



بررسی شکل‌پذیری تیتانیوم خالص تجاری در فرآیند پرسکاری در کانال‌های زاویه‌دار با مقاطع همسان

کاوه حاجی زاده^{۱*}، بیت اله اقبالی^۲

۱- استادیار، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی ارومیه، ارومیه، ایران

۲- استاد، مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

* ارومیه، صندوق پستی ۴۱۹-۵۷۱۵۵، kaveh.hajizadeh@uut.ac.ir

چکیده

اطلاعات مقاله

ریز کردن اندازه دانه تا محدوده زیر میکرون با استفاده از روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید از مؤثرترین مکانیزم‌های استحکام دهی فلزات و آلیاژها محسوب می‌شود. با این حال فلزات با قابلیت شکل‌پذیری پایین مانند تیتانیوم در جریان اعمال تغییر شکل دچار ترک خوردگی و شکست می‌شوند. لذا تلاش‌ها برای تحمیل کرنش پلاستیک سنگین به آنها که از ملزومات ریز شدن اندازه دانه است عموماً موفقیت آمیز نیست. در تحقیق حاضر تیتانیوم خالص تجاری تحت فرآیند پرسکاری در کانال‌های زاویه‌دار با مقاطع همسان قرار گرفت. به منظور بهبود شکل‌پذیری، زاویه کانال قالب بازتر از مقدار رایج 90° یعنی 105° در نظر گرفته شد و اثر دما (۲۰۰، ۲۵۰، ۳۰۰) درجه سانتی‌گراد، سرعت پرس (۱، ۱۰، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی‌متر بر ثانیه) و ریز ساختار اولیه بر شکل‌پذیری تیتانیوم بررسی شد. نتایج حاکی از آن است که با کاهش سرعت پرس، شکل‌پذیری تیتانیوم بهبود می‌یابد. همچنین استفاده از زاویه کانال بزرگتر امکان کاهش دمای فراوری را به اندازه 150°C نسبت به تحقیقات انجام شده قبلی فراهم می‌آورد به گونه‌ای که میله‌های تیتانیوم در این تحقیق در دمای 250°C تا 10° پاس بصورت سالم و بدون ترک خوردگی فراوری شدند. علاوه بر آن، دیده شد که ریز ساختار اولیه هم محور نسبت به ریز ساختار لایه‌ای شکل‌پذیری بسیار بهتری از خود نشان می‌دهد. مشاهدات با میکروسکوپ نوری از ریز ساختار میله‌های فراوری شده حاکی از آن است که ترک‌ها از نواحی تمرکز کرنش جوانه زده و رشد پیدا می‌کنند.

مقاله پژوهشی کامل
دریافت: ۲۷ شهریور ۱۴۰۱
داوری اولیه: ۱۶ آبان ۱۴۰۱
پذیرش: ۳۰ آبان ۱۴۰۱

کلیدواژه‌ها:

تیتانیوم خالص تجاری
ECAP
شکل‌پذیری
سرعت پرس
ریزساختار اولیه

Investigation of formability of commercially pure titanium in equal channel angular pressing process

Kaveh Hajizadeh^{1*}, Beitallah Eghbali²

1- Department of Materials Engineering, Urmia University of Technology, Urmia, Iran

2- Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran

* P.O.B. 57155-419, Urmia, Iran, kaveh.hajizadeh@uut.ac.ir

Article Information

Original Research Paper
Received: 18 September 2022
First Decision: 7 November 2022
Accepted: 21 November 2022

Keywords:

Commercially pure titanium
ECAP
Formability
Pressing speed
Initial microstructure

Abstract

Grain size refining down to sub-micrometer range using severe plastic deformation methods is known as an effective strengthening mechanism in metals and alloys. However, metals with low formability such as titanium are subjected to cracking and fracture when they are severely deformed. As a result, attempts to impose intense plastic strain to them which is essential for grain refinement are generally not successful. In the present study commercially pure titanium was severely deformed by equal channel angular pressing. In order to enhance the formability, a larger channel of 105° was selected instead of common angle of 90° and the effect ECAP temperature (300, 250, and 200 $^\circ\text{C}$), pressing speed (10, 1, 0.1, 0.01 mm/s), and the initial microstructure on the formability of titanium was investigated. The results indicate that by lowering the pressing speed the formability is improved. Also, the use of a larger channel angle provides the possibility of reducing the processing temperature by 150°C compared to previous researches, such that the titanium bars were processed at a temperature of 250°C safely and without cracking up to 10 passes. Moreover, it was seen that the initial equiaxed microstructure shows much better formability than lamellar one. Light microscopy observations of the microstructure of the processed bars indicate that cracks nucleate and grow from the regions in which the material experienced higher amounts of strain.

۱- مقدمه

خوردگی عالی موجب شد تنها چند سال بعد از معرفی، به خانواده مواد با مصرف پزشکی ورود پیدا کند [۱]. کاربردهای این آلیاژ به عنوان یک ماده با مصرف پزشکی به سرعت توسعه یافت و این آلیاژ به پرکاربردترین فلز مورد استفاده برای ساخت انواع ایمپلنت‌های پزشکی مورد استفاده در داخل بدن تبدیل

در میان آلیاژهای تیتانیوم آلیاژ Ti-6Al-4V اگرچه در ابتدا با هدف استفاده در کاربردهای هوافضا توسعه پیدا کرد اما خواصی همچون پایین بودن مدول الاستیسیته نسبت به فولادهای زنگ نزن و آلیاژهای کروم-کبالت، استحکام به وزن بالا، و مقاومت به

Please cite this article using:

K. Hajizadeh, B. Eghbali, Investigation of formability of commercially pure titanium in equal channel angular pressing process, Iranian Journal of Manufacturing Engineering, Vol. 9, No. 7, pp. 49- 63, 2022 (in Persian). <https://www.doi.org/10.22034/IJME.2022.163354>

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

پرسکاری در کانال زاویه‌دار با مقاطع همسان (ECAP) به دلایل مختلف از جمله فرآوری نمونه‌های بزرگ و نیز نیاز به تجهیزات ساده و قابل دسترس از جذابیت بیشتری برخوردار است. روش ECAP در طول دو دهه گذشته سهم چشمگیری از کل تحقیقات انجام شده در زمینه تغییر شکل پلاستیک شدید مواد مختلف را به خود اختصاص داده است [۲۶]. این روش تا به حال بر روی محدوده وسیعی از مواد از قبیل آلومینیم، مس، منیزیم، تیتانیوم، آهن و ... بصورت خالص و یا بصورت آلیاژی انجام شده است. با این حال قسمت عمده مطالعات صورت گرفته با این روش مخصوصاً مطالعاتی که در سال‌های نخست صورت گرفته به فرآوری فلزات خالص نرم و یا محلول‌های جامدی که از انعطاف پذیری بالایی برخوردارند مربوط می‌شود. به دلیل انعطاف‌پذیری بالای این مواد براحتی می‌توان آنها را در دمای محیط و با قالبی با زاویه کانال ۹۰ درجه فرآوری نمود [۲۶]. اما در چند سال اخیر مسیر مطالعات تغییر کرده و فرآوری آلیاژهای پیچیده تر و فلزات نسبتاً ترد که از سیستم‌های لغزش محدودی برخوردارند مورد توجه واقع شده است. فرآوری چنین موادی با ECAP که به آنها اصطلاحاً "مواد با شکل‌پذیری پایین"^۴ گفته می‌شود در دمای اتاق آسان نیست و عموماً دیده می‌شود که این مواد دچار ترک خوردگی و شکست می‌شوند [۲۷-۳۰]. مشخص شده است که در این مواد چند عامل بر ترک خوردگی و شکست نمونه‌ها در حین ECAP اثر گذار هستند. این عوامل شامل سرعت پرس، دمای فرآوری، طرح قالب (زاویه کانال و زاویه گوشه) و مسیر فرآوری می‌شوند. استراتژی‌هایی نیز برای جلوگیری از وقوع شکست پیشنهاد شده است که از جمله می‌توان به استفاده از سرعت پرس پایین، استفاده از دماهای فرآوری بالا، استفاده از زاویه کانال بزرگتر از ۹۰ درجه، انجام آنیل میانی بین مراحل عبور نمونه، انجام تغییر شکل اولیه قبل از ECAP، و استفاده از فشار مخالف اشاره کرد [۲۷-۲۹]. منظور از فشار مخالف اعمال نیروی فشاری در کانال خروجی قالب با استفاده از سنبه دوم بر روی نمونه و در خلاف جهت حرکت آن است [۲۶].

تیتانیوم از جمله فلزات با شکل‌پذیری پایین بوه و فرآوری آن با روش ECAP آسان نیست. آزمایش‌های اولیه [۳۰] نشان داده است که تیتانیوم را نمی‌توان مثل آلومینیم در دمای محیط و با استفاده از قالب رایج ECAP که زاویه کانال آن ۹۰ درجه است، فرآوری کرد زیرا نمونه‌ها در چنین شرایطی دچار ترک خوردگی

شد. با این حال با گذشت زمان به تدریج گزارشاتی از آزاد شدن یون‌های Al و V موجود در ترکیب شیمیایی این آلیاژ به داخل محیط بدن و عوارض و بیماری‌های ناشی از آن از جمله ترغیب سرطان و برخی حساسیت‌های پوستی نگرانی‌هایی را در این زمینه ایجاد کرد [۲]. در طول سالیان گذشته محققان مواد تلاش‌هایی را برای رفع این مشکل آغاز کرده و چندین آلیاژ جدید را توسعه داده‌اند. در این آلیاژها Al و V با عناصری مثل Sn, Ta, Nb, Zr که فاقد اثرات مضر عناصر مذکور می‌باشند جایگزین شده‌اند [۲].

تیتانیوم خالص تجاری (CP-Ti)^۱ فلزی است که به دلیل دارا بودن خواص مطلوب، از اهمیت صنعتی ویژه‌ای برخوردار است. چگالی کم، نسبت استحکام به وزن بالا، مقاومت به خوردگی عالی و زیست‌سازگاری خوب از ویژگی‌های این فلز به شمار می‌رود [۱، ۲]. این فلز از لحاظ شیمیایی خنثی است و نسبت به آلیاژ پرکاربرد Ti-6Al-4V به دلیل نداشتن عناصر مضر مانند Al و V زیست‌سازگاری بالاتری دارد [۲]. با این حال استحکام مکانیکی آن نسبت به آلیاژ مذکور بطور قابل ملاحظه‌ای پایین تر است. زیست‌سازگاری بالاتر این فلز باعث شده است که به موازات توسعه آلیاژهای جدید فاقد Al و V که در بالا به آن اشاره شد افزایش استحکام تیتانیوم خالص و رساندن آن به سطح استحکام آلیاژ Ti-6Al-4V نیز به عنوان یک مسیر پژوهشی جداگانه برای توسعه یک ماده با مصرف پزشکی مناسب جهت جایگزینی با آلیاژ مذکور مورد توجه قرار گیرد. در این رابطه باید گفت که مؤثرترین مکانیزم استفاده شده بوسیله محققان برای حصول به این هدف، مکانیزم ریز کردن اندازه دانه ریز ساختار با استفاده از اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD)^۲ و کاهش اندازه دانه به محدوده فوق ریز ($1 \mu m < d < 100 \text{ nm}$) و یا حتی محدوده نانومتری ($d < 100 \text{ nm}$) می‌باشد [۳-۲۴].

در خصوص روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید باید گفت این روش‌ها در سال‌های ۱۹۹۰ به تدریج ابداع و در سال ۲۰۰۰ بوسیله ولیف و همکارانش [۲۵] در یک مقاله بطور رسمی به پژوهشگران معرفی شدند. این روش‌ها که همچنان با انرژی زیادی در مجامع علمی در حال پیگیری هستند به روش‌هایی اطلاق می‌شوند که از طریق آنها می‌توان کرنش پلاستیک بسیار سنگینی ($\epsilon > 4$) را بر روی مواد فلزی اعمال نمود. در میان روش‌های ابداع شده برای تغییر شکل پلاستیک شدید، روش

³ Equal channel angular pressing

⁴ Difficult to deform materials

¹ Commercially pure titanium (CP-Ti)

² Severe plastic deformation

تحقیقات خود را در این راستا ادامه داده و موفق شدند تیتانیوم خالص تجاری گرید ۱ که انعطاف پذیری بالاتری نسبت به گرید ۲ دارد را با همان قالب با زاویه کانال ۱۲۰ درجه و تحت همان شرایط قبلی در دمای محیط و به تعداد ۸ پاس به طور سالم و بدون ترک خوردگی فرآوری کنند [۳۴].

زاویه کانال مهمترین فاکتور مؤثر در فرآیند ECAP است. این عامل نقش اصلی را در مقدار کرنش کلی تحمیل شده به نمونه به عهده دارد. با افزایش زاویه کانال، کرنش اعمال شده به نمونه در هر پاس کاهش می‌یابد. کاهش کرنش اعمال شده به نمونه به این معنی است که برای رسیدن به کرنش‌های بالاتر که لازمه ریز شدن دانه بندی در روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید است نیاز است تا نمونه به تعداد بیشتری از قالب عبور داده شود. از طرف دیگر در خصوص آلومینیم خالص [۱۰] دیده شده است که علاوه بر کرنش کلی تحمیل شده به نمونه مقدار کرنش اعمالی در هر پاس نیز از عوامل تأثیر گذار بر مقدار ریز شدن دانه بندی است بطوری‌که هر چه کرنش اعمال شده بر نمونه در یک پاس بیشتر باشد دانه‌بندی نهایی ریزتر خواهد بود. در تحقیق صورت گرفته توسط گروه ژائو و همکارانش [۳۳] با آنکه آنها تیتانیوم CP گرید ۲ را توانستند در دمای محیط ECAP کنند با این حال قالب ۱۲۰ درجه استفاده شده در تحقیق آنها زاویه کانال بزرگی محسوب می‌شود و کرنش تحمیل شده در هر پاس را به طور قابل توجهی کاهش می‌دهد که ممکن است همین عامل اثرگذاری دمای پایین فرآوری در ریزتر کردن بیشتر ریزساختار را کاهش داده یا به کلی از بین ببرد.

ماده مورد بررسی در تحقیق حاضر تیتانیوم خالص تجاری می‌باشد. با توجه به تاریخچه ای که در بالا اشاره شد، به منظور بالا بردن شکل‌پذیری تیتانیوم در حین ECAP، برای اولین بار از قالبی با زاویه کانال ۱۰۵ درجه استفاده شده است. زاویه ۱۰۵ درجه در این تحقیق عمداً طوری انتخاب شده که فاصله زیادی با ۹۰ درجه نداشته تا با اعمال کرنش کافی در هر پاس به نمونه‌ها بتواند ریزشدن موثرتری را بوجود آورد. به منظور دستیابی به کمترین دمای فرآوری ECAP از طریق قالب مذکور در این تحقیق، اثر سرعت پرس و ریزساختار اولیه بر شکل‌پذیری تیتانیوم خالص تجاری مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- مواد و روش تحقیق

با توجه به اینکه ماده مورد فرآوری در تحقیق حاضر تیتانیوم خالص تجاری بود صفحه ای به ضخامت ۱۵ میلی‌متر، به طول ۹۰ سانتی‌متر و به عرض ۳۳ سانتی‌متر از جنس تیتانیوم خالص

و شکست می‌شوند. بنابراین نیاز است که از دماهای بالاتر استفاده شود به طوریکه کمترین دمایی که می‌توان نمونه‌هایی سالم از این فلز را با استفاده از قالبی با زاویه کانال ۹۰ درجه فرآوری کرد 325°C گزارش شده است [۳۰]. در دماهای بالا با آنکه شکل‌پذیری نمونه افزایش می‌یابد اما فرآیندهای بازیابی و رشد دانه با سرعت بیشتری اتفاق می‌افتند. این امر باعث می‌شود ضمن کاهش چگالی نابجایی ریز ساختار، دانه‌های حاصل ابعاد بزرگتری داشته باشند [۳۱]. اندازه دانه گزارش شده برای تیتانیوم خالص تجاری بعد از ECAP بسته به ابعاد نمونه و دمای فرآوری آن در محدوده ۲۰۰ تا ۵۰۰ نانو متر می‌باشد [۳-۲۴]. اما در بیشتر گزارشات مقدار ۳۰۰ نانو متر به عنوان اندازه دانه نهایی گزارش شده است. استحکام تسلیم و نهایی تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ در چنین شرایطی به ترتیب حدود ۶۴۰ و ۷۱۰ مگاپاسکال گزارش شده است [۴، ۱۲]. این مقادیر نسبت به مقادیر مربوط به تیتانیوم درشت دانه با اندازه دانه ۱۵ میکرون که به ترتیب حدود ۳۱۰ و ۳۷۰ مگاپاسکال هستند بطور قابل ملاحظه‌ای (تقریباً دو برابر) بالاتر هستند اما با این حال هنوز پایین تر از خواص مکانیکی آلیاژ Ti-6Al-4V می‌باشند استحکام تسلیم و نهایی این آلیاژ در شرایط آنیل به ترتیب حدود ۷۹۵ و ۸۶۰ مگاپاسکال است [۱۲]. برای رسیدن به چنین سطوح استحکامی در تیتانیوم خالص تجاری می‌بایست تلاش نمود تا به کمک استراتژی‌هایی دمای فرآوری تیتانیوم در ECAP را پایین آورد. در این ارتباط لنگدان^۱ و همکارانش [۳۲] با انجام تحقیقی بر روی یکی از آلیاژهای منیزم نشان دادند که استفاده از قالب‌هایی با زاویه کانال بزرگتر از ۹۰ درجه در بهبود شکل‌پذیری و فرآوری نمونه‌هایی سالم بسیار موثر و کارساز است. در تحقیق آنها آلیاژ Mg-8%Li که با استفاده از قالبی با زاویه کانال ۹۰ درجه و در دمای محیط تنها یک پاس بصورت سالم فرآوری شد در قالبی با زاویه کانال ۱۳۵ درجه در همان دما تا ۱۰ پاس بطور سالم و بدون ترک خوردگی تحت فرآیند ECAP قرار گرفت. با استفاده از همین استراتژی ژائو^۲ و همکارانش [۳۳] نشان دادند که تیتانیوم CP گرید ۲ را می‌توان در دمای محیط به تعداد یک پاس در قالبی با زاویه کانال ۱۲۰ درجه و با سرعت پرس ۰/۵ mm/s به طور موفقیت آمیز فرآوری کرد. نویسندگان مقاله تأکید کرده اند که تنها با استفاده از سرعت پرس ۰/۵ mm/s نمونه‌هایی سالم فرآوری می‌شوند و در سرعت‌های بالاتر پرس نمونه‌ها دچار شکست می‌شوند. این گروه

¹ Langdon

² Zhao

توسط رایانه قابل کنترل بود استفاده شد. در ادامه با توجه به نتایج بدست آمده، دمای مطلوب انتخاب و نمونه‌ها به تعداد پاس‌های مختلف در این دما فراوری شدند. در جدول ۲ مشخصات ابعادی کانال قالب، نوع فولاد مورد استفاده برای ساخت سنبه و قالب و نیز متغیرهای فرآیند بطور خلاصه آورده شده است.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی فلز تیتانیوم خالص تجاری مورد استفاده در تحقیق حاضر

عنصر	O	Fe	Pd	Cr	Ti
درصد وزنی	۰/۱۸	۰/۱۵۹	۰/۱۷۶	۰/۱۸۲	۹۹/۳

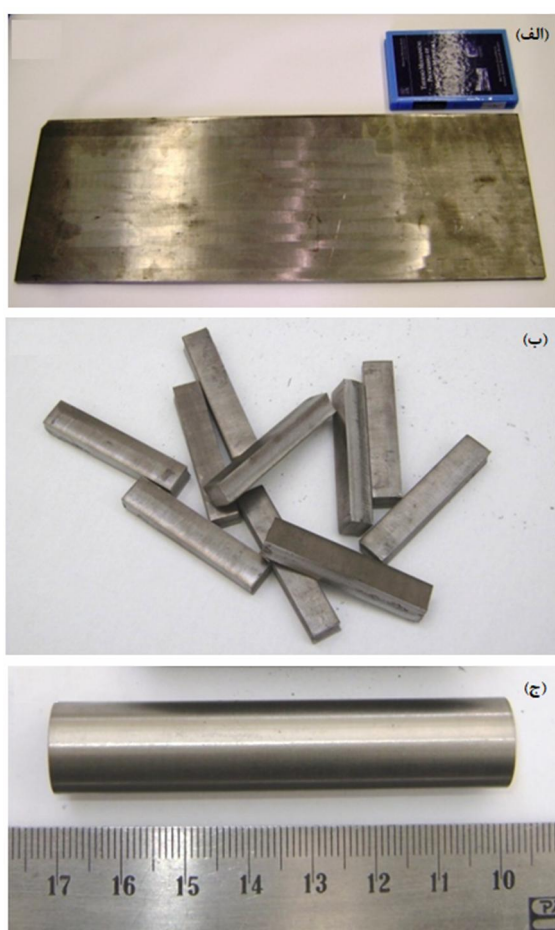


Fig. 1 (a) The purchased CP-Ti plate, (b) Samples cut along longitudinal direction of plate ready to annealing treatment, and (c) the machined samples ready to ECAP processing

شکل ۱ (الف) ورق تیتانیوم خریداری شده، (ب) نمونه‌های بریده شده در راستای طولی ورق و آماده برای انجام عملیات آنیل (ج) نمونه‌های ماشین‌کاری شده و آماده برای ECAP

برای انجام فرآیند ابتدا قالب تا دمای مورد نظر پیش گرم می‌شد. سپس نمونه به داخل آن شارژ و بعد از سپری کردن مدت زمان ۱۰ دقیقه پرسکاری بر روی آن صورت می‌گرفت.

تجاری و با خلوص بالاتر از ۹۹/۲ درصد تهیه شد. آنالیز شیمیایی ورق تیتانیوم خریداری شده در جدول ۱ آورده شده است. ترکیب شیمیایی ورق تیتانیوم با استفاده از یک دستگاه اسپکترومتر بر پایه نشر نور^۱ با مدل (Q4 TASMAN series 2, BRUKER USA) اندازه‌گیری شد.

علاوه بر این، اکسیژن موجود در تیتانیوم نیز با یک دستگاه آنالیزور اکسیژن بر اساس ذوب تحت گاز خنثی^۲ با مدل (G8 Galileo Analyzer, BRUKER USA) بدست آمد.

برای انجام ECAP ابتدا نیاز بود تا نمونه‌هایی با ابعاد و ریزساختار اولیه مناسب از مواد اولیه تهیه شود. بدین منظور با استفاده از دستگاه برش گیوتین نمونه‌هایی به عرض ۱۵/۵ و بطول ۸۵ میلی‌متر به گونه ای از ورق بریده شد که راستای طولی نمونه‌ها موازی جهت نورد ورق باشد. جهت حذف رژیم حرارتی و مکانیکی قبلی از نمونه‌های مذکور، آنها به مدت یک ساعت تحت عملیات آنیل در دمای ۸۰۰ °C [۱] قرار گرفتند. این عملیات در اتمسفر محافظ (گاز آرگون) صورت گرفت. بعد از عملیات آنیل، با ماشین‌کاری نمونه‌ها، از آنها نمونه‌هایی استوانه‌ای شکل به قطر ۱۴/۵ و طول ۷۰ میلی‌متر تهیه شد که ECAP بر روی این نمونه‌های استوانه‌ای اجرا شد. در شکل ۱ به ترتیب تصاویری از ورق تیتانیوم خریداری شده (الف)، نمونه‌های بریده شده در راستای طولی ورق و آماده برای انجام عملیات آنیل (ب)، و نمونه‌های ماشین‌کاری شده و آماده برای ECAP (ج) نشان داده شده است.

ECAP در قالبی خود گرم شونده با زاویه کانال $\Phi = 10.5$ و زاویه گوشه $\Psi = 20$ درجه که قابلیت گرمایش نمونه‌ها تا ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد را داشت انجام گردید. گرمایش قالب از طریق تعداد ۶ المان حرارتی که در قالب جا زده شده بودند صورت می‌گرفت. در شکل ۲ طرح واره قالب و سنبه همراه با المان‌های حرارتی که در داخل قالب جا زده شده‌اند و نیز تصاویر واقعی از قالب و سایر تجهیزات مورد استفاده، در حین انجام فرآیند نشان داده شده است. برای بدست آوردن پایین‌ترین دمایی که در آن دما امکان فراوری نمونه‌هایی سالم و بدون ترک خوردگی از تیتانیوم CP وجود داشت فرآیند ECAP در سه دمای مختلف شامل ۲۰۰، ۲۵۰، ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد. برای بررسی اثر سرعت پرس بر شکل‌پذیری تیتانیوم CP از چهار سرعت متفاوت شامل ۱۰، ۱، ۰/۱ و ۰/۰۱ mm/s با توجه به قابلیت‌های پرس هیدرولیک دقیق ۲۰۰ تنی مورد استفاده که سرعت آن

¹ Spark-Optical Emission Spectrometer

² Inert Gas Fusion Analysis

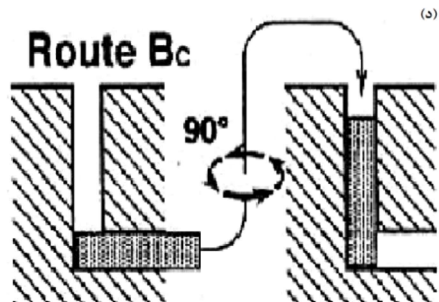
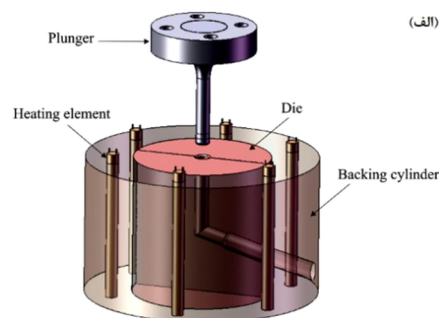


Fig. 2 (a) a schematic representation of ECAP die used in the current study, (b) die shell (backing cylinder) containing heating elements and die core, (c) ECAP die setup and plunger during processing, (d) a schematic representation of route Bc [26]

شکل ۲ (الف) طرح واره قالب ECAP استفاده شده در تحقیق حاضر. (ب) غلاف قالب حاوی المانهای حرارتی و مغزی قالب، (ج) ستاپ قالب ECAP و سنبه در حین انجام فرآیند، (د) طرح واره مسیر Bc [۲۶]

مخلوط روان کار نهایی استفاده شده دارای ترکیبی بصورت ۵۰٪ وزنی پودر گرافیت، ۲۵٪ وزنی پودر دی سولفید مولیبدن و ۲۵٪ گریس معمولی بود. در شکل ۳ تصاویری از

جدول ۲ مشخصات قالب ECAP و متغیرهای فرآیند

Table 2 ECAP die specifications and process variables

مشخصات قالب ECAP	- نوع کانال: کانال با سطح مقطع دایره ای - زاویه بین دو کانال: $\Phi = 10.5^\circ$ - زاویه گوشه: $\Psi = 20^\circ$ - قطر کانال: ۱۴/۷ میلی‌متر - ارتفاع کانال ورودی: ۷۴ سانتی‌متر - نوع گرمایش قالب: بوسیله ۶ المان الکتریکی - جنس قالب: فولاد ابزار گرمکار AISI H13 - جنس سنبه: فولاد ابزار گرمکار AISI H13
متغیرهای فرآیند	- دما: ۳۰۰، ۲۵۰، ۲۰۰ °C - سرعت پرس: ۰/۱، ۱، ۱۰، ۱۰۰ mm/s - ریزساختار اولیه: هم محور، لایه‌ای

برای اطمینان از رسیدن دمای نمونه به مقدار مورد نیاز دمای آن توسط یک ترموکوپل مجزا اندازه‌گیری می‌شد. هر نمونه قبل از شارژ شدن به داخل قالب بوسیله یک ماده روان‌کار که مخلوطی از پودرهای گرافیت، دی سولفید مولیبدن و گریس بود روان‌کاری می‌شد. روان‌کاری‌هایی که برای فراوری مواد مختلف فلزی با فرآیند ECAP مورد استفاده قرار می‌گیرد عمدتاً روان‌کارهای جامد بوده و شامل پودر گرافیت یا پودر دی سولفید مولیبدن هستند [۲۶]. در برخی پژوهش‌ها [۳۳، ۳۴] مخلوطی از این دو پودر نیز استفاده شده و خواص روان‌کاری بهتری از خود نشان داده است. باید اشاره شود که در پژوهش حاضر در ابتدا از پودرهای گرافیت و دی سولفید مولیبدن به تنهایی بعنوان روان‌کار استفاده می‌شد. نمونه ابتدا در داخل پودر گرافیت یا پودر دی سولفید مولیبدن غلتانده می‌شد و بعد از آغشته شدن سطوح آن با این پودرها در داخل کانال ورودی قالب قرار می‌گرفت. همچنین دیواره‌های کانال‌های ورودی و خروجی قالب نیز تا حد امکان با پودرهای مورد نظر روان‌کاری می‌شدند. مشکلی که در استفاده از روان‌کارهای پودری بوجود می‌آید این است که این پودرها از روی سطح نمونه یا دیواره‌های قالب سر خورده و به پایین می‌ریزند و یک لایه پیوسته بر روی سطوح تشکیل نمی‌دهند.

برای رفع این مشکل، به جای استفاده مستقیم از پودرهای جامد، این پودرها با یک نگهدارنده پایه گریس مخلوط شدند تا ضمن ایجاد یک ماده ای که به راحتی از طریق مالیدن روی نمونه‌ها قابل اعمال بود خود پودرها نیز توسط گریس نگه داشته شوند. علاوه بر این، با توجه به افزایش قابلیت روان‌کاری گزارش شده [۳۳] با مخلوطی از پودرهای فوق، در تحقیق حاضر نیز از مخلوط هر دو پودر استفاده گردید.

۱۰۰۰ برابر مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور ابتدا نمونه‌ها مطابق روال استاندارد متالوگرافی، آماده‌سازی شدند. بعد از اتمام مراحل سنباده زنی، پولیش مکانیکی نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه و استفاده از محلول تجاری OP-S محصول شرکت اشتروئرز^۱ که حاوی ذرات کلئیدی سیلیس با اندازه ۰/۵ میکرون می‌باشد صورت گرفت. نمونه‌های پولیش شده در محلولی شامل ۲ میلی‌لیتر HF، ۶ میلی‌لیتر HNO₃ و ۹۲ میلی‌لیتر آب مقطر به مدت ۶ دقیقه اچ شده و سپس ریزساختار آنها زیر میکروسکوپ مشاهده گردید.

۳- نتایج

۳-۱- اثر دما

تیتانیوم به دلیل داشتن شبکه بلوری هگزاگونال فشرده (HCP) از تعداد سیستم‌های لغزش محدودی برخوردار بوده [۱] و بنابراین در مقایسه با فلزاتی همچون مس و آلومینیم شکل‌پذیری پایین تری دارد. برای بهبود شکل‌پذیری تیتانیوم و جلوگیری از شکست نمونه‌ها، فرآیند ECAP تیتانیوم عموماً در محدوده دمایی ۴۵۰-۴۰۰ °C انجام می‌گیرد. در دماهای بالا بدلیل تسریع وقوع فرآیندهای بازیابی ریز ساختار نهایی حاصل از ECAP به اندازه دلخواه ریز دانه نمی‌شود. در این خصوص افزایش زاویه قالب به عنوان یک راه حل برای کاهش دمای ECAP پیشنهاد شده است [۲۷، ۲۸، ۳۲-۳۴]. بر همین اساس در تحقیق حاضر به جای زاویه کانال ۹۰° از زاویه ۱۰۵° استفاده شد. در ابتدا دمای فرآیند ۳۰۰ °C انتخاب و سپس با توجه به نتیجه مشاهدات بصورت پله ای تا ۲۰۰ °C کاهش داده شد. عملیات پرسکاری در این آزمایشات با سرعت پرس ثابت ۱mm/s انجام شد. در شکل ۴ تصویری از نمونه‌های تیتانیوم خالص تجاری بعد از فرآوری در سه دمای مختلف شامل ۲۰۰، ۲۵۰ و ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به تعداد یک پاس نشان داده شده است. در این شکل به روشنی دیده می‌شود که با انجام ECAP در دمای ۳۰۰ °C نمونه سیلان یکنواخت از خود نشان داده و در اثر عبور از قالب هیچگونه عیب ماکروسکوپی مثل ترک یا لهیدگی در سطح آن مشاهده نمی‌شود. همین نتیجه در دمای ۲۵۰ °C نیز حاصل شده و نمونه بعد از عبور از قالب کاملاً سالم و بدون هیچگونه ترک خوردگی سطحی است. با این حال ظاهر نمونه فرآوری شده در دمای ۲۰۰ °C حاکی از آن است که دیگر در این دما ماده بصورت یکنواخت سیلان پیدا نمی‌کند. ترک خوردگی شدیدی در نواحی ابتدایی و انتهایی نمونه به چشم می‌خورد. با این حال

پودرهای گرافیت و دی سولفید مولیبدن و نیز ماده روان‌کار نهایی که مخلوطی از پودرهای فوق و گریس است نشان داده شده است.



Fig. 3 Images of the lubricants used for ECAP processing of CP-Ti
شکل ۳ تصاویری از روان‌کارهای استفاده شده برای فرآوری تیتانیوم خالص تجاری

پاس‌های متوالی ECAP با استفاده از مسیر B_C انجام گرفت. در استفاده از این مسیر نمونه بایستی پس از هر عبور از داخل قالب حول محور طولی خود ۹۰ درجه چرخانده شود و سپس وارد مجرای قالب گردد (شکل ۲-د) [۲۶]. همچنین جهت چرخش (یا ساعت گرد یا پاد ساعت گرد) باید تا پایان اعمال چندین مرحله عبور همواره حفظ شود. ریزساختار مقطع طولی نمونه‌ها در مراحل مختلف فرآوری با استفاده از یک دستگاه میکروسکوپ نوری المپیوس مدل PMG3 با حداکثر بزرگنمایی

¹ Struers

بخشهای بزرگی از قسمت‌های مرکزی نمونه به جز چند ترک سطحی ریز که یکی از آنها بطور نمونه با فلش مشخص شده است در بقیه نقاط نمونه کاملاً سالم می‌باشند.

بخشهای بزرگی از قسمت‌های مرکزی نمونه به جز چند ترک سطحی ریز که یکی از آنها بطور نمونه با فلش مشخص شده است در بقیه نقاط نمونه کاملاً سالم می‌باشند.



Fig. 4 Appearance of CP-Ti samples after single pass of ECAP by pressing speed of 1 mm/s at different processing temperatures

شکل ۴ شکل ظاهری نمونه‌های تیتانیوم CP بعد از انجام یک پاس ECAP در دماهای مختلف و با استفاده از سرعت پرس 1 mm/s



Fig. 5 Appearance of CP-Ti samples after single pass of ECAP at 200 °C and using different magnitudes of pressing speed. The numbers shown next to the samples indicate pressing speed

شکل ۵ شکل ظاهری نمونه‌های تیتانیوم CP بعد از انجام یک پاس ECAP در دمای ۲۰۰°C و با استفاده از سرعت‌های مختلف پرس. اعداد نشان داده شده در کنار نمونه‌ها بیانگر سرعت پرس می‌باشد

با کاهش مجدد سرعت پرس و استفاده از سرعت بسیار پایین 0/01 mm/s شکل‌پذیری نمونه بهبود یافته و با آنکه ترک خوردگی در انتهای نمونه همچنان مشاهده می‌شود ولی نسبت به سرعت 0/1 mm/s دهانه ترک بسیار بسته تر بوده و میزان گسترش آن به پایین نیز کمتر است. مشاهدات فوق نشان می‌دهد که با کاهش پله‌ای سرعت پرس از 10 تا 0/01 mm/s در دمای ۲۰۰°C در جریان پاس اول ECAP شکل‌پذیری تیتانیوم CP مرحله به مرحله بهبود یافته و در نهایت با اندکی چشم پوشی می‌توان ادعا کرد که در پایین ترین سرعت پرس یعنی 0/01 mm/s نمونه ای نسبتاً سالم فراوری شده است.

۳-۲- اثر سرعت پرس

گزارش شده است [۲۶] که سرعت پرس اثر قابل توجهی بر میزان ریز شدن دانه بندی در فرآیند ECAP ندارد با وجود این، در مواد با شکل‌پذیری پایین مانند تیتانیوم [۳۰]، فولادهای کوئنچ-تمپر شده [۳۰]، آلیاژهای منیزیم [۳۵] و آلیاژهای آلومینیم رسوب سخت شونده [۳۶] استفاده از سرعت‌های پایین پرس به بهبود شکل‌پذیری ماده در حین ECAP منجر شده و از میزان ترک خوردگی نمونه بطور قابل توجهی کاسته است. بر این اساس در تحقیق حاضر نیز اثر این پارامتر بر شکل‌پذیری تیتانیوم خالص تجاری در یکی از دماها مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور دمای ۲۰۰°C که در آن با سرعت پرس 1 mm/s نمونه دچار ترک خوردگی شده بود (شکل ۴) انتخاب و نمونه با توجه به قابلیت پرس موجود با چهار سرعت متفاوت شامل 10، 1، 0/1 و 0/01 mm/s تحت فرآیند ECAP قرار گرفت. هدف از اینکار بررسی امکان تهیه نمونه سالم و بدون ترک خوردگی در درمای ۲۰۰°C بود.

در شکل ۵ تصاویر نمونه‌های فراوری شده تحت شرایط فراوری مذکور نشان داده شده است. با یک نگاه کلی می‌توان دریافت که با کاهش پله ای سرعت پرس، مطابق انتظار شکل‌پذیری ماده در جریان ECAP بهبود یافته است. همان‌گونه که در شکل ۵ دیده می‌شود در نمونه فراوری شده با سرعت پرس 10 mm/s، در جریان ECAP ترک‌های بزرگی در فاصله‌های تقریباً برابر در سطح رویی نمونه تشکیل و تا سطح زیری آن رشد یافته و باعث تقسیم نمونه به تکه‌های تقریباً برابر شده اند. با این حال این تکه‌ها هنوز از یکدیگر گسیخته نشده و بوسیله یک لایه نازکی از ماده در قسمت‌های پایینی نمونه در کنار یکدیگر نگه داشته شده اند. چنین الگوی سیلانی کاملاً مشابه با الگویی است که عموماً در ECAP مواد با شکل‌پذیری پایین مشاهده می‌شود (برای مقایسه، شکل‌های نمونه‌های فراوری شده با ECAP در مراجع ۲۸ تا ۳۰ را ملاحظه نمایید). با کاهش سرعت پرس به 1 mm/s شکل‌پذیری نمونه بهتر شده و از میزان ترک خوردگی‌ها کاسته شده است. در این حالت، نتیجه مشابهی با شکل ۴ بدست آمده و دو ترک بزرگ در سطح رویی نمونه در قسمت‌های ابتدایی و انتهایی آن ایجاد و به سمت پایین نمونه رشد یافته‌اند. در مقایسه با این نمونه، استفاده از سرعت پرس

در ادامه کار، نمونه فرآوری شده با سرعت 0.1 mm/s برای پاس دوم نیز تحت فرآیند ECAP قرار گرفت. برای بررسی شکل‌پذیری نمونه فوق در پاس دوم، ابتدا قسمت ترک خورده انتهایی آن با سنگ زنی دستی برداشته شد و جهت انجام پاس دوم با استفاده از مسیر BC وارد قالب شد. فرآیند پرسکاری در دمای 200°C و همان سرعت 0.1 mm/s انجام گرفت. تصویر نمونه فرآوری شده در شکل ۶ نشان داده شده است. بر خلاف پاس اول مشخص است که این بار نتیجه نا امید کننده بوده و نمونه در مکانهای مختلف مخصوصاً در قسمتهای انتهایی به شدت دچار ترک خوردگی شده است.

در شکل ۷ تصاویر متالوگرافی نوری از مقطع طولی میله‌هایی که در دمای 200°C و سرعت پرس 10 mm/s و 0.1 mm/s به تعداد یک پاس ECAP شده‌اند نشان داده شده است. در مورد هر میله، متالوگرافی از دو ناحیه یکی منطقه سالم و دور از ترک و دیگری منطقه نزدیک به ترک انجام شده است. ریزساختار نمونه ECAP شده با سرعت 10 mm/s (شکل ۷-الف) در منطقه سالم مابین دو ترک نشان می‌دهد که تغییر شکل برشی در سراسر این منطقه بطور یکنواخت اتفاق افتاده و باعث تقسیم دانه‌ها به واحدهای کوچکتر شده و در نهایت یک ساختار همگن کار شده را ایجاد کرده است.



Fig. 6 Appearance of CP-Ti sample after second pass of ECAP at 200°C and using pressing speed of 0.01 mm/s . The second pass was conducted using route B_C

شکل ۶ ظاهری نمونه تیتانیوم CP بعد از انجام پاس دوم ECAP در دمای 200°C و با استفاده از سرعت پرس 0.1 mm/s برای انجام پاس دوم از مسیر BC استفاده شده است

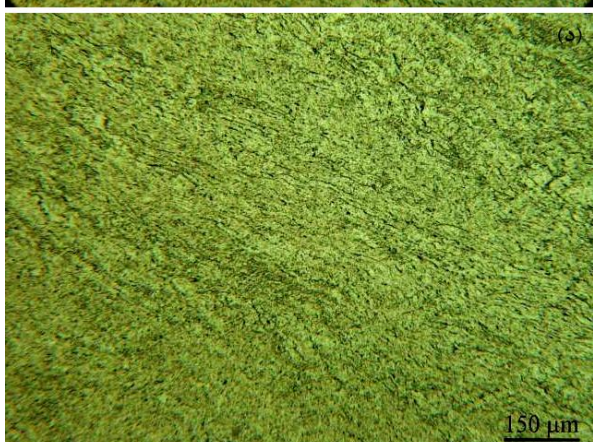


Fig. 7 Light microscopy micrographs taken from the longitudinal sections of CP-Ti samples after processing by single pass of ECAP at 200°C : (a) The region between two cracks and away from the opening of cracks in the sample ECAP-ed by pressing speed of 10 mm/s , (b) The region near the opening of crack in the sample ECAP-ed by pressing speed of 10 mm/s , (c) The region between two cracks and away from the opening of cracks in the sample ECAP-ed by pressing speed of 0.1 mm/s , (d) The region near the opening of crack in the sample ECAP-ed by pressing speed of 0.1 mm/s

شکل ۷ تصاویر میکروسکوپ نوری مقطع طولی میله‌های تیتانیوم CP بعد از فرآوری با ECAP در دمای 200°C به تعداد یک پاس: (الف) منطقه سالم مابین دو ترک در میله فرآوری شده با سرعت 10 mm/s ، (ب) منطقه نزدیک ترک در میله فرآوری شده با سرعت 10 mm/s ، (ج) منطقه سالم مابین دو ترک در میله فرآوری شده با سرعت 0.1 mm/s ، و (د) منطقه نزدیک ترک در میله فرآوری شده با سرعت 0.1 mm/s



Fe به عنوان یک عنصر آلیاژی عمده اضافه می‌شود. زیرا فاز بتای حاصل، مرزدانه‌های آلفا را قفل کرده و از رشد این دانه‌ها در عملیات تبلور مجدد جلوگیری می‌کند [۱].

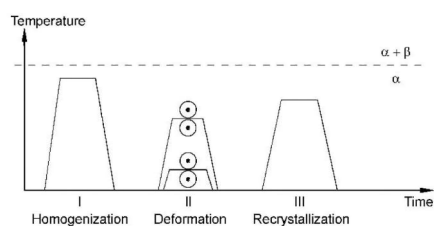


Fig. 8 Industrial processing route of commercially pure titanium [1]

شکل ۸ مسیر فرآوری تیتانیوم CP [۱]

با آنکه چندان از نقطه نظر صنعتی معمول نیست ولی با این حال در تیتانیوم CP امکان ایجاد ساختار لایه‌ای نیز وجود دارد. برای اینکار کافی است تیتانیوم CP را در دمایی بالاتر از دمای استحاله $\alpha \rightarrow \beta$ حرارت داد تا دانه‌های فاز آلفا به بتا تبدیل شوند. در صورتیکه آلیاژهای تیتانیوم به آهستگی از منطقه تک فازی بتا سرد شوند، فاز آلفا در ابتدا ترجیحاً در مرزدانه‌های بتا جوانه زده و یک لایه پیوسته‌ای از فاز آلفا را در امتداد مرزدانه‌های بتا بوجود می‌آورد. با ادامه سرد کردن، صفحات آلفا یا بر روی لایه پیوسته فاز آلفا که قبلاً تشکیل شده است و یا اینکه خود به تنهایی در مرزدانه‌های باقیمانده بتا جوانه زده و بطور موازی که به مجموع آنها یک خوشه^۳ اطلاق می‌شود، داخل دانه‌های بتا رشد می‌کنند. صفحات موازی آلفا موجود در یک خوشه همگی متعلق به یک ارتباط جهت گیری برگرز می‌باشند. این خوشه‌ها به رشد خود در داخل دانه‌های بتا ادامه می‌دهند تا اینکه با سایر خوشه‌هایی که از دیگر نقاط مرزدانه‌های بتا جوانه زده و از ارتباط جهت گیری دیگری پیروی می‌کنند برخورد کنند. هر کدام از صفحات آلفای موجود در داخل یک خوشه با فاز بتا باقیمانده (زمینه) از یکدیگر جدا می‌شوند. صفحات آلفا و بتا همچنین لایه‌های آلفا و بتا هم نامیده می‌شوند و ساختار حاصل نیز به عنوان یک ساختار لایه‌ای^۴ شناخته می‌شود [۱]. با افزایش سرعت سرد کردن اندازه خوشه‌های آلفا و همچنین ضخامت خود صفحات آلفا نیز کوچکتر می‌شود. در چنین حالتی خوشه‌هایی که از مرزدانه‌های بتا جوانه می‌زنند دیگر قادر نیستند تمام داخل دانه‌های بتا را پر کنند و به این دلیل خوشه‌های جدیدی بر روی مرزهای خوشه‌های قبلی جوانه زده و به این ترتیب کل دانه از خوشه‌ها پر می‌شود. برای اینکه میزان

اما در مقابل، ریزساختار ماده در ناحیه نزدیک به ترک (شکل ۷-ب) شامل ماکرو باندهای تقریباً موازی هم بوده که به نظر می‌رسد تغییر شکل بالاتری را تجربه کرده‌اند. نمونه‌ای از این باندها با یک بیضی در شکل مشخص شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود در داخل این باندها، لایه‌ها یا همان دانه‌های فرعی پهنای کمتری داشته، کشیده‌تر بوده و به یکدیگر فشرده شده‌اند. اینها حاکی از تمرکز کرنش در این نواحی می‌باشد. مشاهدات مشابهی در این خصوص در ریزساختار نوری نمونه‌های تیتانیوم CP بعد از پاس اول ECAP توسط سمیاتین و همکارانش [۳۰] نیز گزارش شده است. نمونه ECAP شده با سرعت پرس ۰/۱ mm/s نیز همین نوع ریزساختار را در نواحی سالم (شکل ۷-ج) و نواحی نزدیک به ترک (شکل ۷-د) از خود نشان می‌دهد. در حالی که در نواحی سالم نمونه، ریزساختار ماده تغییرشکل یکنواختی را تجربه کرده اما در نواحی نزدیک به ترک در برخی نقاط باندهایی تشکیل شده که تغییر شکل موضعی بالاتری را دریافت کرده‌اند. با آنکه در تصاویر متالوگرافی باندهای واضح برشی که محل‌های تمرکز شدید کرنش می‌باشند مشاهده نشد اما به نظر می‌رسد ترک از همان محل‌های تمرکز کرنش (ماکرو باندهای موازی موجود در شکل‌های ۷-ب و ۷-د) جوانه زده و باعث ترک خوردگی نمونه شده است.

۳-۳- اثر ریز ساختار اولیه

در مقیاس صنعتی، تیتانیوم CP عمدتاً بصورت محصولات تخت (ورق^۱ و صفحه^۲) تولید می‌شود. مراحل فرآوری تیتانیوم CP شامل یک زنجیره ای است که از سه عملیات یا سه مرحله تشکیل شده است. این مراحل شامل مرحله همگن سازی شمش ریختگی، مرحله تغییر شکل و در نهایت مرحله آنیل می‌باشد. تمامی این مراحل که بصورت شماتیک در شکل ۸ نشان داده شده‌اند در ناحیه فاز آلفا یعنی در زیر دمای استحاله $\alpha \rightarrow \beta$ انجام می‌گیرند. ریزساختار نهایی تیتانیوم CP بعد از اعمال مراحل فوق شامل دانه‌های هم محور آلفا حاصل از تبلور مجدد و چند درصد (در حدود ۲ تا ۵ درصد) ذرات فاز بتا است که در ریزساختار پراکنده شده است. فاز بتا به این دلیل تشکیل می‌شود که همیشه در گریدهای مختلف تیتانیوم CP مقادیر کمی Fe وجود دارد. Fe حلالیت بسیار پایینی در فاز آلفا داشته و لذا از این فاز پس زده شده و فاز بتا را تشکیل می‌دهد. فاز بتا بصورت پایدار تا دمای محیط باقی می‌ماند. باید اشاره شود که

³ Colony
⁴ Lamellar

¹ Sheet
² Plate

لایه‌ای انجام شد. در شکل ۱۰ تصویر نمونه‌های فراوری شده در پاس اول ECAP نشان داده شده است.

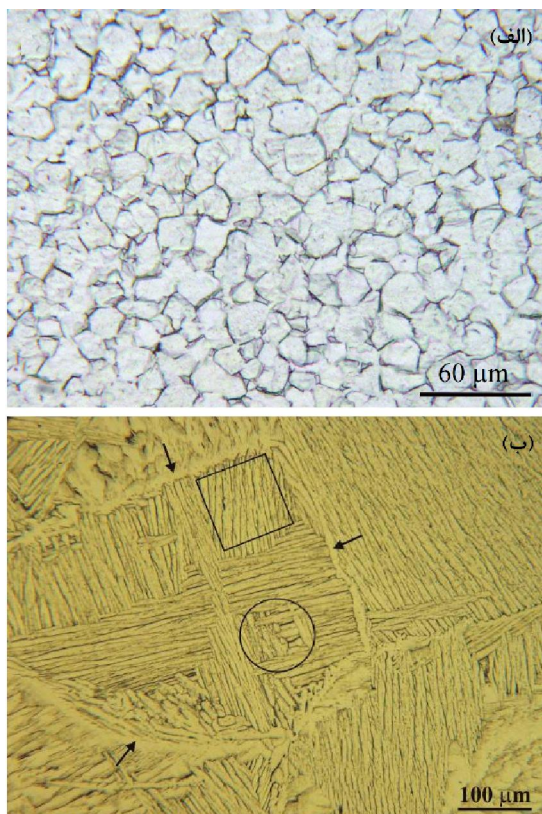


Fig. 9 Light microscopy microstructures of CP-Ti after annealing at different conditions: (a) equiaxed structure obtained by annealing at 800 °C followed by air cooling, (b) lamellar structure obtained by annealing at 950 °C followed by furnace cooling

شکل ۹ ریزساختار میکروسکوپ نوری تیتانیوم CP بعد از عملیات آنیل در شرایط مختلف: (الف) ریزساختار هم محور بعد از آنیل در دمای ۸۰۰ °C و سرد شدن نمونه در هوا، و (ب) ریزساختار سبب بافت بعد از آنیل در دمای ۹۵۰ °C و سرد شدن نمونه در کوره



Fig. 10 Appearance of CP-Ti samples by different initial microstructures after single pass of ECAP at 250 °C and using pressing speed of 1 mm/s: (a) the sample with equiaxed initial microstructure (b) the sample with lamellar microstructure

شکل ۱۰ شکل ظاهری نمونه‌های تیتانیوم CP بعد از انجام یک پاس ECAP در دمای ۲۵۰ °C و سرعت پرس ۱ mm/s و با ریزساختارهای اولیه متفاوت: (الف) نمونه با ریز ساختار اولیه هم محور، و (ب) نمونه با ریز ساختار اولیه لایه‌ای

ملاحظه می‌شود که بر خلاف ریزساختار اولیه هم محور که به نمونه ای کاملاً سالم و بدون هیچگونه ترک خوردگی منجر شده نمونه با ریزساختار لایه‌ای بعد از ECAP، سطحی پر از ترک از

کل تنش‌های الاستیک موجود در ریز ساختار به حد اقل برسد صفحات جدید آلفا که با تماس نقطه‌ای بر روی سطح عریض صفحات آلفای موجود جوانه می‌زنند تمایل دارند که در جهت عمود بر این سطوح رشد کنند. این مکانیزم انتخابی جوانه زنی و رشد همراه با تعداد کم صفحات آلفا در داخل هر خوشه منجر به یک ساختار ویژه‌ای می‌شود که به ساختار سبب بافت^۱ یا ساختار ویدمن اشتاتن^۲ معروف است.

در تحقیق حاضر علاوه بر ساختار هم محور رایج، فرآیند ECAP بر روی ساختار لایه‌ای نیز صورت گرفت. برای ایجاد ساختار مذکور نمونه‌ها ابتدا تحت عملیات آنیل در دمای ۹۵۰ °C به مدت ۱ ساعت قرار گرفته و سپس در کوره سرد شدند. ریزساختار حاصل از این عملیات همراه با ریزساختار هم محور رایج در شکل ۹ نشان داده شده است. باید اضافه شود که تمامی نمونه‌هایی که قبلاً شکل‌پذیری آنها در قسمت‌های قبل در بخش اثر دمای فرآیند و اثر سرعت پرس بررسی شد دارای ریز ساختار اولیه هم محور مشابه شکل ۹-الف با اندازه دانه متوسط ۲۰ میکرون بودند. انجام عملیات آنیل در دمای ۹۵۰ °C باعث ایجاد دانه‌های بسیار بزرگ فاز بتا شده است که در هنگام سرد شدن آهسته نمونه در کوره به ساختار لایه‌ای از فاز آلفا استحاله پیدا کرده اند. در شکل ۹-ب تصویری از یکی از دانه‌های بتای اولیه نشان داده شده است. این دانه کاملاً مشخصات یک ساختار لایه‌ای را داراست. لایه‌ای پیوسته از فاز آلفای مرزدانه‌ای که با چند فلش سیاه رنگ نشان داده شده و چندین خوشه که در هر کدام از آنها دسته ای از لایه‌های موازی فاز آلفا تشکیل شده از جمله این مشخصه‌ها هستند. یکی از این خوشه‌ها در شکل با مربع مشخص شده است. علاوه بر این، در قسمتی که با دایره نشان داده شده یک ریزساختار سبب-بافت نیز مشاهده می‌شود. در این ناحیه لایه‌هایی عمود بر لایه‌های موجود در خوشه ای که از مرز جوانه زده و به درون دانه بتای اولیه پیشروی کرده تشکیل شده و فضای خالی را پر کرده است. با اندازه‌گیری پهنای لایه‌های آلفا در خوشه‌های مختلف تشکیل شده در سراسر ریزساختار، میانگین اندازه ۹ میکرون برای پهنای لایه‌ها بدست آمد.

برای بررسی اثر ریز ساختار اولیه بر شکل‌پذیری نمونه‌های تیتانیوم CP در این تحقیق، دمای فرآیند ۲۵۰ °C و سرعت پرس ۱ mm/s انتخاب و فرآیند ECAP تحت شرایط فوق بر روی نمونه‌هایی با دو ریز ساختار اولیه متفاوت شامل هم محور و

¹- Basket weave
² Widmanstätten

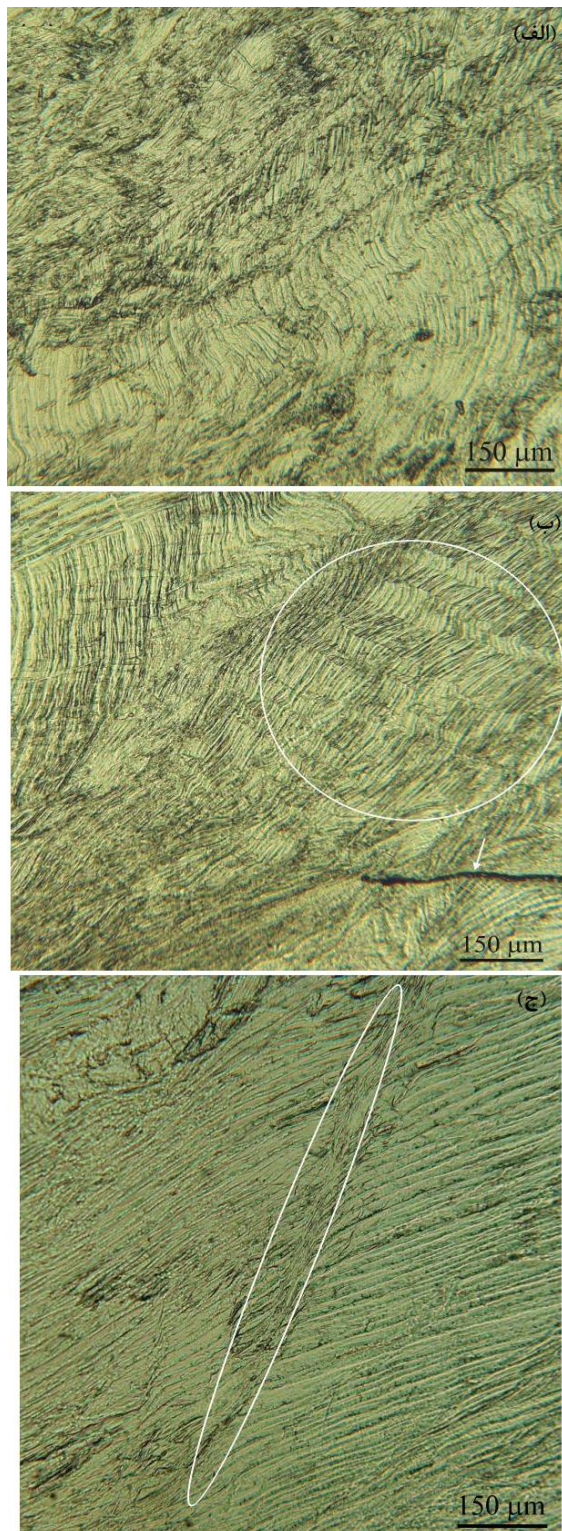


Fig. 11 Light microscopy micrographs taken from the longitudinal sections of CP-Ti samples with lamellar initial microstructure after processing by single pass of ECAP at 250 °C and using pressing speed of 1 mm/s: (a) The region away from the opening of cracks (b) The region near the opening of crack (c) another region of the ECAP-ed bar. شکل ۱۱ تصاویر میکروسکوپ نوری مقطع طولی نمونه تیتانیوم CP با ریزساختار اولیه لایه‌ای بعد از فراوری با ECAP در دمای ۲۵۰°C و با سرعت ۱ mm/s به تعداد یک پاس: (الف) منطقه سالم و بدون ترک خوردگی میله (ب) منطقه نزدیک به ترک ، و (ج) منطقه دیگری از میله.

خود نشان داده است. در برخی نقاط ترک‌ها بسیار عمیق بوده و دهانه ترک کاملاً باز شده است. علاوه بر ترک خوردگی، مهم‌ترین تفاوت این نمونه با نمونه‌های ارائه شده در شکل‌های ۴ و ۵ که همگی ریزساختار اولیه هم محور داشته‌اند، کیفیت سطح نمونه‌هاست. همان‌گونه که در شکل ۱۰ دیده می‌شود سطح نمونه با ریزساختار لایه‌ای بعد از ECAP به شدت حالت موجی یا چین چروک بخود گرفته است. در حالیکه چنین حالتی در سطح نمونه‌های با ریزساختار هم محور مشاهده نمی‌شود.

در شکل ۱۱ تصاویر متالوگرافی نوری از مقطع طولی نمونه با ریزساختار اولیه لایه‌ای، بعد از اعمال ECAP نشان داده شده است. مشابه حالت استفاده از سرعت‌های مختلف پرس (شکل ۷)، این بار نیز متالوگرافی از دو ناحیه یکی منطقه سالم و دور از ترک و دیگری منطقه نزدیک به ترک انجام شده است. در منطقه سالم ما بین دو ترک یک ریزساختار غیر همگن از لایه‌های تغییر شکل یافته مشاهده می‌شود. با توجه به اینکه ریزساختار اولیه متشکل از لایه‌های فاز آلفاست که در داخل یک خوشه موازی هم بوده ولی مجموع آنها نسبت به لایه‌های موجود در خوشه‌های دیگر جهت‌گیری متفاوتی دارند لذا ریزساختار اولیه شامل دسته‌هایی از لایه‌های آلفاست که جهت‌گیری‌های کاملاً متفاوتی با یکدیگر دارند. این لایه‌ها بسته به زاویه بین جهت تنش برشی و سیستم‌های تغییر شکل موجود در آنها می‌توانند در جهت‌های مختلفی تغییر شکل یابند که نتیجه آن یک ساختار تغییر شکل غیر یکنواخت متشکل از لایه‌های کشیده شده، شکسته شده یا انحناء دار است. علاوه بر این، لایه‌هایی که جهت‌گیری مناسب تری نسبت به تنش برشی اعمالی دارند تغییر شکل بیشتری را تجربه کرده و باعث تمرکز موضعی کرنش در این نواحی خواهند شد. با آنکه تقریباً در تمام نقاط میله چنین وضعیتی مشاهده می‌شود اما در مناطق نزدیک به ترک (شکل ۱۱-ب) میزان تمرکز تغییر شکل بیشتر بوده و ترک در این نواحی تشکیل و رشد یافته است (بعنوان مثال ترکی که در شکل (شکل ۱۱-ب) با فلش مشخص شده است را ملاحظه نمایید). در این شکل همچنین درون ناحیه‌ای که با دایره مشخص شده است لایه‌ها بگونه‌ای جهت‌گیری کرده‌اند که تنش برشی اعمال شده بوسیله ECAP باعث تقسیم لایه‌ها شده و حالت پله‌ای ایجاد کرده است. نکته دیگری که در ریزساختار تغییر شکل یافته به چشم می‌خورد تشکیل باندهای برشی در برخی نقاط آن است. نمونه‌ای از این باندها که عموماً در داخل دانه‌های بزرگ بتای اولیه دیده شدند در شکل ۱۱-ج بوسیله یک بیضی مشخص شده است.



Fig. 12 Appearance of CP-Ti samples ECAP-ed at 250 °C for different number of passes and using pressing speed of 1 mm/s. 1P, 2P, ..., 10P indicates respectively the number of passes from 1, 2, ..., 10 applied on samples

شکل ۱۲ شکل ظاهری نمونه‌های تیتانیوم CP فراوری شده با ECAP در دمای ۲۵۰°C و با سرعت پرس ۱ mm/s. ۱P، ۲P، ...، ۱۰P به ترتیب بیانگر تعداد پاس‌های اعمال شده از ۱ تا ۱۰ بر روی نمونه‌ها می‌باشند

با توجه به نتایج تحقیقات انجام شده قبلی در سایر مراکز پژوهشی دنیا زاویه کانال قالب در این تحقیق از ۹۰° رایج به ۱۰۵° افزایش پیدا کرد. علاوه بر آن، باید گفت تیتانیوم CP استفاده شده در این تحقیق نسبت به گریدهای تیتانیوم استفاده شده در سایر تحقیقات از ناخالصی‌های بیشتری برخوردار می‌باشد. در ترکیب شیمیایی تیتانیوم حاضر علاوه بر اکسیژن و آهن که در تمام گریدهای تیتانیوم CP حضور دارند در حدود کمتر از ۰/۲ درصد وزنی نیز عناصر کروم و پالادیم وجود دارد.

در فراوری مواد با شکل‌پذیری پایین با ECAP ترک‌ها عموماً از محل باندهای برشی شروع و رشد پیدا می‌کنند [۲۷]. در داخل این باندها ماده کرنش فوق‌العاده بالایی را تجربه می‌کند. زمانیکه این باندها در نمونه اتفاق می‌افتند اصطلاحاً گفته می‌شود که نمونه سیلان ناپایدار از خود نشان می‌دهد. در حال حاضر به خوبی ثابت شده است که یکی از ملزومات اصلی وقوع سیلان ناپایدار این است که در شرایط تغییر شکل (از نظر دما و نرخ کرنش) منحنی سیلان ماده، کار نرمی از خود نشان دهد [۲۷] عبارت دیگر ماده برای ادامه تغییر شکل و رسیدن به کرنش‌های بیشتر به تنش کمتری نیاز داشته باشد. کار نرمی ممکن است به دلایل مختلف در ماده ایجاد شود. گرم شدن

در این حالت دیده می‌شود که لایه‌های موجود در داخل دانه بتای اولیه چندان دچار تغییر شکل نشده اند و حالت موازی و پیوسته خود را حفظ کرده اند. با وجود این، در محل وقوع باند برشی این لایه‌ها بطور موضعی به شدت کرنش یافته اند.

۳-۴- فراوری نمونه‌های چند پاسه

ریز شدن دانه‌ها در حین تغییر شکل پلاستیک شدید با مکانیزم تقسیم یا خرد شدن دانه‌ها^۱ مستلزم اعمال کرنش پلاستیک سنگین ($\epsilon > 4$) به فلز می‌باشد. در استفاده از فرآیند ECAP اینکار از طریق اعمال پاس‌های بیشتر به نمونه امکان پذیر است. در بیشتر فراوری‌های انجام شده با ECAP برای رسیدن به ریزساختار فوق ریز در تیتانیوم CP از کرنش کل اعمالی ۸ به نمونه استفاده شده است [۶، ۱۳، ۳۷]. با توجه به زاویه کانال ($\Phi = 105^\circ$) و زاویه گوشه ($\Psi \approx 20^\circ$) قالب استفاده شده در این تحقیق، در هر پاس کرنش مؤثر ۰/۸ به نمونه تحمیل می‌شود و در نتیجه برای رسیدن به کرنش کل اعمالی ۸، باید هر نمونه به تعداد ۱۰ پاس تحت ECAP قرار گیرد. اینکار در تحقیق حاضر انجام گردید.

در شکل ۱۲ تصویر نمونه‌های تیتانیوم CP که به تعداد پاس‌های مختلف تحت فرآیند ECAP قرار گرفته اند نشان داده شده است. ECAP در این فراوری‌ها در دمای ۲۵۰°C و با سرعت پرس ۱ mm/s انجام و برای پاس‌های بعدی از مسیر BC استفاده شده است. ملاحظه می‌شود که تمامی نمونه‌ها سالم بوده و فاقد هر گونه ترک خوردگی سطحی، لهیدگی و یا چین و چرک می‌باشند. نمونه در ابتدا دارای طول اولیه ۷۰ mm و قطر ۱۴/۵ mm بوده که با انجام ECAP و به تدریج با افزایش تعداد پاس‌ها طول آن کاهش یافته و در نهایت میله ای با طول حدودی ۵۰ mm و قطر حدودی ۱۴/۵ mm فراوری شده است. علت کاهش تدریجی طول نمونه سنگ زنی دستی بین پاس‌ها برای رفع کمانش و تابیدگی نمونه بوده که به تدریج از حجم نمونه کاسته است.

۴- بحث

اثر برخی از پامترهای مهم تأثیر گذار بر شکل‌پذیری تیتانیوم CP در فرآیند ECAP از جمله دمای فرآیند، سرعت پرس و ریزساختار اولیه در این تحقیق مورد بررسی قرار گرفت که نتایج آنها در صفحات قبل ارائه شد.

^۱-Grain subdivision

ناحیه کوچک متمرکز شده و معیار Cockcroft-Latham را برآورده کرده و به ترک خوردگی نمونه منجر شود. به همین خاطر در فراوری مواد با شکل‌پذیری پایین با ECAP برای فراوری نمونه‌های سالم باید به دنبال راه‌هایی بود که از تشکیل باندهای برشی در نمونه جلوگیری شود.

در بخش نتایج دیده شد که ریزساختار اولیه هم محور شکل‌پذیری بالاتری نسبت به ریزساختار لایه‌ای دارد. در خصوص این ریزساختار باید گفت دمای 250°C پایین‌ترین دمایی است که امکان فراوری نمونه‌هایی سالم از تیتانیوم CP وجود دارد. در دمای 250°C مشخص است که جاییکه با استفاده از سرعت 1 mm/s نمونه ای سالم فراوری می‌شود در سرعت‌های پایین‌تر نیز حتماً این امر تحقق خواهد یافت. سرعت 10 mm/s در عمل سرعت بسیار بالایی است و علاوه بر امکان شکست نمونه کنترل شرایط فراوری با این سرعت مشکلات خاص خود را دارد. به همین خاطر بود که در این تحقیق در ادامه کار تمامی عملیات فراوری تیتانیوم فوق ریزدانه با استفاده از ریزساختار هم محور، در دمای 250°C و سرعت پرس 1 mm/s صورت گرفته و در این ارتباط تصاویر میله‌های تیتانیوم فراوری شده در پاس‌های مختلف ECAP قبلاً در بخش نتایج ارائه شد.

همان‌گونه که قبلاً نیز اشاره شد فراوری نمونه‌های سالم تیتانیوم CP با استفاده از قالب‌های رایج ECAP با زاویه کانال 90° و با سرعت قابل اعمال با پرس‌های رایج هیدرولیک (سرعت پرس 1 تا 10 mm/s) در محدوده دمایی $400-450^{\circ}\text{C}$ امکان پذیر است. در تحقیق حاضر ملاحظه شد که با استفاده از زاویه کانال بزرگتر یعنی 105° و سرعت پرس 1 mm/s دمای فراوری بطور قابل ملاحظه ای کاهش یافته و به 250°C می‌رسد. با این حال همان‌گونه که در بخش مقدمه نیز اشاره شد گزارشاتی از فراوری موفقیت‌آمیز تیتانیوم CP گرید ۲ در دمای محیط به تعداد یک پاس [۳۳] و گرید ۱ به تعداد ۸ پاس [۳۴] منتشر شده است. در این خصوص باید به دو نکته اشاره کرد: اول اینکه زاویه کانال قالب استفاده شده در این تحقیقات 120° می‌باشد که نسبت به قالب تحقیق حاضر 15° بزرگتر است. زاویه کانال بزرگتر به دلیل اینکه منطقه تغییر شکل پهن تری را در محل تقاطع دو کانال ایجاد می‌کند [۲۹] از تمرکز تغییر شکل کاسته و شکل‌پذیری نمونه را افزایش می‌دهد. با این حال باید گفت هر چقدر زاویه کانال قالب بزرگتر باشد کرنش تحمیل شده به نمونه در هر پاس کاهش خواهد یافت [۲۶] و لذا برای رسیدن به مقادیر کرنش بالا که از ملزومات تشکیل ریزساختار فوق ریز در SPD می‌باشد از تعداد پاس‌های بیشتر باید استفاده کرد. علاوه

آدیاباتیک، وقوع تبلور مجدد دینامیکی (DRX^۱)، تغییر مسیر کرنش و یا ترکیبی از این عوامل می‌تواند از جمله دلایل آن باشد [۲۷].

گرم شدن آدیاباتیک با عواملی همچون سرعت پرس، مقدار کرنش تحمیل شده به نمونه در هر پاس و ویژگی‌های ماده تحت فراوری مثل سطح تنش سیلان ماده ارتباط مستقیم دارد [۲۷]. یک راه حل ساده استفاده از سرعت پرس پایین است [۲۸-۳۰] که در این صورت بدلیل اینکه فرصت کافی برای هدایت گرما از ماده به دیواره‌های قالب وجود دارد نمونه کمتر گرم خواهد شد. راه حل‌های دیگر افزایش زاویه کانال قالب [۲۷، ۲۸، ۳۴-۳۲] و یا افزایش دمای انجام فرآیند [۲۷، ۳۰، ۳۵] است که در مورد اول، کرنش اعمال شده در یک پاس کاهش یافته و لذا انرژی صرف شده برای اعمال این کرنش و به تبع آن گرمای ایجاد شده در نمونه کم خواهد شد و در مورد دوم، افزایش دما سطح تنش سیلان ماده را کاهش داده و بنابراین انرژی لازم برای تغییر شکل کاهش خواهد یافت.

در فلزات با شکست نرم تشکیل و اشاعه ترک در اثر تغییر شکل پلاستیک و حضور تنش‌های کششی در ماده رخ می‌دهد. این موضوع اساس رابطه نرمال شده Cockcroft-Latham است که بعنوان معیاری برای شکست نرم محسوب می‌شود. این معیار بصورت ریاضی با رابطه زیر بیان می‌شود [۲۷، ۳۰]:

$$C_N = \int_0^{\bar{\epsilon}_f} \frac{\sigma_T}{\bar{\sigma}} d\bar{\epsilon} \quad (1)$$

در این رابطه C_N یک مقدار ثابت است که متناظر با یک شرایط بحرانی برای وقوع شکست است. $\bar{\sigma}$ تنش مؤثر، $\bar{\epsilon}$ کرنش مؤثر، σ_T بیشترین مقدار مؤلفه تنش کششی است که در حین فرآیند در هر نقطه از نمونه بوجود می‌آید و $\bar{\epsilon}_f$ کرنش مؤثر نهایی است. این رابطه نشان می‌دهد که زمانی که کرنش کلی اعمال شده به نمونه کاهش یابد یا سطح تنش‌های کششی ایجاد شده در نمونه در حین فراوری پایین باشند ترک خوردگی در نمونه اتفاق نمی‌افتد [۲۷]. استفاده از زاویه کانال بزرگتر در قالب ECAP بعنوان یک نمونه عملی از بکارگیری مورد اول و استفاده از فشار مخالف در کانال خروجی قالب مثالی از کاربرد مورد دوم است [۲۷]. با این حال همچنانکه قبلاً اشاره شد ترک خوردگی در ECAP معمولاً در محل‌های تمرکز کرنش (باندهای برشی) اتفاق می‌افتد. ممکن است کرنش اعمالی به نمونه کم باشد اما بدلیل وقوع باندهای برشی کرنش در یک

^۱ Dynamic recrystallization

ECAP و با استفاده از همان سرعت پرس دچار شکست می‌شود. - نتایج آزمایشات فراوری با استفاده از ریزساختار لایه‌ای با پهنای لایه متوسط ۹ میکرون در دمای 250°C و سرعت پرس 1 mm/s حاکی از ترک خوردگی نمونه‌ها با ریزساختار مذکور در پاس اول ECAP می‌باشد. - یافته‌های این تحقیق حاکی از آن است که با افزایش زاویه کانال قالب از 90° به 105° می‌توان دمای فراوری تیتانیوم در فرایند ECAP را حدود 150°C کاهش داده و از 400°C رایج به 250°C رساند.

۶- مراجع

- [1] G. Lutjering, J. C. Williams, Titanium 2nd edition, Springer, pp. 15-52, 175-193, 2003.
- [2] D.M. Brunette, P. Tengvall, M. Textor, P. Thomsen, Titanium in medicine, Springer, pp. 1-45, 2001.
- [3] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, "A two step processing of ultrafine-grained titanium", *Nanostructured Materials*, Vol. 11, pp. 947-954, 1999.
- [4] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, I.V. Alexandrov, "Influence of ECAP routs on the microstructure and properties of pure Ti", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 299, pp. 59-67, 2001.
- [5] A.Yu. Vinogradov, V.V. Stolyarov, S. Hashimoto, "Cyclic behavior of ultrafine-grain titanium produced by severe plastic deformation", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 318, pp. 163-173, 2001.
- [6] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, R.Z. Valiev, "Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 303, pp. 82-89, 2001.
- [7] I. Kim, W.S. Jeong, J. Kim, "Deformation structures of pure Ti produced by equal channel angular pressing", *Scripta Materialia*, Vol. 45, pp. 575-581, 2001.
- [8] A. Balyanov, J. Kutnyakova, N.A. Amirkhanova, "Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti", *Scripta Materialia*, Vol. 51, pp. 225-229, 2004.
- [9] G.G. Yapici, I. Karaman, H.J. Maier, "Mechanical flow anisotropy in severely deformed pure titanium", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 434, pp. 294-302, 2006.
- [10] Y.J. Chen, H.J. Li, J.C. Walmsley, "Microstructure evolution of commercially pure titanium during equal channel angular pressing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 789-796, 2009.
- [11] G. Purcek, G.G. Yapici, I. Karaman, H.J. Maier, "Effect of commercial levels on the mechanical properties of ultrafine-grained titanium" *Materials Science and Engineering A*, Vol. 528, pp. 2303-2308, 2011.
- [12] V.V. Stolyarov, L. Zeipper, B. Mingler, "Influence of post-deformation on CP-Ti processed by equal channel angular pressing", *Materials Science and*

بر این، در خصوص آلومینیم خالص گزارش شده است که ساختار فوق ریزدانه با کسر بالایی از مرزهای بزرگ زاویه تنها با استفاده از قالب‌هایی با زاویه کانال نزدیک به 90° امکان پذیر است و علاوه بر کرنش اعمال شده کل، در هر پاس نیز باید کرنش کافی به نمونه تحمیل شود [۲۶]. با این پیشینه زاویه کانال 105° که نسبت به زاویه 120° به زاویه کانال 90° نزدیکتر است انتخاب شد و هدف از این انتخاب رسیدن به ساختار فوق ریزی بود که ضمن دارا بودن کسر بالایی از مرزهای بزرگ زاویه از اندازه دانه پایین تری نیز برخوردار باشد.

از طرف دیگر باید اشاره شود که گریدهای تیتانیوم استفاده شده در [۳۳] و [۳۴] خصوصاً گرید ۱ از ناخالصی‌های کمتری برخوردار می‌باشند که باعث افزایش انعطاف پذیری آنها می‌شود. تیتانیوم CP مورد استفاده در تحقیق حاضر ضمن دارا بودن مقادیر بالاتر اکسیژن و آهن نسبت به گرید ۱ و ۲ عناصری مثل کروم و پالادیم نیز دارد که باعث افزایش استحکام اولیه و در نتیجه کاهش انعطاف پذیری آن در حالت درشت دانه شده است. در حالیکه گرید ۱ و ۲ عموماً در آزمایش کشش به ترتیب از دیاد طول نسبی حدود 40% و 30% نشان می‌دهند این مقدار برای تیتانیوم استفاده شده در تحقیق حاضر تنها حدود 23% می‌باشد که عملاً شکل‌پذیری آن را در جریان ECAP کاهش می‌دهد.

۵- نتیجه‌گیری

اثر برخی از پارامترهای مهم تأثیرگذار بر شکل‌پذیری تیتانیوم CP در فرآیند ECAP از جمله دمای فرآیند، سرعت پرس و ریزساختار اولیه در این تحقیق مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بارز این تحقیق به شرح ذیل می‌باشد:

- آزمایش‌های انجام شده در بخش اثر دمای فرایند که در 3°C دمای مختلف شامل 250°C و 200°C و با سرعت پرس ثابت 1 mm/s و ریزساختار اولیه هم محور با اندازه دانه متوسط 20 mm/s میکرون صورت گرفت نشان داد که پایین‌ترین دمای فراوری نمونه‌های سالم 250°C می‌باشد. در این دما میله‌های تیتانیوم CP تا 10 پاس بصورت سالم و بدون هیچگونه ترک خوردگی توسط ECAP فراوری شدند.

- نتایج آزمایشات بررسی اثر سرعت پرس در دمای 200°C با استفاده از چهار سرعت مختلف شامل 10 ، 1 ، 0.1 و 0.01 mm/s و ریزساختار اولیه هم محور نشان داد که با کاهش پله ای سرعت پرس شکل‌پذیری بهبود یافته و در نهایت در پایین‌ترین سرعت یعنی 0.01 mm/s نمونه ای نسبتاً سالم در پاس اول فراوری می‌شود. با این حال نمونه مذکور در پاس دوم

- channel angular pressing as a processing tool for grain refinement", *Progress in Materials Science*, Vol. 51, pp. 881-981, 2006.
- [27] P.R. celtin, M.T. Paulino Aguilar, R.B. Figueiredo, T.G. Langdon, " Avoiding cracks and inhomogeneities in billets processed by ECAP", *Journal of Materials Science* Vol. 45, pp. 4561-4570, 2010.
- [28] R.B. Figueiredo, P.R. Celtin, T.G. Langdon, " The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys", *Acta Materialia*, Vol. 55, pp. 4769-4779, 2007.
- [29] R.B. Figueiredo, M.T. Paulino Aguilar, P.R. Celtin, " Finite element modeling of plastic instability during ECAP processing of flow-softening materials", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 430, pp. 179-184, 2006.
- [30] S.L. Semiatin, V.M. Segal, R.E. Goforth, " Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold working temperatures", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 30, pp. 1425-1435, 1999.
- [31] F.J. Humphreys, M. Hatherly, " Recrystallization and related annealing phenomena" 2nd Edition, *Pergamon*, pp. 12-18, 2004.
- [32] M. Furui, H. Kitamura, T.G. Langdon, " Influence of preliminary extrusion conditions on the superplastic properties of a magnesium alloy processed by ECAP", *Acta Materialia*, Vol. 55, pp. 1083-1091, 2007.
- [33] X. Zhao, W. Fu, X. Yang, " Microstructure and properties of pure titanium processes by equal-channel angular pressing at room temperature", *Scripta Materialia*, Vol. 59, pp. 542-545, 2008.
- [34] X. Zhao, X. Yang, X. Lio, X. Wang, T.G. Langdon, " The processing of pure titanium through multiple passes ECAP at room temperature", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 6335-6339, 2010.
- [35] F. Kang, J.T. wang, Y. peng, " Deformation and fracture during equal channel angular pressing of AZ31 magnesium alloy", *Materials Science and Engineering A*, vol. 487, pp. 68-73, 2008.
- [36] P.N. Fagin, J.O. Brown, S.L. Semiatin, " Failure modes during equal channel angular extrusion of aluminum alloy 2024", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32, pp. 1869-1871, 2001.
- [37] Y.J. Chen, Y.J. Li, H.J. Roven, " Quantitative analysis of grain refinement in titanium during equal channel angular pressing", *Scripta Materialia*, Vol. 64, pp. 904-907, 2011.
- Engineering A*, Vol. 476, pp. 98-105, 2008.
- [13] Z. Fan, H. Jiang, X. Sun, J. Song, X. Zhang, C. Xie, " Microstructure and mechanical deformation behavior of ultrafine-grained commercial pure (grade 3) Ti processed by two-step severe plastic deformation", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 45-51, 2009.
- [14] A.A. Popov, I. Yu. Pyshmintsev, " Structural and mechanical properties of nanocrystalline titanium processed by severe plastic deformation", *Scripta Materialia*, Vol. 37, No. 7, pp. 1089-1094, 1997.
- [15] D.H. Shin, I. Kim, J. Kim, Y.T. Zhu, " Shear strain accommodation during severe plastic deformation of titanium using equal channel angular pressing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 334, pp. 239-245, 2002.
- [16] D.H. Shin, I. Kim, J. Kim, Y.S. Kim, S.L. Semiatin, " Microstructure development during equal-channel angular pressing of titanium", *Acta Materialia*, Vol. 51, pp. 983-996, 2003.
- [17] I. Kim, J. Kim, D.H. Shin, X.Z. Liao, " Deformation twins in pure titanium processed by equal channel angular pressing", *Scripta Materialia*, Vol. 48, pp. 813-817, 2003.
- [18] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, I.V. Alexandrov, " Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 343, pp. 43-50, 2003.
- [19] K. Hajizadeh, B. Eghbali, K. Topolski, K.J. Kurzydowski, " Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 143, pp. 1032-1038, 2014.
- [20] K. Hajizadeh, S. Ghobadi Alamdari, B. Eghbali, " Stored energy and recrystallization kinetics of ultrafine grained titanium processed by severe plastic deformation, *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 417, pp. 33-38, 2013.
- [21] K. Hajizadeh, B. Eghbali, " Effect of Two-Step Severe Plastic Deformation on the Microstructure and Mechanical Properties of Commercial Purity Titanium", *Metals and Materials International*, Vol. 20, pp. 343-350, 2014.
- [22] R.Z. Valiev, A.V. Sergueeva, A.K. Mukherjee, " The effect of annealing on tensile deformation behavior of nanostructured SPD titanium ", *Scripta Materialia*, Vol. 49, pp. 669-674, 2003.
- [23] W. Pachla, M. Kulczyk, M.S. Ryszkowska, " Nanocrystalline titanium produced by hydrostatic extrusion", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 205, pp. 173-182, 2008.
- [24] D. Terada, S. Inoue, N. Tsuji, " Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process", *Journal Materials Science*, Vol. 42, pp. 1673-1681, 2007.
- [25] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, " Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation", *Progress in Materials Science*, Vol. 45, pp. 103-189, 2000.
- [26] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, " Principles of equal