

بررسی تأثیر فرایند اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ برنج ۶۰-۴۰

سید الیاس موسوی*، محمود مرآتیان و احمد رضاییان
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان

(دریافت مقاله: ۱۳۹۵/۰۴/۱۹ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۵/۰۱/۲۰)
DOI: 10.18869/acadpub.jcme.36.1.1

چکیده - اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، یکی از روش‌های معروف برای تولید مواد ریزدانه به‌شمار می‌آید. در این مطالعه، خواص مکانیکی آلیاژ برنج دو فازی ۶۰-۴۰ تحت فرایند اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار بررسی شد. به این منظور نمونه‌ها تا کرنش معادل ۲ در دمای ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد در مسیر C (پس از چرخش نمونه به اندازه ۱۸۰ درجه بین پاس‌ها) تحت فرایند اکستروژن قرار گرفتند. ریزساختار نمونه‌ها نشان داد که دانه‌های ریزی در مرزها تشکیل شدند که بیانگر وقوع تبلور مجدد در پاس‌های مختلف بود. مشاهده مسیرهای لغزش در ریزساختار نمونه‌ها نشان داد که حتی در چنین آلیاژی با انرژی نقص چیدن کم، لغزش نابجایی‌ها آغازگر تغییر شکل هستند. بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها نشان داد که با افزایش تعداد پاس، استحکام کششی، میکروسختی و انعطاف‌پذیری به‌صورت هم‌زمان افزایش یافت.

واژه‌های کلیدی: اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، آلیاژ برنج دو فازی، تغییر شکل پلاستیک شدید، استحکام، ریزساختار.

Investigating the Effect of Equal Channel Angular Extrusion on Microstructure and Mechanical Properties of the 60-40 Two-phase Brass Alloy

S. E. Mousavi*, M. Meratian and A. Rezaeian

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan Iran

Abstract: *Equal Channel Angular Pressing (ECAP) is currently one of the most popular methods for fabricating Ultra-Fine Grained (UFG) materials. In this study, mechanical properties of the 60-40 two phase brass processed were evaluated by ECAP. The samples were repeatedly ECAP-ed to strains as high as 2 at a temperature of 350 °C using route C. The microstructure of the samples showed that small grains were formed in the boundaries which indicates the occurrence of recrystallization in different passes. Observation of slip trace in the microstructure of the samples showed that even in such alloy with a low-stacking fault energy, dislocations slip trigger the deformation. Investigation of mechanical properties showed that with increasing the number of passes, tensile strength, microhardness and ductility improved at the same time.*

Keywords: *Equal Channel Angular Pressing (ECAP), Two phase brass alloy, Severe plastic deformation, Strength, Microstructure.*

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: se.m201a@gmail.com

آلیاژ برنج به دلیل دارا بودن خواص مکانیکی مطلوب شامل استحکام، سختی و همچنین مقاومت به خوردگی مناسب به صورت گسترده‌ای در کاربردهای صنعتی مورد استفاده قرار می‌گیرد. از جمله مهم‌ترین آنها می‌توان به پین‌ها و بست‌های مخازن سوخت کشتی و هواپیما اشاره کرد [۱-۳]. به‌طور معمول به منظور بهبود استحکام و قابلیت ماشین‌کاری، از سرب به‌عنوان عنصر آلیاژی افزودنی به این آلیاژ استفاده می‌شود [۲] و [۴]. اخیراً استفاده از عنصر سرب به دلیل تأثیرات مخرب زیستی به شدت کاهش یافته است. به همین دلیل محققین استفاده از روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید^۱ را به‌منظور بهبود خواص مکانیکی آلیاژ برنج دو فازی عاری از عنصر سرب پیشنهاد کردند. افزایش استحکام در عین بهبود انعطاف‌پذیری^۲، از مزایای این روش‌ها نسبت به سایر روش‌های استحکام‌دهی فلزات به‌شمار می‌رود. در روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید، عدم تغییر در ابعاد نمونه تولیدی، سبب افزایش انرژی و تنش‌های داخلی شده که صرف ریز شدن دانه‌ها از طریق افزایش چگالی نابجایی‌ها در مرزهای فرعی و تبدیل آنها به مرزهای اصلی می‌شود [۵]. از این‌رو این روش‌ها به‌عنوان روش‌های مناسب برای ریز کردن دانه‌ها در حد نانو و میکرومتر مطرح هستند. فوق ریزدانه شدن علاوه بر افزایش استحکام می‌تواند تأثیر مثبتی بر افزایش انعطاف‌پذیری نیز داشته باشد. با کاهش اندازه دانه، چگالی مرزها به‌عنوان موانعی برای حرکت نابجایی‌ها زیاد می‌شود. این امر واکنش میدان‌های تنشی بین نابجایی‌ها و مرزها را افزایش داده و حرکت نابجایی‌ها را سخت می‌کند که سبب افزایش استحکام نمونه می‌شود. از طرفی دیگر با کاهش اندازه دانه، تغییر شکل توسط سُرش دانه‌ها بیشتر شده که باعث بهبود انعطاف‌پذیری نمونه به خصوص در دماهای بالا می‌شود. لذا می‌توان با صرفه‌جویی در هزینه، زمان و دور ریز ماده کمتر، نمونه‌ای به مراتب مستحکم‌تر، چگال‌تر و شکل‌پذیرتر را تولید کرد. از معروف‌ترین روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید می‌توان به

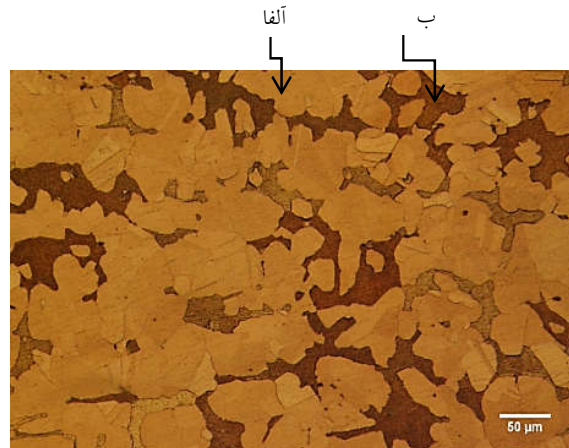
اکستروژن یا فشار در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار^۳ (ECAP)، پیچش تحت فشار زیاد^۴ (HPT) [۶]، اتصال نورد تجمعی^۵ (ARB) [۷] اشاره کرد. روش اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار که در آن به‌واسطه جلوگیری از تغییرات ابعاد نمونه، کرنش برشی شدیدی ایجاد می‌شود، روش مناسبی برای ریزدانه کردن این آلیاژ است. این روش در اوایل دهه ۸۰ توسط سگال و همکاران در انستیتو واقع در مینسک^۶ در اتحاد جماهیر شوروی^۷ سابق ابداع شد [۸ و ۹]. در آن زمان این روش صرفاً به‌عنوان یک روش تغییر شکل که در آن کرنش شدیدی به واسطه تنش‌های برشی ساده موجود در قالب اعمال می‌شود معرفی شد. این وضعیت از اوایل دهه ۹۰ که گزارش‌هایی مبنی بر تولید فلزات فوق ریزدانه با خواص مطلوب به وسیله این روش توسط ولیف و همکاران [۱۰ و ۱۱] ارائه شد تغییر یافت. تاکنون تأثیر این روش بر خواص مکانیکی و تغییرات ریزساختار بسیاری از فلزات و آلیاژهای تک‌فاز بررسی شده است. اما مطالعات انجام شده بر تغییر شکل پلاستیک شدید این آلیاژ بسیار محدود بوده که دلیل آن می‌تواند انرژی نقص چیدن کم آن باشد [۱۲-۱۵]. بنابراین در این مطالعه به بررسی خواص مکانیکی آلیاژ برنج دو فازی بدون سرب تحت فرایند اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار در دمای ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد در مسیر C پرداخته شد.

۲- مواد و روش آزمایش

در این تحقیق به‌منظور تولید آلیاژ برنج ۴۰-۶۰ بدون سرب از روش ریخته‌گری استفاده شد. کم بودن دمای جوش عنصر روی که سبب اتلاف این عنصر در حین ذوب‌ریزی می‌شد از مشکلات ریخته‌گری این آلیاژ به حساب می‌آمد. به‌منظور دستیابی به ترکیب مورد نظر، شمش مس و روی به نسبت ۳ به ۲/۵ در قالب فلزی ریخته‌گری شدند. جدول (۱) ترکیب شیمیایی نهایی شمش تولیدی را نشان می‌دهد. شمش‌های تولیدی به‌منظور حذف معایب ریخته‌گری، در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت عملیات فورج داغ قرار گرفتند که پس از

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ برنج دو فازی ۴۰-۶۰

عناصر	Cu	Zn	Pb	سایر عناصر
درصد وزنی	۶۰/۱۷	۳۹/۸۲	۰/۰۰۳	مقدار باقی مانده



شکل ۱- ریزساختار نمونه آنیل شده

آزمایشگاهی به شکل دیسک از قسمت میانی نمونه‌های استوانه‌ای جدا و در جهت محور اکستروژن بریده شدند و پس از آماده‌سازی و اچ در محلول کلروفریک الکلی، ریزساختار با استفاده از میکروسکوپی نوری مدل Olympus بررسی شد. به منظور بررسی خواص مکانیکی، آزمون میکروسختی با اعمال بار ۵۰ گرم با مدت زمان نشست ۱۵ ثانیه بر نمونه‌ها انجام شد. همچنین برای بررسی رفتار کششی، از مقطع موازی با جهت اکستروژن، نمونه‌های کشش به ضخامت ۱/۵، طول ۱۳ و عرض ۲/۵ میلی‌متر ساخته شد [۱۶]. آزمون کشش توسط دستگاه Hounsfield مدل H50KS با سرعت ثابت ۰/۵ میلی‌متر بر دقیقه و در دمای محیط انجام شد.

۳- بحث و نتایج

۳-۱- بررسی ریزساختار

شکل (۱)، ریزساختار نمونه اولیه را نشان می‌دهد که پس از ریخته‌گری به منظور حذف عیوب، تحت فرایند فورج قرار گرفت و سپس در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت آنیل شد. همان‌طور که مشاهده می‌شود این آلیاژ از

تراشکاری، نمونه‌های استوانه‌ای با ابعاد ۳۰۰×۲۰۰ میلی‌متر به دست آمد. سپس این نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد آنیل شدند.

قالب اکستروژن مورد استفاده در این مطالعه دارای زاویه ۱۲۰ و زاویه انحنای خارجی ۴۵ درجه و قطر کانال ۲۰ میلی‌متر بود. جنس این قالب از فولاد گرم‌کار H13 بود که پس از کوئچ و تمپر سختی آن به ۵۲HRC رسید. قالب به وسیله المنت‌های میله‌ای گرم شد. به این منظور سه المنت میله‌ای فولادی با توان ۲۰۰۰ وات به صورت موازی به هم بسته شدند و با استفاده از پتو و پنبه نسوز از اتلاف حرارت جلوگیری شد. فرایند اکستروژن در کانال‌های هم‌مقطع زاویه‌دار، در دمای ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد در مسیر C و برای ۳ پاس انجام شد. علت انتخاب این مسیر چرخش ۱۸۰ درجه‌ای نمونه در هر پاس بود، که سبب کاهش میزان تنش پسماند و انرژی ذخیره شد. سرعت حرکت سنبه در تمام مدت فرایند یک میلی‌متر بر ثانیه بود. به منظور کاهش اصطکاک و جلوگیری از ایجاد ترک‌های سطحی اسپری دی سولفید مولیبدن بهترین تأثیر روانکاری را از خود نشان داد. به منظور بررسی ریزساختار نمونه‌ها، نمونه‌های



شکل ۲- ریزساختار نمونه پس از پاس اول

مکانیزم غالب تغییر شکل حرکت نابجایی‌ها در سیستم‌های لغزشی است.

نکته قابل توجه دیگر در شکل (۲) این است که خطوط لغزشی فاز آلفا به صورت صاف و مستقیم بوده این در حالی است که در فاز بتا با توجه به اینکه جهت لغزشی چندان مرجحی وجود ندارد خطوط لغزشی به صورت موجی شکل بوده ضمن اینکه بیش از یک صفحه لغزش در ساختار فعال شده است که این امر به دلیل تفاوت در ساختار کریستالی دو فاز است.

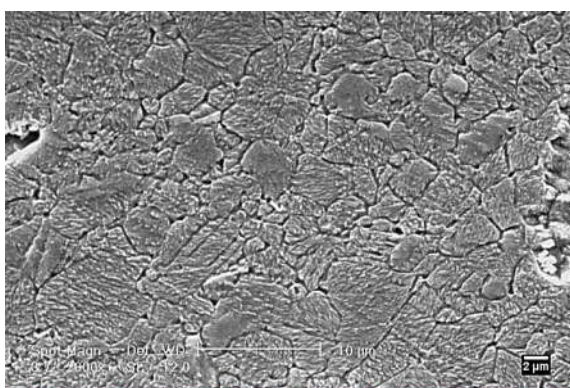
علت این امر می‌تواند به تفاوت در تنش مورد نیاز برای شروع لغزش در دو فاز باشد. از آنجایی که استحکام تسلیم و تنش برشی بحرانی فاز آلفا کمتر از فاز بتا است [۱۹ و ۲۰]، ابتدا سیستم‌های لغزشی در فاز آلفا فعال شدند. ضمن اینکه کم بودن دما و زیاد بودن نرخ کرنش نیز تغییر شکل در فاز بتا را به تعویق می‌اندازد. شکل (۳) ریزساختار نمونه پس از پاس دوم را نشان می‌دهد. مهم‌ترین تفاوت این شکل با شکل (۲) افزایش چگالی دوقلویی‌ها، افزایش و نزدیک شدن خطوط لغزشی به هم و رسیدن آنها به فصل مشترک به خصوص در فاز آلفا است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در فاز آلفا همه خطوط در یک جهت بوده و تقاطعی با یکدیگر ندارند. همان‌طور که گفته شد، نمونه‌ها در مسیر C تحت فرایند قرار گرفتند از آنجا که در این مسیر، نمونه‌ها پس از هر پاس ۱۸۰ درجه می‌چرخند و وارد

دو فاز آلفا (قسمت‌های روشن) با ساختار کریستالی FCC و بتا (قسمت‌های تیره) با ساختار کریستالی BCC تشکیل شده است [۱۷]. شکل (۲)، تصویر ریزساختار نمونه پس از یک بار عبور را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، تقسیم‌بندی دانه‌ها به قسمت‌های ریزتر نسبت به نمونه آنیل کاملاً مشخص است. در شکل (۲) در فاز آلفا، یک سری خطوط سیاه رنگ موازی مشاهده می‌شود که طبق تحقیقات انجام شده بر این آلیاژ معرف مسیره‌های لغزش هستند [۱۸-۲۰]، همچنین تعدادی دوقلویی آنیل و توزیع نامنظمی از دانه‌های ریز با اندازه‌های مختلف دیده می‌شود.

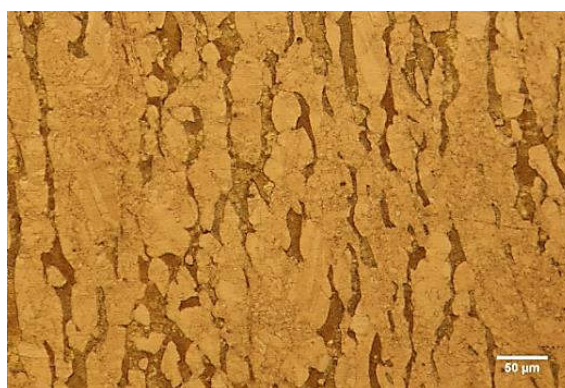
همان‌طور که مشاهده می‌شود بیشتر این خطوط با افق حدوداً زاویه ۴۵ درجه می‌سازند که با زاویه صفحه برشی قالب نسبت به افق برابری می‌کند. در این زاویه بیشترین میزان تنش برشی که حاصل تنش فشاری در دیواره بالایی و تنش کششی در دیواره پایینی قالب است به نمونه وارد می‌شود [۲۱]. ضمن اینکه در این محدوده از زاویه، میزان فاکتور اشמיד بیشینه بوده و لغزش راحت‌تر اتفاق می‌افتد. نکته قابل توجه در این تصاویر مشاهده خطوط لغزشی در هر دو فاز است. مشاهده می‌شود که در هر دو فاز به خصوص فاز زمینه چگالی زیادی از مسیره‌های لغزش وجود دارد. این بدین معنی است که حتی در چنین آلیاژی با انرژی نقص چیدن بسیار کم [۲۲]، در پاس اول تغییر شکل که کرنشی حدود ۶۵ درصد در ماده ایجاد می‌شود [۲۳]،



شکل ۳- ریزساختار نمونه پس از پاس دوم



(ب)



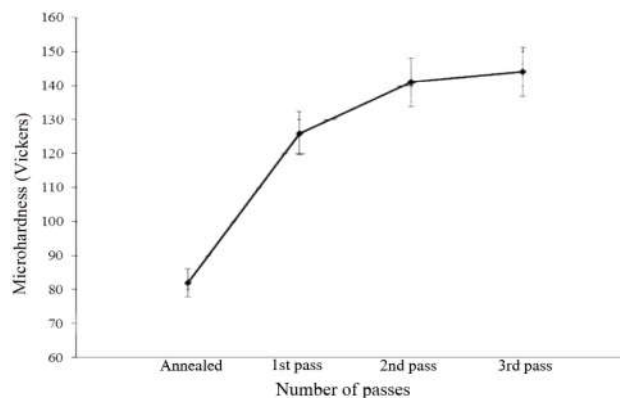
(الف)

شکل ۴- ریزساختار نمونه پس از پاس سوم: (الف) تصویر میکروسکوپی نوری و (ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی ثانویه

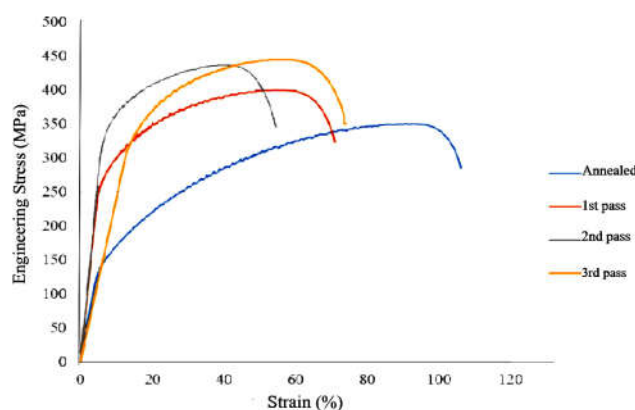
۳-۲- ریزسختی

در شکل (۵) تغییرات سختی نمونه‌ها بر حسب تعداد پاس در مسیر C نشان داده شده است. در این کردار افزایش پیوسته میکروسختی با افزایش تعداد پاس مشاهده می‌شود. پس از پاس اول سختی از ۸۱ ویکرز به ۱۲۶ ویکرز و پس از پاس دوم به ۱۴۱ ویکرز افزایش می‌یابد و برخلاف دو پاس اول شیب منحنی با افزایش تعداد پاس کاهش می‌یابد. مشاهده می‌شود در پاس دوم میکروسختی با شیب بیشتری نسبت به پاس سوم افزایش می‌یابد. دلیل این امر این است که در پاس دوم بازیابی دینامیکی انجام شده و چگالی نابجایی‌ها نسبت به پاس اول تا حدی کاهش یافت. اما نابجایی‌های باقیمانده قفل شده و لغزش به سختی انجام می‌شود که سبب افزایش میکروسختی فاز آلفا می‌شود [۲۴]. در پاس سوم، شیب افزایش میکروسختی کاهش

قالب می‌شوند، مسیرهای کرنش پاس جدید دقیقاً منطبق بر مسیرهای کرنش پاس قبل هستند [۲۴]. بنابراین با افزایش تعداد پاس هیچ گونه تقاطعی در این مسیرها مشاهده نمی‌شود. شکل (۴) ریزساختار نمونه را پس از پاس سوم نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در پاس سوم ریزساختاری متفاوت از ریزساختار دو پاس قبل به وجود می‌آید که در آن تقسیم‌بندی در هر دو فاز به اجزای کوچک‌تر به صورت چشم‌گیری انجام شده است و به همین دلیل سیستم‌های لغزشی و دوقلوبی‌ها به سختی قابل تشخیص هستند. دانه‌های تبلور مجدد یافته در فاز بتا به وضوح مشاهده می‌شود. همچنین در دانه‌هایی از فاز آلفا که تبلور مجدد صورت نگرفته، دوقلوبی آنیل تشکیل شده است که نیرو محرکه آن، انرژی ذخیره شده ناشی از دو پاس اول است.



شکل ۵- تغییرات میکروسختی با افزایش تعداد پاس در مسیر C



شکل ۶- تغییرات تنش بر حسب کرنش

تغییر شکل یافته، میزان افزایش طول کاهش چشم‌گیری نسبت به نمونه آنیل نداشته، مضاف بر اینکه بر خلاف انتظار در پاس‌های بالا میزان افزایش طول افزایش یافت.

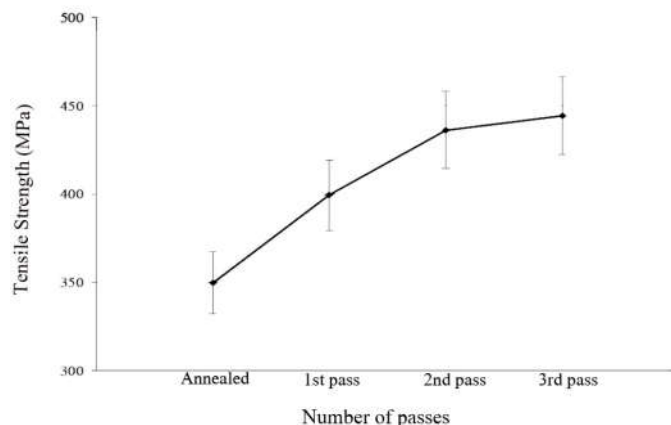
به‌طور معمول در آلیاژهایی که تحت فرایندهای مختلف تغییر شکل قرار می‌گیرند چگالی نابجایی‌ها افزایش می‌یابد. از آنجا که با ادامه تنش، چگالی مرز دانه افزایش می‌یابد، نابجایی‌ها پشت این موانع متوقف شده و در یکدیگر قفل می‌شوند. این امر سبب افزایش میزان استحکام و کاهش میزان افزایش طول می‌شود. در پاس اول تغییر شکل به دلیل افزایش چگالی نابجایی‌ها، استحکام افزایش و میزان افزایش طول نسبت به نمونه آنیل کاهش می‌یابد. در پاس دوم استحکام نسبت به پاس اول افزایش و میزان افزایش طول کاهش یافته و در پاس

یافته که می‌تواند به دلیل شروع پدیده تبلور مجدد در ساختار باشد.

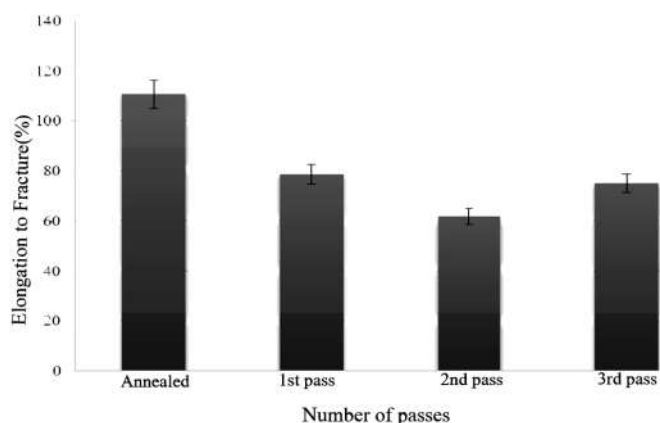
۳-۳- خواص کششی

شکل (۶) کردار تغییرات تنش بر حسب کرنش برای نمونه آنیل و نمونه‌های فرایند شده را نشان می‌دهد و در شکل (۷) برای بررسی دقیق‌تر تغییرات استحکام کششی نسبت به افزایش تعداد پاس ارائه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، افزایش استحکام کششی روندی مشابه با افزایش میکروسختی در شکل (۵) دارد. با شروع تغییر شکل در پاس اول، استحکام کششی افزایش یافته و این افزایش تا پاس سوم ادامه یافت.

شکل (۸) تغییرات افزایش طول تا نقطه شکست را در پاس‌های مختلف نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که نمونه‌های



شکل ۷- تغییرات استحکام کششی بر اساس افزایش طول



شکل ۸- تغییرات افزایش طول بر اساس افزایش تعداد پاس

موانع مرزدانه‌ای ایجاد کرده و این امر سبب بهبود انعطاف پذیری می‌شود [۲۵]. به همین دلیل در پاس‌هایی که ریزساختار دوگانه دارند بهبود هم‌زمان انعطاف‌پذیری و استحکام قابل توجهیه است. علاوه بر این از آنجا که در پاس دوم تا حدودی بازیابی دینامیکی در ساختار انجام شده نابعایی‌ها در پاس سوم به دلیل تراکم کمتر جنگل نابعایی راحت‌تر می‌توانند حرکت کنند و این دلیل دیگری برای عدم کاهش انعطاف‌پذیری در پاس سوم است.

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق، آلیاژ برنج دو فازی ۴۰-۶۰ ریخته‌گری و فورج

سوم علی‌رغم افزایش استحکام، افزایش طول کاهشی را نسبت به پاس دوم نشان نمی‌دهد. تبلور مجدد از پاس اول آغاز و ساختاری دوگانه شامل دانه‌های ریز و درشت در ساختار ایجاد شد. دانه‌های ریز تبلور مجدد حاصل از پاس اول، در پاس دوم رشد کرده و ساختاری همگن به‌وجود آمد و در پاس سوم مجدداً ساختاری دوگانه با کسر تبلور مجدد بیشتر نسبت به پاس اول ایجاد شد. وجود ترکیبی از دانه‌های ریز و درشت منجر به بهبود هم‌زمان خواص مکانیکی نمونه می‌شود. به این ترتیب که دانه‌های ریز با ایجاد ممانعت برای حرکت نابعایی‌ها، استحکام را افزایش می‌دهند. این در حالی است که دانه‌های درشت فضای مناسبی را برای لغزش نابعایی‌ها بدون حضور

مکانیکی نمونه‌ها پس از پاس‌های مختلف افزایش پیوسته استحکام و سختی را با افزایش تعداد پاس‌ها نشان داد. ضمن اینکه میزان انعطاف‌پذیری تا پاس دوم کاهش و نهایتاً در پاس سوم افزایش یافت.

شد و سپس در دمای ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد در قالب ۱۲۰ درجه تحت فرایند قرار گرفت. انجام فرایند اکستروژن بر این آلیاژ، با موفقیت تا سه پاس انجام و دانه‌های تبلور مجدد در اطراف مرزها از پاس اول تشکیل شدند. بررسی خواص

واژه‌نامه

1. Severe plastic deformation
2. ductility
3. Equal Channel Angular Pressing
4. high pressure Torsion

5. Accumulative Roll Bonding
6. minsk
7. Soviet Union

مراجع

1. Xia, Z., and Szklarska-Smialowska, Z., "Pitting of Admiralty Brass", *Corrosion Engineering*, Vol. 46, No. 1, pp. 85-88, 1990.
2. Laporte, V., and Mortensen, A., "Intermediate Temperature Embrittlement of Copper Alloy", *International Materials Reviews*, Vol. 54, pp. 94-116, 2009.
3. Brooks, C. R., *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloy*, ASM International, Metals Park, Ohio, 1982.
4. Davis, J. R., *Alloying, Understanding the Basics*, ASM International, Materials Park, Ohio, 2001.
5. Mishra, A., Kad, B. K., Gregori, F., and Meyers, M. A., "Microstructural Evolution in Copper Subjected to Severe Plastic Deformation: Experiments and Analysis", *Acta Materialia*, Vol. 55, pp. 13-28, 2007.
6. Zhilyaev, A. P., Nurislamova, G. V., Kim, B. K., Baro, M. D., Szpunar, J. A., and Langdon, T. G., "Experimental Parameters Influencing Grain Refinement and Microstructural Evolution During High-Pressure Torsion", *Acta Mater*, Vol. 51, pp. 753-765, 2003.
7. Saito, Y., Tsuji, N., Utsunomiya, H., Sakai, T., and Hong, R. G., "Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process", *Scripta Materialia*, Vol. 39, pp. 1221-1127, 1998.
8. Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K., and Alexandrov, I. V., "Bulk Nano Structured Materials from Severe Plastic Deformation", *Progress in Materials Science*, Vol. 45, pp. 103-189, 2000.
9. Segal, V. M., *USSR Patent*, No. 575892, 1977.
10. Valiev, R. Z., Krasilnikov, N. A., and Tsenev, N. K., "Plastic Deformation of Alloys with Submicron-Grained Structure", *Material Science and Engineering A*, Vol. 137, pp. 35-40, 1991.
11. Valiev, R. Z., Korznikov, A. V., and Mulyukov, R. R., "Structure and Properties of Ultrafine-Grained Materials Produced by Severe Plastic Deformation", *Material Science and Engineering A*, Vol. 168, pp. 141-148, 1993.
12. Dutkiewicz, J., Masdeu, F., Malczewski, P., and Kukula, A., "Microstructure and Properties of $\alpha+\beta$ Brass after ECAP Processing", *Materials Science and Engineering*, Vol. 39, pp. 80-83, 2009.
13. Kim, H. S., Kim, W. Y., and Song, K. H., "Effect of Post-Heat-Treatment in ECAP Processed Cu-40%Zn Brass", *Alloys and Compounds*, Vol. 536S, pp. 200-203, 2012.
14. Neishi, K., Horita, Z., and Langdon, T. C., "Achieving Superplasticity in a Cu-40%Zn Alloy through Severe Plastic Deformation", *Scripta Materialia*, Vol. 45, pp. 965-970, 2001.
15. Neishi, K., Uchida, T., Yamauchi, A., Nakamura, K., Horita, Z., and Langdon, T. G., "Low-Temperature Superplasticity in a Cu- Zn- Sn Alloy Processed by Severe Plastic Deformation", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 307, pp. 23-28, 2001.
16. ASTM, E8/E8M-09, "Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials", ASTM International, ASTM, 2011.
17. Fat-halla, N., Takasugi, T., and Izumi, O., "Operative Slip Systems in Alpha-Beta Brass Two-Phase Bicrystals at 150 K", *Journal of Materials Science*, Vol. 14, pp. 1651-1656, 1979.
18. Fat, N., Takasugi, T., and Izumi, O., "Deformation and Fracture of Alpha-Beta Brass Two-Phase Bicrystals at 450 K", *Metalurgical Transactions A*, Vol. 20, pp. 1351-1356, 1979.
19. Fat, N., Takasugi, T., and Izumi, O., "Deformation and Fracture of Alpha-Beta Brass Two-Phase Bicrystals at 150 K", *Metalurgical Transactions A*, Vol. 10, pp. 1341-1346, 1979.
20. Kim, H. S., Soe, M. H., and Hong, S. I., "On the Die Corner Gap Formation in Equal Channel Angular Pressing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 291, pp. 86-90, 2000.

21. Li, Y. S., Tao, N. R., and Lu, K., "Microstructural Evolution and Nanostructure Formation in Copper During Dynamic Plastic Deformation at Cryogenic Temperatures", *Acta Mater*, Vol. 56, pp. 230-241, 2008.
22. Iwahashi, Y., Wang, J., Horita, Z., Nemoto, M., and Langdon, T. G., "Principals of Equal Channel Angular Pressing for the Processing of Ultrafine Grained Materials", *Scripta Materialia*, Vol. 35, pp. 143-146, 1996.
23. Zhu, Y. T., and Lowe, T. C., "Observations and Issues on Mechanisms of Grain Refinement during ECAP Process", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 291, pp. 46-53, 2000.
24. Valiev, R. Z., Alexandrov, I. V., Zhu, Y. T., and Lowe, T. C., "Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed by Severe Plastic Deformation", *Materials Research Society*, Vol. 17, No. 1, pp. 5-8, 2002.