

## بررسی تأثیر تغییر شکل پلاستیکی شدید بر ریزساختار آلیاژ Ti-6Al-4V

مهدی جلالی<sup>۱\*</sup>، خسرو فرمنش<sup>۱</sup>، عبدالرضا سلطانی پور<sup>۱</sup>

<sup>۱</sup>دانشگاه صنعتی مالک اشتر اصفهان، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، ایران.

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۳/۵/۴، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۴/۱۱/۵، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۵/۲/۲۶

ادداشت فنی

**چکیده** در این تحقیق به منظور بررسی تأثیر تغییر شکل پلاستیکی شدید بر روی ریز ساختار آلیاژ Ti-6Al-4V، فرایند نورد تجمعی تا چهار سیکل در دمای ۳۰۰ درجه سانتی گراد بر روی این آلیاژ صورت گرفت. جهت بررسی تغییرات فازی و مشاهده تغییرات اندازه دانه آزمون پرتو ایکس انجام شد. نتایج نشان می دهد پس از سیکل اول نورد تجمعی، تغییرات زیادی در الگوی پراش پرتو ایکس ایجاد گردیده که به دلیل کاهش اندازه دانه و به وجود آمدن بافت درون نمونه می باشد. در ضمن تغییرات الگوی پراش در سیکل های بعدی بسیار کم است که دلیل آن می تواند وقوع بازبازی دینامیکی به علت میزان بالای انرژی نقص چیدمان این آلیاژ باشد. به منظور بررسی تحولات ریز ساختاری از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان و جهت تعیین اندازه دانه از میکروسکوپ الکترونی عبوری استفاده شد. نتایج بیانگر به وجود آمدن ساختار غالب هم محور فوق ریز دانه شامل فازهای  $\beta+\alpha$  در سیکل چهارم نورد تجمعی و تشکیل دانه هایی با اندازه در حدود ۸۰ نانومتر است.

**کلمات کلیدی:** آلیاژ Ti-6Al-4V، تغییر شکل پلاستیکی شدید، نورد تجمعی، ریز ساختار.

## Investigation of Severe Plastic Deformation Effect on Microstructure of Ti-6Al-4V Alloy

M. Jalali<sup>1</sup>, K. Farmanesh<sup>2</sup>, A. Soltani Pour<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Master Student of Metallurgy Engineering, Malek Ashtar University, Iran.

<sup>2</sup>Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Malek Ashtar University, Iran.

**Abstract** In this study for investigation of severe plastic deformation effect on microstructure of Ti-6Al-4V alloy the accumulative roll bonding (ARB) process applied up to four cycles (equivalent strain of 3.2) at 300 °C. X-ray Diffraction (XRD) test was done for study of phase variation and observations of grain size variations. The results shows after the end of first cycle of ARB, many variations in XRD patterns were made which are results of grain size and texture in material. In addition, variations in XRD pattern are very low, as a result of happening in dynamical recovery because of stacking fault energy high rate of this alloy. For investigating of microstructural alloy of optical microscopy and field emission scanning electron microscopy (FESEM) and for measuring of grain size of transmission electron microscopy (TEM) are used. The results shows that ultra fine grain structure are including  $\beta+\alpha$  phases in fourth cycles of ARB and shall produce grain with about approximately 80 nm.

**Keywords:** Ti-6Al-4V alloy, Severe plastic deformation, Accumulative roll bonding, Microstructure.

## ۱- مقدمه

در سال‌های اخیر، بررسی روش‌های تولید و خواص مکانیکی مواد با اندازه دانه نانومتری یا بسیار ریزدانه<sup>۱</sup> (با اندازه دانه بین ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ نانومتر) موضوع بسیاری از تحقیقات انجام شده در زمینه علم مواد و علوم مرتبط با آن می‌باشد [۱]. روش تغییر شکل پلاستیک شدید<sup>۲</sup>، یکی از روش‌های جدید تولید مواد بسیار ریز دانه است. اصول این روش، اعمال کرنش به ماده فلزی بدون تغییر ابعاد ظاهری آن می‌باشد. به این ترتیب در اثر اعمال کرنش، امکان اصلاح ریزساختار، کاهش اندازه دانه‌ها تا مقیاس نانومتری و بهبود خواص مکانیکی نمونه فلزی فراهم می‌آید [۲]. از جمله روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید که تاکنون بر روی آلیاژ Ti-۶Al-۴V صورت گرفته می‌توان به فرایندهایی از قبیل اکستروژن در کانال زاویه‌دار هم مقطع<sup>۳</sup> [۳]، آهنگری چند محوره<sup>۴</sup> [۴]، اکستروژن هیدرواستاتیکی<sup>۵</sup> [۵] و پیچش تحت فشار بالا<sup>۶</sup> [۶] اشاره کرد. ولی تاکنون مقاله‌ای در خصوص انجام فرایند نورد جمعی به عنوان یک روش تغییر شکل پلاستیک شدید بر روی آلیاژ Ti-۶Al-۴V منتشر نشده است. تحقیقات پیشین محققین اکثراً بر روی فرایند نورد جمعی ساختارهای مکعبی با وجوه مرکزدار و مکعب مرکزدار متمرکز بوده و به ندرت فرایند نورد جمعی بر روی ساختارهای شش وجهی متراکم انجام شده است. این تحقیقات تشکیل ساختار لایه‌ای را پس از سیکل‌های فرایند نورد جمعی نشان می‌دهد [۷]. تشکیل ساختار هم محور در مواد با شبکه کریستالی مکعبی با وجوه مرکزدار و مکعب مرکزدار تنها پس از فرایند آنیل نمونه‌های نورد جمعی مشاهده شده است [۸]. برای اولین بار آقای ترادا [۷] نشان داد که تیتانیوم خالص پس از سیکل دوم نورد جمعی دارای دو نوع ساختار می‌باشد. یکی ساختار لایه‌ای و دیگری ساختار هم محور که با افزایش سیکل‌های نورد جمعی درصد ساختار هم محور افزایش می‌یابد. این مطلب نشان می‌دهد که تشکیل ساختار هم محور مشخصه مواد با ساختار کریستالی شش وجهی متراکم و یا حداقل تیتانیوم است. هدف از این پژوهش تولید ورق آلیاژ Ti-۶Al-۴V بسیار ریز دانه به وسیله فرایند نورد جمعی می‌باشد.

## ۲- روش تحقیق

در این تحقیق از آلیاژ V Ti-۶Al-۴ استفاده شد که برای بررسی ترکیب شیمیایی این آلیاژ، از روش طیف سنجی نشر نوری پایه تیتانیوم استفاده گردید. نتایج حاصل از طیف سنجی نشر نوری در جدول (۱) آورده شده است.

جدول ۱: ترکیب شیمیایی آلیاژ Ti-۶Al-۴V (بر حسب درصد وزنی، %wt)

نام عنصر	Ti	Al	V	Cu	Mo	Fe
درصد	Base	۵/۸۸	۴/۲۷	<۱/۰	<۰/۵	<۰/۱

در ابتدا نوارهایی از آلیاژ Ti-۶Al-۴V به ضخامت ۱ میلی‌متر و ابعاد ۴۰ در ۱۲۰ میلی‌متر تهیه شده و چهار گوشه آن سوراخ کاری می‌شود. به منظور آماده‌سازی سطحی ورق‌ها جهت انجام فرایند نورد جمعی، ورق‌ها با استون چربی‌زدایی شده و برای از بین بردن اکسیدهای سطحی سنباده کاری می‌گردند. در ادامه برای ایجاد زبری مناسب با استفاده از برس سیمی، ورق‌ها برس کاری می‌شوند. بعد از عملیات سطحی، دو سطح برس کاری شده روی هم قرار گرفته و با سیم مسی محکم به هم بسته و در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ دقیقه تحت گاز محافظ آرگون پیش گرم شده و تحت فرایند نورد قرار می‌گیرد. با توجه به این‌که افزایش دمای پیش گرم سبب کاهش خواص مکانیکی شده و می‌تواند موجب رشد دانه‌ها شود، در کمترین دمایی که اتصال مناسب امکان‌پذیر است، نمونه‌ها پیش گرم می‌شوند. افت دمایی قابل ملاحظه‌ای در لحظات کوتاه خروج نمونه از کوره و انجام فرایند نورد وجود دارد، به طوری که فرایند نورد در دمای حدود ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد صورت می‌گیرد. بعد از انجام نورد، نمونه‌ها به مدت ۱ ساعت در دمای ۶۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت اتمسفر گاز محافظ آرگون تنش‌زدایی می‌شود. سپس در راستای طولی به دو قسمت مساوی بریده شده و مراحل قبلی مجدداً تا چهار سیکل تکرار می‌گردد. قطر غلتک‌های نورد مورد استفاده، ۱۴۵ میلی‌متر بوده و با سرعت ۱۵ دور بر دقیقه نورد انجام شد.

آزمون پراش پرتو ایکس توسط دستگاه مدل Philips PW۳۰۴۰ با ولتاژ ۴۰ کیلوولت و جریان ۳۰ میلی‌آمپر

<sup>۴</sup>- Multi Directional Forging (MDF)

<sup>۵</sup>- Hydrostatic Extrusion (HE)

<sup>۶</sup>- High Pressure Torsion (HPT)

<sup>۱</sup>- Ultra Fine Grain (UFG)

<sup>۲</sup>- Severe Plastic Deformation (SPD)

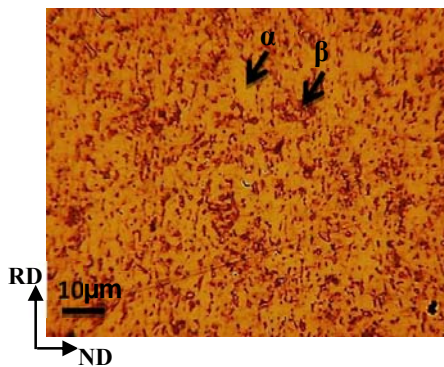
<sup>۳</sup>- Equal Channel Angular Extrusion (ECAE)

را براساس پهن شدگی پیک مشاهده شده امکان پذیر می کند [۱۰].

بررسی فاصله بین صفحات ماده اولیه و نمونه های پس از سیکل های نورد تجمعی، نشان می دهد که تغییر در فاصله بین صفحات بسیار جزئی می باشد. این مطلب بیانگر آن است که پهن شدگی پیک ها ناشی از ریزش دانه ها و کرنش غیریکنواخت، تأثیری بر پهن شدن پیک ها ندارد.

عدم تغییرات محسوس الگوی پراش در سیکل های نورد تجمعی می تواند به دلیل وقوع بازیابی دینامیکی به علت میزان بالای انرژی نقص چیدمان این آلیاژ باشد [۱۱]. همچنین تغییر قابل ملاحظه ای در مقادیر فازهای  $\alpha$  و  $\beta$  طی سیکل های فرایند نورد تجمعی ایجاد نشده است.

تصویر میکروسکوپ نوری از آلیاژ Ti-۶Al-۴V اولیه در شکل (۲) نشان داده شده است. این نمونه دارای یک ساختار هم محور شامل زمینه  $\alpha$  و  $\beta$  استحال یافته می باشد. اندازه متوسط دانه های  $\alpha$  در حدود ۵ میکرون است.



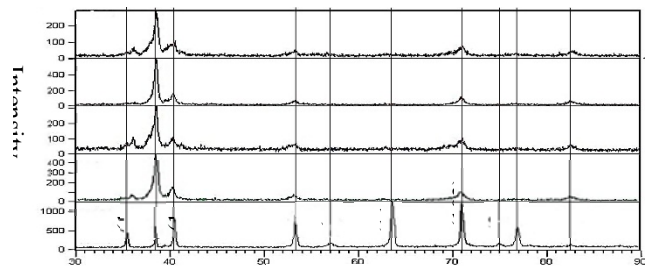
شکل (۲). تصویر میکروسکوپ نوری از ریز ساختار نمونه اولیه.

در شکل (۳) تصاویر میکروسکوپ نوری از مقطع جهت نورد - عمود به جهت نورد برای سیکل های اول تا چهارم قابل (به ترتیب الف تا د) مشاهده می باشد. از مقایسه شکل (۲) و (۳) کاملاً کشیدگی فاز  $\beta$  استحال یافته پس از اولین سیکل فرایند نورد تجمعی مشخص می باشد. فاز  $\beta$  استحال یافته به صورت کشیده شده در راستای جهت نورد و در زمینه  $\alpha$  مشاهده می شود. مطابق تصاویر تقریباً تا سیکل سوم فرایند نورد تجمعی، کشیدگی دانه ها ادامه دارد ولی در سیکل چهارم مرزهای کوتاه عرضی اتصال دهنده، مرزهای لایه ای را قطع کرده است [۱۲]. محققین نشان داده اند که در سیکل های اولیه نورد تجمعی ساختار لایه ای

توسط لامپ مسی با طول موج  $1/54183$  آنگستروم انجام شد. به منظور بررسی تغییرات ریزساختاری، ماده اولیه و نمونه های نورد تجمعی شده در صفحه جهت نورد - عمود به جهت نورد توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان مدل Hitachi S۴۱۶۰ بررسی گردید. همچنین جهت تعیین اندازه دانه از میکروسکوپ الکترونی عبوری ۱۰۰ کیلو ولت مدل Philips EM۲۰۸S استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

شکل (۱) نمودار پراش پرتو ایکس مربوط به ماده اولیه و نمونه های نورد تجمعی شده را نمایش می دهد. در قسمت (الف) پراش پرتو ایکس ماده اولیه و در قسمت های (ب - ه) به ترتیب پراش پرتو ایکس نمونه های سیکل اول تا چهارم نورد تجمعی، آورده شده است.



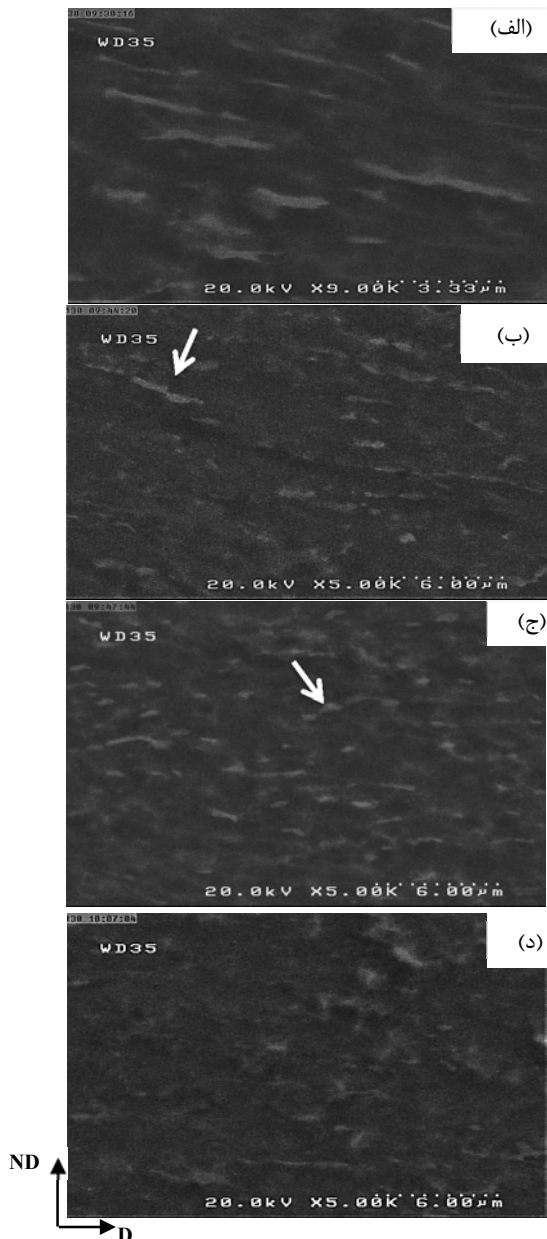
شکل ۱. نمودار پراش پرتو ایکس؛ (الف) ماده اولیه، (ب)، (ج)، (د)، (ه) و (و) سیکل نورد تجمعی.

همان گونه که در شکل (۱) مشخص می باشد، مقایسه سیکل های اول تا چهارم فرایند نورد تجمعی با ماده اولیه، نشان می دهد که پیک های پراش پرتو ایکس پس از فرایند نورد پهن تر شده اند. دلیل پهن شدن پیک ها می تواند کاهش اندازه دانه مطابق با رابطه دبی - شرر باشد [۹]. به غیر از کاهش اندازه دانه، کرنش غیریکنواخت اعمالی بر روی نمونه نورد تجمعی شده نیز می تواند سبب پهن شدن پیک ها شود. جهت بررسی رابطه نایکنواختی کرنش و پهن شدگی می توان از رابطه (۱) استفاده نمود [۱۰].

$$b = \Delta 2\theta = -2 \Delta d/d \tan \theta$$

که در آن  $b$ : پهن شدگی اضافی مربوط به تغییر نسبی در فاصله صفحات  $d/d\Delta$  است. این معادله محاسبه تغییر کرنش ( $d/d\Delta$ )

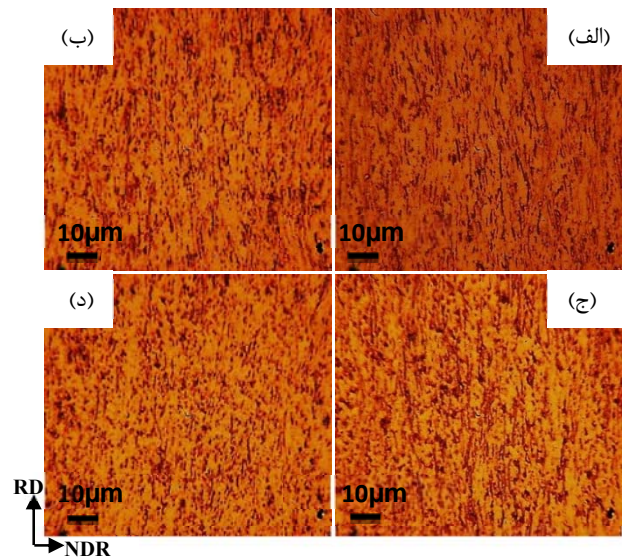
دینامیکی در فرایند نورد تجمع می‌گردد که سبب به وجود آمدن ساختار هم محور از ساختار لایه‌ای می‌شود [۱۵].



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان از مقطع جهت نورد - عمود به جهت نورد؛ (الف) ۱، (ب) ۲، (ج) ۳ و (د) ۴ سیکل نورد جمع می‌شود.

همچنین یکی از مکانیزم‌هایی که می‌تواند موجب شکسته شدن فاز لایه‌ای  $\beta$  و در نتیجه شکل‌گیری ساختار هم محور شود، به وجود آمدن باندهای برشی است. محققین نشان داده‌اند که به وجود آمدن باندهای برشی در شرایطی که سیستم‌های لغزشی فعال تیتانیوم محدود است و اجازه تغییر شکل را نمی‌دهد، ممکن می‌باشد [۷ و ۱۶]. این باندهای برشی با تمرکز کرنشی

کشیده‌ای شکل می‌گیرد و با افزایش تعداد سیکل‌های فرایند، مرزهای کوتاه عرضی اتصال دهنده، مرزهای لایه‌ای را به همدیگر اتصال می‌دهند [۱۳]. بررسی ساختاری نمونه سیکل چهارم نورد جمع می‌شود، دو نوع ریزساختار را نشان می‌دهد. اول ساختار لایه‌ای فاز  $\beta$  کشیده شده در راستای جهت نورد می‌باشد که درصد کمی از ساختار نمونه را شامل می‌شود و نوع دوم که ساختار غالب را تشکیل می‌دهد، ریز ساختاری با دانه‌های هم محور فازهای  $\alpha$  و  $\beta$  می‌باشد.



شکل ۳. تصویر میکروسکوپ نوری سطح مقطع جهت نورد - عمود به جهت نورد؛ (الف) ۱، (ب) ۲، (ج) ۳ و (د) ۴ سیکل نورد جمع می‌شود.

شکل (۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان، برای نمونه‌های سیکل اول تا چهارم فرایند نورد جمع می‌را نشان می‌دهد. در شکل (۴ - الف)، پس از سیکل اول فرایند کشیدگی واضحی در لایه‌های فاز  $\beta$  در راستای نورد قابل مشاهده می‌باشد. لایه‌های فاز  $\beta$  پس از سیکل دوم فرایند شکسته شده است. فلش شکل (۴ - ب) ناحیه نازک شده در فاز  $\beta$  را نشان می‌دهد. پس از سیکل سوم فرایند نیز فاز  $\beta$  به صورت لایه‌ای و شکسته شده مشاهده می‌شود (شکل (۴ - ج)). در سیکل چهارم فرایند به علت افزایش میزان کرنش تا ۳/۲ [۱۴] انرژی بیشتری جهت شکسته شدن فاز  $\beta$  تأمین شده و فاز  $\beta$  شکسته شده در زمینه  $\alpha$  پراکنده شده است (شکل (۴ - د)). اعمال میزان زیاد کرنش در دمای بالا به نمونه‌ای که دارای انرژی نقص چیدمان زیاد می‌باشد و می‌تواند باعث وقوع فرایند بازیابی

شکل نقطه‌ای یا حلقه‌ای الگوی پراش ناحیه انتخابی، به اندازه و تعداد کریستال‌های شرکت کننده در پراش بستگی دارد. هر چه اندازه دانه‌ها ریزتر، الگو پهن‌تر و حلقه‌ای‌تر می‌شود [۱۷]. با توجه به این که الگوی پراش ناحیه انتخابی نمونه چهار سیکل نورد تجمعی شده (شکل ۵-ب) شکل حلقه‌ای دارد، می‌توان انتظار داشت که پس از چهار سیکل نورد تجمعی بر روی آلیاژ Ti-۶Al-۴V، مقدار زیادی مرز دانه زاویه زیاد ایجاد شده بنابراین واضح می‌باشد که یک ساختار بسیار ریزدانه تشکیل شده است. همان‌طور که در شکل (۵-الف) مشاهده می‌گردد دانه‌هایی با اندازه در حدود ۸۰ نانومتر در نمونه سیکل چهارم نورد تجمعی ایجاد گردیده است.

#### ۴- نتیجه‌گیری

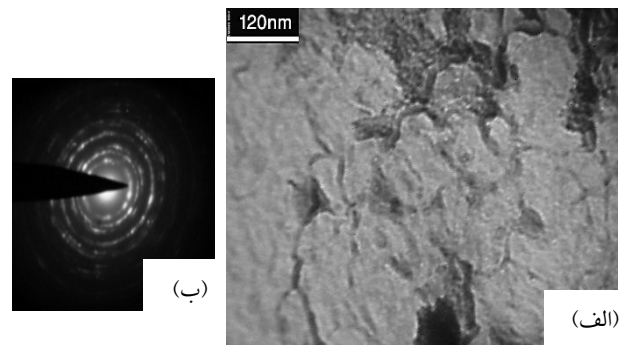
در تحقیق حاضر، فرایند نورد تجمعی تا چهار سیکل به صورت موفقیت آمیز بر روی آلیاژ Ti-۶Al-۴V انجام شد. نتایج بیانگر آن است که از اولین سیکل فرایند نورد تجمعی کشیدگی در راستای نورد و ریز دانه شدن اتفاق افتاده است. با توجه به وقوع بازیابی دینامیکی به دلیل میزان کرنش زیاد، دمای بالا و انرژی نقص چیدمان بالای این آلیاژ، در سیکل چهارم ساختار هم محور  $\alpha$  و  $\beta$  مشاهده می‌شود. مشاهده تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی عبوری ایجاد دانه‌هایی در حدود ۸۰ نانومتر را نشان می‌دهد. همچنین پهن شدن پیک‌های الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های نورد تجمعی شده نسبت به ماده اولیه، مؤید ریز دانه شدن نمونه از سیکل اول فرایند نورد تجمعی است.

#### مراجع

1. K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven and S. Suresh, *Acta Materialia*, 2003, 51, 5743-5774.
2. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev and I.V. Alexandrov, *Progress in Materials Science*, 2000, 45, 103-189.
3. G.G. YAPICI, Texas A&M University, DOCTOR OF PHILOSOPHY, August 2007.
4. S. Zherebtsov, G. Salishcheva, R. Galeyev and K. Maekawa, *Materials Transactions*, 2005, Vol. 46, No. 9, 2020 - 2025.
5. S. Zherebtsova, G. Salishcheva and W. Łojkowski, *Materials Science and Engineering: A*, 2009, Volume 515, 43-48.
6. A.V. Sergueeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev and A.K. Mukherjee, *Scripta mater*. 2000, 43, 819-824.

بالا، دانسیته بالایی از نابعی‌ها را سبب می‌شود و در نتیجه شکل‌گیری ریزساختارهای دانه ریزتری مورد انتظار است.

شکل (۵) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری و الگوی پراش ناحیه انتخابی<sup>۱</sup> مربوطه را برای سیکل چهارم فرایند نورد تجمعی نشان می‌دهد. با توجه به عدم دسترسی به تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با قدرت تفکیک زیاد، تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری به منظور تحلیل ریزساختاری نبوده و در راستای تأیید نتایج آزمون پراش پرتو ایکس می‌باشد.



شکل ۵. (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری و (ب) الگوی پراش ناحیه انتخابی مربوطه برای سیکل چهارم فرایند نورد تجمعی.

مکانیزم اصلی بازیابی در اینجا تشکیل دانه فرعی است. عواملی از قبیل انرژی نقص چیدمان بالا، کرنش زیاد و دمای بالای تغییر شکل موجب پیشرفت تشکیل یک دانه فرعی به جای یک ساختار سلولی در حین تغییر شکل می‌شوند. همان‌طور که مشخص می‌باشد در مواد چند بلوری که تحت کرنش‌های زیاد قرار می‌گیرند، ساختارهای نابعی‌ها ایجاد شده به هنگام تغییر شکل و آنیل متعاقب بسیار پیچیده است. دلیل این پیچیدگی وجود نابعی‌هایی با چندین بردار برگرز در این ساختارها می‌باشد. در آلیاژهای با انرژی نقص چیدمان زیاد یا متوسط مانند آلیاژ Ti-۶Al-۴V، نابعی‌ها پس از تغییر شکل به صورت یک ساختار سلولی سه بعدی آرایش می‌یابند و دیواره سلول‌ها به صورت نابعی‌های در هم پیچیده می‌باشد. اندازه این سلول‌ها وابسته به نوع ماده و میزان کرنش اعمالی است. انتقال از نابعی‌های در هم پیچیده در دیواره سلول‌ها به تشکیل مرز دانه‌های فرعی را می‌توان به صورت یک مرحله مشخص در فرایند بازیابی در نظر گرفت [۱۵].

12. S.H. Lee, Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, and T. Sakai, *Scripta Materialia*, Vol. 46 (2002) 281-285.
13. X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, Y. Minamino, *Materials Science and Engineering A340* (2003) 265-271.
14. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai, *Acta Mater*, 1999, 47, 579-583.
15. F.J. Humphreys and M. Hatherly, *Second Edition*, Elsevier Science Ltd, 2004.
16. D.R. Chichili, K.T. Ramesh and K.J. Hemker, *J Mech Phys Solids* 52 (2004) 1889-1909.
17. A. Rezaee-Bazzaz and S. Ahmadian, *Materials and Design*, 2012, 34, 230-234.
7. D. Terada, S. Inoue and N. Tsuji, *J Mater Sci*, 2007, 42, 1673-1681.
8. N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito and Y. Minamino, *Scripta Mater*, 2002, 47, 893-899.
9. P.R. Parmar, M. H. Mangrola, B. H. Parmar and V. G. Joshi, *Multi Disciplinary Edu Global Quest (Quarterly)*, 2012, Volume 1, 146-154.
۱۰. بی. دی. کالیتی، مبنای پراش پرتو X (کاربردی)، اعتمادی، ب. عمیقیان، ج. انتشارات دانشگاه شیراز، شیراز، ۱۳۷۷.
11. K.Y. Zhu, A. Vassel, F. Brisset, K. Lu and J. Lu, *Acta Materialia*, 2004, 52, 4101-4110.