

Research Paper

On the Effect of Interface Thickness on Shape Memory and Superelastic Behavior of TiNi Bi-layer Composite

Sepideh Sadat Hosseini Noorabadi¹, *Mahmoud Nili-Ahmadabadi²

1- School of Metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

2- Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

Citation: Hosseini Noorabadi S. S, Nili-Ahmadabadi M. On the Effect of Interface Thickness on Shape Memory and Superelastic Behavior of TiNi Bi-layer Composite. Metallurgical Engineering 2017: 19(4) 249-259 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.61750.1127>

doi : <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.61750.1127>

ABSTRACT

NiTi alloys (SMAs) are unique alloys, which have two attractive properties, shape memory effect, super-elasticity and biocompatibility. Each property strongly depends on the composition, temperature and structure. To have shape memory and superelastic behavior at the same time, a bi-layer composite, austenitic (A)/martensitic (M) NiTi alloy was designed and made to investigate the properties. Layers with 2:1 ratio (M:A) were bonded under diffusion bonding process in vacuum tube furnace at 1000 °C, for 3 hours under 20 MPa compressive stress. To evaluate the effect of interface zone on the properties, specimens were annealed in vacuum tube furnace at 1000 °C for 5 and 10 hours. The interface was investigated by optical microscopy, and chemical composition gradient in the interface zone was analyzed using line scan analysis with energy dispersive X-ray spectroscopy. Mechanical properties of the interface zone were studied using micro-hardness measurements. The shape memory and superelastic behavior of bi-layer were investigated using loading-unloading test and in-situ thermal heating by applying electrical current. The results depicted that annealing time has significant effect on the width of interface zone, and thus a microstructural gradient has been developed, within the thickness of the specimen. It was found that the bi-layer specimens could act as a functionally graded material due to their chemical composition gradients that is desirable for better controllability in actuation applications.

Keywords: NiTi alloy, Shape memory, Superelasticity, Bi-layer composite, Diffusion bonding.

■.....■

* **Corresponding Author:**

Mahmoud Nili-Ahmadabadi, PhD

Address: School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

Tel: +98 (21) 82084078

E-mail: nili@ut.ac.ir

بررسی تأثیر ضخامت فصل مشترک بر رفتار حافظه‌داری و سوپر الاستیک کامپوزیت دو لایه‌ی نیکل - تیتانیم

سپیده سادات حسینی نورآبادی^۱، *محمود نیلی احمدآبادی^۲

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.
۲- استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

چکیده

آلیاژهای حافظه‌دار نیکل - تیتانیم به دلیل دارا بودن خواص حافظه‌داری، سوپر الاستیسیته و زیست‌سازگاری کاربردهای گسترده‌ای یافته‌اند. رفتار حافظه‌داری و سوپر الاستیسیته وابسته به ترکیب شیمیایی، دما و ساختار آلیاژ می‌باشد. جهت برخورداری از خاصیت حافظه‌داری و سوپر الاستیسیته به صورت همزمان یک کامپوزیت دو لایه‌ی استنیتی / مارتنزیتی ساخته شد. اتصال نفوذی لایه‌هایی با نسبت ۲ به ۱ (مارتنزیت: استنیت) در کوره‌ی تیوبی تحت خلاء در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت تحت تنش فشاری ۲۰ مگاپاسکال انجام شد. به منظور بررسی تأثیر زمان آنیل بر پهنای فصل مشترک و خواص کامپوزیت، نمونه‌ها در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد برای زمان‌های ۵ ساعت و ۱۰ ساعت تحت عملیات آنیل قرار گرفتند. برای بررسی خواص ریزساختاری فصل مشترک از میکروسکوپ نوری و برای بررسی شیب غلظتی ترکیب شیمیایی در عرض فصل مشترک از آنالیز خطی به وسیله‌ی طیف‌سنجی پراش انرژی اشعه ایکس و برای بررسی خواص مکانیکی فصل مشترک از میکرو سختی سنجی استفاده شد. جهت بررسی رفتار حافظه‌داری و سوپر الاستیک کامپوزیت‌های دو لایه از آزمون بارگذاری - باربرداری و سیکل حرارتی در جا به وسیله‌ی اعمال جریان الکتریکی بهره برده شد. بررسی‌ها نشان می‌دهد که زمان آنیل، تأثیر بسزایی بر پهنای فصل مشترک داشته و به تبع آن یک شیب ریز ساختاری در عرض کامپوزیت ایجاد شده است. با افزایش زمان آنیل کامپوزیت‌های دو لایه می‌توانند به عنوان مواد هدفمند عملکرده و به دلیل کنترل‌پذیری بهتر، به عنوان عملگر در سیستم‌های الکترومکانیک استفاده شوند. واژه‌های کلیدی: آلیاژ نیکل - تیتانیم، حافظه‌داری، سوپر الاستیسیته، کامپوزیت دولایه، اتصال نفوذی، مواد هدفمند.

واژه‌های کلیدی: آلیاژ نیکل - تیتانیم، حافظه‌داری، سوپر الاستیسیته، کامپوزیت دولایه، اتصال نفوذی، مواد هدفمند.

۱. مقدمه

دو عامل به شدت وابسته به ترکیب شیمیایی است [۴]. معماری‌های خاص طراحی شده همچون کامپوزیت‌های چندلایه [۵]، یا هدفمند [۶] این مزیت را داراست که می‌تواند تلفیقی از خواص را فراهم آورد. طراحی‌های ممکن عبارتند از تغییرات تدریجی در ترکیب شیمیایی (نسبت نیکل به تیتانیم)، ساختار بلوری، دماهای استحاله و تنش‌های پسماند در عرض نمونه [۶]. با تغییر ترکیب شیمیایی نیکل یا تیتانیم در عرض نمونه، خواص می‌تواند از حافظه‌داری به سوپر الاستیک تغییر یابد [۴]. نوآوری در کاربردهای پزشکی و مهندسی نیازمند یک طراحی جدید ساختاری در آلیاژهای نیکل - تیتانیم می‌باشد. برخی معماری‌های خاص این آلیاژها تلفیقی از مشخصه‌های ذاتی این آلیاژ را همراه با ویژگی‌های ساختاری و هندسی طراحی انجام شده را داراست [۷]. مواد هدفمند^۱ دسته‌ای از مواد هستند که ترکیب

در بین آلیاژهای حافظه‌دار، آلیاژهای نیکل - تیتانیم به دلیل بازیابی تحمل نیرو به وزن بالا، خواص مکانیکی عالی و عمر خستگی بالا، مقاومت خوردگی و سایش بالا، زیست‌سازگاری، نسبت به سایر آلیاژهای حافظه‌دار مورد استقبال و توجه بیشتری قرار گرفته است [۱]. بروز اثر حافظه‌داری و سوپر الاستیسیته در این آلیاژها ناشی از استحاله‌ی مارتنزیتی ترمو الاستیک از فاز دما بالا (آستنیت - ساختار CSCI) به فاز دمای پایین (مارتنزیت - ساختار مونوکلینیک)، می‌باشد [۲]. این استحاله هم در اثر حرارت و هم با اعمال تنش رخ می‌دهد. اثر حافظه‌داری از استحاله‌ی حرارتی نشأت گرفته می‌شود در صورتی که در خاصیت سوپر الاستیک این استحاله تحت تنش رخ می‌دهد [۳].

عملکرد آلیاژهای نیکل - تیتانیم به شدت وابسته به دماهای استحاله و مقدار کرنش قابل بازیابی، می‌باشد. هر

* نویسنده مسئول:

دکتر محمود نیلی احمدآبادی

نشانی: تهران، دانشگاه تهران، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد.

تلفن: +۹۸(۲۱)۸۲۰۸۴۰۷۸

پست الکترونیکی: nili@ut.ac.ir

1. Functionally Graded Materials

لایه‌ها پس از آماده‌سازی سطحی با نسبت ضخامت نسبی مارتنزیت (M) به آستنیت (A) ۲ به ۱ در دمای 1000°C و مدت زمان ۳ ساعت و تنش فشاری ۲۰ مگاپاسکال در کوره‌ی تیوبی خلأ $10^{-4} \times 1$ میلی بار، تحت عملیات اتصال نفوذی قرار گرفتند. نرخ گرمایش ۱۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه بود. در عملیات اتصال نفوذی نه تنها اتصال دولایه باید به خوبی انجام بگیرد بلکه تغییر شکل ایجاد شده در دو لایه هم باید حداقل باشد. با توجه به آزمایش‌های انجام شده حداقل زمان لازم برای اتصال دو لایه ۳ ساعت می‌باشد. به منظور بررسی تأثیر ضخامت فصل مشترک بر خواص کامپوزیت دولایه، نمونه‌های زوج نفوذی شده تحت عملیات آنیل در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد در زمان‌های ۵ و ۱۰ ساعت قرار گرفتند. سپس به منظور بهبود خواص حافظه‌داری و سوپرالاستیک نمونه‌ها، عملیات کارسرد و آنیل انجام پذیرفت. برای بررسی ریزساختار فصل مشترک با میکروسکوپ نوری، نمونه‌ها تحت عملیات سنباده و پولیش با خمیر الماسه یک میکرون قرار گرفتند. عملیات حکاکی نمونه‌ها با محلول $5\text{H}_2\text{O}-4\text{HNO}_3-\text{Hf}$ انجام پذیرفت. میکروسکوپ نوری (مدل ZEISS) برای بررسی‌های ریزساختاری به کار گرفته شد. و برای بررسی شیب غلظتی ترکیب شیمیایی در عرض فصل مشترک از آنالیز خطی به وسیله طیف‌سنجی پراش انرژی اشعه‌ی ایکس صورت پذیرفت. به منظور بررسی تغییرات سختی در عرض فصل مشترک دولایه از آزمون سختی سنجی ویکرز استفاده شد. بار اعمالی جهت سختی سنجی gf ۲۵ و زمان اعمال بار s ۱۰ انتخاب شد. همچنین به منظور بررسی رفتار حافظه‌داری و سوپرالاستیک نمونه‌های دولایه و تک‌لایه و مقایسه‌ی آنها از آزمون بارگذاری - باربرداری، از دستگاه کشش SANTAM با سلول نیرویی ۲۰۰۰ kgf و سیکل حرارتی درجا به وسیله اعمال جریان الکتریکی، بهره برده شد.

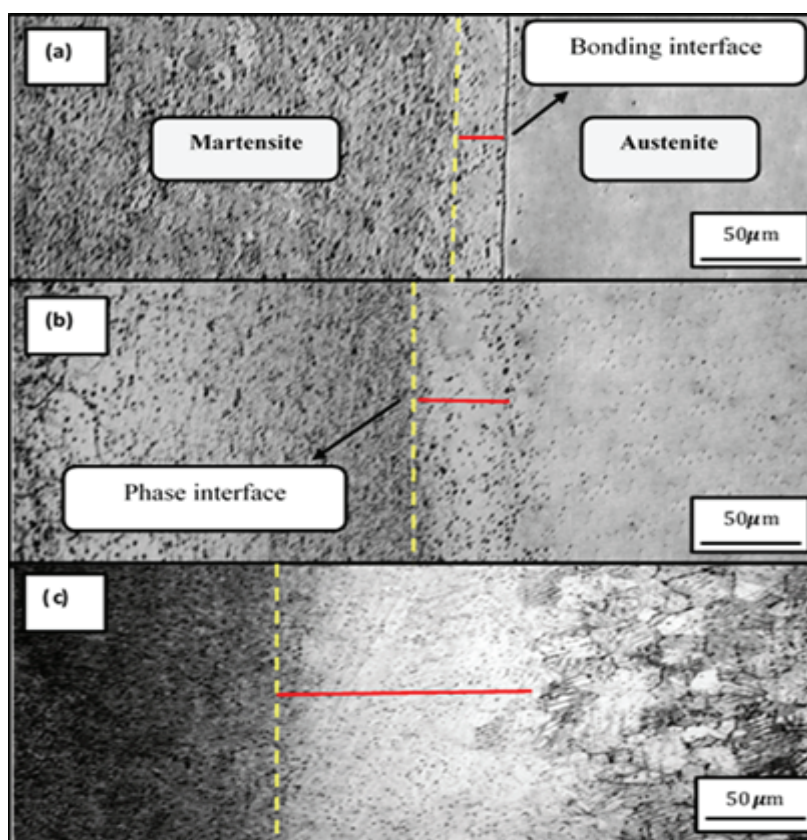
۳. نتایج و بحث

تصاویر حاصل از میکروسکوپ نوری فصل مشترک کامپوزیت دولایه، برای نمونه‌های زوج نفوذی شده و آنیل، در شکل ۱ آورده شده است. با توجه به تصاویر مشاهده می‌شود که دو نمونه توسط فرآیند اتصال نفوذی به خوبی یکدیگر متصل شده‌اند، اما پس از ۳ ساعت عملیات زوج نفوذی خط اتصال دو لایه مشخص است که نشان می‌دهد زمان ۳ ساعت تنها برای اتصال دو لایه کافی می‌باشد اما میزان نفوذ عناصر بین دولایه در حدی نیست که این خط کاملاً محو شود و حضور این خط بین دو لایه می‌تواند روی خواص مکانیکی نمونه تأثیرگذار باشد. با توجه به تصویر نمونه زوج نفوذی هیچ گونه ناحیه عدم اتصال در فصل مشترک اتصال قابل مشاهده نیست. با توجه به اینکه پس از اتصال دو لایه، با افزایش زمان عناصر بین دولایه نفوذ می‌کنند دو فصل مشترک به وجود آمده است که عبارتند از: ۱. فصل مشترک اتصال دو

شیمیایی یا ساختار به صورت تدریجی (معمولاً در یک جهت) تغییر می‌کند که منجر به تنوع خواص در ماده می‌شود. این مفهوم برای کاربردهای متنوع ساختاری و عملی استفاده شده است [۸]. در صفحات هدفمند معمول، ترکیب شیمیایی در عرض نمونه تغییر نموده و منجر به ایجاد یک تنوع ساختاری و خواصی در نمونه می‌شود [۹-۱۱]. برای صفحات حافظه دار یا فیلم‌های لایه نازک، طراحی‌های متنوعی به منظور دستیابی به خواص تابعی، انجام شده است. یک راه حل اینست که نسبت نیکل به تیتانیم در یک جهت به صورت تدریجی تغییر کند [۱۲]. این شیب غلظتی را می‌توان با آنیل نفوذی نیکل به آلیاژ نیکل- تیتانیم بدست آورد [۱۳]. بدیهی است کنترل خواص در این روش امر مشکلی است و عمدتاً برای لایه‌های نازک کاربرد دارد. هدف این پژوهش طراحی و ساخت یک کامپوزیت دو لایه آستنیتی- مارتنزیتی از آلیاژ نیکل- تیتانیم می‌باشد. ترکیب شیمیایی و دماهای استحاله دو لایه متفاوت می‌باشد. زمان‌های آنیل متفاوت منجر به ایجاد شیب‌های غلظتی متفاوت در عرض کامپوزیت دو لایه می‌شود که می‌تواند منجر به تلفیق همزمان خواص حافظه داری و سوپرالاستیسیته در کامپوزیت گردد. توجه اصلی به بررسی‌های ریزساختاری و ارزیابی رفتار حافظه‌داری و سوپرالاستیسیته کامپوزیت‌های دولایه معطوف گردید.

۲. مواد و روش تحقیق

در این پژوهش، آلیاژ مورد استفاده در لایه A با ترکیب غنی از نیکل Ti-50.7at.%Ni و لایه M با ترکیب مس‌دار غنی از تیتانیم Ti-45at.%Ni-5at.%Cu به روش ذوب مجدد قوسی تحت خلاء با الکتروود غیر مصرفی تنگستن و با استفاده از بوت‌ه مس آب‌گرد فراوری شدند. تلفات تیتانیم حین ذوب به این روش قابل صرف نظر است. برای جذب اکسیژن موجود در محفظه کوره از شمش‌های تیتانیم استفاده شد و عملیات ذوب تیتانیم جاذب اکسیژن، پیش از ذوب آلیاژ صورت پذیرفت. پس از عملیات ذوب، عملیات همگن سازی به منظور یکنواخت‌سازی ساختار و ترکیب شیمیایی در سرتاسر نمونه انجام شد. به منظور همگن‌سازی، نمونه‌ها در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۶ ساعت در کوره تیوبی با خلأ $10^{-4} \times 1$ میلی بار قرار گرفتند، سپس نمونه‌ها در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد فورج گرم شدند. به منظور رسیدن به ضخامت مطلوب نمونه‌ها نورد شدند. تا ضخامت ۴ میلی متر، نمونه‌ها تحت پاس‌های متوالی نورد گرم (در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد) قرار گرفتند و برای کاهش ضخامت از ۴ میلی متر به ۱/۵ میلی متر از نورد سرد استفاده شد. نمونه‌های مستطیلی با ابعاد 10×20 میلی متر مربع از ورق‌های با ضخامت ۱/۵ میلی متر، بریده شد. قبل از اتصال، سطوح تماس دولایه بوسیله روش‌های معمول آماده‌سازی سطح تحت عملیات سنباده و پولیش با خمیر الماسه ۱ میکرون قرار گرفتند.



شکل ۱. تصاویر میکروسکوپ نوری فصل مشترک کامپوزیت دو لایه، برای نمونه‌های (a) اتصال نفوذی (بدون آنیل)، (b) ۵ ساعت آنیل شده و (c) ۱۰ ساعت آنیل شده.

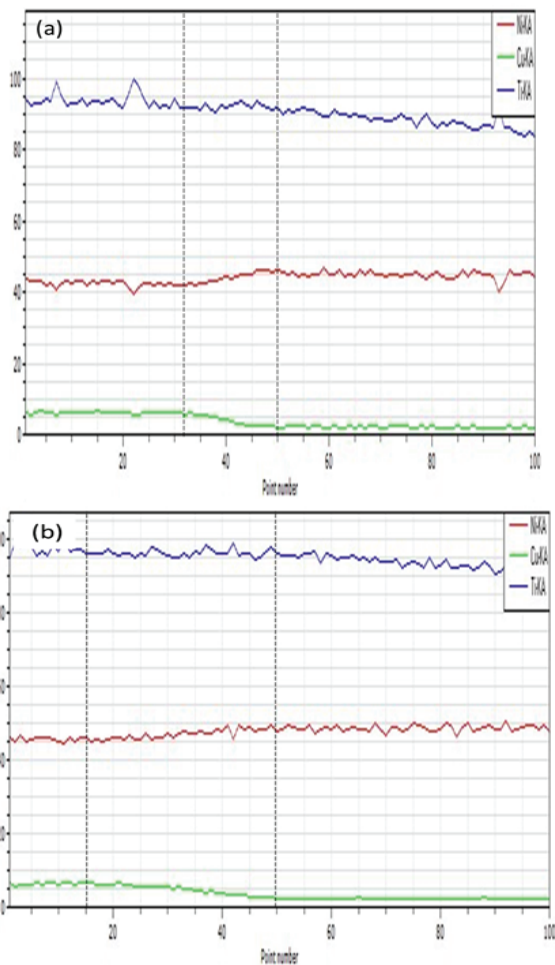
شده در ناحیه‌ی بین دو فصل مشترک (فصل مشترک اتصال دو لایه و فصل مشترک فازی که در شکل با خطوط افقی قرمز مشخص شده‌اند)، در نتیجه تغییرات ترکیب شیمیایی در عرض فصل مشترک اتصال ناشی از نفوذ می‌باشد. فصل مشترک نفوذی ایجاد شده در تصاویر میکروسکوپ نوری به وضوح قابل مشاهده است. پس از عملیات نفوذی اتصال بین دو لایه به خوبی انجام شده است اما خط اتصال بین دو لایه مشخص است. برای نمونه‌های ۵ ساعت آنیل شده، خط اتصال بین دو لایه از میان رفته است که به مفهوم افزایش نفوذ عناصر بین دو لایه می‌باشد. با توجه به شکل ۱، ضخامت فصل مشترک نفوذی ایجاد شده پس از عملیات زوج نفوذی در حدود ۳۰ میکرون می‌باشد. پس از ۵ ساعت آنیل ضخامت فصل مشترک در حدود ۶۵ میکرون می‌باشد، در حالیکه برای نمونه‌های ۱۰ ساعت آنیل، ضخامت فصل مشترک به ۱۲۰ میکرون افزایش پیدا کرده است (پهنای فصل مشترک در شکل ۱ با خطوط قرمز افقی نشان داده شده است). با مقایسه سه تصویر مشخص است که با افزایش زمان آنیل ضخامت فصل مشترک به صورت چشمگیری افزایش پیدا کرده است، که بیانگر افزایش فاصله نفوذ با افزایش زمان آنیل می‌باشد. افزایش ضخامت فصل مشترک می‌تواند بر روی خواص حافظه‌داری و سوپر الاستیسیته کامپوزیت دو لایه به شدت تأثیرگذار باشد.

لایه (فصل مشترک اولیه بین دو لایه، قبل از نفوذ، Bonding interface)، ۲. فصل مشترک دو فاز (به این مفهوم که با نفوذ عناصر یک ناحیه نفوذی بین دو لایه ایجاد شده است که در تصاویر ضخامت آن برای زمان‌های مختلف نشان داده شده است، Phase interface). پس از ۳ ساعت، فصل مشترک اتصال دو لایه از فصل مشترک دو فاز متمایز شده است و این به دلیل فرآیند نفوذ انجام شده حین فرآیند اتصال می‌باشد. اما پس از ۳ ساعت خط اتصال نفوذی همچنان وجود دارد که با آنیل نمونه در زمان‌های طولانی‌تر می‌تواند محو شود. اتصال نفوذی دو لایه نیکل - تیتانیوم در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد و بالای دمای اتمام استحاله ی مارتنزیت به آستنیت (A_p) انجام گرفته است. بنابراین هر دو نمونه در یک فاز و یک ساختار بلوری یکسان قرار دارند، لذا فصل مشترک ایجاد شده در دمای مذکور شرایط مناسبی داشته است. پس از سرمایش نمونه از دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد با توجه به متفاوت بودن ترکیب شیمیایی و بالطبع دماهای استحاله در دو لایه، در دمای محیط ساختار سمت مس دار مارتنزیتی (دمای محیط پایین تر از دمای پایان استحاله مارتنزیتی می‌باشد) و ساختار سمت غنی از نیکل استنیتی (دمای محیط بالاتر از دمای پایان استحاله استنیتی می‌باشد) است. همانطور که در شکل ۱ مشخص است، رنگ ناحیه نفوذی بین دو لایه با هر یک از دو لایه فرق دارد. تضاد رنگ ایجاد

ترکیب تیتانیوم در هر دو لایه شیب تغییرات ترکیب تیتانیوم وجود ندارد اما نوسان های اندکی در پروفیل ترکیب شیمیایی این عنصر وجود دارد که نشان می دهد عنصر تیتانیوم هم در دمای بالا به وسیله حرارت فعال شده و اندکی نفوذ کرده است و نکته مهم اینست که ممکن است پتانسیل شیمیایی تیتانیوم بین دو لایه یکسان نبوده و منجر به نفوذ تیتانیوم بین دو لایه شده است. از سال ۱۹۶۵ تلاش های گسترده ای به منظور توضیح وابستگی شدید دماهای استحاله به ترکیب شیمیایی آلیاژهای نیکل-تیتانیوم صورت گرفته است. ونگ، بهلر و پیکارد [۱۵ و ۱۶] برای اولین بار این وابستگی را برای آلیاژ نیکل-تیتانیوم دو تایی با ترکیب استوکیومتری توضیح دادند. زمانی که ترکیب نیکل بین ۵۰ تا ۵۱/۲ درصد اتمی می باشد دماهای شروع استحاله ی مارتنزیتی بین ۳۳۹ تا ۲۱۱ کلوین می باشد، به عبارت دیگر به ازای افزایش هر ۰/۱ درصد نیکل، دماهای شروع استحاله ی مارتنزیتی در حدود ۱۰ کلوین کاهش می یابد [۱۷]. افزودن مس به عنوان یک جزء سوم به آلیاژ نیکل-تیتانیوم حساسیت دماهای استحاله به افزایش نیکل را کاهش می دهد و آلیاژ در دمای محیط کاملاً مارتنزیتی خواهد بود [۱۸ و ۱۹].

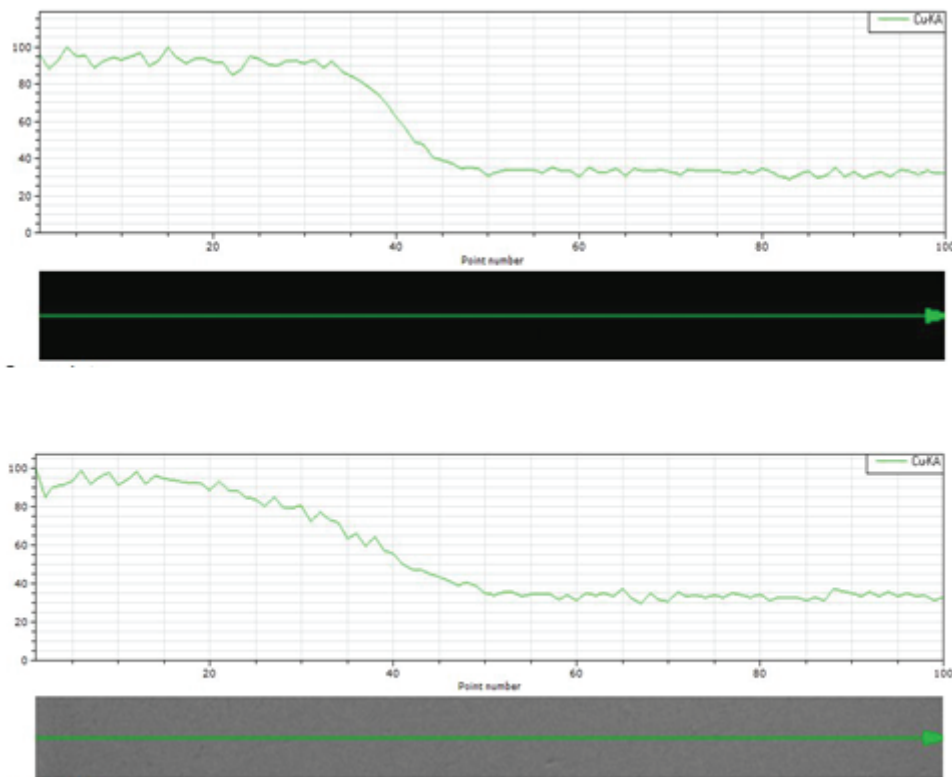
به منظور نمایش بهتر تغییرات شیب نفوذ مس با افزایش زمان آنیل، آنالیز خطی ترکیب شیمیایی مس در راستای عرض فصل مشترک اتصال بین دو لایه برای نمونه های آنیل شده در شکل ۳ آورده شده است. همانطور که در تصاویر مشخص است با افزایش زمان آنیل عرض پهنای فصل مشترک افزایش پیدا کرده است (با خطوط قرمز نشان داده شده است)، همچنین شیب تغییرات ملایم تر شده است. تغییرات ترکیب شیمیایی به شدت بر روی دماهای استحاله تأثیرگذار بوده و بالطبع خواص کامپوزیت دو لایه را تحت تأثیر قرار می دهد. لازم به ذکر است که منطقه نفوذی ایجاد شده خواص شبیه مواد هدفمند داشته و در طول منطقه، خواص تغییر می کند و بخش نزدیک به لایه مارتنزیتی خواصی شبیه به مارتنزیت با دماهای استحاله بالاتر از لایه مارتنزیتی و بخش نزدیک به لایه استنتیتی خواصی نزدیک به استنتیت با دماهای استحاله پایین تر خواهد داشت. رفتار منطقه نفوذی بسته به زمان آنیل (که منجر به نفوذ عناصر و تغییر دماهای استحاله می گردد) می تواند تغییر کرده و به خواص یکی از لایه های استنتیتی یا مارتنزیتی نزدیک شود.

مهری و همکارانش [۲۰] رابطه ضریب نفوذ عنصر مس در آلیاژ $Ni-49.3at.\%Ti$ را برای دو ترکیب آلیاژی استفاده شده برای لایه های مارتنزیتی و استنتیتی مورد بررسی در این پژوهش بدست آورده اند. برای محاسبه ضریب نفوذ مس از حل معادله دوم فیک برای نفوذ در یک محیط نیمه بی نهایت طبق رابطه ۱ استفاده شد [۱۴]. با توجه به این رابطه و با در نظر گرفتن دما و زمان انجام فرایند اتصال نفوذی رابطه ۲ برای عنصر مس برای شرایط زوج نفوذی و آنیل در زمان های



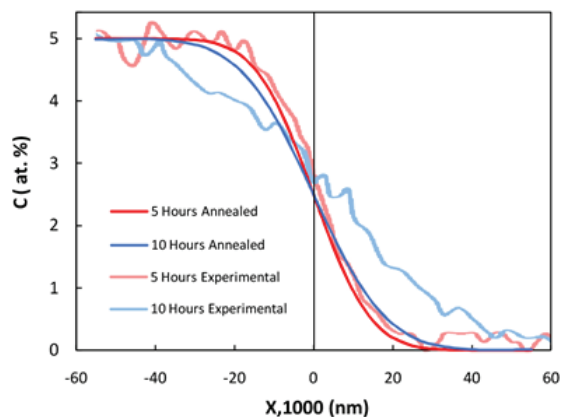
شکل ۲. آنالیز خطی ترکیب شیمیایی در راستای عرض فصل مشترک اتصال بین دو لایه، برای نمونه های (a) ۵ ساعت و (b) ۱۰ ساعت آنیل شده.

آنالیز خطی ترکیب شیمیایی در راستای عرض فصل مشترک اتصال بین دو لایه برای نمونه های آنیل شده، به وسیله دستگاه سنجش پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) در شکل ۲ آورده شده است. در این تصاویر محور افقی نشان دهنده فاصله و محور عمودی نشانگر شدت می باشد. مشاهده می شود طی فرآیند اتصال نفوذی، در راستای عرض فصل مشترک دو لایه، شیب تغییرات ترکیب شیمیایی ایجاد شده است. غلظت مس در لایه مارتنزیتی ۵ درصد اتمی می باشد، در حالی که لایه استنتیتی فاقد عنصر مس می باشد. از طرف دیگر غلظت نیکل در لایه مارتنزیتی ۴۵ درصد اتمی و در لایه استنتیتی ۵۰/۷ درصد اتمی می باشد. از اینرو تفاوت غلظت مس ۵ درصد اتمی و تفاوت غلظت نیکل ۵/۷ درصد اتمی در بین دو لایه است. تفاوت غلظت بین دو لایه باعث ایجاد اختلاف پتانسیل شیمیایی بین دو لایه می شود و انرژی محرکه ی نفوذ را ایجاد می کند [۱۴]. در نتیجه مس به سمت لایه استنتیتی و نیکل به سمت لایه مارتنزیتی نفوذ می کنند. اختلاف ترکیب تیتانیوم بین دو لایه ۰/۷ درصد می باشد که به دلیل نزدیک بودن



شکل ۳. آنالیز خطی ترکیب شیمیایی مس در راستای عرض فصل مشترک اتصال بین دو لایه، برای نمونه‌های (a) ۵ ساعت و (b) ۱۰ ساعت آنیل شده.

با توجه به نتایج آنالیز خطی عنصر مس که در شکل ۳ آورده شده‌است، تطابق خوبی بین منحنی حاصل از آنالیز خطی با منحنی بدست آمده از معادله نفوذ برای نمونه‌های زوج نفوذی، وجود دارد. نکته قابل بحث در اینجا اینست که عمق نفوذ به دست آمده برای نمونه‌های آنیل شده بیشتر از مقادیر بدست آمده از معادلات نفوذ می‌باشد. این اختلاف می‌تواند ناشی از در نظر نگرفتن نقش تنش در معادلات نفوذ باشد [۲۱]. وجود میدان تنشی اطراف نایجایی‌ها منجر به ایجاد یک پتانسیل تنشی شده و بر میزان نفوذ عناصر بین دو لایه تأثیر گذاشته و در اینجا علاوه بر پتانسیل شیمیایی، پتانسیل تنشی هم یک عامل دیگر برای ایجاد شار اتمی بین دو لایه می‌باشد. با توجه به مراحل فراوری کامپوزیت دو لایه پس از آنیل، به منظور بهبود خواص حافظه‌داری و سوپر الاستیک نمونه‌ها تحت نورد سرد و آنیل میانی (آنیل تنش گیری) قرار می‌گیرند. لذا کار سرد انجام شده روی کامپوزیت‌ها منجر به ایجاد یک میدان تنشی شده که پتانسیل تنشی را به وجود آورده‌اند. با مقایسه منحنی تغییرات ترکیب شیمیایی نمونه‌های ۵ ساعت و ۱۰ ساعت آنیل شده مشخص است که با افزایش زمان آنیل شیب تغییرات ترکیب عناصر ملایم‌تر و عناصر تا فواصل دورتری نفوذ کرده‌اند، همچنین ضخامت ناحیه نفوذی هم افزایش پیدا کرده‌است. با توجه به منحنی‌ها مشخص است که منطقه نفوذی در این دما (۱۰۰۰ درجه سانتیگراد) فاقد ترکیبات نامطلوب می‌باشد. اتم‌های



شکل ۴. مقایسه منحنی‌های بدست آمده از معادلات نفوذ و نتایج آنالیز خطی برای مس در زمان‌های مختلف.

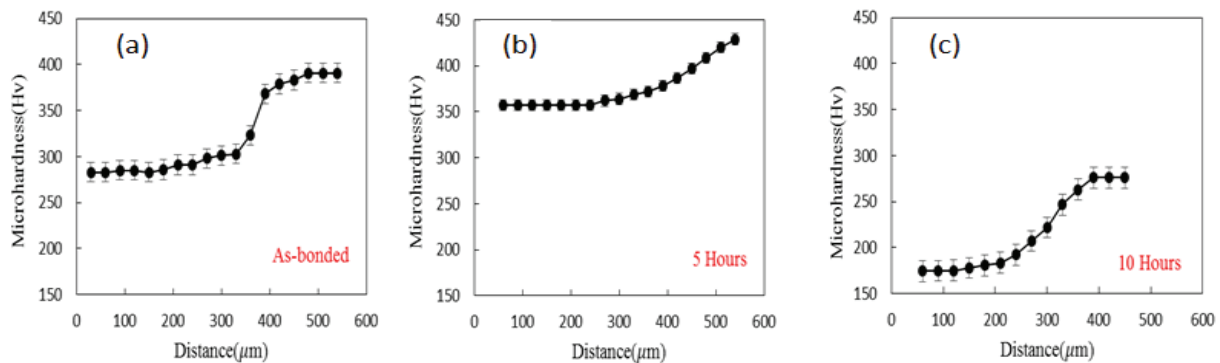
۵ ساعت و ۱۰ ساعت بدست آمد. در شکل ۴ شیب تغییرات ترکیب شیمیایی مس به دست آمده از معادله‌های نفوذ و نتایج آنالیز خطی آورده شده‌است:

معادله ۱.

$$C = \left(\frac{C_1 + C_2}{2} \right) - \left(\frac{C_1 - C_2}{2} \right) \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right)$$

معادله ۲.

$$C_{Cu} = 2.5 - 2.5 \operatorname{erf} \left(\frac{x}{7.56 \times 10^{-6}} \right)$$



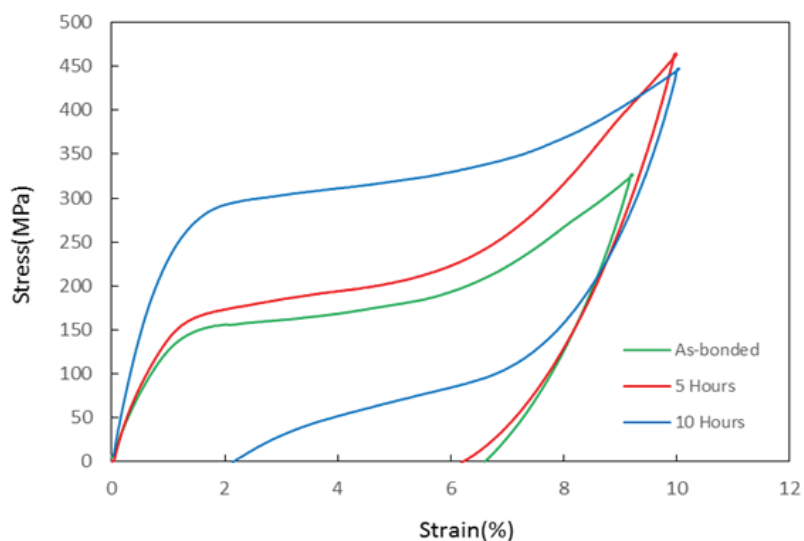
شکل ۵. تغییرات سختی بدست آمده توسط میکرو سختی سنج ویکرز در عرض فصل مشترک دولایه برای نمونه‌های (a) زوج نفوذی و (b) ۵ ساعت آنیل شده و (c) ۱۰ ساعت آنیل شده.

نفوذی به ۱۷۵ ویکرز در نمونه های ۱۰ ساعت آنیل و برای لایه استنتیتی از ۳۹۰ ویکرز برای نمونه‌های زوج نفوذی به ۲۸۰ ویکرز در نمونه های ۱۰ ساعت آنیل، کاهش پیدا کرده‌است. شیب تغییرات سختی در فصل مشترک از ۱/۵ ویکرز بر میکرون برای نمونه‌های زوج نفوذی به ۰/۶ ویکرز بر میکرون برای نمونه‌های ۱۰ ساعت آنیل کاهش پیدا کرده‌است که به مفهوم تغییرات ملایم‌تر در فصل مشترک نمونه ۱۰ ساعت آنیل می‌باشد. بدین ترتیب با افزایش زمان آنیل تغییرات ناگهانی ریزساختاری در اتصال دو لایه وجود نداشته که به مفهوم ایجاد یک فصل مشترک نفوذی با خواص تابعی می‌باشد که می‌تواند تأثیر به سزایی در خواص ماده داشته باشد.

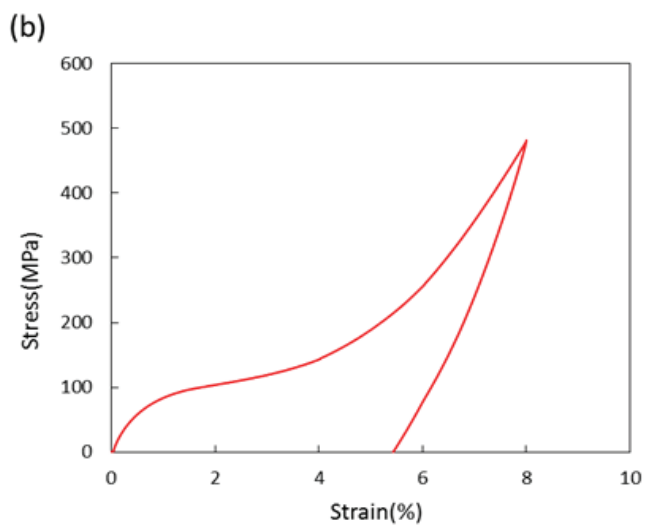
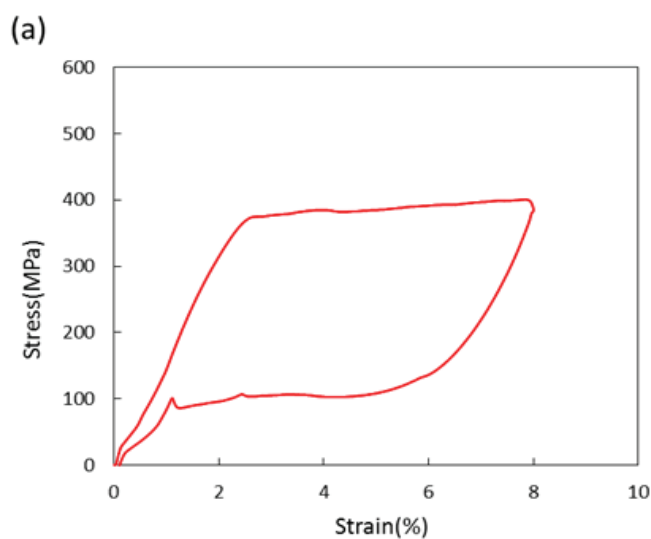
منحنی‌های تنش- کرنش مهندسی نمونه‌های تک لایه مارتنزیتی و استنتیتی کار سرد آنیل‌شده، تحت بارگذاری و باربرداری در شکل ۶ آورده شده‌است. تک لایه استنتیتی در ابتدا با یک ناحیه تغییر شکل الاستیک آغاز، و سپس در کرنش ۲/۶ درصد به ناحیه پلاتو شبیه به تغییر شکل موضعی لودرز با سطح تنش ۳۸۰ مگاپاسکال می‌رسد. منطقه پلاتو مربوط به استحاله مارتنزیتی حاصل از تنش است. میزان کرنش ناشی از ایجاد مارتنزیت حاصل از تنش با میزان کرنش بازیابی شده ناشی از استحاله بازگشت برابر است و این مسئله مبین این است که تمام تغییر شکل در این ناحیه مربوط به استحاله مارتنزیتی ناشی از تنش می‌باشد [۲۰ و ۲۲]. تک لایه مارتنزیتی در ابتدا با یک ناحیه تغییر شکل یکنواخت و غیر خطی الاستیک ناشی از تطابق الاستیک دوقلویی‌ها آغاز، و سپس در حدود کرنش ۱ درصد به ناحیه پلاتو شبیه به تغییر شکل موضعی لودرز با سطح تنش ۱۰۰ مگاپاسکال می‌رسد که این ناحیه مربوط به بازآرایی دوقلویی‌ها می‌باشد. با ادامه تغییر شکل افزایش تنش مشاهده می‌شود که به تغییر شکل الاستیک مارتنزیت بازآرایی شده باز می‌گردد [۲۳]. مقدار تنش ناحیه ی پلاتو برای تک لایه استنتیت در حدود ۳۸۰ مگاپاسکال و برای تک لایه مارتنزیت فقط ۱۰۰ مگاپاسکال می‌باشد، همانطور که

نیکل و مس در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به اندازه کافی فعال شده و در بین دو لایه نفوذ کرده‌اند. نفوذ عناصر نیکل و مس در عرض نمونه منجر به تغییر تدریجی ترکیب شیمیایی در عرض نمونه و در نتیجه تغییر تدریجی دماهای استحاله در نمونه خواهد شد. در واقع با تغییر ترکیب از یک سمت نمونه به سمت دیگر برای مثال از چپ به راست در شکل ۱ و افزایش درصد نیکل (کاهش درصد مس)، ساختار از مارتنزیت به استنتیت تبدیل می‌شود.

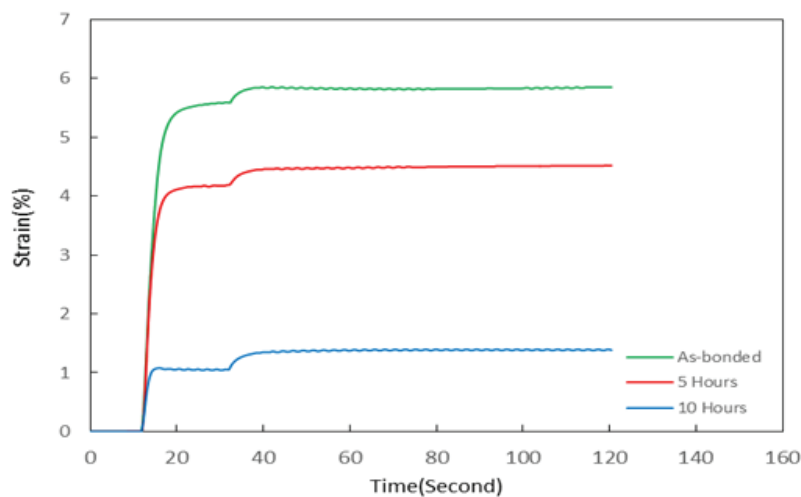
برای تحلیل بهتر فصل مشترک تحت تأثیر عملیات حرارتی، آزمون سختی‌سنجی ویکرز بر روی هر سه سری از کامپوزیت‌های دولایه انجام شد. نتایج حاصل از میکروسختی سنجی در عرض نمونه‌های دولایه در شکل ۵ نشان داده شده‌است. پروفیل سختی ایجاد شده ناشی از نفوذ نیکل و مس در عرض دو لایه و گرادیان غلظتی حاصل می‌باشد. سختی منطقه نفوذی میانگین سختی دو لایه می‌باشد که نشانگر عدم تشکیل ترکیبات اکسیدی در فصل مشترک دولایه در حین اتصال نفوذی می‌باشد، البته با رعایت تمامی اصول مربوط به فرایند اتصال نفوذی مانند تمیز بودن سطح دو لایه، مناسب بودن دما و زمان می‌توان از تشکیل ترکیبات نامطلوب پیشگیری کرد و با اندکی خروج از شرایط استاندارد امکان تشکیل ذرات اکسیدی نامطلوب، امکان‌پذیر است. تشکیل هر گونه ترکیب اکسیدی می‌تواند منجر به تردی اتصال به حاصله گردد. عدم وجود لایه اکسیدی بدان معناست که اتصال به وجود آمده می‌تواند استحکام قابل قبولی حین کاربری داشته باشد. مشخص است که با افزایش زمان آنیل ضخامت منطقه نفوذی افزایش پیدا کرده‌است، همچنین یک گرادیان ریزساختاری در عرض نمونه ایجاد شده است. با مقایسه سه پروفیل واضح است که با آنیل نمونه‌های زوج نفوذی به مدت ۵ و ۱۰ ساعت، مقادیر سختی هر دو لایه کاهش پیدا کرده‌است اما شیب تغییرات سختی بین دو لایه ملایم‌تر شده‌است که به مفهوم تبدیل کامپوزیت دو لایه به یک ماده هدفمند (FGMs)، می‌باشد. برای مثال سختی لایه مارتنزیتی از ۲۸۰ ویکرز برای نمونه های زوج



شکل ۶. منحنی‌های بارگذاری-بررداری نمونه‌های زوج نفوذی و آنیل‌شده.



شکل ۷. منحنی بارگذاری-بررداری نمونه‌های (a) تک لایه آستنیتی و (b) تک لایه مارتنزیتی.



شکل ۸. منحنی بازیابی حرارتی کرنش بعد از باربرداری برای نمونه های زوج نفوذی و آنیل شده.

اختلاف چشمگیری بین مقدار تنش پلاتو برای نمونه های ۱۰ ساعت آنیل شده با نمونه های زوج نفوذی شده و ۵ ساعت آنیل شده وجود دارد. این اختلاف نشان می دهد که ضخامت و ماهیت فصل مشترک بعد از ۱۰ ساعت آنیل به شدت تغییر پیدا کرده است و با توجه به تصاویر فصل مشترک و نتایج آنالیز شیمیایی خطی در فصل مشترک و تغییرات تدریجی ترکیب در عرض نمونه می توان گفت کامپوزیت دو لایه به یک ماده تابعی تبدیل شده است که منطقه نفوذی، خواصی تابعی دارد. افزایش کرنش باربرداری نشان می دهد که با افزایش زمان آنیل و ضخامت فصل مشترک پیوستگی بین دو لایه افزایش پیدا کرده است و این مساله روی خواص مکانیکی کامپوزیت دو لایه تأثیرگذار بوده است. منحنی بازیابی حرارتی کرنش برای نمونه های زوج نفوذی و آنیل شده در شکل ۸ نشان داده شده است. مقدار کرنش بازیابی شده با حرارت، از ۵/۵ درصد در نمونه های زوج نفوذی به ۱ درصد پس از ۱۰ ساعت آنیل، کاهش پیدا کرده است که نشان دهنده استثنی تر شدن منطقه نفوذی با افزایش زمان آنیل می باشد.

۴. نتیجه گیری

در این پژوهش، کامپوزیت دو لایه نیکل- تیتانیوم با ریزساختار تابعی (FGMs)، بوسیله فرایند اتصال نفوذی ساخته شد. خواص دولایه ها برای زمانهای مختلف آنیل بررسی شد. نتایج اصلی را می توان به صورت زیر خلاصه نمود:

۱. روش اتصال نفوذی یک فرایند مؤثر به منظور تولید کامپوزیت های دو لایه ی نیکل- تیتانیوم با خواص و ریزساختار تابعی (FGMs) می باشد. با توجه به نتایج حاصل از آنالیز خطی ترکیب شیمیایی و ریزسختی سنجی در راستای عرض فصل مشترک زمان آنیل تأثیر بسزایی بر روی پهنای فصل مشترک داشته و منجر به

مشخص است با باربرداری نمونه استثنی تمام کرنش اعمالی را باز می گرداند.

منحنی های تنش - کرنش مهندسی نمونه های دو لایه ی زوج نفوذی و آنیل شده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد برای زمان های ۵ و ۱۰ ساعت، با نسبت ضخامت ۲ مارتنزیت به ۱ آستنیت، تحت بارگذاری و باربرداری در شکل ۷ نشان داده شده است. در ابتدا منحنی ها با یک ناحیه تغییر شکل یکنواخت و الاستیک آغاز، و سپس در کرنش ۱/۲ درصد به ناحیه ی پلاتو شبیه به تغییر شکل موضعی لودرز می رسند. برای نمونه های ۱۰ ساعت آنیل منطقه تغییر شکل یکنواخت تا کرنش ۱/۷ درصد ادامه پیدا می کند که به ماهیت ریزساختاری نمونه پس از ۱۰ ساعت آنیل و افزایش مقدار استثنی در نمونه با نفوذ عناصر، باز می گردد. با توجه به منحنی روشن است که کامپوزیت دو لایه دارای هر دو خاصیت سوپرالاستیسیته و حافظه داری می باشند. کرنش باربرداری ϵ_{un} ، برای نمونه های زوج نفوذی شده (بدون آنیل)، ۳/۶ درصد می باشد. کرنش باربرداری، برای نمونه های ۱۰ ساعت آنیل شده ۷/۸ درصد می باشد که در مقایسه با نمونه های ۵ ساعت آنیل شده (۳/۸ درصد) به مقدار قابل توجهی افزایش یافته است. مقادیر بالاتر تنش ناحیه پلاتو و کرنش باربرداری بیش تر برای نمونه های ۱۰ ساعت آنیل شده حاکی از این مساله است که با افزایش زمان آنیل و نفوذ عناصر نیکل و مس و افزایش ضخامت ناحیه نفوذی، ماهیت فصل مشترک عمدتاً استثنی شده است، لذا خواص سوپرالاستیک کامپوزیت دو لایه بهبود چشمگیری پیدا کرده است. نکته حائز اهمیت در منحنی های تنش - کرنش اینست که بعد از ناحیه الاستیک افزایش تدریجی مقادیر تنش برای نمونه های آنیل شده مشاهده می شود که این مسئله به منظور کنترل پذیری بهتر برای کاربردهایی نظیر عملگر در سیستم های الکترومکانیک بسیار مناسب می باشد [۲۴].

۴. کرنش باربرداری e_{un} ، برای نمونه‌های زوج نفوذی شده، ۳/۶ درصد می‌باشد. مقدار کرنش باربرداری برای نمونه‌های ۱۰ ساعت آنیل شده ۷/۸ درصد می‌باشد که در مقایسه با نمونه‌های ۵ ساعت آنیل شده (۳/۸ درصد) مقدار قابل توجهی می‌باشد. تنش ناحیه پلاتو از ۱۶۰ مگاپاسکال به ۳۰۰ مگاپاسکال پس از ۱۰ ساعت آنیل افزایش پیدا کرده‌است. افزایش ۲۰۰ درصدی کرنش باربرداری و تنش پلاتو نشان می‌دهد که با افزایش زمان آنیل و افزایش ضخامت ناحیه نفوذی، ماهیت فصل مشترک عمدتاً استثنیتی شده است، لذا خواص سوپر الاستیک کامپوزیت دو لایه بهبود چشمگیری پیدا کرده است.

۵. نمونه‌های آنیل شده بعد از ناحیه الاستیک با افزایش تدریجی مقادیر تنش همراه هستند، که این مسأله به منظور کنترل‌پذیری بهتر برای کاربردهایی نظیر عملگر در سیستم‌های الکترومکانیک بسیار مناسب می‌باشد.

ایجاد یک ریز ساختار تابعی در عرض نمونه‌های دو لایه شد. با بهینه‌سازی زمان آنیل می‌توان پهنای مؤثر فصل مشترک و ناحیه نفوذی را به منظور حصول خواص مورد نیاز بر مبنای کاربری مورد نظر، کنترل نمود.

۲. ضخامت فصل مشترک از ۳۰ میکرون در حالت زوج نفوذی به ۱۲۰ میکرون پس از ۱۰ ساعت آنیل افزایش یافته‌است که به مفهوم افزایش نفوذ عناصر و ایجاد تطابق بهتر بین دو لایه و تغییرات تدریجی بین دو لایه می‌باشد، اما نکته حائز اهمیت تنها ضخامت فصل مشترک نیست بلکه ماهیت فصل مشترک ایجاد شده عامل تعیین کننده در بهبود خواص کامپوزیت دو لایه می‌باشد.

۳. با آنیل نمونه‌ها شیب سختی در فصل مشترک از ۱/۵ ویکرز بر میکرون در نمونه‌های زوج نفوذی به ۰/۶ ویکرز بر میکرون برای نمونه‌های ۱۰ ساعت آنیل کاهش پیدا کرد که به مفهوم ملایم شدن تغییرات ریزساختاری و شیمیایی در فصل مشترک می‌باشد، لذا تغییرات ناگهانی در فصل مشترک دو لایه وجود نداشته و کامپوزیت دو لایه به یک ماده FGMS، تبدیل شده‌است.

References

- [1] G. Brook, "Applications of Titanium-Nickel Shape Memory Alloys", *Materials and Design*, 4, 835-840, 1983.
- [2] M. H. Elahinia, M. Hashemi, M. Tabesh, and S. B. Bhaduri, "Manufacturing and Processing of NiTi Implants", *A Review Progress in Materials Science*, 57, 911-946, 2012.
- [3] S. Miyazaki and K. Otsuka, "Development of Shape Memory Alloys", *ISIJ International*, 29, 353-377, 1989.
- [4] M. Mohri, M. Nili-Ahmadabadi, J. Ivanisenko, R. Schwaiger, H. Hahn and V. Sai Kiran Chakravadhanula, "Microstructure and Mechanical Behavior of a Shape Memory Ni-Ti Bi-layer Thin film", *Journal of Thin Solid Films*, 583, 245-254, 2015.
- [5] T. Lehnert, H. Grimmer, P. Böni, M. Horisberger and R. Gotthardt, "Characterization of Shape-Memory Alloy Thinfilms Made Up from Sputter-Deposited Ni/Ti Multilayer", *Acta Materialia*, 48, 4065, 2000.
- [6] S. Takabayashi, E. Tanino, S. Fukumoto, Y. Mimatsu, S. Yamashita and Y. Ichikawa, "Functionally Gradient NiTi Fabricated by Sputtering", *Journal of Applied Physics*, 35, 200, 1996.
- [7] Q. Meng, Y. Liu, H. Yang, B. S. Shariat and T. Nam, "Functionally Graded NiTi Strips Prepared by Laser Surface Anneal", *Acta Materialia*, 60, 1658-1668, 2012.
- [8] I. Shiota and Y. Miyamoto, "Functionally Graded Materials", Elsevier Science, 1997.
- [9] B.S. Shariat and M. Eslami, "Thermal Buckling of Imperfect Functionally Graded Plates", *International Journal of Solids and Structures*, 43, 4082-4096, 2006.
- [10] B.S. Shariat and M. Eslami, "Buckling of Thick Functionally Graded Plates under Mechanical and Thermal Loads", *Composite Structures*, 78, 433-439, 2007.
- [11] B.S. Shariat, R. Javaheri and M. Eslami, "Buckling of Imperfect Functionally Graded Plates under In-plane Compressive Loading", *Journal of Thin-Walled Structures*, 43, 1020-1036, 2005.
- [12] Y. Fu, H. Du, W. Huang, S. Zhang and M. Hu, "TiNi-Based Thin Films in MEMS Applications", *Sensors and Actuators A: Physical*, 112, 395-408, 2004.
- [13] R. M. S. Martins, N. Schell, H. Reuther, L. Pereira, K. K. Mahesh and R. J. C. Silva, "Texture Development, Microstructure and Phase Transformation Characteristics of Sputtered Ni-Ti Shape Memory Alloy Films Grown on TiN<111>", *Thin Solid Films*, 519, 122-128, 2010.
- [14] P. Shewmon, "Diffusion in solids", *The Minerals, Metals & Materials Society, Diffusion in Solids. Second Edition. (Retrospective Coverage)(United States)*, p. 246, 1989.
- [15] F. E. Wang, W.J. Buehler and S. J. Pickart, "Crystal Structure and a Unique Martensitic Transition of TiNi", *Journal of Applied Physics*, 36, 3232-3239, 1965.
- [16] K. Otsuka and X. Ren, "Physical Metallurgy of Ti-Ni-Based Shape Memory Alloys", *Progress in Materials Science*, 50, 511-678, 2005.
- [17] J. Frenzel, E. P. George, A. Dlouhy, C. Somsen, M. F. X. Wagner and G. Eggeler, "Influence of Ni on Martensitic Phase Transformations in NiTi Shape Memory Alloys", *Acta Materialia*, 58, 3444-3458, 2010.
- [18] W. J. Moberly and K. N. Melton, "NiTiCu Shape Memory Alloys", *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, 46-57, 1990.
- [19] O. Mercier and K. N. Melton, "The Substitution of Cu for Ni in NiTi Shape Memory Alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 10, 387-389, 1979.

- [20] J. Shaw and S. Kyriakides, "On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy" *Acta Materialia*, 45, 683-700, 1997.
- [21] P. Shewmon, "Diffusion in solids", The Minerals, Metals & Materials Society, Diffusion in Solids. Second Edition. (Retrospective Coverage)(United States), 31-34, 1989.
- [22] W. Schmahl, J. Khalil-Allafi, B. Hasse, M. Wagner, A. Heckmann, and C. Somsen, "Investigation of the Phase Evolution in a Super-Elastic NiTi Shape Memory Alloy (50.7 at. % Ni) under Extensional Load with Synchrotron Radiation", *Materials Science and Engineering: A*, 378, 81-85, 2004.
- [23] J. G. Fuentes, P. Gumpel and J. Strittmatter, "Phase Change Behavior of Nitinol Shape Memory Alloys", *Advanced Engineering Materials*, 4, 437-452, 2002.
- [24] A. Mahmud, Y. Liu, and T. Nam, "Gradient anneal of functionally graded NiTi," *Smart Mater. Struct.*, 2008.