



## Rozdrabnianie struktury stopu CuCr<sub>0,6</sub> za pomocą metod KoBo i COT

### *Refinement of CuCr<sub>0.6</sub> alloy by means of KoBo and COT methods*

(1) Agata Brzezińska\*, (2) Kinga Rodak

Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice, Poland

#### Informacje o artykule

Zgłoszenie: 28.05.2018

Recenzja: 19.07.2018

Akceptacja: 3.12.2018

#### Wkład autorów

- (1) Opracowanie literaturowe, założenia pracy, interpretacja otrzymanych wyników badań
- (2) Koncepcja, analiza, interpretacja otrzymanych wyników badań

#### Streszczenie

Prezentowana praca ma na celu scharakteryzowanie zmian struktury zachodzących w stopie miedzi CuCr<sub>0,6</sub> (C18200) po zastosowaniu dwóch metod cyklicznego odkształcania: metody wyciskania z obustronnie skrętną matrycą KoBo oraz ściskania z oscylacyjnym skręcaniem COT. Procesy odkształcania zastosowano na materiale umacnianym roztorowo (po przesycaniu) oraz na materiale umocnionym wydzieleniowo (po przesycaniu i starzeniu). Wykazano, że zastosowanie cyklicznych metod SPD umożliwia rozdrobnienie struktury do poziomu ultradrobnoziarnistego, jednakże efekty rozdrobnienia struktury zależą od zastosowanej metody. W wyniku odkształcania COT większość otrzymanych struktur to podziarna o małych kątach dezorientacji i dużej gęstości dyslokacji wewnątrz ziaren. Natomiast po zastosowaniu KoBo w strukturze obecne są dyslokacje wewnątrz ziaren zrekrystalizowanych. Badania wykonano przy użyciu skaningowo-transmisyjnego mikroskopu elektronowego STEM Hitachi HD-2300A. Do analizy ilościowej skorzystano z programu Metilo. Pomiary mikrotwardości przeprowadzono przy użyciu mikrotwardościomierza Future-Tech FM-700 przy obciążeniu 0,1 kg. Właściwości mechaniczne po zastosowaniu KoBo oceniono w oparciu o statyczną próbę rozciągania przeprowadzoną na maszynie Instron 4505/5500R. Właściwości mechaniczne po zastosowaniu COT określono w oparciu o statyczną próbę rozciągania mikroprobek na urządzeniu MST QTest/10.

**Słowa kluczowe:** stopy miedzi, stop CuCr<sub>0,6</sub>, mikrostruktura, SPD, metoda KoBo, metoda COT

#### Article info

Received: 28.05.2018

Reviewed: 19.07.2018

Accepted: 3.12.2018

#### Authors' contribution

- (1) Literature study, assumptions of the work, interpretation of the obtained research results
- (2) Concept, analysis, interpretation of the obtained research results

#### Abstract

The paper presents characterize structure of the copper alloy CuCr<sub>0.6</sub> (C18200) after applying two methods of cyclic deformation: the method of extrusion with the rotating matrix KoBo and compression with oscillatory torsion. The deformation processes were applied on the material after solution and solution and aging.(after saturation and aging). Shown that applied the SPD metod allows on the fragmentation struture but effects of the framgmentation on the structure depends on the method used. As a result of COT deformation, most of the structures obtained are grains with small disorientation angles and high dislocation density inside the grains. After KoBo has been applied to the structure is present in the distribution of recrystallised grains. The test was carried with the use of scanning transmission electron microscope STEM Hitachi HD-2300A. The Metilo programme was used for quantitative analysis. The Future-Tech FM-700 machine was used to perform hardness measurements. The hardness of alloys under a load of 0.1 kg was tested. The mechanical properties after the application of KoBo were evaluated on

\* Autor do korespondencji. Tel.: +48 32 603 44 00; e-mail: agata.brzezinska@polsl.pl

\* Corresponding author. Tel.: +48 32 603 44 00; e-mail: agata.brzezinska@polsl.pl

*the basis of a static tensile test carried out on an Instron 4505/5500R machine. Mechanical properties after the application of the COT, the tensile strength of the micro samples was determined on the basis of a static tensile test on the MST QTest/10.*

**Keywords:** *cooper alloys, CuCr0.6 alloy, microstructure, SPD, KoBo method, COT method*

## 1. WPROWADZENIE

Do otrzymania rozdrobnionej struktury metali i stopów powszechnie stosuje się metody dużych odkształceń plastycznych SPD (ang. *severe plastic deformation*). Metody te dzielą się na monotoniczne i cykliczne. Wiadomo jest, że zarówno w przypadku cyklicznych, jak i monotonicznych technik odkształcania obserwuje się efekty związane z niejednorodnością kształtowania plastycznego, co w sposób bezpośredni wpływa na właściwości oraz strukturę odkształcanego materiału. Stosowanie metod monotonicznych gwarantuje efektywne uzyskanie rozdrobnienia struktury. Ziarna charakteryzują się dużym współczynnikiem wydłużenia przy znacznym udziale granic szerokokątowych [1–4].

Stosowanie metod cyklicznych, wśród których znajduje się powszechnie znana i uznana metoda wyciskania ze skrętną matrycą KoBo, pozwala na rozdrobnienie struktury, jednak efekty strukturalne towarzyszące takiemu odkształcaniu są inne niż dla metod monotonicznych. W metodzie tej podczas przebiegu całego procesu obserwuje się zjawisko zmiany drogi odkształcenia, realizowane przez cykliczne, obustronne plastyczne skręcanie metalu. Umożliwia to nadanie odkształcanemu materiałowi już w jednej operacji znacznego odkształcenia, nieosiągalnego przy zastosowaniu konwencjonalnych procesów przeróbki plastycznej. Efektem zastosowania procesu jest wytworzenie wyrobów o dowolnym, prostym bądź złożonym przekroju oraz ultradrobnoziarnistej strukturze, co potwierdzają liczne badania [1, 5–8]. Poziom rozdrobnienia mikrostruktury materiału jest determinowany użytymi parametrami, wśród których należy wymienić: prędkość wyciskania [mm/s], temperaturę [°C], stopień przerobu [%], kąt obrotu matrycy [°] oraz częstość [Hz]. W wielu pracach [5, 7, 9] udowodniono, że można odkształcać niektóre materiały bez konieczności wstępnego nagrzania wsadu.

## 1. INTRODUCTION

*The methods of severe plastic deformation (SPD) are commonly used to obtain the shredded structure of metals and alloys. These methods are divided into monotonic and cyclic. It is known that both in the case of cyclic and in the case of and monotonous deformation techniques, effects related to the heterogeneity of plastic shaping are observed, which directly affects the properties and structure of the deformed material. The use of monotonic methods ensures that the structure is effectively fragmented. The grains are characterized by a high coefficient of elongation with a significant share of wide-angle boundaries [1–4].*

*The use of cyclic methods, including the well-known and well-established KoBo torsional extrusion method, allows the structure to be fragmented, but the structural effects associated with such deformation are different from those of the monotonic methods. In this method, during the entire process, changes in the deformation path are observed, which are carried out by cyclic, two-sided plastic twisting of the metal. This makes it possible to give the deformed material a significant deformation in just one operation, which is not possible with conventional forming processes. The result of the process is the production of products with any, simple or complex cross-section and ultrafine grain structure, which is confirmed by numerous studies [1, 5–8]. The fineness of the material microstructure is determined by the parameters used, including: extrusion speed [mm/s], temperature [°C], throughput rate [%], die rotation angle [°] and frequency [Hz]. Many studies [5,7,9] have proved that some materials can be deformed without the need for preheating.*

Wśród cyklicznych metod SPD wyróżnić można również ściskanie z oscylacyjnym skręcaniem COT (ang. *compression with oscillatory torsion*). Jest to niekonwencjonalna metoda kształtowania objętościowego, której istota polega na równoczesnym zastosowaniu ściskania i oscylacyjnego skręcania. W metodzie tej kształtowanie struktur ultradrobnoziarnistych zachodzi poprzez odpowiednią kombinację parametrów odkształcenia (zmianę drogi odkształcenia). Cykliczne odkształcenie jest realizowane przez dolny stempel matrycy, natomiast liniowe odkształcenie jest realizowane przez stempel górny. Do parametrów odkształcenia liniowego należą: gniot  $\Delta h$  [%] oraz prędkość ściskania  $v$  [mm/s], natomiast parametrami odkształcenia postaciowego są częstotliwość  $f$  [Hz] i amplituda kąta skręcania  $\alpha$  [°]. Na podstawie tych parametrów określa się wartość całkowitego odkształcenia zastępczego  $\varepsilon_{ft}$ . Więcej informacji na temat tej metody można znaleźć w pracach [1, 10–14].

Do badań wytypowano stop CuCr0,6, gdyż jest to materiał, który może być dodatkowo utwardzany wydzieleniowo. Celem prezentowanej pracy jest analiza mikrostruktury stopu CuCr0,6 po przesycaaniu oraz po zastosowaniu umocnienia wydzieleniowego, a następnie odkształcanego metodą KoBo i metodą COT. Zakłada się, że istniejące w osnowie wydzielenia, powstałe po zastosowaniu procesu starzenia, mogą decydować o poziomie rozdrobnienia mikrostruktury.

Istotność omawianego zagadnienia wynika z faktu stosowania stopu CuCr0,6 na szeroką skalę jako materiału funkcjonalnego w przemyśle elektrycznym i elektronicznym [15, 16]. Przedstawione problemy mogą być pomocne w pokazaniu pełnego obrazu procesów strukturalnych towarzyszących kształtowaniu się ultradrobnoziarnistej struktury stopów miedzi podczas cyklicznego odkształcania SPD.

## 2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiał do badań stanowił stop CuCr0,6, który poddano odkształcaniu KoBo wyciskania ze skrętną matrycą. Materiał został stopiony w piecu tyglowym indukcyjnym i odlewany do dwu-

*Among the cyclic SPD methods, compression with oscillatory torsion (COT) can also be distinguished. This is an unconventional method of volumetric shaping, the essence of which lies in the simultaneous application of compression and oscillatory torsion. In this method the formation of ultrafine grain structures takes place through an appropriate combination of deformation parameters (change of deformation path). The cyclic deformation is performed by the lower die stamp, while the linear deformation is performed by the upper die stamp. The parameters of the linear deformation are: squeeze  $\Delta h$  [%] and compressive velocity  $v$  [mm/s], while the parameters of the deformation are the frequency  $f$  [Hz] and the amplitude of the torsional angle  $\alpha$  [°]. These parameters are used to determine the total equivalent deformation of  $\varepsilon_{ft}$ . More information on this method can be found in the papers [1, 10–14].*

*The alloy CuCr0.6 was selected for the study as it is a material which can be additionally cured by means of precipitation. The aim of this paper is to analyze the microstructure of CuCr0.6 alloy after solution and after solution and aging and then deformed by KoBo method and COT method. It is assumed that the separations existing in the matrix after the application of the aging process may determine the level of fragmentation on the microstructure.*

*The significance of the discussed issue results from the fact that the CuCr0.6 alloy is widely used as a functional material in the electrical and electronic industry [15, 16]. The presented problems may be helpful in showing a full picture of structural processes accompanying the formation of ultrafine-grained structure of copper alloys during cyclic deformation of SPD.*

## 2. MATERIAL AND METHODS OF INVESTIGATIONS

*The test material consisted of a CuCr0.6 alloy which was subjected to the deformation of the CuCr0.6 alloy. The material was melted in an induction tungsten carbide furnace and cast into*

częściowej wlewnicy żeliwnej o średnicy 50 mm. Następnie wlewki obrobiono cieplnie: zastosowano przesykanie w temperaturze 1000°C/3h i chłodzenie w wodzie (P) oraz dodatkowo starzono w temperaturze 500°C/2h (S), a następnie próbki odkształcano. W przypadku metody KoBo proces prowadzono na prasie hydraulicznej KoBo 2,5 MN. Przed wyciskaniem próbki nagrzewano do temperatury 450°C. Nagrzewano również recypient do temperatury 400°C. Kąt obrotu matrycy wynosił 8° i częstotliwość 5 Hz. Stop odkształcano do średnicy  $\phi 5$ . Po około 5 minutach od rozpoczęcia wyciskania następował wypływ prasówki przez oczko matrycy z prędkością około 10 mm/s.

Stop CuCr<sub>0,6</sub> został także poddany odkształcaniu COT ściskania z oscylacyjnym skręcaniem. Materiałem wyjściowym do odkształcania COT były pręty po walcowaniu na gorąco. Proces prowadzono w temperaturze otoczenia. Amplituda kąta skręcania wynosiła 6°, częstotliwość skręcania 0,8 Hz, prędkość ściskania 0,015 mm/s, wysokość próbki do odkształcania to 17 mm, zastosowana wartość gniotu  $\varepsilon_h = 80\%$ . Próbki do badań strukturalnych pobrano z przekroju wzdłużnego (wzdłuż kierunku działającej siły ściskającej). Analiza strukturalna wykonana została w odległości 0,8 r próbki.

Badania mikrostrukturalne wykonano przy użyciu skaningowo-transmisyjnego mikroskopu elektronowego STEM Hitachi HD-2300A. Do analizy ilościowej skorzystano z programu Metilo [17]. Pomiar mikrotwardości przeprowadzono przy użyciu mikrotwardościomierza Future-Tech FM-700 przy obciążeniu 0,1 kg. Właściwości mechaniczne stopu odkształcanego metodą KoBo oceniono w oparciu o statyczną próbę rozciągania przeprowadzoną na prętach o średnicy 5 mm na maszynie Instron 4505/5500R. Natomiast dla stopu odkształcanego metodą COT właściwości mechaniczne oceniono na podstawie rozciągania mikropróbek o długości 8,3 mm i grubości 0,3 mm na urządzeniu MST QTest/10.

### 3. WYNIKI BADAŃ I ANALIZA

Mikrostrukturę stopu CuCr<sub>0,6</sub> w stanie wyjściowym przedstawiono na rys. 1. Średnica ziaren w stanie wyjściowym wynosiła ok. 1300 nm.

*a two-piece cast iron ingot mould with a diameter of 50 mm. Then the ingots were heat treated: solution at 1000°C/3h and cooling in water (P) were applied, additionally the ingots were aging at 500°C/2h (S) and then the samples were deformed. In the case of the KoBo method, the process was carried out on the KoBo 2.5 MN hydraulic press. The samples were heated to 450°C before being pressed out. The recuperator was also heated up to 400°C. The angle of rotation of the array was 8° and the frequency was 5 Hz. The alloy was deformed to the diameter of  $\phi 5$ . Approximately 5 minutes after the start of extrusion, the press flowed out of the die at the rate of about 10 mm/s through the eyelet.*

*The CuCr<sub>0.6</sub> alloy was also subjected to the COT compression distortion with oscillating torsion. The starting material for COT deformation was bars after hot rolling. The process was carried out at ambient temperature. The amplitude of the torsional angle was 6°, the torsional frequency 0.8 Hz, the compressive speed 0.015 mm/s, the specimen height to be deformed was 17 mm, the applied crimp value  $\varepsilon_h = 80\%$ . Samples for structural tests were taken from the longitudinal section (along the direction of the compressive force). The structural analysis was performed at a distance of 0.8r of the sample.*

*The test was carried with the use of scanning transmission electron microscope STEM Hitachi HD-2300A. The Metilo programme was used for quantitative analysis. The Future-Tech FM-700 machine was used to perform hardness measurements. The hardness of alloys under a load of 0.1 kg was tested. The mechanical properties after the application of KoBo were evaluated on the basis of a static tensile test carried out on an Instron 4505/5500R machine. Mechanical properties after the application of the COT, the tensile strength of the microsamples was determined on the basis of a static tensile test on the MST QTest/10.*

### 3. RESULTS

*The microstructure of the CuCr<sub>0.6</sub> alloy in its initial state is shown in Fig. 1. The diameter of grains in its initial state was approx. 1300 nm.*

Zmiany mikrostruktury stopu CuCr0,6 po obróbce cieplnej i odkształcaniu KoBo i COT przedstawiono na rys. 2–5. Odkształcanie stopu za pomocą metody KoBo powoduje wytworzenie równoosiowych ziaren o dużej dezorientacji (rys. 2a–2b). Wewnątrz wytworzonych ziaren obecne są dyslokacje oraz sploty dyslokacji (rys. 2a, 4a). Widoczne są również ziarna wolne od dyslokacji (rys. 4b). Mikrostruktura stopu w stanie P+KoBo oraz P+S+KoBo jest porównywalna. Dowodzą tego również ilościowe badania wielkości ziaren/podziaren. Wykazano, że średnia średnica ziaren/podziaren wynosi 0,69  $\mu\text{m}$  (rys. 6a–6b) niezależnie od wstępnie przeprowadzonej obróbki cieplnej. Największy udział frakcji rozdrobnionych ziaren (ok. 40%) przypada na ziarna/podziarna o średnicy od 0,5–0,7  $\mu\text{m}$  dla próbek w stanie P+KoBo. W próbkach w stanie P+S+KoBo frakcja rozdrobnionych ziaren o zakresie średnic 0,5–0,7 wynosi ponad 55%. Stwierdzono, że udział ziaren o średnicy powyżej 1  $\mu\text{m}$  wynosi ok. 15% i ok. 3% odpowiednio dla stopu w stanie P+KoBo oraz P+S+KoBo.

Mikrostruktura próbek w stanie P+COT składa się z wydłużonych ziaren/podziaren o dużej ilości dyslokacji (rys. 3a). Często obserwuje się granice wąskokątowe oraz granice wysokoenergetyczne (rys. 3b). Inny natomiast jest obraz mikrostruktury próbek w stanie P+S+COT. Większość granic ziaren/podziaren jest słabo wykształcona (rys. 5a, 5b), a w strukturze dominują dyslokacje i sploty dyslokacji. Analiza ilościowa wielkości ziaren/podziaren wykazała, że średnia średnica wynosi 0,48  $\mu\text{m}$  oraz 0,49  $\mu\text{m}$  odpowiednio dla stanu P+COT oraz P+S+COT (rys. 6c, 6d). Frakcja ziaren/podziaren o średnicach w przedziale od 0,5–0,7  $\mu\text{m}$  wynosi ok. 30% niezależnie od obróbki cieplnej przed zastosowaniem odkształcania COT. Udział ziaren/podziaren powyżej 1  $\mu\text{m}$  dla obu stanów wynosi ok. 5%. W przypadku metody COT w odróżnieniu od KoBo ok. 25% stanowią ziarna/podziarna o średniej średnicy 0,2–0,3  $\mu\text{m}$  (w przypadku metody KoBo odnotowano jedynie 5% frakcji). Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, iż dla obu metod następuje rozdrobnienie mikrostruktury stopu do poziomu ultradrobnoziarnistego. Typ utworzonych granic jednoznacznie wskazuje na sposób, w jaki dochodzi do rozdrobnienia struktury. W wyniku procesu KoBo ultra-

*Changes in the alloy microstructure CuCr0.6 after heat treatment and deformation of KoBo and COT are presented in Fig. 2–5. The deformation of the alloy with the use of KoBo method results in the formation of even-axial grains with high disorientation (Fig. 2a–2b). Dislocations and splices of dislocations are present inside the produced grains (Fig. 2a, 4a). Non-locative grains are also visible (Fig. 4b). The microstructure of the alloy in the P+KoBo and P+S+KoBo states is comparable. This is also proven by quantitative studies of the size of grains/subgrains. The average diameter of grains/divisions was found to be 0.69  $\mu\text{m}$ , regardless of the pre-treatment. The largest share of crushed grain fractions is about 40% for grains/subgrains with a diameter between 0.5 and 0.7  $\mu\text{m}$  for samples in the state of P+KoBo. In samples in the state of P+S+KoBo, the fraction of crushed grains with a diameter range of 0.5 to 0.7 is greater than 55%. It was found that the share of grains with a diameter exceeding 1  $\mu\text{m}$  was about 15% and about 3% for the alloy in the state of P+KoBo and P+S+KoBo respectively.*

*The microstructure of P+COT samples consists of elongated grains/subgrains with a high dislocations (Fig. 3a). Narrow-angle and high-energy borders are often observed (Fig. 3b). The image of the microstructure of samples in the state of P+S+COT is different. Most of the grain/subgrain boundaries are poorly formed (Fig. 5a, 5b), and the structure is dominated by relocations and splices of relocations. Quantitative analysis of grain size showed that the average diameter was 0.48  $\mu\text{m}$  and 0.49  $\mu\text{m}$  for P+COT and P+S+COT, respectively (Fig. 6c, 6d). Grain/subgrain fraction with diameters in the 0.5–0.7  $\mu\text{m}$  range is approximately 30% regardless of the heat treatment prior to the application of the COT deformation. The share of grains/divisions above 1  $\mu\text{m}$  for both states is approximately 5%. In the case of the COT method, unlike KoBo, approx. 25% are grains/subgrains with an average diameter of 0.2–0.3  $\mu\text{m}$  (in the case of the KoBo method, only 5% of fractions were recorded). On the basis of the conducted investigations it can be concluded that for both methods the microstructure of the alloy is fragmented to the ultrafine grain level. The type of borders created clearly indicates how the structure is fragmented. As a result of the KoBo process, ultra-fine grains are formed as a re-*

drobne ziarna tworzą się w wyniku procesu rekryystalizacji, gdyż w strukturze dominują granice szerokokątowe, a utworzone ziarna są równoosiowe. Natomiast w procesie COT utworzone podziarna są następstwem procesu zdrowienia. Obecność granic wysokoenergetycznych może wskazywać na przebudowę granic wąskokątowych w granice szerokokątowe przy współudziale dyslokacji obecnych w obszarze granic. Obecność dyspersyjnych wydzieleni po procesie starzenia skutecznie blokuje przegrupowanie dyslokacji do granic ziaren/podziaren. Można wnioskować, iż koherentne wydzielenia opóźniają procesy zdrowienia. Wpływa to na otrzymane właściwości wytrzymałościowe po odkształcaniu KoBo i COT. Najwyższą twardość ( $180 \text{ HV}_{0,1}$ ), wytrzymałość na rozciąganie  $R_m$  (464 MPa) oraz granicę plastyczności  $R_e$  (491 MPa) osiągnął stop P+S+COT. Dla próbek w stanie P+COT właściwości wytrzymałościowe były niższe o ok. 30%. Właściwości wytrzymałościowe dla stopu w stanie wyjściowym przed obróbką cieplną i odkształcaniem COT były 3-krotnie niższe. W przypadku stopu w stanie P+S+KoBo odnotowano: twardość  $114 \text{ HV}_{0,1}$ , wytrzymałość na rozciąganie  $R_m$  359 MPa, oraz granicę plastyczności  $R_e$  298 MPa. Dla stanu P+KoBo otrzymano właściwości wytrzymałościowe niższe o ok. 10% w stosunku do stanu P+COT (tab. 1). Materiał w stanie wyjściowym przed obróbką cieplną i odkształcaniem KoBo posiadał 3-krotnie niższe właściwości wytrzymałościowe. Niezależnie od zastosowanej obróbki cieplnej przed procesem KoBo wydłużenie wynosiło ~23%, a w przypadku metody COT wydłużenie wnosilo 8% i 4% odpowiednio dla stanu P+COT oraz P+S+COT (tab. 2). Otrzymanych wyników badań dla metody KoBo i COT nie można porównywać między sobą z następujących powodów: zróżnicowanej wartości odkształcenia, zróżnicowania stanu wyjściowego oraz wstępnego nagrzania wsadu w przypadku metody KoBo. Ponadto w metodzie COT ze względu na ograniczone wymiary próbek statyczną próbę rozciągania przeprowadzono na tzw. mikropróbkach. W związku z tym należy tutaj uwzględnić efekt mikroskali [18].

Rola wydzieleni w przypadku odkształcania z wykorzystaniem metody COT istotnie wpły-

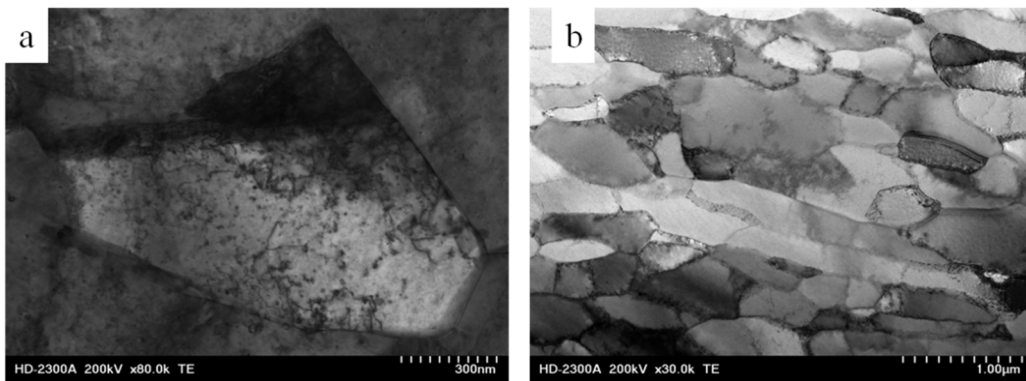
*sult of the recrystallization process, as the structure is dominated by wide-angle boundaries and the grains formed are evenly aligned. In the COT process, on the other hand, the pores formed are the result of the recovery effect. The presence of high-energy boundaries may indicate the conversion of narrow-angle boundaries into wide-angle boundaries with the help of relocations present within the boundaries area. The presence of dispersive precipitates after the aging process effectively blocks the relocation to the grain/grain boundaries. It can be concluded that coherent secretions delay healing processes. This affects the obtained strength properties after deformation of KoBo and COT. The highest hardness of  $180 \text{ HV}_{0,1}$ , tensile strength  $R_m$  464 MPa, and yield strength  $R_e$  491 MPa reached the alloy P+S+COT. For samples in the state of P+COT the strength properties were lower by about 30%. The strength properties for the alloy in its initial state before heat treatment and COT deformation were 3 times lower. For the alloy in the state of P+S+KoBo the hardness  $114 \text{ HV}_{0,1}$ , the tensile strength  $R_m$  359 MPa and the yield strength  $R_e$  298 MPa were noted. For the state P+KoBo the strength properties were obtained which were approx. 10% lower than for the state P+COT (Tab. 1). Material in its initial state before heat treatment and deformation, KoBo had 3 times lower strength properties. Regardless of the applied heat treatment before the KoBo process, the elongation was ~23%, and in the case of the COT method the elongation was 8% and 4% for the state of P+COT and P+S+COT respectively (Tab. 2). The results obtained for the KoBo and COT methods cannot be compared with each other for the following reasons: different deformation values, different initial state and preheating of the load in case of the KoBo method. Moreover, due to the limited size of the specimens, the COT method carried out a static tensile test on so-called micro specimens. Therefore, the effect of microscale should be taken into account here [18].*

*The role of precipitates in the case of deformation using the COT method has a significant impact on the deformation effect. The presence of*



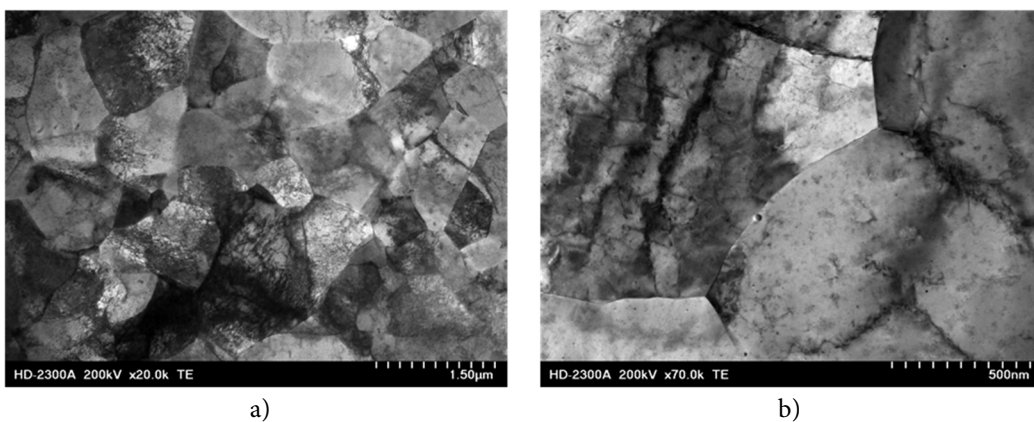
wa na efekt odkształcenia. Obecność dyspersyjnych wydzieleni wspomaga procesy umocnieniowe, ponieważ dochodzi do akumulacji dyslokacji wewnątrz ziaren i na granicach ziaren, co sprzyja fragmentacji struktury i tworzenia granic nierównowagowych. Generalnie koherentne wydzielenia wspomagają tworzenie granic nierównowagowych, które następnie podlegają transformacji w granice szerokokątowe. Natomiast w przypadku metody KoBo wpływ koherentnych wydzieleni na tworzenie granic dyslokacyjnych nie odgrywa aż tak znaczącej roli podczas odkształcania, ponieważ procesy odbudowy struktury na drodze rekrytalizacji są tak intensywne, że zapobiegają generowaniu dyslokacji wewnątrz ziaren (rys. 4b).

*dispersive precipitates supports empowerment processes, as there is an accumulation of dislocations within the grains and at the grain boundaries, which contributes to the fragmentation of the structure and the creation of imbalance boundaries. In general, coherent spillovers support the creation of imbalance boundaries, which are then transformed into wide-angle boundaries. In the case of KoBo method, on the other hand, the influence of coherent precipitates on the creation of dislocation boundaries does not play such a significant role during deformation, because the processes of structure reconstruction through recrystallization are so intensive that they prevent the generation of dislocation inside the grains (Fig. 4b).*



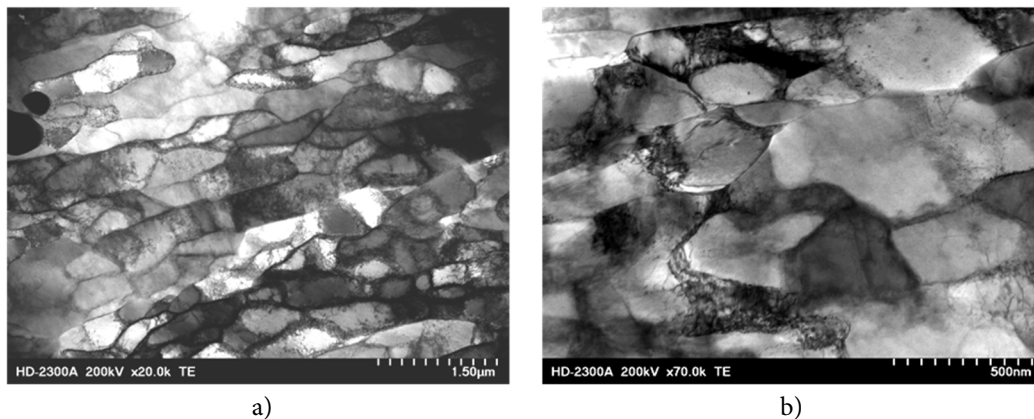
Rys 1. Struktura stanu wyjściowego (a, b)

*Rys. 1. Structure on initial state (a, b)*



Rys. 2. Mikrostruktura stopu CuCr<sub>0,6</sub> w stanie P+KoBo (a, b)

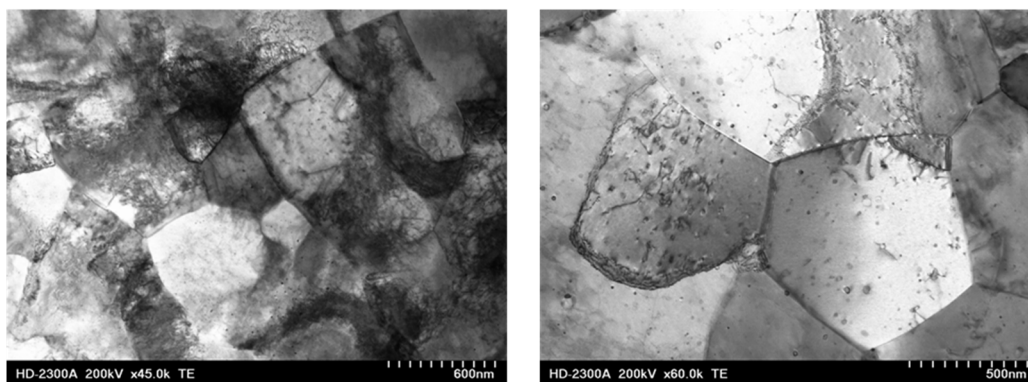
*Rys. 2. Microstructure CuCr<sub>0.6</sub> alloy after P+KoBo (a, b)*



a)

b)

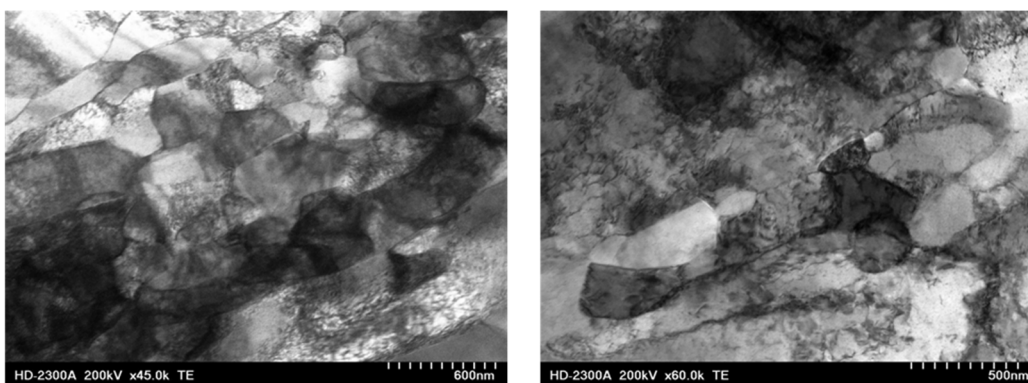
Rys. 3. Mikrostruktura stopu CuCr0,6 w stanie P+COT (a, b)

*Rys. 3. Microstructure CuCr0.6 alloy after P+COT (a, b)*

a)

b)

Rys. 4. Mikrostruktura stopu CuCr0,6 w stanie P+S+KoBo (a, b)

*Rys. 4. Microstructure CuCr0.6 alloy after P+S+KoBo (a, b)*

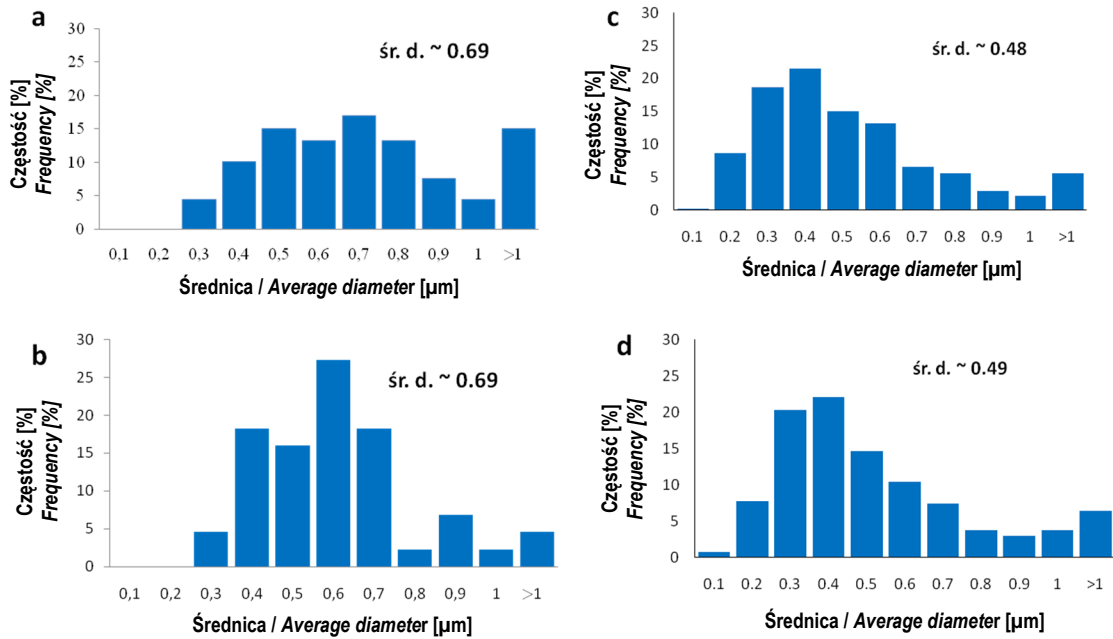
a)

b)

Rys. 5. Mikrostruktura stopu CuCr0,6 w stanie P+S+COT (a, b)

*Rys. 5. Microstructure CuCr0.6 alloy after P+S+COT (a, b)*





Rys. 6. Rozkład wielkości ziarna: a) stan po P+KoBo; b) stan po P+S+KoBo; c) stan po P+ COT; d) stan po P+S+COT  
 Rys. 6. Size distribution of grains: a) state after P+KoBo; b) state after P+S+KoBo; c) state after P+ COT; d) state after P+S+COT

Tab. 1. Wyniki badań właściwości mechanicznych po odkształcaniu KoBo

Tab. 1. Mechanical properties after deformation of KoBo

Stan materiał State material	Wytrzymałość na rozciąganie Tensile strength $R_m$ [MPa]	Umowna granica plastyczności Yield strength $R_e$ [MPa]	Wydłużenie Elongation A [%]	Twardość Hardness HV
Stan wyjściowy Initial state	200	88	19	37
Przesycanie + odkształcenie Solution + deformation	337	265	23	104
Przesycanie + starzenie + odkształcenie Solution + aging + deformation	359	298	24	114

Tab. 2. Wyniki badań właściwości mechanicznych po odkształcaniu COT

Tab. 2. Mechanical properties after deformation of COT

Stan materiał State material	Wytrzymałość na rozciąganie Tensile strength $R_m$ [MPa]	Umowna granica plastyczności Yield strength $R_e$ [MPa]	Wydłużenie Elongation A [%]	Twardość Hardness HV
Stan wyjściowy Initial state	214	97	22	43
Przesycanie + odkształcenie Solution + deformation	336	342	8	123
Przesycanie + starzenie + odkształcenie Solution + aging + deformation	464	491	4	180

#### 4. PODSUMOWANIE

Zastosowanie do odkształcania stopu CuCr0,6 procesów SPD – zarówno metody KoBo, jak i metody COT – umożliwia rozdrobnienie struktury do poziomu ultradrobnoziarnistego. W przypadku zastosowania KoBo średnia średnica ziaren wynosi 0,69  $\mu\text{m}$ , natomiast w przypadku COT średnia średnica ziaren wynosi 0,49  $\mu\text{m}$ . Odkształcanie metodą KoBo wywołuje procesy rekrytalizacji. Nowe ziarna są równoosiowe o dużej deorientacji. Natomiast metoda COT wywołuje procesy zdrowienia. W strukturze dominują podziarna i granice nierównowagowe o dużej gęstości dyslokacji. Niezależnie od zastosowanej metody SPD proces starzenia korzystnie wpływa na poprawę właściwości mechanicznych. Szczególnie jest to widoczne w przypadku metody COT, gdzie proces prowadzony jest w temperaturze otoczenia. Nagrzanie wsadu do temperatury 450°C oraz nagrzanie recypienta do 400°C, w przypadku metody KoBo sprzyja rekrytalizacji struktury, a jednocześnie zapobiega generowaniu dyslokacji i tworzeniu granic dyslokacyjnych. Obserwacje strukturalne przekładają się na otrzymane właściwości wytrzymałościowe.

#### PODZIĘKOWANIA

Praca została zrealizowana w ramach projektu UMO-2013/09/B/ST8/01695.

#### LITERATURA

- [1] Rodak K. 2012. *Kształtowanie struktury i właściwości mechanicznych Cu i Al metodą ściskania z oscylacyjnym skręcaniem*. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej.
- [2] Hansen N. 2004. „Hall-Petch reation and boundary strengthening”. *Scripta Materialia* 51: 801–806.
- [3] Akbarzadeh A. 2011. Nanostructure, Texture Evolution and Mechanical Properties of Aluminum Alloys Processed by Severe Plastic Deformation. W *Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys*. Prof. Zaki Ahmad (Ed.), 425–458. Intech.
- [4] Gubicza J., N.Q. Chinh, T.G. Langdon, T. Ungár. 2006. Microstructure and strength of metals processed by severe plastic deformation. W *Ultrafine Grained Materials IV*, 231–236. The Minerals, Metals & Materials Society.

#### 4. CONCLUSIONS

*The use of SPD processes for the deformation of the CuCr0.6 alloy – both the KoBo method and the COT method – enables the structure to be fragmented to the ultrafine grain level. When using KoBo, the average diameter of the grains is 0.69  $\mu\text{m}$  and when using COT, the average diameter of the grains is 0.49  $\mu\text{m}$ . KoBo deformation causes recrystallization processes. The new grains are evenly aligned and have a high degree of confusion. The COT method, on the other hand, causes recovery effect. The structure is dominated by gravel and imbalance boundaries with high relocation density. Independently Since the applied SPD method, the aging process positively influences the mechanical properties, especially in the case of the COT method, where the process is carried out at the ambient temperature. Heating of the charge to 450°C and heating of the recuperator to 400°C in the case of the KoBo method facilitates recrystallization of the structure, and at the same time prevents the generation of relocations and the creation of relocation boundaries. Structural observations are reflected in the strength properties obtained.*

#### ACKNOWLEDGEMENTS

*The work was carried out as part of the project UMO-2013/09/B/ST8/01695.*

#### REFERENCES

- [1] Rodak K. 2012. *Kształtowanie struktury i właściwości mechanicznych Cu i Al metodą ściskania z oscylacyjnym skręcaniem*. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej.
- [2] Hansen N. 2004. “Hall-Petch reation and boundary strengthening”. *Scripta Materialia* 51: 801–806.
- [3] Akbarzadeh A. 2011. Nanostructure, Texture Evolution and Mechanical Properties of Aluminum Alloys Processed by Severe Plastic Deformation. In *Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys*. Prof. Zaki Ahmad (Ed.), 425–458. Intech.
- [4] Gubicza J., N.Q. Chinh, T.G. Langdon, T. Ungár. 2006. Microstructure and strength of metals processed by severe plastic deformation. In *Ultrafine Grained Materials IV*, 231–236. The Minerals, Metals & Materials Society.

- [5] Bochniak W. 2009. *Teoretyczne i praktyczne aspekty plastycznego kształtowania metali. Metoda KoBo*. Kraków: Wydawnictwo AGH.
- [6] Ostachowski P. 2014. *Analiza mechanizmów odkształcenia w procesie wyciskania metalu z cykliczną zmianą drogi deformacji*. Rozprawa doktorska. Kraków: AGH.
- [7] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, S. Ziółkiewicz, J. Borowski. 2013. „Wyciskanie metali i stopów metodą KOBO”. *Obróbka Plastyczna Metali* 24 (2): 83–97.
- [8] Korbel A., W. Bochniak, P. Ostachowski, A. Paliborek, M. Łagoda, A. Brzostowicz. 2016. „A new constitutive approach to large strain plastic deformation”. *International Journal of Materials Research* 107 (1): 44–51.
- [9] Andrzejewski D., A. Laurentowska-Tyczka. 2017. „Zmiany mikrostruktury i własności stopu aluminium 7075 po odkształceniu metodą KOBO i rozciąganiu”. *Obróbka Plastyczna Metali* 28 (2): 93–106.
- [10] Rodak K. 2007. „Microstructural refinement of Al before compression with oscillatory torsion processes”. *Archives of Materials Science and Engineering* 28: 357–360.
- [11] Rodak K., J. Pawlicki. 2012. „Mechanism of grain refinement in Al after COT deformation”. *Solid State Phenomena* 191: 29–36.
- [12] Rodak K., K. Radwański. 2010. „Microstructure formation in austenitic steel after compression with oscillatory torsion test”. *Solid State Phenomena* 163: 110–113.
- [13] Urbańczyk-Gucwa A. 2016. „Wpływ ściskania z oscylacyjnym skręcaniem na mikrostrukturę i właściwości stopu CuCr0,6”. W *XLIV Szkoła Inżynierii Materiałowej, Ryto, Polska, 27–30.09.2016*, 499–503. AGH.
- [14] Brzezińska A., T. Drożdżak. 2017. Charakterystyka struktury i właściwości stopów CuFe2 otrzymywanych metodą ściskania z oscylacyjnym skręcaniem. W *Zagadnienia aktualnie poruszane przez młodych naukowców*, 190–194. Wyd. creativetime.
- [15] Rdzawski Z. 2009. *Miedź stopowa. Monografia*. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej.
- [16] Rdzawski Z., J. Stobrawa, W. Głuchowski. 2009. „Structure and properties of CuFe2 alloy”. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 33 (1): 7–18.
- [17] Szala J.: Program Metilo.
- [18] Molak R.M., M. Kartal, Z. Pakieła, W. Manaj, M. Turski, S. Hiller, S. Gungor, L. Edwards, K.J. Kurzydłowski. 2007. „Use of micro tensile test samples in determining the remnant life of pressure vessel steel”. *Appl. Mech. Mater.* 7–8: 187–194.
- [5] Bochniak W. 2009. *Teoretyczne i praktyczne aspekty plastycznego kształtowania metali. Metoda KoBo*. Kraków: Wydawnictwo AGH.
- [6] Ostachowski P. 2014. *Analiza mechanizmów odkształcenia w procesie wyciskania metalu z cykliczną zmianą drogi deformacji*. PhD thesis. Kraków: AGH.
- [7] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, S. Ziółkiewicz, J. Borowski. 2013. “Extrusion of metals and alloys by KOBO method”. *Obróbka Plastyczna Metali* 24 (2): 83–97.
- [8] Korbel A., W. Bochniak, P. Ostachowski, A. Paliborek, M. Łagoda, A. Brzostowicz. 2016. “A new constitutive approach to large strain plastic deformation”. *International Journal of Materials Research* 107 (1): 44–51.
- [9] Andrzejewski D., A. Laurentowska-Tyczka. 2017. “Changes of the microstructure and properties of 7075 aluminum alloy after deformation by the KOBO method and tension”. *Obróbka Plastyczna Metali* 28 (2): 93–106.
- [10] Rodak K. 2007. “Microstructural refinement of Al before compression with oscillatory torsion processes”. *Archives of Materials Science and Engineering* 28: 357–360.
- [11] Rodak K., J. Pawlicki. 2012. “Mechanism of grain refinement in Al after COT deformation”. *Solid State Phenomena* 191: 29–36.
- [12] Rodak K., K. Radwański. 2010. “Microstructure formation in austenitic steel after compression with oscillatory torsion test”. *Solid State Phenomena* 163: 110–113.
- [13] Urbańczyk-Gucwa A. 2016. “Wpływ ściskania z oscylacyjnym skręcaniem na mikrostrukturę i właściwości stopu CuCr0,6”. In *XLIV Szkoła Inżynierii Materiałowej, Ryto, Polska, 27–30.09.2016*, 499–503. AGH.
- [14] Brzezińska A., T. Drożdżak. 2017. Charakterystyka struktury i właściwości stopów CuFe2 otrzymywanych metodą ściskania z oscylacyjnym skręcaniem. In *Zagadnienia aktualnie poruszane przez młodych naukowców*, 190–194. Wyd. creativetime.
- [15] Rdzawski Z. 2009. *Miedź stopowa. Monografia*. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej.
- [16] Rdzawski Z., J. Stobrawa, W. Głuchowski. 2009. “Structure and properties of CuFe2 alloy”. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 33 (1): 7–18.
- [17] Szala J.: Program Metilo.
- [18] Molak R.M., M. Kartal, Z. Pakieła, W. Manaj, M. Turski, S. Hiller, S. Gungor, L. Edwards, K.J. Kurzydłowski. 2007. “Use of micro tensile test samples in determining the remnant life of pressure vessel steel”. *Appl. Mech. Mater.* 7–8: 187–194.

