



Evaluation of mechanical properties of ultrafine-grained pure titanium produced via warm ECAP process by concurrently utilizing casing and back pressure

Reza Naseri ^{*1}

1. Assistant Professor, Department of Mechanical Engineering, Technical and Vocational University (TVU), Tehran, Iran

Abstract

The application of the Equal Channel Angular Pressing (ECAP) process imposes severe plastic strains on the metallic billet. As a result of these imposed strains, the initially coarse grains are transformed into ultra-fine or nanostructured grains, and beneficial microstructural evolutions occur in the texture of the material, which lead to improvements in mechanical properties. In this study, commercially pure titanium (CP-Ti) BT1-0, as a hard-to-deform material, was placed inside a casing made of pure copper and subjected to four passes of warm ECAP at a temperature of 250°C in a 135° channel using route Bc, accompanied by the application of back pressure through extrusion in the end of die. The simultaneous effect of back pressure and the casing on the grain structure and mechanical properties of the target material, i.e., CP-Ti, was evaluated. Experimental results showed that the grain size was refined from 49 μm in the initial annealed state to 710 nm after four ECAP passes. The compressive yield and ultimate strength, and also compressive elongation changed from 267 MPa, 899 MPa, and 51.8 mm/mm in the non-ECAPed condition to 958 MPa, 1375 MPa, and 30.7 mm/mm after ECAP processes, corresponding to increases of 359% and 153%, and a decrease of 59%, respectively. The average Vickers hardness also increased from 163 Hv in the initial annealed state to 289 Hv after four ECAP passes, representing a 77% enhancement.

Keywords

Pure titanium
Warm ECAP process
Casing
Back pressure
Mechanical properties

Received: 12.06.2025

Revised: 06.05.2025

Accepted: 27.28.2025

*Corresponding Author

Reza Naseri

Email

rnaseri@tvu.ac.ir

1. Introduction

Titanium and its alloys are widely used in various industries such as aerospace, automotive, and biomedical due to advantages including low density, high specific strength, excellent corrosion resistance, low elastic modulus, high temperature resistance, good castability and weldability, relatively low cost, and most importantly, outstanding biocompatibility [1].

Metals and alloys such as titanium and magnesium, which possess a hexagonal close-packed crystal structure, as well as precipitation-hardenable alloys such as aluminum 7075, are considered hard-to-deform metals due to their low formability at low

temperatures and even at room temperature [2, 3]. When processes such as ECAP with high strains are applied to these metals at low temperatures, surface and subsurface defects, cracking, and fragmentation occur as a result of unstable plastic flow [4]. Previous studies have shown that these defects in the ECAP process can be mitigated by increasing the die channel angle, increasing the processing temperature, reducing the pressing speed, using a bimetallic sample with a casing, applying back pressure, and controlled annealing [5, 6].

In summary, in this research, warm ECAP at 250°C and a die channel angle of 135° was applied to BT1-

How to Cite this Article:

[1] R. Naseri, "Evaluation of mechanical properties of ultrafine-grained pure titanium produced via warm ECAP process by concurrently utilizing casing and back pressure," *Journal of Science and Technology in Mechanical Engineering*, Vol. 4, No. 2, pp. 47–63, 2025. [Online]. Available: <https://doi.org/10.22034/stme.2025.530050.1136> (in Persian)



0 CP-Ti inserted into a copper casing. By using an extrusion designed at the exit end of the channel (reducing the diameter from 15 mm to 10 mm) and placing a billet of pure aluminum in it, during the ECAP process, the extrusion force of the secondary material imposed a hydrostatic pressure referred to as back pressure on the titanium sample. The ECAP process was performed for four passes using route Bc, and the microstructure, compressive strength, and hardness were evaluated to investigate the simultaneous effects of warm temperature, back pressure, and the casing on the workability of CP-Ti. The compressive strength property was selected in order to examine the strength of the ultrafine-grained CP-Ti produced for potential application in compression-loaded components such as dental implants. The implementation of warm casing ECAP on CP-Ti accompanied by the simultaneous application of back pressure through the innovative method of end extrusion, resulting in successful execution of four passes of ECAP at 135° and the achievement of an ultrafine-grained structure with enhanced mechanical properties, represents the significant objectives and novelties of this study.

2. Materials and Experimental procedure

In this study, rods of CP-Ti BT1-0 were used as the core metal or billet and were press-fitted into tubular casings made of pure copper. For the back pressure material, a rod of pure Al 1070 was used due to its softness and easier plastic flow. In this method, to apply back pressure, an extrusion with a diameter reduction was designed at the exit end of the die channel. The force required to perform the extrusion results in a reaction force being applied to the ECAP specimen, known as back pressure [7].

The ECAP process was carried out at a warm temperature (not hot) of 250°C [8] using a hydraulic press with ram speed of 9 mm/s. The process was performed for up to four passes following route Bc [9]. After removing the casing from the processed material, it was observed that the four passes had been successfully applied, and no macroscopic evidence of surface cracks, subsurface defects, or noticeable fracture was present on the surface of the CP-Ti. Therefore, the titanium billet before ECAP and after the four passes of ECAP was subjected to mechanical and microstructural characterization. The microstructure evolution, compression

behavior and hardness of CP-Ti BT1-0 before and after the warm ECAP process under simultaneous application of back pressure and casing confinement was investigated according to the ASTM standards.

3. Results and Discussion

The microstructure of CP-Ti BT1-0 before and after four passes of casing ECAP accompanied by back pressure was examined using optical microscopy and is shown in Figure 1. A noticeable grain size reduction is clearly observable qualitatively in the images. The output of the MIP software indicates that the grain size decreased from 49 μm in the initial annealed state to 0.71 μm (equivalent to 710 nm), which confirms the ultrafine-grained structure of the material resulting from severe plastic deformation. Grain refinement accompanied by grain elongation along the flow direction indicates the application of a high-strain deformation process, which transformed the initially equiaxed grains into elongated secondary grains.

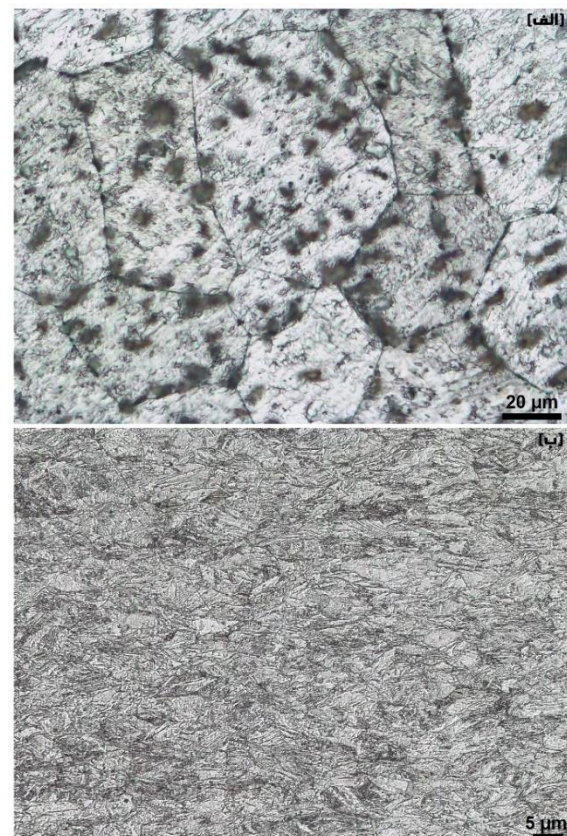


Figure 1: Optical microscopy (OM) images of CP-Ti BT1-0, (a) without ECAP (initial annealed condition), and (b) after four passes of warm casing ECAP with back pressure.

The engineering stress–strain curves obtained from the compression tests are presented in Figure 2. The results show that with the application of ECAP accompanied by the casing and back pressure, increasing the number of passes from 1 to 4 increases the compressive yield and ultimate strength of the material, while the percentage of compressive strain decreases. The yield strength (MPa), ultimate strength (MPa), and compressive strain (%) change from 267, 899, and 51.8% in the non-ECAPed condition to 958, 1375, and 30.7%, respectively, after four ECAP passes. As can be seen, increases of 153% and 359% were obtained in the compressive yield and ultimate strengths, respectively, along with a decrease of 59% in compressive strain. The trend of variations in yield strength, ultimate strength, and compressive strain during the compression tests can be observed in Figure 3.

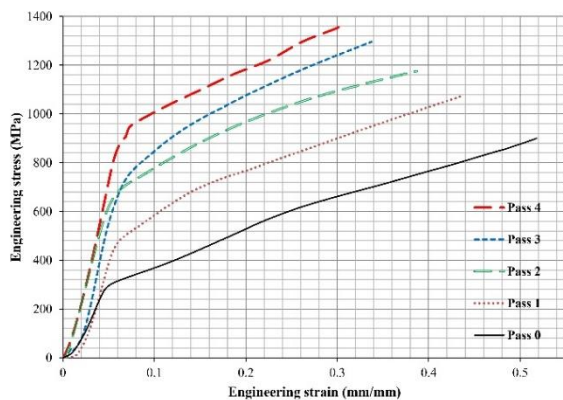


Figure 2: Engineering stress–strain curves from the compression test of CP-Ti BT1-0 before and after 1 to 4 passes of warm casing ECAP with back pressure.

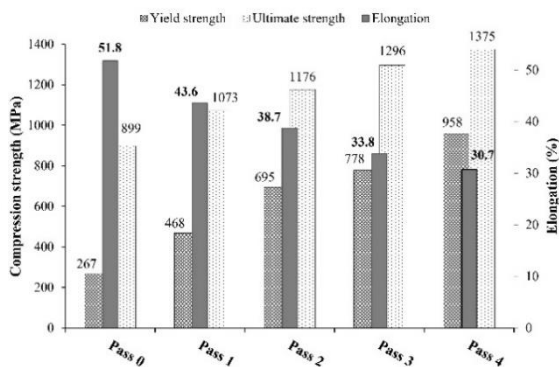


Figure 3: Variation trends of yield strength, ultimate strength, and compressive strain of CP-Ti BT1-0 during the compression test after four passes of the casing ECAP process with back pressure.

The prepared specimens were subjected to Vickers microhardness testing before and after 1 to 4 passes of the ECAP process. The results showed that increasing the number of passes increased the average hardness across the mid-section of the billet, and the hardness values increased from 163 Vickers (Hv) for the non-ECAPed (initial annealed) state to 223, 252, 278, and 289 Vickers for passes 1 through 4, respectively. A 77% increase is evident from the non-ECAPed state to the four-pass ECAP state. Figure 4 shows the hardness evolution of CP-Ti BT1-0 before and after the ECAP passes.

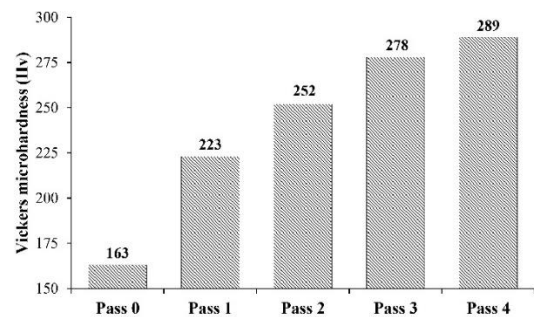


Figure 4: Trends of Vickers microhardness increase in BT1-0 samples before and after 1 to 4 passes of warm casing ECAP with back pressure.

The improvement in mechanical properties, including strength and hardness, can be attributed to the simultaneous effects of severe plastic deformation by warm ECAP, the use of the casing, and the application of back pressure in optimizing microstructural evolutions and increasing the rate of ultrafine grain formation. In addition to the increased imposed plastic strain and the resulting significant grain refinement, optimized microstructural transformations (including the formation of mechanical twins, shear bands, lamellar structures, and complex band intersections, as well as increased dislocation density, accumulation, and the increased fraction of high-angle grain boundaries) due to severe plastic deformation by ECAP lead to improved mechanical properties, which are further enhanced by the use of the casing and back pressure [7, 10].

4. Conclusion

- The successful application of four ECAP passes on CP-Ti, resulting in an approximate total average strain of about 1.84 in this hard-to-deform material without observable defects or noticeable

damage, indicates an improvement in the workability of the material due to the simultaneous application of back pressure and the use of a casing. This effect is mainly attributed to the increase in hydrostatic pressure and the reduction of fracture-related stress effects.

- Microstructural analyses showed that the grains transformed from the initially coarse equiaxed state (49 μm) to an ultrafine elongated secondary structure (710 nm).
- Evaluation of the stress–strain curves from compression testing on the initially annealed titanium samples and those processed through 1 to 4 ECAP passes indicates a significant enhancement in compressive yield and ultimate strength, along with a relative decrease in compressive strain. Quantitatively, the yield strength (MPa), ultimate strength (MPa), and compressive strain (%) changed from 267, 899, and 51.8% in the non-ECAPed (annealed) state to 958, 1375, and 30.7%, respectively, after four ECAP passes, corresponding to increases of 359% and 153% in yield and ultimate strengths, and a decrease of 59% in compressive strain.
- The Vickers microhardness assessment of the mid-section of the titanium billets showed that the average hardness value increased from 163 Hv in the initial annealed state to 289 Hv after four ECAP passes, representing a 77% improvement.

5. References

- [1] M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, and A. K. Gogia, "Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—a review," *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 54, No. 3, pp. 397–425, May 2009. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.pmatsci.2008.06.004](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004).
- [2] M. R. Roshan, S. A. J. Jahromi, and R. Ebrahimi, "Predicting the critical pre-aging time in ECAP processing of age-hardenable aluminum alloys," *J. Alloys Compd.*, Vol. 509, No. 30, pp. 7833–7839, Aug. 2011. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.jallcom.2011.05.065](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.05.065).
- [3] M. H. Shaeri, F. Djavanroodi, M. Sedighi, S. Ahmadi, M. T. Salehi, and S. H. Seyyedein, "Effect of copper tube casing on strain distribution and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing," *J. Strain Anal. Eng. Des.* Vol. 48, No. 8, pp. 512–521, Dec. 2013. [Online]. Available: doi: [10.1177/0309324713495251](https://doi.org/10.1177/0309324713495251).
- [4] S. L. Semiatin, D. P. DeLo, V. M. Segal, R. E. Goforth, and N. D. Frey, "Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures," *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 30, No. 5, pp. 1425–1435, May 1999. [Online]. Available: doi: [10.1007/s11661-999-0155-7](https://doi.org/10.1007/s11661-999-0155-7).
- [5] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 51, No. 7, pp. 881–981, Sep. 2006. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.pmatsci.2006.02.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003).
- [6] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin, and T. G. Langdon, "The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys," *Acta Mater.* Vol. 55, No. 14, pp. 4769–4779, Sep. 2007. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.actamat.2007.04.019](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.04.019).
- [7] R. Naseri, "Experimental evaluation of back-pressure effect on workability and mechanical properties of commercially pure titanium in cold-ECAP process," *J. Solid Fluid Mech.*, Vol. 12, No. 6, pp. 67–81, 2023. (in Persian)
- [8] K. Hajizadeh, B. Eghbali, K. Topolski, and K. J. Kurzydowski, "Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region," *Mater. Chem. Phys.*, Vol. 143, No. 3, pp. 1032–1038, 2014. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.matchemphys.2013.12.047](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.12.047)
- [9] C. T. Wang, A. G. Fox, and T. G. Langdon, "Microstructural evolution in ultrafine-grained titanium processed by high-pressure torsion under different pressures," *J. Mater. Sci.*, Vol. 49, No. 19, pp. 6558–6564, 2014. [Online]. Available: doi: [10.1007/s10853-014-8412-0](https://doi.org/10.1007/s10853-014-8412-0).
- [10] V. M. Segal, "Materials processing by simple shear," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 197, No. 2, pp. 157–164, Jul. 1995. [Online]. Available: doi: [10.1016/0921-5093\(95\)09705-8](https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)09705-8).



ارزیابی خواص مکانیکی تیتانیوم خالص فوق ریزدانه تولیدشده توسط فرآیند ایکپ گرم با به کارگیری همزمان غلاف و فشار پستی

رضا ناصری^{۱*}

۱- استادیار، گروه مهندسی مکانیک، دانشگاه ملی مهارت، تهران، ایران

چکیده

به کارگیری فرآیند پرس کاری در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار موسوم به ایکپ (ECAP)، منجر به اعمال کرنش‌های شدید بر ماده‌ی فلزی بیلت می‌شود. در اثر وارد شدن این کرنش‌ها، دانه‌ها از حالت درشت‌دانه‌ی اولیه به فوق‌ریز دانه یا نانوساختار استحاله شده و تحولات میکرو ساختاری مفید در بافت ماده اتفاق می‌افتد که این دگرگونی‌ها به بهبود خواص مکانیکی می‌انجامد. در این تحقیق تیتانیوم خالص BT1-0 به‌عنوان یک ماده سخت‌کارپذیر در یک غلاف از جنس مس خالص قرار گرفته و تحت چهار گذر فرآیند ایکپ گرم با دمای ۳۰۰°C در کانال ۱۳۵ درجه و مسیر Bc همراه با اعمال فشار پستی توسط اکستروژن انتهایی قالب قرار گرفت و اثر هم‌زمان فشار پستی و غلاف بر ساختار دانه‌بندی و خواص مکانیکی ماده‌ی هدف یعنی تیتانیوم خالص بررسی شد. نتایج تجربی نشان داد که دانه‌ها از ۴۹ μm در حالت آنبیل شده‌ی اولیه به ۷۱۰ nm فوق ریزدانه پس از چهار گذر ایکپ تبدیل شدند. استحکام تسلیم فشاری، استحکام نهایی فشاری و تغییر طول نسبی فشاری از ۲۶۷ MPa، ۸۹۹ MPa و ۵۱/۸ mm/mm برای حالت ایکپ نشده به ۹۵۸ MPa، ۱۳۷۵ MPa و ۳۰/۷ mm/mm برای حالت چهار گذر ایکپ شده تغییر یافته و به ترتیب به میزان ۳۵۹٪ افزایش، ۱۵۳٪ افزایش و ۵۹٪ کاهش یافتند. مقدار سختی ویکرز میانگین هم با افزایش از ۱۶۳ Hv برای حالت آنبیل شده‌ی اولیه به ۲۸۹ Hv بعد از اعمال چهار گذر ایکپ، به میزان ۷۷٪ ارتقا یافته است.

کلمات کلیدی

تیتانیوم خالص
فرآیند ایکپ گرم
غلاف
فشار پستی
خواص مکانیکی

دریافت مقاله: ۱۴۰۴/۰۳/۲۲

بازنگری مقاله: ۱۴۰۴/۰۵/۱۵

پذیرش مقاله: ۱۴۰۴/۰۶/۰۵

*نویسنده مسئول

رضا ناصری

ایمیل

rnaseri@tvu.ac.ir

۱- مقدمه

می‌گردد [۳ و ۴]. از این رو استفاده از فلزات خالص زیست‌سازگار که دارای استحکام مکانیکی مناسبی باشند در صنعت پزشکی رو به افزایش است. تیتانیوم خالص به دلیل خواص زیست‌سازگاری عالی، جزء اولین گزینه مهندسان پزشکی است ولی استحکام استاتیکی و دینامیکی پایینی دارد [۱ و ۳ و ۵].

تیتانیوم و آلیاژهای آن به دلیل مزایایی نظیر چگالی پایین، استحکام مخصوص بالا، مقاومت خوردگی بی‌نظیر، مدول الاستیسیته پایین، مقاومت دمایی بالا، قابلیت ریخته‌گری و جوشکاری خوب، قیمت نسبتاً پایین و مهم‌تر از همه زیست‌سازگاری عالی به‌طور وسیعی در صنایع مختلف نظیر هوافضا، خودروسازی و بایوپزشکی مورد استفاده واقع می‌شوند [۱-۳]. آلیاژهای تیتانیوم نظیر آلیاژ پر کاربرد Ti-6Al-4V به دلیل وجود درصد قابل توجهی از عناصر آلیاژی مضر نظیر آلومینیم و وانادیوم به هنگام استفاده در صنعت پزشکی به‌عنوان ایمپلنت‌های دندان‌ی و ارتوپدیک با آزادسازی یونی در بدن منجر به ایجاد بیماری‌های عصبی، آلزایمر، سرطان، التهابات پوستی، استخوان نرمی و دیگر امراض

How to Cite this Article:

[1] R. Naseri, "Evaluation of mechanical properties of ultrafine-grained pure titanium produced via warm ECAP process by concurrently utilizing casing and back pressure," *Journal of Science and Technology in Mechanical Engineering*, Vol. 4, No. 2, pp. 47-63, 2025. [Online]. Available: <https://doi.org/10.22034/stme.2025.530050.1136> (in Persian)



اعمال فشار پستی^{۱۴} و آنیل کنترل شده برطرف کرد [۶ و ۱۳ و ۱۴ و ۱۶-۲۱].

هر کدام از روش‌های ذکر شده جهت سیلان مواد سخت کارپذیر طی فرآیند ایکپ، دارای مزایا و معایبی هستند. افزایش زاویه کانال از مقدار کرنش وارده کاسته و نیاز به اعمال گذرهای بیشتر را ایجاد می‌کند. ایکپ دما بالا (داغ^{۱۵}) به دلیل مکانیزم تبلور مجدد دینامیکی^{۱۶} و ممانعت از پالایش مناسب دانه‌ها، راه حل چندان مناسبی نیست. ایکپ گرم^{۱۷} دارای معایب ایکپ سرد^{۱۸} و داغ نبوده و صرفاً با مکانیزم بازبایی دینامیکی^{۱۹}، از حیث تحولات میکروساختاری و بهبود خواص مکانیکی راندمان مناسبی دارد. کاهش سرعت پرس کاری منجر به طولانی شدن عملیات شکل‌دهی خواهد شد ولی مزایای قابل توجهی دارد که در همه فرآیندها الزاماً در نظر گرفته می‌شود. آنیل کنترل شده از سهولت عملیات کاسته و هزینه‌های بالایی را تحمیل می‌کند [۶ و ۲۲]. غلاف و فشار پستی با ایجاد تنش هیدرواستاتیک در منطقه تغییر شکل، احتمال تغییر شکل پلاستیکی شدید را افزایش داده با بالابردن کرنش و همگنی توزیع آن، به ایجاد میکروساختار ریزدانه‌تر و همگن‌تر و بالطبع ارتقای خواص مکانیکی کمک می‌کنند [۱۶ و ۱۹].

مکانیزم اصلی اثر غلاف در دو جنبه کلیدی نهفته است: اولاً، غلاف با محصور کردن بیلت اصلی، منجر به افزایش مؤلفه تنش هیدرواستاتیک^{۲۰} در منطقه تغییر شکل می‌شود [۱۲ و ۲۳]. این افزایش فشار هیدرواستاتیک، شروع و رشد ترک‌ها و حفره‌ها را در ماده اصلی به شدت مهار کرده و به این ترتیب، امکان اعمال تغییر شکل‌های پلاستیک بزرگ‌تر را بدون شکست فراهم می‌آورد [۲۴]. ثانیاً، غلاف می‌تواند به کاهش اصطکاک بین بیلت و دیواره‌های قالب کمک کند، به خصوص اگر ماده غلاف دارای ضریب اصطکاک پایین‌تری باشد و یا به عنوان یک لایه روان‌کننده عمل کند. این کاهش اصطکاک منجر به جریان یکنواخت‌تر ماده و کاهش تنش‌های برشی غیرمطلوب می‌شود که به بهبود همگنی ریزساختار و خواص مکانیکی نهایی بیلت ایکپ شده کمک می‌کند [۱۶ و ۱۲]. ثابت شده است که استفاده از غلاف با

ایکپ (ECAP^۱) به عنوان یکی از مهم‌ترین و پرکاربردترین فرآیندهای تغییر شکل پلاستیکی شدید (SPD^۲) شناخته می‌شود که به دلیل به کارگیری نسبتاً آسان، هزینه عملیات پایین و بازدهی بالا بسیار مورد توجه است. در این فرآیند ماده فلزی (بیلت) تحت فشار پرس از دو کانال هم‌مقطع متقاطع عبور کرده و در هنگام عبور از محل تقاطع دو کانال، تحت تنش برشی شدید و بالطبع کرنش پلاستیک بسیار زیاد قرار می‌گیرد. این کرنش پلاستیک بالا منجر به تحولات میکروساختاری مفید در ماده خواهد شد. در این فرآیند طی اعمال چندین گذر^۳ عملیات، ماده فلزی درشت‌دانه (CG^۴) اولیه به صورت فوق ریزدانه (UFG^۵) و یا نانو کریستال (NC^۶) با اندازه دانه‌های در محدوده‌ی میکرو و حتی نانو استحاله شده و بر اساس رابطه‌ی Hall-Petch استحکام استاتیکی و دینامیکی آن در اثر کاهش اندازه دانه، افزایش چشمگیر می‌یابد. تحولات میکروساختاری درون دانه‌ای نظیر تبدیل مرز دانه‌های زاویه پایین (LAGBs^۷) به مرز دانه‌های زاویه بالا (HAGBs^۸)، تشکیل دوقلویی‌های مکانیکی، افزایش چگالی، حرکت، انباشت و قفل‌شدگی نابجایی‌ها^۹، تشکیل ساختارهای لایه‌ای، نوارهای برشی و باندهای پیچیده متقاطع و غیره نیز بر ارتقای خواص مکانیکی و متالورژیکی ماده مؤثر هستند [۶-۱۰].

فلزات و آلیاژهایی مانند تیتانیوم و منیزیم که دارای سیستم کریستالی شش وجهی فشرده (HCP^{۱۰}) هستند و همچنین آلیاژهای با قابلیت پیرسختی^{۱۱} بالا نظیر آلومینیم ۷۰۷۵، به دلیل قابلیت شکل‌پذیری پایین در دماهای پایین و حتی دمای محیط به عنوان فلزات سخت‌کارپذیر^{۱۲} شناخته می‌شوند [۱۱-۱۴]. در صورتی که بر این فلزات، عملیاتی نظیر ایکپ با کرنش‌های بالا در دمای پایین وارد آید، به دلیل سیلان ناپایدار، عیوب سطحی و زیرسطحی، ترک‌خوردگی و تکه‌تکه‌شدگی در آنها اتفاق می‌افتد [۱۱، ۱۴ و ۱۵]. پژوهش‌های صورت گرفته نشان می‌دهد که می‌توان این عیوب را در فرایند ایکپ با افزایش زاویه کانال قالب، افزایش دمای فرایند، کاهش سرعت پرسکاری، استفاده از نمونه دوفلزی با بکارگیری غلاف^{۱۳} پیرامون بیلت،

¹¹ Age Hardening

¹² Difficult-to-work alloys

¹³ Casing

¹⁴ Back pressure

¹⁵ Hot ECAP (0.5 Tm < T < 0.8 Tm, Tm: Melting temperature)

¹⁶ Dynamic recrystallization

¹⁷ Warm ECAP (0.3 Tm < T < 0.5 Tm, Tm: Melting temperature)

¹⁸ Cold ECAP (RT: Room temperature)

¹⁹ Dynamic recovery

²⁰ Hydrostatic stress

¹ Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

² Severe Plastic Deformation (SPD)

³ Pass

⁴ Coarse grain (CG)

⁵ Ultra-Fine Grains (UFG)

⁶ Nano-Crystalline (NC)

⁷ Low Angle Grain Boundaries (LAGBs)

⁸ High Angle Grain Boundaries (HAGBs)

⁹ Dislocations

¹⁰ Hexagonal Close Packed (HCP)

ضخامت مناسب (عدم استفاده از غلاف با ضخامت بالا [۱۹ و ۲۵]) منجر به کاهش نیروی شکل‌دهی، افزایش سطح منطقه تغییر شکل، افزایش تعداد گذرهای قابل انجام، افزایش کرنش متوسط، افزایش سختی متوسط، بهبود همگنی میکروساختار و ارتقای استحکام مکانیکی می‌گردد [۱۲، ۱۹]. کاهش اندازه دانه، افزایش نرخ پالایش دانه‌ها، یکنواخت شدن توزیع کرنش و ساختار دانه‌بندی، جلوگیری از ترک سطحی و بالطبع تولید مواد بدون نواقص سطحی، افزایش خواص مکانیکی و کاهش پراکندگی خواص مکانیکی نظیر سختی از دیگر مزایای استفاده از غلاف در فرآیند ایکپ است [۷ و ۱۶-۱۹].

در مورد به‌کارگیری غلاف در فرآیند ایکپ، ایوانی و همکارانش [۲۶] در سال ۲۰۰۷ اولین بار این روش مبتکرانه را برای تولید میله‌های دوفلزی با استفاده از فرآیند ایکپ معرفی کردند. در سال ۲۰۱۱، زبردست و همکارانش [۲۷] نشان دادند که میله دوفلزی آلومینیم-مس می‌تواند با استفاده از فرآیند ایکپ سرد و جوش سرد دو ماده تولید شود. جوانرودی و همکارانش [۲۸]، در سال ۲۰۱۲، از روش جدیدی به نام پوشش لوله غلافی (CCT¹) برای افزایش همگنی و توزیع کرنش در مواد ایکپ شده استفاده کردند. در مطالعه‌ای مشابه، شاعری و همکارانش [۱۲] تأثیر غلاف مسی را بر توزیع کرنش و خواص مکانیکی آلومینیم سری هفت ایکپ شده بررسی کردند. پژوهش آن‌ها نشان داد که با افزایش ضخامت غلاف، همگنی کرنش بهبود یافته و همچنین سختی و استحکام نمونه‌ها افزایش می‌یابد. ناصری و همکارانش [۱۶] هم در سال ۲۰۱۶، اثر غلاف را بر یکنواختی کرنش و خواص مکانیکی آلومینیم ۷۰۷۵ غلاف شده با مس به‌صورت تجربی و عددی بررسی کردند. نتایج آن‌ها افزایش قابل توجه در مقدار کرنش، بهبود همگنی کرنش و ارتقای خواص مکانیکی را نشان داد.

اعمال فشار پستی در فرآیند ایکپ به‌عنوان یک تکنیک بسیار مؤثر برای بهبود قابلیت شکل‌پذیری مواد، به‌ویژه آن‌هایی که در شرایط معمول دچار ترک‌خوردگی یا گسیختگی می‌شوند، مطرح است. در این روش، علاوه بر نیروی فشاری اصلی که بیلت را به داخل قالب هدایت می‌کند، یک نیروی فشاری اضافی به‌صورت کنترل‌شده از انتهای کانال خروجی قالب به نمونه اعمال می‌گردد. مکانیزم اصلی اثر فشار پستی، افزایش قابل توجه مؤلفه تنش هیدرواستاتیک در منطقه تغییر شکل است [۲۹-۳۱]. فشار هیدرواستاتیک نیروهای کششی را بدون آنکه بر میزان تنش برشی اثر بگذارد؛ کاهش می‌دهد. از این‌رو تمایل به

ترک‌خوردگی را کاهش داده و قابلیت شکل‌پذیری ماده را ارتقا می‌دهد. افزایش تنش هیدرواستاتیک باعث می‌شود که پدیده‌های مؤثر بر زوال مانند ایجاد و رشد حفره‌ها و ترک‌ها به‌شدت سرکوب شوند. این مهم به ماده اجازه می‌دهد تا مقادیر بیشتری از کرنش پلاستیک را بدون تجربه‌ی شکست تحمل کرده و در نتیجه، امکان انجام تعداد گذرهای بیشتر و دستیابی به دانه‌های فوق ریزدانه را فراهم آورد [۱۹، ۲۳]؛ به عبارت دیگر فشار پستی، منجر به بهبود چشمگیر کارپذیری^۲ به‌عنوان حد یک ماده در تحمل کرنش بدون ایجاد عیوب و نقایص سطحی و عمقی در مقیاس میکرو و میکرو، می‌گردد [۳۲]. علاوه بر این، فشار پستی می‌تواند با پر کردن قوس خارجی کانال (زاویه گوشه) و رفع منطقه‌ی مرده به همگن‌سازی سیلان ماده و توزیع کرنش یکنواخت در سراسر مقطع بیلت کمک کند، که این امر منجر به تشکیل میکروساختار همگن‌تر و خواص مکانیکی بهبود یافته در ماده نهایی می‌گردد [۱۹ و ۳۳]. ثابت شده است که فشار پستی بر میزان ریزش‌دگی دانه‌ها تأثیر چشمگیری دارد ولی پژوهش‌های بیشتری نیاز است تا دقیق مشخص گردد که ریزش‌دگی دانه‌ها در اثر فشار پستی به دلیل تغییر الگوی سیلان فلزی در هنگام تغییر شکل است یا اینکه فشار اعمالی معکوس مستقیماً در تحولات میکروساختاری نقش دارد [۶ و ۳۳ و ۳۴].

مطالعاتی بر اثر فشار پستی در فرآیند ایکپ مواد سخت کارپذیر، انجام شده است. اثر دما و فشار پستی بر میکروساختار تیتانیوم خالص توسط راب و همکارانش در سال ۲۰۰۴ [۳۵] بررسی شد. تحقیقات آن‌ها نشان داد که فشار پستی حتی با کاهش دما هم می‌تواند به ارتقای شکل‌پذیری ماده و تحمل کرنش‌های بالاتر و ساختار با مقیاس نانو بیانجامد. چروینسکی و همکارانش در سال ۲۰۱۱ [۳۶]، با اعمال فشار کنترل‌شده در ایکپ گرم/داغ تیتانیوم خالص، بهبود عمر خستگی و شکل‌پذیری آن را بررسی کردند. در سال ۲۰۱۳، استرین و همکارانش [۳۷] با ایکپ گرم تیتانیوم خالص با اعمال هم‌زمان فشار پستی، خواص مکانیکی و زیست‌سازگاری^۳ ماده را جهت استفاده در صنعت پزشکی بررسی کردند. نشان داده شد که با اعمال این فرآیند، نانوساختار با خواص مکانیکی ارتقا یافته همراه با زیست‌سازگاری عالی به دست می‌آید. جاگر و همکارانش در سال ۲۰۱۵ [۳۸]، با ایکپ سرد تیتانیوم خالص همراه با اعمال فشار پستی، به‌اندازه دانه بسیار ریز نانوساختاری دست یافتند.

³ Biocompatibility

¹ Covered Tube Casing (CTC)

² Workability

نمونه‌های دو-ماده‌ای فلزی است [۱۲ و ۱۶ و ۲۸]. میلگردهایی از جنس تیتانیوم خالص BT1-0 به‌عنوان فلز هسته یا بیلت درون غلاف‌هایی لوله‌ای شکل از جنس مس خالص به‌صورت انطباق پرسی با تیرانس تقریبی $1/100 \pm$ میلی‌متر جا زده شدند. طول و قطر بیلت تیتانیومی به ترتیب ۹۰ و ۱۰ میلی‌متر و طول، قطر خارجی و قطر داخلی غلاف مسی به ترتیب برابر با ۹۰، ۱۵ و ۱۰ میلی‌متر می‌باشد. در شکل ۱ نمایی شماتیک و ابعادگذاری شده از نمونه‌ی دو-فلزی قبل از اعمال فرآیند ایکپ نشان داده شده است. برای ماده فشار پستی از میلگردی با جنس آلومینیم خالص ۱۰۷۰ به دلیل نرمی و سیلان راحت‌تر و به طول و قطر به ترتیب برابر با ۱۰۰ و ۱۵ میلی‌متر استفاده گردید. در این روش جهت اعمال فشار پستی از یک اکستروژن با کاهش قطر از ۱۵ به ۱۰ میلی‌متر در انتهای کانال خروجی قالب استفاده شد. نیروی موردنیاز جهت انجام اکستروژن منجر به اعمال نیروی برگشتی به نمونه ایکپ تحت عنوان فشار پستی خواهد شد [۱۹].

ترکیب شیمیایی تیتانیوم خالص BT1-0، مس خالص و آلومینیم خالص ۱۰۷۰ با استفاده از روش اسپکترومتری نشری به دست آمد. بر اساس آزمون انجام‌شده، ترکیب شیمیایی تیتانیوم خالص تجاری، مس خالص و آلومینیم خالص ۱۰۷۰ برحسب درصد وزنی به‌صورت زیر به دست آمد:

- CP-Ti BT1-0 (Ti 99.27, Al 0.372, Fe 0.201, Mn 0.079, C 0.043, V 0.029)
- Pure Cu (Cu 99.92, Fe 0.027, Zn 0.024, Cd 0.008, Pb 0.005, Ag 0.003, Si 0.002)
- Al 1070 (Al 99.74, Fe 0.13, Sn 0.052, Mg 0.031, V 0.011, Ga 0.011, Zn 0.01, Mn 0.003, Ti 0.003, Si 0.002)

آنیل این نمونه‌ها قبل از اعمال فرآیند، برای حذف تنش‌های پسماند و همگن‌سازی و پایدار کردن میکروساختار انجام شد [۳۸]. بدین جهت، پیش از انطباق بیلت و غلاف، بیلت‌هایی از جنس تیتانیوم خالص به مدت ۱ ساعت در دمای 800°C در کوره قرار داده شده [۴۶] و [۴۷] و سپس در داخل کوره خاموش سرد شدند. با این عملیات حرارتی یک میکروساختار هم‌محور و همگن با میانگین اندازه دانه درشت ۴۹ میکرومتر برای ماده‌ی هدف یعنی تیتانیوم خالص BT1-0 به دست آمد [۴۸]. غلاف‌های ساخته‌شده از مس خالص نیز به مدت ۱ ساعت در دمای 600°C حرارت‌دهی و در داخل کوره خاموش سرد گشتند [۲۵]. میلگردهای فشار پستی از جنس آلومینیم ۱۰۷۰ نیز به

طی سالیان گذشته تحقیقات مناسبی در ایکپ دما پایین (سرد) [۷ و ۱۷ و ۱۸ و ۳۹، ۴۰] و دما بالا (گرم/داغ) [۴۱-۴۵] روی تیتانیوم خالص صورت گرفته است. عمده این پژوهش‌ها بر ارزیابی میکروساختاری، کارپذیری، بهبود خواص متالورژیکی و ارتقای خواص مکانیکی استاتیکی و دینامیکی نظیر سختی، رفتار کششی و فشاری، خستگی، خوردگی و خستگی-خوردگی متمرکز شده‌اند. در اکثر این تحقیقات یک یا نهایتاً دو پارامتر ایکپ نظیر دما، غلاف، فشار پستی، سرعت پرس‌کاری و غیره تغییر یافته و اثر آن بر کارپذیری و ایکپ موفق تیتانیوم خالص مورد بررسی واقع شد. ولی در این آزمون با به‌کارگیری هم‌زمان سه پارامتر مؤثر دمای گرم، غلاف و فشار پستی، اعمال فرآیند ایکپ موفق بر تیتانیوم خالص امکان‌سنجی گردید. به‌طور خلاصه، در این تحقیق، فرآیند ایکپ گرم در دمای 250°C درجه سانتی‌گراد و زاویه کانال 135° درجه، بر تیتانیوم خالص BT1-0 غلاف شده در لوله‌ای مسی اعمال شد. با استفاده از اکستروژن طراحی‌شده در انتهای کانال خروجی (کاهش قطر از ۱۵ به ۱۰ میلی‌متر) و قرار دادن یک بیلت از جنس آلومینیم خالص در آن، همراه با اعمال فرآیند ایکپ، نیروی ناشی از اکستروژن ماده‌ی ثانویه، فشاری هیدرواستاتیک تحت عنوان فشار پستی بر نمونه تیتانیومی وارد می‌آورد. فرآیند ایکپ طی چهار گذر در مسیر Bc انجام و میکروساختار، استحکام فشاری و سختی جهت بررسی اثر هم‌زمان دمای گرم، فشار پستی و غلاف در کارپذیری تیتانیوم خالص مورد ارزیابی قرار گرفت. خاصیت مکانیکی استحکام فشاری با هدف بررسی استحکام تیتانیوم خالص فوق ریزدانه تولیدشده جهت به‌کارگیری در کاربردهای تحت تنش فشاری نظیر ایمپلنت‌های دندان‌ی انتخاب شد. انجام فرآیند ایکپ گرم غلافی بر تیتانیوم خالص همراه با اعمال هم‌زمان فشار پستی با روش خلاقانه‌ی استفاده از اکستروژن انتهایی و در نتیجه اعمال موفق ۴ گذر ایکپ 135° درجه و دستیابی به ساختار فوق ریزدانه با خواص مکانیکی ارتقا یافته، از اهداف و نوآوری‌های قابل‌اعتنای این تحقیق است.

۲- مواد و روش‌ها

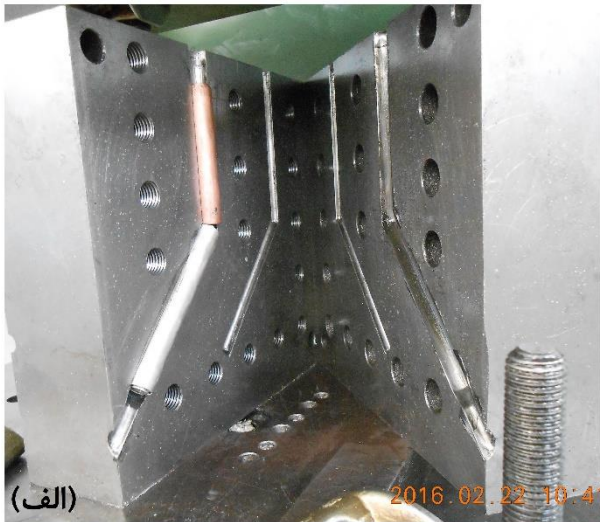
۲-۱- مواد

در این مطالعه از نمونه‌های دو-ماده‌ای^۱ به‌صورت ماده‌ی هدف (هسته^۲) و ماده‌ی فدا شونده (غلاف) جهت به‌کارگیری در فرآیند ایکپ استفاده شد. افزایش همگنی میکروساختار، بهبود یکنواختی توزیع کرنش مؤثر، ارتقای خواص مکانیکی و کاهش نیروی شکل‌دهی از دلایل استفاده از

² Core

¹ Bi-material specimens

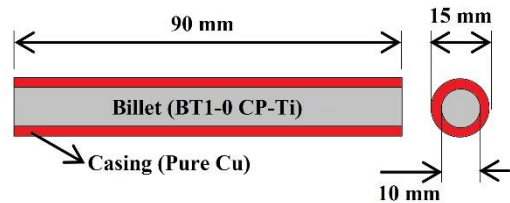
از پیکربندی قالب، پیش و بعد از اعمال فرآیند ایکپ گرم همراه با اعمال فشار پشتی نشان داده شده است.



شکل ۲: نمایی از پیکربندی قالب (الف) پیش و (ب) پس از اعمال فرآیند ایکپ گرم همراه با اعمال فشار پشتی

اثبات شده است که استفاده از مسیر BC، منجر به تشکیل سریع میکروساختار فوق ریزدانه و نانوساختار همگن و هم‌محور با مرزهای زاویه بالا می‌شود [۲۵ و ۵۱]. با عبور ماده در زاویه کانال و گوشه مذکور، در هر گذر جداگانه کرنشی حدود ۰/۴۶ بر نمونه اعمال می‌شود [۶]. بعد از جدا کردن غلاف‌ها از روی ماده‌ی هدف، نشان داده شد که ۴ گذر اعمال شده موفق بوده و هیچ نشانه ماکروسکوپیکی از ترک‌های سطحی، عیوب زیرسطحی و یا شکست محسوسی در سطح تیتانیوم خالص وجود ندارد. لذا بیلت تیتانیومی قبل و بعد از اعمال ۴ گذر ایکپ مورد بررسی خواص مکانیکی و میکروساختاری واقع شد.

مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۳۷۵°C گرمادهی و سپس در کوره خاموش سرد گردیدند [۱۸].



شکل ۱: نمایی شماتیک و ابعادگذاری شده از نمونه دو-فلزی ایکپ

۲-۲- فرآیند ایکپ

قالب ایکپ مورد استفاده دارای دو لنگه و چهار کانال با مقطع دایروی شکل است که از جنس فولاد ابزار گرمکار AISI 1.2714 ساخته و تا حدود RC ۵۲ سخت کاری شد. در این مطالعه صرفاً از کانال با قطر ۱۵ میلی‌متر، زاویه کانال ۱۳۵° و زاویه گوشه ۲۰° با قابلیت اکستروژن انتهایی با کاهش قطر از ۱۵ به ۱۰ میلی‌متر در انتهای کانال خروجی استفاده گردید. در اثر اکستروژن شدن ماده‌ی فشار پشتی (میلگرد آلومینیم خالص ۱۰۷۰)، نیروی معکوسی به انتهای نمونه دو-فلزی وارد می‌آید که نقش فشار پشتی بر ماده قطعه‌کار را در فرآیند ایکپ ایفا می‌کند. بررسی‌ها نشان داده است؛ در اثر اکستروژن میلگرد آلومینیم خالص که به ترتیب دارای کرنش نهایی، استحکام کششی تسلیم و استحکام کششی نهایی برابر با ۰/۳۳، ۶۱ MPa و ۸۹ MPa است؛ مقدار فشار پشتی ایجاد شده برابر با ۱۸۵ MPa خواهد بود که این مقدار از اختلاف نیروی شکل‌دهی در حالت ایکپ با و بدون فشار پشتی به دست آمده است [۱۹].

در این تحقیق، فرآیند ایکپ در دمایی گرم (نه داغ) برابر با ۲۵۰°C [۴۹] با استفاده از یک پرس هیدرولیک با ظرفیت اسمی ۶۰ تن و سرعت رم ۹ mm/s صورت گرفت. جهت اعمال دما بر تیتانیوم خالص، بیلت‌های تیتانیومی پیش از جازدن در غلاف در داخل کوره به دمای ۲۵۰+(۱۰-۱۵)°C رسانده شده و برای گذر اول به سرعت در غلاف‌ها به صورت پرسی انطباق‌دهی می‌گردند. برای گذرهای بعدی همراه با غلاف مسی به دمای مذکور رسانده می‌شود. سپس بی‌درنگ با استفاده از روانکار مولیکوت^۱ (روانکار پایه روغن معدنی فرموله شده با روانکارهای جامد مس، گرافیت و مواد سفید با تحمل دمایی تا ۶۵۰°C)، فرآیند ایکپ بر نمونه‌ها تا ۴ گذر در مسیر BC (چرخش در یک جهت به میزان ۹۰ درجه) [۵۰] اعمال می‌گردد. در شکل ۲ نمایی

¹ MOLYKOTE ® 1000 PASTE

کاربردی در ایمپلنت‌های دندان‌انی [۵۲-۵۴] انجام شد. از استاندارد ASTM E9-89 در دستگاه تک‌محوره‌ی Zwick Z-250 با نرخ کرنش 0.004 s^{-1} برای انجام آزمون فشار روی نمونه‌های استوانه‌ای با قطر $4/5 \text{ mm}$ و ارتفاع 8 mm با نسبت ارتفاع به قطر $1/78$ استفاده گردید [۵۵]. برای کاهش اثرات اصطکاکی نیز سطح تماس بین نمونه و فک‌های دستگاه با روانکار دی‌سولفید مولیبدن (MoS_2) روانکاری شد. کلیه آزمون‌ها در دمای محیط صورت گرفت و جهت صحت‌بخشی به نتایج از حداقل سه آزمون فشار استفاده گردید [۱۹].

سختی‌سنجی نمونه‌های تیتانیومی قبل و بعد از اعمال فرآیند ایکپ، بر طبق استاندارد ASTM E92 با استفاده از سختی‌سنج Buehler سری ۱۶۰۰ انجام و میانگین میکروسختی ویکرز (Hv) نمونه‌ها گزارش شد. نمونه‌ها مشابه مراحل صورت گرفته جهت آزمون متالوگرافی تا سطح شبه‌آینه آماده‌شده و سپس تحت بار 1 kgf و زمان بارگذاری 10 s قرار گرفتند. همچنین برای اعتباربخشی به نتایج از میانگین حداقل ۵ آزمون سختی جداگانه در هر نمونه استفاده گردید [۱۷ و ۱۹].

۳- نتایج و بحث

۱-۳- میکروساختار

میکروساختار تیتانیوم خالص BT1-0 پیش و پس از اعمال چهار گذر ایکپ غلافی همراه با به‌کارگیری فشار پشتی، توسط میکروسکوپ نوری بررسی و در شکل ۴ نشان داده شد. کاهش محسوس اندازه دانه به‌وضوح به‌صورت کیفی در تصاویر نمایان است. خروجی نرم‌افزار MIP نشان می‌دهد که اندازه دانه از $49 \mu\text{m}$ در حالت آنیل شده اولیه به $0.71 \mu\text{m}$ معادل 710 nm کاهش یافته است که این مهم بیانگر فوق ریزدانه‌ی ماده در اثر تغییر شکل پلاستیکی شدید است. ریزشدگی دانه‌ها همراه با کشیدگی آن‌ها در مسیر سیلان بیانگر اعمال فرآیند شکل‌دهی با کرنش بالا است که منجر به تحول دانه‌های هم‌محور^۵ اولیه به دانه‌های کشیده^۶ ثانویه گشت است. ثابت شده است که می‌توان بهبود خواص مکانیکی را علاوه بر کاهش اندازه دانه و اثر مستقیم رابطه‌ی Hall-Petch، به تحولات میکروساختاری درون دانه‌ای نظیر تشکیل ساختارهای لایه‌ای، نوارهای برشی، دوقلوبی‌های مکانیکی، افزایش چگالی، انباشت و قفل‌شدگی نابجایی‌ها، توسعه مرزدانه‌های

شکل ۳: نمایی از بیلت تیتانیومی جداشده از غلاف بعد از اعمال ۴ گذر موفق ایکپ گرم همراه با فشار پشتی را نشان می‌دهد.



شکل ۳: نمایی از بیلت تیتانیومی جداشده از غلاف بعد از اعمال ۴ گذر ایکپ گرم همراه با فشار پشتی

۲-۳- آزمون‌های تجربی

در این پژوهش، ارزیابی میکروساختار تیتانیوم خاص BT1-0 آنیل شده اولیه و ایکپ شده جهت بررسی تحولات میکروساختاری، تغییرات اندازه دانه و اثبات فوق ریزدانه‌ی ماده انجام شد. از آزمون‌های فشار و سختی هم برای بررسی ارتقای خواص مکانیکی ماده هدف از حالت درشت‌دانه اولیه به فوق ریزدانه نهایی بعد از اعمال فرآیند تغییر شکل پلاستیکی شدید استفاده گردید.

میکروساختار تیتانیوم خالص BT1-0 پیش و پس از اعمال فرآیند ایکپ گرم تحت اعمال هم‌زمان فشار پشتی و به‌کارگیری غلاف، با طی مراحل از متالوگرافی بررسی شد. ابتدا نمونه‌هایی از میانه‌ی بیلت و عمود بر راستای اکستروژن بریده شد و پس از مانع داغ، سنباده و پولیش شدند. بدین منظور از ورق‌های سنباده سیلیکون کارباید (SiC) شماره ۱۰۰، ۴۰۰، ۶۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰ و ۲۰۰۰ به ترتیب استفاده شد و سپس به‌صورت دستی و اتوماتیک توسط ذرات آلومینا $0.3 \mu\text{m}$ میکرومتر تا سطح شبه‌آینه صیقل‌کاری گردید. جهت نمایش مرزدانه‌ها، اچ نمونه‌های آماده‌شده با غوطه‌وری به مدت 70 ثانیه در محلولی محتوی آب مقطر، اسید فلئوریدریک و هیدروژن پراکساید با فرمولاسیون مشخص شده^۱ انجام و سطح نمونه‌ها بلافاصله بعد از شستشو با الکل با گرمای مستقیم خشک گردید. مرزدانه‌های خورده شده باعث نمایان شدن دانه‌ها هنگام مشاهده با استفاده از میکروسکوپ نوری (OM^2) مدل Olympus BX60M می‌گردد. سپس با روش جدایش خطی^۳ و با استفاده از نرم‌افزار تحلیل عکس MIP^4 و بر اساس استاندارد ASTM E 112-96 اندازه متوسط دانه‌ها با استفاده از تصاویر میکروساختار به دست آمد [۷ و ۳۹].

آزمون فشار برای بررسی میزان بهبود خواص مکانیکی تیتانیوم خالص BT1-0، قبل و بعد از اعمال فرآیند ایکپ با تمرکز بر اهداف

⁴ Microstructural Image Processing (MIP)

⁵ Equiaxed grains

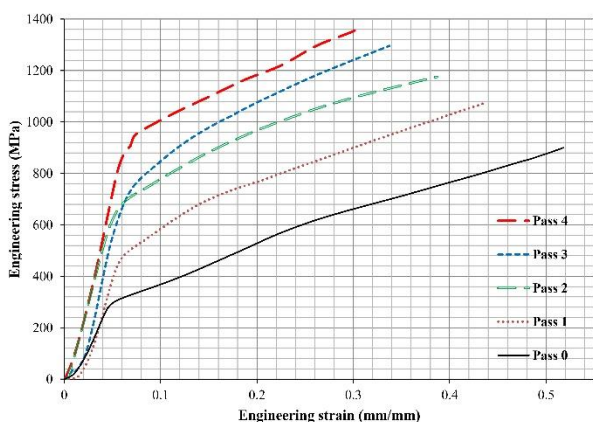
⁶ Elongated grains

¹ H_2O (100 mL) + H_2O_2 (35%) (5 mL) + HF (2 mL)

² Optical Microscopy (OM)

³ Line intercept method

منحنی‌های به‌دست‌آمده از حیث کیفی انطباق مناسبی با نتایج قبلی دارد [۵۸].

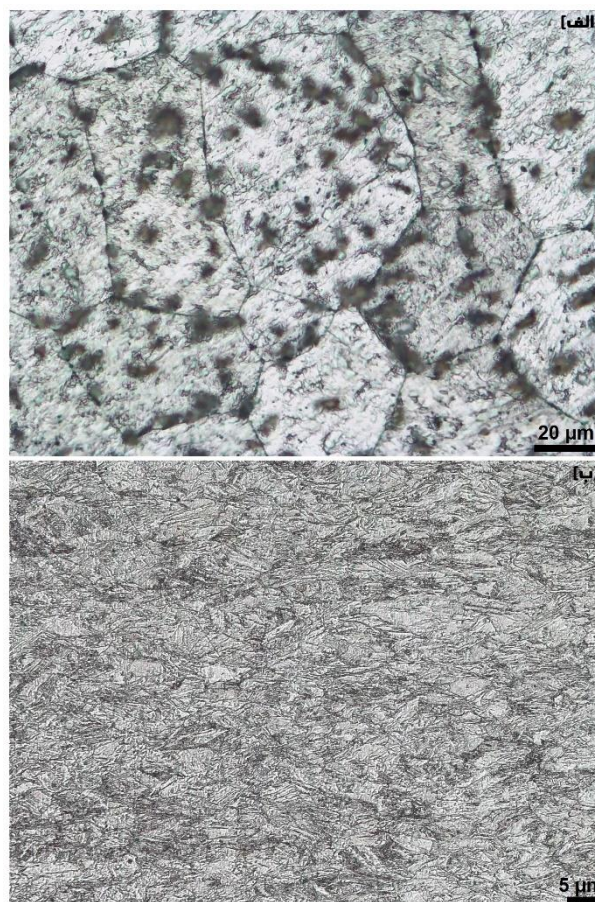


شکل ۵: منحنی تنش- کرنش مهندسی حاصل از آزمون فشار تیتانیوم خالص BT1-0 پیش و پس از اعمال گذرهای ۱ الی ۴ ایکپ گرم غلافی همراه با اعمال فشار پستی

نتایج نشان داده است که با اعمال فرآیند ایکپ همراه با غلاف و فشار پستی، با افزایش گذرها از ۱ تا ۴، بر استحکام فشاری تسلیم و نهایی ماده افزوده می‌شود ولی درصد تغییر طول نسبی کاهش می‌یابد. استحکام تسلیم (MPa)، استحکام نهایی (MPa) و تغییر طول نسبی (%) از ۲۶۷، ۸۹۹ و ۵۱/۸ برای حالت ایکپ نشده به ترتیب به ۹۵۸، ۱۳۷۵ و ۳۰/۷ برای حالت چهار گذر ایکپ شده می‌رسد. همان‌طور که مشخص است، ۱۵۳٪ و ۳۵۹٪ ارتقا به ترتیب برای استحکام تسلیم و نهایی فشاری و همچنین ۵۹٪ کاهش برای تغییر طول نسبی به‌دست‌آمده است. همچنین با مقایسه نتایج آزمون فشار مشاهده شد که در کرنش مشترک ۰/۳ در منطقه پلاستیک برای هر پنج حالت آنیل اولیه و گذرهای ۱ تا ۴، به ترتیب مقادیر تنش فشاری برابر با ۶۶۱/۵، ۸۹۹/۶، ۱۰۹۴/۱، ۱۲۴۱/۴ و ۱۳۵۳/۹ مگاپاسکال به دست آمد. این مهم نیز تأییدی مجدد بر ارتقای استحکام فشاری طی اعمال تغییر شکل پلاستیکی شدید مربوطه است.

بهبود استحکام فشاری طی این فرآیند قابل پیش‌بینی است چون ثابت شده است فشار پستی و غلاف با اعمال تنش‌های هیدرواستاتیک منجر به بهبود خواص مکانیکی ماده‌ی بیلت می‌گردند [۷ و ۱۶ و ۱۹]. لازم به ذکر است که میزان استحکام فشاری به‌دست‌آمده بعد از چهار گذر ایکپ تیتانیوم خالص BT1-0 برابر با ۱۳۷۵ MPa از مقدار استحکام فشاری تیتانیوم آلیاژی Ti-6Al-4V به میزان تقریبی ۱۳۰۰ MPa بیشتر بوده و از این حیث بسیار قابل توجه است. لذا تیتانیوم خالص فعلی با خواص زیست‌سازگاری بسیار بالا دارای استحکامی معادل با تیتانیوم آلیاژی با عیب عدم زیست‌سازگاری است که تیتانیوم

زاویه بالا، تشکیل باندهای پیچیده متقاطع و غیره نسبت داد [۳ و ۴۰ و ۵۶ و ۵۷].

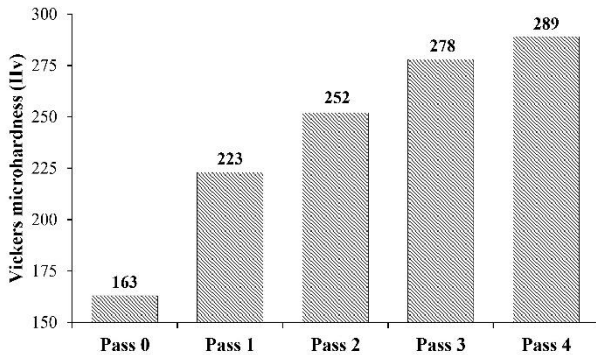


شکل ۴: تصویر میکروسکوپ نوری (OM) از تیتانیوم خالص BT1-0. (الف) ایکپ نشده (آنیل شده اولیه) و (ب) بعد از اعمال چهار گذر ایکپ گرم غلافی همراه با فشار پستی

۳-۲- استحکام فشاری

نمونه‌هایی از تیتانیوم BT1-0 در شرایط آنیل شده اولیه (ایکپ نشده) و گذرهای ۱ تا ۴ تحت آزمون فشار قرار گرفتند تا استحکام فشاری آن‌ها جهت به‌کارگیری در شرایط تحت تنش‌های فشاری نظیر ایمپلنت‌های دندانی مورد ارزیابی قرار گیرد. منحنی‌های تنش-کرنش مهندسی حاصل از این آزمون‌ها در شکل ۵ ارائه شده است. ارزیابی نمودارها نشان می‌دهد در همه منحنی‌ها یک حالت پایدار وجود داشته و افزایش یکنواختی در تنش سیلان ماده با افزایش کرنش در منطقه کرنش سختی مشاهده می‌شود. در حالت آنیل شده اولیه (گذر صفر)، تنش سیلان با طی یک محدوده وسیع پلاستیک (کرنش سختی) به پیک تنش یا تنش نهایی می‌رسد؛ این در حالی است که در مواد ایکپ شده محدوده کرنش سختی محدودتر است. مشاهده شده است که

فشار پستی به دست می‌آید که هر یک اثرات سازنده‌ای در بهبود خواص مکانیکی شامل استحکام تسلیم فشاری، استحکام نهایی فشاری و سختی داشته است.



شکل ۷: نمودار روند افزایش میکروسختی نمونه‌های BTI-0 پیش و پس از اعمال گذرهای ۱ الی ۴ ایکپ گرم غلافی همراه با اعمال فشار پستی

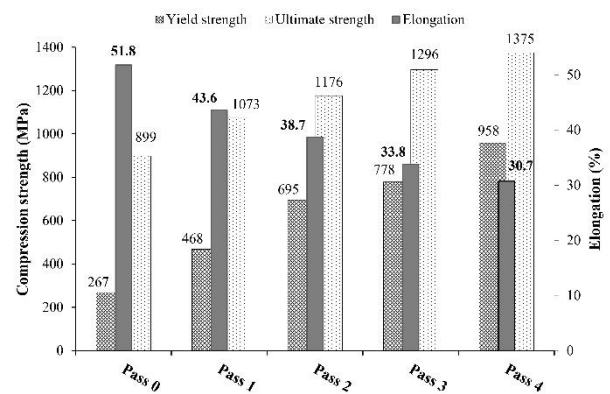
ارتقای خواص مکانیکی شامل استحکام و سختی را می‌توان به اثرات هم‌زمان تغییر شکل پلاستیکی شدید توسط ایکپ گرم، استفاده از غلاف و اعمال فشار پستی در بهینه‌سازی تحولات میکروساختاری و افزایش نرخ بالای فوق ریزدانه شدن دانه‌ها نسبت داد. علاوه بر افزایش کرنش پلاستیک وارده و بالطبع کاهش چشمگیر اندازه دانه‌ها، تحولات بهینه میکروساختاری (شامل تشکیل دوقلوبی‌ها، نوارهای برشی، ساختار لایه‌ای و باندهای پیچیده و همچنین افزایش و انباشت نابجایی‌ها و افزایش حجم مرزدانه‌های زاویه بالا) در اثر اعمال فرآیند تغییر شکل پلاستیکی شدید ایکپ [۷ و ۱۷ و ۴۰] منجر به بهبود خواص مکانیکی می‌گردد که بر این ارتقای خواص با به‌کارگیری غلاف و فشار پستی افزوده می‌شود. ثابت شده است که غلاف و فشار پستی با اعمال تنش‌های هیدرواستاتیک بر همگنی میکروساختار و یکنواختی توزیع کرنش افزوده و منجر به افزایش کارپذیری و بالا بردن تعداد گذرهای قابل انجام می‌شوند [۷ و ۱۶ و ۱۸ و ۱۹ و ۳۹ و ۵۹].

در ایکپ گرم نیز به دلیل فعال شدن مکانیزم‌های بازیابی، نسبت به حالت ایکپ سرد (دمای محیط)، توزیع نابجایی‌ها و کرنش یکنواخت‌تر، ساختار دانه‌بندی همگن‌تر، پایداری حرارتی ساختار بالاتر، تنش‌های پسماند کمتر و میزان شکل‌پذیری بیشتر است. ولی خواص مکانیکی شامل استحکام و سختی در سطح کمی پایین‌تری نسبت به ایکپ سرد قرار دارد که می‌توان با اعمال گذرهای بیشتر این نقیصه را جبران کرد. لذا اعمال ایکپ گرم بر مواد سخت کارپذیر^۱ نظیر تیتانیوم

خالص کار شده می‌تواند به‌عنوان جایگزین تیتانیوم آلیاژی در مصارف پزشکی مطرح باشد [۷ و ۳۹ و ۴۰]. نتایج به‌دست‌آمده از آزمون فشار برای مواد در شرایط ایکپ نشده و ایکپ شده در گذرهای ۱ الی ۴ در جدول ۱ نشان داده شده است. همچنین روند تغییر استحکام تسلیم، استحکام نهایی و تغییر طول نسبی طی آزمون فشار را می‌توان در شکل ۶ مشاهده کرد.

جدول ۱: استحکام تسلیم، استحکام نهایی و تغییر طول نسبی تیتانیوم خالص BTI-0 به‌دست‌آمده از آزمون فشار، قبل و بعد از اعمال چهار گذر فرآیند ایکپ غلافی همراه با فشار پستی

BTI-0	σ_y (MPa)	σ_y/σ_{y-P0}	σ_U (MPa)	σ_U/σ_{U-P0}	δ (%)	δ/δ_{P0}
Pass 0	۲۶۷	۱	۸۹۹	۱	۵۱/۸	۱
Pass 1	۴۶۸	۱/۷۵	۱۰۷۳	۱/۱۹	۴۳/۶	۰/۸۴
Pass 2	۶۹۵	۲/۶۰	۱۱۷۶	۱/۳۱	۳۸/۷	۰/۷۵
Pass 3	۷۷۸	۲/۹۱	۱۲۹۶	۱/۴۴	۳۳/۸	۰/۶۵
Pass 4	۹۵۸	۳/۵۹	۱۳۷۵	۱/۵۳	۳۰/۷	۰/۵۹



شکل ۶: روند تغییر استحکام تسلیم، استحکام نهایی و تغییر طول نسبی تیتانیوم خالص BTI-0 طی آزمون فشار با اعمال چهار گذر فرآیند ایکپ غلافی همراه با فشار پستی

۳-۳- سختی

نمونه‌های سختی آماده‌شده، پیش و پس از اعمال گذرهای ۱ الی ۴ فرآیند ایکپ، تحت آزمون میکروسختی ویکرز قرار گرفتند. نتایج نشان داد که با افزایش گذرها بر میانگین سختی ماده در سطح مقطع میانه‌ی بیلت افزوده‌شده و عددهای سختی از ۱۶۳ ویکرز (Hv) برای حالت ایکپ نشده (آنیل شده اولیه) به ۲۲۳، ۲۵۲، ۲۷۸ و ۲۸۹ ویکرز به ترتیب برای گذرهای ۱ تا ۴ ارتقا می‌یابد. ۷۷٪ افزایش از حالت ایکپ نشده تا چهارگذر ایکپ مشهود است. شکل ۷ نمودار افزایش سختی تیتانیوم خالص BTI-0 را پیش و پس از اعمال گذرهای ایکپ نشان می‌دهد. این مهم در اثر ایکپ گرم، استفاده از غلاف و اعمال هم‌زمان

¹ Hard workability

دوقلویی‌های مکانیکی، شکست و بازیابی دینامیکی دانه‌ها طی شکل‌دهی گرم و غیره نسبت داد.

ارزیابی منحنی‌های تنش- کرنش آزمون فشار روی نمونه‌های تیتانیومی آنیل شده اولیه و حاصل گذرهای ۱ تا ۴، نشان از ارتقای چشمگیر استحکام فشاری تسلیم و نهایی و کاهش نسبی تغییر طول نسبی فشاری دارد. نتایج کمی نشان داده است؛ استحکام تسلیم (MPa)، استحکام نهایی (MPa) و تغییر طول نسبی (%) با تغییر از ۲۶۷، ۸۹۹ و ۵۱/۸ برای حالت ایکپ نشده (آنیل شده اولیه) به ۹۵۸، ۱۳۷۵ و ۳۰/۷ برای حالت چهار گذر ایکپ شده به ترتیب به میزان ۳۵۹٪ افزایش، ۱۵۳٪ افزایش و ۵۹٪ کاهش داشته‌اند. لذا اثر به‌کارگیری هم‌زمان فشار پستی و غلاف بر بهبود خواص مکانیکی مشهود است.

▪ بررسی میکروسختی ویکرز سطح مقطع میانه‌ی بیلتهای تیتانیومی نشان داد که عدد میانگین سختی از ۱۶۳ Hv برای حالت آنیل شده اولیه به ۲۸۹ Hv بعد از اعمال چهار گذر ایکپ به میزان ۷۷٪ ارتقا یافته است. به دلیل ارتباط مستقیم سختی با استحکام استاتیکی، انتظار افزایش سختی طی فرآیند ایکپ وجود داشت و همان دلایل مکانیکی و ریزساختاری بر بهبود خواص مکانیکی بر این نتیجه هم مترتب است.

۵- منابع

- [1] M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, and A. K. Gogia, "Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—a review," *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 54, No. 3, pp. 397–425, May 2009. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.pmatsci.2008.06.004](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004).
- [2] H. J. Rack and J. I. Qazi, "Titanium alloys for biomedical applications," *Mater. Sci. Eng. C*, Vol. 26, No. 8, pp. 1269–1277, Sep. 2006. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.msec.2005.08.032](https://doi.org/10.1016/j.msec.2005.08.032).
- [3] P. S. Roodposhti, N. Farahbakhsh, A. Sarkar, and K. L. Murty, "Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol. 25, No. 5, pp. 1353–1366, May 2015. [Online]. Available: doi: [10.1016/S1003-6326\(15\)63734-7](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63734-7).
- [4] S. Nag, R. Banerjee, and H. L. Fraser, "Microstructural evolution and strengthening

خالص و آلیاژی با ساختار شبکه کریستالی HCP با احتمال موفقیت بالاتری همراه است [۶۰-۶۲].

به این دلایل، به‌کارگیری هم‌زمان غلاف و فشار پستی طی فرآیند ایکپ گرم منجر به شکل‌دهی موفق و بدون نقص بیلتهای تیتانیومی تا چهار گذر و اعمال کرنش بالاتر این ماده و بالطبع فوق ریزدانه شدن دانه‌ها، بهبود میکروساختار و ارتقای خواص مکانیکی در عین نگاه‌داشتن شکل‌پذیری شده است.

۴- نتیجه‌گیری

این پژوهش بر بررسی اثر هم‌زمان فشار پستی و به‌کارگیری غلاف در فرآیند ایکپ گرم تیتانیوم خالص متمرکز شده است. هدف از مطالعه، ارزیابی خواص مکانیکی استاتیکی و تحولات میکروساختاری ماده هدف یعنی تیتانیوم خالص بوده است. بیلتهایی از جنس تیتانیوم خالص از نوع BT1-0 در غلاف‌هایی از جنس مس خالص قرار داده شده و تحت ۴ گذر ایکپ گرم در دمای ۲۵۰°C و زاویه کانال ۱۳۵° طی مسیر Bc همراه با اعمال فشار پستی توسط عملیات اکستروژن بیلتهای ثانویه در کانال خروجی قرار گرفتند. با استفاده از آزمون‌های متالوگرافی، استحکام فشاری و سختی، نتایج کمی و کیفی زیر به‌دست‌آمده است:

- اعمال چهار گذر موفق ایکپ روی تیتانیوم خالص و اعمال تقریبی مجموعاً حدود ۱/۸۴ کرنش متوسط بر تیتانیوم خالص سخت‌کارپذیر، بدون وجود عیوب و نقایص مشهود، نشان از بهبود کارپذیری ماده با اعمال هم‌زمان فشار پستی و به‌کارگیری غلاف دارد. این مهم عمدتاً به افزایش فشار هیدرواستاتیک و کاهش اثر تنش‌های گسیختگی نسبت داده می‌شود.
- تحلیل‌های میکروساختاری تصاویر نوری میکروساختار تیتانیوم خالص، پیش و پس از اعمال چهار گذر ایکپ تحت شرایط مذکور نشان داد که دانه‌ها از حالت درشت‌دانه‌ی هم‌محور اولیه (۷۱۰ nm) به حالت فوق ریزدانه کشیده ثانویه (۴۹ μm) تبدیل شده‌اند. بر اساس رابطه Hall-Petch ارتقای خواص مکانیکی استاتیکی با کاهش محسوس اندازه دانه قابل پیش‌بینی است. این تحول میکروساختاری و بهبود خواص مکانیکی را می‌توان به اثر توأمان تنش‌های هیدرواستاتیک و تنش‌برشی بالا در افزایش چگالی مرزدانه‌های زاویه بالا، انباشت و قفل‌شدگی نابجایی‌ها، تشکیل باندهای برشی متقاطع،

of copper tube casing on strain distribution and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing," *J. Strain Anal. Eng. Des.* Vol. 48, No. 8, pp. 512–521, Dec. 2013. [Online]. Available: doi:

[10.1177/0309324713495251](https://doi.org/10.1177/0309324713495251)

[13] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin, and T. G. Langdon, "The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys," *Acta Mater.* Vol. 55, No. 14, pp. 4769–4779, Sep. 2007. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.actamat.2007.04.019](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.04.019)

[14] S. L. Semiatin, D. P. DeLo, V. M. Segal, R. E. Goforth, and N. D. Frey, "Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures," *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 30, No. 5, pp. 1425–1435, May 1999. [Online]. Available: doi: [10.1007/s11661-999-0155-7](https://doi.org/10.1007/s11661-999-0155-7)

[15] P. R. Cetlin, M. T. P. Aguilar, R. B. Figueiredo, and T. G. Langdon, "Avoiding cracks and inhomogeneities in billets processed by ECAP," *J. Mater. Sci.*, Vol. 45, No. 17, pp. 4561–4570, Sep. 2010. [Online]. Available: doi: [10.1007/s10853-010-4595-x](https://doi.org/10.1007/s10853-010-4595-x)

[16] R. Naseri, M. Kadkhodayan, and M. Shariati, "An experimental investigation of casing effect on mechanical properties of billet in ECAP process," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, pp. 1–14, 2016. [Online]. Available: doi: [10.1007/s00170-016-8701-5](https://doi.org/10.1007/s00170-016-8701-5)

[17] R. Naseri, H. Hiradfar, M. Shariati, and M. Kadkhodayan, "A comparison of axial fatigue strength of coarse and ultrafine grain commercially pure titanium produced by ECAP," *Arch. Civ. Mech. Eng.*, Vol. 18, No. 3, pp. 755–767, Sep. 2018. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.acme.2017.11.007](https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.11.007)

[18] R. Naseri, H. Hiradfar, M. Shariati, and M. Kadkhodayan, "Corrosion-fatigue resistance of ultrafine grain commercially pure titanium in simulated body fluid," *Proc. Inst. Mech. Eng. Part E: J. Process Mech. Eng.*, Vol. 237, No. 6, pp. 2181–2191, Jul. 2022. [Online]. Available: doi: [10.1177/09544089211045285](https://doi.org/10.1177/09544089211045285)

mechanisms in Ti–Nb–Zr–Ta, Ti–Mo–Zr–Fe and Ti–15Mo biocompatible alloys," *Mater. Sci. Eng. C*, Vol. 25, No. 3, pp. 357–362, May 2005. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.msec.2004.12.013](https://doi.org/10.1016/j.msec.2004.12.013).

[5] Y. J. Chen, Y. J. Li, J. C. Walmsley, S. Dumoulin, P. C. Skaret, and H. J. Roven, "Microstructure evolution of commercial pure titanium during equal channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 527, No. 3, pp. 789–796, Jan. 2010. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.msea.2009.09.005](https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.09.005).

[6] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 51, No. 7, pp. 881–981, Sep. 2006. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.pmatsci.2006.02.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003).

[7] R. Naseri, M. Kadkhodayan, and M. Shariati, "Static mechanical properties and ductility of biomedical ultrafine-grained commercially pure titanium produced by ECAP process," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol. 27, No. 9, pp. 1964–1975, Sep. 2017. [Online]. Available: doi: [10.1016/S1003-6326\(17\)60221-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60221-8).

[8] V. M. Segal, "Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 271, No. 1, pp. 322–333, 1999. [Online]. Available: doi: [10.1016/S0921-5093\(99\)00248-8](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00248-8).

[9] V. M. Segal, "Materials processing by simple shear," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 197, No. 2, pp. 157–164, Jul. 1995. [Online]. Available: doi: [10.1016/0921-5093\(95\)09705-8](https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)09705-8).

[10] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, and I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation," *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, No. 2, pp. 103–189, Jan. 2000. [Online]. Available: doi: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).

[11] M. R. Roshan, S. A. J. Jahromi, and R. Ebrahimi, "Predicting the critical pre-aging time in ECAP processing of age-hardenable aluminum alloys," *J. Alloys Compd.*, Vol. 509, No. 30, pp. 7833–7839, Aug. 2011. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.jallcom.2011.05.065](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.05.065)

[12] M. H. Shaeri, F. Djavanroodi, M. Sedighi, S. Ahmadi, M. T. Salehi, and S. H. Seyyedain, "Effect

- Mar. 2011. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.jmatprotec.2011.01.015](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.01.015)
- [28] F. Djavanroodi, M. Daneshlab, and M. Ebrahimi, "A novel technique to increase strain distribution homogeneity for ECAPed materials," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 535, pp. 115–121, 2012. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2012.01.037](https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.037)
- [29] P. W. J. Mckenzie and R. Lapovok, "ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 1: Microstructure," *Acta Mater.*, Vol. 58, No. 9, pp. 3198–3211, May 2010. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.actamat.2010.02.028](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.028)
- [30] P. W. J. Mckenzie and R. Lapovok, "ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 2: Mechanical properties and texture," *Acta Mater.*, Vol. 58, No. 9, pp. 3212–3222, May 2010. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.actamat.2010.02.029](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.029)
- [31] A. Panigrahi et al., "Effect of back pressure on material flow and texture in ECAP of aluminum," in *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, Vol. 63, No. 1, p. 012153, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1088/1757-899X/63/1/012153](https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012153)
- [32] B. Raddad, A. Frefer, M. Abdel-Rahman, and A. Tajouri, "Some aspects of workability of engineering materials," *TMS2013 Supplemental Proceedings*, pp. 593–600, 2013. [Online]. Available: doi:[10.7449/2013SP_593](https://doi.org/10.7449/2013SP_593)
- [33] K. Xia, J. T. Wang, X. Wu, G. Chen, and M. Gurvan, "Equal channel angular pressing of magnesium alloy AZ31," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 410, pp. 324–327, 2005. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2005.08.001](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.001)
- [34] V. V. Stolyarov, R. Lapovok, I. G. Brodova, and P. F. Thomson, "Ultrafine-grained Al–5 wt.% Fe alloy processed by ECAP with backpressure," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 357, No. 1, pp. 159–167, 2003. [Online]. Available: doi:[10.1016/S0921-5093\(03\)00451-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00451-0)
- [35] G. I. Raab, E. P. Soshnikova, and R. Z. Valiev, "Influence of temperature and hydrostatic pressure during equal-channel angular pressing on the microstructure of commercial-purity Ti," *Mater.*
- [19] R. Naseri, "Experimental evaluation of back-pressure effect on workability and mechanical properties of commercially pure titanium in cold-ECAP process," *J. Solid Fluid Mech.*, Vol. 12, No. 6, pp. 67–81, 2023. (in Persian)
- [20] N. Krasil Nikov, "Strength and ductility of copper subjected to equal-channel angular pressing with backpressure," *Russ. Metall.*, Vol. 3, p. 220, 2005. [Online]. Available: doi: [10.1007/s11182-005-0127-3](https://doi.org/10.1007/s11182-005-0127-3)
- [21] W. J. Kim and J. Y. Wang, "Microstructure of the post-ECAP aging processed 6061 Al alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 464, No. 1, pp. 23–27, Mar. 2007. [Online]. Available: doi: [10.1016/j.msea.2007.02.027](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.027)
- [22] R. Naseri, M. Kadkhodayan, and M. Shariati, "Theoretical analysis of equal channel angular pressing process by upper bound method and its experimental investigation in condition of circular cross-section channel," *Amirkabir J. Mech. Eng.*, Vol. 53, No. 8, pp. 4729–4744, 2021. doi: [10.22060/mej.2021.18754.6883](https://doi.org/10.22060/mej.2021.18754.6883). (in Persian)
- [23] R. Y. Lapovok, "The role of back-pressure in equal channel angular extrusion," *J. Mater. Sci.*, Vol. 40, pp. 341–346, 2005. [Online]. Available: doi:[10.1007/s10853-005-3372-8](https://doi.org/10.1007/s10853-005-3372-8)
- [24] T. G. Langdon, "Processing of ultrafine-grained materials using severe plastic deformation: Potential for achieving exceptional properties," *Rev. Metal.*, Vol. 44, No. 6, pp. 556–564, 2008. [Online]. Available: doi:[10.3989/revmetalm.08.065](https://doi.org/10.3989/revmetalm.08.065)
- [25] R. Naseri, M. Kadkhodayan, and M. Shariati, "The investigation of springback of UFG commercially pure titanium in three-point bending test," *Modares Mech. Eng.*, Vol. 16, No. 11, pp. 266–276, 2017. (in Persian)
- [26] A. R. Eivani and A. K. Taheri, "A new method for producing bimetallic rods," *Mater. Lett.*, Vol. 61, No. 19, pp. 4110–4113, 2007. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.matlet.2007.02.057](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.02.057)
- [27] M. Zebardast and A. K. Taheri, "The cold welding of copper to aluminum using equal channel angular extrusion (ECAE) process," *J. Mater. Process. Technol.*, Vol. 211, No. 6, pp. 1034–1043,

2015. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2015.02.023](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.023)
- [43] P. Rodriguez Calvillo and J. M. Cabrera, "Microstructure and mechanical properties of a commercially pure Ti processed by warm equal channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 625, pp. 311–320, 2015. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2014.12.079](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.079)
- [44] C. S. Meredith and A. S. Khan, "The microstructural evolution and thermo-mechanical behavior of UFG Ti processed via equal channel angular pressing," *J. Mater. Process. Technol.*, Vol. 219, pp. 257–270, 2015. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.jmatprotec.2014.11.015](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.11.015)
- [45] X. R. Yang et al., "Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of high strength biomedical TA4 pure titanium during multi-pass ECAP," *J. Mater. Res. Technol.*, Vol. 28, pp. 3976–3987, 2024. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.062>
- [46] W. J. Kim, C. Y. Hyun, and H. K. Kim, "Fatigue strength of ultrafine-grained pure Ti after severe plastic deformation," *Scr. Mater.*, Vol. 54, No. 10, pp. 1745–1750, 2006. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.scriptamat.2006.02.005](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.02.005)
- [47] M. Ebrahimi, K. H. Tabei, R. Naseri, and F. Djavanroodi, "Effect of flow-forming parameters on surface quality, geometrical precision and mechanical properties of titanium tube," *Proc. Inst. Mech. Eng. Part E*, Vol. 232, No. 6, pp. 702–708, 2018. [Online]. Available: doi:[10.1177/0954408917702227](https://doi.org/10.1177/0954408917702227)
- [48] R. Naseri, M. Shariati, and M. Kadkhodayan, "Effect of work-piece cross section on the mechanical properties of commercially pure titanium produced by Equal Channel Angular Pressing," *Modares Mech. Eng.*, Vol. 15, No. 6, pp. 157–166, 2015. (in Persian)
- [49] K. Hajizadeh, B. Eghbali, K. Topolski, and K. J. Kurzydowski, "Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region," *Mater. Chem. Phys.*, Vol. 143, No. 3, pp. 1032–1038, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.matchemphys.2013.12.047](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.12.047)
- Sci. Eng. A*, Vol. 387, pp. 674–677, 2004. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2004.08.042](https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.042)
- [36] A. Czerwinski, R. Lapovok, D. Tomus, Y. Estrin, and A. Vinogradov, "The influence of temporary hydrogenation on ECAP formability and low cycle fatigue life of CP titanium," *J. Alloys Compd.*, Vol. 509, No. 6, pp. 2709–2715, Mar. 2011. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.jallcom.2010.11.125](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.11.125)
- [37] Y. Estrin, H. E. Kim, R. Lapovok, H. P. Ng, and J. H. Jo, "Mechanical strength and biocompatibility of ultrafine-grained commercial purity titanium," *BioMed Res. Int.*, Vol. 2013, pp. 1–6, 2013. [Online]. Available: doi:[10.1155/2013/980572](https://doi.org/10.1155/2013/980572)
- [38] A. Jäger, V. Gärtnerova, and K. Tesař, "Microstructure and anisotropy of the mechanical properties in commercially pure titanium after equal channel angular pressing with back pressure at room temperature," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 644, pp. 114–120, 2015. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2015.06.009](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.06.009)
- [39] R. Naseri, H. Heirani, M. H. Mozaffari, and R. Babaei Spouei, "A comparison of corrosion behavior of coarse and ultrafine grain commercially pure titanium in simulated body fluid," *Iran. J. Mech. Eng. Trans. ISME*, Vol. 26, No. 1, 2025. (in Persian)
- [40] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, C. T. Wang, Y. Huang, and T. G. Langdon, "Processing of commercial purity titanium by ECAP using a 90 degrees die at room temperature," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 607, pp. 482–489, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2014.03.030](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.030)
- [41] A. Medvedev, H. P. Ng, R. Lapovok, Y. Estrin, T. C. Lowe, and V. N. Anumalasetty, "Comparison of laboratory-scale and industrial-scale equal channel angular pressing of commercial purity titanium," *Mater. Lett.*, Vol. 145, pp. 308–311, 2015. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.matlet.2015.01.007](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.01.007)
- [42] S. Zhang et al., "Effect of temperature on microstructural stabilization and mechanical properties in the dynamic testing of nanocrystalline pure Ti," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 634, pp. 64–70,

- multiple passes of ECAP at room temperature," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 527, No. 23, pp. 6335–6339, 2010. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2010.07.011](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.07.011)
- [57] M. Ebrahimi, M. H. Shaeri, R. Naseri, and C. Gode, "Equal channel angular extrusion for tube configuration of Al-Zn-Mg-Cu alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 731, pp. 569–576, 2018. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2018.07.025](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.025)
- [58] X. Y. Liu, X. C. Zhao, X. R. Yang, C. Xie, and G. J. Wang, "Compression deformation behaviours of ultrafine and coarse grained commercially pure titanium," *Mater. Sci. Technol.*, Vol. 29, No. 4, pp. 474–479, 2013. [Online]. Available: doi:[10.1179/1743284712Y.0000000272](https://doi.org/10.1179/1743284712Y.0000000272)
- [59] F. Fakheri, S. Pour-Ali, R. Tavangar, and R. Naseri, "Effect of ultrasonic assisted-ECAP processing on the microstructure, mechanical properties, and fluoride-induced corrosion performance of pure titanium," *Mater. Today Commun.*, Vol. 40, p. 109863, 2024. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.mtcomm.2023.109863](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.109863)
- [60] K. R. Gopi, H. Shivananda Nayaka, and S. Sahu, "Microstructural evolution and strengthening of AM90 magnesium alloy processed by ECAP," *Arab. J. Sci. Eng.*, Vol. 42, pp. 4635–4647, 2017. [Online]. Available: doi:[10.1007/s13369-017-2508-0](https://doi.org/10.1007/s13369-017-2508-0)
- [61] R. Jahadi, M. Sedighi, and H. Jahed, "ECAP effect on the micro-structure and mechanical properties of AM30 magnesium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 593, pp. 178–184, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2013.12.033](https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.033)
- [62] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, and R. Z. Valiev, "Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 343, No. 1, pp. 43–50, 2003. [Online]. Available: doi:[10.1016/S0921-5093\(02\)00387-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00387-9)
- [50] C. T. Wang, A. G. Fox, and T. G. Langdon, "Microstructural evolution in ultrafine-grained titanium processed by high-pressure torsion under different pressures," *J. Mater. Sci.*, Vol. 49, No. 19, pp. 6558–6564, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1007/s10853-014-8412-0](https://doi.org/10.1007/s10853-014-8412-0)
- [51] S. N. Alhajeri, N. Gao, and T. G. Langdon, "Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 528, No. 10, pp. 3833–3840, 2011. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2010.11.056](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.11.056)
- [52] A. V. Polyakov, L. Dluhoš, G. S. Dyakonov, G. I. Raab, and R. Z. Valiev, "Recent advances in processing and application of nanostructured titanium for dental implants," *Adv. Eng. Mater.*, Vol. 17, No. 12, pp. 1869–1875, 2015. [Online]. Available: doi:[10.1002/adem.201500139](https://doi.org/10.1002/adem.201500139)
- [53] C. N. Elias, D. J. Fernandes, C. R. S. Resende, and J. Roestel, "Mechanical properties, surface morphology and stability of a modified commercially pure high strength titanium alloy for dental implants," *Dent. Mater.*, Vol. 31, No. 2, pp. e1–e13, 2015. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.dental.2014.11.001](https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.11.001)
- [54] R. B. Figueiredo et al., "Improving the fatigue behavior of dental implants through processing commercial purity titanium by equal-channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 619, pp. 312–318, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.msea.2014.07.084](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.084)
- [55] L. Wang et al., "Microstructure and texture evolution in ultrafine-grained pure Ti processed by equal-channel angular pressing with subsequent dynamic compression," *Scr. Mater.*, Vol. 77, pp. 33–36, 2014. [Online]. Available: doi:[10.1016/j.scriptamat.2014.02.012](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.02.012)
- [56] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, X. Wang, and T. G. Langdon, "The processing of pure titanium through