

Study on the microstructure and pseudoelastic behavior in an Fe-10Ni-7Mn (wt.%) alloy before and after high pressure torsion (HPT) processing

*Hamidreza Koohdar¹

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

Citation: Koohdar H. Study on the microstructure and pseudoelastic behavior in an Fe-10Ni-7Mn (wt.%) alloy before and after high pressure torsion (HPT) processing. Metallurgical Engineering 2021; 24(3): 216-227 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2022.546318.1344>

doi: <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2022.546318.1344>

ABSTRACT

In the present research, the pseudoelastic behavior of an Fe-10Ni-7Mn (wt.%) alloy was investigated before and after high pressure torsion (HPT) processing. Microstructural examination and phase analysis confirmed that the HPT processing of the solution-annealed initial specimen for 15 turns led to form a small fraction of the fine grained strain-induced austenite with a high density of dislocations and reduced the grain size of martensite. Then, isothermal annealing treatment on the initial and HPT-processed specimens at 590 °C in dual phase ($\alpha+\gamma$) region for 1.8 ks introduced the reversed austenite with average grain sizes of 6.5 μm in the microstructure of the initial specimen and 360 nm in the HPT-processed one. Forming the fine-grained reversed austenite in the microstructure of the HPT-processed specimen after isothermal annealing led to obtain a relatively high hardness and strength. In addition, cyclic tensile testing revealed pseudoelastic behavior of the reversed austenite in the HPT-processed specimen before and after isothermal annealing. Maximum pseudoelasticity values of about 65% and 45% were obtained for HPT-processed specimens before and after isothermal annealing, respectively.

Keywords: Fe-Ni-Mn martensitic steel; Microstructure evolution; High-pressure torsion; Reversed austenite; Pseudoelastic behavior.

Received: 7 January 2022 | Accepted: 9 October 2022

■ ■

* *Corresponding Author:*

Hamidreza Koohdar, PhD

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

Tel: +98 (21) 73228865

E-mail: hkoohdar@iust.ac.ir

بررسی ریزساختار و رفتار سودوالاستیک در آلیاژ Fe-10Ni-7Mn (wt.%) قبل و بعد از اعمال فرایند پیچش تحت فشار بالا

*حمیدرضا کوه‌دار^۱

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

چکیده

در پژوهش حاضر، رفتار سودوالاستیک آلیاژ Fe-10Ni-7Mn (wt.%) قبل و بعد از اعمال فرایند پیچش تحت فشار بالا مورد ارزیابی قرار گرفت. بررسی‌های ریزساختاری و آنالیز فازی نشان داد که پس از اعمال فرایند پیچش تحت فشار بالا به میزان ۱۵ دور بر روی نمونه اولیه در شرایط آنیل محلولی، کسر کوچکی از فاز آستنیت فوق ریزدانه با چگالی بالایی از نایبایی‌ها در ساختار زمینه مارتنزیتی ایجاد شده و اندازه دانه مارتنزیت به شدت کاهش یافت. در ادامه انجام عملیات حرارتی آنیل همدمای ۵۹۰ °C در منطقه دو فازی آستنیت-فریت (α+γ) و به مدت ۱/۸ ks بر روی نمونه اولیه و نمونه تغییرشکل شدید یافته، منجر به تشکیل فاز آستنیت برگشتی با میانگین اندازه دانه‌های ۶/۵ mm در ریزساختار نمونه اولیه و ۲۶۰ nm در ریزساختار نمونه تغییرشکل شدید یافته شد. تشکیل آستنیت برگشتی ریزدانه پس از اعمال فرایند آنیل همدمای بر روی نمونه پیچش یافته تحت فشار بالا موجب ایجاد سختی و استحکام نسبتاً بالا در ماده گردید. بررسی آزمون کشش سیکی بر روی آلیاژ در شرایط مختلف نشان داد که آستنیت ایجاد شده در اثر اعمال فرایند پیچش تحت فشار بالا و نیز آستنیت برگشتی ایجاد شده پس از انجام فرایند آنیل همدمای نمونه تغییر شکل شدید یافته، رفتار سودوالاستیک از خود نشان دادند. بیشترین درصد سودوالاستیسیته نمونه پیچش یافته تحت فشار بالا قبل و بعد از انجام عملیات آنیل همدمای بترتیب حدود ۶۵٪ و ۴۵٪ بدست آمد.

واژه‌های کلیدی: آلیاژ مارتنزیتی Fe-Ni-Mn، ارزیابی ریزساختار، فرایند پیچش تحت فشار بالا، آستنیت برگشتی، رفتار سودوالاستیسیته.

دریافت: ۱۴۰۰/۱۰/۱۷ | پذیرش: ۱۴۰۱/۰۷/۱۷

۱. مقدمه

ترمو مکانیکی [۹] می‌تواند موجب بهبود و ارتقاء خاصیت سودوالاستیسیته در آلیاژهای حافظه‌دار پایه آهنی شوند. همچنین، ایجاد رسوبات ریز در ساختار این آلیاژها تاثیر بسزایی در جهت بهبود رفتار سودوالاستیسیته دارند. بهبود این خاصیت به استحکام بخشی فاز آستنیت و نیز تشکیل میدان کرنشی الاستیک قابل توجه در نزدیکی رسوبات مرتبط است که باعث ایجاد مکان‌های جوانه‌زنی ترجیحی برای فاز مارتنزیت اپسیلین می‌شود [۱۰ و ۱۱].

یکی دیگر از عواملی که موجب بهبود خاصیت سودوالاستیسیته می‌شود اعمال فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید^۲ بر روی آلیاژ است. ریزساختارهای بدست آمده در حین تغییر شکل پلاستیک شدید شامل اندازه دانه‌های در حد نانو، چگالی پایینی از نایبایی‌های آزاد، مرزهای دانه‌های

در سال‌های اخیر، خاصیت سودوالاستیسیته در آلیاژهای حافظه‌دار پایه آهنی مورد توجه قرار گرفته است. مزایایی نظیر استحکام بالا، پلاستیسیته خوب و هزینه تولید کم موجب شده تا این دسته از آلیاژهای حافظه‌دار برای کاربردهای تجاری مدنظر قرار گیرند [۱ و ۲]. اثر حافظه‌داری در این آلیاژها ناشی از دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسیلین (ε→γ) ترغیب شده با تنش در دماهای پایین و رخداد دگرگونی معکوس (γ→ε) در حین حرارت دهی در دماهای بالا است [۳ و ۴]. در این دسته از آلیاژهای حافظه‌دار خاصیت سودوالاستیسیته^۱ نیز گزارش شده که عامل ایجاد آن رخداد دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسیلین حین بارگذاری و عکس آن حین باربرداری است [۵ و ۶]. بررسی‌ها نشان می‌دهد که عواملی نظیر طراحی مناسب ترکیب شیمیایی آلیاژ [۷ و ۸]، پیش‌کرنش [۸] و عملیات

2. Severe plastic deformation (SPD)

1. Pseudoelasticity

* نویسنده مسئول:

دکتر حمیدرضا کوه‌دار

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

تلفن: ۷۳۲۲۸۸۶۵ (۲۱) ۰۹۸+

پست الکترونیکی: hkoohdar@iust.ac.ir

جدول ۱. ترکیب شیمیایی نمونه اولیه در شرایط آنیل محلولی بر حسب درصد وزنی

Al	N	P	S	C	Mn	Ni	Fe
۰/۰۰۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۴	۰/۰۰۶	۰/۰۰۵	۶/۹۸	۱۰/۰۷	پایه

آن رفتار سودوالاستیسیته مدنظر نبوده است. بنابراین، در پژوهش حاضر، عملیات آنیل در منطقه دوفازی آستنیت-فریت ($\alpha+\gamma$) قبل و بعد از اعمال فرایند HPT بر روی آلیاژ مارتنزیتی Fe-10Ni-7Mn (wt.%) انجام شده تا ضمن تشکیل آستنیت برگشتی در زمینه مارتنزیتی در هر یک از شرایط، رفتار سودوالاستیسیته در آستنیت ایجاد شده در هر حالت بررسی و با یکدیگر مقایسه گردد.

۲. مواد و روش تحقیق

آلیاژ مورد استفاده در این تحقیق، فولاد کم کربن مارتنزیتی با ترکیب Fe-10Ni-7Mn (wt.%) بود. این آلیاژ در کوره قوسی تحت گاز محافظ آرگون در قالب مسی آبگرد ریخته‌گری شد. بعد از انجام عملیات ریخته‌گری، بر اساس تحقیقات قبلی صورت گرفته، فرایند آهنگری داغ به میزان ۵۰٪ در دمای 1150°C و متعاقب آن کوئنچ مجدد در آب بر روی نمونه حاصله انجام گرفت. هدف از سرد کردن سریع نمونه بدست آوردن یک ساختار کاملاً مارتنزیتی است. به منظور همگن‌سازی، نمونه اولیه به مدت ۸۶/۴ ks در دمای 1200°C در کوره تیوبی تحت خلا 10^{-4} mbar نگهداری شده و به سرعت در آب سرد شد. سپس عملیات آنیل محلولی^۶ نمونه اولیه در دمای 950°C به مدت ۳/۶ ks انجام شد و در انتها نمونه مورد نظر در آب سرد کوئنچ گردید. ترکیب شیمیایی نمونه اولیه تهیه شده در جدول ۱ نشان داده شده است. لازم به ذکر است که فرایندهای بعدی بر روی نمونه اولیه انجام شد.

برای انجام فرایند HPT، دیسک‌هایی به قطر 10 mm و ضخامت 0.8 mm با استفاده از دستگاه برش وایرکات از نمونه اولیه تهیه گردید. این فرایند تحت فشار ۶ GPa و تعداد دور ۱۵ با سرعت 0.5 rpm (0.26 mm.s^{-1}) در دمای محیط و تحت شرایط نیمه مقید^۷ انجام گرفت. در این شرایط، کناره‌های دیسک توسط سنبه‌ی بالایی و پایینی درگیر هستند اما دیسک کاملاً محصور نشده است.

بررسی‌ها نشان داد که در خصوص آلیاژ مارتنزیتی Fe-10Ni-7Mn (wt.%)، دمای شروع تشکیل آستنیت (A_s) حدود 570°C و دمای پایان تشکیل این فاز (A_f) حدود 640°C بوده و منطقه دوفازی آستنیت-فریت ($\alpha+\gamma$) در این محدوده دمایی پایدار است [۱۵]. بنابراین، جهت ایجاد فاز

بزرگ زاویه و مرزهای غیرتعادلی با انرژی بالا هستند. این ریزساختارها منجر به افزایش قابل توجه در استحکام با یک انعطاف پذیری خوب در ساختار می‌شود. این افزایش در استحکام موجب به تاخیر افتادن پدیده لغزش و ترغیب مکانیزم دگرگونی مارتنزیتی شده و از این طریق خواص سودوالاستیسیته را بهبود می‌بخشد [۱۲ و ۱۳].

فولاد مارتنزیتی کم کربن Fe-10Ni-7Mn (wt.%) از دسته فولادهای فوق مستحکم با ساختار مارتنزیت لایه‌ای است [۱۴]. جهت ایجاد خاصیت سودوالاستیسیته در این آلیاژ حافظه‌دار، تشکیل فاز آستنیت برگشتی^۳ در زمینه مارتنزیتی امری ضروری است. یکی از روش‌های ایجاد آستنیت برگشتی در میکروساختار فولادهای کم کربن مارتنزیتی در دمای اتاق، انجام عملیات آنیل در منطقه دوفازی آستنیت-فریت ($\alpha+\gamma$)^۴ است. حین این عملیات، دگرگونی معکوس از فاز مارتنزیت به آستنیت (دگرگونی معکوس) رخ می‌دهد. گزارش‌ها نشان می‌دهد بسته به میزان نرخ گرمایش، مکانیزم دگرگونی معکوس می‌تواند از نوع نفوذی در مقادیر پایین نرخ گرمایش به نوع غیرنفوذی (برشی) در نرخ‌های گرمایش بالا تغییر یابد [۱۵-۱۷].

فرایند پیچش تحت فشار بالا^۵ یکی از روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید است که طی آن نمونه دیسکی شکل، توسط اعمال فشار هیدرواستاتیک خیلی زیاد، تحت کرنش برشی پیچشی قرار می‌گیرد [۱۸ و ۱۹]. از مزایای اصلی این روش ایجاد کرنش برشی بسیار بالا در نمونه است [۲۰]. دسترسی به اندازه دانه بسیار ریز [۲۱]، ایجاد دانسیته بالای عیوب شامل نایجایی‌ها، تهی‌جای‌ها و حجم‌های آزاد [۲۲-۲۴]، دستیابی به استحکام و سختی بالا [۲۵-۲۷]، ایجاد خواص سوپراالاستیک عالی [۲۸] و ایجاد خواص حافظه‌داری و رفتار سودوالاستیک [۱۳ و ۲۹] از جمله خواص چشمگیری است که محققان را به سمت استفاده از روش پیچش تحت فشار بالا سوق داده است.

اخیراً، اثر فرایند آنیل همدمای در منطقه دوفازی پس از اعمال فرایند پیچش تحت فشار بالا بر روی آلیاژ Fe-10Ni-7Mn (wt.%) بررسی شده و بهبود خواص مکانیکی آلیاژ، با توجه به ریزساختار و ماهیت آستنیت برگشتی در شرایط دما و زمان آنیل مختلف، مورد بررسی قرار گرفته است [۳۰]. در این خصوص، بررسی خواص حافظه‌داری و متعاقب

6. Solution annealing
7. Quasi-constrained condition

3. Reversed austenite
4. Intercritical annealing
5. High pressure torsion (HPT)

جدول ۲. نام‌گذاری نمونه‌ها بر اساس شرایط اعمال فرایند

نام نمونه	شرایط
(۱)	نمونه اولیه در شرایط آنیل محلولی
(۲)	نمونه HPT شده به میزان ۱۵ دور
(۳)	نمونه اولیه آنیل همدمای شده در دمای °C ۵۹۰ در منطقه دو فازی آستنیت-فريت (α+γ) به مدت ۱/۸ ks
(۴)	نمونه HPT شده به میزان ۱۵ دور و سپس آنیل همدمای شده در دمای °C ۵۹۰ در منطقه دو فازی آستنیت-فريت (α+γ) به مدت ۱/۸ ks

۱۰ mm و ابعاد ناحیه سنجه $2 \times 0.6 \times 0.5 \text{ mm}^2$ در نظر گرفته شد.

بررسی رفتار سودوالاستیسیته و هیستریزس کرنشی با استفاده از آزمون سیکلی بارگذاری-باربرداری در دمای اتاق توسط دستگاه سنتام با سرعت حرکت فک 0.5 mm/min انجام شد. نمونه‌های مورد استفاده برای این آزمون، در ابعادی مشابه با آزمون کشش بریده و آماده‌سازی شدند. درصد سودوالاستیسیته (PE%) با استفاده از نمودار تنش-کرنش، مطابق با شکل ۱، و بر اساس رابطه ۱ محاسبه شد که در آن بخش CD میزان کرنش سودوالاستیک و بخش AD مجموع کرنش سودوالاستیک (CD) و کرنش پلاستیک باقیمانده در ماده (AC) پس از باربرداری هستند.

$$\%PE = \left(\frac{CD}{AD} \right) \times 100 \quad (1)$$

اندازه‌گیری و ثبت میزان کرنش‌های کم در ناحیه الاستیک نیازمند استفاده از ابزار کرنش‌سنج^{۱۱} است. با استفاده از این ابزار است که می‌توان میزان دقیق مدول الاستیک ماده را بدست آورد. از آنجایی که نمونه‌های HPT نمونه‌های مینیاتوری بوده و ابعاد کوچکی دارند لذا، امکان استفاده از ابزار کرنش‌سنج برای آن‌ها وجود ندارد. بنابراین، به منظور تصحیح نتایج آزمون کشش در تعیین کرنش شکست، ابتدا یک نمونه کششی با ضخامت ۲ mm، پهنای ۶/۲۵ mm و طول سنجه ۲۵ mm مطابق با استاندارد ASTM A370 از آلیاژ اولیه تهیه شده و با استفاده از ابزار کرنش‌سنج تحت آزمون کشش قرار گرفت. بر این اساس، مدول الاستیک ماده 157 GPa محاسبه شد. در ادامه نتایج آزمون کشش جهت تعیین کرنش شکست بر اساس مقدار مدول الاستیک واقعی بدست آمده، تصحیح شد.

۳. نتایج و بحث

مطالعات فازی و بررسی‌های ریزساختاری

شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های (۱) تا (۴) را نشان می‌دهد. در مورد نمونه‌های (۱) و (۲) به روشنی آشکار است که تمامی پیک‌های موجود متعلق به فاز مارتنزیت (α') با

آستنیت برگشتی در ساختار نمونه اولیه و نمونه HPT شده، عملیات آنیل همدمای در منطقه دوفازی در بوته حمام نمک در دمای °C ۵۹۰ به مدت ۱/۸ ks بر روی این دو نمونه انجام شد. پس از عملیات آنیل، سرمایه‌ش نمونه‌ها تا دمای محیط در مخلوط آب و یخ صورت پذیرفت.

جهت سهولت در نام‌گذاری نمونه‌های مختلف، چهار نمونه مورد بررسی با شماره‌های ۱ تا ۴ نام‌گذاری شده‌اند که عملیات انجام شده بر روی هر یک از آن‌ها در جدول ۲ آمده است.

به منظور مطالعه فازهای موجود در نمونه‌های مختلف، از پراش پرتو ایکس^۸ (XRD) بهره گرفته شد. در این دستگاه از پرتو $K\alpha$ مس در ولتاژ ۵۰ kV و جریان لوله ۳۰ mA استفاده شد. دامنه 2θ مورد بررسی ° ۴۰-۱۰۰ و شامل دریافت پرتو پراش یافته طی $3/6 \text{ s}$ به ازای هر 0.2° بوده است.

به منظور بررسی ریزساختار از ابزار میکروسکپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) مجهز شده به ابزار پراش الکترون ثانویه تفرق یافته^۹ (EBSD) استفاده گردید. بررسی‌های EBSD با فواصل اندازه‌گیری 20 nm و 200 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 $10\% \text{ HClO}_4 + 90\% \text{ CH}_3\text{COOH}$ در دمای تقریبی °C ۱۱ و ولتاژ ۲۰ V الکتروپولیش گردید تا لایه ایجاد شده روی سطح در حین پولیش مکانیکی برطرف شود. به منظور تعیین سختی نمونه اولیه (نمونه (۱))، نمونه HPT شده (نمونه (۲)) و نمونه‌های آنیل همدمای شده در منطقه دوفازی قبل (نمونه (۳)) و بعد از فرایند HPT (نمونه (۴)) از میکروسختی سنجی استفاده گردید. بار اعمالی 100 gf و زمان اعمال بار 10 s انتخاب شد. برای بررسی میزان سختی و تغییرات سختی در نمونه‌های مختلف، تغییرات سختی در مناطقی با فاصله‌ی میانی 0.3 mm و با میانگین‌گیری از ۵ نقطه اثر سختی اندازه‌گیری شد.

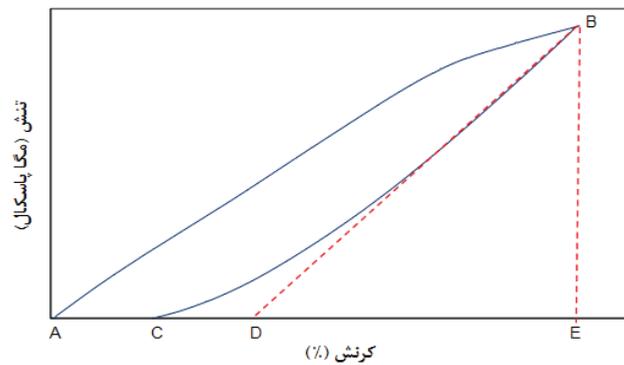
جهت بررسی خواص کششی نمونه‌ها، از آزمون کشش توسط دستگاه یونیورسال سنتام با سرعت کشش 0.5 min.mm^{-1} (نرخ کرنش 10^{-4} s^{-1}) استفاده شد. طول نمونه کشش

8. X-Ray diffraction pattern

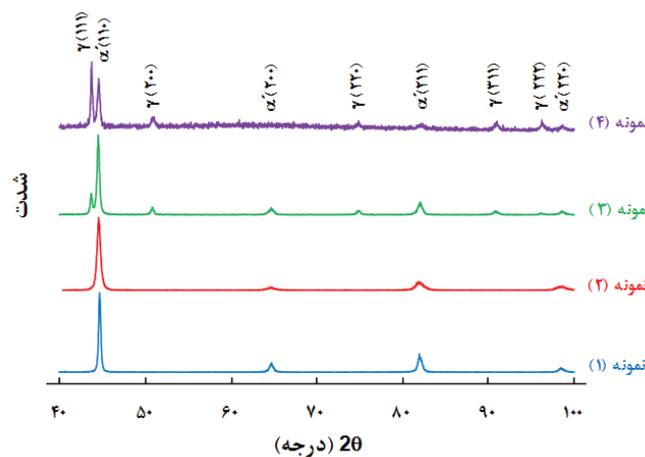
9. Electron backscatter diffraction (EBSD)

10. Step size

11. Extensometer



شکل ۱. شماتیک نمودار تنش-کرنش جهت محاسبه درصد سودوالاستیسیتته (PE%).



شکل ۲. الگوی پراش پرتو ایکس نمونه اولیه (نمونه (۱))، نمونه HPT شده (نمونه (۲))، نمونه اولیه آنیل همدمما شده در منطقه دوفازی (نمونه (۳))، و نمونه HPT شده و سپس آنیل همدمما شده در منطقه دوفازی (نمونه (۴)).

سبز نمایش داده شده‌اند. مطابق شکل ۳-الف، میکروساختار نمونه اولیه (نمونه (۱)) کاملاً مارتنزیتی بوده و هیچ اثری از فاز آستنیت باقیمانده در آن مشاهده نمی‌شود که مطابق با الگوی پراش پرتو ایکس این نمونه در شکل ۲ است. لازم به ذکر است که فراوانی مرزهای کوچک زاویه (خطوط قرمز رنگ) در ریزساختار نمونه اولیه مربوط به ریزساختار لایه‌ای مارتنزیت است. پس از اعمال فرایند HPT (نمونه (۲))، مطابق با آنچه که در شکل ۳-ب دیده می‌شود، ریزساختار نمونه از مورفولوژی مارتنزیت لایه‌ای به شکل دانه‌های هم محور تغییر یافته و میانگین اندازه دانه نیز بشدت کاهش می‌یابد. با دقت در شکل ۳-ب می‌توان دریافت که میزان مرزدهانه‌های کوچک زاویه نسبت به نمونه اولیه بشدت کاهش یافته است بگونه‌ای که تقریباً اثری از این نوع مرز دیده نمی‌شود. این مطلب در سازگاری کامل با تغییرات ریزساختاری است که در حین انجام فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید بر روی فلزات و آلیاژها رخ می‌دهد [۳۱]. در حین اعمال فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید بر روی فولاد با ریزساختار مارتنزیت لایه‌ای، ریزساختار به شدت دچار تغییر شده و ساختار مارتنزیت لایه‌ای بهم

شکله بلوری bcc^{12} است. این مطلب حاکی از آن است که ساختار این دو نمونه کاملاً مارتنزیتی بوده و هیچ اثری از فاز آستنیت (γ) در آن‌ها نیست. با این حال، در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های (۳) و (۴) علاوه بر پیک‌های متعلق به فاز مارتنزیت، پنج پیک دیگر نیز دیده می‌شوند که مربوط به صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱) و (۲۲۲) فاز آستنیت با شبکه بلوری fcc^{13} هستند. حضور فاز آستنیت برگشتی در زمینه مارتنزیتی حاکی از رخداد دگرگونی معکوس از فاز مارتنزیت به آستنیت در حین فرایند آنیل همدمما در منطقه دوفازی است.

تصاویر ریزساختاری و فازی بدست آمده توسط آنالیز EBSD از سطح نمونه‌های (۱) تا (۴) در شکل ۳ نشان داده شده است. در این تصویر، مرزدهانه‌های کوچک زاویه ($15^\circ < \theta \leq 3^\circ$) با خطوط قرمز و مرزدهانه‌های بزرگ زاویه ($\theta \geq 15^\circ$) با خطوط مشکی رنگ مشخص شده‌اند. بعلاوه، فازهای مارتنزیت و آستنیت بترتیب با رنگ‌های صورتی و

12. Body center cubic

13. Face center cubic

مکان‌های جوانه‌زنی بیشتری را برای تشکیل آستنیت برگشتی در حین فرایند آنیل همدمای بعدی فراهم نماید. از سوی دیگر، وجود آستنیت ریزدانه موجود در نمونه (۲) نیز می‌تواند به‌عنوان محلی برای جوانه‌زنی فاز آستنیت برگشتی عمل کرده و در نتیجه باعث ریزدانگی آن شود. با دقت در ریزساختار نمونه (۴) در شکل ۳-د و مقایسه آن با ریزساختار نمونه (۲) (شکل ۳-ب) می‌توان دریافت که مرزهای کوچک زاویه پس از انجام فرایند آنیل همدمای بر روی نمونه HPT شده مجدداً در ریزساختار مشاهده می‌شوند. در توضیح این مطلب باید خاطر نشان کرد که احتمالاً بخشی از آستنیت برگشتی ایجاد شده در دمای آنیل همدمای (۵۹۰ °C) در حین سرمایش تا دمای اتاق مجدداً به فاز مارتنزیت تبدیل شده و این امر منجر به افزایش مرزهای کوچک زاویه در ریزساختار نمونه (شکل ۳-د) شده است. پیش‌تر نشان داده شد که آستنیت برگشتی ایجاد شده در حین فرایند آنیل همدمای نمونه HPT شده دارای ماهیت برشی بوده و بخشی از آن پس از سرمایش تا دمای اتاق مجدداً به مارتنزیت لایه‌ای تبدیل می‌شود [۳۰]. جدول ۳ میانگین اندازه دانه فازهای مارتنزیت و آستنیت را در نمونه‌های مختلف نشان می‌دهد. لازم به ذکر است که این نتایج از تصاویر آنالیز EBSD و با استفاده از روش رهگیری خطی^{۱۶} بدست آمده است. طبق جدول ۲ ملاحظه می‌شود که فرایند HPT میانگین اندازه دانه را بطور چشمگیری از حدود $25 \mu\text{m}$ در نمونه اولیه (نمونه (۱)) به حدود 200 nm برای فاز مارتنزیت و حدود 30 nm برای فاز آستنیت در نمونه (۲) کاهش می‌دهد. همچنین، اندازه دانه میانگین فازهای مارتنزیت و آستنیت برگشتی در نمونه (۳) به ترتیب حدود $24 \mu\text{m}$ و $6/5 \mu\text{m}$ است در حالی‌که برای نمونه (۴) این مقادیر بترتیب حدود 640 nm و 360 nm اندازه‌گیری شده است. اندازه دانه کوچکتر در نمونه اخیر (نمونه (۴)) بدلیل تاثیر فرایند HPT است که با ریز کردن ریزساختار منجر به ریز شدن فازهای حاصل پس از اعمال آنیل همدمای بعدی می‌شود.

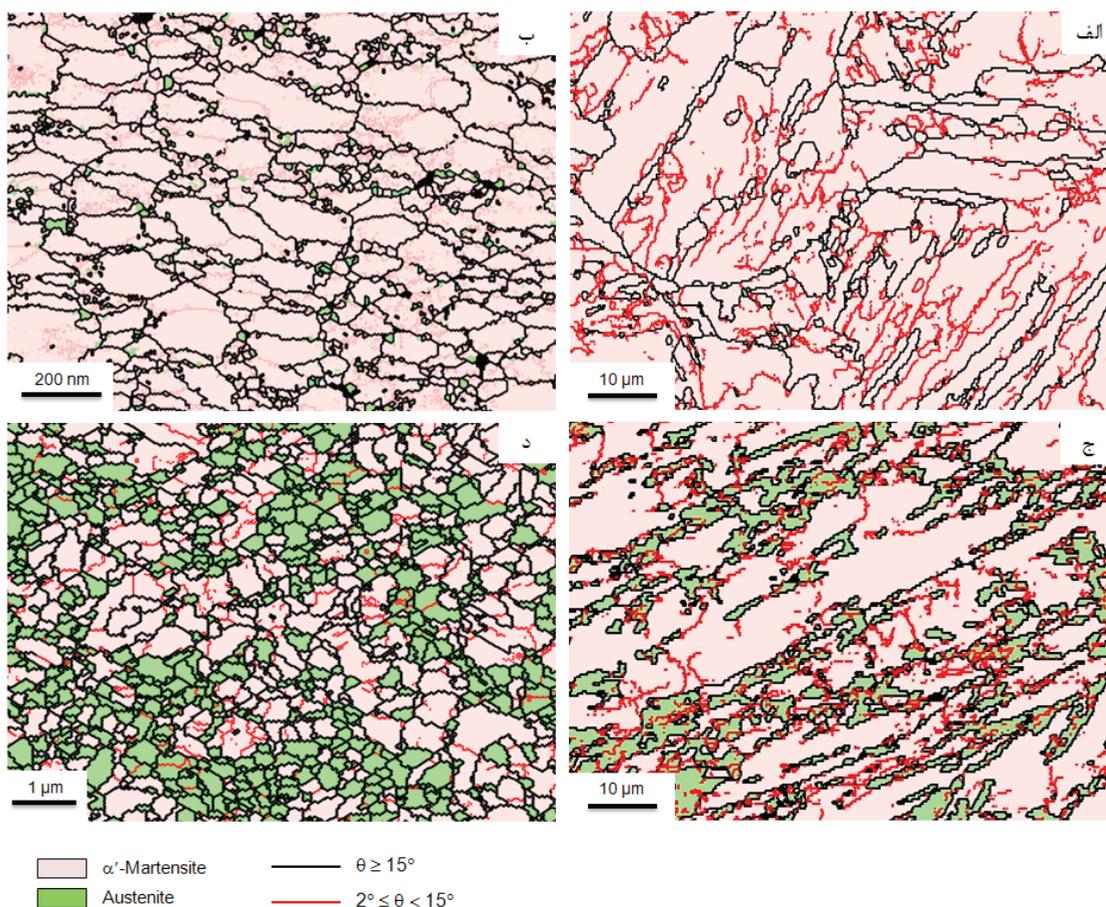
شکل ۴ نمودار ستونی مربوط به درصد فازهای مارتنزیت و آستنیت در نمونه‌های مختلف که از نتایج آنالیز EBSD حاصل شده است را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود نمونه (۱) کاملاً مارتنزیتی بوده و کسر حجمی فاز آستنیت در نمونه (۲) حدود ۵٪ می‌باشد. نکته قابل توجه در این شکل درصد فاز آستنیت برگشتی در نمونه‌های (۳) و (۴) است. هر چند زمان آنیل برای هر دو نمونه یکسان است ولی درصد آستنیت موجود در نمونه (۴) تقریباً ۲ برابر نمونه (۳) است. علت این امر آن است که در حین فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید، ساختار دچار اعوجاج شدید شده و حجم بالایی از عیوب کریستالی از جمله جاهای خالی و حجم آزاد در آن ایجاد می‌شود [۱۸]. وجود این عیوب در ریزساختار

می‌ریزد. در این حالت، چگالی نابجایی‌ها افزایش یافته و در اثر انباشت آن‌ها، مرزهای کوچک زاویه شکل می‌گیرند. در ادامه با افزایش میزان کرنش، مرزهای کوچک زاویه دچار چرخش شده و به مرزهای بزرگ زاویه تبدیل می‌شوند که این امر منجر به ایجاد دانه‌های هم‌محور و ریز مارتنزیت در ریزساختار می‌شود [۳۲ و ۳۳]. همچنین، با اعمال فرایند HPT بر روی نمونه اولیه با ساختار کاملاً مارتنزیتی، مقداری فاز آستنیت با اندازه دانه بسیار ریز در ساختار مشاهده می‌شود که میزان آن در حدود ۵٪ می‌باشد. تحقیقات انجام گرفته بر روی فولادهای مارتنزیتی نشان می‌دهد که در اثر اعمال کرنش در دمای اتاق، فاز آستنیت می‌تواند از طریق مکانیزم برشی در زمینه مارتنزیت تشکیل شود که به آن آستنیت ترغیب شده با کرنش^{۱۴} گفته می‌شود [۳۴ و ۳۵]. لازم به ذکر است که در حین فرایند HPT، بخشی از کار مکانیکی اعمالی به حرارت تبدیل شده که موجب افزایش موضعی دمای نمونه می‌گردد [۳۶]. همچنین، فشار سندان‌ها براساس رابطه کلازیوس-کلاپیرون^{۱۵} موجب کاهش چشم‌گیری در دمای تعادلی دگرگونی فازها می‌شود [۳۷]. از طرف دیگر، مارتنزیت لایه‌ای دارای چگالی بالایی از نابجایی‌ها بوده و در حین دگرگونی معکوس بخشی از انرژی نابجایی‌ها در نتیجه تشکیل آستنیت آزاد می‌شود. تمامی این عوامل منجر به کاهش نیروی محرکه لازم و تسهیل در رخداد دگرگونی معکوس مارتنزیت به آستنیت می‌گردند [۳۵]. با مقایسه تصویر ریزساختاری و فازی نمونه HPT شده (نمونه (۲)) در شکل ۳-ب و الگوی پراش پرتو ایکس این نمونه در شکل ۲ می‌توان دریافت که در الگوی پراش پرتو ایکس تنها پیک‌های مربوط به فاز مارتنزیت مشاهده می‌شوند و هیچ اثری از پیک مربوط به فاز آستنیت نیست. این مطلب در تناقض با نتایج بدست آمده از آنالیز EBSD است. در این‌جا ذکر این مطلب ضروری است که درصد کم فاز آستنیت و ریز بودن ساختار آن در نمونه (۲)، علت عدم وجود پیک متعلق به این فاز در آنالیز پراش پرتو ایکس است. باید در نظر داشت هر چند دقت اشعه ایکس در حالت کلی بالاتر از الکترون است ولی این ابزار قابلیت تشخیص فازهایی با کسر حجمی پایین (معمولاً کمتر از ۵ تا ۶ درصد) و نیز اندازه دانه کوچک را ندارد [۳۸]. بر اساس شکل‌های ۳-ج و ۳-د که بترتیب مربوط به ریزساختار نمونه‌های (۳) و (۴) هستند می‌توان دریافت که ریزساختار شامل دو فاز مارتنزیت و آستنیت برگشتی است. با دقت در این دو تصویر می‌توان مشاهده کرد که ریزساختار آستنیت تشکیل شده در نمونه (۴) (شکل ۳-د) بسیار ریزتر از آستنیت برگشتی تشکیل شده در نمونه (۳) (شکل ۳-ج) است. علت این امر ریز بودن ریزساختار نمونه HPT شده (نمونه (۲)) در مقایسه با نمونه اولیه (نمونه (۱)) است که بالتبع می‌تواند

14. Strain-induced austenite

15. Clausius-Clapeyron

16. Linear intercept method



شکل ۳. تصاویر ریزساختاری و فازی بدست آمده توسط آنالیز EBSD از سطح الف) نمونه اولیه (نمونه (۱))، ب) نمونه HPT شده (نمونه (۲))، ج) نمونه اولیه آنیل همدمما شده (نمونه (۳))، و د) نمونه HPT شده و سپس آنیل همدمما شده (نمونه (۴)).

جدول ۳. میانگین اندازه دانه فازهای مارتنزیت و آستنیت در نمونه‌های مختلف

اندازه دانه آستنیت (γ)	اندازه دانه مارتنزیت (α')	نمونه
-	۲۵ mm	(۱)
۳۰ nm	۲۰۰ nm	(۲)
۶/۵ mm	۲۴ mm	(۳)
۳۶۰ nm	۶۴۰ nm	(۴)

از اعمال فرایند HPT ناشی از اعمال کرنش بالا به نمونه و در نتیجه ریز شدن ریزساختار و افزایش چگالی نابجایی‌ها است. اندازه گیری سختی در نمونه (۳) نشان می‌دهد که میزان سختی حدود ۲۸۵ ویکرز است که این عدد نزدیک به سختی نمونه اولیه (نمونه (۱)) می‌باشد. علت این مطلب آن است که آستنیت برگشتی و مارتنزیت با ساختار لایه‌ای هر دو فازی نرم و انعطاف پذیر بوده و لذا میزان سختی آن‌ها تفاوت چندانی با یکدیگر ندارد. بعلاوه، از شکل ۵ می‌توان دریافت که انجام فرایند آنیل همدمما بر روی نمونه HPT شده (نمونه (۴)) سختی آن را از حدود ۶۹۰ ویکرز به حدود ۳۸۰ ویکرز

نمونه HPT شده (نمونه (۴)) منجر به تسریع فرایند نفوذ شده و در نتیجه مقدار فاز آستنیت تشکیل شده را در زمان یکسان آنیل در مقایسه با نمونه اولیه آنیل شده (نمونه (۳)) افزایش می‌دهد.

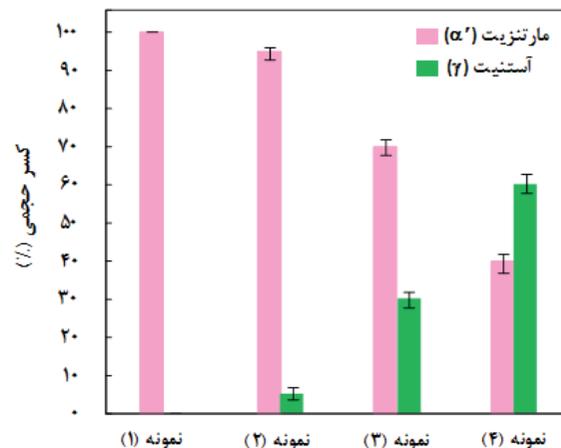
خواص مکانیکی

تغییرات میکروسختی نمونه‌های (۱) تا (۴) بر حسب ویکرز در شکل ۵ آمده است. سختی نمونه (۱) در حدود ۲۷۵ ویکرز است که بعد از فرایند HPT (نمونه (۲)) به حدود ۶۹۰ ویکرز افزایش می‌یابد. علت افزایش سختی نمونه پس

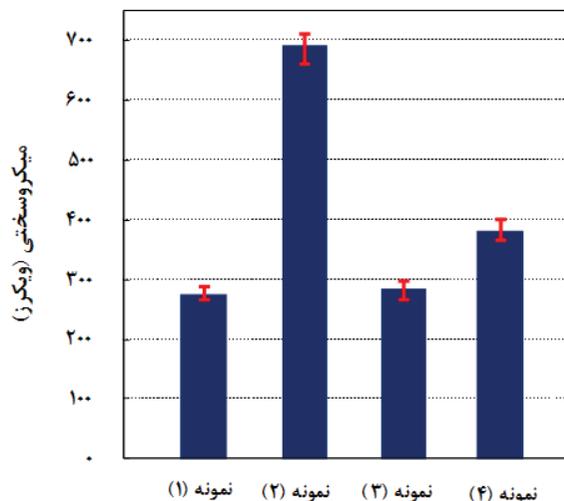
انعطاف‌پذیری کم نمونه (۲) به ریزش دانه‌ها و چگالی بالای نابجایی و باندهای برشی ایجاد شده در ریزساختار نمونه در اثر اعمال کرنش مرتبط است [۲۶ و ۳۰]. اعمال فرایند آنیل همدما بر روی نمونه اولیه (نمونه (۳)) نشان می‌دهد که میزان استحکام نهایی و انعطاف‌پذیری تا شکست به ترتیب حدود ۸۵۰ MPa و ۱۶/۱٪ هستند که این اعداد بسیار نزدیک به اعداد بدست آمده برای نمونه (۱) است. علت این امر همان‌طور که پیش‌تر ذکر شد به ماهیت نسبتاً مشابه فازهای آستنیت برگشتی و مارتنزیت لایه‌ای از منظر استحکام و انعطاف‌پذیری بر می‌گردد. در نهایت میزان استحکام نهایی و کرنش شکست برای نمونه (۴) به ترتیب در حدود ۱۱۸۰ MPa و ۱۲/۳٪ اندازه‌گیری شدند. کاهش استحکام و افزایش انعطاف‌پذیری نمونه آنیل شده پس از فرایند HPT (نمونه (۴)) در مقایسه با نمونه تغییر شکل شدید یافته (نمونه (۲)) به تشکیل آستنیت برگشتی و کاهش چگالی نابجایی‌ها در اثر رخداد فرایند بازیابی مرتبط است. همچنین، مقدار استحکام بالای نمونه (۴) (۱۱۸۰ MPa) در مقایسه با نمونه (۳) (۸۵۰ MPa) حاکی از تاثیر اندازه دانه بر روی خواص مکانیکی ماده است.

رفتار سودوالاستیسیته

نمودار تنش-کرنش سیکنی در حین بارگذاری و باربرداری در دمای اتاق برای نمونه‌های (۱) تا (۴) در شکل ۶ نشان داده شده است. طبق شکل ۶-الف، مشاهده الاستیسیته خطی نرمال بدون هیچگونه هیستریزس کرنشی مویید آن است که نمونه (۱) بدلیل داشتن ساختار کاملاً مارتنزیتی دارای خاصیت سودوالاستیسیته نیست. از سوی دیگر، مطابق با شکل ۶-ب، در نمودار مربوط به نمونه (۲)، کرنش برگشت فزنی در تنش‌های پایین غیرخطی بوده و بین نمودارهای باربرداری و بارگذاری مجدد هیستریزس کرنشی قابل مشاهده است که مقدار آن با افزایش میزان کرنش اعمالی افزایش می‌یابد. وجود خاصیت سودوالاستیسیته در نمونه HPT شده به حضور فاز آستنیت فوق ریزدانه ترغیب شده با کرنش همراه با دانسیته بالای نابجایی مربوط است که موجب ترغیب دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسیلین در حین بارگذاری در مقایسه با پدیده لغزش می‌شود. پیش‌تر، مشابه این رفتار در نمونه نورد سرد شده از آلیاژ Fe-10Ni-7Mn نیز گزارش شد. وجود فاز مارتنزیت اپسیلین به صورت نقایص چینش در درون فاز آستنیت پس از اعمال کرنش سیکنی مویید این مطلب بود [۳۹]. مشاهده پدیده سودوالاستیسیته در این شرایط را نمی‌توان توسط فرضیه‌های متداول سودوالاستیسیته تفسیر نمود. علت این امر آن است که آزمون بارگذاری و باربرداری سیکنی زیر دمای شروع تشکیل آستنیت آلیاژ (A) انجام شده و در این حالت مارتنزیت ایجاد شده حین بارگذاری از نظر ترمودینامیکی پایدار است. در این شرایط، در صورتیکه تنش رو به عقب اعمال شده بر فصل مشترک آستنیت با مارتنزیت



شکل ۴. نمودار ستونی مربوط به درصد فازهای مارتنزیت و آستنیت در نمونه‌های مختلف حاصل شده از نتایج آنالیز EBSD.



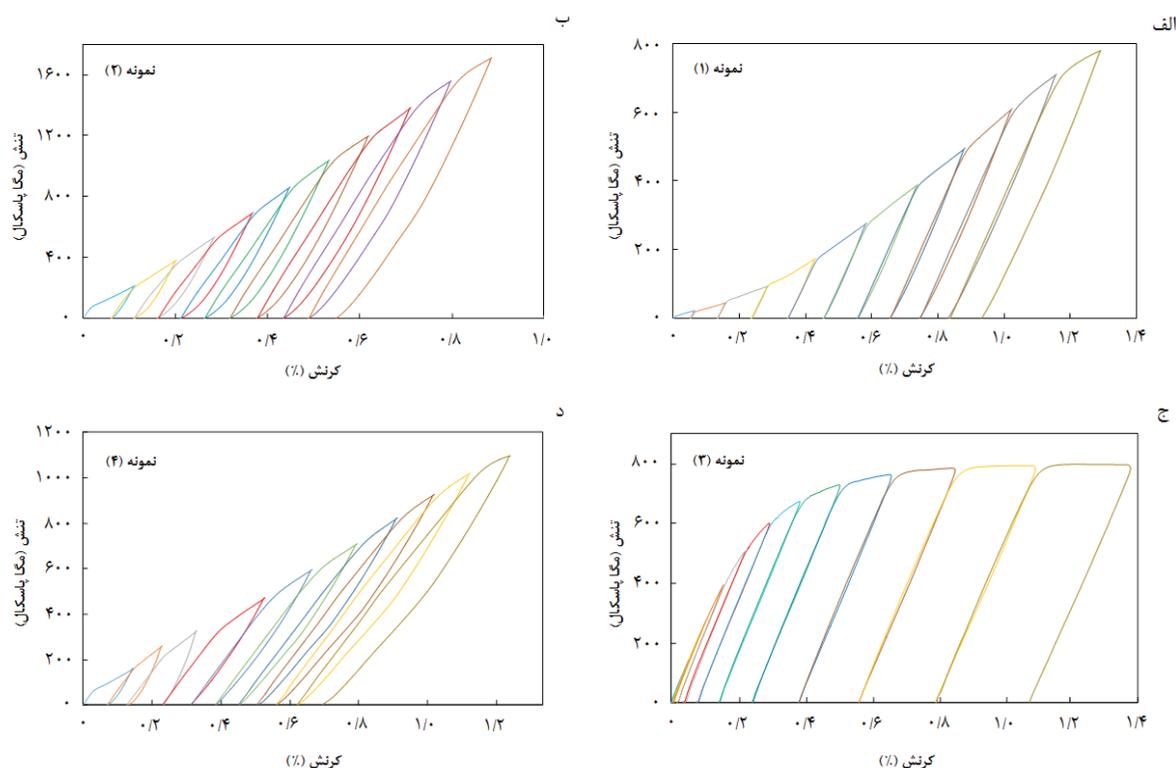
شکل ۵. نمودار ستونی مربوط به میزان میکروسختی نمونه‌های مختلف بر حسب ویکرز.

کاهش می‌دهد که علت آن آزاد شدن نابجایی‌های ایجاد شده در حین تغییر شکل، تشکیل آستنیت برگشتی و درشت شدن دانه‌ها در حین آنیل است. از سوی دیگر مقایسه میزان سختی نمونه‌های (۳) و (۴) نشان می‌دهد که مقدار سختی در نمونه (۴) حدود ۹۵ ویکرز بالاتر است که علت آن به ریز بودن دانه‌ها در این نمونه مرتبط است.

جدول ۴ مقادیر استحکام تسلیم، استحکام نهایی و کرنش شکست نمونه‌های (۱) تا (۴) را نشان می‌دهد. بر اساس این جدول، میزان استحکام نهایی و کرنش شکست نمونه (۱) به ترتیب در حدود ۸۳۰ MPa و ۱۶/۴٪ هستند درحالی‌که بعد از اعمال فرایند HPT (نمونه (۲)) میزان استحکام نهایی به حدود ۲۱۴۰ MPa افزایش یافته و از طرفی مقدار کرنش شکست به حدود ۶/۲٪ کاهش می‌یابد. استحکام بالا و

جدول ۴. مقادیر تنش تسلیم، تنش نهایی و کرنش شکست نمونه‌های مختلف

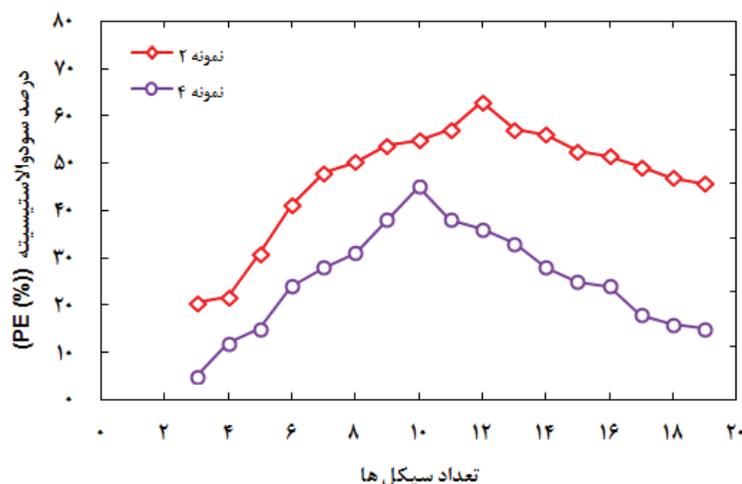
نمونه	استحکام تسلیم (مگاپاسکال)	استحکام نهایی (مگاپاسکال)	کرنش شکست (درصد)
(۱)	۷۹۰	۸۳۰	۱۶/۴
(۲)	۱۹۷۰	۲۱۴۰	۶/۲
(۳)	۸۱۰	۸۵۰	۱۶/۱
(۴)	۱۰۴۰	۱۱۸۰	۱۲/۳



شکل ۶. نمودار تنش-کرنش سیکلی در حین بارگذاری و باربرداری در دمای اتاق برای نمونه‌های مختلف.

این مطلب موید آن است که بدلیل نرم بودن فازهای آستنیت برگشتی و مارتنزیت لایه‌ای، مکانیزم لغزش نابجایی‌های کامل مکانیزم تغییرشکل غالب حین اعمال کرنش بوده و مانع از رخداد دگرگونی مارتنزیتی (۷→۴) ترغیب شده با تنش می‌شود. همچنین، حتی اگر این دگرگونی حین بارگذاری انجام شده باشد برگشت‌پذیری آن حین باربرداری اتفاق نیفتاده است. سرانجام در خصوص نمونه آنیل همدمما شده بعد از فرایند HPT (نمونه (۴))، مطابق با آنچه که در شکل ۶-د دیده می‌شود، آستنیت برگشتی دارای رفتار سودوالاستیک می‌باشد بگونه‌ای که کرنش برگشت فتری در تنش‌های پایین غیرخطی بوده و هیستریزس کرنشی بین نمودارهای باربرداری و بارگذاری مجدد قابل مشاهده است. وجود خاصیت سودوالاستیسیته در این نمونه، در مقایسه با

اپسیلن (۷/۴) قابل توجه باشد، پدیده سودوالاستیسیته به صورت حرکت برگشت‌پذیر فصل مشترک ۷/۴ تفسیر می‌شود. در توضیح این مطلب باید بیان کرد که در استحاله مارتنزیتی (۷→۴)، یک انباشت بزرگی از نابجایی‌های جزئی شکلی با علامت یکسان باعث ایجاد میدان تنشی قابل توجه در اطراف ناحیه پیشرو مارتنزیت 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 ۷/۴ در جهت عکس استحاله مارتنزیتی می‌شود. شکل ۶-ج نمودار تنش-کرنش سیکلی نمونه (۳) را نشان می‌دهد. مشابه با نمودار سیکلی نمونه اولیه (نمونه (۱))، در این حالت نیز هیچ اثری از رفتار سودوالاستیسیته و هیستریزس کرنشی قابل مشاهده نیست.



شکل ۷. درصد سودوالاستیسیته برای نمونه‌های HPT شده (نمونه ۲) و آنیل هم‌دا شده بعد از فرایند HPT (نمونه ۴) به عنوان تابعی از تعداد سیکل‌های بارگذاری-باربرداری.

در خصوص نمونه (۲) بیشینه درصد سودوالاستیسیته مربوط به سیکل دوازدهم و در حدود ۶۵٪ است، درحالی‌که برای نمونه (۴) این مقدار حدود ۴۵٪ بوده و در سیکل دهم حاصل می‌شود.

با دقت در شکل (۷) می‌توان دریافت که درصد سودوالاستیسیته در نمونه (۲) بیشتر از نمونه (۴) است. این مطلب می‌تواند از یک سو مرتبط با سختی و استحکام بالای فاز آستنیت در نمونه (۲) و از سوی دیگر، مرتبط با تغییر جهت‌گیری‌های صفحات مارتنزیتی^{۱۷} در اثر اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید بر این نمونه باشد. سختی و استحکام تسلیم نمونه (۲) به ترتیب در حدود ۶۹۰ ویکرز و MPa ۱۹۷۰ هستند درحالی‌که، این اعداد برای نمونه (۴) به ترتیب در حدود ۳۸۰ ویکرز و MPa ۱۰۴۰ می‌باشند. استحکام و سختی بالای آستنیت در نمونه (۲) می‌تواند منجر به ترغیب دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسیلن در حین بارگذاری در مقایسه با پدیده لغزش شده و از این طریق خاصیت سودوالاستیسیته را ارتقاء دهد. با این حال، از آنجایی‌که مقدار فاز آستنیت در نمونه (۲) به مراتب کمتر از مقدار این فاز در نمونه (۴) است (۵٪ در مقابل حدود ۶۰٪)، لذا باید عامل مهم دیگری غیر از سختی و استحکام بالای فاز آستنیت نیز در مقدار سودوالاستیسیته بالای نمونه (۲) تاثیرگذار باشد. این عامل اثرگذار، تغییر جهت‌گیری‌های صفحات مارتنزیتی در اثر اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید در نمونه (۲) است که احتمالاً سهم عمده‌ای در میزان سودوالاستیسیته بالای این نمونه دارد.

نمونه (۳) که این رفتار را از خود بروز نمی‌دهد، ناشی از استحکام بالای آستنیت برگشتی با ساختار ریزدانه است که منجر به ترغیب دگرگونی آستنیت به مارتنزیت اپسیلن به عنوان مکانیزم غالب حین اعمال کرنش می‌شود.

درصد سودوالاستیسیته برای نمونه‌های HPT شده (نمونه ۲) و آنیل هم‌دا شده بعد از فرایند HPT (نمونه ۴) به عنوان تابعی از تعداد سیکل‌های بارگذاری-باربرداری در شکل ۷ گزارش شده است. لازم به ذکر است که درصد سودوالاستیسیته در هر سیکل بر اساس رابطه ۱ محاسبه شده است. در مورد هر دو نمونه، با افزایش تعداد سیکل‌های بارگذاری-باربرداری، میزان سودوالاستیسیته ابتدا افزایش یافته و به یک مقدار ماکزیمم می‌رسد و سپس در سیکل‌های بالاتر کاهش می‌یابد. در سیکل‌های اولیه به دلیل کرنش سختی در ماده در اثر بارگذاری و باربرداری، آستنیت امکان مستحکم‌تر شدن داشته و بهبود خاصیت سودوالاستیک و رسیدن به بیشینه مقدار آن با کمک به حرکت برگشت‌پذیر فصل مشترک آستنیت و مارتنزیت اپسیلن می‌تواند رخ دهد. علت کاهش خاصیت سودوالاستیک در سیکل‌های بالاتر می‌تواند بدین علت باشد که افزایش تنش به مقادیر بالاتر، موجب ترغیب حرکت نابجایی‌های کامل علاوه بر استحاله آستنیت به مارتنزیت اپسیلن به‌عنوان مکانیزم تغییرشکل در این سطح تنش اعمالی می‌شود. بنابراین، تغییرشکل به‌وسیله لغزش سهم بیشتری نسبت به استحاله مارتنزیتی داشته و میزان سودوالاستیسیته کاهش می‌یابد. علاوه بر این می‌توان بیان کرد که مارتنزیت اپسیلن ایجاد شده در هر سیکل، در حین باربرداری به طور کامل به آستنیت تبدیل نمی‌شود و کاهش میزان فاز آستنیت می‌تواند موجب کاهش میزان سودوالاستیسیته در سیکل بعدی شود. مطابق با شکل ۷،

17. Variants of martensite plane

References

- [1] 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.
- [2] Cladera A, Weber B, Leinenbach C, Czaderski C, Shahverdi M, Motavalli M. Iron-based shape memory alloys for civil engineering structures: an overview. *Const Build Mater*. 2014; 63: 281-93.
- [3] Watanabe S, Sato S, Miura K. An unique feature of mechanical property of iron-nickel-manganese alloy. *J Mater Process Technol*. 1995; 53: 467-76.
- [4] Kajiwara S, Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Fe-based alloys. *Mater Sci Eng A*. 1999; 273: 67-88.
- [5] 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.
- [6] Sawaguchi T, Kikuchi T, Kajiwara S. The pseudoelastic behavior of Fe-Mn-Si-based shape memory alloys containing Nb and C. *Smart Mater Struct*. 2005; 14: S317-S22.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] 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.
- [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] Kajiwara 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] Cao Y, Ni S, Liao X, Song M, Zhu Y. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation. *Mater Sci Eng R Rep*. 2018; 133: 1-59.
- [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] 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.

۴. نتیجه گیری

در این تحقیق، ریزساختار و رفتار سودوالاستیک آستنیت برگشتی در آلیاژ زمینه مارتنزیتی با ترکیب شیمیایی Fe-10Ni-7Mn (wt.%) قبل و بعد از اعمال فرایند HPT مورد ارزیابی قرار گرفت. بر این اساس نتایج زیر حاصل گردید:

- ۱- پس از اعمال فرایند HPT به میزان ۱۵ دور بر روی نمونه اولیه، کسر کوچکی از فاز آستنیت با اندازه دانه بسیار کوچک به همراه چگالی بالای نابجایی در زمینه مارتنزیتی ایجاد شده و اندازه دانه مارتنزیت به شدت کاهش یافت.
- ۲- انجام عملیات حرارتی آنیل همدمما در منطقه دو فازی آستنیت-فریت ($\alpha+\gamma$) بر روی نمونه اولیه و نمونه HPT شده، منجر به تشکیل فاز آستنیت برگشتی با میانگین اندازه دانه‌های $6/5 \mu\text{m}$ در ریزساختار نمونه اولیه و 360 nm در ریزساختار نمونه تغییرشکل شدید یافته شد.
- ۳- بررسی رفتار مکانیکی در شرایط مختلف نشان داد که تشکیل آستنیت برگشتی ریزدانه پس از اعمال فرایند آنیل همدمما بر روی نمونه HPT شده موجب ایجاد استحکام نسبتا بالا (1180 MPa) در ماده گردید.
- ۴- بررسی آزمون کشش سیکلی بر روی آلیاژ در شرایط مختلف نشان داد که آستنیت برشی ایجاد شده در اثر اعمال فرایند HPT و نیز آستنیت برگشتی ایجاد شده پس از انجام فرایند آنیل همدمما بر روی نمونه تغییر شکل شدید یافته، رفتار سودوالاستیک از خود نشان دادند.
- ۵- بیشترین درصد سودوالاستیسیتته نمونه HPT شده قبل و بعد از انجام عملیات آنیل همدمما بترتیب حدود 65% و 45% اندازه‌گیری شد.

- [15] 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.
- [16] 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.
- [17] 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.
- [18] Zhilyaev AP, Langdon TG. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Prog Mater Sci*. 2008; 53: 893-979.
- [19] Edalati K, Horita Z. A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. *Mater Sci Eng A*. 2016; 652: 325-52.
- [20] Pippan R. High-pressure torsion-features and applications. in: Zehetbauer MJ, Zhu YT (Eds.). *Bulk Nanostructured Materials*. Wiley-VCH. Weinheim. Germany. 2009; pp. 217-32.
- [21] Shi S, Zhang Z, Wang X, Zhou G, Xie G, Wang D, Chen X, Ameyama K. Microstructure evolution and enhanced mechanical properties in SUS316LN steel processed by high pressure torsion at room temperature. *Mater Sci Eng A*. 2018; 711: 476-83.
- [22] Gubicza J, El-Tahawy M, Huang Y, Choi H, Choe H, Labar JL, Langdon TG. Microstructure, phase composition and hardness evolution in 316L stainless steel processed by high-pressure torsion. *Mater Sci Eng A*. 2016; 657: 215-23.
- [23] An XH, Lin QY, Sha G, Huang MX, Ringer SP, Zhu YT, Liao XZ. Microstructural evolution and phase transformation in twinning-induced plasticity steel induced by high-pressure torsion. *Acta Mater*. 2016; 109: 300-13.
- [24] Čížek J, Janeček M, Vlasák T, Smola B, Melikhova O, Islamgaliev RK, Dobatkin SV. The development of vacancies during severe plastic deformation. *Mater Trans*. 2019; 60: 1533-42.
- [25] Muller T, Kapp MW, Bachmaier A, Felfer P, Pippan R. Ultra-high-strength low carbon steel obtained from the martensitic state via high pressure torsion. *Acta Mater*. 2019; 166: 168-7.
- [26] 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.
- [27] Han JK, Liss KD, Langdon TG, Kawasaki M. Synthesis of a bulk nanostructured metastable Al alloy with extreme supersaturation of Mg. *Sci Rep*. 2019; 8: 17186.
- [28] Xu C, Dobatkin SV, Horita Z, Langdon TG. Superplastic flow in a nanostructured aluminum alloy produced using high-pressure torsion. *Mater Sci Eng A*. 2009; 500: 170-5.
- [29] Shahmir H, Nili-Ahmadabadi M, Huang Y, Jung JM, Kim HS, Langdon TG. Shape memory effect in nanocrystalline NiTi alloy processed by high-pressure torsion. *Mater Sci Eng A*. 2015; 626: 203-6.
- [30] Koohdar HR, Nili-Ahmadabadi M, Kalahroudi FJ, Jafarian HR, Langdon TG. Effect of post-deformation annealing on the microstructure and mechanical behavior of an Fe-Ni-Mn steel processed by high-pressure torsion. *J Mater Res Tech*. 2021; 15: 1537-1546.
- [31] Y. Cao, S. Ni, X. Liao, M. Song, Y. Zhu, Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation, *Mater Sci Eng R Rep*. 2018; 133: 1-59.
- [32] H.R. Jafarian, M.F. Tarazkouhi, Significant enhancement of tensile properties through combination of severe plastic deformation and reverse transformation in an ultrafine/nano grain lath martensitic steel, *Mater Sci Eng A*. 2017; 686: 113-120.
- [33] Z.Q. Fan, T. Hao, S.X. Zhao, G.N. Luo, C.S. Liu, Q.F. Fang, The microstructure and mechanical properties of T91 steel processed by ECAP at room temperature, *J Nucl Mater*. 2013; 434: 417-421.
- [34] 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.
- [35] Ghasemi-Nanasa 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.
- [36] Edalati K, Hashiguchi Y., Pereira PHR, Horita Z, Langdon TG. Effect of temperature rise on microstructural evolution during high-pressure torsion. *Mater Sci Eng A*. 2018; 714: 167-171.
- [37] 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: 1659-1669.
- [38] Cullity DB. *Elements of X-Ray Diffraction*. 2nd Edition, Addison-Wesley Publishing Company Inc., Philippines, 1978.
- [39] Koohdar HR, Nili-Ahmadabadi M, Jafarian HR, Habibi-Parsa M, GhasemiNanasa H, Shirazi H. Observation of pseudoelasticity in a cold rolled Fe-Ni-Mn martensitic steel, *Mater Sci Eng A*. 2016; 658: 86-90.