

# اثر آلیاژسازی مکانیکی و عملیات حرارتی در ساخت آلیاژ NiTi به روش سنتز احتراقی

علیرضا صادقی اول شهر<sup>۱</sup>، حسن مستجاب الدعوه<sup>۲</sup>، ابوالفضل باباخانی<sup>۳</sup>، سید مجتبی زبرد<sup>۴</sup>، اکرم صالحی<sup>۵\*</sup>

۱- کارشناس ارشد، مهندسی پزشکی و عضو گروه پژوهشی مواد، جهاد دانشگاهی مشهد، مشهد، ایران

۲- دانشجوی دکتری، مهندسی مواد، دانشگاه سمنان، مشهد، ایران

۳- دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، دانشکده مهندسی، مشهد، ایران

۴- استاد، گروه مهندسی مواد، دانشگاه شیراز، دانشکده مهندسی، شیراز، ایران

۵- کارشناس ارشد، مهندسی مواد و عضو گروه پژوهشی مواد جهاد دانشگاهی مشهد، مشهد، ایران

\*am\_salehi85@yahoo.com

(تاریخ دریافت: ۹۳/۰۸/۲۴، تاریخ پذیرش: ۹۳/۱۰/۲۱)

## چکیده

در این تحقیق پودرهای نیکل و تیتانیوم با نسبت ۵۰٪ اتمی نیکل، آسیاکاری شدند و سپس با فشار تک محوری ۱۵۰ MPa در دمای محیط به صورت استوانه‌ای شکل پرس شدند. نمونه‌های NiTi متخلخل با روش سنتز دما بالای انفجاری (TE) در دماهای عملیات حرارتی مختلف (۳۵۰، ۴۰۰، ۵۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتیگراد) و زمان‌های آسیاکاری مختلف (۱ و ۲ ساعت) ساخته شدند. اثر دماهای عملیات حرارتی و زمان‌های آسیاکاری، با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز XRD بررسی شد. در محصولات نهایی، آلیاژ حافظه‌دار NiTi به همراه ترکیبات بین فلزی ثانویه و پودرهای عنصری دیده شد اما در نمونه آسیاکاری شده به مدت ۱ ساعت و عملیات حرارتی شده در دمای ۴۰۰ °C، فاز غالب NiTi بود.

## واژه های کلیدی:

سنتز دما بالای انفجاری، آسیاکاری، عملیات حرارتی، آلیاژ حافظه‌دار NiTi، XRD

## ۱- مقدمه

ارتوپدی، قطعات کاشتنی<sup>۱</sup>، فیلترهای مورد استفاده در عروق کرونر، میله‌های راهنمای کاتترها، اسفنکترهای مصنوعی مورد استفاده در اورولوژی و استنت‌های مورد استفاده در آنژیوگرافی اشاره نمود. اخیراً روش سنتز احتراقی به دلیل بازدهی بالای ناشی از کوتاهی زمان واکنش، اقتصادی بودن روش، امکان تولید محصولات با شکلی نزدیک به شکل نهایی و امکان دستیابی به

آلیاژ NiTi به دلیل برخورداری از خواص منحصر بفردی نظیر حافظه‌داری، سوپر الاستیسیته، مقاومت به خوردگی، مقاومت سایشی، استحکام مکانیکی و زیست سازگاری مناسب، اهمیت زیادی در حوزه پزشکی یافته است. از جمله کاربردهای آن می‌توان به فایل‌های درمان ریشه، سیم‌های ارتودنسی، ابزارهای جراحی پیشرفته نظیر آندوسکوپی و لاپاروسکوپی، بست‌های

واکنش دهنده، پایین می‌باشد. از این رو انتظار می‌رود که آلیاژسازی مکانیکی با اختلاط بهتر مواد واکنش دهنده و افزایش انرژی در شبکه کریستالی مواد، مسیرهای نفوذ سریع مانند نابجایی‌ها و سطوح آزاد را افزایش داده و باعث تسهیل در فرایند نفوذ گردد و مشکل حضور فازهای ناخواسته را برطرف نماید. گام<sup>۱۱</sup>] و همکارانش با افزودن نانو کریستال‌های NiTi به عنوان عامل بهبود دهنده‌ی واکنش در فرایند SHS، موفق به تولید نمونه‌های متخلخل NiTi گردیدند. آن‌ها نیاز به پیش گرمایش در فرایند را با استفاده از ۵۰٪ اتمی نانو کریستال‌های NiTi مرتفع نمودند، البته فازهای ناخواسته  $Ti_2Ni$  و  $Ni_3Ti$  همچنان در محصول نهایی حضور داشتند. در بین تحقیقات صورت گرفته، آسیاکاری پودرهای عنصری نیکل و تیتانیوم برای تولید نایتینول به روش سنتز احتراقی، کمتر مورد توجه واقع شده است. در این باره می‌توان به تحقیق زو<sup>۱۲</sup>] و همکارانش اشاره نمود. آن‌ها اثر زمان آسیاکاری پودرهای نیکل و تیتانیوم در فرایند تولید پوشش NiTi به روش اسپری حرارتی را بررسی کرده و نشان دادند که در حین پوشش دهی، واکنش SHS رخ می‌دهد.

آسیاکاری مکانیکی علیرغم نقش بسزایی که در فرایند سنتز احتراقی دارد، به اندازه کافی مورد توجه محققین قرار نگرفته است، لذا هدف از تحقیق حاضر ارزیابی تأثیر فرایند آسیاکاری بر ساخت آلیاژ حافظه‌دار نایتینول متخلخل تولید شده به روش سنتز احتراقی در مد TE می‌باشد. ضمن اینکه نقش پیش گرمایش بر حضور فازهای ناخواسته در نمونه‌های تولید شده، مورد بررسی قرار می‌گیرد.

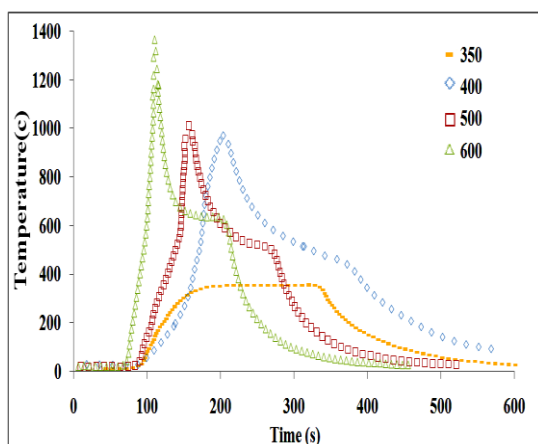
## ۲- مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از پودر عنصری تیتانیوم با متوسط اندازه ذرات  $150 \mu m$  و درصد خلوص ۹۸٪ و پودر نیکل با متوسط اندازه ذرات  $5 \mu m$  و درصد خلوص ۹۹/۸٪ (محصول شرکت مرک) استفاده شد. برای ساخت نمونه، پودرهای نیکل و تیتانیوم با نسبت  $Ti-50 \text{ at\% Ni}$  مخلوط گشته و سپس نمونه‌هایی استوانه‌ای شکل با قطر ۱۷ میلی‌متر و ارتفاع ۳۰ میلی‌متر با دستگاه

آلیاژ با خلوص بالا به دلیل دمای بالای واکنش، جهت تولید آلیاژ حافظه‌دار نایتینول مورد توجه محققین قرار گرفته است [۱]. در کاربردهای پزشکی، مدول الاستیک قطعات کاشتنی که با روش سنتز احتراقی تولید می‌شوند نسبت به نمونه‌های تولید شده با روش‌های ریخته‌گری، به مدول الاستیک استخوان نزدیکتر بوده که این امر می‌تواند پدیده سپر تئشی<sup>۳</sup> را که هنگام استفاده از قطعات کاشتنی فلزی رایج بوجود می‌آید برطرف نماید، ضمن اینکه امکان رشد بافت استخوانی در زمینه متخلخل این قطعات و در نتیجه تثبیت در محل مورد نظر نیز بهتر میسر می‌گردد [۲-۴]. همچنین در این روش، برخی مشکلات تولید به روش ریخته‌گری نظیر جدایش فازی و یا رشد بیش از حد دانه‌بندی، اتفاق نمی‌افتد [۵-۶]. سنتز احتراقی به دو روش مختلف قابل انجام می‌باشد که عبارتند از سنتز دما بالای خود پیش‌رونده (SHS<sup>۴</sup>) و انفجاری (TE<sup>۵</sup>)؛ در روش اول واکنش با گرم کردن سریع یک انتهای نمونه آغاز می‌شود و سپس به صورت یک موج پیشرو در نمونه جلو می‌رود. در روش دوم کل نمونه داخل کوره قرار گرفته و با نرخ سریعی حرارت داده می‌شود تا اینکه واکنش به صورت همزمان در کل نمونه آغاز شود [۷-۸].

در کنار مزایای تولید آلیاژ نایتینول به روش سنتز احتراقی، حضور فازهای ثانویه نظیر  $Ti_2Ni$ ،  $Ni_3Ti$  و در برخی موارد پودر عنصری نیکل در نمونه‌های تولید شده، از جمله مشکلات این روش به حساب می‌آید. حضور فازهای مذکور می‌تواند باعث تردی محصولات، خوردگی حفره‌ای و کاهش زیست‌سازگاری در محیط فیزیولوژیک بدن بشود [۹]. متأسفانه فازهای مذکور به دلیل ثبات ترمودینامیکی، طی عملیات حرارتی تکمیلی نیز قابل حذف نمی‌باشند و لذا تلاش در جهت بهبود روش سنتز احتراقی به منظور حذف این فازهای ناخواسته حین تولید محصول، حائز اهمیت می‌باشد [۱۰].

دلیل اصلی حضور فازهای ناخواسته در محصول نهایی را می‌توان به این حقیقت نسبت داد که ترکیب شیمیایی در طول نمونه به دلیل اختلاط نامناسب متغیر می‌باشد. علاوه بر این حرارت ناشی از فرایند به دلیل عدم تناسب اندازه ذرات



شکل (۱): پروفیل دمایی نمونه‌های ساخته شده بدون آسیاکاری در دماهای مختلف

پیش گرمایش برای نمونه‌ای که در کوره  $350^{\circ}\text{C}$  قرار داده شده است، جهت انجام واکنش سنتز احتراقی کافی نبوده و نمونه صرفاً به دمای کوره رسیده است (با نرخ حرارت دهی ناکافی  $2/4^{\circ}\text{C/s}$ ). برای نمونه‌ای که در کوره  $400^{\circ}\text{C}$  قرار داده شده است، دمای شروع واکنش اولیه (یا پیش احتراق)، دمای شروع احتراق و نرخ گرمایش به ترتیب عبارتند از  $150^{\circ}\text{C}$ ،  $288^{\circ}\text{C}$  و  $3/2^{\circ}\text{C/s}$  که هم نرخ گرمایش و هم دمای احتراق جهت انجام واکنش کافی بودند. در نمونه‌های حرارت داده شده در دمای  $500^{\circ}\text{C}$  و  $600^{\circ}\text{C}$  نیز سنتز احتراقی صورت گرفت و با افزایش دمای پیش گرم، سرعت واکنش افزایش یافت. دیده شد که اختلاف بیشتر بین دمای نمونه‌ها و دمای کوره باعث می‌شود نمونه تا رسیدن به دمای شروع واکنش، با نرخ بالاتری گرمایش یابد. از آنجا که واکنش‌های صورت گرفته در آزمایشات مذکور، نفوذی و یک فرایند وابسته به زمان می‌باشند، بنابراین با افزایش نرخ حرارت دهی ناشی از اختلاف بیشتر دمای نمونه با محیط کوره، واکنش در دمای بالاتری شروع می‌شود. هدف از انجام سریع واکنش، اجتناب از تشکیل فازهای ناخواسته  $\text{Ti}_2\text{Ni}$  و  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  می‌باشد [۹].

خلاصه مشخصات پروفیل‌های دمایی رسم شده در شکل ۱، در جدول ۱ قابل ملاحظه می‌باشد. دیده می‌شود که در تمام نمونه-

فشار تک‌محوری با فشار  $150\text{ MPa}$  و در دمای محیط تولید گردیدند. نمونه‌های خام تولید شده در کوره حفاظت شده با گاز آرگون، در دماهای مختلف  $350^{\circ}\text{C}$ ،  $400^{\circ}\text{C}$ ،  $500^{\circ}\text{C}$  و  $600^{\circ}\text{C}$  قرار داده شدند.

به منظور بررسی نقش پارامتر "زمان آسیاکاری" روی مشخصه‌های نمونه‌های تولید شده به روش سنتز احتراقی، بخشی از پودرها در زمان‌های مختلف  $0/5$ ،  $1$  و  $2$  ساعت آسیاکاری گردیدند. عملیات اختلاط بوسیله یک آسیاب ماهواره‌ای، در یک ظرف استوانه‌ای شکل از جنس فولاد ضد زنگ (با حجم  $1500\text{ ml}$ )، با گلوله‌های فولادی با دو اندازه مختلف (قطر  $8$  و  $12\text{ mm}$ ) و در دمای اتاق صورت گرفت. در حین فرایند هیچگونه ماده دیگری به عنوان عامل کنترل‌کننده فرایند مورد استفاده قرار نگرفت و محفظه فولادی از هوا تخلیه و با گاز آرگون با درصد خلوص  $99/99\%$  پر شد. نسبت وزنی گلوله به پودر و سرعت آسیاکاری به ترتیب  $40:1$  و  $250\text{ rpm}$  تنظیم گردید. پودرهای آسیاکاری شده مطابق شرایط مذکور پرس گشته و در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  در کوره قرار داده شدند. جهت اندازه‌گیری دمای نمونه‌ها طی مرحله سنتز احتراقی، یک ترموکوپل در مرحله فشرده‌سازی با پرس، داخل نمونه‌ها قرار داده شد. فازهای تشکیل‌دهنده ساختار نهایی به روش تفرق اشعه X (XRD) و ریزساختار نمونه‌های تولید شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (LEO 1450VP (35Kv) مورد ارزیابی قرار گرفتند.

### ۳- نتایج و بحث

#### الف- تأثیر دمای پیش گرم

شکل ۱ پروفیل دمایی نمونه‌های ساخته شده در دماهای  $350^{\circ}\text{C}$ ،  $400^{\circ}\text{C}$ ،  $500^{\circ}\text{C}$  و  $600^{\circ}\text{C}$  (بدون آسیاکاری) را نشان می‌دهد.

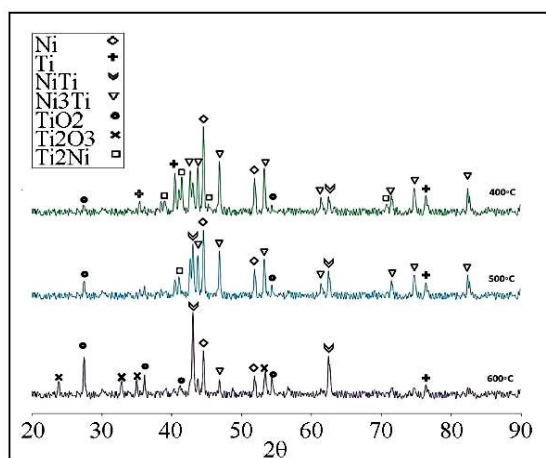
ها با افزایش دمای پیش گرم، دمای شروع واکنش پیش احتراق و دمای واکنش احتراق افزایش می یابد.

جدول (۱): مشخصات مربوط به پروفیل های دمایی رسم شده در شکل ۱

| شماره نمونه | دمای کوره (°C) | نرخ گرمایش (°C/s) | دمای شروع واکنش پیش احتراق (°C) | دمای شروع احتراق (°C) | حداکثر دمای احتراق (°C) | مدت زمان واکنش پیش احتراق (s) | مدت زمان احتراق (s) |
|-------------|----------------|-------------------|---------------------------------|-----------------------|-------------------------|-------------------------------|---------------------|
| ۱           | ۳۵۰            | ۲/۴               | -                               | -                     | -                       | -                             | -                   |
| ۲           | ۴۰۰            | ۳/۲               | ۱۵۰                             | ۲۸۸                   | ۹۷۰                     | ۴۳                            | ۳۳                  |
| ۳           | ۵۰۰            | ۷/۴               | ۲۲۲                             | ۵۳۰                   | ۱۰۱۰                    | ۳۶                            | ۱۳                  |
| ۴           | ۶۰۰            | ۱۱/۶              | ۳۵۳                             | ۶۴۰                   | ۱۳۶۶                    | ۱۴                            | ۹                   |

مقدار بحرانی مورد نیاز باشد، واکنش احتراقی پودرهای عنصری را قبل از شروع احتراق مصرف می کند و در صورتی که  $TiO_2$  به عنوان لایه مقاوم در برابر نفوذ عمل نماید، ضخامت لایه اکسید خیلی سریع افزایش یافته و فرایند نفوذ را تحت تأثیر قرار می دهد.

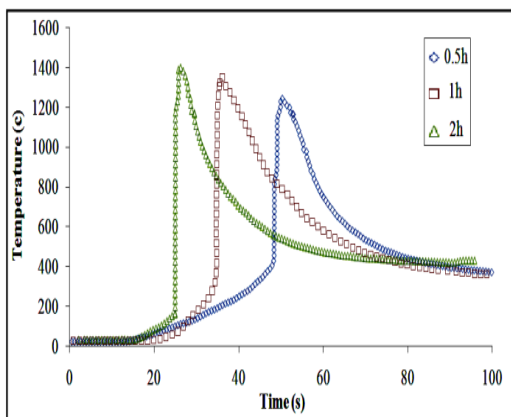
نتایج XRD نمونه های ساخته شده با دماهای پیش گرم مختلف در شکل ۲ نشان داده شده است.



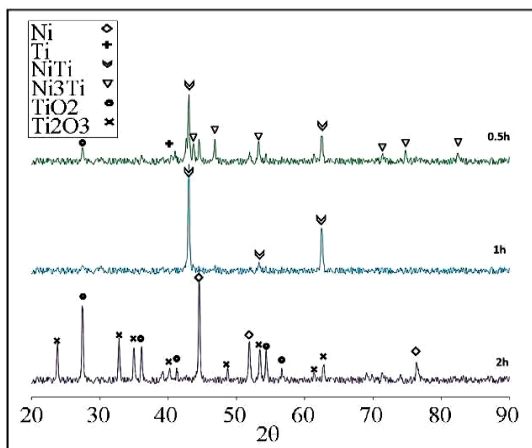
شکل (۲): الگوی XRD نمونه های ساخته شده در دماهای مختلف و بدون انجام آسیاکاری

در نمونه های تولید شده در دمای  $400^\circ C$  و  $500^\circ C$ ، پیک های مربوط به  $Ni_3Ti$  همراه با پیک های ضعیف  $TiO_2$  دیده شدند. با توجه به فازهای تولید شده می توان نتیجه گرفت که ابتدا سطح ذرات تیتانیوم اکسید شده و چون نرخ گرمایش آهسته بوده

از آن جایی که هر ذره پودر شامل هزاران اتم می باشد؛ لذا با فرض اختلاط مناسب پودرها، هر ذره نیکل با یک ذره تیتانیوم واکنش خواهد داد ولی تنها اتم های نامشابه موجود در لایه های سطحی ذرات شانس واکنش دادن با یکدیگر را دارند. در دمای شروع واکنش احتراق، اتم ها با شرایط ذکر شده، با یکدیگر واکنش می دهند و یک لایه نازک با ترکیب NiTi ایجاد می شود. سپس اتم های موجود در لایه های درونی ذرات از طریق نفوذ در لایه سطحی، منجر به ادامه واکنش می گردند، لذا سرعت واکنش با سرعت نفوذ اتم های نیکل و تیتانیوم در لایه NiTi کنترل می شود. از طرفی واکنش بین نیکل و تیتانیوم گرمازا بوده که به نوبه خود منجر به افزایش نفوذپذیری اتم های Ni(Ti) می گردد که ادامه این روند منجر به افزایش سرعت واکنش، حرارت زایی بیشتر و نهایتاً افزایش بیشتر نفوذپذیری اتم ها می گردد. فرایند SHS در دمای پیش احتراق شروع شده و تا دمای شروع احتراق ادامه می یابد. در آنجا ناگهان سرعت واکنش افزایش یافته و منجر به مرحله سنتز احتراقی می گردد [۱۳]. در سیستم دوتایی نیکل و تیتانیوم با توجه به نرخ نفوذ بالاتر نیکل نسبت به تیتانیوم، واکنش اولیه (پیش احتراق) معمولاً منجر به تشکیل  $Ni_3Ti$  می گردد که به عنوان یک لایه مقاوم در برابر نفوذ، در سیستم NiTi عمل می کند [۱۴ - ۱۵]. علاوه بر این، به خاطر احتمال حضور اکسیژن در محیط واکنش، امکان تشکیل لایه اکسیدی بر روی ذرات تیتانیوم بسیار بالا می باشد. چنانچه لایه مقاوم در برابر نفوذ  $Ni_3Ti$  و نرخ گرمایش کمتر از



شکل (۳): پروفیل‌های دمایی نمونه‌های آسیاکاری شده با زمان‌های مختلف و عملیات حرارتی شده در ۴۰۰ °C



شکل (۴): الگوهای XRD نمونه‌های آسیاکاری شده با زمان‌های مختلف و عملیات حرارتی شده در ۴۰۰ °C

است، گرمای حاصل از واکنش اکسیداسیون به افزایش سرعت نفوذ کمک کرده و فاز  $Ni_3Ti$  تولید شده است. همان‌طور که دیده می‌شود، ارتفاع پیک‌های مربوط به  $Ni_3Ti$  با افزایش دمای پیش‌گرم کاهش یافته است زیرا تشکیل  $Ni_3Ti$  یک فرایند نفوذی و وابسته به زمان می‌باشد، لذا افزایش دمای پیش‌گرم و کاهش زمان پیش‌احتراق، منجر به کاهش مقدار  $Ni_3Ti$  در نمونه‌های نهایی شده است. در نمونه پیش‌گرم شده در ۶۰۰ °C (نمونه ۴)، ارتفاع پیک  $TiO_2$  بیش از دو نمونه دیگر بوده و پیک  $Ti_2O_3$  نیز ملاحظه می‌گردد. پیش‌بینی می‌شود که افزایش بیش از حد دمای پیش‌گرم باعث افزایش دمای پیش‌احتراق و در نتیجه اکسید شدن نمونه‌ها شده است. از طرفی وقتی دمای نمونه خیلی بالا باشد یک رقابت بین تشکیل  $NiTi$  و واکنش‌های اکسیداسیون، برای مصرف تیتانیوم ایجاد می‌گردد و به دلیل تمایل زیاد تیتانیوم به اکسید شدن، امکان تشکیل نایتینول پایین می‌آید؛ لذا می‌توان دید که دمای پیش‌گرم به تنهایی نمی‌تواند شکل‌گیری فازها در روش سنتز احتراقی را کنترل نماید.

### ب- تأثیر آسیاکاری:

بررسی‌ها نشان داد که نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۴۰۰ °C نسبت به نمونه عملیات حرارتی شده در ۵۰۰ °C،  $TiO_2$  و نیکل عنصری کمتری را نشان می‌دهد. از این رو برای بررسی نقش فرایند آسیاکاری، ابتدا نمونه‌های پودری در زمان‌های ۰/۵، ۱ و ۲ ساعت، آسیاکاری و سپس در دمای ۴۰۰ °C عملیات حرارتی شدند. در اشکال ۳ و ۴ نتایج مربوط به پروفیل دمایی و XRD نمونه‌های آسیاکاری شده ملاحظه می‌شود.

جدول (۲): مشخصات پروفیل‌های دمایی رسم شده در شکل ۳

| شماره نمونه | مدت زمان آسیاکاری (h) | نرخ گرمایش (°C/s) | دمای شروع واکنش پیش احتراق (°C) | دمای شروع احتراق (°C) | حداکثر دمای احتراق (°C) | مدت زمان واکنش پیش احتراق (s) | مدت زمان احتراق (s) |
|-------------|-----------------------|-------------------|---------------------------------|-----------------------|-------------------------|-------------------------------|---------------------|
| ۵           | ۰/۵                   | ۸/۶               | ۱۴۸                             | ۴۲۰                   | ۱۲۲۹                    | ۱۷                            | ۲                   |
| ۶           | ۱                     | ۱۱/۹              | ۸۴                              | ۳۴۰                   | ۱۳۱۰                    | ۸                             | ۱/۷                 |
| ۷           | ۲                     | ۱۳/۲              | ۱۱۳                             | ۱۶۰                   | ۱۴۰۰                    | ۳                             | ۰/۷                 |

جدول ۲ آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود سرعت

خلاصه مشخصات پروفیل‌های دمایی رسم شده در شکل ۳، در

نمونه باقی مانده است. زمان کوتاه پیش‌احتراق، زمان کوتاه شروع احتراق و دمای احتراق بالا، باعث تشکیل  $TiO_2$  به جای  $NiTi$  شده است. در حقیقت افزایش زمان آسیاکاری باعث افزایش سطح فعال ذرات تیتانیوم شده و سرعت انجام واکنش اکسیداسیون را افزایش داده است به گونه‌ای که واکنش پیش‌احتراق به واکنش اکسیداسیون مربوط می‌شود. سرعت این واکنش به اندازه‌ای سریع بوده است که قبل از شروع واکنش احتراق که منجر به تولید نایتینول می‌شود، بخش اعظمی از تیتانیوم مصرف شده و امکان شروع واکنش تولید نایتینول را از بین برده است، از این رو واکنش احتراق در ادامه فرایند اکسیداسیون به اوج خود رسیده و به صورت سنتز احتراقی ظاهر شده است، کاهش چشم‌گیر زمان واکنش پیش‌احتراق و احتراق نیز به همین دلیل است.

#### ۴- نتیجه‌گیری

این تحقیق برای بررسی اثر آسیاکاری و پیش‌گرم کردن جهت تولید آلیاژ  $NiTi$  به روش سنتز احتراقی انجام شده است و در این راستا نتایج ذیل بدست آمد:

۱- نمونه‌های آسیاکاری نشده شامل فازهای ناخواسته بودند که ناشی از سرعت پایین نفوذ در نمونه‌های تولید شده به این روش بود.

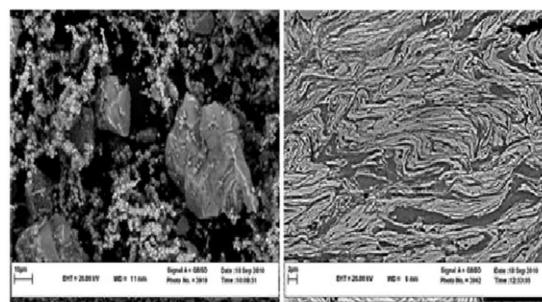
۲- مقایسه بین زمان شروع احتراق نمونه‌های آسیاکاری نشده با نمونه‌های آسیاکاری شده به مدت ۰/۵ و ۱ ساعت، نشان‌دهنده نقش مؤثر آسیاکاری بر فرایند سنتز احتراقی بود.

۳- در نمونه ۶ (زمان آسیاکاری ۱ ساعت و دمای پیش‌گرم  $400^\circ C$ ) فاز مطلوب  $NiTi$  بدست آمد. در این نمونه به دلیل سرعت نفوذ بالا، از تشکیل اکسید تیتانیوم ممانعت به عمل آمده و پیش از تشکیل فاز اکسیدی، فاز  $NiTi$  تشکیل شده است.

#### ۶- مراجع

[1] S. H. Lee, J. H. Lee, Y. H. Lee, D. H. Shin & Y. S. Kim, "Effect of heating rate on the combustion

واکنش در نمونه‌های آسیاکاری شده نسبت به نمونه‌های آسیاکاری نشده، به مراتب بیشتر می‌باشد. شکل ۵ ساختار میکروسکوپی نمونه، قبل و بعد از نیم ساعت آسیاکاری را نشان می‌دهد. ساختار لایه‌ای که در اثر آسیاکاری در ذرات پودر ایجاد گردیده است باعث کوتاهتر شدن مسیر نفوذ می‌شود. از این رو با افزایش سرعت نفوذ، حرارت مورد نیاز جهت پیش‌احتراق کاهش می‌یابد. همچنین ملاحظه می‌گردد که دمای احتراق نمونه‌های آسیاکاری شده نسبت به نمونه‌های آسیاکاری نشده، بالاتر بوده و با افزایش زمان آسیاکاری این روند ادامه یافته است. در الگوی XRD نمونه‌های ۵ و ۶ مشخص است که مقدار عناصر واکنش نکرده در آنها نسبت به نمونه‌های آسیاکاری نشده، کمتر است. این امر به افزایش دمای احتراق کمک شایانی خواهد کرد چرا که عناصر واکنش نکرده نقش رفیق‌کننده واکنش را ایفا می‌کنند.



شکل (۵): تصاویر SEM مربوط به مخلوط پودرهای نیکل و تیتانیوم: (چپ): قبل از آسیاکاری، (راست): پس از نیم ساعت آسیاکاری

مقدار فاز  $TiO_2$  در نمونه‌های ۵ و ۶ (آسیاکاری شده به مدت ۰/۵ و ۱ ساعت) نسبت به تمام نمونه‌های آسیاکاری نشده، کمتر است. این اثر ناشی از زمان بسیار کوتاه واکنش می‌باشد. به طوریکه تیتانیوم بسیار سریع مصرف شده و فرصتی برای اکسید شدن پیدا نکرده است و در نمونه ۶ نیز هیچ گونه فاز اکسیدی دیده نمی‌شود که گویای شرایط مناسب فرایند ساخت می‌باشد. الگوی XRD نمونه ۷ نشان می‌دهد که هم اکسیداسیون تیتانیوم صورت گرفته است و هم نیکل به صورت عنصری در

- materials processing technology, Vol. 202, pp. 359–364, 2008.
- [10] C. L. Chu, C. Y. Chung, P. H. Lin & S. D. Wang, “Fabrication and properties of porous NiTi shape memory alloys for heavy load-bearing medical applications”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 169, pp. 103–107, 2005.
- [11] C. W. Goh, Y. W. Gu, C. S. Lim & B. Y. Tay, “Influence of nanocrystalline Ni-Ti reaction agent on self-propagating high-temperature synthesized porous NiTi”, *Intermetallics*, Vol. 15, pp. 461–467, 2007.
- [12] Y. Zhou, C. J. Li, G. J. Yang, H. D. Wang & G. Li, “Effect of self-propagating high-temperature combustion synthesis on the deposition of NiTi coating by cold spraying using mechanical alloying Ni/Ti powder”, *Intermetallics*, Vol. 18, pp. 2154–2158, 2010.
- [13] H. C. YI & J. J. MOORE, “Combustion synthesis of TiNi intermetallic compounds”, *Journal of Materials Science*, Vol. 24, pp. 3456–3462, 1989.
- [14] Z. Xiu, X. Xu & J. Laeng, “Phase formation of Ni-Ti via solid state reaction”, *PHYSICA SCRIPTA*, Vol. T129, pp. 250–254, 2007.
- [15] H. Inoue, M. Ishio & T. Takasugi, “Texture of TiNi shape memory alloy sheets produced by roll-bonding and solid phase reaction from elementary metals”, *Acta Materialia*, Vol. 51, pp. 6373–6383, 2003.
- synthesis of intermetallics”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 281, pp. 275–285, 2000.
- [2] M. Kayaa, N. Orhan, B. Kurt & T. I. Khan, “The effect of solution treatment under loading on the microstructure and phase transformation behavior of porous NiTi shape memory alloy fabricated by SHS”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 475, pp. 378–382, 2009.
- [3] J. M. Jani, M. Leary, A. Subic & M. A. Gibson, “A review of shape memory alloy research, applications and opportunities”, *Materials and Design*, Vol. 56, pp. 1078–1113, 2014.
- [4] D. Vojtech, A. Michalcova, J. Capek, I. Marek & L. Dragounova, “Structural and mechanical stability of the nano-crystalline Ni-Ti (50.9 at. % Ni) shape memory alloy during short-term heat treatments”, *Intermetallics*, Vol. 49, pp. 7–13, 2014.
- [5] Biswas, S. K. Roy, K. R. Gurumurthy, N. Prabhu & S. Banerjee, “A study of self-propagating high-temperature synthesis of NiAl in thermal explosion mode”, *Acta Materialia*, Vol. 50, pp. 757–773, 2002.
- [6] P. Novák, L. Mejzlíková, A. Michalčová, J. Capek, P. Beran & D. Vojtech, “Effect of SHS conditions on microstructure of NiTi shape memory alloy”, *Intermetallics*, Vol. 42, pp. 85–91, 2013.
- [7] G. Tosun, L. Ozler, M. Kaya & N. Orhan, “A study on microstructure and porosity of NiTi alloy implants produced by SHS”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 487, pp. 605–611, 2009.
- [8] M. Whitney, S. F. Corbin & R. B. Gorbet, “Investigation of the influence of Ni powder size on microstructural evolution and the thermal explosion combustion synthesis of NiTi”, *Intermetallics*, Vol. 17, pp. 894–906, 2009.
- [9] B. Y. Tay, C. W. Goh, Y. W. Gu, C. S. Lim, M. S. Yong, M. K. Ho & M. H. Myint, “Porous NiTi fabricated by self-propagating high-temperature synthesis of elemental powders”, *Journal of*

#### ۷- پی نوشت

- [1] Implants  
 [2] Sphincter  
 [3] Stress shielding  
 [4] Self propagating high temperature synthesis  
 [5] Thermal explosion  
 [6] Goh  
 [7] Zhou