



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาโลหะผสมขนาดเกรนเล็กลงมากจากการขึ้น
รูปด้วยการเปลี่ยนรูปอย่างถาวรรุนแรง

โดย อ.ดร.ชัยสิทธิ์ บรรจงประเสริฐ

31 ธันวาคม 2557

สัญญาเลขที่ MRG5580181

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การพัฒนาโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากจากการขึ้น
รูปด้วยการเปลี่ยนรูปอย่างถาวรรุนแรง

อ.ดร. ชัยสิทธิ์ บรรจงประเสริฐ
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย
สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

Abstract

Project Code : MRG5580181

(รหัสโครงการ)

Project Title : Development of Bulk Ultrafine-grained Alloys by Severe Plastic

Deformation

(ชื่อโครงการ) การพัฒนาโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากจากการขึ้นรูปด้วยการเปลี่ยนรูปอย่าง
ถาวรรุนแรง

Investigator : Dr. Chaiyasit Banjongprasert

(ชื่อนักวิจัย) อ.ดร.ชัยสิทธิ์ บรรจงประเสริฐ

E-mail Address : chaiyasit.b@cmu.ac.th

Project Period : 2 years

(ระยะเวลาโครงการ) 2 ปี

High-strength and lightweight alloys have always been the goal for metallurgists and materials scientists. In recent years, ultrafine-grained (UFG) alloys have been of interest as they provide step-change in properties and performances, e.g. high strength without deterioration in ductility. However, the applications of ultrafine-grained alloys are limited due to the difficulty of producing the alloys on a large scale. To date, many researchers have proposed a variety of processing techniques for manufacturing ultrafine-grained alloys in bulk, e.g. rapid solidification, powder atomization and compaction by warm extrusion, and spray forming, etc. Among these techniques, severe plastic deformation (SPD) is a strongly competitive method, in which the process concerns imposing a large amount of strain on a specimen. The accumulated strain produces high angle (grain) boundaries and leads to a very fine-grained structure. This research demonstrates the manufacturing of bulk ultrafine-grained alloys using a severe plastic deformation process: the equal-channel angular pressing (ECAP). Two different aluminum alloys, Al-Mg-Si (6061) and Al-Zn-In were subjected to ECAP. Various material characterization techniques, e.g. electron backscattered diffraction (EBSD) was applied to the processed alloys to realize the microstructure evolution. The processed alloys will be subjected to mechanical testing, micro-hardness testing, and tensile testing.

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และมหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ให้การสนับสนุนทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานของอาจารย์รุ่นใหม่ (สัญญาเลขที่ MRG5580181) ขอขอบพระคุณที่ปรึกษาโครงการฯ รศ.ดร.ธรณินทร์ ไชยเรืองศรี ที่ช่วยชี้แนะและให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ต่อการดำเนินการวิจัย ขอขอบคุณนักศึกษาและบุคลากรของภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่มีส่วนช่วยให้การดำเนินโครงการสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่และผู้ประสานงาน ฝ่ายวิชาการ สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย สำหรับความช่วยเหลือและการประสานงานด้านเอกสารและการจัดการโครงการฯ

บทคัดย่อ

โลหะผสมความแข็งแรงสูงและน้ำหนักเบาเป็นเป้าหมายหลักในการพัฒนาสำหรับนักวัสดุศาสตร์ เมื่อไม่นานนี้ โลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากเป็นที่ได้รับความนิยมอย่างมากเนื่องจากสามารถทำให้เกิดการยกระดับสมรรถนะของวัสดุ อย่างไรก็ตามการประยุกต์ใช้ของโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากยังถูกจำกัดเนื่องจากความยุ่งยากในกระบวนการผลิตโลหะผสมเหล่านี้ให้ได้ในขนาดใหญ่ ในปัจจุบัน นักวิจัยส่วนมากได้นำเสนอกระบวนการผลิตโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากในหลากหลายเทคนิค อาทิ การเย็นตัวอย่างรวดเร็ว (rapid solidification) การพ่นผงละออง (powder atomization) แล้วอัดรีดอุ่น และ กระบวนการสเปรย์ฟอร์มมิ่ง (spray forming) ในระหว่างกระบวนการต่าง ๆ นั้น การเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรงเป็นหนึ่งในวิธีการที่มีศักยภาพสูง โดยที่กระบวนการเกี่ยวข้องกับการให้ความเครียดปริมาณมากต่อชิ้นงาน ความเครียดปริมาณมากเหล่านี้จะถูกสะสมและนำไปสู่การเกิดเกรนขนาดเล็ก งานวิจัยนี้นำเสนอการผลิตโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากด้วยกระบวนการกดมุมช่องเท่ากัน (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) โลหะผสมอะลูมิเนียม 2 ชนิด คือ Al-Si-Mg (6061) และ Al-Zn-In จากนั้นได้ทำการหาลักษณะเฉพาะและโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่ผ่านการเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรงด้วยเทคนิคต่างๆ อาทิ Electron Back scattered Diffraction (EBSD) เพื่อสำรวจวิวัฒนาการของโครงสร้างจุลภาค โลหะผสมที่ถูกขึ้นรูปจะถูกทดสอบสมบัติทางกลด้วยการทดสอบความแข็งแรง และการทดสอบความแข็งแรงดึง

บทนำ

เป็นที่ทราบกันดีในทางวัสดุศาสตร์ว่าสมบัติของวัสดุเชิงผลึก (Crystalline materials) ขึ้นอยู่กับโครงสร้างจุลภาคของวัสดุนั้น โดยที่โครงสร้างในรูปแบบของเกรนหรือขนาดเกรนเป็นปัจจัยสำคัญปัจจัยหนึ่ง สำหรับวัสดุโลหะในช่วงที่ผ่านมา โลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากได้รับความนิยมอย่างมากโดย มีรูปแบบการผลิตที่หลากหลาย อาทิ กระบวนการ rapid solidification, mechanical alloying, กระบวนการเหล่านี้มีศักยภาพสูงในการผลิตโลหะผสมที่มีขนาดเกรนเล็กมาก โดยสามารถผลิตโลหะผสมที่มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ในเรณอนาโนเมตร หรือสามารถผลิตโลหะผสมที่มีโครงสร้างอสัณฐาน (Amorphous structure) อย่างไรก็ตามกระบวนการเหล่านี้มีข้อจำกัดในการประยุกต์ใช้เชิงพาณิชย์ เนื่องจากสามารถผลิตได้ในปริมาณน้อยในแต่ละครั้งและมีปัญหาในการเกิดออกไซด์ระหว่างการผลิต เนื่องจากกระบวนการผลิตเริ่มต้นจากการหลอมเหลวชิ้นงานก่อนการทำให้เกิดการเย็นตัว จึงมีการพัฒนากระบวนการเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรงที่เป็นกระบวนการผลิตในสถานะของแข็ง (Solid state fabrication) ทำให้สามารถป้องกันการเกิดออกไซด์และผลิตโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากได้ในปริมาณมาก (Bulk) อย่างไรก็ตาม การเปลี่ยนรูปอย่างถาวรรุนแรงนั้นนับว่าเป็นรูปแบบการผลิตที่ใหม่และยังมีขีดจำกัดของการผลิต งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นการศึกษาถึงผลกระทบจากการเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรงที่มีผลต่อโครงสร้างระดับนาโนเมตรและไมโครเมตรซึ่งส่งผลกระทบโดยตรงต่อสมบัติทางกลและเคมีของโลหะผสมโดยเน้นการศึกษาที่โลหะผสมอะลูมิเนียม 2 ชนิด ได้แก่ โลหะผสมอะลูมิเนียม-แมกนีเซียม-ซิลิกอน (Al-Mg-Si) และ โลหะผสมอะลูมิเนียม-สังกะสี-อินเดียม (Al-Zn-In)

วัตถุประสงค์การวิจัย

- 1) เพื่อผลิตโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากที่มีความแข็งแรงสูงและน้ำหนักเบาโดยเทคนิคการเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรง
- 2) เพื่อหาลักษณะเฉพาะของโครงสร้างจุลภาคที่มีความละเอียดและซับซ้อนของโลหะผสมในแต่ละชั้นและเพื่อเข้าใจความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างจุลภาคและกระบวนการผลิตและวิวัฒนาการของโครงสร้างจุลภาค
- 3) เพื่อวัดสมบัติเชิงกลของโลหะผสมที่ผลิตขึ้นเพื่อพัฒนาความเข้าใจถึงโครงสร้างจุลภาคและกระบวนการผลิต

วิธีการทดลอง

แบ่งเป็นการดำเนินการวิจัย 4 ขั้นตอนหลัก คือ (1) การออกแบบและผลิตแม่พิมพ์การกดมุมช่องเท่ากัน ซึ่งเป็นเทคนิคการเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรงที่มีความยืดหยุ่นในการผลิตสูง (2) ทำการผลิตโลหะผสมอะลูมิเนียมขนาดเกรนเล็กมาก 2 เกรด ได้แก่ Al-Mg-Si (6061) และ โลหะผสม Al-Zn-In ที่ใช้เป็นแอโนดสังววย (Sacrificial anode) (3) ทำการหาลักษณะเฉพาะของโครงสร้างจุลภาคของโลหะผสมที่ผ่านการกดมุมช่องเท่ากัน (4) ทำการทดสอบสมบัติทางกลและเคมีของโลหะผสมอะลูมิเนียมที่ผลิตขึ้น

(1) การออกแบบและผลิตแม่พิมพ์การกดมุมช่องเท่ากัน

ได้ออกแบบและผลิตแม่พิมพ์การกดมุมช่องเท่ากัน โดยที่ประกอบไปด้วยแม่พิมพ์ ก้านกด และเสื่อแม่พิมพ์ ที่มีมุมภายใน $\Psi = 20^\circ$, $\Phi = 100^\circ$ ขนาดช่องเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 1 ซึ่งแม่พิมพ์นี้นำไปสู่การผลิตที่ยืดหยุ่น และได้ทำการยื่นจดสิทธิบัตร 2 ฉบับ (เลขที่ยื่นจดสิทธิบัตร 1501004568 และ 1501004569)



รูปที่ 1 อุปกรณ์แม่พิมพ์การกดมุมช่องเท่ากัน

(2) การผลิตโลหะผสมอะลูมิเนียมขนาดเกรนเล็กมาก

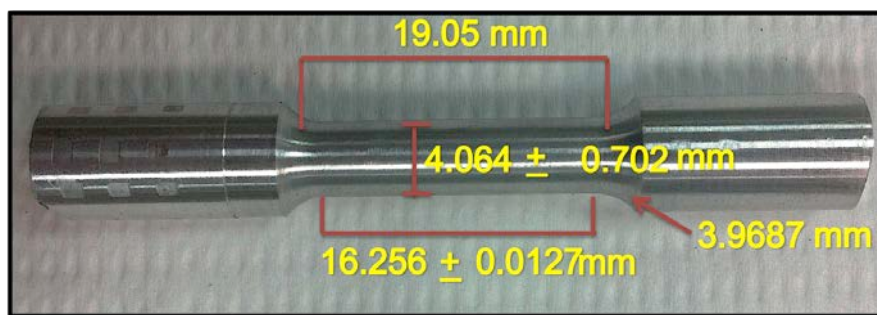
ทำการอัดขึ้นงานผ่านแม่พิมพ์กดมุมช่องเท่ากันที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นตามข้อ (1) ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก โดยใช้รูปแบบการอัดแบบ Route Bc โดยทำการอัด 1-4 ครั้งเพื่อศึกษาอิทธิพลของจำนวนการอัดต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกล

(3) การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

ชิ้นงานที่ได้ถูกนำมาตัดบริเวณกึ่งกลางของชิ้นงานเพื่อตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แสง (Optical microscopy) กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ร่วมกับเทคนิค Electron Backscatter Diffraction (EBSD) เพื่อวิเคราะห์ขนาดเกรนและ textures ที่เกิดขึ้น

(4) การทดสอบสมบัติทางกลและสมบัติทางเคมี

สำหรับโลหะผสม Al-Mg-Si ชิ้นงานถูกนำมาทดสอบสมบัติทางกล ด้วยการวัดความแข็งแรงแบบวิกเกอร์ส และการทดสอบแรงดึงตามมาตรฐานของ ASTM-E8



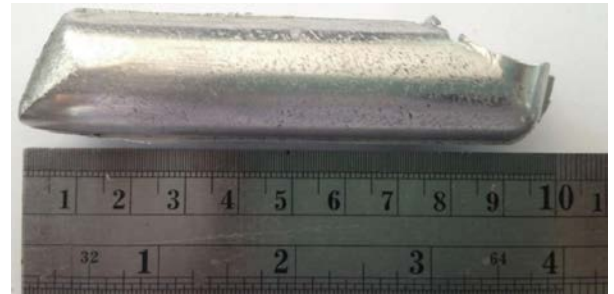
รูปที่ 2 ชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM E8

ผลการทดลอง

โลหะผสม Al-Mg-Si (6061)



รูปที่ 3 (a) ชิ้นงานก่อนการขึ้นรูป

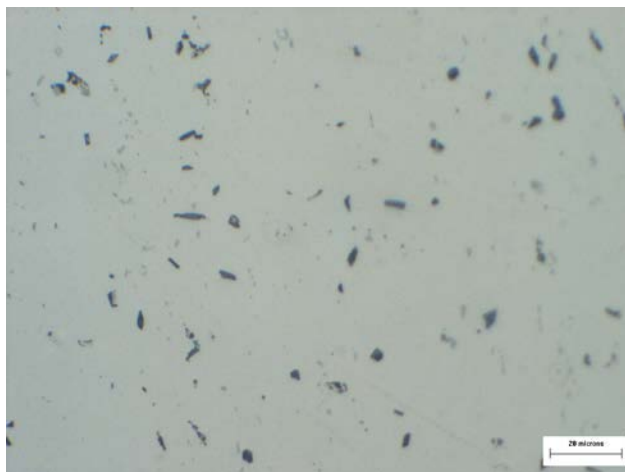


(b) ชิ้นงานหลังการขึ้นรูป

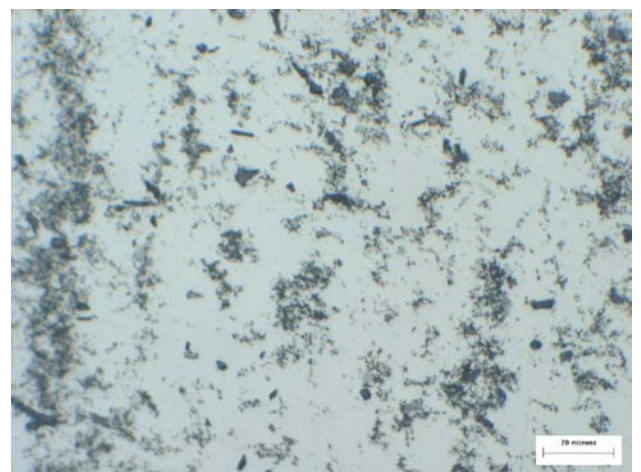
รูปที่ 3 แสดงถึงชิ้นงานก่อนและหลังการกดม้วนช่องเท่ากัน ชิ้นงานได้รับความเครียดสะสมที่ 0.89, 1.43, 2.14, และ 2.85 สำหรับการอัดผ่าน 1, 2, 3 และ 4 ครั้งตามลำดับ ซึ่งเป็นไปตามสมการ

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \csc \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right]$$

เห็นได้ว่าชิ้นงานไม่มีลักษณะของรอยแตกเกิดขึ้น นอกจากนี้จากรูปแสดงให้เห็นว่าผิวของชิ้นงานมีความเรียบมากขึ้นหลังจากการขึ้นรูป กล้องจุลทรรศน์แสงแสดงให้เห็นถึงลักษณะของชิ้นงานหลังการอัดที่ 4 ครั้งแสดงถึงลักษณะรูพรุนที่มีขนาดเล็กบางส่วนที่เกิดจากการให้ความเค้นเฉือนปริมาณมาก ดังรูปที่ 4

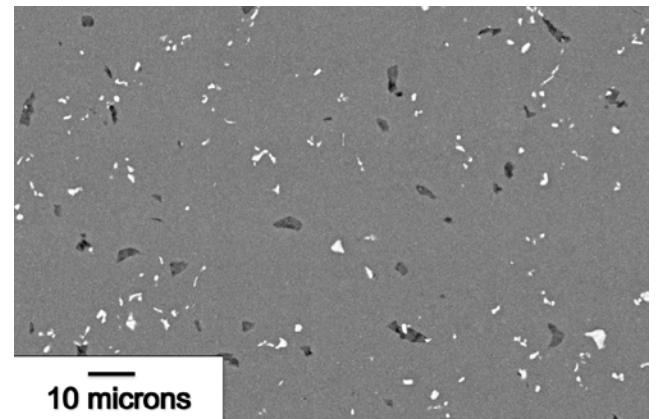
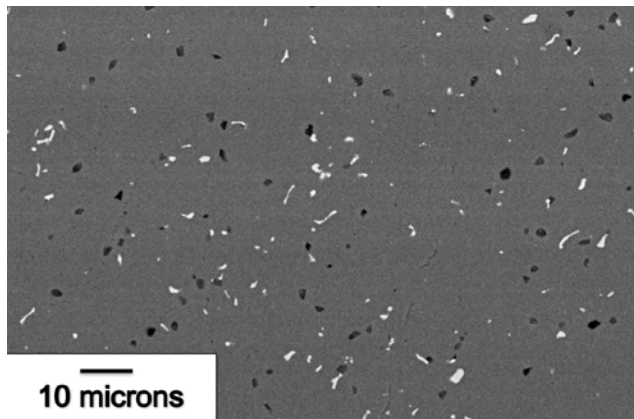


รูปที่ 4 (a) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานก่อนการขึ้นรูป



(b) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการขึ้นรูป

รูปจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกวาดแสดงให้เห็นเฟสสารประกอบแข็งชั้นของโลหะที่ไม่ได้เปลี่ยนแปลงมากจากก่อนทำการอัด ทั้งนี้เนื่องจากเป็นการขึ้นรูปที่อุณหภูมิห้อง โดยที่โครงสร้างจุลภาคแสดงให้เห็นถึงโครงสร้างหลัก คือ α -FCC Al ซึ่งเป็นเฟสเนื้อพื้น (matrix) และประกอบด้วยอนุภาคสีขาวและสีดำ โดยที่อนุภาคสีขาว คือ สารประกอบที่มีอนุภาคของ AlFeSi สำหรับ อนุภาคสีดำเป็นอนุภาคของ Mg_2Si

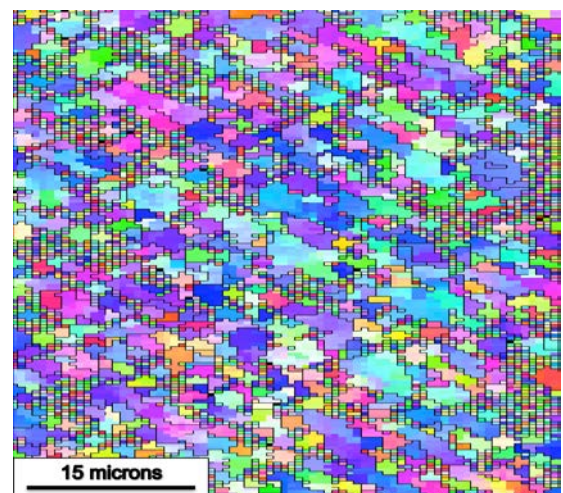
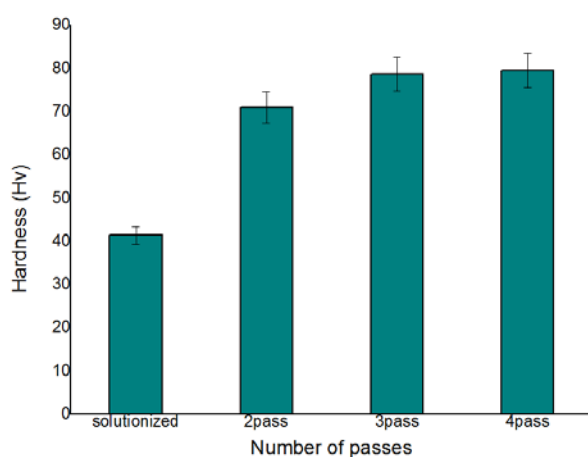


รูปที่ 5 (a) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานก่อนการขึ้นรูป

(b) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานหลังการขึ้นรูป

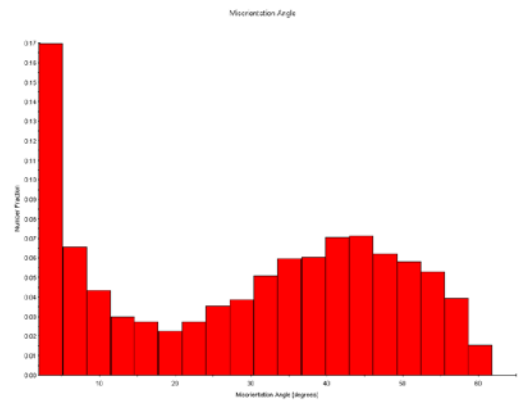
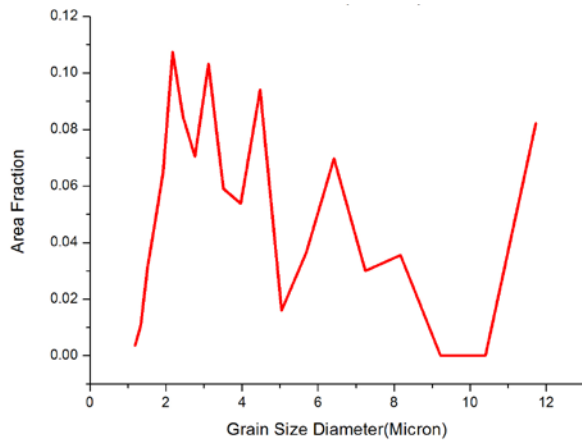
จากการวัดความแข็งแบบวิกเกอร์สแสดงให้เห็นถึงการปรับปรุงของสมบัติทางกล โดยที่ความแข็งเพิ่มขึ้นตามจำนวนครั้งในการอัดขึ้นงาน ความแข็งของชิ้นงานเพิ่มขึ้นประมาณ 100% จาก 40 Hv เป็น 79 Hv หลังจากการอัดขึ้นงานไป 4 ครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 6

รูปที่ 7 แสดงถึง IPF map ของชิ้นงานที่ผ่านการอัดมุมช่องเท่ากัน 4 ครั้งแสดงให้เห็นถึงขนาดเกรนที่เล็กลงเหลือ 2-3 ไมโครเมตร นอกจากนี้ซึ่งยืนยันได้จากข้อมูลสัดส่วนเชิงพื้นที่ของขนาดเกรนที่แตกต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 8 และสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นของ high angle boundary จากรูปที่ 9 ที่แสดงสัดส่วนเชิงพื้นที่ของ misorientation angle



รูปที่ 6 ค่าความแข็งของชิ้นงานก่อนและหลังการอัดขึ้นรูป

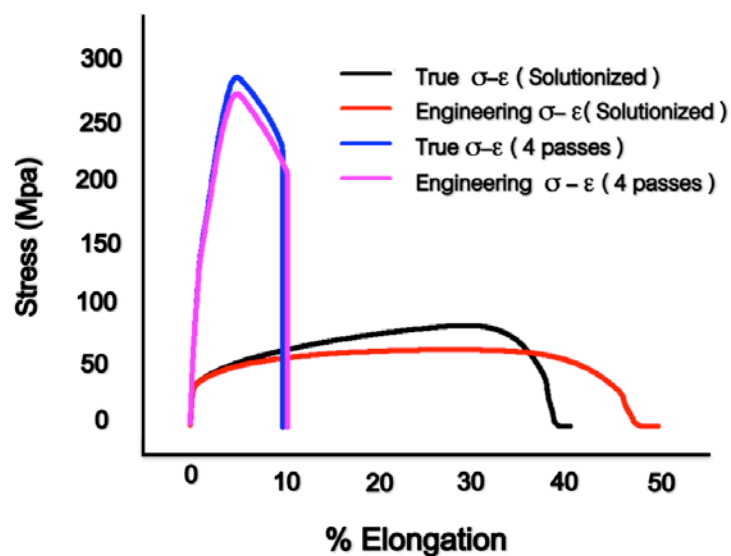
รูปที่ 7 IPF map ของโลหะผสม Al-Si-Mg ที่ผ่านการอัดมุมช่องเท่ากัน 4 ครั้ง



รูปที่ 8 สัดส่วนเชิงพื้นที่ของขนาดเกรนที่แตกต่างกันที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย Electron Backscattered Diffraction

รูปที่ 9 สัดส่วนเชิงพื้นที่ของ misorientation angle ที่แตกต่างกันที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย Electron Backscattered Diffraction

ในส่วนของความแข็งแรงดึงผลการทดลองได้แสดงในรูปที่ 10 เห็นได้ว่าความแข็งแรงของโลหะผสม Al-Mg-Si เพิ่มขึ้นเป็นอย่างมากจาก 63 เมกกะปาสคาล เป็น 276 เมกกะปาสคาล อย่างไรก็ตามการอัดมุ่มช่องเท่ากัน ส่งผลให้ความเหนียวหรือ %Elongation ลดลง จาก 47% เหลือ 10% อย่างไรก็ตามค่า %Elongation ดังกล่าวยังอยู่ในช่วงของวัสดุเหนียว



รูปที่ 10 กราฟแสดงผลการทดสอบแรงดึง (Tensile stress-strain curve)

โลหะผสม Al-Zn-In

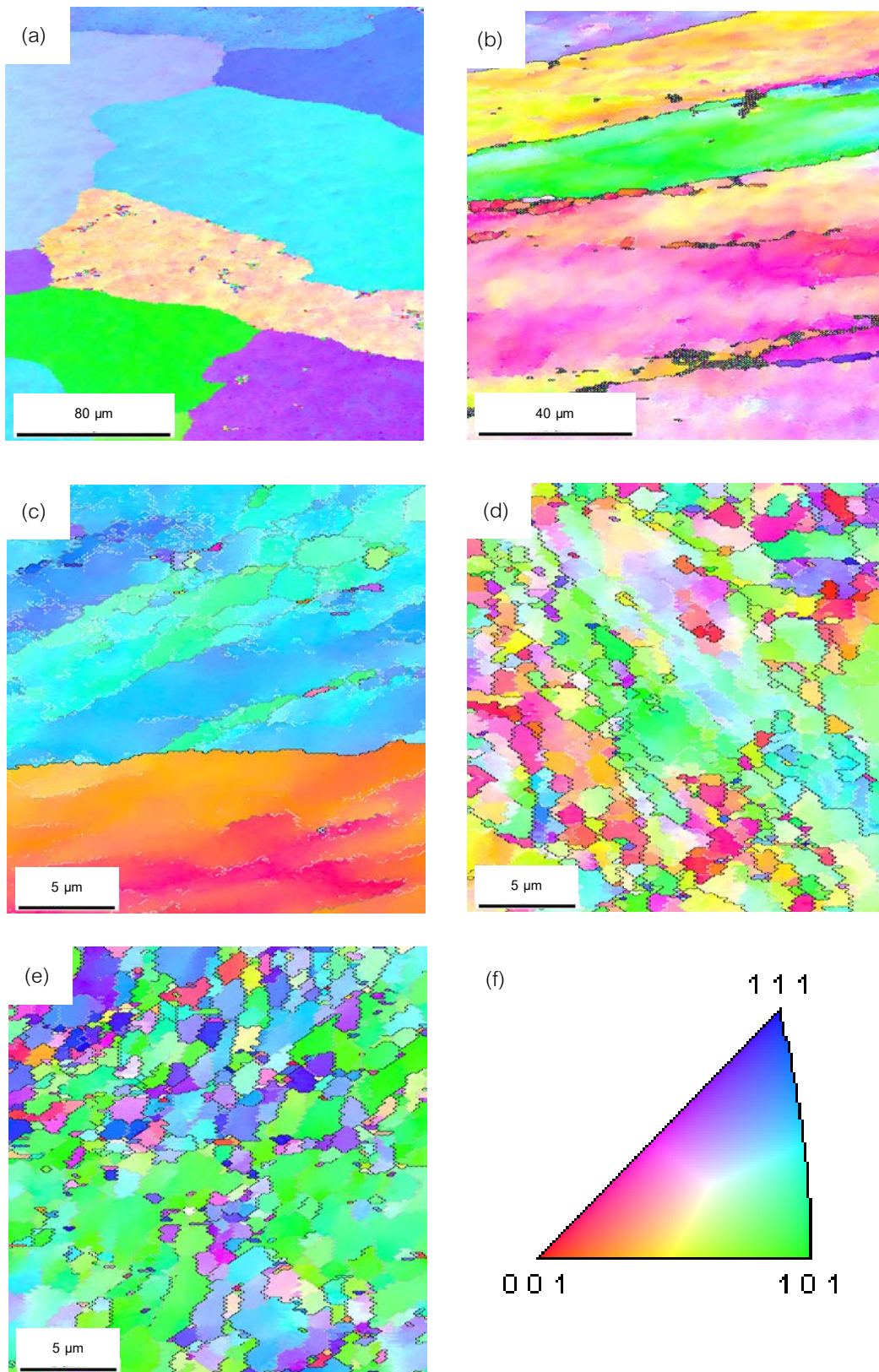
โลหะผสม Al-Zn-In จัดเป็นโลหะผสมอะลูมิเนียมที่ถูกออกแบบให้ใช้งานเป็น 'แอโนดสังเวย' หรือ 'sacrificial anode' ทำหน้าที่ป้องกันการกัดกร่อนของโครงสร้างขนาดใหญ่ อาทิ เรือ แบบคาโทดิก (cathodic protection) โดยสมบัติการเป็นตัวจ่ายกระแสหรือประสิทธิภาพที่ดีของการเป็นแอโนดสังเวยขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ อาทิ ส่วนผสมทางเคมี โครงสร้างจุลภาค และอื่นๆ โดยปัจจุบันมีงานวิจัยและพัฒนาเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของแอโนดสังเวย อาจแบ่งได้ 4 แนวทางด้วยกัน คือ

1. ปรับปรุงกระบวนการหล่อ
- 2) การเติมธาตุผสม
- 3) การอบชุบความร้อน
- 4) การลดขนาดเกรน

ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้กระบวนการกดม้วนช่องเท่ากันเพื่อลดขนาดเกรน และเพื่อศึกษาผลของขนาดเกรนที่มีต่อสมบัติทางเคมี

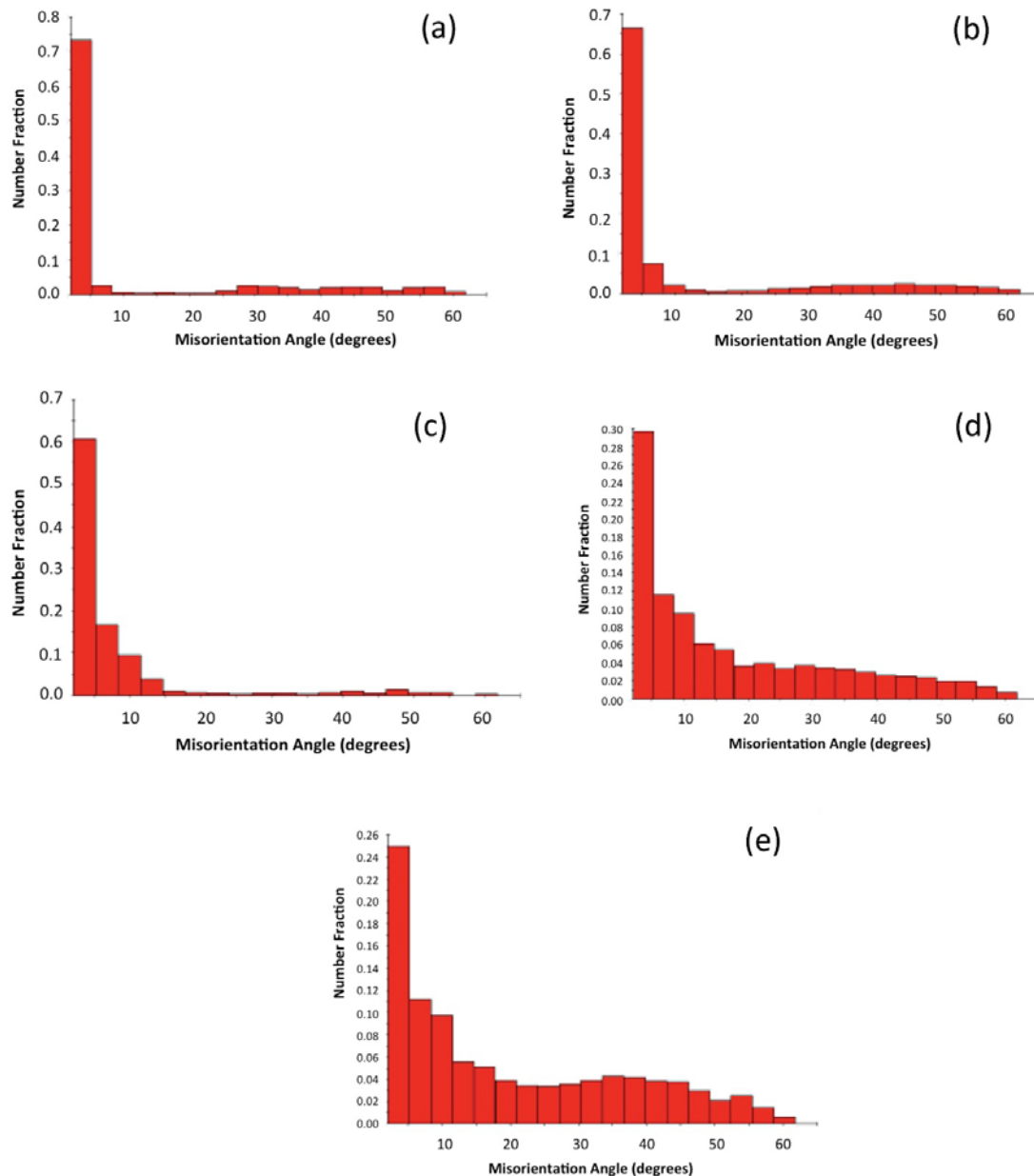
ตารางที่ 1 แสดงค่า equivalent strain และ ขนาดเกรนเฉลี่ยที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยการหล่อและการอัดม้วนช่องเท่ากันที่จำนวนรอบการอัดแตกต่างกัน

	Equivalent strain	Average grain size (μm)
As-Cast	N/A	143.5
1-pass	0.71	89.2
2-pass	1.43	25.9
3-pass	2.14	4.8
4-pass	2.85	4.6

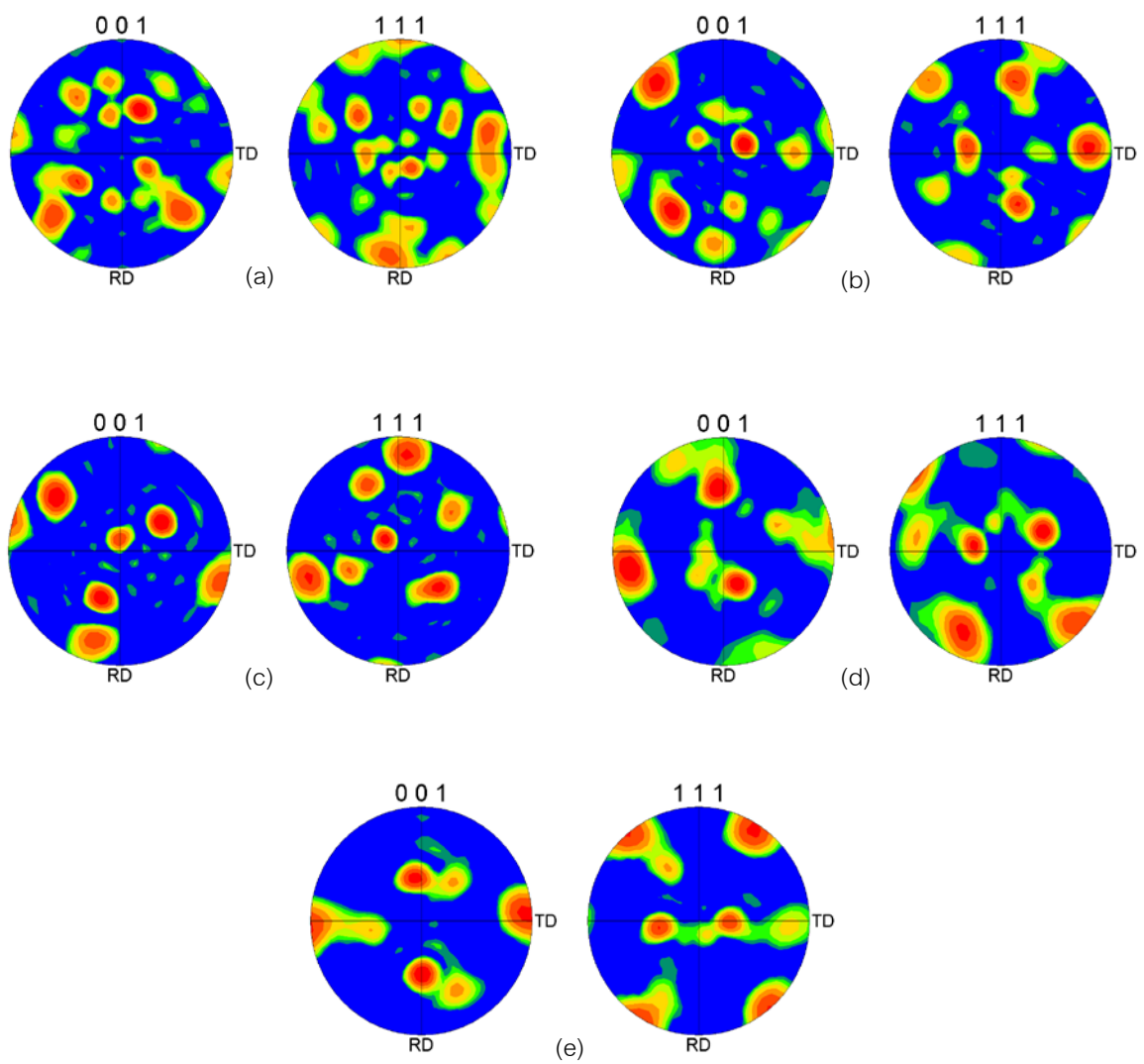


รูปที่ 11 IPF map ของโลหะผสม Al-Zn-In ที่ขึ้นรูปด้วย (a) การหล่อ และการอัดมุมช่องเท่ากัน (b) 1 ครั้ง (c) 2 ครั้ง (d) 3 ครั้ง (e) 4 ครั้ง และ (f) สีที่แสดงถึงการอ้างอิงระนาบ

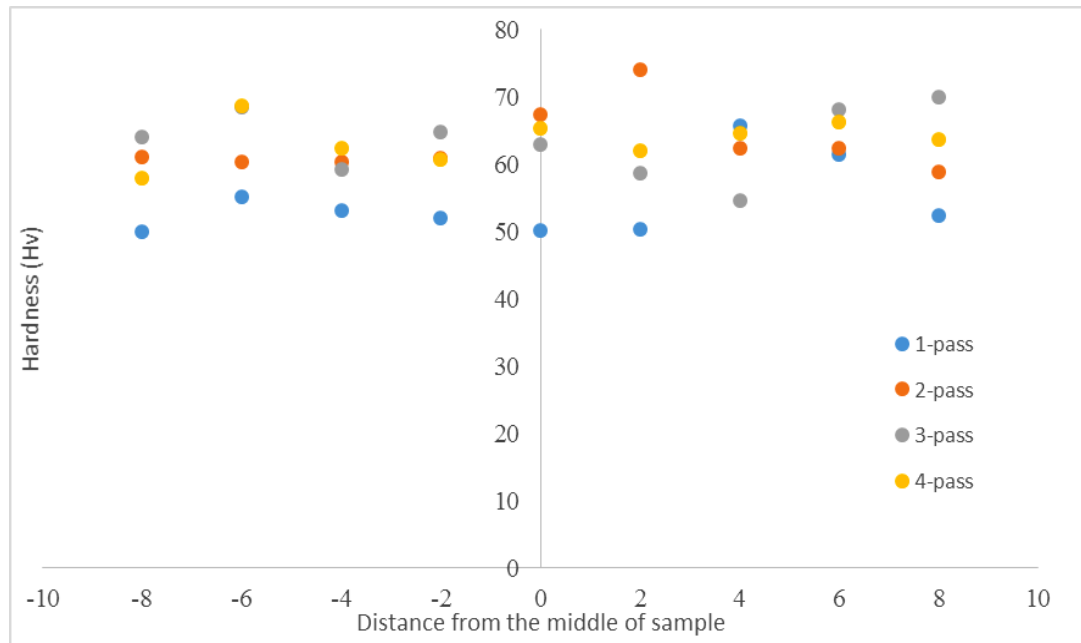
รูปที่ 11 แสดงให้เห็นถึงขนาดเกรนที่ลดลงอย่างรวดเร็วหลังจากการอัดขึ้นงานเพิ่มขึ้น ซึ่งขนาดเกรนเฉลี่ยได้แสดงในตารางที่ 1 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการลดลงของขนาดเกรนจากมากกว่า 80 ไมโครเมตร เหลือเพียงน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร สอดคล้องกับการกระจายตัวของ misorientation angle ที่มีการสะสมของปริมาณเกรนที่มี misorientation angle ที่มากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 12 และส่งผลต่อการเกิด texture ดังแสดงในรูป pole figure ในรูปที่ 13



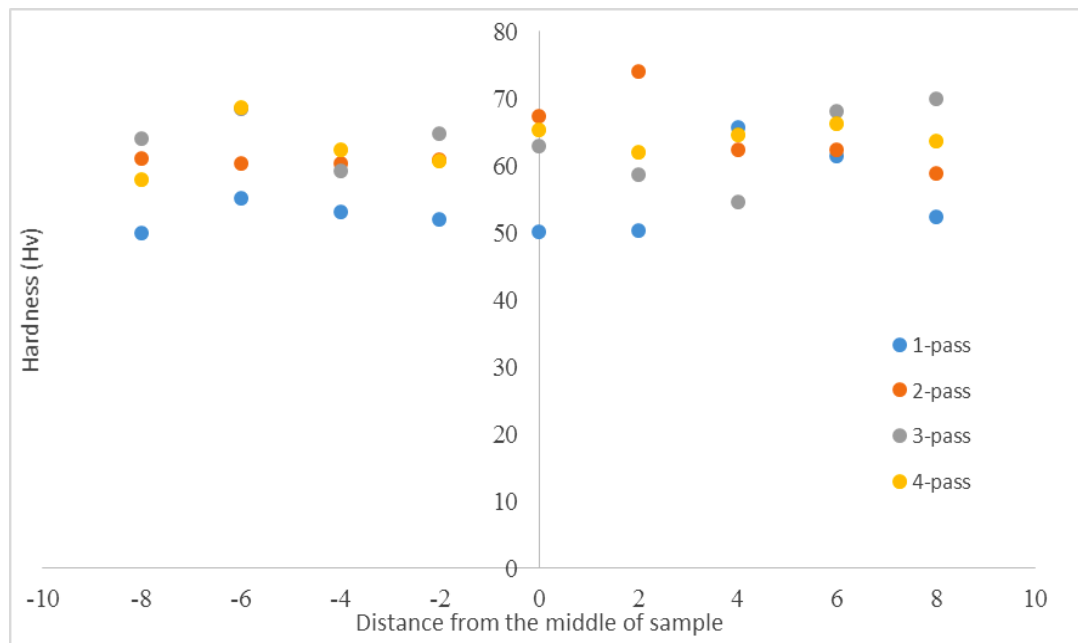
รูปที่ 12 การกระจายตัวของ misorientation angle ของโลหะผสม Al-Zn-In ที่ขึ้นรูปด้วยการอัดม้วนช่องเท่ากัน (a) การหล่อ และ (b) 1 ครั้ง (c) 2 ครั้ง (d) 3 ครั้ง (e) 4 ครั้ง



รูปที่ 13 การกระจายตัวของ pole figure ของโลหะผสม Al-Zn-In ที่ขึ้นรูปด้วยการอัดมุมช่องเท่ากัน (a) การหล่อ และ (b) 1 ครั้ง (c) 2 ครั้ง (d) 3 ครั้ง (e) 4 ครั้ง



รูปที่ 14 ความแข็งตามแนวตั้งฉากการอัดขึ้นรูปของโลหะผสม Al-Zn-In ที่ขึ้นรูปด้วยการอัดมุมช่องเท่ากัน (a) การหล่อ และ (b) 1 ครั้ง (c) 2 ครั้ง (d) 3 ครั้ง (e) 4 ครั้ง



รูปที่ 15 ความแข็งตามแนวการอัดขึ้นรูปของโลหะผสม Al-Zn-In ที่ขึ้นรูปด้วยการอัดมุมช่องเท่ากัน (a) การหล่อ และ (b) 1 ครั้ง (c) 2 ครั้ง (d) 3 ครั้ง (e) 4 ครั้ง

สำหรับสมบัติทางกลนั้น การอัดมุมช่องเท่ากันส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้นตามจำนวนครั้งของการอัด รูปที่ 14 และ 15 แสดงให้เห็นว่าความแข็งแรงที่เพิ่มสูงขึ้นนั้น มีลักษณะของการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอทั้งค่าความแข็งแรงตามแนวการขึ้นรูปและความแข็งแรงตามแนวตัดขวางของชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูป

สรุปผล

จากงานวิจัยแสดงให้เห็นถึงศักยภาพของการเปลี่ยนรูปถาวรรุนแรงในการผลิตโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมาก โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้การอัดมุมช่องเท่ากัน ซึ่งสามารถใช้ผลิตโลหะผสมขนาดเกรนเล็กมากที่อุณหภูมิห้องสำหรับโลหะผสมอะลูมิเนียม-แมกนีเซียม-ซิลิกอน การขึ้นรูปแบบการอัดมุมช่องเท่ากันทำให้โครงสร้างของเกรนมีขนาดเล็กลงน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร และส่งผลให้ความแข็งแรงดึงของโลหะผสมเพิ่มขึ้น เมื่อผ่านการอัดมุมช่องเท่ากัน 4 ครั้ง แบบ Route Bc สำหรับโลหะผสมอะลูมิเนียม-สังกะสี-อินเดียม การขึ้นรูปแบบการอัดมุมช่องเท่ากันทำให้โครงสร้างของเกรนมีขนาดเล็กลงน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร และส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้น นอกจากนี้พบว่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ เนื่องมาจากโครงสร้างจุลภาคที่สม่ำเสมอ

เอกสารอ้างอิง

- [1] E.O. Hall, P. Phys. Soc. Lond. B 64, 747 (1951).
- [2] N.J. Petch, J. Iron. Steel. Inst. 174, 25 (1953).
- [3] C. Suryanarayana, Prog. Mater. Sci. 46, 1 (2001).
- [4] H. Jones, Mater. Sci. Eng. A 304-306, 11 (2001).
- [5] C. Banjongprasert, S.C. Hogg, E. Liotti, C.A. Kirk, S.P. Thompson, J. Mi, P.S. Grant, Metall. Mater. Trans. A, 41, 3028 (2010).
- [6] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, JOM 58, 33 (2006).
- [7] V.M. Segal, Mater. Sci. Eng. A 338, 331 (2002).
- [8] T. Czeppe, G.F. Korznikova, A.W. Korznikov, L. Litynska-Dobrzynska, Z. Swiatek, Arch. Metall. Mater. 58, 447 (2013).
- [9] C. Banjongprasert, C. Domrong, T. Chairuangsi, Adv. Mat. Res. 747, 615 (2013).
- [10] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, Mater. Sci. Eng. A 560, 1 (2013).
- [11] J.G. Brunner, N. Birbilis, K.D. Ralston, S. Virtanen, Corros. Sci. 57, 209 (2012).
- [12] I.-J. Son, H. Nakano, S. Oue, S. Kobayashi, H. Fukushima, Z. Horita, Trans. Nonferrous Met. Soc. China 19, 904 (2009).
- [13] Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Metall. Mater. Trans. A 29, 2245 (1998).
- [14] D.J. Dingley, V. Randle, J. Mater. Sci. 27, 4545 (1992).
- [15] M. Prell, C. Xu, T.G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A 480, 449 (2008).

ผลลัพธ์จากงานวิจัย

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ

1.1 C. Banjongprasert, A. Jak-ra, C. Domrong, U. Patakham, W. Pongsaksawad, T. Chairuangstri, Characterization of an Equal Angular Pressed Al-Zn-In Alloy, Archives of Metallurgy and Materials, Volume 60 Issue 2, pp 887-890, 2015.

1.2 C. Banjongprasert, C. Domrong, T. Chairuangstri, Effects of Passes on Equal Channel Angular Pressing of 6061 Aluminium Alloy, Advanced Materials Research, Volume 747, pp 615-618, 2013.

2. สิทธิบัตร (การยื่นขอจดสิทธิบัตร)

2.1 ชัยสิทธิ์ บรรจงประเสริฐ และ ชลลดา ดำรงค์, แม่พิมพ์การอัดมุมช่องเท่ากันแบบประกบบน-ล่าง, คำขอสิทธิบัตรเลขที่ 1501004568

2.2 ชัยสิทธิ์ บรรจงประเสริฐ และ ชลลดา ดำรงค์, แม่พิมพ์การอัดมุมช่องเท่ากันแบบประกบข้างด้วยสลักยึด, คำขอสิทธิบัตรเลขที่ 1501004569

3. รางวัล

3.1 รางวัลถ้วยพระราชทาน (ชนะเลิศ) สมเด็จพระเทพรัตนราชสุดาฯ สยามบรมราชกุมารี จาก การประกวดนวัตกรรมนาโนเทคโนโลยี ระดับประเทศ ประจำปี 2558

4. ผู้บรรยายรับเชิญ (Invited speaker)

4.1 ได้รับเชิญให้บรรยายในหัวข้อ "Bulk Ultrafine-grained Alloys by Severe Plastic Deformation" การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทยครั้งที่ 39 (วทท39) 21-23 ตุลาคม 2556

ภาคผนวก – ผลลัพธ์จากงานวิจัย

C. BANJONGPRASERT*[#], A. JAK-RA*, C. DOMRONG*, U. PATAKHAM**, W. PONGSAKSAWAD**, T. CHAIRUANGSRI***

CHARACTERIZATION OF AN EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSED Al-Zn-In ALLOY

CHARAKTERYTYKA STOPU Al-Zn-In OTRZYMANEGO METODĄ PRZECISKANIA W KANAŁE KĄTOWYM

Equal channel angular pressing (ECAP) is a technique that creates a high accumulated strain in metals and results in ultrafine-grained structure. In this study, Al-5Zn-0.02In was processed by ECAP at a room temperature using route Bc through an ECAP die (press angle of $\Phi = 100^\circ$ and $\Psi = 20^\circ$). The samples were subjected to ECAP with 1, 2, 3 and 4 passes. The processed specimens were characterized using electron backscatter diffraction (EBSD). The results confirmed the grain refinement of the alloy after ECAP to an average grain size less than $5\ \mu\text{m}$ after 4-pass ECAP. The microhardness test shows that the hardness increased with the number of passes. The hardness of the cross-sectional area of the sample was similar to that tested along the pressing direction.

Keywords: Aluminum alloys, Equal channel angular pressing, Severe plastic deformation, Electron backscatter diffraction

Metoda przeciskania w kanale kątowym (ang. Equal channel angular pressing; ECAP) prowadzi do powstania bardzo wysokich naprężeń, w wyniku czego otrzymuje się ziarna o bardzo drobnej strukturze. W niniejszej pracy, stop Al-5Zn-0,02In wytwarzano metodą ECAP w temperaturze pokojowej, wykorzystując ścieżkę Bc przez matrycę ECAP (kąty krzywizny: $\Phi = 100^\circ$ i $\Psi = 20^\circ$). Próbkę poddano ECAP z 1, 2, 3 i 4 przejściami. Otrzymane próbki badano metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (ang. electron back scatter diffraction; EBSD). W stopie otrzymanym metodą ECAP z 4 przejściami, średnia wielkość ziaren wynosiła mniej niż $5\ \mu\text{m}$. Badania mikrotwardości wykazały, że twardość zwiększała się wraz z liczbą przejść. Twardość zmierzona w poprzek próbki była porównywalna do tej mierzonej wzdłuż osi nacisku.

1. Introduction

It has been long known by materials scientists that uniformly ultrafine-grained structure leads to higher strength of metals and alloys [1-2]. Recently, metals and alloys with ultrafine-grained (UFG) structure have becoming active research areas. Many processing techniques have been proposed to produce alloys containing UFG structure such as ball milling [3], rapid solidification [4], spray forming [5], and severe plastic deformation [6]. Among those techniques, severe plastic deformation (SPD) has gained increasingly interests as it provides many advantages e.g. high potential to produce UFG alloys in bulk and less complicated process compared to others. The main principle of SPD process is that the alloy is subjected to a high shear strain to create distortion of crystals so that high angle boundaries are formed and eventually lead to many new fine grains [7, 8]. Equal Channel Angular Pressing (ECAP) is one of the most popular SPD techniques. The process involves deformation that the sample is pressed against metallic die with a specific pressing angle and an existing channel with the same dimension as the entrance. ECAP has been applied to various engineering alloys especially alu-

minum alloys. Most of previous studies show that ECAP led to an improvement of mechanical and electrical properties of aluminum alloys [9, 10]. However, there are arguments on the effects of severe plastic deformation on corrosion behaviours of aluminum alloys. For example, Brunner et al [11] reported the effects of ECAP on corrosion behaviours of AA2024 aluminum alloys. It shows that the ultrafine-grained structures played an important roles on the intergranular corrosion by changing susceptibility and mode of intergranular corrosion. Son et al [12] indicated that better pitting corrosion resistance of an anodized aluminum-copper alloy arrived from a refinement of Al-Cu-Si-Fe-Mn precipitates. This paper investigated the effects of equal channel angular pressing on an Al-Zn-In sacrificial anode in refinement of microstructure, texture, and strain distribution.

2. Experimental procedures

The Al-5Zn-0.02In (in wt%) alloy was used in this study. The alloy was melted and cast into a graphite mould, machined into a cylinder with a diameter of 20 mm and 100 mm long,

* DEPARTMENT OF PHYSICS AND MATERIALS SCIENCE, FACULTY OF SCIENCE, CHIANG MAI UNIVERSITY, CHIANG MAI 50200, THAILAND

** NATIONAL METAL AND MATERIALS TECHNOLOGY CENTER, NATIONAL SCIENCE AND TECHNOLOGY DEVELOPMENT AGENCY, PATHUM THANI 12120, THAILAND

*** DEPARTMENT OF INDUSTRIAL CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE, CHIANG MAI UNIVERSITY, CHIANG MAI 50200, THAILAND

[#] Corresponding author: chaiyasit.b@cmu.ac.th

and then solutionized at 530°C for 1 hour before pressing in an ECAP die with a pressing angle of $\Phi = 100^\circ$ and $\Psi = 20^\circ$ at a room temperature. The samples were pressed using Route Bc with 1, 2, 3, and 4 passes. The equivalent accumulated strain was calculated using eq. (1) [13]

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi_{csc} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

Where ε_N is equivalent strain, N is number of ECAP passes, and Φ, Ψ are press angles. The as-cast and processed samples were cross-sectioned and polished using silicon-carbide papers and final polished using alumina suspension. The samples were then polished by electropolishing in a solution (83.2% ethanol, 7.8% perchloric acid, and 9% deionized water) at 50 V for 5 s. The microstructure of as-cast and ECAPed samples was characterized using Electron Backscatter Diffraction (EBSD) operating in a Hitachi S-3400N Type II at 20 kV. Microhardness of the ECAPed samples was measured using Vickers indentation with 100 g applied load and 15 s dwell time. The hardness was measured along the cross section and pressing direction of the samples at 2 mm intervals.

3. Results and Discussion

Fig. 1 shows the surface finish of a sample before and after ECAP. The samples before ECAP show machining marks. For the ECAPed samples, there was small flash along the middle of the sample that was due to a small gap from assembly of the ECAP die. The sample had a good and shiny surface finish with some porosity.

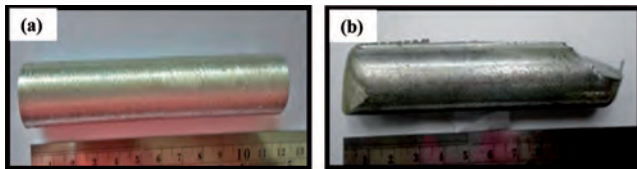


Fig. 1. Photos of (a) sample before ECAP and (b) sample after 1-pass ECAP

TABLE 1 shows the equivalent strain and the average grain size of the as-cast and ECAPed samples calculated by eq. (1). It shows that the grain size dropped dramatically with the number of passes except for 3 and 4 passes where no significant reduction of grain size observed. As seen in Fig 2 (a), there was a small fraction of high angle boundaries due to comparatively large grain size of as-cast structure. For 1-pass ECAPed sample, the IPF map (2 (b)) shows that the microstructure contained large and slightly elongated grains with contour of colors indicated small degree of distortion of crystals [14]. The transition of low angle boundaries to higher angle boundaries can be seen when subjected to 2 passes ECAP. Fig. 2 (c) shows a high proportion of low (upto 5°) misorientation angles indicated as white lines and some amount of $5-10^\circ$ misorientation angles indicated as grey lines. This was corresponding to misorientation distribution charts as illustrated in the Fig. 3 (c). The IPF maps of 3 and 4-pass ECAPed samples in the Fig 2 (d) and (e) show similar results where a large fraction of high angle boundaries and therefore finer

grains were observed. A small area of contour color indicated stored distortion and yet to form new grains. However, Fig. 2 (e) shows that within the newly formed grains, they appeared to have contour color inferring that a higher strain and more ECAP passes; more than 4 passes are required to create a finer grain structure.

TABLE 1
Equivalent strain and average grain size of different samples

	Equivalent strain	Average grain size (μm)
As-Cast	N/A	143.5
1-pass	0.71	89.2
2-pass	1.43	25.9
3-pass	2.14	4.8
4-pass	2.85	4.6

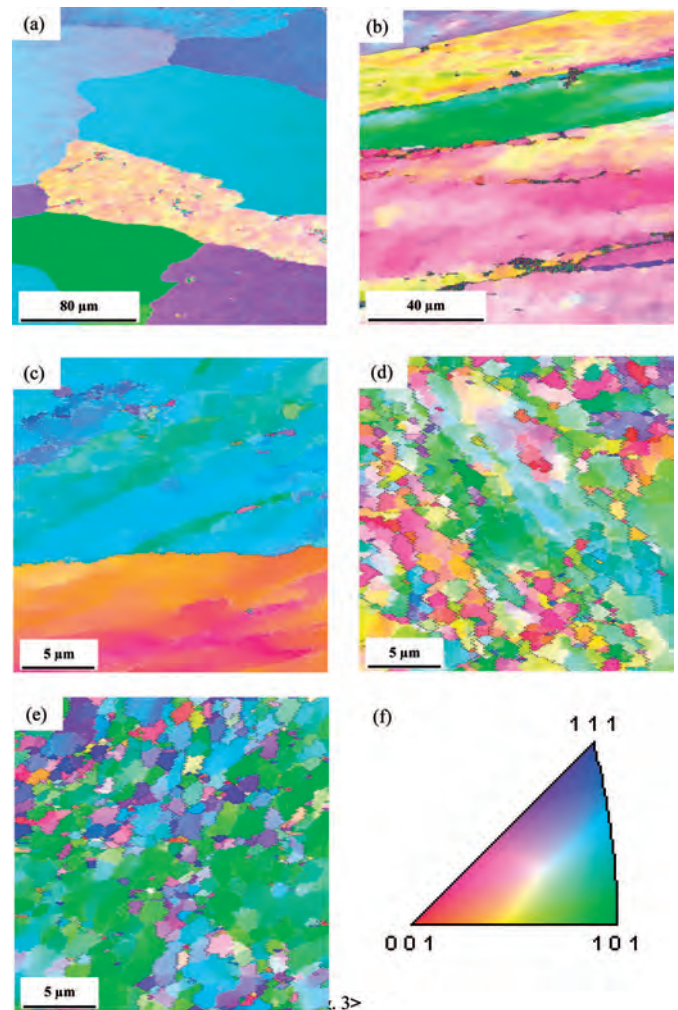


Fig. 2. A representative EBSD orientation map of (a) as-cast (b) 1-pass ECAP (c) 2-pass ECAP (d) 3-pass ECAP and (e) 4-pass ECAP with a misorientation angle of $\geq 15^\circ$ shown as a black line

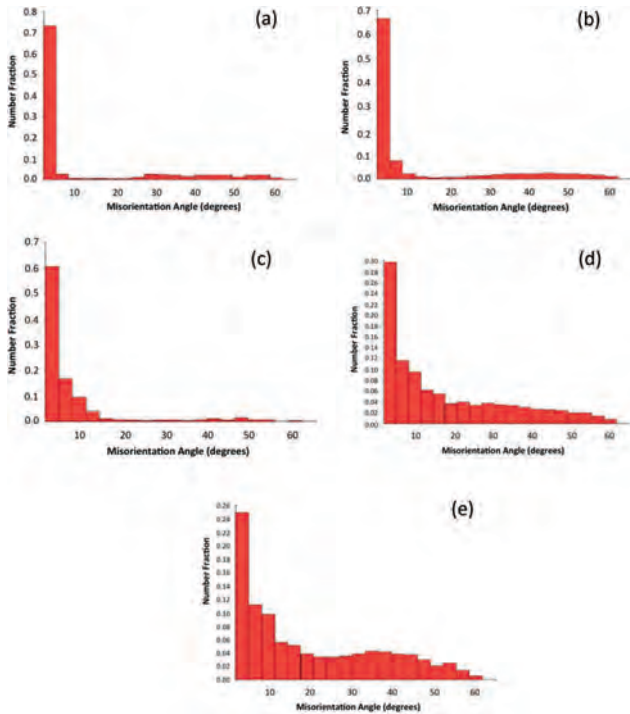


Fig. 3. Misorientation distribution of α -Al grains

Fig. 4 (a) to (e) show (001) and (111) pole figures of as-cast and ECAPed samples. The as-cast grain structure in Fig. 4 (a) contained comparatively random textures. The stronger textures derived from an increase in number of ECAP passes.

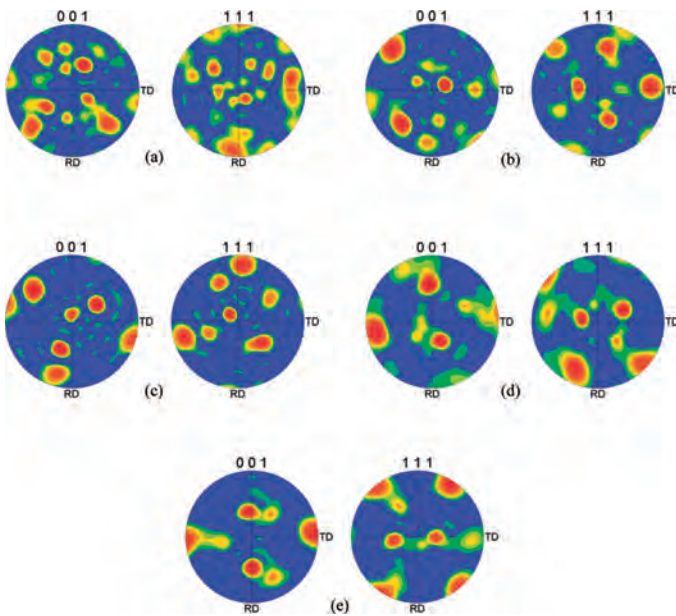


Fig. 4. (001) and (111) pole figures of (a) as-cast, (b) 1-pass ECAP, (c) 2-pass ECAP, (d) 3-pass ECAP, and (e) 4-pass ECAP

The microhardness of the as-solutionized and ECAP samples is shown in the TABLE 2 while Fig. 5 and 6 shows microhardness measured perpendicular to and along the pressing direction. The results show slightly inhomogeneous hardness along the ECAPed samples which can be normally seen in ECAPed aluminum alloys. It was also shown that the hardness sharply increased after 1-pass ECAP with small increment of

hardness after 2-4 pass ECAP similar to that reported by Prell et al [15]. This may infer that the residual strain inside the α -Al matrix had strong contribution to the strengthening of the sample.

TABLE 2
Hardness (cross-sectional and along pressing direction)

	Average cross-sectional hardness (Hv)	Average hardness along pressing direction (Hv)
As-cast and solutionized	29.52	29.52
1-pass	57.47	55.85
2-pass	63.08	62.68
3-pass	63.41	65.56
4-pass	63.54	64.68

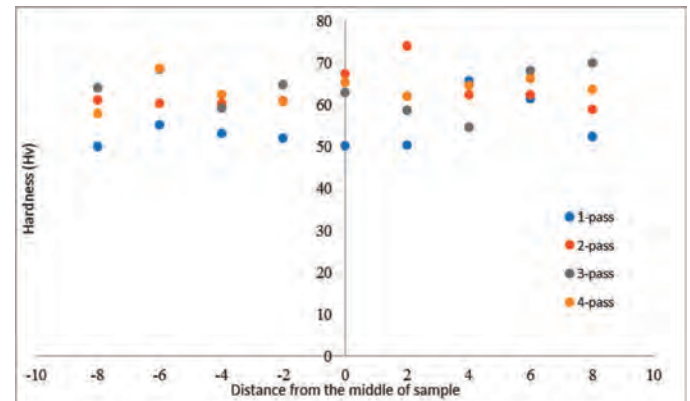


Fig. 5. Hardness measurement of cross-sectional area of the 1-4 pass ECAPed samples

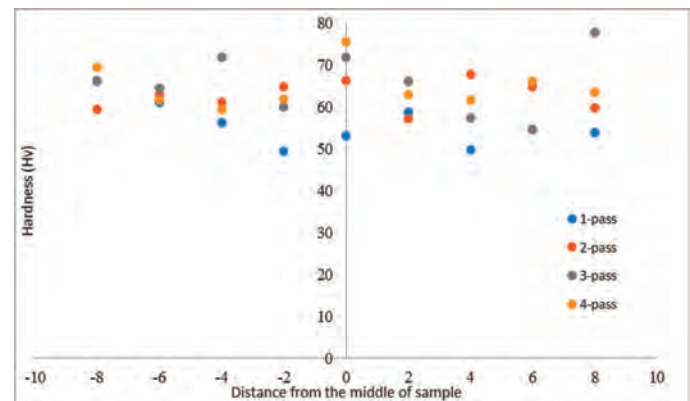


Fig. 6. Hardness measurement of the 1-4 pass ECAPed samples along the pressing direction

4. Conclusions

This research investigated the equal channel angular pressing of an Al-Zn-In alloy. It shows that good surface finish can be produced after several ECAP passes. The average grain size of the alloy reduced dramatically during the ECAP due to an increase of number of passes from ~ 144 to $\sim 5 \mu\text{m}$. The EBSD IPF map revealed the formation of low angle and

high angle boundaries. Increasing number of passes resulted in reducing fraction of low angle misorientation and increasing high angle misorientation. The pole figures maps clearly show that preferred misorientation/textures were developed during ECAP. The hardness of ECAPed samples increased sharply after 1-pass ECAP but slowly increased for the next passes. This referred that more passes can be applied to increase the hardness.

Acknowledgements

The authors would like to thank the Thailand Research Fund (TRF) and the Commission on Higher Education (CHE) Grant (MRG5580181), the Research and Researchers for Industries Scholarship (RRI) for Master Degree in 2014 and Thai Marine Protection Co. Ltd., the NSTDA University Industry Research Collaboration Project under the National Science and Technology Development Agency, National Research University Project under Thailand's Office of the Higher Education Commission, and Center of Excellence on Materials Science and Materials Technology, Chiang Mai University for financial support.

REFERENCES

- [1] E.O. Hall, P. Phys. Soc. Lond. B **64**, 747 (1951).
- [2] N.J. Petch, J. Iron. Steel. Inst. **174**, 25 (1953).
- [3] C. Suryanarayana, Prog. Mater. Sci. **46**, 1 (2001).
- [4] H. Jones, Mater. Sci. Eng. A **304-306**, 11 (2001).
- [5] C. Banjongprasert, S.C. Hogg, E. Liotti, C.A. Kirk, S.P. Thompson, J. Mi, P.S. Grant, Metall. Mater. Trans. A **41**, 3028 (2010).
- [6] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, JOM **58**, 33 (2006).
- [7] V.M. Segal, Mater. Sci. Eng. A **338**, 331 (2002).
- [8] T. Czeppe, G.F. Korznikova, A.W. Korznikov, L. Litynska-Dobrzynska, Z. Swiatek, Arch. Metall. Mater. **58**, 447 (2013).
- [9] C. Banjongprasert, C. Domrong, T. Chairuang斯里, Adv. Mat. Res. **747**, 615 (2013).
- [10] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, Mater. Sci. Eng. A **560**, 1 (2013).
- [11] J.G. Brunner, N. Birbilis, K.D. Ralston, S. Virtanen, Corros. Sci. **57**, 209 (2012).
- [12] I.-J. Son, H. Nakano, S. Oue, S. Kobayashi, H. Fukushima, Z. Horita, Trans. Nonferrous Met. Soc. China **19**, 904 (2009).
- [13] Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Metall. Mater. Trans. A **29**, 2245 (1998).
- [14] D.J. Dingley, V. Randle, J. Mater. Sci. **27**, 4545 (1992).
- [15] M. Prell, C. Xu, T.G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A **480**, 449 (2008).

Effects of Passes on Equal Channel Angular Pressing of 6061 Aluminium Alloy

Chaiyasit Banjongprasert^{1, a}, Chonlada Domrong¹ and Torranin Chairuangsr²

¹Department of Physics and Materials Science, Faculty of Science, Chiang Mai University, Thailand

²Department of Industrial Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Thailand

Corresponding author: ^achaiyasit_au@yahoo.com

Keywords: Equal Channel Angular Pressing, Aluminium Alloy, Electron Back Scatter Diffraction.

Abstract. Equal channel angular pressing (ECAP) is one of severe plastic deformation (SPD) techniques that gives a high level of strain and eventually results in ultrafine-grained structure. This research aims to study the effects of passes on equal channel angular pressing of 6061 aluminium alloy. The samples were subjected to ECAP using route Bc with 1, 2, 3, and 4 passes. The processed samples were characterized using a variety of techniques: Optical Microscopy (OM); Scanning Electron Microscopy (SEM) equipped with Energy Dispersive X-ray (EDX); and Electron Back Scatter Diffraction (EBSD). The results showed that ECAP had a large influence on misorientation and size of grains but little effects on precipitates. The 4-pass ECAP led to a high fraction of low-angle boundaries and led to a nearly 97% increase of hardness.

Introduction

Due to the increasing of crude oil price and environmental concern, there have been a great demand of materials that exhibits high strength with low density because this leads to less materials used and eventually high efficiency of energy consumption and less pollution. Many researchers and technologists have attempted to improve strength per weight ration of structural alloys such as a development of high strength low alloyed steels (HSLA) and dual-phase steels (DP). Another approach is to produce ultrafine-grained alloys as it has been long known from Hall-Petch relation [1, 2] by metallurgist that smaller grain size gives higher strength. Recently, this approach has been adopted and resulted in an invention of severe plastic deformation (SPD) [3]. Severe plastic deformation is a process in which the alloys are subjected to a high accumulated shear strain without a change in the size of samples. A high level of misorientation occurs and finally sub-grain boundaries and high-angle grain boundaries can be formed that gives rise to ultrafine grains. There are a varieties of techniques to give severe plastic deformation conditions: equal channel angular pressing (ECAP); high pressure torsion (HPT); accumulated roll bonding (ARB) [4]. In this study, 6061 aluminium alloy was ECAPed using route Bc with different number of passes.

Experimental procedures

Commercial 6061-T651 aluminium alloy with chemical composition shown as Table 1 was used in this study. The alloy was machined into cylindrical samples with a diameter of 20mm and 100mm long. The samples were then solution heat treated at 560 °C for 2 hours then quenched by water to room temperature. ECAP was performed using route Bc with a die with $\Phi = 100^\circ$ and $\Psi = 20^\circ$. The microstructure of ECAPed samples were characterized using optical microscope; scanning electron microscopy equipped with energy dispersive X-ray on a JEOL JSM-5910LV and electron back scatter diffraction on a JEOL JSM-5410 using a step size of 700nm.

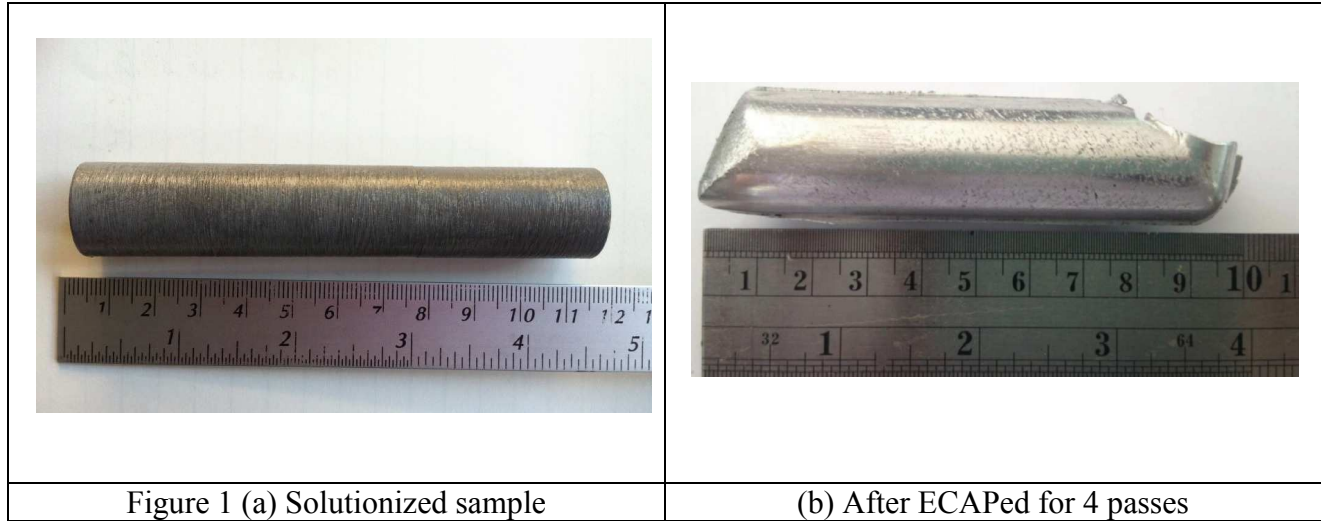
Table 1 Chemical composition of 6061 aluminium alloy (indicated in weight %)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	other	Al
0.672	0.557	0.252	0.087	0.976	0.215	0.042	0.026	0.0174	remained

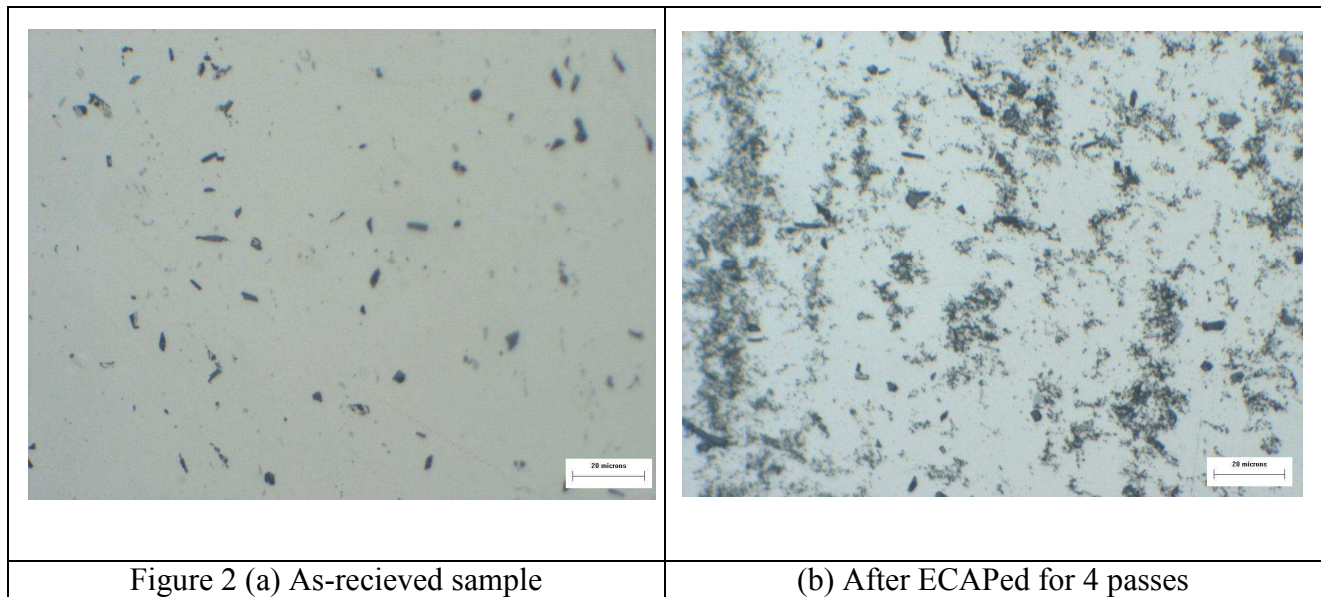
Results and Discussion

Figure 1 shows the sample (a) before and (b) after ECAPed. The sample was subjected to an equivalent strain of 0.89 (calculated from Eq. 1 [5]) for 1 pass and increasing with number of passes i.e. 1.43, 2.14, and 2.85 for 2, 3, and 4 passes respectively.

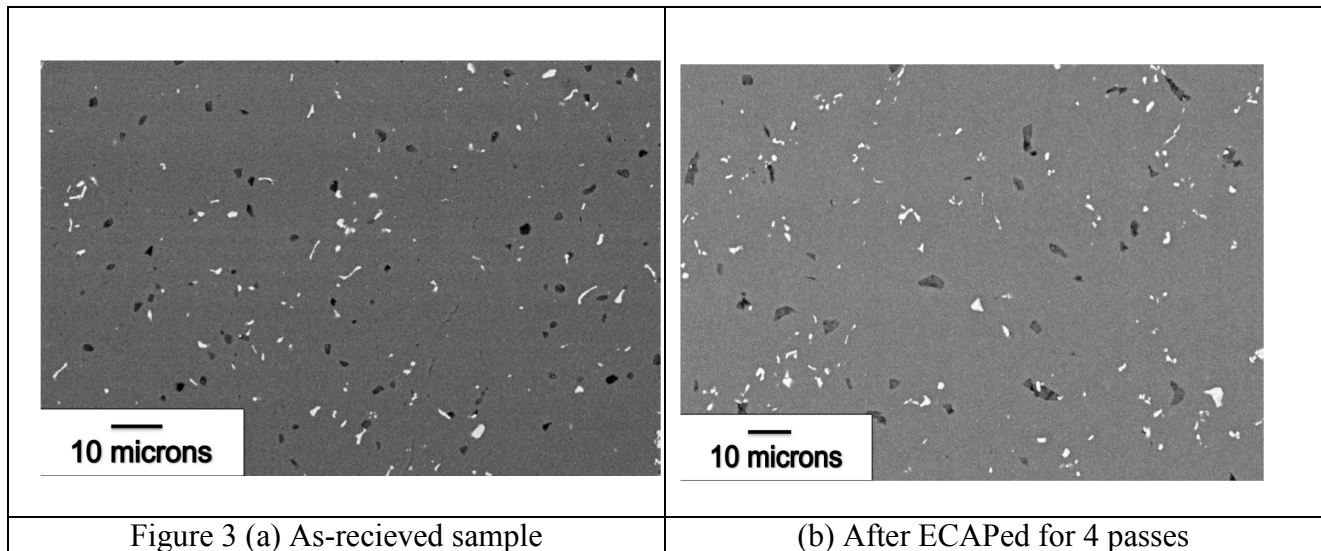
$$\varepsilon_n = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$



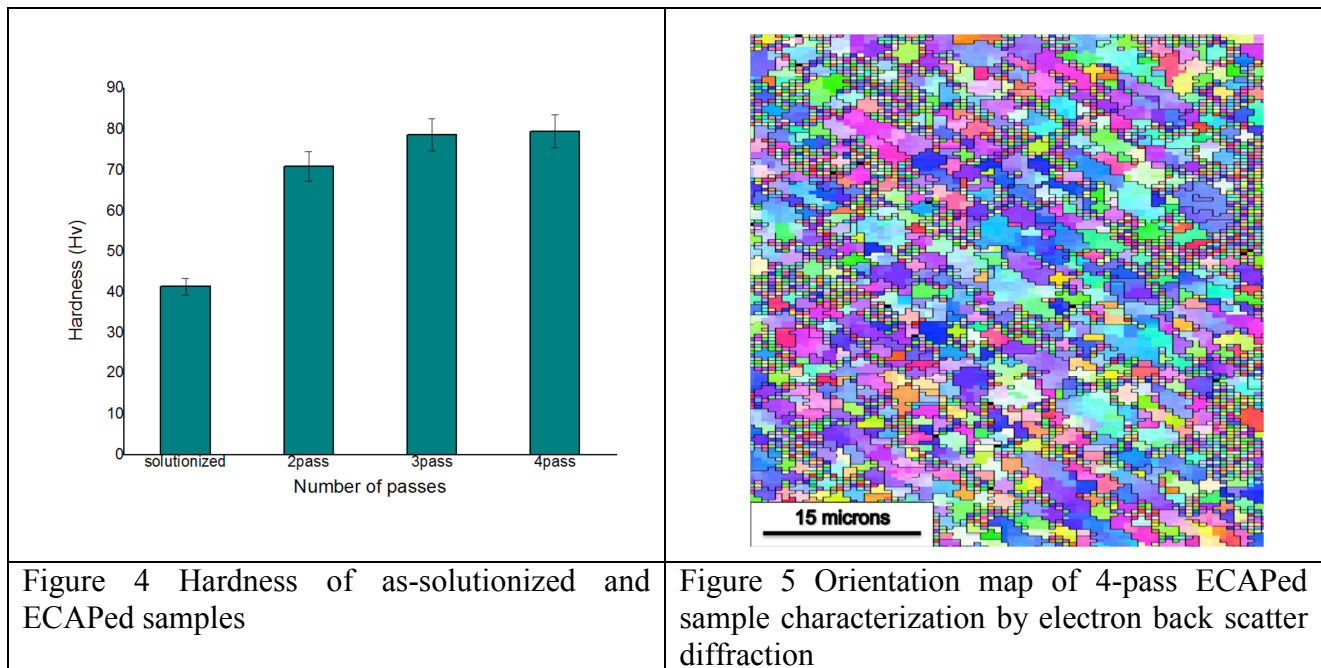
The ECAPed sample had no large defects with some remarks on the surface due to the machining profiles before ECAP. Optical microscope revealed more details as illustrated in Figure 2. The microstructure of 4-pass ECAPed retained some small defects especially at the surface of the sample. This was due to the high degree of shear stress applied to the sample without any heating.



Back scatter electron images show that there was little change in precipitates after ECAPed. The microstructure contained mainly α -FCC Al matrix with bright and dark precipitates. EDX spectrums of bright precipitates showed peaks of Al, Fe, and Si which was corresponding to AlFeSi, commonly found in 6xxx alloys [6] while dark precipitates were Mg_2Si confirmed by EDX spectrums of Al and Mg.



The Vickers hardness was measured to evaluate the improvement of mechanical properties. The hardness increased with an increase of passes from 40 Hv for as-solutionized sample to 79 Hv for 4-pass sample as shown in Figure 4. This was due to a high degree of accumulated strain that induced textures and high degree of misorientation leading to sub-grain and high-angle grain boundaries as shown in orientation map in Figure 5. The different color showed distinctive grains with a (high) misorientation angle ($>15^\circ$) was indicated as black lines. The distribution of different grain sizes in the 4-pass sample was demonstrated in Figure 6 and that the average grain size was at $2.23 \mu\text{m}$ and this was in fine-grain regime. Moreover, the different contour inside the grains indicated accumulated misorientation owing to accumulate strain and gave rise to a high volume fraction of about 13% of low angle boundaries ($2-5^\circ$) and was similar to previous works. However, the amount of high angle boundaries was relatively high compared to others [6]. It was presumably due to the finishing surface of EBSD sample.



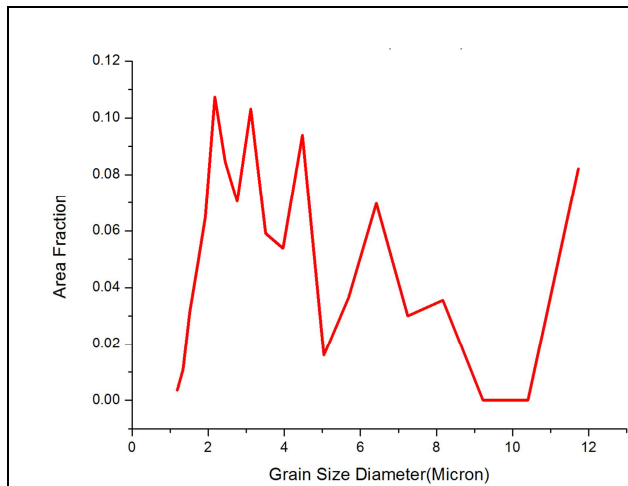


Figure 6 Area fraction of different grain size characterization by electron back scatter diffraction

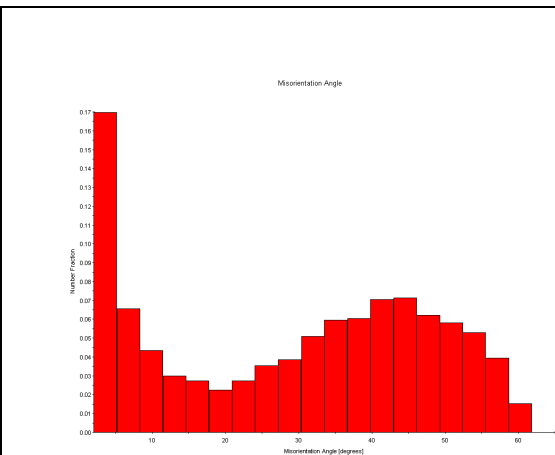


Figure 7 Area fraction of misorientation angles characterization by electron back scatter diffraction

Summary

Equal channel angular pressing (ECAP) of 6061 aluminium alloy with different number of passes was studied. Generally the severe plastic deformation condition showed little effects on precipitates. The 4-pass ECAPed sample showed a high level of misorientation due to a higher accumulated strain. This led to a high fraction of low-angle boundaries and led to a nearly 97% increase of hardness; hence a high potential for high-strength alloy processed by equal channel angular pressing.

Acknowledgements

The authors would like to gratefully acknowledge the Thailand Research Fund (TRF) and the Commission on Higher Education (CHE) Grant (MRG5580181) and the National Research University Project under Thailand's Office of the Higher Education Commission for financial supports.

References

- [1] E. O. Hall, Proc Phys Soc London B64 (1951) 747-753.
- [2] N. J. Petch, J Iron Steel Inst 174 (1953) 25-28.
- [3] V. M. Segal, Mater Sci Eng 197 A (1995) 157-164.
- [4] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, Prog Mater Sci 45 (2000) 103-189.
- [5] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, Scripta Mater 35 (1996) 143-146.
- [6] W. J. Kim, Y. K. Sa, H. K. Kim, U. S. Yoon, Mater Sci Eng 487 A (2008) 360-368.