

prof. dr hab. inż. Stanislav RUSZ<sup>1)</sup>, prof. dr hab. inż. Lubomír ČÍŽEK<sup>1)</sup>, prof. dr hab. inż. Jan DUTKIEWICZ<sup>2)</sup>, inż. Stanislav TYLŠAR<sup>1)</sup>, inż. Michal SALAJKA<sup>1)</sup>, inż. Vaclav DIVIN<sup>1)</sup>, inż. Jan KEDROŇ<sup>1)</sup>, dr inż. Marcel KLOS<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> VSB – Politechnika Ostrawska, Republika Czeska

<sup>2)</sup> Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, Kraków

<sup>3)</sup> Visteon-Autopal s.r.o., Republika Czeska

E-mail: stanislav.rusz@vsb.cz

## Rozdrobnienie ziarna stopu AlMn1Cu przez duże odkształcenie plastyczne (SPD)

### *Grain Refinement of AlMn1Cu Alloy by Severe Plastic Deformation*

#### Streszczenie

Duże odkształcenie plastyczne SPD to technika stosowana w produkcji materiałów o ultradrobnej strukturze (UFG), oparta o intensywne rozdrobnienie ziarna. Dla procesu tego bezwzględnie najważniejsza jest sprawność. Najbardziej znanymi technologiami, które są aktualnie najintensywniej rozwijane są: ECAP, C2S2, CONFORM, HPT, CCDC, ARB oraz CGP. W opracowaniu dokonano analizy technologii ECAP, gdzie istotna poprawa sprawności procesu osiągnięta jest przez zmianę geometrii narzędzia, a przez to zmianę ścieżki deformacji, co znacznie przybliży wizję wdrożenia tej technologii do przemysłu. Wpływ zmiany geometrii wkładki narzędzi ECAP na osiągnięcie wysokiego stopnia odkształcenia, z czym wiąże się wzrost sprawności procesu (tzn. osiągnięcie wymaganej średniej wielkości ziarna przy mniejszej ilości przejść przez narzędzie formujące) przedstawiono na przykładzie stopu AlMn1Cu wyprodukowane przez firmę AL Invest Bridlicna a.s. Dokonano zarówno matematycznej symulacji, jak i fizycznego przeciśnięcia próbek przez narzędzie ECAP. Badanie zostało skoncentrowane na podwyższeniu twardości i średniej wielkości ziarna w klasycznej geometrii kanałów ECAP w porównaniu z narzędziem ECAP o zmodyfikowanej geometrii, gdzie kanał poziomy został odchylony o 20° względem osi „x”, oraz w porównaniu z geometrią, gdzie w kanale poziomym utworzona została linia śrubowa (elektroerozyjnie). Dodatkowo, dla poszczególnych rodzajów geometrii ECAP wykonana została analiza metalograficzna struktury z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) oraz przez pozyskanie obrazów dyfrakcyjnych w wybranych obszarach próbki (SAED). Sprawność nowego projektu została jednoznacznie potwierdzona.

#### Abstract

*Severe plastic deformation is basic process used in technologies for production of ultra-fine grained materials (UFG), using the principle of high disintegration of grain. Efficiency of the given process is therefore of utmost importance. The best known technologies that are currently being intensively developed are the following ones: ECAP, C2S2, CONFORM, HPT, CCDC, ARB and CGP. The paper analyses the ECAP technology, where substantial enhancement of the process efficiency is achieved by change of tool geometry and therefore by change of deformation route, which significantly approaches implementation of this technology into industrial practice. Influence of change of geometry of the ECAP tool insert on achievement of high degree of deformation and thus on the increased efficiency of the process (i.e. achievement of the required mean grain size at significantly lower number of passes through the forming tool) has been demonstrated on the alloy AlMn1Cu manufactured by the company AL Invest Bridlicna a.s. Both mathematical simulation and practical extrusion of samples through the ECAP tool have been performed. Research was focused on the resulting magnitude of hardness and mean grain size in classical geometry of ECAP channels in comparison with modified geometry of the ECAP tool, where horizontal channel was deflected in respect to the axis “x” by 20°, and in comparison with geometry, when helical line was created (by sparking) into part of horizontal channel. Moreover, metallographic analysis of structure realised on TEM and SAED was applied to individual types of ECAP channel geometry. Efficiency of new design has been confirmed unequivocally.*

**Słowa kluczowe:** powtarzalna obróbka plastyczna, metoda ECAP, twardość, analiza metalograficzna

**Keywords:** SPD (Severe Plastic Deformation) process, ECAP method, hardness, metallographic analysis

## 1. ZASADA POLEPSZENIA WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH MATERIAŁÓW

Wyszukane sposoby oddziaływania na strukturę dla polepszenia wytrzymałości oraz zdolności do odkształceń technicznych stosowane były już w wielu przypadkach. Podczas badań natury wytrzymałości, w większości dla materiałów metalowych, wykazano wiele mechanizmów wzrostu wytrzymałości. Pomimo iż rozdrobnienie struktury ziarna prowadzi do wzrostu wytrzymałości, jednocześnie obniża właściwości plastyczne materiałów. W dalszej części zdefiniowano znane już mechanizmy wzmacniania struktury, ze szczególnym uwzględnieniem mechanizmów, które zaobserwować można przy rozwoju struktury podczas ścinania przy przeciskaniu przez kanał kątowy (ECAP) [1, 9, 10].

### 1.1. Mechanizmy poprawy wytrzymałości materiału

Powszechnie wiadomo, iż wytrzymałość oraz twardość materiału wzrasta wraz ze zmniejszeniem rozmiaru ziarna w swojej strukturze (zwiększa się powierzchnia granicy ziaren). W latach 50. XX wieku N.J. Petch oraz E. O. Hall sformułowali niezależnie od siebie zależność, znaną obecnie jako zależność Halla-Petcha (H-P), która opisuje związek cech wytrzymałościowych materiałów polikrystalicznych z rozmiarem ziaren w ich strukturze [1, 2].

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

Z zależności (1) wynika, iż wzrasta z pomniejszeniem ziarna wzrasta granica plastyczności danego materiału. Jest to prawdziwe także dla materiałów polikrystalicznych. Szeroki zakres zastosowania zależności Halla-Petcha sprawia, iż jest ona jedną z najważniejszych w zakresie nauki o materiałach. Jej prawidłowość w przypadku bardzo dużych i bardzo małych rozmiarów ziaren jest mimo wszystko dyskusyjna. Do zależności wprowadzany jest także błąd podczas definicji wielkości ziarna, ponieważ ziarna nie zawsze są równoosiowe. Analiza zależności została z tego względu skoncentrowana na określeniu granic obowiązywania zależności Halla-Petcha. Badania dotyczyły przede wszystkim mechanizmów, które wpływają na zależ-

## 1. PRINCIPLE OF INCREASE OF MECHANICAL PROPERTIES OF MATERIALS

*Sophisticated manners of influencing the structure were used in many cases in order to achieve high strength together with satisfactory formability. Searching the nature of metallic materials strengthening lead to the conclusion that several structural mechanisms are responsible for mechanical properties of the material. Although grain size refinement leads to an increase of strength, it decreases at the same time plastic properties of materials. Here below already the known mechanisms for structure strengthening are defined with focus on mechanisms, which can be observed at development of structure after deformation be shear used by the equal channel angular pressing (ECAP) method [1, 9, 10].*

### 1.1. Mechanisms for strengthening of material

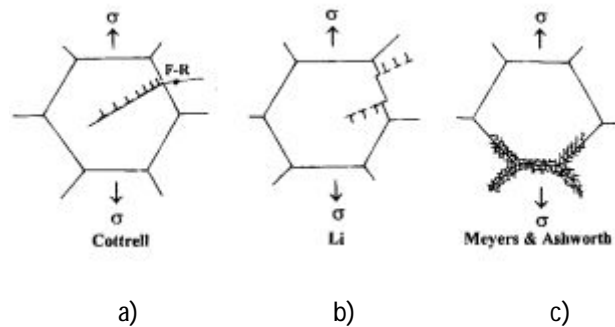
*It is a well known fact that strength and hardness of material increases with decreasing grain size in their structure (surface of grain boundaries increases). In the fifties of the last century the authors N. J. Petch and E. O. Hall formulated independently on each other presently well known Hall-Petch relation of dependence of strength properties of poly-crystalline materials on grain size in this form [1, 2].*

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

*It follows from the relation (1) that with decreasing grain size increases the yield strength in the given material. This assertion is valid also for poly-crystalline materials. Extensive applicability of the Hall-Petch relation makes it one of the most important relations in material science. Its validity in case of very large and very small grain sizes is, however, disputable. An error is also entered into the relation by definition of grain size, since the grains are not always equiaxed. Validation of the relation was therefore focused on determination of limits of validity of the Hall-Petch relation. Research concerned primarily the mechanisms, which control the relation in the area of UFG and NC structure, the presumption of which*

ność w obszarze struktury UFG i NC, a także domniemanego wzrostu wytrzymałości oraz trwałości lub tylko ograniczonego spadku zdolności do odkształceń plastycznych materiału [3, 4]. Zależność została objaśniona na podstawie wielu mechanizmów, spośród których trzema najważniejszymi są:

- spiętrzanie dyslokacji na granicach ziaren, co przy pewnym naprężeniu aktywuje źródło Franka Reada w sąsiednich ziarnach, rozprzestrzeniając deformację przez ziarna a potem w całym materiale (Cottrell),
- tworzenie dyslokacji w pobliżu granicy ziaren, utworzonych przy odkształceniu (Li),
- tworzenie dyslokacji formujących na granicę ziaren warstwę utwardzającą (Myers i Ashworth).



Rys. 1. Mechanizmy opisujące zależność Halla-Petcha a) Cottrell, b) Li, c) Meyers i Ashworth  
 Fig. 1. Mechanisms describing the Hall-Petch relation a) Cottrell, b) Li, c) Meyers and Ashworth

Sprawdzona została poprawność zależności Halla-Petcha (1). Zależność jest prawdziwa dla materiałów krystalicznych o ziarnach do ok. 50 nm, co odpowiada nanomateriałom. Dalej następuje zatrzymanie wzrostu, a nawet spadek wytrzymałości i twardości. W tym obszarze znaczącą rolę zaczyna grać mechanizm poślizgu na granicach ziaren (GBS) i przestają funkcjonować mechanizmy dyslokacyjne. Należy zaznaczyć, że w materiałach polikrystalicznych umocnienie może być spowodowane także innymi mechanizmami takimi jak umocnienie atomami domieszek, utwardzanie wydzieleniowe, umocnienie dyslokacyjne [5, 6]. Mechanizmy te nie definiują jednak istoty procesu ECAP. Umocnienie – spiętrzanie dyslokacji na granicy ziaren jest zatem dominującym zjawiskiem w odniesieniu do materiałów wykorzystywanych przy

*is an increased strength and preservation or only very limited decrease of material formability [3, 4]. The relation was explained by several mechanisms, out of which the 3 most important are the following ones:*

*Validity of the Hall-Petch relation (1) was verified. The relation is valid for poly-crystalline materials up to the grain size of approx. 50 nm, which is the area of nano-materials. Afterwards the strength or hardness stops increasing and it can even decrease. In this area the mechanism called grain boundary slip (GBS) begins to play the dominant role and dislocation mechanisms are no more functioning here. It should be stressed that in poly-crystalline materials the strengthening may be caused also by other mechanisms, such as strengthening of solid solution by atoms of admixtures, precipitation hardening, dislocation strengthening [5, 6]. These mechanisms, however, do not define the substance of the ECAP process. Strengthening – accumulation of dislocations at grain boundaries is thus the dominant effect with respect to the material used at experiments (Al and*

eksperymentach (Al i stopy) i używanej technologii kształtowania ultradrobnej struktury (UFG) [7, 8].

## 2. PRZECISKANIE STOPU AlMn1Cu PRZEZ NARZĘDZIE ECAP O RÓŻNEJ GEOMETRII

Istotą przeprowadzanych prac badawczych jest weryfikacja wpływu nowej geometrii narzędzia ECAP na strukturę i właściwości mechaniczne stopu AlMn1Cu. Zgodnie z przypuszczeniami nowa geometria narzędzia powinna zwiększyć sprawność procesu. Podstawowym kryterium doboru materiału była możliwość jego wykorzystania w przemyśle.

*its a-loys) and used technology for formation of UFG structure [7, 8].*

## 2. EXTRUSION OF THE AlMn1Cu ALLOY BY ECAP TOOL WITH DIFFERENT GEOMETRY

*The essence of the realised experimental works consisted in verification of the influence of new geometry of the ECAP tool on structure and mechanical properties of the alloy AlMn1Cu. According to the assumptions the new tool geometry should increase the process efficiency. The basic criterion for material selection was its use in industrial practice.*

Tab 1. Skład chemiczny stopu AlMn1Cu

Tab. 1. Chemical composition of the alloy AlMn1Cu

Mn	Fe	Si	Cu	Reszta / other impurities	Al
1.1%	0.45%	0.55%	0.15%	do 0.05% / up to 0.05%	reszta / in balance

Prace badawcze miały następujące cele:

- opracowanie charakterystyk zależności odporności stopu AlMn1Cu na odkształcenia po pierwszym, trzecim, piątym i siódmym przejściu,
- weryfikacja wpływu liczby przejść na uzyskane wartości twardości w skali Vickersa,
- weryfikacja wpływu temperatury na uzyskaną twardość,
- weryfikacja wpływu liczby przejść na końcowe rozdrobnienie struktury.

### 2.1. Nowa geometria narzędzia do przeciskania

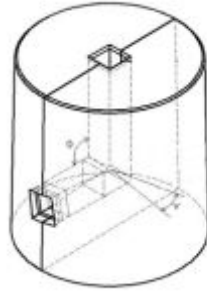
Narzędzie używane przy przeciskaniu oparte było o podstawową koncepcję procesu ECAP. Nowa geometria różni się od koncepcji bazowej narzędzia ECAP tym, iż w poziomej części kanału wykonana została linia śrubowa. Z punktu widzenia uzyskanego odkształcenia największa sprawność występuje przy połączeniu kanałów pod kątem 90°. Podstawowa geometria kanału opisywana jest kątami  $\Phi = 90^\circ$  (kąt wewnętrzny kanału) oraz  $\Psi = 9^\circ 30'$ . Kąt zewnętrzny kanału  $\Psi$  jest opisany przez średnice  $R1 = 0.2$  mm oraz  $R2 = 2.5$  mm. Schemat używanego narzędzia ECAP przedstawiono na rys. 2.

*Experimental works had the following objectives:*

- *determination of AlMn1Cu alloy hardening after the 1<sup>st</sup>, 3<sup>rd</sup>, 5<sup>th</sup>, 7<sup>th</sup> pass,*
- *verification of influence of number of passes on the achieved values of hardness by Vickers,*
- *verification of influence of temperature in the achieved hardness,*
- *verification of influence of number of passes on final structure refinement.*

### 2.1. New geometry of extrusion tool

*The tool that was used for extrusion was based on the basic concept of the ECAP process. New geometry differs from the basic concept of the ECAP tool by the fact that helix was created in horizontal part of its channel. From the viewpoint of the obtained deformation the most efficient appears connection of the channel with 90°. Basic geometry of the channel is given by the angles  $\Phi = 90^\circ$  (channel inner angle) and  $\Psi = 9^\circ 30'$ . Exterior angle of the channel  $\Psi$  is given by the chosen diameters  $R1 = 0.2$  mm and  $R2 = 2.5$  mm. Diagram of the used ECAP tool is shown in Fig. 2.*



Rys. 2. Schemat narzędzia ECAP o zmienionej geometrii

Fig. 2. Diagram of the ECAP tool with modified geometry

Narzędzie różni się od podstawowej koncepcji geometrii ECAP tym, iż w kanale poziomym uformowana linią śrubowa o kącie wzniosu  $\gamma = 10^\circ$ . Podstawowym celem opisanej geometrii kanału było wytworzenie ciśnienia wstecznego przy przejściu przez poziomą część kanału. Skutkuje to większym odkształceniem materiału i znacznym wzrostem sprawności całego procesu odkształcania. Narzędzie wykonane zostało z wysokiej jakości stali narzędziowej dostarczonej przez firmę Böhler-Uddeholm pod nazwą handlową HOTVAR. Niniejsza stal narzędziowa charakteryzuje się wysoką wytrzymałością przy podwyższonych temperaturach. Może być ona ulepszana cieplnie i hartowana do 58 HRC, co jest bardzo dobrym warunkiem wstępnym do zastosowania w procesie kształtowania na gorąco. Dzięki temu możliwe jest sprawdzenie wpływu temperatury przy przeciskaniu podczas procesu ECAP. Stal ta jest zalecana dla narzędzi, które nie są azotowane.

The tool differs from the basic concept of ECAP geometry by the helix that was formed in part of horizontal channel with spiral angle  $\gamma = 10^\circ$ . Basic objective of the given channel geometry was creation of back pressure at passage of material through horizontal part of the channel. This creates higher deformation of material and thus substantial increase in efficiency of the whole forming process. The tool was made of peak quality tool steel supplied by the company Böhler-Uddeholm under commercial name HOTVAR. This tool steel is characterised by high strength properties at increased temperatures. It can be quenched and tempered up to 58 HRC, which gives very good pre-requisite for its use at hot forming. It is therefore possible to verify influence of temperature at extrusion by the ECAP process. This steel is recommended for the tools that are not nitrided.

Tab. 2. Skład chemiczny stali narzędziowej HOTVAR

Tab. 2. Chemical composition of the tool steel HOTVAR

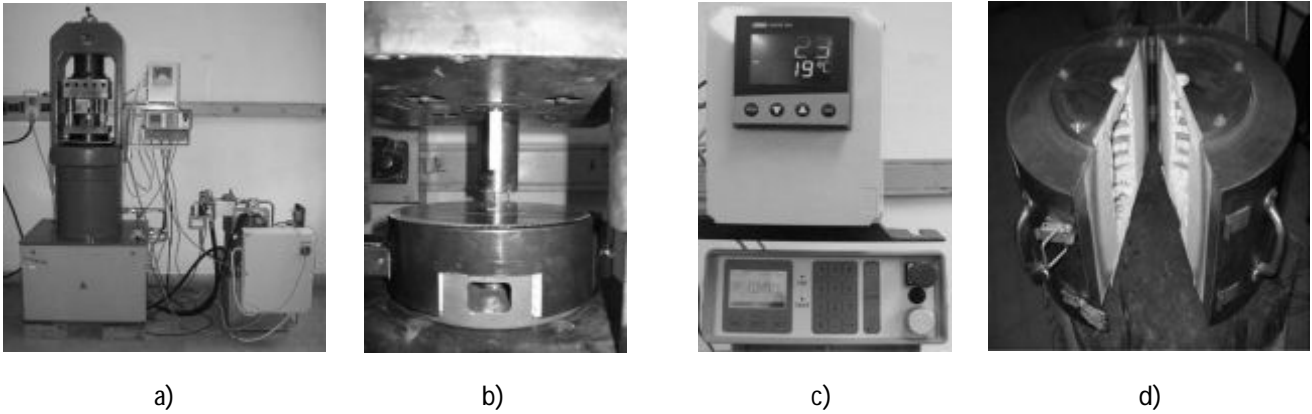
C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni	Zalecana twardość Recommended hardness
0.55%	1.0%	0.75%	2.6%	2.25%	0.85%	—	wyżarzanie do HRC 55 annealed to HRC 55

Badania przeprowadzone zostały na Wydziale Mechanicznym Politechniki Ostrawskiej (VŠB), na kierunku Inżynieria Mechaniczna. Do przeciskania użyta została prasa hydrauliczna DP 1600 kN (rys. 3a), która wyposażona została w serwozawór, pozwalający na płynną regulację prędkości narzędzia z poziomu panelu sterowania, z możliwością kontroli temperatury i termopar za pomocą panelu sterowania (rys. 3b). Ponowne

The experiments were carried out at the working site of the Department of mechanical technology, of the Faculty of Mechanical Engineering, Technical University of Mining and Metallurgy in Ostrava (VSB-Technical University of Ostrava). Hydraulic press DP 1600 kN (Fig. 3a) was used for extrusion. It was equipped with a servo-operated valve enabling smooth regulation of the speed of tool from control panel and thermocouple connected

podgrzanie narzędzia formującego odbyło się z użyciem tulei ponownego nagrzewania (rys. 3c). Próbkki zostały podgrzane ponownie w piecu oporowym z kontrolą temperatury do 1150 °C (rys. 3d).

to temperature control panel (Fig. 3b). Reheating of the forming tool was made by reheating sleeve (Fig. 3c). The samples were reheated in resistance furnace with control of temperature up to 1150°C (Fig. 3d).



Rys. 3. Stanowisko do weryfikacji nowej geometrii narzędzia ECAP, a) stanowisko, b), c) szczegół narzędzia kształtującego z oprawką do grzania, d) piec oporowy

Fig. 3. Working site for verification of new geometry of the ECAP tool, a) working site, b), c) detail of the forming tool with reheating sleeve, d) resistance furnace

Dla zredukowania tarcia pomiędzy narzędziem i badanym materiałem użyty został środek smarujący Thermocup. Środek ten jest odpowiedni do smarowania powierzchni ślizgowych wystawionych na duże obciążenia mechaniczne. Jego współczynnik tarcia wynosi  $f = 0,1$ . Smar ten jest szczególnie odpowiedni dla kształtowania metali nieżelaznych. Przy przeciskaniu użyta została ścieżka  $B_C$ .

Geometria narzędzia ma największy wpływ na stopień odkształcenia. Dzięki wprowadzeniu „linii śrubowej” do poziomej części kanału stało się możliwe uzyskanie znacznego wzrostu odkształcenia. Wielkość odkształcenia wyrażona jest przez zależność [1]:

$$\varepsilon_{VM} = \frac{2 \cdot n}{\sqrt{3}} \cdot \left[ \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \frac{1}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)} \right] \quad (2)$$

$n$  – jest liczbą przejść przez narzędzie formujące, kąt  $\Phi$  jest kątem przecięcia dwóch kanałów (kąt wewnętrzny), kąt  $\Psi$  jest kątem zaokrąglenia przecięcia kanałów (kąt zewnętrzny).

Lubricant Thermocup was used for reduction of friction between the tool and experimental material. This lubricant is suitable for lubrication of sliding surface with big mechanical load. Its friction coefficient is  $f = 0.1$ . This lubricant is very suitable for forming of non-ferrous metals. Deformation rout  $B_C$  was used at extrusion.

Geometry of the tool has the most distinctive influence on deformation intensity. Thanks to insertion of the “helix” into horizontal part of the channel it was possible to achieve a substantial increase of deformation. Magnitude of deformation is expressed by the relation [1]:

$$\varepsilon_{VM} = \frac{2 \cdot n}{\sqrt{3}} \cdot \left[ \text{ctg}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \frac{1}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)} \right] \quad (2)$$

$n$  – is number of passes through the forming tool, angle  $\Phi$  is the angle of crossing of two channel (inner angle), and angle  $\Psi$  is the angle of rounding of the channel crossing (exterior angle).

Tab. 3. Uzyskana wielkość odkształcenia po przeciskaniu ECAP (linia śrubowa, kąt wzniosu 10°)

Tab. 3. Achieved magnitude of deformation after the ECAP process (helix, pitch 10°)

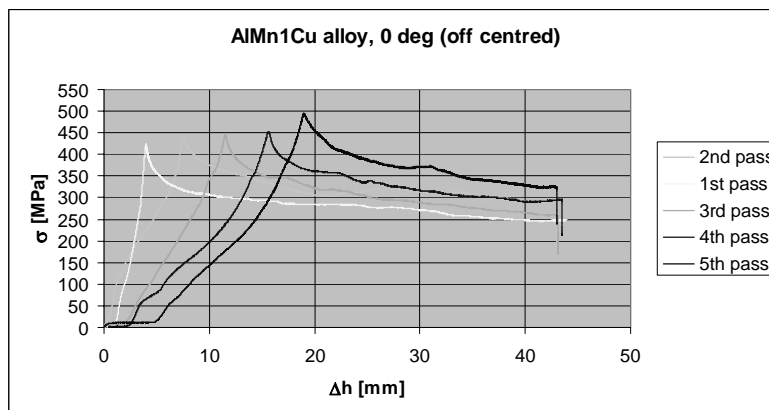
Liczba przejść Number of passes	Przejście 1 Pass 1	Przejście 2 Pass 2	Przejście 3 Pass 3	Przejście 4 Pass 4	Przejście 5 Pass 5	Przejście 6 Pass 6	Przejście 7 Pass 7
$\varepsilon_{VM}$	1.23	2.46	3.69	4.91	6.14	7.37	8.60

Tab. 4. Uzyskana wielkość odkształcenia po przeciskaniu przez kanał kątowy (geometria klasyczna:  $\Phi = 90^\circ$ ;  $\Psi = 60^\circ$ )Tab. 4. Achieved magnitude of deformation after the ECAP process (classical geometry:  $\Phi = 90^\circ$ ;  $\Psi = 60^\circ$ )

Liczba przejść Number of passes	Przejście 1 Pass 1	Przejście 2 Pass 2	Przejście 3 Pass 3	Przejście 4 Pass 4	Przejście 5 Pass 5
$\varepsilon_{VM}$	1.05	2.1	3.15	4.1	5.1

2.2. Charakterystyki wytrzymałościowe uzyskane dla przeciskania przez kanał kątowy dla geometrii klasycznej i nowo zaproponowanej

2.2. Curves of strengthening achieved by the ECAP process with classical and newly proposed channel geometry

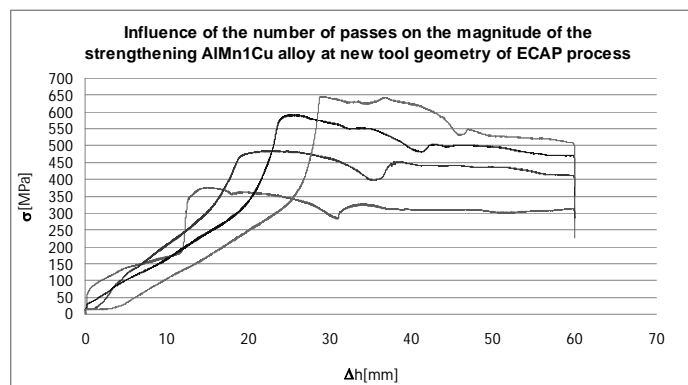


Rys. 4. Przeciskanie stopu AlMn1Cu przez kanał o geometrii klasycznej, intensywność odkształcenia  $\sigma$  [MPa] w zależności od drogi odkształcenia  $\Delta h$  [mm]

Fig.4. Extrusion of the alloy AlMn1Cu with classical channel geometry, stress intensity  $\sigma$ [MPa] vs. displacement  $\Delta h$  [mm]

Dla narzędzia ECAP o klasycznej geometrii kanału ze względu na ograniczoną ilość materiału wejściowego miało miejsce 5 przejść. Głównym celem prac badawczych było sprawdzenie, czy uzyskany stopień odkształcenia po piątym przejściu równy  $\varepsilon_{VM} = 5.1$  był odpowiedni dla oczekiwanego rozdrobnienia ziarna (tab. 4).

On the ECAP tool with classical channel geometry of the altogether 5 passes were made due to limited quantity of the input material. The main intention of experimental works was to verify, whether the achieved magnitude of degree of material deformation after 5<sup>th</sup> pass  $\varepsilon_{VM} = 5.1$  was sufficient for the expected grain disintegration (Tab. 4).



Rys. 5. Przekiskanie stopu AlMn1Cu przez kanał o nowej geometrii (pozioma część z kształtem śruby), intensywność odkształcenia  $\sigma$  [MPa] w zależności od drogi odkształcenia  $\Delta h$  [mm]

Fig. 5. Extrusion of the alloy AlMn1Cu with new channel geometry (horizontal part contains a helix), stress intensity  $\sigma$  [MPa] vs. displacement  $\Delta h$  [mm]

Na podstawie otrzymanych wyników widać wyraźnie, iż zastosowanie narzędzia ECAP o nowej geometrii skutkuje znacznym wzrostem odkształcenia, co widoczne jest szczególnie w przejściach od 5 do 7. Uzyskany wzrost odkształcenia wynosi około 19–21% (rys. 5) dla poszczególnych przejść. Na przebiegu wykresów granicy plastyczności widać, iż największe umocnienie materiału zachodzi w momencie, gdy materiał przechodzi przez „linię śrubową”. Za sprawą ciśnienia wstecznego odkształcenie jest bardziej jednorodne. W przypadku klasycznej geometrii kanału w przejściach od 1 do 3 pojawia się nagły wzrost wytrzymałości, po czym następuje spadek granicy plastyczności dużo większy niż w przypadku nowej geometrii. Na podstawie przebiegów krzywych granicy plastyczności można przypuszczać, iż nowa geometria kanału (rys. 5) jest rozwiązaniem, które ma pozytywny wpływ na uzyskanieżądanego rozdrobnienia ziarna w maksymalnej objętości formowanego materiału. Duży wpływ geometrii narzędzia (utworzenie linii śrubowej w poziomej części kanału) na uzyskany stopień odkształcenia został jednoznacznie potwierdzony przez uzyskaną wielkość odkształcenia i osiągnięte umocnienie.

### 3. POMIAR TWARDOŚCI

Dla pomiaru twardości została zaproponowana jednolita procedura. Twardość mierzona była na powierzchni, w centralnej części próbek (rys. 6). Dla umożliwienia pomiaru twardości w środkowej części, połowa próbek została sfrezo-

*It is obvious from the obtained results that use of the ECAP tool with new geometry brings substantial increase of deformation, which is manifested particularly in 5<sup>th</sup> to 7<sup>th</sup> passes. Increase of the achieved magnitude of deformation is of the order of 19–21% (Fig. 5) at individual passes. Courses of flow stress diagrams shows the principal, when the biggest material strengthening occurs at the place, where material passes through the “helix”. Influence of back pressure causes more uniform deformation. In the case of classical channel geometry a steep increase of strengthening is observed at the 1<sup>st</sup> to 3<sup>rd</sup> passes and fall of the flow stress is then falls much bigger than in the case of new geometry. It is possible to assume from the courses of flow stress curves for the new channel geometry (Fig. 5) that this solution has a positive influence from the viewpoint of achievement of the required grain disintegration in the maximum volume of the formed material. Big influence of the tool geometry (creation of the “helix” in horizontal part of the channel) on the achieved degree of deformation was unequivocally confirmed on achieved magnitude of deformation and aim of strengthening.*

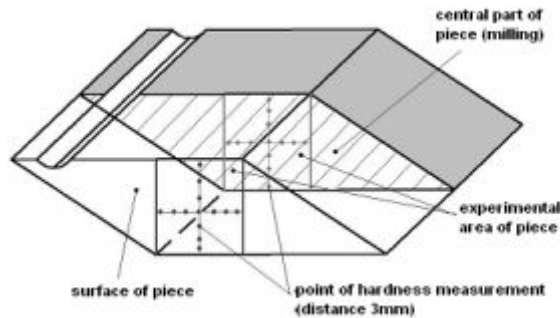
### 3. MEASUREMENT OF HARDNESS

*A uniform procedure of measurement was proposed form measurement of hardness. Hardness was measured on their surface and in their central part (Fig. 6). Half of the sample was cut of, in order to enable measurement of hardness in*



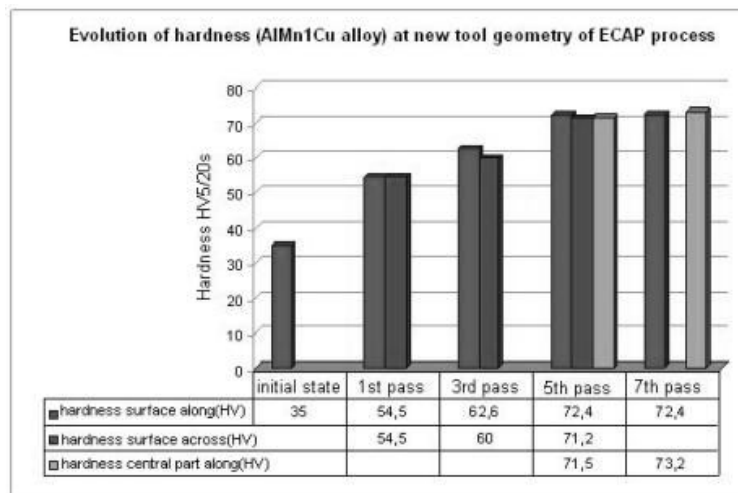
wana. W kierunku wzdłużnym i poprzecznym wykonane zostały niezależne wgłębienia. Po między wgłębieniami zachowana została odległość 3 mm, aby uniknąć wpływu sąsiednich punktów pomiaru. Twardość została oceniona na podstawie centralnej części próbki. Poza tym obszarem występować może zbijanie lub pęknięcia struktury, które wpływać mogą na ostateczną wartość twardości.

*their central part. Individual indents were made both longitudinally and transversely. Distance between individual indents was 3 mm, in order to prevent an influence of adjoining points of measurement. Hardness was assessed in the central part of the sample. Beyond this area compacting of the sample occurs and cracks in structure may also appear, both of which influences the final value of hardness.*



Rys. 6. Próbkę – przygotowanie do pomiaru twardości

*Fig. 6. Sample – treatment of measurement of hardness*



Rys. 7. Uzyskane wartości twardości, stan początkowy i stan po poszczególnych przejściach

*Fig. 7. Achieved values of hardness, initial state and state after individual passes*

Przebieg wykresu dla uzyskanych wartości twardości w skali Vickersa w stanie początkowym oraz po poszczególnych przejściach przez narzędzie ECAP (rys. 7) potwierdził znaczący wzrost twardości już po pierwszym przejściu (55 HV w porównaniu z 35 HV). Innym bardzo interesującym odkryciem jest fakt, iż po piątym przejściu nie nastąpił żaden znaczący wzrost twardości (72 HV), tzn. nastąpiło bardzo duże umocnienie materiałów i znaczne zmniejszenie zdolności do odkształceń plastycznych.

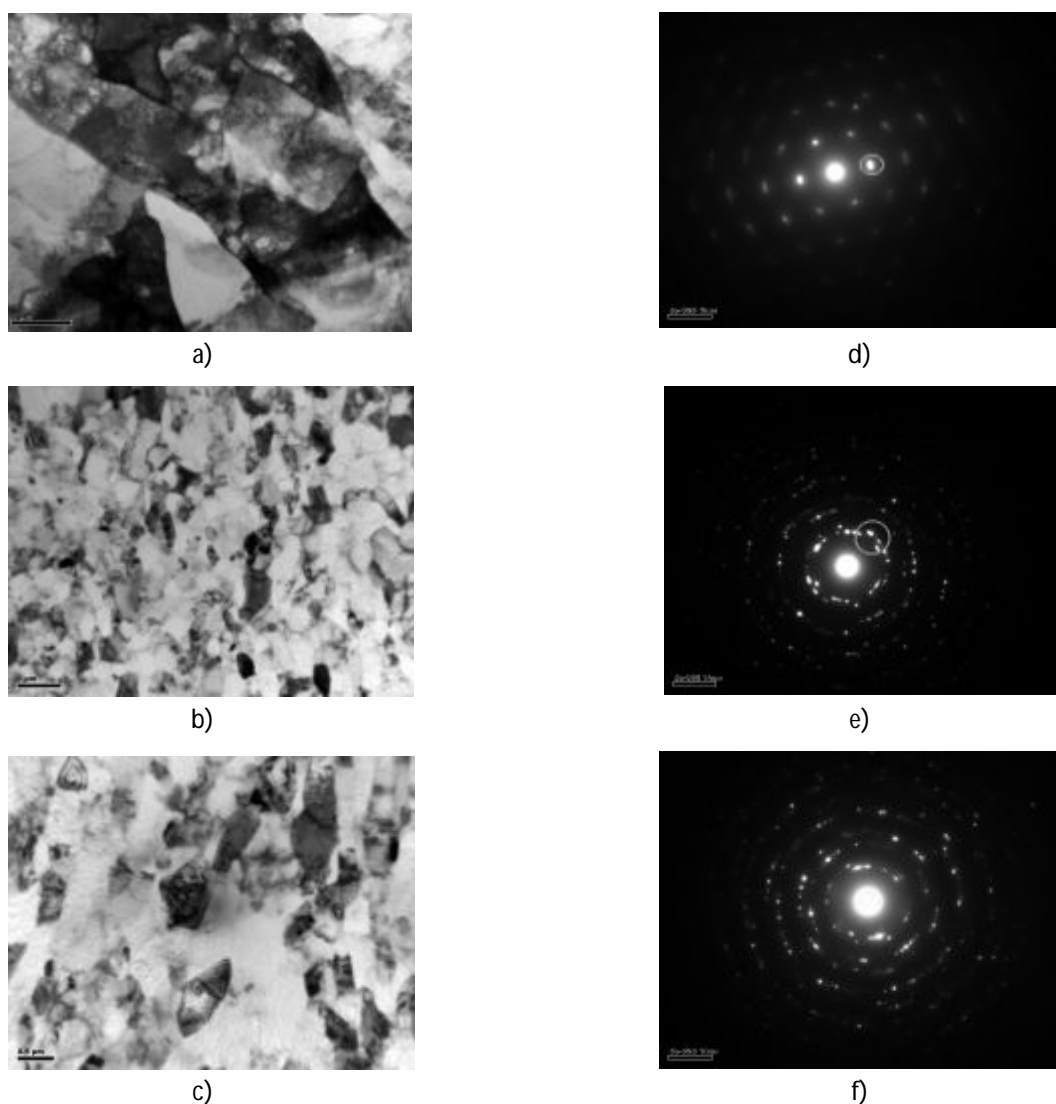
*Course of the diagram of the obtained values of Vickers hardness in initial state and after individual passes through the ECAP tool (fig. 7) has confirmed a substantial increase in hardness already after the 1<sup>st</sup> pass (55 HV in comparison to 35 HV). Another very interesting finding is the fact that after the 5<sup>th</sup> pass no substantial increase in hardness occurs (72 HV), i.e. that very high strengthening of materials has occurred and the material was substantially reduced and that supply of plasticity may be substantially reduced.*

## 4. ANALIZA METALOGRAFICZNA

Z wykorzystaniem mikroskopii transmisyjnej elektronowej (TEM) oraz poprzez pozyskanie obrazów dyfrakcyjnych z wybranych obszarów próbki (SAED) dokonano analizy stopu AlMn1Cu. Analiza dotyczyła stanu początkowego oraz stanu po siódmym przejściu przez narzędzie ECAP z linią śrubową. Z próbki po siódmym przejściu pobrane zostały płytki o grubości 3 mm. Płytki te zostały zeszlifowane i wypolerowane do grubości finalnej 0,13–0,15 mm. W ten sposób przygotowane zostały próbki a)–d) (rys. 8).

## 4. METALLOGRAPHIC ANALYSIS

*Analysis of structure of the alloy AlMn1Cu was made on TEM and with use of SAED. Analysis concerned the initial state and the state after the 7<sup>th</sup> pass through the ECAP tool containing the helix. Discs with thickness 3 mm were taken from the sample after the 7<sup>th</sup> pass. These discs were then ground and ion thinning polished to the final thickness of 0.13–0.15 mm. In this manner the samples a)– d) (Fig. 8) were prepared.*



Rys. 8. Analiza metalograficzna – stan początkowy a) TEM, d) SAED, stan po 7. przejściu, koncepcja klasyczna b) TEM, e) SAED, po 7. przejściu, nowa geometria narzędzia c) TEM, f) SAED

*Fig. 8. TEM microstructures and SAD patterns received for AlMn1Cu alloy: (a, d) as received material; (b, e) sample deformed using classical ECAP and seven extrusion passes; (c, f) sample deformed using new tool geometry and seven extrusion passes*

Zostały one następnie poddane analizie metalograficznej z użyciem transmisyjnego mikroskopu elektronowego Philips Tecnai-20 (napięcie przyspieszające 200 kV). Struktura składa się z ziaren o mniej więcej tym samym rozmiarze. Ziarna widoczne na fotografiach w kolorze szarym i czarnym zawierają kryształy Mn oraz Cu, które zachowują się w osnowie Al jak wydzielenia, które wzmacniają dany materiał i chronią przed wtórnym rozrostem ziaren. Obecność wydzieleń jest bardzo ważna, ponieważ czyste aluminium poddane procesowi ECAP ma tendencję do pogrubiania ziaren, przez co traci uzyskane właściwości mechaniczne. Uzyskano znaczne rozdrobnienie ziarna – od średniego rozmiaru początkowego  $\bar{d} = 30 \mu\text{m}$  do rozmiaru końcowego  $\bar{d} = 250 \text{ nm}$ .

## 5. PODSUMOWANIE

Analiza wzrostu sprawności procesu dużych odkształceń plastycznych (SPD), osiągniętego przez zmianę ścieżki odkształcającej w narzędziu ECAP o nowej geometrii jednoznacznie potwierdziła poprawność projektu. Zarówno charakterystyki wytrzymałościowe, jak i pomiary twardości potwierdzają znaczne polepszenie właściwości mechanicznych (twardość HV) w próbce uformowanej w narzędziu o nowej geometrii względem próbki uformowanej w klasycznym narzędziu ECAP. Analiza metalograficzna potwierdziła znacznie lepsze rozdrobnienie ziaren i bardziej jednorodną strukturę próbek przetworzonych przy użyciu narzędzia ECAP o nowej geometrii.

## Podziękowania

Niniejsza publikacja opracowana została w ramach projektu „Wsparcie badań i rozwoju w Regionie Morawsko-Śląskim 2013 DT 1 – Międzynarodowe ekipy badawcze” (02613/2013/RRC), finansowanego z budżetu Regionu Morawsko-Śląskiego w Czechach, przy współpracy z Politechniką Ostrawską (VŠB).

*They were afterwards used for metallographic analysis on TEM microscope Philips Tecnai-20 (accelerating voltage 200 kV). Structure consists of the grains of approximately same size. The contain crystals of Mn and Cu, and they act in the basic Al matrix as precipitates, which strengthen the given material and prevent the secondary growth of grains. Existence of precipitates is very important since pure aluminium has after the ECAP process a tendency to grain coarsening, due to which it loses the achieved mechanical properties. Average grain size was measured by dark field method. Substantial grain refinement was achieved – from the initial average size  $\bar{d} = 30 \mu\text{m}$  to final size  $\bar{d} = 250\text{-}300 \text{ nm}$ .*

## 5. CONCLUSIONS

*The analysis of the increased efficiency of the SPD process achieved by change of the deformation route by new geometry of the ECAP tool has confirmed unequivocally correctness of this design. Both the curves of strengthening and measurements of hardness have unequivocally a substantially higher increase of mechanical properties (HV hardness) in the sample formed by the tool with new geometry in comparison to the sample formed by the classical ECAP tool. Metallographic analysis has unequivocally confirmed substantially better refinement of average grain size and more homogenous structure in the samples processed with use of the ECAP tool with new geometry.*

## Acknowledgements

*This paper has been elaborated in the framework of the project “Support research and development in the Moravian-Silesian Region 2013 DT 1 - International research teams” (02613/2013/RRC) – financed from the budget of the Moravian-Silesian Region Czech Republic and on the base of co-operation with VSB – TU Ostrava.*

## LITERATURA / REFERENCES

- [1] Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V.: *Bulk Nanostructured Materials from Plastic Deformation*. Wyd. 1 (2000), s. 103.
- [2] Berta M., Orlov D., Prangnell P.B.: *Grain refinement response during twist extrusion of an Al-0.13% Mg alloy*. *International Journal of Materials Research* vol. 98 nr 3 (2007), s. 200–204.
- [3] Horita Z., Kishikawa K., Kimura K., Tatsumi K., Langdon T.G.: *Grain Refinement of High-Purity FCC Metals Using Equal-Channel Angular Pressing*. *Materials Science Forum* vol. 558–559 (2007), s. 1273–1278.
- [4] Chang H., Wang X.J., Zheng M.Y., KUN W.: *Effect of ECAP on the microstructure and tensile properties magnesium matrix composite*. *Adv. Material Science and Forum* vol. 358. nr 9 (2007), s. 1342–1345.
- [5] Latych V.V., Semenova, I., Kandarov L.L.: *Microstructure and properties of Ti rods produced by multi-step SPD*. *Adv. Material Science and Forum* vol. 503 nr 1 (2006), s. 763–768.
- [6] Mazurina I., Svidkov O., Kaibyshev R., Miura H.: *Effect of deformation temperature on microstructure in 2219 aluminium alloy during ECAP*. *Adv. Materials Science and Forum* vol. 559 nr 12 (2007), s. 554–550.
- [7] Sidikov O., Sakai T., Afotkratova E., Tsuzaki K.: *Microstructural evolution in a commercial alloy during ECAP at 300°C*. *Adv. Material Science and Forum* vol. 558 nr 11 (2007), s. 579–584.
- [8] Valiev R.Z.: *The new SPD processing trends to fabricate bulk nanostructure materials*. *Adv. Material Science and Forum* vol. 114 nr 6 (2007), s. 7–18.
- [9] Varyukhin V., Synkov S., Orlov D.: *Application of twist extrusion*. *Adv. Materials Science and Forum* vol. 504 nr 1 (2006), s. 335–338.
- [10] Zhilyaev A.P., Langdon T.G.: *Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications*. *Progress in Materials Science* vol. 53 nr 6 (2008), s. 893–979.