

Trattamento termico di “Shape Setting” mediante tecnologia laser di una lega di NiTi a memoria di forma

C.A. Biffi¹, S. Ruella², R. Casati³, , A. Tuissi¹

¹ Consiglio Nazionale delle Ricerche CNR, Istituto per l’energetica e le Interfasi, Unità di Lecco, C.so Promessi Sposi 29, 23900 Lecco.

² Politecnico di Milano, Dipartimento di Meccanica, Via Previati 1C, 23900 Lecco

³ Politecnico di Milano, Dipartimento di Meccanica, Via La Masa 1, 20156 Milano

Corresponding author:

carlo.biffi@ieni.cnr.it

Phone: +39 0341-499181

Fax: +39 0341-499214

Abstract

I materiali a memoria di forma richiedono dei trattamenti termici, denominati trattamenti di shape setting, per conferire al materiale, sia una forma predeterminata, sia le peculiari proprietà funzionali (effetto di memoria di forma e superelasticità). La fase di shape setting prevede un trattamento termico in forno, a bassa temperatura, costringendo meccanicamente la lega SMA in forme sagomate. In questo lavoro si propone una nuova tecnica per lo shape setting di fili sottili di NiTi per attuatori, che impiega un fascio laser generato da una sorgente laser in fibra. Le prestazioni funzionali di fili sottili in NiTi a memoria di forma trattati laser sono messe in evidenza attraverso prove calorimetriche e termo-meccaniche e confrontate con quelle ottenute con un trattamento termico tradizionale. Si è dimostrato che lo “shape setting laser” di fili sottili (80 microns) offre significativi vantaggi, sia in termini di facilità del processo, che in termini di performances del materiale per lo sviluppo di attuatori SMA.

Introduzione

Le leghe a memoria di forma (Shape Memory Alloy – SMA) mostrano due distinte fasi allo stato solido, austenite e martensite, che sono stabili rispettivamente ad alta e bassa temperatura, e la trasformazione di martensitica fra queste due fasi è alla base delle peculiari proprietà esibite da questi materiali : l’effetto della moria di forma (*Shape Memory Effect* – SME) e la superelasticità (*Superelasticity Effect* – SE) [1]. Questi materiali funzionali, vengono impiegati in diversi campi industriali ed in particolare hanno consentito lo sviluppo di numerosi dispositivi innovativi per il settore biomedicale e dispositivi sensori/attuatori [2-3].

Per garantire la funzionalità dei materiali SMA, è necessario effettuare uno speciale trattamento, denominato shape setting, attraverso il quale viene stabilizzata la “forma” che il materiale assumerà a caldo e le proprietà funzionali tipiche delle leghe a memoria di forma [4]. In genere, per semilavorati di

dimensioni inferiore al mm, tale fase di processo viene effettuata mediante trattamento termico in forno a 400-500°C per alcuni minuti [5].

In questo lavoro, il trattamento termico di shape setting è stato effettuato tramite sorgente laser ad Itterbio in fibra utilizzata in modalità continua su fili commerciali di NiTi, appositamente incruditi, da 90µm di diametro. Sono state condotte misure calorimetriche e di recupero di deformazione al variare della temperatura e le caratteristiche del materiale trattato laser sono state confrontate con quelle del filo SMA sottoposto a trattamento termico convenzionale.

Materiale e metodi

In questo lavoro è stato impiegato un filo commerciale di NiTi (Flexinol LT) di diametro pari a 150µm, la cui risposta calorimetrica nella condizione definita “*as received*” è riportata in Figura 1. Dal termogramma si osserva che, a temperatura ambiente, la struttura del filo corrisponde a quella martensitica (fase M) se il filo subisce un ciclo di raffreddamento al di sotto della temperatura di -25 °C, o a una struttura mista (Martensitica/fase R) nel caso di raffreddamento da temperature superiori ai 70°C.

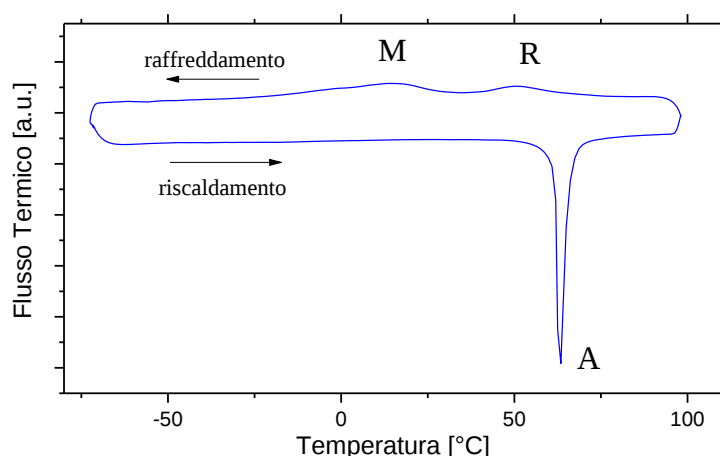


Figura 1: Analisi calorimetrica DSC su campione di filo Flexinol LT (d=150µm)

Tale filo, prima di essere sottoposto ai trattamenti termici di *laser shape setting*, è stato sottoposto a trattamento termico di solubilizzazione e quindi a trafilatura a freddo (incrudimento circa 50%) allo scopo di indurre una struttura di deformazione necessaria per promuovere le caratteristiche funzionali del materiale. Successivamente, il filo portato a circa 90 µm di diametro è stato sottoposto a decapaggio per eliminare la presenza di ossidi, che potrebbero creare problemi al processo laser.

Il sistema laser impiegato per il trattamento termico non convenzionale è costituito da una sorgente laser ad Itterbio in fibra (IPG Photonics – modello YLR-300/3000-QCW-MM-AC-Y12), che può operare distintamente nelle due modalità: continua (Potenza Massima: 300 W) e pulsata (Potenza di Picco: 3000 W) con una lunghezza d'onda $\lambda = 1070$ nm. La sorgente è caratterizzata da una fibra di trasporto di diametro del core pari a 50 µm. Il raggio laser in uscita dalla sorgente viene collimato e focalizzato sull'area di processo attraverso una testa di lavoro (Laser Mech - Fiber Mini™) con un rapporto di ingrandimento, ovvero tra la distanza di focalizzazione e la distanza di collimazione, pari a 2. La lunghezza di collimazione è di 75 mm mentre quella di focalizzazione è di 150 mm. Infine, lo spostamento relativo tra il campione (mobile) ed il fascio laser (fisso) avviene attraverso una movimentazione a due assi motorizzati x-y

(Aerotech - PRO165LM), su cui è montato il sistema tavola-portapezzo. Il processo è stato eseguito su spezzoni di filo di lunghezza pari a circa 25 mm, posizionati in modo tale che il filo fosse centrato rispetto alla posizione centrale del fascio laser. In Tabella 1 si riportano i parametri di processo utilizzati per eseguire il trattamento termico laser. Il fascio laser è stato defocalizzato per rendere più semplice il posizionamento del filo sotto il fascio laser. Non è stato utilizzato gas di assistenza, quindi il trattamento laser è stato eseguito in aria calma.

Parametro	Descrizione	Valore Numerico
P [W]	Potenza	65
v [mm/s]	Velocità di scansione	50
z ₀ [mm]	Distanza Focale	150
z [mm]	Defocalizzazione	97
d(z) [mm]	Dimetro Raggio Defocalizzato	1,33

Tabella 1: Parametri di processo per effettuare il trattamento termico laser

Per confronto, alcuni fili incruditi sono stati sottoposti ad un trattamento termico convenzionale, tipicamente proposto per fili in NiTi. Nel nostro caso, è stato eseguito un trattamento a 400 °C, per 15 minuti, in un forno a muffola, con successivo raffreddamento in aria. Il filo è stato mantenuto in posizione rettilinea da un capillare di quarzo.

I campioni sono stati caratterizzati mediante un calorimetro differenziale a scansione DSC (TA Instruments – Q 100); le scansioni sono state eseguite su campioni di filo di massa pari a circa 1-2 mg. L'intervallo di temperatura investigato è stato [-150 °C; +150 °C] con velocità di riscaldamento/raffreddamento di 10 °C/min. A seguito di tali misure, è stato possibile determinare le temperature caratteristiche di trasformazione e le corrispondenti entalpie di trasformazione.

Per la caratterizzazione della capacità di recupero della deformazione (effetto di memoria di forma), è stata utilizzata una struttura dotata di un sistema di afferraggio in grado di sostenere verticalmente il filo SMA, al quale viene quindi applicato un carico costante. Il sistema così composto è inserito in camera termostatica mediante la quale si impongono dei cicli termici di riscaldamento e raffreddamento. L'allungamento/contrazione del filo metallico è rilevato tramite un trasduttore di spostamento induttivo (*Linear Variable Displacement Transducer* – LVDT). Le prove sono state eseguite nell'intervallo di temperatura [-50 °C; +150 °C] con riscaldamento/raffreddamento pari 2 °C/min. Al filo di NiTi, appeso verticalmente alla struttura, è stato applicato un costante pari a 200 MPa.

Analisi dei risultati

Il trattamento termico mediante fascio laser è stato effettuato secondo lo schema di Figura 2. Il filo è stato messo in movimento a velocità costante pari a 50 mm/s al di sotto di un fascio laser di dimensione pari a circa 1.3 mm (vedi Figura 2a). Il filo è stato inoltre posizionato nel centro del fascio laser per sfruttare la componente maggiormente energetica, come indicato dalla distribuzione di tipo gaussiana del fascio laser, come mostrato in Figura 2b.

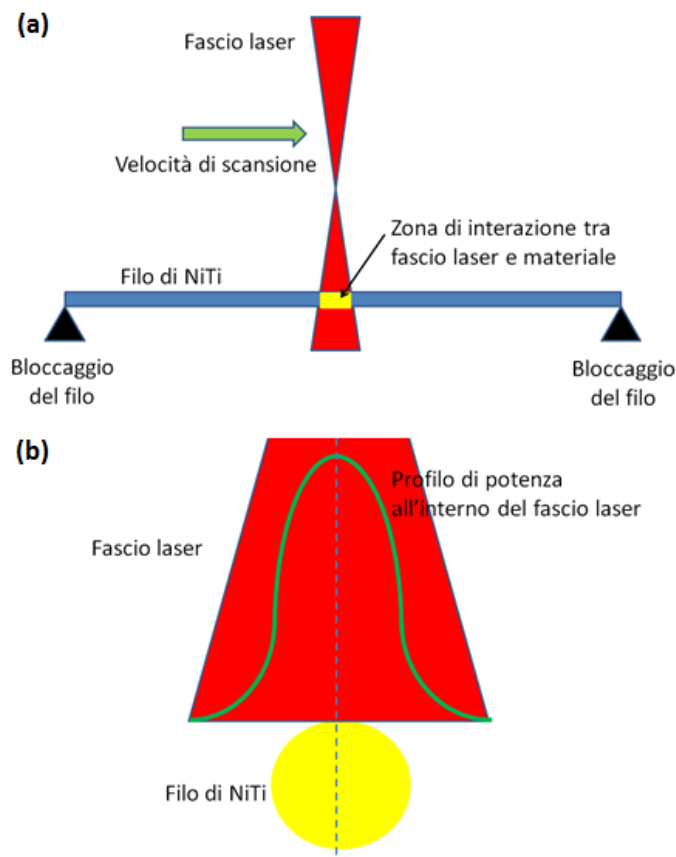


Figura 2: Schema del trattamento termico laser: vista longitudinale (a) e vista trasversale (b)

Il processo laser è stato eseguito in aria, quindi senza gas di assistenza, e non richiede alcun tipo di mezzo di raffreddamento, in quanto è il materiale stesso, adiacente alla porzione interessata dal fascio laser, si comporta come pozzo di calore. Inoltre, è possibile considerare immediata la conduzione di calore nella sezione trasversale del filo, una volta che la sua superficie superiore sia stata irradiata dal fascio laser. Questa ipotesi è ragionevole nel caso di diametri contenuti dei fili, come in questo caso.

La risposta calorimetrica del filo a seguito del trattamento termico laser è mostrata in Figura 3a. Il trattamento laser è stato in grado di indurre la trasformazione martensitica, con doppio picco in raffreddamento e singola trasformazione durante la fase di riscaldamento. Come termine di confronto, in Figura 3b si mostra il DSC del filo trattato convenzionalmente in forno, partendo dalla medesima condizione iniziale del filo incrudito. Si osservano delle differenze sulla morfologia dei picchi di trasformazione,

chiaramente dovuti a cicli termici differenti. In particolare, la differenza principale potrebbe essere legata alla temperatura del trattamento termico laser, non direttamente controllabile, e alla durata del trattamento termico. Infatti, il trattamento termico laser è durato circa 0.5 s mentre il trattamento convenzionale 15 min.

In realtà, la risposta DSC del filo trattato laser è molto più simile a quella mostrata in Figura 1, corrispondente a quella del filo commerciale, che è stato sottoposto ad un processo di shape setting ottimizzato per applicazioni da attuazione.

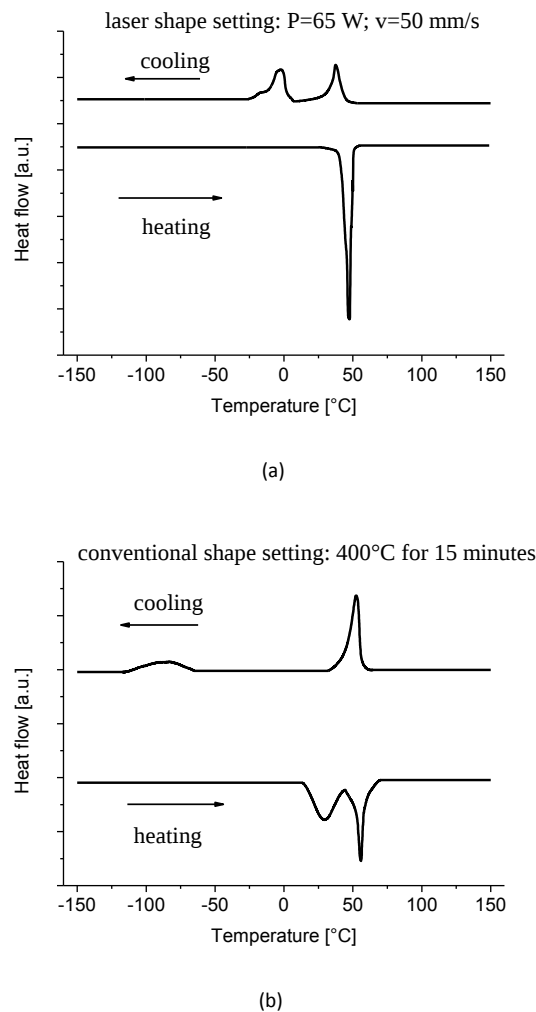
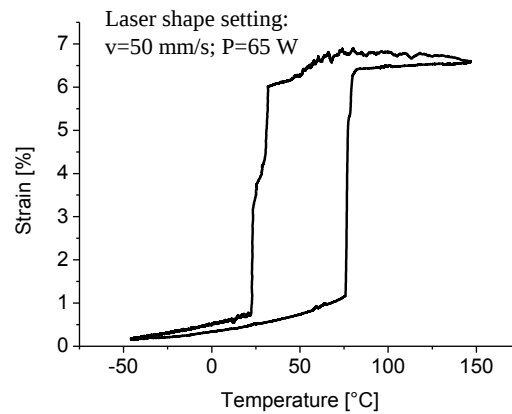


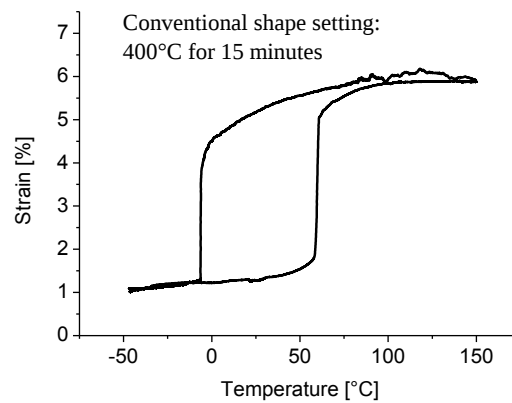
Figura 3: DSC del filo trattato laser (a) ed in modo convenzionale in forno (b)

La risposta funzionale dei fili, trattati nelle due modalità descritte, è mostrata in Figura 4. Si osserva come le prove di recupero di deformazione, eseguite a carico costante e corrispondente ad una sollecitazione pari a 200 MPa, propongano differenze significative. Il filo trattato laser è in grado di offrire una deformazione completamente recuperabile di circa 6.5% mentre il filo trattato convenzionalmente ha recuperato una deformazione di circa 5%.

Altro aspetto importante in previsione dell'impiego di tali fili è l'isteresi termica; il trattamento laser ha portato ad ottenere un valore di isteresi termica inferiore rispetto a quella ottenuta a seguito del trattamento convenzionale.



(a)



(b)

Figura 4: Prova funzionale di recupero di deformazione del filo trattato laser (a) ed in modo convenzionale in forno (b)

Conclusioni

In questo lavoro sono state mostrate le potenzialità del trattamento termico laser come metodo alternativo per effettuare lo shape setting di fili sottili a memoria di forma di NiTi. Il processo laser risulta essere estremamente più veloce, rispetto al trattamento convenzionale effettuato in forno. L'analisi calorimetrica ha mostrato come il fascio laser possa trasferire energia in modo efficace al materiale per indurre la trasformazione di fase. Dal punto di vista funzionale, è stato osservato che l'effetto a memoria di forma sia analogo o addirittura superiore a quello ottenibile tramite trattamento convenzionale, partendo dalla medesima condizione iniziale del filo.

Sono in corso attività orientate a individuare le correlazioni fra microstruttura, ottenuta attraverso processo di shape setting laser, e proprietà funzionali dei fili di NiTi.

Ringraziamenti

Gli autori desiderano ringraziare il Sig. Marco Pini del CNR IENi di Lecco per il supporto tecnico.

Bibliografia

1. *Shape Memory Materials* (Cambridge University Press, USA, 1998).
2. D.E. Hodgson, SMST-2000 Conference Proceedings, 11-24 (2001).
3. R. Casati, C.A. Biffi, M. Vedani, A. Tuissi, *Functional Materials Letters*, 7-5, 1450063 (2014).
4. A.R. Pelton, J. DiCello, and S. Miyazaki, Processing and Properties of medical grade Nitinol wire, *SMST-2000 Conference Proceedings*, 361-374 (2001).
5. C. P. Frick, A. M. Ortega, J. Tyber, A.El.M. Maksoundb, H. J. Maier, Y. Liu , K. Gall, *Materials Science and Engineering A* 405, 34–49 (2005).