Niklování titanu pro vědecké a technické účely

P. Pokorný, P. Novák, V. Kytka

VŠCHT Praha – Ústav kovových materiálů a korozního inženýrství, Technická 5, 166 28 Praha – 6 Dejvice

Abstrakt
Cílem této práce je optimalizace podmínek galvanického niklování titanu. Niklovaný titan nalézá uplatnění jako experimentální model průběhu syntézy fáze NiTi s tvarovou pamětí metodou reaktivního slinování a rovněž pro výrobu nových kompozitních vrstev intermetalických fází s keramickou výztuží.

Klíčová slova
galvanické niklování, intermetalika NiTi, metalografie, kinetika

Úvod
Slitiny s tvarovou pamětí jsou obvykle vyráběny klasickými technologiemi tavné metalurgie, mezi které patří vakuové indukční tavení (VIM) a vakuové obloukové přetavování (VAR). První z těchto zmiňovaných procesů (VIM) však přináší problémy s kontaminací taveniny v důsledku interakce taveniny s tavicím kelímkem **[1]**, druhý (VAR) pak musí být několikanásobně opakován, aby se zvýšila homogenita produktu **[2]**. Jako alternativa se jeví výroba práškovou metalurgií s využitím reaktivní sintrace. Při tomto procesu jsou smíseny prášky niklu a titanu, směs je slisována a následně slinována při teplotě podstatně nižší, než je teplota tání **[3]**. Metoda je jednoduchá a v případě vysoce čistých kovových prášků umožňuje výrobu čistého a homogenního produktu.
Před uvedením této technologie do praxe je nutné dobře popsat mechanismus a kinetiku procesů, ke kterým dochází při reaktivní sintraci. To však není v případě jemných kovových prášků jednoduché. Navíc je nutné vzít v úvahu fakt, že v případě slitin Ni-Ti probíhají reakce mezi kovovými prášky za vyšších teplot (nad 900°C) velmi rychle. Z toho důvodu byl navržen experimentální model, na kterém by bylo možné reaktivní sintraci popsat. V tomto příspěvku je řešeno niklování titanu za účelem výroby modelových vzorků. Rovněž je představena možnost přípravy otěruvzdorných kompozitních vrstev s matricí tvořenou fázemi Ni-Ti s keramickou výztuží.

Experimentální část
Segmentované vzorky titanu byly nejprve otryskány v tryskací komoře. Jako abrazivní médium byl využit korund. Následovalo moření v kyselině chlorovodíkové (35 hm. %) při teplotě 60 °C po dobu 1 hodiny. Aparatura pro toto specifické moření byla složena z ohřívače, varné baňky a vertikálně umístěného chladiče. Jednotlivé vzorky byly umístěny do varné baňky prostřednictvím titanových drátků. Po intenzivním moření jsou jednotlivé vzorky opláchnuty a uloženy do destilované vody. Před vlastním galvanickým niklováním jsou ještě mořeny v čerstvé lázni koncentrované kyseliny chlorovodíkové (35 hm. %) při laboratorní teplotě pod dobu 15 s.

Vlastní galvanické niklování probíhalo ve Wattsově galvanické lázni (300 g/l $NiSO_4.7H2O$; 40 g/l $NiCl_2$; 40 g/l H_3BO_3). Proces probíhal při teplotě t ~ 60 °C a katodické proudové hustoty j_k = 80 – 100 $mA.cm^{-2}$, anodou v procesu byla austenitická korozivzdorná ocel. Pracovní lázeň byla po dobu celého procesu intenzivně míchána a každý

vzorek byl povlakován 10 minut. Orientační tloušťka vyloučeného povlaku byla vypočtena na základě gravimetrické analýzy (viz **Tabulka 1**). Vypočtené výsledky nezohledňují ostrohranost vzorku, jeho členitost a rozdílnost v poloze exponovaných ploch.

Tabulka 1. Orientační tloušťka povlaku jednotlivých vzorků získaných gravimetrickou analýzou

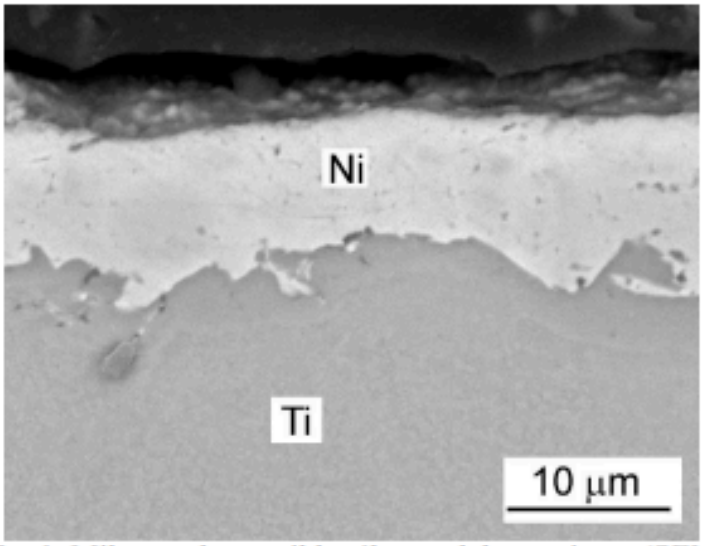
č. vzorku	Δm [g]	orientační tloušťka [μm]
1	0,0694	14,16
2	0,0681	13,87
3	0,0445	9,08
4	0,0263	5,37
5	0,0406	8,28
6	0,0390	7,96
7	0,0371	7,55
8	0,0455	9,12
9	0,0654	12,85
10	0,0421	8,53
průměr		9,67
směrodatná odchylka		2,79

V kolmém řezu byla pozorována morfologie niklového povlaku a jeho kontakt se základním materiálem. Použitelnost pro model reaktivní sintrace byla studována žíháním při teplotě 650°C. Dále byla testována příprava kompozitní vrstvy s NiTi matricí tak, že byly v průběhu niklovacího procesu přidávány částice Al_2O_3. Následně byl vzorek vyžíhán při teplotě 900°C po dobu 20 min.

Mikrostruktura vzorků byla studována na metalografických výbrusech pomocí světelného mikroskopu a rastrovacího elektronového mikroskopu TESCAN VEGA 3 LMU s EDS analyzátorem OXFORD Instruments X-max 20 mm^2. Identifikace přítomných fází byla provedena pomocí EDS analyzátoru a RTG difrakční analýzy.

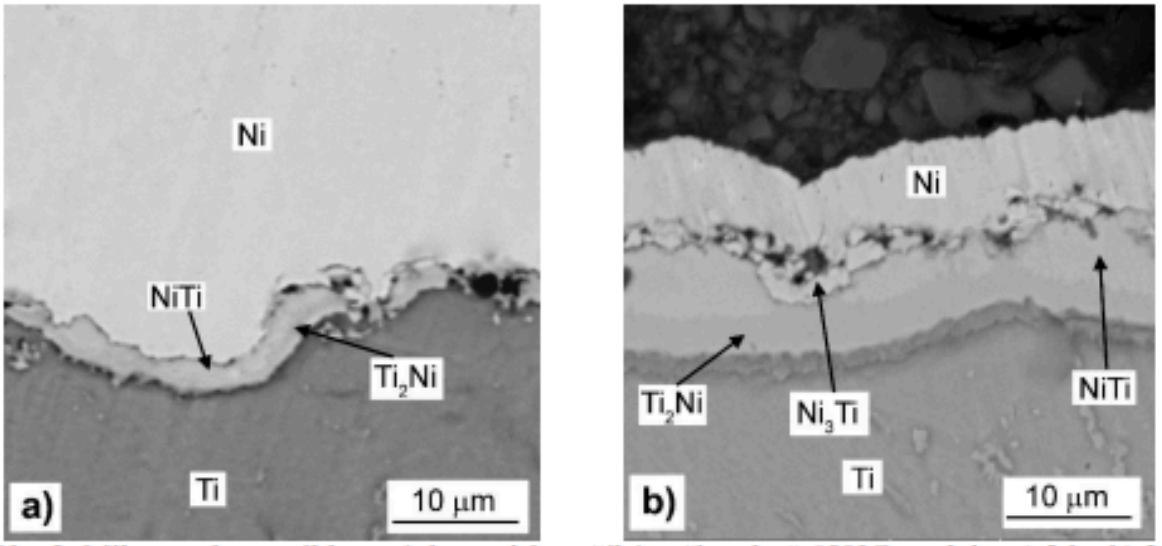
Výsledky a diskuse

Snímek mikrostruktury niklového povlaku (obr.1) ukazuje, že díky předúpravě povrchu došlo k dobrému propojení základního materiálu a povlaku. Tloušťka povlaku je poměrně rovnoměrná.



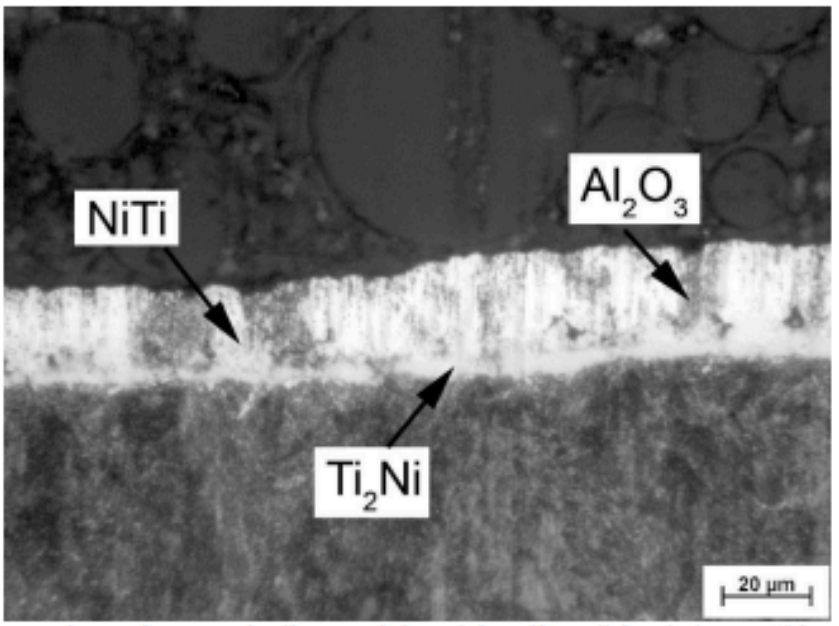
Obr.1: Mikrostruktura niklového povlaku na titanu (SEM)

Následně byla testována použitelnost niklovaných vzorků jako modelu reaktivní sintrace. Experiment, prováděné při teplotě 650°C, ukázaly postupný vznik vrstev intermetalik Ti_2Ni, NiTi a Ni_3Ti (**obr.2**). To ukazuje vhodnost použití modelu. Následně bude pomocí tohoto modelu vyhodnocována kinetika vzniku těchto Ni-Ti intermetalik při různých teplotách, což umožní lepší kontrolu procesu reaktivní sintrace.



Obr.2: Mikrostruktura niklovaných vzorků po žíhán při teplotě 650°C po dobu a) 3 h , b) 24 h (SEM)

Další testovanou aplikací byly kompozitní vrstvy. Struktura vrstev je tvořen velmi jemnými částicemi Al_2O_3 v matrici intermetalika NiTi (**obr.3**).Na rozhraní mezi fází NiTi a základním materiálem se nachází vrstva Ti_2Ni. Vlastnosti vrstev budou vyhodnocovány v následující práci.



Obr.3: Mikrostruktura kompozitního povlaku získaného niklováním s přídavkem částic a difúzním žíháním při teplotě 900°C po dobu 20 min

Závěr

Bylo úspěšně otestováno galvanické niklování titanu. Bylo ověřeno, že takto připravené vzorky je možné použít jako model procesu reaktivní sintrace. Bylo zahájeno testování přípravy kompozitních vrstev. V následující práci budou otestovány vlastnosti těchto materiálů.

Poděkování

Výzkum byl proveden za podpory Grantové agentury České republiky, projekt 14-03044S.

Literatura

[1] M.H. Elahinia, M. Hashemi, M. Tabesh, S.B. Bhaduri, Manufacturing and processing of NiTi implants: A review, Progress in Materials Science, 57 (2012) 911-946.

[2] A. Foroozmehr, A. Kermanpur, F. Ashrafizadeh, Y. Kabiri, Investigating microstructural evolution during homogenization of the equiatomic NiTi shape memory alloy produced by vacuum arc remelting, Materials Science and Engineering: A, 528 (2011) 7952-7955.

[3] P. Novák, L. Mejzlíková, A Michalcová, J. Čapek, P. Beran, D. Vojtěch, Effect of SHS conditions on microstructure of NiTi shape memory alloy, Intermetallics 42 (2013) 85-91.