

Effect of cold rolling value on the shape memory property of Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) martensitic alloy

*Hamidreza Koohdar¹

1- Assistant Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science & Technology (IUST), Narmak, Tehran, Iran

Citation: Koohdar H. Effect of cold rolling value on the shape memory property of Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) martensitic alloy, Metallurgical Engineering, 2024; 27(2): 115-124 <https://doi.org/10.22076/me.2023.2008739.1384>

 <https://doi.org/10.22076/me.2023.2008739.1384>

ABSTRACT

In this research, the effect of cold rolling percent on the microstructure and shape memory effect (SME) of an Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) alloy was investigated. Experimental results such as X-ray diffraction (XRD) and electron backscatter diffraction (EBSD) analyses revealed that the microstructure of the initial alloy in the solution annealed condition was a fully lath α' -martensite with a high density of dislocation. Under cold rolling with 60 and 90% reductions in thickness, the austenite (γ) phase with a fine grain size was partially induced in the martensite matrix through a shear $\alpha' \rightarrow \gamma$ transformation, resulting in the development of a dual-phase ($\alpha' + \gamma$) steel. Strain-induced austenite inherited the dislocation structure from the parent martensite due to have a shear nature. In addition, the volume fraction of the induced austenite in the microstructure of the initial alloy increased by increasing the rolling percent. The tensile test results indicated a maximum shape recovery of ~35% at 1% pre-strain for the 90% cold rolled specimen. Also, the observation of strain hysteresis in the cyclic stress-strain curve of the cold rolled specimen by 90% confirmed the presence of the pseudoelastic behavior for this sample. The presence of austenite phase with high density of dislocation in the dual-phase steel was the main reason for appearance the SME and pseudoelastic behavior.

Keywords: Fe-Ni-Mn martensitic steel; Cold rolling; Microstructure evolution; Austenite; Shape memory effect.

Received: August 7, 2023

Accepted: December 24, 2023

■ ■
*Corresponding Author:

Hamidreza Koohdar, PhD

Address: Assistant Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science & Technology (IUST), Narmak, Tehran, Iran.

Tel: +98 (21) 73228865

E-mail: hkoohdar@iust.ac.ir

تأثیر میزان نورد سرد بر خاصیت حافظه‌داری آلیاژ مارتنزیتی (Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%)

*حمیدرضا کوه‌دار^۱

۱- استادیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

چکیده

در این تحقیق، تأثیر میزان نورد سرد بر ریزساختار و اثر حافظه‌داری شکلی آلیاژ Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج حاصل از آنالیزهای پراش پرتو ایکس و پراش الکترون برگشتی نشان دادند که آلیاژ اولیه در حالت آنیل محلولی، دارای ریزساختار کاملاً مارتنزیتی از نوع مارتنزیت آلفا پریم (α') با مورفولوژی لایه‌ای شکل همراه با دانسیته بالای نابجایی بود. پس از اعمال فرایند نورد سرد به میزان ۶۰ و ۹۰٪ بر روی آلیاژ اولیه، کسر کوچکی از فاز آستنیت (γ) ریزدانه در اثر رخداد دگرگونی برشی $\alpha' \rightarrow \gamma$ در زمینه مارتنزیتی ایجاد شده و یک فولاد دوفازی ($\alpha' + \gamma$) حاصل گردید. آستنیت ایجاد شده در اثر اعمال کرنش بدلیل داشتن ماهیت برشی، ساختار نابجایی را از فاز مارتنزیت مادر به ارث برد. همچنین، کسر حجمی آستنیت ایجاد شده در ریزساختار آلیاژ اولیه با افزایش میزان نورد افزایش یافت. نتایج آزمون کشش مقدار بیشینه بازیابی شکلی در حدود ۳۵٪ در میزان پیش-کرنش ۱٪ را برای نمونه نورد سرد شده به میزان ۹۰٪ نشان داد. همچنین، مشاهده هیستریزس کرنشی در نمودار تنش-کرنش سیکلی نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ نشان از وجود رفتار سودوالاستیک در این نمونه بود. حضور فاز آستنیت با دانسیته بالای نابجایی در ریزساختار آلیاژ دوفازی ایجاد شده در اثر نورد، عامل اصلی مشاهده اثر حافظه‌داری شکلی و رفتار سودوالاستیک بود.

واژه‌های کلیدی: آلیاژ مارتنزیتی Fe-Ni-Mn، نورد سرد، ارزیابی ریزساختار، آستنیت، اثر حافظه‌داری شکلی.

دریافت: ۱۴۰۲/۰۵/۱۶ | پذیرش: ۱۴۰۲/۱۰/۳

۱. مقدمه

آلیاژهای حافظه‌دار پایه آهنی به دلیل دارا بودن خواص مطلوب نظیر استحکام بالا، شکل‌پذیری و ماشینکاری مناسب، جوشکاری مطلوب، پلاستیسیته خوب و هزینه کم تولید مورد توجه محققان قرار گرفته‌اند. این مزایا موجب شده تا این دسته از آلیاژهای حافظه‌دار برای کاربردهای تجاری در صنایع مکانیکی و عمرانی مدنظر قرار گیرند [۱ و ۲]. رخداد دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسیلین ($\gamma \rightarrow \epsilon$) ترغیب شده با تنش در دماهای پایین و عکس آن ($\epsilon \rightarrow \gamma$) در حین حرارت‌دهی در دماهای متوسط و بالا، عامل اصلی خاصیت حافظه‌داری در این مواد است [۳-۵]. آلیاژهای حافظه‌دار پایه آهنی خاصیت دیگری تحت عنوان رفتار سودوالاستیک نیز از خود بروز می‌دهند که اساس آن رخداد دگرگونی فوق در حین بارگذاری و عکس آن در حین باربرداری است [۶ و ۷]. تحقیقات نشان می‌دهد که عواملی نظیر آلیاژسازی مناسب [۸ و ۹]، اعمال پیش‌کرنش [۹]، ایجاد رسوب

در ریزساختار [۱۰ و ۱۱]، عملیات ترمومکانیکی [۱۲] و تغییر شکل پلاستیک شدید [۱۳ و ۱۴] تأثیر بسزایی در بهبود خاصیت حافظه‌داری و رفتار سودوالاستیک آلیاژهای حافظه‌دار پایه آهنی دارند. این عوامل از طریق استحکام بخشی فاز آستنیت و نیز کاهش مقدار تنش بحرانی مورد نیاز جهت رخداد دگرگونی $\gamma \rightarrow \epsilon$ ، موجب بهبود خاصیت حافظه‌داری و رفتار سودوالاستیک می‌شوند [۱۵ و ۱۶].

آلیاژ Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) یک فولاد کم کربن با استحکام بالاست که در شرایط آنیل محلولی دارای ریزساختار کاملاً مارتنزیتی از نوع مارتنزیت آلفا پریم (α') است. این آلیاژ در کنار استحکام خوب از شکل‌پذیری نسبتاً مناسبی نیز برخوردار است [۱۷-۱۹]. هرچند این آلیاژ دارای ساختار کاملاً مارتنزیتی در دمای اتاق است ولی فاز آستنیت را می‌توان به روش‌های مختلف در ریزساختار آن ایجاد کرد به گونه‌ای که یک فولاد دوفازی ($\alpha' + \gamma$) حاصل شود. در این حالت به آستنیت ایجاد شده در ریزساختار،

* نویسنده مسئول:

دکتر حمیدرضا کوه‌دار

نشانی: تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

تلفن: ۷۳۲۲۸۸۶۵ (۲۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: hkoohdar@jst.ac.ir

به منظور بررسی ریزساختار از ابزار میکروسکپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) مجهز شده به ابزار پراش الکترون ثانویه تفرق یافته^۵ (EBSD) استفاده گردید. بررسی‌های EBSD با فواصل اندازه‌گیری^۶ ۲۰۰ nm انجام شده و نتایج حاصل از آن توسط نرم افزار آنالیزگر TSL-OIM مورد آنالیز قرار گرفت. در این مورد مقطع نمونه‌ها پس از پولیش مکانیکی در محلول حاوی ۹۰٪ CH₃COOH و ۱۰٪ HClO₄ در دمای تقریبی ۱۱ °C و ولتاژ ۲۰ V الکتروپولیش گردید تا لایه ایجاد شده روی سطح در حین پولیش مکانیکی برطرف شود.

جهت بررسی رفتار حرارتی نمونه‌های اولیه و نورد سرد شده از آزمون کالری‌متری روبشی افتراقی^۷ (DSC) استفاده شد. برای آزمون DSC، نمونه‌هایی به وزن تقریبی ۵۰ mg با نرخ گرمایش ۲۰ °C/min در محیط گاز آرگون حرارت دهی شدند.

به منظور تعیین سختی نمونه‌ها از میکروسختی سنجی استفاده گردید. بار اعمالی ۱۰۰ gf و زمان اعمال بار ۱۰ s انتخاب شد. میزان سختی هر نمونه با میانگین‌گیری از ۵ نقطه اثر سختی اندازه‌گیری شد.

جهت بررسی خاصیت حافظه‌داری، از آزمون کشش و حرارت‌دهی پس از آن استفاده شد. ضخامت، پهنا و طول سنجه نمونه‌های کشش به ترتیب برابر با ۱، ۵/۵ و ۱۴ mm در نظر گرفته شد. آزمون کشش بر روی نمونه‌های نورد سرد شده در پیش-کرنش‌های مختلف (۱، ۲، ۴ و ۸٪) انجام شد. برای هر پیش-کرنش، سه نمونه کششی مورد ارزیابی قرار گرفت. پس از اعمال پیش-کرنش بر روی نمونه‌ها، مقدار بازیابی شکلی^۸ (SR) از طریق حرارت‌دهی نمونه‌ها در دمای ۷۰۰ °C به مدت ۱/۸ ks محاسبه گردید. رابطه ۱ نحوه محاسبه بازیابی شکلی را نشان می‌دهد:

$$\%SR = ((L_1 - L_2)/(L_1 - L_0)) \times 100 \quad (1)$$

بطوری که، L_0 طول سنجه اولیه نمونه، L_1 طول سنجه نمونه بعد از اعمال پیش-کرنش و L_2 طول سنجه نمونه حرارت‌دهی شده در دمای ۷۰۰ °C به مدت ۱/۸ ks است. همچنین، مقدار کرنش بازیابی^۹ (RS) برای هر میزان پیش-کرنش اعمالی از طریق رابطه ۲ محاسبه شد.

$$\%RS = (SR \times prestrain) \times 100 \quad (2)$$

بررسی رفتار سودوالاستیک و هیستریزس کرنشی نمونه اولیه و نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ با استفاده از آزمون سیکلی بارگذاری-باربرداری در دمای اتاق توسط دستگاه سنناتم با سرعت حرکت فک ۰/۰۵ mm/min انجام شد. نمونه‌های مورد استفاده برای این آزمون در ابعادی مشابه با آزمون بررسی خاصیت حافظه‌داری بریده و آماده‌سازی شدند.

آستنیت برگشتی^۱ گفته می‌شود [۲۰ و ۲۱]. لازم به ذکر است که جهت مشاهده خاصیت حافظه‌داری و رفتار سودوالاستیک در این آلیاژ، تشکیل فاز آستنیت برگشتی در زمینه مارتنزیتی امری ضروری است [۲۲ و ۲۳]. یکی از روش‌های ایجاد آستنیت برگشتی در میکروساختار فولادهای کم‌کربن مارتنزیتی در دمای اتاق، اعمال کرنش به ماده از طریق فرایند کارسرد است. در اثر اعمال کارسرد بر ماده، فاز آستنیت ترغیب شده با کرنش^۲ در ریزساختار مارتنزیت زمینه تشکیل شده و پایدار می‌ماند به نحوی که یک فولاد دوفازی حاصل می‌شود. لازم به ذکر است که جهت ایجاد آستنیت ترغیب شده با کرنش باید انرژی مکانیکی اعمال شده بر ساختار در اثر تغییر شکل از نیروی محرکه لازم برای انجام دگرگونی معکوس مارتنزیت به آستنیت بیشتر باشد [۲۴ و ۲۵].

در پژوهش حاضر، فرایند نورد سرد به میزان ۶۰ و ۹۰٪ بر روی آلیاژ مارتنزیتی Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) اعمال شده است تا بدین ترتیب آستنیت برگشتی در زمینه مارتنزیتی ایجاد شود. در ادامه، ریزساختار، خاصیت حافظه‌داری (بازیابی شکلی) و رفتار سودوالاستیک نمونه‌ها در شرایط مختلف مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفته است.

۲. مواد و روش تحقیق

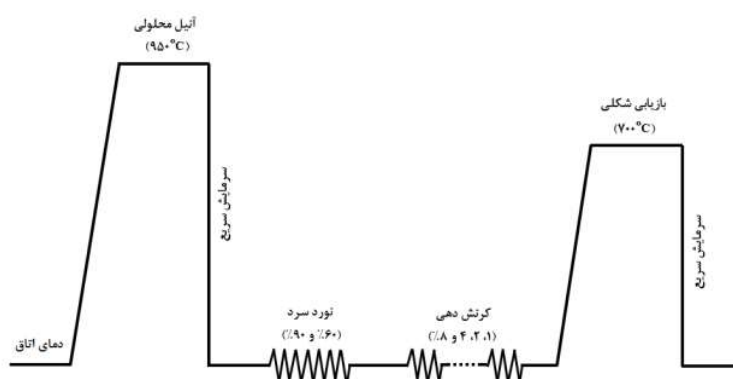
یک شمش از فولاد کم‌کربن با ترکیب شیمیایی Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) از طریق ریخته‌گری در کوره قوسی تحت گاز محافظ آرگون در قالب مسی آبگرد تهیه شد. بعد از انجام عملیات ریخته‌گری، فرایند آهنگری داغ به میزان ۵۰٪ در دمای ۱۲۰۰ °C و به منظور شکستن ریزساختار دندرنیتی بر روی شمش اولیه انجام گرفت. در ادامه جهت همگن‌سازی ترکیب شیمیایی، شمش اولیه در دمای ۱۱۵۰ °C به مدت ۸۶/۴ ks در کوره تیوبی تحت خلا ۱۰^{-۲} mbar حرارت‌دهی شده و به سرعت در آب سرد شد. در پایان، عملیات آنیل محلولی^۳ در دمای ۹۵۰ °C به مدت ۳/۶ ks بر روی شمش همگن شده انجام شد و نمونه مورد نظر در آب سرد کوئنچ گردید. ترکیب شیمیایی آلیاژ اولیه در شرایط آنیل محلولی در جدول ۱ آمده است. فرایند نورد سرد به میزان ۶۰ و ۹۰٪ بر روی آلیاژ اولیه در شرایط آنیل محلولی (نمونه اولیه) انجام شد. لازم به ذکر است که این میزان نورد در یک پاس بر نمونه اعمال نشده است. میزان نورد اعمالی بر نمونه اولیه در هر پاس حدود ۱۰٪ بوده است بطوری که برای نمونه ۶۰٪ نورد شده تعداد ۶ پاس و برای نمونه ۹۰٪ نورد شده تعداد ۹ پاس نورد اعمال شده است.

به منظور مطالعه فازهای موجود در نمونه اولیه و نمونه‌های نورد سرد شده، از پراش پرتو ایکس^۴ (XRD) استفاده شد. دامنه ۲θ مورد بررسی ۱۰۰-۴۰° و شامل دریافت پرتو پراش یافته طی ۳/۶ s به ازای هر ۰/۰۲° بود.

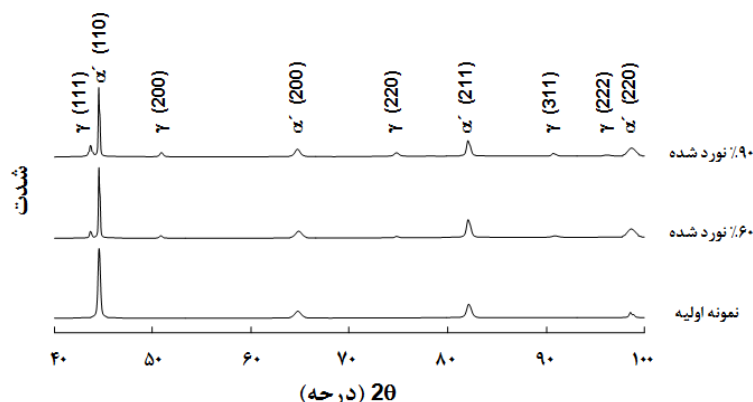
- 1 Reversed austenite
- 2 Strain-induced austenite
- 3 Solution annealing
- 4 X-Ray diffraction pattern
- 5 Electron backscatter diffraction (EBSD)
- 6 Step size
- 7 Differential scanning calorimetry (DSC)
- 8 Shape recovery (SR)
- 9 Recovery strain (RS)

جدول ۱: ترکیب شیمیایی آلیاژ اولیه در شرایط آنیل محلولی بر حسب درصد وزنی

Al	N	P	S	C	Mn	Ni	Fe
۰/۰۰۳	۰/۰۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۵	۰/۰۰۴	۶/۴۵	۹/۶۵	پایه



شکل ۱: نمودار شماتیک فرایند ترمومکانیکی انجام شده بر روی آلیاژ اولیه.



شکل ۲: الگوی پراش پرتو ایکس نمونه اولیه، و نمونه‌های نورد شده به میزان ۶۰ و ۹۰٪.

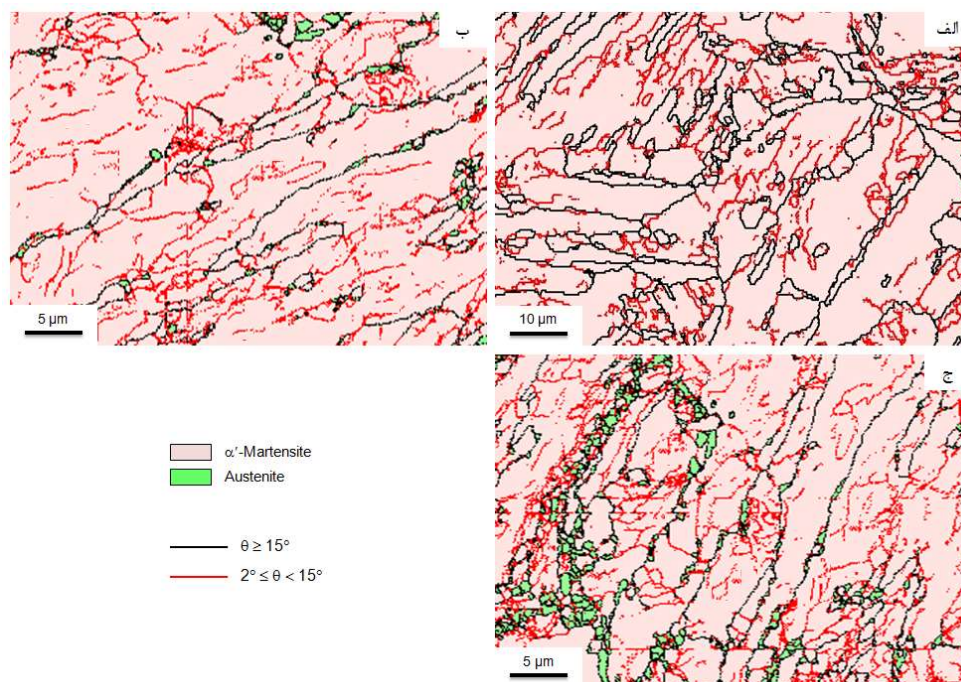
مشاهده بوده که متعلق به فاز آستنیت هستند. حضور فاز آستنیت در زمینه مارتنزیت حاکی از رخداد دگرگونی معکوس از فاز مارتنزیت به آستنیت در حین فرایند نورد سرد است. شکل ۳ تصاویر ریزساختاری و فازی بدست آمده توسط آنالیز EBSD از سطح نمونه اولیه و نمونه‌های نورد شده به میزان ۶۰ و ۹۰٪ را نشان می‌دهد. در این شکل، فاز مارتنزیت با رنگ صورتی و فاز آستنیت با رنگ سبز نشان داده شده‌اند. همچنین، مرزدانه‌های کوچک زاویه ($\theta > 15^\circ$) و مرزدانه‌های بزرگ زاویه ($\theta \leq 15^\circ$) بترتیب با خطوط قرمز و مشکی مشخص شده‌اند. مطابق شکل ۳-الف، میکروساختار نمونه اولیه در شرایط آنیل محلولی کاملاً مارتنزیتی (از نوع مارتنزیت لایه‌ای^{۱۰}) بوده و هیچ اثری از فاز آستنیت باقیمانده در آن مشاهده نمی‌شود که این مطلب در سازگاری کامل با الگوی پراش پرتو ایکس این نمونه در شکل ۲ است. لازم به ذکر است که فراوانی مرزهای کوچک

شکل ۱ نمودار شماتیک فرایند ترمومکانیکی انجام شده بر روی آلیاژ اولیه که شامل فرایندهای آنیل محلولی، نورد سرد، کرنش‌دهی توسط آزمون کشش و بازیابی شکلی است را نشان می‌دهد.

۳. نتایج و بحث

بررسی‌های فازی و ریزساختاری

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه اولیه و نمونه‌های نورد شده به میزان ۶۰ و ۹۰٪ در شکل ۲ نشان داده شده است. در مورد نمونه اولیه، تنها پیک‌های مربوط به فاز مارتنزیت (α') قابل مشاهده بوده و هیچ اثری از فاز آستنیت باقیمانده (γ) دیده نمی‌شود. با این حال، در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های نورد شده علاوه بر پیک‌های فاز مارتنزیت، پیک‌های دیگری نیز قابل

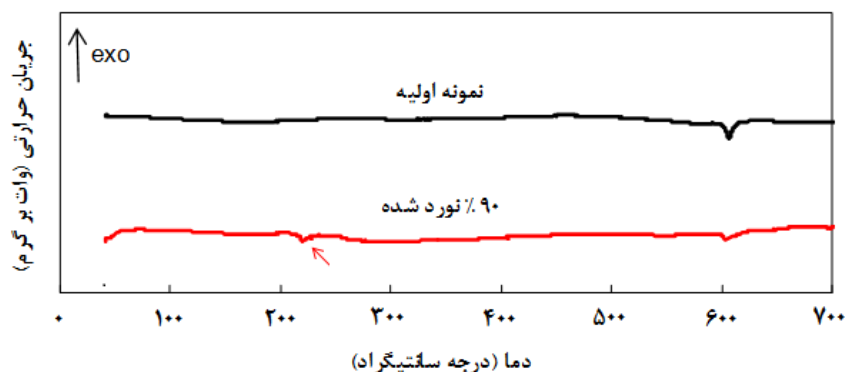


شکل ۳: تصاویر ریزساختاری و فازی بدست آمده توسط آنالیز EBSD از سطح الف) نمونه اولیه، ب) نمونه نورد شده به میزان ۶۰٪ و ج) نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪.

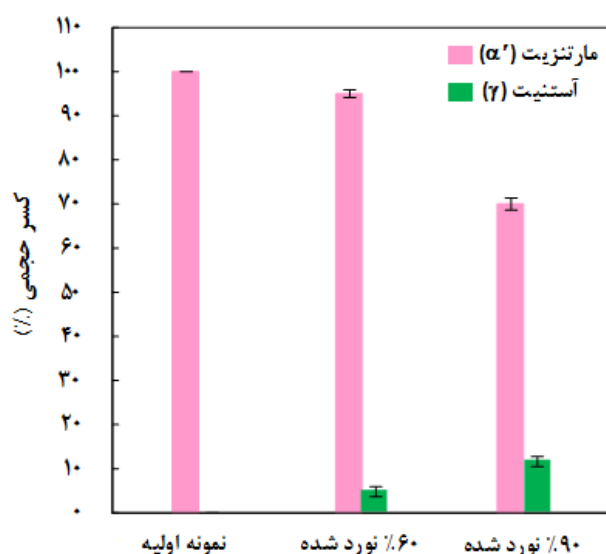
در ادامه، آنالیز DSC بر روی نمونه اولیه در شرایط آنیل محلولی و نمونه نورد سرد شده به میزان ۹۰٪ با نرخ گرمایش ۲۰ °C/min انجام گرفت که نتایج آن در شکل ۴ آمده است. مطابق شکل، در نمونه‌های اولیه تنها یک پیک گرماگیر در نزدیکی دمای ۶۰۰ °C مشاهده می‌شود که مرتبط با دگرگونی کامل فاز مارتنزیت به آستنیت است. از طرفی، در نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ علاوه بر پیک فوق، یک پیک گرماگیر دیگر در دمای نزدیک به ۲۲۰ °C قابل مشاهده است که با پیکان قرمز رنگ نشان داده شده است. این پیک احتمالاً مربوط به رشد فاز آستنیت تشکیل شده با مکانیزم برشی در حین نورد است. همانطور که پیشتر ذکر شد، در حین اعمال فرایند نورد آستنیت به صورت موضعی در ساختار مارتنزیت جوانه زده و در حین حرارت‌دهی با مکانیزم برشی رشد می‌کند. بنابراین، می‌توان بیان کرد که انرژی مکانیکی ذخیره شده در ماده و تشکیل آستنیت با مکانیزم برشی عامل بروز پیک اول در نزدیکی دمای ۲۲۰ °C در نمودار DSC است.

نمودار ستونی مربوط به کسر حجمی فازهای مارتنزیت و آستنیت باقیمانده در نمونه‌های مختلف در شکل ۵ آمده است. لازم به ذکر است که اعداد از نتایج آنالیز XRD استخراج یافته است. همانطور که ملاحظه می‌شود، نمونه اولیه کاملاً مارتنزیتی بوده و درصد فاز آستنیت باقیمانده در نمونه‌های نورد شده به میزان ۶۰ و ۹۰٪ بترتیب در حدود ۵ و ۱۳٪ می‌باشد. این مطلب حاکی از آن است که با افزایش میزان تغییر شکل، مقدار آستنیت باقیمانده افزایش می‌یابد. علت افزایش مقدار فاز آستنیت با افزایش درصد نورد ناشی از تمرکز کرنش بیشتر در ریزساختار و در نتیجه افزایش مکان‌های جوانه‌زنی برای فاز آستنیت است.

زاویه (خطوط قرمز رنگ) در ریزساختار نمونه اولیه مربوط به دانسیته بالای نابجایی در مارتنزیت لایه‌ای است. پس از اعمال فرایند نورد سرد به میزان ۶۰٪ (شکل ۳-ب)، ریزساختار نمونه شامل مخلوطی از دانه‌های مارتنزیت کشیده شده در راستای نورد همراه با کسر کوچکی از آستنیت ریزدانه است. با افزایش درصد نورد به ۹۰٪، مطابق با آنچه که در شکل ۳-ج دیده می‌شود، میزان آستنیت برگشتی افزایش یافته است. آستنیت مشاهده شده در ریزساختار نمونه‌های نورد شده ناشی از رخداد دگرگونی معکوس از فاز مارتنزیت به آستنیت در حین اعمال کرنش است. تحقیقات قبلی نشان می‌دهد که در حین اعمال فرایند کار سرد بر روی فولاد مارتنزیتی، اگر تنش اعمالی بر روی ماده نیروی محرکه لازم جهت رخداد دگرگونی معکوس از فاز مارتنزیت به آستنیت را فراهم نماید این دگرگونی رخ داده و فاز آستنیت با مکانیزم برشی در ریزساختار ایجاد می‌شود. در این حالت به آستنیت ایجاد شده، آستنیت ترغیب شده با کرنش گفته می‌شود. در حین نورد سرد، قسمت عمده‌ای از کار مکانیکی به گرما تبدیل شده و لذا دمای نمونه افزایش می‌یابد [۲۶ و ۲۵]. همچنین، بر اساس رابطه کلازیوس-کلاپیرن^{۱۱}، فشار اعمالی بر روی ماده منجر به کاهش قابل توجه در دمای تعادلی دگرگونی مارتنزیت به آستنیت می‌شود [۲۶ و ۲۴]. این دو عامل منجر به کاهش نیروی محرکه لازم برای رخداد دگرگونی فوق‌الذکر شده و انجام دگرگونی را تسریع می‌کنند. مطابق با شکل‌های ۳-ب و ۳-ج، وجود مرزهای کوچک زاویه در ناحیه آستنیت در نمونه‌های نورد شده حاکی از آن است که در حین تشکیل آستنیت با مکانیزم برشی، بخشی از ساختار نابجایی از فاز مادر (مارتنزیت) به فاز محصول (آستنیت) به ارث برده می‌شود.



شکل ۴: آنالیز کالریمتری روبشی افتراقی نمونه اولیه در شرایط آنیل محلولی و نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪.



شکل ۵: نمودار ستونی مربوط به درصد فازهای مارتنزیت و آستنیت باقیمانده در نمونه‌های مختلف مستخرج شده از نتایج آنالیز XRD.

نمونه اولیه حدود ۲۷۰ ویکرز است که پس از اعمال فرایند نورد سرد به میزان ۶۰٪ به حدود ۳۴۰ ویکرز افزایش می‌یابد. علت افزایش سختی نمونه نورد شده ناشی از افزایش چگالی نابجایی‌ها، تشکیل باندهای برشی و در نتیجه ایجاد کارسختی در نمونه است. با افزایش میزان نورد به ۹۰٪، عدد سختی به حدود ۳۹۰ ویکرز میرسد که نشان از ایجاد کارسختی بیشتر در نمونه در اثر اعمال کرنش بیشتر است.

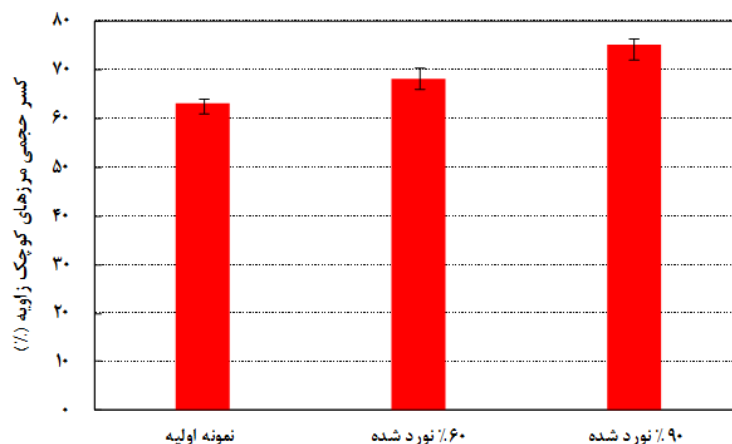
بازیابی شکلی

شکل ۸-الف نمودار تغییرات میزان بازیابی شکلی بر حسب پیش-کرنش اعمالی بر روی نمونه‌های نورد شده به میزان ۶۰ و ۹۰٪ را نشان می‌دهد. درخصوص هر دو نمونه، بیشترین مقدار بازیابی شکلی در پیش-کرنش ۱٪ حاصل شده است و مقدار بازیابی شکلی با افزایش میزان پیش-کرنش بطور پیوسته کاهش می‌یابد. همچنین، مشاهده می‌شود که میزان بازیابی شکلی در نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪، در همه مقادیر پیش-کرنش اعمالی، بیشتر از نمونه نورد شده به میزان ۶۰٪ است.

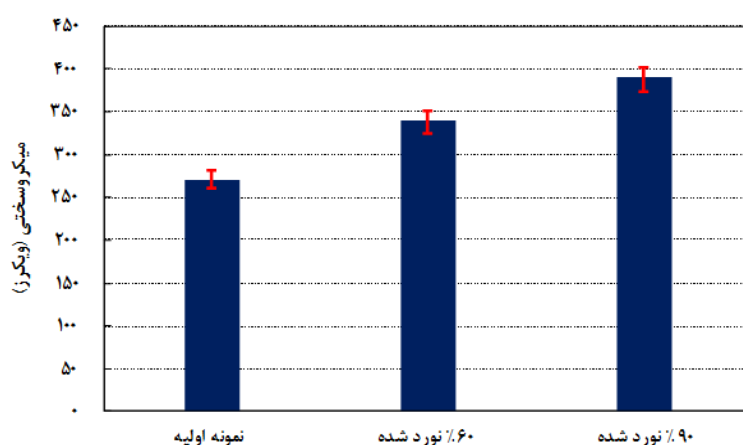
شکل ۶ نمودار ستونی مربوط به کسر حجمی مرزهای کوچک زاویه در نمونه‌های مختلف که از نتایج آنالیز EBSD حاصل شده است را نشان می‌دهد. طبق شکل، کسر حجمی مرزهای کوچک زاویه در نمونه اولیه حدود ۶۳٪ است که مربوط به حضور چگالی بالای نابجایی در مارتنزیت لایه‌ای است. بعد از اعمال فرایند نورد سرد، مقدار مرزهای کوچک زاویه افزایش می‌یابد به گونه‌ای که میزان آن در نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ به حدود ۷۵٪ میرسد. افزایش چگالی مرزهای کوچک زاویه پس از اعمال فرایند نورد سرد، ناشی از تولید نابجایی‌های بیشتر در ریزساختار نمونه کارسرد شده است. شایان ذکر است از آنجایی که آستنیت تشکیل شده در حین نورد دارای ماهیت برشی بوده و نابجایی‌ها را از فاز مارتنزیت به ارث می‌برد لذا، تشکیل آن تأثیری در کاهش دانسیته نابجایی‌ها ندارد.

اندازه‌گیری میکروسختی

مقادیر میکروسختی نمونه اولیه و نمونه‌های نورد سرد شده بر حسب ویکرز در شکل ۷ گزارش شده است. مقدار سختی



شکل ۶: نمودار ستونی مربوط به کسر حجمی مرزهای کوچک زاویه در نمونه‌های مختلف مستخرج شده از نتایج آنالیز EBSD.



شکل ۷: نمودار ستونی مربوط به میزان میکروسختی نمونه‌های مختلف بر حسب ویکرز.

کامل در حین تغییر شکل به تعویق افتاده و رخداد دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسین ترغیب می‌شود. در آلیاژهای پایه آهنی، اگر میزان این انرژی کمتر از 12 mJ/m^2 باشد، رخداد دگرگونی فوق مکانیزم غالب در حین اعمال کرنش خواهد بود [۲۷ و ۲۸]. گزارش‌ها نشان می‌دهد که میزان انرژی نقص در چینی در آلیاژ Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) در حدود 27 mJ/m^2 است [۲۸ و ۲۹]. بنابراین، مقدار پایین انرژی نقص در چینی، دومین پارامتر مهم جهت مشاهده خاصیت حافظه‌داری در یک آلیاژ است. سومین پارامتر، استحکام بخشی فاز آستنیت است که موجب افزایش تنش بحرانی لازم جهت لغزش نابجایی‌های کامل شده و از این طریق منجر به ترغیب دگرگونی مارتنزیتی می‌شود [۳۰ و ۳۱]. با توجه به موارد فوق، وجود فاز آستنیت بیشتر با سختی بالاتر در نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ عامل اصلی بازبازی شکلی بیشتر در این نمونه در حین کرنش‌دهی و آنیل بعدی طبق شکل ۷-الف است. همچنین، طبق این شکل، میزان بازبازی شکلی با افزایش مقدار پیش-کرنش کاهش می‌یابد. علت این امر آن است که

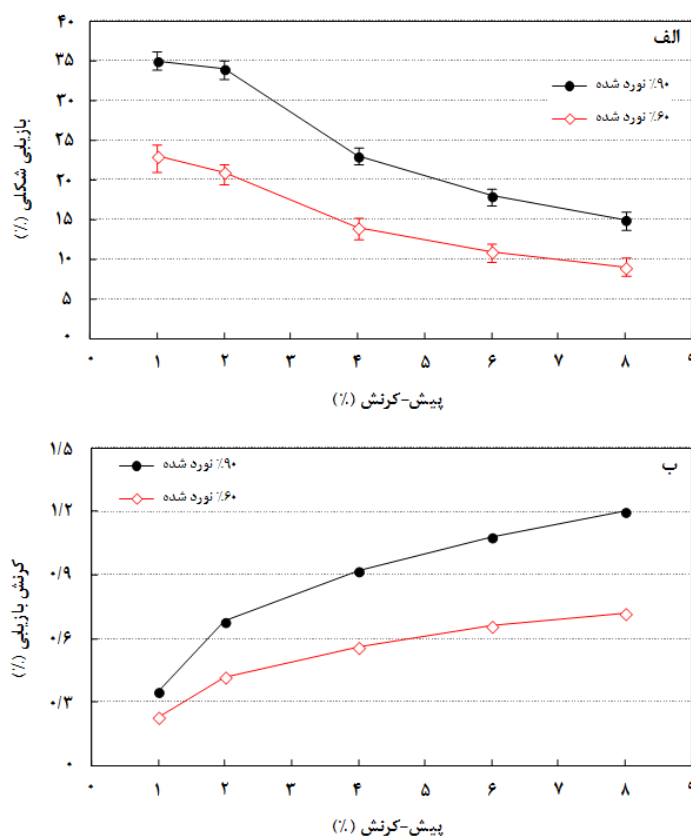
بیشترین مقدار بازبازی شکلی در نمونه نورد شده به میزان ۶۰٪ عددی در حدود ۲۳٪ است که با افزایش میزان نورد به ۹۰٪ به حدود ۳۵٪ افزایش می‌یابد. علت افزایش مقدار بازبازی شکلی با افزایش درصد نورد ناشی از وجود مقدار آستنیت بیشتر با سختی بالاتر در ریزساختار نمونه است. همانطور که در بخش‌های قبلی ذکر شد، رخداد دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسین ($\gamma \rightarrow \epsilon$) ترغیب شده با تنش در حین کرنش‌دهی و رخداد عکس آن ($\epsilon \rightarrow \gamma$) در حین حرارت‌دهی، عامل اصلی مشاهده بازبازی شکلی در آلیاژهای پایه آهنی است [۳-۵]. لازم به ذکر است که سه پارامتر مهم در مشاهده خاصیت حافظه‌داری در آلیاژهای پایه آهنی تأثیرگذار هستند. اولین پارامتر، حضور فاز آستنیت در ریزساختار آلیاژ است. در حین اعمال کرنش بر فاز آستنیت، علاوه بر لغزش نابجایی‌های کامل مکانیزم‌های تغییر شکل پلاستیک دیگر نظیر تشکیل دوقلوئی‌های مکانیکی و تشکیل فاز مارتنزیت اپسین نیز محتمل است. عاملی که تعیین‌کننده مکانیزم پلاستیسته است انرژی نقص در چینی^{۱۲} می‌باشد. هرچه میزان انرژی نقص در چینی کمتر باشد، رخداد فرایند لغزش نابجایی‌های

که مقدار آن با افزایش میزان کرنش اعمالی افزایش می‌یابد. همانگونه که پیش‌تر ذکر شد، عامل اصلی رفتار سودوالاستیک در آلیاژهای حافظه‌دار پایه آهنی رخداد دگرگونی $\gamma \rightarrow \epsilon$ حین بارگذاری و عکس این دگرگونی ($\epsilon \rightarrow \gamma$) حین باربرداری است [۷۰]. یکی از دلایل اصلی وجود خاصیت سودوالاستیسیته در نمونه نورد شده، حضور فاز آستنیت برشی ایجاد شده در حین نورد با دانسیته بالای نابجایی است که موجب ترغیب دگرگونی $\gamma \rightarrow \epsilon$ در مقایسه با پدیده لغزش می‌شود. مشاهده رفتار سودوالاستیک در نمونه نورد شده را نمی‌توان توسط فرضیه‌های متداول سودوالاستیسیته تفسیر نمود. علت این امر آن است که آزمون بارگذاری و باربرداری سیکلی در دمایی زیر دمای شروع تشکیل آستنیت (A_1) انجام شده و در این حالت مارتنزیت اپسیلین ایجاد شده توسط تنش از نظر ترمودینامیکی پایدار است. در این شرایط، در صورتیکه تنش رو به عقب اعمال شده بر فصل مشترک γ/ϵ قابل توجه باشد، پدیده سودوالاستیسیته به صورت حرکت برگشتپذیر فصل مشترک γ/ϵ تفسیر می‌شود. در توضیح این مطلب باید بیان کرد که در استحاله مارتنزیتی $\gamma \rightarrow \epsilon$ ، یک انباشت بزرگی از نابجایی‌های جزئی شکلی با علامت یکسان ایجاد می‌شود. تجمع نابجایی‌ها با علامت یکسان باعث ایجاد میدان تنشی قابل توجه در اطراف ناحیه پیشرو مارتنزیت اپسیلین شده و به عنوان تنش رو به عقب صفحه مارتنزیت رشد کننده عمل می‌کند [۶]. این تنش رو به عقب منجر به بازگشت فصل مشترک γ/ϵ در جهت عکس استحاله مارتنزیتی می‌شود.

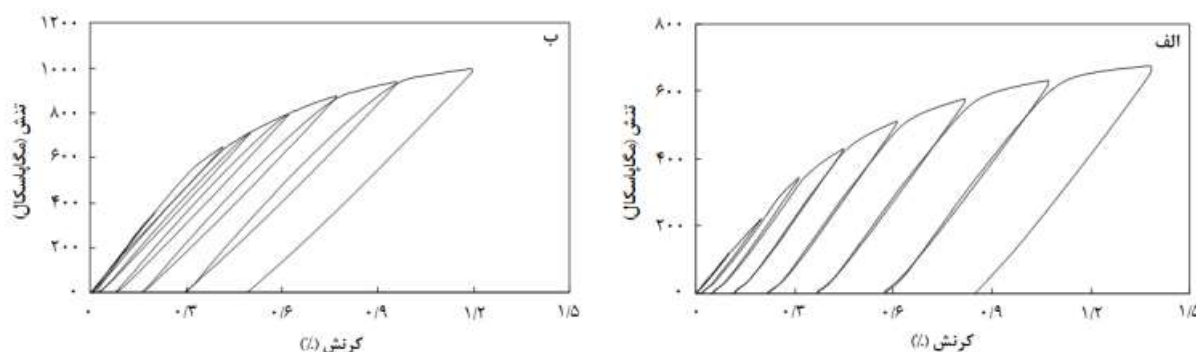
با افزایش پیش-کرنش اعمالی، میزان تنش اعمالی بر ماده نیز بیشتر شده و لذا علاوه بر رخداد دگرگونی $\gamma \rightarrow \epsilon$ که عامل بازبایی شکلی است، دیگر مکانیزم‌های تغییرشکل از جمله پدیده لغزش نابجایی‌های کامل نیز می‌تواند فعال شود. شکل ۸-ب نمودار تغییرات میزان کرنش بازبایی برحسب پیش-کرنش اعمالی بر روی نمونه‌های نورد شده به میزان ۶۰ و ۹۰٪ را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که برای هر دو نمونه، مقدار کرنش بازبایی در بازه پیش-کرنش ۱٪ تا ۲٪ به طور سریع افزایش یافته و این روند افزایشی در پیش-کرنش‌های بیشتر با شیب کمتری ادامه می‌یابد. بیشترین مقدار کرنش بازبایی با حدود ۱/۲٪ متعلق به نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ است که در پیش-کرنش ۸٪ حاصل می‌شود.

رفتار سودوالاستیک

شکل ۹ نمودارهای تنش-کرنش سیکلی در حین بارگذاری و باربرداری در دمای اتاق برای نمونه اولیه و نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ را نشان می‌دهد. مشاهده الاستیسیته خطی نرمال بدون هیچگونه هیستریزیس کرنشی در نمودار مربوط به نمونه اولیه، (شکل ۹-الف)، بدلیل آن است که ریزساختار این نمونه کاملاً مارتنزیتی بوده و هیچ اثری از وجود فاز آستنیت در آن نیست. از سوی دیگر، مطابق با شکل ۹-ب، در نمودار مربوط به نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪، کرنش برگشت فنری در تنش‌های پایین غیرخطی بوده و بین نمودارهای باربرداری و بارگذاری مجدد هیستریزیس کرنشی قابل مشاهده است.



شکل ۸: (الف) تغییرات بازبایی شکلی به عنوان تابعی از پیش-کرنش، و (ب) تغییرات کرنش بازبایی به عنوان تابعی از پیش-کرنش در نمونه‌های نورد شده.



شکل ۹: نمودار تنش - کرنش سیکلی در حین بارگذاری و باربرداری در دمای اتاق برای (الف) نمونه اولیه، و (ب) نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪.

۴. نتیجه‌گیری

در این تحقیق، تأثیر میزان نورد سرد بر ریزساختار و اثر حافظه‌داری شکلی آلیاژ Fe-9.5Ni-6.5Mn (wt.%) مورد ارزیابی قرار گرفت. بر این اساس نتایج زیر حاصل گردید:

(۱) بررسی‌های ریزساختاری نشان داد که آلیاژ اولیه در حالت آنیل محلولی دارای ریزساختار کاملاً مارتنزیتی از نوع مارتنزیت آلفا پریم (α') با مورفولوژی لایه‌ای شکل همراه با دانسیته بالای نابجایی بود.

(۲) پس از اعمال فرایند نورد سرد به میزان ۶۰ و ۹۰٪ بر روی آلیاژ اولیه، کسر کوچکی از فاز آستنیت (γ) ریزدانه در زمینه مارتنزیت ایجاد شده و یک فولاد دوفازی ($\alpha' + \gamma$) حاصل گردید. (۳) بررسی‌های فازی نشان داد که با افزایش میزان نورد، درصد آستنیت ایجاد شده در ریزساختار افزایش یافت که دلیل آن ایجاد محل‌های جوانه‌زنی بیشتر برای فاز آستنیت در اثر اعمال کرنش بیشتر بود.

(۴) بر اساس نتایج آزمون کشش، بیشترین مقدار بازجایی شکلی در حدود ۳۵٪ در میزان پیش-کرنش ۱٪ برای نمونه نورد سرد شده به میزان ۹۰٪ حاصل گردید.

(۵) مشاهده هیستریزس کرنشی در نمودار تنش-کرنش سیکلی نمونه نورد شده به میزان ۹۰٪ نشان از وجود رفتار سودوالاستیک در این نمونه بود.

(۶) ایجاد فاز آستنیت با دانسیته بالای نابجایی و انرژی نقص در چینش پایین در ریزساختار آلیاژ اولیه در اثر نورد، عامل اصلی مشاهده اثر حافظه‌داری شکلی و رفتار سودوالاستیک بود.

References

1. Kajiwar S, Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Fe-based alloys. *Mater Sci Eng A*. 1999; 273: 67-88.
2. Maruyama T, Kubo H, Ohkata I, Tsuchiya K, Miyazaki S. Ferrous (Fe-based) shape memory alloys (SMAs): properties, processing and applications, shape memory and superelastic alloys: technologies and applications. Woodhead Publishing LTD., Cambridge, 2011, pp. 141-159.
3. Rahman RAU, Juhre D, Halle T. Review of types, properties, and importance of ferrous based shape memory alloys. *Korean J Mater Res*. 2018; 28: 381-90.
4. Peng HB, Wang GX, Wang SL, Chen J, MacLaren I, Wen YH. Key criterion for achieving giant recovery strains in polycrystalline Fe-Mn-Si based shape memory alloys. *Mater Sci Eng A*. 2018; 712: 37-49.
5. Izadi M, Hosseini A, Michels J, Motavalli M, Ghafoori E. Thermally activated iron-based shape memory alloy for strengthening metallic girders. *Thin-Walled Struct*. 2019; 141: 389-401.
6. Sawaguchi T, Kikuchi T, Kajiwar S. The pseudoelastic behavior of Fe-Mn-Si-based shape memory alloys containing Nb and C. *Smart Mater Struct*. 2005; 14: S317-S22.
7. Baruj A, Bertolino B, Troiani HE. Temperature dependence of critical stress and pseudoelasticity in a Fe-Mn-Si-Cr pre-rolled alloy. *J Alloys Compd*. 2010; 502: 54-8.
8. Otsuka H, Yamada H, Maruyama T, Tanashi H, Matsuda S, Murakami M. Effects of alloying additions on Fe-Mn-Si shape memory alloys. *ISIJ Int*. 1990; 30: 674-9.
9. Yang JH, Chen H, Wayman CM. Development of Fe-based shape memory alloys associated with face-centered cubic-hexagonal close-packed martensitic transformations: Part I. Shape memory behavior. *Metall Mater Trans A*. 1992; 23: 1431-7.
10. Dong Z, Klotz UE, Leinenbach C, Bergamini A, Czaderski C, Motavalli M. A novel Fe-Mn-Si shape memory alloy with improved shape recovery properties by VC precipitation. *Adv Eng Mater*. 2009; 11: 40-4.
11. Kajiwar S, Liu D, Kikuchi T, Shinya N. Remarkable improvement of shape memory effect in Fe-Mn-Si based shape memory alloys by producing NbC precipitates. *Scr Mater*. 2001; 44: 2809-14.

12. Lin HC, Lin KM, Wu SK, Wang TP, Hsiao YC. Effects of thermo-mechanical training on a Fe59Mn30Si6Cr5 shape memory alloy. *Mater Sci Eng A*. 2006; 438: 791-5.
13. Shahmir H, Nili-Ahmadabadi M, Mohammadi M, Huang Y, Andrzejczuk M, Lewandowska M, Langdon TG. Effect of Cu on amorphization of a TiNi alloy during HPT and shape memory effect after post-deformation annealing. *Adv Eng Mater*. 2020; 22: 1900387.
14. Koohdar HR, Nili-Ahmadabadi M, Kalahroudi FJ, Jafarian HR, Langdon TG. The effect of high-pressure torsion on the microstructure and outstanding pseudoelasticity of a ternary Fe-Ni-Mn shape memory alloy. *Mater Sci Eng A*. 2021; 802: 140647.
15. Otsuka H, Yamada H, Maruyama H, Tanahashi H, Matsuda S, Murakami M. Effects of alloying additions on Fe-Mn-Si shape memory alloys. *ISIJ Int*. 1990; 30: 674-9.
16. Rong LJ, Li YY, Shi C. Improvement of shape memory effect in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy. *Scripta Mater*. 1996; 34: 993-8.
17. Koohdar HR, Roshanzadeh F, Nayeypashae N, Jafarian HR. Effect of intercritical annealing and subsequent ageing on the microstructure and mechanical properties of a medium Ni-Mn low carbon steel. *J Mater Res Technol*. 2022; 20: 3656-66.
18. Koohdar HR, Nili Ahmadabadi M, Habibi-Parsa M, Jafarian HR, Bhattacharjee T, Tsuji N. On the stability of reversely formed austenite and related mechanism of transformation in an Fe-Ni-Mn martensitic steel aided by electron backscattering diffraction and atom probe tomography. *Metall Mater Trans A*. 2017; 48: 5244-57.
19. Hossein Nedjad S, Nili-Ahmadabadi M, Furuha T. Transmission electron microscopy study on the grain boundary precipitation of an Fe-Ni-Mn maraging steel. *Metall Mater Trans A*. 2008; 39: 19-27.
20. Lee SJ, Park Y, Lee YK. Reverse transformation mechanism of martensite to austenite in a metastable austenitic alloy. *Mater Sci Eng A*. 2009; 515: 32-7.
21. Lee YK, Shin HC, Leem DS, Choi JY, Jin W, Choi CS. Reverse transformation mechanism of martensite to austenite and amount of retained austenite after reverse transformation in Fe-3Si-13Cr-7Ni (wt.%) martensitic stainless steel. *Mater Sci Technol*. 2003; 19: 393-8.
22. Koohdar HR, Roshanzadeh F, Jafarian HR. Correlation between microstructure and shape memory properties in an Fe-9.5Ni-6.5Mn dual phase steel developed by intercritical annealing and subsequent ageing. *J Mater Res Technol*. 2022; 21: 4537-47.
23. Koohdar HR, Nili-Ahmadabadi M, Habibi-Parsa M, Jafarian HR. Development of pseudoelasticity in Fe-10Ni-7Mn (wt%) high strength martensitic steel by intercritical heat treatment and subsequent ageing. *Mater Sci Eng A*. 2015; 621: 52-60.
24. Ivanisenko Y, Maclaren I, Sauvage X, Valiev R, Fecht H. Shear-induced $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation in nanoscale Fe-C composite. *Acta Mater*. 2006; 54: 1659-69.
25. Kalahroudi FJ, Koohdar HR, Jafarian HR, Haung Y, Langdon TG, Nili-Ahmadabadi M. On the microstructure and mechanical properties of an Fe-10Ni-7Mn martensitic steel processed by high-pressure torsion. *Mater Sci Eng A*. 2019; 749: 27-34.
26. Ghasemi-Nanesa H, Nili-Ahmadabadi M, Koohdar HR, Habibi-Parsa M, Hossein Nedjad S, Alidokht SA, Langdon TG. Strain-induced martensite to austenite reverse transformation in an ultrafine-grained Fe-Ni-Mn martensitic steel. *Phil Mag*. 2014; 94: 1493-07.
27. Allain S, Chateau JP, Bouaziz O, Migot S, Guelton N. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys. *Mater Sci Eng A*. 2004; 387-389: 158-62.
28. Cabanas Poy N. Compositional Effects on Structure-Property Relationships in Mn-Based Austenitic Ferrous Alloys. Ph.D. thesis, 2004, Ghent University.
29. Ghasemi-Nanesa H, Nili-Ahmadabadi M, Shirazi H, Hossein Nedjad S, Pishbin SH. Ductility enhancement in ultrafine-grained Fe-Ni-Mn martensitic steel by stress-induced reverse transformation". *Mater Sci Eng A*. 2010; 527: 7552-6.
30. Otsuka H, Yamada H, Maruyama T, Tanahashi H, Matsuda S, Murakami M. Effects of alloying additions on Fe-Mn-Si shape memory alloys. *ISIJ Int*. 1990; 30: 674-9.
31. Rong LJ, Li YY, Shi CX. Improvement of shape memory effect in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy. *Scripta Mater*. 1996; 34: 993-8.