

## On the free volumes of severely deformed pure Fe and Cu, similarities and differences

\*Nazanin Forouzanmehr<sup>1</sup>, Mahmoud Nili-Ahmadabadi<sup>2</sup>, Hamed Abdous<sup>3</sup>, Babak Fallahi<sup>4</sup>

1- Research Fellow, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology (Tehran Polytechnic), Tehran, Iran.

2- Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

3- BSc, School of Metallurgy and Materials Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

4- Professor, MD, Board of nuclear medicine, Research center for nuclear medicine, Tehran University of Medical Sciences, Tehran, Iran.

**Citation:** Forouzanmehr N, Nili-Ahmadabadi M, Abdous H, Fallahi B. On the free volumes of severely deformed pure Fe and Cu, similarities and differences. Metallurgical Engineering 2020; 23(1): 4-15 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2020.112690.1255>

**doi:** <http://dx.doi.org/10.22076/me.2020.112690.1255>

### ABSTRACT

The present study aims to investigate the formation of free volumes in pure Fe and Cu processed by severe plastic deformation process using cold shape rolling. Transmission electron microscope for microstructural studies as well as dilatometric analyzes, radio tracer technique and density measurement for quantitative and qualitative analysis of free volumes were used. The results showed that a significant decrease in density was achieved after severe cold rolling. The results of dilatometric studies and radio tracer technique also confirmed the formation of high amount of free volumes in the severely deformed metals in comparison with the annealed metals. It was found that the relative increase of free volumes in the severely deformed Fe was higher than that of Cu. It was indicated that the high concentration of free volumes presented in the microstructure of processed metals at vacancies, dislocations, non-equilibrium grain boundaries, triple junctions, and nanovoids. In fact, the severe cold shape rolling process led to the formation of an inhomogeneous and ultrafine microstructure with the increase in free volumes in both processed Fe and Cu metals in the equivalent strain of 4.5. However, deformation mechanisms, microstructure, grain size, density reduction, and free volumes concentration as well as thermal behavior of each metal varied depending on its crystal structure and intrinsic properties.

**Keywords:** Severe plastic deformation; Free volumes; Nanostructures; Non-equilibrium grain boundaries.

Received: 10 August 2019

Accepted: 12 April 2020

■ ..... ■

\* **Corresponding Author:**

**Nazanin Forouzanmehr, PhD**

**Address:** Department of Mining and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology (Tehran Polytechnic), Tehran, Iran.

**Tel:** +98 (21) 64542963

**E-mail:** forouzanmehr@aut.ac.ir

## حجم آزاد در آهن و مس خالص تغییر شکل پلاستیکی شدید یافته، تشابه‌ها و تمایزها

\*نازنین فروزان مهر<sup>۱</sup>، محمود نیلی احمد آبادی<sup>۲</sup>، حامد عبدوس<sup>۳</sup>، بابک فلاحي<sup>۴</sup>

- ۱- استاد پژوهشگر، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران.  
 ۲- استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران، دانشگاه تهران، تهران، ایران.  
 ۳- کارشناسی، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی دانشگاه تهران، دانشگاه تهران، تهران، ایران.  
 ۴- استاد، برد تخصصی پزشکی هسته‌ای، گروه پزشکی هسته‌ای، مرکز تحقیقات پزشکی هسته‌ای، دانشگاه علوم پزشکی تهران، تهران، ایران.

### چکیده

در پژوهش حاضر، تشکیل حجم آزاد در فلزات آهن و مس خالص فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید با استفاده از نورد شکل دار سرد مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور از میکروسکوپ الکترونی عبوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی برای مطالعات ریز ساختاری و از آنالیزهای دیلاتومتری و نفوذ رادیو ردیاب و چگالی سنجی جهت بررسی‌های کمی و کیفی حجم آزاد بهره گرفته شد. نتایج نشان داد کاهش چگالی قابل ملاحظه‌ای پس از اعمال نورد شکل دار سرد شدید حاصل گردید. نتایج حاصل از بررسی‌های دیلاتومتری و نفوذ رادیو ردیاب نیز مؤید آن بود که میزان بالایی حجم آزاد در مقایسه با فلزات آنیل شده تشکیل شده است. افزایش نسبی حجم آزاد در نمونه آهن بیش از مس در شرایط مشابه بدست آمد. بررسی‌های ریزساختاری فلزات فرآوری شده حاکی از تشکیل حجم آزاد به صورت چگالی بالای عیوب جای خالی، نابجایی‌ها، مرزدانه‌های غیر تعادلی، اتصالات سه گانه و نانوحفرات می‌باشد. در واقع، فرآیند نورد شکل دار سرد شدید منجر به ایجاد یک ساختار ناهمگن و فوق ریزدانه همراه با افزایش حجم آزاد در هر دو فلز آهن و مس فرآوری شده در کرنش معادل ۴/۵ شد، ولی مکانیزم تغییر شکل، نوع ساختار ایجاد شده، اندازه دانه‌ها، میزان کاهش چگالی و تغییرات حجم آزاد و هم چنین رفتار حرارتی بسته به نوع فلز به دلیل تفاوت در ساختار کریستالی و خواص ذاتی متفاوت بود.

واژه‌های کلیدی: تغییر شکل پلاستیکی شدید، حجم آزاد، نانوساختارها، مرزدانه‌های غیر تعادلی.

دریافت: ۱۳۹۸/۰۵/۱۹ | پذیرش: ۱۳۹۹/۰۱/۲۴

### ۱. مقدمه

مرزهای دانه، نانو حفرات در تقاطع فصل مشترک‌ها (اتصالات سه‌گانه<sup>۱</sup>) و ترک‌های زیر میکرونی می‌باشد [۱،۴]. دانش مربوط به حجم آزاد مرزدانه به ویژه در سیستم‌های ریز دانه و نانوکریستال اهمیت دارد، زیرا فرصت‌های جدیدی را برای طراحی خواص فیزیکی و ریز ساختار چنین پلی کریستال‌هایی باز می‌کند.

در فرآیندهای معمول شکل دهی فلزات نظیر نورد، آهنگری و کشش، کرنش پلاستیک اعمال شده عموماً کمتر از حدود ۲ می‌باشد، در حالی که در فرآیندهای تغییر شکل پلاستیکی شدید یک کرنش بسیار شدید بر فلز حجیم اعمال می‌شود. تغییر شکل پلاستیکی شدید فلزات با اعمال کرنش‌های بیش از ۴ یا ۵ قادر است میکروساختار دانه‌ای فوق ریز با اندازه دانه کوچکتر از یک میکرومتر و مرزدانه‌هایی با

از آنجایی که مواد نانوکریستال دارای دانه‌های فوق ریز هستند، چگالی بالایی از فصل مشترک‌های کریستالی دارند. کسر حجمی بالای فصل مشترک‌ها با ساختار اتمی باز یا به عبارت دیگر حجم آزاد در فصل مشترک‌های میان کریستال‌ها، عمدتاً خواص این مواد را توجیه می‌کند [۱،۲]. خواص مکانیکی مواد نانوکریستال نیز بطور چشمگیری تحت تاثیر ساختار غیر تعادلی مرزدانه می‌باشد. حجم آزاد اضافی مرزدانه یکی از پارامترهای ترمودینامیکی اصلی در فصل مشترک‌ها است که گستره وسیعی از تغییرات و پایداری پلی کریستال را کنترل می‌نماید و در یک گستره دمایی معین از رشد دانه ممانعت می‌کند [۳]. حجم آزاد در فلزات در عیوب کریستالی متمرکز شده است که شامل جای خالی‌ها، نابجایی‌ها،

#### 1. Triple junctions

\* نویسنده مسئول:

دکتر نازنین فروزان مهر

نشانی: تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی.

تلفن: ۶۴۵۴۲۹۶۳ (۲۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: forouzanmehr@aut.ac.ir

پلاستیکی شدید با استفاده از فرآیند نورد شکل دار سرد شدید فرآوری شده‌اند مورد مطالعه قرار می‌گیرد. مشخصه یابی با استفاده از مشاهدات میکروسکوپ الکترونی عبوری، دیلاتومتری و نفوذ رادیو ردیاب صورت پذیرفته است. لازم به ذکر است انجام آزمایش‌های نفوذ رادیو ردیاب در فلزات برای اولین بار در ایران با کمک دستاوردهای پزشکی هسته‌ای می‌باشد.

## ۲. مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از فلزات آهن و مس خالص تجاری استفاده شد. فرآیند تغییر شکل نمونه‌های اولیه توسط دستگاه نورد شکل دار طی ۲۱ پاس و در دمای اتاق انجام گرفت و نمونه‌هایی به شکل سیم با سطح مقطع مربعی شکل با مساحت سطح مقطع حدود  $177 \text{ mm}^2$  به سیمی با مساحت سطح مقطع حدود  $1/96 \text{ mm}^2$  شکل دهی شد. کرنش معادل نهایی اعمالی تقریباً  $4/5$  محاسبه گردید. بررسی ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری<sup>۳</sup> Philips Tecnai F30 (TEM) تحت ولتاژ  $300 \text{ kV}$  صورت پذیرفت. به منظور آماده سازی نمونه‌ها جهت بررسی توسط TEM، از فرآیند پرتو یونی متمرکز<sup>۴</sup> (FIB) در دستگاه Zeiss ۱۵۴۰ XB استفاده گردید. همچنین در بررسی ریز ساختار، از تکنیک کانتراست کانال الکترونی<sup>۵</sup> (ECC) توسط میکروسکوپ الکترونی HR-SEM SU70 HITACHI استفاده شد. برای آماده سازی نمونه‌ها پس از متالوگرافی و پولیش با محلول سیلیکا کلونیدال  $1 \mu\text{m}$ ، نمونه به مدت ۵ ساعت در دستگاه Vibrometer قرار گرفته و با استفاده از محلول سیلیکا کلونیدال  $0.05$  پولیش نهایی شد. جهت چگالی سنجی ابتدا سطح نمونه‌ها بر حسب فراخور نیاز با استفاده از سنباده، دستگاه ارتعاشی آلتراسونیک و محلول‌های تمیز کننده الکل یا استون، عاری از آلودگی شد. چگالی نمونه‌ها به کمک ابزار لازم جهت بکارگیری روش ارشمیدوس با استفاده از آب محاسبه شد. برای محاسبه مقدار حجم آزاد و همچنین مطالعه رفتار حرارتی نمونه‌های فرآوری شده از ابزار دیلاتومتری (Adamel DT1000) استفاده گردید. برای این منظور استوانه‌ای به قطر  $2/4 \text{ mm}$  و طول  $10 \text{ mm}$  از نمونه‌ها توسط وایرکات تهیه شد. پس از قرار دهی نمونه‌ها در دستگاه، خلأ  $10^{-2} \sim 10^{-3} \text{ mbar}$  اعمال و با نرخ گرمایش  $1^\circ\text{C}/\text{min}$  تا دمای  $800^\circ\text{C}$  حرارت داده شد و سپس تحت خلأ و در کوره تا دمای محیط سرد گردید. جهت آماده‌سازی نمونه‌های مورد مطالعه در آزمون نفوذ رادیو ردیاب، تمامی سطوح نمونه‌ها توسط مذاب فلز سرب پوشیده شد و با برش زنی توسط وایرکات، تنها سطح مورد مطالعه، آزاد گردید. بدین ترتیب خطای حاصل از نفوذ رادیاب از سطوح دیگر

ناجهتی<sup>۲</sup> اغلب بزرگ زاویه تولید کند [۷-۵]. مواد نانو ساختار فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید، حجیم و بدون تخلخل پسماند، دارای ساختاری زیرمیکرون، یکنواخت و همسانگرد و حاوی کسر حجمی بالای مرز دانه می‌باشند و دارای خواص بسیار خوبی نظیر استحکام بالا هستند [۸-۱۰]. در روش‌های تغییر شکل پلاستیکی شدید، اندازه دانه بدست آمده و ویژگی ساختار نانو شکل گرفته بستگی به روش اعمال شده، ترکیب فاز و ریز ساختار اولیه ماده دارد [۱۱]. بر اساس مطالعات صورت گرفته بر ریزساختار آلیاژهای تولید شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید، مرزهای دانه در چنین مواد فوق ریز دانه‌ای در یک حالت غیر تعادلی و نیمه پایدار قرار دارد. مرز دانه‌های غیر تعادلی دارای انرژی فصل مشترک بالاتر، میدان‌های کرنشی بلند دامنه‌تر و حجم آزاد بیشتر از مرز دانه‌های آرمیده می‌باشند [۱۲]. مرز دانه‌های غیر تعادلی در واقع مسیرهای نفوذ فوق سریعی هستند که در شبکه‌ای از مسیرهای نفوذی نسبتاً آرام‌تر مربوط به مرز دانه‌های بزرگ زاویه آرمیده قرار گرفته‌اند و در بعضی مواد تحت تغییر شکل پلاستیکی شدید مشاهده شده‌اند. آزمایش‌های نفوذ در این مواد افزایش چشمگیری در انتقال اتمی حتی در دمای اتاق نشان داده‌اند. ماهیت و منشاء این مسیرها هنوز به خوبی شناخته نشده است [۱۳، ۱۴].

مشخصه یابی حجم آزاد موجود در فلزات به روش‌های گوناگونی صورت می‌گیرد که می‌توان به دو دسته کلی مستقیم مانند روش‌های طیف سنجی تخریب پوزیترون، مشاهدات میکروسکوپی و دیلاتومتری، و روش‌های غیر مستقیم به عنوان مثال روش‌های نفوذ رادیو ردیاب، پراش پرتو ایکس، اندازه گیری مقاومت الکتریکی پسماند و آنالیز حرارتی اشاره کرد [۱۵-۱۸].

نشان داده شده است که فرآیندهای پیچیده اصلاح ساختار در طول روش تغییر شکل پلاستیکی شدید بطور محسوسی تحت تأثیر حجم‌های آزاد در مقیاس اتمی می‌باشد [۱۹، ۲۰]. اگرچه تا کنون تحقیقاتی در زمینه تشکیل حجم آزاد اضافی در فلزات فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید و همچنین تأثیر حجم آزاد بر خواص این نانو فلزات انجام شده است، ولی هنوز راه زیادی در پیش است تا بتوان بطور کامل بر مباحث تئوریک و تجربی این پدیده اشراف پیدا کرد. سوالات زیادی در این زمینه مطرح می‌باشد که برای کنترل ساختار عیوب ایجاد شده توسط تغییر شکل پلاستیکی شدید و همچنین کنترل خواص ماده باید پاسخ داده شوند و این نیاز به تحقیقات با جزئیات بیشتر در مورد طبیعت حجم آزاد و عوامل مؤثر بر تشکیل آن در فرآیند تغییر شکل پلاستیکی شدید دارد.

در این پژوهش پدیده تشکیل حجم آزاد در فلزات نانو ساختار آهن خالص و مس خالص که به روش تغییر شکل

3. Transmission electron microscopy

4. Focused ion beam

5. Electron Channeling Contrast

2. Misorientation

جدول ۱. چگالی نسبی و درصد حجم آزاد ایجاد شده در آهن و مس فرآوری شده به روش نورد شکل دار سرد شدید با کرنش ۴/۵.

$\Delta V$ (%)	$P$ تغییر شکل یافته ( $gr/cm^3$ )	$P$ اولیه ( $gr/cm^3$ )	
۲/۸	$7/611 \pm 0/102$	$7/843 \pm 0/084$	آهن
۰/۸	$8/8019 \pm 0/0264$	$8/8753 \pm 0/0413$	مس

### مطالعات نفوذ

به منظور تأیید نتایج چگالی سنجی، از تکنیک نفوذ رادیو ردیاب در فلزات استفاده شد. استفاده از امکانات بسیار دقیق شمارش تشعشعات اتمی و حساسیت بالا نسبت به مقادیر کم ماده ردیاب نفوذی، این روش را به یکی از دقیق ترین روش‌های مطالعات نفوذ و اثبات مسیرهای نفوذی فوق سریع تبدیل نموده است [۲۱]. نتایج این آزمایش‌ها که ظاهراً برای اولین بار در ایران صورت می‌گیرد در شکل ۱ الف و ب ارائه شده است و مربوط به نفوذ محلول رادیو ردیاب تالیوم کلراید ۲۰۱ برای ۲۴ ساعت در دمای اتاق به ترتیب در دو نمونه آهن خالص و مس خالص فرآوری شده توسط فرآیند نورد شیاری در مقایسه با آهن خالص و مس خالص در حالت آنیل درشت دانه می‌باشد. هر دو نمونه از یک جنس در شرایط کاملاً یکسان تحت نفوذ و شمارش پرتوها قرار گرفتند. همانطور که در شکل مشاهده می‌شود، مسیرهای نفوذی در نمونه‌های تحت تغییر شکل شدید بسیار بیشتر است، بطوریکه ماده ردیاب حتی در عمق ۱۰۰ میکرونی در دمای محیط در نمونه نفوذ کرده است و بنابراین مقادیر بالایی از حجم آزاد در آن پیش بینی می‌شود. بطور کلی مسیرهای نفوذی در فلزات عبارتند از: ۱- مسیرهای بسیار سریع که می‌تواند شامل فصل مشترک‌های غیر تعادلی، میکرو حفره‌ها و حتی میکرو ترک‌ها باشد، ۲- مسیرهای سریع که از جنس همان مرزخانه‌های بزرگ زاویه موجود در فلزات آنیل شده و درشت دانه است، ۳- مرزخانه‌های کوچک‌زاویه و سلول‌های نابجایی‌ها و ۴- نابجایی‌های منفرد و جاهای خالی [۱۳، ۱۴]. البته افزایش غیر تعادلی جاهای خالی، نابجایی‌ها، اتصالات سه گانه و دوقلوبی‌ها و مرزخانه‌های بزرگ زاویه در مواد نانو ساختار نیز می‌تواند موجب تشکیل مسیرهای بسیار سریع گردد [۲۱-۲۳]. با توجه به شکل ۱ بخوبی می‌توان وجود مسیرهای نفوذی فوق سریع را در نمونه‌های تحت نورد شکل دار شدید در مقایسه با نمونه‌های اولیه اثبات کرد. همچنین میزان نفوذ رادیو ردیاب بر حسب شمارش گاما بر دقیقه در هر دو نمونه اولیه آهن و مس تقریباً مشابه بوده، در حالی که برای آهن تغییر شکل شدید یافته این میزان چند برابر بیشتر از مس تغییر شکل یافته در شرایط مشابه فرآیندی بدست آمده است.

حذف گردید. سپس سطح بدون پوشش نمونه‌ها توسط روش استاندارد متالوگرافی به حالت آینه‌ای درآمده و از عدم وجود هرگونه آلودگی روی سطوح، توسط میکروسکوپ نوری اطمینان حاصل شد. برای نفوذ ردیاب در نمونه‌های مورد مطالعه، از محلول‌های رادیو ایزوتوپ استفاده شد. بدین منظور محلول رادیو دارو تالیوم کلراید ۲۰۱، مورد استفاده در پزشکی هسته‌ای با نیمه عمر ۷۳ ساعت استفاده گردید. این محلول توسط شرکت پارس ایزوتوپ تهیه و در مرکز پزشکی هسته‌ای بیمارستان شریعتی تهران، آماده سازی گردید. برای حصول رادیو اکتیویته مناسب، محلول رادیو دارو توسط آب تقطیر شده رقیق گردید و به مقدار فعالیت ۵ میلی‌کوری در ۵۰۰ سی سی آب رسید. پس از قرار دادن محلول رادیو ردیاب بر روی سطح و دادن زمان کافی برای انجام فرآیند نفوذی در نمونه‌ها، لازم است فرآیند برش‌زنی متوالی و در ادامه آن شمارش فوتون‌های ساطع شده از نمونه‌ها پس از هر عمل برش، انجام پذیرد. بدین منظور دستگاه شمارش گامما (Kontron-Gammamatic Switzerland) با تنظیم پیک نوری گامای تالیوم ۲۰۱ (۷۷ keV) و تنظیم پنجره انرژی ۱۵ درصد استفاده شد. تمامی نمونه‌ها پس از هر عمل برش زنی به مدت ۱ دقیقه تحت عمل شمارش فوتون قرار گرفته و نتایج حاصله به صورت شمارش بر دقیقه (cpm) گزارش گردید.

### ۳. نتایج و بحث

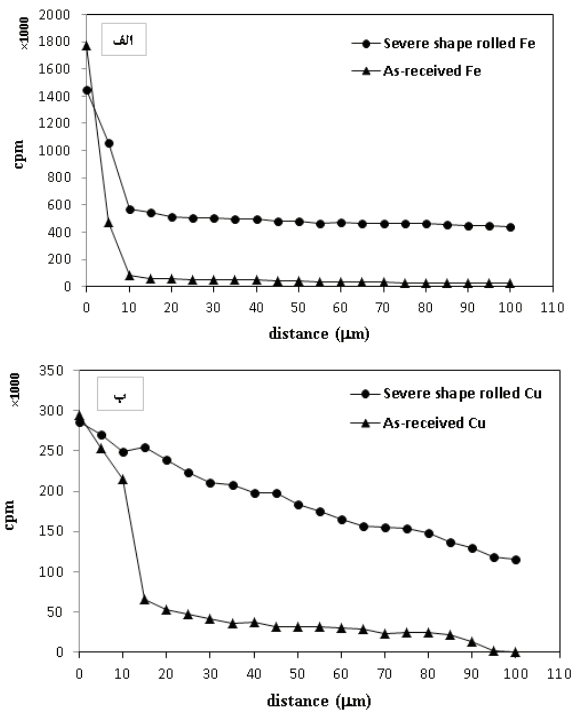
نمونه‌ها پیش و پس از فرآیند تغییر شکل پلاستیکی، چگالی سنجی شدند. در جدول ۱ نتایج چگالی سنجی نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود تغییرات چگالی در روش تغییر شکل پلاستیکی شدید نورد شکل دار بسیار قابل توجه می‌باشد، بطوری که چگالی نسبی آهن با کرنش حدود ۴/۵ به میزان ۹۷/۱۵ درصد و حجم آزاد اضافی حدود ۲/۸ درصد بدست آمده است. البته این میزان برای مس تغییر شکل شدید شده کمتر از آهن است ولی هنوز مقدار محسوسی را نشان می‌دهد. حجم آزاد تشکیل شده از کوچکترین حفرات شامل جاهای خالی تا بزرگترین آن‌ها که میکرو حفرات هستند را در بر می‌گیرد.

### بررسی ریز ساختار

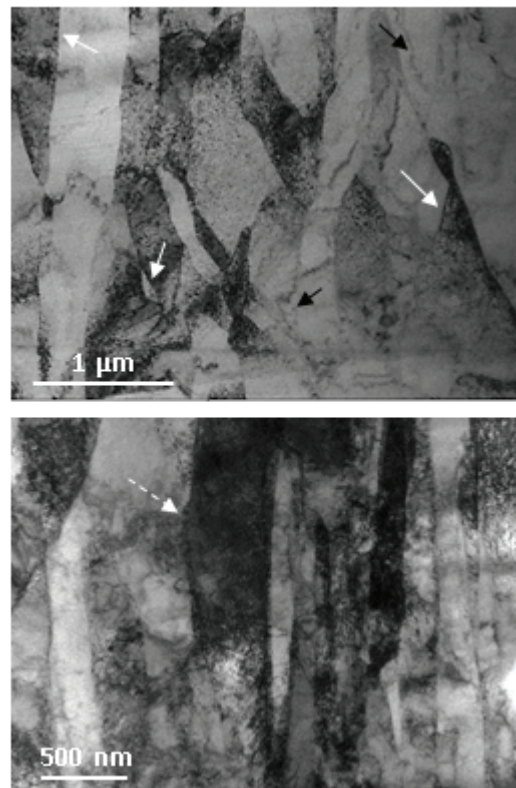
شکل ۲ تصویر TEM مربوط به نمونه آهن خالص فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید را نشان می‌دهد. ناهمگنی در ریز ساختار بخوبی نمایان می‌باشد که منجر به گستره‌ای از دانه‌های نانومتری تا میکرومتری شده است. با استفاده از تصاویر متعدد TEM، اندازه دانه این نمونه بطور متوسط  $210 \text{ nm}$  اندازه گیری شد. در تصاویر TEM تباین در دانه‌های مجاور نشان دهنده میزان ناچستی مرز آن می‌باشد بطوری که تباین قوی‌تر نماینده مرزدانه‌های بزرگ زاویه و مرز دانه‌های با تباین ضعیف نمایانگر مرزدانه‌های کوچک زاویه است [۲۴]. بدین ترتیب در شکل ۲ بخوبی می‌توان دانه‌های زیر میکرون و نانومتری را تشخیص داد و وجود زیر دانه‌ها با مرزهای کوچک زاویه را نیز مشاهده کرد. کاهش اندازه دانه به مقیاس فوق ریز منجر به افزایش کسر حجمی مرزدانه‌ها، حجم آزاد در نواحی کنار مرز و اتصالات سه گانه خواهد شد [۲۵].

مطالعات انجام شده در زمینه تشخیص مرزدانه‌های غیر تعادلی در تصاویر میدان روشن TEM فلزات تغییر شکل پلاستیکی شدید شده، این نوع مرزدانه‌ها را دارای شکلی تغییر شکل یافته<sup>۷</sup> [۱۰]، موجی، نفوذی و نامعمول<sup>۸</sup> [۲۶]، و قوسی شکل<sup>۹</sup> [۲۷، ۲۸] گزارش کرده اند. مرزدانه‌های غیر تعادلی، با تباین زیگ‌زاگی<sup>۱۱</sup> [۲۹] و دنداندار<sup>۱۲</sup> [۱۲] نیز مشخص می‌شوند که دلیلی بر چگالی نابجایی موضعی بالای آن‌ها می‌باشد. ولیف<sup>۱۳</sup> و همکاران [۲۸] همچنین مشخصه یک مرز غیر تعادلی را داشتن کانتورهای ضخامت<sup>۱۳</sup> با پهنای زیاد عنوان کردند. آن‌ها نشان دادند که پهن شدن کانتورهای ضخامت<sup>۱۳</sup> در تصاویر TEM مرزدانه‌های مواد نانو کریستال تهیه شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید در واقع مربوط به تنش‌های الاستیک بسیار زیاد و اعوجاج‌های شبکه کریستالی نزدیک مرز است. مطابق با تفاسیر ارائه شده از ویژگی‌های تصاویری مرزدانه‌های غیر تعادلی به وضوح می‌توان تشکیل چنین مرزهایی را پس از اعمال کرنش ۴/۵ در نمونه آهنی توسط نورد شکل دار شدید اثبات کرد. چنین مرزهایی همانطور که در شکل ۲ چند نمونه از آن نشان داده شده است، بسته به میزان نابجایی‌های بیرونی آن‌ها، تغییر شکل یافته، نفوذی و قوسی شکل بوده و در بعضی می‌توان کانتورهای ضخامت<sup>۱۳</sup> با پهنای زیاد را مشاهده کرد. هر چند مرز دانه‌های دارای این مشخصه‌ها معمولاً در فلزات پس از تغییر شکل شدید دیده می‌شوند، باید به این نکته اشاره

7. Distorted shape
8. Wavy, diffuse, and ill-defined
9. Curved
10. Fuzzy (or "zig-zag") contrast
11. Serrated contrast
12. Valiev
13. Thickness extinction contours

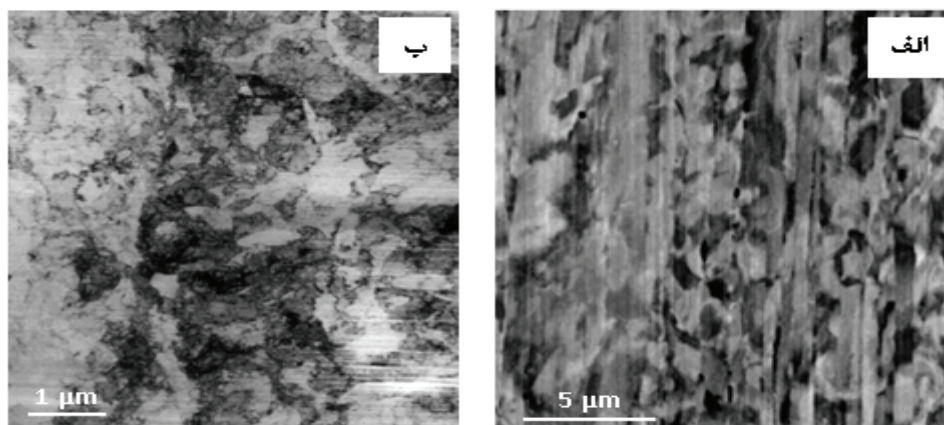


شکل ۱. مقایسه نفوذپذیری نمونه فوق ریزدانه و نمونه اولیه توسط رادیو ردیاب تالیوم ۲۰۱ در الف) آهن خالص و ب) مس خالص.



شکل ۲. تصاویر TEM از نمونه آهن فرآوری شده با کرنش معادل ۴/۵. پیکان‌های سیاه نمونه‌هایی از مرزدانه‌های کوچک زاویه و پیکان سفید نمونه‌هایی از مرز دانه‌های بزرگ زاویه تعادلی و پیکان خط چین نمونه‌ای از مرزدانه غیر تعادلی را نشان می‌دهند.





شکل ۳. الف) تصویر ECC و ب) تصویر TEM از ریزساختار نمونه مس فرآوری شده با کرنش ۴/۵.

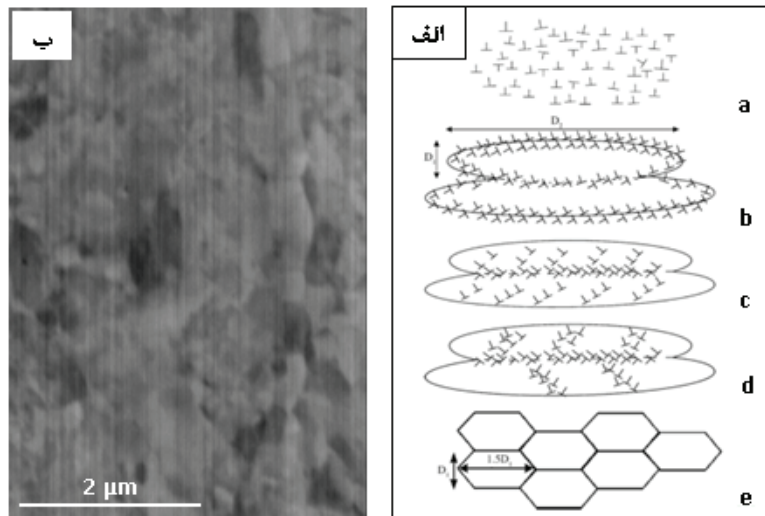
استفاده از تصاویر متعدد میکروسکوپ الکترونی عبوری، ریز ساختار حاوی دانه‌های میکرونی و هم چنین دانه‌های فوق ریز دانه یا نانومتری با اندازه متوسط ۲۰۰ nm تخمین زده شد. حضور دانه‌های بزرگ میکرونی در ساختار در کنار دانه‌های فوق ریز دانه و نانومتری می‌تواند به دلیل ناهمگنی تغییر شکل باشد. تشکیل دانه‌های نانومتری در ساختار نیز بیشتر در مناطق خاصی دیده می‌شود که باندهای برشی می‌باشند. تشکیل باندهای برشی یکی از مکانیزم‌های تغییر شکل است که در فلزات با انرژی نقص چیدن کم مانند مس می‌تواند فعال شود و خود نیز عامل ناهمگنی تغییر شکل است [۳۱]. گرادیان کرنش بالا در باند برشی یکی از مهم ترین پارامترهای انباشت و ذخیره نابجایی‌ها محسوب می‌شود که از طریق مکانیزم‌های بازیابی و تبلور مجدد دینامیک منجر به ریزدانه‌گی خواهد شد [۳۱، ۳۲]. در شکل ۳ به وضوح ناهمگنی موجود در ریزساختار دیده می‌شود. همانطور که در تصاویر مشاهده می‌شود اغلب دانه‌ها در ریزساختار لایه‌ای شکل گرفته، بدون جهت گیری خاص و یا هم محور هستند. در واقع مکانیزم تغییر شکل پلاستیکی شدید در مس فرآوری شده منجر به ایجاد چنین ساختاری شده است. به نظر می‌رسد مکانیزم‌های تقسیم دانه به زیردانه<sup>۱۵</sup> در کرنش‌های تغییر شکل شدید عامل تشکیل چنین ساختاری باشد [۲۷، ۳۳، ۳۴]. این مکانیزم در طول تغییر شکل پلاستیکی شدید، به ترتیب شامل توزیع نابجایی‌ها درون دانه، تشکیل سلول‌های کشیده شده، قفل شدن نابجایی‌ها توسط مرزهای زیردانه، تجزیه زیردانه‌های کشیده و در نهایت تغییر جهت مرزهای زیردانه و تشکیل دانه‌های زیر میکرونی هم محور می‌باشد [۲۷، ۳۴]. شکل ۴ الف شماتیک این مکانیزم (a-e) را نشان می‌دهد. در این مکانیزم وجود انرژی حرارتی به تشکیل مرزدانه‌های "تمیز"<sup>۱۶</sup> کمک می‌کند (مثلا در باندهای برشی آدیباتیک). نمونه‌ای از چنین ساختاری در شکل ۴ ب دیده می‌شود.

کرد که تمام مرزدانه‌ها در این مواد دارای چنین مورفولوژی نیستند [۱۲]. در این شکل، دانه‌هایی با مرزهای بزرگ زاویه کاملا مشخص<sup>۱۴</sup> نیز دیده می‌شوند که ویژگی مرز دانه‌های غیر تعادلی را ندارند. بعضی از این دانه‌ها تقریبا بدون نابجایی یا با چگالی نابجایی بسیار کم هستند و یا حتی ویژگی‌های دانه‌های تبلور مجدد یافته را دارند [۸]. به نظر می‌رسد که ناهمگنی فرآیند تغییر شکل عامل تفاوت تمرکز کرنش از ناحیه‌ای به ناحیه دیگر در ریز ساختار نمونه بوده و در نتیجه چگالی نابجایی‌ها از دانه‌ای به دانه دیگر و یا حتی درون یک دانه تغییر کرده است. این امر منجر به وجود همزمان مرزهای کوچک زاویه، بزرگ زاویه عادی و بزرگ زاویه غیر تعادلی در ساختار گردیده است. با اعمال کرنش بیشتر، در دانه‌های مرزهای کوچک زاویه با جذب نابجایی‌ها به بزرگ زاویه تبدیل شده‌اند و از طرفی دیگر افزایش نابجایی‌ها در دانه‌ای که دارای مرز بزرگ زاویه است منجر به جذب بیشتر نابجایی توسط مرز و ایجاد حالت غیر تعادلی شده است. بررسی اتصالات سه گانه و حتی چهارگانه نیز در تصاویر متعدد TEM از ریز ساختار نمونه، حاکی از کسر حجمی بالای آن‌ها در این نمونه است (به عنوان مثال شکل ۲ الف). در واقع اندازه دانه بسیار ریز عامل مهمی در افزایش این نوع اتصالات مرزدانه‌ای می‌باشد. ریزساختار نمونه مس خالص فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید با استفاده از مشاهدات میکروسکوپ الکترونی مورد مطالعه قرار گرفت. تصاویر TEM کاهش شدید اندازه دانه نمونه را طی فرآیند نشان می‌دهد. در ریزساختار نمونه در شکل ۳، دانه‌های ریز به شدت اعوجاج یافته‌ای دیده می‌شود که بعضی از آن‌ها حاوی زیر دانه‌هایی با مرز کوچک زاویه هستند. همانطور که دیده می‌شود ساختار نمونه تغییر شکل شدید شده احتمالا دارای توزیع اندازه دانه دوگانه است. چنین ساختاری پیش از این برای مس فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید گزارش شده است [۲۷، ۳۰]. با

15. Grains subdivision mechanisms

16. "clean" boundaries

14. Sharp

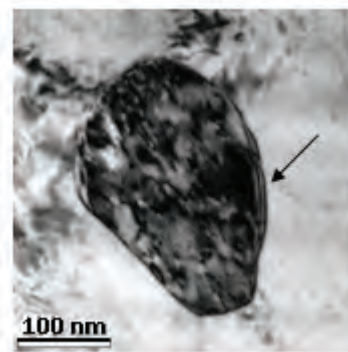


شکل ۴. الف) شماتیک مکانیزم تقسیم دانه و زبردانه [۲۷]، و ب) تصویر ECC از ریزساختار نمونه مس فرآوری شده با کرنش ۴/۵. در سمت راست تصویر ECC ساختار شکل گرفته احتمالاً در یک باند برشی آدیباتیک است.

قرار دارد. حین حرارت دهی نمونه‌های کار سرد شده تفاوتی در تغییر طول آن‌ها نسبت به نمونه تغییر شکل داده نشده به وجود آمده است که در واقع منشاء آن حجم آزاد ناشی از تغییر شکل موجود می‌تواند باشد [۱۵، ۱۸]. همانطور که مشاهده می‌شود میزان حجم آزاد آنیل شده مربوط به نمونه فرآوری شده با کرنش ۴/۵ بیشتر از نمونه با کرنش ۳/۷ است. این نتیجه قابل قبول است، زیرا با افزایش کرنش در ریز شکل پلاستیکی شدید احتمال افزایش عیوب داخلی در ریز ساختار بالا می‌رود. نمودار اختلاف تغییر طول نسبی بر حسب دما برای نمونه فرآوری شده با کرنش ۴/۵ در شکل ۶، ب رسم گردیده است. کاهش حجم کلی مشاهده شده، بازیابی حجم آزاد غیر تعادلی ماده را حین حرارت دهی تا دمای حدود ۶۰۰ نشان می‌دهد که بیانگر یک محدوده دمایی وسیع است. رفتار مشاهده شده با گزارش‌های قبلی مربوط به آنیل عیوب کریستالی در دیلاتومتری آهن خالص فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید پیچش با فشار بالا<sup>۱۷</sup> (HPT) مطابقت دارد [۱۵].

حداکثر اختلاف تغییر طول اندازه گیری شده برای نمونه با کرنش ۴/۵ برابر با  $10^{-3} \times 3/1 \cong \Delta l_{max}/l_0$  اندازه گیری شد و بنابراین تغییر حجم کلی ماده برابر خواهد بود با  $10^{-3} \times 9/3 \cong \Delta V_{max}/V_0 = 3 \times \Delta l_{max}/l_0$  که عدد بزرگی است. مطابق با مطالعات انجام شده چنین تغییر حجمی فراتر از تغییر حجم ناشی از کاهش نابجایی‌ها و مرزدانه‌های تعادلی حین رشد دانه در فرآیند آنیل است [۱۸]. بنابراین این تغییر حجم بالا نشان می‌دهد که میزان زیادی حجم آزاد اضافی در ماده به شکل عیوب از نوع جای خالی و تجمع جای خالی‌ها در دانه‌ها و یا به صورت حجم آزاد اضافی در

با دقت در تصاویر TEM می‌توان مرز دانه‌هایی با ویژگی‌های تصویری مرزدانه غیر تعادلی را در ریزساختار یافت. این مرز دانه‌ها بزرگ زاویه، قوسی شکل و در بعضی قسمت‌ها بی‌نظم، نفوذی و با کانتورهای ضحامتی با پهنای زیاد است (شکل ۵).

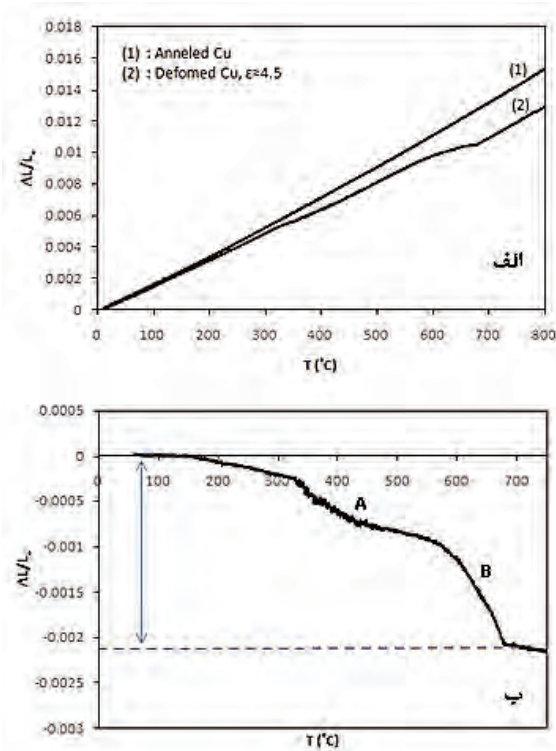


شکل ۵. تصویر TEM از نمونه مس فرآوری شده با کرنش معادل ۴/۵. پیکان سیاه نمونه‌ای از یک مرزدانه غیر تعادلی را نشان می‌دهند.

### آنالیز دیلاتومتری

حجم آزاد نمونه‌های تغییر شکل داده شده از نوع جای خالی، تجمع جای خالی‌ها، نابجایی‌ها و مرزدانه‌ها، به ویژه حجم آزاد غیر تعادلی در غلظت‌های بالا، را می‌توان مستقیماً با اندازه گیری تغییرات طول ماکروسکوپیک حین حرارت دهی با استفاده از آنالیز دیلاتومتری با قدرت تفکیک بالا تعیین نمود [۱۵، ۱۸، ۳۵]. اندازه گیری‌های دیلاتومتری بر روی نمونه‌های آهنی فرآوری شده تحت نوردهی شکل دار سرد و همچنین نمونه آنیل شده در شکل ۶، الف نشان داده شده است. نمونه آهن خالص آنیل شده در حالت تعادلی عیوب

17. High Pressure Torsion

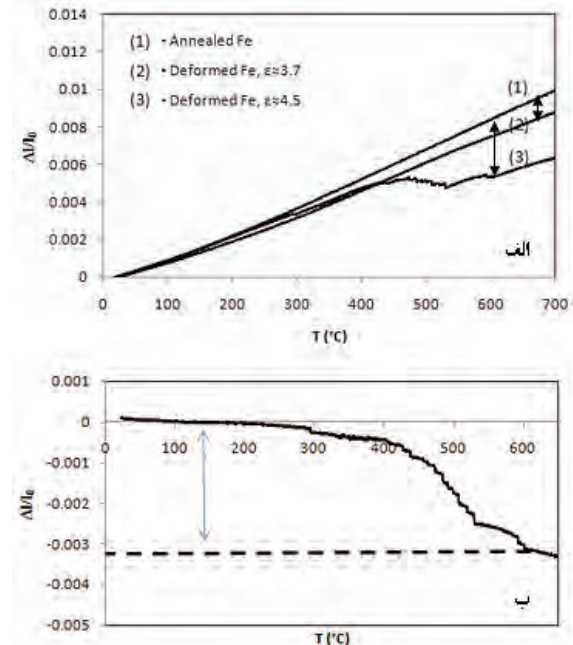


شکل ۷. الف) نمودارهای دیلاتومتری تغییر طول نسبی بر حسب دما، و ب) نمودار اختلاف تغییر طول نسبی بر حسب دما برای نمونه مس فرآوری شده با کرنش ۴/۵. پیکان میزان حجم آزاد آنیل شده را نشان می‌دهد.

مشاهدات TEM مبنی بر چگالی بالای نابجایی و حضور مرز دانه‌های غیر تعادلی در نمونه فوق ریز دانه مس فرآوری شده است.

مطابق با شکل ۷ کاهش حجم کلی مشاهده شده، در محدوده دمایی از حدود ۲۰۰ °C تا ۶۹۰ °C طی دو مرحله صورت می‌گیرد: یک پیک پهن تر، از حدود ۲۰۰ °C تا ۵۰۰ °C (مرحله A) و یک افت سریع پیرامون دمای ۶۳۰ °C (مرحله B). ورسکام<sup>۱۸</sup> و همکاران [۱۵] گزارش کرده‌اند که تغییرات حجم آزاد مس و نیکل تهیه شده به روش HPT با استفاده از دیلاتومتری، در مقایسه با آهن که طی یک پیک پهن انجام می‌گیرد، در دو مرحله صورت می‌پذیرد. در واقع یک تفاوت رفتاری کیفی میان مس و آهن وجود دارد که در مورد آهن آنیل همزمان انواع عیوب را در یک محدوده وسیع دمایی و در مورد مس بصورت مجزا نشان می‌دهد [۱۵]. مرحله اول (A) مربوط به آنیل جای خالی‌ها و هم چنین یک کاهش شدید در چگالی نابجایی‌هایی است که حین فرآیند تغییر شکل پلاستیکی شدید ایجاد شده‌اند. همچنین در این مرحله آرامش مرزهای دانه و حذف میکرو و ماکروکرنش‌ها اتفاق می‌افتد. در مرحله دوم (B) که در دماهای بالاتر رخ می‌دهد، عیوب باقی مانده در نمونه در ابتدای این مرحله عمدتاً حجم

میدان‌های کرنشی نابجایی‌ها یا مرزدانه‌های غیر تعادلی وجود دارد [۱۵، ۱۸]. بدین ترتیب اندازه گیری مستقیم حجم آزاد در نمونه فوق ریز دانه آهن با استفاده از روش دیلاتومتری، حضور مرز دانه‌های غیر تعادلی را در تصاویر TEM مربوطه (شکل ۲) تأیید می‌نماید.



شکل ۶. الف) نمودارهای دیلاتومتری تغییر طول نسبی بر حسب دما مربوط به نمونه‌های آهن خالص. ب) نمودار اختلاف تغییر طول نسبی بر حسب دما برای نمونه آهن فرآوری شده با کرنش ۴/۵. پیکان‌ها میزان حجم آزاد آنیل شده را برای هر نمونه نشان می‌دهد.

اندازه گیری‌های دیلاتومتری بر روی نمونه مس آنیل شده و نمونه مس فرآوری شده تحت نور شکل دار سرد با کرنش ۴/۵ انجام گردید. شکل ۷. الف، نمودارهای دیلاتومتری بدست آمده و شکل ۷. ب نمودار اختلاف تغییر طول نسبی بر حسب دما برای نمونه فرآوری شده نسبت به نمونه آنیل شده را نشان می‌دهد. حین حرارت دهی نمونه مس کار سرد شده تفاوتی در تغییر طول آن نسبت نمونه آنیل شده (که در حالت تعادلی عیوب قرار دارد) به وجود آمده است که به دلیل حجم آزاد بوجود آمده ناشی از تغییر شکل می‌باشد [۱۵، ۱۸]. حداکثر اختلاف تغییر طول اندازه گیری شده برای نمونه مس فرآوری شده با کرنش ۴/۵، برابر با  $\Delta V_{max}/V_0 \cong 2/08 \times 10^{-3}$  می‌باشد و بنابراین تغییر حجم کلی ماده برابر خواهد بود با  $3 \times \Delta V_{max}/V_0 \cong 6/24 \times 10^{-3}$  است. چنین تغییر حجمی ناشی از آنیل میزان زیاد حجم آزاد ماده در کسر بالای مرزدانه‌ها و همچنین به شکل نابجایی‌ها و عیوب جای خالی و تجمع جای خالی‌ها در دانه‌ها و نیز به صورت حجم آزاد اضافی در میدان‌های کرنشی نابجایی‌ها یا مرزدانه‌های غیر تعادلی می‌باشد [۴، ۱۵]. این نتیجه مؤید



نتیجه‌ی آن تنش تسلیم کمتر، کار سختی خوب و انعطاف پذیری می‌باشد. انرژی نقص چیدن نیز یکی از ویژگی‌های فیزیکی مهم ماده است که تحرک و ماهیت نابجایی‌ها را تعیین می‌کند. در فلزات با انرژی نقص چیدن بیشتر، لغزش متقاطع راحت‌تر صورت می‌گیرد، مکانیزم‌های بازیابی/ تبلور مجدد حین تغییر شکل فعال‌تر می‌باشد و احتمال تشکیل تجمع جای خالی‌ها کمتر می‌شود. هرچند به دلیل تفاوت در ساختار کریستالی، تأثیر انرژی نقص چیدن بر تشکیل حجم آزاد در این دو فلز با هم مقایسه نمی‌گردد. مطابق با مدل دیوینسکی<sup>۱۹</sup> و همکاران [۱۶] در توضیح تشکیل حفره یا تخلخل در آلیاژهای bcc یا fcc تحت تغییر شکل پلاستیکی شدید، اگر تنش برشی موضعی ماکزیمم در فلزات از تنش تسلیم برشی فراتر رود ممکن است میکرو ترک‌هایی تشکیل شوند. آن‌ها فرض کردند که شروع تشکیل میکرو ترک در فلزات bcc در یک ناحیه موضعی به شکل شکست ترد بیان می‌شود، ولی در مورد فلزات fcc، به واسطه انعطاف پذیری ماده، سیستم تنشی و یا بازیابی دینامیک/ تبلور مجدد، تشکیل، رشد و پیشرفت ترک تا مراحل آخر تغییر شکل به تعویق می‌افتد و در مراحل آخر تغییر شکل پلاستیکی شدید هنگامی که تنش برشی موضعی به مقداری برابر و یا بیش از تنش برشی شکست ماده برسد یک ترک شکل می‌گیرد [۱۶]. پس می‌توان گفت که در فلزات fcc، تنش‌های مورد نیاز کمتر برای تغییر شکل موجب کاهش تمرکز تنش در ریزساختار می‌شود و تحرک بیشتر نابجایی‌ها، مکانیزم‌های بازیابی/ تبلور مجدد را تسریع می‌کند. این عوامل می‌تواند امکان تشکیل حفره را در این فلزات کاهش دهد، همانطور که در فرآیند حاضر در مورد آهن و مس مشاهده می‌گردد.

دمای ذوب آهن و مس به ترتیب برابر با ۱۸۰۹ K و ۱۳۵۷ K [۳۷] می‌باشد. اثبات شده است که دمای همسانی تغییر شکل فلز ( $T/T_m$ ) یکی از پارامترهای کنترل کننده تحرک نابجایی‌ها در فلزات خالص از طریق مکانیزم‌های لغزش متقاطع و صعود است [۳۷]. در واقع هرچه دمای همسانی تغییر شکل فلز ( $T/T_m$ ) بیشتر باشد، فرآیندهای بازیابی دینامیک نیز تسریع یافته و بر غلظت عیوب نقطه‌ای و ساختار مرزدانه اثر می‌گذارد [۱۲، ۳۷]. در مورد مس با تحرک عیوب بیشتر و نقطه ذوب کمتر، آنیل عیوبی همچون جای خالی‌ها پیشتر در دمای محیط می‌تواند رخ دهد و در نتیجه از غلظت آن بکاهد [۱۵]. در مطالعات انجام شده نشان داده شده است که غلظت جای خالی‌ها و تجمع آن‌ها بستگی به آنتالپی مهاجرت جای خالی در ماده دارد. هر چه آنتالپی مهاجرت جای خالی کمتر باشد، امکان از بین رفتن جای خالی‌ها بیشتر و در نتیجه غلظت کلی آن در ماده کاهش می‌یابد [۹]. آنتالپی مهاجرت جای خالی در آهن و مس به ترتیب حدود  $1/3 \text{ eV}$  [۳۸] و  $0.76 \text{ eV}$  [۹] گزارش شده است. بنابراین غلظت کمتر حجم

آزاد موجود در مرزدانه‌های آرمیده هستند و بنابراین کاهش طول طی این مرحله به دلیل رشد دانه‌ها و حذف بسیاری از مرزدانه‌ها می‌باشد [۴]. بدین ترتیب با توجه به اینکه در نمونه مس فرآوری شده به روش نورد شکل دار با کرنش ۴/۵ حین حرارت دهی، رشد دانه در دمای نسبتاً بالایی رخ می‌دهد می‌توان نتیجه گرفت که از پایداری حرارتی خوبی برخوردار است.

## مقایسه حجم آزاد مس و آهن خالص تحت تغییر شکل پلاستیکی شدید

به منظور تحلیل بهتر نتایج بدست آمده از بررسی پدیده حجم آزاد در فلزات نانوساختار آهن و مس فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید نورد شکل دار سرد، رفتار این دو فلز در کرنش معادل ۴/۵ با هم مقایسه گردید.

نورد شکل دار شدید منجر به ایجاد یک ساختار ناهمگن و فوق ریزدانه و نیز کاهش چگالی در هر دو مورد می‌شود. البته نوع ساختار ایجاد شده، مکانیزم تغییر شکل، اندازه دانه‌ها، میزان کاهش چگالی و تغییرات حجم آزاد و هم چنین رفتار حرارتی بسته به نوع فلز متفاوت می‌باشد.

مشاهدات میکروسکوپی نشان می‌دهد که ریزساختار مس فرآوری شده، هم محور و دارای توزیع اندازه دانه دوگانه می‌باشد. در حالی که آهن فرآوری شده دارای ریزساختار لایه‌ای و همگن تری است. محاسبات نشان می‌دهد میزان حجم آزاد آنیل شده در حین حرارت دهی نمونه آهن فرآوری شده با کرنش ۴/۵ (برابر با  $10^{-3} \times 9/3$ ) بیشتر از نمونه مس با کرنش معادل (برابر با  $10^{-3} \times 6/24$ ) است. به این معنی که حجم آزاد تشکیل شده در اثر تغییر شکل در نمونه آهنی بیشتر است. این نتیجه با کاهش بیشتر چگالی نسبی آهن حین تغییر شکل و شمارش گامای بالاتر در آنالیز نفوذ رادیو ردیاب نیز در توافق است. هر چند مقدار حجم آزاد تشکیل شده حین فرآیند در هر دو فلز قابل توجه می‌باشد.

منشاء اختلاف در حجم آزاد کلی دو فلز با کرنش اعمالی مشابه و تحت شرایط یکسان فرآیندی، می‌تواند مربوط به تفاوت در ویژگی‌های ذاتی فلزات باشد. به عنوان مثال تفاوت در ساختار کریستالی، نقطه ذوب و آنتالپی مهاجرت جاهای خالی از جمله پارامترهایی است که مستقیماً در تشکیل حجم آزاد اثر گذار هستند. ساختار کریستالی آهن و مس به ترتیب bcc و fcc، و در نتیجه رفتار پلاستیکی این فلزات با توجه به ساختار کریستالی آن‌ها متفاوت می‌باشد [۳۶]. ساختارهای fcc دارای صفحات لغزش متعددی است و نسبت به ساختارهای bcc به تنش‌های کمتری برای ایجاد لغزش نیاز دارد. هم چنین حرکت نابجایی‌ها به ویژه لغزش متقاطع نابجایی‌های پیچی در ساختار fcc در دماهای پایین، بیشتر بوده و تحت تنش‌های اعمالی کمتری صورت می‌گیرد که

با توزیع اندازه دانه دو گانه (نانو و میکرو) شکل می‌گیرد که در آن دانه‌های نانومتری بیشتر در باندهای برشی می‌باشند. اغلب دانه‌ها در ریزساختار لایه‌ای شکل گرفته، به دلیل مکانیزم‌های تقسیم دانه و زیردانه در تغییر شکل پلاستیکی شدید مس، بدون جهت‌گیری خاص و یا هم‌محور هستند.

۴- بررسی‌های TEM در مس فرآوری شده حاکی از چگالی بالای نابجایی‌ها و حضور مرزدانه‌های غیر تعادلی می‌باشد. نتایج آنالیز دیلاتومتری نیز تغییر حجم کلی بالایی برابر با  $10^{-3} \times 6/24 \cong \Delta V_{\max}/V_0$  را نشان داد که مؤید مشاهدات TEM است.

۵- نتایج نشان داد حجم آزاد تشکیل شده پس از نورد شکل دار شدید در آهن خالص بیشتر از مس خالص می‌باشد. منشاء این اختلاف در حجم آزاد کلی دو فلز با کرنش اعمالی مشابه و تحت شرایط یکسان فرآیندی، می‌تواند مربوط به تفاوت در ویژگی‌های ذاتی فلزات باشد. هم‌چنین تفاوت در اندازه دانه و مورفولوژی آن و نیز نوع مرزدانه‌ها و کسر حجمی آن‌ها از پارامترهایی است که با میزان حجم آزاد رابطه تنگاتنگی دارد.

### سپاسگزاری

از جناب آقای دکتر قاسمی نانسنا جهت تهیه تصاویر ECC از دانشگاه ETS مونترال کانادا تشکر و قدردانی می‌گردد. همچنین از خانم دکتر ارشد عضو مرکز تحقیقات دانشکده دندانپزشکی دانشگاه تهران جهت راهنمایی‌های ایشان و از خانم درویشا و خانم جوکار از مرکز پزشکی هسته‌ای دانشگاه تهران که در انجام آنالیز رادیو ردیاب یاری نمودند تشکر و قدردانی به عمل می‌آید.

آزاد در مس نسبت به آهن در کرنش معادل دور از انتظار نیست.

هم‌چنین تفاوت در مکانیزم تغییر شکل که ریز ساختار ماده را نیز تعیین می‌کند می‌تواند یکی از دلایل تفاوت در حجم آزاد تشکیل شده در دو فلز باشد. تفاوت در اندازه دانه و مورفولوژی آن و نیز نوع مرزدانه‌ها و کسر حجمی آن‌ها از پارامترهایی است که با میزان حجم آزاد رابطه تنگاتنگی دارد. با توجه به غلظت بالای حجم آزاد در هر دو فلز، برای مقایسه حجم آزاد ناشی از پارامترهای ذکر شده و تعیین دقیق این رابطه، نیاز به انجام آنالیزهای بیشتر و دقیق‌تری می‌باشد. نوع ریزساختار و مورفولوژی دانه‌ها در تعامل با میزان و نوع تنش‌های اعمالی از طرف فرآیند نیز یکی دیگر از پارامترهای مؤثر بر تشکیل حجم آزاد می‌تواند باشد. همانطور که مشاهده شد ریزساختار مس فرآوری شده هم‌محورتر و با توزیع دو گانه می‌باشد و در چنین ساختاری احتمال ایجاد ترک در مرزها تحت تمرکز تنش‌های برشی، نسبت به ساختار لایه‌ای در جهت تغییر شکل، مشابه با آنچه در آهن فرآوری شده دیده می‌شود، کمتر می‌باشد.

### ۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش، پدیده حجم آزاد در فلزات آهن و مس خالص نانو ساختار فرآوری شده به روش تغییر شکل پلاستیکی شدید بررسی شد و حجم آزاد موجود بصورت کیفی و کمی با استفاده از آزمون‌های تجربی ارزیابی گردید. مهمترین نتایج حاصل عبارتند از:

- ۱- نتایج چگالی سنجی و تکنیک نفوذ رادیو ردیاب نشان داد که با اعمال تغییر شکل پلاستیکی شدید توسط نورد شکل دار سرد تا کرنش معادل ۴/۵ میزان حجم آزاد تشکیل شده در آهن و مس افزایش محسوسی می‌یابد.
- ۲- بررسی‌های TEM، افزایش حجم آزاد در ریزساختار آهن تحت تغییر شکل پلاستیکی شدید را به صورت افزایش شدید چگالی نابجایی‌ها، افزایش مرزدانه‌ها و اتصالات سه گانه و حضور مرزدانه‌های غیر تعادلی نشان می‌دهد. بر اساس محاسبه میزان حجم آزاد تشکیل شده به روش دیلاتومتری در آهن فرآوری شده، تغییر حجم کلی ماده پس از اعمال کرنش ۴/۵ برابر با  $10^{-3} \times 9/3 \cong \Delta V_{\max}/V_0$  می‌باشد که عدد بزرگی است و نشان می‌دهد که میزان زیادی حجم آزاد اضافی در ماده به شکل عیوب از نوع جای خالی و تجمع جای خالی‌ها در دانه‌ها و یا به صورت حجم آزاد اضافی در میدان‌های کرنشی نابجایی‌ها یا مرزدانه‌های غیر تعادلی وجود دارد.
- ۳- مشاهدات ریز ساختار مس فرآوری شده به روش نورد شکل دار سرد با استفاده از TEM و ECC نشان می‌دهد پس از اعمال کرنش ۴/۵ در نمونه یک ساختار ناهمگن و

## References

- [1] Schaefer HE, Würschum R, Hof P, Straub W, Gessmann T. Size Distribution of structural free volumes in nanocrystalline metals. *Mater Sci Forum*. 1995;175-178:505-8.
- [2] Schaefer HE, Würschum R, Gessmann T, Stöckl G, Scharwachter P, Frank W. Diffusion and free volumes in nanocrystalline Pd. *Nanostructured Mater*. 1995;6:869-72.
- [3] Shvindlerman LS, Gottstein G, Ivanov V a., Molodov D a., Kolesnikov D, Łojkowski W. Grain boundary excess free volume—direct thermodynamic measurement. *J Mater Sci*. 2006;41(23):7725-9.
- [4] Steyskal EM, Oberdorfer B, Sprengel W, Zehetbauer M, Pippan R, Würschum R. Direct experimental determination of grain boundary excess volume in metals. *Phys Rev Lett*. 2012 Jan 31;108(5):055504.
- [5] Wang K, Tao NR, Liu G, Lu J, Lu K, A. Plastic strain-induced grain refinement in the nanometer scale in a Mg alloy. *Acta Mater*. 2006;54:5281-91.
- [6] Wang YB, Ho JC, Liao XZ, Li HQ, Ringer SP, Zhu YT. Mechanism of grain growth during severe plastic deformation of a nanocrystalline Ni-Fe alloy. *Appl Phys Lett*. 2009;94:011908.
- [7] Azushima A, Kopp R, Korhonen A, Yang DY, Micari F, Lahoti GD, et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Ann - Manuf Technol*. 2008;57(2):716-35.
- [8] Wang YM, Ma E. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal. *Acta Mater*. 2004;52(6):1699-709.
- [9] Setman D, Schafner E, Korznikova E, Zehetbauer MJ. The presence and nature of vacancy type defects in nanometals obtained by severe plastic deformation. *Mater Sci Eng A*. 2008;493(1-2):116-22.
- [10] Valiev RZ, Alexandrov I V, Zhu YT, Lowe TC. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation. *J Mater Res*. 2002;17(1):5-8.
- [11] Valiev RZ, Zhilyaev AP, Langdon TG. Bulk nanostructured materials: Fundamentals and applications. *Bulk Nanostructured Mater Fundam Appl*. 2013;1-440.
- [12] Sauvage X, Wilde G, Divinski S V., Horita Z, Valiev RZ. Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena. *Mater Sci Eng A*. 2012;540(2012):1-12.
- [13] Ribbe J, Baither D, Schmitz G, Divinski S. Network of Porosity Formed in Ultrafine-Grained Copper Produced by Equal Channel Angular Pressing. *Phys Rev Lett*. 2009;102(16):1-4.
- [14] Ribbe J, Baither D, Schmitz G, Divinski S V. Ultrafast diffusion and internal porosity in ultrafine-grained copper-lead alloy prepared by equal channel angular pressing. *Scr Mater*. 2009;61(2):129-32.
- [15] Würschum R, Oberdorfer B, Steyskal EM, Sprengel W, Puff W, Pikart P, et al. Free volumes in bulk nanocrystalline metals studied by the complementary techniques of positron annihilation and dilatometry. *Phys B Condens Matter*. 2012;407(14):2670-5.
- [16] Divinski S V, Padmanabhan KA, Wilde G. Microstructure evolution during severe plastic deformation. *Philos Mag*. 2011;91(36):4574-93.
- [17] Schafner E, Steiner G, Korznikova E, Kerber M, Zehetbauer MJ. Lattice defect investigation of ECAP-Cu by means of X-ray line profile analysis, calorimetry and electrical resistometry. *Mater Sci Eng A*. 2005;410-411:169-73.
- [18] Oberdorfer B, Lorenzoni B, Unger K, Sprengel W, Zehetbauer M, Pippan R, et al. Absolute concentration of free volume-type defects in ultrafine-grained Fe prepared by high-pressure torsion. *Scr Mater*. 2010;63(4):452-5.
- [19] Van Petegem S, Dalla Torre F, Segers D, Van Swygenhoven H. Free volume in nanostructured Ni. *Scr Mater*. 2003;48(1):17-22.
- [20] Lechner W, Puff W, Wilde G, Würschum R. Vacancy-type defects in amorphous and nanocrystalline Al alloys: Variation with preparation route and processing. *Scr Mater*. 2010;62(7):439-42.
- [21] Divinski S V., Ribbe J, Reglitz G, Estrin Y, Wilde G. Percolating network of ultrafast transport channels in severely deformed nanocrystalline metals. *J Appl Phys*. 2009;106(6):063502.
- [22] Nazarov a. a., Romanov a. E, Valiev RZ. Models of the defect structure and analysis of the mechanical behavior of nanocrystals. *Nanostructured Mater*. 1995;6(5-8):775-8.
- [23] Wang ZB, Lu K, Wilde G, Divinski S. Toward the existence of ultrafast diffusion paths in Cu with a gradient microstructure: Room temperature diffusion of Ni. *Appl Phys Lett*. 2008;93(13):1-3.
- [24] Zlateva G, Martinova Z. *Microstructure of Metals and Alloys: An Atlas of Transmission Electron Images*. CRC press, Taylor and francis group, Boca Raton. 2008. 1-58 p.
- [25] Yurkova AI, Milman Y V, Byakova A V. Structure and mechanical properties of iron subjected to surface severe plastic deformation by attrition : II . Mechanical properties of nano and submicrocrystalline iron. *Russ Metall*. 2010;2010(4):258-63.
- [26] Zhao YH, Bingert JF, Liao XZ, Cui BZ, Han K, Sergueeva A V., et al. Simultaneously increasing the ductility and strength of ultra-fine-grained pure copper. *Adv Mater*. 2006;18(22):2949-53.
- [27] Mishra A, Richard V, Grégori F, Asaro RJ, Meyers MA, Propri L. Microstructural evolution in copper processed by severe plastic deformation. *Mater Sci Eng A*. 2005;411:290-8.
- [28] Valiev RZ, Islamgaliev RK, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Prog Mater Sci*. 2000;45(2):103-89.
- [29] Divinski S V., Ribbe J, Baither D, Schmitz G, Reglitz G, Rösner H, et al. Nano- and micro-scale free volume in ultrafine grained Cu-1 wt.%Pb alloy deformed by equal channel angular pressing. *Acta Mater*. 2009;57(19):5706-17.
- [30] Lugo N, Llorca N, Cabrera JM, Horita Z. Microstructures and mechanical properties of pure copper deformed severely by equal-channel angular pressing and high pressure torsion. *Mater Sci Eng A*. 2008;477(1-2):366-71.
- [31] Yan F, Zhang HW, Tao NR, Lu K. Quantifying the microstructures of pure Cu subjected to dynamic plastic deformation at cryogenic temperature. *J Mater Sci Technol*. 2011;27(8):673-9.
- [32] Andrade U, Meyers MA, Vecchio KS, Chokshi AH. Dynamic recrystallization in high-strain, high-strain-rate plastic deformation of copper. *Acta Metall Mater*. 1994;42(9):3183-95.
- [33] Hughes DA, Hansen N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Mater*. 1997;45(9):3871-86.
- [34] Huang JY, Zhu YT, Jiang H, Lowe TC. Microstructures and

- dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening. *Acta Mater.* 2001;49(9):1497-505.
- [35] Oberdorfer B, Steyskal EM, Sprengel W, Pippan R, Zehetbauer M, Puff W, et al. Recrystallization kinetics of ultrafine-grained Ni studied by dilatometry. *J Alloys Compd.* 2011;509(SUPPL. 1):S309-11.
- [36] Kubin LP, Devincere B, Tang M. Mesoscopic modelling and simulation of plasticity in fcc and bcc crystals: Dislocation intersections and mobility. *J Comput Mater Des.* 1998;5(1):31-54.
- [37] Edalati K, Horita Z. High-pressure torsion of pure metals: Influence of atomic bond parameters and stacking fault energy on grain size and correlation with hardness. *Acta Mater.* 2011;59(17):6831-6.
- [38] Woo CH, Frank W. Void growth and vacancy migration enthalpy in alpha-iron. *Radiat Eff.* 1983;77(1-2):49-55.