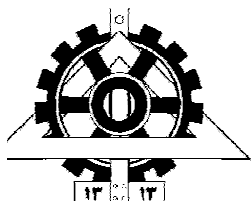


بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه تهران
پردیس دانشکده‌های فنی
دانشکده مهندسی متالورژی و مواد

عنوان:

بررسی اثر عملیات حرارتی بر رفتار استحاله سیم های ارتودنسی
حافظه دار و سوپرالاستیک پایه نیکل-تیتانیوم

نگارش:

سید محمد سید آقامیری

اساتید راهنما:

دکتر محمود نیلی احمدآبادی

دکتر شهرام رایگان

استاد مشاور:

دکتر حسن فرهنگی

پایان نامه جهت دریافت درجه کارشناسی ارشد

رشته مهندسی متالورژی و مواد

گرایش شناسایی و انتخاب مواد

مهر ۱۳۸۷

روزی خواهم آمد و پیامی خواهم آورد

در رگ ها نور خواهم ریخت

و صدا در داد ای سبدهاتان پر خواب سیب آوردم سیب سرخ خورشید

سهراب سپهری

تقدیم به پدر و مادرم

که همه موفقیت هایم از پرتو آنهاست

چکیده

در تحقیق حاضر به بررسی خواص مهندسی دو نوع سیم ارتودنسی سوپرالاستیک تجاری با نام‌های Highland Metal و Truflex و دو نوع سیم ارتودنسی حافظه‌دار تجاری با نام‌های 3M Unitek و Copper NiTi به کمک آزمون‌های خمش سه نقطه‌ای (Three point bending) و کالریمتری روبشی افتراقی (Differential scanning calorimetry) پرداخته شد. آزمون خمش سه نقطه‌ای سیم‌ها در دماهای 22°C و 50°C نشان‌دهنده خاصیت سوپرالاستیک خوب، سطوح نیروی پایین و نسبتاً یکنواخت در بیشتر سیم‌ها بود، اما سیم CopperNiTi در دمای 22°C سوپرالاستیسیت کمتری نشان داد. آزمون DSC سیم‌های سوپرالاستیک رفتار استحاله دو مرحله‌ای $B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$ را مشخص کرد، در حالی که سیم حافظه‌دار 3M Unitek تنها در سیکل سرمایش رفتار استحاله دومرحله‌ای روی داد. در سیم حافظه‌دار Copper NiTi نیز در هر دو سیکل سرمایش و گرمایش استحاله تک مرحله‌ای $B2 \leftrightarrow B19'$ به صورت پیک-های تیز صورت گرفت. مقایسه بارگذاری سیکلی سیم‌های ارتودنسی NiTi و NiTiCuCr نیز نشان‌دهنده پایداری بیشتر منحنی خمش سه نقطه‌ای با افزایش سیکل‌ها در سیم NiTiCu و افزایش هیستریزس در سیم NiTi بود.

از آنجا که در فرآیند تولید سیم‌های ارتودنسی، عملیات کشش سرد و عملیات حرارتی بعدی تأثیر بسزایی در رفتار سوپرالاستیک آلیاژ دارد، در ادامه تحقیق اثر آنها بر سوپرالاستیسیت مورد بررسی قرار گرفت. به این ترتیب هر چهار نوع سیم تحت عملیات آنیل محلولی در دمای 1000°C به مدت 90 min قرار گرفتند و سپس در دماهای 400°C و 500°C در زمان‌های مختلف 10 min، 30 min و 60 min آنیل شدند. با تشکیل رسوبات Ti_3Ni_4 در ریزساختار آلیاژ، بهترین رفتار سوپرالاستیک در شرایط پیرسازی 400°C در زمان 30 min مشاهده شد. همچنین رفتار استحاله حرارتی سیم‌ها پس از پیرسازی نشان‌دهنده افزایش دماهای استحاله با افزایش زمان پیرسازی بود. در شرایط مختلف پیرسازی، اثر ناهمگنی در انجام استحاله به صورت پیک‌های چندتایی مشاهده شد که با افزایش دما و زمان پیرسازی از میزان ناهمگنی‌ها کاسته شد.

در بخش آخر، رفتار استحاله سیم‌های ارتودنسی Ti-Ni-Cu تولید شده از طریق عملیات کشش سیم و سپس آنیل در دماهای 300°C ، 350°C و 400°C در زمان‌های 10 min، 30 min و 60 min بررسی شد. نتایج نشان داد آنیل در دمای 300°C و 350°C منجر به رفتار سوپرالاستیک مناسب و نیروی پلاتو کم در باربرداری می‌شود. وجود عنصر مس در ترکیب باعث انجام استحاله‌های تک مرحله‌ای $B2 \leftrightarrow B19'$ پس از انجام کار سرد و آنیل شد که با افزایش دما و زمان آنیل از پهنای پیک‌های استحاله کاسته شد. در نهایت رفتار استحاله تنشی و حرارتی مشابه نسبت به سیم تجاری موجود در سیم آنیل شده در دمای 350°C به مدت 30 min مشاهده شد.

تقدیر و تشکر

از تلاش‌ها و حمایت‌های همه جانبه استاد گرامی، جناب آقای دکتر نیلی احمدآبادی که موجب دلگرمی اینجانب در طول انجام پروژه شد، صمیمانه تشکر و قدردانی می‌نمایم.

از جناب آقای دکتر رایگان و جناب آقای دکتر فرهنگی که مرا از راهنمایی‌ها و مشاوره‌های خود بهره‌مند ساختند، سپاسگزارم.

از همکاری و مساعدت مسئولین آزمایشگاه استحاله فازی پیشرفته، آقای مهندس شیرازی و خانم مهندس شاه حسینی قدردانی می‌نمایم.

و در پایان از همه دوستان و همکاران خود در آزمایشگاه استحاله فازی پیشرفته به ویژه از تیم نایتینول، آقای مهندس شاه میر و سرکار خانم مهندس نقدی که همکاری و همفکری‌هایشان کمک موثری در پیشبرد پروژه بود، تشکر می‌نمایم.

فهرست مطالب

عنوان	صفحه
فصل اول: مقدمه	
مقدمه.....	۱۶
فصل دوم: مروری بر منابع	
۱-۱-تاریخچه ای بر آلیاژهای حافظه دار.....	۱۹
۲-۲-مقدمه ای بر آلیاژ حافظه دار NiTi.....	۲۰
۱-۲-۱-استحاله مارتنزیتی و رفتار ترموالاستیک.....	۲۰
۲-۲-۱-استحاله های مارتنزیتی در آلیاژهای حافظه دار Ni-Ti.....	۲۳
۱-۲-۲-۱-دیاگرام فازی Ni-Ti و ساختار کریستالی فازها.....	۲۳
۲-۲-۲-۱-استحاله های مارتنزیتی B19، B19' و R.....	۲۷
۳-۲-۲-۱-دوقلویی ها و اثر خود انطباقی در استحاله های مارتنزیتی.....	۳۰
۳-۲-۲-۳-هیستریزیس استحاله در آلیاژهای NiTi.....	۳۳
۳-۲-۳-حافظه داری و سوپرالاستیسیته.....	۳۹
۱-۳-۲-رفتار حافظه داری و سوپرالاستیک.....	۳۹
۲-۳-۲-منشاء رفتار حافظه داری و سوپرالاستیک.....	۴۱
۳-۳-۲-مکانیزم اثر حافظه داری.....	۴۲
۱-۳-۳-۱-خود انطباقی.....	۴۳
۲-۳-۳-۲-رشد واریانت ها حین بارگذاری.....	۴۴
۳-۳-۳-۲-بازیابی شکل.....	۴۴
۴-۳-۲-مکانیزم اثر سوپرالاستیک.....	۴۵
۵-۳-۲-شرایط ویژگی های حافظه داری و سوپرالاستیک مطلوب.....	۴۶
۴-۲-۱-اثر ترکیب و ریزساختار بر استحاله مارتنزیتی.....	۴۸
۱-۴-۲-عناصر آلیاژی و محل قرارگیری آنها در شبکه.....	۴۸
۲-۴-۲-اثر ترکیب بر رفتار استحاله آلیاژ Ni-Ti.....	۴۹
۱-۲-۴-۲-اثر مقدار نیکل آلیاژ بر دماهای استحاله.....	۴۹
۲-۲-۴-۲-اثر عناصر آلیاژی بر ساختار و دماهای استحاله مارتنزیتی.....	۵۰
۳-۴-۲-اثر اندازه دانه و جهت گیری دانه ها بر رفتار استحاله.....	۵۱
۴-۴-۲-کنترل دماهای استحاله به کمک عملیات پیرسازی.....	۵۴
۵-۴-۲-اثر رسوبات و شبکه نابجایی ها بر مسیر استحاله.....	۵۵

- ۵۷-۲-تأثیر عملیات ترمومکانیکی بر خواص حافظه داری و سوپرالاستیک ۵۷
- ۵۷-۲-۱-تأثیر کارسرد و آنیل بر رفتار حافظه داری و سوپرالاستیک ۵۷
- ۵۹-۲-۲-تأثیر عملیات پیرسازی بر رفتار حافظه داری و سوپرالاستیک ۵۹
- ۶۲-۲-۳-استحاله های چند مرحله ای غیر متعارف در آلیاژهای پیرسازی شده Ni-Ti غنی از نیکل ۶۲
- ۶۵-۲-۴-تأثیر بارگذاری سیکلی بر خواص سوپرالاستیک ۶۵
- ۷۰-۲-۶-کاربرد های آلیاژهای حافظه دار Ni-Ti در ارتودنسی ۷۰
- ۷۰-۲-۶-۱-اساس بیولوژیک استفاده از آلیاژ سوپرالاستیک Ni-Ti ۷۰
- ۷۲-۲-۶-۲-خواص مکانیکی و حرارتی سیم های ارتودنسی نیکل-تیتانیم ۷۲

فصل سوم: روش تحقیق

- ۷۶-۳-۱-مشخصات سیم های ارتودنسی مورد استفاده ۷۶
- ۷۷-۳-۲-عملیات آنیل محلولی و پیرسازی ۷۷
- ۷۷-۳-۳-ذوب و فراوری سیمهای ارتودنسی Ti-Ni-Cu ۷۷
- ۷۹-۳-۴-مشخصات نگهدارنده (Fixture) آزمایش خمش سه نقطه ای ۷۹
- ۸۱-۳-۵-آنالیز شیمیایی (EDS) ۸۱
- ۸۱-۳-۶-آزمایش خمش سه نقطه ای (TPB) ۸۱
- ۸۱-۳-۷-آزمایش کالریمتری روبشی افتراقی (DSC) ۸۱

فصل چهارم: نتایج و بحث

- ۸۴-۴-۱-نتایج آنالیز شیمیایی (EDS) سیم های ارتودنسی ۸۴
- ۸۵-۴-۲-نتایج رفتار استحاله سیم های ارتودنسی ۸۵
- ۸۵-۴-۲-۱-منحنی های DSC سیم های ارتودنسی NiTi ۸۵
- ۸۹-۴-۲-۲-منحنی های TPB سیم های ارتودنسی NiTi ۸۹
- ۸۹-۴-۲-۲-۱-منحنی های TPB سیم های ارتودنسی در دمای ۲۲°C ۸۹
- ۹۱-۴-۲-۲-۲-منحنی های TPB سیم های ارتودنسی در دمای ۳۷°C ۹۱
- ۹۳-۴-۲-۲-۳-منحنی های TPB سیم های ارتودنسی در دمای ۵۰°C ۹۳
- ۹۵-۴-۲-۳-بارگذاری سیکلی در سیم های ارتودنسی Ni-Ti و Ni-Ti-Cu ۹۵
- ۹۷-۴-۳-نتایج رفتار استحاله سیم های ارتودنسی عملیات حرارتی شده ۹۷
- ۹۷-۴-۳-۱-منحنی های DSC سیم های ارتودنسی عملیات حرارتی شده ۹۷
- ۹۷-۴-۳-۱-۱-منحنی های DSC سیم های سوپرالاستیک عملیات حرارتی شده ۹۷
- ۱۰۳-۴-۳-۱-۲-منحنی های DSC سیم های ارتودنسی حافظه دار عملیات حرارتی شده ۱۰۳
- ۱۰۸-۴-۳-۲-منحنی های TPB سیم های ارتودنسی عملیات حرارتی شده ۱۰۸

۱۰۹	۱-۲-۳-۴	منحنی های TPB سیم سوپرالاستیک Highland Metal عملیات حرارتی شده
۱۱۲	۲-۲-۳-۴	منحنی های TPB سیم سوپرالاستیک Truflex عملیات حرارتی شده
۱۱۵	۳-۲-۳-۴	منحنی های TPB سیم حافظه دار 3M Unitek عملیات حرارتی شده
۱۱۹	۴-۲-۳-۴	منحنی های TPB سیم های ارتودنسی Copper NiTi عملیات حرارتی شده
۱۲۲	۴-۴	نتایج رفتار استحاله سیم های Ti-Ni-Cu
۱۲۲	۱-۴-۴	منحنی های DSC سیم های Ti-Ni-Cu
۱۲۵	۲-۴-۴	منحنی های TPB سیم های Ti-Ni-Cu
۱۳۱		نتیجه گیری
۱۳۲		پیشنهادات
۱۳۳		مراجع

فهرست جدول ها

- جدول ۱-۲- مقایسه مشخصات کریستالوگرافی فاز مارتنزیت [۱۷]..... ۲۵
- جدول ۱-۳- مشخصات سیم های ارتودنسی مورد استفاده در پژوهش حاضر..... ۷۶
- جدول ۱-۴- دماها ($^{\circ}\text{C}$) و گرمای مبادله شده (J/g) و هیستریزیس ($^{\circ}\text{C}$) استحاله سیم سوپرالاستیک و حافظه دار..... ۸۹
- جدول ۲-۴- دماها ($^{\circ}\text{C}$) و گرمای مبادله شده (J/g) و هیستریزیس ($^{\circ}\text{C}$) استحاله سیم های سوپرالاستیک Highland Metal عملیات حرارتی شده..... ۱۰۳
- جدول ۳-۴- دماها ($^{\circ}\text{C}$) و گرمای مبادله شده (J/g) استحاله سیم های حافظه دار 3M Unitek عملیات حرارتی شده..... ۱۰۳
- جدول ۴-۴- دماها ($^{\circ}\text{C}$) و گرمای مبادله شده (J/g) و هیستریزیس ($^{\circ}\text{C}$) استحاله سیم های Ti-Ni-Cu در شرایط آئیل مختلف پس از ۳۰٪ کار سرد..... ۱۲۲

فهرست شکل ها

- شکل ۱-۲-مدل ساده استحاله مارتنزیتی [۵] ۲۱
- شکل ۲-۲-برش بدون تغییر شکل شبکه در استحاله مارتنزیتی؛ (a) تغییر شکل در حین استحاله مارتنزیتی، (b) و (c) نشان دهنده جایگیری کرنش با ایجاد لغزش (b) و دوقلویی (c) [۵]..... ۲۲
- شکل ۳-۲-دیاگرام فازی دو تایی Ti-Ni [۱۱]..... ۲۴
- شکل ۴-۲- شبکه کریستالی فاز آستنیت [۱۲]..... ۲۵
- شکل ۵-۲- نمایش آرایش اتمی فاز مارتنزیت (B19') [۱۸]..... ۲۶
- شکل ۶-۲- نمایش شبکه تریگونال فاز R [۲۴]..... ۲۶
- شکل ۷-۲- نمایش ساختار رومبوهدرال فاز R [۲۸]..... ۲۷
- شکل ۸-۲- منحنی های مقاومت الکتریکی نسبت به دما برای ۳ نوع استحاله در آلیاژهای پایه (a Ni-Ti) استحاله B2- ; (b B19' استحاله B2-R-B19' ; (c استحاله B2-B19-B19') [۳۳ و ۳۱، ۳۲]..... ۲۸
- شکل ۹-۲- وابستگی دماهای استحاله به مقدار Cu در آلیاژهای $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$ [۳۳]..... ۲۹
- شکل ۱۰-۲- سه مسیر استحاله مختلف در آلیاژهای پایه Ni-Ti [۴۳]..... ۳۰
- شکل ۱۱-۲- تصویر TEM از مورفولوژی مثلثی مارتنزیت B19' [۵۱]..... ۳۱
- شکل ۱۲-۲- تصویر میکروسکوپ نوری از آزاد شدن سطحی ناشی از استحاله B2-B19 در آلیاژ $Ti_{49.5}Ni_{40.5}Cu_{10}$ [۵۳]..... ۳۲
- شکل ۱۳-۲- تصویر نوری از فاز R در آنالیز دوسطحی در آلیاژ $Ti_{50.3}Ni_{48.2}Fe_{1.5}$ (a) سطح بالایی دانه، (b) سطح جانبی دانه [۵۴]..... ۳۲
- شکل ۱۴-۲- DSC نمونه Ti-50.8Ni کاملاً آنبیل شده ($800^{\circ}C - 0.5 h$) نشاندهنده دماهای استحاله [۴۴]..... ۳۳
- شکل ۱۵-۲- (a) مسیر استحاله استحاله رفت و برگشت به دلیل سهم شیمیایی و انرژی کرنشی الاستیک برگشت پذیر؛ (b) مسیر استحاله در نبود سهم غیرشیمیایی انرژی آزاد گیبس؛ (c) هیستریزیس f-T ایدهاآل مربوط به مقاومت اصطکاکی؛ (d) هیستریزیس کرنش-دما ایده آل نشان دهنده اثر ترکیبی انرژی کرنشی الاستیک ذخیره شده و مقاومت اصطکاکی در مقابل حرکت فصل مشترک و اتلاف انرژی کرنشی الاستیک ذخیره شده؛ (f: کسر استحاله انجام شده) [۵۶]..... ۳۶
- شکل ۱۶-۲- شماتیک منحنی های کرنش-دما (a و b) اثر انرژی کرنشی الاستیک بر سیکل هیستریزیس. (c و d) اثر اتلاف انرژی بر سیکل هیستریزیس [۵۶]..... ۳۷
- شکل ۱۷-۲- مناطق استحاله و هیستریزیس حرارتی در Ni-Ti-Cu. منطقه نقطه دار ترکیبات در حال بررسی را نشان می دهد [۶۲]..... ۳۸
- شکل ۱۸-۲- شماتیک رفتار حافظه داری یک آلیاژ حافظه دار [۶۴]..... ۳۹
- شکل ۱۹-۲- شماتیک رفتار سودوالاستیک یک آلیاژ حافظه دار [۶۴]..... ۴۰
- شکل ۲۰-۲- منحنی های تنش-کرنش آلیاژ Ti-50.6Ni که در $1000^{\circ}C$ به مدت ۱ h عملیات محلولی و سپس در آب کوئنچ شده است [۶۵]..... ۴۱

شکل ۲-۲۱-سه ارتباط شبکه‌ای ممکن در استحاله برگشت از فاز B19 به فاز مادر B2. (a) آرایش اتمی به دست آمده از استحاله بازگشت واریانت A، (b) آرایش اتمی به دست آمده از استحاله بازگشت واریانت B [۵] ۴۲

شکل ۲-۲۲-منحنی تنش- کرنش یک آلیاژ حافظه دار دربردارنده اثرحافظه‌داری [۷] ۴۳

شکل ۲-۲۳-مورفولوژی مثلی مارتنزیت B19' و روابط کریستالوگرافی بین واریانت‌ها در آلیاژ Ti-Ni [۵۰] ۴۴

شکل ۲-۲۴-دیاگرام تغییر شکل نسبت به دما نشان‌دهنده اثر حافظه‌داری در انتقال فاز R در آلیاژ Ti-Ni [۵۰] ۴۵

شکل ۲-۲۵-منحنی تنش- کرنش یک آلیاژ حافظه‌دار دربردارنده اثر سوپرالاستیک [۷] ۴۶

شکل ۲-۲۶-دیاگرام شماتیک نشان‌دهنده مناطق اثر حافظه‌داری و سوپرالاستیسیت در منحنی تنش-دما (A) تنش بحرانی بالا، (B) تنش بحرانی پایین [۴۳] ۴۷

شکل ۲-۲۷-دمای M_s به صورت تابعی از مقدار نیکل در آلیاژ دوتایی Ni-Ti. خط پیوسته به کمک محاسبات ترمودینامیکی بدست آمده است [۶۶] ۵۰

شکل ۲-۲۸-وابستگی سوپرالاستیسیت به اندازه دانه در آلیاژ Ti-50.5%Ni [۵] ۵۲

شکل ۲-۲۹-منحنی های تنش- کرنش در دمای 30°C (۲۰ $^{\circ}\text{C}$ بالای A_f) از نمونه های آلیاژ Ti-50.8%Ni در مراحل مختلف نورد گرم. R.D.: جهت نورد؛ T.D.: جهت عرضی. [۵] ۵۳

شکل ۲-۳۰-اثر زمان پیرسازی بر دمای R_s و M_s دو آلیاژ Ni-Ti غنی از نیکل Ti-51Ni و Ti-52.6Ni [۴۳] ۵۴

شکل ۲-۳۱-اثر دمای پیرسازی بر دمای R_s (تقریباً مستقل از زمان پیرسازی در دماهای پیرسازی بالاتر از 573K) [۷۵] ۵۵

شکل ۲-۳۲-شماتیکی از دو مسیر استحاله در آلیاژهای پایه NiTi نسبت به پایداری نسبی دو نوع مارتنزیت مختلف R و $B19'$ (a) استحاله تک مرحله ای $B19'$ ، (b) استحاله دومرحله ای $B2-R-B19'$ [۷۶] ۵۶

شکل ۲-۳۳-اثر عملیات ترمومکانیکی بر منحنی های تنش- کرنش به صورت تابعی از دمای تغییر شکل در آلیاژ Ti-49.8Ni (a) عملیات محلولی در $1273\text{K}/1\text{h}$ و سپس آنبیل شده در $673\text{K}/1\text{h}$ (b) آنبیل شده در $673\text{K}/1\text{h}$ پس از کار سرد [۷۷] ۵۸

شکل ۲-۳۴-تصاویر TEM آلیاژ Ti-49.8Ni آنبیل شده به مدت ۱ h در دماهای مختلف پس از کار سرد (a) کار سرد شده، (b) در 673K ، (c) در 773K ، (d) در 873K [۷۸] ۵۸

شکل ۲-۳۵-منحنی های تنش- کرنش به صورت تابعی از دمای تغییر شکل در آلیاژ Ti-50.6Ni پیرسازی شده در 773K به مدت ۱ h پس از عملیات محلولی در 1273K به مدت ۱ h [۸۰] ۶۰

شکل ۲-۳۶-منحنی های تنش- کرنش به صورت تابعی از دمای تغییر شکل در آلیاژ Ti-50.6Ni پیرسازی شده در 673K به مدت ۱ h پس از عملیات محلولی در 1273K به مدت ۱ h [۸۱] ۶۱

شکل ۲-۳۷-تصاویر TEM آلیاژ Ti-50.6Ni پیرسازی شده در دماهای مختلف پس از عملیات محلولی در 1273K به مدت ۱ h: (a) در 673K ، (b) در 773K ، (c) در 873K [۷۸] ۶۱

شکل ۲-۳۸-تصاویر TEM نمونه های پلی کریستال پس از پیرسازی در 723K به مدت ۱ h ۶۳

پلیکریستال Ti-50.6Ni، (b) پلی کریستال Ti-51.5Ni [۹۱] ۶۳

شکل ۲-۳۹-تصویر شماتیک از رابطه بین نرخ جوانه‌زنی و میزان فوق اشباع در منطقه مرزدانه (GB) و داخل دانه (GI) [۹۱] ۶۴

شکل ۲-۴۰-مدل ارائه شده جهت توصیف تغییرات ریزساختار ۶۵

در مقادیر فوق اشباع کم (a,b) و مقادیر فوق اشباع زیاد (c,d) [۹۱] ۶۵

شکل ۲-۴۱- اثر تغییر شکل سیکلی بر منحنی های تنش- کرنش در دماهای مختلف در آلیاژ Ti-50.5Ni که در $1273K$ به مدت ۱ h آنیل شده و سپس به طور آهسته در کوره سرد شده است [۶] ۶۶

شکل ۲-۴۲- اثر تغییر شکل سیکلی بر منحنی تنش- کرنش آلیاژ Ni-Ti تحت عملیات ترمومکانیکی مختلف [۶] ۶۷

شکل ۲-۴۳- اثر بارگذاری سیکلی بر منحنی تنش- کرنش آلیاژ Ti-55.6%wt Ni نشاندهنده سیکل های ۲؛ ۵ و ۹ ۶۸

شکل ۲-۴۴- تصاویر میکروسکوپ نوری از تجمع تغییر شکل پلاستیک موضعی در دانه ها حین بارگذاری سیکلی [۹۹] ۶۹

شکل ۲-۴۵- (a) مشخصات نیرو-جابجایی آلیاژهای ارتودنسی مختلف با قطر 0.41 mm (b) شماتیک منحنی تنش-کرنش سیم سوپرالاستیک NiTi [۶] ۷۱

شکل ۳-۱- نمونه یک سیم ارتودنسی قوسی شکل با مقطع حلقوی ۷۶

شکل ۳-۲- کوره قوس الکتریکی تحت خلا ۷۸

شکل ۳-۳- تصویر شمش پس از انجام عملیات فورج ۷۸

شکل ۳-۴- تصویر دستگاه نورد ۷۹

شکل ۳-۵- تصویر دستگاه کشش ۷۹

شکل ۳-۶- تصویر نگهدارنده خمش سه نقطه‌ای و برکت های چسبانده شده روی آن [۱۱۱] ۸۰

شکل ۳-۷- نمای جانبی نگهدارنده خمش سه نقطه‌ای و محل بارگذاری (دایره سیاه) ۸۰

شکل ۳-۸- فاصله بین دندان (mm) مورد استفاده در مدل و محل بارگذاری (دندان سیاه) [۱۰۵] ۸۰

شکل ۴-۱- نتایج EDS سیم های سوپرالاستیک Highland Metal (چپ) و Truflex (راست) ۸۴

شکل ۴-۲- نتایج EDS سیم های سوپرالاستیک 3M Unitek (چپ) و Copper NiTi (راست) ۸۵

شکل ۴-۳- منحنی های DSC سیم های ارتودنسی سوپرالاستیک (a Highland metal) و Truflex (b) ۸۶

شکل ۴-۴- منحنی های DSC سیم های ارتودنسی حافظه دار (a Copper NiTi) و 3M Unitek (b) ۸۸

شکل ۴-۵- منحنی های TPB سیم های ارتودنسی سوپرالاستیک و حافظه دار در دمای $22^{\circ}C$ ۹۰

شکل ۴-۶- منحنی های TPB سیم های ارتودنسی سوپرالاستیک و حافظه دار در دمای $37^{\circ}C$ ۹۲

شکل ۴-۷- منحنی های TPB سیم های ارتودنسی سوپرالاستیک و حافظه دار در دمای $50^{\circ}C$ ۹۴

شکل ۴-۸- بارگذاری سیکلی در سیم های NiTi ۹۶

شکل ۴-۹- بارگذاری سیکلی در سیم های NiTiCuCr ۹۶

شکل ۴-۱۰- منحنی DSC سیم سوپرالاستیک Highland Metal آنیل محلولی شده در دمای $1000^{\circ}C$ به مدت ۹۰ min ۹۸

شکل ۴-۱۱- منحنی DSC سیم های سوپرالاستیک Highland Metal پیرسازی شده در دمای $400^{\circ}C$ در زمان های مختلف (a) ۱۰ min (b) ۳۰ min (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۰۰

شکل ۴-۱۲- منحنی DSC سیم های سوپرالاستیک Highland Metal پیرسازی شده در دمای $500^{\circ}C$ در زمان های مختلف (a) ۱۰ min (b) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۰۲

شکل ۴-۱۳- منحنی DSC سیم حافظه دار 3M Unitek آنیل محلولی شده در دمای $1000^{\circ}C$ به مدت ۹۰ min ۱۰۴

- شکل ۴-۱۴-منحنی DSC سیم های حافظه دار 3M Unitek پیرسازی شده در دمای 400°C در زمان های مختلف
 (a) ۱۰ min و (b) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۰۵
- شکل ۴-۱۵-منحنی DSC سیم های حافظه دار 3M Unitek پیرسازی شده در دمای 500°C در زمان های مختلف
 (a) ۱۰ min و (b) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۰۸
- شکل ۴-۱۶-منحنی TPB سیم های سوپرالاستیک Highland Metal ۱۰۹
 آنیل محلولی شده در دمای 1000°C به مدت ۹۰ min ۱۰۹
- شکل ۴-۱۷-منحنی های TPB سیم های سوپرالاستیک Highland Metal پیرسازی شده در دمای 400°C در زمان
 های مختلف (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۱۰
- شکل ۴-۱۸-منحنی های TPB سیم های سوپرالاستیک Highland Metal پیرسازی شده در دمای 500°C در زمان
 های مختلف (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۱۱
- شکل ۴-۱۹-منحنی TPB سیم های سوپرالاستیک Truflex آنیل محلولی شده در دمای 1000°C به مدت ۹۰ min ۱۱۲
- شکل ۴-۲۰-منحنی های TPB سیم های سوپرالاستیک Truflex پیرسازی شده در دمای 400°C در زمان های مختلف
 (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۱۳
- شکل ۴-۲۱-منحنی های TPB سیم های سوپرالاستیک Truflex پیرسازی شده در دمای 500°C در زمان های مختلف
 (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۰۱
- شکل ۴-۲۲-منحنی TPB سیم های حافظه دار 3M Unitek آنیل محلولی شده در دمای 1000°C به مدت
 ۹۰ min ۱۰۲
- شکل ۴-۲۳-منحنی های TPB سیم های حافظه دار 3M Unitek پیر سازی شده در دمای 400°C در زمان های مختلف
 (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۱۷
- شکل ۴-۲۴-منحنی های TPB سیم های حافظه دار 3M Unitek پیر سازی شده در دمای 500°C در زمان های مختلف
 (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۱۸
- شکل ۴-۲۵-منحنی TPB سیم های حافظه دار Copper NiTi آنیل محلولی شده در دمای 1000°C به مدت ۹۰ min
 ۱۱۹
- شکل ۴-۲۶-منحنی های TPB سیم های حافظه دار Copper NiTi پیر سازی شده در دمای 400°C در زمان های
 مختلف (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۲۰
- شکل ۴-۲۷-منحنی های TPB سیم های حافظه دار Copper NiTi پیر سازی شده در دمای 500°C در زمان های
 مختلف (a) ۱۰ min، (b) ۳۰ min و (c) ۶۰ min پس از آنیل محلولی ۱۲۱
- شکل ۴-۲۸-منحنی های DSC سیم های Ti-Ni-Cu آنیل شده در دمای 300°C در زمان های مختلف (a) ۱۰ min
 پس از ۳۰٪ کار سرد ۱۲۳
- شکل ۴-۲۹-منحنی های DSC سیم های Ti-Ni-Cu آنیل شده در دمای 350°C در زمان های مختلف (a) ۱۰ min
 پس از ۳۰٪ کار سرد ۱۱۰
- شکل ۴-۳۰-منحنی های TPB سیم های Ti-Ni-Cu پس از ۳۰٪ کار سرد ۱۲۵

- شکل ۴-۳۱-منحنی های TPB سیم های Ti-Ni-Cu آئیل شده در دمای 300°C در زمان های مختلف (a) 10 min (b) 30 min و (c) 60 min پس از 30% کار سرد..... ۱۲۶
- شکل ۴-۳۲-منحنی های TPB سیم های Ti-Ni-Cu آئیل شده در دمای 350°C در زمان های مختلف (a) 10 min (b) 30 min و (c) 60 min پس از 30% کار سرد..... ۱۲۸
- شکل ۴-۳۳-منحنی های TPB سیم های Ti-Ni-Cu آئیل شده در دمای 400°C در زمان های مختلف (a) 10 min (b) 30 min و (c) 60 min پس از 30% کار سرد..... ۱۲۹

فصل اول:

مقدمه

مقدمه

پس از کشف اثر حافظه‌داری در آلیاژ نیکل-تیتانیوم، در حدود سال های ۱۹۷۰، این آلیاژ توسط اندرسن^۱ و همکارانش در کاربرد ارتودنسی مطرح شد و در سال های بعد با عرضه سیم های ارتودنسی سوپرالاستیک NiTi کاربرد آن با استقبال زیادی روبرو شد.

در آلیاژ نیکل-تیتانیوم، دو رفتار متمایز نسبت به بسیاری از آلیاژهای مهندسی وجود دارد: رفتار حافظه-داری و رفتار سوپرالاستیک. این ویژگی ها به واسطه استحاله مارتنزیتی ترموالاستیک در ترکیب نزدیک به هم اتمی نیکل-تیتانیوم دیده می شود که در آن فاز دمای بالای آستنیتی با ساختار B2 (از نوع شبکه برخلاف سایر آلیاژها کاملاً شکل پذیر بوده و به راحتی تغییر شکل می یابد. در رفتار حافظه‌داری، شکل اولیه فاز مارتنزیتی دمای پایین با اعمال تنش تغییر شکل پیدا می کند. در صورتی که مارتنزیت تغییر شکل یافته تا دمایی بالاتر از دمای استحاله A_f (دمای پایان استحاله مارتنزیت به آستنیت) حرارت داده شود، مجدداً به شکل اولیه خود باز می گردد و تغییر شکل صورت گرفته در نمونه بازیابی می شود. اما در رفتار سوپرالاستیک که در دماهای بالاتر از A_f و در حالت آستنیتی صورت می گیرد، آستنیت با اعمال تنش تا مقادیر زیادی کرنش (حدود ۸ درصد) در تنش نسبتاً ثابت دچار استحاله مارتنزیتی متأثر از تنش (Stress-induced martensitic transformation) با مکانیزم دوقلویی شده و پس از باربرداری از نمونه، مارتنزیت تشکیل شده مجدداً به ساختار آستنیتی تبدیل می شود و کرنش اعمالی به طور کامل بازیابی می شود.

مشخصه سوپرالاستیسیته در سیم های ارتودنسی نیکل-تیتانیوم که به صورت یک منطقه افقی در منحنی نیرو-جابجایی حین باربرداری شناخته می شود، سبب اعمال نیروهای تقریباً ثابت به دندان های نامنظم در طول دوره درمان می شود و از آنجا که اعتقاد بر این است که نیروهای کمتر و یکنواخت تر در درمان سریع تر نقش عمده ای دارند، این نوع سیم ها میتوانند موثرتر از سایر سیم های موجود در کاربرد ارتودنسی عمل کنند. به تازگی سیم های ارتودنسی حافظه‌دار نیکل-تیتانیوم نیز به صورت تجاری عرضه شده اند که گفته می شود دماهای استحاله مارتنزیتی نزدیک به دمای بدن دارند و از ویژگی های آن ها به گونه ای موثر استفاده می شود.

به منظور ایجاد خواص سوپرالاستیک مناسب، سیم های NiTi نزدیک به هم اتمی غنی از نیکل در مراحل تولید تحت عملیات کشش سرد و سپس آنیل قرار می گیرند که تشکیل شبکه نابجایی ها و

رسوبات هم سیمای Ti_3Ni_4 منجر به جلوگیری از پدیده لغزش حین تغییر شکل و بهبود خواص سوپرالاستیک و تنظیم دماهای استحاله در حدود دمای اتاق می شود.

عناصر آلیاژی نیز از جمله راه هایی هستند که جهت تغییر رفتار استحاله مورد استفاده قرار می گیرند. از جمله عناصر پر کاربرد در آلیاژهای حافظه دار نیکل-تیتانیوم، عنصر مس است که در مقادیر کم در بعضی سیم های ارتودنسی باعث تغییر مسیر استحاله $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ به $B2 \rightarrow B19'$ می شود و دماهای استحاله را تا حدودی افزایش می دهد. از دیگر خواص مس در آلیاژ $NiTi$ جلوگیری از تشکیل رسوبات Ti_3Ni_4 کاهش هیستریزس حرارتی و تنش و کاهش تنش سیلان در حالت مارتنزیتی است.

در تحقیق حاضر، ابتدا رفتار استحاله سیم های ارتودنسی تجاری مورد ارزیابی قرار گرفته و سپس تاثیر عملیات حرارتی بر سیم های ارتودنسی تجاری و افزودن مس به ترکیب در سیم های ارتودنسی سه تایی $50Ti-45Ni-5Cu$ بررسی شده است.

فصل دوم:

مروری بر منابع

۱-۲- تاریخچه ای بر آلیاژهای حافظه دار

اولین گزارشات در مورد ویژگی حافظه داری در فلزات در سال های ۱۹۳۰ منتشر گردید. اولاندر^۲ در سال ۱۹۳۲ رفتار سوپرالاستیک در آلیاژهای Au-Cd را کشف نمود. در سال ۱۹۳۸ گرینینگر و موردین^۳ پیدایش و سپس از بین رفتن یک فاز مارتنزیتی را در اثر کاهش و افزایش دما در آلیاژ Cu-Zn گزارش نمودند. پایه و اساس رفتار حافظه داری و نیز رفتار الاستیک حرارتی در فاز مارتنزیت توسط کردجامو و خاندروس^۴ در سال ۱۹۴۹ و نیز بوسيله چانگ و رید^۵ در سال ۱۹۵۱ تشریح گردید. در سال های نخست دهه ۱۹۶۰ بهلر^۶ و همکارانش در آزمایشات خود ویژگی حافظه داری را در آلیاژ نایتینول با نسبت اتمی معادل کشف نمودند. این آلیاژ نایتینول^۷ نامیده شد [۱]. از آن زمان به بعد تحقیقات بسیار زیادی بر روی این آلیاژ و مکانیزم رفتار حافظه داری و سوپرالاستیک آن انجام شده است. در سال ۱۹۶۷ در کنفرانس نول^۸، بهلر و همکارانش تحقیقات گسترده خود را بر روی نایتینول و کاربردهای تجاری فراوان در صنایع ارائه دادند. از جمله کاربردهای مطرح شده ساخت کوپلینگ توسط شرکت رایشم^۹ برای اتصال لوله های هیدرولیکی می باشد که در صنایع هوایی و نیروی دریایی ایالات متحده و همچنین در حوزه های نفتی دریای شمال مورد استفاده قرار گرفت. برای نخستین بار جانسون و الیکاندري^{۱۰} در سال ۱۹۶۸ قابلیت های این آلیاژ را بعنوان یک ماده مناسب کاشتنی در بدن (ایمپلنت) مطرح نمودند. استفاده از آلیاژ نایتینول به عنوان زیست مواد در کاربردهای پزشکی اولین بار در سال ۱۹۷۳ توسط کاترایت^{۱۱} و همکاران گزارش گردید. همچنین لوآباجی و سیمون و کستلمن^{۱۲} در سال های ۱۹۷۵ و ۱۹۷۶ و ۱۹۷۷ کاربردهای پزشکی این آلیاژ را مورد بررسی قرار دادند [۳و۲]. در سال های ۱۹۸۰ از این ایده ها پشتیبانی مالی به عمل آمد و کاربردهای ارتودنسی و نیز ارتوپدی آلیاژ به صورت آزمایشی آغاز گردید. در سال های ۱۹۹۰ کاربرد آلیاژ نایتینول برای استنت های عروق کرونر آغاز شد و سپس به طور گسترده در مقیاس تجاری استفاده از این نوع استنت ها رواج یافت. آلیاژ نایتینول در مقایسه با سایر آلیاژهای مورد استفاده در کاربردهای پزشکی دارای ویژگی منحصر به فرد سوپر الاستیسیته و حافظه داری می باشد؛ به همین دلیل در بعضی از موارد به عنوان بهترین انتخاب مطرح می گردد [۴].

² - Olander

³ - Griniger & Murdin

⁴ - Kurdjumov & Khandaros

⁵ - Change & Read

⁶ - Buhler

⁶ - Nitinol :Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory

⁷ - Nol

⁸ - Raychem

⁹ - Johnson & Alicandri

¹⁰ - Cartwright

¹¹ - Lobachi & Simon & Castleman

۲-۲-۲-مقدمه‌ای بر آلیاژ حافظه‌دار NiTi

۲-۲-۱-استحاله مارتنزیتی و رفتار ترموالاستیک

اثر حافظه داری خاصیتی منحصر به فرد از آلیاژهای خاصی است که استحاله مارتنزیتی در آنها رخ می‌دهد. اگر این آلیاژها در فاز دمای پایین تغییر شکل دهند با حرارت دهی تا دمای بحرانی که دمای استحاله برگشتی نامیده می‌شود به شکل اولیه خود بر می‌گردند. این آلیاژها خاصیت فوق العاده دیگری در دمای بالاتر دارند که از آن به عنوان خاصیت سوپرالاستیک یاد می‌کنند که در این شرایط مقدار زیادی کرنش با اعمال بار ایجاد و با برداشتن بار این کرنش بازیابی می‌شود. امروزه این آلیاژها به واسطه این خواص منحصر به فرد کاربردهای بسیاری در زمینه های مختلف از قبیل هوافضا، پزشکی، سنسورها، سیستم های متحرک و موارد دیگر پیدا کرده اند.

از آنجا که هر دو اثر حافظه داری و سوپرالاستیک ارتباط نزدیکی با استحاله مارتنزیتی دارد؛ لذا بررسی استحاله مارتنزیتی در فهم ماهیت این دو اثر می‌تواند راه گشا باشد.

استحاله مارتنزیتی یک استحاله فازی غیرنفوذی در جامدات است که در آن اتم ها به صورت دسته جمعی حرکت می‌کنند و معمولاً این حرکت به وسیله مکانیزم شبه برشی می‌باشد. اغلب در این نوع استحاله فاز مادر (فاز دمای بالا) دارای ساختار کریستالی مکعبی و فاز مارتنزیتی (فاز دمای پایین) از تقارن کمتری برخوردار است. استحاله مارتنزیتی به صورت شماتیک در شکل ۲-۱ آمده است. در این نوع استحاله وقتی دما از یک حد بحرانی کمتر شود، صفحات مارتنزیتی با مکانیزم شبه برشی تشکیل می‌شوند. مارتنزیت در ناحیه A و B دارای ساختار یکسان ولی با جهت گیری متفاوت است که از آنها به عنوان واریانت های مرتبط^{۱۳} در مارتنزیت یاد می‌شود. چون مارتنزیت از تقارن کمتری برخوردار است، چندین واریانت^{۱۴} با جهت گیری متفاوت می‌تواند از یک فاز مادر تشکیل شود. حال اگر دما بالا رود مارتنزیت ناپایدار شده و استحاله برگشتی رخ می‌دهد و اگر از نظر کریستالوگرافی برگشت پذیر باشد مارتنزیت به فاز مادر با جهت گیری اولیه تبدیل می‌شود که این مسئله اساس اثر حافظه داری است. مثال بالا به وضوح نشان می‌دهد که حرکت دسته جمعی اتم ها مشخصه استحاله مارتنزیتی است. به دلیل این رفتار است که استحاله مارتنزیتی را تحت عنوان استحاله با حرکت گروهی اتم ها^{۱۵} و یا استحاله نظامی^{۱۶} می‌نامند. همان طور که در شکل مشاهده می‌شود اگر چه جابجایی نسبی اتم ها در مقابل فاصله بین اتمی کوچک است اما در استحاله مارتنزیتی تغییر شکل

¹³ - Correspondence variants

¹⁴ - Variant

¹⁵ - Displacive

¹⁶ - Military