

等通道双转角挤压工业纯钛的电化学腐蚀行为

张 翔¹, 王晓溪^{2*}, 朱迎松¹, 张 飞², 王海波¹, 李 林¹, 梁廷玉²

(1. 江苏徐工工程机械研究院有限公司, 江苏 徐州 221004; 2. 徐州工程学院 机电工程学院, 江苏 徐州 221018)

摘 要:采用 B_c 路径等通道双转角挤压(ECDAP)方法成功制备出 2 道次工业纯钛。以 3.5%NaCl 腐蚀溶液为介质, 对大塑性变形前后工业纯钛的电化学腐蚀行为进行了研究, 获得了开路电位、动电位极化曲线、电化学阻抗的变化规律。同时, 测试分析了显微硬度变化情况。结果表明, 相比原始材料, ECDAP 工艺制备的超细晶纯钛兼具更高的显微硬度与更优异的耐腐蚀性能。2 道次变形试样显微硬度 (HV) 达 157.4, 相比原始材料增幅为 20.6%。单道次变形试样的开路电位值高于原始材料, 低于 2 道次变形试样。在阳极氧化过程中, 变形试样的电流更加稳定, 钝化状态更加不易被破坏。极化电阻结果表明, 2 道次变形试样极化电阻最高, 腐蚀过程中试样越不容易出现点蚀。相比变形试样, 原始材料腐蚀表面点蚀坑数量更多, 蚀孔又大又深。ECDAP 变形处理试样耐腐蚀性能优于原始材料, 并且 2 道次 ECDAP 试样耐腐蚀性能最佳。

关键词:等通道双转角挤压; 工业纯钛; 电化学腐蚀; 动电位极化; 开路电位

中图分类号: TF823

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2025)01-0053-07

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2025.01.008

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听
语
音
与
作
者
互
动
聊
科
研

Electrochemical corrosion behaviors of commercially pure titanium fabricated by equal channel double angular pressing

ZHANG Xiang¹, WANG Xiaoxi^{2*}, ZHU Yingsong¹, ZHANG Fei², WANG Haibo¹,
LI Lin¹, LIANG Tingyu²

(1. Jiangsu XCMG Construction Machinery Research Institute Co., Ltd., Xuzhou 221004, Jiangsu, China; 2. School of Mechanical and Electrical Engineering, Xuzhou University of Technology, Xuzhou 221018, Jiangsu, China)

Abstract: Commercially pure titanium (CP-Ti) was successfully fabricated by 2 passes of equal channel double angular pressing (ECDAP) process under BC route. The electrochemical corrosion behaviors of CP-Ti before and after ECDAP were also tested and analyzed in a 3.5%NaCl solution. The variation laws of circuit potential, dynamic potential polarization curve, and electrochemical impedance were obtained. The microhardness of the deformed specimens was tested and analyzed. The result shows, compared to the original material, the ultra-fine crystalline pure titanium fabricated by ECDAP process has higher microhardness and better corrosion resistance. The microhardness (HV) of the 2-pass deformed sample reaches 157.4 with an increase of 20.6% compared to the original material. The open

收稿日期: 2024-02-22

基金项目:国家自然科学基金资助项目 (51905462); 江苏省自然科学基金资助项目 (BK20201150、BK20221212); 江苏省高等学校自然科学研究重大项目 (21KJA460007)。

作者简介:张翔, 1986 年出生, 男, 浙江杭州人, 博士, 高级工程师, 主要从事精密塑性成形工艺及变形机理研究, E-mail: vip525@163.com; *通讯作者: 王晓溪, 1985 年出生, 女, 安徽淮北人, 博士, 教授, 主要从事高性能轻质金属材料组织性能调控研究; 电话: 0516-83105375; E-mail: xaoxi119@vp.163.com。

circuit potential value of the 1-pass deformed sample is higher than that of the original material and lower than that of the 2-pass deformed sample. During the anodizing process, the current of the deformed sample is more stable, and the passivation state is less likely to be destroyed. The polarization resistance results show that the 2-pass deformed sample has the highest polarization resistance, and the sample is less prone to pitting corrosion during the corrosion process. Compared to the deformed samples, the original material has more corrosion pits with larger and deeper sizes on the corrosion surface. The corrosion performance of ECDAP deformed specimens is better than the original annealed sample, and the 2-pass deformed sample shows the best corrosion resistance.

Key words: equal channel double angular pressing, commercially pure titanium, electrochemical corrosion, dynamic potential polarization, open circuit potential

0 引言

目前, 工程机械及高空机械的轻量化与绿色化是主流发展趋势^[1-2]。面对大型装备既要减轻零件重量又要满足其高强度、高刚度及高可靠性等严苛使役性能的需求, 在关重位置采用高性能结构材料是一种有效途径。工业钛材以其高性能优势已在航空航天、生物材料等领域获得了广泛的应用^[3], 但在工程机械及轨道交通等领域, 因其成本问题而无法大批量、整体化进行应用。当在关重位置局部使用时, 工业钛材的耐腐蚀性能至关重要。因此, 寻求一种工业钛材的有效制备手段, 在提升其力学性能的同时, 实现耐腐蚀性能的最优匹配, 拓宽其在工程机械与轨道交通领域的应用, 是当今材料研究领域急需解决的关键问题。

近年来, 大塑性变形(Severe Plastic Deformation, SPD)^[4]工艺常被用来提升金属结构材料的综合性能。其中, 最具代表性的是以微观组织性能调控为目的的等通道转角挤压(Equal channel angular extrusion, ECAE)^[5]。在此基础上, 学者们已开发出了大量复合大塑性变形工艺。MUHAMMAD 等^[6]提出一种增量等通道转角挤压法(Incremental equal channel angular pressing, I-ECAP), 获得了具有亚微米晶粒结构的超细晶工业纯钛, 阐明了连续动态再结晶机制在晶粒细化过程中的主导作用。王晓溪等^[7-8]基于ECAE技术开发了系列等通道球形转角挤压工艺(Equal channel angular extrusion with spherical cavity, ECAE-SC), 研究了多效应耦合作用下工业纯铝的剧烈塑性变形行为及微观组织演化规律。杨西荣等^[9]采用ECAP+旋锻复合变形工艺, 在室温下制备出具有良好综合力学性能的超细晶工业纯钛。薛克敏等^[10]提出了闭塞式双通道等径角挤压工艺(Occlusive double equal channel angular

pressing, O-DECAP), 研究了低活化钢变形过程中不同区域金属变形行为对应变分布及组织的影响规律。BINIYAZAN 等^[11]设计了双等通道侧向挤压(Dual equal channel lateral extrusion, DECLE)技术, 并将其与时效热处理相结合, 制备出兼具高强度和良好塑韧性的超细晶结构 7075 铝合金。上述研究发现, 材料综合性能与复合变形工艺过程高度相关, 但未详细研究复合变形对材料耐腐蚀性能的影响。

笔者通过 2 道次 ECDAP 挤压试验成功制备了超细晶纯钛, 并测试分析了显微硬度的变化情况, 同时基于 3.5%NaCl 溶液的腐蚀介质, 采用电化学方法研究了超细晶纯钛的电化学腐蚀行为, 包括开路电位、动电极极化曲线、电化学阻抗, 对电化学腐蚀形貌进行了观察分析, 以期高性能工业钛材的有效制备提供一种新思路。

1 试验

1.1 挤压试验

试验材料为退火态工业纯钛 TA2 板材, 经线切割加工成截面 20 mm×20 mm, 长度为 55 mm 的方形条状试样。在 RZU200HF-2000KN 型压力机上开展 2 道次纯钛高温 ECDAP 挤压试验, 挤压速度为 1 mm/s, 模具结构示意图如图 1 所示。试验前, 分别采用箱式电阻炉和电阻加热圈对试样和模具进行加热, 加热温度为 400 ℃, 保温时间为 1 h。为减小剧烈塑性变形过程中试样和模具之间的摩擦, 在坯料表面和模具型腔通道内均匀涂覆耐高温有色金属润滑离型剂。挤压结束后, 从纯钛试样中间均匀变形段内线切割取样, 进行组织观察和电化学性能测试。采用 JSM-7 900F 热场发射扫描电镜对纯钛微观组织进行电子背散射衍射(Electron Back-Scattered Diffraction, EBSD)表征, 测试面为试样横截面。

1.2 电化学试验

从不同条件(初始试样、1 道次、2 道次)纯钛进行取样, 进行电化学腐蚀行为研究, 表面为轧制面, 平行于轧制方向。电化学样品尺寸为 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 1\text{ mm}$, 在样品背面焊接绝缘体包覆的铜导线, 再用环氧树脂进行封装。样品表面采用机械磨抛处理, 去除表面加工划痕。采用丙酮溶液进行脱脂冲洗, 并用去离子水洗涤, 风干后放入干燥皿, 自然钝化 24 h 后进行电化学试验测试, 试验设备为 CHI600E 电化学工作站, 电化学测试样品及设备见图 2 所示。参比电极使用饱和甘汞, 辅助电极使用铂丝, 将试样连接到工作电极上。模拟海水环境, 腐蚀溶液为 3.5%NaCl 溶液。开始试验前, 为确保电化学测试稳定, 并减少开路电压的测量时间, 先将试样浸泡于腐蚀溶液中 24 h。开路电压的测试时间为 1 200 s。交流阻抗谱测试频率为 0.01 Hz ~ 100 kHz, 正弦交流波幅值为 10 mV, 等待时间为 10 s。动电位极化曲

线测试电压范围为: $-1.8 \sim 1.5\text{ V}$, 扫描速度 0.05 V/s , 采样间隔 0.001, 等待时间 10 s。电化学试验结束后, 在 TESCAN MIRA LMS 型场发射扫描电镜上对不同条件下纯钛腐蚀试样的表面形貌进行观察。

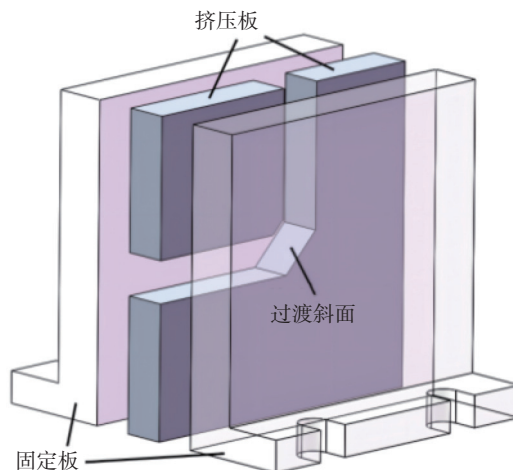


图 1 ECDAP 模具结构示意图

Fig. 1 Schematic diagram of ECDAP process

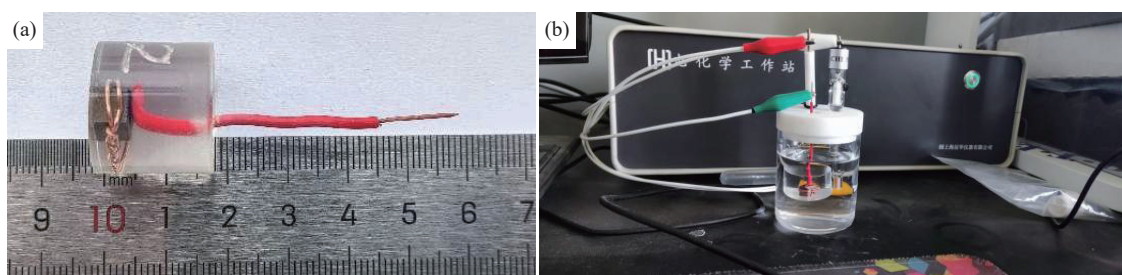


图 2 (a) 电化学测试固封样品；(b) 电化学工作站

Fig. 2 (a) Encapsulated sample; (b) electrochemical workstation

2 结果与讨论

2.1 挤压试验

图 3 为 ECDAP 挤压前后纯钛试样宏观形貌图。从图中可以看出, ECDAP 工艺下纯钛试样变形顺利, 成功实现了 2 个道次挤压, 变形试样外形完整、表面无开裂。但头尾两端发生了翘曲现象, 这也是 ECDAP 等大剪切挤压变形的典型特征^[12-13]。图 4 为变形前后纯钛 EBSD 微观组织变化情况。观察图 4 可知, 原始退火态纯钛为单相 α 组织, 晶粒粗大且尺寸不均匀, 呈近似等轴状。2 道次 ECDAP 变形后, 晶粒受到剧烈剪切被拉长, 呈条带状, 组织发生显著细化, 材料内部出现了许多细小的亚晶和少量的针状孪晶。图 5 为不同条件下纯钛试样显微硬度的变化情况。从图中可以看出, 经 ECDAP 挤压变形后纯钛试样的显微硬度(HV)获得了显著提升, 由原始退火态 130.5 分别提升至 1 道次的 142.4、2

道次的 157.4, 提升幅度分别为 9.1%、20.6%。结合 EBSD 形貌及大量研究^[14-16], 大塑性变形通过剪切变形作用可以获得材料内部大的应变累积与晶粒组织的破碎、细化, 并且纯钛晶粒细化以位错滑移、孪生变形与动态回复为主导^[12], 这是材料力学性能提升的主要原因。

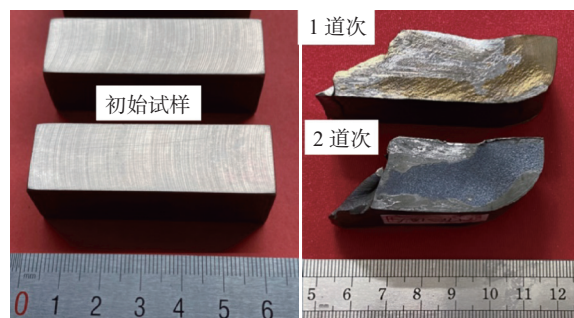
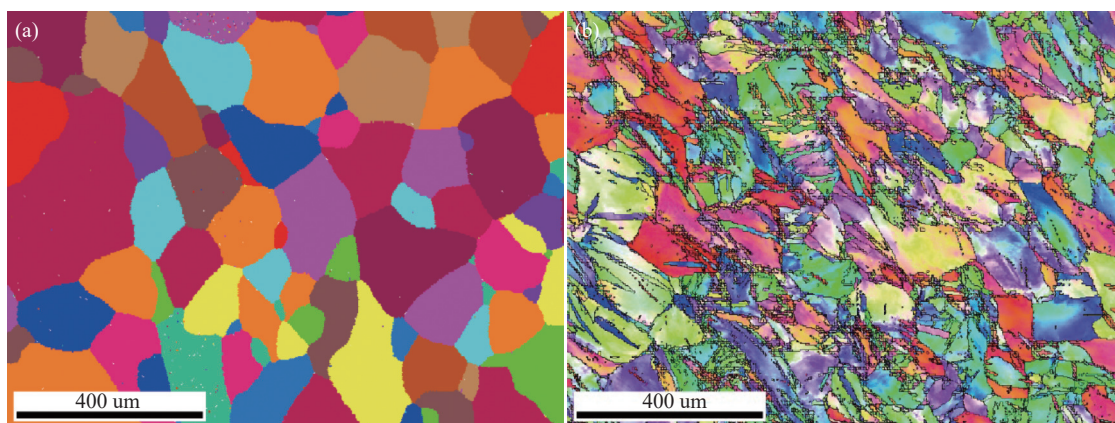


图 3 工业纯钛挤压变形试样宏观形貌

Fig. 3 Macroscopic morphology of the deformed billets of commercially pure titanium



(a)退火态; (b)2 道次 ECDAP 挤压态

图 4 工业纯钛的 EBSD 组织

Fig. 4 EBSD microstructure of CP-Ti

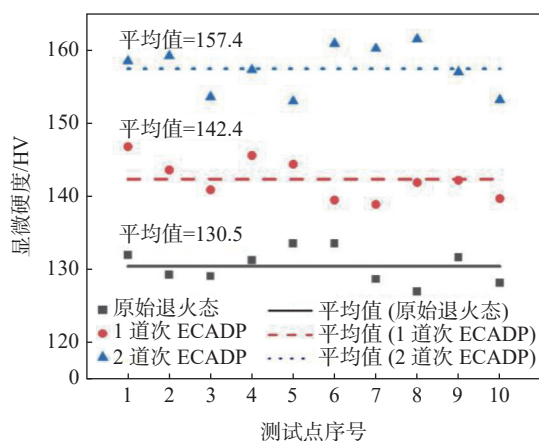


图 5 不同条件下工业纯钛的显微硬度

Fig. 5 Microhardness of CP-Ti under different conditions

2.2 开路电位

图 6 为三种不同条件下纯钛试样在腐蚀溶液中的开路电压-浸泡时间曲线。研究表明^[15], 开路电位越高, 表面耐腐蚀性越强。图中显示, 在试验前期 (400 s 前), 电位值波动较大, 此时处于调整期, 这是因为金属腐蚀活性随着浸泡在腐蚀液中时间的增加而略有增强, 在腐蚀初期电化学活性很强。试验中后期 (400 s 后), 不同纯钛试样随着在腐蚀溶液中浸泡时间的增加, 电位值稳中缓升。这表明, 三种纯钛试样表面已经形成了一层密集而均匀的钝化膜, 起到了耐腐蚀作用, 使得电位达到稳定。对比三种不同条件纯钛试样, 经 2 道次 ECDAP 剧烈变形的纯钛稳定开路电位值最高, 表明具有最好的耐腐蚀性。其次为经 1 道次 ECDAP 剧烈变形的纯钛试样。

开路电位可以反映出金属表面状态和表面钝化膜的生成过程。工业纯钛 TA2 杂质含量较多且分布不均匀, 其表面容易引起晶界腐蚀。晶界腐蚀会

导致表面晶粒掉落、钝化膜受损, 难以修复, 从而加速腐蚀。而经 ECDAP 变形处理后, 其表面的杂质能够均匀分布, 且其电化学不均匀性减小, 从而钝化膜的稳定性较好。同时, 随着挤压道次的增加, 工业纯钛的耐腐蚀性能进一步提升。因此, ECDAP 剧烈塑性变形处理可以有效提升工业纯钛的耐腐蚀性能。

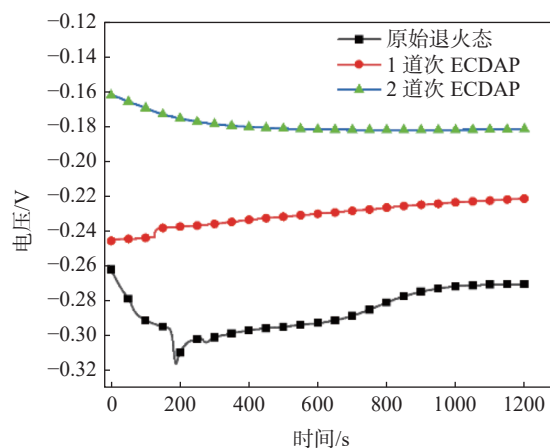


图 6 不同条件下工业纯钛的开路电压

Fig. 6 Open circuit potential curves of CP-Ti under different conditions

2.3 动电位极化曲线

图 7 所示为三种不同条件下纯钛试样在腐蚀溶液中的动电位极化曲线。从图中可以看出, 三种样品阴极极化过程的总体趋势相同: 首先进行氧化-还原反应, 随后进行阳极极化。原始退火态试样阳极氧化阶段, 电流出现了转折点。阳极氧化初期, 纯钛表面形成钝化膜, 随着电压升高, 电流相对稳定。当电压达到点蚀临界值时, 曲线出现转折点, 纯钛表面出现点蚀, 并逐步侵蚀并击穿钝化膜, 使其活化溶解,

此时进入活化阶段, 腐蚀加剧、电流升高。当电压进一步增大, 纯钛表面再次修复钝化, 此时活化与钝化反复作用, 电流在波动中逐步稳定。这表明纯钛试样会在这种活化与钝化过程中逐步发生腐蚀。而变形处理后纯钛试样在阳极氧化过程中, 电流没有出现转折点, 没有出现活化现象。这表明, 试样表面被钝化膜覆盖完整, 未发生点蚀, 钝化状态未被破坏。说明变形处理后纯钛试样具有更好的耐腐蚀性。

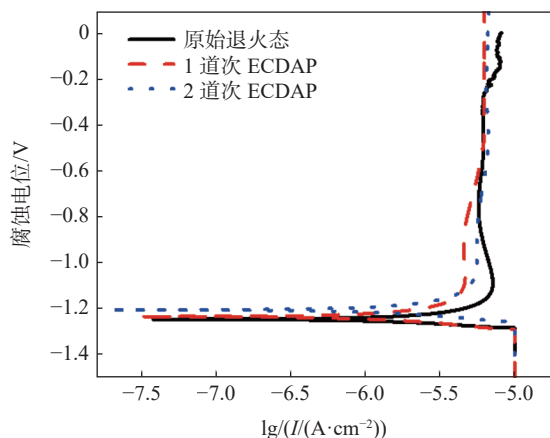


图 7 不同条件下工业纯钛的动电位极化曲线

Fig. 7 Dynamic potential polarization curves of CP-Ti under different conditions

自腐蚀电位(E_{corr})和自腐蚀电流密度(I_{corr})是动电位极化曲线的两个重要特征参数。通过公式(1)计算极化电阻, 结果如表 1 所示。

$$R_p = \frac{b_a \cdot b_c}{2.3(b_a + b_c)i_{\text{corr}}} \quad (1)$$

表 1 不同条件下工业纯钛的动电位极化曲线特征参数
Table 1 Characteristic parameters of dynamic potential polarization curve of CP-Ti under different conditions

挤压道次	E_{corr}/V	b_a	b_c	$I_{\text{corr}}/(\text{A} \cdot \text{cm}^{-2})$	$R_p/(\Omega \cdot \text{cm}^2)$
0	-1.265 8	0.133	-0.017	1.389 31 E-06	6 099.786 54
1	-1.234 2	0.140	-0.068	1.313 11 E-06	43 780.074 82
2	-1.202 7	0.077	-0.053	9.62 E-07	76 882.501 84

由表 1 可以看出, 随着挤压道次的增加, 自腐蚀电位与极化电阻均增大, 自腐蚀电流密度降低, 这说明材料的耐腐蚀性增强。因此, 不同变形条件下材料耐腐蚀性能从低到高依次为: 原始退火态试样 < 1 道次 ECDAP 试样 < 2 道次 ECDAP 试样。上述试验结果与前述 2.1 小节所观察到的材料微观组织变化规律相一致。这是由于随着 ECDAP 挤压道次的增加, 纯钛试样的累积应变变量增大, 晶粒变形更

加充分, 大量晶粒的细化和破碎使得材料内部晶界数目多, 更有利于致密钝化膜的形成。

2.4 电化学阻抗

图 8 为三种不同条件下纯钛试样在腐蚀溶液中的阻抗图(Nyquist)。从图中可以看出, 三种试样奈奎斯特曲线都仅有半径不同的高频容抗弧, 无感抗弧。而容抗弧半径的增大, 说明其钝化膜越牢固, 表明材料的耐腐蚀能力越高。可以发现, 按容抗弧半径从小到大依次为: 原始退火态试样 < 1 道次 ECDAP 试样 < 2 道次 ECDAP 试样。这表明挤压道次对于提升纯钛的耐腐蚀性具有有益效果, 与极化曲线分析结论一致。根据相关研究^[17], 可以采用一个等效电路来描述电化学阻抗谱试验过程, 并采用 ZsimpWin 进行拟合分析。等效电路如图 9 所示, 其中, R_s 代表溶液电阻, R_p 代表钝化膜电阻, C 代表常相位角元件(Constant Phase Angle Element, 简称 CPE), n 为 CPE 常数。结果如图 10 和表 2 所示。

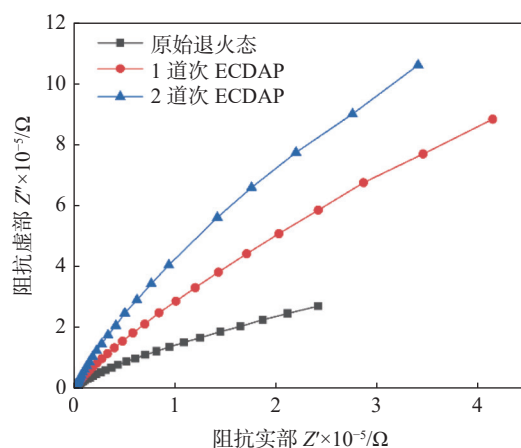


图 8 不同条件下工业纯钛的阻抗谱

Fig. 8 Impedance spectra of CP-Ti under different conditions

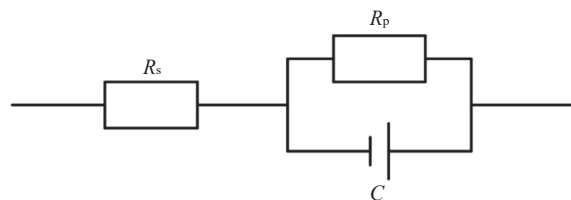


图 9 电化学阻抗谱测试等效电路
Fig. 9 Equivalent circuit for EIS tests

在模拟腐蚀环境下, 所测得的溶液电阻 R_s 较小, 可忽视不计。结果表明, 相比原始退火态试样, ECDAP 处理后的试样均表现出更高的极化电阻, 代表钝化膜耐腐蚀的能力越强。随着挤压道次的增加, 钝化膜电阻进一步增大, n 值与 1 越接近, 电极表面

密度越大,越不容易出现点蚀。这说明 2 道次 ECDAP 处理试样具有更好的耐腐蚀性,与开路电位、极化曲线分析结果相吻合。这主要是因为, ECDAP 处理可以使材料内部获得应变累积与晶粒细化。同时,挤压道次将有利于应变累积量与晶粒细化程度

的提升,导致晶界进一步增多、晶内位错密度增大,促使钝化膜具有更强的形核能力,可以有效形成更大比率的钝化膜和更小的腐蚀速率,获得更优的耐腐蚀性能。

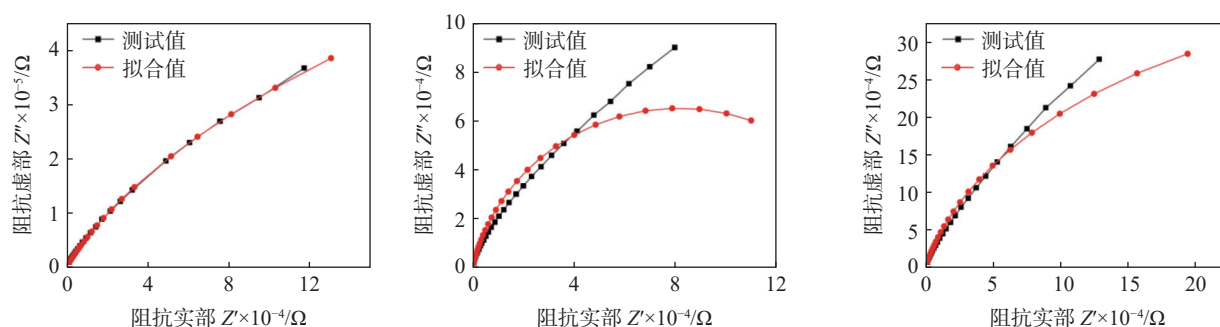


图 10 不同条件下工业纯钛的 Nyquist 图

Fig. 10 Nyquist spectra of CP-Ti under different conditions

表 2 不同条件下工业纯钛在 3.5%NaCl 溶液中等效电路拟合结果

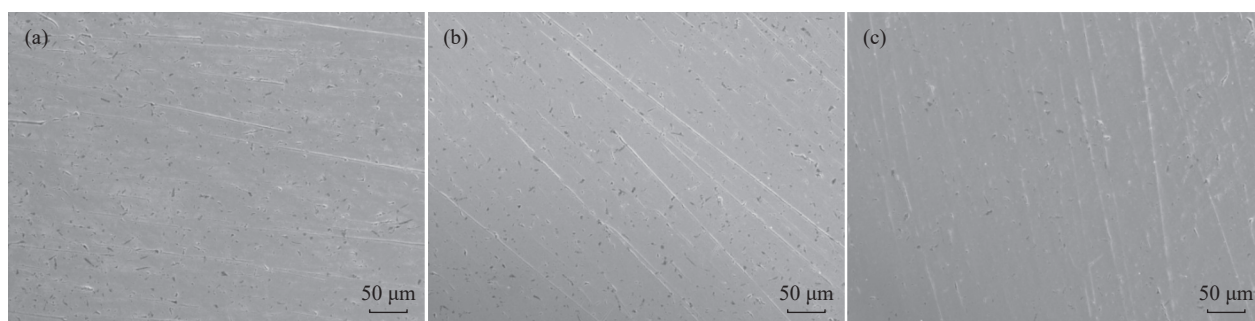
Table 2 Values of equivalent circuit elements of CP-Ti under different conditions

道次	$R_s/(\Omega \cdot \text{cm}^{-2})$	$R_p/(\Omega \cdot \text{cm}^{-2})$	$C/(F \cdot \text{cm}^{-2})$	n
0	20.15	141 000	0.000 028 26	0.834 3
1	26.23	162 700	0.000 041 46	0.853 1
2	11.56	835 500	0.000 087 85	0.878 4

2.5 腐蚀形貌

图 11 为三种不同条件下纯钛电化学腐蚀试样

的表面 SEM 形貌。从图中可以看出,试样表面均不同程度出现了一系列的针状腐蚀孔洞。相比变形处理后试样,原始退火态试样表面点蚀坑数量更多、蚀孔又大又深,这极大地削弱了对腐蚀介质的保护性。进一步可发现,相比单道次变形处理试样,2 道次变形处理试样表面腐蚀更加轻微,点蚀坑、蚀孔更小,深度更浅。三种不同条件下纯钛试样表面耐腐蚀性从小到大表现为:原始退火态试样<1 道次 ECDAP 试样<2 道次 ECDAP 试样。表明挤压道次有助于纯钛耐腐蚀性能的提升。



(a)原始退火态;(b)1 道次 ECDAP 挤压态;(c)2 道次 ECDAP 挤压态

图 11 不同条件下工业纯钛的腐蚀形貌

Fig. 11 Corrosion morphology of CP-Ti under different conditions

3 结论

1) 经 ECDAP 挤压变形成功制备了工业纯钛试样,显微硬度提升明显,单道次、2 道次挤压后显微硬度(HV)分别为 142.4、157.4,相比原始态的

130.5 增幅分别为 9.1%、20.6%。

2) 在 3.5%NaCl 腐蚀溶液中,相比原始材料,变形试样的开路电位值更高,并且 2 道次变形后更加明显;变形试样在阳极氧化过程中电流保持稳定,钝化状态更不易被破坏;变形试样具有更高的极化电

阻, 钝化膜耐腐蚀能力越强, 2 道次试样越不容易出现点蚀。

3) 经腐蚀形貌观察, 相比变形试样, 原始材料表面点蚀坑数量更多、蚀孔又大又深。电化学测试

结果表明, 三种不同条件下纯钛试样表面耐腐蚀性从小到大表现为: 原始退火态试样 < 1 道次 ECDAP 试样 < 2 道次 ECDAP 试样。

参考文献

- [1] YANG C Y, GAO N X, GENG Q, *et al.* Discussion on the technical path of green development of construction machinery in the context of “Peak Carbon Emission and Carbon Neutrality” in China[J]. *Lubricating Oil*, 2022, 37(1): 6-11.
(杨春永, 高乃修, 耿青, 等. 我国“碳达峰·碳中和”目标下工程机械绿色发展的技术路径探讨[J]. *润滑油*, 2022, 37(1): 6-11.)
- [2] WANG Y, BAO W S, CHEN W J. Fatigue prediction of excavator working device based on service environment[J]. *Baosteel Technology*, 2023(2): 39-45.
(王勇, 暴文师, 陈维晋. 基于服役环境挖掘机工作装置疲劳寿命预测[J]. *宝钢技术*, 2023(2): 39-45.)
- [3] USMANOV E I, REZYAPOVA L R, VALIEV R Z. High-strength state and strengthening mechanisms of ultrafine-grained titanium[J]. *Physical meshomechanic*, 2023, 26(5): 483-494.
- [4] FATTAHI M, HSU C Y, ALI A O, *et al.* Severe plastic deformation: Nanostructured materials, metal-based and polymer-based nanocomposites: A review[J]. *Heliyon*, 2023, Dec, 9(12): e22559.
- [5] VALIEV R Z, LANGDON T G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement[J]. *Mater. Sci.* 2006, 51: 881-981.
- [6] MUHAMMAD J Q, GIRIBASKAR S, ANDRZEJ R. Effect of incremental equal channel angular pressing (I-ECAP) on the microstructural characteristics and mechanical behaviour of commercially pure titanium. *Materials and Design*, 2017, 122: 385-402.
- [7] WANG X X, ZHANG X, YUAN J C, *et al.* Deformation behavior, microstructure and properties of commercially pure aluminum under the coupling effects of upsetting-shear-extrusion process[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2021, 50(9): 3176-3183.
(王晓溪, 张翔, 袁峻池, 等. 镦-剪-挤耦合作用下工业纯铝变形行为及组织性能[J]. *稀有金属材料与工程*, 2021, 50(9): 3176-3183.)
- [8] WANG X X, ZHANG X, JING X Y, *et al.* Severe plastic deformation of commercially pure aluminum using a novel process named Equal channel angular expansion extrusion with spherical cavity[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2020, 30(10): 2613-2624.
- [9] YANG X R, ZHANG Y X, LIU X Y, *et al.* Effect of strain ratio on low cycle fatigue behavior of ultra-fine grained titanium[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2020, 49(9): 3136-3142.
(杨西荣, 杨雨欣, 刘晓燕, 等. 应变比对复合细化超细晶纯钛低周疲劳行为的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2020, 49(9): 3136-3142.)
- [10] XUE K M, WANG Z Y, TIAN W C, *et al.* Study on deformation behavior and mechanism of reduced activation steel in occlusive-double channel equal channel angular pressing[J]. *Journal of Plasticity Engineering*, 2022, 29(5): 14-22.
(薛克敏, 王召宇, 田文春, 等. 低活化钢闭塞式双通道等径角挤压变形行为及机理研究[J]. *塑性工程学报*, 2022, 29(5): 14-22.)
- [11] BINIYAZAN F, SOLEIMANIMEHR H. Improving both strength and ductility of Al-7075 by combining dual equal channel lateral extrusion with aging heat treatment[J]. *Iranian Journal of Science and Technology: Transactions of Mechanical Engineering*, 2021, 5: 1-13.
- [12] WANG X X, ZHANG X, XUE K M, *et al.* Severe plastic deformation behaviors of commercially pure titanium processed by equal channel double angular pressing[J]. *Journal of Plasticity Engineering*, 2023, 30(10): 33-42.
(王晓溪, 张翔, 薛克敏, 等. 等通道双转角挤压工业纯钛的剧烈塑性变形行为[J]. *塑性工程学报*, 2023, 30(10): 33-42.)
- [13] LI P, DUAN Z H, WU T, *et al.* Deformation behavior of pure tungsten during equal channel double angular pressing[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2020, 49(9): 3012-3020.
- [14] ZHANG X F, WANG Q, ZHANG Z M, *et al.* Effect of deformation parameters on metal flow in large plastic deformation of rotary backward extrusion[J]. *Hot Working Technology*, 2021, 50(5): 72-75, 85.
(张旭峰, 王强, 张治民, 等. 变形参数对旋转反挤压大塑性变形金属流动的影响[J]. *热加工工艺*, 2021, 50(5): 72-75, 85.)
- [15] JIANG H, LEI J X, XIE C Y. Electrochemical corrosion behaviors of ultrafine-grained commercially pure titanium processed by rolling[J]. *Journal of Plasticity Engineering*, 2016, 23(6): 187-193.
(江鸿, 雷君相, 谢超英. 轧制变形超细晶纯钛的电化学腐蚀行为[J]. *塑性工程学报*, 2016, 23(6): 187-193.)
- [16] WANG Y X, LI Y Q, YU J W, *et al.* The effect of ECAP and aging on the structure and properties of Mg-4Zn-1Mn-0.5Ca alloy[J]. *Hot Working Technology*, 2024(7): 109-112.
(王永祥, 李永峭, 虞佳雯, 等. ECAP 和时效对 Mg-4Zn-1Mn-0.5Ca 合金组织和性能的影响[J]. *热加工工艺*, 2024(7): 109-112.)
- [17] CAO C N, ZHANG J Q. Introduction to electrochemical impedance spectroscopy[M]. Beijing: Science Press, 2002.
(曹楚南, 张鉴清. 电化学阻抗谱导论[M]. 北京: 科学出版社, 2002.)