

# Eş Kanallı Açısal Pres (EKAP) Yöntemi ile Şekillendirilmiş Ti-6Al-4V Alaşımının Mekanik Özellikleri ve Makroskobik Deformasyon Davranışı Arasındaki İlişki

Çağatay ELİBOL<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Türk-Alman Üniversitesi, Fen Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Teknolojileri Bölümü, Beykoz/İstanbul

e-posta: elibol@tau.edu.tr ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-3595-5259>

Geliş Tarihi: 05.05.2020

Kabul Tarihi: 25.08.2020

## Öz

Bu çalışmada, Ti-6Al-4V alaşımının kaba taneli ve eşit kanallı açısal presleme (EKAP) ile üretilen ultra ince taneli durumda, quasi-statik tek eksenli çekme yüklemesi altında (yaklaşık  $10^{-3} s^{-1}$  deformasyon hızı ile) sergilediği mekanik davranış ve makroskobik deformasyon modu (homojen vs. lokalize) karakterize edilmiştir. EKAP işleminin ve farklı kanal iç açılarının çekme dayanımı, kopma uzaması (süneklik), üniform uzama ve sertlik gibi malzemenin mekanik özelliklerine etkisi kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Dijital görüntü korelasyon (DIC) tekniği ile tüm çekme testleri esnasında yüzey deformasyon alanları in-situ olarak ölçülmüştür. Çift paso EKAP işlemi sonrası malzemenin çekme dayanımı, akma dayanımı ve sertliğinin sırasıyla 795,8 MPa, 660 MPa ve 255 HV'den, 120° kanal iç açılı kalıpla EKAPlanmış numunede 918,3 MPa, 850 MPa, 303 HV ve 90° kanal iç açılı kalıpla EKAPlanmış numunede ise 990,5 MPa, 890 MPa, 343 HV değerlerine ulaştığı görülmüştür. Ancak, tanelerin EKAP prosesi neticesinde incelenmesi, malzemenin müteakip kırılmasını tetikleyebilecek olan erken zamanlı deformasyon lokalizasyonuna bağlı olarak üniform uzama ve kopma uzamasında önemli bir gerilemeyi beraberinde getirmektedir. DIC verileri, başlangıç numunesinde (EKAP öncesi) deformasyonun homojen olarak ilerlediğini; çift paso EKAP işlemi sonrası çekme yüklemesine tabi tutulan numunede ise deformasyonun daha ziyade inhomojen/lokalize bir mod eğilimi sergilediğini açıkça ortaya koymaktadır. Bu çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar, EKAP sonrası plastik deformasyona tabi tutulan malzemenin makroskobik deformasyon modu ile sünekliği arasındaki ilişkiye dair yeni bakış açıları kazandırmaktadır.

## Anahtar kelimeler

Titanium Alaşımları;

Ti-6Al-4V;

EKAP;

Aşırı Plastik

Deformasyon;

Dijital Görüntü

Korelasyonu (DIC)

## Relationship between Mechanical Behavior and Macroscopic Deformation Mode of Ti-6Al-4V Alloy Processed by ECAP

### Abstract

In this study, the mechanical behavior and the macroscopic deformation mode with respect to localized vs. homogenous deformation under quasi-static uniaxial tensile loading (at the strain rate of about  $10^{-3} s^{-1}$ ) of Ti-6Al-4V alloy in the as-received (coarse-grained) and the ultrafine-grained (UFG) state produced by equal-channel angular pressing (ECAP) are characterized. The effect of ECAP process and different intersecting channel angles on the mechanical properties such as the tensile strength, the ultimate strain (ductility), the uniform elongation and the hardness is studied extensively. Digital image correlation (DIC) is used to document the surface strain fields in situ during all the tensile tests. It is shown that the tensile strength, the yield strength and the hardness of the material increased from 795,8 MPa, 660 MPa and 255 HV to 918,3 MPa, 850 MPa, 303 HV and 990,5 MPa, 890 MPa, 343 HV by applying two passes of ECAP using a mold with an intersecting channel angle of 120° and 90°, respectively. However, a refinement of the grains by ECAP leads to a significant decrease in the uniform elongation and ultimate strain due to the early stage strain localization, which may provide the nuclei for subsequent fracture of the material. DIC-images clearly indicate that in the as-received state, the deformation proceeds homogeneously, whereas after two passes of ECAP, the deformation tends to an inhomogeneous/localized macroscopic mode. The results presented in this work provide new insights into the relationship between the macroscopic deformation mode and the ductility of the ECAPed material.

### Keywords

Titanium Alloys;

Ti-6Al-4V;

ECAP;

Severe Plastic

Deformation (SPD);

Digital Image

Correlation (DIC)

## 1. Giriş

Çok kristalli bir malzemede tane boyutu, malzemenin sertliğinin, mukavemetinin ve iletkenliğinin yani malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerinin belirlenmesinde çok etkin bir rol oynamaktadır (Langdon 2013). Bu nedenle, tane boyutu kontrolü, istenen özelliklerde malzeme tasarımı için önemli bir parametre olmuştur. Geçmişten günümüze, üstün mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerin elde edilmesinde çok ince taneli / ortalama tane boyutu  $1 \mu\text{m}$ 'nin altındaki (*ultrafine-grained, UFG*) ve özellikle nano yapıları / ortalama tane boyutu  $100 \text{ nm}$ 'nin altındaki (*nano-crystalline*) malzemeler üzerine yoğun çalışmalar yapılmaktadır (Senkov et al. 2004). Dislokasyonların hareketini kısıtlayan, tane sınırlarının malzemelerin mekanik özelliklerine etkisi ilk olarak 1950'li yıllarda, birbirlerinden bağımsız olarak E.O. Hall ve N.J. Petch tarafından ortaya konulmuştur ve bu nedenle bu etki *Hall-Petch ilişkisi* ile literatürde ifade edilmektedir:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

$\sigma$  malzemenin akma dayanımını,  $\sigma_0$  kristalin dislokasyon hareketine gösterdiği direnci (ya da engelsiz dislokasyon hareketi için gerekli ilk gerilimi),  $k$  malzemeye özgü mukavemet sabitini ve  $d$  ortalama tane boyutunu ifade etmektedir (Hall 1951, Petch 1953). Bu ilişki doğrultusunda, genel olarak tane boyutu küçüldükçe, malzemenin akma dayanımının arttığı görülmektedir.

Çok ince taneli (UFG) malzeme üretimi, genel itibarıyla aşağıdan-yukarıya (*bottom-up*) ve yukarıdan-aşağıya (*top-down*) yaklaşımları olmak üzere iki farklı yol ile gerçekleştirilebilmektedir (Zhu et al. 2004). Bottom-up yönteminde, genellikle nano-tozlar yoğunlaştırılarak, konsolide edilirken (Gleiter 2000); top-down yaklaşımın temelinde ise kütleli halde kaba taneli malzemeye uygulanan aşırı plastik deformasyon (*severe plastic deformation, SPD*) neticesinde çok ince taneli yapıya ulaşma yatmaktadır (Khereddine et al. 2013, Han et al. 2016). Geliştirilmiş pek çok SPD tekniği olmakla beraber; eş kanallı açılma pres/EKAP (equal-channel angular pressing, ECAP) ve yüksek basınç altında burma (high pressure torsion, HPT) en

yaygın olarak uygulanan yöntemlerdir (Smirnova et al. 1986, Segal 1977, Segal et al. 1981, Gleiter 1989, Senkov et al. 2004, Valiev and Langdon 2006). Bu çalışmada kullanılan ve V.M. Segal (Segal 1977) tarafından geliştirilmiş olan EKAP yöntemi sayesinde haddeleme, tel çekme, ekstrüzyon, dövme gibi geleneksel yöntemlerle üretilmesi mümkün olmayan çok ince taneli ve homojen malzemeler üretilebilmektedir. Bunun yanı sıra, nispeten büyük boyuttaki malzemelerin şekillendirilmesinde kolaylıkla kullanılabilen ve birçok metal ile alaşıma uygulanabilmektedir. Malzemenin ince taneli olmasıyla birlikte iletkenlik, sertlik, termal genleşme, düşük sıcaklıklarda süper plastiklik, kırılma tokluğu ve mukavemet gibi özelliklerinin de istenilen seviyelerde olması sağlanmaktadır (Valiev et al. 2000, Segal et al. 2004, Iwahashi et al. 1996). Bu sebeplerden ötürü, birçok alaşımda çökelti homojenliğini sağlamak ve daha ince taneye sahip parçalar üretmek amacıyla EKAP yöntemi tercih edilmektedir.

Günümüzde, titanyum alaşımlarının uygulama alanları çok geniş olmakla birlikte; özellikle %6 Alüminyum, %4 Vanadyum ve %90 Titanyum içeren Titanyum Grade 5 (Ti-6Al-4V) alaşımı oldukça yaygın şekilde kullanılmaktadır. Ti-6Al-4V alaşımı tipik iki fazlı yapıya ( $\alpha$ -HSP ve  $\beta$ -HMK) sahip olmakla beraber; yüksek mukavemeti, hafifliği ve yüksek sıcaklıklardaki mekanik dayanımı ile havacılık-uzay ve nükleer endüstrisinde (Boyer 1995, Leyens and Peters 2002, Moiseyev 2006, Yu et al. 2018); yüksek korozyon direnci ve yüksek biyouyumluluk özellikleri ile de özellikle biyomedikal uygulamalarda tercih edilmektedir (Hussein and Fekry 2019, Barao et al. 2012, Phume et al. 2018, Popoola et al. 2016, Zherebtsov et al. 2016, Motyka et al. 2014, Liu et al. 2018). Ti-6Al-4V alaşımında çok ince taneli yapının oluşumuyla mukavemet, yorulma dayanımı ve superplastiklik gibi özelliklerin önemli bir seviyede iyileştirilmesi mümkün olabilmektedir (Semenova et al. 2017, Estrin and Vinogradov 2013, Valiev et al. 2016). Mukavemet artışı ile beraber metal ve alaşımların sünekliliğine bağlı özelliklerinde (kopma uzaması, kırılma tokluğu gibi) azalma eğilimi gösterdiği bilinmektedir (Pippan and Hohenwarter 2016). Bu tipik ilişki, Ti-6Al-4V

alaşımının da ileri mühendislik uygulamalarında kullanımı açısından sorun teşkil etmektedir. Semenova ve arkadaşları, çok ince taneli Ti-6Al-4V alaşımını EKAP işlemine tabii tutarak, malzemenin mekanik davranışını ve darbe dayanımı üzerine çentik etkisini araştırmışlardır. Darbe dayanımının, malzemenin gerinim sertleşmesi kapasitesinin artırılmasına yönelik, aynı zamanda malzemenin sünekliliğini iyileştirici bir yaklaşım ile artırılabilirliğini göstermişlerdir (Semenova et al. 2017). Evstifeev ve Valiev ise, Ti Grade 4 alaşımında EKAP aşırı plastik deformasyon işleminin malzemenin statik ve dinamik mekanik davranışına etkisini incelemişlerdir (Evstifeev and Valiev 2019). Zhao ve arkadaşları da, çoklu paso EKAP metodu ile üretilmiş çok ince taneli Ti-6Al-4V alaşımının mikroyapısal ve mekanik karakterizasyonunu detaylı bir şekilde gerçekleştirmişlerdir (Zhao et al. 2020).

Bu çalışmada; Ti-6Al-4V alaşımı başarılı bir şekilde EKAP yöntemi ile **aşırı plastik deformasyona** maruz bırakılmıştır. EKAP prosesinin ve farklı kanal açılarının malzemenin mekanik özelliklerine (çekme dayanımı, kopma uzaması/süneklilik, sertlik) etkisi analiz edilmiştir. Bunun yanı sıra, malzemenin makroskobik deformasyon davranışı dijital görüntü korelasyon tekniği (*digital image correlation, DIC*) ile lokal yüzey gerinim alanları in-situ ve optik olarak ölçülmek suretiyle karakterize edilmiştir. Böylelikle, bu çalışmanın ana amacını oluşturan, Ti-6Al-4V alaşımında EKAP prosesi neticesinde meydana gelen tane küçülmesi ile alaşımın mekanik davranışı (mukavemet ve süneklilik açısından) ve makroskobik deformasyon modu arasındaki ilişki irdelenmiştir.

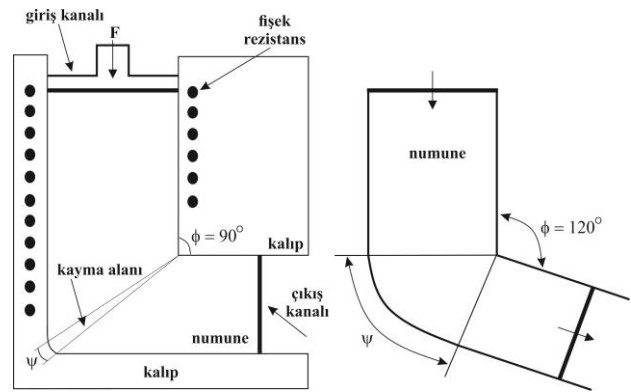
## 2. Materyal ve Metot

### 2.1 Ti-6Al-4V Alaşımı

EKAP işlemine tabii tutulan Ti-6Al-4V alaşımı (kimyasal kompozisyon: %6,43 Al, %4,01 V, %0,002 N, %0,002 H, %0,166 O<sub>2</sub>, %0,16 Fe, %0,005 C) *Edelstahlzieherei Mark GmbH* firmasından, ekstrüzyon sonrası oluşan iç gerilmelerin giderilmesi adına 700°C'de tavlanmış halde temin edilmiştir.

### 2.2 EKAP Prosesi

EKAP, L-şeklindeki eş kesitli iki kanaldan kütleli (bulk) malzemenin geçirilerek, arakesit boyunca kayma deformasyonunun oluşturduğu metal akış prosesi ile malzemenin iç yapısında aşırı plastik deformasyon oluşumu neticesinde tane boyutu inceltmesi prosedir (Iwahashi et al. 1998). Bu çalışmada kullanılan EKAP kalıpları ve işlem prensibi Şekil 1'de gösterilmektedir. İşlem görecektir numune/parça öncelikli olarak dikey kanala yerleştirilir ve itici vasıtasıyla yatay kanala doğru itilir. Bu esnada iki kanal arakesitinden geçişi sırasında malzemeye kayma kuvvetleri etki eder; malzeme aşırı plastik deformasyona uğratılırken, giriş ve çıkış kanallarının kesit alanlarının eşit olması nedeniyle numunenin ölçülerinde bir değişiklik olmaksızın kanal içerisinde açılma meydana getirilerek tane yapısı inceltilmektedir.



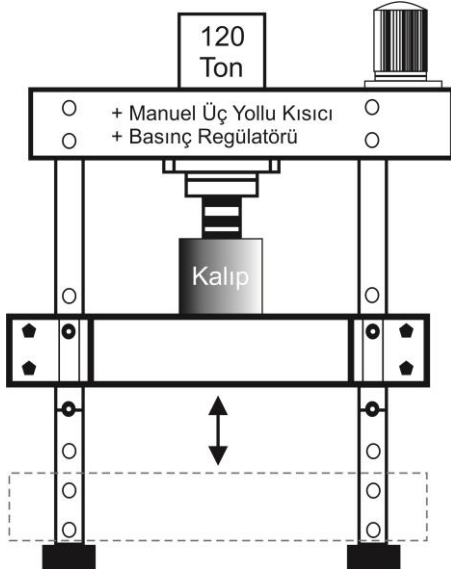
Şekil 1. 90° ve 120° kanal iç açısına (Φ) sahip EKAP kalıpları.

İç açı (Φ) ve kanal dış köşe eğrilik açısı (Ψ), eş kesitli yatay ve dikey kanal arasındaki açıdır. Kalıp (dolayısıyla kayma alanı) geometrisi ve uygulanan EKAP paso sayısı (N), malzeme içerisinde meydana gelen toplam efektif deformasyon (birim şekil değiştirme) miktarını belirlemektedir (Iwahashi et al. 1996, Stüwe 2003):

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

EKAP işlemleri, Şekil 2'de şematik çizimi verilen 4 KW motor gücüne sahip 120 ton kapasiteli hidrolik prese (Hidrolik Halim Usta HD120 Atölye Tipi Pres) entegre edilmiş ve sıcak iş takım çelğinden imal edilmiş EKAP kalıbından oluşan düzenekte gerçekleştirilmiştir. Düzeneğe pres hızı ayarı için manuel üç yollu kısıcı ve basınç regülatörü

eklenmiştir. Literatürde, genellikle çalışılan iki kanal arasındaki iç açı ( $\Phi$ )  $90^\circ$  ve  $135^\circ$  arasında verilmektedir (Nakashima et al. 1998). Bu çalışmada, iki tip kanal iç açısı kullanılmış olup,  $90^\circ$  ( $\Psi=0^\circ$ ) ve  $120^\circ$  ( $\Psi=10^\circ$ ) şeklindedir.  $600^\circ\text{C}$  ve  $700^\circ\text{C}$  gibi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen EKAP işleminin, numune boyunca nispeten homojen deformasyona neden olduğu önceki çalışmalarda açıkça ortaya konulmuştur (Zhao et al. 2020).  $15 \times 15 \times 130 \text{ mm}^3$  ölçülerine sahip, ısıl işlem fırınında  $575^\circ\text{C}$  sıcaklıkta 5 dakika süresince ön ısıtılmış numuneler  $90^\circ$  ve  $120^\circ$  kanal iç açısına sahip kalıplar kullanılarak çift pasolu EKAP işlemine tabi tutulmuştur. EKAP rotası uygulanmıştır (Barber et al. 2004, Iwahashi and Furukawa et al. 1998): Numune ilk pasoyu takiben, boylamasına eksenine doğrultusunda saat yönünde  $90^\circ$  döndürüldükten sonra ikinci EKAP pasosu uygulanmıştır. Kalıp içerisine yerleştirilmiş fişek rezistanslar vasıtasıyla EKAP kalıbı da işlem esnasında yaklaşık  $575^\circ\text{C}$  sıcaklığa ısıtılmıştır. Pres hızı  $20 \text{ mm/s}$  olacak şekilde ayarlanmıştır. Numune ve EKAP düzeneği parçaları arasındaki sürtünmeyi azaltmak adına  $\text{MoS}_2$  ve grafit içeren yağlayıcılar kullanılmıştır.

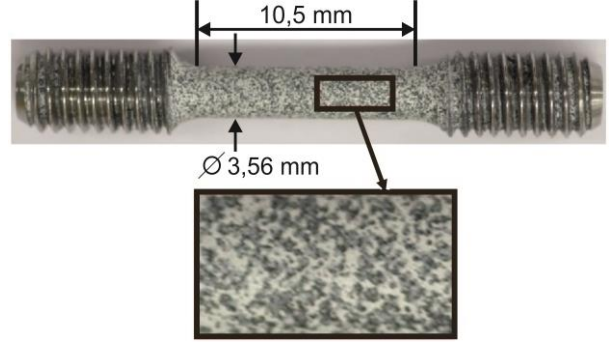


Şekil 2. Kullanılan EKAP düzeneği şematik çizimi.

### 2.3 Mekanik Analizler

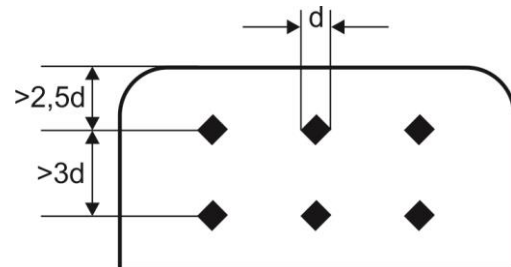
Tek eksenli, quasi-statik çekme deneyleri "Zwick Allround-Line 20 kN" üniversal çekme/basma test cihazında pozisyon kontrolü altında ve  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  deformasyon hızında gerçekleştirilmiştir. Mekanik deneylerde, serbest uzunluğu  $10,5 \text{ mm}$  ve çapı  $3,56 \text{ mm}$  olan "dog-bone" (köpek kemiği benzeri)

şeklindeki numuneler kullanılmıştır (Şekil 3). Bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen tüm çekme testlerinde, deformasyon/uzama ölçümü için konvansiyonel clip-on ekstansometre kullanılmamış olup; yüzey yer değiştirme ve gerinimler DIC yöntemi ile optik olarak, temassız bir şekilde ölçülerek mühendislik gerilim-gerinim eğrileri oluşturulmuştur.



Şekil 3. Silindirik, dog-bone şeklindeki çekme test numunesine ait geometri ve dijital görüntü korelasyonu (DIC) ile yüzey deformasyon alanlarının ölçümü için gerekli, numune yüzeyinde yapay olarak rastgele üretilmiş yüksek kontrastlı benek deseni (detaylar için bkz. Bölüm 2.4).

Mikrosertlik ölçümleri, her bir numuneye 500 gram yük 15 s uygulanmak suretiyle üniversal, otomatik sertlik ölçüm cihazında (*Duramin/Struers*) oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Sertlik numuneleri, EKAP pres eksenine paralel doğrultuda hazırlanmıştır. Ölçümler sırasında, uygulanan Vickers sertlik izleri arasındaki minimum güvenli mesafe korunmuştur. Sertlik değerleri, her bir numunede gerçekleştirilen altı ölçümün aritmetik ortalaması alınmak suretiyle hesaplanmıştır (Şekil 4).



Şekil 4. Sertlik ölçümü esnasında Vickers sertlik izlerinin numune üzerindeki yerleri. Her bir numunede altı ölçüm gerçekleştirilmiş ve aritmetik ortalamalar ile standart sapmalar hesaplanmıştır.

## 2.4 Dijital Görüntü Korelasyon (DIC) Deformasyon Analizi

Gerçekleştirilen mekanik testlerde, yer değiştirme ve yüzey gerinim alanları DIC (digital image correlation) yöntemi ile ölçülmüştür. DIC temassız, optik ölçüm tekniği, tam alan yüzey yer değiştirme ve deformasyon analizine imkân vermektedir (Mehdikhani et al. 2016, Pan et al. 2009). Bu yöntem ile deformasyon analizi için incelenecek numune yüzeyinde rastgele gri seviyesi yoğunluk dağılımı sağlanacak şekilde benekleme uygulanmalıdır. Bu çalışmada, boya püskürtücü vasıtası ile numune yüzeyine siyah ve beyaz boya püskürtülerek dog-bone çekme numune yüzeylerinde tekrarsız, isotrop ve yüksek kontrastlı desenler yapay olarak üretilmiştir. Bu yol ile çekme numunesi yüzeyinde üretilen tipik benek deseni Şekil 3'de gösterilmektedir. DIC yazılımı, farklı zamanlarda, test öncesi, deforme olmamış (*referans/as-received*) numune yüzey görüntüsü ve test esnasında, deforme olmuş numune yüzey görüntüleri olmak üzere kaydedilen dijital görüntüleri karşılaştırarak her bir noktanın (piksel) numune yüzeyindeki hareketini/yer değiştirmesini hesaplamaktadır. Bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen deneylerde, yaklaşık 10 µm (10 µm/piksel) piksel genişliğine sahip gerinim değerleri saptanabilmiştir.

2D-DIC yönteminde quasi-statik mekanik testler esnasında görüntüleri elde etmek için optik ekseni numune yüzeyine dik şekilde konumlanmış, 2358 x 1728 piksel çözünürlüğe ve 1 Hz kare hızına sahip bir CCD kamera kullanılmıştır. Kullanılan lensin odak uzaklığı 100 mm olarak ayarlanmıştır. Objektif ve kamera sensörü arasındaki mesafeyi artırmak için bir uzatma halkası kullanılmış ve böylelikle çalışma mesafesi numune yüzeyinin odaklanmasını sağlamak adına optimize edilmiştir. DIC tekniği kullanılarak yüzlerce fotoğraf çok kısa sürede analiz edilebilmekte ve malzemelerin deformasyon davranışı yüzey gerinim alan fotoğraflarının birleştirilerek video haline getirilmesi ile detaylı bir şekilde analiz edilebilmektedir (Elibol 2018). DIC fotoğraflarının proses edilmesinde ve analizinde (lokal deformasyon ve yüzey gerinim alanları bağlamında) DIC yöntemine entegre ARAMIS yazılım paketi kullanılmıştır (GOM 2010). DIC yöntemi ile, çekme deneyleri esnasında ölçülen ve kaydedilen gerinim alanlarının daha sonra sisteme entegre bu yazılım vasıtası ile işlenmesinde sanal ekstansometre analizi uygulanarak mühendislik gerinimleri yüksek hassasiyetle hesaplanmıştır

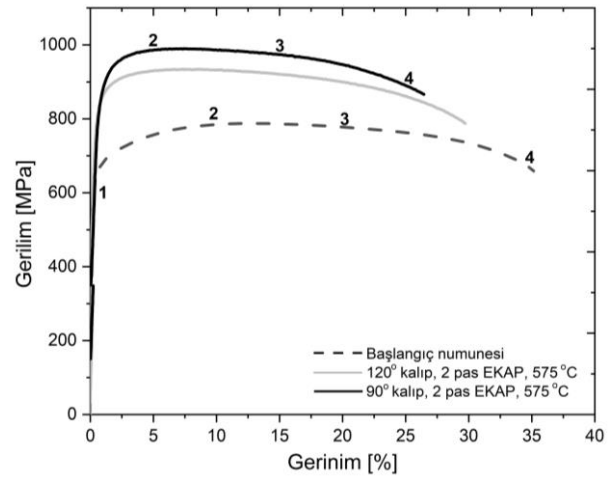
(sanal ekstansometre yöntemine dair detaylı bilgi için bkz. Elibol and Wagner 2018).

## 3. Bulgular ve Tartışma

Ti-6Al-4V alaşımına ait çekme testi, sertlik ve DIC makroskobik deformasyon analizi sonuçları aşağıda sunulmaktadır analiz edilmiştir.

### 3.1 EKAP İşleminin Ti-6Al-4V Alaşımının Çekme Dayanımı ve Süneklik Davranışı Üzerine Etkisi

Ti-6Al-4V alaşımına, EKAP öncesi kaba taneli (as-received durumda: referans/başlangıç numunesi olarak) ve 575 °C sıcaklıkta iki paso EKAP işlemi sonrası (90° ve 120° kanal iç açılarına sahip kalıplar kullanılarak) halde çekme testi uygulanarak mühendislik gerinim-gerinim eğrileri elde edilmiştir (Şekil 5). Bu grafikten elde edilen kopma uzaması ve çekme dayanımı değerleri Çizelge 1'de listelenmiştir.



**Şekil 5.** Başlangıç/referans numunesine, 120° ve 90° kalıp ile 575 °C sıcaklıkta EKAP işlemine maruz bırakılmış numunelere ait mühendislik gerinim-gerinim eğrileri. Eğriler üzerinde işaretlenmiş sayılar, Şekil 7'de verilen DIC yüzey gerinim alan görüntülerine karşılık gelmektedir.

700°C'de tavllanmış halde temin edilmiş olan Ti-6Al-4V numunesi EKAP deformasyonuna uğratılmadan, referans numunesi olarak çekme testine tabi tutulmuş ve çekme dayanımı 795,8 MPa, kopma uzaması ise %35,4 olarak hesaplanmıştır. İki paso 120° EKAP işlemi neticesinde referans numuneye göre malzemenin çekme dayanımında yaklaşık %15,4 artış; kopma uzamasında ise yaklaşık %15,8 azalma gözlenmiştir. Referans numuneye uygulanan iki paso 90° EKAP

deformasyonu neticesinde ise referans numuneye nazaran alaşımın çekme dayanımında yaklaşık %24,5'lik bir artış gözlenirken, kopma uzamasında %25,2'lik bir gerileme saptanmıştır. Akma dayanımı ise yaklaşık 1,3 kat artış (660 MPa → 890 MPa) göstermiştir. Bu artışa, uygulanan aşırı plastik deformasyon neticesinde  $\alpha$  ve  $\beta$  fazlarının tane/alt tane boyutunda *Hall-Petch ilişkisi* (Denklem 1) doğrultusunda meydana gelen küçülmenin sebep olduğu söylenebilir. Bunun yanı sıra, 90° kanal iç açılı EKAP kalıbı kullanılarak görece daha yüksek bir toplam efektif aşırı plastik deformasyona (kaymaya) tabi tutulan numune, 120° iç açılı kalıba kıyasla yaklaşık 195 MPa daha yüksek bir çekme dayanımı değeri verirken, yaklaşık %3 daha düşük bir süneklik davranışı göstermektedir. Üniform uzama değerlerinde ise EKAP işlemi sonrası referans numuneye kıyasla (%13,3) önemli bir düşüş gözlenmiştir: Çift paso 120° EKAP sonrası %7,5 ve çift paso 90° EKAP sonrası %5,9 olarak saptanmıştır.

**Çizelge 1.** Ti-6Al-4V alaşımına ait farklı durumlar için kopma uzaması ve çekme dayanımı değerleri.

	Referans Numunesi	120° EKAP 2 Paso	90° EKAP 2 Paso
Kopma Uzaması [%]	35,4	29,8	26,5
Üniform Uzama [%]	13,3	7,5	5,9
Çekme Dayanımı [MPa]	795,8	918,3	990,5
Akma Dayanımı [MPa]	660±10	850±5	890±15

Yukarıda sunulan sonuçlar, Ti-6Al-4V alaşımının kaba taneli (as-received) ve EKAP işlemi sonrası tane inceltirilmiş durumdaki mekanik malzeme davranışının tipik özelliklerini sergilemektedir. EKAP işlemi sonrası malzemenin akma ve çekme dayanımında meydana gelen kayda değer artış, dislokasyon yoğunluğundaki yükselmenin sebep olduğu gerinim sertleşmesi ve tane inceltmesi ile doğrudan ilişkilendirilebilir. Ti ve Ti alaşımlarında, ana deformasyon mekanizması olan dislokasyon hareketinin yanı sıra, özellikle birden fazla paso EKAP uygulanmış numunelerde, yüksek dislokasyon

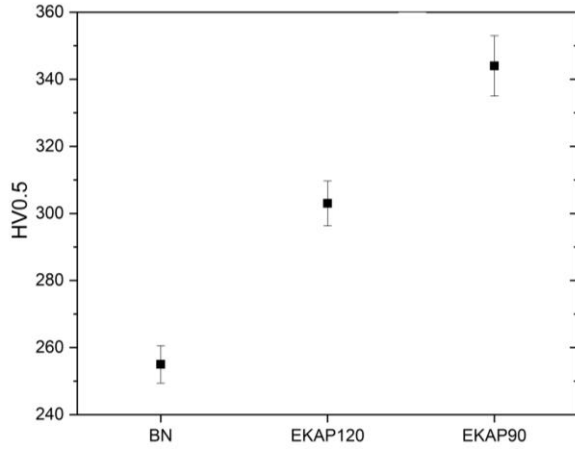
yoğunluğuna bağlı olarak dislokasyon hareketinin giderek zorlaşması neticesinde ikizlenme mekanizması ile de plastik deformasyonun meydana geldiği raporlanmıştır (Yapıcı et al. 2006, Shin et al. 2003). Özellikle bu numunelerde, çoklu paso EKAP işlemi sonucu meydana gelen aşırı ikizlenme (tane inceltmesine benzer bir etki ile) dislokasyon hareketine engel teşkil ederek, yüksek akma sınırına katkıda bulunabilmektedir.

Aşırı plastik deformasyon neticesinde meydana gelen yüksek dislokasyon yoğunluğu, tane inceltmesi ve mikroyapıda (özellikle çoklu paso EKAP neticesinde) oluşması beklenen çok sayıda deformasyon ikizleri, malzeme mukavemetinde önemli derecede artışa sebep olurken, aynı zamanda sünekliğinde ciddi, kaçınılmaz bir düşüş meydana getirmektedir (kopma uzaması %35,4 → %26,5). Bununla beraber, üniform uzama da EKAP işlemi sonrasında %13,3'ten %5,9'a kuvvetli bir gerileme göstermiştir. Bu gerileme, çok ince taneli (aşırı plastik deformasyona maruz bırakılmış) metallerde yeni dislokasyon oluşumu ve akümülyasyonunun, *yüksek/kritik dislokasyon yoğunluğu, uzamış tanelerin içinde oluşan alt yapılar ve yüksek iç gerilim* gibi mikroyapısal karakteristikler neticesinde engellenmesi ile meydana gelebilecek *erken zamanlı deformasyon lokalizasyonuna (strain localization)* ve *kırılmaya* bağlanabilir (Vinogradov and Agnew 2004, Ma 2006).

### 3.2 EKAP İşleminin Sertlik Üzerine Etkisi

EKAP pres eksenine paralel doğrultuda hazırlanmış yüzeylerde gerçekleştirilen (her bir numune için altı ölçüm; bkz. Şekil 4) Vickers sertlik ölçümlerinden, farklı EKAP kanal iç açıları ve referans numune için elde edilen veriler Şekil 6'da verilmiştir. Bu grafikten elde edilen sertlik değerleri (HV0,5) Çizelge 2'de listelenmiştir.





**Şekil 6.** Başlangıç/referans numunesi (BN) ve farklı kanal iç açıları (90° ve 120°) ile iki paso EKAP deformasyonuna tabi tutulmuş Ti-6Al-4V alaşımına ait Vickers sertlik değerleri (HV0,5).

Denklem 2'den de açıkça anlaşıldığı gibi  $\Phi=90^\circ$  ( $\Psi=0^\circ$ ) kalıp iç açısı,  $\Phi=120^\circ$  ( $\Psi=10^\circ$ ) kalıp iç açısına kıyasla numunede daha yüksek bir toplam efektif deformasyona (kaymaya) sebep olmaktadır. EKAP prosesinde kullanılan kalıp ve bununla beraber kayma alanı geometrisinin, hem deformasyonun homojenitesi hem de numunen maruz kaldığı toplam kayma deformasyonu şiddeti üzerine önemli bir etkisi vardır. EKAP kanal iç açısının ( $\Phi = 60^\circ - 150^\circ$  arası) etkileri üzerine yapılan detaylı araştırmalar,  $90^\circ$  kanal iç açısının diğer açılara kıyasla en yüksek deformasyon homojenitesini verdiğini göstermektedir (Nagasekhar et al. 2007).

**Çizelge 2.** Ti-6Al-4V alaşımına ait karşılaştırmalı Vickers sertlik değerleri.

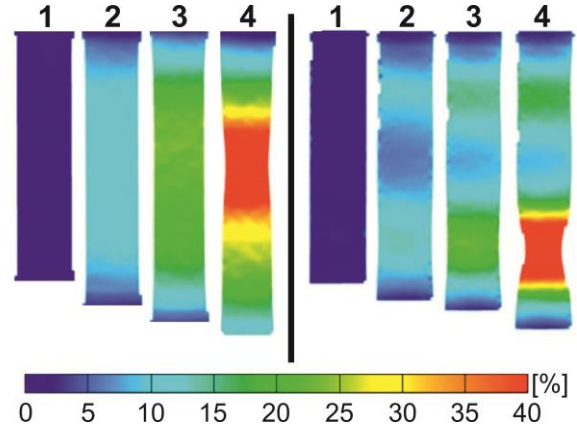
	Referans Numunesi	120° EKAP 2 Paso	90° EKAP 2 Paso
Vickers Sertlik (HV0,5)	255±6	303±7	343±9

Malzemenin sertlik değerinin, iki paso 120° EKAP işlemi neticesinde referans numuneye (255 HV) nazaran yaklaşık %19 artış göstererek 303 HV değerine ulaştığı ve 90° kanal iç açısına sahip kalıbın iki paso sonrası en yüksek sertlik değerini (343 HV) verdiği görülmektedir. Elde edilen bu sertlik değerleri, Çizelge 1'de verilen, ilgili işlem sonrası numunelerden elde edilen çekme dayanımı değerleri ile de *sertlik – çekme dayanımı arasındaki genel ilişki* bağlamında tutarlılık sergilemektedir (Zhang et al. 2011). Çift paso EKAP işlemi sonrası

çekme dayanımı davranışına paralel şekilde gözlenen sertlikteki büyük artışın muhtemel kaynakları arasında, dislokasyon yoğunluğunda artış, tane boyutundaki küçülme, mikroyapıda alt yapıların ve ikizlerin oluşması sıralanabilir.

### 3.3 EKAP İşleminin Ti-6Al-4V Alaşımının Makroskobik Deformasyon Davranışına (Moduna) Etkisi

EKAP deformasyonuna uğratılmadan, as-received halde ve 90° kanal iç açılı kalıp ile iki paso EKAP işlemi sonrasında Ti-6Al-4V numunelerine çekme testleri uygulanmıştır. Bu testler esnasında, yüzey gerinim alanları DIC yöntemi ile ölçülerek, malzemenin makroskobik deformasyon davranışı karakterize edilmiştir. Tek eksenli çekme testleri esnasında ölçülen eksenel yüzey gerinim alanları Şekil 7'de verilmiştir. DIC görüntülerinin üstündeki sayılar Şekil 5'teki gerilim-gerinim eğrilerinin üstünde işaretlenmiş olan noktaları göstermektedir.



**Şekil 7.** Çekme testleri esnasında ölçülen, eksenel DIC yüzey gerinim alanları (sol 1-4: As-received / referans numune; sağ 1-4: iki paso 90° EKAP işlemi sonrası numune). DIC görüntüleri üzerindeki sayılar Şekil 5'te verilen gerilim-gerinim eğrilerinin üzerinde işaretlenmiş noktaları belirtmektedir.

Referans numune homojen bir deformasyon davranışı sergilerken (Şekil 7 sol), iki paso 90° EKAP işlemine maruz bırakılmış numune ise (Şekil 7 sağ) akma sınırının aşılması ile lokalize olmuş (inhomojen) bir makroskobik deformasyon modu göstermektedir. Numunenin üst ve alt kısımlarında iki deformasyon bandı oluşumu ile gerinim sertleşmesi yerine nispeten sabit bir gerilim platosu gözlenmektedir (bkz. Şekil 7 sağ 2. DIC görüntüsü

ve Şekil 5). Uygulanan gerininin devamı ile numune, deformasyonun lokalize olduğu bölgelerde gerininin kuvvetle artması sonucu kopmaktadır (Şekil 7 sağ 2-4). Çekme testlerinde, konvansiyonel clip-on ekstansometrelerin kullanılması halinde (bazı hallerde) numune, temasa uğradığı noktalardan boyun vererek-kopma gösterebilmektedir. Bu çalışma kapsamında, deformasyon/şekil değiştirme ölçümü temassız, optik DIC sistemi ile gerçekleştirildiğinden numuneler mekanik testler esnasında hiçbir şekilde tahribata uğratılmamış ve hiçbir noktada deformasyon tetiklenmemiştir. Şekil 5 ve 7 incelendiğinde, malzemenin sünekliği ve makroskobik deformasyon modu arasındaki ilişki açıkça gözlenmektedir. Daha erken bir gerinim seviyesinde meydana gelen kayma bandı oluşumu ile deformasyon lokalizasyonu neticesinde gerinim sertleşme kapasitesinin gerilemesi ile beraber iki paso EKAP işlemine tabi tutulan numune, referans numuneye kıyasla daha kötü bir süneklik davranışı sergilerken, üniform uzama da buna bağlı olarak ciddi bir düşüş göstermiştir.

Pek çok metalik malzemede, farklı yüklenme koşullarında plastik deformasyon lokalizasyonu gözlenmektedir. Bu malzeme fenomeni, malzemenin şekil verilebilirliğine etkisinin yanı sıra mekanik özelliklerine ve kırılma mekanizması/davranışı üzerine de etkimektedir. Deformasyonun lokalize olması durumu, bu nedenle teknik uygulamalarda oldukça önemli bir rol oynamaktadır (Antolovich and Armstrong 2014, Lee and Chan 1991). Aşırı plastik deformasyon işlemleri esnasında deformasyon lokalizasyonuna etkileyen faktörler, literatürde genellikle başlangıç numunesinin tane boyutu, tane oryantasyonu, tekstür, uygulanan EKAP rotası/paso sayısı, pres hızı gibi malzeme ve proses parametreleridir (Joshi and Ramesh 2008, Liu et al. 1998, Og-ishi et al. 2005, Sabirov et al. 2009).

EKAP prosesi esnasında malzemenin dikey kanaldan yatay kanala geçişi esnasında, elastik deformasyon neticesinde numunenin bir kısmı kayma alanını geçerek yatay kanalda bir matris bandı oluşturmakta olup, akabinde gerilimin artmasıyla lokal olarak akma sınırına erişilmesiyle

kayma bantlarının oluşumu söz konusudur (Frint 2015). Bu doğrultuda, EKAP esnasında deformasyon lokalizasyonuna uğramış malzemelerin EKAP sonrası plastik deformasyonunda da inhomojen davranış gösterebileceği öngörülmüştür. Bu çalışma kapsamında ölçülen Ti-6Al-4V alaşımının DIC yüzey deformasyon dağılımları, iki paso EKAP neticesinde malzemenin homojen deformasyon modundan inhomojen bir deformasyon karakteristiğine geçiş eğiliminde olduğunu göstermektedir. Bu eğilim, EKAP sırasında kayma bandı oluşumuna bağlı olarak EKAP işlemine tabi tutulan numunenin çekme testi esnasında deformasyonun erken zamanlı lokalize olması sonucu malzemenin sünekliğinin gerilemesi ile doğrudan ilişkilendirilebilir. Böylelikle, kalıp geometrisi, pres hızı, EKAP rotası, karşı basınç gibi parametreler göz önünde bulundurulmak suretiyle EKAP prosesi esnasında inhomojen deformasyon (matris/kayma bandı oluşumu) engellenmesi ile aşırı plastik deformasyon sonucunda tane boyutu incelmeye bağlı mukavemetlendirmenin yanı sıra malzemenin sergilediği süneklik davranışı da iyileştirilebilir.

#### **4. Sonuç**

Bu çalışma kapsamında, aşırı plastik deformasyon tekniği EKAP ile tane boyutu inceltmiş Ti-6Al-4V alaşımı üretilmiş olup; EKAP prosesinin alaşımın mekanik özellikleri ve makroskobik deformasyon modu üzerine etkisi sistematik bir şekilde araştırılmıştır. Elde edilen önemli bulgular aşağıda sıralanmıştır:

1. Ti-6Al-4V alaşımının çift paso EKAP prosesine tabi tutulması neticesinde, tane incelmeye sonucu çekme dayanımı 795,8 MPa'dan 120° iç açılı kalıp kullanımı ile 918,3 MPa'a, 90° iç açılı kalıp kullanımında ise 990,5 MPa'a yükselmiştir. Bununla beraber, malzemenin kopma uzaması (120° için %29,8 ve 90° için %26,5) ve üniform uzama (120° için %7,5 ve 90° için %5,9) değerlerinde, %35,4 kopma uzaması ve %13,3 üniform uzama gösteren referans (EKAP öncesi) numuneye kıyasla ciddi bir gerileme gözlenmiştir.

2. Malzemenin mekanik davranışında gözlenen tipik çekme dayanımı artışına paralel şekilde, çift paso



EKAP işlemi sonrası malzemenin sertliği 255 HV'den 303 HV (120° kalıp) ve 343 HV (90° kalıp) seviyelerine yükselmiştir.

3. DIC tekniği kullanılarak elde edilen lokal yüzey deformasyon alanları, malzemenin tane incelmeye bağlı dayanım artışı sonucu süneklik davranışında meydana gelen gerileme ile makroskobik deformasyon modu arasındaki ilişkiyi göstermiştir. EKAP prosesinde lokal matris ve kayma bantlarının oluşumunun, farklı proses ve malzeme parametrelerine bağlı olarak engellenebilmesi durumunda, EKAP sonrası malzemenin yeniden plastik deformasyonunda erken zamanlı lokalizasyonunun önüne geçilerek mukavemet artışıyla beraber süneklikteki gerilemenin iyileştirilebileceği ortaya konmuştur.

## 5. Kaynaklar

- Antolovich, S.D. and Armstrong, R.W., 2014. Plastic strain localization in metals: origins and consequences. *Progress in Materials Science*, **59**, 1-160.
- Barao, V.M.T., Mathew, M.T., Assuncao, W.G., Yuan, J.C.C., Wimmer, M.A. and Sukotjo, C., 2012. Stability of cp-Ti and Ti6Al4V alloy for dental implants as a function of saliva pH, an electrochemical study. *Clinical Oral Implants Research*, **23**, 1055-1062.
- Barber, R.E., Dudo, T., Yasskin, P.B. and Hartwig, K.T., 2004. Product yield for ECAE processing. *Scripta Materialia*, **5**, 373-377.
- Boyer, R. R., 1995. Titanium for aerospace: rationale and applications. *Advanced Performance Materials*, **2**, 349-368.
- Elibol, C., 2018. Lokalisierungs- und Relaxationsphänomene in pseudoelastischen und martensitischen NiTi-Formgedächtnislegierungen. Dissertation, Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Maschinenbau, Chemnitz, 160, 71-75.
- Elibol, C., Wagner, M.F.-X., 2018. Virtual Extensometer Analysis of Martensite Band Nucleation, Growth, and Strain Softening in Pseudoelastic NiTi Subjected to Different Load Cases. *Materials*, **11**, 1458.
- Estrin, Y. and Vinogradov, A., 2013. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia*, **61**, 782-817.
- Evstifeev A.D. and Valiev R.R., 2019. Study of the dynamic strength of the ultrafine-grained titanium VT 1-0. *Materials Science and Engineering*, **672**, 012063.
- Frint, P., 2015. Lokalisierungsphänomene nach kombinierter hochgradig plastischer Umformung durch Extrusion und ECAP einer 6000er-Aluminiumlegierung. Dissertation, Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Maschinenbau, Chemnitz, 164, 112-130.
- Gleiter, H., 1989. Nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, **33**, 223-315.
- Gleiter, H., 2000. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. *Acta Materialia*, **48**, 1-29.
- GOM Gesellschaft für optische Messtechnik mbH (Braunschweig, Germany), Software "ARAMIS" v6.3.1 Optical Deformation Analysis, 2010.
- Hall, E.O., 1951. The Deformation and Ageing of Mild Steel: II, Characteristics of the Lüders Deformation. *Proceedings of the Physical Society*, **64**, 742-753.
- Han, S. Z., Lim, S. H., Kim, S., Lee, J., Goto, M., Kim, H. G., Han, B. and Kim, K. H., 2016. Increasing strength and conductivity of Cu alloy through abnormal plastic deformation of an intermetallic compound. *Scientific Reports*, **6**, 30907.
- Hussein, M.S and Fekry, A.M., 2019. Effect of fumed silica/chitosan/Polyvinylpyrrolidone composite coating on the electrochemical corrosion resistance of Ti-6Al-4V alloy in artificial saliva solution. *ACS Omega*, **4**, 73-78.
- Iwahashi, Y., Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M. and Langdon, T.G., 1998. Microstructural characteristics of ultrafine-grained aluminum produced using equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **29**, 2245-2252.
- Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M. and Langdon, T.G., 1998. The process of grain refinement in equal-

- channel angular pressing. *Acta Materialia*, **46**, 3317-3331.
- Iwahashi, Y., Wang, J., Horita, Z., Nemoto, M. and Langdon, T.G., 1996. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials, *Scripta Materialia*, **35**, 143-146.
- Joshi, S.P. and Ramesh, K.T., 2008. Grain size dependent shear instabilities in body-centered and face-centered cubic materials. *Materials Science and Engineering A*, **493**, 65-70.
- Khereddine, A. Y., Larbi, F. H., Kawasaki, M., Baudin, T., Bradai, D. and Langdon, T. G., 2013. An examination of microstructural evolution in a Cu–Ni–Si alloy processed by HPT and ECAP. *Materials Science and Engineering A*, **576**, 149-155.
- Langdon, T.G., 2013. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, **61**, 7035-7059.
- Lee, W.B. and Chan K.C., 1991. A criterion for the prediction of shear band angles in F.C.C. metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, **39**, 411-417.
- Leyens, C. and Peters, M., 2002. Titanium and titanium alloys. John Wiley & Son Inc, England, 1-35.
- Liu, Q., Juul Jensen, D. and Hansen, N., 1998. Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium. *Acta Materialia*, **46**, 5819-5838.
- Liu, J.Z., Qi, Y.G., Zheng, J.L. et al., 2018. New Approach to Achieve High Strength Powder Metallurgy Ti-6Al-4V Alloy Through a Simplified Hydrogenation Dehydrogenation Treatment. *Journal of Alloys and Compounds*, **763**, 111-119.
- Ma, E., 2006. Eight routes to improve the tensile ductility of bulk nanostructured materials and alloys. *JOM*, **58**, 49-53.
- Mehdikhani M., Aravand M., Sabuncuoglu B., Callens M.G., Lomov S.V. and Gorbatiikh L., 2016. Full-field strain measurements at the micro-scale in fiber-reinforced composites using digital image correlation. *Composite Structures*, **140**, 192-201.
- Moiseyev, V.N. 2006. Titanium alloys: Russian aircraft and aerospace applications. Taylor & Francis, 1-216.
- Motyka, M., Sieniawski, J. And Ziaja, W., Microstructural aspects of superplasticity in Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science and Engineering A*, **599**, 57-63.
- Nagasekhar, A.V., Tick-Hon, Y. and Seow, H.P., 2007. Deformation behavior and strain homogeneity in equal channel angular extrusion/pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, **192-193**, 449-452.
- Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M. and Langdon, T.G., 1998. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, **46**, 1589-1599.
- Og-ishi, K., Zhilyaev, A.P. and Mcnelley, T.R., 2005. Effect of strain path on evolution of deformation bands during ECAP of pure aluminum. *Materials Science and Engineering A*, **410-411**, 183-187.
- Pan, B., Qian, K., Xie, H. and Asundi, A., 2009. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review. *Measurement Science and Technology*, **20**, 17pp.
- Petch, N.J., 1953. The Cleavage Strength of Polycrystals. *The Journal of the Iron and Steel Institute*, **174**, 25-28.
- Phume, L., Popoola, A.P.I., Aigbodion, V.S. and Pityana, S., 2018. In-situ formation, anti-corrosion and hardness values of Ti-6Al-4V biomaterial with niobium via laser deposition. *International Journal of Surface Science and Engineering*, **12**, 23-39.
- Pippan, R. and Hohenwarther, A., 2016. The importance of fracture toughness in ultrafine and nanocrystalline bulk materials. *Materials Research Letters*, **4**, 127-136.
- Popoola, A.P.I., Phume, L., Pityana, S. and Aigbodion, V.S., 2016. In-situ formation of laser Ti6Al4V-TiB composite coatings on Ti6Al4V alloy for biomedical application. *Surface Coating Technology*, **285**, 161-170.
- Sabirov, I., Barnett, M.R., Estrin, Y. and Hodgson, P.D., 2009. The effect of strain rate on the deformation mechanisms and the strain rate sensitivity of an

- ultra-fine-grained Al alloy. *Scripta Materialia*, **61**, 181-184.
- Segal, V., 1977. The method of material preparation for subsequent working. Patent, USSR Nr. 575892.
- Segal, V.M., Dobatkin, S.V. and Valiev R.Z., 2004. Equal-channel angular pressing of metallic materials: Achievements and trends. Selection of articles: Part I, *Russian Metallurgy*, **1**, 1-102.
- Segal, V.M., Reznikov, A.E., Drobyshevskiy, A.E. and Kopylov, V.I., 1981. Plastic working of metals by simple shear. *Russian Metallurgy*, **1**, 99-105.
- Semenova, I.P., Polyakov, A.V., Polyakova, V.V. et al., 2017. Mechanical behavior and impact toughness of the ultrafine-grained Grade 5 Ti alloy processed by ECAP. *Materials Science and Engineering A*, **696**, 166-173.
- Senkov, O.N., Miracle, D.B. and Firstov, S.A., 2004. Metallic Materials with High Structural Efficiency, Kluwer Academic Publishers, N.Y., 47-54.
- Shin, D.H., Kim, I., Kim, J. et al., 2003. Microstructure Development During Equal-Channel Angular Pressing of Titanium. *Acta Materialia*, **51**, 983-996.
- Smirnova, N.A., Levit, V.I., Pilyugin, V.P., Kuznetsov, R.I., Davydova, L.S. and Sazonova, V.A., 1986. Evolution of structure of FCC single crystals during strong plastic deformation. *The physics of metals and metallography*, **61**, 127-134.
- Stüwe, H.P., 2003. Equivalent Strains in Severe Plastic Deformation. *Advanced Engineering Materials*, **5**, 291-295.
- Valiev, R.Z., Estrin, Y., Horita, Z. et al., 2016. Fundamentals of Superior Properties in Bulk NanoSPD Materials. *Materials Research Letters*, **4**, 1-21.
- Valiev, R.Z., Islamgaliev, R.K. and Alexandrov, I.V., 2000. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, **45**, 103-189.
- Valiev, R.Z. and Langdon, T.G., 2006. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, **51**, 881-981.
- Vinogradov, A.Y. and Agnew, S.R., 2004. Fatigue of Nanocrystalline Materials, in: Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, Marcel-Dekker, 2269-2288.
- Yapici, G.G., Karaman, I. and Luo Z.P., 2006. Mechanical Twinning and Texture Evolution in Severely Deformed Ti-6Al-4V at High Temperature. *Acta Materialia*, **54**, 3755-3771.
- Yu, H., Yan, M., Li, J. et al., 2018. Mechanical properties and microstructure of a Ti-6Al-4V alloy subjected to cold rolling, asymmetric rolling and asymmetric cryorolling. *Materials Science and Engineering A*, **710**, 10-16.
- Zhang, P., Li, S.X. and Zhang Z.F., 2011. General relationship between strength and hardness. *Materials Science and Engineering A*, **529**, 62-73.
- Zhao, Z., Wang, G., Zhang, Y., Gao, J. and Hou, H., 2020. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy Prepared by Multipass Equal Channel Angular Pressing. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **1059-9495**.
- Zherebtsov, S.V., Kudryavtsev, E.A., Salishchev, G.A., Straumal, B.B. and Semiatin, S.L., 2016. Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti6Al4V during low-temperature superplastic deformation. *Acta Materialia*, **121**, 152-163.
- Zhu, Y.T., Lowe, T.C. and Langdon, T.G., 2004. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, **51**, 825-830.