



## Przeróbka plastyczna tytanu Grade2 metodą wyciskania hydrostatycznego

### *Plastic working of titanium Grade2 using hydrostatic extrusion method*

(1) Krzysztof Topolski\*  (2) Halina Garbacz 

Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej, ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa, Poland

#### Informacje o artykule

Zgłoszenie: 5.11.2018  
Recenzja: 3.01.2019  
Akceptacja: 29.03.2019

#### Wkład autorów

- (1) Autor koncepcji i przygotowania artykułu, autor koncepcji i metodyki badań oraz realizacji badań
- (2) Współautorka koncepcji i przygotowania artykułu, współautorka koncepcji i metodyki badań oraz realizacji badań

#### ORCID iD

- (1) <https://orcid.org/0000-0001-8788-5435>
- (2) <https://orcid.org/0000-0003-4761-7828>

#### Article info

Received: 5.11.2018  
Reviewed: 3.01.2019  
Accepted: 29.03.2019

#### Authors' contribution

- (1) Author of the concept and preparation of the article, author of the concept and methodology of research and implementation of the research
- (2) Co-author of the concept and preparation of the

#### Streszczenie

Wyciskanie hydrostatyczne (WH) należy do technologii przeróbki plastycznej i jest specyficzną odmianą wyciskania współbieżnego. Metody wyciskania współbieżnego są używane głównie do wytwarzania produktów podłużnych pełnych lub wydrążonych o różnych profilach przekroju poprzecznego. Prezentowane w tej pracy wyciskanie hydrostatyczne dotyczy tytanu Grade2 oraz prętów o przekroju kołowym. Wyniki licznych badań dowiodły, że odkształcanie różnych metali metodą WH umożliwia rozdrobnienie ziarna oraz istotne umocnienie. Generalnie stwierdzono, że metoda WH pozwala wytwarzać metale o strukturach nanoziarnistych oraz ultradroboziarnistych. Celem pracy była ocena możliwości zastosowania metody wyciskania hydrostatycznego do przeróbki plastycznej tytanu Grade2. Scharakteryzowano metodę WH oraz wykazano jej duży potencjał w kontekście przeróbki tytanu Grade2. W pracy przedstawiono i omówiono cztery przykładowe, niezależne procesy technologiczne wyciskania hydrostatycznego tytanu. Zaprezentowano wyniki badań strukturalnych oraz właściwości mechaniczne uzyskanych produktów. Wyniki dowiodły, iż stosując technologię WH, możliwe jest uzyskanie w tytanie Grade2 struktury nanoziarnistej o średniej wielkości ziaren w przedziale 50–70 nm. Jednocześnie zaobserwowano istotne umocnienie wyciskanego materiału wyrażone wzrostem granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie oraz twardości. Uzyskany nanoziarnisty tytan charakteryzował się właściwościami mechanicznymi porównywalnymi z właściwościami stopu tytanu Ti6Al4V. Ponadto, w prezentowanej pracy potwierdzono, że można wyprodukować lity i objętościowy nanoziarnisty Ti w formie prętów o różnych średnicach, tzn. że możliwe jest skalowanie średnicy wsadu i produktu.

**Słowa kluczowe:** wyciskanie hydrostatyczne, tytan, nanostruktura, właściwości mechaniczne

#### Abstract

Hydrostatic extrusion (HE) belongs to the technology of plastic working, and is a specific variation of direct extrusion. Direct extrusion methods are mainly used to produce oblong solid or hollow products with different transverse-section profiles. The hydrostatic extrusion presented in this paper concerns titanium Grade2 and rods with a circular transverse section. The results of numerous studies have shown that the deformation of various metals by the HE method enables grain refinement and significant strengthening. Generally, it was found, that the HE method makes it possible to manufacture metals having nanograined and ultrafinegrained structures. The aim of the work was to evaluate the possibilities of using the hydrostatic extrusion method for plastic working of titanium Grade2. The HE method was characterized and its great potential in the context of processing Ti Grade2 was demonstrated. In this paper, four exemplary, independent technological processes of the hydrostatic extrusion of titanium

\* Autor do korespondencji. Tel.: +48 22 234 87 40; e-mail: kt.topolski@gmail.com

\* Corresponding author. Tel.: +48 22 234 87 40; e-mail: kt.topolski@gmail.com

article, co-author of the concept and methodology of research and research implementation

#### ORCID iDs

(1) <https://orcid.org/0000-0001-8788-5435>

(2) <https://orcid.org/0000-0003-4761-7828>

were presented and discussed. The results of our structural research and tests of the mechanical properties of the products obtained were presented. Those results proved that, using HE technology, it is possible to obtain in titanium Grade2 a nanograined structure characterized by an average grain size of 50–70 nm. At the same time, a significant strengthening of the extruded material was observed, expressed by an increase in yield strength, tensile strength and hardness. The obtained nanograined titanium was characterized by mechanical properties comparable to that of titanium Ti6Al4V alloy. Moreover, in the presented work it was confirmed that it is possible to produce solid and bulk nanograined Ti in the form of rods of different diameters i.e. that is possible to scale up the diameter of the billet and the product

**Keywords:** hydrostatic extrusion, titanium, nanostructure, mechanical properties

## 1. WSTĘP

W ostatnich latach zaobserwować można intensywny rozwój badań w obszarze metali nanoziarnistych oraz ultradroboziarnistych. Powstały liczne prace naukowe poświęcone metodom wytwarzania oraz analizie właściwości tych materiałów. Są to materiały, w których ziarna (tzn. charakterystyczne elementy struktury) przynajmniej w jednym kierunku nie przekraczają rozmiaru 100 nm (struktura nanoziarnista) lub charakteryzują się zakresem od 100 do 1000 nm (struktura ultradroboziarnista) [1–4].

Należy wyjaśnić, iż istnieje wiele technik wytwarzania metali o rozdrobnionej strukturze. Różnorodność i klasyfikacja tych technik wynikają np. z różnych mechanizmów rozdrobnienia oraz zróżnicowania uzyskiwanych produktów. Niniejsza praca dotyczy przeróbki metali trójwymiarowych, w stanie stałym, które posiadają znaczny rozmiar makroskopowy w trzech kierunkach i uznawane są za materiały lite-objętościowe.

Rozdrabnianie struktury takich materiałów odbywa się przy użyciu tzw. metod „top-down”, w obrębie których wyróżniamy metody wykorzystujące odkształcenie plastyczne. Skuteczność tych metod w zakresie rozdrobnienia ziarna metali zależy od możliwości zapewnienia niekonwencjonalnie dużego odkształcenia plastycznego i odprowadzenia dużej ilości ciepła. W czasie odkształcenia plastycznego generowana jest bardzo duża gęstość dyslokacji. Ich przebudowa prowadzi do uzyskania struktury nanoziarnistej lub ultradroboziarnistej. Jedną ze wspomnianych metod „top down” wykorzystujących odkształcenie plastyczne jest metoda wyciskania hydrostatycznego. Historia tej technologii jest względnie długa, ponieważ sięga końca XIX wieku. Należy jednak podkreślić, iż

## 1. INTRODUCTION

In recent years, there has been an intensive development of research in the field of nanograined and ultrafinegrained metals. Numerous scientific works have been devoted to methods of manufacturing and analyses of the properties of these materials, whose grains (i.e. characteristic structural elements) do not exceed 100 nm in at least one direction (nanograined structure) or range from 100 to 1000 nm (ultrafinegrained structure) [1–4].

It should be clarified that there are many techniques for manufacturing metals having a refined structure. The variety and classification of these techniques results, for example, from various refinement mechanisms and the diverse products obtained. This work concerns the processing of three-dimensional metals, in the solid state, that have a significant macroscopic size in three directions and are considered as bulk-volumetric materials.

The structure of such materials is refined using “top-down” methods, including methods of plastic deformation. The effectiveness of these methods in the field of metal grain refinement depends on the being able to perform an unconventionally severe plastic deformation and dissipating a large amount of heat. During the plastic deformation, a very high dislocation density is generated. The rebuilding of those dislocations leads to a nanograined or ultrafinegrained structure. One of the “top down” methods mentioned that utilizes plastic deformation is the hydrostatic extrusion method. This technology has quite a long history dating back to the end of the 19th century. However, it should be emphasized that, for many years, hydrostatic extrusion was used only for changing

przez wiele lat wyciskanie hydrostatyczne stosowane było tylko w celu zmiany geometrii wsadu i nie służyło rozdrabnianiu struktury metali. Potencjał metody WH w kontekście wytwarzania metali nanoziarnistych oraz ultra-drobnociarnistych został zauważony dopiero na początku XXI wieku. Było to efektem współpracy Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej oraz Instytutu Wysokich Ciśnień Polskiej Akademii Nauk. Wówczas podjęto pierwsze udane próby zastosowania tej technologii w celu rozdrobnienia ziarna metali i ich stopów oraz umocnienia tych materiałów [5–10]. W oparciu o liczne wyniki badań można stwierdzić, iż wyciskanie hydrostatyczne umożliwia wytwarzanie struktur nanoziarnistych oraz ultra-drobnociarnistych w metalach takich, jak: aluminium i jego stopy, tytan, nikiel, stal oraz miedź [11–15].

Celem niniejszej pracy było zademonstrowanie metody WH oraz jej potencjału w kontekście przeróbki tytanu Grade2. Przedstawiono przykładowe procesy wyciskania tytanu. Omówiono uzyskane wyniki badań strukturalnych oraz wyniki badań właściwości mechanicznych.

## 2. METODA WYCISKANIA HYDROSTATYCZNEGO

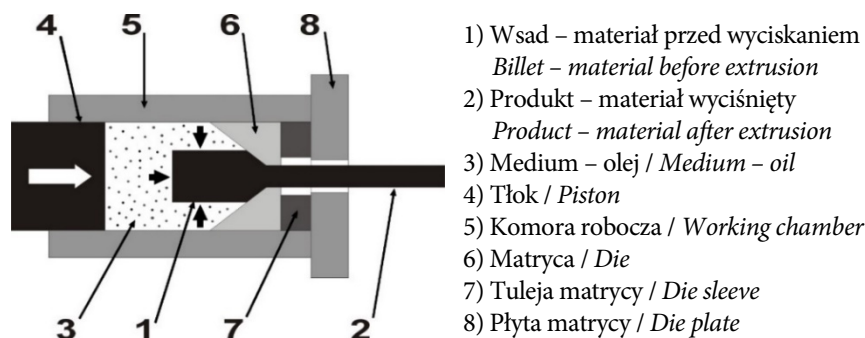
Zasada działania metody wyciskania hydrostatycznego została zaprezentowana na rys. 1. Proces wyciskania rozpoczyna się od umieszczenia wsadu (1) w komorze roboczej (5) i zalaniu tej komory medium ciśnieniowym (3) (zwykle olejem). Medium ciśnieniowe wypełnia wolną przestrzeń w komorze roboczej, całkowicie otaczając wsad. Proces wyciskania jest inicjowany, gdy tłok (4) rozpoczyna ruch roboczy. Wówczas, bezpośredni kontakt powierzchni wsad–matryca pełni rolę uszczelnienia. Wraz z przemieszczaniem się tłoka, następuje stopniowe sprężanie medium i ciśnienie hydrostatyczne w komorze roboczej wzrasta. Odkształcenie plastyczne wsadu rozpoczyna się w chwili, kiedy naprężenia we wsadzie przekroczą wartość jego granicy plastyczności oraz gdy zostaną przekroczone opory sił tarcia wsad–matryca. Wówczas wsad jest wyciskany przez otwór w matrycy, która najczęściej ma kształt stożka.

*the geometry of a billet, not for refining a metal's structure. In the context of the manufacturing of nanograined and ultrafine-grained metals, the HE method's potential was noticed only at the beginning of the 21st century. This resulted from cooperation between the Faculty of Materials Science and Engineering at Warsaw University of Technology and the Institute of High Pressure Physics of the Polish Academy of Sciences. At that time, the first successful attempts were made in applying HE technology to refining the grain of metals and their alloys and strengthening those materials [5–10]. Based on numerous research results it can be concluded that hydrostatic extrusion makes it possible to manufacture nanograined and ultrafinegrained structures in metals such as aluminum and its alloys, titanium, nickel, steel and copper [11–15].*

*The aim of this work was to demonstrate the HE method and its potential in the context of processing pure titanium Grade2. Exemplary titanium extrusion processes were presented. The results of the structural research and mechanical properties tests obtained were discussed.*

## 2. THE HYDROSTATIC EXTRUSION METHOD

*The principle of the hydrostatic extrusion method is presented in Fig.1. The extrusion process begins by placing a billet (1) in a working chamber (5) and filling the chamber with a pressure medium (3) (usually oil). The pressure medium fills all the free space in the working chamber, completely surrounding the billet. The extrusion process is initiated when the piston (4) starts the motion. Then, the direct contact between the surface of the billet and the die acts as a seal. With the movement of the piston, the medium is gradually compressed and the hydrostatic pressure inside the working chamber increases. The plastic deformation of the billet begins when the stresses in the billet exceed the value of its yield point and when the resistance of the friction forces between the billet and the die is exceeded. The billet is then extruded through the die hole, which is usually cone-shaped.*



Rys. 1. Schemat urządzenia do wyciskania hydrostatycznego

Fig. 1. Scheme of device used for hydrostatic extrusion

Cechą charakterystyczną wyróżniającą hydroekstruzję jest obecność w komorze roboczej cieczy, którą zwykle jest olej. Fakt ten powoduje brak bezpośredniego kontaktu wsadu z tłokiem oraz wsadu z komorą. Podczas wyciskania jedyny istotny kontakt typu ciało stałe – ciało stałe występuje pomiędzy wsadem a matrycą. W ten sposób opory związane z siłami tarcia są istotnie zmniejszone. Dzięki temu, w porównaniu z wyciskaniem konwencjonalnym, ciśnienie wyciskania jest znacząco niższe.

Inną cechą charakterystyczną metody WH jest trójosiowy stan naprężeń ściskających działający na wsad. Skutkuje on zwiększeniem plastyczności wyciskanego materiału oraz utrudnia zarodkowanie i rozprzestrzenianie się mikroprękań. W kontekście plastyczności jest to najkorzystniejszy schemat odkształcenia, jaki może występować w procesach obróbki plastycznej.

W efekcie, w porównaniu z konwencjonalnym wyciskaniem współbieżnym, występują następujące, kluczowe zalety metody WH: (a) możliwość wyciskania z większą redukcją przekroju (tzn. większe odkształcenie), (b) możliwość zastosowania niższej temperatury wsadu oraz (c) możliwość obróbki metali trudno odkształcalnych. Zalety te są szczególnie istotne w kontekście wytwarzania struktur nanoziarnistych oraz ultra-drobnoziarnistych.

### 3. PARAMETRY TECHNOLOGICZNE PROCESU WYCISKANIA HYDROSTATYCZNEGO

Najważniejszymi parametrami technologicznymi wpływającymi na przebieg i efekt wyciskania hydrostatycznego są:

*A distinguishing feature of hydroextrusion is the presence of a liquid medium (usually oil) in the working chamber. This eliminates direct contact between the billet and the piston and the billet with the chamber walls. During extrusion, the only significant solid–solid contact is between the billet and the die. In this way, the resistances associated with friction forces are significantly reduced such that, in comparison with conventional extrusion, the extrusion pressure is significantly lower.*

*Another characteristic feature of the HE method is the triaxial state of the compressive stress acting on the billet, which results in an increase in the plasticity of the extruded material and hinders the nucleation and spread of microcracks. In the context of plasticity, this is the most beneficial deformation scheme that can occur in a plastic working process.*

*As a result, in comparison with conventional direct extrusion, the key advantages of the HE method are as follows: (a) extrusion having a greater transverse section reduction (i.e. greater deformation), (b) a lower billet temperature, and (c) the ability to processing of hard-deformable metals. These advantages are particularly important in the context of manufacturing nanograined and ultrafine-grained structures.*

### 3. TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF THE HYDROSTATIC EXTRUSION PROCESS

*The most important technological parameters affecting the course and the effect of hydrostatic extrusion are:*

- $\varepsilon$  – sumaryczne odkształcenie skumulowane,
- liczba operacji wyciskania,
- $p_{max}$  – ciśnienie maksymalne wyciskania,
- prędkość odkształcania,
- temperatura wsadu,
- chłodzenie produktu poza matrycą,
- środki smarne pokrywające wsad,
- kąt matrycy.

W celu rozdrobnienia mikrostruktury metalu należy odkształcić go „na zimno” z dostatecznie dużą wartością odkształcenia. W praktyce, w odniesieniu do WH, oznacza to odpowiednio dużą redukcję przekroju. W przypadku tytanu nie jest możliwe, aby rozdrobnić ziarno tylko w jednej operacji wyciskania. Wynika to z ograniczeń konstrukcyjnych i energetycznych urządzeń oraz zbyt dużej wartości wymaganego ciśnienia. To z kolei wynika ze względnie dużej granicy plastyczności tytanu, zjawiska jego szybkiego umacniania się i przede wszystkim warunków tribologicznych w układzie wsad–matryca spowodowanych przywieraniem tytanu do matrycy.

Dlatego konieczne jest rozdzielenie takiego procesu na etapy. Oznacza to wielooperacyjne wyciskanie ze stopniową redukcją przekroju pręta, co odpowiada stopniowemu wzrostowi odkształcenia wprowadzonego do materiału. W przypadku wyciskania tytanu (do rozdrobnienia ziaren) wymagane jest zastosowanie od kilku do kilkunastu operacji wyciskania. Ze względu na wieloetapowość wyciskania, odkształcenie rzeczywiste może być rozpatrywane jako skumulowane (sumaryczne) lub cząstkowe (dla jednej operacji) i można je wyznaczyć na podstawie równania:

$$\varepsilon = 2 \ln (D_s/D_f) \quad (1),$$

gdzie:  $D_s$  – początkowa średnica pręta przed wyciskaniem,  $D_f$  – końcowa średnica pręta po wyciskaniu.

Należy wyjaśnić, iż optymalizacja technologii WH tytanu jest przedmiotem ciągłych badań. Przykładowo, dotyczą one zwiększenia odkształcenia plastycznego możliwego do uzyskania w jednej operacji wyciskania, co może pozwolić na zmniejszenie liczby operacji wyciskania potrzebnej do uzyskania nanostruktury. Optymalizacja w tym zakresie polega na modyfikacji powierzchni wsadu i matrycy, zastoso-

- $\varepsilon$  – total accumulated strain,
- number of extrusion passes,
- $p_{max}$  – maximum extrusion pressure,
- deformation velocity,
- billet temperature,
- cooling of the product behind the die,
- lubricants covering the load,
- angle of the die.

In order to refine the microstructure of a metal, the material should be “cold” deformed with a sufficiently high deformation value. In practice, with respect to HE, this means an appropriately large reduction of the transverse section. In the case of titanium, it is not possible to refine the grain in only one extrusion pass. This is due to the design and energetic limitations of the equipment and the high pressure required. These in turn result from the relatively high yield strength of titanium, the phenomenon of its rapid strengthening and, above all, tribological conditions in the billet-die system due to the adhesion of titanium to the dies.

Therefore, the process must be divided into stages (passes), meaning multipass extrusion with a gradual reduction in the transverse section of the rod, which corresponds to a gradual increase in the deformation introduced into the material. In the case of titanium extrusion (in order to refine the grains) it is necessary to apply from several to over a dozen passes. Due to the multipass character of the extrusion, the true strain can be considered accumulated (total) or partial (for one operation), and can be calculated based on the formula:

$$\varepsilon = 2 \ln (D_s/D_f) \quad (1),$$

where:  $D_s$  – starting rod diameter before extrusion,  $D_f$  – final rod diameter after extrusion.

It should be clarified that the optimization of HE technology for titanium is the subject of ongoing research. Studies concern, for example, how to increase the plastic deformation that can be achieved in a single extrusion operation, which may reduce the number of passes needed to obtain a nanostructure. Optimization in this area consists in modifying the surfaces of the billet

waniu różnych środków smarnych oraz zwiększeniu dopuszczalnego maksymalnego ciśnienia urządzenia [16–19].

Przykładowo, w ostatnim czasie, w Instytucie Wysokich Ciśnień Polskiej Akademii Nauk prowadzone są prace nad modyfikacją powierzchni wsadu przy użyciu różnych metali oraz zwiększeniem rozmiarów komory roboczej urządzenia.

#### 4. EKSPERYMENTY WYCISKANIA HYDROSTATYCZNEGO TYTANU GRADE2

W niniejszej pracy procesom wyciskania hydrostatycznego poddano jednofazowy tytan Grade2 ( $Ti \geq 99,4\%$ ), który miał postać prętów. Zastosowano matryce stożkowe o przekroju kołowym. W związku z tym półprodukty oraz produkty końcowe wyciskania miały postać prętów o różnych średnicach.

Wsady poddano wieloetapowemu wyciskaniu hydrostatycznemu w temperaturze otoczenia bez chłodzenia bezpośrednio za matrycą. Kolejne etapy wyciskania oznaczały stopniową redukcję przekroju prętów. Wraz ze zmniejszaniem się średnicy prętów zwiększało się odkształcenie skumulowane w tytanie. Należy podkreślić, iż dla wszystkich prezentowanych procesów WH wartość sumarycznego odkształcenia skumulowanego była praktycznie jednaka (tab. 1).

W niniejszej pracy zaprezentowano cztery różne i niezależne procesy technologiczne wyciskania tytanu. Omawiane procesy przeprowadzono, stosując następujące średnice początkowe i końcowe:

- Proces 1: wsad  $\varnothing 20 \rightarrow$  produkt  $\varnothing 3$ ,
- Proces 2: wsad  $\varnothing 20 \rightarrow$  produkt  $\varnothing 3$ ,
- Proces 3: wsad  $\varnothing 33 \rightarrow$  produkt  $\varnothing 5$ ,
- Proces 4: wsad  $\varnothing 50 \rightarrow$  produkt  $\varnothing 7$ .

Pozostałe dane dotyczące tych procesów przedstawiono w tab. 1. Przykładowe zdjęcia wsadu oraz produktu wyciskania przedstawiono na rys. 2–3. Wyciskanie przeprowadzono w Instytucie Wysokich Ciśnień Polskiej Akademii Nauk w Celestynowie.

*and the die, using various lubricants, and increasing the maximum allowable pressure in the device [16–19].*

*For example, recently, the Institute of High Pressure Physics of the Polish Academy of Sciences has been working on modifying the surface of the billet using various metals, and increasing the size of the working chamber of the device.*

#### 4. THE HYDROSTATIC EXTRUSION OF TITANIUM GRADE2 EXPERIMENTS

*In this work, single-phase, titanium Grade2 ( $Ti \geq 99.4\%$ ) in the form of rods was subjected to hydrostatic extrusion processes. Conical, circular dies were used. The resulting semi-finished and final extrusion products were thus in the form of rods of various diameters.*

*The billets were subjected to multi-pass hydrostatic extrusion at ambient temperature, without directly cooling behind the die. The subsequent extrusion passes caused a gradual reduction in the transverse section of the rods. With the decrease in the diameter of the rods, the strain accumulated in the titanium increased. It should be emphasized that, for all the HE processes presented, the value of the total accumulated strain was practically the same (Tab. 1).*

*In this paper, four different, independent technological processes of titanium extrusion are presented. They were carried out using the following initial and final diameters:*

- Process 1: billet  $\varnothing 20 \rightarrow$  product  $\varnothing 3$ ,
- Process 2: billet  $\varnothing 20 \rightarrow$  product  $\varnothing 3$ ,
- Process 3: billet  $\varnothing 33 \rightarrow$  product  $\varnothing 5$ ,
- Process 4: billet  $\varnothing 50 \rightarrow$  product  $\varnothing 7$ .

*The remaining data on these processes are presented in Tab. 1. Sample photos of the billet and extrusion product are shown in Fig. 2–3. The extrusions were carried out at the Institute of High Pressure Physics, Polish Academy of Sciences in Celestynów.*

Tab. 1. Parametry wieloetapowego wyciskania hydrostatycznego tytanu

Tab. 1. Parameters of multipass hydrostatic extrusion of titanium

Numer Procesu Process number	Zmiana średnicy pręta wsad → produkt Change in rod diameter, billet → product	Sumaryczne odkształcenie skumulowane Total accumulated strain ( $\epsilon$ )	Całkowita redukcja przekroju Total transverse section reduction	Liczba operacji WH Number of HE passes
1	Ø20mm → Ø3mm	3.8	44.44	10
2	Ø20mm → Ø3mm	3.8	44.44	12
3	Ø33mm → Ø5mm	3.8	43.56	12
4	Ø50mm → Ø7mm	3.9	51.02	10



Rys. 2. Wsad Ø50 mm przygotowany do wyciskania, Proces nr 4

Fig. 2. Billet Ø50 mm prepared for extrusion, Process no.4.

Rys. 3. Produkt Ø7 mm; nanoziarnisty Ti w postaci pręta, Proces nr 4

Fig.3. Product Ø7 mm; nanograined Ti in the form of rod, Process no.4

## 5. METODYKA BADAWCZA

Mikrostruktury tytanu w stanie wyjściowym zostały zbadane przy użyciu mikroskopu świetlnego Nikon Epiphot 200. Natomiast struktury tytanu po wyciskaniu analizowano przy użyciu transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM Jeol 1200).

Testy jednoosiowego rozciągania oraz ściskania, we wszystkich przypadkach, zostały wykonane w temperaturze pokojowej przy tej samej prędkości odkształcenia  $\dot{\epsilon}=3,3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Pomiarzy mikrotwardości przeprowadzono na przekroju poprzecznym próbek. Zastosowano metodę Vickersa oraz obciążenie 200g.

## 6. WYNIKI BADAŃ STRUKTURALNYCH

Należy podkreślić, iż w stanie wyjściowym pręty przeznaczone do wyciskania wyraźnie różniły się od siebie mikrostrukturą, tzn. rozmiarem ziarna oraz jego kształtem (rys. 4a, 5a, 6a, 7a). Przykładowo jeden z prętów Ø20 mm posiadał największy średni rozmiar ziarna (160  $\mu\text{m}$ ), podczas gdy drugi

## 5. METHODS OF INVESTIGATION

The microstructures of the titanium in the initial state were examined using a Nikon Epiphot 200 light microscope, while the structures of extruded rods were analyzed using transmission electron microscopy (TEM Jeol 1200).

In all cases, uniaxial tensile and compression tests were carried out at room temperature with the same initial strain rate of  $\dot{\epsilon}=3.3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Microhardness measurements of the samples were conducted on transverse sections using the Vickers method under a load of 200g.

## 6. RESULTS OF THE STRUCTURE RESEARCH

It should be emphasized that, in the initial state, the rods intended for HE clearly differed from each other in their microstructure, i.e. in terms of grain size and shape (Fig. 4a, 5a, 6a, 7a). For example, one of the Ø20 mm rods had the greatest average grain size (160  $\mu\text{m}$ ), whereas another rod with a diameter of

pręt  $\varnothing 20$  mm najmniejszy ( $5,8 \mu\text{m}$ ). Materiały w stanie przed wyciskaniem, o tak istotne różniących się mikrostrukturach, zostały wybrane w celu określenia ewentualnego wpływu tego czynnika na przebieg oraz efekt procesu wyciskania. Wyniki badań strukturalnych zaprezentowano na rys. 4–7.

W konsekwencji przeprowadzonego wyciskania hydrostatycznego, we wszystkich czterech analizowanych produktach uzyskano strukturę nanoziarnistą. Ponadto zaobserwowano, iż struktury zawierają dużą gęstość dyslokacji. Badania przy użyciu TEM ujawniły rozdrobnienie struktury i obecność nanoziaren o średniej wielkości poniżej  $100 \text{ nm}$ . Średnie wielkości ziarna poszczególnych wsadów tytanowych oraz produktów wyciskania zaprezentowano w Tab. 2. Niniejsza tabela zawiera także współczynnik rozdrobnienia ziarna wyrażony jako iloraz rozmiaru ziarna początkowego i końcowego.

Należy podkreślić, iż rozdrobnienie ziarna zaszło we wszystkich czterech analizowanych procesach, niezależnie od mikrostruktury w stanie wyjściowym. Ponadto we wszystkich przypadkach, niezależnie od rozmiaru ziaren w stanie wyjściowym, w tytanowych prętach po WH uzyskano zbliżony rozmiar nanoziaren. Mechanizm rozdrobnienia ziaren był taki sam niezależnie od ich rozmiaru początkowego. Wskazuje to, iż kluczowym parametrem w formowaniu się nanostruktury było skumulowanie w każdym materiale odpowiednio dużego odkształcenia o jednakowej wartości dla wszystkich analizowanych procesów.

Wyniki badań [11] wskazują, że do uzyskania nanostruktury w tytanie przy użyciu wyciskania hydrostatycznego konieczne jest odkształcenie większe od 3,0. Wyciskanie tytanu z odkształceniem poniżej 3,0 skutkowało pojawieniem się w strukturze dużej gęstości dyslokacji, jednak nie zaobserwowano nanoziaren [11]. Uważa się, iż dla każdego metalu i dla danej metody przeróbki plastycznej istnieje pewien minimalny rozmiar ziarna możliwy do uzyskania podczas rozdrabniania mikrostruktury. W przypadku tytanu Grade2 oraz użycia WH nie uzyskano ziarna o rozmiarze mniejszym niż  $47 \text{ nm}$  niezależnie od mikrostruktury w stanie wyjściowym [20].

*$\varnothing 20 \text{ mm}$  had the smallest average grain size ( $5.8 \mu\text{m}$ ). Materials having such important microstructural differences were selected before extrusion to determine the possible impact this factor could have on the course and results of the process. The results of the structural research are presented in Fig. 4–7.*

*As a consequence of the hydrostatic extrusion, in all four products analyzed a nano-grained structure was obtained. In addition, it was observed that those structures contained a high density of dislocations. The TEM studies revealed a refinement in the structure and the presence of nanograins of an average size of less than  $100 \text{ nm}$ . The average grain sizes of individual titanium billets and extrusion products are presented in Tab. 2. The table also shows the grain refinement coefficient, expressed as the quotient of the initial and final grain size.*

*It should be emphasized that grain refinement took place in all four analyzed processes, regardless of the microstructure in the initial state. In addition, in all cases, regardless of the grain size in the initial state, in the titanium rods after HE a similar size of nanograins was achieved. The mechanism of grain refinement was the same regardless of the initial size. This indicates that the key parameter in the formation of the nanostructure was the accumulation in each material of a sufficiently large deformation, which was of the same value for all of the analyzed processes.*

*The results of research [11] indicate that a deformation greater than 3.0 is necessary to obtain a nanostructure in titanium using hydrostatic extrusion. The extrusion of titanium with a strain below 3.0 resulted in the appearance of a high dislocation density in the structure, but no formation of nanograins was observed [11]. It is thought that, for each metal and for a given plastic working method, there is a certain minimum grain size that can be achieved when refining the microstructure. In the case of titanium Grade2 using HE, no grain size smaller than  $47 \text{ nm}$  was obtained, regardless of the microstructure in the initial state [20].*



Po wyciskaniu, na przekroju wzdłużnym, we wszystkich czterech przypadkach zaobserwowano charakterystyczne ziarna wydłużone zgodnie z kierunkiem wyciskania. Należy wyjaśnić, iż jest to cecha charakterystyczna nanoziarnistego tytanu Grade2 uzyskanego metodą WH.

Osobnym zagadnieniem jest ewentualny wpływ liczby operacji wyciskania. Parametr ten ma związek z efektem cieplnym, który wpływa na kształtowanie nanostruktury podczas wyciskania. Na podstawie zarejestrowanego ciśnienia można teoretycznie wyznaczyć wartość, o jaką wzrasta temperatura materiału na jednostkę objętości podczas jego wyciskania. Uzyskanie zadanej wartości sumarycznego odkształcenia skumulowanego przy mniejszej liczbie operacji wyciskania oznacza większe ciśnienie i większy wzrost temperatury wyciskanego materiału. Jednakże w prezentowanych eksperymentach liczba operacji w poszczególnych procesach była zbliżona (10 i 12) i nie wpłynęła na wielkość nanoziaren w otrzymanych produktach.

Warto dodać, iż różne średnice początkowe i końcowe prętów (tzw. efekt skalowania) oznaczają m.in. różny stosunek powierzchni pręta ( $A$ ) do jego objętości ( $V$ ). Przy równej długości prętów, im średnica pręta jest mniejsza, tym większy jest stosunek jego powierzchni do objętości. To zagadnienie związane jest z wymianą ciepła przez powierzchnię i również może wpływać na kształtowanie nanostruktury podczas wyciskania. Przykładowo, dla wsadu  $\text{Ø}20$  mm stosunek  $A/V$  wynosi 0,20 a dla produktu  $\text{Ø}3$  mm – 1,33. Natomiast dla wsadu  $\text{Ø}50$  mm stosunek  $A/V$  wynosi tylko 0,08, podczas gdy dla produktu  $\text{Ø}7$  mm jest równy 0,57. Jednak w prezentowanych w tej pracy eksperymentach nie zaobserwowano wpływu tego zjawiska na wielkość nanoziaren w końcowych prętach.

*In all four cases, on the longitudinal section, after extrusion, a characteristic elongation of the grains in the extrusion direction was observed. It should be clarified that this is a characteristic feature of the nanograined titanium Grade2 obtained by the HE method.*

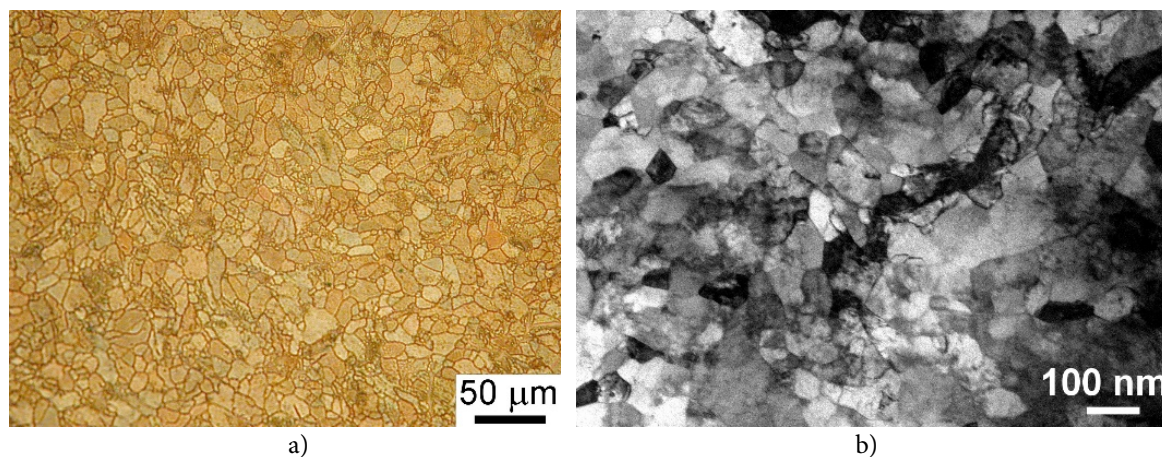
*A separate issue is the possible influence of the number of extrusion passes. This parameter relates to the thermal effect, which affects the formation of the nanostructure during extrusion. On the basis of the recorded pressure, it is possible to theoretically determine the value by which the temperature of a material increases per unit of volume during extrusion. Obtaining the required total accumulated strain value with a smaller number of extrusion passes means higher pressure and a higher temperature increase in the extruded material. However, in the experiments presented, the number of operations in individual processes was similar (10 and 12) and did not affect the size of the nanograins in the products obtained.*

*It is worth noting that the different initial and final diameters of the rods (a scaling effect) meant, among other things, that there was a different ratio of rod area ( $A$ ) to volume ( $V$ ). With an equal length of rods, the smaller rod's diameter, the greater its surface-to-volume ratio. This issue is related to the heat exchange through the surface, and can also affect the formation of the nanostructure during extrusion. For example, for a  $\text{Ø}20$  mm billet, the  $A/V$  ratio is 0.20 and for the product  $\text{Ø}3$  mm – 1.33. While for a  $\text{Ø}50$  mm billet, the  $A/V$  ratio is only 0.08 and for the  $\text{Ø}7$  mm product it is 0.57. However, in the experiments presented in this work, no effect of this phenomenon on the size of the nanograins in the final rods was observed.*

Tab. 2. Rozdrobnienie ziarna tytanu Grade2 uzyskane przy użyciu metody WH

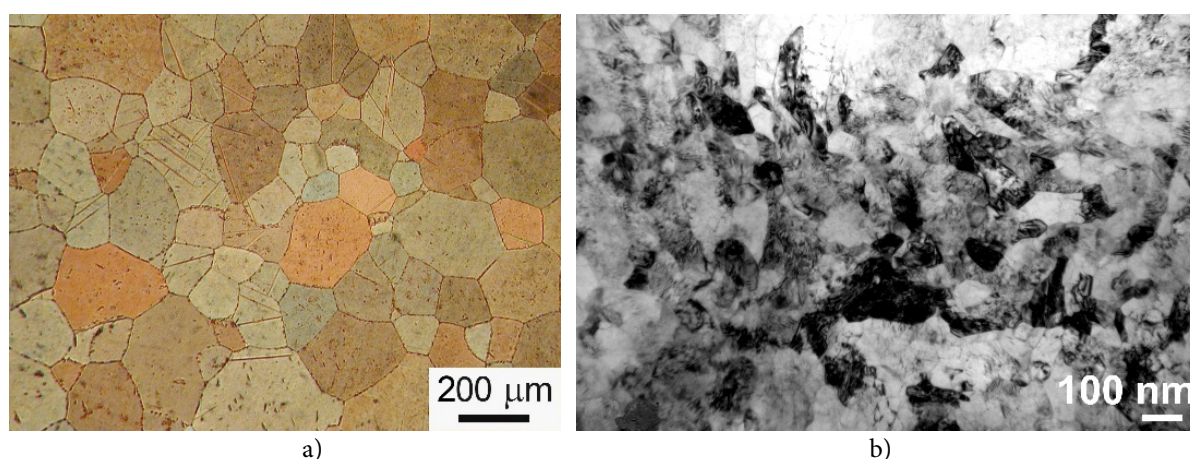
Tab. 2. Grain refinement of titanium Grade2 achieved using the HE method

Proces Process	Rozmiar ziarna wsadu Initial billet grain size $d_2$ [nm]	Rozmiar ziarna dla produktu Final product grain size $d_2$ [nm]	Współczynnik rozdrobnienia ziarna Wsad / Produkt Grain refinement coefficient Initial / Final
1	Ø20mm → Ø3mm	5 800	92
2	Ø20mm → Ø3mm	160 000	2 857
3	Ø33mm → Ø5mm	12 400	225
4	Ø50mm → Ø7mm	15 000	242



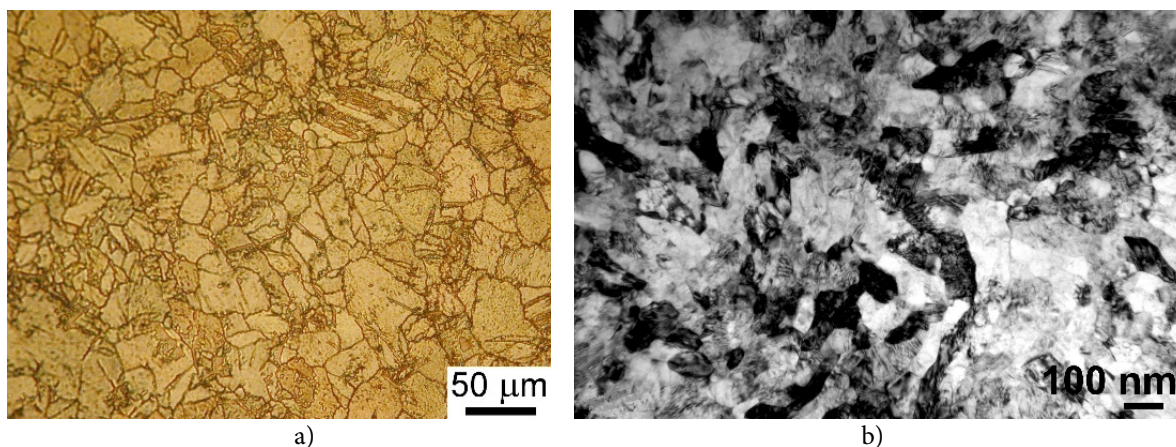
Rys. 4. Proces 1: a) mikrostruktura Ti w stanie wyjściowym, wsad Ø20 mm, mikroskop świetlny, b) nanostruktura Ti po HE, produkt Ø3mm, TEM

Fig. 4. Process 1: a) microstructure of Ti in initial state, billet Ø20 mm, light microscope, b) nanostructure of Ti after HE, product Ø3 mm, TEM



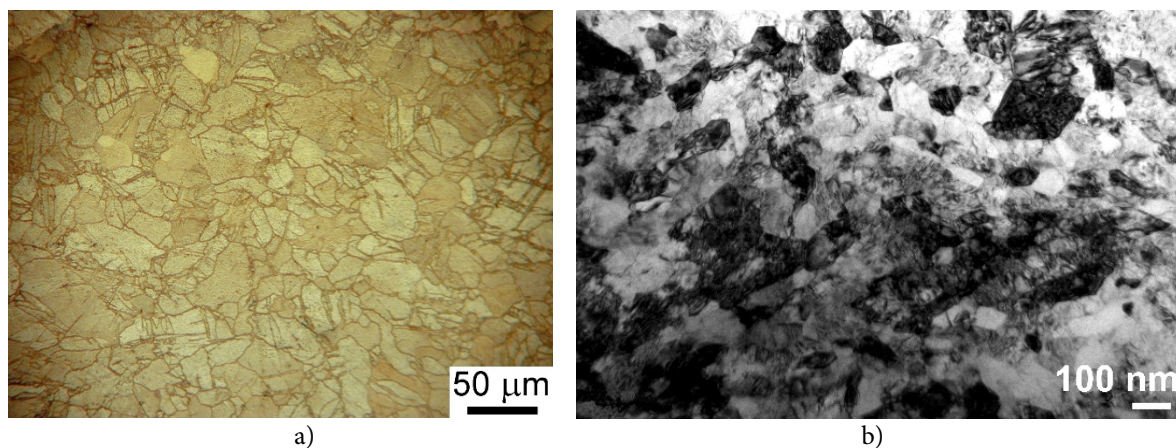
Rys. 5. Proces 2: a) mikrostruktura Ti w stanie wyjściowym, wsad Ø20mm, mikroskop świetlny, b) nanostruktura Ti po HE, product Ø3 mm, TEM

Fig. 5. Process 2: a) microstructure of Ti in initial state, billet Ø20mm, light microscope, b) nanostructure of Ti after HE, product Ø3 mm, TEM



Rys. 6. Proces 3: a) mikrostruktura Ti w stanie wyjściowym, wsad  $\text{\O}33$  mm, mikroskop świetlny, b) nanostruktura Ti po HE, product  $\text{\O}5$  mm, TEM

Fig. 6. Process 3: a) microstructure of Ti in initial state, billet  $\text{\O}33$  mm, light microscope, b) nanostructure of Ti after HE, product  $\text{\O}5$  mm, TEM



Rys. 7. Proces 4: a) mikrostruktura Ti w stanie wyjściowym, wsad  $\text{\O}50$  mm, mikroskop świetlny, b) nanostruktura Ti po HE, product  $\text{\O}7$  mm, TEM

Fig. 7. Process 4: a) microstructure of Ti in initial state, billet  $\text{\O}50$  mm, light microscope, b) nanostructure of Ti after HE, product  $\text{\O}7$  mm, TEM

## 7. WYNIKI BADAŃ WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH

Ekspertyzacja wyciskania została zaplanowana tak, aby materiały w stanie przed wyciskaniem charakteryzowały się różnymi właściwościami mechanicznymi. W szczególności dotyczy to wsadu w Procesie 2, który charakteryzował się grubo-ziarnistą mikrostrukturą i jego właściwości istotnie różniły się od właściwości pozostałych wsadów. Dzięki temu możliwe było określenie wpływu stanu wyjściowego tytanu na efekt jego wyciskania.

## 7. RESULTS OF THE MECHANICAL PROPERTIES TESTS

The extrusion experiments were planned so that the materials before extrusion had different mechanical properties. In particular, this refers to the billet in Process 2, which was characterized by a coarse-grained microstructure and had properties that differed significantly from those of the other billets. In this way, it was possible to determine the influence of the initial state of the titanium on the results of its extrusion.

Różne właściwości mechaniczne tytanu Grade2 w stanie przed wyciskaniem wynikały z dwóch głównych powodów: (1) z różnej przeszłości technologicznej, (2) z minimalnych różnic w składzie chemicznym, które wpływają na właściwości mechaniczne.

W oparciu o uzyskane wyniki badań stwierdzono, że odkształcenie plastyczne tytanu metodą WH znacząco zmieniło właściwości mechaniczne tego materiału. Zaobserwowano istotne umocnienie wyrażone wzrostem granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie oraz twardości. Ten efekt dotyczy wszystkich czterech procesów wyciskania (tab. 3, rys.8–9). Można to przypisać intensywnemu umocnieniu granicami ziaren spowodowanym rozdrobieniem ziarna jak również umocnieniu odkształceniowemu przez dyslokacje.

W przypadku testów rozciągania, granica plastyczności nanoziarnistego Ti wzrosła średnio o 170%, podczas gdy wzrost wytrzymałości na rozciąganie wynosił średnio 130% (tab. 3). Wyjątek stanowił Proces 2, w przypadku którego wzrosty te odpowiednio wynosiły aż 265 i 200%. Wynikało to z faktu, iż materiał przed wyciskaniem wykazywał najniższą wartość granicy plastyczności oraz wytrzymałości na rozciąganie. Po wyciskaniu natomiast osiągnął poziom podobny do pozostałych materiałów. Przypadek ten potwierdza, iż mikrostruktura i właściwości tytanu w stanie wyjściowym nie są kluczowymi czynnikami wpływającymi na efekt końcowy wyciskania.

Najważniejszym parametrem jest odkształcenie skumulowane, związane z generowaniem defektów struktury odpowiedzialnych za różne mechanizmy umocnienia. Podczas procesu WH następuje stopniowy wzrost gęstości dyslokacji. Po osiągnięciu pewnej wartości odkształcenia w materiale dochodzi do przebudowy struktury dyslokacyjnej i pojawiają się nowe granice ziaren. W momencie nasycenia materiału odpowiednio dużą gęstością defektów strukturalnych różnego typu (pomimo dalszego odkształcania) następuje ograniczenie powstawania nowych defektów i istotne spowolnienie procesu umacniania. Dla wszystkich czterech procesów dzieje się tak po osiągnięciu podobnej wartości odkształcenia.

*There were two reasons for the different mechanical properties of the titanium Grade2 before extrusion: (1) a different technological past, (2) minimal differences in chemical composition that affected the mechanical properties.*

*Based on the results obtained, it was found that the plastic deformation of titanium with the use of the HE method significantly altered the mechanical properties of the material. A significant strengthening was observed, expressed by an increase in yield strength, tensile strength and hardness. This effect was observed after all four extrusion processes (Tab. 3, Fig. 8–9), and can be attributed to a strong grain boundary strengthening caused by the grain refinement, and to the strain hardening due to dislocations.*

*In tension, the yield stress of the nano-grained Ti increased by 170% on average, whereas the tensile strength increased by 130% on average (Tab. 3). An exception was Process 2, for which the increases were 265% and 200%, respectively. This was due to the fact that, before extrusion, this material showed the lowest value of yield point and tensile strength, but after extrusion reached a level similar to that of the other materials. This case confirms that the microstructure and properties of titanium in the initial state are not key factors in the final effect of extrusion.*

*The most important parameter is the accumulated strain associated with the generation of structural defects responsible for various strengthening mechanisms. During the HE process, the dislocation density increases gradually. After reaching a certain strain value, the dislocation structure is reconstructed and new grain boundaries appear in the material. At the time when the material is saturated with an appropriately high density of structural defects of various types (despite further deformation), the occurrence of new defects is reduced and a significant slowdown in the strengthening process takes place. For all four processes, this took place after a similar level of strain was reached.*

Tab. 3. Właściwości mechaniczne wyznaczone przy użyciu testów rozciągania dla Ti przed oraz po WH ( $\sigma_{0,2}$  – granica plastyczności,  $\sigma_m$  – wytrzymałość na rozciąganie, A – wydłużenie)

Tab. 3. Mechanical properties measured by tensile tests for Ti before and after HE ( $\sigma_{0,2}$  – yield stress,  $\sigma_m$  – tensile strength, A – elongation)

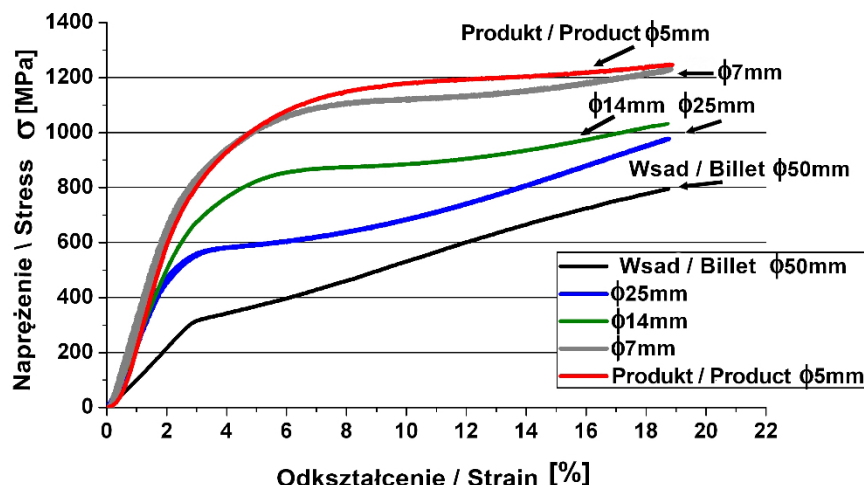
Parametr Parameter	Proces 1 Process 1		Proces 2 Process 2		Proces 3 Process 3		Proces 4 Process 4		Ti6Al4V
	Ø20	Ø3	Ø20	Ø3	Ø33	Ø5	Ø50	Ø7	
$\sigma_{0,2}$ [MPa]	375	936	265	966	360	1040	357	1033	745
$\sigma_m$ [MPa]	472	1058	375	1113	480	1141	482	1144	1100
A [%]	16.4	7.8	40	6.3	20	5.6	21.1	6.8	10.2

Na rys. 8 zaprezentowano wyniki testów jednoosiowego ściskania przeprowadzonych dla kilku wybranych próbek z różnych etapów Procesu 3 (Ø33 mm → Ø5 mm). Poza tytanem w stanie dostawy (Ø33 mm) oraz tytanem nanoziarnistym (Ø5 mm) badano także próbki z pośrednich etapów wyciskania (Ø25, Ø14, Ø7 mm). Warto wyjaśnić, iż odkształcenie wszystkich próbek podczas ściskania osiągnęło wartość blisko  $\varepsilon=20\%$ . Pomimo tego żadna z próbek nie uległa pęknięciu, co dowodzi o względnie dobrej odkształcalności materiału. Przeprowadzone testy ściskania próbek: (a) początkowej, (b) pośrednich oraz (c) końcowej procesu WH zobrazowały zmiany właściwości mechanicznych tytanu występujące na skutek wieloetapowego odkształcania. Krzywe ściskania ujawniły efekt charakterystycznego, stopniowego umacniania materiału, który jest skutkiem kolejnych etapów wyciskania, tzn. kumulowania w materiale coraz większego odkształcenia. Największe umocnienie zaobserwowano dla próbek Ø25, Ø14 oraz Ø7 mm. Natomiast krzywe ściskania uzyskane dla próbek Ø7 i Ø5 mm były do siebie zbliżone. Wynika to ze względnie małego przyrostu odkształcenia skumulowanego oraz względnie dużego (na tym etapie) nasycenia materiału defektami struktury.

Należy zauważyć, iż granice plastyczności wyznaczone na podstawie testów ściskania były niższe niż granice plastyczności wyznaczone w oparciu o testy rozciągania. Zagadnienie to, określane jako asymetria rozciągania–ściskania, zostało szerzej omówione w poprzedniej publikacji [21].

Fig.8 presents the results of the uniaxial compression tests carried out for several selected samples from different passes of Process 3 (Ø33 mm → Ø5 mm). Besides the titanium in the initial state (Ø33 mm) and nanograined titanium (Ø5 mm), samples from intermediate extrusion passes (Ø25, Ø14, Ø7 mm) were also tested. It is worth explaining that the deformation of all samples during compression reached a value of  $\varepsilon=20\%$ . Nevertheless, none of the samples cracked, which proves the relatively good deformability of the material. Compression tests conducted of the following samples: (a) initial, (b) intermediate and (c) final HE process, illustrated the changes that occurred in the mechanical properties of the titanium as a result of the multipass deformation. The compression curves revealed the effect of a characteristic, gradual strengthening of the material, which was the result of successive stages of extrusion, i.e. of the accumulation in the material more and more strain. The greatest strengthening was observed for the Ø25, Ø14 and Ø7 mm samples, whereas the compression curves obtained for the Ø7 and Ø5 mm samples were similar. This was due to the relatively small increase in accumulated strain and the relatively large (at this stage) saturation of the material with structural defects.

It should be noted that the yield stress determined on the basis of the compression tests was lower than that determined on the basis of the tensile tests. This issue, known as tension–compression asymmetry, is discussed in more detail in a previous publication [21].



Rys. 8. Wyniki testów jednoosiowego ściskania dla różnych próbek z Procesu 3; naprężenie ( $\sigma$ [MPa]) w funkcji odkształcenia ( $\epsilon$ [%]); zaprezentowano próbki charakteryzujące się różnym odkształceniem skumulowanym  
 Fig. 8. Results of uniaxial compression test for different samples of Process 3; stress ( $\sigma$ [MPa]) as a function of strain ( $\epsilon$ [%]); samples characterized by different accumulated strain are presented

Dla wszystkich czterech procesów przeprowadzono także pomiary mikrotwardości. W obrębie danego procesu, badania przeprowadzono dla próbek przed WH oraz dla tytanu nanoziarnistego. Uzyskano analogiczne wyniki jak w przypadku testów rozciągania i ściskania. Generalnie zaobserwowano istotny przyrost twardości nanoziarnistego tytanu w porównaniu z tytanem przed wyciskaniem (rys. 9). Analiza wyników badań mechanicznych wskazuje, że nanokrystaliczny tytan otrzymany metodą WH cechuje się zbliżoną granicą plastyczności i wytrzymałością na rozciąganie do szeroko stosowanego w implantologii stopu Ti6Al4V. Nanokrystaliczny tytan posiada jednak nieco mniejszą plastyczność (tab. 3).

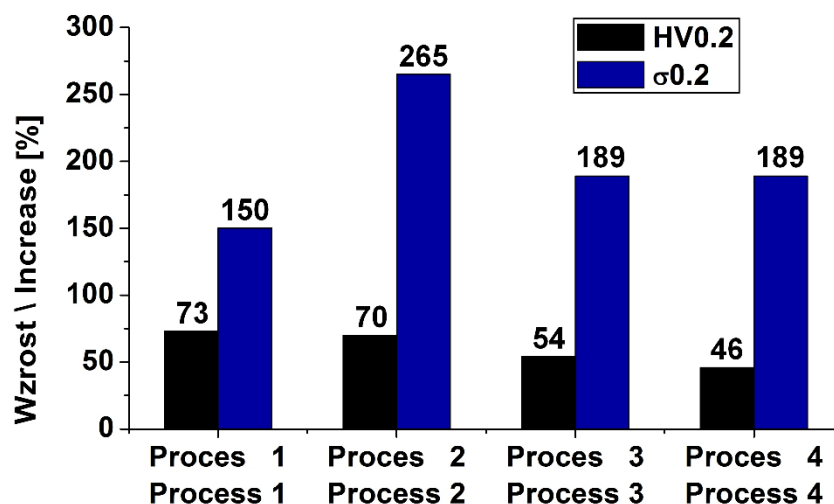
Porównując ze sobą poszczególne procesy wyciskania, należy zauważyć, iż uzyskane twardości nie odzwierciedlają dokładnie zależności uzyskanych dla rozciągania (rys. 9). Niemniej jednak brak korelacji pomiędzy twardością a granicą plastyczności jest często spotykany. Uważa się, że może to być związane z różnicą w metodyce badawczej oraz reakcją materiału. Twardość jest odpornością materiału jedynie na lokalne odkształcenie plastyczne. Podczas jej pomiaru dochodzi do intensywnego, lokalnego odkształcenia. Rozciąganie natomiast dotyczy mniejszych wartości odkształcenia. Ponadto jest pomiarem makroskopowym i na jego wynik

For all four processes, microhardness measurements were also conducted. Within a given testing process, before HE samples and nanograined titanium were examined. Analogous results were obtained, as in the case of the tensile and compression tests. Generally, a significant increase in the hardness of the nanograined titanium in comparison with the titanium before extrusion was observed (Fig. 9). An analysis of the results of the mechanical tests indicates that nanocrystalline titanium obtained by the HE method has a yield stress and tensile strength similar to those of the Ti6Al4V alloy widely used in implantology. However, nanocrystalline titanium has a slightly lower plasticity (Tab. 3).

When comparing particular extrusion processes, it should be borne in mind that the hardness achieved does not exactly reflect the dependencies obtained for tension (Fig. 9). Nevertheless, this lack of correlation between hardness and yield stress is often found. It is believed that this may be related to differences in research methods and a material's reaction. Hardness is a material's resistance only to local plastic deformation. When it is being measured, intensive local deformation occurs. Tension, on the other hand, involves smaller deformation values. In addition, it is a macroscopic measurement that is significantly affected by material

istotnie wpływają wady materiałowe. Granica plastyczności odpowiada odkształceniu równemu 0,2%. Natomiast odkształcenie podczas pomiaru twardość osiąga wartość kilkudziesięciu procent. Dodatkowo materiały nanokrystaliczne wykazują znacznie mniejszą podatność na umocnienie odkształceniowe. Dlatego podczas ich pomiarów występuje mniejszy wpływ odkształcenia rzeczywistego na wynik mikrotwardości.

defects. The yield strength corresponds to a deformation equal to 0.2%, whereas during the hardness measurement deformation reaches a value of several dozen percent. Additionally, nanocrystalline materials exhibit a much lower susceptibility to strain hardening. Therefore during its measurements real strain has a lesser effect on the microhardness results.



Rys. 9. Wykres przyrostu mikrotwardości (HV0,2) oraz przyrostu granicy plastyczności ( $\sigma_{0,2}$ ) dla poszczególnych procesów; przyrost stanowi różnica pomiędzy Ti w stanie wyjściowym przed WH (wsad) oraz Ti nanoziarnistego po WH  
 Fig.9. Diagram of microhardness increase (HV0.2) and yield point ( $\sigma_{0,2}$ ) increase for given processes; the increase is the difference between Ti in the initial state before HE (billet) and nanograined Ti after HE

## 8. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

W niniejszej pracy przedstawiono potencjał i możliwości wyciskania hydrostatycznego, które jest jedną z technik przeróbki plastycznej. Opisano cztery niezależne procesy WH, które w każdym przypadku skutkowały rozdrobnieniem ziarna oraz istotnym umocnieniem tytanu.

Dowodzono, że poddając tytan Grade2 wieloetapowemu wyciskaniu w temperaturze otoczenia, możliwe jest uzyskanie nanostruktury oraz podwyższenie granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie oraz twardości tego metalu. Uzyskane produkty wyciskania charakteryzowały się rozmiarem ziarna około 60 nm. Głównym warunkiem umożliwiającym uzyskanie takich efektów jest skumulowane dostatecznie dużego odkształcenia w materiale, przekraczającego wartość 3,0. Potwierdzono, że

## 8. SUMMARY AND CONCLUSIONS

This paper examines the potential and opportunities provided by hydrostatic extrusion, one of the techniques of plastic working. Four independent HE processes were described, and each case resulted in a grain refinement and significant strengthening of titanium.

It was proved that, by subjecting titanium Grade2 to multipass extrusion at room temperature, it is possible to obtain a nanostructure and increase the yield strength, tensile strength and hardness of this metal. The extrusion products obtained were characterized by a grain size of about 60 nm. The main condition that made it possible to obtain such effects was to accumulate a sufficiently large deformation in the material, exceeding a value of 3.0. It was confirmed that it is possible to produce

można wyprodukować lity i objętościowy nanoziarnisty Ti w formie prętów o różnych średnicach tzn. że możliwe jest skalowanie średnicy wsadu i produktu.

## PODZIĘKOWANIA

Praca została wykonana na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej w ramach projektu NANOMET (Nr POIG01.03.01-00-015/08). Pragniemy także podziękować zespołowi z Instytutu Wysokich Ciśnień PAN w Celestynowie za współpracę podczas realizacji procesów wyciskania.

## LITERATURA

- [1] Valiev R.Z., R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. 2000. „Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation”. *Progress in Materials Science* 45: 103-189.
- [2] Estrin Y., A. Vinogradov. 2013. „Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science”. *Acta Materialia* 61: 782–817.
- [3] Terry C. Lowe. 2006. „Outlook for Manufacturing Materials by Severe Plastic Deformation”. *Materials Science Forum* 503-504: 355-361.
- [4] Valiev R.Z., Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu. 2016. „Fundamentals of Superior Properties in Bulk NanoSPD Materials”. *Materials Research Letter* 4(1): 1–21.
- [5] Kurzydłowski Krzysztof J., Halina Garbacz, Maria Richert. 2004. „Effect of Severe Plastic Deformation on the Microstructure and Mechanical Properties of Al and Cu”. *Reviews on Advanced Materials Science* 8(2): 129-133.
- [6] Garbacz H., M. Lewandowska, W. Pachla, K.J. Kurzydłowski. 2006. „Microstructure and electrical properties of diborides modified by rapid thermal annealing”. *Journal of Microscopy* 223: 272-274.
- [7] Pachla W., M. Kulczyk, A. Swiderska-Sroda, M. Lewandowska, H. Garbacz, A. Mazur, K.J. Kurzydłowski. 2006. „Nanostructuring of metals by hydrostatic extrusion”. *ESAFORM 2006. Glasgow, United Kingdom*, 2006: 535-538.
- [8] Lewandowska M., H. Garbacz, W. Pachla, A. Mazur, K.J. Kurzydłowski. 2005. „Hydrostatic Extrusion and Nanostructure Formation in an Aluminium Alloy”. *Solid State Phenomena* 101-102: 65-68.

*solid and bulk nanograined Ti in the form of rods of different diameters i.e. that is possible to scale up the diameter of the billet and the product.*

## ACKNOWLEDGEMENTS

*The studies were conducted at the Faculty of Materials Science and Engineering at Warsaw University of Technology within Project NANOMET (No. POIG01.03.01-00-015/08). We would like to thank the team of the Institute of High Pressure Physics of Polish Academy of Sciences in Celestynów for their cooperation during the extrusion processes.*

## REFERENCES

- [1] Valiev R.Z., R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. 2000. „Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation”. *Progress in Materials Science* 45: 103-189.
- [2] Estrin Y., A. Vinogradov. 2013. „Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science”. *Acta Materialia* 61: 782–817.
- [3] Terry C. Lowe. 2006. „Outlook for Manufacturing Materials by Severe Plastic Deformation”. *Materials Science Forum* 503-504: 355-361.
- [4] Valiev R.Z., Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu. 2016. „Fundamentals of Superior Properties in Bulk NanoSPD Materials”. *Materials Research Letter* 4(1): 1–21.
- [5] Kurzydłowski Krzysztof J., Halina Garbacz, Maria Richert. 2004. „Effect of Severe Plastic Deformation on the Microstructure and Mechanical Properties of Al and Cu”. *Reviews on Advanced Materials Science* 8(2): 129-133.
- [6] Garbacz H., M. Lewandowska, W. Pachla, K.J. Kurzydłowski. 2006. „Microstructure and electrical properties of diborides modified by rapid thermal annealing”. *Journal of Microscopy* 223: 272-274.
- [7] Pachla W., M. Kulczyk, A. Swiderska-Sroda, M. Lewandowska, H. Garbacz, A. Mazur, K.J. Kurzydłowski. 2006. „Nanostructuring of metals by hydrostatic extrusion”. *ESAFORM 2006. Glasgow, United Kingdom*, 2006: 535-538.
- [8] Lewandowska M., H. Garbacz, W. Pachla, A. Mazur, K.J. Kurzydłowski. 2005. „Hydrostatic Extrusion and Nanostructure Formation in an Aluminium Alloy”. *Solid State Phenomena* 101-102: 65-68.



- [9] Kurzydłowski K.J., M. Richert, B. Leszczyńska, H. Garbacz, W. Pachla. 2006. „Microstructural Refinement under High Plastic Strain Rates during Hydrostatic Extrusion”. *Solid State Phenomena* 114: 117-122.
- [10] Kulczyk M., W. Pachla, A. Mazur, R. Diduszko, H. Garbacz, M. Lewandowska, W. Łojkowski, K. J. Kurzydłowski. 2005 „Microstructure and Mechanical Properties in Nickel Deformed By Hydrostatic Extrusion”. *Materials Science-Poland* 23(3): 839-846.
- [11] Topolski K., H. Garbacz, K.J. Kurzydłowski. 2008. „Nanocrystalline Titanium Rods Processed by Hydrostatic Extrusion”. *Materials Science Forum* 584-586: 777-782.
- [12] Topolski Krzysztof, Waclaw Pachla, Halina Garbacz. 2013. „Progress in hydrostatic extrusion of titanium”. *Journal of Materials Science* 48: 4543-4548.
- [13] Lewandowska Malgorzata, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2008 „Recent development in grain refinement by hydrostatic extrusion” *Journal of Materials Science* 43: 7299-7306.
- [14] Pachla Wacek, Mariusz Kulczyk, Julita Smalc-Koziorowska, Monika Wróblewska, Jacek Skiba, Sylwia Przybysz, Mariusz Przybysz. 2017 „Mechanical properties and microstructure of ultrafine grained commercial purity aluminium prepared by cryo-hydrostatic extrusion” *Materials Science & Engineering A* 695: 178-192.
- [15] Pachla W., J. Skiba, M. Kulczyk, S. Przybysz, M. Przybysz, M. Wróblewska, R. Diduszko, R. Stępnia, J. Bajorek, M. Radomski, W. Fąfara. 2014. „Nanostructurization of 316L type austenitic stainless steels by hydrostatic extrusion”. *Materials Science and Engineering A* 615: 116-127.
- [16] Topolski Krzysztof, Halina Garbacz, Waclaw Pachla, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2007. „Hydrostatic extrusion of titanium - process parameters”. *Advances in Materials Science* 7(4): 114 - 120.
- [17] Topolski Krzysztof, Halina Garbacz, Waclaw Pachla, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2010. „Surface modification of titanium subjected to hydrostatic extrusion” *Inżynieria Materiałowa* 3: 336-339.
- [18] Pachla Waclaw, Mariusz Kulczyk, Jacek Skiba, Sylwia Przybysz, Marek Betiuk, Jerzy Michalski, Piotr Wach. 2012. „Modyfikacja powierzchni matryc do hydrostatycznego wyciskania tytanu”. *Inżynieria Powierzchni* 3(17): 26-33.
- [19] Skiba J., W. Pachla, A. Mazur, S. Przybysz, M. Kulczyk, M. Przybysz, M. Wróblewska. 2014. „Press for hydrostatic extrusion with back-pressure and the properties of thus extruded materials” *Journal of Materials Processing Technology*, 214(1): 67-74.
- [20] Pachla Wacek, Mariusz Kulczyk, Malgorzata Sus-Ryszkowska, Andrzej Mazur, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2008 „Nanocrystalline titanium produced by hydrostatic extrusion” *Journal of Materials Processing Technology* 205(1-3): 173-182.
- [9] Kurzydłowski K.J., M. Richert, B. Leszczyńska, H. Garbacz, W. Pachla. 2006. „Microstructural Refinement under High Plastic Strain Rates during Hydrostatic Extrusion”. *Solid State Phenomena* 114: 117-122.
- [10] Kulczyk M., W. Pachla, A. Mazur, R. Diduszko, H. Garbacz, M. Lewandowska, W. Łojkowski, K. J. Kurzydłowski. 2005 „Microstructure and Mechanical Properties in Nickel Deformed By Hydrostatic Extrusion”. *Materials Science-Poland* 23(3): 839-846.
- [11] Topolski K., H. Garbacz, K.J. Kurzydłowski. 2008. „Nanocrystalline Titanium Rods Processed by Hydrostatic Extrusion”. *Materials Science Forum* 584-586: 777-782.
- [12] Topolski Krzysztof, Waclaw Pachla, Halina Garbacz. 2013. „Progress in hydrostatic extrusion of titanium”. *Journal of Materials Science* 48: 4543-4548.
- [13] Lewandowska Malgorzata, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2008 „Recent development in grain refinement by hydrostatic extrusion” *Journal of Materials Science* 43: 7299-7306.
- [14] Pachla Wacek, Mariusz Kulczyk, Julita Smalc-Koziorowska, Monika Wróblewska, Jacek Skiba, Sylwia Przybysz, Mariusz Przybysz. 2017 „Mechanical properties and microstructure of ultrafine grained commercial purity aluminium prepared by cryo-hydrostatic extrusion” *Materials Science & Engineering A* 695: 178-192.
- [15] Pachla W., J. Skiba, M. Kulczyk, S. Przybysz, M. Przybysz, M. Wróblewska, R. Diduszko, R. Stępnia, J. Bajorek, M. Radomski, W. Fąfara. 2014. „Nanostructurization of 316L type austenitic stainless steels by hydrostatic extrusion”. *Materials Science and Engineering A* 615: 116-127.
- [16] Topolski Krzysztof, Halina Garbacz, Waclaw Pachla, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2007. „Hydrostatic extrusion of titanium - process parameters”. *Advances in Materials Science* 7(4): 114 - 120.
- [17] Topolski Krzysztof, Halina Garbacz, Waclaw Pachla, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2010. „Surface modification of titanium subjected to hydrostatic extrusion” *Inżynieria Materiałowa* 3: 336-339.
- [18] Pachla Waclaw, Mariusz Kulczyk, Jacek Skiba, Sylwia Przybysz, Marek Betiuk, Jerzy Michalski, Piotr Wach. 2012. „Modyfikacja powierzchni matryc do hydrostatycznego wyciskania tytanu”. *Inżynieria Powierzchni* 3(17): 26-33.
- [19] Skiba J., W. Pachla, A. Mazur, S. Przybysz, M. Kulczyk, M. Przybysz, M. Wróblewska. 2014. „Press for hydrostatic extrusion with back-pressure and the properties of thus extruded materials” *Journal of Materials Processing Technology*, 214(1): 67-74.
- [20] Pachla Wacek, Mariusz Kulczyk, Malgorzata Sus-Ryszkowska, Andrzej Mazur, Krzysztof J. Kurzydłowski. 2008 „Nanocrystalline titanium produced by hydrostatic extrusion” *Journal of Materials Processing Technology* 205(1-3): 173-182.

[21] Topolski K., H. Garbacz, P. Wicinski, W. Pachla, K.J. Kurzydowski. 2012 „Mechanical Properties of Titanium Processed by Hydrostatic Extrusion”, *Archives of Metallurgy and Materials* 57(3): 863–867.

[21] Topolski K., H. Garbacz, P. Wicinski, W. Pachla, K.J. Kurzydowski. 2012 „Mechanical Properties of Titanium Processed by Hydrostatic Extrusion”, *Archives of Metallurgy and Materials* 57(3): 863–867.