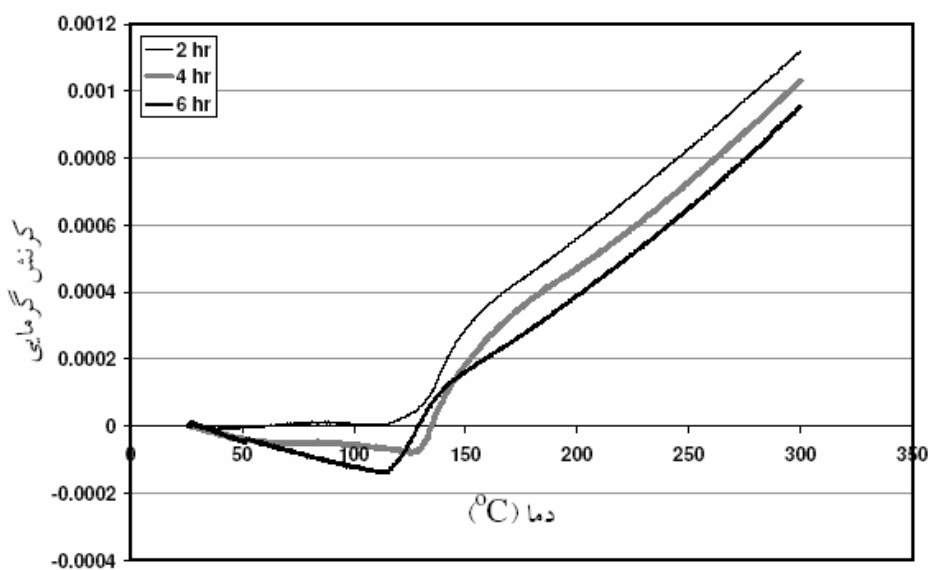
شکل ۶ گراف حاصل از دیلاتومتری را برای نمونه‌های نمونه‌های آسیاکاری و زینتر شده نشان می‌دهد. این منحنی‌ها در هر سه نمونه، دارای سه بخش می‌باشند:

(I) در قسمت اول حفرات اثر انبساط ناشی از افزایش دما را خنثی می‌کنند و بنابراین شیب مثبتی دیده نمی‌شود.

(II) قسمت دوم منحنی دارای شیب تند و مثبت می‌باشد، با توجه به اینکه استحاله آستنیتی طبق استاندارد ASM با افزایش حجم همراه است، بنظر می‌رسد که این قسمت از منحنی نشان دهنده بازه دمایی شروع تا پایان استحاله مارتنزیت به آستنیت می‌باشد.

(III) در این بخش شیب منحنی به یک مقدار مثبت و نسبتاً یکسان برای هر سه نمونه می‌رسد. شیب این قسمت از نمودار برای هر سه نمونه حدود  $5.5 \times 10^{-6}$  است. در استاندارد ASM ضریب انبساط حرارتی فاز آستنیت سیم نایتینولی  $11 \times 10^{-6} / ^\circ C$  است، که با توجه به اینکه قطعه پودری می‌باشد این عدد منطقی به نظر می‌رسد. بنابراین با توجه به تطبیق شیب منحنی با استاندارد ASM، می‌توان ادعا نمود که این بازه دمایی، حضور فاز آستنیت را نشان می‌دهد.





شکل شماره ۶: منحنی دیلاتومتری برای نمونه های ۲، ۴ و ۶ ساعت آسیاکاری و سپس زینتر شده.

جدول شماره ۲ دماهای شروع استحاله آستنیتی را که از نتایج دیلاتومتری (شکل ۶) بدست آمده است ، نشان می دهد.

جدول شماره ۲: دمای شروع استحاله آستنیتی

Milling Time(hr)	As ( $^{\circ}$ C)
2	132
4	129
6	118

نتیجه گیری:

- ۱) با افزایش زمان آسیاکاری، اندازه کریستالیت کاهش می یابد.
- ۲) با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت، کرنش شبکه نیکل ابتدا افزایش و سپس کاهش می یابد.
- ۳) میزان اکسید تیتانیم (TiO) با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت افزایش و سپس کاهش می یابد.
- ۴) با افزایش زمان آسیاکاری، مدت زمان لازم برای انجام واکنش بین  $Ti$  و  $Ni$  کاهش می یابد.

(۵) با افزایش مدت زمان آسیاکاری از ۰ تا ۶ ساعت، دمای شروع استحاله آستنیتی کاهش می-یابد.

منابع:

1. Wendy C. Crone, Alief N. Yahya, and John H. Perepezko ; Bulk Shape Memory NiTi with Refined Grain Size Synthesized by Mechanical Alloying ; Materials Science Forum, 2002 , vols. 386-388 , 597-602
2. Michael Alberter , The Effect of TiNiZr Alloy Composition on Martensitic Transformation, Harvard University REU 2005
3. Ming H. Wu, Fabrication of Nitinol Materials and Components, International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, Kunming, China, 2001, P.285-292 .
4. K. Otsuka , X. Ren, Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys, journal of Progress in Materials Science , 2005,50, 511–678
5. Sayed Khatiboleslam Sadrnezhad and Omid Lashkari, Property Change During Fixtured Sintering of NiTi Memory Alloy, journal of Materials and Manufacturing Processes, 2006, 21, 87–96
6. B.B. Panigrahi, M.M. Godkhindi, Dilatometric sintering study of Ti–50Ni elemental powders, journal of Intermetallics , 2006, 14, 130–135
7. JORMA RYHÄNEN, BIOCOMPATIBILITY EVALUATION OF NICKELTITANIUM SHAPE MEMORY METAL ALLOY, 1999, ISBN 951-42 5221-7
8. J. Jafari, S.M. Zebarjad, S.A. Sajjadi , Effect of Pre-strain on Microstructure of Ni-Ti Orthodontic Archwires, Journal of Materials Science and Engineering A , 2007,
9. M. Bram ,A. Ahmad-Khanlou , A. Heckmann , B. Fuchs , H.P. Buchkremer ,D. Sto`ver , Powder metallurgical fabrication processes for NiTi shape memory alloy parts ,Journal of Materials Science and Engineering A , 2002, 337, 254\_ 263
- 10 . C.L. Yeh, W.Y. Sung , Synthesis of NiTi intermetallics by self-propagating combustion , Journal of Alloys and Compounds , 2004, 376, 79–88
11. B. Bertheville, J.-E. Bidaux, Enhanced powder sintering of near-equiatomic NiTi shape-memory alloys using Ca reductant vapor , Journal of Alloys and Compounds , 2005, 387, 211–216