

# تأثیر فرآیند تبلور مجدد و پیرسازی بر رفتار سوپرالاستیسیته و استحاله‌ی مارتنزیتی در سیم‌های حافظه‌دار NiTi غنی از نیکل

کامل کاظمی چوبی<sup>۱</sup>، جعفر خلیل علافی<sup>۲</sup>، وحید عباسی چپانه<sup>۳</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۲- دانشیار، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۳- دانشجوی دکتری، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

K.Kazemi.Ch@Gmail.com

Allafi@sut.ac.ir

Vahid61abbasi@Gmail.com

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۰/۰۱/۱۶، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۰/۰۴/۰۸)

## چکیده

در تحقیق حاضر تأثیر عملیات حرارتی آنیل و هم‌چنین عملیات پیرسازی پس از عملیات حرارتی آنیل بر روی رفتار سوپرالاستیسیته‌ی آلیاژ ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده نیکل-تیتانیم غنی از نیکل مورد تحقیق و مطالعه قرار گرفت. برای ارزیابی رفتار سوپرالاستیسیته، آزمایش کشش در دمای ۳۷°C با سرعت حرکت فک برابر با ۰/۱ mm/min و تا کرنش اعمالی ۵/۵ درصد استفاده شد. نتایج نشان داد که در حضور دانه‌های ریز ناشی از تبلور مجدد در ریزساختار آلیاژ، رفتار سوپرالاستیسیته بهبود می‌یابد ولی همواره مقدار تقریبی ۲٪ کرنش باقی مانده در منحنی تنش-کرنش نمونه‌ها مشاهده می‌شود. در حضور تلفیقی از دانه‌های ریز تبلور مجدد یافته، ناشی از عملیات حرارتی آنیل، هم‌چنین رسوبات Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> ناشی از عملیات پیرسازی پس از فرآیند آنیل، بهترین رفتار سوپرالاستیسیته بدون هیچ کرنش باقی مانده‌ای مشاهده می‌گردد. نتایج نشان دادند که تغییر اندازه‌ی دانه‌ها موجب تغییر توزیع رسوبات درون ریزساختار شده که این امر باعث تغییر در دماهای استحاله می‌گردد. بنابراین می‌توان بیان کرد که با تغییر اندازه‌ی دانه‌ها در طی فرآیند آنیل و با انجام پیرسازی متعاقب آن، می‌توان دماهای استحاله را کنترل نمود.

## واژه‌های کلیدی:

تبلور مجدد، سوپرالاستیسیته، آلیاژ حافظه‌دار NiTi، دماهای استحاله

## ۱- مقدمه

سازگاری بالا کاربردهای متنوعی دارند که مهمترین این کاربردها در تجهیزات پزشکی می‌باشد. اثر حافظه‌داری حرارتی توانایی ماده برای بازیابی مقادیر بالای کرنش به هنگام

آلیاژهای حافظه‌دار NiTi دسته‌ای از مواد هوشمندی هستند که بدلیل دارا بودن خواص منحصر بفردی مانند اثر حافظه‌داری حرارتی، خاصیت سوپرالاستیسیته و هم‌چنین قابلیت زیست

تأثیر می‌گذارند [۴ و ۷]. از طرفی اندازه دانه‌ها نیز در توزیع رسوبات تأثیر می‌گذارد و رفتار سوپرالاستیسیته و حافظه‌داری را تحت تأثیر خود قرار می‌دهد.

مشخص شده است که با پیرسازی آلیاژهای NiTi تحت بار خارجی، صفحه‌ی مادر رسوبات تمایل به قرار گیری در جهت تنش اعمالی خارجی را دارند [۴ و ۶-۸ و ۱۰]. از طرفی پیرسازی تحت تنش موجب یکنواختی بیشتر رسوبات  $Ni_4Ti_3$  در مناطق درون دانه و مرز دانه می‌گردد [۸ و ۱۱]. Favier و همکارانش [۱۲] پارامترهای پیرسازی تحت بار را مورد مطالعه قرار دادند و گزارش کردند که با انجام پیرسازی تحت تنش در زمان‌های بیشتر از پنج دقیقه، تنش‌های پلاتوی بالایی و پایینی کاهش می‌یابند در صورتی که در زمان‌های کمتر از پنج دقیقه مقادیر تنش‌های پلاتوی بالایی و پایینی افزایش می‌یابند.

علیرغم تحقیقاتی که در خصوص تأثیر پیرسازی تحت بار ثابت بر روی رفتار سوپرالاستیسیته‌ی آلیاژهای NiTi صورت گرفته است، مطالعات اندکی بر روی تأثیر ساختار تبلور مجدد یافته بر روی رفتار سوپرالاستیسیته موجود می‌باشد. بنابراین هدف از انجام این تحقیق بررسی رفتار سوپرالاستیسیته‌ی نمونه‌ها با مقادیر کارسرد متفاوت پس از انجام فرایند تبلور مجدد می‌باشد. هم‌چنین رفتار سوپرالاستیسیته‌ی نمونه‌ها با مقادیر کارسرد متفاوت که پس از فرآیند تبلور مجدد، تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته‌اند، مورد مطالعه قرار گرفته است.

## ۲- مواد و روش تحقیق

در انجام این تحقیق از سیم‌های NiTi با ترکیب اسمی  $50/9 \text{ at\% Ni}$  ساخته شده توسط کمپانی Memry آمریکا استفاده شده است. قطر سیم‌های مورد استفاده  $0.36 \text{ mm}$  بوده و در مرحله تولید حدود  $35\%$  کارسرد بر روی سیم‌ها صورت گرفته است. جهت حذف اثرات کارسرد ناشی از مرحله‌ی تولید، عملیات آنیل محلولی در دمای  $850^\circ\text{C}$  و به مدت  $60$  دقیقه در کوره‌ی مقاومتی بر روی تمامی نمونه‌ها انجام گرفته و بلافاصله نمونه‌ها در داخل آب  $25^\circ\text{C}$  کوئچ شدند. به منظور

گرمایش، پس از تغییر شکل در دمای پایین می‌باشد. درحالی‌که اثر سوپرالاستیسیته توانایی ماده برای بازیابی مقادیر بالای کرنش بلافاصله پس از حذف بار مکانیکی می‌باشد [۱].

اثر حافظه‌داری و سوپرالاستیسیته را می‌توان به انجام یک استحالته‌ی مارتزیتی ترموالاستیک که در آلیاژهای حافظه‌دار NiTi بوقوع می‌پیوندد، نسبت داد. بدین ترتیب که در اثر سرمایش آلیاژ، فاز دما بالای آستنیت با ساختار کریستالی B2 (مکعبی)، به فاز دما پایین مارتزیت با ساختار کریستالی B19 (مونوکلینیک) تبدیل شده و در مرحله‌ی گرمایش استحالته‌ی معکوس صورت می‌پذیرد [۲].

هم‌چنین در بعضی از شرایط خاص یک فاز مارتزیتی میانی، بنام فاز R، با ساختار کریستالی تریگونال در ریزساختار آلیاژ بوجود می‌آید. تحت این شرایط ابتدا فاز آستنیت در دمای بالا به فاز میانی R تبدیل می‌شود و سپس این فاز میانی به فاز مارتزیت در دمای پایین تبدیل می‌گردد. جهت بهبود خواص حافظه‌داری و سوپرالاستیسیته در این آلیاژها می‌بایست تغییر حالت مارتزیتی از طریق تشکیل دوقلوها انجام گیرد به همین خاطر تنش مورد نیاز برای وقوع پدیده لغزش را بایستی افزایش داد. به منظور نائل شدن به این هدف، انجام عملیات کارسرد، ریز کردن دانه‌ها و عملیات پیرسازی از روش‌های متداول به شمار می‌آیند [۱ و ۳].

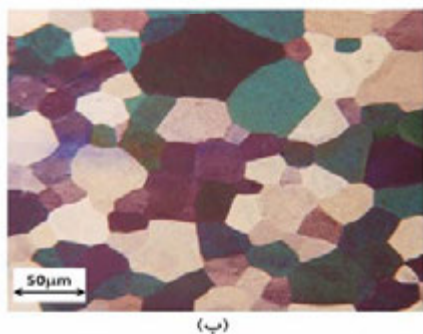
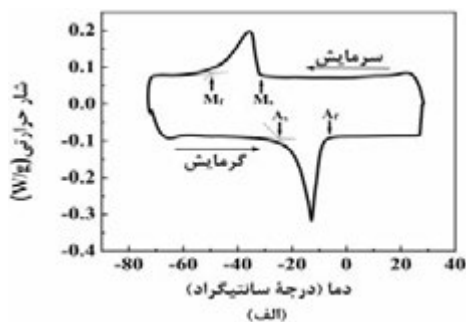
در طی پیرسازی آلیاژ NiTi، رسوبات شبه پایدار ریز و کوه‌رنت  $Ni_4Ti_3$  بصورت عدسی شکل، بر روی صفحات  $\{111\}$  فاز آستنیت بوجود می‌آیند [۴]. در شرایط آنیل محلولی شده و در غیاب این رسوبات، استحالته‌ی تک مرحله‌ای آستنیت به مارتزیت، در مرحله‌ی سرمایش بوقوع می‌پیوندد. درحالی‌که در حضور رسوبات  $Ni_4Ti_3$  مقاومت بسیار زیادی در شبکه و در برابر وقوع استحالته‌ی مارتزیت به وجود آمده و استحالته‌ی آستنیت به مارتزیت نمی‌تواند بصورت مستقیم بوقوع پیوندد. بنابراین ابتدا آستنیت به فاز R و سپس فاز R به مارتزیت متحول می‌شود [۱ و ۳].

رسوبات تشکیل شده بر دماهای استحالته و خواص مکانیکی

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی‌های ریزساختاری

در شکل (۱) منحنی DSC نمونه‌ی آنیل محلولی شده (به مدت یک ساعت در  $850^{\circ}\text{C}$ ) و ریزساختار این نمونه نشان داده شده است.



شکل (۱): منحنی DSC و تصویر میکروسکوپی نمونه‌ی آنیل محلولی شده

در منحنی DSC نمونه‌ی آنیل محلولی شده، یک پیک در مرحله‌ی سرمایش و گرمایش آلیاژ مشاهده می‌شود که بترتیب منطبق با استحاله‌ی B2 به B19 و B19 به B2 می‌باشد. با توجه به منحنی DSC نمونه‌ی آنیل محلولی شده، دماهای استحاله بترتیب زیر بدست می‌آیند.

$$M_s = -32^{\circ}\text{C}; M_f = -50^{\circ}\text{C}; A_s = -24^{\circ}\text{C} \text{ و } A_f = -6^{\circ}\text{C}$$

با توجه به شکل (۱) می‌توان بیان نمود که اثرات کارسرد اولیه‌ی ناشی از مرحله‌ی تولید سیم‌ها از بین رفته و ریزساختار نمونه‌های آنیل محلولی شده شامل دانه‌های جدیدی می‌باشند که در اثر فرآیند تبلور مجدد در ریزساختار نمونه‌ها بوجود آمده و رشد کرده‌اند که میانگین اندازه‌ی دانه‌ها در نمونه‌ی آنیل محلولی شده برابر با  $29/5$  میکرومتر می‌باشد. در شکل (۲) ریزساختار نمونه‌های  $40$  و  $60$  درصد کارسرد شده نشان داده

کاهش اکسیداسیون سطحی نمونه‌ها در حین عملیات آنیل محلولی، نمونه‌ها داخل لوله‌ی کوارتز قرار داده شدند و عملیات حرارتی تحت گاز آرگون انجام گرفت. هم‌چنین مقداری براده‌ی تیتانیوم، جهت جذب اکسیژن و کاهش اکسیداسیون، به همراه نمونه‌ها درون لوله‌ی کوارتز قرار داده شد. مقادیر  $40$  و  $60$  درصد کارسرد بر روی نمونه‌ها اعمال شد و درون لوله‌ی کوارتز در دمای  $600^{\circ}\text{C}$ ، عملیات حرارتی آنیل صورت گرفت. عملیات پیرسازی نمونه‌ها در دمای  $450^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان  $45$  دقیقه تحت گاز آرگون انجام شد.

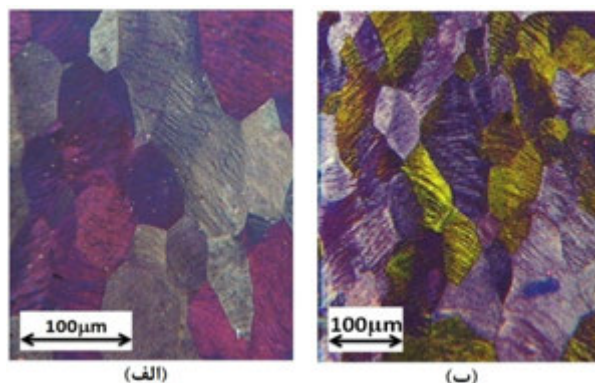
به منظور مشاهده‌ی ساختار میکروسکوپی، نمونه‌ها پس از سنباده زنی و الکتروپولیش، با استفاده از محلول  $100$  میلی‌لیتر اسید هیدروکلریک،  $20$  میلی‌لیتر آب مقطر،  $2/4$  گرم آمونیوم هیدروژن دی‌فلوراید و  $34/5$  گرم پتاسیم متا‌بای سولفات اچ شیمیایی شده و با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل Olympus PMG3 با نور پلاریزه بررسی‌های ریزساختاری انجام شد.

آزمایش کشش نمونه‌ها در دمای  $37^{\circ}\text{C}$  و با استفاده از دستگاه کشش Adamel Lohmargy DY26 انجام شد که فک که پایین دستگاه ثابت و سرعت فک بالا برابر با  $0/1 \text{ mm/min}$  انتخاب شد. برای تثبیت دمای آزمایش، از یک کوره‌ی مقاومتی طراحی شده با دقت  $\pm 0/5^{\circ}\text{C}$  در اطراف نمونه در دستگاه کشش استفاده شد. هم‌چنین طول نمونه‌های مورد آزمایش  $40 \pm 0/2 \text{ mm}$  انتخاب شد و قطر نمونه‌ها با استفاده از میکرومتر دیجیتالی با دقت  $1 \mu\text{m}$  اندازه‌گیری شدند.

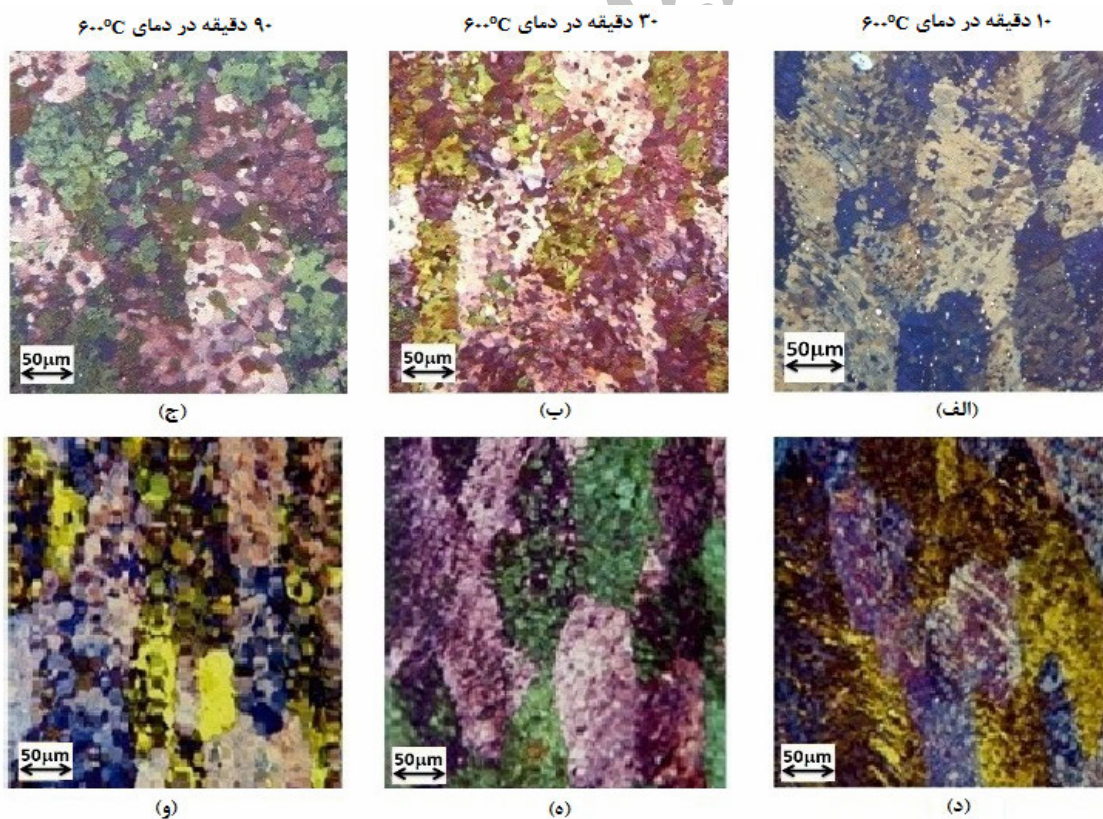
آزمایش کشش با بارگذاری و باربرداری تا میزان کرنش اعمالی  $6$  درصد انجام شد. به منظور بررسی رفتار استحاله و اندازه‌گیری دماهای استحاله، آزمایش‌های آنالیز حرارتی روبشی افتراقی (DSC) با استفاده از دستگاه DSC NETZSCH 404C انجام شدند. محدوده درجه حرارت اندازه‌گیری شده  $100$  تا  $100$  درجه‌ی سانتی‌گراد و نرخ گرمایش و سرمایش  $10^{\circ}\text{C/min}$  انتخاب شد.

آنیل قرار گرفته‌اند، نشان می‌دهد. می‌توان مشاهده کرد که تبلور مجدد در ریزساختار نمونه‌ها بوجود آمده و با افزایش زمان‌های عملیات حرارتی، بافت تبلور مجدد جایگزین بافت تغییر فرم می‌شود و اثرات کارسرد به میزان بالاتری از بین می‌رود [۱۳].

شده است. می‌توان مشاهده نمود که با انجام کارسرد بر روی نمونه‌ها، جهت‌گیری ترجیحی در دانه‌ها بوجود آمده و دانه‌ها در جهت کارسرد کشیده شده‌اند. هم‌چنین کشیدگی دانه‌ها با افزایش میزان کارسرد افزایش می‌یابد. شکل (۳) ریزساختار نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده را که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان‌های ۱۰، ۳۰ و ۹۰ دقیقه تحت عملیات حرارتی



شکل (۲): ریزساختار نمونه‌های الف): ۴۰ و ب): ۶۰ درصد کارسرد



شکل (۳): ریزساختار نمونه‌های ۴۰ درصد کارسرد شده‌ی عملیات حرارتی آنیل شده در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان‌های الف): ۱۰، ب): ۳۰ و ج): ۹۰ دقیقه، و ریزساختار نمونه‌های ۶۰ درصد کارسرد شده‌ی عملیات حرارتی آنیل شده در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان‌های الف): ۱۰، ب): ۳۰ و ج): ۹۰ دقیقه

مانده در منحنی‌های تنش- کرنش افزایش می‌یابد. این امر می‌تواند ناشی از افزایش میانگین اندازه‌ی دانه‌های تبلور مجدد یافته و از بین رفتن اثرات کارسرد با افزایش دمای عملیات حرارتی آنیل باشد. در زمان‌های بالای عملیات حرارتی دانه‌ها رشد می‌کنند و اثرات کارسرد اولیه کاهش می‌یابد. در نتیجه مقدار کرنش باقی مانده در مرحله‌ی حذف تنش در نمونه‌ها افزایش می‌یابد [۱ و ۲].

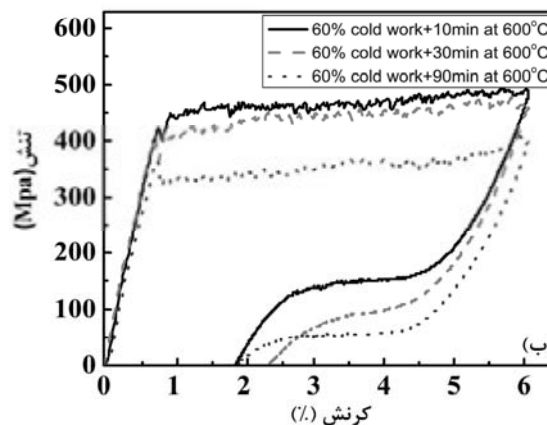
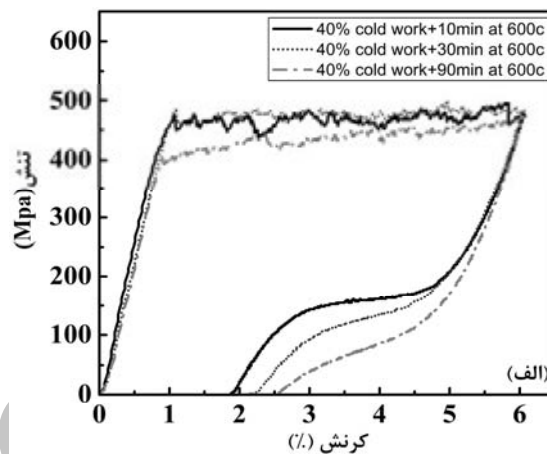
از طرفی مشاهده می‌شود که در نمونه‌ی ۴۰ درصد کارسرد شده، با افزایش زمان عملیات حرارتی میزان کرنش باقی مانده در منحنی‌های تنش- کرنش افزایش می‌یابد. درحالی‌که در نمونه‌ی ۶۰ درصد کارسرد شده با افزایش زمان عملیات حرارتی، ابتدا کرنش باقی مانده افزایش می‌یابد و سپس کاهش غیرمترقبه‌ای از خود نشان می‌دهد. علت افزایش کرنش باقی مانده در نمونه‌ی ۴۰ درصد کارسرد شده بدلیل افزایش اندازه‌ی دانه‌ها و از بین رفتن اثرات کارسرد اولیه می‌باشد. از طرفی میانگین اندازه‌ی دانه‌ها در نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت ۹۰ دقیقه عملیات حرارتی شده‌اند، بترتیب برابر با  $10/7$  و  $7/9$  میکرومتر می‌باشد.

با توجه به میانگین اندازه‌ی دانه‌ها در دو نمونه، انتظار برگشت‌پذیری کرنش بهتری برای نمونه‌ی ۶۰ درصد کارسرد شده، که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت ۹۰ دقیقه عملیات حرارتی شده است، وجود دارد. با این حال به نظر می‌رسد علت بهبود رفتار سوپرالاستیسیته در این نمونه تحت تأثیر عوامل دیگری نیز بوده است. در شکل (۵) منحنی‌های DSC نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان‌های مذکور تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته‌اند، نشان داده شده است. مشاهده می‌شود در نمونه‌هایی که به مدت ۱۰ دقیقه تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته‌اند، یک پیک در مرحله‌ی سرمایش و گرمایش آلیاژ ظاهر شده است.

وجود یک پیک در نمودار DSC این نمونه، نشان دهنده‌ی یک مرحله‌ای بودن استحاله‌ی آستنیت به مارتزیت در مرحله‌ی سرمایش و بالعکس می‌باشد.

### ۳-۲- تأثیر فرآیند تبلور مجدد بر رفتار سوپرالاستیسیته

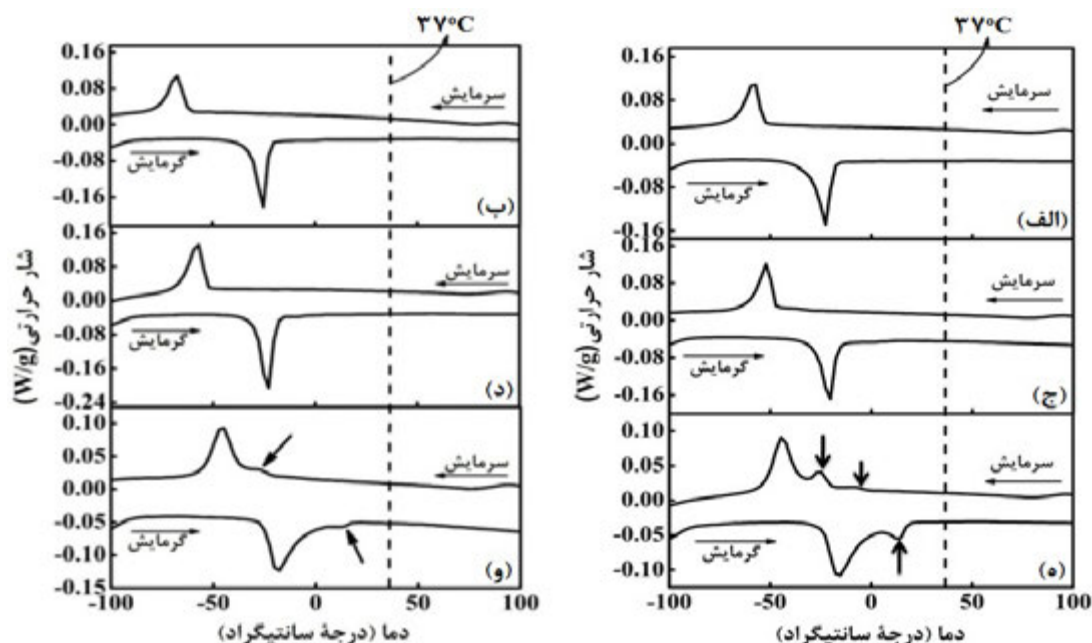
شکل (۴) منحنی‌های تنش- کرنش نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان‌های ۱۰، ۳۰ و ۹۰ دقیقه تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته‌اند را تا میزان کرنش اعمالی ۶ درصد نشان می‌دهد.



شکل (۴): منحنی‌های تنش- کرنش نمونه‌ی ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان‌های متفاوت تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته‌اند.

مشاهده می‌شود در نمونه‌هایی که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان ۱۰ دقیقه تحت عملیات آنیل قرار گرفته‌اند، رفتار سوپرالاستیسیته‌ی بهتری نسبت به نمونه‌هایی که به مدت زمان‌های ۳۰ و ۶۰ دقیقه عملیات حرارتی شده‌اند از خود نشان می‌دهد. با افزایش زمان عملیات حرارتی مقدار کرنش باقی





شکل (۵): منحنی‌های DSC نمونه‌های (الف): ۴۰ و (ب): ۶۰ درصد کارسرد شده و به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C عملیات حرارتی آنیل شده، (ج): ۴۰ و (د): ۶۰ درصد کارسرد شده و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C عملیات حرارتی آنیل شده و (ه): ۴۰ و (و): ۶۰ درصد کارسرد شده و به مدت ۹۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C عملیات حرارتی آنیل شده

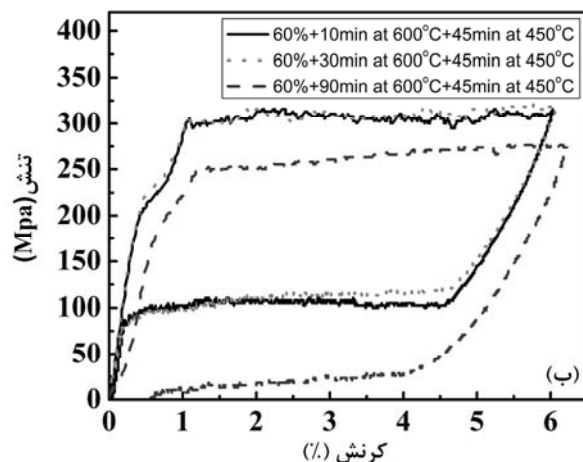
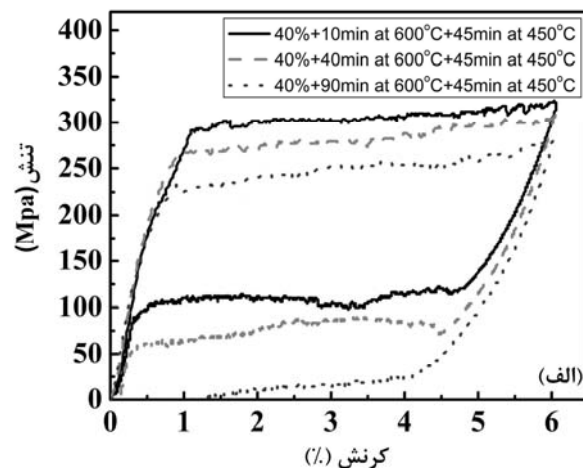
شده که پس از انجام تبلور مجدد به مدت زمان‌های متفاوت در دمای ۶۰۰°C، به مدت زمان ۴۵ دقیقه در دمای ۴۵۰°C تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته‌اند را نشان می‌دهد. می‌توان مشاهده نمود که در حضور رسوبات ریز و کوه‌رنت  $Ni_4Ti_3$  بوجود آمده در طی فرآیند پیرسازی و اندازه‌ی دانه‌های ریز، ناشی از عملیات حرارتی آنیل، رفتار سوپراستیسیت در تمامی نمونه‌ها بهبود چشمگیری از خود نشان می‌دهد. هم‌چنین مشاهده می‌شود که در نمونه‌هایی که به مدت زمان ۹۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته و سپس در دمای ۴۵۰°C تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته‌اند مقداری کرنش باقی مانده در مرحله‌ی حذف بار وجود دارد. وجود کرنش باقی مانده در منحنی‌های تنش-کرنش می‌تواند تحت تأثیر عواملی چون پایین بودن استحکام زمینه در برابر وقوع لغزش، تغییرات در دماهای استحاله، وجود ناخالصی‌ها و غیره باشد [۱ و ۳-۱۴].

در نمونه‌های که به مدت زمان ۳۰ و ۹۰ دقیقه تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته بیک دوم نیز در منحنی ظاهر می‌شود که با افزایش زمان عملیات حرارتی رشد کرده و حتی بیک سوم در مرحله‌ی سرمایش بوجود می‌آید که توسط پیکان‌هایی در مرحله‌ی سرمایش و گرمایش نمونه‌ها نشان داده شده است. هم‌چنین با افزایش زمان‌های عملیات حرارتی، دماهای استحاله به دماهای بالاتری انتقال یافته که نشان دهنده‌ی کاهش مقدار نیکل زمینه در اثر تشکیل رسوبات غنی از نیکل  $Ni_4Ti_3$  می‌باشد. این امر می‌تواند ناشی از بوجود آمدن رسوبات در دمای ۶۰۰°C باشد که بر رفتار استحاله تأثیر گذاشته و با رشد بیشتر رسوبات، مقدار نیکل بیشتری از زمینه خارج شده و موجب تغییر دماهای استحاله می‌گردد که قبلاً نیز توسط علافی و همکارانش [۳] تأیید شده است.

### ۳-۳- تأثیر فرآیند تبلور مجدد و عملیات پیرسازی متعاقب آن بر رفتار سوپراستیسیت

شکل (۶) رفتار سوپراستیک نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد

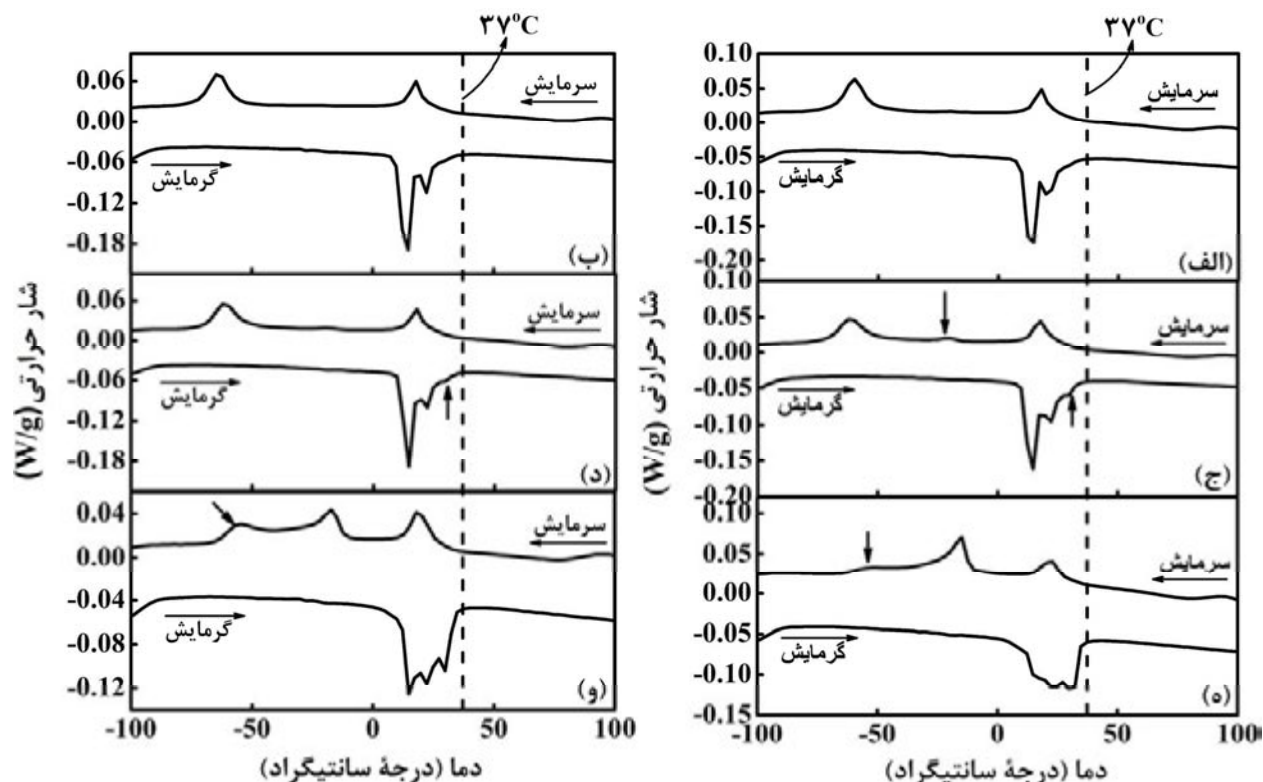
تمامی نمونه‌ها، سه پیک وجود دارد که نشانگر وجود رسوبات غنی از نیکل ناشی از عملیات پیرسازی و افزایش استحکام زمینه در برابر وقوع لغزش می‌باشد. هم‌چنین مشاهده می‌شود که با افزایش زمان عملیات حرارتی آنیل، دماهای استحاله به دماهای بالاتری انتقال یافته که ناشی از افزایش اندازه‌ی رسوبات و خروج بیشتر نیکل از زمینه می‌باشد. با توجه به دمای آزمایش، که توسط خط چین در شکل (۷) نشان داده شده است، در مرحله‌ی گرمایش نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که به مدت ۱۰ و ۳۰ دقیقه در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  عملیات حرارتی شده و سپس پیرسازی شده‌اند، تمامی مارتنزیت به آستنیت تبدیل شده و برگشت پذیری کامل در این نمونه‌ها منطقی می‌باشد. برگشت پذیری کامل این نمونه‌ها بدلیل وجود رسوبات ناشی از عملیات پیرسازی و اندازه‌ی دانه‌های ریز ناشی از عملیات حرارتی آنیل می‌باشد. درحالی‌که در مرحله‌ی گرمایش نمونه‌هایی که به مدت ۹۰ دقیقه در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  عملیات حرارتی شده و سپس پیرسازی شده‌اند، در دمای آزمایش تمامی مارتنزیت به آستنیت تبدیل نشده و می‌توان بیان کرد که در مرحله‌ی حذف بار مقداری تنش، ناشی از تغییر شکل در نمونه باقی می‌ماند. بنابراین با توجه به منحنی DSC این نمونه‌ها، علت عدم برگشت پذیری کامل کرنش بدلیل استحاله‌ی ناقص مارتنزیت به آستنیت و وجود تنش‌های پسماند در نمونه‌ها می‌باشد. بدین معنی که این نمونه‌ها در دماهای آزمایش بالاتر، رفتار سوپرالاستیسیته‌ی کاملی از خود نشان خواهند داد. هم‌چنین با مقایسه‌ی این سری از نمونه‌ها با نمونه‌هایی که تحت عملیات پیرسازی قرار نگرفته بودند، مشاهده می‌شود که رفتار برگشت پذیری این نمونه‌ها بهبود قابل توجهی یافته‌اند. در نهایت می‌توان نتیجه گرفت که تغییر در اندازه‌ی دانه‌های ناشی از فرآیند تبلور مجدد موجب تغییر در توزیع رسوبات شده و در نتیجه با تغییر مقدار نیکل زمینه در اثر رشد رسوبات، دماهای استحاله تغییر می‌کنند. بنابراین با کنترل اندازه‌ی دانه‌ها در حین فرآیند تبلور مجدد می‌توان دماهای استحاله را کنترل نمود.



شکل (۶): منحنی‌های تنش-کرنش نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و به مدت زمان‌های متفاوت تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته و متعاقباً در دمای  $450^{\circ}\text{C}$  و به مدت ۴۵ دقیقه پیرسازی شده‌اند.

هم‌چنین با توجه به شکل (۶) مشاهده می‌شود که مقادیر تنش پلاتوی بالایی و پایینی با افزایش زمان عملیات حرارتی کاهش می‌یابد که این امر همانگونه که قبلاً نیز به آن اشاره شد در ارتباط با از بین رفتن اثرات کارسرد در طی عملیات حرارتی نمونه‌ها می‌باشد. در شکل (۷) منحنی‌های DSC نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده که در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  به مدت زمان‌های ۱۰، ۳۰ و ۹۰ دقیقه عملیات حرارتی شده‌اند و سپس در دمای  $450^{\circ}\text{C}$  به مدت ۴۵ دقیقه تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته‌اند، نشان داده شده است.

از شکل (۷) می‌توان مشاهده کرد که در مرحله‌ی سرمایش



شکل (۷): منحنی‌های DSC نمونه‌های الف): ۴۰ و ب): ۶۰ درصد کارسرد شده و به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C عملیات حرارتی آنیل شده، ج): ۴۰ و د): ۶۰ درصد کارسرد شده و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C عملیات حرارتی آنیل شده و ه): ۴۰ و و): ۶۰ درصد کارسرد شده و به مدت ۹۰ دقیقه در دمای ۶۰۰°C عملیات حرارتی آنیل شده، که نهایتاً در دمای ۴۵۰°C به مدت ۴۵ دقیقه عملیات حرارتی پیرسازی شده‌اند

#### ۴- نتیجه‌گیری

در تحقیق انجام شده، نمونه‌ها به دو گروه تقسیم شدند. گروه اول نمونه‌هایی که تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته و اندازه‌ی دانه‌های تبلور مجدد یافته در نمونه‌ها متفاوت بود و گروه دوم نیز شامل نمونه‌های تبلور مجدد یافته همراه با انجام عملیات پیرسازی در دما و زمان یکسان بود. در نهایت نتایج بشرح زیر حاصل شدند.

۱- در حضور دانه‌های ریز ناشی از تبلور مجدد، تنش مورد نیاز جهت وقوع لغزش افزایش یافته و رفتار سوپرالاستیسیته نمونه‌ها بهبود می‌یابد. با ریزتر شدن اندازه‌ی دانه‌ها ولی در غیاب رسوبات ناشی از عملیات پیرسازی، مقداری کرنش باقی مانده در نمونه‌ها باقی می‌ماند.

۲- در نمونه‌های ۴۰ درصد کارسرد شده، با افزایش زمان

عملیات حرارتی آنیل در دمای ثابت، کرنش باقی مانده در منحنی‌های تنش-کرنش افزایش می‌یابد. درحالی‌که در نمونه‌ی ۶۰ درصد کارسرد شده، که دارای اندازه‌ی دانه‌ی ریزتری در مقایسه با نمونه‌ی ۴۰ درصد کارسرد شده پس از عملیات حرارتی آنیل در دمای ۶۰۰°C و زمان‌های یکسان می‌باشد، در ابتدا با افزایش زمان عملیات حرارتی از ۱۰ دقیقه به ۳۰ دقیقه کرنش باقی مانده افزایش می‌یابد و سپس با افزایش زمان عملیات حرارتی به ۹۰ دقیقه کرنش باقی مانده کاهش می‌یابد. به نظر می‌رسد این امر بدلیل رسوبات ایجاد شده در دمای ۶۰۰°C و اندازه‌ی دانه‌ی ریز می‌باشد.

۳- در حضور دانه‌های ریز ناشی از عملیات حرارتی آنیل و رسوبات ریز و کوهرنت  $Ni_4Ti_3$  ناشی از عملیات پیرسازی، بهترین رفتار سوپرالاستیسیته در دمای کاربردی ۳۷°C برای



- Applied Stresses", *Acta Mater.*, Vol. 45, No. 2, pp. 471–479, 1997.
- [7] D. Holec., O. Bojda. and A. Dlouhy., "Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> Precipitate Structures In Ni-rich NiTi Shape Memory Alloys", *Mat. Scie. And Eng. A*, Vol. 481, pp. 462–465, 2008.
- [8] J. Khalil-Allafi., A. Dlouhy. and G Eggeler. "Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>-Precipitation During Aging of NiTi Shape Memory Alloys and Its Influence on Martensitic Phase Transformations", *Acta Mater.*, Vol. 50, pp. 4255–4274, 2002.
- [9] A. Kroger., S. Dzaszyk., J. Frenzel., C. Somsen., A Dlouhy. and G Eggeler., "Direct Transmission Electron Microscopy Observations Of Martensitic Transformations In Ni-rich NiTi Single Crystals During In Situ Cooling And Straining", *Mat. Scie. And Eng. A*, Vol. 481, pp. 452–456, 2008.
- [10] J. Michutta., M.C. Carrol., A. Yawny., C. Somsen., K. Neuking. and G. Eggeler., "Martensitic Phase Transformation in Ni-rich NiTi Single Crystals with One Family of Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> Precipitates", *Mat. Scie. and Eng. A*, Vol. 378, pp. 152–156, 2004.
- [11] O. Bojda., G. Eggeler .. and A. Dlouhy., "Precipitation of Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> Variants In A Polycrystalline Ni-rich NiTi Shape Memory", *Scripta Mater.*, Vol. 53, pp. 99–104, 2005.
- [12] D. Favier., Y. Liu., L. Orgeas., A. Sandel., L. Debove. and P. Comte-Gaz., "Influence of Thermomechanical Processing on the Superelastic Properties of a Ni-Rich Nitinol Shape Memory", *Mat. Scie. And Eng. A*, Vol. 429, pp. 130–136, 2006.
- [13] S.K. Sadrnezhad. and S.H. Mirabolghasemi., "Optimum Temperature For Recovery and Recrystallization of 52Ni48Ti Shape Memory Alloy", *Mat. And Desi.*, Vol. 28, No. 4, pp. 1945–1948, 2007.
- [14] V. Abbasi-Chianeh. and J.Khalil-Allafi., "Influence of Applying External Stress During Aging on Martensitic Transformation And The Superelastic Behavior of a Ni-rich NiTi Alloy", *Mat. And Eng. A*, Vol. 528, pp. 5060-5065, 2011.
- نمونه‌های ۴۰ و ۶۰ درصد کارسرد شده قابل مشاهده می‌باشد.
- ۴- با بزرگتر شدن اندازه‌ی دانه‌ها، توزیع رسوبات درون دانه‌ها تغییر کرده و با خروج بیشتر نیکل زمینه در اثر افزایش اندازه‌ی رسوبات، دماهای استحاله به دماهای بالاتری انتقال می‌یابد. بنابراین اینگونه می‌توان بیان کرد که با تغییر اندازه‌ی دانه‌ها در مرحله‌ی تبلور مجدد و قبل از عملیات پیرسازی، می‌توان دماهای استحاله را بنا به کاربرد آلیاژ کنترل نمود.
- ### ۵- مراجع
- [1] K. Otsuka. and X. Ren., "Physical Metallurgy of Ti–Ni-Based Shape Memory Alloys", *Prog. in Mater. Scie.*, Vol. 50, pp. 511–678, 2005.
- [2] D. C. Lagoudas., "Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications", Springer Science & LLC., New York, 2008.
- [3] D.Y. Li. and L.Q. Chen, "Shape of Rhombohedral Coherent Ti<sub>11</sub>Ni<sub>14</sub> Precipitate in a Cubic Matrix and its Growth and Dissolution During Constraint Aging", *Acta Mater.*, Vol. 45, No. 6, pp. 2435-2442, 1997.
- [4] J. Khalil-Allafi., X. Ren. and G. Eggeler., "The Mechanism Of Multi Stage Martensitic Transformations In Aged Ni-rich NiTi Shape Memory Alloys", *Acta Mater.*, Vol. 50, pp. 793-803, 2002.
- [5] D.Y. Li and L.Q. Chen., "Morphological Evolution of Coherent Multi Variant Ti<sub>11</sub>Ni<sub>14</sub> Precipitate in NiTi Alloys Under an Applied Stress: a Computer Smulation Study", *Acta Mater.*, Vol. 46, No. 2, pp. 639-649, 1998.
- [6] D.Y Li and L.Q Chen., "Selective Variant Growth of Coherent Ti<sub>11</sub>Ni<sub>14</sub> Precipitate in a NiTi Alloy Under