



ارائه یک سیستم روانکاری نوین جهت بهبود خواص مکانیکی تیتانیوم فوق ریزدانه تولید شده به روش پرس کاری گرم در کانال همسان زاویه دار

حامد مقصدلو^۱، مهدی گردویی^{۱*}، سید هادی قادری^۱

دانشکده مهندسی مکانیک و مکترونیک، دانشگاه صنعتی شاهرود، شاهرود، ایران

تاریخچه داوری:

دریافت: ۱۳۹۶/۱۰/۰۷
بازنگری: ۱۳۹۷/۰۲/۱۷
پذیرش: ۱۳۹۷/۰۲/۳۰
ارائه آنلاین: ۱۳۹۷/۰۳/۰۷

کلمات کلیدی:

ایکپ گرم
فشردن در کانال همسان زاویه دار
تیتانیوم خالص تجاری درجه ۲
مواد فوق ریزدانه

چکیده: در این پژوهش، پرس کاری گرم تیتانیوم خالص درجه ۲ در کانال همسان زاویه دار یا ایکپ مورد مطالعه قرار گرفت. طراحی جدید قالب با زاویه کانال ۹۰ درجه مشکل جریان ناخواسته فلز بین دو کفه قالب، افزایش شدید نیرو و گیر کردن قطعه را برطرف کرده است. پس از سعی و خطا، مشخص شد بهترین مکانیزم روان کاری، استفاده هم‌زمان فویل مس و روان کار مولیبدن دی‌سولفاید است. در این شرایط عملیات ایکپ در دمای ۲۶۰ درجه سانتی‌گراد تا چهار مرحله با موفقیت انجام شد. بر روی نمونه‌های موفق، آزمون کشش اجرا و مشخص شد پس از چهار مرحله پرسکاری، استحکام کششی نهایی ۵۷٪ افزایش و کاهش سطح مقطع تنها ۱۴٪ افت داشته است. در نهایت با کم کردن دمای فرآیند و استفاده از سیستم روان کاری مناسب، استحکام کششی نهایی به ۷۹۹ مگاپاسکال رسید که از مقادیر گزارش شده در پژوهش‌های مشابه بیشتر است. بررسی ریزساختار و رفتار شکست تیتانیوم ایکپ شده، به کمک تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام و نتایج نشان داد اندازه دانه نمونه از مقدار متوسط اولیه ۱۸۳۸۵ نانومتر پس از ۴ مرحله ایکپ به ۷۲۹ نانومتر رسید. همچنین تصاویر مقطع شکست پس از چهار مرحله ایکپ، ایجاد حفره‌های ریز، کم عمق و با توزیع یکنواخت را که نشان‌دهنده همگن شدن ساختار است، مشخص نمود.

۱- مقدمه

ندارد. تیتانیوم خالص تجاری نسبت به آلیاژهای تیتانیوم مقاومت به خوردگی بالاتر و استحکام پایین‌تری دارد. بر اساس میزان عناصر ناخالصی، تیتانیوم به ۴ درجه تقسیم می‌شود. از درجه ۱ به سمت درجه ۴ ناخالصی، استحکام و مدول یانگ زیادتر شده و مقاومت به خوردگی کمتر می‌شود [۱]. یکی از آلیاژهای کاربردی تیتانیوم آلیاژی درجه ۵ یا Ti6Al4V است، که ۶٪ وزنی آلومینیوم و ۴٪ وانادیوم دارد و آلیاژ α - β به شمار می‌رود. این ماده استحکام مکانیکی و مقاومت به سایش خوب اما مقاومت به خوردگی پایین دارد. تحقیقات نشان می‌دهد فلزات آلومینیوم و وانادیوم در بدن یون آزاد می‌کنند [۲]. آزاد شدن یون، بدن را مستعد آلرژی و پس زدن کاشتنی^۳ می‌کند [۳]. از این ماده در جایی که نیاز به مقاومت سایشی بالا بوده و با بافت بدن در تماس نباشد، مثل پیچ متصل‌کننده ریشه و سرامیک کاشتنی دندان، می‌توان استفاده کرد و در صورت تماس با بافت باید پوششی زیست‌سازگار داده شود.

برخلاف تیتانیوم آلیاژی درجه ۵، تیتانیوم خالص، فاقد عناصر آلیاژی نامطلوب آلومینیوم و وانادیوم است. لذا از زیست‌سازی قابل

تیتانیوم نهمین عنصر و چهارمین فلز فراوان در پوسته زمین با عدد اتمی ۲۲، عدد جرمی ۴۷/۸ و چگالی 4.5 g/cm^3 است و در دسته فلزات سبک قرار می‌گیرد. ساختار کریستالی تیتانیوم در دمای محیط بسته به عناصر آلیاژی آن متفاوت است. تیتانیوم خالص در دمای اتاق دارای ساختار کریستالی شش وجهی فشرده^۱ یا α است و در دمای ۸۸۳ درجه سانتی‌گراد به ساختار کریستالی مکعب مرکزدار^۲ یا β تغییر فاز می‌دهد. البته اگر تیتانیوم عناصر پایدارکننده فاز β داشته باشد، در دمای محیط فاز آن $\alpha + \beta$ می‌شود. تیتانیوم بر اساس میزان فازهای α و β موجود در ساختار در دمای اتاق به ۲ دسته اصلی شامل تیتانیوم خالص تجاری و تیتانیوم آلیاژی تقسیم‌بندی می‌شود. تیتانیوم خالص تجاری یا تیتانیوم غیرآلیاژی عموماً شامل ۹۹ تا ۹۹/۵ درصد تیتانیوم با مقادیری آهن، هیدروژن، نیتروژن، کربن و اکسیژن به عنوان ناخالصی می‌باشد. ریزساختار تیتانیوم غیرآلیاژی بصورت فاز α و مقادیر بسیار کمی از فاز β است و قابلیت عملیات حرارتی

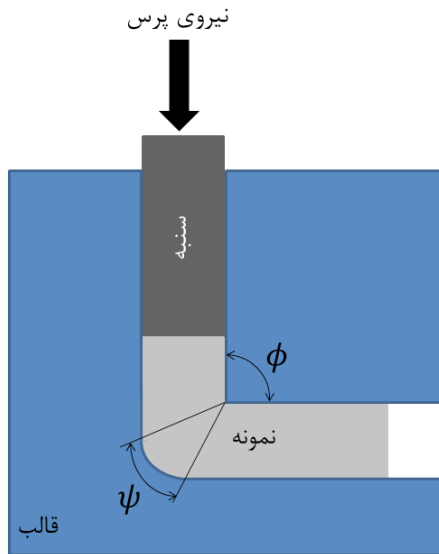
- 1 Hexagonal Close Packed (HCP)
- 2 Body Centered Cubic (BCC)

* نویسنده عهده‌دار مکاتبات: gerdooei@shahroodut.ac.ir

3 Implant



فرآیندها می‌توانند زیست‌سازگاری را نیز افزایش دهند [۱۰]. یکی از مؤثرترین تکنیک‌های تغییر شکل مومسان شدید فرآیند شکل‌دهی در کانال‌های همسان زاویه‌دار^{۱۱} است. ایکپ اولین بار در سال ۱۹۸۱ توسط سگال^{۱۲} اجرا شد [۱۱]. در این روش مانند شکل ۱، قالب از دو مقطع متقاطع تشکیل شده است. سطح مقطع قطعه در ورود و خروج از قالب یکسان است. در محل تقاطع دو کانال، در یک نوار برشی قطعه شکل داده می‌شود. به دلیل عدم تغییر سطح مقطع، امکان تکرار فرآیند وجود دارد.



شکل ۱: طرح‌واره قالب کانال همسان زاویه‌دار

در شرایط بدون اصطکاک کرنش ذخیره شده در ماده از رابطه زیر محاسبه می‌شود [۱۲]:

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

که در آن، ϕ زاویه کانال، ψ زاویه انحنای قوس و N تعداد مراحل انجام فرآیند می‌باشد.

طرح‌واره‌ای از مسیرهای اصلی فرآیند ایکپ در شکل ۲ نشان داده شده است. بر اساس چرخش قطعه کار در هر مرحله، ۴ مسیر اصلی به وجود می‌آید. در مسیر A نمونه هیچ چرخشی نخواهد داشت. در مسیر B_C قطعه بین هر مرحله ۹۰ درجه در یک جهت می‌چرخد. در مسیر B_A قطعه در هر مرحله ۹۰ درجه چرخش ساعت‌گرد و پاد ساعت‌گرد به صورت یکی در میان دارد و در نهایت در مسیر C قطعه در هر مرحله ۱۸۰ درجه می‌چرخد. مسیرهای فرآیند ایکپ می‌تواند به طور مستقیم بر ریزساختار ماده اثر بگذارد. در واقع مسیرهای گوناگون سیستم‌های

قبولی برخوردار است. ولی این ماده از استحکام کافی برای تولید یک کاشتنی برخوردار نیست. یکی از راه‌های افزایش استحکام آن استفاده از روش‌های تغییر شکل مومسان شدید^۱ برای رسیدن به ساختار ریزدانه^۲ است. محققین نشان داده‌اند ایجاد ساختار فوق ریزدانه به کمک روش‌های تغییر شکل مومسان شدید علاوه بر افزایش عمر کاشتنی باعث بهبود زیست‌سازگاری از طریق افزایش پیوستگی استخوانی و چسبندگی سلولی می‌شود [۴]. بر اساس رابطه هال-پچ [۵] در مواد چند بلوری فلزی هرچه اندازه‌ی دانه ریزتر باشد، استحکام افزایش می‌یابد. ساختار فوق ریزدانه در مواد چند بلوری، دستیابی به اندازه دانه کمتر از ۱ میکرومتر اطلاق می‌شود. این مواد علاوه بر استحکام بالا قابلیت شکل‌پذیری خوبی نیز دارند [۶].

در یک چندکریستال^۳ بر اساس زاویه بین بردار نرمال سطح دو دانه مجاور، زاویه بدآرایی^۴ تعریف می‌شود [۷]. بر اساس زاویه بدآرایی، مرزدانه به دو نوع زاویه کوچک^۵ یا زیردانه^۶ و زاویه بزرگ^۷ تقسیم‌بندی می‌شود. زاویه حدی که کمتر از آن زاویه کوچک و بزرگتر از آن زاویه بزرگ نامیده می‌شود؛ بسته به سیستم کریستالی فلز بین ۱۲ تا ۱۵ درجه متغیر است [۸]. اگر زاویه بدآرایی میانگین کوچک باشد، رفتار مکانیکی چندکریستال اعم از استحکام و انعطاف‌پذیری به یک ماده همگن مانند تک‌کریستال نزدیک‌تر خواهد بود. از سوی دیگر با افزایش زاویه بدآرایی، ریزساختاری ناهمگن ایجاد می‌شود که مرز دانه در حکم موانعی برای حرکت نابجایی‌ها عمل نموده و در نتیجه منجر به انباشته‌شدن نابجایی‌ها و بالا رفتن چگالی آن و در نتیجه افزایش استحکام و کاهش انعطاف‌پذیری خواهد شد. در روش‌های تغییر شکل مومسان شدید به کمک تصویربرداری دقیق الکترونی زمینه روشن^۸ و الگوهای پراش از ناحیه انتخابی^۹ مشخص شده است که در مراحل اولیه تغییر شکل مومسان شدید با ریز شدن دانه و ایجاد مرزدانه‌های زاویه بزرگ، استحکام افزایش و انعطاف‌پذیری کاهش می‌یابد ولی در مراحل بعدی به دلیل شکسته شدن دانه‌های با زاویه بدآرایی بالا و به وجود آمدن زیردانه با زاویه بدآرایی پایین‌تر درون دانه‌های قبلی یا به اصطلاح ساختار حاوی دانه/زیردانه^{۱۰}، ریزساختار همگن‌تر شده و افزایش هم‌زمان انعطاف‌پذیری و استحکام را منجر می‌شود [۹]. در روش‌های تغییر شکل مومسان شدید حفظ ابعاد هندسی ماده، امکان تکرار فرآیند را ممکن می‌سازد. ضمن اینکه این

- 1 Severe Plastic Deformation (SPD)
- 2 Ultra-fine Grained (UFG)
- 3 Polycrystal
- 4 Misorientation Angle
- 5 Low-Angle Boundary (LAB)
- 6 Sub-Grain
- 7 High-Angle Boundary (HAB)
- 8 Bright-Field
- 9 Selected Area Diffraction (SAD)
- 10 Grain/Sub-grain

11 Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

12 Segal

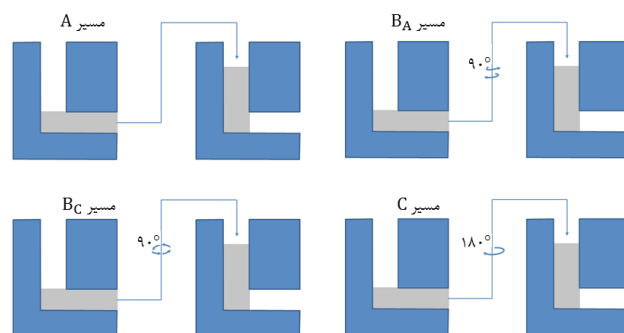
کاهش دمای ایکپ، افزایش استحکام و کاهش کرنش شکست رخ داد. نویسندگان این مقاله موفق شدند پس از ۶ مرحله ایکپ گرم در مسیر B_C استحکام کششی نهایی نمونه تیتانیومی را به ۷۹۰ مگاپاسکال افزایش دهند. در تحقیقی مشابه استولاروف و همکاران [۱۷] به بررسی تفکیکی اثر نورد گرم و نورد سرد بر روی تسمه‌های ایکپ گرم شده تیتانیوم درجه ۲ و درجه ۴ پرداختند. آن‌ها نمونه‌هایی که ۸ و ۱۰ مرحله از قالب ایکپ با زاویه کانال ۹۰ درجه در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد عبور داده شده بود را به کمک نورد سرد و نورد گرم در دمای ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد مجدداً تغییر شکل دادند. در نتیجه ۱۰ مرحله ایکپ گرم، استحکام کششی نهایی نمونه تیتانیومی به ۶۴۵ مگاپاسکال رسید. استولاروف و همکاران [۱۸] به بررسی اثر مسیرهای مختلف ایکپ گرم تیتانیوم بر روی کیفیت سطح، ریزساختار، میکروسختی، استحکام و ناهمسانگردی نمونه پرداختند. در نتیجه این تحقیق مشخص شد که بهترین مسیر برای ایکپ تیتانیوم مسیر B_C است.

در یک جمع‌بندی می‌توان بیان داشت که کم‌ترین دمایی که محققین موفق به ایکپ تیتانیوم درجه ۲ با قالب ۹۰ درجه شده‌اند؛ ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد است [۱۴ و ۱۶]. همچنین بیشترین استحکام نهایی کششی بدست آمده برای تیتانیوم درجه ۲ برابر ۷۹۱ مگاپاسکال توسط سوردی و همکاران گزارش شده است [۱۶]. در پژوهش حاضر پرس کاری گرم تیتانیوم خالص تجاری درجه ۲ در قالب ایکپ ۹۰ درجه با استفاده از مسیر B_C به صورت تجربی مورد بررسی قرار می‌گیرد. با هدف دستیابی به استحکامی بالاتر از موارد فوق‌الذکر، بدون نیاز به فرایندهای ثانوی مانند نورد و اکستروژن پس از ایکپ؛ دمای فرآیند تا ۲۲۰ درجه سانتی‌گراد کاهش داده می‌شود. همچنین برای دستیابی به یک محصول سالم از طراحی قالب مناسب و یک سیستم روان کاری جدیدی استفاده می‌شود. امکان‌سنجی اجرای فرآیند ایکپ تیتانیوم تا مرحله پیشینه در دماهای ۲۲۰، ۲۳۰ و ۲۶۰ درجه سانتی‌گراد مورد تحقیق قرار خواهد گرفت. به منظور بررسی استحکام و انعطاف‌پذیری، نمونه‌های موفق با استناد به استاندارد ASTM E8 تحت آزمون کشش قرار می‌گیرد. سپس با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح نمونه‌های شکسته‌شده مورد مطالعه قرار خواهد گرفت.

۲- روش تجربی

در شکل ۳ قالب پرسکاری گرم استفاده شده در این پژوهش مشاهده می‌شود. طرح‌واره قالب به همراه اجزاء اصلی شامل قالب پایین، حلقه فشاری و هسته قالب در شکل ۳-الف نمایش داده شده است. زوایای قالب $\varphi = 90^\circ$ و $\psi = 29^\circ$ است. مقطع قالب، دایره‌ای به قطر ۱۲ میلی‌متر است. قالب از دو کفه بالایی و پایینی تشکیل شده و بر خلاف قالب‌های مرسوم، فقط در ناحیه کوچکی قطعه با خط جدایش قالب در تماس است که با حذف جریان ناخواسته فلز بین دو کفه قالب، سلامت شکل هندسی

لغزش مختلفی را فعال کرده که به محدوده وسیع و متنوعی از ریزساختار منتهی می‌شود. تحقیقات نشان داده است که در میان کلیه مسیرهای فرآیند، B_C متداول‌ترین مسیر است. زیرا بیشترین میزان همگنی ریزساختار [۱۲] و بهترین کیفیت سطح محصول تولیدی با کمترین نیاز به ماشین‌کاری را موجب می‌شود [۱۳].



شکل ۲: مسیرهای اصلی فرآیند کانال همسان زاویه‌دار

تیتانیوم فاز α در دمای محیط سیستم‌های لغزشی کمی دارد. به این مواد سخت شکل‌پذیر^۱ می‌گویند. در حالت عادی و در دمای محیط با قالب ۹۰ درجه، ایکپ تیتانیوم درجه ۲ باعث گسیختگی آن می‌شود. به همین دلیل تحقیقات متعددی در زمینه ایکپ گرم تیتانیوم درجه ۲ انجام شده است. پورسک و همکاران [۱۴] ایکپ گرم تیتانیوم درجه ۲ را در قالب با زاویه کانال ۹۰ درجه در مسیر E اجرا کردند و موفق شدند دمای فرآیند را تا ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد کاهش دهند و در نهایت خواص کششی و مقاومت به سایش نمونه ایکپ شده را مورد بررسی قرار دادند. در نتیجه این تحقیق استحکام کششی نهایی نمونه تیتانیوم پس از ۸ مرحله ایکپ به ۷۶۰ مگاپاسکال رسید. نکته قابل ذکر آن است که با وجود افزایش قابل توجه استحکام مکانیکی، مقاومت سایشی تیتانیوم تغییر چندانی نداشته است. نویسندگان علت این مسئله را به غلبه اثر اکسید تیتانیوم در مقاومت سایشی بیان کرده‌اند. کنگ و همکاران [۱۵] ایکپ پیوسته تیتانیوم درجه ۲ را در قالب T شکل اجرا کردند و موفق شدند پس از ۵ مرحله ایکپ گرم در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد استحکام کششی نمونه تیتانیومی را به ۷۰۰ مگاپاسکال افزایش دهند. به علت دمای بالای شکل‌دهی این استحکام در مقایسه با پژوهش‌های مشابه کم‌تر است که نویسندگان برای جبران آن یک مرحله اکستروژن سرد را اجرا کردند که پس از این مرحله استحکام نهایی به ۷۹۱ مگاپاسکال افزایش یافت. البته این فرآیند تکمیلی منجر به ۵۶٪ افت افزایش طول نمونه شد. ایکپ گرم تیتانیوم درجه ۲ در دمای ۳۰۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد توسط سوردی و همکاران [۱۶] اجرا شد و در نهایت برای استحکام‌بخشی مضاعف به نمونه ایکپ‌شده از نورد سرد در دمای محیط استفاده شد. همانطور که پیش‌بینی می‌شد با

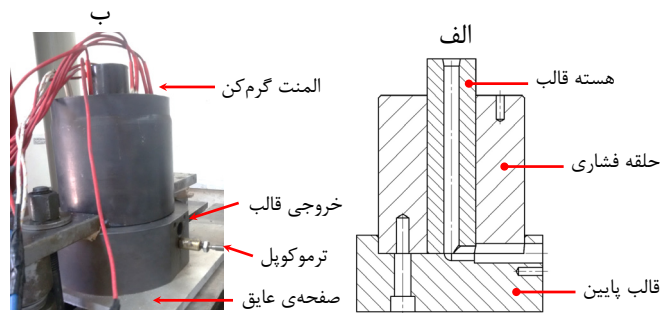
روان کار مولی‌اسلیپ^۱ مخلوط گریسی شامل گرافیت و مولیبدن دی‌سولفاید برای استفاده در دمای نزدیک به ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد مناسب است. در دمای بالا مولیبدن دی‌سولفاید و دیگر ترکیبات مشبک موجود در این گریس، روان کاری را به خوبی انجام می‌دهند. برای جلوگیری از گسیختگی مس و کم کردن اصطکاک بین مس و قالب، نمونه در این روان کار غوطه‌ور شده و سپس درون قالب قرار می‌گیرد و به مدت ۱۰ دقیقه به سیستم زمان داده می‌شود تا قطعه و قالب کاملاً هم‌دمای شده، سپس فرآیند آغاز می‌شود.

در فرآیند ایکپ، سرعت پایین حرکت سنبه کنترل فرآیند را راحت می‌کند. از طرفی سرعت بر مکانیزم تغییر شکل تیتانیوم تأثیر زیادی دارد. مواد با ساختار کریستالی شش‌وجهی فشرده تحت عوامل بیرونی مثل دما و سرعت می‌توانند مکانیزم تغییر شکل دوقلویی یا لغزش داشته باشند [۲۰]. کیم و همکاران [۲۱] نشان دادند که در ایکپ گرم تیتانیوم با کاهش سرعت سنبه، مکانیزم تغییر شکل از دوقلویی به لغزش نابجایی‌ها تغییر می‌کند. بنابراین در آزمون‌های تجربی ایکپ سرعت حرکت سنبه ثابت و برابر حداقل مقدار ممکن ۰/۱ میلی‌متر بر ثانیه تنظیم شد. پایین آوردن دما و افزایش سرعت سنبه، باعث افزایش نیرو بر روی سنبه و بالا رفتن خطر شکست آن می‌شود.

سنبه استفاده شده از جنس فولاد ابزار تندبر است. سطح سنبه برای دستیابی به دقت و کیفیت مطلوب سنگ‌زنی شد. زیاد بودن قطر سنبه باعث انطباق پرسی ناخواسته و گیر کردن آن درون راهگاه عمودی قالب می‌شود. کم بودن قطر نیز باعث باز شدن فویل مسی از دور قطعه‌کار، پیچیده شدن آن دور سنبه و گیر کردن مجدد سنبه درون قالب می‌شود. بر اساس تنش تسلیم فولاد تندبر برابر ۲۸۰۰ مگاپاسکال [۲۲] و همچنین قطر سنبه برابر ۱۲ میلی‌متر نیروی بیشینه قابل تحمل برای سنبه ۳۱۰ کیلونیوتن به دست خواهد آمد. برای جلوگیری از صدمه به قالب، در صورت نزدیک شدن به این مقدار، باید عملیات ایکپ را متوقف کرد.

در علم مواد تبلور مجدد^۲ پدیده‌ایست که در حین حرارت‌دهی، دانه‌های تغییر شکل یافته در اثر کار مکانیکی با گروه جدیدی از دانه‌های بی نقص جایگزین می‌شود. این پدیده که شامل دو مرحله جوانه‌زنی و رشد است با کاهش استحکام و سختی ماده و افزایش شکل‌پذیری آن همراه می‌باشد. این پدیده را تبلور مجدد استاتیکی نیز گویند. در مقابل تبلور مجدد دینامیکی مطرح است که در آن جوانه‌زنی و رشد دانه در حین تغییر شکل و نه لزوماً با افزایش دما در گروه خاصی از مواد مانند تیتانیوم خالص اتفاق می‌افتد. تحقیقات نشان می‌دهد تبلور مجدد دینامیکی

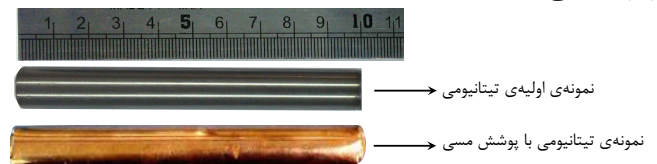
محصول تضمین شده و باعث کاهش اصطکاک و نیروی شکل‌دهی خواهد شد. همچنین در این طراحی مشکل گیر کردن قطعه در داخل قالب تا حد زیادی بر طرف شده است.



شکل ۳: قالب ایکپ استفاده شده در این پژوهش، الف- طرح‌واره قالب، ب- قالب ساخته شده

برای کم کردن اصطکاک، کاهش نیروی شکل‌دهی و جلوگیری از گیر کردن قطعه درون قالب نیاز است قطر ورودی قالب تا قبل از محل ایکپ بزرگتر از قطر قطعه‌کار باشد. به همین دلیل ورودی قالب سنگ خورده و به قطر ۱۲/۶ میلی‌متر رسیده است. شش المنت فشنگی ۲۰۰ وات برای گرم کردن و یک ترموکوپل برای اندازه‌گیری دما بر روی قالب نصب شده است. از یک صفحه‌ی عایق میکا برای جلوگیری از انتقال حرارت به میز پرس استفاده می‌شود. قالب بر روی پرس موقعیت‌دهی شده و به کمک سیستم گرمایش، تا دمای موردنظر گرم شد. قطعه‌کار، میله‌گردی به قطر ۱۲ میلی‌متر و طول ۸۰ تا ۱۲۰ میلی‌متر است. با توجه به حساس بودن عملیات ایکپ به دقت ابعادی و صافی سطح نمونه‌های اولیه، قبل از آغاز هر مرحله دو طرف نمونه مته مرغک خورده و با روش مرغک به مرغک روتراشی شد. بعد از یک مرحله انجام فرآیند، ممکن است قطعه دچار خمش یا افزایش جزیی قطر شود که برای مرحله بعدی باید اصلاح شود.

مس خالص آنیل شده ماده‌ای نرم با استحکام تسلیم برشی ۲۵ مگاپاسکال است [۱۹]. به دلیل استحکام پایین برشی، این ماده به عنوان روان کار فیلم جامد استفاده می‌شود. مطابق شکل ۴ بر روی نمونه‌ها ۲ تا ۳ لایه فویل مسی به ضخامت ۰/۰۵ میلی‌متر به دقت پیچیده می‌شود تا در طول عملیات از دور قطعه باز نشود.



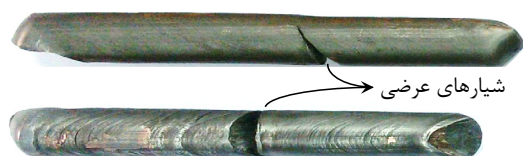
شکل ۴: نمونه تیتانیومی با قطر اولیه ۱۲ میلی‌متر

1 Molyslip EHT (Extra High Temperature) Grease
2 Recrystallization



شکل ۵: چهار مرحله ایکپ موفق نمونه‌های تیتانیومی در دمای 260°C

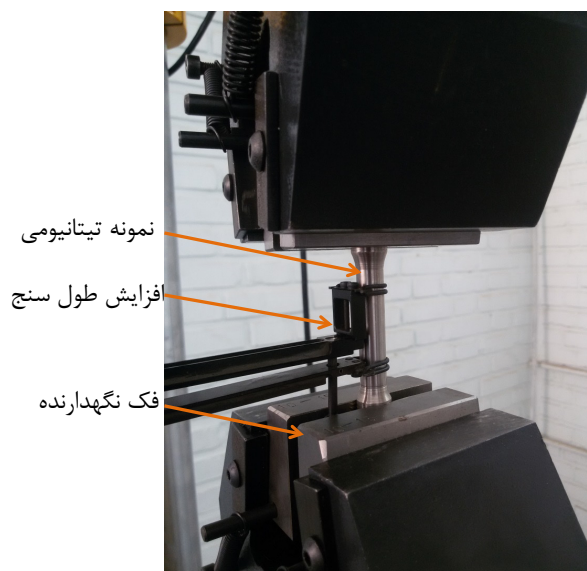
شکل ۵: چهار مرحله ایکپ موفق نمونه‌های تیتانیومی در دمای 260°C



شکل ۶: نمونه‌های تیتانیومی ایکپ ناموفق در دمای 220°C

شکل ۶: نمونه‌های تیتانیومی ایکپ ناموفق در دمای 220°C

بر روی نمونه‌های سالم، آزمون کشش طبق استاندارد ASTM E8 با استفاده از دستگاه اینسترون ۸۸۰۲ انجام شد. نحوه قرارگیری نمونه و اجزای آزمون در شکل ۷ مشاهده می‌شود.



شکل ۷: نمونه‌ی تیتانیومی آماده برای آزمون کشش

شکل ۸ استحکام کششی نهایی و کاهش سطح مقطع نمونه تیتانیومی اولیه و ایکپ شده را پس از مراحل مختلف نشان می‌دهد.

تیتانیوم خالص در بازه دمایی 200°C تا 450°C رخ می‌دهد [۱۲]. در فرایند ایکپ گرم، کمترین دمایی که بتوان به یک مرحله پرسکاری موفق دست یافت، مورد نظر می‌باشد. باید به این نکته نیز توجه داشت که هرچه دمای فرایند کمتر باشد، از یکسو دانه‌ها ریزتر و زاویه بدآرایی آن‌ها بیشتر شده که هر دو عامل سبب افزایش استحکام ماده می‌شود [۹ و ۲۳] و از سوی دیگر رشد دانه در اثر تبلور مجدد کمتر خواهد بود. طبق مطالعات انجام شده، پایین‌ترین دمایی که پژوهشگران موفق به ایکپ در قالب 90° شده‌اند، دمای 300°C است [۱۶-۱۴ و ۱۸]. در این تحقیق با هدف کاهش دمای ایکپ، فرایند در سه دمای 220°C ، 230°C و 260°C مورد بررسی قرار گرفت.

یکی از بهترین روش‌های بررسی ریزساختار مواد، تحلیل میکروسکوپ الکترونی روبشی^۱ است که در این پژوهش برای بررسی و تحلیل مقطع شکست نمونه‌های آزمون کشش استفاده شد. در مورد بررسی مقطع شکست نیازی به آماده‌سازی نمونه نیست و نمونه‌ها پس از تمیز شدن قابل رؤیت هستند. برای انجام آزمون از دستگاه ۲-SEM-۵۱۰ ساخت شرکت تی‌اسکن^۲ استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

بر اساس رابطه (۱) در هر مرحله ایکپ با قالب استفاده شده در این پژوهش مقدار کرنش $1/0.19$ به قطعه اعمال می‌شود. فرایند ایکپ تا مرحله‌ای که ترک بر روی نمونه مشاهده نشد ادامه پیدا کرد. استفاده از ترکیب فویل مسی و مخلوط گریسی مولیبدن دی‌سولفاید و گرافیت در این تحقیق باعث روان‌کاری بسیار مناسب و انجام فرایند در دمای پایین‌تر نسبت به تحقیقات پیشین شد. در حالی که پژوهش‌های مرتبط کمترین دمای ایکپ موفق تیتانیوم درجه ۲ در قالب 90° درجه و بدون فشار پستی را 300°C اعلام کرده‌اند [۱۶-۱۴ و ۱۸]. در اولین اقدام برای عملیات ایکپ به منظور پیدا کردن دمای بهینه، دمای ترموستات 260°C تنظیم شد. در این دما و با استفاده از مسیر ۴، مرحله ایکپ موفقیت‌آمیز بوده است (شکل ۵). در مرحله پنجم شکاف عمیقی در جهت عرضی در قطعه به وجود می‌آید. در استراتژی بعدی، با 30°C کاهش دما، عملیات در دمای 230°C تکرار شد. در این دما نمونه‌ها یک مرحله ایکپ شده، اما در مرحله دوم گسیخته شد. همچنین مطابق شکل ۷ در دمای 220°C پس از اولین مرحله از ایکپ ترک‌های عرضی و عمیق بر روی قطعه مشاهده شد که ناشی از فعال نبودن سیستم‌های لغزشی فرعی در ماده‌ی اولیه در این دما است.

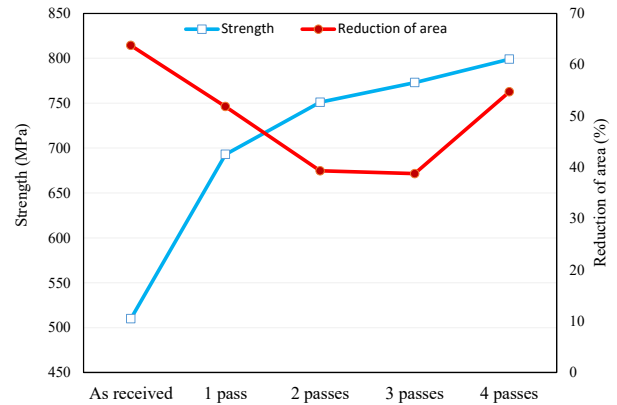
1 Scanning Electron Microscope (SEM)
2 TESCAN

اعمالی از دانه‌های مجاور، به مراتب بیشتر از یک تک‌کریستال خواهد بود. همچنین مرزدانه به عنوان یک مانع در مقابل حرکت نابجایی‌ها خواهد بود. این دو پدیده توجیه‌کننده ارتباط معکوس بین اندازه دانه و استحکام مکانیکی در رابطه مشهور هال-پیچ [۵] خواهد بود. بر این اساس از نتایج جدول ۱ می‌توان بیان داشت که بخش عمده‌ی ریز دانه شدن ساختار و در نتیجه افزایش استحکام مکانیکی در دو مرحله نخست از فرآیند ایکپ رخ داده است.

برای بررسی انعطاف‌پذیری نمونه‌ها از کمیت کاهش سطح مقطع استفاده شده است که در سطرهای سوم و چهارم جدول ۱ به ترتیب مقادیر این کمیت و نرخ تغییرات آن نسبت به نمونه اولیه گزارش شده است. در اولین مرحله از ایکپ انعطاف‌پذیری در مقایسه با ماده اولیه ۱۸/۶۹٪ کاهش یافته است و این کمیت در مرحله دوم ۳۸/۳۱٪ کاهش نشان می‌دهد. این روند کاهشی انعطاف‌پذیری در مرحله اول و دوم ایکپ به دلیل رشد چگالی نابجایی‌ها و تشکیل دانه‌هایی با زاویه بدآرایی بالا می‌باشد [۹]. اگر زاویه بدآرایی به مقدار کافی کوچک باشد، رفتار مکانیکی چندکریستال اعم از استحکام و انعطاف‌پذیری آن، به یک ماده همگن تک‌کریستال شباهت خواهد داشت. از سوی دیگر با افزایش زاویه بدآرایی، ریزساختاری ناهمگن ایجاد می‌شود که مرز دانه در حکم موانعی برای حرکت نابجایی‌ها عمل نموده و در نتیجه منجر به انباشته شدن نابجایی‌ها و بالا رفتن چگالی آن و در نتیجه افزایش استحکام و کاهش انعطاف‌پذیری خواهد شد. جدول ۱ نشان می‌دهد که ایکپ مرحله سوم تاثیر معناداری بر روی انعطاف‌پذیری نمونه تیتانیومی نداشته است. در حالی که در مرحله چهارم، انعطاف‌پذیری در مقایسه با مراحل قبلی بهبود یافته و کاهش سطح مقطع به ۵۴/۷۱٪ می‌رسد. محققین، این بهبود انعطاف‌پذیری را در مراحل پایانی روش‌های تغییر شکل مومسان شدید، به شکسته شدن دانه‌های با زاویه بدآرایی بالا و به وجود آمدن زیردانه با زاویه بدآرایی پایین‌تر درون دانه‌های قبلی (ساختار حاوی دانه/زیردانه) مرتبط می‌دانند. در نتیجه این پدیده ریزساختار همگن‌تر شده و افزایش هم‌زمان انعطاف‌پذیری و استحکام حاصل می‌شود [۲۴].

در جدول ۲ استحکام کششی نهایی (σ_u) برای تیتانیوم خالص درجه ۲، به دست آمده از این پژوهش با مقالات دیگر مورد مقایسه قرار گرفته است. کمیت $\frac{\Delta\sigma_u}{\sigma_{u,current}}$ درصد افزایش استحکام در این مقاله در مقایسه با مقالات دیگر را مشخص می‌کند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، در این پژوهش افزایش استحکام قابل قبولی در مقایسه با پژوهش‌های مشابه بدست آمده است.

همچنین در جدول ۱ استحکام کششی نهایی (σ_u) و درصد رشد آن نسبت به مرحله اول ($\Delta\sigma_u$) و نیز درصد کاهش سطح مقطع (r_A) و نرخ تغییرات آن نسبت به اولین مرحله (Δr_A) به صورت کمی نشان داده شده است.



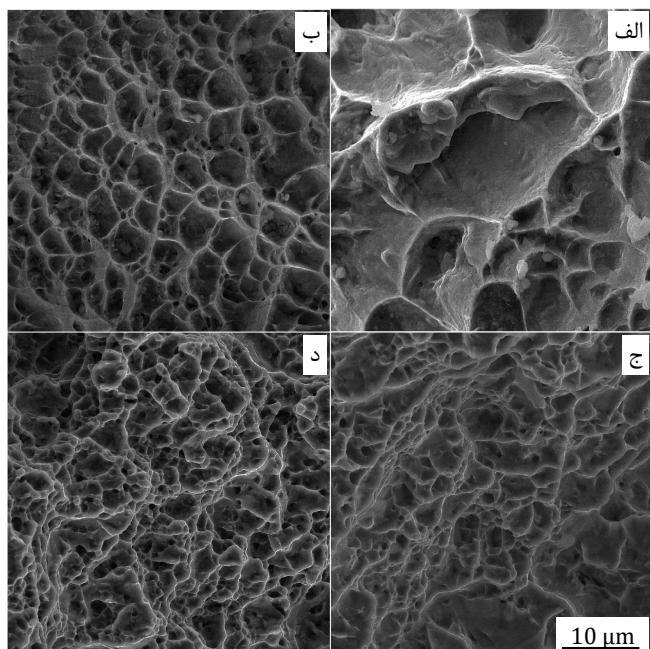
شکل ۸: اثر تعداد مراحل ایکپ گرم بر استحکام کششی نهایی و درصد کاهش سطح مقطع تیتانیوم

جدول ۱: مقایسه استحکام کششی نهایی و کاهش سطح مقطع نمونه‌های ایکپ شده با نمونه اولیه

مرحله	مرحله	مرحله	مرحله	نمونه	
اول	دوم	سوم	چهارم	اولیه	
۶۳۹	۷۵۱	۷۷۳	۷۹۹	۵۱۰	σ_u (MPa)
۳۵/۸۸	۴۷/۲۵	۵۱/۵۷	۵۶/۶۷	۰	$\Delta\sigma_u$ (%)
۵۱/۸۳	۳۹/۳۲	۳۸/۷۷	۵۴/۷۱	۶۳/۷۴	r_A (%)
-۱۸/۶۹	-۳۸/۳۱	-۳۹/۱۷	-۱۴/۱۷	۰	Δr_A (%)

همان‌طور که از نتایج جدول ۱ بر می‌آید در حالی که در اولین مرحله ۳۵ درصد افزایش استحکام رخ داده است، این روند در ادامه کاهش یافته است به‌گونه‌ای که در مراحل بعدی به ترتیب ۱۱/۳۷، ۴/۳۲ و ۵/۱ درصد افزایش استحکام نسبت به مرحله قبل مشاهده می‌شود. این کاهش نرخ سخت‌شوندگی می‌تواند در نتیجه افزایش چگالی نابجایی‌ها و اشباع شدن نابجایی‌ها در سیستم کریستالی ماده با افزایش تعداد مرحله باشد. در یک چندکریستال به علت تغییر تصادفی جهت‌گیری دانه‌های مختلف، عامل اسمیت^۱ از یک دانه به دانه مجاور تغییر خواهد کرد، لذا تنش سیلان برشی برای فعال شدن مکانیزم تغییر شکل مومسان در یک چندکریستال به علت محدودیت

1 Schmidt Factor



شکل ۱۰: تصویر مقطع شکست، الف- نمونه دریافتی، ب- یک مرحله، ج- سه مرحله، د- چهار مرحله ایکپ در دمای ۲۶۰ °C

۴- نتیجه گیری

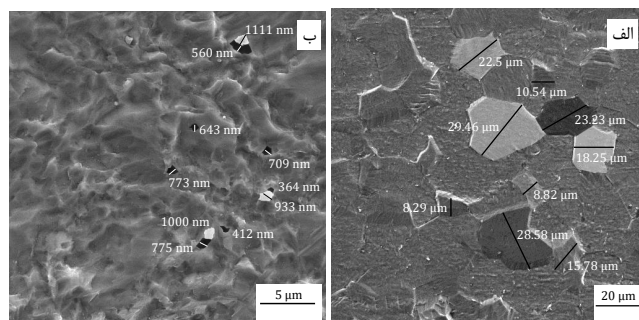
در این پژوهش ایکپ گرم تیتانیوم خالص تجاری درجه ۲ مورد مطالعه قرار گرفت. قالب مورد استفاده با زاویه کانال ۹۰ درجه، کرنش ۱/۰۱۹ در هر مرحله به قطعه اعمال می‌کند. با استفاده از ترکیب روان کار دما بالای مولیبدن دی‌سولفاید و فیلم جامد فویل مسی، دمای فرآیند نسبت به مقالات مشابه کاهش داشته است. با سعی و خطا در دمای ۲۶۰ °C چهار مرحله ایکپ موفق انجام و این دما به عنوان دمای بهینه انتخاب شد. بر روی نمونه‌های موفق، آزمون کشش و تحلیل مقطع شکست انجام گرفته است. خلاصه مهم‌ترین نتایج به دست آمده از پژوهش به این شرح است:

۱. در دمای ۲۲۰ °C به دلیل فعال نبودن سیستم‌های لغزشی فرعی، اعمال کرنش ۱/۰۱۹ باعث شیارهای عمیق و شکست قطعه می‌شود.
۲. ایکپ در قالب با زاویه کانال ۹۰ درجه در دمای ۲۳۰ °C فقط برای یک مرحله امکان‌پذیر است، اما در دمای ۲۶۰ °C و با استفاده از مسیر B_C تا ۴ مرحله فرآیند ایکپ موفقیت‌آمیز بوده است.
۳. نتایج آزمون کشش نمونه‌های ایکپ شده در دمای ۲۶۰ °C نشان داد، در حالی که مرحله اول ایکپ سبب افزایش استحکام و کاهش انعطاف‌پذیری شده، پس از ۴ مرحله، علاوه بر افزایش استحکام، انعطاف‌پذیری افزایش می‌یابد.
۴. با استفاده از سیستم روانکاری مناسب در این پژوهش و در

جدول ۲: مقایسه‌ی استحکام کششی نهایی نمونه‌ی ایکپ شده در این تحقیق با نتایج مقالات مشابه

$\frac{\Delta\sigma_u}{\sigma_u^{current}} \times 100$	σ_u (MPa)	
۰	۷۹۹	تحقیق حاضر
۱۹/۳	۶۴۵	استولیاروف [۱۷]
۴/۹	۷۶۰	پورسک [۱۴]
۱۲/۴	۷۰۰	کنگ [۱۵]
۱/۱	۷۹۰	سوردی [۱۶]

در شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ی خام و نمونه ۴ مرحله ایکپ شده در دمای ۲۶۰ °C در مقطع برش عمود بر محور قطعه نشان داده شده است. همانطور که از شکل ۹-الف مشخص است، ریزساختار نمونه اولیه دارای دانه‌های درشت با اندازه متوسط ۱۸۳۸۵ نانومتر است. در حالی که ریزساختار ماده پس از انجام ۴ مرحله ایکپ مطابق شکل ۹-ب کاملاً تغییر کرده و ساختار فوق ریزدانه با مقدار متوسط ۷۲۹ نانومتر به دست آمده است. این ریز شدن ساختار پس از ۴ مرحله ایکپ، افزایش خواص مکانیکی ماده را که در بخش‌های قبل گزارش شد؛ به درستی توجیه می‌کند.



شکل ۹: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از الف- نمونه خام اولیه، ب- نمونه پس از ۴ مرحله ایکپ

در شکل ۱۰ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مقطع شکست نمونه‌های آزمون کشش از ماده اولیه و نمونه‌های ایکپ شده در دمای ۲۶۰ °C نمایش داده شده است. در این تصاویر گسیختگی حفره‌ها در تیتانیوم به وضوح مشخص است. مشاهده می‌شود که با ازدیاد مراحل ایکپ، حفره‌ها ریزتر و تعدادشان زیادتر می‌شود. کشیدگی زیاد حفره‌ها در مرحله چهارم نشان‌دهنده انعطاف‌پذیری زیاد محلی و افزایش آن نسبت به مرحله‌های پایین‌تر است. به علاوه یکنواخت‌تر شدن توزیع حفره‌ها در مرحله چهارم حاکی از همگن‌تر شدن ماده است.

1 Dimpled Rupture

of commercially pure titanium: microstructure and properties, *Journal of Materials Science*, 49(19) (2014) 6803-6812.

- [10] R. Valiev, Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties, *Nature materials*, 3(8) (2004) 511-516.
- [11] V. Segal, V. Reznikov, A. Drobyshvskii, V. Kopylov, Plastic working of metals by simple shear, *Russ. Met.*, (1) (1981) 99-105.
- [12] 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*, 25(5) (2015) 1353-1366.
- [13] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, I.V. Alexandrov, T.C. Lowe, R.Z. Valiev, Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, *Materials Science and Engineering: A*, 299(1-2) (2001) 59-67.
- [14] G. Purcek, O. Saray, O. Kul, I. Karaman, G. Yapici, M. Haouaoui, H. Maier, Mechanical and wear properties of ultrafine-grained pure Ti produced by multi-pass equal-channel angular extrusion, *Materials Science and Engineering: A*, 517(1) (2009) 97-104.
- [15] 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*, 31 (2010) S54-S60.
- [16] V.L. Sordi, M. Ferrante, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular pressing and by rolling, *Journal of Materials Science*, 47(22) (2012) 7870-7876.
- [17] V. Stolyarov, L. Zeipper, B. Mingler, M. Zehetbauer, Influence of post-deformation on CP-Ti processed by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, 476(1) (2008) 98-105.
- [18] V. Stolyarov, V. Latysh, R. Valiev, Y. Zhu, T. Lowe, The development of ultrafine-grained Ti for medical applications, in: *Investigations and Applications of*

نتیجه کاهش دمای ایکپ موفق در کانال ۹۰° تا ۲۶۰° C، در مقایسه با پژوهش‌های مشابه، استحکام کششی نهایی بیشتری به دست آمد.

۵. تحلیل تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نشان داد که اندازه‌ی دانه نمونه از مقدار متوسط اولیه ۱۸۳۸۵ نانومتر پس از ۴ مرحله ایکپ به ۷۲۹ نانومتر کاهش یافته است. همچنین تصاویر مقطع شکست نشان داد که پس از ایکپ نمونه‌ها در دمای ۲۶۰° C حفره‌هایی ریز، کم عمق و با توزیع یکنواخت نسبت به نمونه‌های قبلی ایجاد شد که نشان‌دهنده همگن‌تر شدن معنی‌دار ساختار می‌باشد.

مراجع

- [1] R.Z. Valiev, I.P. Semenova, V.V. Latysh, H. Rack, T.C. Lowe, J. Petruzelka, L. Dluhos, D. Hrusak, J. Sochová, Nanostructured titanium for biomedical applications, *Advanced engineering materials*, 10(8) (2008).
- [2] Y. Okazaki, E. Gotoh, Comparison of metal release from various metallic biomaterials in vitro, *Biomaterials*, 26(1) (2005) 11-21.
- [3] Y. Li, C. Wong, J. Xiong, P. Hodgson, C. Wen, Cytotoxicity of titanium and titanium alloying elements, *Journal of dental research*, 89(5) (2010) 493-497.
- [4] B. Ratna Sunil, A. Thirugnanam, U. Chakkingal, T. Sampath Kumar, Nano and ultra fine grained metallic biomaterials by severe plastic deformation techniques, *Materials Technology*, 31(13) (2016) 743-755.
- [5] E. Hall, The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results, *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64(9) (1951) 747.
- [6] K. Edalati, Z. Horita, A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988, *Materials Science and Engineering: A*, 652 (2016) 325-352.
- [7] P. Lejček, Grain boundaries: description, structure and thermodynamics, in: *Grain Boundary Segregation in Metals*, Springer, 2010, pp. 5-24.
- [8] J. Li, J. Zhao, S. Liu, M. Han, Effects of low angle boundaries on the mechanical properties of single crystal superalloy DD6, *Superalloys*, (2008) 443-451.
- [9] A. Podolskiy, H. Ng, I. Psaruk, E. Tabachnikova, R. Lapovok, Cryogenic equal channel angular pressing

- pressing, Metallurgical and Materials Transactions A, 34(7) (2003) 1555-1558.
- [22] C. Wegst, Key to steel, Verlag Stahlschlüssel Wegst GMBH, (0.050) (1998) 0.004.
- [23] T. Kon'Kova, S.Y. Mironov, A. Korznikov, Severe cryogenic deformation of copper, The Physics of Metals and Metallography, 109(2) (2010) 171-176.
- [24] D. Gunderov, A. Polyakov, I. Semenova, G. Raab, A. Churakova, E. Gimaltdinova, I. Sabirov, J. Segurado, V. Sitdikov, I. Alexandrov, Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing, Materials Science and Engineering: A, 562 (2013) 128-136.
- Severe Plastic Deformation, Springer, 2000, pp. 367-372.
- [19] Application Data Sheet:
Mechanical Properties of Copper and Copper Alloys at Low Temperatures, in, Copper Development Association Inc., https://www.copper.org/resources/properties/144_8/, 2017.
- [20] 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, 30(5) (1999) 1425-1435.
- [21] I. Kim, J. Kim, D.H. Shin, K.-T. Park, Effects of grain size and pressing speed on the deformation mode of commercially pure Ti during equal channel angular

