



ICME2016-02110107

بررسی استحکام خمشی تیتانیوم خالص تجاری میکرو-نانوساختار شده

حامد هیرادفر^۱، رضا ناصری^۲، مهران کدخدایان^۳، محمود شریعتی^۴

^۱دانشگاه فردوسی مشهد، دانشجوی کارشناسی ارشد، hamedhiradfar@gmail.com

^۲دانشگاه فردوسی مشهد، دانشجوی دکتری، me.rezanaseri@gmail.com

^۳دانشگاه فردوسی مشهد، استاد، kakhoda@um.ac.ir

^۴دانشگاه فردوسی مشهد، استاد، mshariati44@um.ac.ir

چکیده

پرس کاری در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار (ایکپ) یکی از مؤثرترین فرایندها جهت تولید مواد با ساختارهای فوق‌ریزدانه^۲ می‌باشد. از آن‌جاکه تیتانیوم خالص تجاری از خود خواص زیست سازگاری عالی نشان می‌دهد، دارای پتانسیل بالایی برای استفاده به عنوان ماده‌ی ایمپلنت است. استحکام استاتیکی و دینامیکی پایین تیتانیوم خالص تجاری یکی از نقاط ضعف این ماده محسوب می‌گردد. این عیب می‌تواند با اعمال فرایند ایکپ بر آن برطرف گردد. در این مطالعه تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ در دمای محیط تا سه پاس تحت فرایند ایکپ با زاویه کانال ۱۳۵ درجه قرار گرفت. تحلیل ریزساختاری و آزمون مکانیکی خمش سه‌نقطه روی تیتانیوم ایکپ شده تا ۳ پاس انجام شد. ارزیابی ریزساختاری نشان داد که با اعمال فرایند ایکپ ساختار درشت‌دانه به فوق‌ریزدانه و نانو کریستال تکامل می‌یابد. همچنین نتایج آزمون مکانیکی خمش نشان داد که فرایند ایکپ استحکام خمشی تیتانیوم خالص تجاری را به میزان چشمگیری افزایش می‌دهد، به طوری که می‌تواند جایگزین آلیاژهای فلزی در استفاده به عنوان بایو مواد گردد.

واژه‌های کلیدی

تیتانیوم خالص تجاری، پرس کاری در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، استحکام خمشی

مقدمه

بایو مواد موادی هستند که در ساخت سازه‌ها یا ایمپلنت‌ها به کار می‌روند تا جایگزین سازه‌های بیولوژیکی از بین رفته یا نقص یافته گردند [۱]. در حدود ۸۰-۷۰ درصد ایمپلنت‌ها از بایو مواد فلزی ساخته می‌شوند. عموماً ایمپلنت‌های فلزی شامل فولاد زنگ نزن

۳۱۶L، آلیاژهای کبالت-کروم و تیتانیوم و آلیاژهای آن هستند [۲-۷].

ویژگی‌های مثبتی نظیر چگالی پایین، استحکام مخصوص بالا، مدول یانگ پایین، مقاومت خوردگی عالی، زیست سازگاری مناسب، دوام در دماهای بالا، قابلیت ریخته‌گری و جوشکاری خوب منجر شده‌اند تیتانیوم به عنوان یکی از پرکاربردترین فلزات در صنایع مختلف مورد استفاده واقع شود [۹-۷]. آلیاژ Ti-6Al-4V یکی از پرکاربردترین آلیاژهای تیتانیوم است که دارای درصد قابل توجهی از عناصر آلومینیم (Al) و وانادیم (V) می‌باشد [۷، ۹]. اثبات شده است که این عناصر سمی بوده و با آزادسازی یونی در طولانی مدت، منجر به ایجاد بیماری‌های مختلف از جمله سرطان می‌گردند [۹، ۱۰]. لذا تقاضا برای جایگزینی تیتانیوم خالص تجاری به جای آلیاژهای تیتانیوم در کاربردهای بایو پزشکی رو به افزایش است [۹، ۱۱]. عیب اصلی تیتانیوم خالص تجاری، استحکام مکانیکی پایین آن در مقایسه با آلیاژهای تیتانیوم نظیر Ti-6Al-4V است [۷].

طبق رابطه‌ی هال-پچ (معادله‌ی (۱)) در مواد کریستالی نظیر فلزات با ریز شدن دانه‌ها، تنش تسلیم به عنوان معیار استحکام مواد چند کریستالی افزایش چشمگیر می‌یابد [۱۲].

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

که در آن σ_y تنش تسلیم، σ_0 تنش اصطکاکی، k_y ثابت تسلیم و d اندازه‌ی دانه می‌باشد.

در این روش با استفاده از اعمال کرنش‌های بالا بر ماده‌ی درشت‌دانه و ایجاد چگالی بالایی از نابی‌ها و آرایش مجدد آن‌ها جهت تشکیل مرزدانه‌های جدید، اندازه دانه‌هایی در رنج زیرمیکرون یا نانومتر ایجاد می‌گردد و استحکام استاتیکی و دینامیکی ماده به شدت افزایش می‌یابد [۱۲، ۱۳].

در میان روش‌های فراوان تغییر شکل پلاستیکی شدیداً پرس کاری در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار (ایکپ) یکی از مؤثرترین و

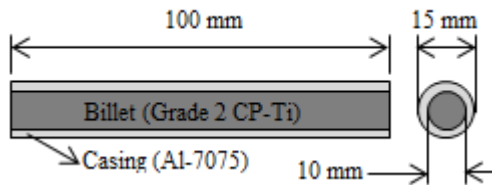
^۱ Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

^۲ Ultra-Fine Grain (UFG)

^۳ Commercially pure Titanium grade 2 (CP-Ti (Grade 2))

^۴ Severe Plastic Deformation (SPD)

آمده است؛ نیز در جدول (۱) و (۲) نشان داده شده است. جهت پایداری و همگنی میکرو ساختار و حذف تنش‌های پسماند [۲۸]، CP-Ti در دمای 800°C برای یک ساعت آنیل و در هوا و در کوره-ی خاموش سرد شد [۳۵]. آلومینیم 7075 نیز در دمای 415°C برای یک ساعت آنیل شد و در خارج از کوره سرد شد [۲۰]. با این فرایند، یک میکرو ساختار هم‌محور با میانگین اندازه دانه‌ی درشت 55 میکرون به دست آمد.



شکل ۱: نمایش ابعاد نمونه دو فلزی برای فرایند ایکپ.

جدول ۱: درصد وزنی ترکیب شیمیایی تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲.

| Ti | Fe | C | N | H | O |
|------|------|------|------|-------|------|
| Base | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.001 | 0.06 |

جدول ۲: درصد وزنی ترکیب شیمیایی آلومینیم 7075 .

| Al | Zn | Mg | Cu | Fe | Si | Cr | Mn |
|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Base | 5.78 | 2.73 | 1.47 | 0.36 | 0.34 | 0.21 | 0.05 |

فرایند ایکپ

فرایند ایکپ در دمای اتاق با استفاده از یک پرس هیدرولیک با ظرفیت اسمی 60 تن و با سرعت سنبه 9 mm/s انجام شد. برای انجام فرایند ایکپ از قالبی با سطح مقطع دایروی با قطر کانال 15 و با زاویه‌ی کانال 135 درجه و زاویه‌ی گوشه‌ی 20 درجه استفاده شد. با استفاده از رابطه‌ی (۲) می‌توان اثبات کرد که کرنشی در حدود 0.46 در هر پاس جداگانه بر نمونه‌ی دوفلزی اعمال می‌گردد. شکل (۲) قالب و پیکربندی فرایند ایکپ مورد استفاده را نشان می‌دهد. ابتدا نمونه‌ها تا چهار پاس با روت Bc که نمونه 90 درجه در یک جهت بین هر پاس چرخانده می‌شود [۳۶]؛ تحت فرایند ایکپ قرار گرفته‌اند. این روت بدین دلیل انتخاب شد که منجر به تشکیل سریع میکرو ساختار فوق‌ریزدانه‌ی همگن و هم‌محور با مرزهای زاویه بالا می‌گردد [۳۷، ۳۸]. به دلیل وجود ترک در تیتانیوم در پاس ۴ جهت تولید نمونه‌های UFG سالم و بدون ترک‌خوردگی، همه‌ی نمونه‌های دوفلزی تا پاس سوم پرس شدند و کلیه‌ی آزمایش‌های تجربی متعاقب بر نمونه‌های ایکپ نشده، و ایکپ شده انجام شد. شکل (۳) نمونه‌های دوفلزی را قبل و بعد از فرایند ایکپ و همچنین تصویر ماکروسکوپی نوری از ترک‌های سطحی در پاس چهارم را نشان می‌دهد. جهت مشاهده‌ی ترک‌های سطحی از ماکروسکوپ نوری Olympus SZX9 استفاده شد.

آزمایش‌های تجربی

پروکاربردترین تکنیک‌ها می‌باشد [۱۲، ۱۴، ۱۵]. در حین فرایند ایکپ، نمونه‌ی فلزی از میان دو کانال متقاطع با سطح مقطع یکسان پرس‌کاری می‌شود و ماده تحت تنش برشی ساده قرار گرفته و در نتیجه کرنش پلاستیک شدید بر ماده اعمال می‌گردد [۱۶]. از آنجایی که سطح مقطع بیلت بعد از فرایند تغییر نمی‌کند می‌توان فرایند را روی آن بیلت در روت‌های مختلف A, B_A, B_C و C تکرار کرد. به هر تکرار فرایند در هر روت یک پاس گفته می‌شود. کرنش معادل اعمال‌شده (ϵ_{eq}) بعد از تعداد N پاس ایکپ توسط معادله‌ی (۲) بیان می‌شود [۱۲، ۱۷، ۱۸].

$$\epsilon_{eq} = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\varphi + \psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\varphi + \psi}{2} \right) \right] \quad (2)$$

فلزات و آلیاژها با سیستم کریستالی HCP نظیر تیتانیوم و منیزیم به دلیل تعداد سیستم‌های لغزش مستقل محدود، شکل-پذیری کمی از خود به‌خصوص در دمای اتاق و دماهای پایین نشان می‌دهند. این آلیاژها به عنوان آلیاژهای سخت‌کارپذیر دسته‌بندی می‌شوند [۱۹-۲۲]. در صورت اعمال کار سرد بر این آلیاژها نظیر ایکپ در دمای پایین؛ به دلیل سیلان ناپایدار ماده؛ ترک‌خوردگی و تکه‌تکه‌شدگی اتفاق می‌افتد [۱۹، ۲۲، ۲۳]. تحقیقات صورت گرفته روی اعمال فرایند ایکپ بر این آلیاژها نشان داده‌اند که می‌توان این مشکلات را با افزایش زاویه‌ی قالب، افزایش دمای فرایند، کاهش سرعت پرس‌کاری، استفاده از فشار پشتی و آنیل کنترل‌شده برطرف کرد [۱۲، ۲۱، ۲۲، ۲۴، ۲۵].

از آنجا که تغییر شکل پلاستیک در دمای اتاق یا به عبارتی کار سرد تبلور مجدد و رشد دانه‌ها را متوقف می‌کند [۲۶]، ایکپ در دمای محیط نسبت به دمای بالا جهت ریز کردن اندازه دانه تا محدوده فوق‌ریزدانه/ نانو کریستال مؤثرتر است، همچنین از لحاظ عملیاتی ساده‌تر است [۱۲، ۲۷].

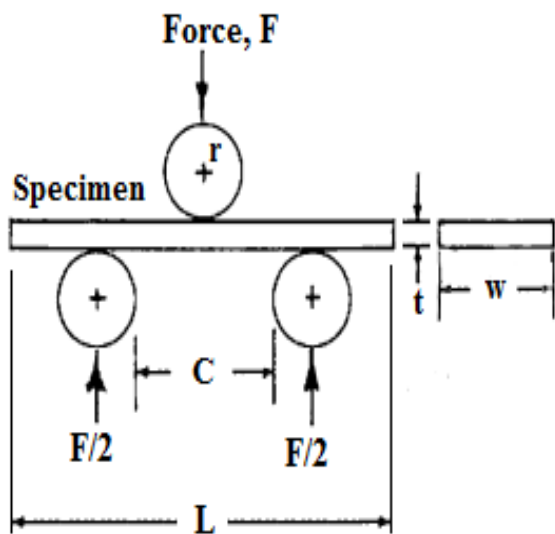
تحقیقات کمی روی اعمال فرایند ایکپ در دمای محیط بر CP-Ti انجام شده است که عموماً شامل ارزیابی میکرو ساختار ساخته‌شده توسط ایکپ [۲۸-۳۰] و بررسی رفتار مکانیکی ماده شامل رفتار کششی و فشاری [۲۸، ۳۱]، رفتار خستگی [۳۲]، سختی [۲۷، ۳۱] و همگنی سختی [۳۳] بوده است. این تحقیقات شامل بررسی اثر ایکپ بر استحکام خمشی نبوده است که هدف این مطالعه است.

مواد و روش آزمایش

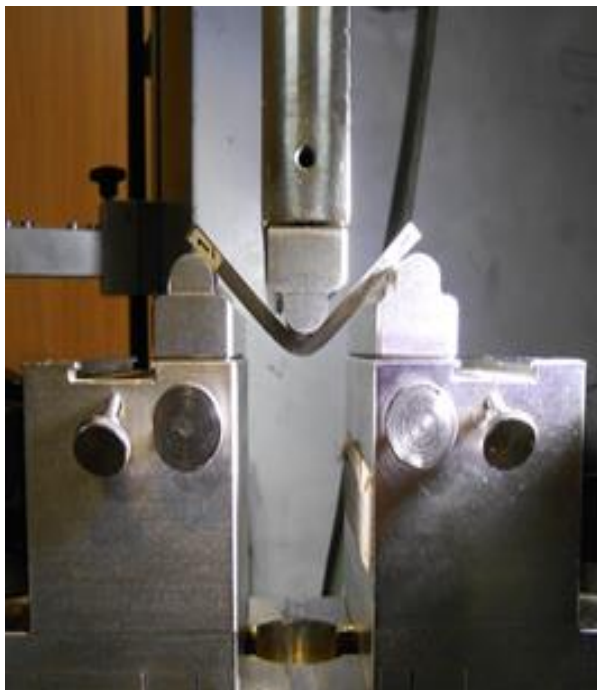
مواد

ماده‌ی مورد استفاده در آزمایش‌های تجربی حاضر یک قطعه‌کار دو فلزی بوده است. کاهش نیروی پرس‌کاری، بهبود خواص مکانیکی، افزایش همگنی تغییر شکل و افزایش یکنواختی توزیع کرنش مؤثر [۲۰، ۳۴]، از دلایل استفاده از نمونه‌ی دوفلزی می‌باشد. شکل شماتیک و ابعاد نمونه‌ی دوفلزی مورد استفاده در شکل (۱) نشان داده شده است. ترکیب شیمیایی CP-Ti (Grade 2) و آلیاژ آلومینیم 7075 که با استفاده از روش اسپکترومتری نشری به دست

پارامترهای C , t , w , L و F به ترتیب فاصله‌ی بین تکیه‌گاه‌های پایینی، شعاع انتهای پلانجر، ضخامت نمونه‌ی تیر، پهنا‌ی نمونه‌ی تیر، طول نمونه‌ی تیر و نیروی اعمال‌شده هستند. اندازه‌ی این پارامترها نیز به ترتیب برابر ۴۳ ، ۵ ، $۳/۸$ ، ۵ و ۷۵ میلی‌متر می‌باشد. در این مطالعه، با استفاده از بیلت‌های حاصله از پاس‌های ۰ ، ۱ و ۲ نمونه‌های خم‌کاری با طول، پهنا و ضخامت به ترتیب ۷۵ ، ۵ و $۳/۸$ میلی‌متر ساخته شد. آزمایش خمش سه‌نقطه با استفاده از دستگاه $Zwick-Z250$ با سرعت جابجای فک دستگاه ۱ میلی‌متر بر دقیقه [۳۹] در دمای اتاق بر اساس استاندارد $ASTM E 290-97a$ انجام شد. شکل ۶ نمونه‌های خم‌کاری را قبل و بعد از خمش سه‌نقطه نشان می‌دهد.



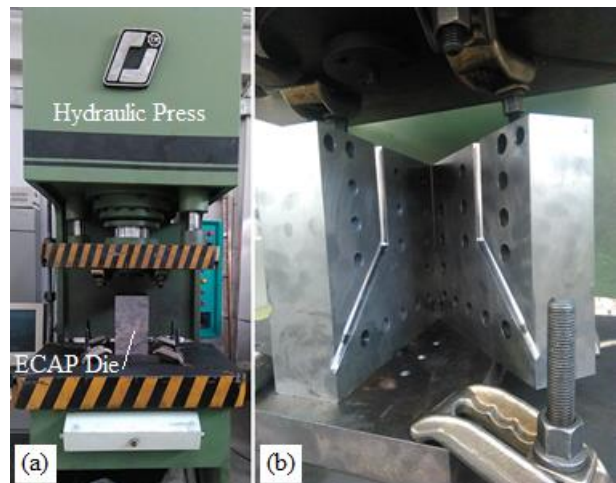
شکل ۴: شکل شماتیک آزمون خمش سه‌نقطه.



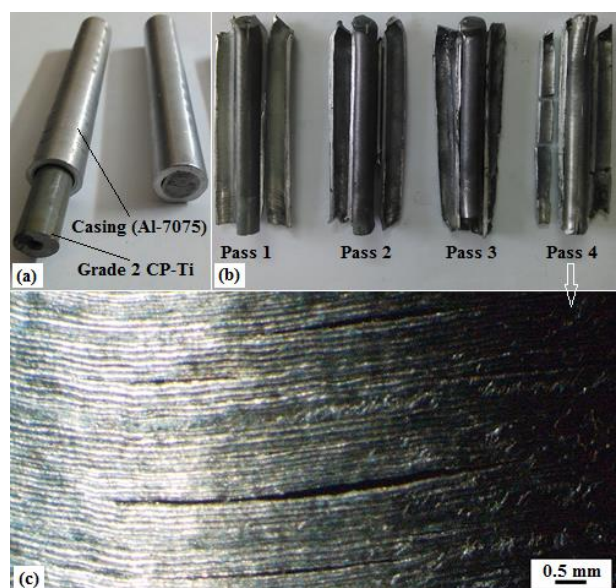
شکل ۵: وضعیت آزمایش خمش سه‌نقطه

جهت بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها و مقایسه‌ی آن‌ها، آزمایش خمش سه‌نقطه‌ای انجام شد. ارزیابی میکرو ساختار و مقایسه‌ی اندازه دانه نیز روی نمونه‌های ایکپ‌شده و ایکپ نشده صورت گرفت.

جهت بررسی تغییرات میکرو ساختار تیتانیم قبل و بعد از ایکپ و اثبات ریز شدگی دانه‌ها، از میکروسکوپ نوری استفاده شد. نمونه‌های متالوگرافیکی برای آنالیز میکرو ساختار با ورق‌های SiC سنباده‌زنی شده و متعاقباً با پولیش‌کاری مکانیکی تا سطح شبه آینه پولیش شدند. سپس این نمونه‌های مطالعاتی برای نشان دادن مرزدانه‌ها با غوطه‌وری تا ۷۰ ثانیه در محلول محتوی ۲ میلی‌لیتر اسید هیدروفلوئوریک، ۵ میلی‌لیتر هیدروژن پراکسید ۳۵% و ۱۰۰ میلی‌لیتر آب اچ شدند. اندازه متوسط دانه‌ها با روش جدایش خطی و با استفاده از نرم‌افزار تحلیل عکس و بر طبق استاندارد $ASTM E 112-96$ از تصاویر میکرو ساختاری به دست آمده، تعیین شد.



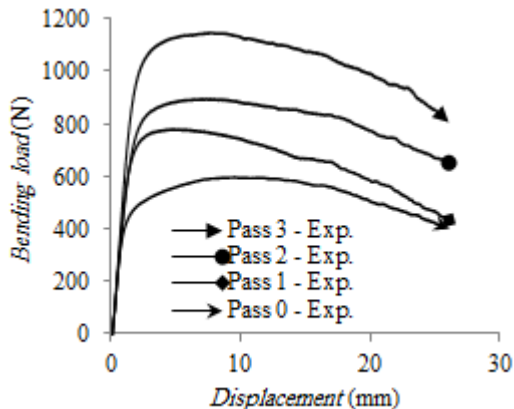
شکل ۲: (a) پرس هیدرولیک، (b) قالب ایکپ.



شکل ۳: نمونه‌های دوفلزی (a) قبل از فرایند ایکپ، (b) بعد از فرایند ایکپ، (c) بزرگنمایی ماکروسکوپیکی نوری از سطح نمونه و ترک‌ها در پاس ۴.

خمش سه‌نقطه همان‌طور که در شکل‌های ۴ و ۵ نشان داده شده است، تا رسیدن به خمش موردنظر ایجاد می‌شود. در شکل ۴،

مورد نیاز جهت خمش سه نقطه‌ای نمونه‌های خمشی افزایش یافته است. مقادیر ۶۰۳، ۷۸۷، ۹۰۴ و ۱۱۵۸ نیوتن بیانگر مقادیر نیروی خمشی بیشینه به ترتیب برای ماده‌ی ایکپ نشده و ایکپ شده در پاس‌های اول تا سوم می‌باشند این نتیجه بیانگر این است که می‌توان استحکام خمشی را با اعمال فرایند ایکپ بر CP-Ti به میزان چشمگیری ارتقا داد. دلیل افزایش استحکام خمشی با اعمال فرایند ایکپ را می‌توان به ریز شدگی دانه‌ها و تکامل به آرایه‌ای از مرزدانه‌های زاویه بالا نسبت داد [۱۲].



شکل ۸: نمودار تنش جابجایی خمشی برای نمونه‌های ایکپ نشده و ایکپ شده تا ۳ پاس.

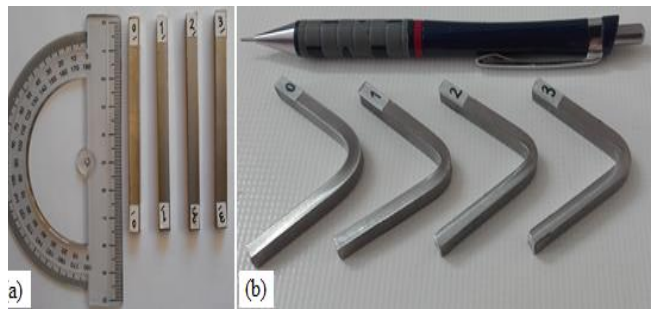
نتیجه‌گیری

این کار به منظور تحقیق بر روی تأثیر فرایند ایکپ بر بهبود ریزساختار و خواص مکانیکی CP-Ti گرید ۲ انجام شد. این مطالعه نتایج زیر را در برمی‌گیرد:

- CP-Ti گرید ۲ با موفقیت تا ۳ پاس توسط فرایند ایکپ در دمای محیط و با استفاده از یک قالب با زاویه‌ی کانال ۱۳۵ درجه تحت فرایند ایکپ قرار گرفت. از آنجا که ترک‌های ریزی روی سطح بالایی بیلت بعد از پاس چهارم قابل دیدن بود لذا تمامی آزمایش‌ها روی بیلت‌های ایکپ شده تا ۳ پاس انجام شد.
- اندازه دانه‌ی CP-Ti از ۵۵ میکرومتر در شرایط ایکپ نشده به ترتیب به ۱۱ μm ، ۳ μm و ۶۵۰ nm بعد از ۱ الی ۳ پاس ایکپ کاهش پیدا کرد.
- نتایج آزمایش خمش سه نقطه‌ای نشان داد که با افزایش تعداد پاس‌های ایکپ بر میزان استحکام خمشی به میزان قابل توجهی افزوده می‌شود. این نشان می‌دهد که مقاومت در مقابل خمش می‌تواند با اعمال فرایند ایکپ بر CP-Ti به میزان چشمگیری ارتقا یابد.

مراجع

- [1] S. Ramakrishna, J. Mayer, E. Wintermantel, K. W. Leong, Biomedical applications of polymer-composite materials: a review, *Composites Science and Technology*, Vol. 61, No. 9, pp. 1189-1224, 2001.

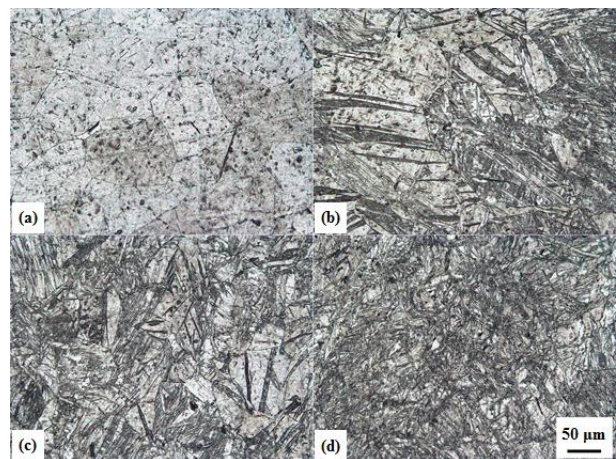


شکل ۶: نمونه‌های خم کاری، (a) قبل و (b) بعد از آزمایش خمش سه نقطه.

نتایج و بحث

میکرو ساختار

میکرو ساختار قبل و بعد از اعمال فرایند ایکپ تا سه پاس در شکل ۷ ارائه شده است. این تصاویر میکروسکوپی به خوبی ریز شدگی دانه‌ها و میکرو ساختار کشیده شده را در اثر تغییر شکل پلاستیکی شدید سرد نشان می‌دهد. بزرگی اندازه دانه میانگین از ۵۵ μm در ماده ایکپ نشده به ۱۱ μm ، ۳ μm و ۶۵۰ nm بعد از پاس‌های ۱، ۲ و ۳ کاهش یافته است. بعد از پاس اول، باندهای برشی موازی شامل چگالی بالایی از نابجایی‌ها، باندهای پیچیده‌تر متقاطع در دو جهت مختلف و چگالی بالایی از دوقلوبی‌های موازی با ساختار کشیده شده تشکیل می‌شود. توسعه‌ی مرزدانه‌های زاویه پایین به مرزدانه‌های زاویه بالا بعد از اولین پاس ایکپ در فلزات HCP نظیر تیتانیوم همواره اتفاق می‌افتد [۱۲، ۴۰، ۴۱].



شکل ۷: تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌ها (a) صفر پاس، (b) ۱ پاس، (c) ۲ پاس، (d) ۳ پاس.

استحکام خمشی

به منظور دستیابی به استحکام خمشی و شکل‌پذیری تیتانیوم مورد نظر قبل و بعد از فرایند ایکپ، آزمایش خمش سه نقطه در دمای اتاق انجام شد. نمودار نیرو-جابجایی خمشی مواد ایکپ نشده و ایکپ شده در پاس‌های ۱-۳ در شکل ۸ نشان داده شده است.

جهت مقایسه‌ی استحکام خمشی مقدار جابجایی برای همه‌ی نمونه‌ها ثابت و برابر ۲۶ میلی‌متر در نظر گرفته شد. همان‌طور که دیده می‌شود با اعمال فرایند ایکپ و افزایش تعداد پاس‌ها نیروی

- [13] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*, Vol. 45, No. 2, pp. 103-189, 2000.
- [14] V. Segal, Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 271, No. 1, pp. 322-333, 1999.
- [15] Z. Horita, T. Fujinami, T. G. Langdon, The potential for scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 318, No. 1, pp. 34-41, 2001.
- [16] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 257, No. 2, pp. 328-332, 1998.
- [17] I. J. Beyerlein, C. N. Tomé, Analytical modeling of material flow in equal channel angular extrusion (ECAE), *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 380, No. 1, pp. 171-190, 2004.
- [18] W. Kim, J. Namkung, Computational analysis of effect of route on strain uniformity in equal channel angular extrusion, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 412, No. 1, pp. 287-297, 2005.
- [19] M. Roshan, S. J. Jahromi, R. Ebrahimi, Predicting the critical pre-aging time in ECAP processing of age-hardenable aluminum alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509, No. 30, pp. 7833-7839, 2011.
- [20] M. Shaeri, F. Djavanroodi, M. Sedighi, S. Ahmadi, M. Salehi, S. Seyyedain, Effect of copper tube casing on strain distribution and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing, *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, Vol. 48, No. 8, pp. 512-521, 2013.
- [21] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin, T. G. Langdon, The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys, *Acta Materialia*, Vol. 55, No. 14, pp. 4769-4779, 2007.
- [22] 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.
- [23] P. R. Cetlin, M. T. P. Aguilar, R. B. Figueiredo, T. G. Langdon, Avoiding cracks and inhomogeneities in billets processed by ECAP, *Journal of Materials Science*, Vol. 45, No. 17, pp. 4561-4570, 2010.
- [24] N. Krasilnikov, Strength and Ductility of Copper Subjected to Equal-Channel Angular Pressing with Backpressure, *Russian*
- [2] A. Byeli, V. Kukareko, A. Kononov, Titanium and zirconium based alloys modified by intensive plastic deformation and nitrogen ion implantation for biocompatible implants, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol. 6, pp. 89-94, 2012.
- [3] M. Niinomi, M. Nakai, J. Hieda, Development of new metallic alloys for biomedical applications, *Acta Biomaterialia*, Vol. 8, No. 11, pp. 3888-3903, 2012.
- [4] A. Medvedev, H.-P. Ng, R. Lapovok, Y. Estrin, T. Lowe, V. Anumalasetty, Effect of bulk microstructure of commercially pure titanium on surface characteristics and fatigue properties after surface modification by sand blasting and acid-etching, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol. 57, pp. 55-68, 2016.
- [5] C. T. Wang, N. Gao, M. G. Gee, R. J. Wood, T. G. Langdon, Processing of an ultrafine-grained titanium by high-pressure torsion: an evaluation of the wear properties with and without a TiN coating, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol. 17, pp. 166-175, 2013.
- [6] S. Ghafari-Gousheh, S. H. Nedjad, J. Khalil-Allafi, Tensile properties and interfacial bonding of multi-layered, high-purity titanium strips fabricated by ARB process, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol. 51, pp. 147-153, 2015.
- [7] M. Geetha, A. Singh, R. Asokamani, A. Gogia, Ti based biomaterials—the ultimate choice for orthopaedic implants—a review, *Progress in Materials Science*, Vol. 54, No. 3, pp. 397-425, 2009.
- [8] H. J. Rack, J. Qazi, Titanium alloys for biomedical applications, *Materials Science and Engineering: C*, Vol. 26, No. 8, pp. 1269-1277, 2006.
- [9] 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.
- [10] S. Nag, R. Banerjee, H. Fraser, Microstructural evolution and strengthening mechanisms in Ti-Nb-Zr-Ta, Ti-Mo-Zr-Fe and Ti-15Mo biocompatible alloys, *Materials Science and Engineering: C*, Vol. 25, No. 3, pp. 357-362, 2005.
- [11] Y. Chen, Y. Li, J. Walmsley, S. Dumoulin, P. Skaret, H. Roven, Microstructure evolution of commercial pure titanium during equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 3, pp. 789-796, 2010.
- [12] R. Z. Valiev, T. G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, *Progress in Materials Science*, Vol. 51, No. 7, pp. 881-981, 2006.

- [36] C. T. Wang, A. G. Fox, T. G. Langdon, Microstructural evolution in ultrafine-grained titanium processed by high-pressure torsion under different pressures, *Journal of Materials Science*, Vol. 49, No. 19, pp. 6558-6564, 2014.
- [37] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 299, No. 1, pp. 59-67, 2001.
- [38] S. N. Alhajeri, N. Gao, T. G. Langdon, Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ECAP, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 528, No. 10, pp. 3833-3840, 2011.
- [39] I.-K. Kim, S. I. Hong, Effect of component layer thickness on the bending behaviors of roll-bonded tri-layered Mg/Al/STS clad composites, *Materials & Design*, Vol. 49, pp. 935-944, 2013.
- [40] 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.
- [41] Y. Li, H. P. Ng, H.-D. Jung, H.-E. Kim, Y. Estrin, Enhancement of mechanical properties of grade 4 titanium by equal channel angular pressing with billet encapsulation, *Materials Letters*, Vol. 114, pp. 144-147, 2014.
- [25] W. Kim, J. Wang, Microstructure of the post-ECAP aging processed 6061 Al alloys, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 464, No. 1, pp. 23-27, 2007.
- [26] A. Podolskiy, H. Ng, I. Psaruk, E. Tabachnikova, R. Lapovok, Cryogenic equal channel angular pressing of commercially pure titanium: microstructure and properties, *Journal of Materials Science*, Vol. 49, No. 19, pp. 6803-6812, 2014.
- [27] W. Xiaomei, C. Yinjia, H. Qichen, C. Aiyang, L. Xiang, L. Fang, P. Deng, Design of RT Equal Channel Angular Pressing Pure Titanium Workpiece by Finite Element Simulation, *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 44, No. 5, pp. 1082-1087, 2015.
- [28] S. Zhang, Y. C. Wang, A. P. Zhilyaev, E. Korznikova, S. Li, G. I. Raab, T. G. Langdon, Effect of grain size on compressive behaviour of titanium at different strain rates, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 645, pp. 311-317, 2015.
- [29] 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.
- [30] Y. Chen, Y. Li, X. Xu, J. Hjelen, H. Roven, Novel deformation structures of pure titanium induced by room temperature equal channel angular pressing, *Materials Letters*, Vol. 117, pp. 195-198, 2014.
- [31] A. Jäger, V. Gärtnerova, K. Tesař, 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.
- [32] R. B. Figueiredo, E. R. d. C. Barbosa, X. Zhao, X. Yang, X. Liu, P. R. Cetlin, T. G. Langdon, Improving the fatigue behavior of dental implants through processing commercial purity titanium by equal-channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 619, pp. 312-318, 2014.
- [33] X. Zhao, X. Yang, J. Jia, B. Qi, The evolution of hardness homogeneity in commercially pure Ti processed by ECAP, *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, Vol. 29, No. 3, pp. 578-584, 2014.
- [34] F. Djavaeroodi, M. Daneshtalab, M. Ebrahimi, A novel technique to increase strain distribution homogeneity for ECAPed materials, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 535, pp. 115-121, 2012.
- [35] W.-J. Kim, C.-Y. Hyun, H.-K. Kim, Fatigue strength of ultrafine-grained pure Ti after severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 54, No. 10, pp. 1745-1750, 2006.