

بررسی تجربی استحکام کششی، سختی و ریزساختار و شبیه‌سازی اجزاء محدود نمونه تیتانیوم ساخته شده با روش ترکیبی سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای و اکستروژن برشی ساده

سیدمحمدرضا سده ئی

دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی بیرجند، بیرجند، ایران،
leader121@chmail.ir

محمد خسروی*

استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی بیرجند، بیرجند، ایران، mkhosravi@birjandut.ac.ir

یدالله یعقوبی نژاد

استادیار، مهندسی مواد و متالوژی، دانشگاه صنعتی بیرجند، بیرجند، ایران، yaghoobi.1364@gmail.com

حمید بهلولی

مربی، مهندسی مکانیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد بیرجند، بیرجند، ایران، hamidb123@gmail.com

چکیده

در این تحقیق نمونه تیتانیوم با استفاده از روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای ساخته و در دمای اتاق با روش اکستروژن برشی ساده تحت فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید قرار گرفت. تأثیر سینترینگ پلاسمای، آنیل و فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید بر تکامل ریزساختاری و خواص مکانیکی بررسی و سپس فرآیند اکستروژن توسط نرم‌افزار Deform از طریق روش اجزای محدود شبیه‌سازی شد. نتایج شبیه‌سازی تطابق خوبی را با آزمایشات تجربی نشان داده است. برای انتقال شکست ترد به شکست نرم جهت سهولت شکل‌دهی، نمونه تولیدی به مدت ۵ ساعت و در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس و تحت گاز محافظ آرگون آنیل شدند. استحکام کششی نمونه در مرحله سینترینگ ۶۱۲ مگاپاسکال ثبت شد که این عدد بعد از آنیل ۱۷/۸ درصد کاهش و بعد از یک پاس اکستروژن ۲۹/۹ درصد افزایش داشته که تأثیر بالای تغییر شکل پلاستیک شدید بر استحکام نمونه تیتانیوم را نشان می‌دهد. همچنین سختی نمونه در مرحله سینترینگ به عدد ۳۷۳ ویکرز رسیده است که بعد از آنیل ۱۶/۸ درصد کاهش و بعد از یک پاس اکستروژن ۱۰/۷ درصد افزایش داشته است. **واژه‌های کلیدی:** تیتانیوم، سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای، آنیل، اکستروژن برشی ساده، شبیه‌سازی.

Experimental study of tensile strength, hardness and microstructural properties and finite element simulation of titanium specimens made by the combined method of spark plasma sintering and simple shear extrusion

S. M. R. sedeh_e

Mechanical Engineering, Birjand University of Technology, Birjand, Iran

M. Khosravi

Mechanical Engineering, Birjand University of Technology, Birjand, Iran

Y. Yaghoobinejad

Materials and Metallurgy Engineering, Birjand University of Technology, Birjand, Iran

H. Bohloli

Department of Mechanical Engineering, Birjand Branch, Islamic Azad University, Birjand, Iran

Abstract

In this study, a titanium sample was fabricated using a spark plasma sintering method and subjected to a severe plastic deformation process at room temperature by a simple shear extrusion method. The effect of plasma sintering, annealing and severe plastic deformation process on microstructural evolution and mechanical properties was investigated and then the extrusion process was simulated by Deform software using finite element method. The simulation results show a good agreement with the experimental experiments. To transfer brittle fracture to soft fracture for ease of forming, the product sample was annealed for 5 hours at 800 °C under argon shielding gas. The ultimate tensile strength was measured at about 612 MPa for titanium sample produced through a spark plasma sintering (SPS), 503 MPa after annealing the SPS sample, and around 795 MPa after a one-pass of plastic deformation in simple shearing extrusion (SSE). Results clearly demonstrated the positive effect of severe plastic deformation on the strengthening of titanium specimens. Also, the hardness of the sample in the sintering stage reached 373 Vickers, which decreased by 16/8% after annealing and increased by 10/7% after an extrusion pass.

Keywords: Titanium, Spark plasma sintering, Annealing, Simple shear extrusion, Simulation.

۱- مقدمه

میلر) در ایجاد دوقلوبی^۱ و فعالیت سیستم‌های لغزش شناخته شده است [۳]. با این وجود استفاده از تیتانیوم خالص تجاری به دلیل ساختار درشت‌دانه و خصوصیات مکانیکی ضعیف حاصل از آن، برای برخی از کاربردهای مهندسی پزشکی از جمله ایمپلنت‌های دندان‌داری محدودیت است [۴]. بنابراین پژوهش‌های گسترده‌ای با هدف تولید مواد با پایه تیتانیوم با استحکام بالا انجام شده است [۵]. از این رو توجه

در سال‌های اخیر، تیتانیوم به دلیل زیست‌سازگاری، خواص غیر مغناطیسی، پایداری شیمیایی و همچنین مقاومت بالا در برابر خوردگی به عنوان ماده ایده‌آل در صنایع پزشکی و نظامی تبدیل شده است [۱ و ۲]. علاوه بر این، تیتانیوم بر خلاف سایر فلزات با ساختار هگزگونال، با شکل‌پذیری خوبی که از نسبت پارامترهای شبکه در جهت Z به X حاصل می‌شود (نسبت $\frac{c}{a}$ در بلورشناسی مطابق اندیس

¹ Twins

* نویسنده مکاتبه کننده، آدرس پست الکترونیکی: mkhosravi@birjandut.ac.ir

تاریخ دریافت: ۹۹/۰۱/۲۹

تاریخ پذیرش: ۹۹/۰۶/۱۰

زیادی به روش‌های مختلف تغییرشکل پلاستیک شدید^۱ معطوف شده است که می‌توان به تولید مواد فوق ریزدانه با تغییرشکل پلاستیک شدید^۲، مدل‌سازی و توسعه مواد مبتنی بر تیتانیوم نانوساختار برای ایمپلنت‌های پزشکی^۳، روابط سختی و مقاومت در فلزات ریزدانه شده از طریق فشردن در فشار محدود^۴، ریز کردن دانه و خواص مکانیکی تیتانیوم کار شده با نورد تجمعی گرم^۵ و تکامل ریزسختی و مشخصات مکانیکی تیتانیوم خالص تجاری ریزدانه شده توسط پیچش فشاری^۶ اشاره کرد. این روش‌ها می‌توانند با اعمال فشار برشی و تحمیل کرنش زیاد به نمونه‌ها از طریق روش‌های پیچیده تک یا چند مرحله‌ای، مواد با تخلخل بسیار کم را تولید کنند^۷ [۳،۶،۱۱]. وجود فشار هیدرواستاتیک، و در نتیجه ریز شدن شدید دانه‌ها، و ثابت بودن ابعاد قطعه کار به عنوان ویژگی‌های اصلی فرآیندهای تغییرشکل شدید پلاستیک تلقی می‌شود^۸ [۶]. اکستروژن برشی ساده^۹، پرسکاری (اکستروژن) در کانال هم مقطع زاویه‌دار^{۱۰}، پیچش با فشار بالا^{۱۱}، نورد تجمعی^{۱۲}، اکستروژن حلقوی^{۱۳} و اکستروژن پیچشی^{۱۴} تاکنون به عنوان برجسته‌ترین و گسترده‌ترین رویکردهای تغییرشکل پلاستیک شدید مورد بررسی قرار گرفته است^{۱۵} [۲۱-۱۲، ۷]. بازاریک و همکاران [۲۲] در پژوهشی با ساخت کامپوزیت‌های مس خالص و کاربرد سیلیکون به روش سینترینگ پلاسما جرقه‌ای^{۱۶}، افزایش خواص مکانیکی آن‌ها را با استفاده از تغییرشکل شدید پلاستیک مبتنی بر روش پیچش فشار بالا بررسی کرده‌اند. تجزیه و تحلیل ریزساختاری نشان داد که ریزدانه کردن منجر به بهبود خواص مکانیکی کامپوزیت‌های تولید شده و تکه شدن ذرات SiC و توزیع همگن آن‌ها در زمینه مس می‌شود. ریزدانه کردن توسط این روش نیز تأثیر عمده‌ای در رسانایی گرمایی نمونه نهایی نسبت به نمونه‌های دانه اولیه نشان داده است. ایزا و همکاران [۲۳] در مطالعه‌ای، رسانایی الکتریکی و گرمایی و همچنین خصوصیات مکانیکی ترکیبات مس خالص، CuTi0.035 و CuTi0.014 را با هدف بررسی تأثیر افزودنی‌های تیتانیوم روی خواص مس انجام داده که نتایج نشان داد که رسانایی الکتریکی مس، CuTi0.014 و CuTi0.035 به ترتیب: ۴/۸، ۵ و ۴/۲ (S/m) در دمای ۳۴۵، ۵۵۰ و ۳۱۹ درجه سلسیوس و تراکم نسبی نمونه‌های سینتر شده برای مس خالص، CuTi0.014 و CuTi0.035 به ترتیب ۹۶/۷۶، ۹۶/۳۰، ۸۶/۳۳ درصد است. ژانگ و همکاران [۲۴] در پژوهشی نشان دادند که کامپوزیت‌های پایه تیتانیوم با ۷٪ وزنی TiC که از طریق واکنش پودرهای مخلوط تیتانیوم و گرافن با استفاده از روش سینترینگ پلاسما جرقه‌ای ساخته می‌شوند، دارای مقاومت فشاری نهایی بالا در حدود ۲/۶۴ گیگاپاسکال و مقاومت تسلیم ۱/۹۳ گیگاپاسکال در دمای

اتاق است. ساجادیفار و همکاران [۲۵] تأثیر تغییرشکل پلاستیک شدید بر خواص تیتانیوم خالص تجاری را مورد بررسی قرار دادند. ریز کردن دانه ناشی از تغییر شکل در دمای اتاق، مقاومت را بهبود می‌بخشد در حالی که این اثر در دمای بالای ۶۰۰ درجه سلسیوس کاهش می‌یابد. ساختار ریزدانه تأثیر مثبتی در عملکرد میرایی داشت و به عنوان تقویت‌کننده سطح مرزدانه مرتبط بود. شیخ و همکاران [۲۶] با توصیف و مدل‌سازی بافت بلورشناسی در یکی از جدیدترین روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید با عنوان روش اکستروژن برشی ساده برای اولین بار، ارزیابی بافت مس خالص در طی یک پاس واحد اکستروژن برشی ساده را مدل‌سازی کردند. با استفاده از نتایج شبیه‌سازی مشخص شد بدون فشار پستی، مقدار کرنش برشی در نیمه اول کانال اکستروژن برشی ساده از نیمه دوم بیشتر است. بیات ترک و همکاران [۲۷] تحولات ریزساختاری و خواص منیزیم خالص و منیزیم-آلومینیوم را پس از اکستروژن برشی ساده مورد بررسی قرار داده و نشان دادند که اندازه دانه تمام نمونه‌های اکستروژن شده پس از ۴ پاس در دمای ۲۸۰ درجه سلسیوس کاهش یافته که این امر موجب ارتقای چشم‌گیر ساختار و خواص مواد شده است. با این حال، اطلاعات نسبتاً محدودی در مورد تأثیر همزمان فرآیند سینترینگ پلاسما و تغییرشکل پلاستیک شدید بر ریزساختارها و خواص نمونه‌های تیتانیوم وجود دارد. اما ثابت شده است که دمای سینترینگ و ریزدانه کردن مواد تأثیر بسزایی بر تغییرات ریزساختاری و افزایش خواص مکانیکی فلزات و کامپوزیت‌ها نشان می‌دهد. بنابراین هدف از این پژوهش ارتقای تغییرات ریزساختار و خواص مکانیکی نمونه تیتانیوم ساخته شده بصورت همزمان با استفاده از روش سینترینگ پلاسما جرقه‌ای و سپس تغییرشکل پلاستیک شدید مبتنی بر روش اکستروژن برشی ساده است.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد

پودر کرومی تیتانیوم خالص که با عنوان گرید ۱ این فلز شناخته می‌شود به عنوان ماده اولیه مورد استفاده قرار گرفت. در جدول ۱ مشخصات شیمیایی ماده اولیه این پژوهش درج شده است.

جدول ۱- مشخصات پودر تیتانیوم مورد استفاده

خلوص (%)	۹۹/۹
میانگین اندازه ذرات (μm)	۴۵
تراکم واقعی (g/cm^3)	۲/۲۳
ناخالصی (%)	۰/۰۵

۲-۲- نمونه‌سازی فرآیند سینترینگ پلاسما جرقه‌ای

به منظور دستیابی به ساختار ریزدانه نمونه تیتانیومی، پودر اولیه با استفاده از دستگاه آسیاب مکانیکی^۹ به مدت دو ساعت تحت حفاظت گاز آرگون با سرعت ۴۰۰ دور بر دقیقه با نسبت پودر به ساچمه ۱:۱۰ آسیاب و با استفاده از دستگاه سینترینگ پلاسما جرقه‌ای مدل

^۲ Severe Plastic Deformation (SPD)

^۳ Simple Shear Extrusion (SSE)

^۴ Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

^۵ High-Pressure Torsion (HPT)

^۶ Accumulative Roll-Bonding (ARB)

^۷ Cyclic Extrusion Compression (CEC)

^۸ Torsion Extrusion (TE)

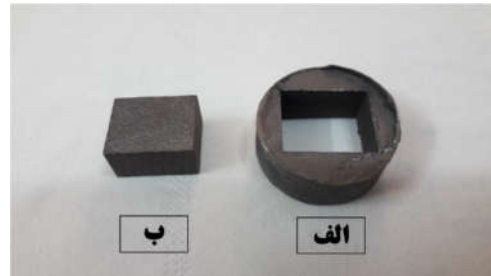
^۹ Spark plasma sintering (SPS)

^۹ Ballmill

سطح مقطع ثابت باقی می‌ماند به تدریج تغییر شکل پیدا می‌کند. در این فرایند نمونه‌ها با مقطع مربع انتخاب شده‌اند. سطح مقطع مربعی نمونه به متوازی الاضلاع با زاویه اعوجاج حداکثر در وسط کانال، تغییر شکل پیدا کرده و مجدداً با شکل مربع از کانال خارج می‌شود. در این پژوهش به جهت ارتقای خواص مکانیکی نمونه تیتانیوم تولید شده با روش سینترینگ پلاسمای جرقه-ای، از فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید استفاده شده است. این تغییر شکل با قالب اکستروژن برشی ساده تحت زاویه ۳۰ درجه در دمای محیط و به میزان یک مرحله صورت پذیرفت. قالب اکستروژن طرحواره تحول ریزساختاری در شکل ۲ نشان شده است.



شکل ۱- الف) نمونه ساخته شده با روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای (ب) نمونه جدا شده از قطعه اول با دستگاه برش سیمی



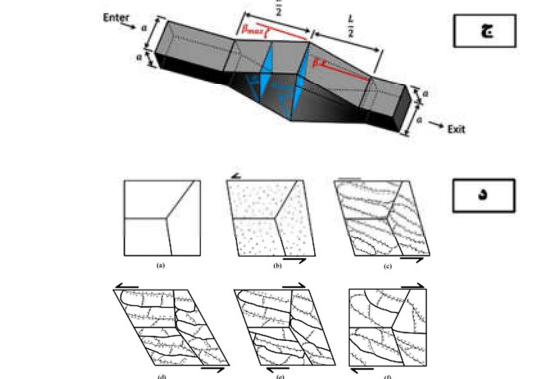
شکل ۱- الف) نمونه ساخته شده با روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای (ب) نمونه جدا شده از قطعه اول با دستگاه برش سیمی

معادله سینتیک فرایند سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای را می‌توان به صورت زیر نیز بیان کرد [۲۸]:

$$\frac{1}{\mu_{eff}} \frac{dD}{Dt} = K \frac{Q_d}{RT} \left(\frac{b}{G} \right)^p \left(\frac{\sigma_{eff}}{\mu_{eff}} \right)^n \quad (1)$$

$$\ln \left(\frac{1}{\mu_{eff}} \frac{dD}{Dt} \right) = n \ln \left(\frac{\sigma_{eff}}{\mu_{eff}} \right) + K_1 \quad (2)$$

که در آن t زمان (ثانیه)، μ مدول برشی، b بردار برگر، K ثابت بولتزمن ($1.38 \times 10^{-23} J/K$)، T دمای سینترینگ (کلوین)، G اندازه دانه (نانومتر)، σ تنش میکروسکوپی (مگاپاسکال)، P میزان رشد دانه، K ضریبی ثابت، R ثابت گاز ($8.314 J/mol \cdot K$)، Q_d انرژی فعال‌سازی انتشار سطح (ژول) و در نهایت n تنش مؤثر است. بنابراین معادله بالا را می‌توان به صورت $Y = nX + K_1$ بازویسی کرد. برحسب این فرمول و با توجه به پژوهش‌های گذشته [۲۸] دمای بهینه سینترینگ در این روش، ۹۰۰ درجه سلسیوس تعیین شده است.



شکل ۲- الف) نمای بیرونی و ب) نمای داخلی قالب، ج) و د) طرحواره تحول ریزساختاری نمونه در روش اکستروژن برشی ساده [۲۹].

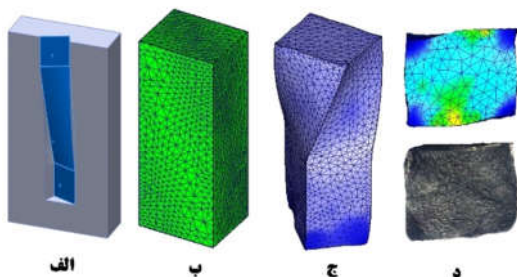
۵-۲ - مشخصه‌یابی خواص مکانیکی و ریزساختاری

برای مشاهده تغییرات ریزساختار بعد از انجام هر مرحله از آزمایشات، نمونه‌های مورد مطالعه، ابتدا عمود بر امتداد پرس، مقطع زده و بعد از انجام مراحل مقدماتی (سنباده‌زنی، پولیش و حکاکی) با استفاده از میکروسکوپ نوری مورد ارزیابی قرار گرفتند. فرایند پرداخت با استفاده از کاغذهای کاربید سیلیسیوم و انجام پولیش مکانیکی طی سه مرحله شامل زیر صورت پذیرفت: الف) سایش نرم: پرداخت سطح نمونه با استفاده از پنج نوع ساینده با شماره‌های ۱۵۰، ۳۲۰، ۴۰۰، ۶۰۰ و ۸۰۰ که در آن‌ها اندازه ذرات کاربید سیلیسیوم در محدوده ۷ الی ۳۳ میکرون است. ب) پرداخت خشن: ماده ساینده مورد استفاده برای عملیات پرداخت خشن پودر الماس با اندازه دانه تقریبی ۶ میکرون است. این ذرات خاصیت برش شدیدی داشته و در جدا کردن لایه عمیق تغییر شکل یافته ناشی از عملیات سایش اولیه بسیار مؤثرند. ج) پرداخت نهایی: در این مرحله خراش‌های ظریف و لایه‌های اعوجاج یافته بسیار ریز که از مرحله پرداخت خشن باقی مانده‌اند به وسیله پودر آلومینا از نوع گاما با اندازه دانه ۰/۰۵ میکرون جدا می‌شوند. و در نهایت برای

۴-۲ - تغییر شکل پلاستیک شدید با روش اکستروژن برشی ساده

یکی از جدیدترین روش‌های تولید مواد نانو ساختار بر پایه تغییر شکل پلاستیک شدید، اکستروژن برشی ساده می‌باشد که جهت تولید مواد با استحکام بالا از طریق ریزدانه کردن آن بکار می‌رود. این تقویت خواص با کمترین تغییر در ابعاد صورت می‌پذیرد و با توجه به ثابت بودن وزن قطعات بعد از انجام این فرایند، می‌تواند به عنوان روشی ایده‌آل در صنایع حساس معرفی شود. در حین انجام فرایند، نمونه از طریق یک کانال مستقیم با یک شکل خاص فشرده شده و هنگام عبور از کانال در حالیکه

¹ Wirecut



شکل ۳- الف) مدل برش خورده قالب شبیه‌سازی (ب) و ج) مدل مش خورده، د) مدل تجربی و شبیه‌سازی تغییرشکل یافته

جدول ۳- پارامترهای شبیه‌سازی

مقدار	پارامتر	
کامل	پهچیدگی شبیه‌سازی	
AISI - H 13	جنس قالب	
۲۱۰۰۰	تعداد المان	مش‌بندی
۵۰۰۰	تعداد گره	
۱ میلی‌متر بر ثانیه	سرعت بارگذاری	
۴۰ میلی‌متر	میزان کورس نمونه در قالب	
۰/۳	ضریب اصطکاک	
۱۰۰	تعداد کل مراحل	تعداد مراحل شبیه‌سازی
۱۰	مراحل گزارش	

۴- بحث و نتیجه‌گیری

۴-۱- SEM

میکروگراف‌های SEM پودر اولیه و نمونه سینتر شده در شکل ۴ نشان داده شده است. همانطور که در شکل (الف) مشخص است، فرآیند آسیاب‌کاری مکانیکی باعث خردایش ذرات اولیه پودر می‌شود که این امر به ایجاد ساختاری ریز در نمونه تولیدی کمک می‌کند.

آشکارسازی سطح نمونه‌ها از محلول با ترکیب شیمیایی مندرج در جدول ۲ استفاده شد [۳۰]. جهت استخراج میکروگراف‌های ریزساختار با استفاده از میکروسکوپ نوری مجهز به دوربین دیجیتال به دست آمد. در ادامه آزمایشات با هدف بررسی بیشتر فازهای موجود و تغییرات مورفولوژی پودرهای اولیه و نمونه‌های سینتر و آنیل شده به ترتیب از پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با دقت ۵ نانومتر و بیشینه ولتاژ ۲۳۰ کیلو ولت استفاده شد.

جدول ۲- مشخصات محلول حکاکی مورد استفاده برای نمونه تیتانیوم SPS و SSE شده

ماده شیمیایی	H2O	HF	HNO3
مقدار (%)	88	2	10

سختی نمونه‌ها نیز با استفاده از دستگاه سختی‌سنج ویکرز مدل MVS-1000MT2 با اعمال بار ۳۰ کیلوگرم و زمان نگه داشتن ۱۰ ثانیه اندازه‌گیری و برای بدست آوردن میانگین متوسط، برای هر نمونه حداقل ۳ بار تست تکرار و مقدار میکروسختی ویکرز با استفاده از معادله زیر محاسبه گردید:

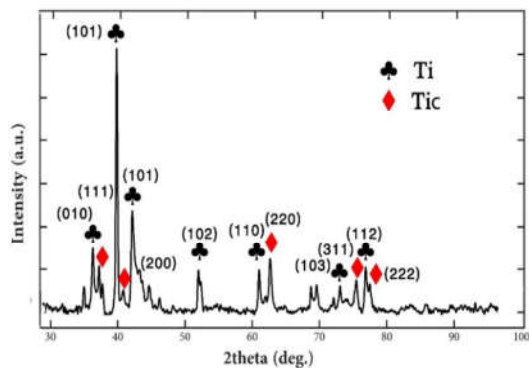
$$HV = 1/8544 \frac{P}{d^2}$$

که در آن P بار اعمال شده (نیوتن) و d طول مورب تورفتگی (میلی-متر) است. با توجه به ابعاد کوچک نمونه‌ها، آزمون کشش با استاندارد مینیاتوری [۳۱] که مختص قطعات کوچک صنایع پزشکی می‌باشد در دمای اتاق و با سرعت $0/1 \frac{mm}{min}$ انجام پذیرفت. همچنین برای کاهش تردی و افزایش شکل‌پذیری نمونه‌ها، قطعات به مدت ۵ ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس و تحت محافظت گاز آرگون آنیل شدند.

۳- شبیه‌سازی المان محدود فرآیند اکستروژن

برشی ساده با استفاده از نرم‌افزار Deform

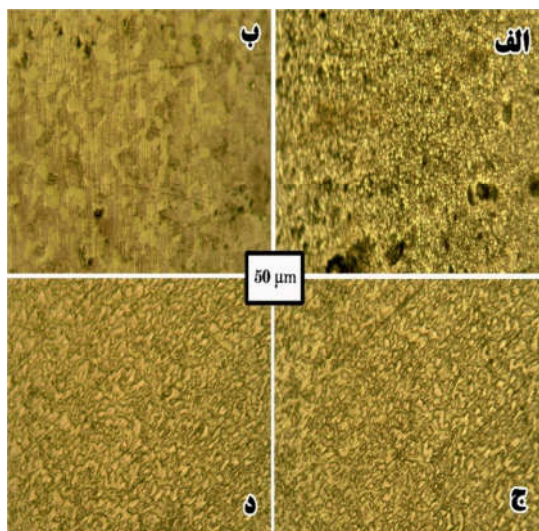
نرم افزار Deform که مبتنی بر روش اجزاء محدود است، شیوه‌ای قابل استناد برای شبیه‌سازی فرآیندهای مختلف بوده که طی سال‌های اخیر و به واسطه تحقیقات گسترده، میزان راستی‌آزمایی آن اثبات شده است. در همین راستا محمودی و همکاران [۳۲] در پژوهشی دو فرآیند اکستروژن برشی ساده و ترکیبی را با استفاده از این نرم‌افزار شبیه‌سازی کرده و میزان خطای پایین آن را با نتایج تجربی ثابت نموده‌اند. این نرم‌افزار که یکی از نرم‌افزارهای قدرتمند در تحلیل فرآیندهای شکل-دهی است در این پژوهش نیز مورد استفاده قرار گرفته است. شکل ۳ مدل طراحی و مش خورده نمونه و همچنین مقایسه بین نمونه واقعی تغییرشکل یافته با نمونه شبیه‌سازی و جدول ۳، پارامترهای شبیه‌سازی را نشان می‌دهد.



شکل ۵- نتیجه XRD

۳-۴- ریزساختار میکروسکوپ نوری

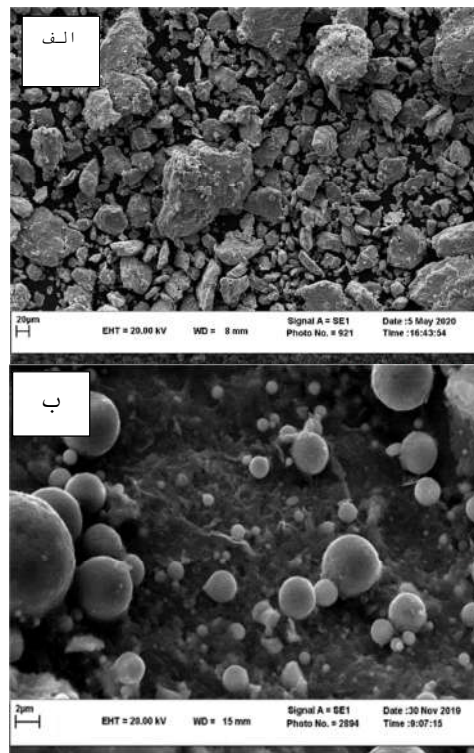
میکروگرافهای متالوگرافی از ریزساختار در چهار حالت شامل نمونه اولیه، نمونه آنیل شده و نقاط مختلف نمونه اکستروژن در شکل ۶ نشان داده شده است. همانطور که در شکل مشخص است ریزساختار نمونه اولیه دارای دانه‌های ریزتر بوده اما به واسطه ۵ ساعت آنیل در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس ساختاری درشت‌تر به دست آمده است. تغییر در ساختار سبب تغییر در نمودار تنش کرنش آن نیز شده است که این موضوع به دلیل انتقال ماده از حالت ترد به حالت نرم و شکل پذیر بوده است. ساختار نمونه پس از انجام یک مرحله اکستروژن برشی ساده به حالت ریزدانه بازگشت که این موضوع علاوه بر میکروگرافهای متالوگرافی در نتایج خواص مکانیکی نیز مشهود است.



شکل ۶- میکروگرافهای میکروسکوپی ریزساختار الف) سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای (ب) آنیل (ج) گوشه نمونه اکستروژن شده و (د) مرکز نمونه اکستروژن شده

۴-۴- آزمون کشش

در شکل ۷ نمودارهای آزمون کشش در مراحل مختلف آزمایشات آورده شده است. بنا به معادله زیر که به معادله هال پچ معروف است، با ریز شدن دانه‌ها در ساختار استحکام بیشتر می‌گردد [۳۷]. این موضوع با



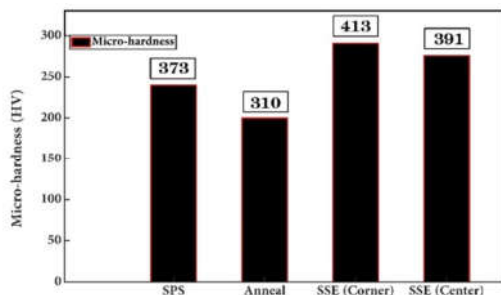
شکل ۴- تصاویر SEM الف) پودر آسیاب شده (ب) نمونه سینتر شده

۲-۴- XRD

الگوی XRD نمونه تولیدی با روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای در شکل ۵ نشان داده شده است. انرژی آزاد استاندارد (ΔG) تشکیل TiC از واکنش بین تیتانیوم و کربن، می‌تواند با استفاده از معادله (۳) بیان شود [۳۳]:

$$\Delta G = -184571.8 + 41.382T - 5.042T \ln T + 2.425 \times 10^{-3} T^2 - 9.79 \times 10^5 / T \quad (T < 1939K) \quad (3)$$

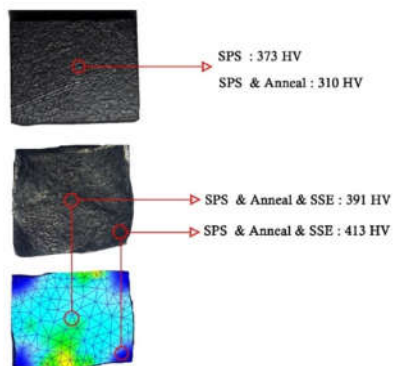
که در آن ΔG انرژی آزاد بر حسب کیلوژول بر مول و T دمای واکنش بر حسب کلوین است. با توجه به دمای کاری ۹۰۰ درجه سلسیوس در این پژوهش می‌توان نتیجه گرفت که ذرات TiC در طول فرآیند سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای تشکیل شدند [۳۴-۳۶]. بنابراین بیشترین فاز مشهود در نمونه، Ti است. با این حال، قله پراش ضعیف در این آنالیز مربوط به فاز TiC در تمام نمونه مشاهده شده است. این پراش ضعیف به واسطه استفاده از قالب گرافیتی و نفوذ غیرقابل اجتناب کربن در نمونه در روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای ایجاد شده است. همچنین تحقیقات گذشته نشان داده است که شدت فاز TiC با افزایش دما و زمان سینتر افزایش می‌یابد [۲۸].



شکل ۸- نتایج میکروسختی ویکرز بر حسب نوع فرآیند

۴-۶- نتایج شبیه‌سازی

نتایج شبیه‌سازی بر پایه روش اجزاء محدود با درصد بالا نتایج تجربی را تایید کرد. از جمله این نتایج می‌توان به نحوه تغییر شکل، میزان سختی و ریزساختار نمونه اشاره کرد. همان‌گونه که در شکل ۹ مشخص است به دلیل اینکه بیشترین کرنش در جداره قطعه و به خصوص در گوشه‌ها صورت می‌گیرد، بنابراین استحکام کششی و سختی این نواحی نسبت به نقاط مرکزی برجسته‌تر است.



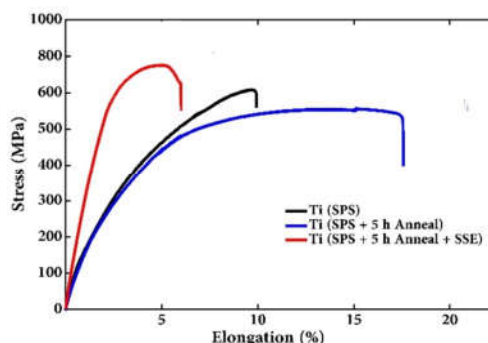
شکل ۹- نتایج میکروسختی ویکرز و مدل طراحی شبیه‌سازی

و در نهایت نتایج ریزساختار شبیه‌سازی شده، تمامی نتایج تجربی شامل ارتقای خواص مکانیکی و تاثیر تغییر شکل پلاستیک شدید بر اندازه دانه را تایید می‌کند. شکل ۱۰ میزان تغییرات در ریزساختار نمونه را به ازای کورس طی شده و شکل ۱۱ تغییرات عددی اندازه دانه در آزمایش تجربی و شبیه‌سازی را نمایش می‌دهد.

کاهش و افزایش استحکام تسلیم و نهایی نمونه به ترتیب به ازای آنیل و یک پاس اکستروژن برشی ساده اثبات می‌شود. در معادله هال پیچ، d اندازه میانگین دانه‌ها، σ_y استحکام تسلیم، σ_0 و K ثابت‌های مربوط به ماده هستند [۳۸].

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}}$$

در حین تغییر شکل پلاستیک شدید، کاهش اندازه دانه‌ها سبب تجمع اتم‌های محلول در مرز دانه شده و استحکام ماده را افزایش می‌دهند. دلیل این امر آن است که اتم با ایجاد مقاومت در برابر حرکت نابجایی سبب افزایش استحکام می‌شود. از عوامل دیگر افزایش استحکام در مواد فوق‌ریزدانه، کرنش سختی است. چگالی نابجایی‌ها، مرز دانه‌های جدید و نقاط خالی با انجام فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید افزایش یافته و تکثیر این عیوب در ماده باعث افزایش تنش سیلان خواهد شد. فشار هیدرواستاتیک موجود در این روش‌ها، تاثیر به سزایی در افزایش استحکام مواد فوق‌ریزدانه دارد، زیرا تمرکز نقاط خالی در طی تغییر شکل پلاستیک با وجود این نوع فشار افزایش پیدا کرده و نفوذ نابجایی‌ها در نقاط خالی به سختی انجام می‌گیرد که نتیجه آن کند شدن فرآیند حذف نابجایی‌ها شده و سرانجام نرخ کرنش سختی با کاهش سرعت فرآیند حسب نابجایی‌ها افزایش می‌یابد [۳۹].



شکل ۷- نمودار حقیقی استحکام کششی بر حسب درصد کشیدگی

۴-۵- میکروسختی سنجی

مقادیر به دست آمده پس از انجام آزمون میکروسختی ویکرز بر روی نمونه‌های ساخته شده در مراحل مختلف در شکل ۸ آورده شده است. ثبت عدد ۳۷۳ ویکرز برای نمونه اولیه و سپس کاهش ۱۶/۸ درصدی برای نمونه آنیل شده، نشان‌دهنده تاثیر بالای روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای و آنیل بر سختی تیتانیوم است. همچنین فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید، تاثیر محسوسی بر افزایش سختی داشته و باعث رشد ۱۰۳ واحدی به ازای یک مرحله اکستروژن برشی ساده می‌شود و در نهایت عدد ۴۱۳ ویکرز در ناحیه جداره نمونه بعد از این فرآیند، ثبت شده است. میزان سختی در مرکز نمونه تغییر شکل یافته به دلیل دور بودن از منطقه تغییر شکل دارای سختی کمتر نسبت به جداره قطعه و دارای مقدار ۳۹۱ ویکرز است.

ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس و تحت محافظت گاز آرگون آنیل شدند که نتایج تست کشش و سختی‌سنجی بعد از آنیل بیانگر این تغییرات بوده است به طوری که درصد کشیدگی و سختی ثبت شده به ترتیب از عدد ۱۰٪ و ۳۷۳ ویکرز برای نمونه سینتر شده به عدد ۱۷/۵٪ و ۳۱۰ ویکرز برای نمونه آنیل شده رسیده است.

۲- نتایج فرآیند متالوگرافی نمونه‌های تولیدی، نشان‌دهنده ساختار ریزدانه نمونه بعد از فرآیند اکستروژن برشی ساده است که این امر در نتایج سختی و استحکام کششی نیز مشهود بوده است.

۳- شبیه‌سازی فرآیند اکستروژن برشی ساده، تطابق خوبی با آزمایشات تجربی را نشان داد، این شبیه‌سازی نقاطی که دارای بیشترین تغییر شکل بوده و همچنین میزان اندازه دانه در ریزساختار را در سطح قابل قبولی نشان داده است.

۴- مقدار استحکام کششی و سختی برای نمونه اولیه سینتر شده به ترتیب ۶۱۲ مگاپاسکال و ۳۷۳ ویکرز و برای نمونه بعد از یک مرحله اکستروژن برشی ساده به ترتیب ۲۹/۹ و ۱۰/۷ درصد افزایش به ثبت رسیده است.

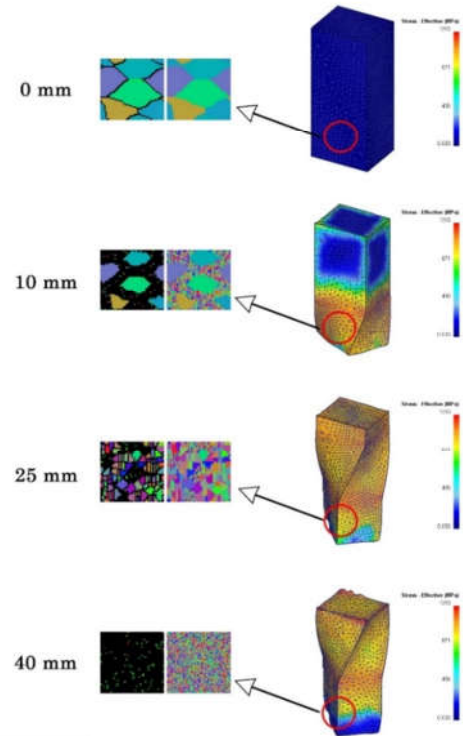
۵- نتایج خواص مکانیکی بعد از فرآیند سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای نشان دهنده دانسیته نسبتاً کامل و همچنین سرعت بالای ساخت نمونه نسبت به روش معمولی متالورژی پودر بوده است.

۶- سپاسگزاری

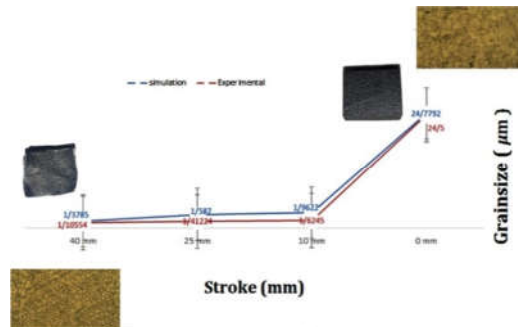
نویسندگان این مقاله بر خود لازم می‌دانند تا از همکاری آقایان علی معصومی سراسیاب (شهرستان کرمان) و محمد امین رعنائی (شهرستان بیرجند) تشکر و قدردانی کنند.

۷- مراجع

- [1] Kaur M., Singh K., Review on Titanium and Titanium Based Alloys as Biomaterials for Orthopaedic Applications. *Materials Science and Engineering C*, Vol. 102, pp. 844-862, 2019.
- [2] Reclaru L., Cosmina Ardelean L., Florian Grecu A., Adrian Miu C., Multicomponent Alloys for Biomedical Applications. in: *High Entropy Alloy*, 2019.
- [3] Ansarian I., Microstructure Evolution and Mechanical Behaviour of Severely Deformed Pure Titanium Through Multi Directional Forging. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 776, pp. 83-95, 2019.
- [4] Froes F.H.(Sam)., Titanium for Medical and Dental Applications an Introduction, in: *Titan. Med. Dent. Appl*, 2018.
- [5] Agripa H., Botef I., Modern Production Methods for Titanium Alloys: a Review. In *Titanium Alloys-Novel Aspects of Their Manufacturing and Processing*. IntechOpen, 2019.
- [6] Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y., Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: *tenyears later, JOM*, Vol. 68, pp. 1216-1226, 2016.
- [7] Mishnaevsky L., Levashov E., Valiev R.Z., Segurado J., Sabirov I., N. Enikeev, Prokoshkin S., Solov'Yov A.V., A. Korotitskiy A., Gutmanas E., Gotman I., Rabkin E., Psakh'E S., Dluhos L., Seefeldt M., Smolin A., Nanostructured Titanium-Based Materials for Medical Implants: modeling and development, *Materials Science and Engineering. R Rep*, 2014.



شکل ۱۰- ریزساختار نمونه شبیه‌سازی شده در حین انجام فرآیند اکستروژن برشی ساده به ازای کورس طی شده



شکل ۱۱- تطابق نتایج ریزساختار در شبیه‌سازی و آزمایشات تجربی به ازای کورس طی شده در قالب اکستروژن برشی ساده

۵- نتایج

نمونه تیتانیوم با استفاده از روش سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای در دمای ۹۰۰ درجه سلسیوس، فشار ۴۵ مگاپاسکال و زمان ۱۰ دقیقه ساخته و برای شکل‌پذیری و توزیع بهتر دانه به مدت ۵ ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سلسیوس، آنیل و سپس با روش اکستروژن برشی ساده تحت فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید قرار گرفتند. اثرات سه مرحله سینترینگ پلاسمای جرقه‌ای، آنیل و فرآیند اکستروژن برشی ساده بر ریزساختار، استحکام کششی و سختی نمونه مورد بررسی قرار گرفت و نتیجه‌گیری زیر حاصل شد:

- ۱- برای انتقال شکست ترد به شکست نرم و جهت آماده شدن نمونه برای تغییر شکل پلاستیک شدید، نمونه به مدت ۵

- Graphene/Ti Sintering Reaction, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 705, pp. 153-159, 2017.
- [25] Sajadifar S. V., Atli C., Yapici G., Effect of Severe Plastic Deformation on the Damping Behavior of Titanium. *Materials Letters*, Vol. 244, pp. 100-103, 2019.
- [26] Sheikh H., Ebrahimi R., Bagherpour E. Crystal Plasticity Finite Element Modeling of Crystallographic Textures in Simple Shear Extrusion (SSE) Process. *Materials & Design*, Vol. 109, pp. 289-299, 2016.
- [27] Tork N. B., Saghafian H., Razavi S. H., Al-Fadhalah K. J., Ebrahimi R., Mahmudi R. Microstructure and Texture Characterization of Mg-Al and Mg-Gd binary Alloys Processed by Simple Shear Extrusion. *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 8, No. 1, pp. 1288-1299, 2019.
- [28] Dong, L. L., Xiao, B., Liu, Y., Li, Y. L., Fu, Y. Q., Zhao, Y. Q., Zhang, Y. S., Sintering Effect on Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Spark Plasma Sintered Ti Matrix Composites Reinforced by Reduced Graphene Oxides. *Ceramics International*, Vol. 44, No. 15, pp. 17835-17844, 2018.
- [29] Bagherpour E., Qods F., Ebrahimi R., Miyamoto H., Microstructure Evolution of Pure Copper During a Single Pass of Simple Shear Extrusion (SSE): Role of Shear reversal, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 666, pp. 324-338, 2016.
- [30] Shirooyeh M., Xu J., Langdon T.G., Micro Hardness Evolution and Mechanical Characteristics of Commercial Purity Titanium Processed by High-Pressure Torsion, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 614, pp. 223-231, 2014.
- [31] Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, American Association State Highway and Transportation Officials Standard AASHTO No.: *T68 An American National Standard*
- [32] Mahmoudi M., Shokuhfar A., Nakhodchi S., new Severe Plastic Deformation Technique Based on Simple and Pure Shear, *Modares Mechanical Engineering*, Vol.16, No.4, pp.145-154, 2016 (in Persian)
- [33] Knacke, Kubaschewski O., Hesselmann K., Thermochemical Properties of Inorganic Substance, Vol. 264, 2nd ed. *New York: Springer-Verlag*, pp. 2501-104, 1991.
- [34] Popov V.A., Shelekhova E.V., Prosviryakov A.S., Presniakov M.Y., Senatulin B.R., Kotov A.D., Khomutov M.G., Particulate Metal Matrix Composites Development on the Basis of In Situ synthesis of TiC Reinforcing Nanoparticles During Mechanical Alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 707, pp. 365-370, 2017.
- [35] Wang F., Li Y., Wang X., Koizumi Y., Kenta Y., Chiba A., In-situ Fabrication and Characterization of Ultrafine Structured Cu-TiC Composites with High Strength and High Conductivity by Mechanical Milling, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 657, pp. 122-132, 2016.
- [36] Kwon H., Takamichi M., Kawasaki A., Leparoux M., Investigation of the Interfacial Phases Formed Between Carbon Nanotubes and Aluminum in a Bulk Material, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 138, pp. 787-793, 2013.
- [37] Sergueeva A. V., Stolyarov V., Valiev R., Mukherjee A. K., Advanced Mechanical Properties of Pure Titanium with Ultrafine Grained Structure, *Scripta Materialia*, Vol. 45, No. 7, pp. 747-752, 2001.
- [38] Phaniraj M. P., Prasad M. J. N. V., Chokshi A. H., Grain-Size Distribution Effects in Plastic Flow and Failure, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 463, No. 1-2, pp. 231-237, 2007.
- [39] Torabzadeh H., Faraji G., 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.
- [8] Khodabakhshi F., Haghshenas M., Eskandari H., & Koohbor B. Hardness-Strength Relationships in Fine and Ultra-Fine Grained Metals Processed Through Constrained Groove Pressing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 636, pp. 331-339, 2015.
- [9] Milner J. L., Abu-Farha F., Bunget C., Kurfess T., Hammond V. H. Grain Refinement and Mechanical Properties of CP-Ti Processed by Warm Accumulative Roll Bonding, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 561, pp. 109-117, 2013.
- [10] Shirooyeh M., Xu J., Langdon T. G. 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.
- [11] Jager A., artnerova V., Tesa K., 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*, Vol. 644, pp. 114-120, 2015.
- [12] Segal V., Review: Modes and Processes of Severe Plastic Deformation (SPD), *Materials (Basel)* 2018.
- [13] Valiev R. Z., Zhilyaev A P., Langdon T., Bulk Nanostructured Materials. *Chap.*, Vol. 3, pp. 417-433, 2013.
- [14] Beygelzimer Y., Varyukhin V., Synkov S., Orlov D., Useful Properties of Twist Extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 503, No. 1-2, pp. 14-17, 2009.
- [15] Beygelzimer Y., Kulagin R., Latypov M. I., Varyukhin V., Kim H. S., Off-Axis Twist Extrusion for Uniform Processing of Round Bars. *Metals and Materials International*, Vol. 21, No. 4, pp. 734-740, 2015.
- [16] Beygelzimer Y., Varyukhin V., Kulagin R., Orlov D., Twist extrusion (TE), in: A. Rosochowski (Ed.), *Sev. Plast. Deform. Technol.*, Whittles Publishing, pp. 202-234, 2017.
- [17] Wang L., Qu J., Chen L., Meng Q., Zhang L. C., Qin J., Lu W., Investigation of Deformation Mechanisms in β -Type Ti-35Nb-2Ta-3Zr Alloy via FSP Leading to Surface Strengthening. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 46, No. 11, pp. 4813-4818, 2015.
- [18] Zhu C., Lv Y., Qian C., Ding Z., Jiao T., Gu X., Lu E., Wang L., Zhang F., Microstructures, Mechanical, and Biological Properties of a Novel Ti-6V-4V/zinc Surface Nanocomposite Prepared by Friction Stir Processing, *International Journal of Nanomedicine*, 2018.
- [19] Wang L., Xie L., Lv Y., Zhang L. C., Chen L., Meng, Q., Lu W., Microstructure Evolution and Superelastic Behavior in Ti-35Nb-2Ta-3Zr Alloy Processed by Friction Stir Processing. *Acta Materialia*, Vol. 131, pp. 499-510, 2017.
- [20] Kawalko J., Wronski M., Bieda M., Sztwiertnia K., Wierzbowski K., Wojtas D., Łagoda M., Stachowski P., Pachla W., Kulczyk M., Microstructure of Titanium on Complex Deformation Paths: Comparison of ECAP, KOBO and HE Techniques, *Materials Characterization*, Vol. 141, pp. 19-31, 2018.
- [21] Kawalko J., Bobrowski P., Koprowski P., Jarzębska A. N. N. A., Bieda M., Łagoda M., Sztwiertnia K. Microstructure Evolution of CP Titanium During Deformation in KoBo Process Followed by Cold Rolling, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 707, pp. 298-303, 2017.
- [22] Bazarnika P., Nosewicz S., Effect of Spark Plasma Sintering and High-Pressure Torsion on the Microstructural and Mechanical Properties of a Cu-SiC Composite, *Materials Science & Engineering A*, Vol. 766, 2019.
- [23] Eze A.A., Jamiru T., Sadiku E.R., Mondiu Q. Durowoju, Kupolati W.K., Ibrahim I.D., Obadele B., Olubambi P.A., S. Diouf, Effect of titanium addition on the Microstructure, Electrical Conductivity, Thermal Conductivity and Mechanical Properties of Copper by Using SPS for the Preparation of Cu-Ti alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 2017.
- [24] Zhang X.J., Song F., Wei Z.P., Yang W.C., Dai Z.K., Microstructural and Mechanical Characterization of In-situ TiC/Ti Titanium Matrix Composites Fabricated by