مجله مهندسی مکانیک مدرس، تیر 1396، دوره 17، شماره 4، ص‌ص 52-60

ماهنامه علمی پژوهشی

مهندسی مکانیک مدرس

mme.modares.ac.ir

بررسی تجربی اثر دما در اکستروژن تیتانیم خالص نانو ساختار تولیدشده به روش ایکپ

محمد افتخاری[1]، قادر فرجی[2*]، امید شاپورگان[3]، مجید بنی‌اسدی[4]

1- دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
3- دانش آموخته کارشناسی‌ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
4- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
* تهران، صندوق‌پستی 515-14395، ghfaraji@ut.ac.ir

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل
دریافت: 08 بهمن 1395
پذیرش: 26 بهمن 1395
ارائه در سایت: 14 فروردین 1396

کلید واژگان:
تغییر شکل پلاستیک شدید
ایکپ
اکستروژن
تیتانیم
خواص مکانیکی
دما

چکیده

امروزه پژوهشگران زیادی به روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید برای افزایش خواص فیزیکی و مکانیکی ماده ضمن دست‌یابی به ساختار فوق ریزدانه پرداخته‌اند. روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید با اعمال کرنش زیاد به ماده ضمن حفظ ابعاد اولیه قطعه سبب تولید مواد فوق ریزدانه و نانوساختار می‌شوند. فرآیند فشار در کانال زاویه‌دار مساوی (ایکپ) یکی از روش‌های بسیار موفقیت‌آمیز برای کاربردهای صنعتی است. در روش ایکپ، در استفاده از میله‌های نازک با طول زیاد محدودیت وجود دارد. در پژوهش حاضر ترکیب فرآیند اکستروژن و ایکپ بر تیتانیم خالص (گرید 2) مورد مطالعه قرار گرفت. تیتانیم با توجه به نسبت استحکام به وزن بالایی که دارد به‌وفور در هوافضا و سایر صنایع کاربرد دارد. استفاده از فرایند ترکیبی سبب تولید میله‌های فوق ریزدانه با طول بلند و قطر کم می‌شود. هدف اصلی در این پژوهش بررسی اثر دما در فرایند اکستروژن بر نمونه‌های تیتانیومی فوق ریزدانه است. میله‌های تیتانیومی ابتدا 4 پاس در دمای 400 درجه سانتی‌گراد تحت فرایند ایکپ قرار گرفته و سپس در پنج دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد تحت فرایند اکستروژن قرار گرفتند. نتایج نشان داد انجام فرایند اکستروژن در دمای 300 درجه سانتی‌گراد سبب دست‌یابی به بهترین خواص مکانیکی شد. خواص مکانیکی حاصل، معادل خواص مکانیکی تیتانیوم گرید 5 به‌دست آمد که ماده گران‌تری نسبت به تیتانیوم خالص است و دارای معایبی جهت استفاده در کاربردهای پزشکی است. بهبود خواص مکانیکی شامل استحکام و سختی بود، همچنین ریزساختار بسیار همگن و نانو ساختار با اندازه دانه‌های از 80-200 نانو متر به‌دست آمد.

Experimental investigation of the effect of temperature in extrusion process of ECAPed nanostructured Titanium

Mohammad Eftekhari[1], Ghader Faraji[1*], Omid Shapoorgan[1], Majid Baniassadi[1]

1- Department of Mechanical Engineering, Tehran University, Tehran, Iran.
* P.O.B. 14395-515 Tehran, Iran, ghfaraji@ut.ac.ir

ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper
Received 27 January 2017
Accepted 14 February 2017
Available Online 03 April 2017

Keywords:
SPD
ECAP
Extrusion
Titanium
Mechanical properties
Temperature

ABSTRACT

Today, many researchers focus on proposing severe plastic deformation (SPD) methods due to the superior mechanical and physical properties of achieved ultra-fine grain material. In all SPD methods a large strain is implied without any substantial dimensional change of work piece to generate UFG and even nanograin (NG) materials. Equal Channel Angular Pressing (ECAP) is one of the most successful techniques for industrial applications. Using a long and thin rod is limited in ECAP process .In the present study, a combined process composed of ECAP and Extrusion processes is used on Titanium grade 2. Titanium is extensively used in aviation and other industries because of its high strength to weight value. Using the combined process leads to production of long length and thin nanostructured rod. The main goal of this process is evaluation of the temperature in Extrusion process on nanostructures Titanium rods. At first, Titanium rods were processed for 4 passes by ECAP process at 400°C and then they were processed by Extrusion process at 5 different temperatures including 300, 350, 400, 450 and 500°C. The result showed that the best mechanical properties achieved for the specimen were extruded at 300°C. Strength and hardness were severely improved. Also, the microstructure was very homogenous and refined. The mechanical properties of titanium grade 2 after combined process were equivalent to titanium grade 5 which is used in medical applications and is expensive.

1- مقدمه

امروزه تیتانیم خالص تجاری، کاربرد فراوانی در محیط‌های با قدرت خورندگی زیاد و مصارف بایو (نظیر ایمپلنت‌ها) دارد. استحکام مکانیکی پایین تیتانیم خالص تجاری، یکی از موانع اصلی در استفاده رایج از آن‌هاست و این مسئله سبب شده تا از آلیاژهای تیتانیم که اغلب دارای عناصر مضر (مانند آلومینیوم و وانادیوم) از نظر بایویی برای سلامت انسان است به‌جای خود تیتانیم خالص استفاده شود. با بهبود ریزساختار می‌توان خواص مکانیکی تیتانیم خالص تجاری را تا حد قابل استفاده‌ای افزایش داد. بهبود ریزساختار معمولاً با انجام

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

M. Eftekhari, Gh. Faraji, O. Shapoorgan, M. Baniassadi, Experimental investigation of the effect of temperature in extrusion process of ECAPed nanostructured Titanium, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, No. 4, pp. 52-60, 2017 (in Persian)

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]

[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

روش‌هایی موسوم به روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید[1] حاصل می‌شود [1]. روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید یکی از روش‌های تولید مواد فوق ریزدانه و نانوساختار است که در آن‌ها کرنش‌های شدیدی به ماده اعمال می‌شود و ریزساختار و خواص مکانیکی ماده بهبود قابل توجهی پیدا می‌کند [2]. برخی از روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید که امروزه کاربرد زیادی دارند عبارت است از: روش فشار در کانال زاویه‌دار مساوی[2] [3]، روش فشار در کانال زاویه‌دار لوله‌ای[3] [4]، پیچش فشار بالا[4] [5]، نورد اتصال تجمعی[5] [6]، کنگره‌ای و صاف کردن متناوب[6] [7] و انبساط و روزنرانی متناوب[7] [8]. فرآیند فشار در کانال زاویه‌دار مساوی یا ایکپ یکی از روش‌های متداول تغییر شکل پلاستیک شدید که ضمن سادگی فرآیند دارای قابلیت صنعتی‌سازی نیز است. این روش برای نخستین بار توسط سیگال و همکاران در دهه 1970 و در کشور روسیه استفاده شد [9]. نمای شماتیک فرآیند ایکپ در شکل 1 مشهود است. قطعه تحت فشار سنبه با عبور از گوشه (قسمت زانویی شکل) کانال زاویه‌دار با مقاطع مساوی تحت تغییر شکل برشی شدید قرار می‌گیرد و ریزدانه می‌شود، سپس از کانال خروجی با همان قطر اولیه که وارد قالب ایکپ شده بیرون می‌آید. هنگامی‌که نمونه تحت فشار خارجی سنبه از کانال زاویه‌دار عبور داده می‌شود کرنش کلی فرآیند از رابطه (1) محاسبه می‌شود که پارامترهای آن در شکل 1 مشخص شده‌اند و N تعداد پاس یا دفعات انجام فرآیند ایکپ است [10].

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}}\left[2\cot\left(\frac{\phi}{2}+\frac{\Psi}{2}\right)+\Psi\operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2}+\frac{\Psi}{2}\right)\right] \quad (1)$$

تلفیق فرآیند ایکپ با یکی از روش‌های شکل‌دهی مانند اکستروژن، نورد و فورج برای بهبود بیشتر خواص مکانیکی و ریزساختاری تیتانیم خالص تجاری در برخی از پژوهش‌های پیشین مورد مطالعه قرار گرفته است؛ ولادمیر و همکاران [11] با انجام ایکپ بر تیتانیم خالص تجاری در 8 پاس در قالب ایکپ 90 درجه و در دمای 450 درجه سانتی‌گراد و سپس با انجام اکستروژن سرد (کاهش سطح مقطع تجمعی معادل با 75%) فقط و فقط بر نمونه 8 پاس ایکپ شده تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب از 380 و 460 مگاپاسکال به 970 و 1050 مگاپاسکال افزایش دادند. در پژوهشی دیگر دانگ و همکاران [12] اندازه دانه را پس از انجام فرآیند ایکپ بر تیتانیم خالص تجاری در 5 پاس و در دمای 450 درجه سانتی‌گراد از 41.6 میکرومتر به 0.96 میکرومتر رساندند؛ سپس با انجام اکستروژن سرد در دمای اتاق (کاهش سطح مقطع معادل با 25.5%) فقط و فقط بر نمونه 5 پاس ایکپ شده استحکام تسلیم را از 202 به 708 مگاپاسکال و استحکام نهایی را از 292 به 791 مگاپاسکال رساندند.

راب و همکاران [13] با مطالعه تأثیر فرایند ایکپ (با استفاده از قالب 120 درجه) بر خواص تیتانیم خالص تجاری به این نتیجه رسیدند که کاهش دما سبب افزایش فشار هیدرواستاتیک در ناحیه تغییر شکل و متعاقباً کاهش اندازه دانه‌ها می‌شود. آن‌ها مشاهده کردند که با رساندن دمای ایکپ از 300 به 200 درجه سانتی‌گراد فشار هیدرواستاتیک از 510 به 640 مگاپاسکال و اندازه دانه از 0.25 به 0.21 میکرومتر رسید. سمیتین و همکاران [14] مشاهده کردند که تیتانیم خالص گرید 2 در قالب ایکپ 90 درجه و در دمای 25 درجه

[1] Sever Plastic Deformation (SPD)
[2] Equal Channel Angular Pressing (ECAP)
[3] Tube Channel Angular Pressing (TCAP)
[4] High Pressure Torsion (HPT)
[5] Accumulative Roll Bonding (ARB)
[6] Repetitive Corrugation and Straightening (RCS)
[7] Cyclic Expansion Extrusion (CEE)

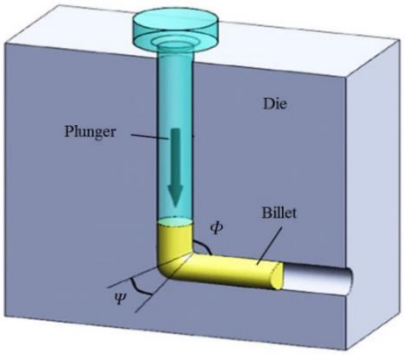

Fig. 1 Schematic illustration of the ECAP facility showing the angles Φ and Ψ

شکل 1 نمای شماتیک از فرآیند ایکپ و زوایای Φ و Ψ

سانتی‌گراد در تمام نرخ کرنش‌ها دچار شکست شد. پژوهش‌های دیگری مانند [16,15] گویای آن بود که انجام فرآیند ایکپ در دمای بالا مانند 450 درجه سانتی‌گراد و در قالب ایکپ 90 درجه توانایی ایجاد ساختار فوق ریزدانه بر تیتانیم خالص تجاری را دارد. لو و همکاران [17] با مطالعه انجام فرآیند ایکپ تیتانیم خالص تجاری در چند دمای مختلف مشاهده کردند که افزایش دمای انجام ایکپ به افزایش اندازه دانه‌ها و کاهش استحکام منجر شد. در مواد با درصد ازدیاد طول کم گزینه دیگری که به‌جای افزایش دمای ایکپ یا ازدیاد زاویه قالب وجود دارد استفاده از فشار پشتی[8] است که با افزایش فشار هیدرواستاتیک موجب بهبود خواص مکانیکی قطعه می‌شود [18]. سان و همکاران [19] تأثیر سه نوع مختلف فشار پشتی متداول در فرآیند ایکپ در دمای 450 درجه سانتی‌گراد را بر خواص تیتانیم خالص ارزیابی کردند. زائو و همکاران [20] موفق شدند تا تیتانیم خالص گرید 1 را در دمای اتاق و در قالب ایکپ 120 درجه در 8 پاس ایکپ کنند و اندازه دانه نمونه را از 23 میکرومتر به 200 نانومتر و مقدار تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب از 275 و 407 مگاپاسکال به 710 و 790 مگاپاسکال برسانند. زائو و همکاران [21] توانستند با موفقیت تیتانیم خالص تجاری گرید 1 را در دمای اتاق، ولی این بار در قالب 90 درجه و در 4 پاس ایکپ کنند و اندازه دانه را از 25 میکرومتر به 150 نانومتر و مقدار استحکام نهایی را از 485 به 765 مگاپاسکال برسانند. جاگر و همکاران [22] موفق شدند تیتانیم خالص تجاری گرید 2 را در 4 پاس در دمای اتاق در قالب ایکپ 90 درجه و با اعمال فشار پشتی بالا در حین انجام فرآیند ایکپ کنند و اندازه دانه را به 150 نانومتر برسانند.

برخی از محققین به مطالعه تأثیر انجام خود فرآیند اکستروژن روی خواص مکانیکی تیتانیم خالص تجاری 2 پرداخته‌اند؛ پاچلا و همکاران [23] تیتانیم خالص گرید 2 را با اعمال کرنش واقعی 5.47 در 20 پاس و با کاهش سطح مقطع میانگین 36.2%، در 7 پاس اول و 15.6%، در 13 پاس بعدی در دمای اتاق، اکستروژن هیدرواستاتیک کردند و توانستند اندازه دانه را از 33 میکرومتر به 47 نانومتر و استحکام نهایی را از 546 به 1320 مگاپاسکال برسانند. توپولسکی و همکاران [24] تیتانیم خالص گرید 2 را با اعمال کرنش کل 3.9 در 10 پاس و با کاهش سطح مقطع کل 51.02%، در دمای اتاق، اکستروژن هیدرواستاتیک کردند و توانستند اندازه دانه را به 62 نانومتر و استحکام نهایی را از 480 به 1144 مگاپاسکال و تنش تسلیم را از 360 به 1030 مگاپاسکال برسانند. توپولسکی به این نتیجه رسید اندازه نانوساختار به‌وجود آمده در تیتانیم خالص با افزایش اندازه بیلت بیشتر می‌شود البته به شرط آن‌که کرنش کل (تجمعی) مناسبی اعمال شود.

[8] Back Pressure

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

در پژوهش حاضر برای نخستین بار از اکستروژن گرم پس از انجام فرآیند ایکپ استفاده شده که مزیت آن نسبت به اکستروژن سرد استفاده از نیروی کمتر برای تغییر شکل و جلوگیری از افت شدید درصد ازدیاد طول است. در پژوهش پیشین [25] به تأثیر انجام اکستروژن تنها در دمای 400 درجه سانتی‌گراد پس از انجام هر پاس ایکپ پرداخته شد و بهترین خواص مکانیکی برای قطعه 4 پاس ایکپ و سپس اکستروژن‌شده به‌دست آمد. در پژوهش حاضر فرآیند ایکپ در دمای 400 درجه سانتی‌گراد بر تیتانیم خالص تجاری گرید 2 انجام شد، سپس برای نخستین بار فرآیند اکستروژن گرم (با کاهش سطح مقطع 75% یا رساندن قطر مقطع به نصف) در پنج دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد بر نمونه 4 پاس ایکپ شده برای بررسی تأثیر دمای اکستروژن گرم انجام شد. درنهایت با انجام آزمون‌های تجربی (شامل آزمون‌های کشش، میکروسختی‌سنجی، میکروسکوپ نوری و اس‌ای‌ام) میزان تغییر خواص مکانیکی و ریزساختاری نمونه‌ها به‌دست آمد و با نتایج پژوهش‌های دیگر و خواص تیتانیم گرید 5 (در مصارف پزشکی کاربرد داشته و گران‌قیمت است) مقایسه شد. یکی از علل انجام فرآیند اکستروژن پس از ایکپ علاوه‌بر حصول به خواص مکانیکی بالاتر این است که چون در قالب‌های ایکپ محدودیت استفاده از بیلت‌های با قطر کم و طول زیاد (مانند پژوهش کنونی که هدف تولید بیلت‌های نانوساختار به قطر 5 میلی‌متر و طول زیاد بود) به دلیل کمانش و شکست سنبه وجود دارد و امکان تولید پیوسته فراهم نیست؛ بنابراین ابتدا یک قطعه با قطر بزرگ‌تر از مقدار نامی را ایکپ می‌کنند و سپس با اکستروژن قطر آن را به اندازه نامی می‌رسانند که در جریان این فرآیند طول قطعه افزایش و قطر آن کاهش می‌یابد و به این طریق دیگر نیازی به وارد کردن این طول بلند و قطر کم در قالب ایکپ نیست.

2- آزمون‌های تجربی

2-1- فشار در کانال زاویه‌دار مساوی (ایکپ) و اکستروژن

در این بررسی بیلت‌هایی از جنس تیتانیم خالص تجاری گرید 2 با قطر 10 میلی‌متر و طول 70 میلی‌متر جهت انجام فرآیند ترکیبی آماده شد. تصویر قالب ایکپ استفاده‌شده در شکل 2 مشهود و بنا به شکل 1، اندازه پارامترهای قالب Φ=90° و Ψ=0° است. از آن‌جاکه برای پارامترهای قالب به کار رفته در این پژوهش بنا به مراجعی مانند [21] کمترین دمای گزارش شده برای ایکپ تیتانیم خالص گرید 2 در مطالعات پیشین، دمای حوالی 450-350 درجه سانتی‌گراد بود؛ بنابراین دمای حد وسط این بازه یعنی 400 درجه سانتی‌گراد برای انجام ایکپ انتخاب شد، زیرا از سویی در پایین‌تر از این دما خطر افزایش نیرو و متعاقباً کمانش سنبه و یا احتمال ترک خوردن قطعه وجود داشت و در دماهای بالاتر از آن هم وقوع درشت‌دانگی و افت استحکام محتمل بود. برای کاهش اصطکاک بین بیلت و دیواره قالب از روان‌کار مولیبدن‌دی‌سولفید[1] استفاده شد [26]. ابتدا 4 نمونه آزمایشگاهی از جنس مورد مطالعه در 1، 2، 4 و 6 پاس، در دمای 400 درجه سانتی‌گراد و با سرعت پرس 10 میلی‌متر بر دقیقه ایکپ شدند. مشاهده شد که قطعه 4 پاس ایکپ شده دارای بهترین خواص مکانیکی است؛ بنابراین این نمونه برای بررسی اثر دمای اکستروژن گرم انتخاب شد. در ادامه کار بر نمونه 4 پاس ایکپ شده اکستروژن گرم در 5 دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد (جهت بررسی اثر دما) با اعمال کاهش سطح مقطع 75% (رساندن قطر به نصف) در تنها یک مرحله انجام گرفت. تصویر قالب اکستروژن مورد استفاده در شکل 3 مشهود است.

[1] MoS_2

Fig. 2 Internal view of the used ECAP die

شکل 2 نمای داخلی قالب ایکپ مورد استفاده

2-2- آزمون کشش

در این پژوهش 4 نمونه آزمون کشش از قطعات ایکپ شده در 1، 2، 4 و 6 پاس در دمای 400 درجه سانتی‌گراد استخراج و 5 نمونه آزمون کششِ دیگر نیز از قطعات 4 پاس ایکپ و سپس اکستروژن شده در دماهای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد استخراج شد. در آزمون کشش برای اندازه‌گیری خواص مکانیکی در جهت طولی از نمونه‌های دمبلی مشهود در شکل 4 و دستگاه آزمون کشش سنتام[2] و نرخ کرنش $0.001\ s^{-1}$ استفاده شد.

2-3- سختی‌سنجی

نمونه‌های مناسب برای آزمون میکرو سختی‌سنجی از بیلت‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده در 5 دمای مورد بررسی برای اندازه‌گیری مقدار سختی جدا

Fig. 3 Schematic illustration of the used extrusion die

شکل 3 نمای شماتیک از قالب اکستروژن استفاده‌شده

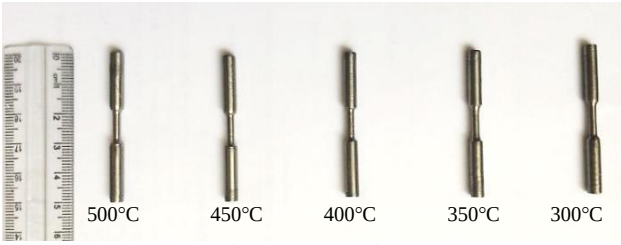

Fig. 4 Prepared samples for tension test from extruded specimens at certain temperatures

شکل 4 نمونه‌های تهیه‌شده برای آزمون کشش از قطعات اکستروژن‌شده در دماهای مشخص

[2] SANTAM

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

شد و سختی‌سنجی بعد از آماده‌سازی سطح نمونه‌ها و مانت کردن با استفاده از دستگاه میکروسختی‌سنجی ویکرز انجام گرفت. در این آزمون برای اعمال اثر سنجه نیروی 200 گرم در زمان 10 ثانیه اعمال شد. تصویر دستگاه میکروسختی‌سنجی ویکرز مورد استفاده در شکل 5 مشهود است.

2-4- متالوگرافی نوری

برای مشاهده میزان تغییرات ریزساختاری بعد از انجام فرآیند نمونه‌های 4 پاس ایکپ و سپس اکستروژن شده در 5 دمای مورد مطالعه پس از آنیل کردن مقطع زده شدند و بعد از انجام آماده‌سازی (سنباده‌زنی، پولیش و حکاکی) با استفاده از میکروسکوپ نوری مورد ارزیابی قرار گرفتند. نمونه‌ها عمود بر امتداد اکستروژن مقطع زده شدند. عملیات سنباده‌زنی با استفاده از کاغذهای سیلیسیم کار باید انجام شود. نمونه‌ها با انجام پولیش مکانیکی و استفاده از محلول آلومینا آماده‌سازی شدند. برای آشکارسازی سطح نمونه‌ها از محلول با ترکیب شیمیایی مندرج در جدول 1 استفاده شد [27]. در نهایت تصاویر ریزساختار با استفاده از میکروسکوپ نوری مجهز به دوربین دیجیتال به‌دست آمد. در ادامه کار با هدف بررسی بیشتر تغییرات ریزساختاری از تصاویر به‌دست‌آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی یا اس‌ای‌ام[1] استفاده شد. در این مرحله از دستگاه هیتاچیس[2] (شکل 6) با دقت 5 نانومتر و ماکزیمم ولتاژ 30 کیلوولت استفاده شد.

3- نتایج و بحث

3-1- خواص مکانیکی به‌دست‌آمده از آزمون کشش

در شکل 7 نمودارهای به‌دست‌آمده پس از انجام آزمون کشش بر نمونه‌های ایکپ شده با تعداد پاس معین در دمای 400 درجه سانتی‌گراد آورده شده است. خواص مکانیکی استخراج شده از شکل 7 در جدول 2 درج گردیده است. به‌محض انجام فرآیند ایکپ بر نمونه بنا به تصاویر ریزساختاری تهیه شده که در بخش 3-3 آورده شده است قطعه ریزدانه می‌شود. بنا به معادله معروف (2) که معادله هال‌پچ[3] نام دارد، هر چه دانه‌ها ریزتر شود استحکام

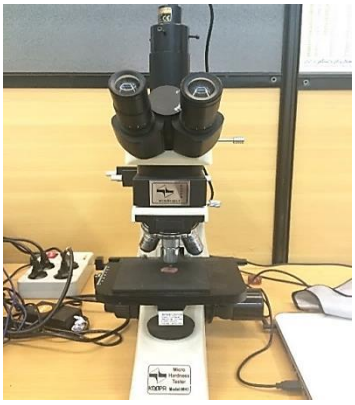

Fig. 5 Used device for measuring Vickers microhardness number

شکل 5 دستگاه میکروسختی‌سنجی ویکرز مورد استفاده

جدول 1 مشخصات محلول اچ مورد استفاده

Table 1 Specifications of the used etching solution

ماده شیمیایی	HNO_3	HF	H_2O
مقدار (درصد)	10	2	88

[1] SEM
[2] Hitachis
[3] Hall-Petch relation

Fig. 6 Used SEM devices

شکل 6 دستگاه SEM استفاده شده

بیشتر می‌گردد [28]. در شکل 7 نیز مشهود است که استحکام تسلیم و نهایی با افزایش تعداد پاس‌های ایکپ و ریز شدن بیشتر دانه‌ها افزایش پیدا می‌یابد.

در رابطه (2)، d اندازه میانگین دانه‌ها، σ_y استحکام تسلیم، σ_0 و K ثابت‌های مربوط به ماده هستند.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \qquad (2)$$

تحقیقات نشان داده است که در اندازه دانه‌های کوچک‌تر از حدود 20 نانومتر پیش‌بینی هال‌پچ دیگر صادق نیست و استحکام با ریزتر شدن دانه‌ها کاهش

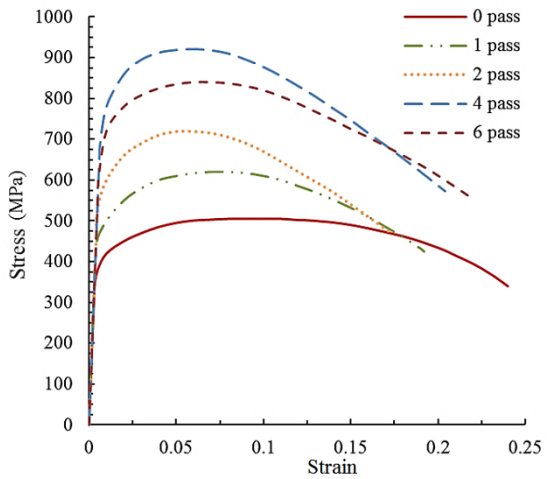

Fig. 7 Stress-Strain curve for ECAP performed samples with specific number of pass at 400 °C

شکل 7 نمودار تنش- کرنش برای قطعات ایکپ‌شده با تعداد پاس معین در دمای 400 درجه سانتی‌گراد

جدول 2 خواص مکانیکی به‌دست آمده از شکل 7

Table 2 Obtained mechanical properties from figure. 7

نام نمونه	تنش تسلیم (MPa)	تنش نهایی (MPa)	درصد ازدیاد طول (%)
0 پاس ایکپ (حالت اولیه)	341	505	24
1 پاس ایکپ	440	620	19.2
2 پاس ایکپ	528	719	17.3
4 پاس ایکپ	682	921	20.4
6 پاس ایکپ	605	840	22

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

پیدا می‌کند [29]. در بیشتر روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید، اندازه دانه‌ها بزرگ‌تر از 20 نانومتر به‌دست می‌آید؛ بنابراین رابطه هال‌پچ برای این موارد قابل استناد است. با انجام تغییر شکل پلاستیک شدید، همراه با کاهش اندازه دانه‌ها، اتم‌های محلول، در مرز دانه‌ها تجمع می‌یابند و استحکام ماده را افزایش می‌دهند؛ زیرا این اتم‌ها با ایجاد موانع در برابر حرکت نابه‌جایی‌ها سبب افزایش استحکام می‌شوند. کرنش سختی[1] عامل دیگر افزایش استحکام در مواد فوق ریزدانه است. چگالی نابه‌جایی‌ها، جاهای خالی و مرزدانه‌های جدید با انجام تغییر شکل پلاستیک شدید افزایش خواهد یافت. تکثیر این عیوب در ماده به افزایش تنش سیلان منجر خواهد شد. فشار هیدرواستاتیک موجود در روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید اثر مهمی در افزایش استحکام مواد فوق ریزدانه دارد، زیرا تمرکز جاهای خالی در حین تغییر شکل پلاستیک با وجود فشار هیدرواستاتیک افزایش پیدا می‌کند و نفوذ نابه‌جایی‌ها در جاهای خالی به‌سختی انجام می‌گیرد و فرآیند حذف نابه‌جایی‌ها کند می‌شود. سرانجام نرخ کرنش سختی با کندشدن فرآیند حذف نابه‌جایی‌ها افزایش می‌یابد [30].

استحکام به محض انجام فرآیند ایکپ بر نمونه‌ها بنا به دلایل یادشده پیشین و نیز با توجه به شکل 7 دچار افزایش و درصد ازدیاد طول دچار کاهش شد. تغییر شکل برشی خالص در قطعه پس از انجام پاس اول ایکپ رخ می‌دهد و دانه‌ها در امتداد طولی کشیده‌تر می‌شوند و دانه‌هایی با مرزدانه‌های دارای زاویه کم به‌وجود می‌آیند که موجب کاهش درصد ازدیاد طول می‌شود [31] در شکل 7 نیز قابل مشاهده است که در پاس‌های 1 و 2 استحکام دچار افزایش، ولی درصد ازدیاد طول دچار کاهش شده است. تحقیقات در دماهای مختلف ایکپ نشان داده که بعد از انجام نخستین پاس فرآیند ایکپ دوقلویی‌های زیادی در جهت کشیده شدن دانه‌ها حضور دارند. پس از انجام چند پاس دیگر مشاهده می‌شود که درصد ازدیاد طول و استحکام همزمان و با هم افزایش می‌یابند که دلیل این امر افزایش میزان درصد مرزدانه‌های با زاویه زیاد، بهبود همگنی ریزساختار و کم شدن پهنای باندهای برش است [31]. در این پژوهش نیز مشاهده شد که بنا به شکل در نمونه‌های ایکپ شده در 4 و 6 پاس هم درصد ازدیاد طول و هم استحکام نسبت به پاس‌های 1 و 2 افزایش یافت. بنا به مطالعاتی مانند [32] و [33] پس از انجام 4-6 پاس فرآیند ایکپ در رنج دمای 450-200 درجه سلسیوس (بسته به اندازه دانه اولیه و مسیر انجام ایکپ) بر تیتانیم خالص تجاری ماده از نظر مکانیکی و اندازه دانه به حد اشباع خود می‌رسد، همچنین مشاهده شد که منحنی‌ها و خواص مکانیکی (به‌خصوص درصد ازدیاد طول) نمونه‌ها پس از انجام 4 و 6 پاس ایکپ به هم نزدیک شدند. دلیل این‌که استحکام نمونه 6 پاس ایکپ‌شده از نمونه 4 پاس کم‌تر بود می‌توانست ناشی از تغییر مکانیزم تغییر شکل پلاستیک با ریزتر شدن بیشتر دانه‌ها و رسیدن به اندازه دانه اشباع همراه با تأثیر هم‌زمان دمای 400 درجه سانتی‌گرادی فرآیند ایکپ باشد.

از آن‌جا که بنا به شکل 7 و جدول 2 بهترین خواص از نظر استحکام و درصد ازدیاد طول برای نمونه 4 پاس ایکپ شده به‌دست آمد؛ بنابراین این نمونه برای بررسی‌های آتی مربوط به تأثیر دمای اکستروژن گرم انتخاب شد. به این صورت که نمونه 4 پاس ایکپ شده در 5 دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد مورد اکستروژن گرم قرار گرفت. که نمودار تنش- کرنش به‌دست‌آمده از این بررسی در شکل 8 آورده شده است. به‌محض انجام اکستروژن بر نمونه 4 پاس ایکپ شده مشاهده گردید که استحکام نسبت به قطعه خام اولیه افزایش، ولی درصد ازدیاد طول کاهش یافت که این روال تغییر خواص مکانیکی مشابه پژوهش‌های [12,11] بود، زیرا با انجام اکستروژن، دانه‌ها در جهت اکستروژن، کشیده‌تر شده و چگالی نابه‌جایی‌ها هم افزایش می‌یابد که این مسئله سبب افزایش استحکام و کاهش درصد ازدیاد طول می‌شود. با توجه به شکل 8 مشهود است که استحکام با افزایش دمای اکستروژن کاهش، ولی درصد ازدیاد طول افزایش می‌یابد که دلیل این امر می‌تواند وقوع تبلور مجدد یا درشت‌دانه‌شدن فلز تحت تأثیر دماهای بالاتر انجام فرآیند اکستروژن گرم باشد. خواص مکانیکی (شامل استحکام تسلیم، استحکام نهایی و درصد ازدیاد طول) استخراج شده از نمودار تنش- کرنش مشهود در شکل 8 در جدول 3 آورده شده است.

با توجه به شکل 8 و جدول 3 مشاهده شد که نمونه اکستروژن‌شده در دمای 500 درجه سانتی‌گراد دارای بیشترین درصد ازدیاد طول (البته پس از نمونه خام اولیه در جدول 2) و کمترین استحکام در بین سایر نمونه‌ها بود. همچنین نمونه اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد بیشترین استحکام تسلیم و نهایی را در بین سایر نمونه‌ها داشت که پایین بودن احتمال تبلور مجدد و درشت‌دانگی در نتیجه دمای مناسب مهم‌ترین دلیل بروز این رفتار فرآیند بود. در جریان پژوهش حاضر با انجام اکستروژن گرم در دمای 300 درجه بر نمونه 4 پاس ایکپ شده استحکام تسلیم و استحکام نهایی نسبت به نمونه خام اولیه به ترتیب از 341 به 787 مگاپاسکال و از 505

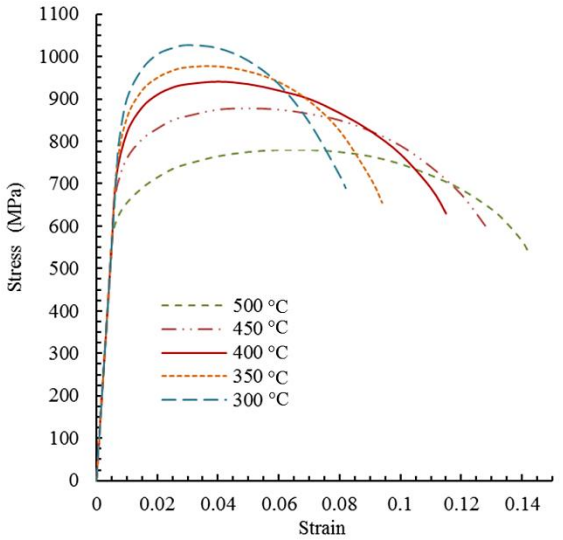

Fig. 8 Stress-Strain curve for ECAPed and then hot Extruded samples at different temperatures

شکل 8 نمودار تنش- کرنش برای قطعات ایکپ و اکستروژن گرم‌شده در دماهای مختلف

جدول 3 خواص مکانیکی به‌دست‌آمده از شکل 8

Table 3 Obtained mechanical properties from figure. 8

نمونه اکستروژن‌شده در دمای (°C)	تنش تسلیم (MPa)	تنش نهایی (MPa)	درصد ازدیاد طول (%)
300	787	1027	8.2
350	738	977	9.4
400	711	941	11.5
450	655	878	12.8
500	572	780	14.2

[1] Strain Hardening

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

به 1027 مگاپاسکال رسید؛ این خواص به‌دست‌آمده برای نمونه اکستروژن شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد قابل مقایسه با خواص تیتانیم تجاری گرید 5 (با تنش تسلیم و تنش نهایی به ترتیب 795 و 860 مگاپاسکال و درصد ازدیاد طول 10% [34]) بود که امروزه در تولید ایمپلنت‌ها کاربرد دارد با این تفاوت که تیتانیم تجاری گرید 5 دارای عناصر ناخالصی مضر برای بدن انسان است. بنا به خواص مکانیکی به‌دست‌آمده برای نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده در دماهای 350 و 400 درجه سلسیوس (جدول 3) مشاهده شد که این نمونه‌ها می‌توانند جایگزین خوبی برای تیتانیم تجاری گرید 5 باشند. بالاترین خواص مکانیکی به‌دست‌آمده از پژوهش با نتایج روش مشابه انجام‌شده در سایر مقالات مقایسه شد. به این ترتیب که ولادمیر و همکاران [11] با انجام ایکپ بر تیتانیم خالص تجاری در قالب 90 درجه در 8 پاس و در دمای 450 درجه سلسیوس و سپس با انجام اکستروژن سرد (معادل با کاهش سطح مقطع 75% یا رساندن قطر مقطع به نصف) تنها بر نمونه 8 پاس ایکپ‌شده موفق شدند تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب از 380 و 460 مگاپاسکال به 970 و 1050 مگاپاسکال برسانند. درصد ازدیاد طول در جریان پژوهش ولادمیر از 28 به 8 درصد افت کرد. دانگ و همکاران [12] نیز پس از انجام ایکپ بر تیتانیم خالص تجاری در 5 پاس و در دمای 450 درجه سلسیوس و سپس با انجام اکستروژن سرد در دمای اتاق (معادل با کاهش سطح مقطع 25.5%) تنها بر نمونه 5 پاس ایکپ شده توانستند استحکام تسلیم را از 202 به 708 مگاپاسکال و استحکام نهایی را از 292 به 791 مگاپاسکال برسانند. در جریان پژوهش دانگ درصد ازدیاد طول از 44.5 به 19.7 درصد افت کرد. در این پژوهش میزان بهبود استحکام برای نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دماهای 300، 350 و 400 بسیار بهتر از نتایج دانگ ولی مقداری پایین‌تر از نتایج ولادمیر بود آن هم به این دلیل بود که ولادمیر از اکستروژن سرد پس از ایکپ استفاده کرده بود که احتمال وقوع درشت‌دانگی و تبلور مجدد را نداشت، ضمن این‌که فشار هیدرواستاتیکی در کار او هم بالا بود. با این حال خواص مکانیکی نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد بسیار نزدیک به نتایج ولادیمیر بود با این مزیت که به دلیل گرم انجام شدن اکستروژن در پژوهش حاضر میزان افت درصد ازدیاد طول نسبت به نمونه خام اولیه کم‌تر از نتایج ولادیمیر بود. همان‌طور که گفته شد در پژوهش حاضر به دلیل استفاده از اکستروژن گرم این مزیت نیز وجود داشت که میزان افت درصد ازدیاد طول، کم‌تر از کار دانگ و ولادمیر بود؛ مشاهده شد که در نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 400 درجه سلسیوس که دارای استحکام تسلیم و نهایی بالای مناسبی بود (به ترتیب 711 و 941 مگاپاسکال) و هم داشتن درصد ازدیاد طولِ مطلوبی مشاهده گردید که درصد ازدیاد طول نسبت به نمونه خام اولیه از 24 به 11.5 درصد افت کرد و این یعنی افتی معادل با 12.5% که در پژوهش ولادمیر و دانگ میزان این افت به ترتیب برابر با 20% و 24.8% بود؛ بنابراین افت درصد ازدیاد طول در پژوهش حاضر کم‌تر بود. مطابق جدول 3 خواص مکانیکی نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 400 درجه سانتی‌گراد شامل تنش تسلیم 711 مگاپاسکال، تنش نهایی 941 مگاپاسکال و درصد ازدیاد طول 11.5% بود. این در حالی بود که برای نمونه اولیه‌ای که فقط بر آن اکستروژن گرم در دمای 400 درجه سانتی‌گراد انجام گرفت، تنش تسلیم برابر با 506 مگاپاسکال، تنش نهایی 695 مگاپاسکال و درصد ازدیاد طول 12.4 درصد به‌دست آمد. خواص مکانیکی نمونه اولیه بدون انجام هیچ فرآیند نیز در ردیف اول جدول 2 آورده شد که شامل تنش تسلیم 341 مگاپاسکال، تنش نهایی 505 مگاپاسکال و درصد ازدیاد طول 24% بود.

مقایسه خواص مکانیکی این سه نمونه گویای آن بود که روش ترکیبی ایکپ و اکستروژن استحکام را به طرز قابل توجهی بیشتر از انجام تنها اکستروژن گرم افزایش می‌دهد، زیرا با وقوع تغییر شکل پلاستیکی شدید در فرآیند ایکپ ریزدانگی بیشتری حاصل شده که موجب افزایش بیشتر استحکام شده است.

3-2- نتایج سختی‌سنجی

مقادیر میکروسختی به‌دست‌آمده پس از انجام آزمون میکروسختی ویکرز در راستای ضخامت نمونه‌های ایکپ شده در دمای 400 درجه سلسیوس (تا 6 پاس)، در شکل 9 و نتایج میکروسختی نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده در دماهای مختلف در شکل 10 آورده شده است. پس از انجام فرآیند ایکپ قطعه ریزدانه می‌شود؛ بنا به توضیحات بخش 3-1 و با توجه به رابطه (3) که به معادله هال‌پچ برای سختی معروف است سختی با ریز شدن دانه‌ها افزایش پیدا می‌کند. در این معادله d اندازه میانگین دانه‌ها، H سختی، H_0 و K' ثابت‌های مربوط به ماده هستند [28].

$$H = H_0 + \frac{K'}{\sqrt{d}} \tag{3}$$

بنا به شکل 9 سختی قطعه پس از انجام ایکپ به بیش از دو برابر آن در حالت خام اولیه افزایش پیدا کرد، به طوری که در قطعه 4 پاس ایکپ شده مقدار سختی اندازه‌گیری شده برابر با 209.9 Hv بود درحالی که مقدار سختی قطعه خام اولیه 81.85 Hv بود. بنا به شکل 10 میکروسختی نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد بیشتر از نمونه‌های دیگر بود و با نتایج مربوط به آزمون کشش تطابق داشت (مقدار سختی این نمونه برابر با 231 Hv بود، در حالی که سختی قطعه خام اولیه 81.85 Hv بود). مقدار سختی برای نمونه‌های اکستروژن‌شده در دماهای بالاتر کاهش پیدا کرد و کمترین مقدار آن برای دمای 500 درجه سانتی‌گراد و برابر با 201 Hv به‌دست آمد. مسئله اندازه دانه یکی از دلایل بروز تغییرات در مقدار میکروسختی است و ماده با ساختار دانه‌بندی ریزتر سختی بیشتری نیز خواهد داشت. ژانگ و همکاران [35] با بررسی فرایند ایکپ بر تیتانیم خالص تجاری نشان دادند که افزایش سختی مربوط به افزایش چگالی نابه‌جایی‌ها، مکانیزم دوقلویی و کرنش سختی است.

3-3- نتایج متالوگرافی نوری

تصاویر میکروسکوپ نوری مجهز به دوربین دیجیتال از ریزساختار نمونه خام

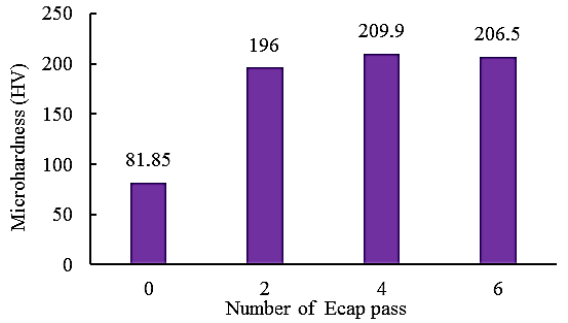

Fig. 9 Vickers hardness number plot for hot ECAPed samples at 400°C with specific pass number

شکل 9 نمودار عدد سختی ویکرز برای قطعات ایکپ‌شده با تعداد پاس معین در دمای 400 درجه سانتی‌گراد

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

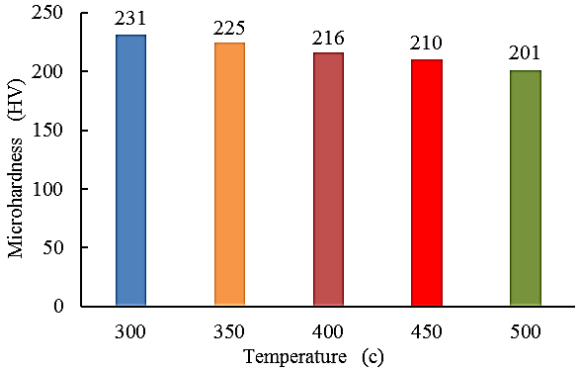

Fig. 10 Vickers hardness number plot for ECAPed and hot Extrusion performed samples at specific temperatures

شکل 10 نمودار عدد سختی ویکرز برای قطعات ایکپ و اکستروژن گرم‌شده در دمای معین

اولیه و نمونه 4 پاس ایکپ‌شده در دمای 400 درجه سانتی‌گراد در مقطع برش داده شده در راستای عمود بر محور اکستروژن در شکل 11 نشان داده شده است. همان‌طور که از شکل مشخص است ریزساختار نمونه اولیه دارای دانه‌های درشت و ناهمگن است، اما ریزساختار ماده پس از انجام چهار پاس ایکپ تغییر کرده و ساختاری فوق ریزدانه و همگن به‌دست آمده است. تغییر در ریزساختار ماده سبب تغییر در خواص مکانیکی آن می‌شود و در نهایت همان طور که پیشتر نیز بیان شد استحکام ماده افزایش می‌یابد. بنا به پژوهش‌های صورت گرفته در ریزساختار قطعات ایکپ شده به مقدار زیادی دوقلویی[1] وجود دارد که دلیل آن کمبود سیستم‌های لغزش در فلزات با ساختار هگزاگونال متراکم[2] است [36]. در واقع دوقلویی نقشی اساسی در تغییر شکل فلز تیتانیم ایفا می‌کند.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی یا اس‌ای‌ام[3] نیز از ریزساختار نمونه‌های خام و 4پاس ایکپ شده جهت بررسی دقیق‌تر ریزساختار تهیه شد. شکل 12 ریزساختار هر دو نمونه را در دو بزرگ‌نمایی مختلف نشان می‌دهد. همان‌طور که در این تصاویر نیز مشخص است نمونه خام اولیه ساختاری درشت‌دانه دارد. در واقع پس از انجام چهار پاس ایکپ چگالی نابه‌جایی‌ها به دلیل اعمال کرنش‌های برشی شدید به شدت افزایش پیدا کرده و اندازه دانه‌ها بسیار کوچک شده و همگنی بیشتری در مقایسه با نمونه خام پیدا کرده است.

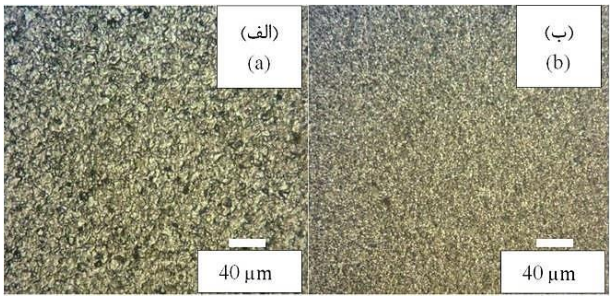

Fig. 11 Optical microscope photos of in a) initial as received sample and b) 4 pass ECAP performed sample

شکل 11 تصاویر میکروسکوپ نوری از الف- قطعه خام اولیه، ب- قطعه 4 پاس ایکپ‌شده

[1] Twining
[2] HCP
[3] SEM

تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های اکستروژن‌شده در 5 دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد در شکل 13نشان داده شده است. همان‌طور که مشخص است ریزساختار نمونه‌ها تقریباً نزدیک به هم و ماده کاملاً فوق ریزدانه شده و این عامل دلیل دست‌یابی به خواص مکانیکی عالی در مقایسه با نمونه خام اولیه است. با بررسی دقیق‌تر تصاویر مشاهده شد که افزایش دما کمی سبب درشت‌تر شدن دانه‌ها و ناهمگنی ساختار شده است. افزایش دما

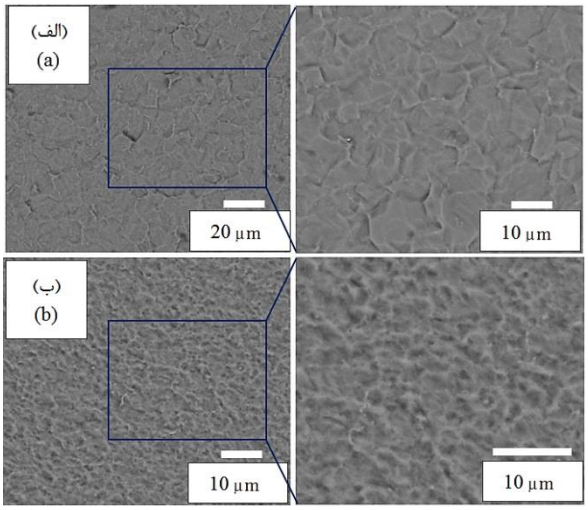

Fig. 12 SEM obtained photos from (a) initial as received sample and (b) 4 pass ECAP performed sample

شکل 12 تصاویر اس‌ای‌ام به‌دست‌آمده از الف- قطعه خام اولیه، ب- قطعه 4 پاس ایکپ‌شده

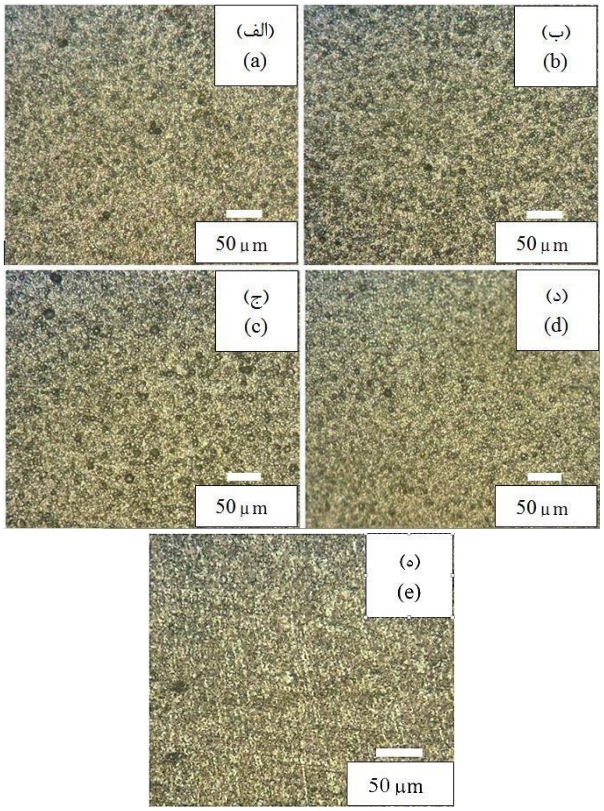

Fig. 13 Optical microscope photos of ECAPed and then hot Extrusion performed sample at temperature of (a) 300°C, (b) 350°C, (c) 400°C, (d) 450°C and (e) 500°C

شکل 13 تصاویر میکروسکوپ نوری از قطعه ایکپ و سپس اکستروژن گرم شده در دمای الف- 300°C، ب- 350°C، ج- 400°C، د- 450°C، ه- 500°C

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

سبب می‌شود که تبلور دوباره اتفاق افتاده و دانه‌هایی که پس از چهار پاس ایکپ اندازه آن‌ها به‌شدت کاهش یافته بودند، دوباره بازآرایی کرده و کمی درشت‌تر شوند. مرزدانه‌هایی با زاویه کم[1] در ریزساختار تیتانیم سهم بیشتری دارند و در مجاورت مرزدانه‌های بازاویه زیاد[2] قرار گرفته‌اند. این ترکیب وجود مرزدانه‌ها با زاویه‌های کم و زیاد در مطالعات گذشته بر نمونه‌هایی که تحت فرایندهای تغییر شکل پلاستیک شدید قرار گرفته بودند وجود داشته است [37]. در فلزات با ساختار هگزاگونال متراکم تغییر شکل دوقلویی نیز اتفاق می‌افتد، اما پهنای دوقلویی‌ها برای نمونه‌های اکستروژن‌شده در دماهای مختلف با یکدیگر متفاوت است.

با افزایش دما تعداد سیستم‌های لغزشی فعال‌تر افزایش می‌یابد و شکل‌دهی راحت‌تر و با نیروی کمتری انجام می‌شود و در نتیجه پدیده دوقلویی کم‌تر اتفاق افتاده و پهنای آن‌ها کوچک‌تر می‌شود. مطالعات گذشته نیز این اثر را نشان داده‌اند [38].

با توجه به آن‌که نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد بهترین استحکام را در بین نمونه‌های اکستروژن شده در دماهای مختلف داشت، تصاویر اس‌ای‌ام به‌منظور بررسی دقیق‌تر از این نمونه تهیه شد. شکل 14 تصویر ریزساختار به‌دست‌آمده از نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. نمونه دارای ساختاری همگن و بسیار ریزدانه و خواص عالی مکانیکی آن شامل خواص کششی و سختی مربوط به همین ریزساختار است. چنان‌چه بررسی‌های بیشتری بر ریزساختار مورد نیاز باشد می‌توان از تجهیزات ای‌بی‌اس‌دی[3] و تی‌ای‌ام[4] استفاده کرد.

4- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر قطعات فوق ریزدانه و نانوساختار تیتانیم خالص تجاری گرید 2 با استفاده از روش ترکیبی فشار در کانال زاویه‌دار مساوی (ایکپ) در دمای 400 درجه سانتی‌گراد و اکستروژن گرم در 5 دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد تولید شد، سپس میزان تغییر خواص مکانیکی و ریزساختاری نمونه‌ها مورد مطالعه قرار گرفت. برخی از نتایج مهمی که از این مطالعه به‌دست آمد عبارت بود از:

1- پس از انجام فرآیند ترکیبی بیان‌شده در این پژوهش مشاهده شد که در بهترین حالت بهبود استحکام با انجام 4 پاس ایکپ در دمای 400 درجه سلسیوس و سپس انجام اکستروژن گرم در دمای 300 درجه سلسیوس، تنش تسلیم نمونه، نسبت به حالت خام اولیه، از 341 به 787 مگاپاسکال و تنش نهایی از 505 به 1027 مگاپاسکال رسید که این خواص قابل مقایسه با خواص تیتانیم تجاری گرید 5 بود، همچنین بنا به خواص مکانیکی به‌دست‌آمده برای نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دماهای 350 و 400 درجه سلسیوس مشاهده شد که این نمونه‌ها می‌توانند جایگزین خوبی برای تیتانیم تجاری گرید 5 باشند.

2- با افزایش دمای اکستروژن مقدار درصد ازدیاد طول افزایش و مقدار استحکام کاهش یافت، به‌طوری‌که ن اکستروژن‌شده در دمای 500 درجه سانتی‌گراد دارای بیشترین درصد ازدیاد طول (البته پس از نمونه خام اولیه) و کمترین استحکام در بین نمونه‌ها و نمونه اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد بیشترین استحکام تسلیم و نهایی و کم‌ترین درصد ازدیاد طول را در سایر نمونه‌ها داشت.

3- پس از مقایسه بهترین خواص به‌دست‌آمده از پژوهش حاضر با نتایج تحقیقات پیشین مشاهده شد که در پژوهش حاضر در نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دماهای 300، 350 و 400 درجه سانتی‌گراد استحکام در حد مطلوبی افزایش پیدا کرده بود، ضمن این‌که میزان افت درصد ازدیاد طول کمتر از نتایج مطالعات پیشین بود؛ به‌طوری‌که در نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 400 درجه سلسیوس که هم دارای استحکام تسلیم و استحکام نهایی بالای مناسبی بود (به ترتیب 711 و 941 مگاپاسکال) و هم درصد ازدیاد طول مطلوبی داشت. درصد افزایش طول نسبت به نمونه خام اولیه از 24% به 11.5% افت کرد و این یعنی افتی معادل با 12.5% که در پژوهش ولادمیر و دانگ میزان این افت به ترتیب برابر با 20% و 24.8% بود؛ بنابراین افت درصد ازدیاد طول در پژوهش حاضر کم‌تر بود.

4- مقدار سختی نمونه پس از انجام فرآیند ترکیبی به اندازه قابل‌ملاحظه‌ای افزایش یافت، ولی سختی با افزایش دمای اکستروژن مقداری افت کرد به طوری که بیشترین مقدار سختی در ن ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد و برابر با 231 ویکرز (182% افزایش سختی نسبت به حالت خام اولیه) و کم‌ترین مقدار سختی در نمونه ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در دمای 500 درجه سانتی‌گراد و برابر با 201 ویکرز (145 درصد افزایش سختی نسبت به حالت خام اولیه) به‌دست آمد. این در حالی بود که سختی قطعه خام اولیه 81.85 ویکرز بود.

5- پس از بررسی تصاویر میکروسکوپ نوری و اس‌ای‌ام به‌دست‌آمده از ریزساختار نمونه‌ها مشاهده شد که پس از انجام فرآیند ایکپ ریزساختار نمونه تغییر پیدا کرد و ساختاری فوق ریزدانه و همگن به‌دست آمد، در حالی که در حالت خام اولیه درشت‌دانه و ناهمگن بود. تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن‌شده در 5 دمای 300، 350، 400، 450 و 500 سانتی‌گراد گویای آن بود که ماده کاملاً فوق ریزدانه و نانو ساختار شده بود. همچنین افزایش دما کمی سبب درشت‌تر شدن دانه‌ها و ناهمگنی ساختار شده بود. مرزدانه‌هایی با زاویه کم در ریزساختار نمونه‌ها سهم بیشتری داشتند و در مجاورت مرزدانه‌های با زاویه زیاد قرار گرفته بودند.

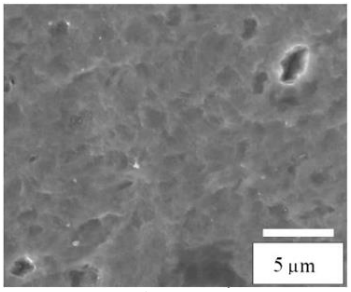

Fig. 14 SEM obtained photo from ECAPed and then hot Extrusion performed sample at 300°C

شکل 14 تصویر میکروسکوپ الکترونی به‌دست‌آمده از قطعه ایکپ و سپس اکستروژن گرم‌شده در دمای 300 درجه سانتی‌گراد

[1] Low angle grain boundaries
[2] High angle grain boundaries
[3] EBSD
[4] TEM

5- مراجع

[1] A. Jager, V. Gartnerova, K. Tesar, Microstructure and anisotropy of the mechanical properties in commercially pure titanium after equal channel angular pressing with back pressure at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 644, pp. 114-120, 2015.

[2] S. H. Hosseini, K. Abrinia, G. Faraji, Upper bound analyses of novel backward extrusion, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 14, No. 15, pp. 369-376, 2014. (in Persian فارسی)

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]
[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]

[3] K. Abrinia, S. Orangi, Investigation of Process Parameters for the Backward Extrusion of Arbitrary-Shaped Tubes from Round Billets Using Finite Element Analysis, *Materials Engineering and Performance*, Vol. 18, No. 9, pp. 1201-1208, 2009.

[4] H. Haghighat, P. Amjadian, A generalized velocity field for plane strain backward extrusion through punches of any shape, *Meccanica*, Vol. 48, No. 9, pp. 2099-2106, 2013.

[5] A. Farhoumand, R. Ebrahimi, Analysis of forward–backward-radial extrusion process, *Materials & Design*, Vol. 30, No. 6, pp. 2152-2157, 2009.

[6] W. B. Bae, D. Y. Yang, An upper-bound analysis of the backward extrusion of tubes of complicated internal shapes from round billets, *Materials Processing Technology*, Vol. 36, No. 2, pp. 157-173, 1993.

[7] V. Shatermashhadi, B. Manafi, K. Abrinia, G. Faraji, M. Sanei, Development of a novel method for the backward extrusion, *Materials & Design*, Vol. 62, pp. 361-366, 2014.

[8] N. Pardis, B. Talebanpour, R. Ebrahimi, S. Zomorodian, Cyclic expansion-extrusion (CEE): A modified counterpart of cyclic extrusion-compression (CEC), *Materials Science and Engineering*, Vol. 528, No. 25, pp. 7537-7540, 2011.

[9] P. S. Roodposhti, N. Farahbakhsh, A. Sarkar, K. L. Murty, Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 25, No. 5, pp. 1353-1366, 2015.

[10] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 45, No. 11, pp. 4733-4741, 1997.

[11] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion, *Materials Science and Engineering*, Vol. 303, No. 1, pp. 82-89, 2001.

[12] D. H. Kang, T. W. Kim, Mechanical behavior and microstructural evolution of commercially pure titanium in enhanced multi-pass equal channel angular pressing and cold extrusion, *Materials & Design*, Vol. 31, pp. S54-S60, 2010.

[13] G. Raab, E. Soshnikova, R. Valiev, Influence of temperature and hydrostatic pressure during equal-channel angular pressing on the microstructure of commercial-purity Ti, *Materials Science and Engineering*, Vol. 387, pp. 674-677, 2004.

[14] S. Semiatin, D. DeLo, V. Segal, R. Goforth, N. Frey, Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 30, No. 5, pp. 1425-1435, 1999.

[15] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 343, No. 1, pp. 43-50, 2003.

[16] P. Luo, D. McDonald, W. Xu, S. Palanisamy, M. Dargusch, K. Xia, A modified Hall–Petch relationship in ultrafine-grained titanium recycled from chips by equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, Vol. 66, No. 10, pp. 785-788, 2012.

[17] P. Luo, D. McDonald, S. M. Zhu, S. Palanisamy, M. Dargusch, K. Xia, Analysis of microstructure and strengthening in pure titanium recycled from machining chips by equal channel angular pressing using electron backscatter diffraction, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 538, pp. 252-258, 2012.

[18] R. Y. Lapovok, The role of back-pressure in equal channel angular extrusion, *Materials Science*, Vol. 40, No. 2, pp. 341-346, 2005.

[19] I. H. Son, J. H. Lee, Y. T. Im, Finite element investigation of equal channel angular extrusion with back pressure, *Materials Processing Technology*, Vol. 171, No. 3, pp. 480-487, 2006.

[20] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, X. Wang, T. G. Langdon, The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 23, pp. 6335-6339, 2010.

[21] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, C. T. Wang, Y. Huang, T. G. Langdon, Processing of commercial purity titanium by ECAP using a 90 degrees die at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 607, pp. 482-489, 2014.

[22] A. Jager, V. Gartnerova, K. Tesar, Microstructure and anisotropy of the mechanical properties in commercially pure titanium after equal channel angular pressing with back pressure at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 644, pp. 114-120, 2015.

[23] W. Pachla, M. Kulczyk, M. Sus-Ryszkowska, A. Mazur, K. J. Kurzydlowski, Nanocrystalline titanium produced by hydrostatic extrusion, *Materials Processing Technology*, Vol. 205, No. 1, pp. 173-182, 2008.

[24] K. Topolski, H. Garbacz, W. Pachla, K. J. Kurzydlowski, Bulk nanostructured titanium fabricated by hydrostatic extrusion, *Physica Status Solidi (c)*, Vol. 7, No. 5, pp. 1391-1394, 2010.

[25] Sh. Nikbakht, M. Eftekhari, Gh. Faraji, Study of Microstructure and mechanical properties of pure commercial titanium via combination of Equal channel angular pressing and Extrusion, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, No. 1, pp. 453-461, 2017. (in Persian فارسی)

[26] S. S. Dheda, F. A. Mohamed, Effect of initial microstructure on the processing of titanium using equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 528, No. 28, pp. 8179-8186, 2011.

[27] M. Shirooyeh, J. Xu, T.G. Langdon, Microhardness evolution and mechanical characteristics of commercial purity titanium processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 614, pp.223-231, 2014.

[28] A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, A. K. Mukherjee, Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure, *Scripta Materialia*, Vol. 45, No. 7, pp. 747-752, 2001.

[29] M. P. Phaniraj, M. J. N. V. Prasad, A. H. Chokshi, Grain-size distribution effects in plastic flow and failure, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 463, No. 1–2, pp. 231-237, 2007.

[30] H. Torabzadeh, G. Faraji, A review of the production of ultrafine grained and nanograined metals by applying severe plastic deformation, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No. 6, pp. 271-282, 2016. (in Persian فارسی)

[31] Y. Xirong, Z. Xicheng, F. Wenjie, Deformed Microstructures and mechanical properties of CP-Ti processed by multi-pass ECAP at room temperature, *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 38, No. 6, pp. 955-957, 2009.

[32] D. Gunderov, A. Polyakov, I. Semenova, G. Raab, A. Churakova, E. Gimaltdinova, Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 562, pp. 128-136, 2013.

[33] Y. Chen, Y. Li, J. Walmsley, S. Dumoulin, S. Gireesh, S. Armada, Quantitative analysis of grain refinement in titanium during equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, Vol. 64, No. 9, pp. 904-907, 2011.

[34] K. Hajizadeh, B. Eghbali, K. Topolski, K. J. Kurzydlowski, Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 143, No. 3, pp. 1032-1038, 2014.

[35] Y. Zhang, R.B. Figueiredo, S.N. Alhajeri, J.T. Wang, N. Gao, T.G. Langdon, Structure and mechanical properties of commercial purity titanium processed by ECAP at room temperature, *Materials Science and Engineering, A*, Vol. 528, No. 25, pp. 7708-7714, 2011.

[36] D. H. Shin, I. Kim, J. Kim, Y.T. Zhu, Shear strain accommodation during severe plastic deformation of titanium using equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 334, No. 1, pp. 239-245, 2002.

[37] F. J. Humphreys, P. B. Prangnell, J. R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris, Developing stable fine–grain microstructures by large strain deformation, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, Vol. 357, No. 1756, pp. 1663-1681, 1999.

[38] D. H. Shin, I. Kim, J. Kim, Y. S. Kim, S. L. Semiatin, Microstructure development during equal-channel angular pressing of titanium, *Acta Materialia*, Vol. 51, No. 4, pp. 983-996, 2003.

[Downloaded from mme.modares.ac.ir on 2024-10-12]

[DOR: 20.1001.1.10275940.1396.17.4.44.0]