

# رفتار مکانیکی آلیاژ نیکل - تیتانیوم متخلخل ساخته شده به روش سنتز احتراقی حجمی برای استفاده در جراحی استخوان

سید خطیب الاسلام صدرنژاد\* و شاهین کتیرایی

دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۱/۸/۲۷ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۲/۰۲/۱۴)

**چکیده** - در این مقاله خواص مکانیکی آلیاژ نیکل - تیتانیوم متخلخل تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی (VCS) برای استفاده در جراحی استخوان بررسی شده است. رفتار تنش- کرنش آلیاژ از طریق آزمون کشش تک محوری مشخص شده، نمودار ابر کشسانی آلیاژ متخلخل با نمودار آلیاژ توپر سرد شده از دمای پایداری آستنیت مقایسه شده است. به علت حرکت نابجایی‌ها، افزایش تعداد محل‌های هسته گذاری و ریز شدن صفحات مارتنزیت در هنگام کار سرد، تغییر فرم پلاستیک و گلوبی شدن آلیاژ با مواد عادی تفاوت اساسی دارد. تنش تسلیم و مدول الاستیک آلیاژ با درصد تخلخل آن رابطه غیرخطی دارد و از معادله‌های  $E = 17.8 P^2 - 1339.7 P + 30,000$  و  $\sigma = 380 \exp(-0.11P)$  پیروی می‌کند. نمودارهای تنش- کرنش آلیاژ نشان می‌دهد که حتی با وجود ۳۰ درصد تخلخل، نمونه می‌تواند قبل از شکستن بیش از ۶ درصد تغییر طول دهد. مقایسه سطوح شکست نمونه‌های سنتز احتراقی با نمونه‌های متالورژی پودر نشان‌دهنده تأثیر شدید فرایند تولید بر مکانیزم شکست است.

واژگان کلیدی: آلیاژ نیکل - تیتانیوم، متخلخل، سنتز احتراقی حجمی

## Mechanical Behavior of Porous Ni-Ti Alloy Produced by Bulk Combustion Synthesis Method for Bone Surgery

S. K. Sadrnezhaad\* and S. Katiraei

Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran

**Abstract:** Mechanical property of porous nickel-titanium alloy produced by volumetric combustion synthesis (VCS) for bone surgery applications is reported in this paper. Stress-strain behavior of the alloy is determined by uniaxial tension test. Superelastic diagram of the porous alloy is compared with that of the solid material cooled from austenite stability temperature. Due to movements of the dislocations, growth of the nucleation sites and thinning of the martensite plates during cooling, plastic deformation and necking behavior of these materials are principally different from that of the ordinary materials. Elastic

\* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: sadrnezh@sharif.edu

*modulus and yield stress of the material have nonlinear relationship with porosity percentage and obey the following correlations*

$$\sigma = 380 \exp(-0.11P) \text{ and } E = 17.8 P^2 - 1339.7 P + 30,000$$

*The stress-strain curves of the alloy show more than 6 percent elongation before rupture, even with 30 percent porosity. A comparison of the cleavage surfaces of the combustion synthesis samples with those of the powder metallurgical ones indicate great influence of production process on fracture mechanism.*

**Keywords:** Ni-Ti alloy, porous, bulk combustion synthesis

## ۱- مقدمه

آلیاژ نیکل-تیتانیوم متخلخل اخیراً برای استفاده در جراحی استخوان و جایگزینی به جای بافت‌های آسیب دیده، مطرح شده است [۲۱]. ساختار متخلخل، رشد بافت زنده و عبور مایعات تغذیه کننده را آسان می‌سازد و به این سبب مورد توجه محققان قرار گرفته است.

اکنون این موضوع کاملاً آشکار شده است که اگر کاشتنی در تماس مناسب و دائمی با بافت‌های زنده نباشد، از طرف بدن پس زده می‌شود. پیچ‌ها، چسب‌ها، پلاستیک‌ها و سیستم‌های مکانیکی پیچیده، اغلب نمی‌توانند تماس کافی با بدن برقرار سازند. اما آلیاژ نیکل-تیتانیوم متخلخل به لحاظ ساختار اسفنجی شبیه به بافت استخوان و زیست سازگاری قابل قبول، سطح تماس مناسبی با سلول‌های زنده به وجود می‌آورد و خاصیت ابرکشسانی آن هماهنگی محیطی مناسبی را سبب می‌شود [۱-۶]. خواص منحصر به فردی همچون حافظه داری و ابرکشسانی<sup>۱</sup> همراه با چقرمگی<sup>۲</sup>، مقاومت خوردگی و سازگاری با بافت زنده از مزیت‌های این آلیاژ نسبت به سایر مواد زیستی است [۷-۹].

تشکیل لایه محافظ اکسید تیتانیوم ( $TiO_2$ )، جلوی انحلال فلز و آزاد شدن نیکل در بدن را می‌گیرد و سبب بیش‌تر شدن میزان زیست سازگاری آلیاژ نیکل-تیتانیوم نسبت به سایر مواد مورد استفاده در پزشکی می‌شود [۱۰]. تخلخل آلیاژ، پر شدن بیولوژیک بافت‌های زنده را تسهیل می‌کند و در نتیجه پیوندی هماهنگ و دائمی بین بدن و قطعه کاشته شده ایجاد می‌کند که عوارض جانبی کم‌تری نسبت به سایر کاشتنی‌ها دارد.

براساس مطالعات بیولوژیکی، مقدار کرنش قابل بازگشت در بافت‌های زنده تحت بار کششی، بیش از ۲ درصد است. این

مقدار فقط با استفاده از خاصیت شبه کشسانی<sup>۳</sup> آلیاژ حافظه‌دار نیکل-تیتانیوم قابل تأمین است [۴ و ۵]. از آنجا که میزان تخلخل در یک گستره وسیع بر مدول یانگ تأثیر می‌گذارد، تصحیح مدول یانگ آلیاژ نیکل-تیتانیوم از طریق تغییر میزان تخلخل نیز امکان‌پذیر است.

اگر چه آلیاژ نیکل-تیتانیوم متخلخل پتانسیل کاربردی فراوانی در رشته مهندسی پزشکی دارد، اما تولید آن به استفاده از روش‌های جدید همچون سنتز احتراقی و تف‌جوشی مخلوط پودرهای فشرده نیاز دارد. مزایای فرایند سنتز احتراقی در مقایسه با سایر روش‌های ساخت، فراوان است. از جمله صرفه‌جویی در مصرف انرژی و کاهش زمان تولید را می‌توان ذکر کرد. اگر چه این فرایند تاکنون بیش‌تر برای ساخت مواد سرمایی و قطعات بین‌فلزی از این روش استفاده شده است [۱۱]، اما کاربرد آن برای ساخت آلیاژ متخلخل نیکل-تیتانیوم امکان‌پذیر است و فواید فراوانی نیز به همراه دارد که در این مقاله به پاره‌ای از آن‌ها اشاره می‌شود.

پژوهش درباره تولید آلیاژهای متراکم (غیرمتخلخل) نیکل-تیتانیوم به روش ذوب و ریخته‌گری تحت خلاء [۱۲]، متالورژی پودر [۱۳-۱۶]، آلیاژسازی مکانیکی [۱۷]، سنتز احتراقی [۱۸-۲۰] قبلاً به‌وفور انجام و تأثیر پارامترهای مختلف برای افزایش یکپارچگی و همگن شدن قطعه ساخته شده نهایی بررسی شده است، اما نوع متخلخل آلیاژ کمتر مورد پژوهش و بررسی موشکافانه قرار گرفته است.

آلیاژ نیکل-تیتانیوم متخلخل اکنون به‌عنوان یک ماده کاشتنی مطلوب مطرح است و قابلیت‌های ارزنده‌ای را در زمینه مهندسی پزشکی ارائه می‌دهد. وجود تخلخل علاوه بر اینکه بر زیست سازگاری آلیاژ می‌افزاید، باعث پایین آمدن چگالی و بالا

جدول ۱- توزیع اندازه پودرهای مصرفی برحسب درصد وزنی

اندازه دانه	کوچک تر از ۴۵ میکرون	۴۵ تا ۶۵ میکرون	۶۳ تا ۹۰ میکرون
پودر	میکرون	میکرون	میکرون
نیکل	۹۸/۵	۱/۴	۰/۱
تیتانیم	۴۶/۸	۵۱/۵	۱/۷
هیدرید تیتانیم	۸۷/۶	۹/۴	۳

رفتن قابلیت پراکنده‌سازی امواج و ظرفیت میرایی<sup>۴</sup> تحت شرایط بارگذاری دینامیکی آلیاژ نیز می‌شود. چنین خصوصیتی نه تنها از دیدگاه پزشکی قابل بهره‌برداری است، بلکه در رشته‌های مهندسی، به‌ویژه آن‌ها که با سیستم‌های دینامیک تحت ارتعاش سر و کار دارند نیز قابل کاربرد است [۲۱].

پتانسیل کاربردی فراوان همراه با کمبود داده‌های مدون علمی و تجربی، تحقیق درباره روش ساخت و خواص آلیاژ نیکل-تیتانیم متخلخل را ضروری می‌نماید. در این مقاله آخرین دستاوردهای پژوهشی درباره استفاده از روش سنتز احتراقی برای تولید آلیاژهای حافظه‌دار و ابرکشسان متخلخل نیکل-تیتانیم و خواص مکانیکی محصول به‌دست آمده ارائه شده است.

## ۲- روش تحقیق

پودرهای نیکل، تیتانیم و هیدرید تیتانیم همگی با خلوصی بالاتر از ۹۹ درصد با توزیع اندازه دانه (آنالیز الک) مطابق جدول (۱) توسط یک مخلوط‌کن دورانی به‌طور کامل به‌مدت سه ساعت با هم مخلوط شدند. به‌منظور ایجاد تفاوت در تخلخل، مقادیر مختلفی از هیدرید تیتانیم به مخلوط نیکل و تیتانیم با نسبت اتمی برابر افزوده شد. درصدهای وزنی پودرهای مخلوط شده در جدول (۲) داده شده است. قطعات متراکم از طریق پرس سرد نمونه‌های توزین شده مخلوط تحت فشار ۲۰۰ مگا پاسکال ساخته شد و در کوره‌ای با دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت جریان گاز آرگون، عملیات سنتز احتراقی حجمی از نوع انفجاری بر آن‌ها اعمال شد. به‌منظور

مقایسه، تعدادی از قطعات به‌مدت ۵ ساعت در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت گاز آرگون نف‌جوشی شدند.

محصول به‌دست آمده به‌روش برش با سیم<sup>۵</sup> به شکل نمونه آزمایش کشش طبق استاندارد انجمن آزمون مواد امریکا [۲۲] مطابق با تصویر نشان داده شده در شکل (۱) بریده شد. تنش کششی توسط دستگاه اینسترون HOUNSFEILD مدل H10K- S مجهز به یک سلول اندازه‌گیری بار ۱۰ کیلو نیوتنی (10-kN Load Cell) در دمای اتاق اندازه‌گیری شد. سرعت حرکت فک متحرک دستگاه در طول آزمایش ثابت و برابر یک میلی‌متر در دقیقه بود.

برای حک کردن نمونه‌ها، از محلول اسید فلئوریدریک، اسید نیتریک و اسید استیک با نسبت‌های به‌ترتیب ۱، ۵ و ۵ استفاده شد. مورفولوژی و سطح شکست نمونه‌ها به‌وسیله میکروسکوپ نوری معمولی Olympus و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، مطابق با روش‌های متعارف، متالوگرافی شد.

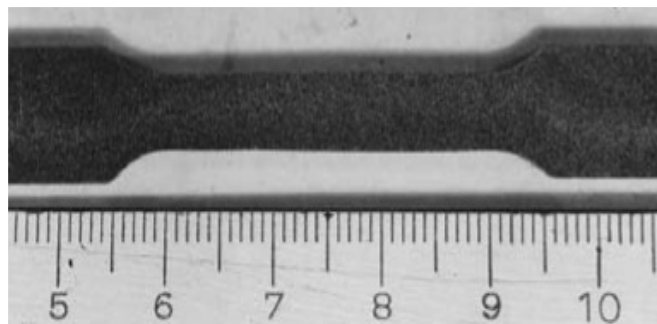
میزان تخلخل آلیاژ به‌صورت درصد حجمی حفرات نسبت به حجم کل قطعه مطابق رابطه (۱) تعریف و محاسبه شد:

$$P = (1 - \rho / \rho_0) \cdot 100 \quad (1)$$

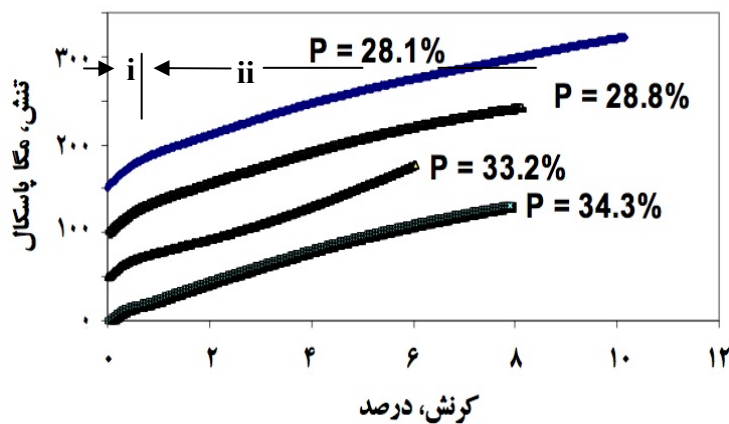
به‌طوری‌که  $\rho$  چگالی نظری و  $\rho_0$  چگالی واقعی نمونه است. در مراجع علمی، چگالی نظری مخلوط نیکل و تیتانیم خالص با نسبت اتمی برابر،  $6.19 \text{ gcm}^{-3}$  و چگالی نظری آلیاژ نایتینول  $6.44 \text{ gcm}^{-3}$  گزارش شده است [۲۳]. چگالی نمونه‌ها با اندازه‌گیری وزن و ابعاد تعیین شد. برای محاسبه حجم واقعی، نمونه‌ها بر روی ورق فولادی فرومغناطیس چسبانیده شد و

جدول ۲- درصدوزنی مواد در نمونه‌های مخلوط و پرس شده

در صد وزنی			شماره مخلوط
نیکل	تیتانیم	هیدرید تیتانیم	
۵۵/۱۰	۴۴/۹۰	۰	۱
۵۴/۹۰	۳۵/۸۰	۹/۳۰	۲
۵۴/۳۸	۱۷/۸۰	۲۷/۸۲	۳
۵۴/۰۵	۰	۴۵/۹۵	۴



شکل ۱- تصویر نمونه آزمون کشش.

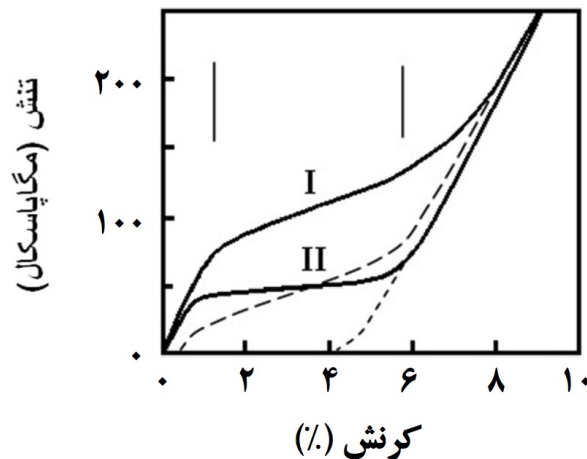


شکل ۲- نمودار تنش- کرنش چهار نمونه از محصولات متخلخل تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی (i= قسمت کشسان و ii= قسمت ابر کشسان)

### ۳- نتایج و بحث

رابطه تنش- کرنش آلیاژ نیکل- تیتانیم متخلخل به دست آمده در شکل (۲) ارائه شده است. درصد تخلخل هر نمونه با حرف P مشخص شده است. برای افزایش وضوح، هر نمودار نسبت به نمودار زیرین خود به اندازه

توسط دستگاه سنگ مغناطیسی ابعادشان با دقت صدم میلی‌متر تراش داده شد. سپس اندازه‌گیری ابعاد و توزین نمونه‌ها صورت پذیرفت. سیستم پردازش تصویر Image analyzer، میانگین اندازه حفره‌ها را به دست داد. با داشتن اندازه و درصد حجمی حفره‌ها، نسبت مساحت حفرات به مساحت کل نمونه تخمین زده شد.



شکل ۳- تفاوت نمودار تنش- کرنش آلیاژ نیکل- تیتانیوم توپر در دو حالت (I) سرد شده از بالای  $A_f$  تا دمای  $M_s < T < A_s$  و (II) گرم شده از زیر  $M_f$  تا دمای  $M_s < T < A_s$ . پاره‌خط‌های عمودی، ناحیه کشسان ابتدایی (سمت چپ)، ابرکشسان (بین دو پاره‌خط) و کشسان دوم (سمت راست) را از هم متمایز می‌کنند.

شکل ۳، تشابه رفتار نمونه‌های متخلخل با نمونه‌های توپر مربوط به حالت آستنیت سرد شده از بالای  $A_f$  تا دمای اتاق ( $M_s < T < A_s$ ) را آشکار می‌سازد. این تشابه نشان می‌دهد که اولاً مکانیزم تغییر ساختار در اثر کشش برای نمونه‌های متخلخل و توپر یکسان است. ثانیاً دو نوع رفتار ابر کشسانی و شبه کشسانی نشان داده شده در شکل (۳) را می‌توان از طریق ساختن نمونه‌ها در دمای بالا و سپس (الف) سرد کردن تا دمای اتاق (نمودار I) و (ب) سرد کردن تا زیر دمای  $M_f$  و سپس گرم کردن تا دمای اتاق (نمودار II) به دست آورد.

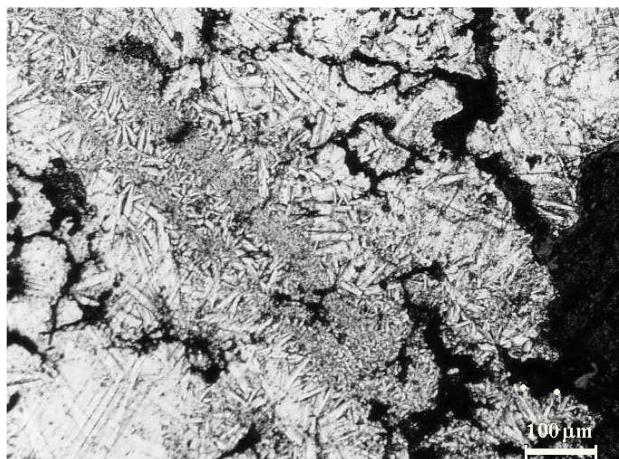
اگر چه به لحاظ وجود تخلخل، تنش تسلیم ابر کشسان نمونه‌های سنتز احتراقی کم‌تر از تنش تسلیم نمونه‌های توپر به دست می‌آید، ولی انعطاف‌پذیری نمونه‌های سنتز احتراقی قبل از ورود به ناحیه الاستیک دوم، در حدود مقادیر مربوط به آلیاژ توپر است (شکل ۲). به علاوه نمونه‌های سنتز احتراقی به سبب متخلخل بودن، بدون ورود به منطقه الاستیک دوم (شکل ۳)، چندین درصد تغییر فرم داده و بدون تغییر فرم پلاستیک می‌شکنند (شکل ۲). همه این خصوصیات با توجه به وجود تخلخل و پایدار بودن فاز آستنیت قابل تبدیل به مارتنزیت (SIM) تحت تنش قابل توجه‌اند. اندک تفاوت رفتار مکانیکی قطعات سنتز شده با یک‌دیگر را نیز می‌توان به اختلاف در

۵۰ مگا پاسکال جابجا شده است. قسمت کشسان ابتدایی منحنی‌ها با i و قسمت ابرکشسان با ii نشان داده شده است. ملاحظه می‌شود که با وجود حضور تخلخل، همه نمونه‌ها از انعطاف‌پذیری قابل ملاحظه و چقرمگی نسبتاً بالایی برخوردارند.

بر اساس پژوهش‌های قبلی [۲۴ و ۲۵]، شکل منحنی‌های تنش- کرنش آلیاژ نیکل- تیتانیوم توپر در ناحیه ابر کشسانی بستگی به نوع فاز و تاریخچه عملیات حرارتی قبل از آزمایش کشش دارد. مثلاً اگر آلیاژ فقط حاوی فاز آستنیت باشد، اعمال تنش ابتدا باعث تشکیل فاز مارتنزیت و سپس باز شدن دو قلوبی‌ها و بروز منطقه ابر کشسانی مطابق با نمودار (I) شکل (۳) می‌شود، اما اگر آلیاژ از فاز مارتنزیت درست شده باشد، اعمال تنش تنها سبب حذف واریان‌های اضافی به نفع واریان غالب مارتنزیت و بروز رفتار شبه کشسانی مطابق با نمودار (II) شکل (۳) خواهد شد.

در شکل (۳)، دو نمودار به‌طور تصویری با هم مقایسه شده‌اند. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، میزان تنش برای شروع تشکیل دو قلوبا در حالت نخست بیش‌تر از تنش لازم برای بروز رفتار شبه کشسانی در حالت دوم است؛ در حالی‌که بخشی از کرنش ذخیره شده در حالت دوم از نوع ترموالاستیک بوده و با اعمال گرما آزاد می‌شود.

مقایسه منحنی‌های آزمایشی شکل ۲ با نمودارهای نمادین



شکل ۴- تصویر ناحیه مجاور سطح شکست گرفته شده توسط میکروسکوپ نوری.

لغزش تغییر مکان می دهند و در نواحی مناسب متمرکز می شوند [۲۶]. با انجام دگرگونی فاز قسمتی از تنش های موضعی خشی و سبب افزایش چقرمگی می شود. حذف پدیده گلوئی شدن آلیاژ را به این ترتیب به خوبی می توان توجیه کرد. مورفولوژی نمونه های ساخته شده مطابق با شکل (۴) نشان می دهد که تمرکز تنش در ناحیه تغییر فرم منجر به تشکیل مارتنزیت های جدید با تیغه های ریزتر از مارتنزیت اولیه می شود.

### ۳-۲- تأثیر درصد تخلخل بر خواص مکانیکی

فرمول های متعددی برای ربط دادن مدول الاستیسیته به میزان تخلخل مواد تا کنون ارائه شده است [۲۷-۳۰]. روابط نیمه تجربی داک ورث، اسپریگز و مکنزی [۲۷]، برای مثال، ارتباط بین مدول یانگ به دست آمده از طریق اندازه گیری تجربی و میزان تخلخل را به سه صورت تابع نمایی، کسری و توانی بیان داشته است [۲۷]:

$$E(P) = E_0 \exp(-bP) \quad (2)$$

$$E(P) = E_0 \{1 + AP / [1 - (A + 1)P]\} \quad (3)$$

$$E(P) = E_0 (1 - f_1 P + f_2 P^2) \quad (4)$$

در این رابطه ها، حرف E مدول یانگ نمونه متخلخل،  $E_0$  مدول یانگ ماده توپر و P درصد حجمی تخلخل است. سایر جملات، فاکتورهای تصحیح کننده روابطند. در صورتی که میزان تخلخل اندک باشد، رابطه (۴) به صورت رابطه (۵) ساده خواهد شد:

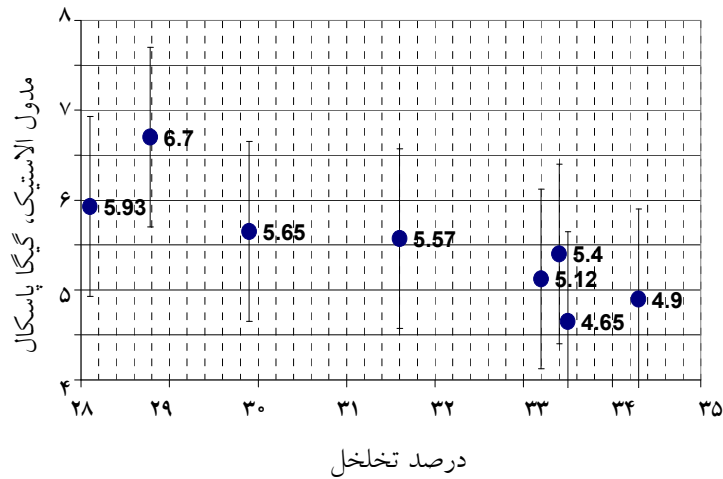
درصد های تخلخل آن ها ربط داد. سایر ویژگی های نمونه ها در بخش های زیر توضیح داده می شوند.

### ۳-۱- عدم ظهور پدیده گلوئی شدن

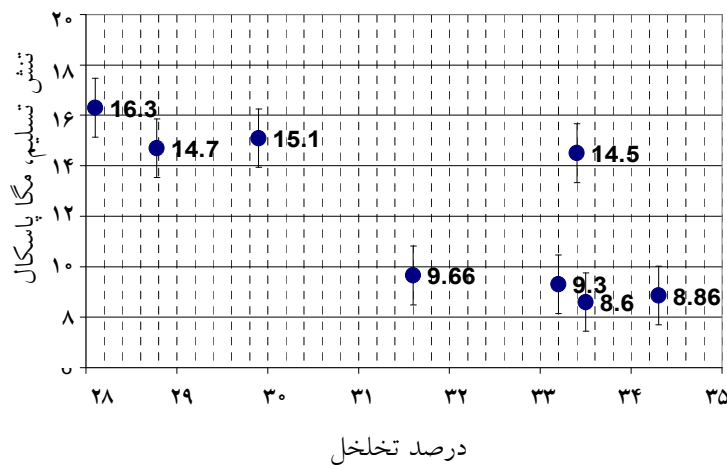
در آزمایش کشش نمونه معمولی توپر، وقتی اثر کاهش سطح مقطع از اثر افزایش نیرو بیش تر باشد، پدیده گلوئی شدن در ناحیه ضعیف رخ می دهد. فرایند باریک شدن در ناحیه گلوئی نمونه متمرکز می شود و تا وقوع شکست ادامه می یابد. شکل (۲) نشان می دهد که بر خلاف مواد انعطاف پذیر معمولی، هیچ یک از چهار آلیاژ حافظه دار متخلخل ساخته شده در این تحقیق گلوئی نمی شوند. علت این موضوع، خشی شدن قسمتی از تنش های موضعی در اثر حرکت نابجایی ها و وقوع دگرگونی فازی در هنگام تغییر فرم است.

شکل (۴) تصویر میکروسکوپی ناحیه مجاور سطح مقطع شکست یک نمونه پاره شده تحت بار کششی را نشان می دهد. همان طور که دیده می شود، یک نوار باریک با زاویه حدود ۴۵ درجه نسبت به سطح شکست وجود دارد که در سرتاسر آن تیغه های بسیار ریز مارتنزیت به وجود آمده است. علت ریز شدن این تیغه ها، تغییر شکل نمونه در اثر کشیده شدن است. تغییر شکل باعث افزایش تعداد محل های هسته گذاری و ریز شدن اندازه تیغه های مارتنزیت می شود.

پژوهشگران قبلی از طریق بررسی آلیاژ توپر نیکل-تیتانیوم نتیجه گرفتند که هنگام تغییر فرم پلاستیک آلیاژ، نابجایی ها از طریق



شکل ۵- نمودار پراکنش مدول الاستیک برحسب درصد تخلخل محصول.



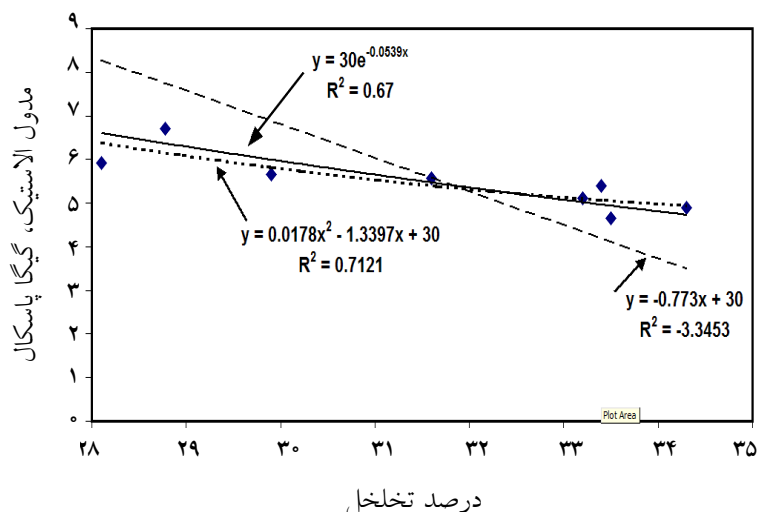
شکل ۶- نمودار پراکنش تنش تسلیم برحسب درصد تخلخل محصول.

از روی نمودارهای پراکنش معلوم می‌شود که درصد تخلخل محصول چه تأثیری بر مدول الاستیک و تنش تسلیم نمونه دارد. پس باید بتوان به طریقی چگونگی این تأثیر را نشان داد. به همین منظور سعی شد منحنی‌های مختلف با معادلات گوناگون براساس روش کمترین مربعات بر داده‌های حاصل از آزمایش‌های کشش برآزش شود. لازم به ذکر است که عوامل دیگری همچون نوع، اندازه و نحوه توزیع حفرات، غیر هموزن بودن ترکیب شیمیایی و فازی و نواقص متالورژیکی نیز بر مدول یانگ و تنش تسلیم می‌توانند تأثیر داشته باشند که در اینجا با فرض ثابت بودن مقادیر عوامل فوق، صرفاً آرایه رابطه مدول یانگ و تنش تسلیم با درصد تخلخل تعیین شد.

$$E(P) = E_0(1 - f_1 P) \quad (5)$$

بررسی‌های بی‌شمار پژوهشگران یاد شده، تطبیق روابط با نتایج تجربی را تأیید کرده است [۳۱-۳۳].

برای تعیین رابطه مدول یانگ و تنش تسلیم با میزان تخلخل، مدول یانگ و تنش تسلیم هر نمونه از روی نمودارهای تنش-کرنش که به‌طور تجربی به‌دست آمد، برحسب درصد تخلخل بر روی نمودارهای شکل‌های (۵) و (۶) توسط نقاط مجزا مشخص شدند. لازم به ذکر است که مدول یانگ در این‌جا شیب قسمت کشسان اول (سمت چپ در شکل ۳) است که با استفاده از نمودار تجربی محاسبه شده است. این نمودارها در اصطلاح آماری به نمودار پراکنش معروف است.



شکل ۷- ارتباط بین مدول الاستیک و میزان تخلخل در آلیاژ نیکل - تیتانیوم متخلخل.

رابطه تنش تسلیم با درصد تخلخل آلیاژ نیکل - تیتانیوم نیز از مقایسه نتایج تجربی با فرمول‌های ریاضی قابل تعیین است. نتیجه مقایسه در شکل (۸) ارائه شده است. همان‌طور که دیده می‌شود یک رابطه خطی نمی‌تواند تغییرات تنش تسلیم را به درصد تخلخل ربط دهد. رابطه نمائی داک ورث [۲۷] نیز با تفاوت بسیار جزئی رابطه تنش تسلیم با تخلخل را با برآزش اندک بهتری بیان می‌دارد:

$$\sigma = \sigma_0 \exp(-a P) \quad (9)$$

که  $\sigma$  تنش تسلیم آلیاژ متخلخل،  $\sigma_0$  تنش تسلیم آلیاژ توپر و  $a$  ضریب ثابت رابطه است. از آنجا که مقدار  $\sigma_0$  برابر ۳۸۰ مگا پاسکال گزارش شده است [۳۵]، مقدار  $a$  در این‌جا ۰/۱۱ به‌دست می‌آید.

### ۳-۳- نقش روش تولید بر ماهیت شکست

تصاویر میکروسکوپ الکترونی سطح شکست در شکل (۹) ارائه شده است. شکل (۹-الف) سطح شکست نمونه تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی پس از پاره شدن در آزمون کشش را نشان می‌دهد. شکل (۹-ب) سطح شکست همان نمونه در بزرگ‌نمایی بالاتر را نشان می‌دهد. در این تصویر حفره‌های کله قندی هم‌چنین خوشه‌های متشکل از گودی‌های ریز به‌عنوان مشخصه بارز شکست نرم به وضوح

در شکل (۷)، منحنی‌های حاصل از رسم روابط (۲) تا (۴) با نتایج آزمایش‌های کشش مقایسه شده‌اند. ملاحظه می‌شود که انطباق رابطه (۴) با نتایج تجربی از بقیه بیشتر است. پارامتر  $R^2$  ضریب تشخیص دقت برآزش نام دارد و طبق رابطه زیر تعریف می‌شود [۲۲]:

$$R^2 = 1 - SSE / SST \quad (6)$$

که

$$SSE = \sum (y_j - \hat{y}_j)^2 \quad (7)$$

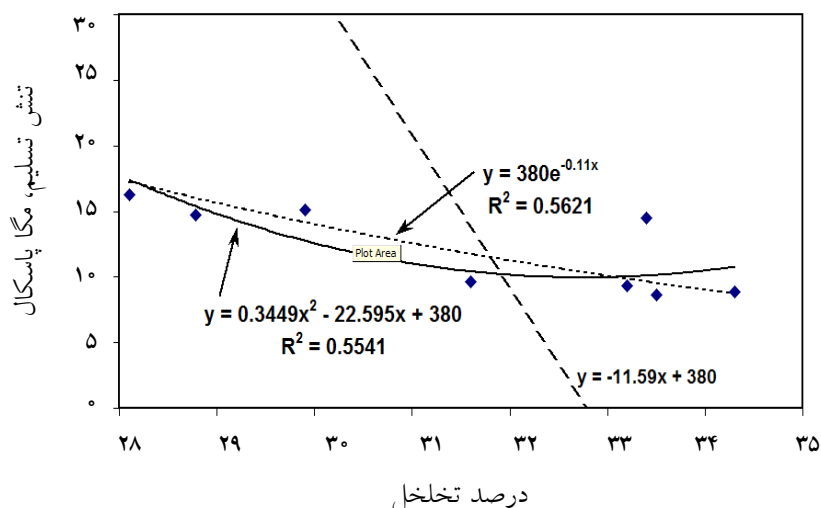
و

$$SST = \left( \sum y_j^2 \right) - \left( \sum y_j \right)^2 / n \quad (8)$$

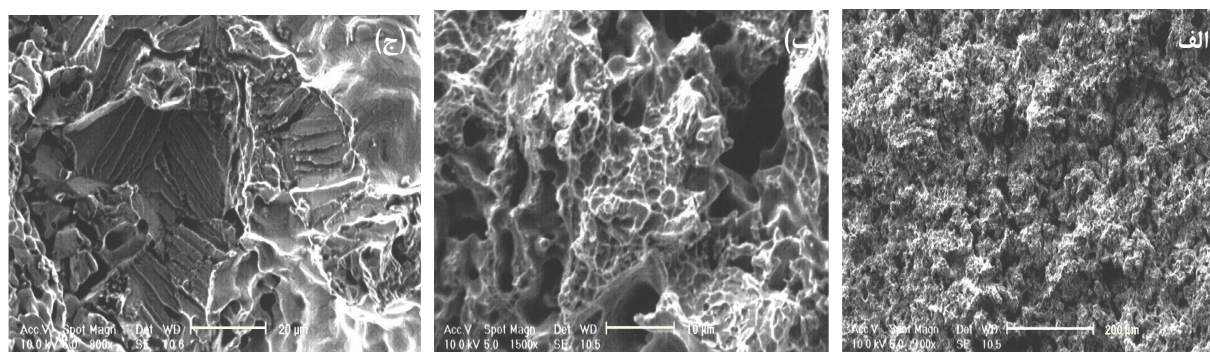
در رابطه‌های فوق  $y_j$  مقدار داده آزمایشی،  $\hat{y}_j$  میانگین داده‌ها،  $n$  تعداد داده‌ها است. با استفاده از روابط (۵) تا (۸) دقیقاً می‌توان مشخص نمود که چند درصد از تغییرات متغیر وابسته توسط متغیر مستقل بیان می‌شود. مثلاً یک شدن  $R^2$  به مفهوم صدق کامل نقاط تجربی در معادله خط برآزش شده است.

همان‌طور که نمودار شکل (۷) نشان می‌دهد، رابطه توانی مکزی [۲۷] بر دو رابطه دیگر ارجحیت دارد. با توجه به این‌که مدول الاستیک آلیاژ Ni-Ti بدون تخلخل  $E_0$  برابر ۳۰ گیگاپاسکال گزارش شده است [۳۴]، بنابراین مقادیر  $f_1$  و  $f_2$  رابطه (۳) به ترتیب برابر ۰/۰۴۴۷ و ۰/۰۰۰۶ به‌دست می‌آید.





شکل ۸- ارتباط بین تنش تسلیم و میزان تخلخل در آلیاژ نیکل- تیتانیوم.



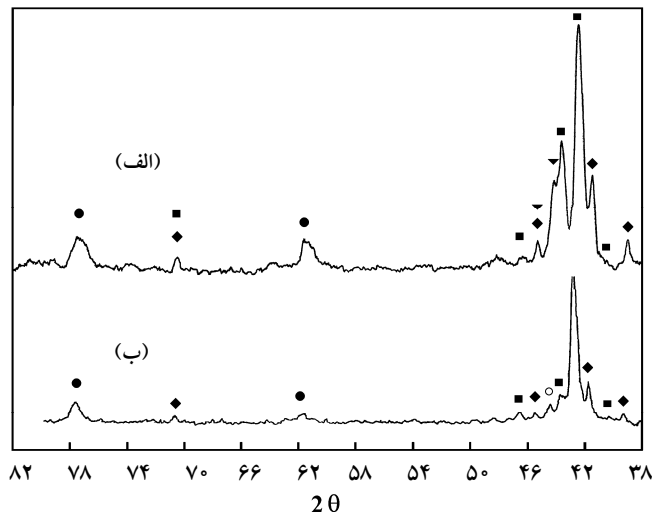
شکل ۹- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطوح شکست: (الف) و (ب) شکست نرم در نمونه تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی و (ج) شکست تورقی در نمونه تولید شده به روش تفجوشی.

احتراقی حجمی با نمونه‌های تفجوشی شده مربوط به اختلاف ساختمان میکروسکوپی و نوع و نحوه توزیع فازها است. بررسی‌های انجام شده به کمک میکروسکوپ الکترونی و تکنیک پراش اشعه ایکس نشان می‌دهد که میزان فازهای غنی از نیکل یا غنی از تیتانیوم به‌ویژه فازهای بین فلزی و ترد  $Ni_3Ti$  و  $Ti_2Ni$  در نمونه تفجوشی شده بسیار بیش‌تر از نمونه‌های تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی است. حضور این فازها سبب تجمع نابجائی‌ها و تولید و انتشار ترک در نمونه‌های تفجوشی شده در هنگام تغییر فرم پلاستیک و کاهش کارپذیری آلیاژ می‌شوند.

الگوهای پراش ارائه شده در شکل (۱۰) مربوط به نمونه‌هایی است که از لحاظ ترکیب شیمیایی، شکل و چگالی

قابل تشخیص‌اند. در شکل (۹-ج) تصویر سطح شکست نمونه‌ای که به روش تفجوشی کردن معمولی ساخته شده ارائه شده است. در این تصویر صفحات مسطح که از خصوصیات شکست تورقی است، به راحتی قابل مشاهده است. شیارهای ظریفی مشابه با رسوب گل و لای بر انتهای مصب رودخانه روی صفحات اخیر دیده می‌شوند که این شیارها نشان‌دهنده مسیر پیشرفت ترک است.

از جمله مشخصه‌های شکست تورقی، تغییر صفحه تورق در داخل یک دانه است. این پدیده باعث به وجود آوردن پله‌هایی در محل تغییر صفحه تورق می‌شود که در شکل (۹-ج) کاملاً مشهود است. به نظر می‌رسد اختلاف در ماهیت شکست نمونه‌های تهیه شده به طریق تفجوشی



شکل ۱۰- الگوی پراش اشعه ایکس (الف) نمونه سنتز احتراقی و (ب) نمونه تفجوشی شده  
 علائم در شکل نشان‌دهنده  $\bullet$  NiTi،  $\blacklozenge$  Ni<sub>2</sub>Ti،  $\blacksquare$  Ni<sub>3</sub>Ti،  $\blacktriangledown$  Ni<sub>0.67</sub>Ti<sub>0.33</sub> و  $\circ$  Ni هستند.

پیوستن حفرات ریز که از ابتدا در سرتاسر نمونه به‌طور نسبتاً یکنواخت توزیع شده‌اند، در ایجاد شکست نرم در آلیاژ نیکل- تیتانیوم متخلخل نقش دارند. تمرکز نابجایی‌ها در هنگام تغییر فرم سرد و تأثیر آن بر جوانه‌زنی مجدد فاز مارتنزیت پس از حذف تنش خارجی و ریز شدن تیغه‌های مارتنزیت بر افزایش چقرمگی آلیاژ سنتز احتراقی شده اثر می‌گذارند.

#### ۴- نتیجه‌گیری

آلیاژ نیکل- تیتانیوم تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی علی‌رغم داشتن درصد تخلخل بالا در هنگام شکست، گلویی نمی‌شود و از این لحاظ مشابه نایتینول غیرمتخلخل است. این آلیاژ در مقایسه با سایر مواد متخلخل از انعطاف‌پذیری قابل توجهی برخوردار است. رابطه‌های زیر، رابطه مدول الاستیک و تنش تسلیم (برحسب مگا پاسکال) را با درصد تخلخل آلیاژ حاصل از سنتز احتراقی حجمی بیان می‌کنند:

$$E = 17.8 P^2 - 1339.7 P + 30,000 \quad (10)$$

$$\sigma = 380 \exp(-0.11P) \quad (11)$$

دقیقاً یکسان هستند، ولی از نظر روش ساخت متفاوتند. مقایسه این الگوها نکات جالبی را نتیجه می‌دهد. هر دو الگو تنها ترکیب‌های بین فلزی نیکل و تیتانیوم را نشان می‌دهند. نیکل و تیتانیوم واکنش نکرده تقریباً وجود ندارد. فازهای نیتريدی یا کاربیدی در نمونه‌ها دیده نمی‌شوند. با وجود دما و زمان نسبتاً طولانی تفجوشی (۱۳۷۳K به مدت چهار ساعت)، شدت نسبی پیک‌های مربوط به فازهای غنی از Ti و غنی از Ni به‌طور قابل ملاحظه‌ای بیش‌تر از نمونه تهیه شده به روش انفجار گرمایی است. یعنی روش سنتز احتراقی در زمان بسیار کوتاه‌تر و با صرف انرژی کم‌تر منجر به دستیابی محصول مطلوب‌تری نسبت به روش تفجوشی می‌شود.

چنین به نظر می‌رسد که درصد عمده ساختار در محصولات تولید شده به روش سنتز احتراقی حجمی، فاز انعطاف‌پذیر NiTi است. این موضوع را می‌توان به سرعت بالای فرایندهای ذوب و انجماد و حفظ یکنواختی ساختار مخلوط طی فرایند ساخت مربوط دانست. بنابراین عدم وجود فازهای بین فلزی مزاحم سبب بهبود کیفیت آلیاژ و ایجاد امکان دستیابی به خواص حافظه داری برتر در آلیاژ سنتز احتراقی شده می‌شود. افزایش چقرمگی بر اثر دگرگونی فازی و رشد و به هم

سبب بهبود خصوصیات حافظه داری و افزایش کار پذیری آلیاژ حاصل می‌شود.

#### ۵ - تقدیر و تشکر

از معاونت پژوهشی دانشگاه صنعتی شریف به خاطر حمایت از تحقیقات علمی تشکر می‌شود.

انتخاب روش سنتز احتراقی حجمی برای تولید آلیاژ نیکل - تیتانیوم متخلخل سبب کاهش انرژی مصرفی، تقلیل زمان تولید و کاهش رسوبات فازی ناخواسته نسبت به روش تفجوشی معمولی می‌شود. از آنجا که حضور و درصد این فازها بر خصوصیات حافظه داری و ابرکشسانی تاثیر ناخواسته می‌گذارند، در نتیجه استفاده از روش سنتز احتراقی حجمی

#### واژه نامه

- |                     |                     |                         |
|---------------------|---------------------|-------------------------|
| 1. superelasticity  | 4. damping capacity | 7. sum of squares total |
| 2. toughness        | 5. wire cut         | 8. sum of squares error |
| 3. pseudoelasticity | 6. etching          |                         |

#### مراجع

- Li B.Y., Rong L.J., Li Y.Y., Gjunter V. E., "A Recent Development in Producing Porous Ni-Ti Shape Memory Alloys", *Intermetallics*, Vol.8, pp 881-884, 2000.
- Brailovski V., Trochu F., "Review of Shape Memory Alloys Medical Applications in Russia", *Bio-Medical of Materials and Engineering*, Vol.6, pp 291-298, 1996.
- Puleo D.A. and Nanci A., "Understanding and Controlling the Bone-Implant Interface", *Biomaterials*, Vol. 20, pp 2311-2321, 1999.
- Kapanen A., Ryhanen J., Danilov A. and J. Tuukkanen J., "Effect of Nickel-Titanium Shape Memory Metal Alloy on Bone Formation", *Biomaterials*, Vol. 22, pp 2475-2480, 2001.
- Es-Souni Mo., Es-Souni Ma., Brandies H. F., "On the Transformation Behavior, Mechanical Properties and Biocompatibility of Two NiTi-Based Shape Memory Alloys", *Biomaterials*, Vol. 22, pp 2153-2161, 2001.
- Varma A., Li B. and Mukasyan A., "Novel Synthesis of Orthopedic Implant Materials", *Advanced Engineering Materials*, Vol.4, pp 482-487, 2002.
- Miyazaki S. and Otsuka K., "Development of Shape Memory Alloys", *ISIJ International*, Vol.29, pp 353-377, 1989.
- Sadrnezhaad K., Mashhadi F. and Sharghi R., "Heat Treatment of Ni -Ti Alloy for Improvement of Shape Memory Effect": *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 12, , pp 107-115, 1997.
- Zarandi F.M.H. and Sadrnezhaad K., "Thermomechanical Study in Combustion Synthesized Ti-Ni Shape Memory Alloy", *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 12, , pp 1093-1105, 1997.
- Rondelli G., Vicentitni B., "Localized Corrosion Behavior in Simulated Human Body Fluids of Commercial Ni-Ti Orthodontic Wires", *Biomaterials*, Vol. 20, pp 785-792, 1999.
- Yi H.C. and Moore J.J., "Review: Self-Propagating High-Temperature (Combustion) Synthesis (SHS) of Powder-Compacted Materials", *Journal of Materials Science*, Vol. 25, pp 1159-1168, 1990.
- صدرنژاد س.خ.، "ساخت آلیاژ حافظه دار نایتینول به روش ذوب القایی تحت خلاء برای استفاده در مهندسی و پزشکی"، *دوازدهمین سمینار سالانه جامعه ریخته گران ایران، تهران، دانشکده فنی دانشگاه تهران، ص ص ۲۳۹ - ۲۴۸، ۱۳۷۹.*
- لشکری ا. و صدر نژاد س.خ.، "ساخت قطعه نیمه نهایی از آلیاژ نایتینول به روش متالورژی پودر"، *چهارمین کنگره سالانه انجمن مهندسين متالورژی ایران، تهران، دانشکده فنی، دانشگاه تهران، ص ص ۹۶۷ - ۹۷۶، ۱۳۷۹.*
- Zhang N., Khosrovabadi P. B., Lindenhovius J. H. and Kolster B. H., "NiTi Shape Memory Alloys Prepared by Normal Sintering", *Material Science of Engineering*, Vol 1 A150, pp 263-270, 1992.
- Igharo M. and Wood J. V., "Compaction and Sintering Phenomena in Titanium-Nickel Shape Memory Alloys", *Powder Metallurgy*, Vol. 28, , pp 131-139, 1985.
- Li B.Y., Rong L.J., Li Y.Y. and Gjunter V. E., "Fabrication of Cellular NiTi Intermetallic Compounds", *Journal of Materials. Research*, Vol. 15, pp 10-13, 2000.

17. Sadrnezhaad S.K. and Selahi A. R., "Effect of Mechanical Alloying and Sintering on Ni-Ti Powders", *Materials and Manufacturing Processes*, Vol. 19, pp 475-486, 2004.
18. Yi H.C., and Moore J.J., "Combustion Synthesis of TiNi Intermetallic Compounds. Part 1. Determination of Heat of Fusion of TiNi and Heat Capacity of Liquid TiNi and Part 2. Effect of TiO<sub>2</sub> Formation", *Journal of Materials Science*, Vol. 24, pp 3449-3462, 1989.
19. Yi H.C. and Moore J.J., "Combustion Synthesis of TiNi Intermetallic Compounds. Part III. Microstructural Characterization", *Journal of Materials Science*, Vol. 27, pp 5067-5072, 1992.
20. Yi H.C. and Moore J.J., "A Novel Technique for Producing NiTi Shape Memory Alloy Using the Thermal Explosive Mode of Combustion Synthesis", *Scripta Materialia*, Vol. 22, pp 1889-1892, 1988.
21. Holtz R.L., Sadananda K. and Imam M. A., "Fatigue Thresholds of Ni-Ti Alloy Near the Shape Memory Transition Temperature", *International Journal of Fatigue*, Vol. 21, pp S137-S145, 1999.
22. "Annual Book of ASTM Standards", E 8M-00b, Vol. 03.01, 2001.
۲۳. میرابوالقاسمی س.ح. و صدرنژاد س.خ.، "عملیات حرارتی آلیاژ حافظه دار نایتینول بعد از نورد سرد"، مجموعه مقالات کنگره منطقه‌ای عملیات حرارتی، اصفهان، ص ص ۱۳۱-۱۳۸، ۱۳۸۳
24. Liu Y. and McCormic P.G., "Influence of Heat Treatment on Mechanical Behavior of NiTi Alloy", *ISIJ International*, Vol.29, pp 417-422, 1989.
25. Lopez H.F., "Transformation Induced Toughening in a Ni-Ti 52 Shape Memory Alloy", *Materials Letters*, Vol. 51, pp 144-150, 2001.
26. Wang J.C., "Young's Modulus of Porous Materials, Part 1 Theoretical Derivation of Modulus-Porosity Correlation", *Journal of Materials Science*, Vol. 19, pp 801-808, 1984.
27. Wagh A.S., Poeppel R. B. and Singh J. P., "Open Pore Description of Mechanical Properties of Ceramics", *Journal of Materials Science*, Vol. 26, pp 3862-3868, 1991.
28. Phani K.K. and Niyogi S. K., "Young's Modulus of Porous Brittle Solids", *Journal of Materials Science*, Vol.22, pp 257-263, 1987.
29. Kovacik J., "The Tensile Behavior of Porous Metals Made by GASAR Process", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.46(15), pp 5413-5422, 1998.
30. Wang J.C., "Young's Modulus of Porous Materials, Part 2 Young's Modulus of Porous Alumina", *Journal of Materials Science*, Vol. 19, pp 801-808, 1984.
31. A.E. Simone and L. J. Gibson, "The Tensile Strength of Porous Copper Made by the GASAR Process", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol 44(4), pp 1437-1447. 1996
32. McCullough K.Y.G., Fleck N.A. and Ashby M.F., "Uniaxial Stress-Strain Behavior of Aluminum Alloy Foams", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.47(8), pp 2323-2330, 1999.
۳۳. ابریشمی ح.، "مبانی اقتصادسنجی"، ویرایش ۲، مؤسسه انتشارات و چاپ دانشگاه تهران، تهران، ۱۳۷۷.
34. Shape Memory Alloys, "*Metals Handbook*", Vol. 4, pp 897-907, 1992.
35. Li B. Y., Rong L.J., Li Y.Y. and Gjunter V.E.. " Synthesis of Porous Ni-Ti SMA by SHS: Reaction Mechanism and Anisotropy in Pore Structure", *Acta Materialia*, Vol.48(15), pp 3895-3904 , 2000.