

# Walcowanie cynku w warunkach cyklicznie zmiennego stanu naprężeń ściskających

# Rolling of zinc under the conditions of cyclic changes of compressive stress

(1) Włodzimierz Bochniak, (2) Paweł Ostachowski<sup>\*</sup>, (3) Marek Łagoda, (4) Joanna Wróbel AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Wydział Metali Nieżelaznych, Al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland

# Informacje o artykule

Zgłoszenie: 10.01.2018 Recenzja: 28.01.2018 Akceptacja: 9.05.2018

### Wkład autorów

- (1) Autor koncepcji i przeprowadzonych badań
- (2) Autor koncepcji i przeprowadzonych badań
- (3) Autor koncepcji i przeprowadzonych badań
- (4) Wykonawca badań

# Article info

Received: 10.01.2018 Reviewed: 28.01.2018 Accepted: 9.05.2018

### Authors' contribution

- (1) Author of concept and research
- (2) Author of concept and research
- (3) Author of concept and research
- (4) Research contractor

### Streszczenie

Praca podejmuje zagadnienie możliwości zastosowania dużych odkształceń plastycznych (SPD - z ang. Severe Plastic Deformation) w procesie wytwarzania płaskich elementów metalicznych takich, jak blachy, taśmy czy płaskowniki. Koncentruje się na metodach angażujących dynamiczne zmiany drogi odkształcenia, w szczególności na znanej metodzie KOBO oraz niedawno opracowanym procesie złożonego, ciągłego walcowania (CR) realizowanego w warunkach trójosiowego zmiennego stanu naprężeń ściskających. W eksperymencie przeprowadzonym w ramach niniejszej pracy użyto płaskowników z materiału modelowego w postaci cynku domieszkowanego 0,015% wag. aluminium. Dodatek aluminium zastosowano w celu ograniczenia aktywności procesów odnowy strukturalnej cynku, a więc jego zdrowienia i rekrystalizacji generowanych naturalnym zjawiskiem znacznego wzrostu temperatury towarzyszącemu dużym odkształceniom plastycznym. Płaskowniki otrzymano metodą KOBO w procesie niskotemperaturowego wyciskania z bocznym wypływem. Poddano je złożonemu walcowaniu, przy czym obejmowało ono następujące po sobie operacje walcowania, spęczania, cyklicznego ścinania i wyciskania, które realizowano w jednym przepuście. Stwierdzono, że tak odkształcane płaskowniki nie ulegają zniszczeniu (pękaniu), odmiennie niż podczas walcowania konwencjonalnego. Ponadto wykazano, że im wyższy nadany w gniot, tym niższa twardość płaskowników – chociaż wyższa niż przed złożonym walcowaniem. Z kolei struktura płaskowników po tym procesie charakteryzuje się silną włóknistością i sporadycznie występującymi pojedynczymi nowymi ziarnami, których ilość rośnie wraz ze wzrostem zastosowanego gniotu.

Słowa kluczowe: Zn domieszkowany Al, złożone walcowanie, cykliczna zmiana drogi odkształcenia, twardość, struktura

# Abstract

In this paper, the possibility of applying Severe Plastic Deformation (SPD) procedures in the production of flat metallic elements, such as sheet metals, tapes or flat bars, is being discussed. It focuses on methods involving dynamic changes of deformation path, particularly on a well-known KOBO method and on a recently developed process of complex, complex rolling (CR), conducted under the conditions of triple-axial, changing compressive stress. During the experiment carried out for this paper, flat bars made from a model material of zinc alloyed with 0,015wt.% aluminum were used. The addition of aluminum was aimed at reducing the activity of structural renovation of zinc, i.e., its recovery and recrystallization taken place as a result of the natural phenomenon of temperature rise accompanying severe plastic deformation processes. The flat bars were obtained via low-temperature KOBO extrusion with a side outflow. They were subjected to complex rolling, consisting of subsequent rolling, upsetting, cyclic shearing and

<sup>\*</sup> Autor do korespondencji. Tel.: +48 12 617 26 52; e-mail: pawel.ostachowski@agh.edu.pl

<sup>\*</sup> Corresponding author. Tel.: +48 12 617 26 52; e-mail: pawel.ostachowski@agh.edu.pl

extrusion, carried out as a single pass. It was established that flat bars obtained in this way were not breaking (cracking), unlike after conventional rolling. Moreover, it has been proved that the higher the set compression, the lower the flat bars' hardness, although it was still higher than before complex rolling. On the other hand, the structure of flat bars obtained as a result of this procedure is highly fibrous and has sporadically occurring new, individual grains, the number of which rises with the increase of compression degree. **Keywords:** Zn alloyed with Al, complex rolling, cyclic change of deformation path, hardness,

structure

# 1. WPROWADZENIE

W ostatnich dwóch dekadach ma miejsce szczególnie dynamiczny rozwój nowych, realizowanych z ogromnymi odkształceniami, metod przeróbki plastycznej określanych wspólną nazwa SPD (severe plastic deformation). Jest to spowodowane możliwością otrzymania w konwencjonalnych materiałach metalicznych niespotykanie wysokich parametrów wytrzymałościowych, które w przypadku czystych metali mogą wzrosnąć nawet o kilkaset procent i o 30-50% dla stopów [1-3]. Jednak określenia definiujące procesy SPD zazwyczaj koncentrują się głównie na aspekcie strukturalnym, rozumianym jako zdolność do rozdrabniania ziarn do wielkości mikro-, a nawet nanometrycznej [4–6], która bezpośrednio łączona jest z cechami mechanicznymi nanomateriałów. Podawane są także dodatkowe uwarunkowania procesów SPD, które winny przebiegać w warunkach wysokich naprężeń hydrostatycznych i kończyć się bez istotnej zmiany geometrii metalu [1, 3].

Metale i stopy o nanometrycznych ziarnach utworzonych w wyniku zastosowania procesu SPD nie spełniają prawa Halla-Petcha, co sprawia, że dalsze obniżanie wielkości nanoziarn nie gwarantuje efektu podwyższenia parametrów wytrzymałościowych. Odstępstwo od prawa Halla--Petcha świadczy o odmienności mechanizmu odkształcania nanomateriałów w porównaniu z materiałami o większych ziarnach (kilkadziesiąt, kilkaset mikrometrów). Istotnie najczęściej przywoływanym mechanizmem odkształcenia materiałów SPD jest poślizg po granicach ziarn (grain boundary sliding), a argumentem mającym silnie przemawiać za takim postrzeganiem zjawiska jest wysoka czułość na prędkość odkształcenia nanomateriałów. Nie można jednak wykluczyć, że może ona pochodzić również z za-

# **1. INTRODUCTION**

Over the last two decades, a dynamic development of new methods of plastic deformation leading to vast deformations and known under a common name of SPD (severe plastic deformation) has been recorded. It has been possible due to new opportunities of obtaining unusually high strengthening parameters in conventional *metallic materials, which can increase by a couple* of hundred percent for pure metals and by 30-50% for alloys [1–3]. Most definitions of SPD focus mainly on the structural aspect, described as the capability for grain fragmentation into *micro- or even nano- metric sizes* [4–6], *which is* directly linked to nanomaterials' mechanical properties. Some other determinants of SPD processes are also described, including high hydrostatic stress and lack of significant change in the metal's geometry at the end of the process [1,3].

Metals and alloys with nano-metric grain sizes, generated as a result of SPD processes, do not comply with the Hall-Petch law, meaning that further reduction of the nano-grain sizes does not guarantee the increase in strengthening *parameters.* Non-compliance with the Hall-Petch law indicates a different deformation mechanism for nanomaterials as compared with materials with larger grain sizes (by a couple of dozens or a couple of hundreds micrometers). Indeed, the most accepted deformation mechanism for SPD materials is grain boundary sliding, and high strain rate of nanomaterials is the strongest argument for such interpretation of the phenomenon. However, it cannot be ruled out that another mechanism, controlled by diffusion phenomena (point defects migration) is also of signifi-

Bochniak Włodzimierz, Paweł Ostachowski, Marek Łagoda, Joanna Wróbel. 2018. "Walcowanie cynku w warunkach cyklicznie zmiennego stanu naprężeń ściskających". *Obróbka Plastyczna Metali* XXIX (2): 109–126.

angażowania innego mechanizmu kontrolowanego zjawiskami dyfuzyjnymi (migracją defektów punktowych). Nie zmienia to jednak zasadniczego faktu, że wielkość ziarn powszechnie uznawana jest za kluczowy czynnik strukturalny odpowiedzialny za fizyczne i mechaniczne zachowanie materiałów.

Spośród wielu procesów SPD najstarszymi, a jednocześnie najpopularniejszymi i najgłębiej przeanalizowanymi od strony teoretycznej i doświadczalnej, są: równokanałowe, kątowe prasowanie (ECAP – equal channel angular pressing) [7] i ściskanie z jednokierunkowym skręcaniem (HPT – *high pressure torsion*) [8]. Ogromny potencjał metod SPD ujawnił się w procesach ciąglych takich, jak ECAP-Conform [9] czy ciągły proces HPT (continuous high pressure torsion) [10]. Problem staje się szczególnie trudny, gdy odkształcanie dotyczy elementów płaskich takich, jak blachy czy taśmy. Jednak i w tym obszarze, obok najstarszego rozwiązania w postaci walcowania pakietowego (ARB - accumulative rollbonding) [11] (rys. 1a), można wyszczególnić inne rozwiązania, np. bazujące na metodzie wielokrotnego przeginania i prostowania (RCS – repetitive corrugation and straightening) [12] procesy ciągłego przeginania i prostowania (cRCS - continuous repetitive corrugation and straightening) [13] (rys. 1b), a także ciągłe ścinanie (conshearing) [14] (rys. 1c) czy walcowanie z równokanałowym kątowym prasowaniem (C2S2 - con*tinuous confined strip shearing*) [14] (rys. 1d).

cant importance. Nonetheless, grain size is widely considered to be the essential structural factor responsible for physical and mechanical behavior of materials.

Among many SPD processes, the oldest, most commonly used and theoretically and experi*mentally researched are: ECAP – equal channel* angular pressing [7] and HPT – high pressure torsion [8]. The enormous potential of SPD methods was revealed in continuous processes such as ECAP-Conform [9], and continuous HPT (continuous high pressure torsion) [10]. Deformation of flat elements, such as sheet metals or tapes, is particularly complicated. However, even in this case, apart from the oldest method of ARB (accumulative roll-bonding) [11] (Fig. 1a), other solutions, based on repetitive corrugation and straightening technology (RCS) [12], continuous repetitive corrugation and straightening (cRCS) [13], (Fig. 1b) as well as continuous shearing (conshearing) [14] (Fig. 1c) or continuous confined *strip shearing (C2S2) [14] (Fig. 1d), can be listed.* 



Bochniak Włodzimierz, Paweł Ostachowski, Marek Łagoda, Joanna Wróbel. 2018. "Rolling of zinc under the conditions of cyclic changes of compressive stress". *Obróbka Plastyczna Metali* XXIX (2): 109–126.



Rys. 1. Typowe schematy realizacji ciągłych procesów SPD dla płaskich elementów metalicznych [3, 6]: a) walcowanie pakietowe (ARB); b) ciągłe przeginanie i prostowanie (cRCS); c) ciągłe ścinanie (*con-shearing*), d) walcowanie z równokanałowym kątowym wyciskaniem (C2S2)

Fig. 1. Typical schemes of SPD processes for flat metallic elements [3,6]: a) accumulative roll-bonding (ARB); b) continuous repetitive corrugation and straightening (cRCS); c) continuous shearing (con-shearing), d) continuous confined strip shearing (C2S2)

Niestety do tej pory nie udało się wyeliminować wielu negatywnych skutków ograniczających praktyczne wykorzystania ciągłych metod SPD [15], co wymusza dalsze prace skoncentrowane zarówno na doskonaleniu procesów i modernizacji urządzeń, jak i poszukiwaniu całkowicie nowych rozwiązań – w tym w szczególności bazujących na odmiennych założeniach procesowych i inżynierskich. W ich wyniku powstała nowa grupa metod przeznaczonych dla elementów płaskich (rys. 2) oparta na procesie KOBO [16, 17] (rys. 3), który w odróżnieniu od pozostałych metod SPD jest prowadzony w warunkach permanentnej zmiany drogi odkształcenia w wyniku poddania odkształcanego (wyciskanego, kutego, walcowanego, ciagnionego) metalu, równoczesnym obustronnym, cyklicznym skręcaniom bądź przesunięciom (ścięciom).

Unfortunately, numerous negative effects restraining the practical application of continuous SPD methods have not been eliminated to date [15], imposing further efforts into perfecting the SPD processes and modernizing equipment, but also into finding brand new solutions, particularly those involving different processing and engineering assertions. As a result, a new group of deformation methods for flat elements was developed (Fig. 2) based on the KOBO process [16, 17] (Fig. 3), which unlike other SPD methods is carried out under the conditions of permanent changes of deformation path resulting from subjecting the deformed (extruded, cast, rolled or drawn) metal to concurrent two-sided cyclic twisting or shearing.



Bochniak Włodzimierz, Paweł Ostachowski, Marek Łagoda, Joanna Wróbel. 2018. "Walcowanie cynku w warunkach cyklicznie zmiennego stanu naprężeń ściskających". *Obróbka Plastyczna Metali* XXIX (2): 109–126.



Rys. 2. Przykładowe schematy realizacji ciągłych procesów SPD dla płaskich elementów metalicznych bazujących na metodzie KOBO; strzałkami zaznaczono ruch poszczególnych elementów *Fig. 2. Example schemes of continuous SPD processes for flat metallic elements based on the KOBO method; the movement of separate elements was marked with arrows* 



Rys. 3. Schematy procesów z grupy KOBO wykorzystujące ciągłą zmianę drogi odkształcenia: a) wyciskanie (1 – stempel; 2 – pojemnik; 3 – rewersyjnie obracana matryca; 4 wsad; 5 – wyrób); b) kucie; c) walcowanie; d) ciągnienie (1 – rewersyjnie obracane ciągadło, 2 – wyrób) *Fig. 3. Schemes of KOBO processes using cyclic changes of deformation path:* 

a) extrusion (1 – stamp; 2 –container; 3 – reverse rotary die; 4 – load; 5 – product); b) forging; c) rolling; d) drawing (1 – reverse rotary drawing die, 2 – product)

Metodą KOBO skutecznie wyciskano w temperaturze otoczenia, z bardzo dużym stopniem Both, pure metals and hardly-deformable alloys [18] have been successfully extruded by the

przerobu ( $\lambda = 100$ ) i przy niewielkim nacisku prasy, zarówno czyste metale, jak i stopy trudnoodkształcalne [18], a nabyte przez nie własności mechaniczne, zazwyczaj znacznie przekraczały uzyskiwane innymi sposobami [19]. Jednak za najwartościowsze osiągnięcie badań należy uznać dowód [20, 21] jednoznacznie wskazujący, że materiały metaliczne wyciskane metodą KOBO spełniają prawo laminarnego przepływu Newtona  $\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\eta} \cdot \boldsymbol{\dot{\epsilon}}$  (gdzie:  $\boldsymbol{\sigma}$  – naprężenie płynięcia,  $\boldsymbol{\eta}$  – współczynnik lepkości, έ – prędkość odkształcenia), co w praktyce oznacza, że niezmiennie pozostając w stanie stałym, zachowują się one jak doskonała ciecz, czyli nadplastycznie. Zjawisko to w metalach poddanych procesowi KOBO związano z intensywnie generowanymi defektami punktowymi (defektami Frenkla) o ponadrównowagowej ("dynamicznej") koncentracji bliskiej 10<sup>-9</sup>, ogromnej w porównaniu z równowagową koncentracją wakancji wynoszącą w temperaturze otoczenia około 10-17 czy atomów międzywęzłowych własnych (poniżej 10-34). Nadzwyczaj wysoka gęstość defektów punktowych generowanych w procesie KOBO wraz z bardzo niską energią ich migracji (w przypadku atomów międzywęzłowych własnych wynoszącą około 0,06 eV [22-24]) prowadzi do zwiększenia współczynnika dyfuzji o kilkanaście rzędów wielkości i drastycznego obniżenia lepkości materiałów z poziomu 1019 do 107. Stąd lepkie płynięcie (płynięcie warstwowe w pasmach ścinania) uznano [25] za dominujący mechanizm odkształcenia w procesie wyciskania metodą KOBO. Stwierdzono również, że wielkość ziarn oraz gęstość dyslokacji nie są w procesie KOBO czynnikami decydującymi o wysokim poziomie osiąganych własności wytrzymałościowych metali i stopów, a bezpośrednio zależą od obecności nanometrycznych klastrów defektów punktowych (ich wielkości, gęstości i dystrybucji) wytworzonych w wyniku samoistnego "starzenia" materiału przesyconego w procesie KOBO defektami punktowymi [19].

Wykorzystanie metody KOBO do odkształcania elementów płaskich (płaskowników, blach, taśm) przebiegało wielostopniowo (w jednym przepuście) i polegało na zastosowaniu różnych rozwiązań technicznych – jak na rys. 3.

KOBO method at room temperature, with very *high extrusion ratio* ( $\lambda = 100$ ) *and at a low press* force, and the resulting mechanical properties were usually much better than those acquired during other methods [19]. However, the finding [20, 21] which unequivocally proves that metallic materials extruded by the KOBO method comply with the Newtonian laminar flow law  $\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\eta} \cdot \boldsymbol{\dot{\epsilon}}$  (where:  $\boldsymbol{\sigma}$  – flow stress,  $\boldsymbol{\eta}$  – viscosity coefficient,  $\dot{\varepsilon}$  – strain rate), meaning that they behave like excellent fluids (i.e. like superplastic materials), all time remaining in solid state what is considered to be of the highest importance. In metals subjected to the KOBO method, this phenomenon is linked to intense generation of point defects (Frenkel defects), with overequilibrial ('dynamic') concentration of around 10-9, an enormous as compared with equilibrium, concentration of vacancies (equaling at room temperature around 10<sup>-17</sup>) and self-interstitial atoms (below 10<sup>-34</sup>). Unusually high density of point defects generated in the KOBO process and their very low migration energy (of around 0,06 eV for self-interstitial atoms [22-24]), lead to an increase of diffusion coefficient by several dozen levels of magnitude and dramatic decrease of the materials' viscosity from the level of  $10^{19}$  to 10<sup>7</sup>. Thus, viscous flow (layered flow in shear bands) is considered to be the dominant deformation mechanism in the KOBO extrusion process. It has also been proved that grain size and *dislocation density are not determining the high* strengthening properties obtained by metals and alloys during the KOBO procedure, which are directly dependent on the presence of nanometric clusters of point defects (their sizes, density and distribution) generated as a result of intrinsic 'aging' of the materials oversaturated with point defects during the KOBO process [19].

The KOBO extrusion of flat elements (such as bars, sheet metals or tapes) was carried out via a multi-stage procedure (in one pass) and involved the application of different technological solutions – as presented in Fig. 3.

# 2. METODYKA

W niniejszej pracy podjęto próbę realizacji procesu złożonego walcowania CR [26] płaskowników z cynku domieszkowanego 0,015% wag. aluminium – traktowanego jako materiał modelowy – wykorzystując zmodernizowaną walcarkę duo (rys. 4a), pracującą według schematu zamieszczonego na rys. 4b. Zastosowano trzy warianty badawcze różniące się wielkością gniotów (15%, 20% i 34%), przy zachowaniu wszystkich pozostałych parametrów procesu. Płaskowniki przed i po złożonym walcowaniu stanowiły obiekt obserwacji strukturalnych oraz pomiarów twardości.

# 2. METHODOLOGY

In his paper, an attempt to conduct a complex rolling CR procedure [26] for flat bars made of zinc alloyed with 0,015% of aluminum by weight – considered to be a model material – with the use of modernized rolling mill duo (Fig. 4a), working according to the scheme presented in Fig. 4b, was undertaken. Three research variants differing by compression degree (15%, 20% and 34%) but with other parameters of the process remaining the same, were carried out. Flat bars were subjected to structural observations and hardness testing before and after the complex rolling procedure.



Rys. 4. Zmodernizowana walcarka duo przeznaczona do złożonego walcowania CR (a) oraz schemat tego procesu (b) Fig. 4. Modernized rolling mill duo for complex rolling CR (a) and the scheme of the process (b)

Należy podkreślić, że pierwsze próby złożonego walcowania CR (w złożonym, cyklicznym schemacie odkształcenia), przeprowadzono na aluminium [27, 28], stwierdzając rozdrobnienie struktury i wzrost twardości.

Zimny wlewek o wymiarach  $\phi 40 \times 40$  mm wstępnie wyciśnięto metodą KOBO z bocznym wypływem (rys. 5) [19, 29] na płaskowniki o przekroju 32×2 mm (rys. 6). Prędkość stempla wynosiła 0,5 mm/s, kąt skręcania ±8°, a częstotliwość skręcania równa 5 Hz na początku procesu była systematycznie obniżana aż do 3 Hz pod jego koniec. Taki przebieg wyciskania KOBO gwarantował uzyskanie identycznej struktury i własności mechanicznych na całej długości wyrobu [19, 20]. It is important to point out, that the first attempts at complex rolling CR (according to a complex cyclic deformation scheme) were conducted on aluminum [27, 28], and resulted in structure fragmentation and increase of hardness.

Cold ingot with the dimensions of  $\phi$ 40×40 mm was initially KOBO extruded with a side outflow (Fig. 5) [19, 29] into bars with a cross-section of 32×2 mm (Fig. 6). The stamp rate was 0,5 mm/s, twisting angle equaled ±8°, and the twisting frequency was systematically reduced from 5 Hz at the beginning of the procedure to 3 Hz at its end. Such scheme of the KOBO extrusion guaranteed identical structure and mechanical properties throughout the whole length of the product [19, 20].



Rys. 5. Schemat wyciskania metodą KOBO z bocznym wypływem materiału: 1 – stempel, 2 – pojemnik prasy, 3 – rewersyjnie obracany trzpień, 4 – wsad (materiał przeznaczony do wyciskania), 5 – wyrób (prasówka), 6 – zamek, 7 – matryca Fig. 5. Scheme of KOBO extrusion with side-outflow of the material: 1 – stamp, 2 – press container, 3 – reverse rotary mandrel, 4 – billet (material for extrusion), 5 – product (extrudate), 6 – lock, 7 – die



Rys. 6. Płaskownik z cynku domieszkowanego 0,015% wag. Al o przekroju 32×2 mm wraz z piętką, wyciśnięty metodą KOBO z bocznym wypływem Fig. 6. Flat bar made of zinc alloyed with 0,015wt.% aluminum with a cross section of 32×2 mm and a heel, extruded by the KOBO method with a side outflow

Wyciskanie KOBO z bocznym wypływem zastosowano z dwóch powodów: po pierwsze, aby uzyskać płaskownik o żądanych wymiarach (stosunkowo dużych, biorąc pod uwagę konstrukcję zastosowanej prasy KOBO o nacisku 100T); po drugie – o charakterze poznawczym w celu oceny podatności tak wytworzonego płaskownika do dalszego odkształcania, w szczególności w procesie złożonego walcowania.

Wyciśnięte płaskowniki poddano procesowi CR zgodnie ze schematem pokazanym na rys. 4b. W zmodernizowanej walcarce zastosowano klin oporowy (rys. 7) przesuwany równolegle do osi walców (rys. 8), a umieszczony za kotliną walcowniczą (rys. 9) ograniczający wypływ metalu. KOBO extrusion with a side outflow was the procedure of choice for two reasons: firstly, in order to obtain a bar with the required dimensions (which were relatively high considering the construction of the KOBO press with a maximal force of 100T used for this investigation); and secondly, in order to assess the obtained bar's susceptibility to further deformation, particularly via complex rolling.

The extruded bars were subjected to CR process according to the scheme show in Fig. 4b. The modernized rolling mill contained a resistance wedge (Fig. 7) moved in a parallel direction to the roll axes (Fig. 8), placed behind the roll gap (Fig. 9) and limiting the metal's outflow.



Rys. 7. Wygląd klina oporowego zastosowanego w procesie złożonego walcowania CR Fig. 7. Image of the resistance wedge used in the complex rolling procedure CR



Rys. 8. Napęd klina oporowego z wykorzystaniem mechanizmu mimośrodowego Fig. 8. Drive of the resistance wedge based on the eccentric mechanism



Rys. 9. Usytuowanie klina oporowego bezpośrednio za walcami walcarki *Fig. 9. Location of the resistance wedge directly behind the rolling mill's rolls* 

W trakcie procesu płaskownik początkowo poddawany jest walcowaniu, następnie spęczaniu, a w końcowej fazie cyklicznemu odkształcaniu w kierunku prostopadłym do kierunku walcowania (ścinania), a następnie poddawany procesowi wyciskania przez klin oporowy.

Dla wszystkich wariantów zostały zachowane pozostałe parametry procesu: prędkość obrotowa walców o średnicy 60 mm wynosząca 0,5 s<sup>-1</sup> (30 obr/min.); wielkość przemieszczenia klina  $\pm$  0,4 mm z częstotliwością 22 Hz.

Złożone walcowanie każdorazowo prowadzono do połowy długości płaskownika, po czym proces przerywano, a fragment dokumentujący historię odkształcenia poddawano obserwacjom optycznym i pomiarom twardości na przekrojach wzdłużnych biegnących przez środek płaskownika. During the process, the bar was first subjected to rolling, then to upsetting and, in the final stage, to cyclic deformation in a perpendicular direction to the rolling direction (shearing), followed by extrusion using the resistance wedge.

In all variants of the procedure, the following parameters remained the same: rotation speed of the rolls with a diameter of 60 mm was 0,5 s<sup>-1</sup> (30 rotations/min.) and the wedge's displacement value  $\pm$  0,4 mm at the frequency of 22 Hz.

Each time, the complex rolling procedure was carried out until it reached half of the bar's length and then stopped. The samples documenting the deformation effect were subsequently subjected to optical observations and hardness testing in longitudinal sections running across the middle of the bar.

#### **3. WYNIKI I ANALIZA**

Wlewki z cynku domieszkowane 0,015% wag. Al posiadały twardość na poziomie 65 HV1. W wyniku wyciskania metodą KOBO z bocznym wypływem (stopień przerobu  $\lambda = 20$ ), przeprowadzonego w temperaturze otoczenia (bez wstępnego nagrzewania wsadu i narzędzi roboczych prasy), otrzymane płaskowniki o wymiarach 32×2 mm osiągnęły twardość 65 HV1 – nieza-leżnie od miejsca pomiaru.

Kolejny wzrost twardości miał miejsce na skutek złożonego walcowania i był bezpośrednio uzależniony od zadanego gniotu i strefy odkształcania (rys. 10). W szczególności w kotlinie walcowniczej (strefie walcowania) twardość płaskownika osiąga 76 HV1 dla 15% gniotu (wariant 1), 78 HV1 dla 20% (wariant 2) i 79 HV1 dla 34% (wariant 3). W strefie spęczania następuje istotne zróżnicowanie umocnienia cynku. Najmniejszy i średni gniot umacnia metal, podczas gdy największy wywołuje stosunkowo silne odkształceniowe mięknięcie (73 HV1). W strefie wyciskania z cyklicznym ścinaniem różnice twardości pomiędzy wariantami odkształcenia zostają pogłębione. Największa twardość związana jest z wariantem 1 (80 HV1). Twardość dla wariantu 2 maleje w tej strefie do poziomu 75 HV1, a w wariancie 3 zostaje zachowana na niskim poziomie równym 73 HV1.

### **3. RESULTS AND THEIR ANALYSIS**

Ingots made of zinc alloyed with 0,015 wt. % Al had a hardness level of 65 HV1. Flat bars (with the dimensions of  $32 \times 2$  mm), obtained as a result of KOBO extrusion with side outflow (extrusion ratio  $\lambda = 20$ ) conducted at room temperature (without initial pre-heating of the billet and press working tools) reached 65 HV1 hardness – regardless of the testing area.

Another rise in hardness took place as a result of complex rolling and was directly dependent on the set compression degree and deformation zone (Fig. 10). Particularly in the rolling gap (rolling zone) the bar's hardness reached respectively 76 HV1 for 15% compression, (variant 1), 78 HV1 for 20% (variant 2) and 79 HV1 for 34% (variant 3). A significant differentiation of the zinc strengthening level took place in the upsetting zone. The lowest and medium compression degrees strengthened the metal, while the highest resulted in a quite rapid deformation weakening (73 HV1). The differences in hardness between the three variants got even more significant in the deformation zone involving cyclic shearing. The highest hardness value was observed in variant 1 (80 HV1), in variant 2 is fell to the level of 75 HV1 and settled on a low of 73 HV1 in variant 3.



Rys. 10. Wygląd bocznej powierzchni próbki poddanej złożonemu walcowaniu CR (a) oraz wyniki pomiarów twardości (b) w poszczególnych strefach odkształcania płaskowników (15%, 20% i 34% gniotu): 1 – płaskownik przed procesem CR (wsad wyciśnięty metodą KOBO z bocznym wypływem), 2 – strefa walcowania, 3 – strefa spęczania z cyklicznym ścinaniem, 4 – płaskownik po procesie CR

*Fig.* 10. Image of the side surface of sample subjected to complex rolling (CR) (*a*) and the results of the bars' hardness testing (*b*) in particular deformation zones (for 15%, 20% and 34% compression): 1 – flat bar before CR process (billet extruded by KOBO with side-outflow), 2 – rolling zone, 3 – upsetting with cyclic shearing zone, 4 – flat bar after CR

Biorąc pod uwagę fakt, że w kolejnych etapach złożonego walcowania płaskownik z cynku doznaje coraz większego odkształcenia, systematyczny wzrost jego twardości można by uznać za zachowanie naturalne i w pełni zrozumiałe. Ciekawa jest reakcja odkształcanego metalu na najistotniejszy element procesu, a więc cykliczną zmianę drogi odkształcenia (cykliczne ścinanie). W założeniu zastosowana procedura wymuszająca posuwisty ruch klina oporowego winna spowodować wystąpienie w strefie spęczania, w pobliżu strefy wyciskania, dodatkowego cyklicznego płynięcia metalu w kierunku prostopadłym do kierunku walcowania (wyciskania).

W tym kontekście nasuwa się pytanie, dlaczego w odróżnieniu od wariantu 1 wyraźną reakcję wywołaną cykliczną zmianą drogi odkształcenia obserwuje się w wariancie 2 jako obniżenie twardości płaskownika o 6 HV1. Pytanie można rozszerzyć na wariant 3, gdzie silny spadek twardości ma miejsce już znacznie wcześniej, czyli w strefie spęczania.

Ogólnie rzecz ujmując, zmiana drogi odkształcenia może wywoływać zróżnicowane skutki mechaniczne, zależnie od warunków jej realizacji. Jeżeli tworzą ją dwa niezależne schematy odkształcenia, np. walcowanie i kolejne rozciąganie (przedzielone odciążeniem odkształcanego metalu), spełniona jest zasada, że im większy gniot, tym wyższe naprężenie rozciągające i szybciej następująca lokalizacja odkształcenia, prowadząca do powstania szyjki i zniszczenia próbki [30]. Z drugiej strony, jeżeli metal poddawany jest zmianie drogi odkształcenia, będąc pod obciążeniem (w trakcie odkształcania), reakcja mechaniczna prowadzi do jego odkształceniowego mięknięcia [31, 32]. W szczególności równoczesne cykliczne skręcanie wyciskanego metalu prowadzi do znacznego obniżenia siły wyciskania, które dla danej temperatury, prędkości wyciskania i stopnia przerobu  $\lambda$  zależy od parametrów skręcania [21, 33]. Proces złożonego walcowania jest zbieżny z tą drugą sytuacją, chociaż w przypadku wariantu 1 zbyt niskie naprężenie w strefie spęczania nie przynosi oczekiwanej reakcji mechanicznej, ponieważ aktywująca zlokalizowane płynięcie metalu destabilizacja struktury posiada niewielką dynamikę. W przypadku wariantu 2, a szczególnie warianTaking into account that during the subsequent stages of complex rolling the zinc bar gets more and more deformed, the systematic rise in hardness could be considered as natural and fully understandable phenomenon. The reaction of the deformed metal to the most important element of the process, i.e. cyclic change of deformation path (cyclic shearing) is of particular interest. As a rule, by forcing a sliding motion of the resistance wedge, the applied procedure should lead to additional cyclic flow of the metal in a perpendicular direction to the direction of rolling (extrusion) in the upsetting zone, near the extrusion zone.

In this context, it is puzzling why, unlike in variant 1, in variant 2 a clear reaction to cyclic change of deformation path takes the form of the bar's hardness decrease by 6 HV1. The question becomes even more complicated when variant 3 is considered with a significant decrease of hardness taking place much earlier, in the upsetting zone.

*Generally, changes in deformation path might* cause various mechanical effects, depending on the conditions they are carried out under. If they are resulting from two separate deformation schemes, e.g. rolling followed by drawing (with unloading of the deformed metal) the process complies with the rule that the higher the compression, the higher the drawing stress and localization of deformation, meaning that necking and the sample's destruction occur faster [30]. On the other hand, if the metal is subjected to a change of deformation path under full load (during the deformation), the mechanical reaction leads to the metal's deformation weakening [31, 32]. Particularly co-occurring cyclic twisting of the extruded metal leads to a decrease in extrusion force, which, at a set temperature, extrusion speed and processing degree, depends on twisting parameters [21, 33]. The complex rolling procedure coincides with the latter, however in variant 1, the stress in the upsetting zone is too low to cause an expected mechanical reaction, as the dynamics of structure destabilization, which activates the localized flow of the metal, is low. *In variant 2, and even more so in variant 3, higher* 

tu 3, zwiększony gniot dynamizuje zjawisko, intensyfikując lokalizację odkształcenia i odkształceniowe mięknięcie metalu.

Obserwacje mikroskopowe zostały skoncentrowane na pozyskaniu ewidencji dotyczącej ewolucji struktury towarzyszącej złożonemu walcowaniu cynku. Na rys. 11 pokazano w przekroju wzdłużnym i poprzecznym strukturę płaskownika wyciśniętego metodą KOBO, będącego materiałem wyjściowym do procesu złożonego walcowania. Tworzą ją jednorodne, równoosiowe, drobne (~20 µm) ziarna, co jest zbieżne z wcześniejszymi wynikami [19] wskazującymi, że w prowadzonym w temperaturze otoczenia procesie KOBO cynk ulega całkowitej rekrystalizacji. compression causes higher dynamics and therefore intensifies deformation localization and the metal's deformation weakening.

Microscopic observations were focused on evidence the structure evolution accompanying complex rolling of zinc. Fig. 11 shows the structure of a KOBO extruded flat bar, which served as a base material for complex rolling, in crossand longitudinal- sections. The structure comprises of homogenous, equal-axial, fine (~20  $\mu$ m) grains, which coincides with earlier results [19] suggesting that zinc undergoes complete recrystallization during a room temperature KOBO procedure.



Rys. 11. Struktury płaskownika o przekroju poprzecznym 32×2 mm, z cynku domieszkowanego 0,015% wag. Al, wyciśniętego metodą KOBO z bocznym wypływem: a) przekrój wzdłużny; b) przekrój poprzeczny
 *Fig. 11. Structure of a flat bar with a cross-section of 32×2 mm, made of zinc alloyed with 0,015wt.% Al, extruded by the KOBO method with side outflow: a) longitudinal section; b) cross-section*

Rys. 12 prezentuje typowy przekrój wzdłużny fragmentu płaskownika poddanego złożonemu walcowaniu (15% gniotu), obejmujący wszystkie wyodrębnione strefy odkształcenia. W strefie walcowania pojawia się struktura włóknista (rys. 13a) nieco tylko zaburzona w pobliżu kontaktu z walcami. W strukturze płaskownika odkształconego gniotem po 15% – odmiennie niż w płaskowniku jedynie wyciśniętym metodą KOBO, można zaobserwować zaledwie pojedyncze nowo utworzone ziarna, co należy związać ze zdecydowanie mniejszym odkształceniem zadanym w procesie CR. Spęczanie sprawia, że znaczne obszary występowania struktury włóknistej są silnie "zawirowane" (rys. 13b). Sytuacja normuje się dopiero

Fig. 12 shows a typical longitudinal section of a part of a flat bar subjected to complex rolling (with 15% compression), including all of the described deformation zones. In the rolling zone, a fibrous structure appears (Fig. 13a), which is only slightly disturbed where the material comes into contact with the rolls. In the structure of the bar deformed with 15% compression – unlike in the bar merely extruded by KOBO – only individual new formed grains can be observed, which is a result of a much lower deformation degree set in the CR process. Upsetting causes high "eddying" in big areas of the fibrous structure (Fig. 13b). The situation becomes normaliw strefie wyciskania (rys. 13c), gdzie odtworzona zostaje poprawnie zdefiniowana struktura włóknista, chociaż miejscami udekorowana pojedynczymi nowymi ziarnami. *zed only in the extrusion zone (Fig. 13c), where properly defined – although occasionally speckled with individual new grains – fibrous structure is recreated.* 



Rys. 12. Przekrój wzdłużny fragmentu płaskownika poddanego złożonemu walcowaniu CR według wariantu 1, obejmujący strefy odkształcenia jak na rys. 10a Fig. 12. Longitudinal section of a bar subjected to complex rolling (CR) according to variant 1, including deformation zones as in Fig. 10a



Rys. 13. Struktury poszczególnych stref odkształcenia płaskownika jak na rys. 12 (wariant 1):
a) strefa walcowania; b) strefa spęczania z cyklicznym ścinaniem; c) płaskownik po procesie CR *Fig. 13. Structures of separate deformation zones of the bar as shown in figure 12 (variant 1): a) rolling zone; b) upsetting zone with cyclic shearing; c) flat bar after CR process*

Stan struktury dla wariantu 2 obrazują: rys. 14a (strefa walcowania), rys. 14b (strefa spęczania) i rys. 14c (strefa wyciskania), podczas gdy dla wariantu 3 – odpowiednio rys. 15a–15c. Analiza powyższej dokumentacji dowodzi, że na jej podstawie nie jest możliwe dokonanie identyfikacji elementów strukturalnych odpowiedzialnych za zróżnicowanie twardości płaskowników po procesie CR i prowadzi do wniosku, że dalsze badania tego zjawiska muszą uwzględniać użycie bardziej wyrafinowanych technik obserwacyjnych obejmujących mikroskopię elektronową w odpowiednio dobranych refleksach dyfrakcyjnych [19].

Structures for variant 2 are presented in Fig. 14a (rolling zone), Fig. 14b (compression zone) and Fig. 14c (extrusion zone), and for variant 3 respectively in Fig. 15a–15c. Analysis of the above documentation does not allow to identify the structural elements responsible for the differentiation of hardness in bars after CR process and leads to a conclusion that further research of this phenomenon needs to be conducted with the use of more refined observation technologies, including electron microscopy with selected diffraction reflections [19].



Rys. 14. Struktury poszczególnych stref odkształcenia płaskownika poddanego złożonemu walcowaniu CR (wariant 2): a) strefa walcowania; b) strefa spęczania z cyklicznym ścinaniem; c) płaskownik po procesie CR; przekrój wzdłużny *Fig. 14. Structures of particular deformation zones of the bar subjected to complex rolling CR (variant 2): a) rolling zone; b) compression zone with cyclic shearing; c) flat bar after CR; longitudinal section* 



Rys. 15. Struktury poszczególnych stref odkształcenia płaskownika poddanego złożonemu walcowaniu CR (wariant 3):
a) strefa walcowania; b) strefa spęczania z cyklicznym ścinaniem; c) płaskownik po procesie CR; przekrój wzdłużny *Fig. 15. Structures of particular deformation zones of the bar subjected to complex rolling CR (variant 3):*a) rolling zone; b) compression zone with cyclic shearing; c) flat bar after CR; longitudinal section

#### 4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Reasumując, należy stwierdzić, że w płaskowniku z cynku (domieszkowanym 0,015% wag. aluminium), poddanym złożonemu walcowaniu (CR) według wariantu 1 (15% gniotu), zbyt niskie naprężenie – spowodowane małą siłą walcowania, nie prowadzi do zadowalającej realizacji cyklicznej zmiany drogi odkształcenia. Można także spostrzec osłabienie trendu postępującego umacniania, ale należy go kojarzyć jedynie z obszarem bezpośrednio sąsiadującym z klinem oporowym oraz bardzo ograniczoną intensywnością procesu. W przypadku wariantu 2 zjawiska strukturalne intensyfikują się zarówno co do obszaru, jak i skutków. Jeszcze bardziej potęgują je warunki odkształcenia związane z warian-

# 4. SUMMARY AND CONLUSIONS

To sum up, in a zinc (alloyed with flat bar subjected to complex rolling (CR) 0.015wt.% aluminum) according to variant 1 (15% compression) too low a stress – resulting from a low rolling force – does not lead to sufficient cyclic change of deformation path. A weaker tendency for proceeding strengthening can also be observed and it is not only restricted to the area adjoining the resistance wedge nor is it a result of the very limited intensity of the process. In variant 2, the areas and effects of structural phenomena become intensified. The conditions of variant 3 lead to their further intensification, where both, the extrusion zone and to a certain tem 3, gdzie zarówno strefa wyciskania, a także w znacznym stopniu strefa spęczania, pozostają pod wpływem cyklicznych zmian drogi odkształcenia.

Należy zwrócić uwagę również na bardzo istotny fakt, że pomimo znaczących różnic pomiędzy poszczególnymi wariantami (1, 2 i 3) korzystny stan naprężeń panujący w poszczególnych strefach odkształcenia płaskownika umożliwia jego bez defektowe plastyczne kształtowanie, co nie jest możliwe przy konwencjonalnym walcowaniu płaskownika (15% gniotu), co pokazano na rys. 16. extent the upsetting zone remain under the influence of cyclic changes of deformation path.

It is important to point out a crucial fact, that regardless of significant differences between the variants (1, 2 and 3) the favorable stress conditions in each deformation zone makes it possible to deform the bar without any defects, which can not be achieved during conventional rolling (at 15% compression) as shown in Fig. 16.



Rys. 16. Wygląd płaskownika z cynku domieszkowanego 0,015% wag. Al wyciśniętego metodą KOBO z bocznym wypływem, poddanego konwencjonalnemu walcowaniu (15% gniotu)

*Fig. 16. Image of a flat bar made of zinc alloyed with 0,015wt.% Al extruded by the KOBO method with a side-outflow and subjected to conventional rolling (15% compression)* 

Wyniki przeprowadzonych badań prowadzą do następujących wniosków:

- proces walcowania w warunkach cyklicznie zmiennego stanu naprężeń ściskających (złożone walcowanie CR) cynku domieszkowanego 0,015% wag. Al, wyciśniętego metodą KOBO, przebiega bez śladów pęknięć płaskowników, co nie jest możliwe podczas jednoprzepustowego, konwencjonalnego walcowania;
- im większy gniot, tym niższa twardość płaskownika po procesie złożonego walcowania, chociaż każdorazowo wyższa niż płaskownika przed tym procesem;
- struktura płaskowników po złożonym walcowaniu charakteryzuje się silną włóknistością i sporadycznie występującymi pojedynczymi nowymi ziarnami, których ilość rośnie wraz ze wzrostem stosowanego gniotu;
- należy oczekiwać, że zmiana wartości parametrów złożonego walcowania, a to zarówno temperatury oraz gniotu, jak i wielkości cyk-

The research results leads to the following conclusions:

- the process of rolling under the conditions of cyclic changes of compression stress (complex rolling CR) for zinc alloyed with 0,015wt.% Al extruded by the KOBO method is carried out without any traces of the material's cracking, which is not possible during a single pass by conventional rolling;
- the higher the compression, the lower the hardness of the bar after complex rolling, however it is each time higher than the hardness of the bar before the deformation;
- the structure of the flat bars after complex rolling is highly fibrous with sporadically occurring individual new grains, the number of which increases as the compression degree goes up;
- it is expected that a change in the complex rolling parameters, including the temperature and compression levels as well as the degree of

licznego ścinania i jego częstotliwości, stworzy warunki dla odmiennej reakcji mechanicznej odkształcanego metalu.

# PODZIĘKOWANIA

Praca została współfinansowana przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego z projektu UMO-2011/03/B/ST8/05365 (AGH: 18.18.180.610).

# LITERATURA

- Valiev R.Z., Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu. 2016. "Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation". *Journal of Metals* 58 (4): 33–39.
- [2] Estrin Y., M. Marashkin, R.Z. Valiev. 2010. Ultrafine grained aluminium alloys: processes, structural features and properties. W Fundamentals of Aluminium Metallurgy: Production, Processing and Applications, 468–503. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- [3] Estrin Y., A. Vinogradov. 2013. "Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science". Acta Materialia 61 (3): 782–817.
- [4] Valiev R.Z., R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. 2000. "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation". *Progress in Materials Science* 45 (2): 103–189.
- [5] Rosochowski A. 2005. "Processing metals by severe plastic deformation". *Solid State Phenomena* 101–102: 13–22.
- [6] Azushima A., R. Kopp, A. Korhonen, D.Y. Yang, F. Micari, G.D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, A. Yanagida. 2008. "Severe plastic deformation (SPD) processes for metals". *CIRP Annals – Manufacturing Technology* 57 (2): 716–735.
- [7] Segal V.M. 1995. "Materials processing by simple shear". *Materials Science and Engineering* A197 (2): 157-164.
- [8] Britgeman P.W. 1964. Studies in large plastic flow and fracture. Cambridge, Massachusetts: Harvard University Press.
- [9] Raab G.J., R.Z. Valiev, C.T. Lowe, Y.T. Zhu. 2004. "Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform". *Materials Science and Engineering* A382 (1–2): 30–34.
- [10] Rosochowski A., L. Olejnik. 2011. "Incremental Equal Channel Angular Pressing for grain refinement". *Materials Science Forum* 674: 19–28.
- [11] Tsuji N., Y. Saito, H. Utsunomiya, S. Tanigawa. 1999. "Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process". Scripta Materialia 40 (7): 795–800.

cyclic shearing and its frequency will set relevant conditions for a different mechanical reaction of the deformed metal.

# **ACKNOWLEDGEMENTS**

*This work was supported by the Polish Ministry of Science and Higher Education under Project No. UMO-2011/03/B/ST8/05365 (AGH: 18.18.180.610).* 

# REFERENCES

- Valiev R.Z., Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu. 2016. "Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation". *Journal of Metals* 58 (4): 33–39.
- [2] Estrin Y., M. Marashkin, R.Z. Valiev. 2010. Ultrafine grained aluminium alloys: processes, structural features and properties. In *Fundamentals of Aluminium Metallurgy: Production, Processing and Applications*, 468–503. *Cambridge:* Woodhead Publishing Limited.
- [3] Estrin Y., A. Vinogradov. 2013. "Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science". Acta Materialia 61 (3): 782–817.
- [4] Valiev R.Z., R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. 2000. "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation". *Progress in Materials Science* 45 (2): 103–189.
- [5] Rosochowski A. 2005. "Processing metals by severe plastic deformation". *Solid State Phenomena* 101–102: 13–22.
- [6] Azushima A., R. Kopp, A. Korhonen, D.Y. Yang, F. Micari, G.D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, A. Yanagida. 2008. "Severe plastic deformation (SPD) processes for metals". CIRP Annals – Manufacturing Technology 57 (2): 716–735.
- [7] Segal V.M. 1995. "Materials processing by simple shear". *Materials Science and Engineering* A197 (2): 157–164.
- [8] Britgeman P.W. 1964. Studies in large plastic flow and fracture. Cambridge, Massachusetts: Harvard University Press.
- [9] Raab G.J., R.Z. Valiev, C.T. Lowe, Y.T. Zhu. 2004. "Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform". *Materials Science and Engineering* A382 (1–2): 30–34.
- [10] Rosochowski A., L. Olejnik. 2011. "Incremental Equal Channel Angular Pressing for grain refinement". *Materials Science Forum* 674: 19–28.
- [11] Tsuji N., Y. Saito, H. Utsunomiya, S. Tanigawa. 1999. "Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process". *Scripta Materialia* 40 (7): 795–800.

Bochniak Włodzimierz, Paweł Ostachowski, Marek Łagoda, Joanna Wróbel. 2018. "Walcowanie cynku w warunkach cyklicznie zmiennego stanu naprężeń ściskających". *Obróbka Plastyczna Metali* XXIX (2): 109–126.

- [12] Huang J.Y., Y.T. Zhu, H. Jiang, T.C. Lowe. 2001. "Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening". *Acta Materialia* 49 (9): 1497–1505.
- [13] Zhu Y.T., H. Jiang, J. Huang T.C. Lowe. 2001. "A new route to bulk nanostructured metals". *Metallurgical Materials Transactions* A32 (6): 1559–1562.
- [14] Saito Y., H. Utsunomiya, H. Suzuki, T. Sakai. 2000. "Improvement in the r-value of aluminum strip by a continuous shear deformation process". *Scripta Materialia* 42 (12): 1139–1144.
- [15] Bochniak W. 2009. Teoretyczne i praktyczne aspekty plastycznego kształtowania metali. Metoda KOBO. Kraków: Wydawnictwa AGH.
- [16] Korbel A., W. Bochniak. 2000. "Method of plastic forming of materials". United States Patent No. US573959 (14.04.1998), European Patent No. EP0711210 (23.08.2000).
- [17] Korbel A., W. Bochniak. 2004. "Refinement and control of the metal structure elements by plastic deformation". *Scripta Materialia* 51 (8): 755–759.
- [18] Korbel A., W. Bochniak. 2017. "Liqud like behavior of solid metals". *Manufacturing Letters* 11: 5–7.
- [19] Korbel A., W. Bochniak. 2013. "Lüders deformation and superplastic flow of metals extruded by KOBO method". *Philosophical Magazine* 93 (15): 1883–1913.
- [20] Korbel A., W. Bochniak, P. Ostachowski, A. Paliborek, M. Łagoda, A. Brzostowicz. 2016. "A new constitutive approach to large strain plastic deformation". *International Journal of Materials Research* 107 (1): 44–51.
- [21] Korbel A., W. Bochniak, P. Ostachowski, L. Błaż. 2011. "Visco-plastic flow of metal in dynamic conditions of complex strain scheme". *Metallurgical* and Materials Transactions A42 (9): 2881–2897.
- [22] Seitz F. 1952. "On the generation of vacancies by moving dislocations". Advances in Physics 1 (1): 43–90.
- [23] Damsk A.C., G.J. Dienes. 1963. Point Defects in Metals. New York–London: Gordon and Breach Science Publishers.
- [24] Sato K., T. Yoshiie, Q. Xu. 2007. "One dimensional motion of interstitial clusters in Ni-Au alloy". *Journal of Nuclear Materials* A367–370: 382–385.
- [25] Korbel A., W. Bochniak. 2017. "Stratified plastic flow in metals". *International Journal of Mechanical Sciences* 128–129: 269–276.
- [26] Bochniak W. "Sposób walcowania płaskich wyrobów z metali i ich stopów, zwłaszcza trudnoodkształcalnych". Patent Polski Nr PL219480B1 (29.05.2015).
- [27] Bochniak W., M. Łagoda, A. Brzostowicz, M. Prokopowicz. 2015. "Strength properties of aluminum strips subjected to complex KOBO deformation". Advanced Materials Research 1079– 1080: 50–53.
- [28] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, M. Łagoda. 2018. "Plastic flow of metals under cyclic change of

- [12] Huang J.Y., Y.T. Zhu, H. Jiang, T.C. Lowe. 2001. "Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening". *Acta Materialia* 49 (9): 1497–1505.
- [13] Zhu Y.T., H. Jiang, J. Huang T.C. Lowe. 2001. "A new route to bulk nanostructured metals". *Metallurgical Materials Transactions* A32 (6): 1559–1562.
- [14] Saito Y., H. Utsunomiya, H. Suzuki, T. Sakai. 2000. "Improvement in the r-value of aluminum strip by a continuous shear deformation process". *Scripta Materialia* 42 (12): 1139–1144.
- [15] Bochniak W. 2009. Teoretyczne i praktyczne aspekty plastycznego kształtowania metali. Metoda KOBO. Kraków: Wydawnictwa AGH.
- [16] Korbel A., W. Bochniak. 2000. "Method of plastic forming of materials". United States Patent No. US573959 (14.04.1998), European Patent No. EP0711210 (23.08.2000).
- [17] Korbel A., W. Bochniak. 2004. "Refinement and control of the metal structure elements by plastic deformation". *Scripta Materialia* 51 (8): 755–759.
- [18] Korbel A., W. Bochniak. 2017. "Liqud like behavior of solid metals". *Manufacturing Letters* 11: 5–7.
- [19] Korbel A., W. Bochniak. 2013. "Lüders deformation and superplastic flow of metals extruded by KOBO method". *Philosophical Magazine* 93 (15): 1883–1913.
- [20] Korbel A., W. Bochniak, P. Ostachowski, A. Paliborek, M. Łagoda, A. Brzostowicz. 2016. "A new constitutive approach to large strain plastic deformation". *International Journal of Materials Research* 107 (1): 44–51.
- [21] Korbel A., W. Bochniak, P. Ostachowski, L. Błaż. 2011. "Visco-plastic flow of metal in dynamic conditions of complex strain scheme". *Metallurgical* and Materials Transactions A42 (9): 2881–2897.
- [22] Seitz F. 1952. "On the generation of vacancies by moving dislocations". Advances in Physics 1 (1): 43–90.
- [23] Damsk A.C., G.J. Dienes. 1963. Point Defects in Metals. New York–London: Gordon and Breach Science Publishers.
- [24] Sato K., T. Yoshiie, Q. Xu. 2007. "One dimensional motion of interstitial clusters in Ni-Au alloy". *Journal of Nuclear Materials* A367–370: 382–385.
- [25] Korbel A., W. Bochniak. 2017. "Stratified plastic flow in metals". *International Journal of Mechanical Sciences* 128–129: 269–276.
- [26] Bochniak W. "Sposób walcowania płaskich wyrobów z metali i ich stopów, zwłaszcza trudnoodkształcalnych". Patent Polski Nr PL219480B1 (29.05.2015).
- [27] Bochniak W., M. Łagoda, A. Brzostowicz, M. Prokopowicz. 2015. "Strength properties of aluminum strips subjected to complex KOBO deformation". *Advanced Materials Research* 1079– 1080: 50–53.
- [28] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, M. Łagoda. 2018. "Plastic flow of metals under cyclic change of

deformation path conditions". Archives of Civil and Mechanical Engineering 18 (3): 679–686.

- [29] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, A. Paliborek. 2013. "Mechanical properties of aluminum extruded by KOBO method with direct and lateral outflow". *International Journal of Materials Research* 102 (10): 974–79.
- [30] Bochniak W., A. Korbel. 1999. "Extrusion of CuZn39Pb2 alloy by the KOBO method". *Engineering Transactions* 47 (3–4): 351–367.
- [31] Bochniak W. 1989. "Lokalizacja odkształcenia. Mechaniczne i strukturalne aspekty niestatecznego plastycznego płynięcia mono- i polikrystalicznej miedzi przy różnych temperaturach. Nadplastyczność w warunkach wysokotemperaturowego wymuszania zmiany drogi odkształcenia". Metalurgia i Odlewnictwo. Zeszyty naukowe Akademii Górniczo--Hutniczej im. Stanisława Staszica 122: 1–92.
- [32] Bochniak W. 1999. "Instability of dislocation substructure and its effect on the mechanical properties of deformed metals". *Zeitschrift für Metallkunde* 90 (2): 153–158.
- [33] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, S. Ziółkiewicz, J. Borowski. 2013. "Wyciskanie metali i stopów metodą KOBO". *Obróbka Plastyczna Metali* 24 (2): 83–97.

deformation path conditions". *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 18 (3): 679–686.

- [29] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, A. Paliborek. 2013. "Mechanical properties of aluminum extruded by KOBO method with direct and lateral outflow". *International Journal of Materials Research* 102 (10): 974–79.
- [30] Bochniak W., A. Korbel. 1999. "Extrusion of CuZn39Pb2 alloy by the KOBO method". *Engineering Transactions* 47 (3–4): 351–367.
- [31] Bochniak W. 1989. "Lokalizacja odkształcenia. Mechaniczne i strukturalne aspekty niestatecznego plastycznego płynięcia mono- i polikrystalicznej miedzi przy różnych temperaturach. Nadplastyczność w warunkach wysokotemperaturowego wymuszania zmiany drogi odkształcenia". Metalurgia i Odlewnictwo. Zeszyty naukowe Akademii Górniczo--Hutniczej im. Stanisława Staszica 122: 1–92.
- [32] Bochniak W. 1999. "Instability of dislocation substructure and its effect on the mechanical properties of deformed metals". *Zeitschrift für Metallkunde* 90 (2): 153–158.
- [33] Bochniak W., A. Korbel, P. Ostachowski, S. Ziółkiewicz, J. Borowski. 2013. "Wyciskanie metali i stopów metodą KOBO". *Obróbka Plastyczna Metali* 24 (2): 83–97.