

مروری بر روشهای مختلف اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید

مهدی شبان غازانی^۱، بیت اله اقبالی^۲

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند

۲- استادیار دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند

A Review on Severe Plastic Deformation Methods

M. Shaban Ghazani¹, B. Eghbali²

1- M.Sc Student of Materials Engineering, Sahand University of Technology

2- Assistant Professor of Materials Engineering, Sahand University of Technology

چکیده

در یک دهه گذشته، مواد فلزی دارای اندازه دانه های کوچکتر از یک میکرومتر بشدت مورد توجه واقع شده است. اگر اندازه دانه ها در ریزساختار مواد فلزی در محدوده 100 - 1000 nm باشد، به آنها مواد فوق ریز دانه (UFG) و اگر کوچکتر از 100 nm باشد به آنها مواد نانوساختار گفته می شود. اخیراً فرآوری این نوع مواد با استفاده از روشهای اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD) بطور خیلی قابل ملاحظه ای مورد علاقه محققین و دانشمندان علم مواد واقع شده است. فلزات و آلیاژهای فوق ریز دانه/نانوساختار که با روشهای مختلف SPD بدست می آیند از خواص فیزیکی و مکانیکی عالی از قبیل استحکام بالا، چقرمگی زیاد، قابلیت فرم پذیری بیشتر و ... برخوردار می باشند. لذا این قبیل مواد دارای مصارف و کاربردهای خاص و مهمی می باشند. امروزه روشها و تکنیکهای مختلفی در زمینه SPD برای تولید محصولات فلزی بالک UFG در مقیاس آزمایشگاهی و حتی صنعتی ابداع و پیشنهاد شده است. لذا با توجه به اهمیت خاص تولید محصولات بالک فوق ریز دانه/نانوساختار، در این نوشتار هدف معرفی اجمالی انواع روشهای مختلف SPD و ذکر مزایا و محدودیتهای نسبی بین آنها می باشد. همچنین به برخی از خواص مکانیکی و کاربردهای محصولات فرآوری شده با این روشها نیز پرداخته شده است. برای این کار از منابع علمی متعدد و معتبر اطلاعات لازم استخراج و تخلیص گردیده و به بصورت مقاله حاضر تدوین شده است.

کلمات کلیدی: تغییر شکل پلاستیک شدید، مواد فوق ریز دانه، مواد بالک نانوساختار، فلزات و آلیاژها.

Abstract

Metals with grain sizes smaller than 1- μ m have received much attention in the past decade. These materials have been classified as ultra fine grain (UFG) materials, grain sizes in the range of 100 to 1000-nm, and nano-materials, grain size <100-nm, depending on the grain size. In recent years, bulk ultrafine grained/ nanostructured materials processed by severe plastic deformation (SPD) methods have attracted the growing interest of specialists in materials science. Processes of SPD are defined as metal forming processes in which a very large plastic strain is imposed on a bulk process in order to make an ultra-fine grained metal. The ultra-fine/nano grained metals produced by the SPD processes exhibit high strength, and thus they may be used as ultrahigh strength metals with environmental harmony. Moreover, UFG metals have been shown to exhibit superplastic characteristics at lower temperature and higher strain rates, making this phenomenon more practical for manufacturing.

A number of SPD methods for producing bulk UFG metals have been developed since the early 1990s. This paper reviews the SPD processes to create bulk ultrafine grained/ nanostructured metals and alloys. The SPD processes such as equal channel angular pressing (ECAP), accumulative roll-bonding (ARB), high pressure torsion (HPT), and others are introduced, and the properties of metals processed by the SPD processes are shown. Moreover, the combined processes developed recently are also explained. Finally, the applications of the bulk ultrafine grained/ nanostructured metals are discussed.

Keywords: Severe Plastic Deformation, Ultra Fine Grained, Bulk Nanostructured, Metals and Alloys.

در طی یک دهه گذشته تولید مواد فلزی فوق ریز دانه/نانوساختار (UltraFine Grained/ Nanostructured) بطور ویژه ای مورد توجه محققین دنیا قرار گرفته است. این مواد به عنوان نسل جدیدی از محصولات فلزی مطرح هستند که خواص فیزیکی و مکانیکی آنها در مقایسه با مواد درشت دانه بطور قابل ملاحظه ای بالا می باشد. همچنین در این مواد برخی خواص استثنایی نیز وجود دارد که در مواد دانه درشت دیده نمی شود. در عین حالیکه استحکام در مواد فلزی فوق ریز دانه (UFG) بسیار بالاتر از مواد درشت دانه است، قابلیت شکل پذیری آنها نیز در حد خوبی می باشد. همچنین مواد UFG حتی در دماهای پایین تر و نرخ کرنش های بالاتر، خاصیت شکل پذیری سوپر پلاستیک عالی از خود نشان می دهند.

برای توسعه فرآیندهای تولید مواد فلزی فوق ریز دانه/نانوساختار تحقیقات زیادی در مقیاس آزمایشگاهی و حتی صنعتی صورت گرفته است. در این ارتباط، تحقیقات ثابت شده است که یکی از موثرترین روشهای فرآوری مواد فلزی UFG، اعمال تغییر شکل شدید (Severe Plastic Deformation, SPD) می باشد. گزارش حاضر در برگیرنده نتایج تحقیق و بررسی در منابع علمی دنیا در ارتباط با روشهای مختلف اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD) بر روی مواد فلزی و تولید محصولات فلزی فوق ریز دانه/نانوساختار است. بعد از مقدمه، تاریخچه استفاده از روشهای مختلف اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD) توضیح داده شده است. سپس مبانی و اصول انواع مختلف روشهای اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید از جنبه های مختلف، در فرآوری مواد فلزی بالک فوق ریز دانه/نانوساختار از فلزات و آلیاژهای آهنی و غیر آهنی توضیح داده شده است. همچنین روشهای مختلف تولید محصولات فلزی ورق و تسمه ای شکل نانوساختار از آلیاژهای مختلف در مقیاس آزمایشگاهی و نیمه صنعتی گزارش شده است.

با استفاده از این روشها، می توان محصولات فلزی ورقی شکل با ضخامتهای مختلف از آلیاژهای گوناگون از قبیل آلیاژهای آلومینیم، منیزیم، تیتانیم، مس و انواع فولادهای استراتژیک با قابلیت کاربری عالی فرآوری کرد. به انواع کاربردهای مختلف مواد فلزی نانوساختار نیز اشاره شده است. به لحاظ خواص منحصر بفردی که مواد فلزی نانوساختار از خود نشان داده اند، امروزه بازارهای مهمی مصرف برای این نوع محصولات در صنایع مختلف دنیا گزارش شده است.

روشهای مختلف فرآوری مواد بالک فوق ریزدانه

در حالت کلی در خصوص فرآوری مواد فلزی فوق ریز دانه/نانوساختار دو رویکرد مهم وجود دارد: ۱- رویکرد اول تحت عنوان روش "از پایین به بالا" (Bottom-Up Approach)، ۲- رویکرد دوم تحت عنوان روش "از بالا به پایین" (Up-Down Approach).

رویکرد اول شامل روشهایی برای تولید مواد نانوساختار است که در آن روشها از طریق به هم اتصال دادن اتمها و مولکول ها این کار صورت می گیرد. روشهایی مانند رسوب دادن الکترولیتی، متراکم کردن پودرهای نانو ساختار، رسوب دادن از فاز بخار، آلیاژ سازی مکانیکی جزو این رویکرد هستند. البته نمونه های بالک فرآوری شده از این

روشها خیلی کوچک بوده و برای کاربردهایی مانند صنایع الکترونیک مناسب می باشند. همچنین در محصولات فراوری شده با این روشها همواره مقداری تخلخل و آلودگی خارجی وجود دارد که در حین پروسه تولید وارد نمونه می شوند [۱]. رویکرد دوم مربوط به روشهایی است که در آنها از طریق اعمال کرنش پلاستیک شدید بر روی مواد بالک دانه درشت اولیه و کنترل تحولات متالورژیکی حاکم، محصولات فلزی فوق ریز دانه/ نانوساختار فراوری می شود. روشهای مبتنی بر رویکرد دوم در مقایسه با روشهای مبتنی بر رویکرد اول دارای مزایایی است که مهمترین آنها عبارتند از: ۱- ابعاد و حجم نمونه های بدست آمده از این روشها بزرگ تر می باشد، ۲- در حین فرایند تولید هیچگونه آلودگی و تخلخل در محصول ایجاد نمی شود، ۳- با استفاده از این روشها می توان طیف وسیعی از فلزات آلیاژها را فراوری کرد.

در یک دید کلی روشهای مبتنی بر رویکرد دوم را می توان به دو دسته زیر تقسیم بندی کرد [۱]: ۱- فرایند های مختلف ترمومکانیکی، ۲- فرآیند های تغییر شکل پلاستیک شدید. در فرایند های ترمومکانیکی کرنش پلاستیک با استفاده از روشهای معمول شکل دهی مانند نورد و اکستروژن به فلز اعمال می شود. اما در روشهای معمول شکل دهی به دو دلیل میزان کرنش اعمالی بر روی فلز محدود می باشد: ۱- در تمامی این روشها افزایش کرنش متناظر با کاهش در سطح مقطع نمونه می باشد و از نظر صنعتی این کاهش در سطح مقطع تا یک حدی مقدور است، ۲- به دلیل شکل پذیری کم فلزات و آلیاژها در دماهای نسبتاً پایین و عدم اعمال تنش هیدرواستاتیک فشاری بر روی نمونه ها، کرنشهای اعمال شده توسط روشهای معمولی تغییر شکل محدود می باشد. بطور کلی برای تولید مواد فلزی UFG لازم است که اولاً- کرنش پلاستیک شدید به ماده اعمال شود تا دانسیته بالایی از نابجایی ها تولید گردد، ثانیاً- نابجایی های تولیدی باید آرایش مجدد یافته و آرایه ای از مرز دانه ها را ایجاد کنند. با عملیات ترمومکانیکی معمولاً نمی توان به محصولات فلزی با اندازه دانه های ریز تر از یک میکرون و یا کوچکتر از آن رسید. این به دلیل پایین بودن میزان کرنش اعمالی در فرآیندهای ترمومکانیکی است. عموماً با عملیات ترمومکانیکی حداکثر می توان دانه های یک فلز را تا حد ۲-۵ میکرون ریز نمود. از این رو توجه محققان به ابداع و توسعه روشهای جدید شد که بتوان با استفاده از آن روشها کرنش های شدیدی را اعمال نمود و محصولات فلزی بالک با اندازه دانه های کوچکتر از یک میکرون و در حد نانومتری تولید کرد. لذا در این ارتباط، روشهای مختلف SPD ابداع و پیشنهاد شده است. تفاوت عمده بین فرایندهای مختلف ترمومکانیکی با روشهای SPD در میزان کرنش اعمالی است. دو مشخصه مهم زیر در مورد روشهای SPD وجود دارد [۲]: ۱- حضور تنش هیدرواستاتیکی زیاد در روی نمونه، که به موجب آن شکل پذیری فلز بهبود یافته و می توان کرنش های شدیدی را بدون بروز ترک در نمونه بر روی فلز اعمال کرد، ۲- در هر مرحله از تغییر شکل، معمولاً میزان کرنش اعمالی بر روی نمونه پایین می باشد. اما با تکرار دفعات اعمال کرنش، نمونه در نهایت کرنش شدید را متحمل می شود.

انواع روشهای اعمال کرنش پلاستیک شدید (SPD)

اولین مقالات علمی در مورد فراوری مواد فلزی بالک UFG به روش کرنش پلاستیک شدید مربوط به اوایل دهه ۱۹۹۰ می باشد. در این مقالات فراوری مواد بالک UFG با ساختار دانه ای یکنواخت و هم محور با کسر زیادی از مرز

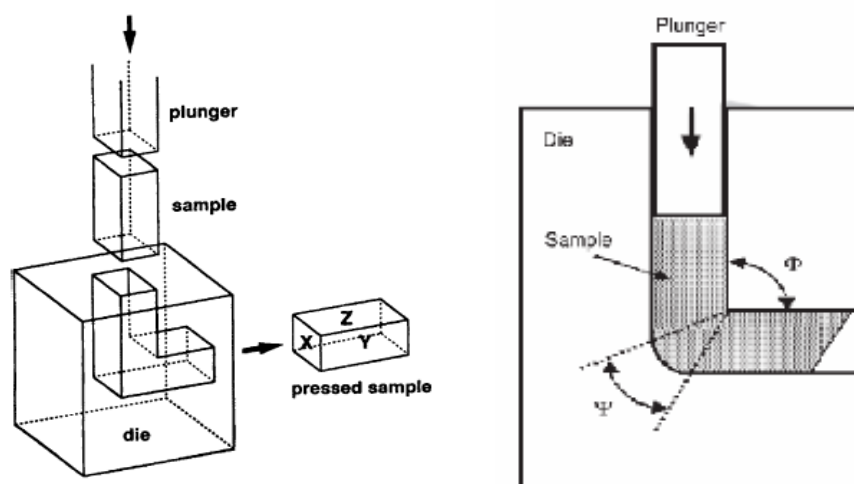
های بزرگ زاویه از طریق اعمال کرنشهای شدید به اثبات رسیده است [۲]. برخی از انواع روشهای مهم SPD عبارتند از:

1. Equal Channel Angular Pressing (ECAP),
2. Accumulative Roll Bonding (ARB),
3. High Pressure Torsion (HPT),
4. Multi Directional Forging (MDF),
5. Twist Extrusion (TE),
6. Constrained Groove Pressing and Rolling (CGP and CGR),
7. Cyclic Channel Die Compression (CCDC),
8. Torsion Extrusion and Torsion after Extrusion (TE and TAE),
9. Hydrostatic Extrusion (HE).

بعضی از این روشها مانند ECAP، HPT، MDF و ARB روشهای کاملا توسعه یافته ای برای تولید مواد بالک UFG می باشند که با استفاده از این روشها می توان به اندازه دانه هایی در حد ۷۰ تا ۵۰۰ نانومتر دست یافت [۴-۲]. امروزه با استفاده از این روش ها امکان تولید شمش هایی با ساختار UFG در مقیاس بزرگ میسر شده و به موجب آن زمینه برای تولید محصولات صنعتی از شمشهای مذکور گسترش یافته است. در ادامه به توضیح مختصر در مورد برخی از این روشها پرداخته می شود.

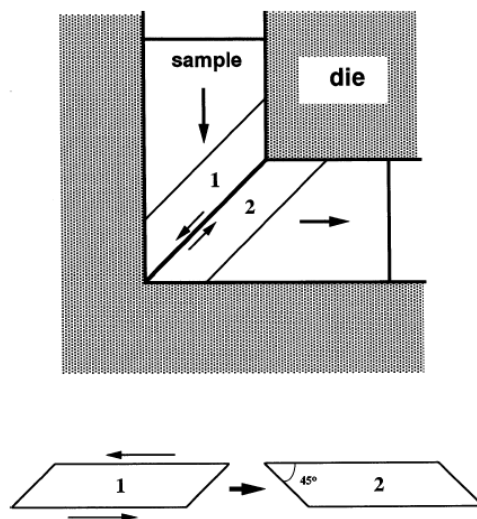
روش ECAP

شماتیکی از روش Equal Channel Angular Pressing (ECAP) در شکل (۱) آورده شده است. این روش برای اولین بار توسط Segal و همکارانش در تاریخ ۱۹۷۰ معرفی شد. همان طوری که مشاهده می شود قالب ECAP دارای کانالی با سطح مقطع دایره ای یا مربعی شکل می باشد که این کانال با زاویه تندی خمیده است. زاویه بین دو قسمت کانال Φ بوده و زاویه ای که انحنا بیرونی محل تقاطع دو کانال دارد با Ψ نشان داده شده است. در این روش نمونه ای با مقطع دایره ای یا مربعی از داخل کانال عبور داده می شود. کرنش ایجاد شده بر روی نمونه از نوع برشی خالص بوده که در حین عبور نمونه از محل خمیدگی قالب به نمونه اعمال می گردد.



شکل (۱): شماتیکی از روش ECAP [۳، ۵].

در شکل (۲) نحوه اعمال کرنش برشی بر روی نمونه در حین عبور از خمیدگی قالب نشان داده شده است. کرنش برشی در سطح تقاطع بین دو قسمت کانال (در فصل مشترک المانهای ۱ و ۲) بر روی فلز اعمال می شود. نحوه تغییر شکل المان از حالت ۱ به ۲ در اثر کرنش برشی دیده می شود.

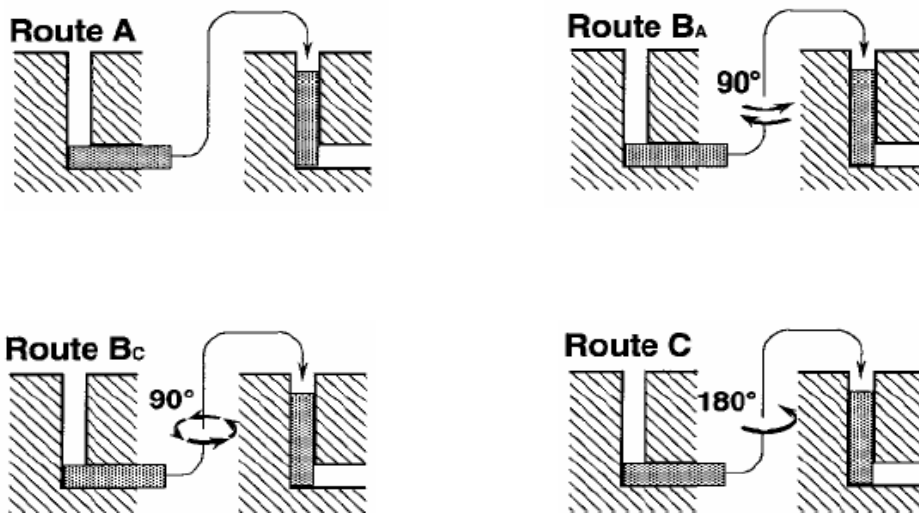


شکل (۲): اصول کلی روش ECAP و صفحه اعمال تغییر شکل برشی در داخل قالب: المان ۱ در اثر عبور از صفحه برشی داخل قالب به شکل المان ۲ در می آید [۵].

همانگونه که از شکل (۱) نیز دیده می شود، ابعاد سطح مقطع نمونه در حین اعمال کرنش از طریق ECAP ثابت باقی می ماند لذا می توان نمونه را به دفعات متوالی از قالب عبور داد و در هر عبور مقداری کرنش پلاستیک در فلز ذخیره کرد.

همچنین می توان برای فعال کردن سیستم های لغزشی مختلف، نمونه را در بین مراحل تکرار عبور از قالب، چرخاند. با در نظر گرفتن اینکه نمونه در بین مراحل تکرار عبور از قالب، در چه جهت و به چه میزان چرخانده شود، تکنیک ECAP طبق شکل (۳) در چهار مسیر مختلف قابل انجام است:

- ۱- ECAP طبق مسیر A: در این روش در مابین تکرار مراحل ECAP هیچ چرخشی به نمونه داده نمی شود (Route A).
- ۲- ECAP طبق مسیر B_A : در این روش در مابین تکرار مراحل ECAP نمونه هر بار به اندازه ۹۰ درجه حول محور مرکزی خود چرخانده می شود به طوری که جهت چرخش هر بار عوض می گردد (Route B_A).
- ۳- ECAP طبق مسیر B_C : در این روش در مابین تکرار مراحل ECAP نمونه در یک جهت ثابت هر بار به اندازه ۹۰ درجه حول محور مرکزی خود چرخانده می شود (Route B_C).
- ۴- ECAP طبق مسیر C: در این روش در مابین تکرار مراحل ECAP نمونه هر بار به اندازه ۱۸۰ درجه حول محور مرکزی خود چرخانده می شود (Route C).



شکل (۳): چهار مسیر مختلف برای انجام ECAP [۲، ۶].

در هر یک از مسیرهای مختلف ECAP سیستمهای لغزشی مختلفی می توانند فعال می شوند. بنابراین با افزایش تعداد مراحل ECAP و در نتیجه میزان کرنش اعمالی، کسر مرزهای بزرگ زاویه بتدریج در ساختار افزایش می یابد.

مقدار کرنش برشی در ECAP

یکی از پارامترهای مهم در ECAP مقدار کرنش برشی اعمالی در هر مرحله از تغییر شکل می باشد. مقدار این کرنش از رابطه زیر بدست می آید که در آن Φ زاویه قالب و Ψ زاویه مربوط به انحنای محل تقاطع دو کانال قالب در شکل (۲) می باشند. پارامتر N تعداد دفعات عبور نمونه از کانال قالب است:

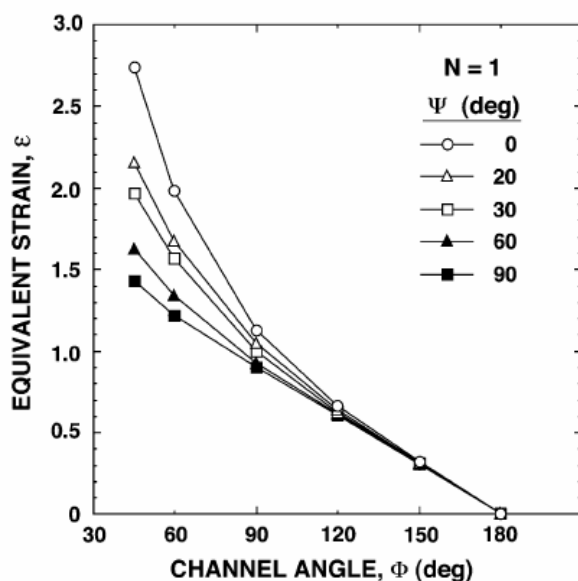
$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \cos ec\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right]$$

در شکل (۴)، میزان کرنش اعمالی در یک مرحله از ECAP به صورت تابعی از زاویه قالب (Φ) در Ψ های مختلف رسم شده است. از روی این شکل می توان نکات مهم زیر را استنباط کرد:

۱- زمانی که زاویه قالب از ۹۰ درجه بیشتر است زاویه Ψ تاثیر کمی بر روی میزان کرنش اعمالی دارد درحالی که در زاویه قالب کمتر از ۹۰ درجه، تاثیر زاویه Ψ بر روی میزان کرنش اعمالی بیشتر بوده و با کاهش زاویه قالب این تاثیر افزایش می یابد.

۲- در صورتی که قالبی با زاویه Φ و Ψ کوچک ساخته شود می توان در یک مرحله از ECAP کرنشهای بسیار بالایی را به نمونه اعمال کرد.

۳- در مورد قالبهای معمولی ECAP که زاویه قالب در آنها ۹۰ درجه است میزان کرنش اعمالی در هر مرحله در حدود یک می باشد و زاویه Ψ تاثیر چندانی بر روی کرنش اعمالی ندارد.



شکل (۴): تاثیر زوایای Φ و Ψ بر روی کرنش اعمالی در یک مرحله ECAP [۲].

پارامترهای مهم در فرآیند ECAP

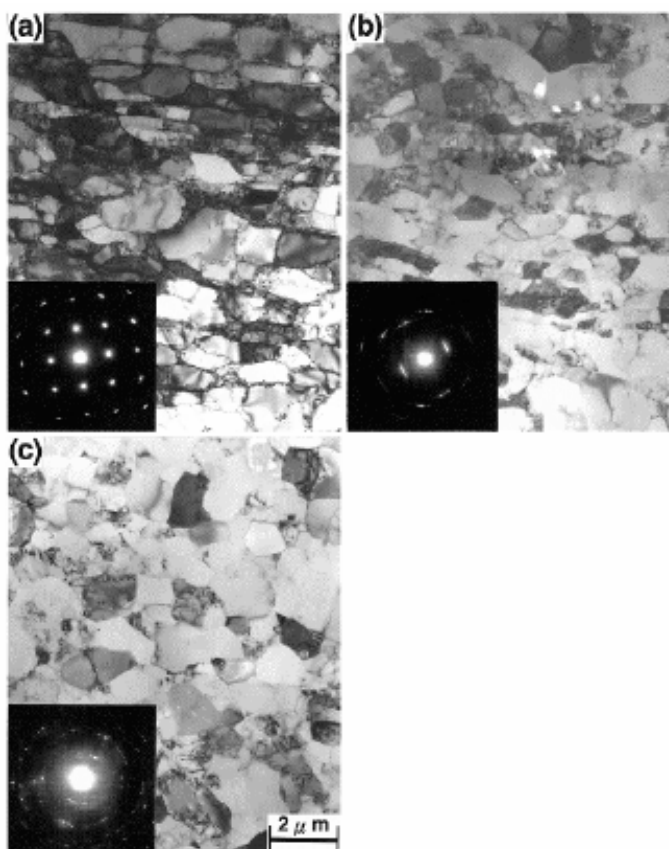
وقتی یک نمونه فلزی تحت ECAP قرار می‌گیرد پارامترهای مختلفی بر قابلیت کارپذیری و سیلان آن از مجاری قالب تاثیر دارند. این پارامترها بر مشخصه‌های ریزساختاری فلز فرآوری شده نیز بشدت تاثیر می‌گذارند. از این نظر پارامترهای مهم به سه دسته عمده قابل تفکیک هستند:

- ۱- پارامترهایی که مستقیماً به تجهیزات ECAP مرتبط می‌شوند. مانند: زاویه بین دو کانال (زاویه مربوط به انحنای محل برخورد دو کانال)، ۲- پارامترهای مربوط به فرایند. مانند: سرعت حرکت فکهای پرس، دمای تغییر شکل، اعمال فشار معکوس، تعداد مراحل و حالت‌های مختلف (مسیرهای) ECAP، شرایط اصطکاک حاکم در بین فلز و جداره داخلی قالب، ۳- بعضی از پارامترهای مرتبط با ماده اولیه: مانند حضور یا عدم حضور بافت تغییر شکل، زاویه عدم تطابق مرزدانه‌های نمونه قبل از تغییر شکل، اندازه دانه‌های اولیه، نوع و میزان عناصر آلیاژی و رسوبات.

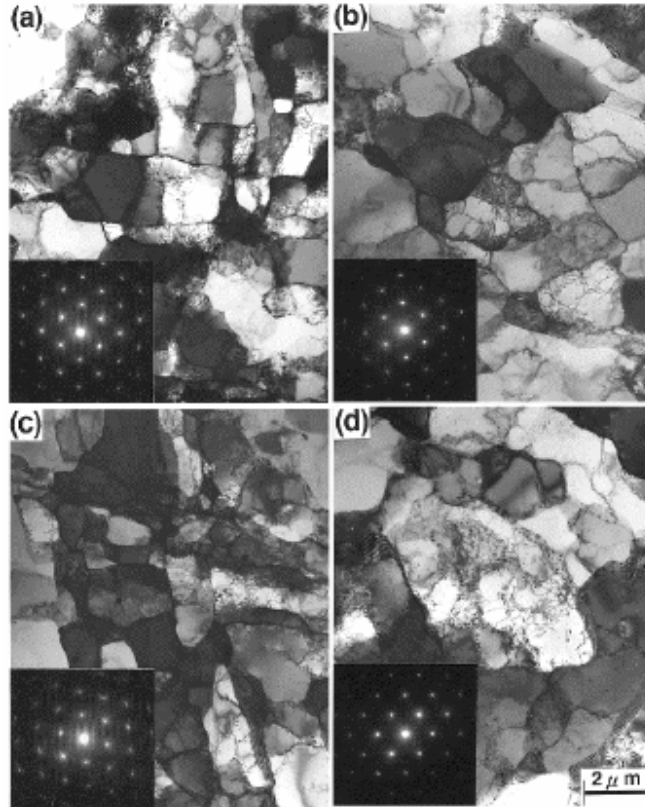
تاثیر زاویه قالب ECAP بر ریزساختار

زاویه Φ قالب تاثیر زیادی بر میزان کرنش پلاستیک ایجاد شده بر روی نمونه دارد. در شکل‌های (۵) و (۶) تصاویر TEM از ساختار آلومینیم بعد از اعمال کرنش‌های مختلف از طریق قالب‌هایی با زاویه ۹۰ و ۱۵۷٫۵ درجه به ترتیب آورده شده است. بعد از اعمال کرنش برابر با یک از طریق قالبی با زاویه ۹۰ درجه ریزساختار حاصله شامل دانه‌های فرعی کشیده شده در جهت موازی سطوح بالایی و پایینی نمونه ECAP شده می‌باشد. الگوی پراش پرتو الکترونی نیز نشان دهنده یک سری نقاط روشن می‌باشد که بر حضور کسر زیاد مرزهای فرعی دلالت دارد. در کرنش ۲ دانه‌ها هم محورتر شده و الگوی دیفراکسیون (SAED) یک سری نقاط روشن کشیده شده را نشان می‌دهد که این موضوع بر

افزایش زاویه مرزها دلالت دارد. بعد از اعمال کرنش به میزان ۴، ساختار شامل دانه های کاملاً هم محوری است که توسط مرزهای کاملاً واضح احاطه شده اند که SAED هم نشان دهنده کسر بالایی از مرزهای بزرگ زاویه می باشد. این در حالی است که حتی بعد از اعمال کرنش ۵ توسط قالبی با زاویه ۱۵۷٫۵ الگوی پراش پرتو الکترونی نشان دهنده پراکندگی چندان زیادی در نقاط روشن نیست که این موضوع نشان می دهد حتی در این کرنش بسیار بالا (معادل با ۲۱ مرحله ECAP) هنوز کسر زیادی از مرزدانه ها به صورت کوچک زاویه باقی مانده اند (شکل (۴۰-۳۰)). دلیل ایجاد نشدن مرزهای بزرگ زاویه و در نتیجه ساختار UFG در زاویه های بزرگتر قالب به نحوه ایجاد تغییر شکل برشی بر می گردد. زمانی که ECAP با مسیر B_c اعمال می شود، تغییر شکل برشی در مراحل مختلف در دو جهت متفاوت بر روی صفحاتی که با هم زاویه ۱۲۰ درجه می سازند ایجاد می شود. این حالت اعمال تغییر شکل برشی موثرترین حالت اعمال تغییر شکل در ECAP به منظور تشکیل ساختار UFG با کسر بالایی از مرزدانه های بزرگ زاویه می باشد. هرگونه تغییر در زاویه قالب باعث تغییر در زاویه بین صفحات برشی می شود که در نتیجه آن قابلیت تشکیل مرزهای بزرگ زاویه کاهش می یابد. بنابراین می توان نتیجه گرفت برای دستیابی به ساختار UFG، علاوه بر اینکه باید میزان کل کرنش اعمالی از یک حدی بالاتر باشد، باید میزان کرنش در هر مرحله از تغییر شکل نیز از یک حدی بیشتر گردد تا کسر زیادی از مرزهای بزرگ زاویه (که لازمه تشکیل ساختار UFG است) ایجاد گردد.



شکل (۵): تصاویر TEM به همراه الگوی پراش پرتو الکترونی از ریزساختار آلومینیم خالص بعد از اعمال (a) کرنش یک، (b) کرنش دو (c) کرنش چهار توسط ECAP با زاویه قالب ۹۰ درجه [۷].



شکل (۶): تصاویر TEM به همراه الگوی پراش پرتو الکترونی از ساختار آلومینیم بعد از اعمال (a) کرنش یک، (b) کرنش دو، (c) کرنش چهار و (d) کرنش ۵ توسط ECAP با زاویه قالب ۱۵۷٫۵ درجه [۷].

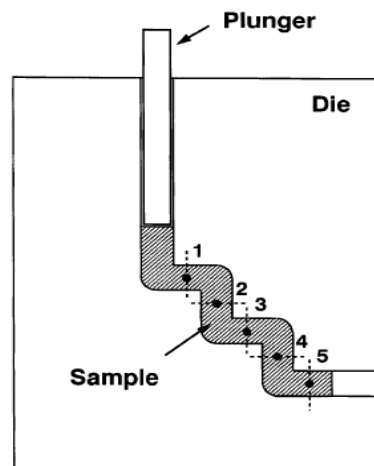
دو مشکل عمده در روش ECAP

در انجام اجرای آزمایشات ECAP دو مشکل عمده وجود دارد: ۱- برای وادار کردن نمونه به سیلان در مجاری داخل قالب ECAP نیاز به اعمال نیروی فشاری زیادی است که ممکن است در این شرایط سنبه و قالب هر دو دچار شکست شوند و یا اینکه فقط سنبه کمانه شده و بشکند، ۲- همچنین برنامه شبیه سازی المان محدود در مورد تحلیل نحوه سیلان فلز در داخل قالب ECAP نشان داده است که در مورد فلزاتی که شکل پذیری پایینی دارند، احتمال پر نشدن گوشه های قالب ECAP وجود دارد.

برای غلبه بر مشکلات فوق، دو راه حل عمده پیشنهاد شده است: ۱- از قالبهایی با زاویه Φ بزرگ تر استفاده شود که در این صورت برای دست یافتن به کرنشهای بالاتر، باید دفعات عبور دادن نمونه از قالب تکرار می شود، ۲- در سطح بیرونی محل تقاطع دو کانال قالب (زاویه Ψ) انحناء ایجاد شود. البته باید توجه شود که با افزایش زاویه قالب اگر چه مشکلات مربوط به انجام ECAP کاهش پیدا می کند اما امکان دستیابی به ساختار UFG مشکل تر می شود. به عبارت دیگر با کاهش زاویه قالب به کمتر از ۹۰ درجه، میزان کرنش اعمالی در هر مرحله از تغییر شکل بیشتر شده و می توان بطور موفقیت آمیزی به ساختار UFG دست یافت.

قالب های ECAP چند مرحله ای پیوسته

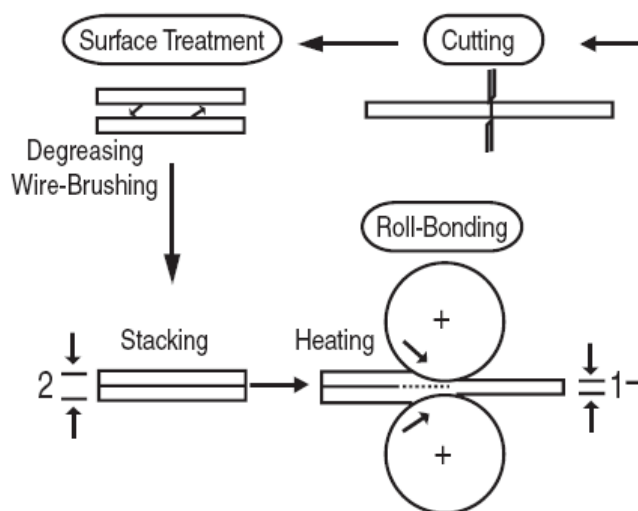
یکی از محدودیت ها در روش ECAP معمولی این است که برای دست یابی به کرنش های بالا نمونه باید هر بار از داخل قالب خارج شده و دوباره به داخل قالب پرس شود. این عمل وقت گیر بوده و مشکلات خاص خود را دارد. بنابراین تلاشهای زیادی برای حذف این مرحله انجام گرفته و پروسه های مختلفی در این زمینه در حال توسعه می باشند. یکی از ساده ترین روشها که نیاز به خارج کردن نمونه از داخل قالب را از منتفی می کند، استفاده از قالبهایی است که در یک مرحله از پرس نمونه به داخل این نوع قالبها در چندین نقطه مختلف نمونه تحت کرنش برشی قرار می گیرد. این نوع قالب ها، قالب های چند مرحله ای می گویند. نمونه ای از این نوع قالب ها در شکل (۱۳-۲) نشان داده شده است که حفره داخل قالب در ۵ نقطه متفاوت به اندازه ۹۰ درجه خمیدگی دارد. یکی از مزایایی استفاده از این قالبها این است که تاثیر کرنش بر روی مشخصه های ریز ساختاری ماده را با استفاده از یک نمونه می توان مورد بررسی قرار داد. به عنوان مثال اگر ریز ساختار مربوط به نقاط نشان داده شده با شماره های ۱، ۲، ۳، ۴ و ۵ در شکل (۷) مورد بررسی قرار گیرند، اینها متناظر با ریز ساختار نمونه ای می توانند محسوب شوند که در یک ECAP یک مرحله ای به ترتیب به تعداد ۱، ۲، ۲، ۴ و ۵ مرحله تحت تغییر شکل قرار گرفته است. اینگونه قالب های چند مرحله ای به صورت دو تکه ساخته می شوند تا بعد از پایان ECAP بتوان براحتی نمونه را از داخل قالب خارج کرد.



شکل (۷): شماتیکی از قالب چند مرحله ای ECAP که در ۵ مرحله کرنش برشی بر روی نمونه اعمال می کند [۸].

روشهای ECAP آزمایشگاهی که امروزه استفاده می شوند وقت گیر هستند. زیرا خارج کردن نمونه از قالب و قرار دادن مجدد آن در قالب مشکل می باشد. بنابراین محققان به این نتیجه رسیده اند که برای صنعتی شدن روش ECAP نیاز به توسعه روشهای جدید SPD است که توسط آنها بتوان حجم زیادی از فلز UFG را تولید کرد. از این روشهای جدید SPD تحت عنوان روشهای SPD پیوسته (Continuous severe plastic deformation, CSPD) یاد می شود. با استفاده از آنها می توان انواع میله، سیم، ورق و تسمه با ساختار UFG و در ابعاد بزرگ را در مقیاس انبوه تولید کرد. در ادامه به معرفی و توضیح چند مورد از روشهای مهم CSPD پرداخته می شوند.

روش Accumulative Roll Bonding (ARB) توسط Saito و همکارانش در سال ۱۹۹۸ ارائه شد که برای تولید ورق های فلزی با ساختار فوق ریز دانه به کار برده می شود. نمونه های فلزی با ساختار UFG که توسط روشهای دیگر SPD تولید می شوند معمولاً کوچک بوده و در کاربرد صنعتی آنها محدودیت های زیادی وجود دارد. در حال حاضر روش ARB تنها روشی است که می توان توسط آن بزرگترین نمونه های فلزی (از نظر ابعاد محصول) با ساختار UFG را تولید کرد. اجرای این روش با استفاده از دستگاههای نورد معمولی امکان پذیر است. شماتیکی از این روش و ساختار حاصل از نورد ARB در شکل (۸) نشان داده شده است. همان طوری که مشاهده می شود ابتدا ورق فلزی تحت نورد قرار می گیرد به طوری که ضخامت آن به نصف ضخامت اولیه کاهش پیدا کند سپس ورق فلزی به دو قسمت مساوی تقسیم می شود و این دو قسمت بر روی هم قرار داده می شوند. قبل از اینکه دو ورق بر روی هم قرار داده شوند به منظور دست یابی به اتصال خوب سطح تماس را روغن زدایی کرده و با برس سیمی تمیز می کنند. بعد از روی هم قرار دادن ورقها آنها را دوباره نورد می کنند به طوری که دوباره ضخامت به نصف ضخامت اولیه کاهش پیدا کند. به همین ترتیب عملیات نورد، برش، برس زدن و قرار دادن ورقها روی هم تا جایی ادامه می یابد که کرنش بسیار بالایی در ورق ذخیره شود. محصول به دست آمده از ARB به صورت یک تکه می باشد بنابراین این روش نه تنها یک روش اعمال کرنش پلاستیک شدید است بلکه یک روش اتصال دهی نیز به شمار می رود. همچنین امکان گرم کردن ورق در حین عملیات نورد وجود دارد ولی باید دما طوری انتخاب شود که در حین نورد تبلور مجدد صورت نگیرد.



شکل (۸): شماتیکی از روش ARB مورد استفاده در تولید انواع ورقهای از آلیاژهای مختلف آهنی و غیر آهنی با ساختار UFG [۹].

در تغییر شکل به روش ARB شرایط کرنش صفحه ای حاکم بوده و مقدار کرنش معادل ایجاد شده بر روی ورق، با در نظر گرفتن معیار فن میز، از رابطه زیر به دست می آید:

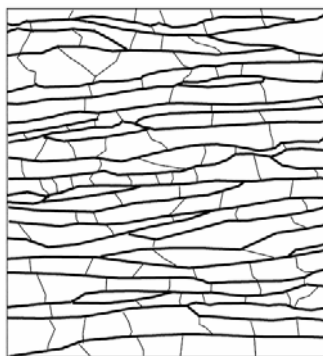
$$\bar{\epsilon} = n \frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{T}{t}\right)$$

که در این رابطه T ضخامت ورق قبل از نورد، t ضخامت ورق بعد از نورد و n تعداد مراحل نورد می باشد. اگر ضخامت بعد از نورد به نصف ضخامت اولیه کاهش یابد رابطه فوق به شکل زیر در می آید:

$$\bar{\varepsilon}_n = 0.8n$$

فرآیند ARB فلزات و آلیاژها همواره در بالاترین دمای ممکن در زیر دمای تبلور مجدد انجام می گیرد تا اتصال خوبی بین ورقها صورت گرفته و از طرف دیگر جلوی تبلور مجدد گرفته شود. در تعیین دمای ARB معمولا در یک محدوده دمایی انتخابی چندین آزمایش انجام می شود تا مناسب ترین دما انتخاب شود. در تعیین این دما چهار عامل در نظر گرفته می شود: ۱- اتفاق نیفتادن تبلور مجدد در حین فرایند، ۲- اتصال بهینه بین ورقها، ۳- ذخیره شدن کرنش مناسب در ورق، ۴- کاهش نیروی لازم برای نورد.

در عمل ساختار دانه ای حاصل از روش ARB مانند ساختار حاصل از نورد سرد معمولی بوده و کاملاً هم محور نیست. بلکه دانه ها به صورت پنکیک شده هستند که در جهت نورد کشیده شده اند. این مشخصه ریز ساختاری یکی از ویژگی های روش ARB می باشد و به نوع ماده و آلیاژ بستگی چندانی ندارد. در شکل (۹) شماتیکی از ریزساختارهای بدست آمده از ARB نشان داده شده است. دیده می شود دانه ها و مرزهای بزرگ زاویه آنها در جهت نورد کشیده شده اند و این دانه های کشیده شده توسط مرزهایی به چندین قسمت تقسیم شده اند. تفاوت بین ساختار دانه ای حاصل از نورد معمولی و ARB این است که در نورد معمولی اکثر این مرزهای تقسیم کننده دانه های اولیه از نوع مرز کم زاویه هستند در حالی که در ARB درصد زیادی از این مرزها از نوع بزرگ زاویه می باشند.



شکل (۹): شماتیکی از ساختار دانه ای حاصل از نورد سرد و ARB [۱۰].

در این فرایند یک میزان کاهش سطح مقطع بحرانی تعریف می شود که در مقادیر کمتر از آن نمی توان به یک اتصال خوب دست یافت. این مقدار بحرانی تغییر شکل به نوع ماده و دمای تغییر شکل بستگی دارد. در حالت کلی باید میزان کاهش در سطح مقطع در هر مرحله از این روش بیشتر از ۰,۳۵ باشد. لذا نیروی نورد در روش ARB نسبت به نورد معمولی بالاتر است. بغیر از اینکه دستگاه نورد مورد استفاده در ARB نسبت به دستگاه نورد معمولی باید ظرفیت بالایی داشته باشد تا اتصال خوب صورت گیرد، شرایط ویژه دیگری برای تجهیزات نورد مورد استفاده نیاز نیست.

مشخصات انواع ورق های تولید شده به روش ARB

فلزات و آلیاژهای مختلفی را می توان در دماهای گوناگون تحت ARB قرار داد. در جدول (۱) نمونه ای از آلیاژها ی ARB شده در دماهای مختلف همراه با مشخصه های ریزساختاری حاصل در آنها درج شده است. همانگونه که دیده می شود با استفاده از این تعدادی زیادی از ورقهای از جنس آلیاژهای معروف آهنی و غیر آهنی SPD شده و در ساختار نهایی آنها دانه های با اندازه زیر یک میکرون (نانو ساختار) ایجاد شده است.

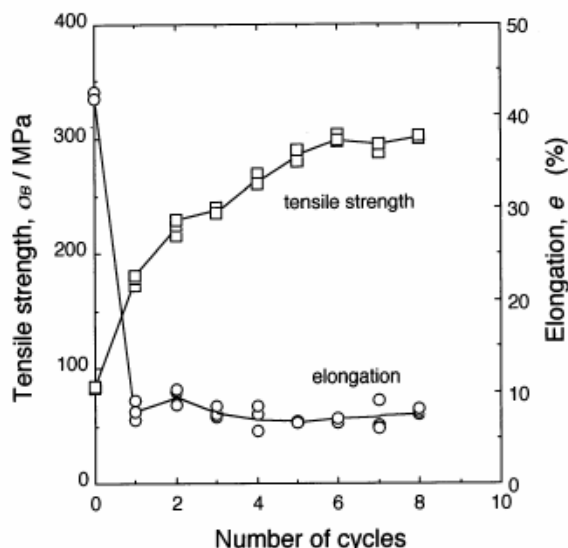
جدول (۱): انواع ورقهای فلزی از جنس آلیاژهای مختلف آهنی و غیر آهنی SPD شده به روش ARB همراه با مشخصه های فرآیند و ساختار نهایی ایجاد شده در آنها [۱۱، ۱۲].

Materials [mass %]	ARB Process	Microstructure	Grain size [μm]	Tensile stre [MPa]
4N-Al	7 cycles at RT	pancake UFG	0.67	125
100-Al (99 % Al)	8 cycles at RT	pancake UFG	0.21	310
5052-Al (Al-2.4Mg)	4 cycles at RT	ultrafine lamellae	0.26	388
5083-Al (al-4.5Mg+0.57Mn)	7 cycles at 100°C	ultrafine lamellae	0.08	530
6061-Al (Al-1.1Mg-0.63Si)	8 cycles at RT	ultrafine lamellae	0.10	357
7075-Al (Al-5.6Zn-2.6Mg-1.7Cu)	5 cycles at 250°C	pancake UFG	0.30	376
OFHC-Cu	6 cycles at RT	ultrafine lamellae	0.26	520
Cu-0.27Co-0.09P	8 cycles at 200°C	ultrafine lamellae	0.15	470
Ni	5 cycles at RT	ultrafine lamellae	0.14	885
IF steel	7 cycles at 500°C	pancake UFG	0.21	870
0.041P-IF	5 cycles at 400°C	pancake UFG	0.18	820
SS400 steel (Fe-0.13C-0.37Mn)	5 cycles at RT	ultrafine lamellae	0.11	1030
Fe-36Ni	7 cycles at 500°C	ultrafine lamellae	0.087	780

طبق آنچه که در گزارشها آمده است، با استفاده از روش مذکور توانسته اند ورقهای فلزی از جنس آلیاژ تیتانیوم بتا با ضخامت یک میلی متر در شرایط Severe Warm Deformation تولید کنند. سختی این ورق در حد 300 HV و اندازه دانه های ریزساختار در حد 100 nm بدست آمده است. شایان ذکر است که این خانواده از آلیاژها دارای کاربردهای متنوع در پزشکی و صنایع هوانوردی می باشند.

در شکل (۱۰) تغییرات استحکام کششی و میزان ازدیاد طول تا نقطه شکست آلومینیم ۱۱۰۰ به صورت تابعی از تعداد مراحل ARB نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود با افزایش تعداد مراحل ARB استحکام کششی افزایش پیدا کرده و بعد از شش مرحله به ۳۰۰ MPa رسیده که ۳٫۷ مرتبه بزرگتر از استحکام آلومینیم درشت دانه (۸۰ MPa) می باشد. بعد از مرحله ششم، استحکام کششی ثابت باقی مانده و تغییر چندانی نمی کند. از طرف دیگر

از دیاد طول تا نقطه شکست بعد از اعمال یک مرحله ARB از مقدار ۵۰٪ اولیه به ۸٪ کاهش پیدا کرده و بعد از آن تقریباً ثابت باقی مانده است. مطالعات ریزساختاری توسط میکروسکوپ TEM نشان می دهد که بعد از اولین و دومین مرحله اعمال کرنش ساختار شامل مرزهای فرعی می باشد. بعد از سومین مرحله اعمال کرنش در بعضی مناطق دانه های فوق العاده ریز با اندازه کمتر از یک میکرومتر تشکیل می شود. با افزایش تعداد مراحل تغییر شکل بر کسر دانه های فوق العاده ریز افزوده شده و در ششمین مرحله تقریباً تمام حجم نمونه را دانه های فوق العاده ریز تشکیل می دهند. بعد از هفتمین و هشتمین مرحله ARB ساختار مشابه ششمین مرحله می باشد. تغییرات استحکام کششی کاملاً با تحولات ریز ساختاری ایجاد شده در حین تغییر شکل منطبق می باشد. علت افزایش استحکام تا سومین مرحله تغییر شکل کارسختی می باشد. زیرا تا این مرحله از تغییر شکل ساختار اکثراً شامل مرزهای فرعی می باشد. با تشکیل دانه های فوق العاده ریز استحکام به شدت افزایش پیدا می کند و بعد از ششمین مرحله چون تمامی ساختار شامل دانه های ریز است استحکام تغییر چندانی نمی کند.

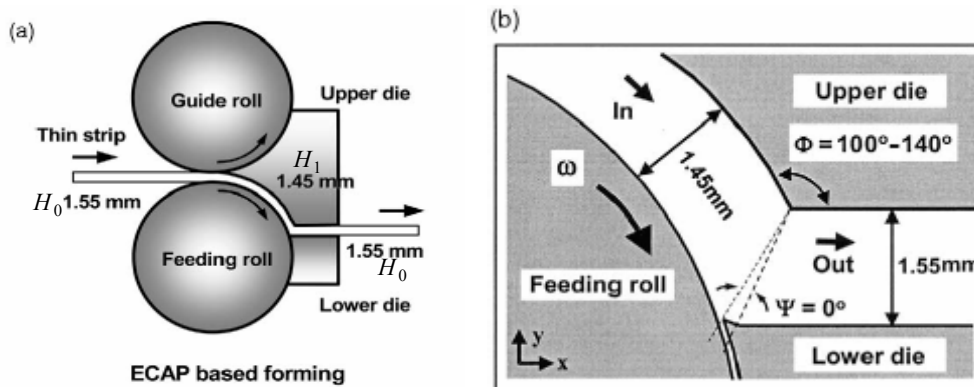


شکل (۱۰): تغییرات استحکام کششی و درصد ازدیاد طول نقطه شکست آلومینیم ۱۱۰۰ به صورت تابعی از تعداد مراحل ARB [۱۳].

روش C2S2

تکنیک Continuous Confined Strip Shearing Process (C2S2) اولین روشی که با استفاده از ترکیبی از تجهیزات نورد و قالب ECAP بوجود آمده است. به این روش اسامی دیگری نیز تحت عنوان Dissimilar Channel Angular Pressing (DCAP) یا Equal Channel Angular Rolling (ECAR) اطلاق می شود. در شکل (۱۱) شماتیک روش نشان داده شده است. دیده می شود در اینجا نیز سیستم متشکل از یک دستگاه نورد دو غلتکی است که در سمت خروجی آن یک دستگاه ECAP (دارای زاویه راس بیشتر) نصب شده است. در اینجا وظیفه غلتکها هدایت و کشیدن و سپس فشردن ورق ورودی به داخل قالب ECAP می باشد. طبق آنچه که گزارش شده، با این روش آلیاژی از جنس 1050Al به تسمه ای دارای ضخامت 1.55 mm، طول 1000 mm و پهنای 20 mm و با ساختار UFG تبدیل شده است. در این روش نمونه ای

به شکل نوار باریک با ضخامت 1.55 میلیمتر مابین غلطک های نورد قرار گرفته و ضخامت آن تا 1.45 میلیمتر کاهش پیدا می کند و نوار توسط این دو غلتک به داخل قالب ECAP هدایت می شود و در نهایت نوار از قالب ECAP تعبیه شده عبور کرده و ضخامت آن به میزان اولیه خود می رسد. قالب ECAP دارای دو کانال است که با زاویه Φ به هم متصل هستند که این زاویه، زاویه قالب نامیده می شود و مقدار آن مابین 100 تا 140 درجه متغیر است. زاویه Ψ مربوط به انحنای قسمت داخلی کانال است و مقدار آن مابین صفر و $180-\Phi$ متغیر است. سرعت حرکت نوار بستگی به ابعاد نوار و زاویه قالب دارد که معمولاً در محدوده 50-5 m/min می باشد. معمولاً در این روش ابعاد کانال خروجی نسبت به ابعاد کانال ورودی کمی بزرگتر می باشد و مانند روش ECAP معمولی در محل تقاطع دو کانال کرنش برشی بر روی نوار وارد می شود.



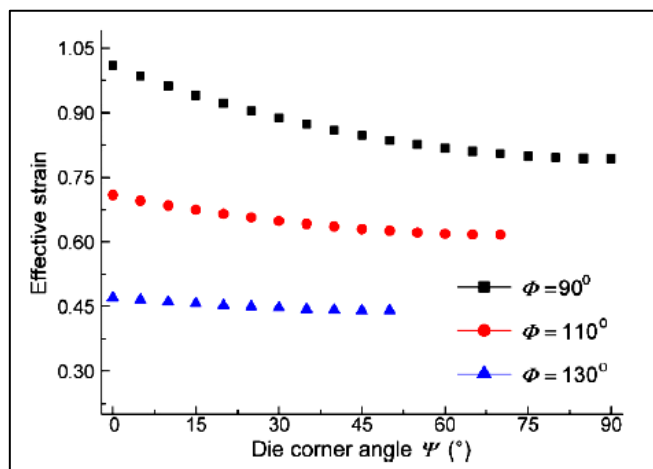
شکل (۱۱): (a) شماتیک روش C2S2 مورد استفاده در تولید ورق با ساختار UFG، (b) تصویر بزرگ شده از منطقه اعمال تغییر شکل بر روی نمونه [۱۴].

در این روش میزان کرنش اعمالی به ورق در هر مرحله از عبور آن از قالب ECAP از رابطه زیر به دست می آید:

$$\bar{\epsilon} = \frac{N}{\sqrt{3}} K^2 \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right]$$

در این رابطه N تعداد مراحل تغییر شکل، Φ زاویه قالب، Ψ زاویه مربوط به انحنای داخلی قالب در محل تقاطع دو کانال قالب و K نسبت ضخامت می باشد که از رابطه $K = \frac{H_1}{H_0}$ به دست می آید. البته رابطه فوق برای حالتی است که تغییر شکل به صورت یکنواخت در نظر گرفته شده و از اصطکاک بین غلطکها و نوار صرف نظر شود ولی در عمل به دلیل اصطکاک بین نمونه و غلطکهای نورد تغییر شکل به صورت غیر یکنواخت بوده و کرنش اعمالی بر روی نمونه از مقادیر محاسبه شده توسط رابطه فوق متفاوت می باشد. در شکل (۱۲) میزان کرنش اعمالی در یک مرحله از C2S2 با در نظر گرفتن $H_1 = 1.45 \text{ mm}$ ، $H_0 = 1.55 \text{ mm}$ و $K = 0.935$ در سه مقدار مختلف برای زاویه قالب Φ به صورت تابعی از Ψ نشان داده شده است. با افزایش زاویه قالب و زاویه انحنای محل تقاطع دو کانال قالب میزان کرنش اعمالی بر روی نمونه کاهش می یابد ولی تاثیر زاویه قالب بر روی میزان کرنش اعمالی بیشتر است. ماکزیمم کرنش اعمالی

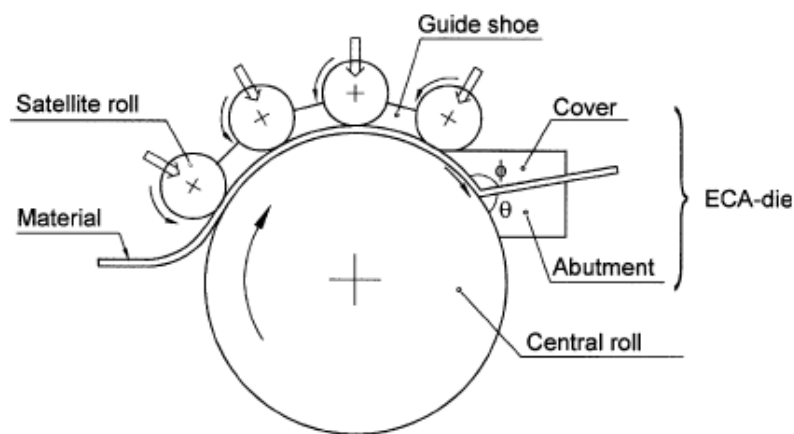
زمانی حاصل می شود که زاویه قالب 90° درجه و زاویه انحنای محل تقاطع دو کانال صفر در نظر گرفته شود. از طرفی می توان مشاهده کرد که در قالب های با زاویه کمتر، تاثیر زاویه انحنای قالب بر روی کرنش اعمالی بیشتر می باشد.



شکل (۱۲): میزان کرنش مؤثر اعمالی در روش C2S2 به صورت تابعی از زاویه انحنای محل تقاطع قالب در سه زاویه قالب مختلف [۱۵].

روش CC-ECAP

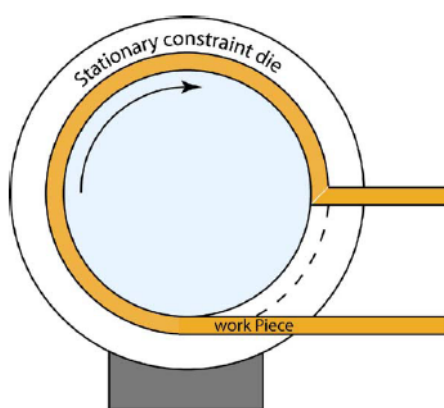
تکنیک دیگری که برای تولید پیوسته نوارهایی با ساختار UFG به کار برده می شود تحت عنوان Continuous Conshearing ECAP (CC-ECAP) می باشد که در سال ۲۰۰۰ توسط Saito و همکارانش پیشنهاد شده است. شماتیکی از این روش در شکل (۱۳) نشان داده شده است. سیستم فنی مورد استفاده در حالت کلی متشکل از یک مجموعه غلتکهای سیاره ای مانند بوده که در سمت خروجی غلتک مرکزی یک دستگاه ECAP نصب شده است. ابتدا ورق اولیه با ضخامت بیشتر و دارای ساختار در وضعیت As-received از بین غلتکهای سیاره ای سوار شده بر روی غلتک مرکزی عبور کرده و سپس به مجرای ورودی دستگاه ECAP هدایت می شود. وظیفه کلی سیستم غلتکها صرفاً کشیدن و فشار دادن ورق اولیه به داخل دستگاه ECAP است. تغییر شکل پلاستیک شدید SPD منحصراً توسط ECAP بر روی ورق اعمال می گردد. بدین ترتیب ضمن ایجاد کاهش ضخامت در ورق تولیدی ساختار ریز دانه در آن ایجاد می گردد. تمامی غلطکها با یک سرعت محیطی یکسان دوران می کنند تا نیروی لازم برای وارد کردن نوار داخل قالب ایجاد شود. در این روش زاویه $\Phi = 180^\circ - \theta$ می باشد. با استفاده از این روش در طی اعمال چهار پاس تغییر شکل ورق های نازک از جنس آلومینیم خالص تجارتي فرآوری شده است. این روش حتی دارای قابلیت بکار گیری در تولید ورق های با ضخامتهای مختلف از جنس آلیاژهای تیتانیم، منیزیم و فولاد نیز است. البته برای دستیابی به ورقهای با اندازه دانه های در حد نانو روش موثرتر دیگری پیشنهاد شده است که در ادامه به معرفی آن پرداخته می شود.



شکل (۱۳): شماتیک روش Continuous Conshearing Process مورد استفاده در تولید ورق های فلزی با ساختار ریز دانه [۱۶].

روش ECAP-Conform

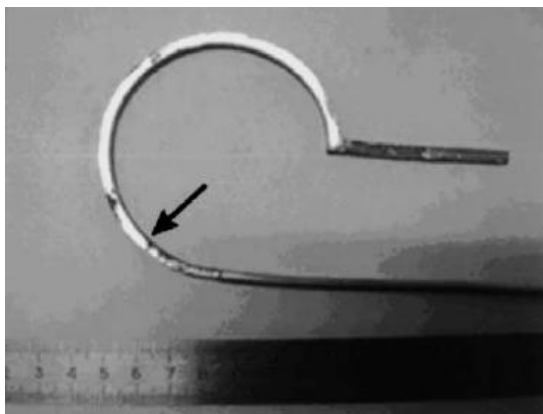
یکی دیگر از روشهای پیوسته ECAP روش ECAP-Conform می باشد که توسط Raab و همکارانش پیشنهاد شده است. پیکربندی کلی این روش مشابه Conform Extrusion می باشد که برای تولید پیوسته سیمها به کار برده می شود با این تفاوت که با روش ECAP ترکیب شده است. شماتیکی از این روش در شکل (۱۴) نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود محور دوار مرکزی دارای شیار است که نمونه در داخل این شیار قرار می گیرد نمونه توسط نیروی اصطکاکی که بین سطوح شیار و نمونه ایجاد می شود به همراه محور مرکزی به جلو رانده می شود. قالب دوار بیرونی نمونه را که به صورت تسمه باریک است در داخل شیار محور مرکزی نگه داشته و همچنین در انتها همانند ECAP معمولی تسمه در مسیر خود ۹۰ درجه تغییر مسیر داده و این باعث اعمال کرنش برشی خالص بر روی آن می شود. به این ترتیب توسط این روش می توان ECAP را به صورت پیوسته انجام داد.



شکل (۱۴): شماتیکی از روش ECAP-Conform [۱۷، ۱۸].

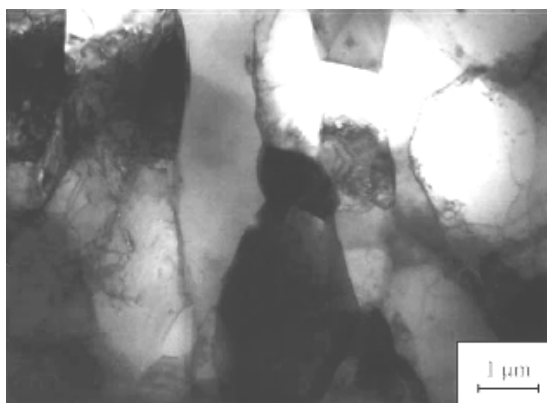
در شکل (۱۵) میله آلومینیمی با مقطع دایره ای شکل از مرحله ورود به داخل شیار تا مرحله خروج از شیار با سطح مقطع چهار ضلعی نشان داده شده است. درست کمی بعد از ورود قطعه کار به داخل شیار سطح مقطع آن از حالت

دایره ای خارج شده و به شکل چهار وجهی در می آید. نیروی اصطکاک میله را به جلو رانده و آن را تغییر شکل می دهد تا مقطع آن به شکل شیار در آید. بعد از اینکه سطح نمونه به شکل چهار وجهی در آمد به دلیل افزایش سطح تماس نمونه و قالب نیروی اصطکاکی افزایش می یابد. نیروی اصطکاک کل حاصل از تماس بین نمونه و شیار آن را به جلو می راند و از قسمت انتهایی که با زاویه ۹۰ درجه خمیدگی دارد عبور می دهد که این قسمت از فرایند شیبه ECAP معمولی می باشد.



شکل (۱۵): نمونه آلومینیومی که تحت یک مرحله ECAP-Conform قرار گرفته است [۱۷، ۱۸].

در شکل (۱۶) تصویر TEM از سطح مقطع طولی نمونه آلومینیومی بعد از دو مرحله ECAP-Conform با مسیر B_C نشان داده شده است. دیده می شود بعد از دو مرحله اعمال تغییر شکل سلولهای نابجایی و مرزهای فرعی در داخل دانه ها تشکیل شده است. بعد از چهار مرحله ساختاری که غالباً شامل دانه های فوق العاده ریز است (UFG) پدید می آید.



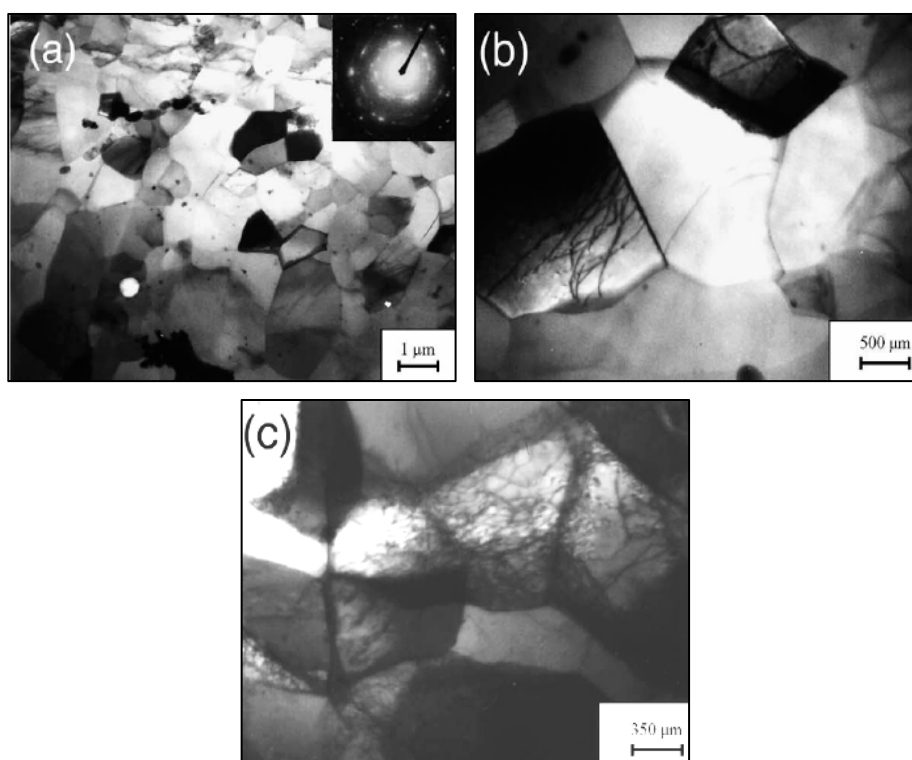
شکل (۱۶): تصویر TEM از سطح مقطع طولی نمونه آلومینیومی بعد از دو مرحله ECAP-Conform با مسیر B_C [۱۷].

خواص مکانیکی نمونه های آلومینیومی بعد از یک الی چهار مرحله فرآیند ECAP-Conform در جدول (۲) آورده شده است. مشاهده می شود که با انجام ECAP-Conform استحکام تسلیم و استحکام نهایی به شدت افزایش می یابد در حالیکه درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست در حدود ۱۲ تا ۱۴ درصد کاهش می یابد. این نتایج مشابه نتایج حاصل از ECAP نمونه های آلومینیومی می باشد. در مورد تیتانیوم بعد از انجام ECAP-Conform استحکام تسلیم به دو برابر مقدار اولیه رسیده است.

جدول (۲): استحکام تسلیم $\sigma_{0.2}$ ، استحکام نهایی σ_u ، درصد ازدیاد طول تا نقطه شکست δ و کاهش سطح مقطع (گلوئی) ψ نمونه های آلومینیومی بعد از اعمال ۱ تا ۴ مرحله کرنش از طریق تکنیک ECAP-Conform [۱۷، ۱۸].

Processing State	$\sigma_{0.2}, \{MPa\}$	$\sigma_u, \{MPa\}$	$\delta, \{\%\}$	$\psi, \{\%\}$
Initial Al rod	47	71	28	86
After 1 pass	130	160	13	73
After 2 pass	140	170	12	72
After 3 pass	130	160	14	76
After 4 pass	140	180	14	76

در شکل (۱۷) تصاویر TEM از مقاطع طولی نمونه های آلومینیومی بعد از چهار مرحله ECAP-Conform نشان داده شده است. همان طور که در شکل (۱۷-a) مشاهده می شود بعد از چهار مرحله ساختار UFG با اندازه دانه های ۶۵۰ نانومتر حاصل شده است. الگوی پراش پرتو الکترونی که در قسمت بالای تصویر قرار گرفته نشان دهنده تعداد زیادی نقاط روشن داخل حلقه های پراش می باشد که به حضور کسر زیادی از مرز های بزرگ زاویه دلالت دارد. دانه ها اکثراً به صورت هم محور بوده و مرز دانه ها کاملاً واضح و مشخص می باشند که این مشخصه ریز ساختاری کاملاً مشابه ساختار حاصل از اعمال ECAP معمولی بر روی آلومینیم می باشد. نابجایی های انباشته شده در داخل دانه های درشت تر در شکل (۱۷-b) مشاهده می شود. همچنین شکل (۱۷-c) سلولهای نابجایی موجود در داخل بعضی از دانه ها را نشان می دهد که اندازه آنها در حدود ۰,۶ الی ۱,۱ میکرومتر است.



شکل (۱۷): تصاویر TEM از سطح مقطع طولی نمونه آلومینیومی بعد از چهار مرحله ECAP-Conform با مسیر Bc : a) ساختار UFG ایجاد شده ، (b) نابجایی ها در داخل بعضی از دانه ها و (c) شبکه نابجایی ها در داخل بعضی دانه ها [۱۹].

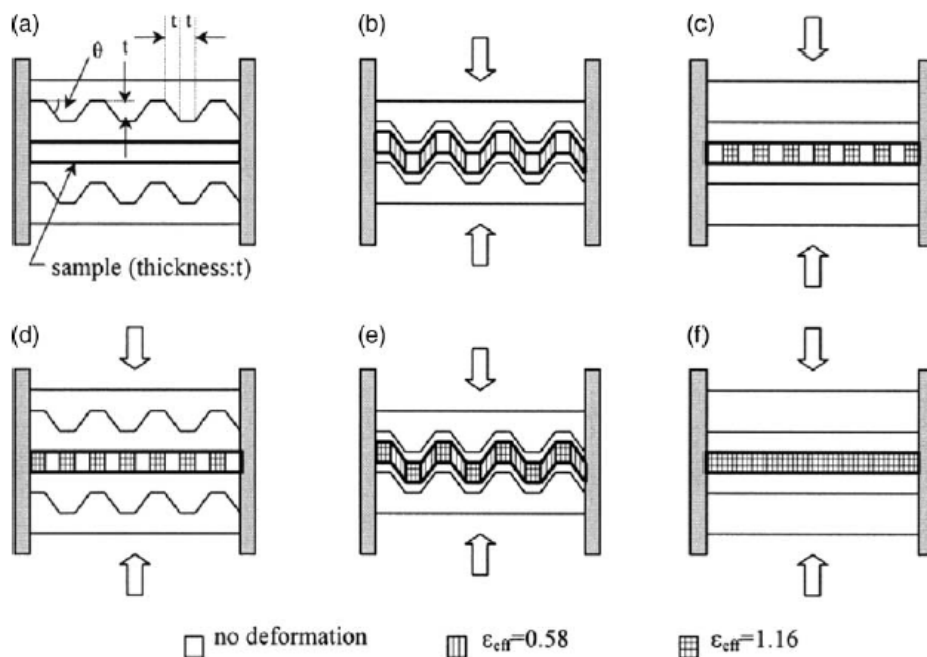
شماتیک روش Repetitive Corrugation and Straightening (RCS) در شکل (۱۸) نشان داده شده است. در این روش ورق اولیه توسط دو عدد غلتک کوچک به سمت غلتکهای بزرگ میانی کالیبر دار هدایت شده و توسط این غلتکها تغییر شکل پلاستیکی به صورت خمشی اعمال می گردد. سپس توسط دو عدد غلتک دیگر ورق تولیدی به سمت بیرون کشیده می شود. این عمل در چند پاس متوالی می تواند انجام گرفته و موجب اعمال تغییر شکل شدید به ورق و در نهایت ایجاد ساختار UFG در آن بگردد. طبق گزارش با استفاده از این روش ورق مسی فوق ریز دانه تولید شده است.



شکل (۱۸): شماتیک روش RCS مورد استفاده در تولید ورقهای فلزی UFG [۲۰].

در شکل (۱۹) روش Constrained Groove Pressing (CGP) نشان داده شده است. از طریق روش CGP می توان ورقهای فلزی UFG تولید کرد. این روش در دو حالت مختلف قابل انجام می باشد:

روش اول - در این حالت که توسط shin و همکارانش در سال ۲۰۰۲ ارائه شده، ورق فلزی مابین دو قالب با شیار نامتقارن قرار گرفته و پرس می شود (شکل (۱۹-b)). در این حالت قسمت های مایل ورق در شرایط کرنش صفحه ای تحت تنشهای برشی تغییر شکل پیدا می کنند در حالی که به قسمتهای مسطح (مناطق که هاشور زده نشده اند) ورق کرنشی اعمال نمی شود. زمانی که زاویه قسمت مایل دندانها ۴۵ درجه باشد (زاویه θ) میزان کرنش برشی اعمالی برابر با یک بوده و در نتیجه کرنش مؤثری در حدود ۰,۵۸ به قسمتهای مایل اعمال می شود. در مرحله دوم ورق مابین دو صفحه صاف پرس شده و به ابعاد اولیه خود برگردانده می شود. در این مرحله (شکل (۱۹-c)) مناطق تغییر شکل یافته در مرحله اول دوباره تحت تغییر شکل برشی قرار گرفته و میزان کرنش اعمالی در این مناطق دو برابر می شود در حالی که به مناطق

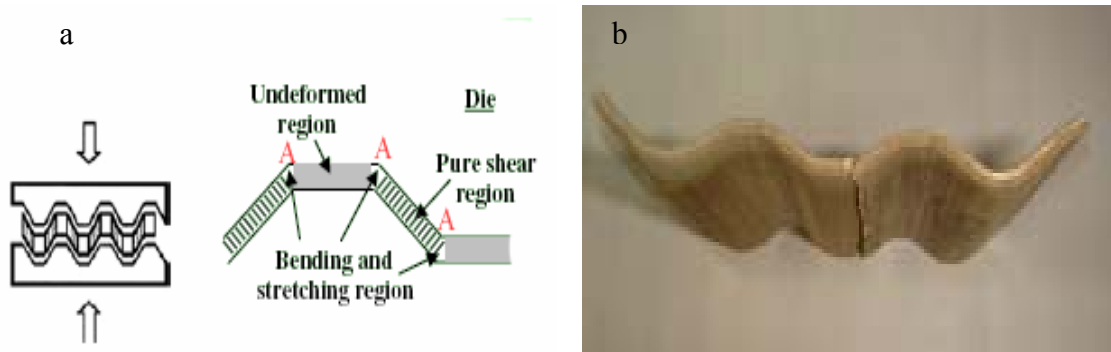


شکل (۱۹): شماتیکی از روش CGP [۲۱-۲۳].

تغییر شکل نیافته در مرحله اول کرنشی اعمال نمی شود. سپس ورق فلزی برگردانده شده (۱۸۰ درجه چرخش داده می شود) و دوباره مراحل پرس با قالب های شیار دار و صاف تکرار می شود به طوری که در این مرحله مناطق تغییر شکل نیافته در دو مرحله پرس قبلی تحت کرنشهای برشی قرار می گیرند و در نتیجه توزیع کرنش در ورق فلزی یکنواخت تر می شود. با ادامه این مراحل کرنش های بالایی در ورق ذخیره شده و در نتیجه ساختار UFG حاصل می شود.

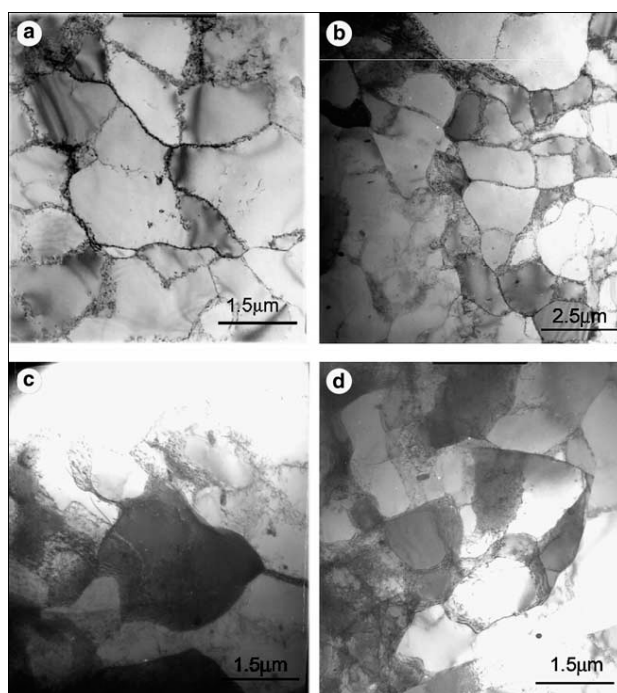
روش دوم - در این حالت ابتدا ۴ مرحله پرس توسط قالب شیار دار بر روی ورق انجام می شود به طوری که مابین این چهار مرحله ورق فلزی حول محور عمود بر سطح ۹۰ درجه در یک جهت ثابت چرخانده می شود. بعد از مرحله چهارم، ورق مابین دو قالب با سطح صاف پرس شده و به شکل اولیه خود در می آید. تا این مرحله نمونه به صورت غیر یکنواخت تحت تغییر شکل پلاستیک قرار گرفته است. بعد از صاف کردن ورق مراحل بعدی تغییر شکل توسط قالب های جدیدی انجام می شود به طوری که محل شیارها در این قالبها طوری است که نواحی که در ۴ مرحله قبلی تحت کرنش قرار نگرفته اند در چهار مرحله بعدی تحت کرنش قرار می گیرند. مشابه ۴ مرحله اول باز نمونه مابین مراحل تغییر شکل ۹۰ درجه چرخانده شده و دوباره مابین دو سطح صاف پرس شده و به شکل اولیه در می آید.

این روش بیشتر بر روی فلزات و آلیاژهای تک فاز مانند آلومینیم و مس که شکل پذیری بالایی دارند انجام می شود. در مورد فلزات دو فازی ممکن است بعد از انجام چند مرحله تغییر شکل در ورق ترک ایجاد شود. این ترکها بیشتر از محل فصل مشترک قسمت مایل و افقی دندانها ایجاد می شوند که ورق در این نواحی تحت بارگذاری شدیدی قرار دارد. در شکل (۲۰) محل ایجاد ترک با حرف A نشان داده شده است.



شکل (۲۰): (a) محل ایجاد ترک در ورق که با حرف A نشان داده شده است. (b) ورقی از آلیاژ Zn ۳۸٪-Cu که بعد از دو مرحله CGP شکسته است [۲۴].

در شکل (۲۱) تصاویر TEM از ریزساختار حاصله در مراحل مختلف تغییر شکل نشان داده شده است. بعد از اعمال ۴ مرحله CGP اندازه دانه های ورق آلومینیوم از $38 \mu\text{m}$ به کمتر از $1 \mu\text{m}$ کاهش پیدا کرده و همان طور که دیده می شود ساختار شامل مرزدانه های کاملاً واضح می باشد که نشان دهنده ایجاد ساختار UFG می باشد.

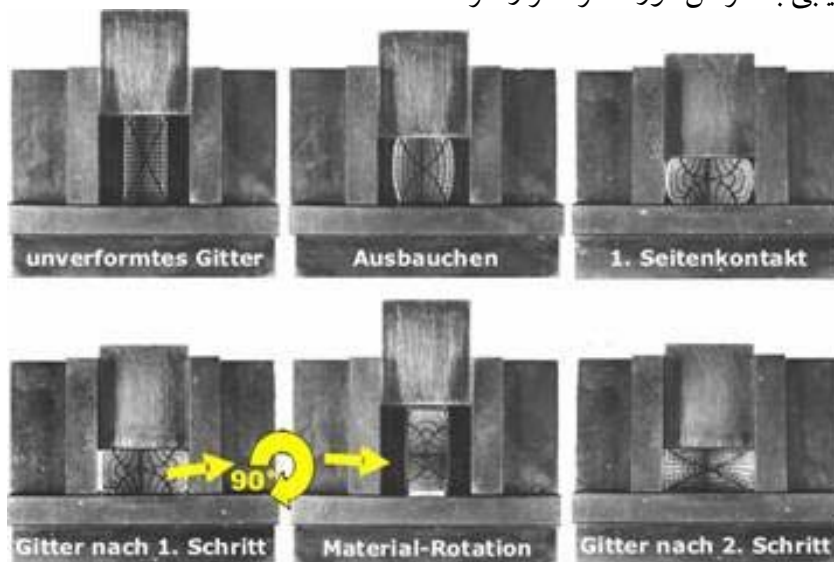


شکل (۲۱): تصاویر TEM از ساختار آلومینیوم خالص تجاری بعد از اعمال (a) یک مرحله (کرنش ۱،۱۶)، (b) دو مرحله (کرنش ۲،۳۲)، (c) سه مرحله (کرنش ۳،۴۸) و (d) چهار مرحله (کرنش ۴،۶۴) CGP در دمای پایین [۲۵].

روش CCDC

روش (Cyclic Channel Die Compression, CCDC) بنوعی حالت پیوسته روش Channel Die Compression می باشد که طی چندین دهه برای شبیه سازی فرایند نورد مورد استفاده قرار گرفته است. شماتیکی از این روش در شکل (۲۲)

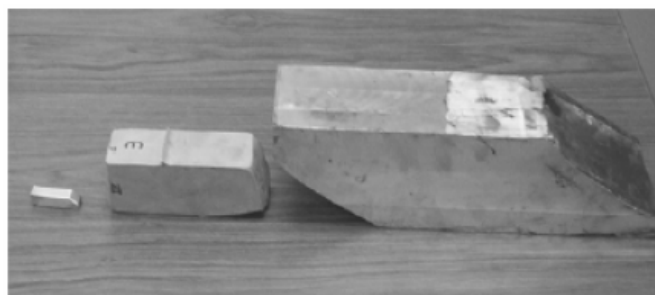
آورده شده است. در این روش شکل و اندازه نمونه و حفره قالب طوری طراحی می شود که تحت فشار اعمالی سیلان ماده در جهت کانال قالب صورت گیرد. در این روش تغییر شکل در حالت کرنش صفحه ای می باشد. اگر طول اولیه نمونه با اندازه کانال قالب یکی باشد ابعاد نمونه قبل و بعد از اعمال تغییر شکل ثابت باقی خواهد ماند و در نتیجه می توان فرایند را تا دست یابی به کرنش مورد نظر تکرار کرد.



شکل (۲۲): شماتیکی از روش CCDC [۲۶].

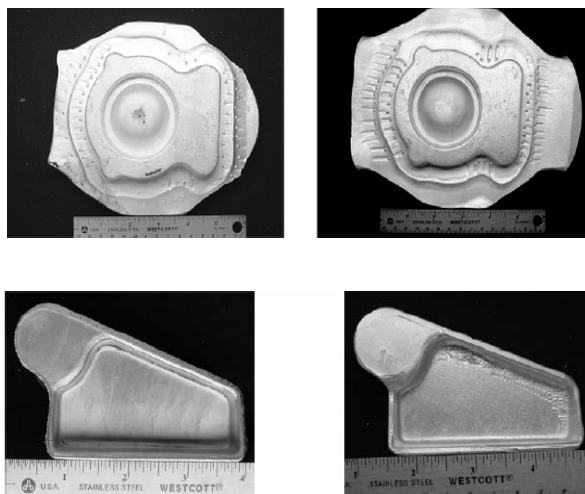
روش ECAP – Forging

در این روش ابتدا ماده اولیه در طی چند پاس تحت ECAP در دمای محیط قرار گرفته و سپس در یک دمای مناسب فورج می گردد. با توجه به جنس آلیاژ ممکن است در قبل از ECAP یک سری عملیات حرارتی نیز بر روی آلیاژ اجرا گردد. به عنوان مثال در شکل (۲۳) سه نوع نمونه حاصل از ECAP میله های چهار گوش با مقطع مربع شکل و به ابعاد اولیه مختلف 12.5، 50 و 100 میلی متر از جنس آلیاژ آلومینیم AA6061-T6 نشان داده شده است.



شکل (۲۳): نمونه های ECAP شده از آلیاژ آلومینیم AA6061-T6 از میله های اولیه با سطح مقطع متفاوت [۲۷].

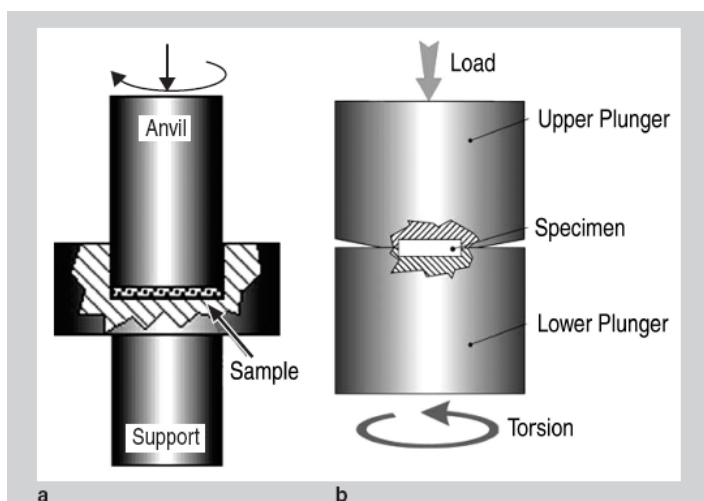
سپس این نمونه ها در دمای 470 سانتی گراد تحت فورج قرار گرفته و محصولات دارای ضخامت گوناگون و با ساختار فوق ریز دانه تولید شده است. در شکل (۲۴) نمونه هایی از محصولات جدار نازک ECAP-Forge شده نشان داده شده است. بعد از فورج عملیات T6 بر روی قطعات انجام گرفته است.



شکل (۲۴): نمونه هایی از محصولات جدار نازک ECAP-Forge شده از جنس آلیاژ آلومینی AA6061-T6 [۲۷].

روش HPT

در روش (High Pressure Torsion, HPT) نمونه اولیه معمولاً به شکل دیسک نازک با ضخامت ۰,۲ تا ۰,۵ میلی‌متر و قطر ۱۰ تا ۲۰ میلی‌متر بوده که به طور همزمان تحت فشار هیدرو استاتیک و تنشهای برشی قرار می‌گیرد. اصول روش HPT به صورت شماتیکی در شکل (۲۵-a) نشان داده شده است. نمونه در داخل حفره ای که در سنبه پایینی ایجاد شده قرار داده می‌شود و کرنش برشی از طریق چرخش سنبه بالایی که با فشار بر روی نمونه قرار می‌گیرد اعمال می‌شود. اصطکاک بین نمونه و سنبه باعث اعمال کرنش برشی شدید بر روی نمونه می‌شود. همانطور که در شکل (۲۵-b) نشان داده شده است برای دستیابی به تنشهای بالاتر از ۲ GPa معمولاً ترجیح داده می‌شود از شکل اصلاح شده این فرایند استفاده شود که در هر یک از سنبه ها حفره وجود دارد. در روش HPT اعمال تنشهایی در حد ۶ GPa هم گزارش شده است. اگرچه در این روش کرنشهای بسیار بالایی بر روی نمونه اعمال می‌شود ولی به دلیل اعمال فشار هیدرو استاتیک به نمونه، ترکهای سطحی در آن تشکیل نمی‌شود. اگر ماده در حین فرایند به بیرون سیلان پیدا نکند ضخامت دیسک ثابت باقی می‌ماند.



شکل (۲۵): شماتیکی از روش HPT [۲۸].

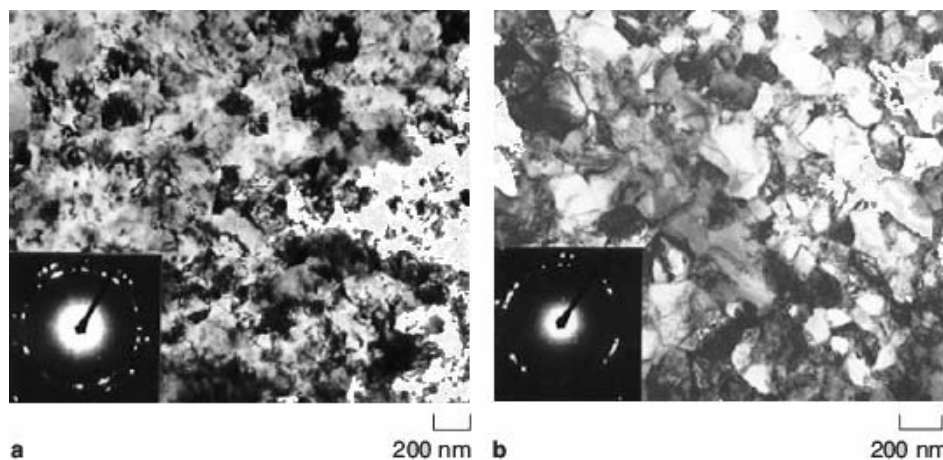
مقدار کرنش برشی حقیقی اعمال شده به نمونه از رابطه زیر به دست می آید :

$$\gamma = \left(\frac{r}{h} \right) \phi$$

که در این رابطه r فاصله از مرکز دیسک ، ϕ زاویه پیچش بر حسب رادیان و h ضخامت نمونه است. اگر سیلان ماده به بیرون صورت گیرد رابطه مشابهی برای اندازه گیری کرنش برشی وجود دارد. برای محاسبه کرنش معادل از رابطه

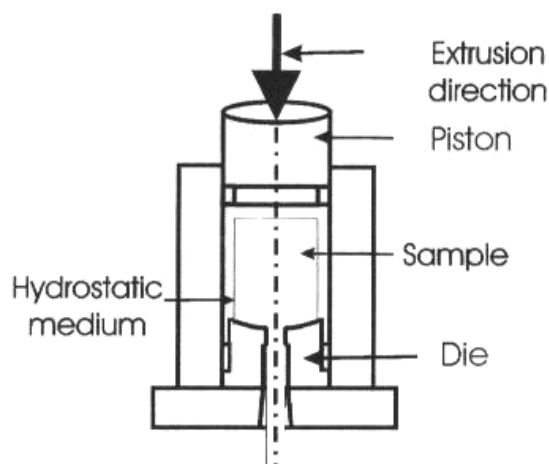
$$\varepsilon = \frac{1}{a} \gamma$$

زیر استفاده می شود :
 در این رابطه می توان ضریب a را از روی معیارهای تسلیم ($a=2$ برای معیار ترسکا و $a=\sqrt{3}$ برای معیار ون میزز) و هم از روی تئوری تیلور برای مواد پلی کریستال (برای مواد پلی کریستال با ساختار FCC که هیچ بافت تغییر شکلی ندارند $a=1.65$ می باشد که در ادامه تغییر شکل پیوسته کاهش پیدا می کند) به دست آورد. بعد از اعمال یک دور کامل (360° درجه) کاهش قابل توجهی در اندازه دانه ها مشاهده می شود ولی با این حال برای دست یابی به اندازه دانه هایی در حد نانو و ساختار یکنواخت نیاز به اعمال چندین دور تغییر شکل می باشد. تصویر TEM از ساختار حاصل از اعمال پنج دور چرخش کامل بر روی نمونه های مسی در شکل (a-26) و همچنین ساختار حاصل از اعمال 12 مرحله ECAP در شکل (b-26) نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می شود ساختار حاصله یکنواخت بوده و از ساختار حاصل از ECAP ریز دانه تر است. روش HPT نسبت به روش ECAP دو مزیت عمده دارد: 1- توسط روش HPT می توان به اندازه دانه های کوچکتر دست یافت، 2- کسر مرز های بزرگ زاویه ایجاد شده از طریق روش HPT بیشتر از روش ECAP می باشد. یکی از بزرگترین مزایای این روش، قابلیت کنترل جداگانه میزان کرنش، فشار و نرخ کرنش اعمالی می باشد. این قابلیت باعث شده که این روش به عنوان روش آزمایشگاهی مناسب برای مطالعه تاثیر پارامترهای مختلف بر روی ساختار UFG حاصله بکار گرفته شود. با این حال ابعاد نمونه های UFG فراوری شده از طریق این روش خیلی کوچک می باشند و این روش تا به حال به عنوان یک روش آزمایشگاهی بسیار موفق مطرح بوده و نمونه های تولید شده از طریق این روش فقط در صنایع الکترونیک می تواند کاربرد داشته باشد.



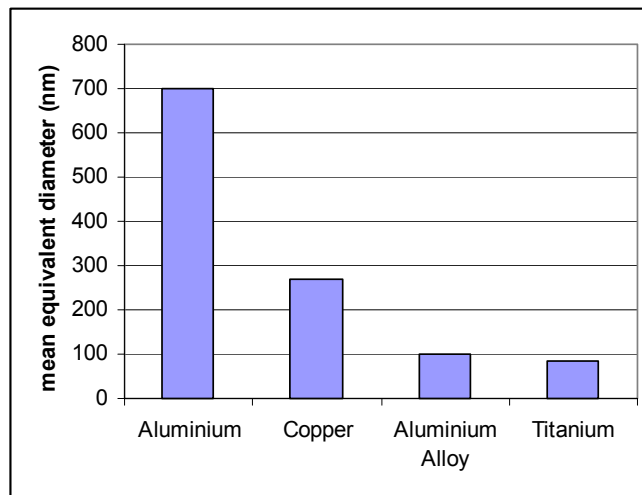
شکل (26): تصویر TEM از ساختار UFG حاصل از (a) اعمال 5 دور کامل HPT بر روی مس و (b) اعمال 12 مرحله ECAP بر روی نمونه های مسی [4].

روش اکستروژن هیدرواستاتیک (Hydrostatic Extrusion, HE) از تاریخ ۱۸۹۳ به بعد مورد استفاده قرار گرفته است. با این حال کاربرد این روش در تولید مواد بالک نانو ساختار از چند سال پیش آغاز شده است. شماتیکی از روش HE در شکل (۲۷) نشان داده شده است. در این روش نمونه در محفظه اکستروژن قرار گرفته و توسط محیط انتقال دهنده فشار (سیال) احاطه می شود. از طریق پیستون به محیط سیال فشار اعمال می شود تا اینکه شمش از داخل قالب اکستروژن شود. در این روش سعی می شود ضریب اصطکاک بین نمونه و قالب کم باشد تا با انتخاب قالبی با زاویه کوچک تغییر شکل یکنواخت تر شده و امکان اعمال نرخ کرنش های بالاتری (در حد $10^4 S^{-1}$) مهیا شود. به دلیل بالا بودن نرخ کرنش اعمالی در این روش، فشار اعمالی به بدنه قالب خیلی بالا است. با استفاده از این روش می توان مواد بالک نانو ساختار با اشکال مختلف مانند میله با سطح مقطع های پیچیده تولید کرد. با توجه به پارامترهای مختلف فرایند در هر مرحله، کرنشی معادل ۰.۸ و یا بیشتر را می توان وارد کرد. به منظور کاهش اندازه دانه تا حد نانو نیاز به اعمال چندین مرحله کرنش می باشد. از آنجایی که در این روش فشار از سه بعد بر نمونه وارد می شود و نرخ کرنش اعمالی خیلی بالا است در مقایسه با روش های دیگر مانند ECAP، HPT و CEC با کرنش های کمتری می توان به اندازه دانه ای یکسان دست یافت.



شکل (۲۷): اصول کلی روش Hydrostatic Extrusion [۲۹].

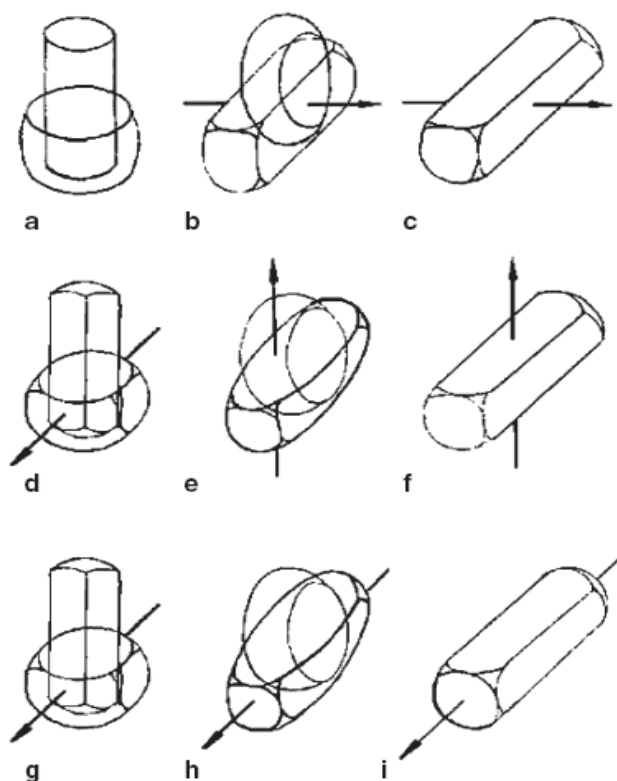
در شکل (۲۸) اندازه دانه های حاصل از اعمال کرنش از طریق روش HE بر روی چند فلز مختلف آورده شده است. در مورد آلومینیم و مس اندازه متوسط دانه ای تا حد زیر میکرون کاهش می یابد در حالی که در مورد تیتانیم و آلیاژ آلومینیم ۲۰۱۷ اندازه متوسط دانه ای به کمتر از ۱۰۰ نانو متر نیز می رسد.



شکل (۲۸): اندازه متوسط دانه ای حاصل از اعمال HE بر روی فلزات مختلف [۳۰].

روش MDF

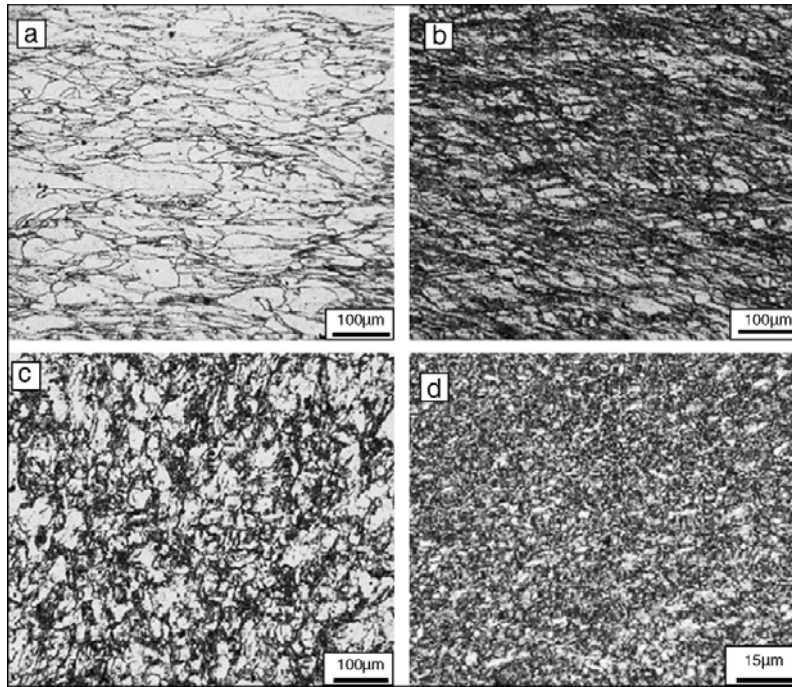
روش MDF (Multi Directional Forging) برای اولین بار در نیمه اول سال ۱۹۹۰ توسط Salishchev و همکارانش به منظور فراوری نمونه هایی با ساختار UFG مورد استفاده قرار گرفته است. به کارگیری روش MDF بر روی فلزات خالص و آلیاژهای تک فاز معمولاً همراه با وقوع تبلور مجدد دینامیکی گزارش شده است. اصول روش MDF در شکل (۲۹) نشان داده شده است. این روش شامل تکرار مراحل فرایند فورج با تغییر محور اعمال نیرو در هر مرحله از تغییر شکل می باشد. یکنواختی کرنش اعمالی در روش MDF کمتر از روشهای ECAP و HPT است. از آنجایی که در این روش نیروی اعمالی بر روی تجهیزات نسبتاً کم بوده و فرایند از دماهای بالا شروع می شود لذا از این روش می توان برای ایجاد ساختار نانو در فلزات ترد استفاده کرد. با تغییر دمای فرایند و سرعت اعمال کرنش می توان به اندازه دانه های مختلفی دست یافت. معمولاً دمای کاری در این روش مابین $0.1T_M$ و $0.5T_M$ می باشد (T_M دمای ذوب بر حسب درجه کلوین است). از این روش برای فراوری نمونه های بزرگ نانو ساختار می توان استفاده کرد. مهمترین فاکتورها در دستیابی به ساختار UFG از طریق روش MDF انتخاب مناسب دما و نرخ کرنش می باشد. روش MDF برای ریزدانه کردن آلیاژهای مختلفی به کار برده شده است.



شکل (۲۹): اصول کلی روش MDF [۳، ۶].

در شکل (۳۰) تصاویر میکروسکوپ نوری از ساختار حاصل از اعمال چندین مرحله MDF بر روی آلیاژ $Fe-30Ni$ در دمای 773 درجه کلون نشان داده شده است. بعد از اعمال اولین مرحله از تغییر شکل دانه ها فقط در یک جهت کشیده شده اند (شکل a-۳۰). درحالیکه بعد از دومین مرحله، ساختار به شدت ریزدانه شده و تقسیم شدن ساختار اولیه به دانه های ریز کاملاً مشخص می باشد (شکل b-۳۰). همچنین بعد از شش مرحله تغییر شکل اندازه دانه ها تا حد یک میکرون کاهش پیدا کرده است (شکل d-۳۰).

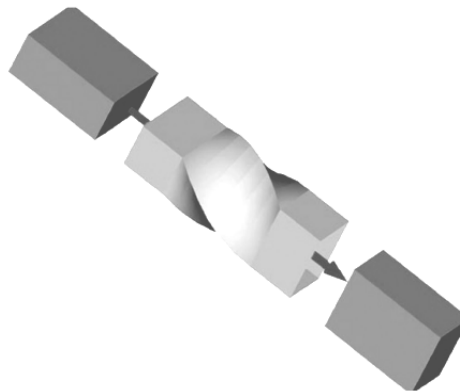
در این دما مکانیزم ریز شدن دانه ها CDRX می باشد. که طبق این مکانیزم، در مراحل اولیه تغییر شکل مرزهای کوچک زاویه در داخل دانه های اولیه ایجاد می شوند که به تدریج با افزایش میزان کرنش اعمالی زاویه این مرزها افزایش یافته و بالاخره این مرزها به مرزهای بزرگ زاویه تبدیل می شوند که نتیجه آن تقسیم شدن دانه های اولیه توسط این مرزها به چندین دانه می باشد. ریز شدن دانه ها توسط این مکانیزم به تدریج و به صورت یکنواخت در تمامی ساختار اتفاق می افتد.



شکل (۳۰): تصاویر میکروسکوپ نوری از ساختار آلیاژ Fe-30Ni بعد از اعمال کرنش (a) ۰٫۵، (b) ۱، (c) ۱٫۵، (d) ۳ توسط روش MDF در دمای ۷۷۳ درجه کلوین [۳۱].

روش TE

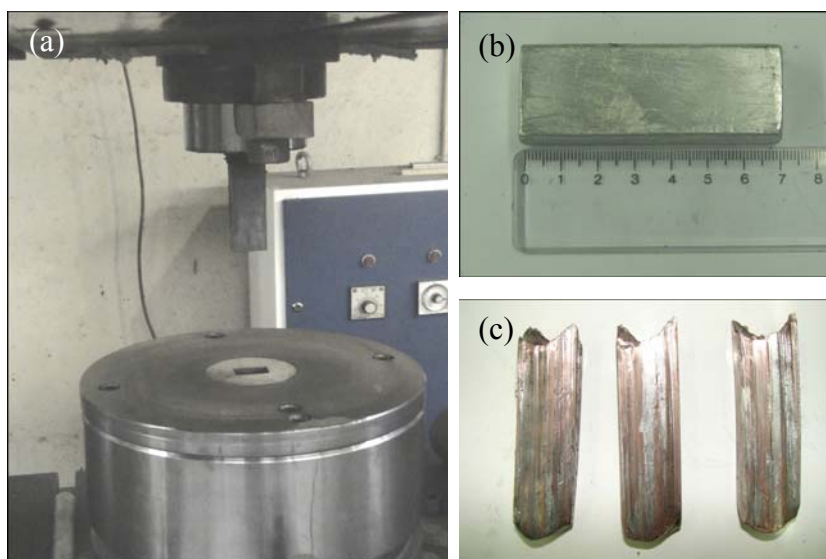
روش Twist Extrusion توسط پروفیسور Beygelzimer در سال ۲۰۰۴ برای ریز کردن دانه های ساختار فلزات پیشنهاد شده است. شماتیکی از این روش در شکل (۳۱) نشان داده شده است. طراحی این قالب به گونه ای است که شکل و ابعاد نمونه بعد از خارج شدن از قالب با شکل و ابعاد اولیه برابر می باشد. نمونه در داخل قالب به اندازه زاویه خاصی حول محور مرکزی پیچانده می شود. از آنجایی که شکل و ابعاد نمونه در هر سیکل از روش TE ثابت باقی می ماند می توان فرایند را تکرار و در نتیجه کرنش شدیدی را به نمونه اعمال کرده و ماده ای با ساختار دانه ای فوق العاده ریز به دست آورد.



شکل (۳۱): شماتیکی از روش TE شکل و ابعاد قطعه کار قبل از ورود به قالب، در حین عبور از قالب و بعد از خروج از قالب نشان داده شده است [۳].

سطح مقطع نمونه هایی که از طریق این روش تحت کرنش پلاستیک شدید قرار می گیرند می تواند اشکال مختلفی داشته باشد. نمونه هایی با سطح مقطع دایره ای را نمی توان از طریق این روش تحت کرنش قرار داد. در عمل مشابه روش HPT کرنش پلاستیک ایجاد شده در طول سطح مقطع نمونه یکنواخت نیست و با افزایش فاصله از محور مرکزی کرنش پلاستیک ذخیره شده در نمونه افزایش می یابد. بنابراین محللهایی از نمونه که از محور مرکزی فاصله بیشتری را دارند اندازه دانه کوچکتری را خواهند داشت. این غیر یکنواختی ریز ساختاری باعث ایجاد خواص مکانیکی غیر یکنواخت می شود به طوری که مرکز نمونه استحکام کمتری را خواهد داشت. با افزایش تعداد مراحل اعمال کرنش، یکنواختی ساختار حاصله افزایش می یابد.

با استفاده از پرسهای هیدرولیکی روش TE را به صورت هیدرومکانیکی یا مکانیکی می توان انجام داد. در شکل (۳۲) روش مکانیکی به همراه نمونه تیتانیومی در دو حالت قبل و بعد از اعمال یک مرحله TE نشان داده شده است. بنابراین با استفاده از روش TE می توان نمونه های بالک با ساختار UFG بزرگ و با دقت ابعادی بالا شامل نمونه های استوانه ای شکل با حفره طولی داخلی تولید کرد که در صنعت خودروسازی از آنها می توان استفاده کرد. تقریباً از طریق هیچ یک از تکنیکهای SPD دیگر نمی توان چنین نمونه هایی را تولید کرد. از نقطه نظر تکنیکی در بین روشهای مختلف SPD، روش ECAP نزدیکترین روش به TE است ولی حالت تنش و کرنش اعمالی در این دو روش متفاوت می باشد. به هنگام ورود نمونه به داخل قسمت مارپیچی قالب بر روی نمونه تغییر شکل برشی خالص اعمال می شود. در این مورد نحوه توزیع کرنش در سطح مقطع عرضی مشابه با توزیع کرنش در نمونه های دیسکی شکل در روش HPT می باشد. به هنگام خروج نمونه از قسمت مارپیچی قالب نیز تغییر شکل مشابهی بر روی نمونه اعمال می شود. در مقایسه با انواع حالت های اعمال کرنش بر روی نمونه، اعمال کرنش برشی در یک لایه نازکی از ماده در ایجاد ساختار UFG بسیار مؤثر می باشد. با توجه به این نکات روش TE یک روش بسیار مؤثر در ریزدانه کردن می باشد.



شکل (۳۲): تصاویری از (a) قالب و سنبه مورد استفاده در TE مکانیکی، (b) نمونه تیتانیومی قبل از اعمال TE و (c) نمونه های تیتانیومی بعد از اعمال یک مرحله TE [۳۲].

حداقل و حداکثر میزان کرنش پلاستیک اعمالی بر روی نمونه بعد از یک مرحله TE را می توان از روابط زیر محاسبه کرد:

$$\varepsilon_{i,\max} = \tan(\beta_{\max})$$

$$\varepsilon_{i,\min} = 0.4 + 0.1 * \tan(\beta_{\max})$$

در این رابطه β_{\max} زاویه پیچشی قالب می باشد.

چند ویژگی منحصر به فرد روش TE عبارتند از:

- ۱- در روش TE صفحاتی که کرنش برشی خالص بر روی آنها اعمال می شود عمود بر محور نمونه می باشند در حالی که در روش ECAP بین محور نمونه و صفحات برشی خالص معمولاً زاویه ۴۵ تا ۶۰ درجه برقرار می باشد. این موضوع باعث می شود که با استفاده از روش TE بتوان ساختار و بافت تغییر شکل جدیدی را به دست آورد. علاوه بر این با اعمال کرنش با ترکیبی از TE و ECAP می توان تعداد مسیرهای تغییر شکل ممکن را افزایش داد.
 - ۲- شیب کرنش اعمالی در سطح مقطع عرضی نمونه در روش TE مشابه روش HPT تند است. این موضوع در مورد ECAP صادق نمی باشد. افزایش شیب کرنش در سطح مقطع اگرچه باعث ایجاد ساختار غیر یکنواخت (از نظر اندازه دانه ای) می شود ولی این موضوع نیز به اثبات رسیده است که با افزایش شیب کرنشی قابلیت ریزدانه کردن بالاتری به دست می آید.
 - ۳- یکی از مشخصه های ویژه روش TE سیلان شدید ماده در مقطع حفره قالب می باشد که این موضوع در مورد ECAP وجود ندارد. این خصوصیت در هنگام اعمال TE بر روی پودرها (از پیش متراکم شده) فرایند متراکم کردن را شدت می بخشد.
 - ۴- در روش TE زمانی که نمونه از داخل قالب عبور داده می شود سطح نمونه به صورت غیر یکنواخت تغییر شکل پیدا می کند. در هنگام ورود نمونه به منطقه تغییر شکل پیچشی قالب مساحت سطح نمونه در حد ۷۰ تا ۸۰ درصد افزایش پیدا می کند و دوباره به هنگام خروج از این ناحیه به میزان قبلی خود برمی گردد. این تغییرات بر روی ساختار حاصله تاثیر گذاشته و این امکان را می دهد که بتوان در حین فرایند عناصر آلیاژی را به ماده اضافه کرد.
 - ۵- اندازه ناحیه انتهایی نمونه که تغییر شکل اعمالی در آن ناحیه غیر یکنواخت بوده و باید کنده شود نسبت به ECAP کوچکتر می باشد. بنابراین در تکرار چندین مرحله ای فرایند مقدار ماده کمتری از بین می رود.
- در سال ۲۰۰۴، V. V. Stolyarov و همکارانش تیتانیم خالص را از طریق روش TE تحت کرنش پلاستیک سنگین قرار دادند.
- در جدول (۳) خواص مکانیکی تیتانیم بعد از اعمال کرنش پلاستیک سنگین از طریق سه روش مختلف HPT، ECAP و TE آورده شده است. بین این سه، روش HPT قابلیت ریزدانه کردن بیشتری داشته و در نتیجه استحکام نمونه های حاصله بسیار بیشتر می باشد. استحکام نمونه های حاصل از ECAP تقریباً برابر با استحکام نمونه های حاصل از TE می باشد ولی میزان غیریکنواختی ریزساختاری در نمونه های TE بیشتر می باشد.

جدول (۳): مقایسه بین خواص مکانیکی نمونه های تیتانیومی بعد از اعمال کرنش های سنگین توسط تکنیکهای مختلف SPD [۳۳].

SPD method	T _{SPD} , °C	Degree of deformation	P _{SPD} , GPa	Direction of tension	σ_u , MPa	$\sigma_{0.2}$, MPa
HPD	20	5 rev , $\epsilon = 5$	5	Transverse to twist axis	950	790
TE	20	3 cycles , $\epsilon = 3.45$	0.75	Transverse to the extrusion axis	835	765
				Along the extrusion axis	505	463
ECAP	400-450	8 cycles , $\epsilon = 9.2$	1.2	Transverse to the pressing axis	805	765
				Along the pressing axis	710	640

انواع فلزات و آلیاژهای فرآوری شده بوسیله فرآیندهای SPD

بررسیها نشان می دهد تا در طی یک دهه گذشته تا به امروز انواع فلزات و آلیاژهایی که با فرآیندهای SPD فرآوری شده اند عمدتاً عبارتند از: آلیاژهای آلومینیوم (۱۱۰۰، ۲۰۲۴، ۳۰۰۴، ۵۰۸۳، ۶۰۶۱، ۷۰۷۵)، تیتانیوم و آلیاژهای آن، انواع فولادها، نیکل و آلیاژهای آن، آلیاژهای منیزیم، زیرکیم و آلیاژهای آن.

در مورد آلیاژهای آلومینیوم نانو ساختار با استحکام بالا (۱۱۰۰، ۲۰۲۴، ۳۰۰۴، ۵۰۸۳، ۶۰۶۱ و ۷۰۷۵) برای کاربرد در صنعت اتومبیل سازی و هواپیمایی، مطالعات اخیر نشان داده است که با فرآوری اینها بوسیله ECAP می توان استحکام اینها را بین ۱۳۵٪ تا ۴۳۰٪ (بسته به میزان آلیاژی بودن آن) افزایش دهد. آلیاژ آلومینیوم ۱۱۰۰ که کمترین میزان عناصر آلیاژی را دارد در حالت درشت دانه استحکام تسلیم آن در حدود 36 MPa می باشد که بعد از ECAP استحکام آن بیش از ۴۰٪ افزایش یافته و به حدود 190 MPa می رسد. در مورد آلیاژ آلومینیوم ۷۰۷۵ که استحکام تسلیم آن در حالت ساختار درشت دانه حدود 200 MPa می باشد. با فرآوری آن توسط ECAP و ایجاد نانو ساختار، استحکام تسلیم آن بیش از ۱۳۰٪ افزایش یافته و به حدود 470 MPa رسیده است.

در مورد فلز تیتانیوم در حالت ریزساختار درشت دانه، استحکام تسلیم و استحکام کششی آن بترتیب برابر با 380 MPa و 460 MPa می باشند. با فرآوری این فلز توسط اعمال تغییر شکل شدید با ECAP و تبدیل آن از حالت ریزساختار درشت دانه به نانو ساختار استحکام تسلیم و استحکام کششی آن بترتیب برابر با 940 MPa و 1040 MPa شده ضمن اینکه داکتیلیتی آن در حد خوب 12.5% باقیمانده است.

در مورد فولادهای کم کربن فرآوری شده با ECAP دیده شده استحکام تسلیم آنها در حدود بیش از سه برابر نسبت به استحکام فولادهای کم کربن درشت دانه افزایش یافته و به حدود 950 MPa رسیده است. در مورد آهن Armco فرآیند ECAP ساختار با اندازه دانه در حدود ۲۰۰nm و در فولاد زنگ نزن فریتی Cr-Ti 18% ساختار با اندازه دانه در حدود ۱۵۰nm بدست آمده است.

امروزه در کشورهای مختلف بالاخص در کره جنوبی، چین و ژاپن بیش از دیگران بر روی تولید انواع فلزات فوق ریز دانه تحقیقات وسیع ادامه دارد. همچنین از جمله زمینه های مهم پژوهشی در حال حاضر در دنیا، کار بر روی فرآوری محصولات نانو ساختار از جنس ترکیبات بین فلزی مانند Ni₃Al و TiAl می باشد. این نوع ترکیبات به لحاظ خواص منحصر به فردی که دارند در صنایع استراتژیک فوق العاده با اهمیت می باشند. مخصوصاً موضوع خاصیت رفتار سوپر

پلاستیکی و اثر حافظه داری در این نوع آلیاژها خیلی با اهمیت جلوه کرده است. گزارش شده است در ترکیب بین فلزی Ni₃Al اندازه دانه در حد ۲۵ nm بدست آورده اند.

امروزه با استفاده از روشهای SPD ورق های کامپوزیتی چند لایه از جنس Ti-Al و Ti-Al-Nb فرآوری می شوند. همچنین امروزه در دنیا به آلیاژهای بین فلزی بر پایه (γ - TiAl) دارای توجه ویژه ای می شود. زیرا اینها ایده آل ترین کاندید برای ساخت قطعات مورد استفاده در دماهای بالا (آنجا که داشتن دانسیته پایین و استحکام در دمای بالا مهمترین خواسته است) می باشند.

موضوع استفاده از فرایندهای SPD در زمینه فرآوری مواد غیر فلزی، شامل پلیمر ها و نیمه هادی مانند ژرمانیوم و سلیکون یا مواد مغناطیسی تولید شده با SPD مثل Fe-Co نیز به طور موفقیت آمیزی در حال مطالعه و تحقیق است.

خواص مکانیکی برخی از آلیاژهای فرآوری شده با روشهای SPD

در جداول (۴، ۵) تاثیر نوع فرآیند تغییر شکل شدید (HPT, ECAP, HE) از نظر تاثیر میزان کرنش قابل اعمالی بر روی اندازه دانه های ریزساختار، سختی و یکرز و استحکام کششی در فلزات مختلف (آهن آرمکو، Ni₃Al، نیکل خالص، مس خالص، آلومینیم خالص، فولاد زنگ نزن 316L و تیتانیوم خالص) نشان داده شده است. از جمله نکاتی که در این جداول دیده می شود آن است که روش HPT ریز ترین ساختار را ایجاد کرده است و آن بعلاوه امکان اعمال کرنش خیلی شدید با این روش است. همچنین دیده می شود استحکام فلزات حاصل از این روش نیز به مراتب بالاتر است.

جدول (۴): متوسط اندازه دانه و خواص مکانیکی فلزات فرآوری شده به روش HPT [۳۴].

Material	Total equivalent strain $\epsilon_{eq} = 2\pi nR/(L\sqrt{3})$	Grain size		Vickers hardness HV _{0.2}	Tensile strength [MPa]
		Initial, d_i [μm]	Final, d_f [nm]		
Fe armco	~240	57	134	470	1100
Pure Ni ₃ Al	~200	600	20	900	-
Pure Ni	~120	120	240	-	1200
Stainless steel 316L	~240	20	55	630	1340

Where: ϵ_{eq} – equivalent strain, n – number of the stamp rotations, R – distance from the rotation axis, L – thickness of the specimen.

جدول (۵): متوسط اندازه دانه و خواص مکانیکی فلزات فرآوری شده به روش ECAP [۳۴].

Material	Total equivalent strain	Grain size		Vickers hardness HV _{0.2}	Tensile strength [MPa]
		Initial, d_i [μm]	Final, d_f [nm]		
Fe armco	~10	57	180	320	1220
Pure Cu	~16	37	260	140	440
Pure Ni	~8	21	360	300	990

در جدول (۶) خواص مکانیکی تیتانیوم خالص فرآوری شده در شرایط مختلف تغییر شکل و آنیلینگ درج شده است. دیده می شود در نمونه های تغییر شکل شده در مقایسه با نمونه اولیه استحکام تسلیم و استحکام نهایی بشدت افزایش یافته است. مخصوصاً اینکه وقتی نمونه هم با ECAP و هم با نورد سرد و یا اکستروژن سرد تحت تغییر شکل قرار گرفته است. البته از داکتیلیتی فلز کاسته شده است. در جدول (۷) نیز خواص ریزساختاری و مکانیکی آلیاژهای فرآوری شده توسط HPT و ECAP با هم مقایسه شده اند.

جدول(۶): خواص مکانیکی تیتانیوم خالص فرآوری شده در شرایط Warm ECAP و اکستروژن سرد [۳۵].

Processing state	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_u (MPa)	δ (%)	RA (%)
Coarse grain	380	460	27	69
ECAP(8) ^a	640	710	14	61
ECAP(8) + Cold extrusion(47%) ^b	910	930	-	55
ECAP(8) + Cold extrusion(75%)	1020	1050	6	42
Ti-6Al-4V ^c	920	955	10	25

جدول (۷): مقایسه خواص ریزساختاری و مکانیکی آلیاژهای فرآوری شده توسط HPT و ECAP [۳۶].

Alloy	State	T_{def}	Grain size, nm	Phase composition	UTS, MPa	YS, MPa	EL, %	Hv, MPa
CP Ti	Hot-rolled		>1000	α -Ti	460	380	27	1800
	HPT	RT	120	α -Ti	950	790	14	2800
	ECAP	450	300	α -Ti	720	640	14	2800
Ti-64	Hot-rolled		>1000	$\alpha + \beta$	1000	800	32	3100
	HPT	RT	80	α	1750	1750	1	5100
	ECAP	700	400	$\alpha + \beta$	1160	1110	12	4000
Ti _{49.5} Ni _{50.5}	Hot-rolled		>1000	TiNi	840	500	19	2450
	HPT	RT	20	A + TiNi	1570		1	5500
	ECAP	400	300	TiNi+Ti ₂ Ni	1140	1050	9	2960
Al-5%Fe	Cast		>1000	Al+Al ₃ Fe ₁₄	58	52	6.8	310
	HPT	RT	100	s.s (0.8 %)	590	473	1.9	1830
	ECAP	RT-	300	s.s (0.6 %)	244	216	5.8	660

Note: s.s. – solid solution (solubility of Fe in Al)

کاربرد فلزات فوق ریز دانه نانوساختار

در یک بررسی اجمالی دیده می شود امروزه بیش از ۱۰ بازار مهم مصرف برای مواد فلزی بالک نانوساختار در صنایع دنیا گزارش شده است. مهمترین آنها عبارتند از: صنایع هوا-فضا، صنایع حمل و نقل، تجهیزات پزشکی، تاسیسات انرژی، صنایع الکترونیک و مخابرات صنایع تسلیحات دفاعی متعارف، مصنوعات ورزشی، صنایع غذایی. به برخی از کاربردهای مهم و خاص مواد نانوساختار در زیر اشاره می شود [۴۷ - ۳۷]:

- در صنایع ساخت تجهیزات پزشکی: پروتزهای نانوساختار، ایمپلنتهای استحکام بالا و سبک وزن دارای مدول الاستیسیته خوب.

- در صنایع الکترونیک و مخابرات: مواد با خواص مغناطیسی عالی مورد استفاده در ترانسفورمرهای سیگنال /meso/ micro و در دیگر شبکه های مخابراتی.
 - در صنایع هوا-فضا، اتومبیل، شیمیایی و نظامی: در ساخت قطعات سبک با استحکام بالا و دارای پایداری حرارتی.
 - توسعه فلزات و آلیاژهای دارای ساختار UFG برای مصارف در محیط های دمای پایین (Cryogenic temperatures).
 - فرآوری فلزات نانو ساختار از آلیاژهای Ti، Al، Cu، Mg و فولاد دارای قابلیت رفتار سوپرپلاستیکی عالی (در دمای پایین و نرخ کرنش بالا) برای ساخت بدنه انواع خودرو و هواپیما.
- در تجهیزات هوا و فضا که وزن قطعه یک فاکتور مهم می باشد، نانوتکنولوژی کمک می کند تا بتوان اندازه تجهیزات را کوچک گرفت. همینطور در ساخت وسایل نقلیه سریع السیر و ایمن، استفاده از مواد کم وزن و با استحکام بالا مفید تشخیص داده شده است. همچنین موتورهای احتراق می توانند از قطعات با مقاومت به سایش بالاتر ساخته شوند. برای نمونه استفاده از آلیاژهای نانو ساختار در مهندسی، طراحی و ساخت موتورهای صنعت هوانوردی (Aviation Engines)، یا در تولید قطعات با هندسه خیلی پیچیده (Complex-shaped parts) از طریق شکل دهی سوپر پلاستیک با نرخ کرنش بالا (High-strain-rate superplastic forming) که برای ساخت بدنه خودروهای جدید و هواپیماها از جمله نمونه های کاربردی قابل اشاره می باشند که در ساخت آنها از آلیاژهای فوق الذکر می توان استفاده کرد. بنابراین دیده می شود مواد فلزی نانو ساختار در یک گستره وسیعی در صنایع مختلف دارای کاربردهای گوناگون می باشد.

جمع بندی

در طی یک دهه گذشته تولید مواد فلزی بالک با اندازه دانه های فوق العاده ظریف /نانو ساختار بطور ویژه ای مورد توجه محققین دنیا قرار گرفته است. اینگونه مواد، خواص مهندسی عالی از خود نشان می دهند. در این مواد برخی خواص استثنایی نیز وجود دارد که در مواد دانه درشت دیده نمی شود. در عین حالیکه استحکام در مواد فلزی UFG بسیار بالاتر از مواد درشت دانه است، خاصیت شکل پذیری سوپر پلاستیک نیز در این مواد بطور چشمگیری بالاست. موثرترین روشهای فرآوری مواد فلزی بالک /نانو ساختار، اعمال تغییر شکل شدید (Severe Plastic Deformation, SPD) می باشد. تا به امروز در توسعه فرآیندهای تولید مواد فلزی UFG تحقیقات زیادی در مقیاس آزمایشگاهی و صنعتی صورت گرفته و روشهای مختلف SPD تحقیق و پیشنهاد شده است.

مقاله حاضر در برگیرنده نتایج تحقیق در منابع علمی دنیا در ارتباط با روشهای مختلف اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید بر روی مواد فلزی بالک برای تولید محصولات فلزی فوق ریز دانه /نانو ساختار است. در این نوشتار، مبانی و اصول انواع مختلف روشهای SPD از جنبه های مختلف، در فرآوری مواد فلزی بالک فوق ریز دانه /نانو ساختار از فلزات و آلیاژهای مختلف توضیح داده شده است. همچنین روشهای تولید محصولات فلزی ورق و تسمه ای شکل از آلیاژهای مختلف و با ساختار UFG گزارش شده است. همچنین برخی خواص متالورژیکی و مکانیکی فلزات فرآوری شده با روشهای SPD تشریح شده و به برخی از انواع کاربردهای این قبیل مواد اشاره شده است.

- [1] Terence G. Langdon; J Mater Sci, 2007, 42, pp.:3388–3397.
- [2] Ruslan Z. Valiev, Terence G. Langdon; Progress in Materials Science 51, 2006, pp. 881–981.
- [3] Ruslan Z. Valiev, Yuri Estrin, Zenji Horita, Terence G. Langdon, Michael J. Zehetbauer, and Yuntian T. Zhu; JOM, 2006, pp.33-39.
- [4] Terry C. Lowe and Ruslan Z. Valiev; JOM, 2004, pp. 64-77.
- [5] Z Horita; M Furukawa; M Nemoto; T G Langdon; Nov/Dec 2000; 16, 11/12; ProQuest Science Journals, 1239.
- [6] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov; Progress in Materials Science 45, 2000, pp.103-189.
- [7] Kiyotaka Nakashima, Zenji Horita, Minoru Nemoto and Terence G. Langdon, Acta Mater, Vol 46, No 5, pp.1588-1599, 1998.
- [8] Kiyotaka Nakashima, Zenji Horita, Minoru Nemoto, Terence G. Langdon; Materials Science and Engineering A281, 2000, pp.82–87.
- [9] A. Najafi-Zadeh, J. J. Jonas and S. Yue; Patent No. 5200005, McGill University, Montreal, 1993.
- [10] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R.G. Hong; Scripta Materialia, Vol. 39, No. 9, 1998, pp. 1221-1227.
- [11] N. Tsuji, Y. Minamino and et al., in Proc. Of the 11th Int. Symp. On Processing and Fabrication of Adv. Mater. (PFAM XI), ASM, Materials Park, OH 2003.
- [12] X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, Y. Minamino, Materials Science and Engineering A, Volume 340, Issues 1-2, 15 January 2003, Pages 265-271.
- [13] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R.G. Hong, Scripta Materialia, Vol. 39, No. 9, pp. 1221-1227, 1998.
- [14] J.-C. Lee, H.-K. Seok, J.-Y. Suh; Acta Materialia 50, 2002, pp. 4005–4019.
- [15] Shubo Xu, Guoqun Zhao, Xufang Ren, Yanjin Guan; Materials Science and Engineering A xxx, 2007, PP. xxx–xxx.
- [16] H. Utsunomiya, K. Hatsuda, T. Sakai, Y. Saito; Materials Science and Engineering A 372, 2004, pp.199–206.
- [17] Georgy J. Raab, Ruslan Z. Valiev, Terry C. Lowe, Yuntian T. Zhu; Materials Science and Engineering A 382, 2004, pp. 30–34.
- [18] Ruslan Z. Valiev; Materials Science Forum, Vols.503-504, 2006, pp.3-10.
- [19] Georgy J. Raab, Ruslan Z. Valiev, Terry C. Lowe, Yuntian T. Zhu, Materials Science and Engineering A 382 (2004), pp. 30–34.
- [20] Y. T. Zhu, H. Jiang and et al., Metall. Trans. A. 2001, 32A, 1559.
- [21] J.W. Lee, J.J. Park; Journal of Materials Processing Technology 130–131, 2002, pp. 208–213.
- [22] Dong Hyuk Shin, Jong-Jin Park, Yong-Seog Kim, Kyung-Tae Park; Materials Science and Engineering A328, 2002, pp. 98–103.
- [23] J. Alkorta, J. G. Sevillano and et al; "Nanomaterials by Severe Plastic Deformation- NANOSPD2", 2002, pp. 491-497
- [24] Kaiping Peng, Lifeng Su, Leon L. Shawb, and K.-W. Qian; Scripta Materialia 56, 2007, pp. 987–990.
- [25] Mingwei Chen, En Ma and Kevin Hemker, "Mechanical Behavior of Nanocrystalline Metals", Copyright 2006 by Taylor & Francis Group, LLC.
- [26] Balakrishima Chervkuri, Teodora S.Nedkova, Raghavan Srinivasan, Materials Science and Engineering A 410-411, 394-397, 2005.
- [27] Georgy J. Raab, Ruslan Z. Valiev, Terry C. Lowe, Yuntian T. Zhu, Materials Science and Engineering A, Volume 382, Issues 1-2, 25 September 2004, Pages 30-34.
- [28] Ruslan Z. Valiev, Yuri Estrin, Zenji Horita, Terence G. Langdon; JOM, April 2006, pp.33-39.
- [29] J. Swiostek, J. Göken, D. Letzig, K.U. Kainer; Materials Science and Engineering: A, Volume 424, 2006, pp. 223-229
- [30] S. Lee, C.Y. Yoon, H.J. Park, S.S. Kim, E.J. Kim, T.H. Choi, K.Y. Rhee; Journal of Materials Processing Technology, Volume 191, 2007, pp. 396-399.
- [31] Baojun Han, Zhou Xu, Journal of Alloys and Compounds xxx (2007) xxx–xxx.
- [32] S.A.A. Akbari Mousavi, A.R. Shahab, M. Mastroori; Materials and Design xxx (2007) xxx–xxx.
- [33] V. V. Stolyarov, Ya. E. Beigel zimer, D. V. Orlov, and R. Z. Valiev; The Physics of Metals and Metallography, Vol. 99, No. 2, 2005, pp. 204–211.
- [34] R. B. Figueiredo et al., Materials Science and Engineering A, 493 (2008) 104-110.
- [35] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu et al., Materials Science and Engineering A303 (1-2), (2001) 82-89.
- [36] Z. Horita, Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (SDP3), 2005.
- [37] A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen et al, CIRP Annals – Manufacturing Technology 57 (2008) 716-735.
- [38] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Progress in Materials Science 45(2000) 103-189.
- [39] Cheng Xu, Minoru Furukawa, Zenji Horita, Terence G.Langdon, journal of alloys and Compounds 378 (2004) 27-34.

- [40] Ruslan Valiev, nature materials, VOL 3, August 2004.
- [41] Yutian T. Zhu, Terry C.Lowe, Terence G. Langdon, Scripta materialia 51(2004) 825-830.
- [42] Valiev RZ, editor. Ultrafine-grained materials prepared by severe plastic deformation, vol. 21, Annales de Chimie. Science des Materiaux, 1996, p. 369, Special issue.
- [43] Weertman JR. Mater Sci Eng 1993;A166:161.
- [44] Morris DG. In: Mechanical behavior of nanostructured materials. Switzerland: Trans Tech. Publ, 1998. p. 85.
- [45] R. Z. Valiev, Proceedings of the 9th International Conference on Material Forming ESAFORM, 2006, 1-9.
- [46] A. Yanagida, K. Joko, A. Azushima, J. of Materials Processing Technology, 201, 2008, 390-394.
- [47] M. Wakita, K. Kawano, T. Tomida, Proceedings of ISUGS, Kokura, Japan, 2007, 8-10.