

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه صنعتی اصفهان

دانشکده مهندسی مواد

ارزیابی تاثیر متغیرهای ترمومکانیکی بر تشکیل ساختار میکروسکوپی و خواص مکانیکی آلیاژ حافظه دار NiTi نانوساختار

پایان نامه کارشناسی ارشد گرایش شناسایی، انتخاب و روش ساخت مواد مهندسی

امین اسماعیلی

اساتید راهنما:

دکتر احمد کرمانپور

دکتر احمد رضاییان



دانشگاه صنعتی اصفهان

دانشکده مهندسی مواد

پایان نامه کارشناسی ارشد رشته گرایش شناسایی، انتخاب و روش ساخت مواد مهندسی آقای

امین اسماعیلی

تحت عنوان

**ارزیابی تاثیر متغیرهای ترمومکانیکی بر تشکیل ساختار میکروسکوپی و خواص
مکانیکی آلیاژ حافظه دار NiTi نانوساختار**

در تاریخ ۱۳۹۲/۱۲/۲۴ توسط کمیته تخصصی زیر مورد بررسی و تصویب نهایی قرار گرفت.

- | | |
|-----------------------|----------------------------------|
| دکتر احمد کرمانپور | ۱- استاد راهنمای پایان نامه |
| دکتر احمد رضاییان | ۲- استاد راهنمای پایان نامه |
| دکتر محمد حسین عنایتی | ۳- استاد داور |
| دکتر ابوذر طاهری زاده | ۴- استاد داور |
| دکتر کیوان ریسی | ۵- سرپرست تحصیلات تکمیلی دانشکده |

پس از حمد و سپاس **خداوند** مهربان

به پاس تعبیر عظیم و انسانی شان از کلمه ایثار و از خودگذشتگی

به پاس عاطفه سرشار و گرمای امیدبخش

به پاس قلب های بزرگشان و به پاس محبت های بی دریغشان

این مجموعه را به **پدر و مادر** عزیزم تقدیم می کنم.

همچنین از زحمات و حمایت های بی دریغ اساتید محترم راهنما جناب آقای دکتر **احمد کرمانپور** و آقای دکتر

احمد رضاییان سپاسگزاری می کنم و از خداوند بزرگ برای این دو عزیز سلامتی و طول عمر همراه با سربلندی

آرزومندم.

از جناب آقای احسان محمد شریفی که در طول این تحقیق مساعدت موثر داشتند نیز کمال سپاس را دارم.

از مساعدت های جناب آقای دکتر علیرضا علافچیان که همکاری ایشان در پژوهشکده نانو دانشگاه صنعتی اصفهان کمک شایانی

در پیشبرد این تحقیق داشت تشکر می نمایم.

کلیه حقوق مادی مترتب بر نتایج مطالعات،
ابتکارات و نوآوریهای ناشی از تحقیق موضوع
این پایان نامه متعلق به دانشگاه صنعتی اصفهان
است.

تقدیم به

معنای واقعی محبت و ایثار،

پدر و مادر فداکارم.



Isfahan University of Technology

Department of Materials Engineering

**Evaluation of thermomechanical parameters on the formation of
microstructure and mechanical properties of nanostructured NiTi Shape
Memory Alloys**

A Thesis

Submitted in partial fulfillment of requirements

For the degree of Master of Science

By

Amin Esmaili

Evaluated and Approved by the Thesis Committee, on

1- A. Kermanpur., Associate. Prof. (Supervisor)

2- A. Rezaeian., Assistant. Prof. (Supervisor)

3- M.H. Enayati. , Prof. (Examiner)

4- A. Taherizadeh. , Assistant. Prof. (Examiner)

Department Graduate Coordinator

Isfahan University of Technology

Department of Materials Engineering

**Evaluation of thermomechanical parameters on the formation of
microstructure and mechanical properties of nanostructured NiTi Shape
Memory Alloys**

A Thesis Submitted in partial fulfillment of requirements For the degree of Master of Science

Degree: Master of Science

Author: Amin Esmaili

email : a.esmaili@ma.iut.ac.ir

Supervisor: A. Kermanpur, A. Rezaeian

Date: 15/03/2014

Language: Persian

Abstract

Shape memory alloys can retain and recover their initial shape after deformation through heating at temperatures above transformation temperature. Over the past several decades, the unique shape memory and super-elastic behaviour of NiTi alloy make it an ideal candidate to produce sensitive tools and components. In addition, high corrosion resistance and biocompatibility as well as great mechanical and tribological properties of the NiTi alloy have led to the extensive biomedical, aerospace and military applications. In this study, the NiTi shape memory alloy was fabricated using copper boat vacuum induction melting method. The influence of thermo-mechanical treatment such as cold rolling and subsequent annealing on microstructure, mechanical, super-elastic and shape memory properties of NiTi alloy was investigated. The samples prepared by induction melting inside the copper boats were homogenized at 900 °C for 4 h, after which they were subjected to hot rolling and subsequent cold rolling with 20-70% reduction in thickness at room temperature. Microstructural characterization carried out by transmission electron microscopy showed a nanocrystalline austenite structure with 20 nm grain size as well as deformation bands and amorphous structure in the 70% cold-rolled sample. The XRD analysis confirmed the presence of austenite phase in the cold rolled specimens. The density of dislocations for 70%-rolled sample was found to be $\sim 10^{13} \text{ cm}^{-2}$. Annealing at 300 °C mainly decreased the density of dislocations, whereas the amorphous bands were still present in the sample microstructure. Annealing at 400 °C led to the crystallization of amorphous phase and growth of austenite nano-grains to a range of 20-70 nm. In addition, annealing at 500 °C caused grain growth, and lowering of the dislocation density, leading to the stability of martensite phase. The results derived from hardness and shear punch tests revealed an increasing trend for hardness and strength with increasing the cold roll percentage; meanwhile, lower hardness and strength were obtained with increasing the annealing temperature executed after cold rolling. The super-elastic properties of the thermo-mechanically treated specimens, derived from the triple-point bending test at 100 °C, showed a promising behaviour of the samples annealed at 400 °C and existence of strain for the samples annealed at 500 °C. The shape memory test results revealed that thermo-mechanical treatment yields to an increase in the shape recovery percentage from 85% to over 94%. As well, for 40% and 70%-rolled samples which were annealed at 400 °C, the shape recovery percentage was measured to be $\sim 100\%$.

Keywords: NiTi Shape memory alloy; Nanostructured alloy, Thermo-mechanical treatment; Shape memory properties

فهرست مطالب

عنوان

صفحه

فهرست مطالب.....	دو
چکیده.....	هفت
فصل اول: مقدمه.....	۸
فصل دوم: مروری بر مطالب.....	۱۱
۱-۲- آلیاژهای حافظه دار.....	۱۱
۲-۲- آلیاژ حافظه دار <i>NiTi</i>	۱۳
۳-۲- خواص فیزیکی آلیاژ حافظه دار <i>NiTi</i>	۱۴
۱-۳-۲- نمودار فازی.....	۱۶
۲-۳-۲- انواع فازهای موجود در سیستم <i>NiTi</i>	۱۸
۴-۲- خاصیت حافظه داری.....	۲۱
۵-۲- خاصیت فوق کشسانی.....	۲۶
۶-۲- کاربردهای آلیاژ حافظه دار <i>NiTi</i>	۲۸
۱-۶-۲- کاربرد محرک.....	۲۹
۲-۶-۲- کاربردهای پزشکی.....	۳۰
۷-۲- روش های تولید <i>NiTi</i>	۳۱
۱-۷-۲- روش ذوب قوسی تحت خلاء.....	۳۲
۲-۷-۲- روش ذوب القایی تحت خلاء.....	۳۲
۳-۷-۲- روش ذوب با پرتو الکترونی.....	۳۳
۴-۷-۲- روش ذوب القایی تحت خلاء در قایقک مسی.....	۳۳
۸-۲- عملیات ترمومکانیکی آلیاژ حافظه دار <i>NiTi</i>	۳۴
۱-۸-۲- تاثیر کار سرد.....	۳۶
۲-۸-۲- تاثیر آنیل پس از کار سرد.....	۳۷
۹-۲- جمع بندی.....	۳۸
فصل سوم: مواد و روش ها.....	۴۲
۱-۳- مواد مورد استفاده.....	۴۲
۲-۳- ذوب و انجماد و همگن سازی.....	۴۲
۳-۳- نورد گرم.....	۴۵
۴-۳- نورد سرد.....	۴۵
۵-۳- آنیل پس از کار سرد.....	۴۶
۶-۳- بررسی ریزساختار و فازبندی.....	۴۶
۷-۳- بررسی دماهای استحاله.....	۴۷
۸-۳- بررسی خواص مکانیکی.....	۴۷

۴۸	۹-۳- بررسی رفتار حافظه داری و ابر کشسانی.....
۵۰	فصل چهارم: نتایج و بحث.....
۵۰	۱-۴- بررسی ریزساختار.....
۵۰	۱-۱-۴- ساختار ریختگی.....
۵۴	۲-۱-۴- ساختار همگن شده.....
۵۸	۳-۱-۴- ساختار نورد سرد شده.....
۶۵	۴-۱-۴- ساختار نورد سرد و آنیل شده.....
۷۳	۲-۴- بررسی خواص مکانیکی.....
۷۳	۱-۲-۴- دانسیته نابجایی ها.....
۷۴	۲-۲-۴- ارزیابی سختی.....
۷۵	۳-۲-۴- ارزیابی استحکام.....
۷۷	۳-۴- بررسی خواص حافظه داری و ابر کشسانی.....
۸۱	۴-۴- جمع بندی نتایج.....
۸۳	فصل پنجم: نتیجه گیری و پیشنهادات.....
۸۶	فهرست مراجع.....

فهرست اشکال

عنوان

صفحه

- شکل ۱-۲. آلیاژ حافظ در اشکال مختلف (سیم، ورق، فنر، میله) ۱۲
- شکل ۲-۲. تغییر ساختار کریستالی یک آلیاژ حافظه دار با افزایش دما و تغییر شکل ۱۵
- شکل ۳-۲. دیاگرام فازی *NiTi* تهیه شده توسط *Massalski* ۱۷
- شکل ۴-۲. دیاگرام *TTT* برای آلیاژ *Ni52%Ti* ۱۸
- شکل ۵-۲. نمودار مقاومت الکتریکی - دما برای ۳ نوع استحاله مارتزیت در آلیاژ *NiTi* ۱۹
- شکل ۶-۲. سه مسیر مختلف استحاله در آلیاژ *NiTi* ۱۹
- شکل ۷-۲. ساختار مونوکلینیک فاز مارتزیت '*B19*' آلیاژ *NiTi* ۲۰
- شکل ۸-۲. دماهای استحاله در حین گرم کردن و سرد کردن آلیاژ حافظه دار ۲۲
- شکل ۹-۲. شماتیک رفتار حافظه داری یک طرفه و دوطرفه آلیاژ حافظه دار ۲۳
- شکل ۱۰-۲. شماتیک استحاله مارتزیتی در رفتار حافظه داری آلیاژ حافظه دار ۲۳
- شکل ۱۱-۲. منحنی های تنش کرنش برای آلیاژ *Ti-50.6%Ni* عملیات حرارتی شده ۲۴
- شکل ۱۲-۲. منحنی تنش - کرنش برای آلیاژ *Ti-49.8%Ni* پیر شده در $400^{\circ}C$ پس از عملیات حرارتی محلولی ۲۵
- شکل ۱۳-۲. شماتیک نمودار تنش کرنش آلیاژ فوق کشسان *NiTi* ۲۶
- شکل ۱۴-۲. نمودار تنش - کرنش برای نمونه *NiTi* ۲۷
- شکل ۱۵-۲. نمودار تنش کرنش نمونه *NiTi* برای دماهای مختلف ۲۸
- شکل ۱۶-۲. منحنی تنش - کرنش برای آلیاژ حافظه دار *NiTi* ۲۹
- شکل ۱۷-۲. تصویر شماتیک و واقعی از عملکرد فنر حافظه دار در ساختار محرک های الکتریکی ۲۹
- شکل ۱۸-۲. تصویر سیم حافظه دار که با جریان الکتریکی تحریک می شود ۳۰
- شکل ۱۹-۲. برخی از کاربردهای آلیاژ حافظه دار در صنایع پزشکی ۳۱
- شکل ۲۰-۲. تعدادی از قطعات به کار رفته در موتور هواپیما از جنس آلیاژ حافظه دار *NiTi* ۳۱
- شکل ۲۱-۲. تصویر سیستم آزمایشگاهی روش *VIM* ۳۲
- شکل ۲۲-۲. تصویر واقعی از روش *CBVIM* برای تهیه آلیاژ حافظه دار *NiTi* ۳۴
- شکل ۲۳-۲. تصویر شماتیک از روش *CBVIM* ۳۴
- شکل ۲۴-۲. اندازه دانه و دانه فرعی پس از آنیل در دو آلیاژ ذکر شده ۳۸
- شکل ۱-۳. تصویر از دستگاه ریختگری به روش *CBIVM* و جزئیات آن ۴۳
- شکل ۲-۳. تصویر کویل طراحی شده برای ایجاد جریان های الکترومغناطیسی ۴۴
- شکل ۳-۳. نمایی از فرآیند انجام شده در این تحقیق ۴۶
- شکل ۴-۳. نمونه ای از منحنی نیرو-جابجایی حاصل از تست پانچ برشی ۴۸
- شکل ۵-۳. ابعاد و جزئیات آزمون خمش ۳ نقطه ای ۴۹
- شکل ۶-۳. ابعاد نمونه مورد آزمایش در آزمون خمش ۳ نقطه ای ۴۹
- شکل ۱-۴. ریز ساختار الف) ماکرو و ب) میکرو حاصل از میکروسکوپ نوری نمونه ریخته گری شده ۵۱
- شکل ۲-۴. شکل شماتیک از انجماد جهت دار در سیستم *CBVIM* ۵۲

- شکل ۳-۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به *EDS* از نمونه ریختگی *NiTi*..... ۵۴
- شکل ۴-۴. تصاویر *SEM* با بزرگنمایی های مختلف از ریزساختار نمونه همگن شده در دمای $900^{\circ}C$ به مدت ۴ ساعت..... ۵۵
- شکل ۵-۴. الگوی پراش پرتو *X* برای نمونه های ریختگی و همگن شده..... ۵۶
- شکل ۶-۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به *EDS* از نمونه همگن شده..... ۵۷
- شکل ۷-۴. نتیجه آزمون *DSC* برای نمونه همگن شده در دمای $900^{\circ}C$ به مدت ۴ ساعت..... ۵۸
- شکل ۸-۴. تصویر *SEM* از نمونه الف) (۴۰٪ و ب) (۷۰٪ نورد سرد شده..... ۵۹
- شکل ۹-۴. الگوی پراش پرتو *X* نمونه های نورد سرد شده..... ۶۰
- شکل ۱۰-۴. پهنای پیک صفحه (۱۱۰) در نیمه ارتفاع پیک بر حسب درصد نورد سرد..... ۶۰
- شکل ۱۱-۴. الف) تصویر *TEM* و الگوی پراش مناطق ب) نانوکریستال و ج) آمورف از نمونه ۷۰٪ کار سرد شده..... ۶۱
- شکل ۱۲-۴. مکانیزم تشکیل ریزساختار ترکیب فاز آمورف و نانو دانه بر اثر کار سرد در آلیاژ *NiTi*..... ۶۲
- شکل ۱۳-۴. تصویر *TEM* از قسمت دیگر ریز ساختار نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده..... ۶۳
- شکل ۱۴-۴. تصویر *SEM* از ریز ساختار مارتنزیتی نمونه نورد گرم شده..... ۶۴
- شکل ۱۵-۴. نتیجه آزمون *DSC* برای نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده..... ۶۵
- شکل ۱۶-۴. الگوی پراش پرتو *X* برای نمونه های نورد سرد شده و آنیل شده در دماهای مختلف..... ۶۶
- شکل ۱۷-۴. تصاویر *FESEM* از نمونه ۷۰٪ نورد شده و آنیل شده در دمای $300^{\circ}C$ به مدت ۱ ساعت..... ۶۸
- شکل ۱۸-۴. تصاویر *FESEM* از نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده و آنیل شده در دمای $400^{\circ}C$ به مدت ۱ ساعت..... ۶۹
- شکل ۱۹-۴. تصویر *TEM* از باندهای تغییر شکل کریستاله شده..... ۷۰
- شکل ۲۰-۴. تصویر *SADP* مربوط به شکل ۱۹-۴..... ۷۰
- شکل ۲۱-۴. تصویر *TEM* از قسمت های مختلف ریز ساختار نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده و آنیل شده در دمای $400^{\circ}C$ ۷۱
- شکل ۲۲-۴. ریز ساختار مارتنزیتی نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده و آنیل شده در دمای $500^{\circ}C$ به مدت ۱ ساعت..... ۷۲
- شکل ۲۳-۴. نمودار تغییرات دانسیته نابجایی برای نمونه های نورد سرد و آنیل شده..... ۷۳
- شکل ۲۴-۴. نمودار سختی و یکرز بر حسب درصد نورد..... ۷۴
- شکل ۲۵-۴. تغییرات سختی برای نمونه های نورد سرد شده و آنیل شده..... ۷۵
- شکل ۲۶-۴. مقادیر استحکام نهایی برشی بر حسب درصد نورد برای نمونه های نورد سرد شده..... ۷۶
- شکل ۲۷-۴. نمودار استحکام تسلیم و نهایی برشی بر حسب دمای آنیل برای نمونه های نورد سرد شده و آنیل شده..... ۷۷
- شکل ۲۸-۴. نمودار نیرو بر حسب جابجایی حاصل از آزمون خمش ۳ نقطه ای برای نمونه های نورد سرد شده..... ۷۸
- شکل ۲۹-۴. رفتار سوپرالاستیک حاصل از آزمون خمش ۳ نقطه ای برای نمونه های نورد سرد شده و آنیل شده..... ۷۹
- شکل ۳۰-۴. درصد بازیابی برای نمونه های نورد سرد-آنیل شده و نمونه بدون عملیات ترمومکانیکی..... ۸۱

فهرست جداول

- جدول ۱-۲. مواد با خاصیت حافظه داری..... ۱۳
- جدول ۲-۲ مقایسه خواص آلیاژ حافظه دار $NiTi$ و $CuZnAl$ ۱۴
- جدول ۳-۲ مقایسه پارامترهای شبکه بدست آمده از تحقیقات دانشمندان مختلف..... ۲۰
- جدول ۴-۲. ریز ساختارهای مختلف با انجام عملیات ترمومکانیکی..... ۳۷
- جدول ۱-۴: نتایج آنالیز شیمیایی EDS مربوط به نقاط و مناطق مشخص شده در شکل ۳-۴..... ۵۴
- جدول ۲-۴: نتایج آنالیز شیمیایی EDS مربوط به نقاط و مناطق مشخص شده در تصویر ۴-۶..... ۵۷
- جدول ۳-۴. اندازه دانه های ماکرو نمونه های نورد سرد شده (ابعاد بر حسب μm)..... ۵۸
- جدول ۴-۴. مقدار سختی ویکرز برای نمونه های مختلف..... ۷۴

چکیده

آلیاژهای حافظه دار قادر به حفظ و بازیابی شکل اولیه خود می باشند که این عمل بعد از تغییر شکل با گرم شدن در دمایی بالاتر از دمای استحاله انجام می شود. رفتار منحصر به فرد حافظه داری و ابرکشسانی آلیاژ حافظه دار *NiTi* باعث شده که در چند دهه اخیر از این آلیاژ در تجهیزات و ابزارهای حساس استفاده شده است. همچنین مقاومت به خوردگی بالا، زیست سازگاری بسیار خوب با بدن و مطلوب بودن خواص مکانیکی و سایشی باعث شده که این آلیاژ برای کاربردهای پزشکی، هوافضا و نظامی مورد توجه قرار گیرد. در این تحقیق امکان تولید آلیاژ حافظه دار *NiTi* به روش ذوب القایی در قایقک مسی و تاثیر عملیات ترمومکانیکی شامل نورد سرد و آنیل متعاقب بر ریزساختار، خواص مکانیکی و خواص ابرکشسانی و حافظه داری آلیاژ مورد بررسی قرار گرفت. نمونه های ریخته گری شده به روش ذوب القایی در قایقک مسی، پس از همگن سازی در دمای 900°C به مدت زمان ۴ ساعت، تحت عملیات نورد گرم قرار گرفته و سپس در دمای محیط با مقادیر مختلف کاهش ضخامت بین ۲۰٪ تا ۷۰٪ نورد سرد شدند. بررسی ریز ساختاری حاصل از میکروسکوپی الکترونی عبوری نشان داد که در نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده در قسمتهایی ریز ساختار آستنیتی نانومتری با اندازه دانه حدود ۲۰ نانومتر ایجاد شده و در بخش هایی دیگر از جمله باند های تغییر شکل، شبکه کریستالی تخریب شده و فاز آمورف تشکیل شده است. آنالیز فازی *XRD* حاکی از حضور فاز آستنیتی در نمونه های نورد سرد شده بود. مقدار دانسیته نابجایی ها برای نمونه ۷۰٪ نورد سرد شده حدود 10^{+13} cm^{-2} محاسبه شد. آنیل در دمای 300°C عمدتاً منجر به کاهش دانسیته نابجایی ها شد، اما همچنان باندهای آمورف در نمونه وجود داشتند. آنیل در دمای 400°C منجر به کریستالیزاسیون فاز آمورف و رشد نانودانه های آستنیتی تا ابعاد بین ۲۰ تا ۷۰ نانومتر شد. همچنین آنیل در دمای 500°C باعث رشد اندازه دانه و بازیابی کارسختی، کاهش دانسیته نابجایی ها و پایداری فاز مارتنزیت گردید. نتایج حاصل از آزمایش های سختی سنجی و پانچ برشی نشان دهنده افزایش سختی و استحکام با افزایش درصد نورد سرد و کاهش سختی و استحکام با افزایش دمای آنیل پس از نورد سرد بود. خواص ابرکشسانی نمونه هایی که مورد عملیات ترمومکانیکی قرار گرفته بودند، با استفاده از آزمون خمش ۳ نقطه ای در دمای 100°C مورد بررسی قرار گرفت که نتایج حاکی از رفتار مناسب نمونه های آنیل شده در دمای 400°C و حضور کرنش باقی مانده ناشی از لغزش برای نمونه های آنیل شده در دمای 500°C بود. آزمون حافظه داری نشان داد که عملیات ترمومکانیکی باعث افزایش درصد بازیابی شکل از ۸۵٪ برای نمونه بدون عملیات ترمومکانیکی تا درصد های بالاتر از ۹۴٪ شده است. همچنین برای آلیاژ ۴۰٪ و ۷۰٪ نورد سرد شده و آنیل شده در دمای 400°C درصد بازیابی شکل در حدود ۱۰۰٪ بدست آمد.

کلمات کلیدی: آلیاژ حافظه دار *NiTi*، آلیاژ نانو ساختار، عملیات ترمومکانیکی، خواص حافظه داری

فصل اول

مقدمه

آلیاژهای حافظه دار ($SMAs^1$) قادر به حفظ و بازیابی شکل اولیه خود می باشند که این عمل بعد از تغییر شکل با گرم شدن در دمایی بالاتر از دمای استحاله انجام می شود. این خاصیت منحصر به فرد بازگشت به شکل اولیه بعد از تغییر شکل غیر الاستیک (نزدیک به ۱۰٪) به عنوان خاصیت حافظه شکل^۲ شناخته می شود. آلیاژهای زیادی از جمله Ag-Cd، Ni-Al، In-Ti، Au-Cu، این خاصیت را از خود نمایش می دهند.

نایتینول^۳ آلیاژی از نیکل و تیتانیوم با ترکیب شیمیایی تقریبی Ni-50%atomTi می باشد که توسط بوهرلر^۴ در سال ۱۹۵۸ در آزمایشگاه نیروی دریایی آمریکا کشف شد. این آلیاژ به کمک استحاله مارتنزیتی از خود خاصیت حافظه شکل نشان می دهد. نایتینول به خاطر خواص منحصر به فرد از جمله اثر حافظه شکل، فوق کشسانی، مقاومت به خوردگی و زیست سازگاری که از خود نشان می دهد، یکی از مهمترین و پر کاربردترین آلیاژهای حافظه دار می باشد. این آلیاژ به خاطر خواص عالی ابرکشسانی و زیست سازگاری در صنایع پزشکی به عنوان یک ماده زیستی دارای کاربردهایی از جمله سیم ارتودنسی، ادوات ارتوپدی، سیم های راهنما، استنت، فیلترهای پزشکی و ادوات مورد استفاده در جراحی می باشد. با گسترش و رشد کاربردهای نایتینول در صنایع و بازارهای تجاری در سالهای اخیر، این آلیاژ مورد توجه مهندسان و صنعتگران قرار گرفته است. دسته های عینک، آنتن های فضایی، آنتن های تلفن همراه، عایق تحت فشار برای انژکتورهای سوختی، ادوات محافظ برای باتری های لیتیوم از جمله کاربردهای مهم این آلیاژ در صنایع مختلف می باشد.

¹ Shape Memory Alloy

² Shape memory effect

³ Nitinol

⁴ William.J.Buehler

دمای استحاله مارتنزیتی نایتینول به علت ایجاد رسوب، به کوچکترین انحراف از ترکیب شیمیایی ترکیب اتم برابر NiTi بسیار حساس می‌باشد. با افزایش مقدار Ni در این آلیاژ این حساسیت بسیار شدیدتر می‌شود. به همین علت تولید این آلیاژ به غیر از روش متالورژی پودر، به خاطر جلوگیری از ایجاد اکسیدها و رسوبات، به شدت نیاز به اعمال خلاء (در روش های تولید ذوبی) خواهد داشت. از جمله مهمترین روش های ذوبی تحت خلاء برای تولید این آلیاژ روش ذوب القایی تحت خلاء (VIM)^۱، روش ذوب قوسی تحت خلاء (VAR)^۲، روش ذوب با کمک پرتو الکترونی (EBM)^۳، و ذوب پلاسما (PM)^۴ می‌باشد.

یکی از جدیدترین روش هایی که برای تولید این آلیاژ با کیفیت بسیار بالا در نظر گرفته شده است، روش ذوب القایی تحت خلاء در قایقک مسی (CBIVM)^۵ می‌باشد. به کمک این روش هیچ کدام از مشکلات ایجاد رسوبات TiC و TiNiO و یا فاز های بین فلزی دیگر که در روش های VAR و VIM وجود دارد مشاهده نخواهد شد.

خواص کاربردی آلیاژهای حافظه دار مثل کرنش بازیابی، سرعت بازیابی شکل، تنش بازیابی، گستره دمایی بازیابی شکل و دمای استحاله به شدت به ریز ساختار و اندازه دانه حساس می‌باشد. به همین دلیل بهبود اندازه دانه در این آلیاژها در سالهای اخیر مورد توجه پژوهشگران واقع شده است. از این رو دستیابی به اندازه دانه در حد نانومتر به عنوان ابزاری برای بهبود خواص این آلیاژ در نظر گرفته می‌شود. در مواد نانو ساختار مکانیزم اصلی تغییر شکل شامل هر دو اثر حرکت نابجایی درون دانه و لغزش مرزدانه می‌باشد. تغییر شکل پلاستیک شدید با مکانیزم هایی نظیر، پیچش تحت فشار بالا^۶ (HPT)، پرسکاری زاویه ای در کانالهای مساوی^۷ (ECAP) و نورد سرد می‌تواند باعث متمرکز کردن تغییر شکل توسط باندهای برش در ساختار شده، شبکه کریستالی را تخریب و باعث تغییر از حالت کریستالی به حالت آمورف شود. تجمع نابجایی ها توسط کرنش برشی ایجاد شده باعث تشکیل باندهای با ساختار نانو و تولید فاز آمورف می‌شود. تحقیقات اخیر نشان می‌دهد که مواد نانو ساختار دارای خواص مکانیکی مطلوب شامل استحکام فوق العاده و انعطاف پذیری مناسب می‌باشند.

در تحقیقات گذشته برای دستیابی به ساختار نانو عمدتاً از روش های غیر صنعتی نظیر HPT و ECAP و روش نورد با سیستم های پیچیده اجرا گردیده است. تغییر فرم پلاستیک با شدت بالاتر منجر به تولید فاز آمورف و ایجاد پتانسیل بالاتر برای دستیابی به ساختار نانو را به دنبال داشته است.

با توجه به موارد ذکر شده و تحقیقات گذشته ایجاد ساختار نانو در آلیاژ حافظه دار NiTi تولید شده به روش CBVIM بررسی نشده است. همچنین امکان ایجاد ساختار نانو با استفاده از روش نورد که نسبت به روشهای HPT و ECAP ساده تر می‌باشد مورد تحقیق جامع قرار نگرفته است چرا که نورد تا بیش از ۴۰٪ به دلیل ایجاد و رشد ترک در نمونه های

¹ Vacuum induction melting

² Vacuum arc melting

³ Electron beam melting

⁴ Plasma melting

⁵ Copper boat vacuum induction melting

⁶ High pressure torsion

⁷ Equal channel angular pressure

مورد آزمایش امکانپذیر نبوده است. در این پروژه برای بدست آوردن کیفیت مطلوب برای شمش آلیاژ نایتینول، تولید از روش ذوب القایی در قایقک مسی استفاده شده است. سپس برای ارتقاء خواص مکانیکی و حافظه‌داری و بدست آوردن آلیاژ نانو ساختار، از روش ترمومکانیکی شامل نورد سرد-آنیل استفاده شد و تاثیر متغیرهای مختلف این عملیات ترمومکانیکی بر ریزساختار و خواص آلیاژ مورد بررسی قرار گرفته است.

فصل دوم مروری بر مطالب

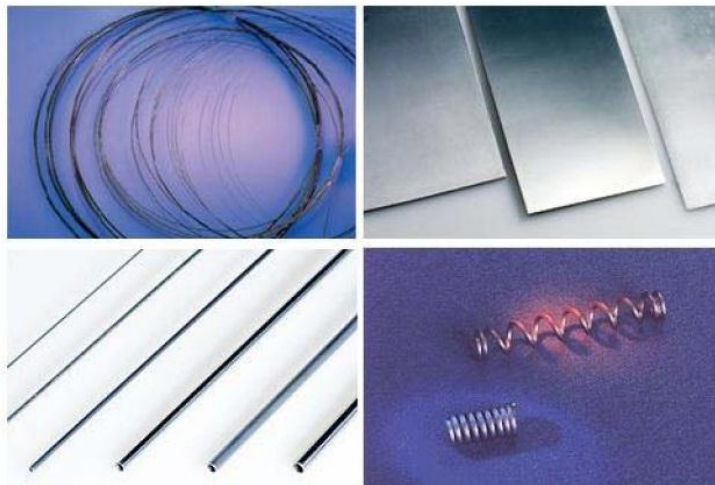
۲-۱- آلیاژهای حافظه دار

در سالهای اخیر پیشرفت های زیادی در زمینه مواد مهندسی نظیر فولادها، آلیاژ های غیر آهنی، سرامیک ها و غیره انجام شده است. با وجود این پیشرفت ها در دهه های اخیر نیاز به طراحی و ساخت مواد پیشرفته با قابلیت های خاص بیش از پیش احساس می شود. با گسترش تحقیقات در زمینه علم و مهندسی مواد و با ساخت مواد جدید با خواص ویژه و مطلوب تر زمینه پیشرفت در تکنولوژی نیز فراهم شده است. دسته ای از این مواد با عنوان مواد هوشمند^۱ اطلاق می شود. به طور کلی ماده هوشمند به ماده ای گفته می شود که یک یا چند خصوصیت آن ماده در پاسخ به یک محرک خارجی تغییر یابد. این مواد شامل مواد پیزو الکترونیک با قابلیت تبدیل انرژی مکانیکی به انرژی الکتریکی، مواد حافظه دار مغناطیسی با قابلیت تغییر شکل در حضور میدان مغناطیسی و آلیاژ های حافظه دار با توانایی تبدیل انرژی حرارتی به مکانیکی می باشد [۲۱].

عامل اصلی ایجاد رفتارهای منحصر به فرد در این آلیاژها، وقوع تبدیل فاز مارتنزیتی در این مواد است. تغییر فاز مارتنزیتی یک تغییر فاز حالت جامد است که دارای مشخصات ویژه ای می باشد. تبدیل فاز شامل یک تغییر شکل غیر الاستیک شبکه کریستالی است که بدون دخالت فرآیند نفوذ رخ می دهد. این استحاله فازی از حرکت دسته جمعی اتم ها در فواصلی کمتر از پارامترهای شبکه اتفاق می افتد و به همین دلیل سرعت این استحاله بسیار بالا است [۳ و ۴]. استحاله مارتنزیتی همواره بین دو فاز جامدی رخ می دهد که یکی در دمای بالا پایدار است و دیگری با همان ترکیب شیمیایی اما خصوصیات مختلف در دمای پایین پایدار می باشد. فازی که در دمای بالا پایدار است را آستنیت می نامند که با کاهش دما با سرعت زیاد تبدیل به ساختمانی با تقارن کمتر به نام مارتنزیت خواهد شد [۴].

آلیاژهای حافظه دار قادر به حفظ و بازیابی شکل اصلی بعد از تغییر شکل با حرارت بعد از دمای استحاله می باشد. این خاصیت منحصر به فرد بازگشت به هندسه اولیه بعد از تغییر شکل غیر الاستیک (تقریباً ۱۰٪) را به عنوان خاصیت حافظه داری می نامند. کشف مارتزیت در فولادها در دهه ۱۸۹۰ توسط آدولف مارتنز گام موثری در ب رای کشف آلیاژهای حافظه دار شد. مطالعه متالورژیکی در اوایل ۱۹۰۰ بوده است. استحاله مارتزیتی که در سیستم Fe-C مشاهده شد به عنوان یک فرایند برگشت ناپذیر منتشر شد. با وجود تلاش های محققین و مهندسين فقط تعداد محدودی آلیاژ حافظه دار در بازارها یافت می شود و در بین تمام آلیاژهای حافظه دار NiTi بهترین کاندید برای انتخاب می دانند. همچنین آلیاژ NiTi در مقابله با بقیه آلیاژهای حافظه دار و آلیاژهای رایج دیگر تقریباً کمترین ناهمسانگردی الاستیک که با کاهش دما کاهش می یابد را نیز داراست. همچنین آلیاژ NiTi به علت داشتن خواص مکانیکی خوب و قابلیت اثر حافظه داری، قابل رقابت با برخی از فلزات مهندسی رایج به خاطر است. به علاوه اخیراً کشف شده که در مقایسه با بقیه مواد مهندسی معمول مثل فولادها آلیاژهای پایه نیکل و کبالت و غیره NiTi دارای مقاومت سایشی بالایی دارد. پس به عنوان یک انتخاب برگزیده برای کاربردهای سایشی و کاربردهای تجاری مثل ادوات میکروالکترومکانیک MEMS و کاربردهای پزشکی می باشد [۴-۶].

مؤثرترین و گسترده ترین آلیاژهای حافظه دار شامل NiTi، CuZnAl و CuAlNi می باشند چرا که خواص منحصر به فرد حافظه داری و سوپر الاستیته باعث به کارگیری آنها در کاربردهای مختلف در اشکال متفاوت (شکل ۱-۲) شود [۷].



شکل ۱-۲. آلیاژ حافظه دار در اشکال مختلف (سیم، ورق، فنر، میله) [۶].

مفهوم استحاله ترموالاستیک که به عنوان استحاله برگشت پذیر است توسط Kurdjumov در سال ۱۹۴۹ براساس مشاهدات آزمایشگاهی در ساختار آلیاژهای CuZn و CuAl معرفی شد. در سال ۱۹۵۳ استحاله ترموالاستیک مارتزیتی در بقیه آلیاژهایی نظیر InTi نیز دیده شد [۸]. خاصیت حافظه داری تقریباً در سال ۱۹۳۲ کشف شد و تا سال ۱۹۷۱ باور به این بود که در تمام آلیاژهایی که استحاله های ترموالاستیک مارتزیت اتفاق می افتد رخ می دهد. اکثر آلیاژهایی که رفتار SME دارند در جدول ۱-۲ آورده شده است. تعداد زیادی از این آلیاژهای حافظه دار تا به امروز کشف شده