

# Affinamento del grano di leghe di Alluminio AA5754 e AA6082 mediante notevole deformazione plastica

M. Cabibbo, M. Di Sabatino, E. Evangelista, V. Latini

*Il presente lavoro, mette a confronto la microstruttura delle leghe estruse AA5754 (Al-Mg) ed AA6082 (Al-MgSi) sottoposte a notevoli deformazioni plastiche di taglio a temperatura ambiente mediante la tecnica ECAP (Equal Channel Angular Pressing). In entrambe le leghe, dopo una deformazione vera di 4, la struttura è caratterizzata da grani aventi una dimensione media del grano dell'ordine di 0,5µm. Ulteriori deformazioni non apportano sensibili riduzioni nelle dimensioni dei grani. Misure statistiche sono state effettuate nelle leghe processate con ECAP per determinare le variazioni della frazione in volume e della grandezza dei precipitati.*

Parole chiave: alluminio e leghe, ECAP, microstruttura, TEM

## INTRODUZIONE

È ben noto l'interesse che i produttori e gli utilizzatori di materiali metallici rivolgono all'affinamento del grano per i benefici effetti derivanti alle proprietà meccaniche; è prassi consolidata l'uso esteso di dispersoidi per il controllo del grano nel corso della solidificazione e la messa a punto di procedure di laminazione controllata per ottenere prodotti semifiniti con grani di pochi micron. Trattamenti termomeccanici sono stati messi a punto per le leghe di alluminio e di titanio per ottenere granulometrie fini e stabili ad elevate temperature in leghe da formare in modo superplastico. Da qualche anno le agenzie di ricerca di molti paesi industrializzati finanziano numerosi programmi di ricerca dedicati all'affinamento del grano negli acciai e in particolare in quelli ferritici. Alcuni risultati di queste ricerche riportati su pubblicazioni scientifiche si riferiscono alla messa a punto di cicli di laminazione controllata, che includono passate di elevate deformazioni a basse temperature, in grado ottenere su impianti di produzione acciai con grani fini attorno al micron. A notevoli deformazioni plastiche vengono sottoposte le polveri di elementi metallici utilizzate per la produzione di leghe (in polvere) per via meccanica. È ormai assodato che le elevate proprietà chimiche e fisiche delle leghe così ottenute, scaturiscono dalla loro struttura nanocristallina. Numerosi tentativi di addensare queste polveri in prodotti massivi falliscono in quanto alle alte temperature di sinterizzazione molte proprietà vengono perse. Recentemente con lo scopo di ottenere strutture nanocristalline nei materiali metallici massivi, sono state messe a punto a livello di laboratorio, diverse tecniche basate sostanzialmente sull'applicazione di notevoli deformazioni plastiche a materiali metallici massivi. Tra queste figurano: Equal Channel Angular Pressing (ECAP), High Pressure Torsion (HPT), Multipass Coin Forge (MCF) e Multi Axis Deformation (MAD) [2]. Le non comuni proprietà meccaniche che i materiali processati con queste tecniche manifestano, stanno suscitando notevole in-

teresse nella comunità scientifica internazionale anche in vista di un loro impiego nelle costruzioni meccaniche.

Per gli sviluppi industriali di queste tecniche la più promettente è ritenuta l'ECAP [3] che portata su presse di scala industriale potrebbe essere in grado di processare billette di diversi centimetri di diametro. Attualmente in laboratorio si producono billette di 4 cm di diametro con presse da 50 t.

## IL PROCESSO ECAP

Lo stampo per l'ECAP consiste di due canali di ugual sezione che si intersecano a 90°. La billetta viene inserita in un canale e forzata con un punzone nell'altro canale, fig.1. Nella ristretta zona di intersezione dei due canali, la billetta subisce una notevole deformazione di taglio di circa 1. Non subendo variazioni di sezione, la billetta può essere ripressata numerose volte; si è visto che ruotandola di 90° in ogni passata; la deformazione effettiva accumulata nel corso di

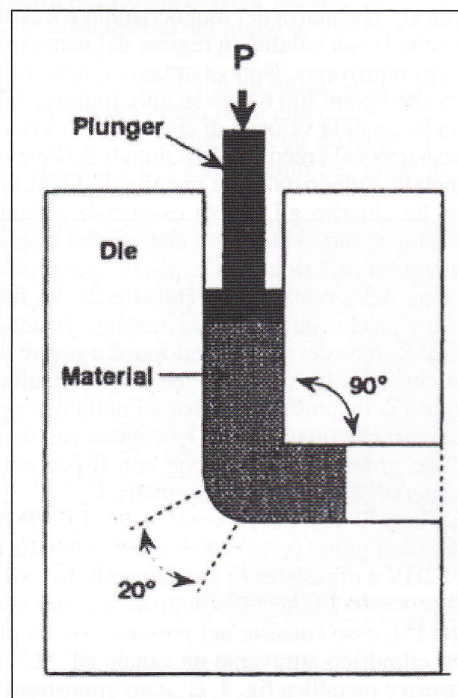


Figura 1. Schema di uno stampo ECAP

Figure 1. Geometry of an ECAP die

M. Cabibbo, M. Di Sabatino, E. Evangelista, V. Latini  
INFM/ Dipartimento di Meccanica, Università di Ancona

Memoria pervenuta il 10 dicembre 2002

MEMORIE

1/2003

Materiale	Trattamento	R <sub>s</sub> [MPa]	R <sub>max</sub> [MPa]	A [%]
a-Fe	Standard	200	350	21
	ECAP	850	980	6
Cu (99.98%)	Standard	100	480	11
	ECAP	400	240	11
Ni (99.86%)	Standard	170	400	22
	ECAP	600	920	8
Acciaio austenitico	Standard	210	560	60
	ECAP	1340	1550	27
Al 5056	Standard	122	288	43
	ECAP	280	340	25
Al 1100	Standard	34	90	40
	ECAP	190	-	25
Al 3004	Standard	70	180	25
	ECAP	370	-	15

Tabella 1. Principali proprietà meccaniche per alcuni materiali  
Table 1. Mechanical properties for various materials

ripetuti passaggi affina i grani fino a dimensioni nanometriche cioè dello stesso ordine dei sottogranì che rappresentano il limite raggiungibile. Quindi i cambiamenti nella microstruttura indotti dalle elevate deformazioni sono riconducibili: a) alla produzione di grani equiassici di dimensioni submicrometriche con confini ad alto angolo (>15°), non in equilibrio a causa delle elevate tensioni residue e b) alla dissoluzione dei precipitati secondari. Quest'ultimo aspetto è molto importante specie per le leghe di alluminio da trattamento termico che negli stati di tempra, caratterizzati dalle fasi indurenti, subiscono una solubilizzazione che può definirsi meccanica.

A basse temperature, l'affinamento del grano ha effetti benefici sulla resistenza a trazione, secondo la relazione di Hall-Petch, con trascurabile o nessuna riduzione della duttilità; ad alte temperature, se i grani affinati si mantengono stabili, è possibile operare formatura superplastica ad elevate velocità ( ). Per quanto attiene la dipendenza della resistenza,  $\sigma$ , dalla grandezza del grano,  $d$ , secondo la nota relazione di Hall-Petch:

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-1/2}$$

con  $\sigma_0$  resistenza del monocristallo e  $k$  costante, va ricordato che la sua validità in regime dei nanocristalli è poco chiara e controversa. Non va tuttavia ignorata l'influenza negativa che i grani fini hanno su altre importanti proprietà meccaniche quali la velocità di crescita delle cricche per fatica e la resistenza al creep. Le basi quindi dell'elevata resistenza dei metalli nanocristallini è materia di dibattito e nessuna teoria ne ha chiarito gli aspetti essenziali. Alcuni autori recentemente hanno evidenziato che confini di grano definiti "non in equilibrio" riducono la plasticità e producono una deviazione della relazione di Hall-Petch. Va inoltre sottolineato che l'effetto delle elevate tensioni residue sulle proprietà meccaniche dei metalli sottoposti a severe deformazioni plastiche è molto discusso ma tuttora risulta poco chiarito a causa delle ambiguità esistenti nella determinazione dei parametri che quantificano le tensioni stesse. Il miglioramento delle proprietà meccaniche con il processo ECAP su altri materiali è riportato nella tabella 1.

La lega Ti-6Al4V, processata con ECAP fino ad una grandezza di grano 0,2 $\mu$ , registra aumenti della durezza da 287 a 352HV e di resistenza a trazione da 742 a 1066 MPa [4]. Il processo ECAP fu sviluppato attorno agli anni '70 da Segal [5]; esso consiste nel pressare con un punzone un provino cilindrico attraverso un canale ad "L", realizzato in una matrice metallica fig. 1. E' stato dimostrato che per un ang-

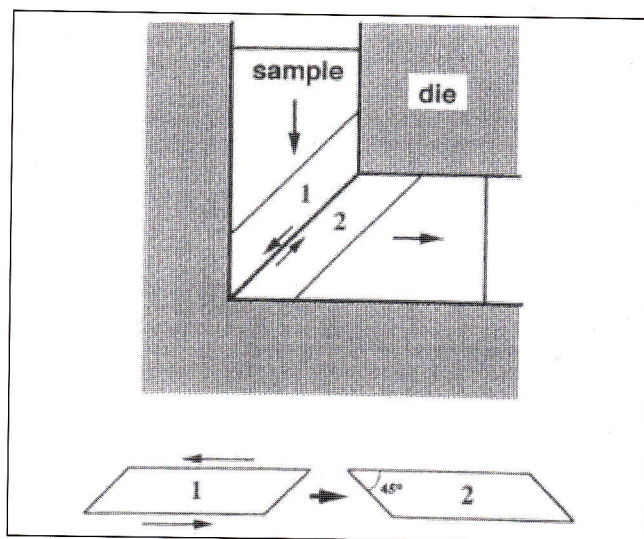


Figura 2. Andamento delle tensioni di taglio per un campione durante processo ECAP

Figure 2. Shear stress in an ECAP sample

lo  $\psi$  tra i due tronchi del canale pari a 90° dopo ogni passata il provino subisce una deformazione reale pressoché unitaria. Una caratteristica importante del processo è che la sezione del provino resta costante anche dopo elevate deformazioni, in quanto la deformazione è di puro taglio, fig. 2. Per il processo ECAP, sono state studiate diverse modalità di deformazione per il provino. Secondo la nomenclatura ormai accettata [6,7] nella modalità A il provino non viene ruotato attorno al suo asse longitudinale tra le passate, in quella B<sub>c</sub> la rotazione è di 90° nella stessa direzione ad ogni passata, in quella C la rotazione tra le passate è di 180°.

Nei processi di rotazione A la deformazione aumenta all'aumentare della tensione, mentre nel processo B<sub>c</sub> si ottengono elementi cubici ogni 4 passate. Nel processo di rotazione C la struttura resta indeformata lungo la direzione di uno dei tre assi, mentre nella rotazione B<sub>c</sub> la deformazione avviene lungo tutti gli assi.

Il presente lavoro mette a confronto le proprietà meccaniche di due leghe di alluminio processate e presenta l'evoluzione microstrutturale nel corso delle passate del processo ECAP.

#### PROCEDURE SPERIMENTALI

Sono state studiate due leghe di alluminio: AA5754 e AA6082 ricevute in forma di piastre con composizione riportata nella tabella 2. I provini cilindrici con diametro di 1 cm e lunghezza di 8 cm., sono stati ricavati dalle piastre e successivamente sono stati ricotti alla temperatura di 530°C per 1 ora.

La pressatura è stata fatta usando una velocità di avanzamento del punzone di 7 mm/s con MoS<sub>2</sub> come lubrificante. Le prove ECAP sono state condotte a temperatura ambiente usando uno stampo aperto con due canali di 1 cm di diametro posti a 90° in modo da imprimere ai provini una deformazione equivalente di circa 1. I provini sono stati sottoposti a 6 passate con le modalità B<sub>c</sub> (5754) e C (6082).

Legna	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Al
5754	0.4	2.4	0.4	0.1	0.2	0.3	0.2	-	Bal.
6082	1.2	1.0	0.5	0.1	0.6	0.2	0.1	0.1	Bal.

Tabella 2. Composizione chimica della lega AA 5754 e della lega AA 6082 (wt.%)

Table 2. AA5754 and AA 6082 alloy chemical composition (wt%)

Su dischetti tagliati dai provini, sono state effettuate le prove di microdurezza con microdurometro sotto un carico di 200 gf per un tempo di permanenza di 15 sec.

Per le osservazioni al TEM i campioni delle leghe sono stati assottigliati meccanicamente su carte abrasive fino a 150 µ. Successivamente quelli della lega 5754 sono stati assottigliati fino alla trasparenza mediante doppio getto di una soluzione preparata con il 10% di HClO<sub>4</sub>, il 20% di C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> e il 70% di C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH alla temperatura di -15°C con 38V, mentre quelli della lega 6082 con una soluzione al 30% di HNO<sub>3</sub> in metanolo alla temperatura di -35°C con 8V. Per le osservazioni al TEM è stato utilizzato un microscopio elettronico Philips CM-200 operante a 200 kV, equipaggiato di porta-campione a doppio-tilt.

Lo studio al TEM è stato focalizzato sull'evoluzione della disorientazione tra bordi di grano e, quindi, le trasformazioni da bordo di sottograno a bordo di grano. Parallelamente è stata studiata l'influenza della severa deformazione plastica sulla densità delle seconde fasi nelle due leghe considerate

RISULTATI E DISCUSSIONE

La Figura 3 riporta i valori di durezza per le differenti passate ECAP. Già dopo una sola passata le leghe incrudiscono in modo rilevante. In entrambi i casi l'aumento percentuale è stato pari a circa il 20% sul massimo raggiunto da ognuna delle due leghe (100 HV<sub>200</sub> per la 5754 e 145 HV<sub>200</sub> per la

6082). Nel caso della lega 6082, dopo la seconda passata ECAP, i valori di durezza raggiungono un plateau; al contrario la lega 5754 presenta il plateau dopo 4 passate.

Osservazioni microstrutturali

La figura 4 mostra due micrografie al microscopio ottico rappresentative del campione della lega AA6082 (a sinistra) e AA5754 (a destra) entrambi solubilizzati. I grani erano di 12 µm per la lega 5754 e di 6 µm per 6082. Per una più precisa valutazione della dimensione dei grani e dei sottograni dei provini processati è stato utilizzato il microscopio elettronico in trasmissione (TEM). La misura media dei grani nei provini processati è stata effettuata misurando almeno 40 grani con confini ben definiti.

La lega 6082 che presentava già prima del processo ECAP dimensioni dei grani molto piccole, già dopo la seconda passata mostrava grani di dimensioni submicrometriche. Nella lega 5754 dopo la sesta passata la dimensione media dei grani era di 0,25µm.

Le indagini al TEM sono state focalizzate allo studio sistematico della formazione di grani. In particolare si è voluto determinare, per entrambe le leghe, il numero di passate minime necessarie per trasformare la struttura a sottograni in struttura ricristallizzata a grano fine. Di seguito sono riportate alcune micrografie TEM relative ai campioni dopo 2, 4 e 6 passate ECAP (Figura 5). Le diffrazioni effettuate con SAED (Selected Area Electron Diffraction) allegate ad ogni micrografia, costituiscono un esempio indicativo della disorientazione tra grani o sottograni relativa ad ogni passata ECAP. Le variazioni nella microstruttura nella lega 5754 sono più sensibili alla deformazione: già dopo 2 passate sono presenti grani ad alto angolo di disorientazione, dopo 4 passate ogni grano presenta un alto numero di sottograni (Figura 5c), i quali vengono trasformati in grani fini dopo 6 passate (Figura 5f). Per la lega 6082 non è stato riscontrato un vero e proprio passaggio da grano a sottograni e grani ricristallizzati, pur riscontrando un rilevante affinamento dopo 6 passate ECAP. E' stata realizzata un'indagine statistica per determinare la dimensione media dei grani per le diverse passate ECAP [10]. I risultati dell'indagine, mostrati in Tabella 3, denotano, per entrambe le leghe un analogo comportamento: l'efficacia del processo ECAP si manifesta principalmente entro le prime due passate tramite una drastica diminuzione della dimensione del grano che raggiunge dimensioni sub-micrometriche. Le successive passate contribuiscono al processo di affinamento del grano in maniera meno sensibile.

Malgrado i numerosi lavori apparsi negli ultimi anni il meccanismo dell'affinamento del grano resta non chiaro. I meccanismi esaminati nei metalli deformati con differenti processi mettono in evidenza che l'affinamento dei grani nel-

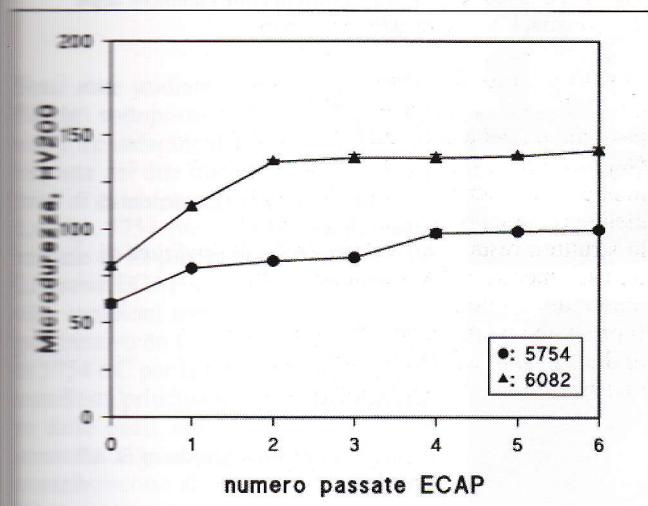


Figura 3. Microdurezze in funzione del numero di passate per entrambe le leghe studiate

Figure 3. Microhardness measurements for the investigated alloys as a function of ECAP passes

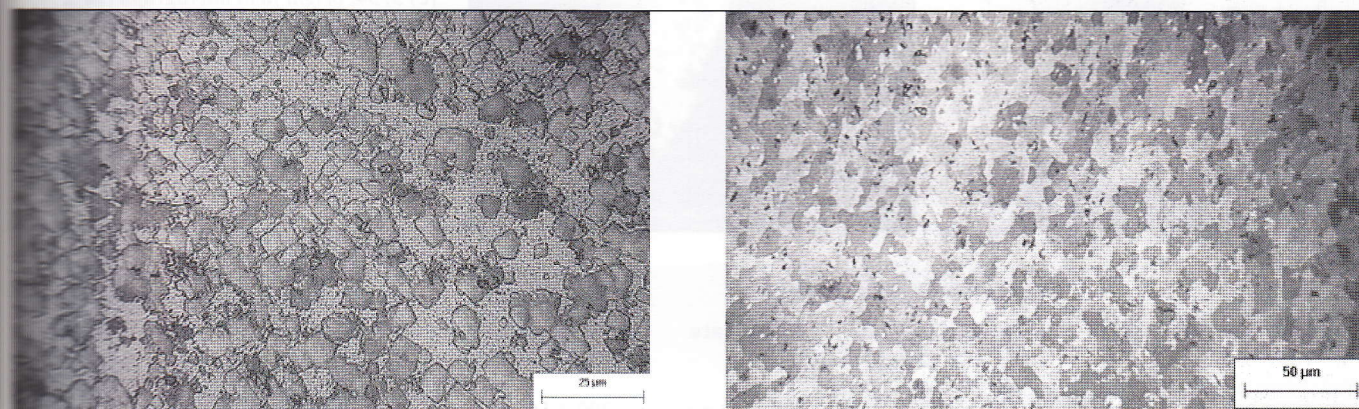


Figura 4. Micrografie in microscopia ottica del materiale solubilizzato; 6082 (sinistra), 5754 (destra)

Figure 4. Micrographs at Light Microscope of the solution treated samples, 6082 (left), 5754 (right)

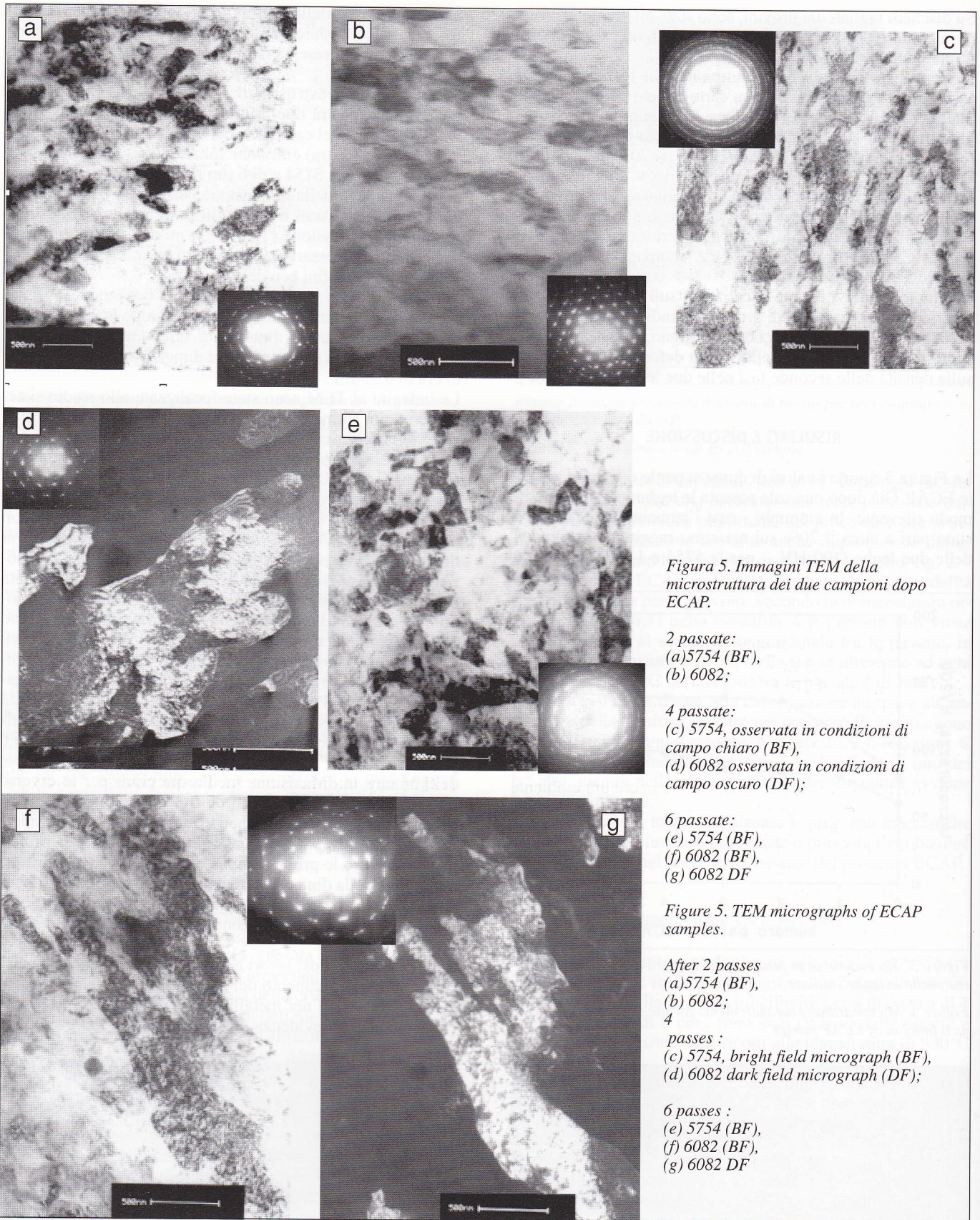


Figura 5. Immagini TEM della microstruttura dei due campioni dopo ECAP.

2 passate:  
(a) 5754 (BF),  
(b) 6082;

4 passate:  
(c) 5754, osservata in condizioni di campo chiaro (BF),  
(d) 6082 osservata in condizioni di campo oscuro (DF);

6 passate:  
(e) 5754 (BF),  
(f) 6082 (BF),  
(g) 6082 DF

Figure 5. TEM micrographs of ECAP samples.

After 2 passes  
(a) 5754 (BF),  
(b) 6082;

4 passes :  
(c) 5754, bright field micrograph (BF),  
(d) 6082 dark field micrograph (DF);

6 passes :  
(e) 5754 (BF),  
(f) 6082 (BF),  
(g) 6082 DF

Dimensione media di grani

lega	tal quale	II passate	IV passate	VI passate
AA5754	12 $\mu$ m	550 $\pm$ 50 nm	400 $\pm$ 50 nm	300 $\pm$ 50 nm
AA6082	6 $\mu$ m	350 $\pm$ 50 nm	350 $\pm$ 50 nm	200 $\pm$ 50 nm

Tabella 3. Variazione della dimensione media del grano per le leghe AA5754 e AA6082 per le successive passate ECAP

Table 3. Mean grain size for AA5754 and AA6082 alloys as a function of ECAP passes

L'alluminio può essere prodotta mediante a) ricristallizzazione dinamica (discontinua) [17], b) ricristallizzazione dinamica geometrica [18], c) formazione di confini attraverso la divisione di grani mediante confini geometricamente necessari [19], d) ricristallizzazione dinamica continua [20], e) ricristallizzazione statica, f) ricristallizzazione rotazionale [21], g) ricristallizzazione stimolata da precipitati. Ognuno di questi meccanismi è in grado di spiegare la sottostruttura affinata che si produce nelle leghe di alluminio. Con la torsione ad alta temperatura l'alluminio della serie 1xxx e alcune leghe della serie 6xxx acquistano una sottostruttura affinata mediante rinvenimento dinamico e solo una frazione (25-50%) dei confini dei sottograni formati da dislocazioni hanno confini ad alto angolo derivati dalla ricristallizzazione geometrica. I dati ottenuti nella presente ricerca non consentono di individuare in modo univoco il meccanismo di formazione di nuovi grani; saranno quindi programmati nuovi test con leghe pure.

Dalle indagini statistiche effettuate sui campioni delle due leghe dopo 4 passate con ECAP è stato ottenuto un valore della densità media di precipitati pari a  $4.2 \cdot 10^{18}/m^3$  per la lega AA5754 e pari a  $7.5 \cdot 10^{18}/m^3$  per la lega AA6082. Dalla composizione chimica della due leghe (tabella 2) si nota che il contenuto nella 6082 i precipitati indurenti  $Mg_2Si$  sono fini e distribuiti in modo omogeneo nella lega 5754, i precipitati primari sono grossolani: questo spiega i diversi valori di densità di precipitati [14, 15].

#### CONCLUSIONI

Sono state studiate due leghe di Al (5754 Al-Mg e 6082 Al-Si-Mg) sottoposte ad ECAP (Equal Channel Angular Pressing). Le indagini al TEM hanno consentito di confrontare la risposta dei due materiali alle diverse passate ECAP, in termini di cambiamenti microstrutturali.

La lega 5754 presentava una dimensione media dei grani iniziale di 12  $\mu m$ , mentre la 6082 di 6  $\mu m$ .

Le prove ECAP sono state condotte a temperatura ambiente ed i campioni sono stati sottoposti a un numero di passate progressivo da 1 a 6. Le modalità utilizzate sono state B<sub>c</sub> per la 5754 e C per la 6082. L'effetto di affinamento del grano si manifesta principalmente entro le prime due passate a seguito delle quali, entrambi i materiali presentano una microstruttura a grani sub-micrometrici. Le successive passate contribuiscono al processo di affinamento del grano in maniera meno marcata.

Le indagini statistiche, effettuate sui campioni delle due leghe dopo 4 passate, hanno rivelato un valore della densità media di precipitati pari a  $4.2 \cdot 10^{18}/m^3$  per la lega 5754 e pari a  $7.5 \cdot 10^{18}/m^3$  per la lega 6082.

#### RINGRAZIAMENTI

Gli autori desiderano ringraziare il sig. D. Ciccarelli per il prezioso aiuto nella fase di preparazione dei campioni per le osservazioni microstrutturali.

#### BIBLIOGRAFIA

[1] Stolyarov V.V., Zhu Y.T., Lowe T.C., Valiev R.Z., Microstructures and properties of pre Ti processed by ECAP and cold extrusion, *Mater. Sci. Eng. A*, 303, (2001), 82.  
 [2] Zhu Y.T., Huang J., Jiang H., Lowe T.C., Processing of bulk nanostructured copper by repetitive corrugation and straightening (RCS), *Innovation in processing and*

*manufacturing of sheet materials*, ed. M.Y.Demer, TMS (2001), 156.  
 [3] Horita Z., Fujinami T., Langdon T.G., The potential of scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A*, 318, (2001), 34.  
 [4] Sastry S.M.L., Mahapatra R.N., Hasson D.F., Grain refinement of titanium aluminides by equal channel angular extrusion, *Ultrafine Grained Materials*, ed. Mishra R.S., Semiatin S.L., Suryanarayana C., Thadhani N.N. and Lowe T.C., *Mater. Society*, (2000), 281.  
 [5] Segal V.M., Reznikov V.I., Drobyshevskiy A.E., Kopylov V.I., *Russian Metallurgy*, 1, (1981), 99.  
 [6] Horita Z., Furukawa M., Remoto M., Langdon T.G., Development of fine grained structures using severe plastic deformation, *Mater. Sci. Technology*, 16, (2000), 1239.  
 [7] Horita Z., Furukawa M., Remoto M., Langdon T.G., Factors influencing the development of ultrafine grained materials through severe plastic deformation, *Ultrafine Grained Materials*, ed. Mishra R.S., Semiatin S.L., Suryanarayana C., Thadhani N.N. and Lowe T.C., *Mater. Society*, (2000), 378.  
 [8] Nozato R., Ishihara S., *Trans. Japan Inst. Metals* 21, (1980), 580.  
 [9] Nebti S., Hamana D., Cizeron G., Calorimetric study of pre-precipitation and precipitation in Al-Mg alloy, *Acta Metall. Mater.* 43, 9, (1995), 3583.  
 [10] Dutta I., Allen S.M., *J. Mater. Sci. Lett.*, 10, (1991), 323.  
 [11] Maruyama N., Uemori R., Hashimoto N., Saga M., Kikuchi M., Effect of silicon addition on the composition and structure of fine-scale precipitates in Al-Mg-Si alloys, *Scripta Mater.*, 36, 1, (1997), 89.  
 [12] Murayama M., Hono K., Pre-precipitate clusters and precipitation process in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater.*, 47, 5, (1999), 1537.  
 [13] Matsuda K., Tada S., Ikeno S., *J. Japan Inst. Metall.*, 58, (1994), 25.  
 [14] Ceresara S., DiRusso E., Fiorini P., Giarda A., *Mater. Sci. Eng.* 5, (1969), 220.  
 [15] Aucote J., Evans D.W., *Metal. Sci.*, 12, (1978), 57.  
 [16] Ervin E., Underwood, *Quantitative Stereology*, Addison-Wesley Publishing Company (1970), 103.  
 [17] M.E.Kassner, J.Pollard, E.Evangelista, E.Cerri: Restoration mechanisms in large-strain deformation of high purity aluminium at ambient temperature and the determination of the existence of a steady state. *Acta Metall. Mater.* 42, (1994) 3223.  
 [18] H.J.McQueen, E.Evangelista and M.E.Kassner: The classification and determination of restorative mechanisms in the hot working of Al-alloys. *Z.Metal.* 82,(1991) 336.  
 [19] N.Hansen, X.Huang, D.A.Hughes: Microstructural evolution and hardening parameters. *Mat.Sci.Engin.*A317, (2001) 3.  
 [20] R.D.Doherty, D.A.Highes, F.J.Humphreys, J.J.Jonas, D.Juul Jensen, M.E.Kassner, W.E.King, T.R.McNelly, H.J.McQueen, A.D.Rollet: Current issues in recrystallization. *Mater. Sci. Engin.* A238, (1997) 219.  
 [21] F.J.Humphreys, M.Hatherly, *Recrystallization*. Pergamon, Oxford, UK, 1995.

A B S T R A C T

**GRAIN REFINEMENT IN AA5754 AND AA6082 ALLOYS THROUGH SEVERE PLASTIC DEFORMATION**

The present work analyses the behaviour during ECAP of AA5754 (Al-Mg alloy) and AA6082 (Al-Si-Mg alloy). Commercially available extruded bars of the AA6082 and AA5754 Al alloy having a diameter of 10 mm were considered for this study. Samples were cut from the bars, solution treated at 530°C for 1 hour and water quenched.

The ECAP device consists in a system of two symmetrical tool steel half die with 10 mm diameter cylindrical channels. Channels intersect at an angle  $F = 90^\circ$  with a curvature defined by an angle  $\gamma = 20^\circ$ . Ecap tests were conducted at room temperature and the plunger displacement rate was 7 mm/sec. AA5754 alloy samples were processed with route BC and AA6082 alloy samples were processed with route C up to 6 repeated passes.

Microhardness tests were performed on samples subjected to ECAP and a comparison between AA5754 and AA6082 alloy was performed. Results show that after the first pass both alloys reveal a strong hardening, (100HV200 for AA5754 and 145HV200 for AA6082). AA6082 samples, after the second pass, reach a plateau in hardness, while AA5754 samples reach a plateau after the fourth pass.

A detailed microstructural investigation on grain and sub-grain evolution during ECAP processing was performed by

TEM analysis. SAEDP (Selected Area Electron Diffraction Pattern), related to each micrograph, revealed the disorientation between grains and subgrains for each ECAP pass. AA5754 alloy is subjected to relevant modifications in the microstructure for each pass: after the second pass the material exhibits grains separated by high angle boundaries, after 4 passes each grain shows a large number of subgrains which become small equiaxed grains after the sixth pass. AA6082 samples do not show the same evolution between grains, subgrains and recrystallized grain but it reveals a relevant grain size refinement after the sixth pass.

A statistical investigation on grain size refinement was performed. AA5754 samples show a grain size = 12  $\mu\text{m}$  in the as cast condition, while the AA6082 samples reveal a 6  $\mu\text{m}$  grain size. Investigation results show a similar behaviour for both alloys: ECAP process effectiveness in refining the structure is relevant in the first two passes leading to a severe reduction in the grain size up to nanometric scale. Further passes produce a less drastic reduction in grain size achieving a mean size = 300 nm for AA5754 samples and 200 nm for AA6082 samples.

A statistical investigation was performed to evaluate particle precipitates density after four passes for both alloys. Investigation results shows a value of particle precipitates density = 4.2  $10^{18}/\text{m}^3$  for AA5754 alloy and = 7.5  $10^{18}/\text{m}^3$  for AA6082 alloy.

Memorie

1/2003