ماەنامە علمى پژوھشى

مهندسی ساخت و تولید ایران www.smeir.org 10.22034/IJME.2022.160941

بررسی رفتار تغییرشکل گرم و خواص حافظهداری آلیاژ حافظهدار دمای بالا Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ با

مجيد بلباسي

استادیار، دانشکده عمران و منابع زمین، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران مرکزی، تهران، ایران تهران، کد پستی:iau.ac.irmajid.belbasia (۱۹۵۵۸۴۷۷۸۱)

اطلاعات مقاله	چکیدہ
مقاله پژوهشی کامل دریافت: ۵ مهر ۱۴۰۱ داوری اولیه: ۲۳ مهر ۱۴۰۱ پذیرش: ۱۴ آبان ۱۴۰۱	آلیاژهای حافظهدار NiTiHf برای کاربردهای صنعتی در دمای بالا بدلیل دمای استحاله بالا و پایداری حرارتی و قیمت پایینتر، بسیار مورد توجه می،اشد. البته خواص حافظهداری آنها از آلیاژهای دوتایی NiTi کمتر می،اشد. راه حل این مشکل افزایش استحکام آلیاژ جهت جلوگیری از وقوع تغییرشکل پلاستیکی ناشی از لغزش می،اشد. یکی از راههای بهبود خواص حافظهداری انجام عملیات ترمومکانیکی می،اشد. در این پژوهش آلیاژ Niso Ti40Hfu در کوره قوس تحت خلاء آلیاژسازی و ریخته گری شد. سپس آزمون کشش
کلیدواژگان: آلیاژهای حافظه دار NiTiHf نورد گرم کرنش بازیابی نسبت بازیابی	گرم بر روی نمونهها با نرخ کرنش ^۲ - ۲ ۰/۰۱ در دماهای ۸۰۰، ۹۰۰، ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد انجام شد. همچنین نمونهها در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد با کاهش ضخامتهای ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۳۰ درصد نورد گرم شدند. جهت بررسی خواص حافظهداری و تعیین میزان کرنش بازیابی و نسبت بازیابی با استفاده از آزمون خمش کرنشهای اعمالی ۲/۶ تا ۶ به روی نمونهها اعمال شد. نتایج آزمون کشش گرم نشان داد که دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد به دلیل مناسب بودن میزان شکل پذیری آلیاژ برای انجام نورد گرم قابل قبول می باشد. حداکثر کرنش بازیابی در نمونه ریختگی ۱۷/۷ با نسبت بازیابی ۸۸ درصد بود. با اعمال ۱۰ درصد نورد گرم، میزان کرنش بازیابی و نسبت بازیابی به ۸/۸ و ۹۲ افزایش یافت و در ادامه با اعمال ۲۰ درصد نورد این مقادیر به ۹/۹ و ۹۴ افزایش یافت. تشکیل دانههای یکنهاخت و هم محور در ریزساختار نمونهها حاکی از وقوع تیلور محدد دینامیکی می باشد که منج به افزایش روی کرنش بازیابی گردید.

Investigating Hot Deformation Behavior and Shape Memory Properties of Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ High Temperature Shape Memory Alloy

Majid Belbasi

Department of Civil and Earth resources, Central Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran P.O.B. 1955847781, majid.belbasi@iau.ac.ir

Article Information	Abstract
Original Research Paper Received: 27 September 2022 First Decision: 15 October 2022 Accepted: 5 November 2022	NiTiHf high temperature shape memory alloys are highly popular for high temperature industrial applications due to their high transformation temperature, thermal stability and lower cost. However, they have weaker shape memory properties than NiTi binary alloys. The solution to this problem is to increase the strength of the alloy in order to prevent plastic deformation caused by slipping. Thermomechanical treatment is a method to immense the reservent the view terms and the view terms and the view terms and the view terms.
Keywords: NiTiHf shape memory alloys Hot rolling Hot tensile Recovery strain Recovery ratio	To improve the recovery strain. In this research, the N ₁₅₀ 11 ₄₀ Fl ₁₀ shape memory alloy was cast by vacuum arc melting and then the hot tensile test was performed on the samples with a strain rate of 0.01 s ⁻¹ at 800, 900, 1000 and 1100 °C, also specimens were hot- rolled at 1000 °C with a reduction of thicknesses by 10, 15, 20 and 30%. To determine the amount of recovery strain and recovery ratio by bending test strains of 2.6 to 6 were applied to the samples. The results of the hot tensile test showed that the temperature of 1000 °C is acceptable for hot rolling due to the suitable ductility of the alloy. The maximum recovery strain and recovery ratio increased to 5.8 and 92 respectively, while after 20% of rolling, these values increased to 5.9 and 94. The formation of uniform and coaxial grains in the microstructure of the samples indicated the occurrence of dynamic recrystallization, which led to an increase in the recovery strain.

استحاله و مقدار کرنش قابل بازیابی میباشد و این دو عامل به شدت وابسته به ترکیب شیمیایی میباشد[۲]. با افزودن عناصر آلیاژی به آلیاژهای نیکل-تیتانیم میتوان دمای استحاله را تغییر داده و آن را برای کاربردهای مختلف کنترل نمود. برخی عناصر مانند مس و منگنز حتی در مقادیر زیاد هم تأثیر چندانی بر دمای استحاله ندارند. اکثر عناصر آلیاژی مانند Mn، ۷، Fr

در بین آلیاژهای حافظهدار، آلیاژهای نیکل-تیتانیم به دلیل خواص حافظهداری بالا، خواص مکانیکی و عمر خستگی بالا، مقاومت به خوردگی و سایش بالا و زیست سازگاری، نسبت به سایر آلیاژهای حافظهدار مورد توجه بیشتری قرار گرفته است[۱]. عملکرد آلیاژهای نیکل- تیتانیم وابسته به دماهای

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

M. Belbasi, Investigating Hot Deformation Behavior and Shape Memory Properties of $N_{150}Ti_{40}Hf_{10}$ High Temperature Shape Memory Alloy, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 9, No. 6, pp. 49-58, 2022 (in Persian). <u>https://www.doi.org/10.22034/IJME.2022.160941</u>



۱– مقدمه

بررسی رفتار تغییرشکل گرم و خواص حافظهداری آلیاژ حافظهدار دمای بالا Ni50Ti40Hf10

Co (بعنوان عنصر سوم) دمای استحالهٔ مارتنزیتی NiTi را کاهش مىدهند. وليكن عناصرى مانند Au ،Pd ،Pt ،Zr و Hf باعث افزایش دماهای استحالهٔ مارتنزیتی می گردند. از بین این عناصر طلا، پالاديم و پلاتين جايگزين نيکل مىشوند و زيركونيم و هافنیم به جای تیتانیم قرار میگیرند. در این میان آلیاژهـای NiTiHf برای بسیاری از کاربردهای صـنعتی در دمای بالا بدلیل دمای استحاله بالا و پایداری حرارتی و قیمت پایینتر نسبت به دیگر آلیاژهای سهتایی (NiTiZr ،NiTiPt و NiTiAu) مورد توجـه مـىباشـند[۳- ۶]. البتـه خـواص حافظهداری و شکل پذیری آنها از آلیاژهای دوتایی NiTi کمتـر مـیباشـد[۷]. علت پایین بودن خـواص حافظـهداری در آلیاژهای NiTiHf تنش بحرانی پایین برای لغزش نابجـاییهـا در ایـن آلیاژهـا ذکرشده است[۸، ۹]. راه حل این مشکل افزایش استحكام زمينه آلياژ جهت جلوگيرى از وقوع تغييرشكل پلاستیکی ناشی از لغزش است. مهمترین روشهای پیشنهاد شده جهت برطرف کردن این مشکل اضافه کردن عنصر آلیاژی چهارم، عملیات حرارتی رسوب سخت و عمليات ترمومكانيكي مرياشد[١١، ١٠].

بررسیهای صورت گرفته در منابع مختلف در ارتباط با آلیاژهای حافظهدار دمای بالای NiTiHf نشان میدهد که اکثر تحقیقات بر روی بررسی اثر افزودن عنصر چهارم بر دماهای استحاله این آلیاژها، بهبود خواص حافظهداری با انجام عملیات پیرسے ختی، بررسی خواص مکانیکی و بررسی استحاله مارتنزیت این آلیاژها، متمرکــز شــده اســت. یکی از مهمترین تحقیقات صورت گرفته، بررسی افزودن عنصر چهارم بر دماهای استحاله آلیاژ NiTiHf جهت افزایش دماهای استحاله و بهبود خواص حافظهداری بوده است. این تحقیقات شامل بررسی افزودن عنصر مس بر دماهای استحاله و خواص حافظهداری آلیاژهای NiCuTiHf و NiCuTiHfZr [۱۲]، افزودن عنصر Zr بر رفتار استحاله آلياژ Ti_{50/5-X}Ni_{49/5}Zr_{X/2}Hf_{X/2} [۱۳]، افزودن Ta بر رفتار استحاله فاز و ريزساختار آلياژ NiTiHfTa [۱۴]، تأثیر عنصر Sc بر استحاله مارتنزیت و ریزساختار آلیاژ غنی از نيكل NiTiHfSc [10] و اثر اضافه كردن Pd بر خواص حافظهداری آلیاژ Ni_{45/3}Ti_{39/7}Hf₁₀Pds [۱۶] میباشد. از دیگر راهكارها براى بهبود خواص حافظهدارى، انجام عمليات حرارتى و ترمومکانیکی میباشد. تحقیقات انجام شده توسط محققین در این زمینه شامل بررسی عملیات حرارتی پیرسختی بر رفتار استحاله آلیاژ NiTi-20Hf [۱۷]، بررسی اثر نورد گرم و سرد بر خواص حافظهداری آلیاژ Ni50Ti30Hf20 [۱۸]، بررسی ریزساختار

و خواص حافظه داری آلیاژ Ni50.3Ti34.7Hf15 [۱۹] میباشد. بررسیها نشان داد در رابطــه بـا عملیـات ترمومکانیکی آلیاژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ و به خصوص در زمینه تغییرشکل نورد گرم آن تحقیقات جامع و کاملی انجام نشده است. بطوریکه در ارتباط با خواص شکل پذیری گرم این آلیاژها با استفاده از آزمون کشش گرم هیچ نوع اطلاعاتی وجود ندارد. فرایندهای شکلدهی گرم فلزات از اهمیت زیادی برخوردار است. کارگرم فلزات در محدوده دمایی بین ۰/۵ تا ۰/۹ دمای ذوب و در نرخ کرنشهای مختلف انجام می شود. از این رو در فرآیندهای شکل دهی گرم فلزات مانند نورد مواد از خود رفتار پیچیده نشان میدهند. در نتیجه بررسی رفتار تغییرشکل فلزات در دماهای بالا دارای اهمیت زیادی است[۲۰]. لذا انجام آزمون کشش گرم در دماهای مختلف قبل از انجام فرآیندهای اصلی تغییر شکل گرم نظیر نورد ضروری میباشد. در این تحقیق پس از بررسی شکل پذیری گرم آلیاژ با انجام آزمون کشش گرم و تعیین دمای بهینه، اثر نورد گرم بر کرنش بازیابی و نسبت بازیابی آليــاژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- مواد و روش تحقيق

در این تحقیق برای ساخت نمونه از تیتانیوم و نیکل با خلوص ۹۹/۹٪ و هافنیوم با خلوص ۹۹/۷٪ استفاده شد. برای ساخت آلياژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ از كوره قوس الكتريكي تحت خلاء (VAM) جهت ذوب مواد اولیه و آلیاژسازی استفاده گردید. در این کوره از یک الکترود غیر مصرفی تنگستن استفاده شد و ذوب و انجماد در یک قالب مسی آبگرد صورت گرفت. خلاء محفظه کوره ابتدا توسط دو پمپ خلاء روتوری و نفوذی به ^{۳۰}-۱۰ میلیبار رسید. همچنین چند مرتبه گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ به فضای داخل محفظه کوره دمیده شد تا اکسیژن موجود در کوره به حداقل میزان ممکن برسد. برای همگنی بیشتر ترکیب شیمیایی شمش، عملیات ذوب ۴ مرتبه انجام شد. شمش بعد از همگن سازی در کوره خلاء در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۴۸ ساعت کوئنچ شد و در ادامه نمونههایی از آن جهت اقدامات بعدی بریده شد. سپس نمونههای آزمون کشش گرم بر طبق استاندارد ASTM E8 به شکل ورق تهیه شدند. برای انجام آزمون از یک دستگاه سروهیدرولیک Instron 8502 مجهز به کوره و متصل به کامپیوتر استفاده شد. نمونهها ابتدا به مدت ۱۰ دقیقه در دماهای ۱۰۰۰، ۹۰۰، ۱۱۰۰ و ۸۰۰ درجه سانتی گراد نگه داشته شده سپس آزمون کشش گرم با نرخ کرنش ^۱-۰/۰۱ در دمای ثابت تا حد شکست نمونه انجام شد نمونهها پس از

تغییرشکل بلافاصله در آب کوئنچ شدند. نمونهها برای انجام عملیات نورد تحت سنگ زنی قرار گرفتند. قطر غلتکهای نورد ۱۱۰ میلیمتر، سرعت حرکت غلتکها در حداقل مقدار ممکن یعنی حدود ۲ دور در دقیقه تنظیم گردید. میزان میانگین کاهش سطح مقطع اعمالی در هر پاس ۵ درصد بود. نمونهها در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد با کاهش ضخامتهای ۱۰، ۱۵، ۲۰ و ۳۰ درصد نورد شدند. ضخامت اولیه نمونهها با روش وایرکات و سپس انجام پولیش طوری انتخاب شد که پس از اعمال نورد، ضخامت نهایی نمونههای نورد شده حدود ۰/۴ میلیمتر گردید. برای تعیین کرنش بازیابی و نسبت بازیابی نمونههای آلیاژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ از آزمون خمش استفاده شد. همان طور که در شکل ۱ نشان داده شده است نمونه با ضخامت t در دمای محیط حول سنبه ایی با قطر D خم شده سپس به دلیل خاصیت فنری مقداری از این خمش باز می گردد. زاویه پس از بازگشت فنری با $heta_d$ نشان داده شدهاست. با افزایش دما تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد استحالهٔ مارتنزیت به آستنیت رخ میدهد و نمونه تغییر شکل میدهد و مقداری از کرنش اعمالی بازیابی می گردد. زاویه پس از بازیابی با θ_h نشان داده شدهاست. در این تحقیق از نمونههایی با ضخامت ۰/۴ میلیمتر و طول ۱۵۰ میلیمتر استفاده شده است. مقدار کرنش اعمال شده به نمونه (\mathcal{E}_d) با توجه به قطر سنبه و ضخامت نمونه از رابطهٔ (۱) و مقدار (\mathcal{E}_d کرنش بازیابی شده (ε_{re}) و نسبت بازیابی کرنش (R) با توجه به کرنش اعمال شده با استفاده از زوایای بدست آمده $heta_d$ و $heta_h$ از

- روابط (۲) و (۳) به دست آمد[۲۱].
- $\varepsilon_d = t/(t+D) \times \% \ 100 \tag{1}$
- $\varepsilon_{re} = (180^{\circ} \theta_h) \times \varepsilon_d / 180^{\circ} \tag{(Y)}$
- $R = \left(\theta_d \theta_h\right) / \theta_d \times \% 100 \tag{(°)}$



Fig. 1 Schematic of bending test for shape memory properties [21] شکل ۱ شماتیک تست خمش جهت بررسی خاصیت حافظهداری [۲۱]

برای بررسی ریزساختاری نمونهها با سنبادههای با مـش ۸۰، ۲۴۰، ۴۰۰، ۶۰۰، ۱۰۰۰ و ۲۰۰۰ سنباده زنـی و پـس از آن بـا پودر آلومینا پولیش شدند. سپس از محلول شیمیایی اچ با نسبت

مهندسی ساخت و تولید ایران، شهریور ۱٤۰۱، دوره ۹ شماره ۶

HF:HNO3:H2O=1:4:5 جهت مشاهده ریزساختار و مرز دانه ها استفاده گردید. جهت بررسی ریزساختاری از میکروسوپ نوری تا بزرگنمایی ۱۰۰۰ استفاده شد. به منظور تعیین فازها از دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) با ولتاژ ۴۰ کیلو ولت، شدت جریان ۳۰ میلی آمپر و طول موج اشعه ۱/۵۴ آنگستروم لامپ مسی با فیلتر نیکلی استفاده شد. محدوده زوایای مورد بررسی ۰ تا ۹۰ درجه بود. سختی سنجی با دستگاه میکرو ویکرز با نفوذ کننده هرمی شکل با زاویه راس ۱۳۶ درجه انجام شد.

۳- نتایج و بحث ۳-۱- بررسی آزمون کشش گرم

شکل ۲ منحنی تنش-کرنش مهندسی بدست آمده برای آلیاژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ در دماهای مختلف را نشان میدهد. طبق شکل آلیاژ در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد در منطقه الاستیک دچار شکست می گردد. همان طور که مشاهده می شود در دمای ۱۱۰۰ و ۹۰۰، ۹۰۰۰ درجه سانتی گراد پس از استحکام کششی نهایی، نرخ کارنرمی در منحنی ها کاهش یافته به طوریکه قبل از رسیدن به ناپایداری و وقوع شکست تقریبا به حالت پایا می-رسند. مقدار کرنش ایجاد شده در دماهای ۱۱۰۰ و ۰۰۰۲ و ۰۰۰، ۲۷ درجه سانتی گراد تغییرات محسوسی نداشته و حدود ۲۲/۰ تا

جدول ۱ مقدار کاهش سطح مقطع محاسبه شده برای آلیاژ در دماهای مختلف را نشان میدهد. مقدار کاهش سطح مقطع آلیاژ در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد کمترین مقدار میباشد. منحنی تنش- کرنش مهندسی این آلیاژ نشان داد که در این دما نمونه در منطقه الاستیک دچار شکست گردید. با افزایش دما به ۱۰۰۰ و۹۰۰ درجه سانتی گراد شکل پذیری به شدت افزایش می یابد و به حدود ۱۰ درصد می رسد و با افزایش دما تا ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد مقدار کاهش سطح مقطع به ۸/۵ درصد میرسد و تنش حداکثر نیز کاهش مییابد. در تحقیقات قبلی انجام شده توسط محققان [۲۲] در مورد اثر دماهای ۸۰۰، ۹۰۰، ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد بر منحنی تنش کرنش حاصل از تست فشار گرم و ریزساختار این آلیاژ، نشان داده شد که در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد به دلیل پایین بودن دما، نیروی محرکه لازم برای تشکیل دانههای تبلور مجدد کافی نبوده و در این دما تشکیل دانه های تبلور مجدد یافته اتفاق نمی افتد و مکانیزم ترمیم حاکم، بازیابی دینامیکی میباشد. لذا در منحنی تنش کرنش نیز سطح تنش بالا بوده و شکل پذیری به دلیل وجود فاز ثانویه ترد Ti,Hf)2Ni) بسیار پایین میباشد. با افزایش

دما به ۱۰۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتی گراد با توجه به ریزساختار نمونهها به دليل كافي بودن نيروي محركه لازم وقوع تبلور مجدد دینامیکی اتفاق افتادہ و با تشکیل دانہھای جدید تبلور مجدد یافته شکل پذیری بهبود یافته و سطح تنش نیز در منحنی تنش کرنش کاهش مییابد. لـذا پـایین بـودن شـکل پـذیری آلیـاژ در دمای ۸۰۰ درجـه سانتی گـراد بـه دلیـل وجـود فـاز ثانویـه Ti,Hf)₂Ni) و بهبود شکل پذیری آلیاژ در دماهای ۹۰۰ تا ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد به دلیل وقوع تبلور مجدد دینامیکی می باشد. از طرفی با بررسی انجام شده روی سطح نمونهها، مقدار اکسیداسیون روی سطح نمونهها در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد بسیار شدید می باشد. در دمای بیشتر از ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد این آلیاژها مستعد به رشد دانه و تشکیل لایه اکسیدی میباشد. با توجه به نزدیک بودن کرنش ایجاد شده در دماهای ۱۰۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتی گراد و پایین تر بودن استحکام کششی نهایی در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به نظر می سد دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد جهت عملیات نورد گرم این آلیاژ نسبت به دماهای دیگر مناسبتر باشد.

Engineering Stress (MPa) 900 °C 300 240 1000 °C 180 11 · · °C 120 0.05 0.1 0.15 0.2 0.25 0.3 0.35 **Engineering Strain** Fig. 2 Engineering stress-strain curve of hot tensile test at different temperatures and strain rate of 0.01 **شکل ۲** منحنی تنش-کرنش مهندسی آزمون کشش گرم در دماهای مختلف

8.. °C

جدول ۱ مقادیر کاهش سطح مقطع در دماهای مختلف

و نرخ کرنش ۱/۰۱

Table 1 Cross-sectional reduction values at different temperature	•••					
	Table 1 Cross-sectional reduction values at different temperatures					
زمایش کشش (C) ۲۰۰ ۹۰۰ ۱۰۰۰ ۱۱۰۰	دما آز					
کاهش سطح مقطع ۸/۵ ۹/۶ ۱۰/۱ ۸/۵	مقدار					

شکل ۳ سطح شکست نمونههای آلیاژ پس از آزمون کشش گرم در دماهای ۱۱۰۰و۸۰۰، ۹۰۰، ۸۰۰ درجه سانتی گراد را نشان مىدهد. طبق شكل ٣- الف شكست از نوع كليواژى مىباشد. شکست کلیواژی از نوع شکست ترد با انرژی پایین می باشد که شکست در طول سطوح کریستالی با اندیس پایین اشاعه پیدا می-کند. شکل ۳- ب سطح شکست نمونه در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد را نشان می دهد. وجود حفرات در سطح شکست نمونه

مشخص میباشد. همچنین وجود حفرات در سطح شکست نمونههای در دمای ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد نیز دیده می شود. وجود حفرات و سطوح کلیواژی در سطح شکست نمونههای شکلهای ۳- ب، ج و د وقوع شکست شبه کلیواژی نمونهها در دمای ۹۰۰ تا ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد را نشان میدهد.

(الف)

(ب)

(ج)

(১)

480 420

360

Fig. 3 The fracture surface of tensile samples at temperatures a) 800 °C, b) 900°C, c)1000°C, d) 1100°C

شکل ۳ سطح شکست نمونههای کشش در دماهای الف) C۰۰۰° ب) C°۰۰ ، ج) C° ۱۱۰۰ و د) C



۲-۲- بررسی کرنش بازیابی و نسبت بازیابی

پس از انجام نورد گرم در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد با درصد کاهش ضخامتهای مختلف، جهت بررسی مقدار کرنش بازیابی و نسبت بازیابی، نمونههای همگن و نورد شده به دور سنبههای با قطرهای مختلف از ۶/۲۵ تا ۱۵ میلیمتر خم شدند و کرنشهای ۲/۶ تا ۶ درصد به روی نمونهها اعمال شد. مقادیر زوایای پس از برگشت فنری و پس از بازیابی در اثر اعمال نمونهها محاسبه گردید که قسمتی از نتایج مربوط به نمونه ریختگی و نمونههای نورد گرم شده با درصدهای مختلف در ریختگی و نمونههای نورد گرم شده با درصدهای مختلف در استفاده میباشد اینست که برای نمونهها در کرنشهای اعمالی مختلف، مقدار کرنش قابل بازیابی و نسبت بازیابی مشخص میباشد. از طرفی بهبود میزان کرنش بازیابی شده در نمونههای نورد گرم نسبت به نمونه ریختگی نیز قابل مشاهده میباشد.

جدول ۲ نتایج خواص حافظهداری حاصل از آزمون خمش نمونهها **Table 2** The results of the shape memory properties obtained from the bending test of the samples

زاويه برگشت قطر سنبه زاويه كرنش كرنش نسىت (D) (θ_d) فنری (θ_h) بازیابی (ϵ_d) اعمالی (ϵ_d) بازیابی (θ_h) اونری (θ_d) ۱۵ ۵۰ 518 ۲/۶ ۱۰۰ آلياژ ۷۵ ٩ ٣/٨۵ 3/80 ۱. ٨٨ کار نشدہ ٨/۵ ٨٢ ۱۰ ۴/۵ 4/20 ٨٧ ٧٠ ۲/۶ 7/8 ۱۰۰ ۱. ۱۵ . ۱. ۷۲ ۶ ٣/٨۵ W/VY 9118 د, صد ٨/۵ ٨٠ ۶ ۴/۵ 4/30 97/0 نورد ۲/۶ ۶١ 7/8 1 . . ۱۵ ۱۵ ٧٢ ۵ ۳/۸۵ ٣/٧۴ ٩٣ درصد ۱. ٧٨ ۵ ۴/۵ 4/37 93/0 λ/Δ نور د ۲/۶ ۲/۶ ۱۰۰ ۲۰ ۱۵ ۴٨ 49 T/10 ۱. ۲ ٣/٨ 90/9 د, صد ٣ 4/0 4/47 94/9 λ/Δ ۵٩ نورد 5/8 ۱۰۰ ۳۰ ٢٢ 518 ۱۵ ۱۰ 47 ۲ ٣/٨٥ ٣/٨ ۹۵ د, صد ۴/۴ λ/Δ ۵٨ ۴ ۴/۵ ۹٣/۱ نورد

شکل ۴ منحنی میزان کرنش بازیابی و نسبت بازیابی بر حسب کرنش اعمالی برای نمونههای نورد گرم شده در کاهش سطح مقطعهای مختلف را نشان میدهد. طبق شکل با افزایش میزان کرنش اعمالی، مقدار کرنش بازیابی شده افزایش یافته که در تمامی نمونههای نورد شده افزایش مقدار کرنش بازیابی بصورت خطی میباشد. همچنین با افزایش میزان کرنش اعمالی، نسبت بازیابی کاهش مییابد بطوریکه این روند در تمامی

مهندسی ساخت و تولید ایران، شهریور ۱٤۰۱، دوره ۹ شماره ۶

نمونههای نورد گرم شده با کاهش ضخامتهای مختلف مشاهده میگردد.



Fig. 4 Values of recovery strain and ratio in terms of applied strain in samples with rolling percentage a)10, b)15, c)20, d)30 **شکل۴** مقادیر کرنش بازیابی و نسبت بازیابی بر حسب کرنش اعمالی در نمونههای با درصد نورد الف) ۱۰، ب) ۱۵ ، پ) ۲۰ و ت) ۳۰



Fig. 5 Variations in recovery ratio according to hardness in values Different applied strains شکل ۵ تغییرات نسبت بازیابی بر حسب سختی در مقادیر کرنشهای

اعمالي مختلف

شکل ۶ تغییرات کرنش بازیابی را بر حسب سختی نمونهها نشان میدهد. مطابق این شکل با افزایش مقدار سختی تا ۳۷۰ ویکرز (نمونه ۱۰ درصد نورد) کرنش بازیابی و نسبت بازیابی افزایش خوبی را نشان میدهد، با افزایش میزان نورد از ۱۰ به ۲۰ درصد، مقدار سختی افزایش کمی داشته و کرنش بازیابی نیز افزایش کمی را نشان داده و تا ۳۰ درصد نورد به دلیل عدم تغییر سختی، کرنش بازیابی نیز تغییر محسوسی نداشته است که نشان میدهد نتایج کرنش بازیابی از نتایج مربوط به تغییرات سختی این آلیاژ پیروی میکند. با توجه به تغییرات سختی، بهبود كرنش بازيابي را ميتوان به افزايش استحكام زمينه نمونههای نورد شده نسبت داد. با توجه به نتایج بدست آمده، حداکثر کرنش بازیابی شده در نمونه ریختگی مقدار ۵/۷ با نسبت بازیابی ۸۸٪ میباشد. با اعمال نورد گرم به میزان ۱۰ درصد، کرنش بازیابی به ۵/۸ و نسبت بازیابی به ۹۲٪ میرسد. با افزایش درصد نورد گرم به ۲۰ درصد این مقادیر به حداکثر مقدار یعنی ۵/۹ و ۹۴٪ میرسد. با افزایش میزان نورد گرم تا ۳۰ درصد مقادیر کرنش بازیابی و نسبت بازیابی بدون تغییر باقی میماند. لذا مقدار ۲۰ درصد نورد اعمالی جهت حصول کرنش بازیابی بیشتر نسبت به حالت ریختگی برای این آلیاژ مناسب مىباشد.

شکل ۵ تغییرات نسبت بازیابی را بر حسب سختی در کرنشهای اعمالی مختلف نشان میدهد. همانطور که در این شکل و همچنین در جدول ۲ مشاهده می شود، در نمونه ریختگی فقط کرنش اعمالی ۲/۶ بطور صد در صد بازیابی می شود اما در تمامی نمونه های نورد شده کرنش های اعمالی ۲/۶ و ۳ بطور صد درصد بازیابی می شود و در کرنش های اعمالی بالاتر از ۳ درصد بازیابی بطور کامل اتفاق نیافتاده و به کمتر از ۱۰۰ درصد افت پیدا می کند. بطوریکه در تمامی نمونهها نورد شده، با افزایش میزان کرنش اعمالی، نسبت بازیابی با شیب یکسانی افت پیدا میکند. در کرنشهای اعمالی بیشتر از ۳ درصد، تغییرشکل لغزشی در فاز مارتنزیت اتفاق افتاده که منجر به عدم بازیابی کامل کرنش می گردد. تغییر شکل مارتنزیت در آلیاژهای حافظهدار با دو روش حرکت مرزهای دوقلویی و لغزش نابجاییها صورت می گیرد. تنها مقدار تغییر شکل مارتنزیتی که بوسیله حرکت مرزهای دوقلویی صورت گرفته میتواند پس از حرارت دهی نمونه به فاز آستنیت بطورکامل بازیابی شود. وقتيكه مقدار تغيير شكل از اين سطح تجاوز مىكند نابجايىها شروع به لغزش مي كنند و تغيير شكل صورت گرفته بوسيله لغزش نابجاییها با حرارت دهی و تبدیل به آستنیت قابل برگشت نخواهد بود. لذا مقدار کرنش کاملاً برگشت پذیر آلیاژهای حافظهدار برابر است با حداکثر تغییرشکلی که فرآیند حرکت مرزهای دوقلویی مارتنزیت می تواند قبل از لغزش نابجاییها فراهم کند[۲۳]. برای اینکه یک ماده حافظهدار بتواند کرنش بالایی را بازیابی کند باید از تغییر شکل ناشی از لغزش در آن جلوگیری شود. این امر با افزایش استحکام آلیاژ و به تأخیر انداختن لغزش نابجاییها میسر می گردد.

با افزایش کرنش اعمالی به مقدار بیش از ۳٪ تغییرشکل لغزشی در فاز مارتنزیت اتفاق میافتد که با افزایش لغزش، میزان کرنش قابل بازیابی کاهش مییابد. فاز مارتنزیت تنش بحرانی لغزش پایینی دارد لذا تغییرشکل لغزشی با افزایش میزان تنش ناشی از کرنش اعمالی بیشتر، راحت ر اتفاق افتاده و باعث افت میزان نسبت بازیابی می گردد. نتایج پژوهش انجام شده توسط محققان[۲۳] به روی آلیاژ Ni%Ni مافزایش کرنش اعمالی آلیاژ ۲۱وی(Mi₅₀₆Hf₂₀ نیز نشان داد با افزایش کرنش اعمالی تغییرشکل لغزشی در فاز مارتنزیت اتفاق میافتد که با افزایش لغزش میزان کرنش بازیابی و نسبت بازیابی کاهش مییابد.



Fig. 6 variations in recovery strain according to hardness in values applied strains a) 3.85%, 4.5% and b) 5.4%, 6% **شکل ۶** تغییرات کرنش بازیابی بر حسب سختی نمونهها در مقادیر کرنشهای اعمالی الف) ۳/۸۵ و ۳/۴٪ و ب) ۶/۴ و ۶/٪

۳-۳- بررسیهای ریزساختاری و فازی

شکل ۷ ریزساختار نمونههای نورد گرم شده در کاهش سطح مقطعهای مختلف را نشان میدهد. به دلیل اینکه نورد گرم در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد انجام شد با توجه به وقوع پدیده تبلور مجدد دینامیکی دانههای جدید تبلور مجدد یافته تشکیل شده که با علامت به روی تصاویر نشان داده شده است. همان طور که در شکل دیده می شود، دانههای جدید ناشی از تبلورمجدد از فازهای ثانویه شروع به تشکیل نمودهاند.

نتیجه آنالیز EDS صورت گرفته بر روی فاز ثانویه که در روی شکل ۷- الف مشخص شده در شکل ۸ آورده شده است. طبق آنالیز EDS ترکیب شیمیایی این فازها شامل ۳۲/۹ درصد اتمی نیکل، ۵۸/۵ درصد اتمی تیتانیوم و ۸/۶ درصد اتمی هافنیوم میباشد. این ترکیب شیمیایی با ترکیب فاز ثانویه مافنیوم میباشد. این ترکیب شیمیایی با ترکیب فاز ثانویه (Ti,Hf) تطابق دارد. همان طور که در شکل ۷ مشاهده میشود این فاز ثانویه عمدتا در مرزدانه ها تجمع یافته است. در

این نمونه به دلیل اینکه عملیات نورد گرم در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد انجام شد، علی رغم اینکه زمان نورد بسیار کوتاه بود و نمونه انیز پس از نورد، سریع در آب سرد شدند، شاهد وقوع فرآیند ترمیم دینامیکی شامل تبلور مجدد دینامیکی میباشیم که وقوع این پدیده باعث میشود که کارسختی کاهش میباشیم که وقوع این پدیده باعث میشود که کارسختی کاهش یافته و امکان اعمال کاهش ضخامتهای بیشتر در فرآیند نورد گرم فراهم گردد. همچنین به دلیل وقوع فرآیند تبلورمجدد دینامیکی با افزایش میزان درصد نورد اعمالی، افزایش در میزان سختی نیز با شیب کمتری در این نمونه انسبت به نمونه ایی از این آلیاژ که در تحقیقات قبلی تحت نورد سرد قرار گرفتند[۲۵] اتفاق افتاد.



Fig. 7 Microstructure of hot rolled samples with reduction of cross section a) 10%, b) 15%, c) 20% and d) 30%

شکل ۷ ریزساختار نمونههای نورد گرم با کاهش سطح مقطع الف) ۱۰٪، ب) ۱۵٪، پ) ۲۰٪ و ت) ۳۰٪

تشکیل دانههای تبلور مجدد یافته هم محور و یکنواخت در ریزساختار میتواند باعث بهبود کرنش بازیابی آلیاژ گردد بطوریکه تحقیقات انجام شده توسط ریکلینا و همکارانش[۲۶] به روی آلیاژ NiTi، نشان داد که تشکیل دانههای هم محور و کوچک تبلور مجدد یافته باعث افزایش کرنش بازیابی گردید. لذا یکی از علل بهبود کرنش بازیابی نمونهها بر اثر نورد گرم و افزایش میزان کرنش بازیابی این نمونهها در مقایسه با نمونههای نورد سرد شده[۲۵] وقوع تبلور مجدد و تشکیل ساختار تبلور مجدد یافته میتواند باشد.

شكل ۹ الگوى پراش پرتو X آلياژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ در حالت همگن و نورد گرم شده با کاهش ضخامتهای مختلف را نشان میدهد. نمونه همگن شده دارای چند قله مربوط به فاز مارتنزیت (M) و یک قله مربوط به فاز آستنیت (A) و فاز ثانویه (SP) می باشد. شدیدترین قله این نمونه در زاویه ۶۰ درجه میباشد که نشان میدهد صفحه مرجح مارتنزیت در نمونه همگن در این زاویه وجود دارد. در نمونههای نورد شده زوایای مربوط به قلههای مارتنزیت و آستنیت تغییر نکرده است فقط شدت قلهها تغییر کردهاست که نشان میدهد در اثر اعمال نورد بافت جدیدی بوجود آمده و شدیدترین قله در هر نمودار نیز جهت مرجح را در آن نمونه نشان میدهد. همچنین با اعمال نورد و ایجاد کرنش در نمونهها، پیکها پهنتر شدهاند. کرنشهای شبکهای سبب کاهش و یا افزایش فاصله بین صفحات کریستالی میشوند. بر اساس قانون براگ با تغییر فاصلهٔ بین صفحات کریستالی زاویه ایی که پیک در آن دیده می شود تغيير مىكند از اين رو تغيير فاصله بين صفحات كريستالى منجر به پهن شدگی پیک میشود.



Fig. 8 The result of EDS analysis of the second phase shown in Fig 7 شكل ∧ نتيجه آناليز EDS فاز ثانويه نشان داده شده در شكل ٧



زاويه (20)

Fig. 9 X-ray diffraction pattern of Ni50Ti40Hf10 alloy in homogeneous and hot rolled state with different thicknesses reduction شکل ۹ الگوی پراش پرتو X آلیاژ Ni₅₀Ti₄₀Hf₁₀ در حالت همگن و نورد گرم شده با کاهش ضخامتهای مختلف

۴- نتیجهگیری

- نتایج آزمایش کشش گرم نشان داد، مقدار کاهش سطح مقطع آلیاژ در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد کمترین مقدار می باشد. با افزایش دما به ۱۰۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتی گراد شکل پذیری به شدت افزایش می یابد و به حدود ۱۰ درصد می رسد و با افزایش دما تا ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد مقدار کاهش سطح مقطع به ۸/۵ درصد می رسد. با توجه به نزدیک بودن کرنش ایجاد شده در دماهای ۱۰۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتی گراد و پایین تر بودن استحکام کششی نهایی در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد، دمای به دماهای دیگر مناسب تر باشد.

- با افزایش درصد نورد گرم از حالت صفر درصد (وضعیت ریختگی) به ۱۰ درصد میزان کرنش بازیابی و نسبت بازیابی افزایش مییابد و در ادامه تا ۱۵ و ۲۰ درصد با شیب کمی افزایش یافته و از ۲۰ تا ۳۰ درصد تقریباً تغییری مشاهده نمیشود. با اعمال نورد گرم مقدار سختی افزایش یافته و موجب افزایش تنش بحرانی برای لغزش شده و نهایتاً باعث بهبود کرنش بازیابی گردیده است. در منحنی تغییرات سختی مشاهده می-شود که افزایش سختی از ۱۰ به ۲۰ و ۳۰ درصد نورد با شیب کمی اتفاق افتاده که با نتایج کرنش بازیابی و نسبت بازیابی تناسب دارد.

- حداکثر کرنش بازیابی شده در نمونه ریختگی مقدار ۵/۷ با نسبت بازیابی ۸۸٪ میباشد. با اعمال نورد گرم به میزان ۱۰ درصد، کرنش بازیابی به ۵/۸ و نسبت بازیابی به ۹۲٪ میرسد. با

- [7] W. Cai, X.L. Meng, L.C. Zhao, Recent Development of TiNi-Based Shape Memory Alloys, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, Vol. 9, pp. 296-302, 2005.
- [8] B. Karaman, R. Noebe, J. Pons, R. Santamarta, Effect of aging on the martensitic transformation characteristics of a Ni-Rich NiTiHf high temperature shape memory alloy, *Functional Materials Letters*, Vol. 5, pp. 381-385, 2012.
- [9] F. Dalle, E. Perrin, P. Vermaut, M. Masse, R. Portier, Interface Mobility in Ni49.8Ti42.2Hf8 Shape Memory Alloy, Acta Materialia, Vol. 50, pp. 3557-3565, 2002.
- [10]O. Karakoc, K.C. Atli, A. Evirgen, J. Pons, R. R.D. Santamarta. О. Benafan. Noebe. I. Karaman. Effects of training on the thermomechanical behavior of NiTiHf and NiTiZr high temperature shape memory alloys, Materials Science & Engineering A, Vol. 10, pp. 794-800, 2020.
- [11]X.L. Meng, Y.X. Tong, K.T. Lau, W. Cai, L.M. Zhou, L.C. Zhao, Effect of Cu Addition on Phase Transformation of Ti–Ni–Hf High-Temperature Shape Memory Alloys, *Materials Letters*, Vol. 57, pp. 452–456, 2002.
- [12]S. Baradari, N. Resnina, S, Belyaev, M. Nili-Ahmadabadi, Martensitic phase transformation and shape memory properties of the as-cast NiCuTiHf and NiCuTiHfZr alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 888, pp. 125-134, 2021.
- [13]S. F. Hsieha, S. Wu, Martensitic transformation of quaternaryTi50.5-XNi49.5ZrX/2HfX/2 (X = 0±20 at. %) shape memory alloys, Materials Characteristic, Vol. 45, PP. 143-152, 2000.
- [14] R. Prasad, V. S. Park, C. H. Kim, S. W. Hong, J. K. Yeom, Microstructure and phase transformation behavior of a new high temperature NiTiHf-Ta shape memory alloy with warms formability, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 697, pp. 55-61, 2017.
- [15] Y.X. Tong, X.M. Fan, A.V. Shuitcev, F.Chen, B.Tian, L.Li, Y.F.Zheng, Effects of Sc addition and aging on microstructure and martensitic transformation of Ni-rich NiTiHfSc high temperature shape memory alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 845, pp. 156-162, 2020.
- [16] E. Acar, H.E. Karaca, H. Tobe, R.D. Noebe, Y.I. Chumlyakov, Characterization of the shape memory properties of a Ni45.3Ti39.7Hf10Pd5 alloy, *Journal* of Alloys and Compounds, Vol. 578, pp. 297-302, 2013.
- [17] O. Benafan, G.S. Bigelow, D.A. Scheiman, Transformation behavior in NiTi-20Hf shape memory alloys – Transformation temperatures and hardness, *Scripta Materialia*, Vol. 146, pp. 251-254, 2018.
- [18] N. Babacan, M. Bilal, C. Hayrettin, J. Liu, O. Benafan, I. Karaman, Effects of cold and warm rolling on the shape memory response of Ni50Ti30Hf20 high-temperature shape memory alloy, *Acta Materialia*, Vol. 157, PP. 228-244, 2018.

افزایش درصد نورد گرم به ۲۰ درصد این مقادیر به حداکثر مقدار یعنی ۵/۹ و ۹۴ ٪ میرسد. با افزایش میزان نورد گرم تا ۳۰ درصد مقادیر کرنش بازیابی و نسبت بازیابی بدون تغییر باقی میماند. لذا به نظر میرسد مقدار ۲۰ درصد نورد اعمالی جهت حصول کرنش بازیابی بیشتر نسبت به حالت ریختگی برای این آلیاژ مناسب میباشد.

- با انجام نورد گرم در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد با وقوع پدیده تبلور مجدد دینامیکی دانههای جدید تبلور مجدد یافته در ریزساختار نمونهها تشکیل شده است. یکی از علل افزایش میزان کرنش بازیابی این نمونهها بر اثر نورد گرم تشکیل ساختار تبلور مجدد یافته میتواند باشد.

۵– تقدیر و تشکر

تحقیق حاضر استخراج شده از طرح تحقیقاتی با عنوان بررسی اثر فرآیند نورد بر دماهای استحاله و کرنش بازیابی آلیاژ حافظهدار NiTiHf میباشد، که از دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران مرکزی بابت حمایت از این طرح پژوهشی کمال تشکر را دارم.

۶- مراجع

- 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 Thinfilm, *Journal of Thin Solid Films*, Vol. 583, pp. 245–254, 2015.
- [2] S.S. Hoseyni norabadi, M. Niliahmadabadi, The effect of hafnium element in the amount of 3% on the transformation behavior and superelastic properties of nickel-rich NiTi shape memory alloy, *Journal of Metallurgical Engineering*, Vol. 3, pp. 169-177, 2019 (in persian).
- [3] J3. M. Belbasi, M.T. Salehi, Influence of chemical composition and melting process on hot rolling of NiTiHf shape memory alloy, *Material Engineering Performance*, Vol. 23, pp. 2368–2372, 2014.
- [4] Benafan, G. S.Bigelow, D. A. Scheiman, Transformation behavior in NiTi-20Hf shape memory alloys – Transformation temperatures and hardness, *Scripta Materiala*, Vol. 147, pp. 11-15, 2018.
- [5] H. E. Karaca, E. Acar, H. Tobe, S. M. Saghaian, NiTiHf-based shape memory alloys, *Materials Science Technology*, Vol. 30, pp. 1530-1544, 2014.
- [6] J. Chen, Z. Shengwang , Z. Yonghao, J. Zhang, W. Yuhua, Q. Yang, A study on the cold workability and shape memory effect of NiTiHf-Nb eutectic high-temperature shape memory alloy, *Intermetallics*, pp. 127-134, 2020.

hot deformation, *Materials Science Engineering A*, Vol. 506, pp. 96-102, 2013.

- [23] T. Sakuma, Y. Mihara, Y. Ochi, K. Yamauchi, Effect of prestrain on Transformation and Deformation Behavior in Ti–50 at%Ni Shape Memory Alloy, *Materials Transactions*, Vol. 47, pp. 728-734, 2006.
- [24] X.L. Meng, Y.D. Fu, Q.F. Li, J.X. Zhang, W. Cai, L.C. Zhao, Shape-memory behaviors in an aged Nirich TiNiHf high temperature shape-memory alloy. *Intermetallics*, Vol. 16, pp. 698-705, 2008.
- [25] M. Belbasi, Effect of cold rolling process on recovery strain and recovery ratio of Ni50Ti40Hf10 shape memory alloy, *Journal of new materials*, Vol. 35, pp. 27-38, 2019 (in persian).
- [26] E.P. Ryklina, S.D. Prokoshkin, A.Y Kreytsberg, Abnormally high recovery strain in Ti–Ni-based shape memory alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 577, pp. 255-258, 2013.

- [19] A. Evirgen, I. Karaman, R. Santamarta, J. Pons, R.D. Noebe, Microstructural characterization and shape memory characteristics of the Ni50.3Ti34.7Hf15 shape memory alloy, Acta Materials, Vol. 83, pp. 48-60, 2015.
- [20] H. R. Rezai Ashtiani, M. Mohammadi, Prediction of hot deformation behavior of 304 stainless steel using Johnson-Cook equation, *Iranian Journal of Manufacturing Engineering*, Vol. 8, pp. 34-43, 2022 (in Persian)
- [21]X.L. Meng, Y.D. Fu, Q.F. Li, J.X. Zhang, W. Cai, L.C. Zhao, Shape-Memory Behaviors in an Aged NiRich TiNiHf High Temperature Shape-memory Alloy. *Intermetallics*, Vol. 16, PP. 698-705, 2008.
- [22] M. Belbasi, M.T. Salehi, S.A.A Akbari Mosavi, S.M. Ebrahimi, A study on mechanical behavior and microstructure of NiTiHf shape memory alloy under