بیست و سومین کنفرانس اپتیک و فوتونیک و نهمین کنفرانس مهندسی و فناوری فوتونیک ایران
دانشگاه تربیت مدرس
۱۲-۱۴ بهمن ۱۳۹۵
23rd Iranian Conference on Optics and Photonics and 9th Conference on Photonics Engineering and Technology
Tarbiat Modares University, Tehran, Iran
January 31- February 2, 2017

تولید ذرات نیکل بر اثر فرآیند لیزرکندگی NiTi در آب

مسعود بابائی، سعید قدس، جواد ملائی

مرکز ملی علوم و فنون لیزر ایران

چکیده - فرآیند کندگی لیزری آلیاژ *NiTi* در آب مورد مطالعه قرار گرفت. آلیاژ *NiTi* متشکل از *Ni* و *Ti* با درصد اتمی یکسان در کوره‌ی خلأ قوس الکتریکی تولید شد. نمونه‌ی تولید شده تحت آزمایش *XRD* قرار گرفت که نتایج، مؤید صحت فرآیند ساخت آلیاژ *NiTi* است. قطعه‌ی *NiTi* غوطه‌ور درون بشر محتوی آب، تحت تابش لیزر پالسی کلیدزنی*Q*، *Nd:YAG* با طول موج *1064 nm* قرار گرفت. در نتیجه، محلول کلوئیدی تیره رنگ متشکل از ذرات کنده شده از سطح نمونه‌ی نایتینول بدست آمد. برای شناسایی جنس ذرات تشکیل شده در فرآیندکندگی لیزری آزمایش‌های طیف سنجی جذب اپتیکی و طیف سنجی پراش اشعه ایکس انجام شد. نتایج (طیف سنجی پراش اشعه ایکس) دلالت بر غالب بودن ذرات نیکل در محلول کلوئیدی تشکیل شده دارد. تجمع ذرات نیکل در سطح به علت اکسید شدن سطح نمونه، بیانگر اثرات حرارتی لیزر پالسی نانوثانیه است.

کلید واژه- پراش اشعه ایکس، کندگی لیزری، محلول کلوئیدی، نانوذره، نایتینول.

Nickel Particles Synthesis During Laser Ablation of NiTi in Water

Masoud Babaee, Saeed Ghods, Javad Mollai

Iranian National Center for Laser Science and Technology

Abstract- In this study, laser ablation of bulk NiTi in water was investigated. An alloy bulk of NiTi was synthesized with equal atomic percent of Ni and Ti in vaccum electric arc furnace. NiTi bulk was investigated by XRD experiment. results certificate accuracy of product process. To laser ablation, beam of Q switched Nd:YAG laser(1064nm) focused on NiTi target immersed in water. in result, black colloid solution consists of dispersed particles was obtained. To investigate ablated particles, UV-Vis absorption spectroscopy and XRD were used. results certificate dominant presence of Ni particles in colloid solution. accumulation of nickel particles in air/oxide interface of bulk NiTi is due to thermal effects of nanosecond Q switched Nd:YAG laser.

Keywords: XRD, laser ablation, colloid solution, nanoparticle, NiTi.

این مقاله به شرط در دسترس بودن در وبگاه www.opsi.ir معتبر است.

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-04]

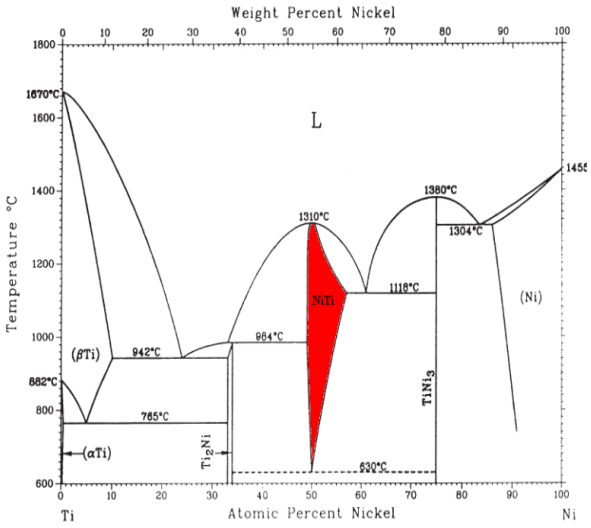
۱- مقدمه

از سال ۱۹۶۰، همزمان با ساخت اولین لیزر توسط Maiman، استفاده‌ی گسترده از آن در علوم و فنون مختلف آغاز شده است. در سال ۱۹۹۱ برای اولین بار تولید نانوذرات، تحت تابش لیزر روی هدف داخل آب توسط Yasuda Lida و همکارانش در موسسه دولتی تحقیقات صنعتی ژاپن انجام شد. دراین تحقیق ورقه‌ای از برنج و زیرکونیم داخل آب تحت تابش لیزر پالسی با کلیدزنی Q Nd:YAG(1064nm) قرار داده شد و اثر پارامترهای لیزر، ماده‌ی هدف و سیال محیط آزمایش، بر اندازه و توزیع ذرات تولید شده مورد مطالعه قرار گرفت[۱].

کندگی لیزری دارای مزایایی مانند سادگی روش آزمایش، خلوص بالای ذرات حاصل، سنتز نانوذرات با اندازه و شکل دلخواه با تغییر پارامترهای لیزر، قابلیت تولید نانوذرات از بیشتر جامدات، پایداری بالای نانوذرات سنتز شده در محلول کلوئیدی نسبت به روش‌های دیگر تولید نانوذرات می‌باشد، که موجب استقبال گسترده محققان از این روش در سال-های اخیر شده است. اگر چه تولید نانوذره با این روش بازدهی بالایی ندارد اما در حال حاضر شرکت STREM نانوذرات تولید شده با این روش را بصورت تجاری عرضه می‌کند[۲].

در این روش یک قطعه از ماده‌ی جامد هدف، تحت تابش لیزر پالسی پرتوان قرار می‌گیرد. محیط کار می‌تواند خلاء، گاز خنثی و یا مایع شفاف باشد. محیط مایع شفاف امکان کنترل بهتری روی اندازه و شکل ذرات تولید شده، می‌دهد. در اندرکنش لیزر با ماده، ابتدا جذب اپتیکی در سطح ماده اتفاق می‌افتد که این پدیده به طول موج لیزر بستگی دارد[۳]. در واقع انرژی فوتون‌های لیزر جذب الکترون‌های آزاد ماده‌ی هدف می‌شود. برای لیزر با پهنای پالس بلندتر از نانوثانیه، انرژی جذب شده توسط الکترونها به شبکه منتقل و تعادل گرمایی بین الکترون‌ها و شبکه برقرار می‌شود. دراین حالت، ماده‌ی جامد ذوب شده، و نانوذرات از سطح ذوب شده تبخیر می‌شوند. برای جامدات فلزی با هدایت حرارتی بالا کسر بیشتری از انرژی جذب‌شده بدلیل گرم شدن شبکه اتلاف می‌شود[۴].

مهمترین پارامترهای لیزر پالسی پرتوان برای فرآیند کندگی، طول موج، پهنای پالس و چگالی انرژی است. در محدوده‌ی پهنای پالس نانوثانیه، همچنان که در بالا ذکر شد، به علت طولانی بودن زمان اندرکنش لیزر- ماده نسب به ثابت زمانی جفت شدگی الکترون- فونون (زمان انتقال حرارت)، اثرات حرارتی غالب می‌شود و بیشترِ انرژی لیزر به جای کندن ذرات، صرف بالابردن حرارت و اکسیدشدن سطح می‌شود[۵].



شکل ۱. نمودار تعادلی نیکل- تیتانیوم که ناحیه مربوط به فاز NiTi ٪۵۰ اتمی در آن با رنگ قرمز مشخص شده است[۶].

آلیاژ نایتینول از ترکیب 50% اتمی نیکل و تیتانیوم ساخته می‌شود که در نمودار تعادلی شکل ۱ با رنگ قرمز مشخص شده است. این آلیاژ دارای خاصیت حافظه‌داری (هوشمندی) و آبَرکشسانی است. منظور از حافظه‌دار بودن، برگشت به شکل اولیه در اثر تغییر دما است.

در این مطالعه، برای اوَلین بار، اثر لیزر کندگی بر سطح نایتینول به عنوان یکی از پرکاربردترین آلیاژهای فلزی هوشمند مورد بررسی قرار گرفت. در ادامه، برای شناسایی ذرات تولید شده و تعیین خواص اپتیکی، آزمایش های پراش اشعه ایکس و طیف سنجی جذبی اپتیکی در ناحیه فرابنفش- مرئی انجام شد.

۲- روش تجربی

نیکل و تیتانیوم با درصد خلوص (۹۹/۹ %) تهیه شد. برای از بین بردن آلاینده‌ها، سطح نیکل و تیتانیوم توسط محلول اسیدی با ترکیب(٪۵۰ H_2O، ٪۴۰ HCl، ٪۱۰ HNO_3)

این مقاله به شرط در دسترس بودن در وبگاه www.opsi.ir معتبر است.

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-04]

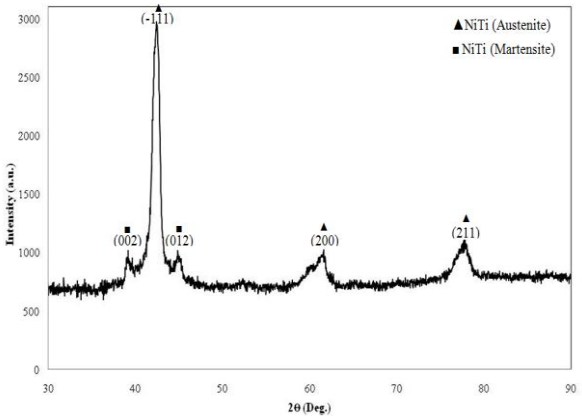
شسته شد. سپس بنابر شکل۱، نمونه‌ها با نسبت اتمی یکسان (۵۰:۵۰) و درصد وزنی(۵۵:۴۵) که طبق نمودار شکل۱، درصد وزنی نیکل ۵۵ و درصد وزنی تیتانیوم ۴۵ بایستی باشد، توزین شد. باریکی محدوده‌ی قرمز رنگ در شکل (۱) که مربوط به فاز NiTi می‌باشد، بیانگر لزوم حساسیت بالا در توزین نمونه‌ها است. لذا برای این منظور از ترازوی با دقت 10^{-5} گرم استفاده شد. برای تولید توده‌ی نایتینول، نیکل و تیتانیومِ توزین شده، داخل کوره‌ی خلأ قوس الکتریکی قرار گرفت. برای همگن‌شدن نمونه، آلیاژ چهار مرتبه در کوره‌ی خلاء قوس الکتریکی ذوب مجدد گردید و برای اطمینان از صحت فرآیند آلیاژسازی NiTi، آنالیز پراش پرتوایکس(XRD) در بازه‌ی زاویه‌ای۳۰-۹۰درجه انجام شده است پس از اطمینان از صحت فرآیند آلیاژسازی، نمونه درون کوره‌ی خلأ القایی در دمای ^0C ۱۶۰۰ ریخته-گری شد[7].

قطعه‌ی نایتینول بدست آمده داخل بشر محتوی 100 ml آب دوبار تقطیر قرار داده شد. برای فرآیندکندگی لیزری از لیزر پالسی با کلیدزنی Q، Nd:YAG (λ=1064 nm) با پهنای پالس 90 ns، انرژی پالس 9mj، نرخ تکرار f=1kHz، چگالی انرژی $0.07\ j/cm^2$ استفاده شد به طوری که پرتو لیزر توسط لنز f-θ با فاصله‌ی کانونی 160 میلی‌متر برروی هدف متمرکز شده بود. همچنین دستگاه لیزر پالسی مذکور مجهز به پیمایشگر برای روبش سطح نمونه بود. مدت زمان تابش در هر مرحله از فرآیند کندگی حدود یک ساعت انتخاب شده بود. بعد از اتمام آزمایش، محلول کلوئیدی تیره رنگ حاوی ذرات کنده شده از سطح نمونه‌ی هدف بدست آمد. به منظور جداسازی و خشک کردن ذرات حاصل از فرآیند لیزر کندگی نایتینول در آب، محلول کلوئیدی حاصل به مدت دو روز ایزوله شد تا ذرات ته‌نشین شود. ذرات بدست آمده بر روی صفحه‌ی گرمکن با دمای ^0C 80 به مدت یک ساعت قرار داده شد تا خشک شوند[8].

برای شناسایی جنس ذرات بدست آمده، آزمایش‌های طیف-سنجی جذب اپتیکی فرابنفش- مرئی و پراش اشعه ایکس انجام شده است.

۳- نتایج

شکل ۲، الگوی پراش اشعه ایکس از آلیاژ پایه را نشان می‌دهد. وجود ترکیب NiTi (نایتینول) به صورت ترکیبی از فاز مارتنزیت با شبکه‌ی کریستالی مونوکلینیک با پارامتر شبکه a=۲/۸۹ و b=۴/۱۲ و c=۴/۶۲ آنگستروم با خانواده صفحات (۰۰۲) و (۰۱۲) در زاویه‌های ۳۹ و ۴۴ درجه و آستنیت با شبکه‌ی کریستالی مکعبی ساده با پارامتر شبکه a=b=c=۳ آنگستروم با خانواده صفحات (۱۱۱-)، (۲۰۰) و (۲۱۱) در زوایای ۴۲، ۶۱ و ۷۷ درجه، بعد از فازیابی از این الگو مشخص گردید. طول موج اشعه‌ی ایکس تابش شده تحت فلز مس $۱/ ۵۴ \times ۱۰^{-۱۰}m$ است.

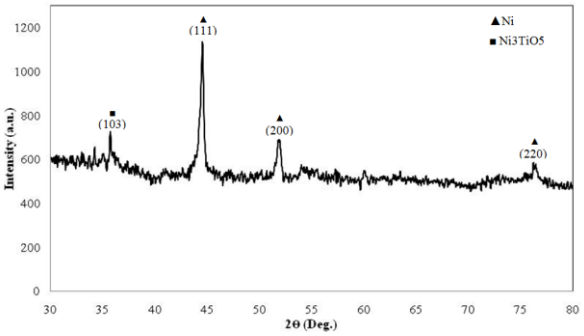


شکل۲ . الگوی پراش اشعه ایکس از آلیاژ پایه نایتینول که در آن ▲ نشان دهنده‌ی فاز آستنیت آلیاژ نایتینول و ■ بیانگر فاز مارتنزیت آلیاژ نایتینول می‌باشد.

شکل۳، الگوی پراش اشعه ایکس از ماده حاصل از کندگی آلیاژ پایه (نایتینول) را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۳ و بعد از فازیابی، وجود فاز نیکل با شبکه‌ی کریستالی مکعبی با وجوه مرکزپر با پارامتر شبکه a=b=c=۳/۵۲ آنگستروم با خانواده صفحات (۱۱۱) و (۲۰۰) و (۲۲۰) با زوایای ۴۴، ۵۲ و ۷۷ درجه و مقدار کمی از ترکیب Ni_3TiO_5 با شبکه‌ی کریستالی مکعب مستطیل با پارامتر شبکه a=b=۵/۸۹ و c=۸/۳۴ آنگستروم با خانواده صفحات (۱۰۳) با زاویه ۴۵ درجه مشخص گردید. با در دست داشتن پهنای نصف بلندترین پیک مربوط به نیکل (۰/۲۴۵) و طبق رابطه‌ی دبای- شرر، اندازه‌دانه به میزان ۳۵ نانومتر محاسبه گردید.

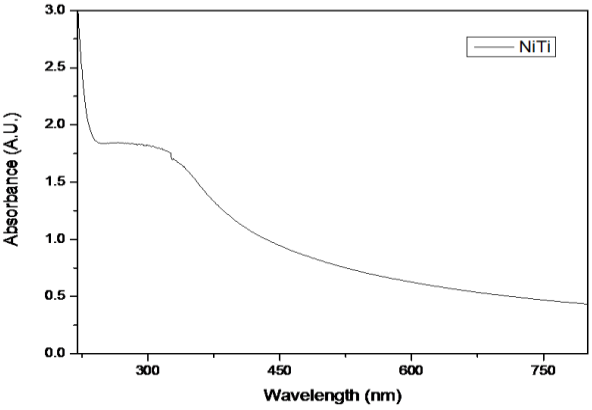
[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-04]

این مقاله به شرط در دسترس بودن در وبگاه www.opsi.ir معتبر است.



شکل ۳. الگوی پراش اشعه ایکس از ماده حاصل از کندگی آلیاژ پایه نایتینول. ▲ پراش از صفحات فاز نیکل و ■ پراش اشعه ایکس از فاز Ni3TiO5.

طیف جذب اپتیکی مرئی- فرابنفش محلول کلوئیدی ناشی از کندگی لیزری آلیاژ NiTi در آب در شکل ۴ نشان داده شده است. این طیف، جذب بالایی را در ناحیه‌ی فرابنفش نشان می‌دهد که بیانگر تولید ذرات نیکل می‌باشد.



شکل ۴، طیف جذب اپتیکی نمونه نایتینول تحت تابش لیزر پالسی.

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق، اثر لیزرکندگی بر سطح نایتینول در محیط آب توسط آنالیزهای پراش اشعه ایکس و طیف سنجی جذب اپتیکی UV-Vis بررسی شد. نتایج نشان‌دهنده‌ی تولید ذرات نیکل با اندازه‌دانه ۳۵ نانومتر در اثر تابش لیزر به توده‌ی نایتینول می‌باشد. این پدیده به علّت اثرات حرارتی ناشی از تابش لیزر پالسی با پهنای پالس بلند (۹۰ نانوثانیه) است. مهمترین تأثیر این پدیده روی ایمپلنت‌های پزشکی ساخته شده از نایتینول می‌باشد. هنگام ضدعفونی کردن ایمپلنت‌های از جنس نایتینول در دمای بالا به این اثر باید توجه جدی شود.

سپاسگزاری

این تحقیق در آزمایشگاه نانو مرکز علوم و فنون لیزر ایران انجام شده است. در اینجا از تمام همکاران خود در این آزمایشگاه تشکر و قدردانی می‌کنیم.

مراجع

[1] Yaso Lida et al. "Laser ablation in a liquid medium as a technique for solid sampling", J. Anal. At. Spectrom, 1991, 6, 541-544

[2] G. Yang. "*Laser ablation in liquids*. Published by Pan Stanford, 2012.

[3] H. Zeng et al. "Nanomaterials via laser ablation /irradiation in liquid: A review", Adv. Funct. Mater. 2012, 22, 1333-1353

[4] V. Dudoitis et al. " Generation of metal nanoparticles by laser ablation", Lithuanian Journal of Physics, 2011, Vol. 51, No. 3, 248-259

[5] N. Uppal et. al. " Micromachining characteristics of NiTi based shap memory alloy using femtosecond laser", Journal of manufacturing Science and Engineering, 2008, Vol. 130/ 031117

[6] J. L. Murray. "The Aluminium-Copper system", Int.Met.Rev. 30(J) 211-233, 1985.

[7] A. Foroozmehr et. al. " Effects of thermo-mechanical parameters on microstructure and mechanical properties of Ti-50 at.%Ni shape memory alloy produced by VAR method", Materials Science and Engineering A 535(2012) 164-169

[8] Tomi Smausz et al. "Nanoparticle generation from nitinol target using pulsed laser ablation JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering Vol. 10, No. 2, 2015.

[Downloaded from www.opsi.ir on 2026-11-04]

این مقاله به شرط در دسترس بودن در وبگاه www.opsi.ir معتبر است.