

ساخت قطعه نیمه نهایی از آلیاژ نایتینول به روش متالورژی پودر

امید لشکری^(۱)، سیدخطیب الاسلام صدرنژاد^(۲)

دانشکده مهندسی و علم مواد - دانشگاه صنعتی شریف

چکیده

استفاده از متالورژی پودر برای ساختن آلیاژ حافظه دار نایتینول به شکل نیمه نهایی هم به لحاظ اقتصادی و هم به سبب تسهیل در مراحل ساخت، دارای اهمیت است. فاز بین فلزی $TiNi$ ، می تواند بهترین رفتار حافظه داری و سوپرالاستیسیته را در این آلیاژ ایجاد نماید. درحالیکه ترکیبات غیر آستنیتی همچون Ti_2Ni و $TiNi_3$ خواص آلیاژ را بشدت تخریب می کنند، فاز $TiNi$ بسیار چقرمه بوده و مقاومت خستگی عالی دارد؛ ضمن آنکه مقاومت خوردگی، رفتار حافظه داری و برگشت کرنش مناسب - تا ۸ درصد - بکارگیری آلیاژ در کاربردهای مختلف علی الخصوص مهندسی پزشکی را مطلوب نموده است. روش تولید نایتینول همواره از معضلات بوده است. در این تحقیق، از متالورژی پودر بعنوان روشی مطلوب برای ساخت قطعه نزدیک به شکل نهایی، همگن از نظر ترکیب شیمیایی و تمیز به لحاظ ناخالصیهای قابل جذب مورد استفاده قرار گرفته و تأثیر پارامترهایی همچون فشار، دما و زمان زیتترینگ بر ریز ساختار و تخلخلهای درونی آلیاژ بررسی شده است. نتایج حاصل باتوجه به تصاویر متالوگرافی و ریز ساختار آلیاژ مورد تفسیر قرار گرفته است.

واژه های کلیدی: نایتینول، حافظه داری، متالورژی پودر، درصد تخلخل

مقدمه

نایتینول ترکیبی بین فلزی با ۵۰ درصد اتمی Ti و ۵۰ درصد اتمی Ni بوده و در نمودار دوتایی $Ni-Ti$ با نام $TiNi$ شناخته می شود. این ترکیب که اولین بار توسط آزمایشگاه نیروی دریایی آمریکا ساخته شد، خاصیت پارامغناطیسی داشته و خواص مکانیکی بسیار مطلوبی مانند حافظه داری را، حتی از بدو تشکیل می تواند دارا باشد [۱]. این آلیاژ می تواند در حالت نورد شده تا ۸ درصد کرنش باقیمانده در خود را بازیابی کرده، چقرمگی بسیار خوب و مقاومت خوردگی بالا در حد فولاد زنگ نزن ۳۱۶L از خود بروز دهد [۲]. علت

اصلی رفتار حافظه داری، استحاله مارتنزیت به آستنیت است که در محدوده ۲۲۳ الی ۳۷۳ درجه کلوین (متناسب با درصد نیکل) می‌تواند اتفاق افتاده و آلیاژ را در جایگاه مطلوبی بخصوص برای کاربردهای مهندسی پزشکی قرار دهد [۳].

آلیاژ نایتینول معمولاً در کوره القایی یا قوس الکتریکی ذوب شده و سپس نورد گرم و ماشینکاری می‌گردد. استفاده از روشهای دیگر از جمله متالورژی پودر به سبب طولانی و پرهزینه بودن ذوب که با ناهمگن شدن آلیاژ، تلفات مواد و جذب آلودگیهای موجود در بوته نیز همراه است، موجه بوده و مزایایی همچون یکنواختی آلیاژ نهایی، دسترسی به قطعه نزدیک به شکل نهایی و اقتصادی شدن روش تولید را به همراه دارد [۴]. به سبب ایجاد قطعه متخلخل، متالورژی پودر می‌تواند در بعضی از کاربردهای پزشکی همچون اتصالات استخوانی که رشد نسوج درون قطعه در آن مطلوب است، روشی ایده آل به حساب آید [۲].

در گزارشهای محققین، حضور ترکیبات بین فلزی Ti_2Ni و $TiNi_3$ در کنار $TiNi$ همواره بعنوان یک معضل عنوان شده است [۵]. لذا امکان حذف این ترکیبات با انجام زینترینگ در دماهای مختلف آزمایش شده و بهترین نتایج برای حصول $TiNi$ بدست آمده است [۶]. اگرچه زینترینگ فاز مایع بعنوان روشی مناسب توانسته است انرژی محرکه لازم برای انجام واکنشهای مطلوب را فراهم سازد [۷]، اما پایداری ترمودینامیکی فازهای Ti_2Ni و $TiNi_3$ ، ایجاد فاز $TiNi$ را با اندکی مشکل مواجه ساخته است [۸]. زینترینگ فاز مایع، به دلیل ایجاد فازهای مذاب در کنار ترکیبات جامد و انقباض فازهای مذاب بعد از انجماد، در نهایت قطعه متخلخلی بوجود می‌آورد که ویژگی وجود تخلخل در روش متالورژی پودر را تشدید می‌کند [۲]. در این مقاله ضمن بررسی پارامترهای مؤثر در تولید قطعه به روش متالورژی پودر، اثر فشار و دمای زینترینگ فاز مایع در میزان تخلخل، تغییر ابعاد و ریز ساختار آلیاژ $Ti-Ni$ مورد مطالعه قرار گرفته و نتایج بدست آمده با توجه به تصاویر متالوگرافی تفسیر شده است.

روش تحقیق

پودر تیتانیم اسفنجی با اندازه، ذرات ۲۱ میکرون ساخت شرکت BDH و پودر نیکل با اندازه ذرات ۵-۳ میکرون ساخت کمپانی Merck آلمان با نسبت اتمی مساوی به مدت یک ساعت درون ظرفی عایق بندی شده به کمک دستگاه لرزاننده با یکدیگر مخلوط شدند. نمونه‌های آزمایشی به شکل قرص، به وزن ۲ گرم و به قطر ۱۵ میلیمتر تحت فشارهای محوری ۴۰۰، ۵۰۰ و ۶۰۰ مگاپاسکال، از مخلوط پودری تهیه شدند. این نمونه‌ها تحت خلاء 10^{-5} Torr به دو صورت آزاد و درون فیکسچر به مدت‌های ۲، ۳، ۴ و ۵ ساعت

در دماهای ۹۵۰، ۱۰۰۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد زیتزر شدند. نمونه‌ها بعد از زیتترینگ پولیش شده و به کمک محلول اسیدی (۱۰ سی سی HF، ۱۵ سی سی HNO₃ و ۷۵ سی سی آب مقطر) اچ شدند. تصاویر متالوگرافی از ساختار آلیاژها تهیه شد. درصد تخلخل ظاهری نمونه‌های زیتزر شده نیز با میانگین‌گیری از ۵ محل در هر نمونه به کمک دستگاه آنالیز تصویری^۱ ساخت شرکت Bohler، محاسبه شد. تغییر میانگین ابعاد نمونه‌ها از طریق ۶ بار اندازه‌گیری با کولیس تعیین و ثبت گردید. آنالیز فازهای تشکیل شده به کمک روش XRD و با دستگاه اشعه X ساخت شرکت Philips انجام شد.

نتایج و بحث

تأثیر زیتترینگ بر ابعاد: نمونه‌هایی که بصورت آزاد زیتزر شدند، ۱۰ الی ۱۵ درصد افزایش شعاع و ۵ الی ۱۰ درصد کاهش ضخامت داشتند. علت اصلی این امر، زیتترینگ در فاز مایع بود که حالتی خمیری به ماده داده و حرکت بیش از حد آلیاژ سیال به طرفین و تغییرات ابعاد در نمونه زیتزر شده را سبب می‌شد. استفاده از فیکسچر برای ثابت نگه داشتن حجم، شرایط بسیار مساعدی برای کاهش تغییر ابعاد را فراهم آورد؛ بطوریکه حداکثر ۲ الی ۳ درصد تغییر در ابعاد نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. این مقدار تغییر را نیز بایستی ناشی از سایش فیکسچر در اثر استفاده مداوم از آن دانست. تأثیر استفاده از فیکسچر بر تغییر ابعاد نمونه در شکل ۱ و بر کاهش میزان تخلخل درونی آلیاژ در شکل ۲ نشان داده شده است.

درصد تخلخل ظاهری: افزایش تخلخل در نمونه‌هایی که بصورت آزاد زیتزر شدند، علاوه بر تغییر شکل، ناشی از افزایش حجم در اثر واکنشهای درونی آلیاژ نیز بود. نتایج حاصل از آنالیز تصویری میزان تخلخل ظاهری قطعات در شکل ۳-الف، ب و ج به تصویر کشیده شده است. این نتایج نشان می‌دهد که افزایش فشار می‌تواند موجب کاهش درصد تخلخل گردد. همچنین در هر دمای زیتترینگ به دلیل واکنشهای تبدیلی ترکیبات بین فلزی و آزاد شدن انرژی در درون قطعه، ابتدا افزایش درصد تخلخل مشاهده می‌گردد (شکل ۳-الف). یک نمونه بارز آزاد شدن شدید انرژی، سنتز احتراقی است که بصورت آتشفشان ظاهر می‌شود. بعد از گذشت زمان مطلوب زیتترینگ و کامل شدن واکنشهای تبدیلی، انرژی درونی آلیاژ کاهش یافته و آلیاژ پایدار می‌شود. این امر موجب کاهش نسبی تخلخل قطعه می‌گردد (شکل ۳-الف و ب). این پدیده شاید بتواند زمان مناسب زیتترینگ در فاز مایع در هر دمای مشخص را برای حصول فاز بین فلزی TiNi نشان دهد؛ یعنی

بعد از کاهش درصد تخلخل، از کامل شدن نسبی واکنشها و دسترسی به TiNi خالص می توان اطمینان حاصل کرد. آزمایشهای XRD تشکیل این فاز را در دمای زیتترینگ فاز مایع اثبات می کند. شکل ۴ پیکهای بوجود آمده در دماهای ۹۵۰، ۱۰۰۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد را بعد از ۲ ساعت تفسوشی مقایسه می کند. استحاله مارتنزیت به آستنیت در دمای محیط: از خصوصیات جالب آلیاژهای حافظه دار TiNi آن است که با انتخاب صحیح محدوده ترکیب شیمیایی، استحاله مارتنزیت به آستنیت آلیاژ حتی در دمای محیط نیز می تواند اتفاق افتد (شکل ۵-الف تا د). انجام این استحاله در دمای محیط، بعد از زمانهای متوالی مبین این مطلب است که فاز بین فلزی TiNi در زمینه آلیاژ بوجود آمده اما استحاله در تمام قسمتهای آلیاژ TiNi رخ نداده است. لازم به ذکر است که تنها قسمتی از آلیاژ در دمای محیط بازگشت می کند که از لحاظ ترکیب شیمیایی دارای ۴۸ الی ۵۰ درصد اتمی نیکل باشد. این قابلیت، کاربردهای آلیاژ را افزایش می دهد.

نتیجه گیری

- ۱- متالورژی پودر روشی مناسب برای حصول ساختاری همگن از لحاظ ترکیب شیمیایی و دارای حداقل آلودگی است.
- ۲- زیت کردن در فاز مایع روشی مناسب برای حصول فاز بین فلزی TiNi است.
- ۳- افزایش فشار موجب کاهش درصد تخلخل نمونه های زیتتر شده می شود.
- ۴- افزایش دما موجب تسریع در شکل گیری فاز TiNi می گردد.
- ۵- بعد از تکمیل واکنشهای درونی آلیاژ، درصد تخلخل نمونه در هر دمای مشخص کاهش می یابد.
- ۶- استحاله مارتنزیت به آستنیت در دمای محیط رخ داده و توسط عملیات متالوگرافی قابل مشاهده است.

تشکر و قدردانی

بدینوسیله از همکاری بی دریغ مسئولین آزمایشگاهها و کارگاههای دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف تشکر و قدردانی می شود.

مراجع

- 1- G. S. Brady, "Materials Handbook", 14th Edition, 1997, McGraw Hill.
- 2- S. M. Green, D. M. Grant and N. R. Kelly, "Powder Metallurgical Processing of

Ni-Ti Shape Memory Alloy", Powder Met., Vol. 40, No. 1, 1997, p. 43.

3- W. Tang, "Thermodynamic Study of the Low-Temperature Phase B19' and the Martensitic Transformation in Near-Equiatomic Ti-Ni Shape Memory Alloys", Met. Mater. Trans. A, Vol. 28A, 1997, p. 537.

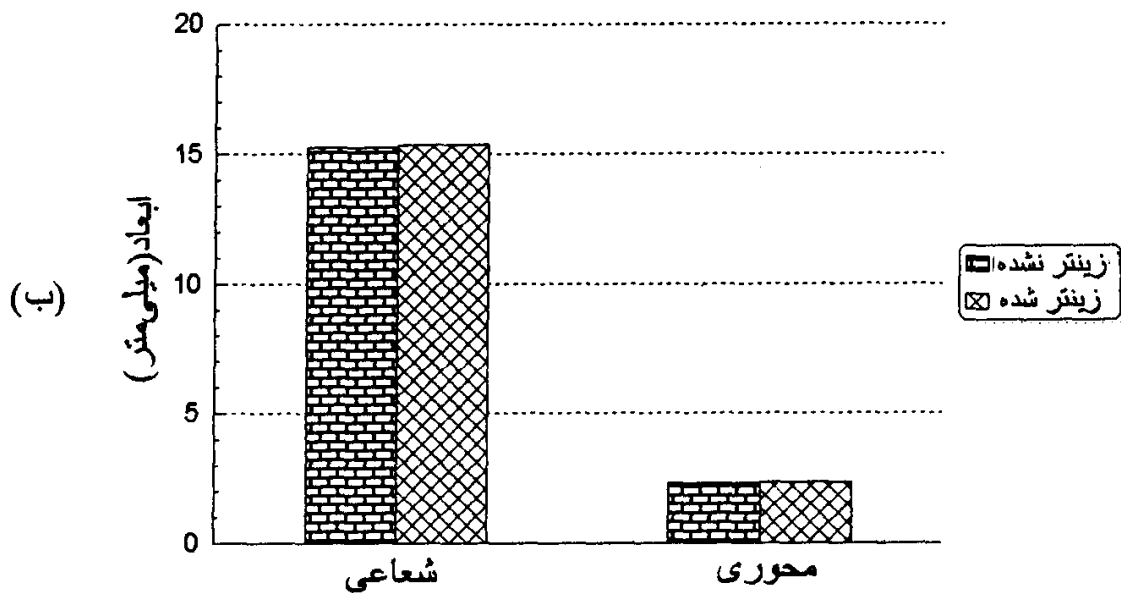
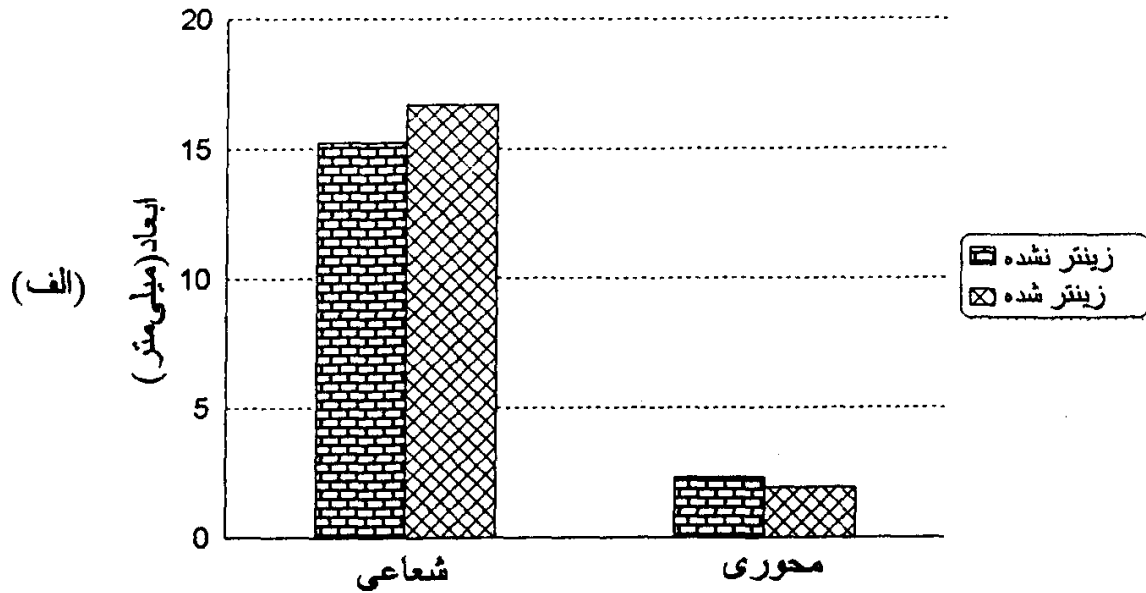
4- M. Igharo and J. V. Wood, "Compaction and Sintering Phenomena in Titanium - Nickel Shape Memory Alloys", Powder Met., Vol. 28, No. 3, 1985, p. 131.

5- D. G. Morris and M. A. Morris, "NiTi Intermetallic by Mixing, Milling and Interdiffusion Elemental Components", Mater. Sci. Eng., A110, 1989, p. 139.

6- S. Uehara, H. Sasano, Y. Kaieda and T. Suzuki, "Effect of Hydrostatic Pressure on the Sintering Behavior and Density of Blended Elemental TiNi Compacts", Powder Metal. Int., Vol. 17, No. 5, 1985, p. 229.

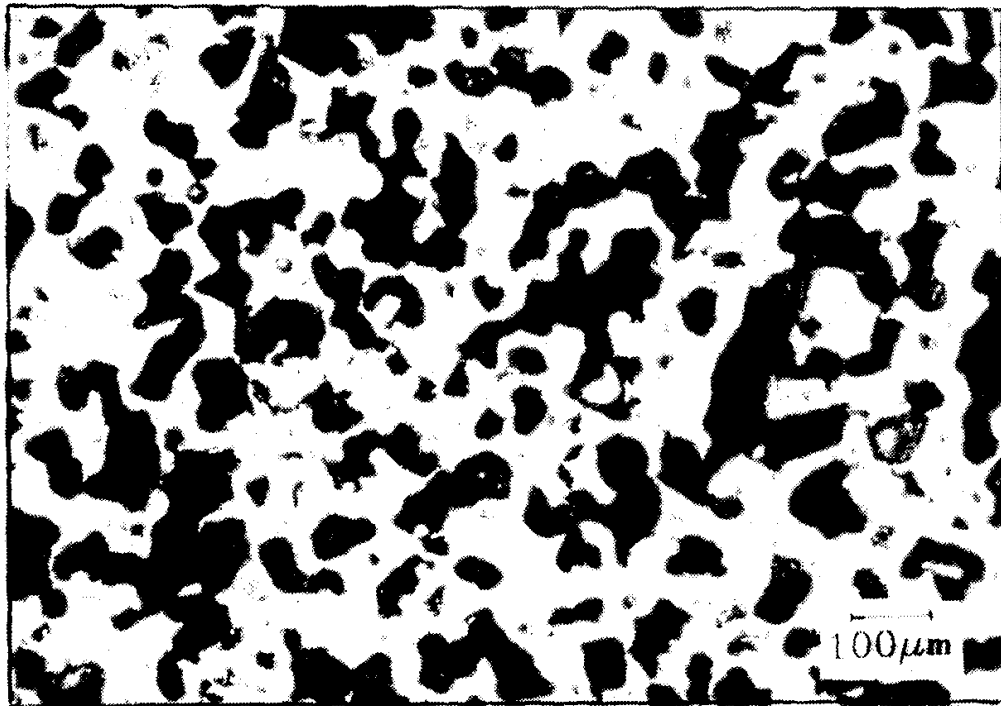
7- P. E. Zouas, R. M. German, K. S. Hwang and C. J. Li, "Activated and Liquid - Phase Sintering - Progress and Problems", JOM, No. 1, 1983, p. 28.

8- J. C. Hey and A. P. Jardine, "Shape Memory TiNi Synthesis from Elemental Powders", Mater. Sci. Eng., A188, 1994, p. 291.

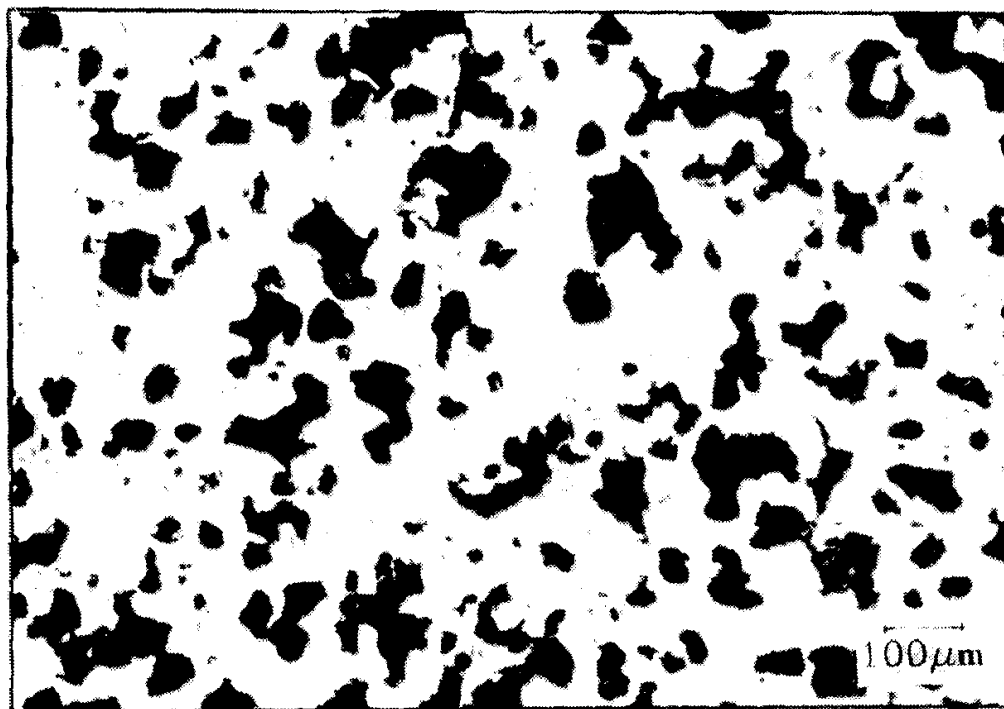


شکل ۱: مقایسه میزان تغییر در ابعاد نمونه‌های زینتر شده و نمونه‌های خام تولید شده با فشار ۴۰۰ مگاپاسکال و زینتر شده در

۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (الف) زینتر آزاد (ب) زینتر با فیکسچر

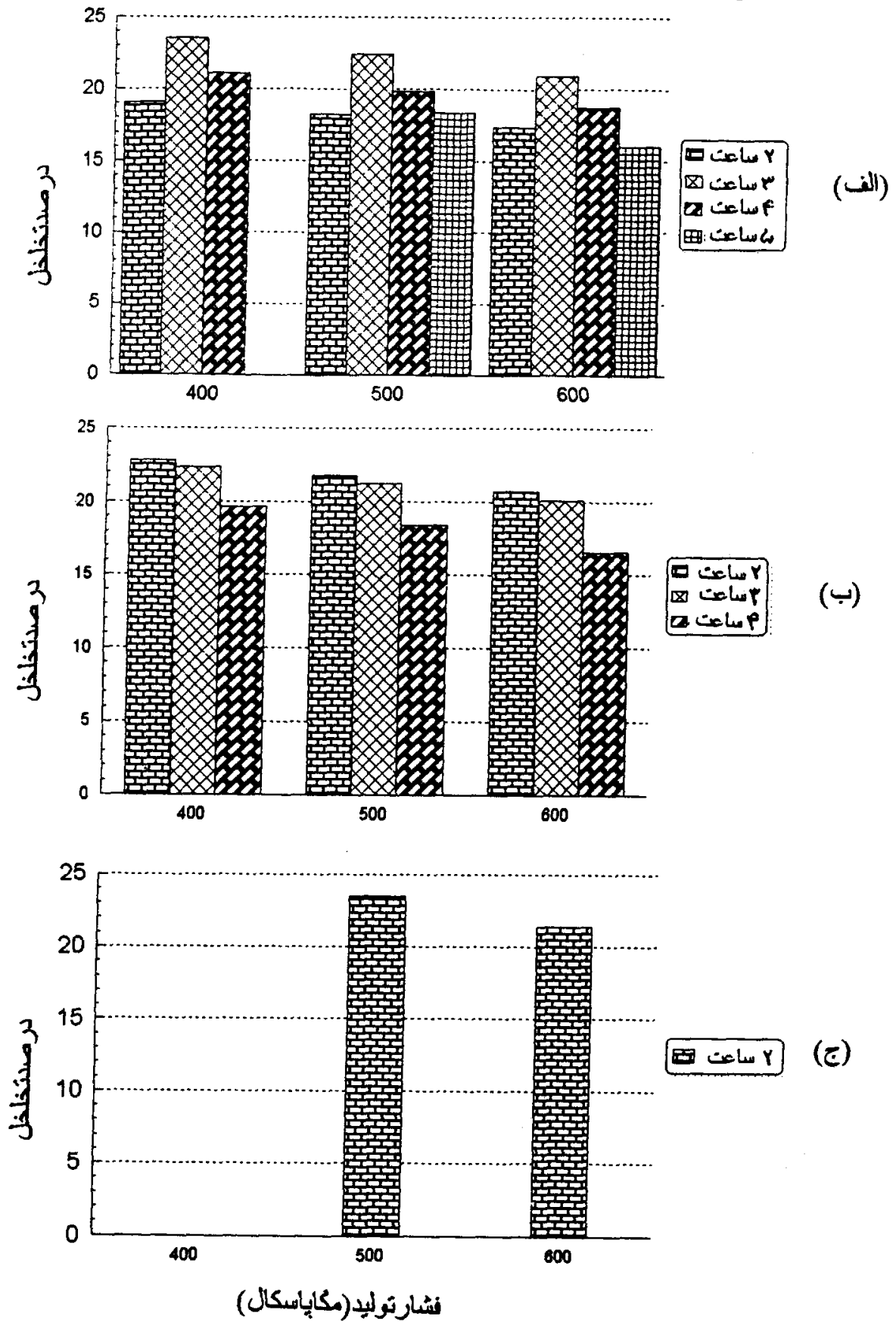


الف



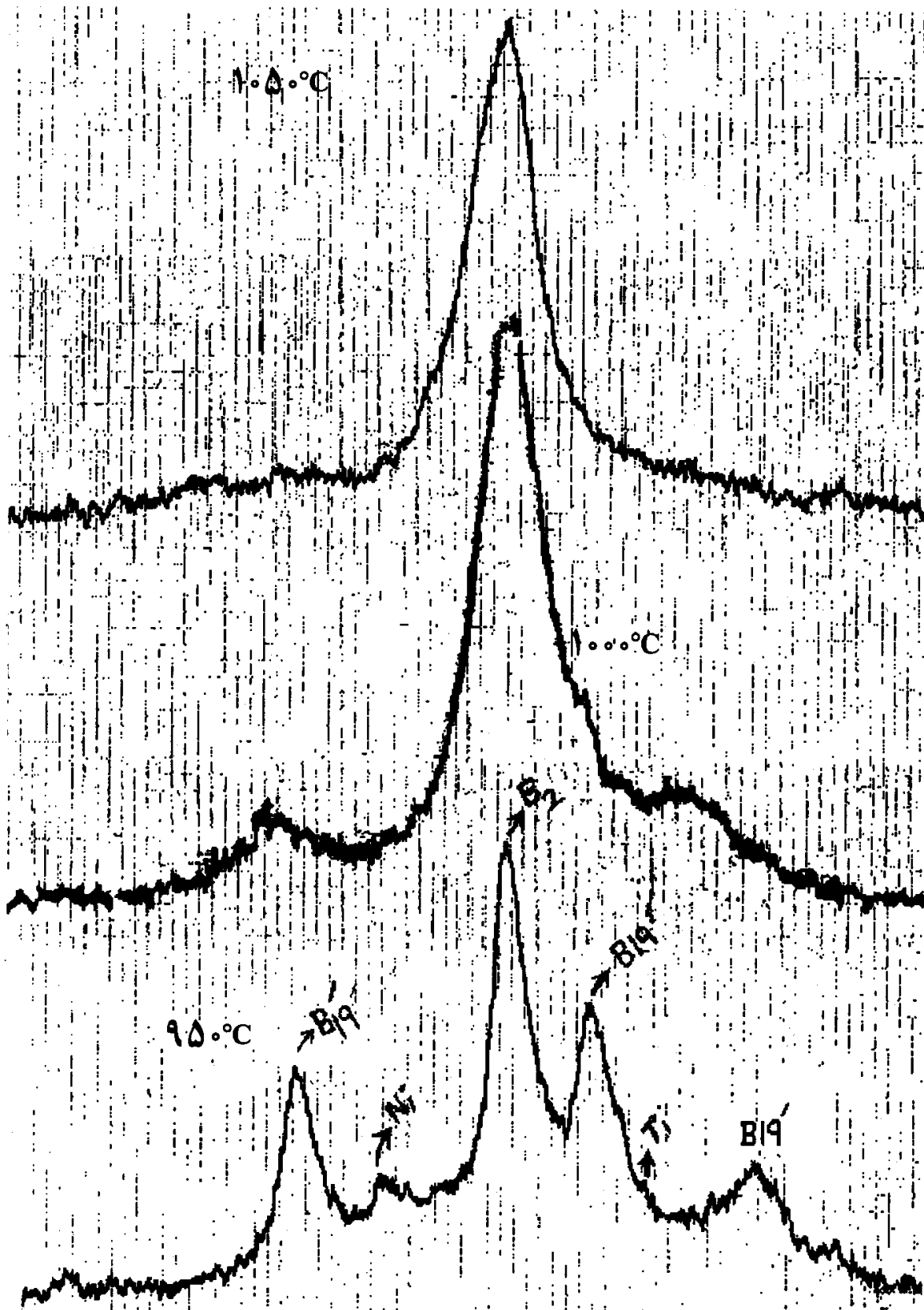
ب

شکل ۲: مقایسه تخلخل ظاهری نمونه‌های تولید شده با فشار ۴۰۰ مگا پاسکال و زینتر شده در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (الف) زینتر آزاد و (ب) زینتر با فیکسچر.

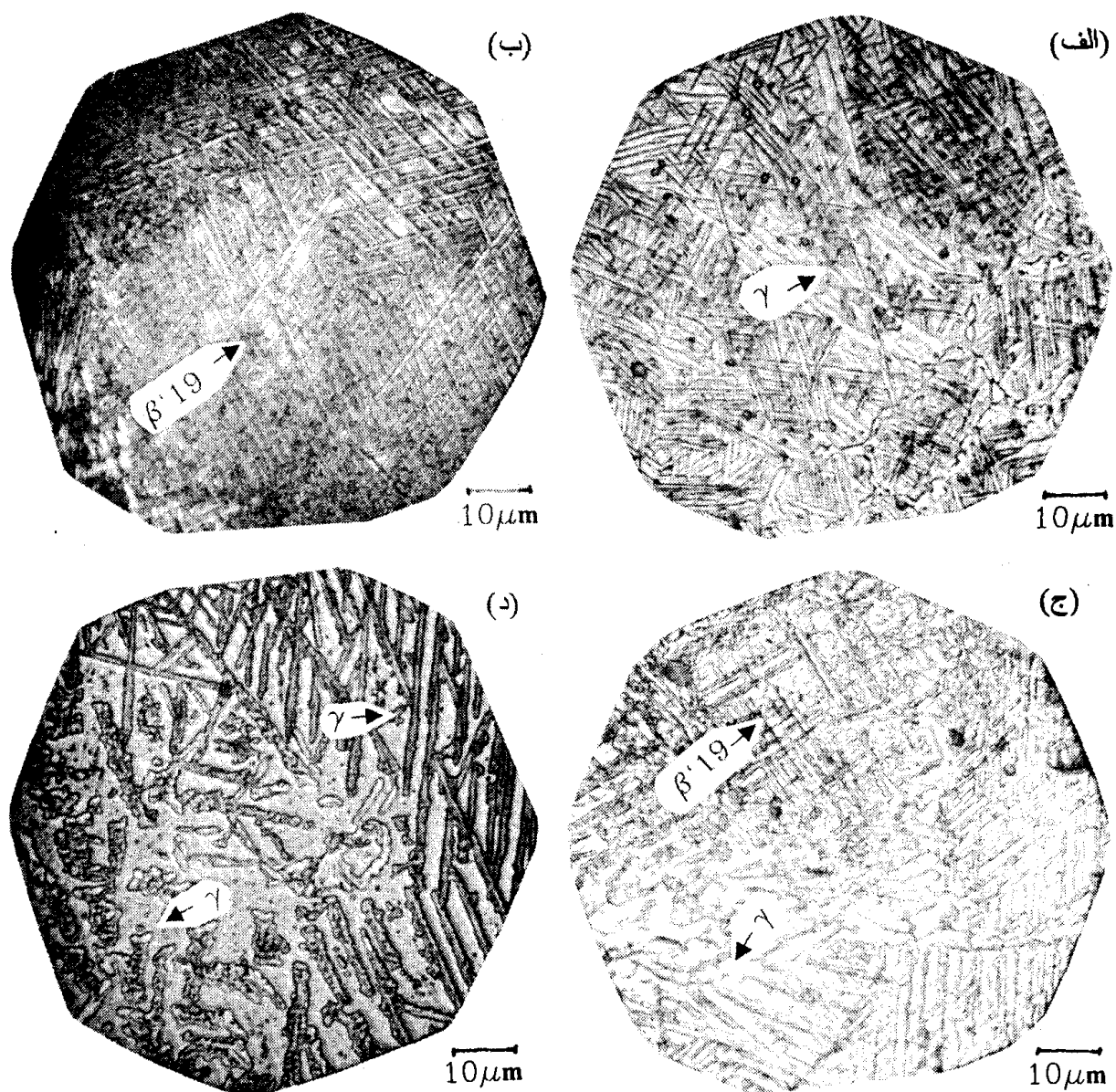


شکل ۳: مقایسه درصد تخلخل نمونه‌های تولید شده در فشارها و زمانهای مختلف در دمای ثابت

(الف) ۹۵۰ درجه سانتیگراد (ب) ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد (ب) ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد



شکل ۴: تأثير دمای زینترینگ فاز مایع بر نوع فازهای بوجود آمده در آلیاژ نایتینول.



شکل ۵: نمونه زینتر شده در ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (الف) زمینه آستنیتی را نشان می‌دهد که تحت واکنش مارتنزیتی قرار گرفته اما واکنش در آن کامل نشده و جهت‌گیری صفحات رابط سوزنی شکل در زمینه آستنیت به خوبی قابل مشاهده است، (ب) ساختار کاملاً مارتنزیتی که بعد از عملیات متالوگرافی مشاهده شده است، (ج) همان موضع بعد از گذشت ۱ ساعت، آستنیت بوجود آمده از مارتنزیت در قسمتی از تصویر مشاهده می‌شود و (د) همان نمونه بعد از ۲۰ ساعت، واکنش تبدیل مارتنزیت به آستنیت تقریباً کامل شده و تنها اثر سوزنهای مارتنزیت در زمینه آستنیت قابل مشاهده است.