مجله مهندسی مکانیک مدرس، فروردین 1396، دوره 17، شماره 1، ص‌ص 453-461

ماهنامه علمی پژوهشی

مهندسی مکانیک مدرس

mme.modares.ac.ir

مطالعه‌ی ساختار و خواص مکانیکی تیتانیم خالص تجاری پس از فرآیند ترکیبی فشار در کانال زاویه‌دار مساوی و اکستروژن

شاپور نیکبخت[1]، محمد افتخاری[2]، قادر فرجی[3*]

1- کارشناس ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
2- دانشجوی دکترا، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
3- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران
* تهران، صندوق پستی 14395-515، ghfaraji@ut.ac.ir

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل
دریافت: 10 آذر 1395
پذیرش: 13 دی 1395
ارائه در سایت: 29 دی 1395

کلید واژگان:
بیلت فوق ریزدانه
تغییر شکل پلاستیک شدید
فشار در کانال زاویه‌دار مساوی
اکستروژن
خواص مکانیکی

چکیده

در سال‌های اخیر، روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید، به دلیل تولید مواد فوق ریزدانه و نانوساختار و ایجاد خواص مکانیکی فوق‌العاده، بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید به فلز، باعث تغییرات ریزساختاری و ایجاد ساختار نانومتری در آن می‌شود. در این پژوهش بیلت‌های فوق ریزدانه و نانوساختار تیتانیم خالص، با استفاده از روش ترکیبی فشار در کانال زاویه‌دار مساوی (ایکپ) و اکستروژن در تعداد پاس‌های مختلف (1، 2، 4 و 6 پاس) در دمای فرآیندی 400°C برای هر دو فرآیند فشار در کانال زاویه‌دار مساوی و اکستروژن، تولید گردید و سپس به مطالعه‌ی میزان تغییر خواص مکانیکی و ریزساختاری بیلت‌ها پرداخته شد. مشاهده گردید خواص مکانیکی به‌طور چشمگیری افزایش پیدا کرد. استحکام نهایی در بهترین حالت، 941 مگاپاسکال شد درحالی‌که استحکام نهایی برای ماده خام 505 مگاپاسکال بود؛ به‌عبارت‌دیگر استحکام نهایی 86.3٪ افزایش یافت. این فرآیند ترکیبی استحکام ماده را در یک‌پاس، در حدود 60.8٪، دوپاس 78.8٪، چهارپاس 86.3٪ و شش‌پاس را 80.8٪ نسبت به قطعه خام، افزایش داد. دلیل کاهش نرخ افزایش استحکام در پاس‌های بالا، ریز شدن دانه‌ها و رسیدن به حد اشباع خود بود. سختی نمونه پس از فرآیند به اندازه قابل‌ملاحظه‌ای افزایش و پس از پاس‌های بعدی، با سرعت کمتری افزایش یافت. سختی نمونه تا حدود 216.65 ویکرز نسبت به مقدار اولیه 81.85 ویکرز افزایش یافت. درواقع این فرآیند باعث افزایش حدود 164٪ در سختی گردید. در پاس‌های بعدی مقدار افزایش سختی کم‌تر بود. همچنین تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی، حاکی از شکست ترد و وجود حفره‌های کم‌عمق در نمونه‌ها بود.

Study of Microstructure and mechanical properties of pure commercial titanium via combination of Equal channel angular pressing and Extrusion

Shapor Nikbakht, Mohammad Eftekhari, Ghader Faraji*

Department of Mechanical Engineering, Tehran University, Tehran, Iran.
* P.O.B. 14395-515, Tehran, Iran, ghfaraji@ut.ac.ir

ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper
Received 30 November 2016
Accepted 02 January 2016
Available Online 18 January 2017

Keywords:
UFG billet
SPD
ECAP
Extrusion
Mechanical properties

ABSTRACT

There has been much interest in recent years in improving material properties by grain refinements using severe plastic deformation (SPD). With applying severe plastic deformation to metals, the structure changes and nanostructure is produced. In this study, ultra-fine grained pure titanium is fabricated by combination of Equal channel angular pressing and Extrusion process in different passes (1, 2, 4 and 6 pass). ECAP and Extrusion processes were carried out at 400°C. Then, mechanical and microstructural properties of UFG pure titanium billets produced by the combined process of ECAP and extrusion process were examined and the effect of passes on mechanical and microstructural properties was investigated. The results showed that mechanical properties were improved significantly. Ultimate strength increased up to 941MPa, in the best state, while for initial sample it was 505MPa, in other words, ultimate stress increased about 86.3%. With this combinational method, ultimate stress increased about 60.8% for 1 pass sample, 78.8% for 2 pass sample, 86.3% for 4 pass sample and 80.8% for 6 pass sample rather than initial state. In higher passes the rate of increase is reduced due to the grains size saturation. Hardness increased from 81.85 Hv to 216.65 Hv. In other words, hardness increased 164% from initial value. Further passes of the process only have a minor effect on increasing of billet hardness. Scanning Electron Microscope also revealed that brittle fracture took place in all samples with shallow dimples.

1- مقدمه

تیتانیم خالص تجاری با استحکام بالا، نقش قابل توجهی را در صنایع مختلف ایفا می‌کند؛ مقاومت به خوردگی عالی، مقاومت حرارتی بالا، استحکام ویژه‌ی زیاد، قابلیت ریخته‌گری قابل قبول، قابلیت جوشکاری خوب، سازگاری عالی از نظر بایو و چگالی پایین آن باعث شده تا از آن به‌صورت فزاینده در خودروسازی، هوا - فضا و مصارف پزشکی مانند ایمپلنت‌ها استفاده گردد.

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

Sh. Nikbakht, M. Eftekhari, Gh. Faraji, Study of Microstructure and mechanical properties of pure commercial titanium via combination of Equal channel angular pressing and Extrusion, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 17, No. 1, pp. 453-461, 2017 (in Persian)

امروزه یکی از اهداف اصلی فرآیندهای تغییر شکل پلاستیک شدید[1]، ارتقای بیشتر خواص مکانیکی تیتانیم خالص تجاری و جایگزین کردن آن با آلیاژهای ناخالص با استحکامِ موجود (که اکثراً دارای عناصر مضر برای بدن انسان هستند) می‌باشد [1].

روش‌های تغییرشکل پلاستیکی شدید یکی از روش‌های جدید برای تولید مواد فوق ریزدانه[2] و نانوساختار است. در این روش با اعمال کرنش‌های شدید به نمونه، اندازه‌ی دانه‌ها تا مقیاس نانومتری کاهش یافته و خواص مکانیکی نمونه بهبود چشمگیری می‌یابد [2]. امروزه روش‌های مختلف تغییر شکل پلاستیک شدید مانند روش فشار در کانال زاویه‌دار مساوی[3] [3]، روش فشار در کانال زاویه‌دار لوله‌ای[4] [4]، فشار در کانال زاویه‌دار مساوی مکرر[5] [5]، پیچش فشار بالا[6] [6]، نورد اتصال تجمعی[7] [7]، کنگره‌ای و صاف کردن متناوب[8] [8] و انبساط و روزنرانی متناوب[9] [9] توسعه یافته است.

روش فشار در کانال زاویه‌دار مساوی یا ایکپ که در فوق به آن اشاره گردید، یکی از روش‌های متداول تغییر شکل پلاستیک شدید می‌باشد. این روش، نخستین بار توسط سیگال و همکاران در دهه‌ی 1970 و در کشور روسیه به کار برده شد [1]. نمای شماتیک فرآیند ایکپ در شکل 1 نشان داده شده است. نمونه تحت فشار اعمالی توسط سنبه، با عبور از ناحیه گوشه‌ی (قسمت زانویی) کانال زاویه‌دار، تحت تغییر شکل شدید برشی قرار گرفته و ریزدانه می‌گردد سپس از کانال خروجی با همان قطر اولیه بیرون می‌آید. زمانی که قطعه با اعمال فشار خارجی، از کانال زاویه‌دار عبور داده می‌شود، کرنش کلی از رابطه‌ی (1) به دست می‌آید که متغیرهای آن در شکل 1 مشخص شده‌اند و N تعداد پاس یا دفعات انجام فرآیند است [11,10].

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}}\left[2\cot\left(\frac{\phi}{2}+\frac{\Psi}{2}\right)+\Psi\operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2}+\frac{\Psi}{2}\right)\right] \quad (1)$$

ترکیب عملیاتی روش ایکپ با روش‌هایی مانند اکستروژن، نورد و فورج به‌منظور توسعه‌ی نانوساختار تیتانیم خالص تجاری و رسیدن به خواص بهتر، گاهاً از سوی محققین مورد توجه بوده است؛ ولادمیر و همکاران [12] با ایکپ نمودن تیتانیم خالص تجاری در 8 پاس، در قالب 90 درجه و در دمای 450 درجه سلسیوس و سپس انجام اکستروژن سرد (کاهش سطح مقطع تجمعی 75 درصد) تنها بر روی نمونه‌ی 8 پاس ایکپ شده، توانستند تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب از 380 و 460 مگاپاسکال به 970 و 1050 مگاپاسکال برسانند. دانگ و همکاران [13] نیز پس از ایکپ نمودن تیتانیم خالص تجاری در 5 پاس و در دمای 450 درجه سلسیوس، مشاهده نمودند که اندازه دانه از 41.6 میکرومتر به 0.96 میکرومتر رسید؛ آن‌ها در ادامه با انجام اکستروژن سرد در دمای اتاق (کاهش سطح مقطع 25.5 درصد) تنها بر روی نمونه‌ی 5 پاس ایکپ شده، توانستند درنهایت، استحکام تسلیم را از 202 به 708 مگاپاسکال و استحکام نهایی را از 292 به 791 مگاپاسکال برسانند.

راب و همکاران [14] با بررسی تاثیر فرایند ایکپ (قالب 120 درجه)، بر خواص تیتانیم خالص، مشاهده کردند که کاهش دما باعث افزایش فشار هیدرواستاتیک در ناحیه تغییر شکل و کاهش اندازه دانه شد؛ برای مثال با رساندن دمای ایکپ از 300 به 200 درجه، فشار هیدرواستاتیک از 510 به 640

[1] Sever Plastic Deformation (SPD)
[2] Ultrafine Grained (UG)
[3] Equal Channel Angular Pressing (ECAP)
[4] Tube Channel Angular Pressing (TCAP)
[5] Equal Channel Multi-Angular Pressing (ECMAP)
[6] High Pressure Torsion (HPT)
[7] Accumulative Roll Bonding (ARB)
[8] Repetitive Corrugation and Straightening (RCS)
[9] Cyclic Expansion Extrusion (CEE)

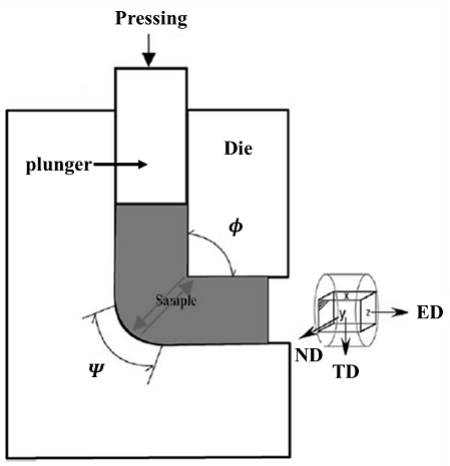

Fig. 1 Schematic illustration of the ECAP facility showing the angles Φ and Ψ [9]

شکل 1 نمای شماتیک از فرآیند ایکپ و زوایای Φ و Ψ [9]

مگاپاسکال و اندازه دانه از 0.25 به 0.21 میکرومتر رسید. سمیتین و همکاران [15] نشان دادند که تیتانیم خالص گرید 2 در قالب ایکپ 90 درجه و در دمای 25 درجه سلسیوس، در همه‌ی نرخ کرنش‌ها دچار شکست می‌شود. مطالعات مختلفی مانند [17،16] نشان داد که انجام ایکپ در دمای بالا (450 درجه سلسیوس) و در قالب 90 درجه، می‌تواند منجر به ایجاد ساختار فوق ریزدانه بر روی تیتانیم خالص تجاری شود. لو و همکاران [18] با بررسی ایکپ تیتانیم خالص تجاری در چند دمای مختلف، مشاهده کردند که با افزایش دمای ایکپ، اندازه دانه‌ها بزرگ‌تر و استحکام ماده کمتر شد. برای مواد با درصد ازدیاد طول[10] پایین، به‌جای افزایش دمای ایکپ یا ازدیاد زاویه قالب، استفاده کردن از فشار پشتی[11] بهترین راه‌کار است که (با افزایش فشار هیدرواستاتیک) باعث بهبود خواص مکانیکی می‌شود [19]. سان و همکاران [20] تاثیر سه نوع فشار پشتی رایج در ایکپ را بر خواص تیتانیم خالص تجاری در دمای 450 درجه سلسیوس بررسی کردند.

زائو و همکاران [21] توانستند تیتانیم خالص تجاری گرید 1 را در دمای اتاق و در قالب 120 درجه، به‌طور موفقیت‌آمیزی در 8 پاس ایکپ کنند و اندازه‌ی دانه را از 23 میکرومتر به 200 نانومتر و تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب از 275 و 407 مگاپاسکال به 710 و 790 مگاپاسکال برسانند. زائو و همکاران [22] موفق شدند تیتانیم خالص تجاری گرید 1 را در دمای اتاق و در قالب 90 درجه، در 4 پاس ایکپ کنند و اندازه‌ی دانه را از 25 میکرومتر به 150 نانومتر و استحکام نهایی را از 485 به 765 مگاپاسکال برسانند. جاگر و همکاران [23] توانستند تیتانیم خالص تجاری گرید 2 را در 4 پاس، در دمای اتاق، در قالب 90 درجه و هم‌زمان با اعمال فشار پشتی بالا ایکپ کنند و اندازه‌ی دانه را به 150 نانومتر برسانند.

در پژوهش‌های پیشینی که مربوط به انجام تلفیق دو روش ایکپ و اکستروژن بر روی تیتانیم خالص تجاری است، محققین تنها آخرین نمونه‌ی ایکپ شده‌ی خود (که پس از انجام تعداد پاس معینِ ایکپ، به اندازه‌ی دانه‌ی اشباع یا نهایتِ ریزدانگی قابل حصولِ فرآیند رسیده بود) را تحت اکستروژن سرد (در دمای اتاق) قرار داده‌اند ولی به تاثیر انجام اکستروژن بعد از انجام هر پاس ایکپ توجه ننموده‌اند لذا در پژوهش حاضر بعد از انجام هر پاس ایکپ،

[10] Elongation
[11] Back Pressure

فرآیند اکستروژن نیز (با کاهش سطح مقطع 75 درصد یا رساندن قطر مقطع به نصف) بر روی همان نمونه انجام پذیرفت تا تاثیر اکستروژن بر خواص مکانیکی قطعه پس از انجام هر پاس ایکپ مشخص شود. همچنین در این پژوهش برای نخستین بار از اکستروژن گرم (دمای 400 درجه سلسیوس) بعد از انجام فرآیند ایکپ، استفاده شد که مزیت آن نسبت به اکستروژن سرد، استفاده از نیروی کمتر برای تغییرشکل و جلوگیری از افت شدید درصد ازدیاد طول بود. در این پژوهش، فرآیند ایکپ در دمای 400 درجه سلسیوس انجام گرفت. درنهایت مشاهده شد که نتایج به‌دست‌آمده از پژوهش حاضر، به طرز مطلوبی قابل قیاس با نتایج پژوهش‌های پیشین بود. یکی از علل انجام فرآیند اکستروژن بعد از ایکپ در پژوهش حاضر، علاوه بر حصول به خواص مکانیکی بالاتر، این است که چون در قالب‌های ایکپ، محدودیت استفاده از قطعات با طول زیاد و قطر کم به دلیل خطر کمانش و شکست سنبه وجود دارد لذا امکان تولید پیوسته فراهم نیست. برای حل این مشکل، ابتدا یک قطعه با قطر بزرگ‌تر از قطر نامی را ایکپ می‌کنند و سپس با اکستروژن، قطر آن را به اندازه‌ی نامی می‌رسانند که در جریان این فرآیند طول قطعه افزایش و قطر آن کاهش می‌یابد و به این طریق، دیگر نیازی به وارد کردن این قطر کم در قالب ایکپ نیست. در پژوهش حاضر نیز از آن‌جا که هدف تولید قطعه‌ای با قطر 5 میلی‌متر که مناسب برای ساخت ایمپلنت است، بود و ایکپ کردن چنین قطر کوچکی به دلیل کمانش و شکست سنبه، ممکن نبود لذا ابتدا قطعه‌ای به قطر 10 میلی‌متر ایکپ گردید و سپس با انجام اکستروژن قطر آن به 5 میلی‌متر رسانده شد.

2- آزمون‌های تجربی

2-1- فشار در کانال زاویه‌دار مساوی (ایکپ) و اکستروژن

در جریان این پژوهش، بیلت‌هایی از جنس تیتانیم خالص تجاری گرید 2 با قطر 10 میلی‌متر و طول 70 میلی‌متر به‌منظور انجام فرآیند، آماده شد. تصویر قالب ایکپ استفاده شده در شکل 2 مشهود است. در شکل 1، اندازه پارامترهای قالب، Φ=90° و Ψ=0° انتخاب شد زیرا با استناد به رابطه‌ی (1)، هر چه زوایای Φ و Ψ کوچک‌تر باشند، کرنش اعمال شده به قطعه بیش‌تر شده و متعاقباً قطعه ریزدانه‌تر می‌شود و بنا به [1]، کوچک‌ترین زوایای Φ و Ψ استفاده شده در تحقیقات پیشین بر روی ایکپ تیتانیم، همان زوایای Φ=90° و Ψ=0° بود لذا این زوایا برای پژوهش حاضر، انتخاب شدند. به‌منظور کاهش اصطکاک بین بیلت و دیواره قالب از روان‌کار مولیبدن‌دی‌سولفید[1] استفاده شد [24]. ابتدا 4 نمونه‌ی آزمایشگاهی از جنس مورد مطالعه، با انجام ایکپ در 1، 2، 4 و 6 پاس، در دمای 400 درجه سلسیوس و با سرعت پرس 10 میلی‌متر بر دقیقه، به‌دست آمد. سپس بر روی هر کدام از نمونه‌ها، اکستروژن در همان دمای 400 درجه‌ی سلسیوس، در یک مرحله و با کاهش سطح مقطع 75 درصد (یا رساندن قطر به نصف) انجام گرفت.

تصویر و نقشه‌ی قالب اکستروژن مورد استفاده در شکل 3 آورده شده است.

2-2- آزمون کشش

در ادامه‌ی کار، 4 نمونه‌ی آزمون کشش از قطعات ایکپ شده در 1، 2، 4 و 6 پاس، استخراج گردید و 4 نمونه‌ی آزمون کششِ دیگر نیز از قطعات ایکپ (با تعداد پاس معین) و سپس اکستروژن شده استخراج شد. در آزمون کشش، به‌منظور اندازه‌گیری خواص مکانیکی در جهت طولی، از نمونه‌های دمبلی

[1] MoS_2

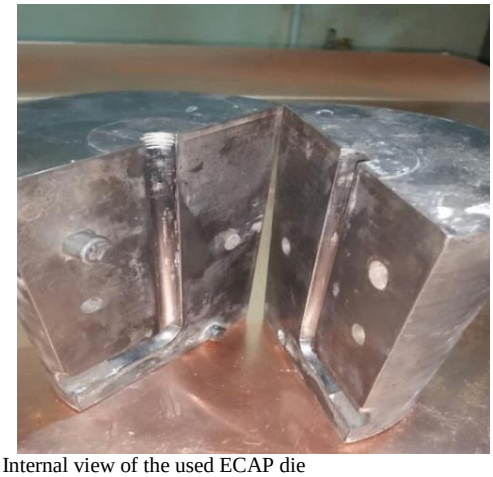

Fig. 2 Internal view of the used ECAP die

شکل 2 نمای داخلی قالب ایکپ مورد استفاده

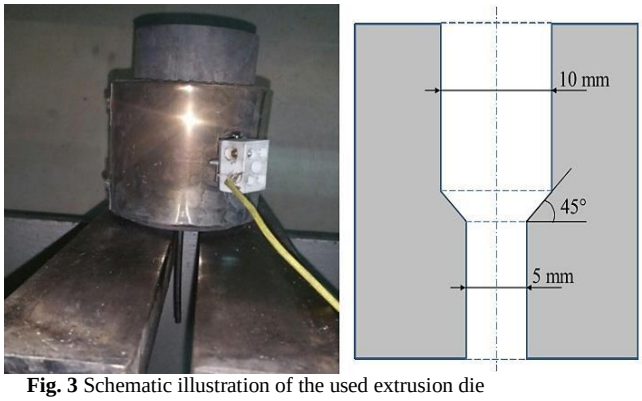

Fig. 3 Schematic illustration of the used extrusion die

شکل 3 نمای شماتیک از قالب اکستروژن استفاده شده

شکل با ارتفاع گیج 30 میلی‌متر و پهنای 3 میلی‌متر و از دستگاه آزمون کشش 2 تنی سنتام[2] با نرخ کرنش $0.001\ s^{-1}$ استفاده شد.

2-3- متالوگرافی نوری

به‌منظور بررسی تغییرات ریزساختاری حاصل از تغییر شکل، نمونه‌های ایکپ و اکستروژن شده پس از انجام آنیل، مقطع زده شد و بعد از آماده‌سازی (سنباده‌زنی، پولیش و حکاکی) توسط میکروسکوپ نوری تحت بررسی قرار گرفتند. نمونه‌ها در جهت محور اکستروژن و عمود بر جهت آن مقطع زده شدند. عملیات سنباده‌زنی با استفاده از کاغذهای سیلیسیم کارباید تا شماره 4000 انجام شد. سپس نمونه‌ها از طریق پولیش مکانیکی و استفاده از محلول آلومینا آماده‌سازی گردیدند. برای آشکارسازی ریزساختارِ نمونه‌ها، از محلول با ترکیب شمیایی مندرج در جدول 1 استفاده شد [25]. تصاویر ریزساختاری، با استفاده از میکروسکوپ نوریِ مجهز به دوربین دیجیتال تهیه شدند. با وجود اختلاف اندازه قابل ملاحظه بین اندازه دانه متبلور شده و دانه‌های اولیه، دانه‌های جدید به‌راحتی قابل تشخیص بودند. مورفولوژی و رنگ متفاوت دانه‌های جدید نیز در شناخت آن‌ها کمک نمود.

جدول 1 مشخصات محلول اچ مورد استفاده

Table 1 Specifications of the used etching solution

ماده شیمیایی	HNO_3	HF	H_2O
مقدار (درصد)	10	2	88

[2] SANTAM

2-4- سختی‌سنجی

به‌منظور مشخص کردن میزان سختی، نمونه‌های مناسب برای آزمون میکرو سختی‌سنجی، از بیلت‌های ایکپ شده و بیلت‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده، جدا شد و بعد از آماده‌سازی سطح نمونه‌ها و مانت کردن، سختی‌سنجی با استفاده از دستگاه میکروسختی‌سنجی ویکرز انجام گرفت. در این آزمون، میزان بار اعمالی 1 کیلوگرم و زمان توقف سنجه بر روی قطعه 10 ثانیه بود. سختی در 6 نقطه در طول ضخامت اندازه‌گیری شده است.

2-5- شکست نگاری[1] توسط آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی[2]

به‌منظور بررسی همگنی سطوح شکست نمونه‌های آزمون کشش شده و نیز تشخیص مکانیزم نوع شکست، شکست نگاری توسط آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام شد. در این مرحله، از دستگاه هیتاچیس[3] (مشهود در شکل 4) با دقت 5 نانومتر و ماکزیمم ولتاژ کاری 30 کیلوولت استفاده گردید.

3- نتایج و بحث

3-1- خواص مکانیکی به‌دست‌آمده از آزمون کشش

نمودارهای به‌دست‌آمده بعد از انجام آزمون کشش بر روی نمونه‌های ایکپ شده، در شکل 5 و نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده در شکل 6 مشهود است و خواص مکانیکی به‌دست‌آمده برای همه‌ی نمونه‌ها، در جدول 2 درج گردیده است. با انجام ایکپ بر روی قطعه، بنا به تصویر موجود در بخش بعدی قطعه ریزدانه می‌گردد و بنا به معادله‌ی (2) که به معادله‌ی هال‌پچ[4] معروف است، با ریز شدن دانه‌ها، استحکام فلز افزایش می‌یابد [26]. لذا مطابق شکل 5 با افزایش تعداد پاس‌های ایکپ (و ریز شدن بیشتر دانه‌ها)، استحکام تسلیم و نهایی افزایش یافت.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \qquad (2)$$

در رابطه‌ی فوق، d اندازه میانگین دانه‌ها، σ_y استحکام تسلیم، σ_0 و K ثابت‌های مربوط به ماده هستند. البته باید توجه داشت در اندازه دانه‌ی کوچکتر از حدود 20 نانومتر رفتار هال‌پچ دیگر صادق نیست و با ریزتر شدن دانه‌ها، استحکام کاهش می‌یابد [27]. در عموم روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید، اندازه‌ی دانه بزرگتر از 20 نانومتر است لذا می‌توان از رابطه‌ی هال‌پچ برای توجیه این موارد بهره جست. با اعمال تغییرشکل پلاستیک شدید، ضمن کاهش اندازه‌ی دانه‌ها، اتم‌های محلول در مرز دانه‌ها جمع می‌شوند و استحکام ماده افزایش می‌یابد زیرا این اتم‌ها باعث ایجاد مانع و

Fig. 4 Used SEM devices

شکل 4 دستگاه SEM مورد استفاده

[1] Fractography
[2] SEM
[3] Hitachis
[4] Hall-Petch relation

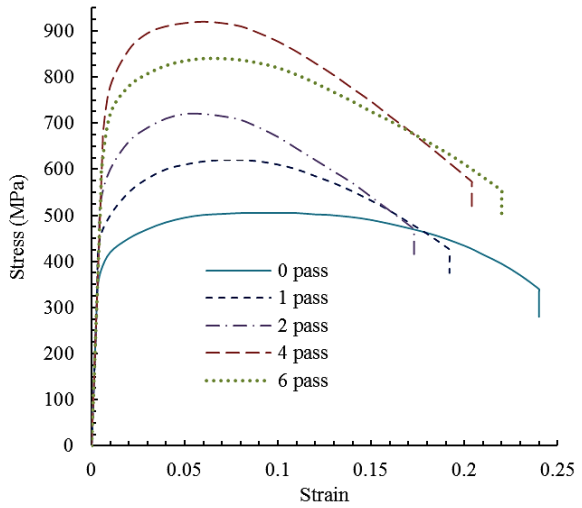

Fig. 5 Stress-Strain curve for ECAP performed samples with specific number of pass

شکل 5 نمودار تنش-کرنش برای قطعات ایکپ شده با تعداد پاس معین

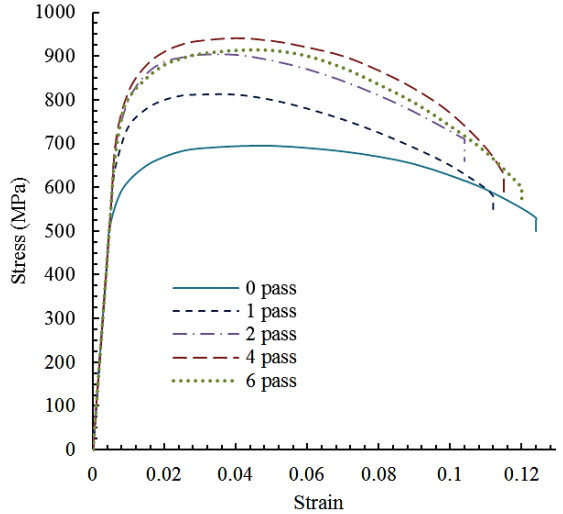

Fig. 6 Stress-Strain curve for ECAP and Extrusion performed samples

شکل 6 نمودار تنش-کرنش برای قطعات ایکپ و اکستروژن شده

جدول 2 خواص مکانیکی به‌دست‌آمده از همه‌ی نمونه‌های آزمایش

Table 2 Obtained mechanical properties from all experimental samples

نمونه	تنش تسلیم (MPa)	تنش نهایی (MPa)	درصد ازدیاد طول (%)
0 پاس ایکپ (حالت اولیه)	341	505	24
1 پاس ایکپ	440	620	19.2
2 پاس ایکپ	528	719	17.3
4 پاس ایکپ	682	921	20.4
6 پاس ایکپ	605	840	22
0 پاس ایکپ + اکستروژن	506	695	12.4
1 پاس ایکپ + اکستروژن	609	812	11.2
2 پاس ایکپ + اکستروژن	693	903	10.4
4 پاس ایکپ + اکستروژن	711	941	11.5
6 پاس ایکپ + اکستروژن	655	913	12

اختلال در حرکت نابه‌جایی‌ها شده و به همین دلیل، استحکام را افزایش می‌دهند. عامل دیگری که در مواد فوق ریزدانه باعث افزایش استحکام ماده می‌شود، کرنش سختی[1] است. بر اثر انجام تغییرشکل پلاستیک شدید، چگالی عیوبی نظیر نابه‌جایی، جای خالی و مرزدانه‌های جدید افزایش خواهد یافت. وجود تمامی این عیوب در ماده منجر به افزایش تنش سیلان ماده خواهد شد. وجود فشار هیدرواستاتیک در روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید نقش مهمی در افزایش استحکام مواد فوق ریز دانه ایفا می‌کند زیرا در حضور فشار هیدرواستاتیک، تمرکز جاهای خالی در حین تغییرشکل پلاستیک افزایش خواهد یافت. در این حالت نفوذ نابه‌جایی‌ها در جاهای خالی به سختی انجام می‌شود و فرآیند حذف نابه‌جایی‌ها کند می‌شود. درنهایت با کند شدن فرآیند حذف نابه‌جایی‌ها، نرخ کرنش سختی افزایش می‌یابد [28].

پس از انجام فرآیند ایکپ (که یکی از روش‌های رایج تغییرشکل پلاستیک شدید است) بر روی نمونه‌ها، بنا به دلایل ذکر شده در فوق و نیز مطابق شکل 5، استحکام افزایش و درصد ازدیاد طول متقابلاً کاهش پیدا کرد. بعد از انجام اولین پاس ایکپ، تغییرشکل برشی خالص در قطعه اتفاق می‌افتد و دانه‌ها در جهت طولی کشیده می‌شوند و مرزدانه‌های با زاویه‌ی کم شکل می‌گیرند که باعث افت درصد ازدیاد طول می‌شود [29] لذا بنا به شکل 5، در پاس‌های 1 و 2 مشاهده می‌گردد که استحکام افزایش ولی درصد ازدیاد طول کاهش پیدا کرده است. همچنین مطالعات در دماهای مختلف نشان داده است که بعد از انجام پاس اول ایکپ، تعداد زیادی دوقلویی، در جهت کشیده شدن دانه‌ها وجود دارد. بعد از انجام چند پاس ایکپ، درصد ازدیاد طول و استحکام همزمان و با هم بیشتر می‌شوند که علت آن، افزایش درصد مرزدانه‌ای با زاویه‌ی زیاد، بهبود همگنی ریزساختار و کاهش پهنای باندهای برش است [29]. در پژوهش حاضر نیز مشاهده گردید (بنا به شکل 5) در پاس‌های 4 و 6 هم درصد ازدیاد طول و هم استحکام نسبت به پاس-های 1 و 2 بیشتر شد. بنا به پژوهش‌هایی مانند [31،30] بعد از انجام 4 تا 6 پاس ایکپ در دمای 450-200 درجه سلسیوس (البته بسته به اندازه اولیه دانه و مسیر انجام ایکپ) بر روی تیتانیم خالص، ماده از نظر مکانیکی و اندازه‌ی دانه به حد اشباع می‌رسد. در پژوهش حاضر نیز مشاهده شد که بعد از 4 و 6 پاس ایکپ، نمودارها و خواص مکانیکی (به خصوص درصد ازدیاد طول) به هم نزدیک شدند و نیز بنا به تصاویر ریزساختار نمونه‌ها بعد از انجام ایکپ (که در ادامه آورده شده است)، اندازه‌ی دانه‌ها در پاس‌های 4 و 6 نزدیک به هم بود که همگی این نشانه‌ها حاکی از وجود حالت اشباع در حوالی پاس 6 بود. ولی علت این‌که استحکام نمونه‌ی 6 پاس از نمونه‌ی 4 پاس کمتر شد می‌توانست ناشی از تغییر مکانیزم تغییرشکل پلاستیک با ریزتر شدن دانه‌ها و رسیدن به اندازه دانه‌ی اشباع ضمن تاثیر همزمان دمای 400 درجه‌ی سلسیوس فرآیند ایکپ باشد.

در ادامه‌ی کار، بنا به شکل 6، با انجام اکستروژن بر روی نمونه‌های ایکپ شده و نمونه‌ی خام اولیه، مشاهده گردید که برای همه‌ی نمونه‌ها، استحکام، افزایش ولی درصد ازدیاد طول، کاهش پیدا کرد که این روال تغییر خواص مکانیکی، مشابه پژوهش‌های [13،12] بود زیرا با انجام اکستروژن، دانه‌ها در جهت طولی کشیده‌تر شده و چگالی نابه‌جایی‌ها هم بیشتر می‌گردد که این امر، باعث افزایش استحکام و کاهش درصد ازدیاد طول می‌شود.

بنا به شکل 6 مشاهده شد که در نمونه‌های 4 و 6 پاس، مقدار استحکام و درصد ازدیاد طول نزدیک به هم بودند که این می‌توانست گویای یک حالت اشباع در خواص مکانیکی با انجام اکستروژن با درصد کاهش 75 درصد باشد. نمونه‌ی 6 پاس ایکپ و اکستروژن شده دارای بیشترین درصد ازدیاد طول (البته بعد از نمونه خام) در بین سایر نمونه‌ها بود. با این حال مطلوب‌ترین خواص مکانیکی برای قطعه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده به‌دست آمد به-طوری‌که درصد ازدیاد طول آن نزدیک به نمونه‌ی 6 پاس بود و بیشترین استحکام تسلیم و نهایی را داشت. در قطعه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده مشاهده شد که استحکام تسلیم از 341 به 711 مگاپاسکال و استحکام نهایی از 505 به 941 مگاپاسکال رسید؛ چنین خواصی، قابل مقایسه با خواص تیتانیم تجاری گرید 5 (با تنش تسلیم و تنش نهایی به‌ترتیب 795 و 860 مگاپاسکال و درصد ازدیاد طول 10 درصد [32]) بود که امروزه برای مصارف ایمپلنت‌ها کاربرد دارد. اما تیتانیم تجاری گرید 5 دارای عناصر ناخالصی مضر برای بدن انسان است. لذا نمونه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده (که از جنس تیتانیم گرید 2 بوده و درصد خلوص بالاتری دارد) می‌تواند جایگزین خوبی برای تیتانیم تجاری گرید 5 باشد.

بهترین خواص به‌دست‌آمده از پژوهش حاضر، با روش تلفیقی مشابه انجام شده در سایر مقالات، مقایسه گردید. به این ترتیب که ولادمیر و همکاران [12] با ایکپ نمودن تیتانیم خالص تجاری در 8 پاس، در قالب 90 درجه و در دمای 450 درجه سلسیوس و سپس با انجام اکستروژن سرد (کاهش سطح مقطع تجمعی 75 درصد) تنها بر روی نمونه‌ی 8 پاس ایکپ شده، توانستند تنش تسلیم و استحکام نهایی را به ترتیب از 380 و 460 مگاپاسکال به 970 و 1050 مگاپاسکال برسانند. در جریان کار ولادمیر، درصد ازدیاد طول از 28 به 8 درصد رسید. دانگ و همکاران [13] نیز پس از ایکپ نمودن تیتانیم خالص تجاری در 5 پاس و در دمای 450 درجه سلسیوس و سپس با انجام اکستروژن سرد در دمای اتاق (کاهش سطح مقطع 25.5 درصد) تنها بر روی نمونه‌ی 5 پاس ایکپ شده، توانستند درنهایت، استحکام تسلیم را از 202 به 708 مگاپاسکال و استحکام نهایی را از 292 به 791 مگاپاسکال برسانند. در جریان کار دانگ، درصد ازدیاد طول از 44.5 به 19.7 درصد رسید. در پژوهش حاضر، میزان بهبود استحکام بهتر از نتایج دانگ ولی مقداری پایین‌تر از نتایج ولادمیر بود آن هم به این دلیل بود که ولادمیر از اکستروژن سرد بعد از ایکپ استفاده کرده بود که احتمال وقوع درشت‌دانگی و تبلور مجدد را نداشت، ضمن این‌که فشار هیدرواستاتیکی در کار وی بالا بود. البته باید توجه داشت در پژوهش حاضر به خاطر گرم انجام شدن اکستروژن، این مزیت نیز وجود داشت که میزان افت درصد ازدیاد طول کمتر از کار دانگ و ولادمیر بود به طوری‌که در نمونه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده، مشاهده گردید که درصد ازدیاد طول از 24 به 11.5 درصد افت کرد و این یعنی تغییری معادل با 12.5 درصد که در کار ولادمیر و دانگ میزان این تغییر به‌ترتیب برابر با 20 و 24.8 درصد بود.

3-2- نتایج سختی‌سنجی

نمودارهای به‌دست‌آمده بعد از انجام آزمون میکروسختی ویکرز در راستای ضخامت نمونه‌های ایکپ شده، در شکل 7 و نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده در شکل 8 مشهود است و میانگین عدد سختی به‌دست‌آمده برای همه‌ی نمونه‌ها، در جدول 3 درج گردیده است. با انجام ایکپ بر روی قطعه، بنا به تصویر موجود در بخش بعدی، قطعه ریزدانه می‌گردد و بنا به معادله‌ی (3) که به معادله‌ی هال‌پچ برای سختی معروف است و دلایل گفته شده در بخش قبل، با ریز شدن دانه‌ها، سختی فلز افزایش می‌یابد [26]. لذا

[1] Strain Hardening

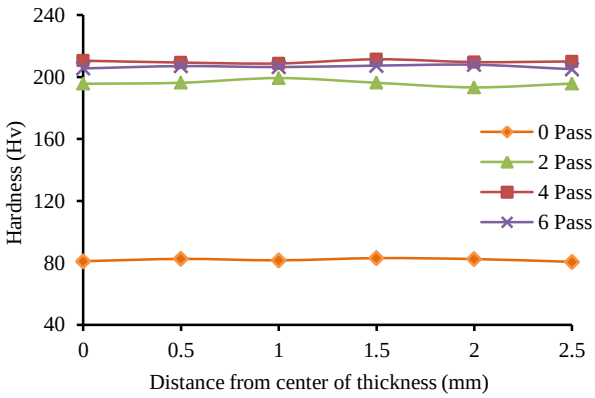

Fig. 7 Vickers hardness number plot for ECAP performed samples with specific number of pass

شکل 7 نمودار عدد سختی ویکرز برای قطعات ایکپ شده با تعداد پاس معین

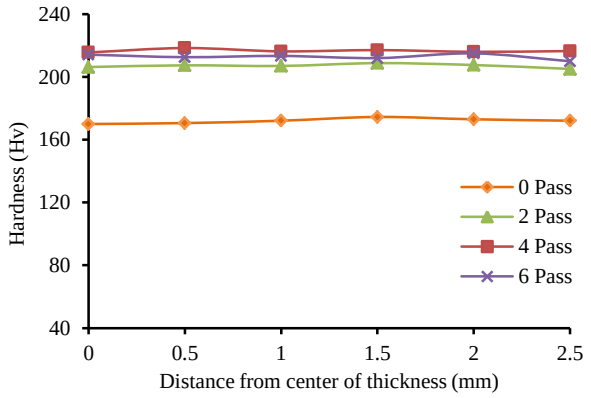

Fig. 8 Vickers hardness number plot for ECAP and Extrusion performed samples

شکل 8 نمودار عدد سختی ویکرز برای قطعات ایکپ و اکستروژن شده

جدول 3 میانگین میکروسختی به‌دست‌آمده از نمونه‌های آزمایش

Table 3 Obtained average of microhardness from experimental samples

نمونه	میانگین عدد میکروسختی ویکرز (Hv)
0 پاس ایکپ (حالت اولیه)	81.85
2 پاس ایکپ	196.06
4 پاس ایکپ	209.91
6 پاس ایکپ	206.51
0 پاس ایکپ + اکستروژن	172
2 پاس ایکپ + اکستروژن	207.3
4 پاس ایکپ + اکستروژن	216.65
6 پاس ایکپ + اکستروژن	212.8

مطابق شکل 7 با افزایش تعداد پاس‌های ایکپ (و ریز شدن بیشتر دانه‌ها)، سختی افزایش یافته است. در معادله‌ی (3)، d اندازه‌ی میانگین دانه‌ها، H سختی، H_0 و K' ثابت‌های مربوط به ماده هستند.

$$H = H_0 + \frac{K'}{\sqrt{d}} \tag{3}$$

بنا به شکل 7 مشاهده شد که با انجام ایکپ، سختی قطعه به بیش از دو برابر آن در قطعه‌ی خام اولیه رسید به‌طوری‌که در قطعه‌ی 4 پاس ایکپ شده بیشترین سختی به‌دست آمد (که معادل 209.9 Hv بود درحالی‌که سختی قطعه‌ی خام اولیه 81.85 Hv بود). همچنین مشاهده شد که بعد از انجام ایکپ در پاس‌های مختلف، مقدار سختی در حال رسیدن به یک مقدار اشباع بود به‌گونه‌ای که تغییرات آن در پاس‌های بالاتر زیاد نبود. بنا به شکل 8، بعد از انجام اکستروژن مشاهده شد که مقدار سختی برای نمونه‌های چند پاس ایکپ شده مقدار کمی افزایش یافت ولی سختی قطعه‌ی خام تقریبا دو برابر شد. درنهایت، بیشترین مقدار سختی، برای قطعه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده به‌دست آمد (که معادل 216.65 Hv بود درحالی‌که سختی قطعه‌ی خام اولیه 81.85 Hv بود).

3-3- نتایج متالوگرافی نوری

تصاویر به‌دست‌آمده از میکروسکوپ نوریِ مجهز به دوربین دیجیتال، برای نمونه‌های ایکپ شده، در شکل 9 و نمونه‌های ایکپ و سپس اکستروژن شده در شکل 10 مشهود است.

شکل 9 تغییرات ریزساختاری در حین فرآیند ایکپ در مقطع برش داده شده در راستای عمود بر محور را نشان می‌دهد. همانطور که پیش‌بینی می‌شد ریزساختار نمونه بعد از پاس اول کاملا متفاوت با ریزساختار اولیه است. در ریزساختارهای نمونه‌های ایکپ شده به وفور دوقلویی[1] دیده می‌شود که علت آن کمبود سیستم‌های لغزش در فلزات با ساختار هگزاگونال متراکم[2] می‌باشد [33]. در واقع دوقلویی، نقشی اساسی در تغییرشکل فلز تیتانیوم ایفا می‌کند. همان‌طور که در شکل 9 مشهود است با افزایش تعداد پاس ایکپ، اندازه‌ی دانه کوچکتر شده و در پاس چهارم به حالت اشباع خود رسیده است. به عبارت دیگر دانه‌ها در پاس چهارم به حدی ریز شده‌اند که با افزایش تعداد

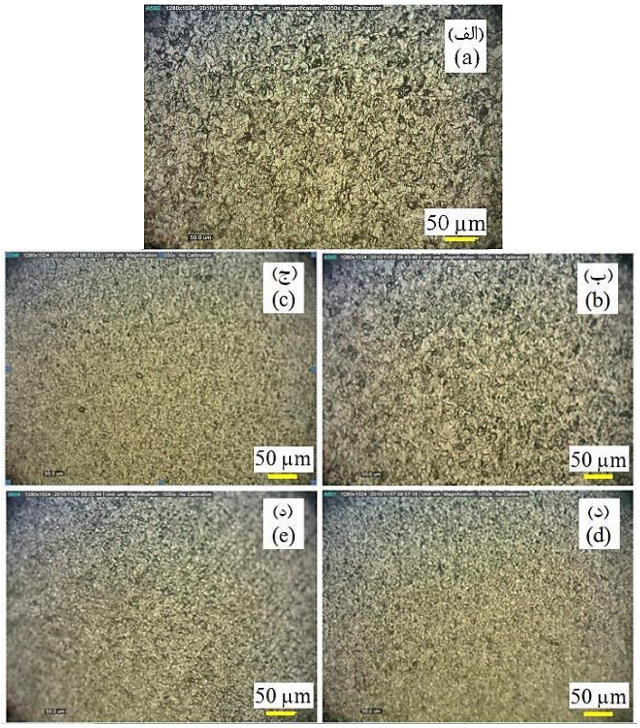

Fig. 9 Optical microscope photos of ECAP performed sample in (a) 0 pass, (b) 1 pass, (c) 2 pass, (d) 4 pass and (e) 6 pass

شکل 9 تصاویر میکروسکوپ نوری از قطعه‌ی ایکپ شده در (الف) 0 پاس، (ب) 1 پاس، (ج) 2 پاس، (د) 4 پاس و (ه) 6 پاس

[1] Twining
[2] HCP

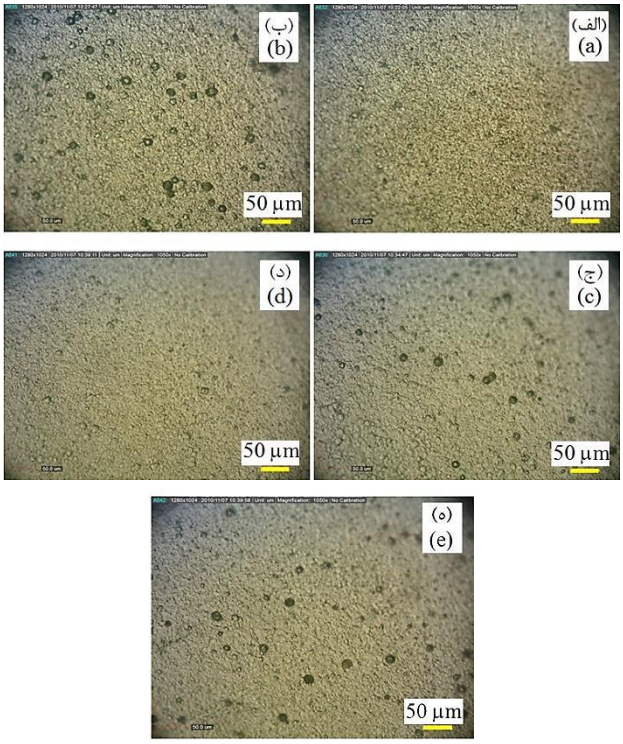

Fig. 10 Optical microscope photos of ECAP performed sample in (a) 0 pass, (b) 1 pass, (c) 2 pass, (d) 4 pass and (e) 6 pass and then had been extruded

شکل 10 تصاویر میکروسکوپ نوری از قطعه‌ی ایکپ شده در (الف) 0 پاس، (ب) 1 پاس، (ج) 2 پاس، (د) 4 پاس و (ه) 6 پاس و سپس اکسترود شده

پاس، دیگر تاثیری در اندازه‌ی دانه دیده نمی‌شود و افزایش پاس‌های ایکپ، تنها در همگن شدن دانه‌ها موثر است. در پاس ششم دانه‌های کاملا همگن نسبت به پاس‌های قبلی قابل مشاهده است. شکل 10 تصویر میکروسکوپی ریزساختار نمونه‌های ایکپ (با تعداد پاس معین) و سپس اکستروژن شده را نشان می‌دهد؛ همان‌طور که در این شکل مشهود است ساختاری کاملاً متفاوت از ساختار اولیه بوجود آمده است. دانه‌ها به قدری ریز شده‌اند که دیگر با میکروسکوپ نوری نمی‌توان ریزساختار آن را مشاهده نمود و فقط فازها که به طور همگن پخش شده‌اند قابل رویت است. برای بررسی بیشتر ریزساختار نیاز به تجهیزات ای‌بی‌اس‌دی[1] و تی‌ای‌ام[2] است.

3-4- نتایج شکست نگاری توسط آزمون میکروسکوپ الکترونی روبشی

در این مطالعه از میکروسکوپ الکترونی روبشی یا اس‌ای‌ام[3] برای تهیه‌ی تصاویر سطح شکست نمونه‌های آزمون کشش استفاده شد و اطلاعات سودمندی با مقایسه و تشخیص نوع مکانیزم شکست برای نمونه‌های اولیه (خام)، دو پاس، چهار پاس و شش پاس ایکپ شده به‌دست آمد. شکل 11 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح شکست نمونه‌های آزمون کشش اولیه (خام) و ایکپ شده در دمای بالا را نمایش می‌دهد. شکل 11 (الف) مربوط به سطح شکست نمونه‌ی خام اولیه می‌باشد که نشان دهنده شکست ترد با حفره‌های هم‌محور و کم‌عمق با سایز 2-0.5 میکرومتر می‌باشد. مورفولوژی سطح شکست در نمونه‌ی 2 پاس ایکپ شده در شکل 11 (ب)

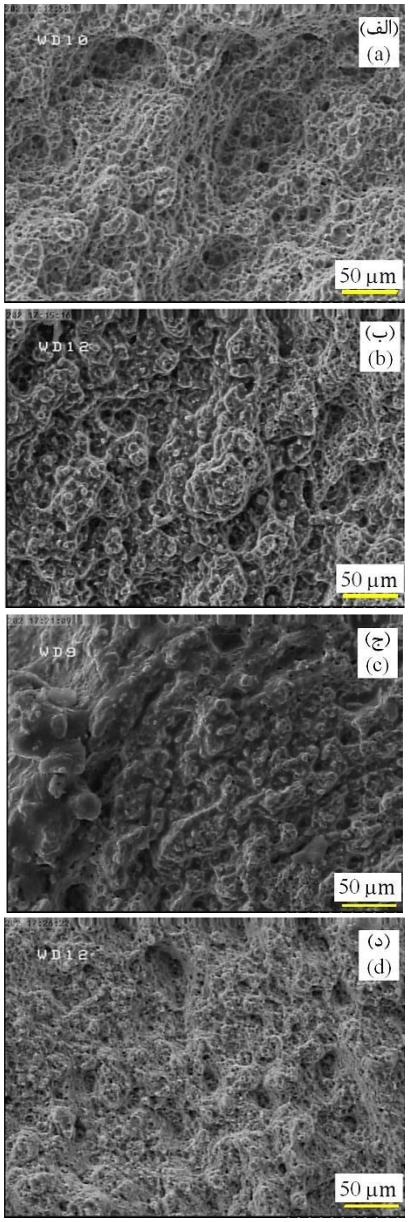

Fig. 11 SEM obtained fractography photos of ECAP performed sample in (a) 0 pass, (b) 2 pass, (c) 4 pass and (d) 6 pass

شکل 11 تصاویر شکست‌نگاری به‌دست‌آمده از اس‌ای‌ام برای قطعه‌ی ایکپ شده در (الف) 0 پاس، (ب) 2 پاس، (ج) 4 پاس و (د) 6 پاس

نشان داده شده است. این تصویر گویای وجود ساختاری همگن و حفره‌های کم عمق است که نشان‌دهنده‌ی شکست ترد می‌باشد. نکته مهمی که باید به آن توجه داشت این است که شکل و جهت‌گیری این حفره‌ها به ترتیب، نشان‌گر نوع بار هنگام کشش و مسیر پیشرفت ترک می‌باشد. شکل 11 (ب)، گویای ایجاد شرایط کرنش پلاستیک غیر یکنواخت از قبیل بارگذاری برشی می‌باشد. وقوع شکست در این تصویر، می‌تواند ناشی از شکست برشی بین حفره‌ها باشد که به نظر می‌رسد تحت کنترل تغییر شکل برشی ساده است. این مکانیزم اغلب باعث می‌شود که شکست نهایی با برش حفره‌ها اتفاق بیفتد. شکل 11 (ج) و (د) به ترتیب مورفولوژی سطح شکست آزمون کشش نمونه‌های 4 و 6 پاس ایکپ شده را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این تصاویر مشهود است با افزایش تعداد پاس، میزان کرنش برشی اعمالی افزایش پیدا کرده و بر درجه‌ی تردی افزوده شده است. این درجه‌ی تردی با کاهش

[1] EBSD
[2] TEM
[3] SEM

شدید اندازه قطر حفره‌ها و از بین رفتن دیواره‌ها مشخص است.

4- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، بیلت‌های فوق ریزدانه و نانوساختار تیتانیم خالص، با استفاده از روش ترکیبی فشار در کانال زاویه‌دار مساوی (ایکپ) و اکستروژن در تعداد پاس‌های مختلف (1، 2، 4 و 6 پاس) در دمای فرآیندی 400°C برای هر دو فرآیند فشار در کانال زاویه‌دار مساوی و اکستروژن، تولید گردید و سپس به مطالعه‌ی میزان تغییر خواص مکانیکی و ریزساختاری بیلت‌ها پرداخته شد. در این مطالعه برای اولین بار به تأثیر انجام اکستروژن بعد از انجام هر پاس ایکپ توجه شد و برای نخستین بار از اکستروژن گرم بعد از انجام فرآیند ایکپ، استفاده شد که مزیت آن نسبت به اکستروژن سرد، استفاده از نیروی کمتر برای تغییرشکل و جلوگیری از افت شدید درصد ازدیاد طول بود. درنهایت مشاهده شد که نتایج به‌دست‌آمده از پژوهش حاضر، به طرز مطلوبی قابل قیاس با نتایج پژوهش‌های پیشین بود. برخی از نتایج مهمی که در این تحقیق به‌دست آمد عبارت بود از:

1- با انجام فرآیند تلفیقی پیشنهاد شده در این پژوهش، مشاهده گردید که نمونه‌ی 6 پاس ایکپ و اکستروژن شده دارای بیشترین درصد ازدیاد طول (البته بعد از نمونه خام) در بین سایر نمونه‌ها بود. بااین‌حال مطلوب‌ترین خواص مکانیکی، برای قطعه‌ی 4 پاس ایکپ و سپس اکستروژن شده به‌دست آمد به‌طوری‌که درصد ازدیاد طول آن نزدیک به نمونه‌ی 6 پاس بود و بیشترین استحکام تسلیم و نهایی را داشت. در همین قطعه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده مشاهده شد که استحکام تسلیم از 341 به 711 مگاپاسکال و استحکام نهایی از 505 به 941 مگاپاسکال رسید. این فرآیند ترکیبی استحکام ماده را در یک‌پاس، در حدود 60.8٪، دوپاس 78.8٪، چهار پاس 86.3٪ و شش‌پاس را 80.8٪ نسبت به قطعه خام، افزایش داد. دلیل کاهش نرخ افزایش استحکام در پاس‌های بالا، ریز شدن دانه‌ها و رسیدن به حد اشباع خود بود.

2- با مقایسه‌ی بهترین خواص به‌دست‌آمده از پژوهش حاضر، با نتایج مطالعات پیشین، مشاهده گردید که در پژوهش حاضر، استحکام در حد مطلوبی افزایش پیدا کرده بود ضمن این‌که میزان افت درصد ازدیاد طول، کمتر از نتایج تحقیقات پیشین بود؛ به‌طوری‌که در نمونه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده، مشاهده گردید که درصد ازدیاد طول از 24 به 11.5 درصد افت کرد و این یعنی تغییری معادل با 12.5 درصد که در پژوهش‌های پیشین، میزان این تغییر به‌ترتیب برابر با 20 و 24.8 درصد بود.

3- سختی نمونه پس از انجام فرآیند ترکیبی به اندازه قابل‌ملاحظه‌ای افزایش و پس از پاس‌های بعدی، با سرعت کمتری افزایش یافت. مقدار سختی تا حدود 216.65 ویکرز (در نمونه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده) نسبت به مقدار اولیه 81.85 ویکرز افزایش یافت. درواقع این فرآیند باعث افزایش حدود 164٪ در سختی گردید. در پاس‌های بعدی مقدار افزایش سختی کم‌تر بود.

4- نتایج متالوگرافی گویای این بود که با افزایش تعداد پاس ایکپ، اندازه‌ی دانه کوچک‌تر شده و در پاس چهارم به حالت اشباع خود رسید. به‌عبارت‌دیگر دانه‌ها در پاس چهارم به حدی ریز شدند که با افزایش تعداد پاس، دیگر تأثیری در اندازه‌ی دانه دیده نمی‌شد و افزایش پاس‌های ایکپ، تنها در همگن شدن دانه‌ها موثر بود. در نمونه‌های ایکپ (با تعداد پاس معین) و سپس اکستروژن شده نیز مشاهده شد که ساختاری کاملاً متفاوت از ساختار اولیه به وجود آمده بود و دانه‌ها به‌قدری ریز شده بودند که دیگر با میکروسکوپ نوری قابل رویت نبودند. برای بررسی بیشتر ریزساختار نیاز به تجهیزات ای‌بی‌اس-دی و تی‌ای‌ام بود.

5- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی یا اس‌ای‌ام حاکی از شکست ترد و وجود حفره‌های کم‌عمق در نمونه‌های ایکپ شده بود.

6- خواص مکانیکی نمونه‌ی 4 پاس ایکپ و سپس اکستروژن شده، به طرز خوبی قابل‌مقایسه با خواص تیتانیم تجاری گرید 5 بود که امروزه برای مصارف ایمپلنت‌ها کاربرد دارد. اما تیتانیم تجاری گرید 5 دارای عناصر ناخالصی مضر برای بدن انسان است. لذا نمونه‌ی 4 پاس ایکپ و اکستروژن شده (که از جنس تیتانیم گرید 2 بوده و درصد خلوص بالاتری دارد) می‌تواند جایگزین خوبی برای تیتانیم تجاری گرید 5 باشد.

5- مراجع

[1] P. S. Roodposhti, N. Farahbakhsh, A. Sarkar, K. L. Murty, Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 25, No. 5, pp. 1353-1366, 2015.

[2] S. H. Hosseini, K. Abrinia, G. Faraji, Upper bound analyses of novel backward extrusion, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 14, No. 15, pp. 369-376, 2014. (in Persian فارسی)

[3] K. Abrinia, S. Orangi, Investigation of process parameters for the backward extrusion of arbitrary-shaped tubes from round billets using finite element analysis, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 18, No. 9, pp. 1201-1208, 2009.

[4] A.S. Mohammadi, M.M. Mashhadi, G. Faraji, The effect of pass numbers over microstructure and mechanical properties of magnesium alloy of AZ31C in the tubular channel angular pressing(TCAP) at temperature of 300°C, *Modares Mechanical Engineering*, Vol.15, No.1, pp.126-130, 2015. (in Persian فارسی)

[5] K.P. Mashhadi, M. Zadshakouyan, G. Faraji, Optimization of geometrical parameters of equal channel multi-angular pressing process, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No.2, pp.275-282, 2015. (in Persian فارسی)

[6] A. Farhoumand, R. Ebrahimi, Analysis of forward–backward-radial extrusion process, *Materials & Design*, Vol. 30, No. 6, pp. 2152-2157, 2009.

[7] W. B. Bae, D. Y. Yang, An upper-bound analysis of the backward extrusion of tubes of complicated internal shapes from round billets, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 36, No. 2, pp. 157-173, 1993.

[8] V. Shatermashhadi, B. Manafi, K. Abrinia, G. Faraji, M. Sanei, Development of a novel method for the backward extrusion, *Materials & Design*, Vol. 62, pp. 361-366, 2014.

[9] N. Pardis, B. Talebanpour, R. Ebrahimi, S. Zomorodian, Cyclic expansion-extrusion (CEE): A modified counterpart of cyclic extrusion-compression (CEC), *Materials Science and Engineering*, Vol. 528, No. 25, pp. 7537-7540, 2011.

[10] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 45, No. 11, pp. 4733-4741, 1997.

[11] M. A. Ranaei, A. Afsari, B. S. Y. Ahmadi, M.M. Moshksar, Mechanical and Electrical Properties of Commercially Pure Copper Deformed Severely by Equal Channel Angular Pressing, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 14, No. 15, pp. 257-266, 2014. (in Persian فارسی)

[12] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion, *Materials Science and Engineering*, Vol. 303, No. 1, pp. 82-89, 2001.

[13] D. H. Kang, T.-W. Kim, Mechanical behavior and microstructural evolution of commercially pure titanium in enhanced multi-pass equal channel angular pressing and cold extrusion, *Materials & Design*, Vol. 31, pp. S54-S60, 2010.

[14] G. Raab, E. Soshnikova, R. Valiev, Influence of temperature and hydrostatic pressure during equal-channel angular pressing on the microstructure of commercial-purity Ti, *Materials Science and Engineering*, Vol. 387, pp. 674-677, 2004.

[15] S. Semiatin, D. DeLo, V. Segal, R. Goforth, N. Frey, Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel

angular extrusion at cold-working temperatures, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 30, No. 5, pp. 1425-1435, 1999.

[16] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 343, No. 1, pp. 43-50, 2003.

[17] P. Luo, D. McDonald, W. Xu, S. Palanisamy, M. Dargusch, K. Xia, A modified Hall–Petch relationship in ultrafine-grained titanium recycled from chips by equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, Vol. 66, No. 10, pp. 785-788, 2012.

[18] P. Luo, D. McDonald, S. M. Zhu, S. Palanisamy, M. Dargusch, K. Xia, Analysis of microstructure and strengthening in pure titanium recycled from machining chips by equal channel angular pressing using electron backscatter diffraction, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 538, pp. 252-258, 2012 .

[19] R. Y. Lapovok, The role of back-pressure in equal channel angular extrusion, *Journal of Materials Science*, Vol. 40, No. 2, pp. 341-346, 2005.

[20] I. H. Son, J. H. Lee, Y. T. Im, Finite element investigation of equal channel angular extrusion with back pressure, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 171, No. 3, pp. 480-487, 2006.

[21] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, X. Wang, T. G. Langdon, The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 23, pp. 6335-6339, 2010.

[22] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, C. T. Wang, Y. Huang, T. G. Langdon, Processing of commercial purity titanium by ECAP using a 90 degrees die at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 607, pp. 482-489, 2014.

[23] A. Jager, V. Gartnerova, K. Tesar, Microstructure and anisotropy of the mechanical properties in commercially pure titanium after equal channel angular pressing with back pressure at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 644, pp. 114-120, 2015.

[24] S. S. Dheda, F. A. Mohamed, Effect of initial microstructure on the processing of titanium using equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, No. 28, pp. 8179-8186, 2011.

[25] M. Shirooyeh, J. Xu, T.G. Langdon, Microhardness evolution and mechanical characteristics of commercial purity titanium processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 614, pp.223-231, 2014.

[26] A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, A. K. Mukherjee, Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure, *Scripta Materialia*, Vol. 45, No. 7, pp. 747-752, 2001.

[27] M. P. Phaniraj, M. J. N. V. Prasad, A. H. Chokshi, Grain-size distribution effects in plastic flow and failure, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 463, No. 1–2, pp. 231-237, 2007.

[28] H. Torabzadeh, G. Faraji, A review of the production of ultrafine grained and nanograined metals by applying severe plastic deformation, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No. 6, pp. 271-282, 2016. (in Persian فارسی)

[29] Y. Xirong, Z. Xicheng, F. Wenjie, Deformed Microstructures and mechanical properties of CP-Ti processed by multi-pass ECAP at room temperature, *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 38, No. 6, pp. 955-957, 2009.

[30] D. Gunderov, A. Polyakov, I. Semenova, G. Raab, A. Churakova, E. Gimaltdinova, Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 562, pp. 128-136, 2013.

[31] Y. Chen, Y. Li, J. Walmsley, S. Dumoulin, S. Gireesh, S. Armada, Quantitative analysis of grain refinement in titanium during equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, Vol. 64, No. 9, pp. 904-907, 2011.

[32] K. Hajizadeh, B. Eghbali, K. Topolski, K. J. Kurzydlowski, Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 143, No. 3, pp. 1032-1038, 2014.

[33] 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, No. 1, pp. 239-245, 2002.