STUDI *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* (ECAP) SUHU NITROGEN CAIR PADA PADUAN Al-Mg-Si (Al 6061)

Efendi Mabruri*, I Nyoman Gede P.A. dan Edy Priyanto Utomo
Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan
E-mail: *effendi.3@lipi.go.id

Masuk tanggal : 22-09-2014, revisi tanggal : 25-11-2014, diterima untuk diterbitkan tanggal : 28-11-2014

Intisari

STUDI *EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING* (ECAP) SUHU NITROGEN CAIR PADA PADUAN Al-Mg-Si (Al 6061). Tulisan ini memaparkan pengaruh proses ECAP (*equal channel angular pressing*) pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik paduan Al-Mg-Si (Al 6061) dan dibandingkan dengan proses ECAP pada suhu kamar. Proses ECAP sebanyak 1-4 pass dilakukan di dalam cetakan dengan lubang dalam bersudut 120^o dengan rute Bc pada benda kerja Al 6061 dalam kondisi perlakuan pelarutan. Analisa XRD (x-*ray diffraction*) menunjukkan bahwa setelah proses ECAP terjadi pelebaran puncak pada semua bidang kisi dan terjadi penguatan intensitas bidang kisi (111) sebagai bidang slip yang aktif pada Al 6061. ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar pada regangan deformasi yang tinggi (pass 3 dan 4) dengan elongasi yang lebih besar. Sementara itu, dimpel pada permukaan patahan Al 6061 yang diproses ECAP suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar.

Kata kunci : Paduan aluminium-magnesium-silikon (Al 6061), Equal channel angular pressing (ECAP), Suhu nitrogen cair, Kekuatan tarik, Elongasi, Dimpel

Abstract

A STUDY ON EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING AT LIQUID NITROGEN TEMPERATURE OF Al-Mg-Si (Al 6061) ALLOYS. *The recent paper reports the effect of ECAP at liquid nitrogen temperature on the mechanical properties of Al-Mg-Si (Al 6061) alloys and compared to the room temperature ECAP. The ECAP experiments with route Bc were conducted on solution treated alloys using dies with internal channel angel of 120^o for 1 to 4 passes. The XRD (x-ray diffraction) analysis showed that after ECAP the peak broadening occurred on all peaks and the peak intensity strength of (111) plane was highest as it considered as the active slip plane in the Al 6061 alloys. At high deformation strain (pass 3 and 4) the ECAP at liquid nitrogen temperature resulted in higher tensile strength and higher elongation to break compared to those of room temperature ECAP. Further, the dimples of tensile fracture surface of Al 6061 processed by liquid nitrogen temperature ECAP have mean size smaller than that of Al 6061 processed by room temperature ECAP.*

Keywords : Aluminum-magnesium-silicon alloys (Al 6061),Equal channel angular pressing (ECAP), Liquid nitrogen temperature, Tensile strength, Elongation, Dimple

PENDAHULUAN

Equal channel angular pressing (ECAP) merupakan teknik yang banyak dipelajari untuk menghasilkan material dengan struktur mikro berukuran submikron atau bahkan nanometer yang diiringi peningkatan yang signifikan dalam sifat mekanik[1-2]. ECAP merupakan teknik deformasi plastik berat (*severe plastic deformation*/SPD*)* yang menghasilkan regangan geser yang besar dengan menekan benda kerja melalui rongga bersudut sedemikian hingga benda kerja muncul dari rongga tanpa mengalami perubahan dimensi penampang melintang[3-4]. ECAP dapat memproses benda kerja yang relatif besar untuk aplikasi struktur komersial sehingga berpotensi besar untuk dapat diaplikasikan di industri dalam waktu dekat[5-7]. Penulis telah melakukan penelitian ECAP pada

beberapa paduan logam untuk aplikasi tertentu seperti titanium murni komersial/ CP-Ti untuk biomedis[8-9], baja tahan karat austenitik untuk biomedis dan konstruksi[10] dan paduan aluminium untuk aplikasi struktur[11-12].

Pada penelitian ini telah dilakukan studi ECAP yang dilakukan pada suhu kriogenik (suhu nitrogen cair) terhadap paduan Al-Mg-Si (Al 6061). Aluminium seri 6XXX ini dipilih karena banyak digunakan secara luas untuk aplikasi struktur dengan sifat mekanik yang baik, ketahanan korosi lebih baik, mampu las yang baik dan lebih murah dibandingkan aluminium seri 2XXX dan 7XXX. Telah diketahui bahwa aluminium mempunyai kecepatan rekoveri dinamik yang sangat tinggi karena memiliki *energy stacking fault* yang tinggi[13-14]. Deformasi pada suhu kriogenik diharapkan dapat menekan rekoveri dinamik dan memberikan energi yang tinggi untuk rekristalisasi butiran halus. Deformasi plastis suhu kriogenik pada paduan aluminium telah dilaporkan oleh beberapa peneliti[15-17], akan tetapi untuk paduan 6061 mereka tidak menggunakan ECAP tetapi menggunakan proses pengerolan dan *multi directional forging*. Oleh karena itu studi ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh proses ECAP pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik Al 6061.

PROSEDUR PERCOBAAN

Bilet paduan aluminium 6061 dari pasaran digunakan sebagai bahan awal dengan komposisi kimia (% berat) berdasarkan analisa OES (*optical emission spektroscopy*) ditampilkan pada Tabel 1. Benda kerja dengan panjang 65 mm dan diameter 13,5 mm dibuat dengan permesinan dari billet untuk percobaan ECAP. Benda kerja dilakukan pemanasan anil dengan aliran gas argon pada 530 ^{o}C selama 4 jam sebelum ekstrusi ECAP untuk perlakuan pelarutan (*solution treatment*) dan untuk menghilangkan tegangan internal. Percobaan ECAP dilakukan pada suhu kamar dan pada suhu nitrogen cair. Untuk proses pada suhu nitrogen cair, benda kerja dicelup di dalam nitrogen cair selama 5 menit untuk mendapatkan suhu kriogenik pada benda kerja. Pencelupan nitrogen cair dilakukan untuk setiap pass ECAP. Setelah pencelupan nitrogen cair, benda kerja langsung dilakukan ECAP dengan rute deformasi B_C dengan jumlah pass 1, 2, 3 dan 4. Deformasi rute B_C dengan dilakukan memutar benda kerja 90° pada pass ECAP berikutnya[18]. Semua benda kerja sebelum ECAP dan setelah ECAP dilakukan uji tarik dengan UTM (*universal testing machine*) dan uji XRD (x-*ray diffraction*). Dilakukan juga pengamatan dengan SEM (*scanning electron microscope*) terhadap permukaan patahan setelah uji tarik.

Tabel 1. Komposisi kimia paduan aluminium 6061 hasil analisa OES (*optical emission spektroscopy*)

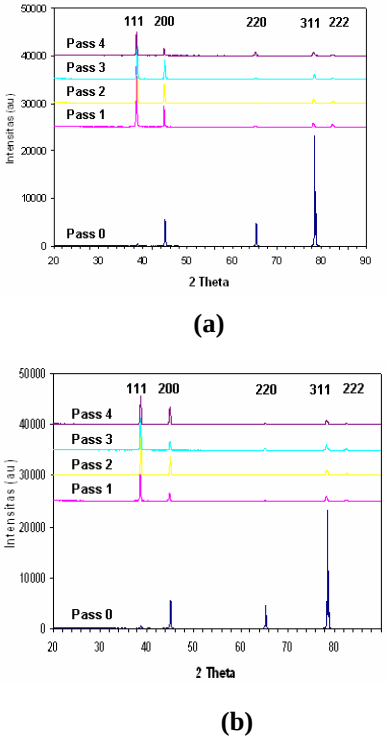
Unsur	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Ni	V	Al
% Berat	0,64	0,5	0,23	0,11	0,87	0,04	0,01	0,09	0,01	0,01	Sisa

HASIL DAN PEMBAHASAN

Profil XRD untuk Al 6061 sebelum dan sesudah ECAP pada suhu kamar dan suhu kriogenik ditampilkan pada Gambar 1. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa secara umum profil XRD memunculkan puncak difraksi untuk bidang-bidang kisi kristal di dalam aluminium pada semua kondisi baik pada suhu kamar maupun suhu nitrogen cair (Gambar 1(a) dan 1(b)). Pada Al 6061 kondisi anil terlarut (pass 0/sebelum ECAP) dikarakterisasi dengan munculnya tiga bidang-bidang kristal (200), (220) dan (311) dengan intensitas yang paling tinggi pada bidang (311). Pada Al 6061 setelah ECAP, intensitas puncak difraksi tiga bidang-bidang kristal tersebut menurun tetapi semakin melebar (terjadi "*peak broadening*"). Selain itu terlihat bahwa setelah ECAP bidang (111) dan bidang (222) muncul dan intensitas puncak yang paling tinggi terjadi pada bidang

(111) dari semua puncak yang ada. Munculnya kedua bidang tersebut dan menguatnya intensitas puncak bidang (111) berkaitan dengan geometri bidang-bidang ini yang memiliki densitas atom yang tinggi (*close packed plane*) yang merupakan bidang slip bagi pergerakan dislokasi *glide* selama deformasi plastis pada proses ECAP. Hal ini membuktikan kondisi paduan aluminium yang mempunyai *stacking fault energy* (γ_{SFE}) yang tinggi, dimana untuk paduan dengan struktur kristal fcc, slip dislokasi pada bidang (111) merupakan mekanisme deformasi primer[19].

Dari Gambar 1 secara umum dapat diamati pula bahwa puncak difraksi bidang-bidang kristal setelah ECAP semakin melebar dibandingkan sebelum ECAP.



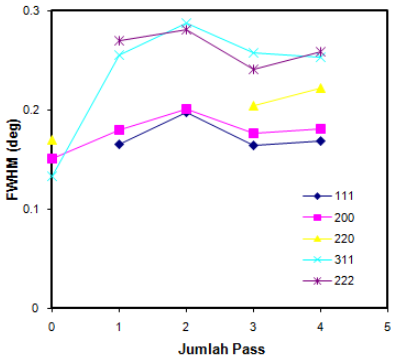
(a)

(b)

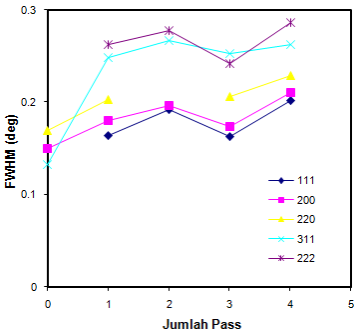
Gambar 1. Profil XRD dari aluminium 6061 setelah ECAP pada (a) suhu kamar dan (b) suhu nitrogen cair

Hal ini terkait dengan adanya peningkatan cacat kisi linier terutama peningkatan densitas dislokasi yang tinggi yang terjadi selama deformasi plastis yang berat pada ECAP suhu kamar[20-21]. Selain itu dapat diamati pula dari Gambar 3 adanya pergeseran puncak difraksi dari Al 6061 pass 0 ke Al 6061 ECAP pass 1 dan semakin jelas pergeserannya pada pass 4.

Pergeseran puncak difraksi ini menunjukkan adanya distorsi kisi yang besar pada Al 6061 ECAP, yang terkait dengan tegangan berskala panjang dan pembentukan sub butir-sub butir akibat deformasi[20-21]. Pelebaran puncak difraksi (*peak broadening*) ini merupakan indikasi terjadinya penurunan ukuran butiran atau kristalit yang sebanding dengan besaran FWHM (*full width at half maximum*) dari puncak difraksi. Dengan tidak melakukan koreksi-koreksi regangan kisi seperti pada relasi Williamson-Hall untuk memperoleh ukuran kristalit[22], FWHM dapat memberikan gambaran tingkat pelebaran puncak difraksi pada bidang-bidang kristal yang bersangkutan.



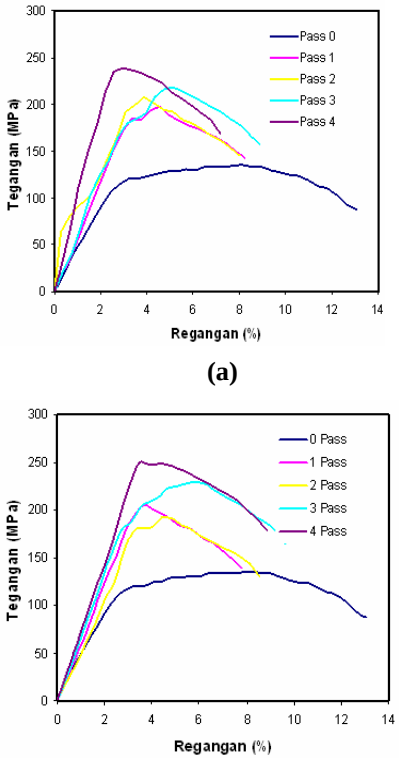
(a)



(b)

Gambar 2. FWHM puncak-puncak XRD pada aluminium 6061 setelah ECAP pada (a) suhu kamar dan (b) suhu nitrogen cair

Pada Gambar 2 ditunjukkan FWHM untuk puncak-puncak XRD pada Al 6061 setelah ECAP pada suhu kamar dan suhu nitrogen cair. Dari Gambar 2 dapat diamati bahwa FWHM pada Al 6061 ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair memiliki kecenderungan yang sama. Secara umum FWHM bidang-bidang kristal setelah ECAP memiliki nilai yang lebih tinggi dibandingkan sebelum ECAP. Pada Al 6061 setelah ECAP, bidang kisi memiliki nilai FWHM meningkat berdasarkan urutan (111), (200), (220), (311) dan (222) pada semua pass yang berarti seiring dengan meningkatnya jumlah indeks bidang kisi atau dengan kata lain dengan mengecilnya jarak antar kisi (d).



(a)

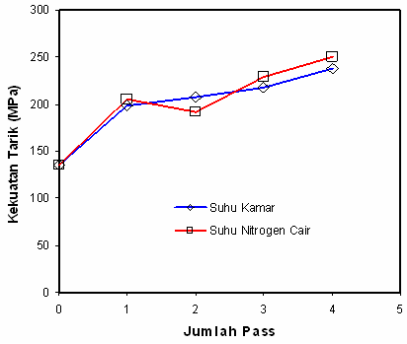
(b)

Gambar 3. Kurva tegangan teknik-regangan teknik setelah koreksi "toe" untuk aluminium 6061 sebelum dan setelah ECAP pada (a) suhu kamar dan (b) suhu nitrogen cair

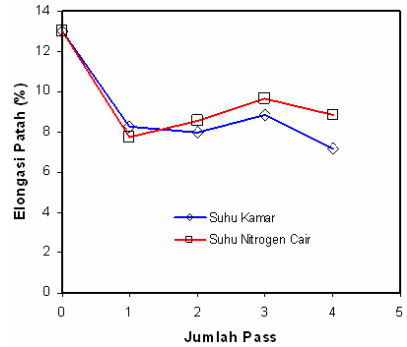
Gambar 3 menunjukkan kurva tegangan teknik-regangan teknik setelah koreksi "*toe*" hasil uji tarik pada aluminium 6061 sebelum dan setelah ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair dari pass 1 sampai pass 4. Kurva tegangan-regangan pada Al 6061 pass 0 (perlakuan pelarutan/sebelum ECAP) menunjukkan tipikal kurva untuk material ulet dengan daerah plastis yang lebar. Pada Al 6061 setelah ECAP baik suhu kamar maupun suhu nitrogen cair, kurva berubah dengan beban maksimum yang makin tinggi dan daerah plastis yang menyempit yang menunjukkan peningkatan kekuatan dan penurunan keuletan pada Al 6061 setelah proses ECAP. Disamping itu dapat diamati pula bahwa "*necking*" pada beban maksimum terjadi pada regangan tarik yang rendah berdekatan dengan tegangan luluh (*yield strength*) yang mengindikasikan daerah pengerasan regangan yang sempit. Ini dikarenakan telah terjadi akumulasi dislokasi yang tinggi pada proses ECAP sehingga menurunkan kemampuan pengerasan regangan dari Al 6061 pada proses uji tarik[23]. Sementara itu terjadinya peningkatan kekuatan setelah ECAP dapat diakibatkan oleh kombinasi beberapa mekanisme penguatan yaitu peningkatan rapat dislokasi akibat akumulasi regangan, penghalusan butiran dan presipitasi (*aging*) dinamik[24-26]. Pada penelitian ini presipitasi dinamik pada Al 6061 selama ECAP tidak terjadi yang ditunjukkan dengan tidak munculnya puncak presipitat pada profil XRD (Gambar 1) sehingga mekanisme yang memungkinkan terjadi pada penelitian ini adalah penguatan dislokasi dan penghalusan butiran.

Kekuatan tarik maksimum dan elongasi saat patah pada sampel Al 6061 yang diperoleh dari kurva tegangan-regangan pada Gambar 3 diperlihatkan pada Gambar 4. Dari Gambar 4 (a) dapat dilihat bahwa kekuatan Al 6061 meningkat tajam setelah pass 1 ECAP suhu kamar maupun suhu nitrogen cair dan meningkat secara gradual pada ECAP pass selanjutnya. Pada pass 1, ECAP suhu kamar dan ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang relatif sama pada Al 6061. Pada pass selanjutnya sedikit terjadi perbedaan nilai kekuatan tarik dimana pada pass yang semakin besar (pass 3 dan 4) yang ekivalen

dengan regangan yang semakin besar, ECAP pada suhu nitrogen cair menghasilkan nilai kekuatan tarik yang sedikit lebih tinggi dibandingkan ECAP suhu kamar.



(a)



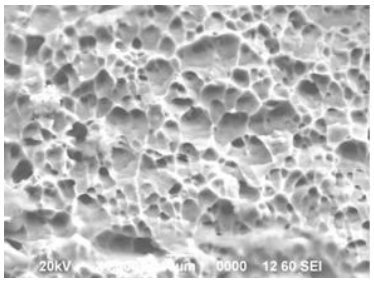
(b)

Gambar 4. (a) Kekuatan tarik dan (b) elongasi saat patah untuk aluminium 6061 sebelum dan setelah ECAP pada suhu kamar dan suhu nitrogen cair

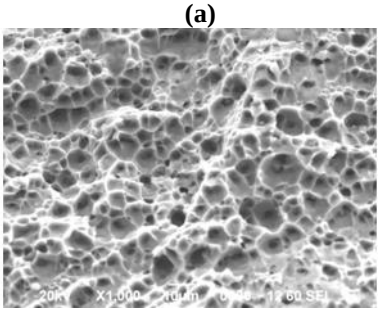
Beberapa peneliti melaporkan kecenderungan yang sama terkait deformasi plastis pada suhu kriogenik ini[15-16]. P. N.Rao *et al*[15] melaporkan peningkatan kekerasan yang lebih tinggi pada Al 6061 yang diproses tempa segala arah (*multi directional forging*) pada suhu nitrogen cair dari pada yang diproses suhu kamar. Begitu juga Y.Chen *et al*[16] melaporkan bahwa ECAP terhadap aluminium murni pada suhu kriogenik menghasilkan kekerasan 27% lebih tinggi dibandingkan yang dihasilkan pada suhu kamar. Hasil-hasil ini dapat dijelaskan dengan fenomena rekoveri dinamik atau pemulihan oleh regangan pada saat proses deformasi plastis. Pada material dengan *stacking fault energy* yang tinggi seperti aluminium, rekoveri dinamik aktif pada suhu kamar, yang menyebabkan penurunan efek penguatan dengan penurunan rapat dislokasi[15]. Pada sisi lain, deformasi plastis pada suhu sangat rendah (kriogenik) menghambat terjadinya rekoveri dinamik yang mendorong akumulasi dislokasi pada tingkat yang lebih tinggi dari proses deformasi plastis pada suhu kamar[27-28]. Untuk paduan Al 6XXX yang dapat dikeraskan dengan presipitasi, penghambatan rekoveri dinamik pada suhu kriogenik dimungkinkan terjadi karena pin dislokasi oleh unsur-unsur pemadu Mg, Si, Fe, Cu yang terlarut dalam larutan padat. Sementara itu S.K.Panigrahi *et al*[17] memaparkan bahwa pada pengerolan aluminium 6063 pada suhu kamar, rekoveri dinamik dengan anihilasi dislokasi terjadi pada regangan deformasi yang tinggi sebesar 2,3 dan tidak terjadi pada regangan yang rendah sebesar 0,4. Akan tetapi rekoveri dinamik tidak terjadi pada proses pengerolan sampel ini pada suhu kriogenik meskipun dengan regangan deformasi yang sama tinggi 2,3. Informasi ini memperkuat hasil pada penelitian ini bahwa pada pass 1 (regangan ekivalen 0,6), ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair memiliki kekuatan tarik yang relatif sama, akan tetapi pada pass yang lebih tinggi (pass 3 dan 4 dengan regangan ekivalen masing-masing1,8 dan 2,4) ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar.

Peningkatan kekuatan yang signifikan pada Al 6061 setelah ECAP diiringi dengan penurunan elongasi saat patah baik pada proses suhu kamar maupun suhu nitrogen cair seperti ditunjukkan pada Gambar 4(b) dimana penurunan elongasi yang tajam terjadi setelah ECAP pass 1. Pada pass-pass selanjutnya, proses pada suhu kamar menghasilkan elongasi yang cenderung konstan, sedangkan proses pada suhu nitrogen cair menghasilkan elongasi yang cenderung sedikit meningkat lagi. Dengan demikian ECAP suhu nitrogen cair mengasilkan kekuatan dan elongasi yang

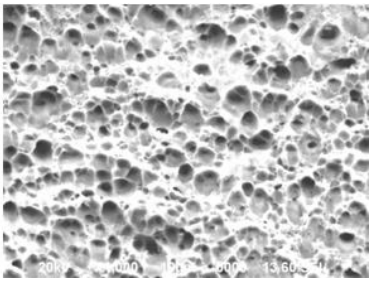
relatif lebih besar dari pada ECAP suhu kamar. Struktur mikro permukaan patah setelah uji tarik pada Al 6061 sebelum dan setelah ECAP pass 4 suhu kamar dan suhu kriogenik ditunjukkan pada Gambar 5.



(a)



(b)



(c)

Gambar 5. Struktur mikro permukaan patahan uji tarik untuk aluminium 6061; (a) sebelum dan, (b) setelah ECAP pass 4 pada suhu kamar, dan (c) suhu nitrogen cair

Permukaan patah pada ketiga jenis sampel tersebut dikarakterisasi dengan adanya dimpel (*dimples*) yang terbentuk dari pertumbuhan dan koalisi *microvoid* yang dimulai dari tempat dengan konsentrasi tegangan yang tinggi seperti daerah batas butir dan presipitat. Ukuran dimpel yang terbentuk selama patah tergantung dari tempat inisiasi dan jumlah *void* pada batas butir[29] dan terbukti bahwa ukuran butir rata-rata hampir sama dengan ukuran dimpel seperti dilaporkan dalam pustaka[15]. Dari Gambar 5 terlihat bahwa pada Al 6061 setelah ECAP baik suhu kamar maupun suhu nitrogen cair secara kualitatif memiliki ukuran dimpel rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan ukuran dimpel rata-rata pada sampel sebelum ECAP. Ini menunjukkan terjadinya penghalusan butir pada Al 6061 setelah ECAP baik pada suhu kamar maupun suhu nitrogen cair. Lebih jauh dapat diamati bahwa dimpel pada Al 6061 yang diproses ECAP pada suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar. Hal ini terjadi bisa dikarenakan penghambatan rekoveri dinamik pada suhu nitrogen cair memberikan energi yang tinggi untuk terbentuknya butiran halus

KESIMPULAN

Dari penelitian ini telah diketahui pengaruh proses ECAP pada suhu nitrogen cair terhadap sifat mekanik Al 6061 dan dibandingkan dengan proses ECAP pada suhu kamar. Beberapa kesimpulan yang bisa diambil adalah :

- Dari studi XRD, terjadi *peak broadening* pada semua bidang kisi dan penguatan intensitas bidang kisi (111) sebagai bidang slip yang aktif baik pada material Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar maupun suhu nitrogen cair.
- Pada pass 1 (regangan ekivalen 0,6), ECAP suhu kamar dan suhu nitrogen cair memiliki kekuatan tarik yang relatif sama, akan tetapi pada pass yang lebih tinggi (pass 3 dan 4 dengan regangan ekivalen masing-masing1,8 dan 2,4) ECAP suhu nitrogen cair menghasilkan kekuatan tarik yang lebih besar.
- Penurunan elongasi yang tajam terjadi setelah ECAP pass 1 dan pada pass-pass selanjutnya elongasi cenderung konstan pada ECAP suhu kamar dan cenderung sedikit meningkat lagi pada ECAP suhu nitrogen cair. Ini menunjukkan elongasi yang lebih besar

dihasilkan oleh proses suhu nitrogen cair.

- Dimpel pada permukaan patah material Al 6061 yang diproses ECAP pada suhu nitrogen cair memiliki ukuran rata-rata yang lebih kecil dibandingkan dengan material Al 6061 yang diproses ECAP suhu kamar.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang telah mendanai penelitian ini melalui kegiatan Tematik 2014.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Greger, M., R.Kocich, B.Kuřetová, M.Vlček.2007.,, Ultrafine grained copper by equal channel angular extrusion (ECAE) processing". *Acta Metallurgica Slovaca*. 13 (4) 561-569.

[2] Wei, Q. 2007.,,Strain rate effects in the ultrafine grain and nanocrystalline regimes—influence on some constitutive responses". *Journal Of Materials Science*. 1709–1727.

[3] Stoica, G.M. and P.K. Liaw.2001.,, Progress in Equal-Channel Angular Processing". *Journal Of Metals*. 36-40.

[4] Rusz, S. and K. Malanik.2007.,, Using severe plastic deformation to prepare of ultra fine - grained materials by ECAP method".*Archives of Materials Science and Engineering*. 28 (11) 683-686.

[5] Zbigniew Pakieła et al.2006.,, Structure and properties of nanomaterials produced by severe plastic deformation".*Proc. NUKLEONIKA 51 (Supplement 1)* S19−S25.

[6] Valiev,R. Z. 2007.,, The new trends in fabrication of bulk nanostructured materials by SPD processing".*Journal Of Materials Science*.1483–1490.

[7] Lowe,Terry C.2006.,, Metals and alloys nanostructured by severe plastic deformation: Commercialization pathways". *Journal Of Metals*.28-32.

[8] Mabruri, E., B.Sriyono, S.Mulyaningsih, Solihin.2009.,, Pemrosesan CP-Ti struktur Ultra halus dengan deformasi sangat praktis menggunakan teknik Equal channel angular pressing (ECAP)". *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2009,* Serpong, 2 Desember 2009.

[9] Mabruri, E., B.Sriyono, S.Mulyaningsih, Solihin.2010.,, Penghalusan Butir Titanium Murni untuk Aplikasi Biomedis dengan Teknik Equal Channel Angular Pressing (ECAP)". *Majalah Metalurgi,* (25) (1) April 2010.

[10] Mabruri, E., 2012.,, Aplikasi Severe Plastic Deformation (SPD) dan Heavy Cold Rolling pada Baja Tahan Karat Austenitik 316L". *Majalah Metalurgi,* (27) (1) April 2012.

[11] Ika Kartika, I Nyoman G.P.A, Efendi Mabruri.2012.,,Formasi Sub-Butir Equiaxed dengan Equal Channel Angular Pressing dalam Paduan Al-5052 Hasil Aniling". *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2012*, Tangerang Selatan, 27 Nopember 2012.

[12] Mabruri, E., I Nyoman Gede P.A.2014.,,Fractographic Analysis of 5052 Al-Mg Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing". *Advanced Materials Research*, 896 pp 621-625.

[13] S, Gourdet., Montheillet F.2000.,, An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminum".*Mater. Sci. Eng. A*, 283 pp 274-288.

[14] Lee.DN.2005.,,Effect of Stacking Fault Energy on Evolution of Recrystallization Textures in Drawn Wires and Rolled Sheets".*Materials Science Forum*, 495-497 pp 1243-1248.

[15] Rao, P. N., D.Singh, R. Jayaganthan.2014.,,Mechanical properties and microstructural evolution of Al 6061 alloy processed by multidirectional forging at liquid nitrogen temperature". *Materials and Design*, pp 97–104.

[16] Chen, Y., Y.Li, L.He, C.Lu, H.Ding, Q.Li.2008.,,The influence of cryoECAP on microstructure and property of commercial pure aluminium".*Materials Letters*, pp 2821-2824.

[17] Panigrahi, S.K., R. Jayaganthan. 2011.,,Development of ultrafine-grained Al 6063 alloy by cryorolling with the optimized initial heat treatment conditions". *Materials and Design*, pp 2172–2180.

[18] Furukawa, M., Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon.1998.,,The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing". *Mater.Sci. Eng. A*, 328.

[19] Zhu, Y.T., T.C. Lowe.2000.,, Observations and Issues on Mechanism of Grain Refinement During ECAP Process". *Materials Science and Engineering A*, 46–53.

[20] Ungar, T., Scripta Materialia.2004.,, Microstructural Parameters from X-ray Diffraction Peak Broadening". 51 pp 777–781.

[21] Goodarzya, M.H., H. Arabi, M.A. Boutorabi, S.H. Seyedein, S.H. Hasani Najafabadi.2014.,,The effects of room temperature ECAP and subsequent aging on mechanical properties of 2024 Al alloy". *Journal of Alloys and Compounds*, pp 753–759.

[22] Williamson, G., W. Hall.1953.,,X-ray Line Broaden-ingfromjiled Aluminium and Wolfram". *Acta Metallurgica*, pp 22–31.

[23] Werenskiold. J.C., 2004.,,Equal channel angular pressing (ECAP) of AA6082:mechanical properties, texture and microstructural development".*Doctoral thesis*, The Norwegian University of Science and Technology (NTNU), Trondheim, October 2004.

[24] Zhao, Y.H., X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev,Y.T.Zhu.2004.,,Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing".*Acta Materialia*, pp 4589–4599.

[25] Fu, M.W., Y.W. Tham, H.H. Hng, K.B. Lim.2009.,,The grain refinement of Al6061 via ECAE processing: Deformation behavior, microstructure and property".*Mater. Sci. Eng A*, pp 84–92.

[26] Roven, H.J., M.Liu, J.C.Werenskiold. 2008.,,Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy". *Mater. Sci. Eng. A 483-484*, pp 54–58.

[27] Sharma, V.S., W.W.Jian, J.Wang, H.Conrad,Y.T.Zhu.2010.,,Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy".*J Mater Sci 45*, pp 4846–4850.

[28] Panigrahi, S.K., R.Jayaganthan. 2008.,,Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy".*Mater. Sci. Eng. A 492*, pp 300–305.

[29] Ko, Y.G., D.H.Shin, K.T.Park, C.S.Lee.2006.,,An analysis of the strain hardening behavior of ultra-fine grain pure titanium".*Scripta Mater.54*, pp 1785–1789.