



Aparatura wysokociśnieniowa do przeróbki plastycznej materiałów z dużymi odkształceniami na zimno

High-pressure equipment for cold severe plastic deformation working of materials

(1) Wacek Pachla*, (2) Jacek Skiba, (3) Mariusz Kulczyk, (4) Mariusz Przybysz

Instytut Wysokich Ciśnień, Polska Akademia Nauk, „UNIPRESS”, ul. Sokołowska 29, 01-142 Warszawa, Poland

Informacje o artykule

Data przyjęcia: 24.08.2015

Data recenzji: 22.09.2015

Data akceptacji: 30.12.2015

Wkład autorów

- (1) Współautor projektów, budowy aparatury wysokociśnieniowej i narzędzi badawczych, koncepcji, założeń, metod badawczych, przeprowadzonych badań wysokociśnieniowych i badań strukturalnych
- (2) Współautor projektów, budowy aparatury wysokociśnieniowej i narzędzi badawczych, modelowanie metodą MES, koncepcji, metod badawczych, przeprowadzonych badań wysokociśnieniowych
- (3) Współautor przeprowadzonych badań wysokociśnieniowych i badań strukturalnych
- (4) Współautor przeprowadzonych badań wysokociśnieniowych i mechanicznych

Streszczenie

Obróbka plastyczna z dużymi odkształceniami powoduje rozdrobnienie mikrostruktury materiałów co skutkuje wzrostem własności mechanicznych. Aby powstrzymać utratę spójności materiału podczas odkształcania należy zachować duże naprężenia ściskające w strefie odkształcania. W pracy przedstawiono korzystny wpływ wysokiego ciśnienia na wzrost plastyczności i powstrzymanie pęknięcia poprzez zastosowanie metody przeciskania przez równoosiowy kanał kątowy ECAP i wyciskania hydrostatycznego HE. Opisano konstrukcje pras, ich podstawowe osiągi i parametry procesów. Scharakteryzowano prasę do HE o średnicy 22mm do 2 GPa i stanowisko do procesu ECAP o przekroju 30mm i nacisku do 2.3 GPa, uwzględniając optymalizowanie konstrukcji z wykorzystaniem metod analitycznych opartych o teorię sprężystości i plastyczności Lamé'a, oraz metodą elementów skończonych MES. Analizie poddano materiały komór roboczych i podstawowe parametry procesu. Zredukowane naprężenia węzłowe komory ECAP ze stali S600 i komory HE ze stali 45HNMFA wykazały, że wytrzymałości dla maksymalnych obciążeń nie są przekroczone. Dla stopu aluminium 6060 optymalny kąt naroża kwadratowego kanału ECAP wynosi 16°. Przedstawiono, określone metodą MES, niejednorodność odkształcenia plastycznego przy wyciskaniu hydrostatycznym kwadratowego profilu miedzi oraz obszary lokalizacji umocnienia podczas wyciskania złożonego profilu z tytanu. Opisano łatwość łączenia ze sobą obu technik SPD i jego wykorzystania w celu wzmacniania efektu rozdrabniania ziaren do rozmiarów nanometrycznych. Wykazano, że rozdrabnianie mikrostruktury metodami deformacji pod wysokim ciśnieniem prowadzi do wzrostu wytrzymałości o ponad 70% (miedź i stop tytanu Ti grade 5) oraz granicy plastyczności powyżej 100% (stop niklu C65500 i aluminium 5483). Przedstawiono obszary możliwych zastosowań przetworzonych materiałów jak instrumentarium i implanty medyczne, elementy złączne, oprzyrządowanie spawalnicze czy rury i profile złożone.

Słowa kluczowe: duże odkształcenie plastyczne (SPD), ultradrobnoziarnisty (UFG), nanokrystaliczny (NC), przeciskanie przez równoosiowy kanał kątowy (ECAP), wyciskanie hydrostatyczne (HE), metoda elementów skończonych (MES)

Article info

Received: 24.08.2015

Reviewed: 22.09.2015

Accepted: 30.12.2015

Abstract

Severe plastic deformation working results in refinement of the microstructure of materials, improving their mechanical properties. To prevent loss of the material's cohesion during deformation, high compressive stresses must be maintained in the deformation zone. This article presents the beneficial use of high pressure to increase plasticity and prevent cracking, by applying the equal channel angular pressing (ECAP)

* Autor do korespondencji. Tel.: +48 603 943 890; e-mail: wacek@unipress.waw.pl

* Corresponding author. Tel.: +48-603 943 890; e-mail: wacek@unipress.waw.pl

Authors' contribution

- (1) Co-author of the projects, the construction of a high-pressure devices and research tools, concepts, objectives, research methods, the study of high pressure and structural studies
- (2) Co-author of the design, construction of high pressure equipment and research tools, modeling by FEM, concepts, methods of research, high pressure studies
- (3) Co-author of high-pressure and structural study and research
- (4) Co-author of the high pressure and mechanical study

and hydrostatic extrusion (HE) methods. Basic press designs, performances, and process parameters are described. The HE press, with a diameter of 22mm, up to 2 GPa and an ECAP station with a cross-section of 30mm and pressing force up to 2.3 GPa are characterized, with design optimization by means of analytical methods based on Lamé's theory of elasticity and plasticity and the finite-element method (FEM). The materials of working chambers and basic process parameters are analyzed. Reduced node stresses of the ECAP chamber, made of S600 steel, and the HE chamber, made of 45HNMFA steel, show that the materials' strength is not overcome at their respective maximum loads. For the 6000 aluminum alloy, the optimal angle of the square corner of the ECAP channel is 16°. Non-uniformity of plastic deformation during hydrostatic extrusion of a square copper section and hardening areas during extrusion of titanium sections determined using FEM are presented. The ease of combining both of these SPD techniques and using them to amplify the grain refinement effect to nanometric dimensions are described. It is shown that refinement of the microstructure by high-pressure deformation leads to improvement of strength by over 70% (copper and grade 5 Ti alloy) and yield point above 100% (C65500 nickel and 5483 aluminum alloys). Possible areas of application for worked materials are presented, such as surgical instruments and medical implants, fixing elements, welding tools, pipes and complex sections.

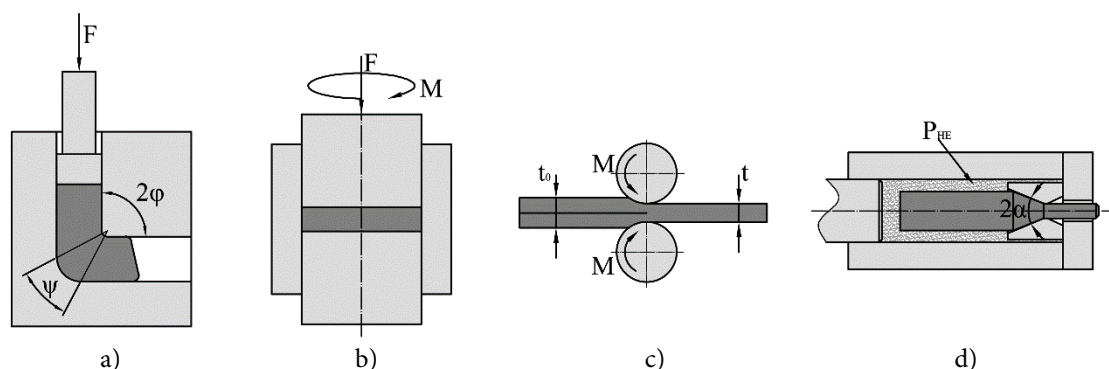
Keywords: severe plastic deformation (SPD), ultrafine grain (UFG), nanocrystalline (NC), equal channel angular pressing (ECAP), hydrostatic extrusion (HE), finite element method (FEM)

1. WSTĘP

Obróbka plastyczna z dużymi odkształceniami (SPD) zastosowana do metali i stopów prowadzi do rozdrobnienia ich mikrostruktury do rozmiarów ultradrobnoziarnistych (UFG) bądź nanokrystalicznych (NC) co znacznie podnosi własności mechanicznych tych materiałów [1]. W celu wygenerowania struktury UFG bądź NC niezbędne jest zastosowanie metod odkształcenia plastycznego charakteryzujących się trzema zasadniczymi cechami: (i) bardzo dużą deformacją plastyczną materiału (jednostkową bądź skumulowaną) umożliwiającą silne rozdrobnienie mikrostruktury i (ii) obróbką materiału prowadzoną na zimno w celu ograniczenia niepożądanego rozrostu ziaren. Ponieważ silnie odkształcone materiały w niskich temperaturach stają się kruche, stąd wynika trzecia, krytyczna cecha, tj. (iii) strefa odkształcenia powinna być poddawana dużym naprężeniom ściskającym w celu zachowania spójności materiału. Aby te trzy warunki były spełnione jednocześnie niezbędne jest zastosowanie niekonwencjonalnych metod przeróbki plastycznej, z których do najpopularniejszych należą: przeciskanie przez równosiowy kanał kątowy (ECAP), skręcanie z jednoosiowym ściskaniem (HPT) i kumulacyjne łączenie przez walcowanie (ARB).

1. INTRODUCTION

When applied to metals and alloys, severe plastic deformation (SPD) working leads to refinement of microstructure to ultra-fine grain (UFG) or nanocrystalline (NC) dimensions, which significantly improves the mechanical properties of these materials [1]. To generate an UFG or NC structure, it is necessary to apply plastic working methods characterized by three essential qualities: (i) very high plastic deformation of the material (in one pass or cumulated) enabling strong refinement of microstructure and (ii) cold working of the material to limit undesirable grain growth. Because materials that are severely deformed at low temperatures become brittle, the third critical quality is that (iii) the deformation zone should be subjected to high compressive stresses in order to preserve the material's cohesion. At the same time, for these three conditions to be met, it is necessary to apply unconventional plastic working methods, the most popular of which include: equal channel angular pressing (ECAP), high pressure torsion (HPT) and accumulative roll bonding (ARB).



Rys. 1. Schemat procesu: (a) ECAP, (b) HPT, (c) ARB, (d) HE

Fig. 1. Scheme of the process: (a) ECAP, (b) HPT, (c) ARB, (d) HE

Metoda ECAP została wynaleziona przez V.M. Segala w 1972 roku [2] i szybko stała się efektywną techniką rozdrabniania ziaren do rozmiarów UFG bądź NC w polikrystalicznych i grubokrystalicznych metalach i stopach [3, 4]. ECAP umożliwia wygenerowanie dużego odkształcenia plastycznego w materiale w procesie czystego ścinania w płaszczyźnie przecinających się kanałów i wielokrotne powtarzanie procesu przeciskania ze stałym odkształceniem plastycznym w każdej operacji rys.1(a) [5]. Odkształcenie rzeczywiste w procesie ECAP zależy od kąta pomiędzy kanałami i obliczane jest wg wzoru:

$$\varepsilon = n * \frac{2}{\sqrt{3}} * \cot \varphi \quad (1)$$

gdzie: n oznacza ilość przeciskania, a 2φ kąt między kanałami. Dla powszechnie stosowanego kąta kanału $2\varphi = 90^\circ$ odkształcenie rzeczywiste w jednej operacji wynosi $\varepsilon=1.155$, co dla najczęstszych ilości powtórzeń operacji przeciskania pomiędzy 2 i 12 daje zakres odkształcenia skumulowanego $\varepsilon_{\text{kum}} = 2.3 - 13.9$. Niewątpliwymi zaletami procesu ECAP są: wysoki stopień naprężeń w strefie ścinania, zmiana ścieżki deformacji w kolejnych przeciskaniach spowodowana obrotem wokół długiej osi wsadu oraz względnie duże, liczone w centymetrach objętości rozdrobnionego materiału zachowującego stały przekrój. Wadą jest konieczność stosowania przeciskania w podwyższonej temperaturze dla materiałów twardych.

Metoda HPT stanowi specjalną technikę SPD i została po raz pierwszy zaproponowana przez P.W. Bridgmana w 1952 roku [6], jakkolwiek regularnie rozpoczęto ją stosować od 1993 roku [7] w celu podwyższenia odkształceń plasty-

The ECAP method was discovered by V.M. Segal in 1972 [2] and quickly became known as an effective technique for refining grains to UFG or NC dimensions in polycrystalline and coarse-crystalline metals and alloys [3, 4]. ECAP makes it possible to generate high plastic deformation in the material by pure shear on the plane of intersecting channels and multiple repetition of the pressing process with constant plastic deformation in every operation Fig. 1(a) [5]. True strain in the ECAP process depends on the angle between channels and is calculated from formula:

$$\varepsilon = n * \frac{2}{\sqrt{3}} * \cot \varphi \quad (1)$$

where: n is the number of pressing runs, and 2φ is the angle between channels. At the universally used channel angle $2\varphi = 90^\circ$, true strain in one operation equals $\varepsilon=1.155$, which gives a cumulative deformation range $\varepsilon_{\text{cum}} = 2.3 - 13.9$ for the most frequent numbers of pressing runs between 2 and 12. The undoubted advantages of the ECAP process are: high stress level in the shear zone, change of deformation path in successive pressing runs caused by rotation of the charge around its long axis and high relative volumes, measured in centimeters of refined material that preserved a constant cross-section. The need to apply pressing at elevated temperatures for hard materials is a disadvantage.

The HPT method is a special SPD technique and was first proposed by P.W. Bridgman in 1952 [6], however it wasn't until 1993 [7] that it came into regular use for the purpose to increase plastic deformations in comparison to

cznych w porównaniu z ECAP-em, rys.1(b). Próbki do HPT w postaci małych, cienkich (najczęściej poniżej grubości 1 mm) dysków są ściskane ciśnieniem od 0.5 GPa do 12 GPa pomiędzy płaskimi kowadłami, a naprężenia ścinające w materiale indukowane są na skutek tarcia poprzez obrót jednego z kowadeł. Odkształcenie rzeczywiste dla procesu HPT zależy od kąta obrotu kowadła i obliczane jest wg wzoru:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{\vartheta * r}{t}\right) \quad (2)$$

gdzie: ϑ oznacza kąt obrotu w radianach, r – promień krążka i t – grubość krążka. Jeden pełny obrót kowadła generuje w krążku odkształcenie rzeczywiste rzędu $\varepsilon \sim 4$. Eksperymentalnie w HPT uzyskuje się skumulowane odkształcenia rzeczywiste rzędu $\varepsilon \sim 7-10$. Wadą procesu jest zmienne odkształcenie wzdłuż promienia krążka, będąc największym na jego obwodzie. Inne wady to zależność rozkładu odkształcenia od tarcia pomiędzy próbką i kowadłem, które może zmieniać się w trakcie procesu w wyniku poślizgu oraz małe rozmiary dysku co nie pozwala na wytworzenie próbek objętościowych. Proces HPT stosowany jest głównie w temperaturze pokojowej do rozdrabniania mikro-struktury w materiałach średnio- i wysokotopliwych [8].

Proces kumulacyjnego łączenia przez walcowanie ARB został po raz pierwszy przedstawiony przez Y. Saito w 1998 roku dla czystego aluminium 1100 [9], rys.1(c). W procesie tym arkusze blach są sekwencyjnie zaginane i spajane na drodze konwencjonalnego walcowania. Dzielenie i składanie (podwajanie ilości zgrzewanych warstw) powtarzane wiele razy prowadzi do dużego odkształcenia plastycznego materiału. Odkształcenie rzeczywiste w procesie ARB zależy od ilości operacji walcowania i obliczane jest wg wzoru:

$$\varepsilon = n * \frac{2}{\sqrt{3}} * \ln\left(\frac{t_o}{t_f}\right) \quad (3)$$

gdzie: n oznacza ilość operacji walcowania, t_o – grubość początkową, a t_f – grubość końcową. Przykładowo, przy zastosowaniu 50% redukcji w pojedynczej operacji walcowania i 5-krotnemu jej powtórzeniu skumulowane odkształcenie rzeczywiste wynosi $\varepsilon_{\text{kum}}=4$, czyli $\varepsilon=0.8$

ECAP, Fig. 1(b). Specimens for HPT, in the form of small, thin (most often below 1 mm in thickness) disks are compressed between flat anvils using pressure ranging from 0.5 GPa to 12 GPa, and shear stresses are induced in the material due to friction caused by rotation of one of the anvils. True strain in the HPT process depends on the angle of anvil rotation and is calculated from formula:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{\vartheta * r}{t}\right) \quad (2)$$

where: ϑ is the angle of rotation in radians, r – disk radius and t – disk thickness. One full rotation of the anvil generates true strain of the order of $\varepsilon \sim 4$ in the disk. Under experimental conditions, cumulative true strain on of the order of $\varepsilon \sim 7-10$ are achieved by HPT. One disadvantage of the process is that deformation along the disk's radius is variable, being the greatest along its circumference. Other disadvantages include the dependence of deformation distribution on friction between specimen and anvil, which may change during the process as a result of slip, as well as small disk size, which does not allow for producing bulk specimens. The HPT process is primarily applied at room temperature to refine microstructure in medium- and high-melting temperature materials [8].

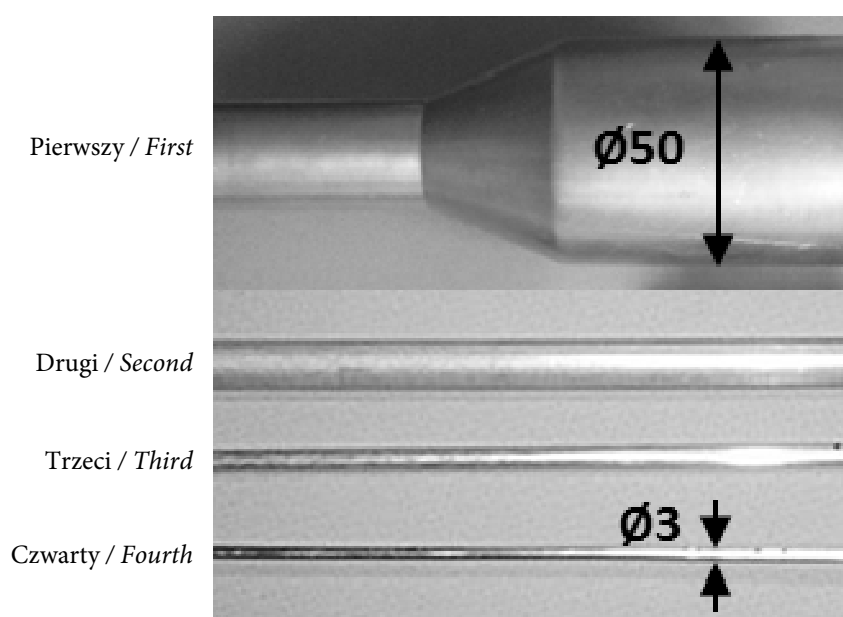
The accumulative roll bonding (ARB) process was presented for the first time by Y. Saito in 1998 on the example of pure 1100 aluminum [9], Fig. 1(c). In this process, sheets were sequentially bent and joined by conventional rolling. Separation and joining (doubling the number of bondeed layers) repeated many times leads to severe plastic deformation of the material. True strain in the ARB process depends on the number of rolling operations and is calculated from formula:

$$\varepsilon = n * \frac{2}{\sqrt{3}} * \ln\left(\frac{t_o}{t_f}\right) \quad (3)$$

where: n is the number of rolling operations, t_o – initial thickness, and t_f – final thickness. For a single rolling operation and it is repeated 5 times, true strain is $\varepsilon_{\text{kum}}=4$, meaning that $\varepsilon = 0.8$ per operation. The simplicity of the ARB process

w jednej operacji. Zaletą procesu ARB jest jego prostota (konwencjonalne płaskie walce) i łatwość kontroli stopnia odkształcenia, natomiast dużą wadą konieczność grzania złożonego pakietu przed walcowaniem. Stąd wynika ograniczenie w stopniu rozdrobnienia mikrostruktury do wielkości raczej submikronowych. Poza procesem HPT nie posiadającym dużych perspektyw aplikacyjnych, w pozostałych procesach ECAP [10, 11] i ARB [12] trudno jest wygenerować jednostkowe odkształcenia rzeczywiste znacznie powyżej $\varepsilon = 1$.

and ease of control over the deformation strain are its advantages, but the need to heat a complex charge before rolling is a big disadvantage. Thus, the degree of microstructural refinement is limited to submicron dimensions. Besides the HPT process, which does not have large perspectives for application, it is also difficult to generate unit deformations significantly exceeding $\varepsilon = 1$ in the other process, ECAP [10, 11] and ARB [12].



Rys. 2. Przykład zastosowania kumulacyjnego wyciskania hydrostatycznego w 4 etapach do wyciśnięcia aluminium z wyjściowej średnicy 50 mm na końcową średnicę 3 mm

Fig. 2. Illustration of the cumulative (multipass) hydrostatic extrusion in 4 stages of aluminium from initial diameter 50 mm to the final 3 mm

Zastosowanie wysokiego ciśnienia do przeróbki plastycznej wykorzystuje fakt, że plastyczność metali wzrasta wraz ze wzrostem otaczającego je ciśnienia hydrostatycznego [13]. Powstrzymuje to utratę spójności materiału przy wyższych odkształceniach i jest cechą charakterystyczną procesu wyciskania hydrostatycznego HE, rys. 1 (d). Laureat nagrody Nobla w 1946 roku P.W. Bridgman był pierwszym, który zapoczątkował na Uniwersytecie Harvarda, USA eksperymenty w dziedzinie wyciskania hydrostatycznego, metody przeróbki plastycznej nazwanej tak po raz pierwszy w 1961 roku przez Walijczyka H.L.I.D. Pugh z Narodowego Laboratorium NEL w East Kilbride w Szkocji. Medium

The application of high pressure for plastic working makes use of the fact that the plasticity of metals increases as the hydrostatic pressure surrounding them increases [13]. This prevents loss of the material's cohesion at higher deformations and is a characteristic feature of the hydrostatic extrusion (HE) method, Fig. 1(d). Nobel Prize Winner of 1946, P.W. Bridgman was the first to begin experiments at Harvard University in the area of hydrostatic extrusion, a plastic working method called as such for the first time in 1961 by a Welshman, H.L.I.D. Pugh from the National Engineering Laboratory in East Kilbride, Scotland. In the HE process, the pressure medium drastically restrains the generation and propaga-

ciśnieniowe w procesie HE otaczając i wywierając ciśnienie hydrostatyczne na cały odkształcany materiał, w tym także w strefie odkształcenia w matrycy, drastycznie powstrzymuje generowanie i propagowanie pęknięć i wydłuża odkształcenie do pęknięcia przerabianego materiału. Potwierdziły to prekursorskie prace Bridgmana i późniejsze Pugh [13]. W Polsce prace nad technologią HE zostały zapoczątkowane przez W. Pachlę i L. Styczyńskiego z Instytutu Wysokich Ciśnień Polskiej Akademii Nauk UNIPRESS w 1973 roku [14], a w ostatniej dekadzie nastąpił skokowy wzrost zainteresowania procesem HE i jego zastosowania jako bardzo efektywnego procesu SPD. Stało się to dzięki zastosowaniu w IWC PAN po raz pierwszy metody kumulacyjnego wyciskania hydrostatycznego [15], rys. 2. Okazała się ona bardzo efektywną metodą przeróbki plastycznej nawet dla najtrudniej odkształcalnych metali i stopów i stąd zyskała duże zainteresowanie wielu badaczy [16-20]. Odkształcenie rzeczywiste w procesie HE zależy od stosunku przekroju poprzecznego przed i po procesie wyciskania i obliczane jest wg wzoru:

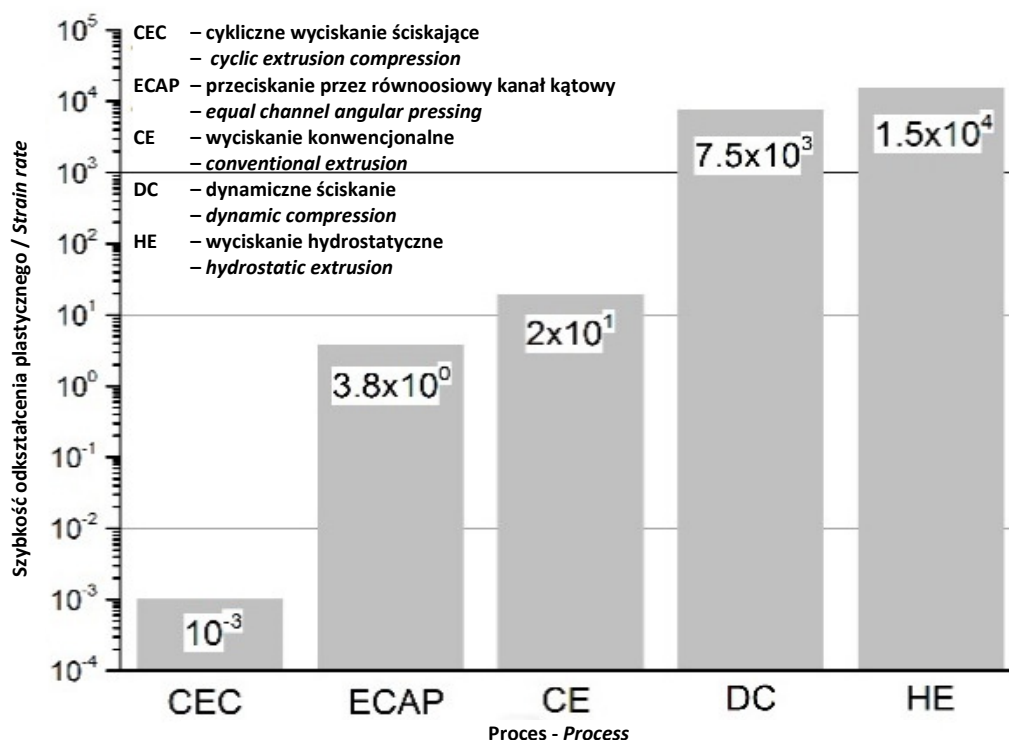
$$\varepsilon = \ln R = \ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right) = \ln \left(\frac{d_o^2}{d_f^2} \right) \quad (4)$$

gdzie: R oznacza stopień redukcji, A_o i d_o – przekrój poprzeczny lub średnicę materiału przed wyciskaniem, a A_f i d_f – przekrój poprzeczny lub średnicę materiału po wyciskaniu. Jedną z podstawowych różnic pomiędzy procesami ECAP i HE jest drastyczna różnica w szybkościach odkształcenia plastycznego, rys.3. Proces HE jest procesem dynamicznym a szybkości w nim stosowane mogą o 4 rzędy wielkości przekraczać szybkości powszechnie używane w procesie ECAP. Efektywność indywidualnych procesów ECAP i HE przy generowaniu dużych odkształceń plastycznych wzmacnia się jeśli połączy się obie techniki. Połączenie metody ECAP i HE zostało zastosowane po raz pierwszy w IWC PAN przez M. Kulczyka et al dla niklu [21]. Zwiększony skumulowany stopień odkształcenia plastycznego oraz zmiana ścieżek płynięcia materiału skutkowało jeszcze większym rozdrobnieniem mikrostruktury i dodatkowo poprawiło własności mechaniczne.

gation of cracks and prolongs deformation until cracking of the worked material by surrounding and exerting hydro-static pressure on the entire material that is being deformed, including in the deformation zone in the die. This was confirmed by Bridgman's precursor studies and later research by Pugh [13]. In Poland, work on HE technology was initiated by W. Pachla and L. Styczyński from the Institute of High Pressure Physics at the Polish Academy of Sciences (IHPP PAS) UNIPRESS in 1973 [14], and a sudden growth of interest in the HE process and its applications as a very effective SPD process has taken place over the last decade. This has made possible by the application of the cumulative hydrostatic extrusion method invented for the first time at IHPP PAS [15], Fig. 2. It proved to be a very effective plastic working method even for the metals and alloys that are most difficult to deform, and thus, many researchers took an interest in it [16-20]. True strain in the HE process depends on the ratio of the cross-section before and after the extrusion process and is calculated according to formula:

$$\varepsilon = \ln R = \ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right) = \ln \left(\frac{d_o^2}{d_f^2} \right) \quad (4)$$

where: R is the degree of reduction, A_o and d_o – cross-section or diameter of material before extrusion, and A_f and d_f – cross-section or diameter of the material after extrusion. There is a drastic difference in plastic strain rates between the ECAP and HE processes, Fig. 3. The HE process is a dynamic process, and the strain rates applied during it can be 4 orders of magnitude higher than the strain rates generally used in the ECAP process. The effectiveness of the ECAP and HE processes individually in generating severe plastic deformation is amplified if both techniques are combined. A combination of the ECAP and HE methods was applied for the first time at IHPP PAS by M. Kulczyk et al. on nickel [21]. The increased cumulative plastic strain and change in material flow paths cause even greater refinement of the microstructure and additionally improve mechanical properties.



Rys. 3. Porównanie szybkości odkształcenia plastycznego dla różnych procesów

Fig. 3. Comparison between available strain rates of various plastic deformation processes

Stąd, w IWC PAN skupiono się na dwóch procesach SPD – ECAP i HE, i w tym celu zaprojektowano i zbudowano urządzenia do dużej deformacji plastycznej materiałów w objętościach pozwalających modelować, symulować i badać możliwości aplikacyjne materiałów odkształczalnych zarówno przez indywidualne zastosowanie tych procesów jak również poprzez ich łączenie.

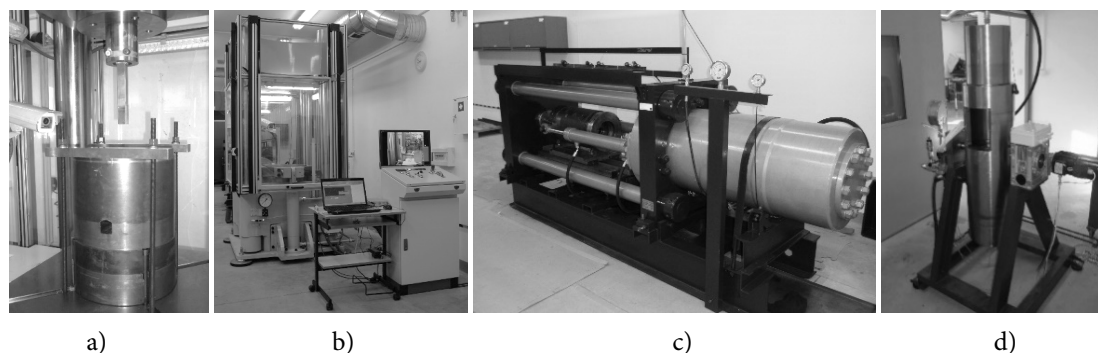
2. WYNIKI I DYSKUSJA

Przykładowe urządzenia do ECAP i HE przedstawiono na rys.4. Konstrukcje optymalizowano z wykorzystaniem metod analitycznych opartych o teorię sprężystości i plastyczności Lamé'a, i analizy metodą elementów skończonych MES z wykorzystaniem programu Ansys [22]. W fazie projektowej w obu procesach zwrócono uwagę na zbliżenie objętości deformowanych materiałów co umożliwia łączenie procesów ECAP i HE ze sobą i ich łatwe wspólne stosowanie.

Thus, two SPD processes became the focus at IHPP PAS – ECAP and HE, and for this purpose, machines were designed and built for severe plastic deformation of materials in volumes enabling modeling, simulation, and research of the possibilities for application of worked materials, both through the individual application of these processes and their combination.

2. RESULTS AND DISCUSSION

Examples of equipment for ECAP and HE are presented in Fig. 4. Designs were optimized using analytical methods based on Lamé's theory of plasticity and elasticity and the finite element method (FEM), using Ansys software [22]. During the design phase, attention was placed on making the volumes of deformed materials similar in both processes, which makes it possible to combine the ECAP and HE processes and facilitate their joint application.



Rys. 4. (a) Komora do ECAP o przekroju 30 x 30 mm i nacisku do 2.3 GPa, (b) 4-kolumnowa prasa hydrauliczna PHK-1340L, Hydrapres współpracująca z komorą ECAP, (c) prasa do HE o średnicy komory 60 mm i ciśnieniu roboczym do 1.4 GPa, i (d) prasa do HE o średnicy komory 20 mm i ciśnieniu roboczym do 2.5 GPa

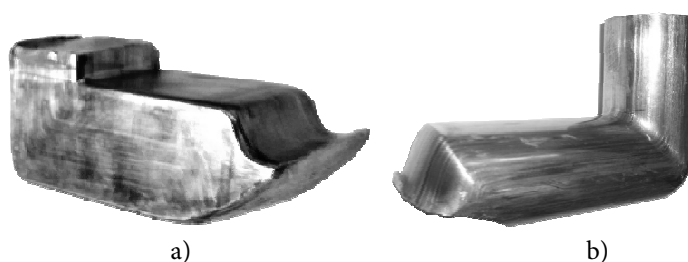
Fig. 4. (a) Working chamber for ECAP of square cross-section 30 x 30 mm and 2.3 GPa load, (b) four-column hydraulic press PHK-1340L by Hydrapres supporting ECAP chamber, (c) press for HE with working chamber diameter 60 mm, operating pressure up to 1.4 GPa, and (d) press for HE with working chamber diameter 20 mm, pressure up to 2.5 GPa

2.1. Przeciskanie przez równoosiowy kanał kątowy ECAP

Komory ECAP stosowane w IWC posiadają kąt komory $2\varphi = 90^\circ$ pozwalający bardzo efektywnie deformować szerokie spektrum materiałów [21, 23]. Różnice polegają na przekrojach i kształtach kanałów – okrągłym o średnicy 30 mm bądź kwadratowym 10 x 10 mm i 30 x 30 mm, ta ostatnia z trzema, wymiennymi kątami naroża $\psi = 9^\circ, 16^\circ$ i 60° , rys.5. Komory dzielą się na konstrukcje typu monoblok (10 x 10) i dwupłaszczowe (większe przekroje).

2.1. Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

ECAP chambers used at the Institute of High Pressure Physics (IHPP PAS) have a chamber angle of $2\varphi = 90^\circ$, which makes very effective deformation of a wide range of material possible [21, 23]. Differences are based on cross-sections and channel shapes – round with 30 mm diameter or square, 10 x 10 mm or 30 x 30 mm, with the latter with three exchangeable corner angles $\psi = 9^\circ, 16^\circ$ i 60° , Fig. 5. Chambers are divided into monoblock (10 x 10) designs and double-jacket designs (larger cross-sections).



Rys. 5. Geometria przeciskania przez równoosiowy kanał kątowy ECAP dla (a) komory o przekroju kwadratowym 30 x 30 mm i (b) przekroju okrągłym o średnicy 30 mm (b)

Fig. 5. Geometry of the material flow during equal channel angular pressing ECAP in (a) square 30 x 30 mm and (b) the round $\varnothing 30$ mm die (b)

2.1.1. Modelowanie komory o przekroju okrągłym $\varnothing 30$ mm

Proces ECAP charakteryzuje się niejednorodnym rozkładem naprężeń w strefie roboczej komory, co jest związane ze zmianą kierunku

2.1.1. Modeling of a chamber with a round $\varnothing 30$ mm cross-section

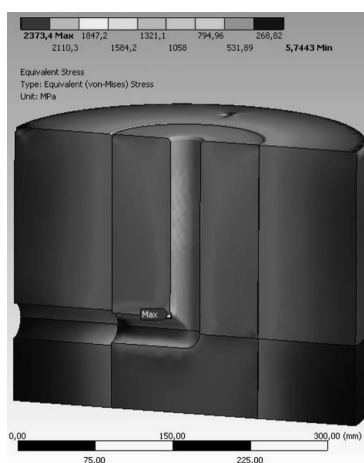
The ECAP process is characterized by non-uniform stress distribution in the chamber's working zone, which is related to a change in

deformacji odkształcanego materiału o $2\varphi = 90^\circ$. Stąd, do określenia maksymalnych naprężeń zredukowanych (von Missesa) w układzie użyto metody elementów skończonych MES.

Płaszcz komory ECAP zostały zaprojektowane i wykonane ze stali 45HNMFA (AISI 4340) oraz stali S600 (AISI M2) na podstawie analizy wykorzystującej teorię sprężystości i plastyczności Lamé'a [24]. Stal 45HNMFA na zewnętrzny płaszcz komory ECAP charakteryzuje się wysoką podatnością do hartowania na "wskroś" oraz sprężystością w stanie ulepszonym cieplnie co pozwala wygenerować w układzie naprężenia wstępne zwiększające jej wytrzymałość i sztywność. Stal S600 na płaszcz wewnętrzny charakteryzuje się wysoką twardością i odpornością na ścieranie tworząc wytrzymałą parę tribologiczną z przeciskanyymi przez kanał materiałami. Wybrane materiały poddano statycznej próbie rozciągania lub ściskania w celu stworzenia równań konstytutywnych do analizy MES. Analizę MES przeprowadzono dla maksymalnej dopuszczalnej siły przeciskania równej 210 T co odpowiada quasi-hydrostatycznemu ciśnieniu w strefie odkształcenia materiału równemu 2.3 GPa, rys. 6. Analiza zredukowanych naprężeń węzłowych komory ECAP wykazuje, że granica wytrzymałości na ściskanie 3200 MPa stali S600 dla maksymalnego obciążenia nie została przekroczona.

the direction of material deformation by $2\varphi = 90^\circ$. Thus, to determine maximum reduced stresses (von Mises stresses) in the system, FEM was applied.

The jackets of the ECAP chamber were designed and made from 45HNMFA (AISI 4340) steel and S600 (AISI M2) steel based on analysis according on Lamé's elasticity and plasticity theory [24]. 45HNMFA steel, used as the outer jacket of the ECAP chamber, is characterized by high susceptibility to cross-hardening and elasticity in a heat-treated condition, which makes it possible to generate initial stresses in the system that improve its strength and rigidity. S600 steel, used as the inner jacket, is characterized by high hardness and resistance to abrasion, forming a strong friction pair with the materials pressed through the channel. The selected materials were subjected to a static tensile or compression tests in order to formulate constitutive equations for FEM analysis. FEM analysis was conducted for maximum tolerable pressing force equal to 210 T, which corresponds to quasi-hydrostatic pressure in the material deformation zone equal to 2.3 GPa, Fig. 6. Analysis of the reduced nodal stresses of the ECAP chamber shows that the ultimate compression strength of S600 steel, equal to 3200 MPa, was not exceeded.



Rys. 6. Analiza rozkładu naprężeń węzłowych w komorze ECAP o średnicy 30 mm i dopuszczalnym nacisku 210 T

Fig. 6. Analysis of the nodal stress distribution in 30 mm ECAP chamber operating up to 210 T load

2.1.2. Modelowanie procesu ECAP

Na rys.7 przedstawiono porównanie przebiegów procesu ECAP dla czystego aluminium

2.1.2. Modeling of the ECAP process

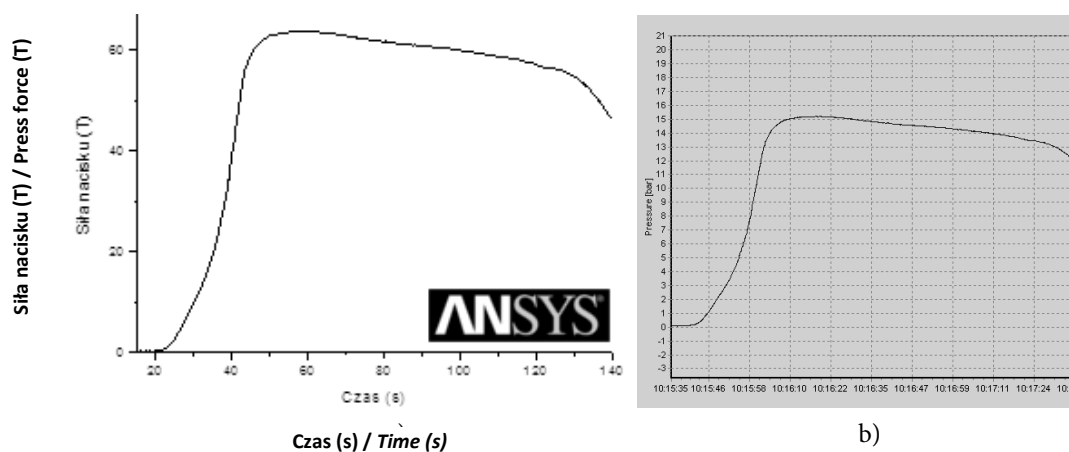
Fig. 7 presents a comparison of the progressions of the ECAP process for pure aluminum,

obliczonego na podstawie modelowania MES (a) z przebiegiem zarejestrowanym eksperymentalnie (b), wykazujące dużą zgodność charakterystyk sił przeciskania. Dzięki modelowaniu można oszczędzić na kosztach materiału i pracochłonności wyznaczając wstępnie krytyczne parametry obciążenia prasy i komory do ECAP.

W procesie ECAP mechanizm czystego ścinania w strefie deformacji generuje różne odkształcenie rzeczywiste materiału w jego przekroju poprzecznym. W celu ujednorodnienia mikrostruktury materiału proces jest zwykle powtarzany kilka razy, z obrotem wsadu wokół długiej osi, o zadany kąt zależnie od przyjętej metody przeciskania [25].

calculated based on FEM modeling (a) with a progression registered experimentally (b), exhibiting high conformity of pressing force curves. Material costs and labor consumption can be saved thanks to modeling by preliminarily determining critical load parameters of the press and ECAP chamber.

In the ECAP process, the pure shear mechanism in the deformation zone generates variable true strain of the material over its cross-section. The process is usually repeated several times to homogenize the material's micro-structure, with rotation of the charge around its own axis, by a set angle depending on the accepted pressing method [25].



Rys. 7. Porównanie przebiegu procesu ECAP (a) obliczonego na podstawie modelowania MES, i (b) zarejestrowanego eksperymentalnie

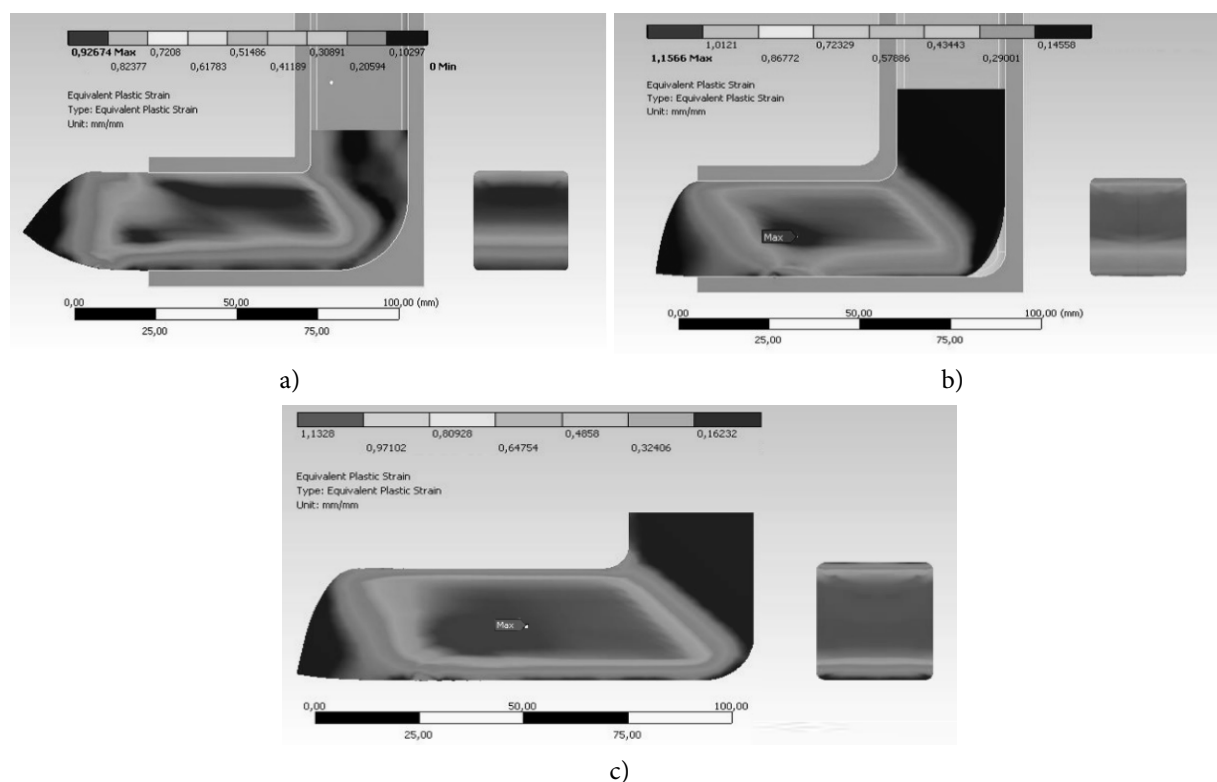
Fig. 7. Comparison of the ECAP proces flow (a) evaluated by FEM modeling, and (b) registered during experiment

Analizę matematyczną MES i modelowanie przeprowadzono dla trzech kątów naroża $\psi = 9^\circ$, 16° i 60° przy przeciskaniu przez kanał kwadratowy 30 mm x 30 mm stopu aluminium 6060, którego parametry MES zostały dobrane w oparciu o statyczną próbę spęcznienia [26]. Odkształcenie rzeczywiste liczone wg. wzoru analitycznego [27] wynosi $\epsilon = 1.155$. Kąt naroża $\psi = 60^\circ$ generuje niejednorodne odkształcenia plastyczne w przekroju poprzecznym produktu tworząc strukturę warstwową typu 'sandwich', rys.8(a), a najmniejszy kąt naroża $\psi = 9^\circ$ wykazuje wadliwą kinetykę płynięcia materiału polegającą na separacji powierzchni materiału od ścianki wewnętrznej komory wzdłuż kąta naroża ψ , rys.8 (b). Optymalny okazał się kąt naroża $\psi = 16^\circ$ wykazujący jednorodne od-

FEM numerical analysis and modeling was conducted for three corner angles $\psi = 9^\circ$, 16° and 60° for pressing of 6060 aluminum alloy, the FEM parameters of which were selected based on a static upset forging test, through a 30 mm x 30 mm square channel [26]. True strain calculated according to analytical formula [27] is equal to $\epsilon = 1.155$. A $\psi = 60^\circ$ corner angle generates non-uniform plastic deformations in the cross-section of the product, forming a "sandwich" structure, Fig. 8(a), and the smallest corner angle, $\psi = 9^\circ$, exhibits defective material flow kinetics based on the material's separation of surface from the interior chamber wall along corner angle ψ , Fig. 8 (b). Corner angle $\psi = 16^\circ$, exhibiting a uniform deformation of 1.133 over most of the cross-section

kształcenie 1.133 w przeważającym obszarze przekroju poprzecznego i wzdłużnego przeciskanego materiału, rys. 8 (c), zbliżone do odkształcenia obliczonego analitycznie.

and longitudinal section of the pressed material, proved to be optimal, Fig. 8 (c) and this deformation was similar to that determined analytically.



Rys. 8. Odkształcenia plastyczne w stopie aluminium 6060 przeciskanym przez kanał ECAP 30 x 30 mm o kącie naroża: (a) $\psi = 60^\circ$, (b) $\psi = 9^\circ$, (c) $\psi = 16^\circ$, modelowane metodą MES

Fig. 8. Strain distribution in 6060 aluminium alloy processed by ECAP 30 x 30 mm and the angle corners: (a) $\psi = 60^\circ$, (b) $\psi = 9^\circ$, (c) $\psi = 16^\circ$, modelled by FEM

2.2. Wyciskanie hydrostatyczne HE

Komory do procesu wyciskania hydrostatycznego używane w IWC PAN pracują w zakresie ciśnień roboczych do 2.5 GPa i posiadają średnice robocze 20, 22, 30, 40, 60 i 65 mm. Trzy pierwsze pracują w wyższym zakresie ciśnień wyciskania hydrostatycznego $p_{HE} > 1.7$ GPa, a trzy kolejne w zakresie ciśnień niższych. Komora 20 mm o najwyższym ciśnieniu roboczym 2.5 GPa ma konstrukcję 3-płaszczową, natomiast pozostałe są 2-płaszczowe. Stanowiska do wyciskania z komorą poniżej średnicy 40 mm i niższymi pozwalają na dowolny kierunek wyciskania. W celu zahamowania procesów zdrowienia i rekrytalizacji w wyciskanych produktach na skutek silnego efektu grzania adiabatyicznego, a więc stwarzania warunków sprzyjających

2.2. Hydrostatic extrusion (HE)

Chambers for the hydrostatic extrusion process at IHPP PAS operate within a working pressure range up to 2.5 GPa and have working diameters of 20, 22, 30, 40, 60 and 65 mm. The first three operate at a higher range of hydrostatic extrusion pressures $p_{HE} > 1.7$ GPa, and the latter three in the lower pressure range. The 20 mm chamber, with the highest working pressure of 2.5 GPa, has a 3-jacket design, and the others have 2-jacket designs. Extrusion stations with chambers below 60 mm in diameter allow for any direction of extrusion. To inhibit recovery and recrystallization processes in extruded products caused by a strong adiabatic heating effect and create conditions fostering the formation of UFG and NC structures in

powstawaniu w materiałach struktur UFG i NC, wszystkie komory są sprzężone z systemem chłodzenia wyciskanego produktu zimną wodą.

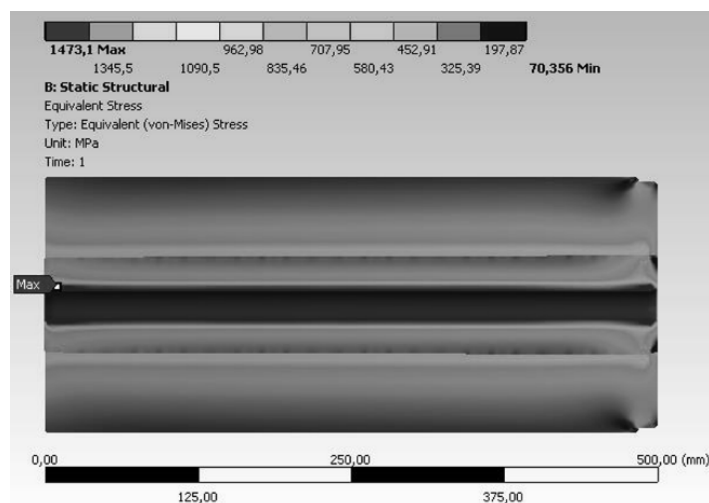
2.2.1. Modelowanie komory o średnicy wewnętrznej $\varnothing 22$ mm

Oba płaszczki komory HE o ciśnieniu roboczym do 2 GPa zostały zaprojektowane w oparciu o analizę równania Lamé'a dla cylindrów grubościennych [24] i wykonane ze stali 45HNMFA, czemu sprzyjały jej dobra hartowność i sprężystość. Ze względu na różnice w obróbce cieplnej stali na komorę ECAP i HE, w oparciu o statyczną próbę rozciągania, do analizy MES stworzono nowe równanie konstytutywne stali 45HNMFA. Analizę przeprowadzono dla maksymalnego dopuszczalnego ciśnienia wyciskania równego $p_{HE} = 2$ GPa. Analiza naprężeń węzłowych komory HE została pokazana na rys.9. Analiza wykazała wystąpienie zjawiska „samo-umocnienia” (autofrettage) w warstwie powierzchniowej przestrzeni roboczej komory. Kontrolowane przekroczenie granicy plastyczności na powierzchni wewnętrznej otworu komory HE umacnia materiał i poprawia warunki tribologiczne układu komora-tłok zwiększając trwałość komory wysokociśnieniowej. Analiza zredukowanych naprężeń węzłowych komory przedstawionej na rys.9 wskazuje, że granica wytrzymałości na rozciąganie 1520 MPa stali 45HNMFA dla maksymalnego obciążenia $p_{HE} = 2$ GPa nie została przekroczona.

materials, all chambers are coupled to a cooling system that cools the extruded product with cold water.

2.2.1. Modeling of a chamber with a $\varnothing 22$ mm interior diameter

Both jackets of the HE chamber with working pressure up to 2 GPa were designed based on analysis using Lamé's equation for thick-walled cylinders [24] and made from 45HNMFA steel due to its good hardenability and elasticity. Due to differences in the heat treatment of steel for the ECAP and HE chambers, a new constitutive equation was created for 45HNMFA steel based on static tensile testing for the purposes of FEM analysis. Analysis was conducted for maximum tolerable extrusion pressure, equal to $p_{HE} = 2$ GPa. Analysis of the nodal stresses in the HE chamber is shown in Fig. 9. Analysis showed the occurrence of the autofrettage phenomenon on the surface layer of the chamber's workspace. Controlled crossing of yield stress on the inner surface of the opening of the HE chamber hardens the material and improves tribological conditions of the chamber-piston system, improving the durability of the high-pressure chamber. Analysis of the reduced nodal stresses of the chamber presented in Fig. 9 shows that the ultimate tensile strength of 45HNMFA steel, equal to 1520 MPa, was not exceeded at maximum load $p_{HE} = 2$ GPa.



Rys. 9. Analiza rozkładu naprężeń węzłowych w komorze do HE o średnicy 22 mm i ciśnieniu roboczym $p_{HE} = 2$ GPa

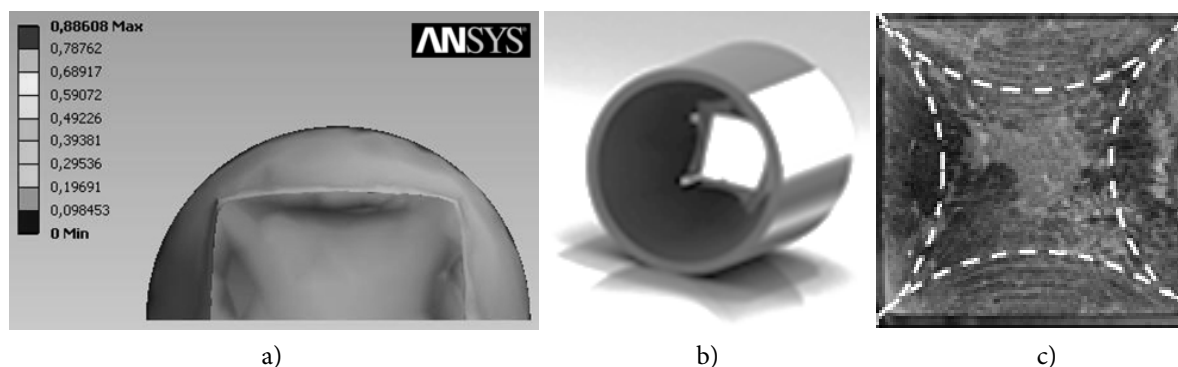
Fig. 9. Analysis of the nodal stress distribution in HE chamber of 22 mm in inner diameter and the operating pressure $p_{HE} = 2$ GPa

2.2.2. Modelowanie procesu HE

Na rys. 10 przedstawiono przykład modelowania MES dla wyciskania hydrostatycznego w jednej operacji kwadratowego pręta miedzianego z wsadu o przekroju okrągłym z odkształceniem $\varepsilon = 1.63$. Obraz na rys.10(a) pokazuje schodzące się linie poślizgu w narożach i sięgające do ok. 1/4 grubości pręta w środkowych częściach ścianek, co okazało się zgodne z obrazem rzeczywistego pręta, rys.10(c), na którym widać wygięte w łuk obszary pasm poślizgu wskazujące na większe odkształcenia wzdłuż krawędzi bocznych kwadratu i obszar mniej odkształcony, bez widocznych linii poślizgu w części centralnej pręta. Obszary o skumulowanych liniach poślizgu stanowią obszary większego umocnienia odkształceniowego pręta, a więc o wyższych własnościach mechanicznych. Potwierdziły to pomiary twardości na przekroju poprzecznym pręta wynoszące ~125 HV w części centralnej bliżej osi pręta i 135 HV w narożach i w obszarze sięgającym do ~1/4 grubości pręta od ścianek w ich środku.

2.2.2. Modeling of the HE process

Fig. 10 presents an example of FEM modeling of hydrostatic extrusion, in one operation, of a square copper rod from stock with a round cross-section, with true strain $\varepsilon = 1.63$. The image in Fig. 10(a) shows a descending slip line in corners reaching approx. 1/4 of the rod's thickness in the central areas of walls, which proved to be compliant with the image of the actual rod, Fig. 10(c), on which slip band areas can be seen as bent into an arc, indicating greater deformations along the side edges of the square, as well as an area with less deformation, without visible slip lines in the central area of the rod. Areas with accumulated slip lines are the areas of greatest deformation hardening in the rod, and thus have better mechanical properties. This was confirmed by hardness measurements on the rod's cross-section, yielding results of ~125 HV in the central area closer to the rod's axis and 135 HV in the corners and the area reaching up to ~1/4 of the rod's thickness from its walls, in their center.



Rys. 10. Przykład modelowania (a) linii poślizgu materiału podczas wyciskania hydrostatycznego pręta miedzianego o przekroju kwadratowym przy zastosowaniu metody MES, (b) matrycy do wyciskania pręta, i (c) rzeczywisty przekrój pręta miedzianego po wyciskaniu

Fig. 10. The FEM modelling examples of (a) the plastic flow lines during hydrostatic extrusion HE of the square copper rod, (b) the square extrusion die, and (c) the real cross-section of the extruded copper square rod

Siły tarcia występujące w procesie wyciskania hydrostatycznego są nieporównywalnie mniejsze w stosunku do wyciskania konwencjonalnego co znacznie obniża naciski potrzebne do przeróbki plastycznej [13]. To sprawia, że wyciskanie konwencjonalne, szczególnie materiałów twardszych, ogranicza się do produktów

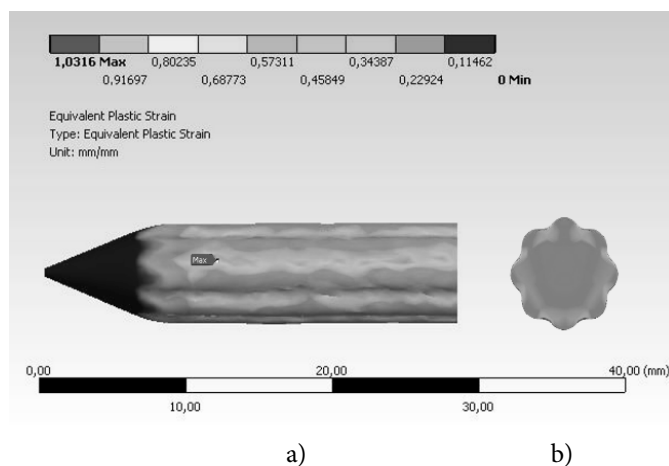
Friction occurring during the hydrostatic extrusion process is incomparably lower compared to conventional extrusion, which significantly reduces the pressures required for plastic working [13]. This means that conventional extrusion, particularly of hard materials, is limited to products with a round cross-section

o przekroju okrągłym bądź zbliżonym do okrągłego, o zminimalizowanym stosunku powierzchni do objętości. Natomiast wyciskanie hydrostatyczne, ze względu na wyeliminowanie tarcia materiału o ścianki komory, nadaje się doskonale do wyciskania złożonych kształtów i profili [28].

Na rys. 11 przedstawiono model MES odkształceń plastycznych dla tytanu CP Ti grade 2 wyciskanego hydrostatycznie przez matrycę kształtową typu 'kwiatek' z odkształceniem rzeczywistym $\varepsilon = 0.65$ obliczonemu według wzoru analitycznego. Analiza MES uwzględniająca nie tylko zmniejszenie przekroju poprzecznego (co uwzględnia jedynie wynik analityczny) ale dodatkowo stan naprężeń w wyciskanym przekroju wskazuje na odkształcenie $\varepsilon = 0.63$ w przeważającej części profilu. Uwzględnienie stanu naprężeń w modelu matematycznym pozwala określić miejsca wzrostu odkształceń, które w przypadku profilu typu 'kwiatek' lokalizują się we wgłębieniach profilu i przekraczają miejscami odkształcenie rzeczywiste $\varepsilon = 1$. Wskazuje to na przydatności modelowania MES do analizy wyciskania, szczególnie profili złożonych, dzięki któremu można zdefiniować obszary lokalnych umocnień i ewentualne miejsca generowania pęknięć.

or one that is similar to round, with a minimized ratio of surface to volume. Hydrostatic extrusion is perfectly suited for extrusion of complex shapes and sections due to the elimination of friction between the material and the chamber's walls [28].

Fig. 11 presents a FEM model of plastic deformations for CP grade 2 titanium extruded hydrostatically through a "flower"-shaped die with true strain of $\varepsilon = 0.65$, calculated according to the analytical formula. FEM analysis accounting not only for cross-section reduction (which only accounts for the analytical results) but also for the stress state in the extruded cross-section indicates deformation equal to $\varepsilon = 0.63$ in the majority of the section. Accounting for the stress state in a mathematical model makes it possible to determine areas of strain increase, which are located in the depressions of the section in the case of a "flower"-shaped section and exceed true strain $\varepsilon = 1$ in those places. This indicates that the FEM modeling method is suitable for analysis of extrusion, particularly of complex sections, and thanks to this, areas of local hardening and possible crack generation can be identified.



Rys. 11. Modelowanie procesu HE profilu tytanu CP Ti grade 2: (a) przekrój wzdłużny, (b) przekrój poprzeczny.

Fig. 11. Modelling of the HE process of titanium CP Ti grade 2 profile: (a) longitudinal section, (b) cross-section.

2.3. Duże odkształcenia plastyczne

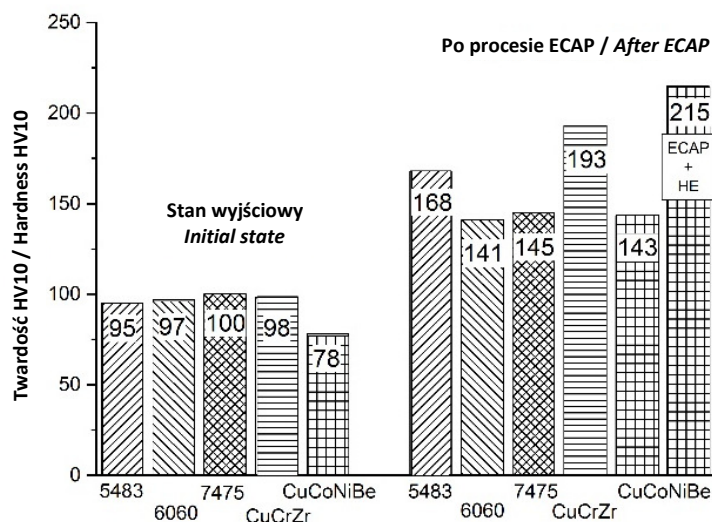
Oba procesy, ECAP i HE pozwalają na stosowanie dużych odkształceń plastycznych w temperaturze pokojowej, z tym, że ECAP po-

2.3. Severe plastic deformation

Both the ECAP and HE processes make it possible to apply severe plastic deformation at room temperature, although ECAP had a room

siada, zależne od geometrii, ustalone jednostkowe odkształcenie rzeczywiste (w jednej operacji) $\epsilon = 1.115$ przy kącie kanału $\varphi = 90^\circ$. W eksperymentach ECAP z użyciem komór 30 mm o przekrojach kwadratowym bądź okrągłym stosowano od 2 do 8 powtórzeń przyciskania dla Al i stopów aluminium 5483, 6060 i 7475 oraz Cu i stopów miedzi CuCrZr i CuCoNiBe, co prowadziło do zakresu skumulowanych odkształceń plastycznych ϵ_{kum} pomiędzy 2.23 a 8.92. Niewątpliwą wadą procesu ECAP jest jednak to, że jeśli chce się prowadzić proces na zimno trzeba ograniczyć się do materiałów o większej plastyczności. Wady tej nie posiada natomiast proces HE, który ze względu na uprzywilejowany stan naprężeń hydrostatycznych posiada zdolność odkształcania materiałów twardych i normalnie kruchych w temperaturze otoczenia, i umożliwia stosowania dużych odkształceń jednostkowych (w jednej operacji), nawet powyżej $\epsilon > 4$, jak np. w przypadku aluminium. Kontynuowanie procesu HE w sposób kumulacyjny prowadzi do jeszcze wyższych odkształceń, nawet dla materiałów trudnych jak tytan CP Ti grade 2, ze względu na jego klejenie się do narzędzi, sięgających do $\epsilon_{\text{kum}} = 5.62$, tj. redukcji $R_{\text{kum}} = 290$ co odpowiada krotności wydłużenia produktu, bądź materiałów bardzo silnie umacniających się odkształceniowo jak stal austenityczna 316L o odkształceniach dochodzących do $\epsilon_{\text{kum}} = 5.6$, tj. $R_{\text{kum}} = 270$. Należy zwrócić uwagę, iż połączenie procesów ECAP i HE służy różnym celom i prowadzi do odmiennych rezultatów. Podczas procesu ECAP następuje wstępne rozdrobnienie struktury, zwykle do rozmiarów UFG, co generuje w materiale zasadnicze umocnienie odkształceniowe, którego główny udział przypada na początkowe etapy odkształcenia kumulacyjnego, rys.12. Przy dalszym kontynuowaniu procesu SPD efekt umocnienia ulega stopniowemu nasyceniu, a następujące po ECAP odkształcenia metodą HE ujednolniają rozkład wielkości ziaren, doprowadzają do nasycenia struktury defektami, i stąd prowadzą do maksymalnego wzrostu własności mechanicznych deformowanego materiału. Ilustruje to przykład stopu miedzi CuCoNiBe z rys.12, dla którego zastosowanie HE po ECAP podniosło twardość o dalsze 50%.

temperature, although ECAP had a shape-dependent fixed unit true strain (in one pass operation), equal to $\epsilon = 1.115$ at a channel angle of $\varphi = 90^\circ$. In ECAP experiments using 30mm chambers with square or round cross-sections, 2 to 8 pressing passes were applied for Al and 5483, 6060 and 7475 aluminum alloys as well as Cu and CuCrZr and CuCoNiBe alloys, which resulted in a range of cumulative true strains ϵ_{cum} between 2.23 and 8.92. An undoubted disadvantage of the ECAP process is that it is limited to materials of high plasticity when one wishes to conduct a cold working process. The HE process does not have this disadvantage, and due to the privileged hydrostatic stress state, this process is able to deform hard and normally brittle materials at room temperature and makes it possible to apply high unit deformations (in one pass), even above $\epsilon > 4$, as in the case of aluminum. Continuation of the HE process in a cumulative way leads to even higher deformations, even for difficult materials like CP grade 2 titanium (because of its adhesion to tools), reaching up to $\epsilon_{\text{cum}} = 5.62$, i.e. reduction $R_{\text{cum}} = 290$, which corresponds to a multiple of product elongation or materials very strongly strain hardened by deformation such as 316L austenitic steel with deformations reaching up to $\epsilon_{\text{cum}} = 5.6$, i.e. $R_{\text{cum}} = 270$. It should be noted that combining the ECAP and HE processes serves different purposes and leads to different results. Initial refinement of structure takes place during the ECAP process, usually to UFG dimensions, which generates the essential strain hardening in the material that mainly occurs during the initial stages of cumulative strain, Fig. 12. As the SPD process is continued, the hardening effect is gradually saturated, and deformations resulting from the HE method following ECAP homogenize grain size distribution and lead to defect saturation of the structure and thus maximum improvement of the deformed material's mechanical properties. This is illustrated by the example of CuCoNiBe copper alloy, shown in Fig. 12, which increased in hardness by another 50% after HE was applied following ECAP.



Rys. 12. Zmiany twardości materiałów po procesie przeciskania przez równoosiowy kanał kątowy ECAP metodą 'C'

Fig. 12. Increase of the material hardness after equal channel angular pressing ECAP by the 'C' method

W tab. 1 przedstawiono jednostkowe odkształcenia rzeczywiste najczęściej stosowane w IWC PAN w procesie wyciskania hydrostatycznego na zimno. Porównując jednostkowe odkształcenia rzeczywiste dla HE z tab. 1 z odkształceniami jednostkowymi dla ECAP ($\epsilon = 1.115$) widać, że dla wszystkich podanych metali i stopów są one wyższe w procesie HE.

Tab. 1 presents actual unit deformations most commonly applied at IHPP PAS in the process of cold hydrostatic extrusion. When comparing actual unit deformations for HE in Tab. 1 with unit deformations for ECAP ($\epsilon = 1.115$), it can be observed that they are greater in the HE process for all of the given metals and alloys.

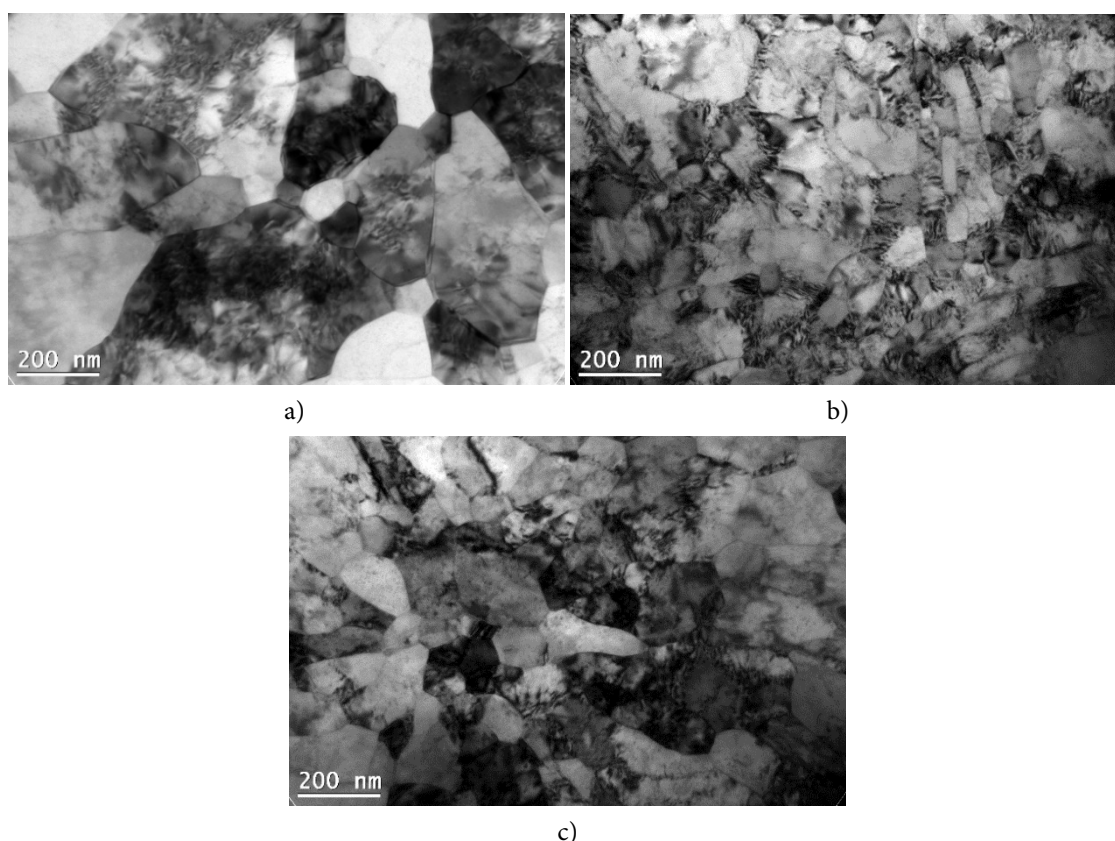
Tab. 1. Jednostkowe odkształcenia rzeczywiste stosowane typowo w procesie wyciskania hydrostatycznego HE na zimno

Tab. 1. Illustration of true strains typically applied in cold hydrostatic extrusion HE in one pass

Material Material	Stopień redukcji Reduction ratio R	Odształcenie rzeczywiste True strain ϵ
Al	53,1	3,97
7475	14,8	2,69
5483	11,9	2,48
CuCrZr	10,0	2,30
6060	7,8	2,06
Ti grade 2	6,4	1,85
Al po ECAPx8 / Al after ECAPx8	6,3	1,84
Ti 99.99%	6,3	1,83
CuCoNiBe	6,2	1,83
316L	4,9	1,58
2017 (PA6)	4,7	1,55
316LVM	4,1	1,40
BK31	4,0	1,39
Cu po ECAP / Cu after ECAP	4,0	1,39

2.4. Mikrostruktura

2.4. Microstructure



Rys. 13. Mikrostruktury po 2-krotnym przeciskaniu przez kanał ECAP metodą 'C' z odkształceniem skumulowanym $\epsilon_{cum} = 2.3$ (a) stop aluminium 6060 - ultradrobnoziarnista UFG, (b) stop miedzi CuCo1Ni1Be, ECAP jak wyżej z późniejszym 4-krotnym wyciskaniem hydrostatycznym HE do łącznego odkształcenia skumulowanego $\epsilon_{cum} = 5.88$ - nanokrystaliczna NC, i (c) stop miedzi CuCrZr, obróbka jak (b) - ultradrobnoziarnista UFG

Fig. 13. Microstructures after double ECAP pressing by 'C' method with cumulated true strain $\epsilon_{cum} = 2.3$ (a) 6060 aluminium alloy – ultrafine grained UFG, (b) CuCo1Ni1Be copper alloy, ECAP as above followed by 4-time cumulative hydrostatic extrusion HE up to total true strain $\epsilon_{cum} = 5.88$ - nanocrystalline NC, and (c) CuCrZr copper alloy, procedure as in (b) - ultrafine grained UFG

Duże odkształcenia plastyczne na zimno wygenerowane przy zastosowaniu procesów ECAP, HE bądź przez połączenie obu procesów prowadzą do silnego rozdrobnienia mikrostruktury przetwarzanych materiałów do rozmiarów ultradrobnoziarnistych UFG 100-500 nm bądź nanokrystalicznych NC < 100 nm. Na rys. 13 (a) przedstawiono ultradrobnoziarnistą UFG strukturę uzyskaną w stopie aluminium 6060, o wyjściowej średnicy ziarna pomiędzy 200-300 μm i twardości ~ 100 HV po 2-krotnym przeciskaniu przez kanał ECAP metodą 'C' z odkształceniem skumulowanym $\epsilon_{cum} = 2.3$. Tak silne rozdrobnienie doprowadziło do wzrostu twardości po przeciskaniu do 130 HV. Rys. 13(b) przedstawia natomiast efekt

Cold severe plastic deformation generated by means of the ECAP and HE processes or their combination leads to strong refinement of the microstructure of processed materials to ultra-fine grain (UFG) levels of 100-500 nm or nanocrystalline levels NC < 100 nm. Fig. 13 (a) presents an ultra-fine grain (UFG) structure obtained in 6060 aluminum alloy with an initial grain diameter between 200-300 μm and hardness ~ 100 HV after 2 pressing runs through the ECAP channel by means of method 'C', with cumulated true strain $\epsilon_{cum} = 2.3$. Such strong refinement led to an increase in hardness to 130 HV after pressing. Fig. 13(b) presents the effects of combining the ECAP method with the HE method for CuCo1Ni1Be copper alloy with hard-

połączenia metody ECAP z HE dla stopu miedzi CuCo1Ni1Be o twardości po przesycaaniu 78 HV. Materiał został przecięty przez kanał ECAP jak wyżej (2-krotnie, metoda 'C') i jego twardość wzrosła do 140 HV, a następnie 4-krotnie wyciśnięty hydrostatycznie na zimno ze średnicy 30 mm na 5 mm do łącznego odkształcenia skumulowanego $\epsilon_{\text{kum}} = 5.88$. Tak duże odkształcenie skumulowane doprowadziło do wygenerowania w stopie miedzi struktury nanokrystalicznej NC co skutkowało prawie 3-krotnym wzrostem twardości do 215 HV w porównaniu z materiałem wyjściowym i 50% wzrostem w porównaniu z materiałem po samym tylko ECAP.

Ten sam charakter obróbki plastycznej, tj. 2-krotny ECAP metodą 'C' z następnym 4-krotnym kumulacyjnym HE z takim samym odkształceniu skumulowanym $\epsilon_{\text{kum}}=5.88$ zastosowany do innego stopu miedzi CuCrZr o wyjściowej twardości 160 HV prowadził do struktury ultradrobnoziarnistej UFG i tylko niewielkiego wzrostu twardości do 180 HV, rys. 13 (c). Można to przypisać efektowi większego grzania adiabaticznego podczas HE w stopie CuCrZr w porównaniu z CuCo1Ni1Be i wynikającym z tego większemu zmiękczeniu na skutek aktywowanych cieplnie zmian strukturalnych. Ze względu na niższe ciepło właściwe 0.381 J/gK dla CuCrZr w porównaniu do CuCo1Ni1Be (0.42 J/gK) efekt cieplny dla CuCrZr jest silniejszy i stąd, wzrost twardości dużo mniejszy.

2.5. Zastosowanie

Gruboziarniste metale charakteryzują się zwykle małymi własnościami mechanicznymi. Dlatego nie mogą wprost zastępować stopów, jak np. tytan CP Ti grade 2 zastąpić stop tytanu Ti-6Al-4V grade 5 w implantach dentystycznych czy kostnych. Jednym ze sposobów ominięcia tej trudności jest umocnienie gruboziarnistych materiałów polikrystalicznych na drodze dużego odkształcenia plastycznego SPD. Przedstawione powyżej wysokociśnieniowe urządzenia do przeróbki plastycznej metodami ECAP i HE służą temu celowi. Na rys. 14 pokazano przykładowe produkty i pre-

ness 78 HV after solution heat treatment. The material was pressed through the ECAP channel shown above (2 passes, method 'C') and its hardness increased to 140 HV, and after that, it was hydrostatically cold-extruded 4 times from a diameter of 30 mm to 5 mm, up to a total cumulated true strain of $\epsilon_{\text{cum}} = 5.88$. Such large cumulative deformation led to the generation of a nanocrystalline (NC) structure in the copper alloy, resulting in a hardness increase of almost 3 times, up to 215 HV, in comparison to the starting material and a 50% increase in comparison to the material after ECAP by itself.

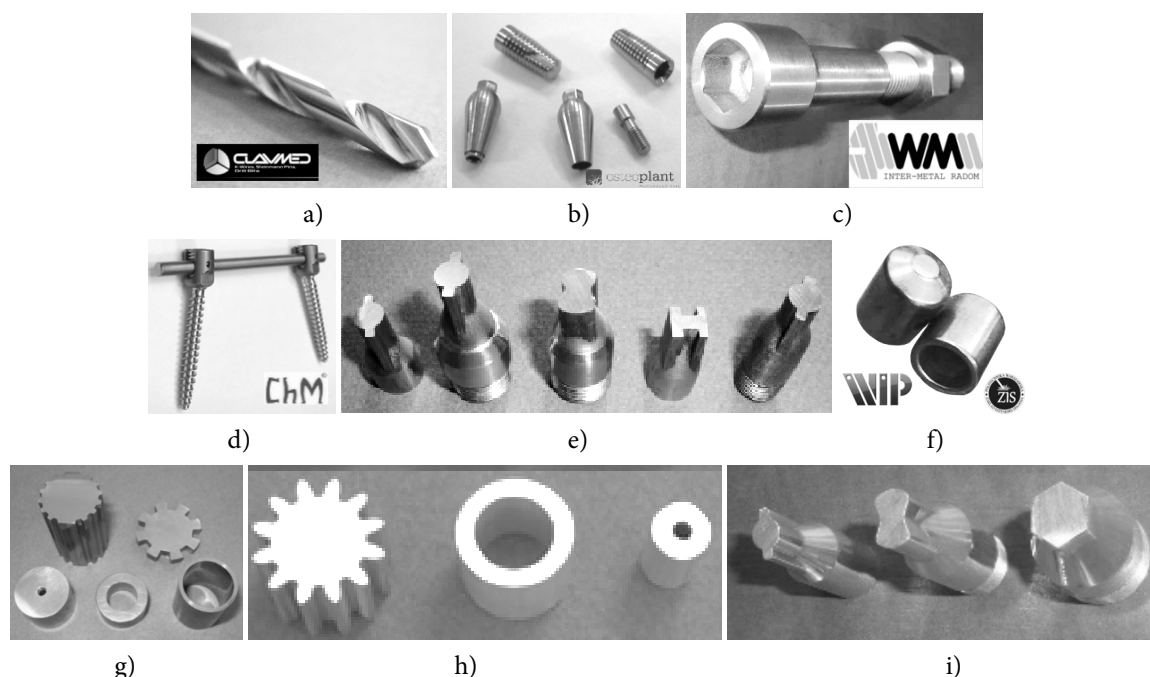
The same type of plastic working, i.e. 2 passes of ECAP using method 'C' followed by 4 passes of cumulative HE with the cumulated true strain $\epsilon_{\text{cum}}=5.88$ was applied to another copper alloy, CuCrZr with initial hardness 160 HV and resulted in an ultra-fine grain (UFG) structure and only a slight increase in hardness to 180 HV, fig. 13(c). This can be ascribed to the effect of greater adiabatic heating during HE in the CuCrZr alloy in comparison to CuCo1Ni1Be and the greater softening resulting from this due to thermally activated structural changes. Due to lower specific heat 0.381 J/gK of CuCrZr in comparison to CuCo1Ni1Be (0.42 J/gK), the thermal effect is stronger for CuCrZr and the increase in hardness is much lower.

2.5. Application

Coarse-grained metals are typically characterized by low mechanical properties. This is why they cannot directly replace alloys, just as CP grade 2 titanium cannot replace grade 5 Ti-6Al-4V titanium alloy in dental or bone implants. One way to overcome this difficulty is to harden coarse-grained polycrystalline materials by severe plastic deformation (SPD). The high-pressure equipment for ECAP and HE plastic working presented above serve this purpose. Fig. 14 shows examples of products and prefabricates manufactured using SPD techniques and equipment at IHPP PAS,

fabrykaty, do wytworzenia których wykorzystano w IWC PAN techniki i urządzenia SPD, szczególnie technikę wyciskania hydrostatycznego na zimno [29-33]. Urządzenia te czynią stosowanie dużych odkształceń plastycznych łatwym i komplementarnym. Poprzez kontrolę podstawowych parametrów procesów, tj. stopnia i szybkości odkształcania, krotności powtórzeń procesu i temperatury chłodzenia można sterować końcowymi własnościami produktów. Stąd, otrzymano materiały nadające się na szeroki asortyment wysoko przetworzonych produktów będących konkurencyjnymi do obecnie stosowanych. Podstawowa zaleta stosowania wysokociśnieniowych urządzeń do ECAP i HE polega na stworzeniu możliwości: podniesieniu własności mechanicznych przetworzonych materiałów, zastąpienie stopów metalami czystymi o porównywalnej wytrzymałości, wygenerowanie dużych odkształceń w materiałach normalnie kruchych, poprawie jednorodności strukturalnej i mechanicznej oraz poprawie jakości powierzchni [28, 34].

particularly the cold hydrostatic extrusion technique [29-33]. This equipment makes the application of severe plastic deformation easy and complementary. By controlling basic process parameters, i.e. degree and strain rate of deformation, number of passes and cooling temperature, the final properties of products can be controlled. Thus, highly processed materials suitable for a wide assortment of products, competitive to those currently applied, were obtained. The basic advantage of applying high-pressure ECAP and HE equipment is based on creating capabilities of: improving the mechanical properties of worked materials, replacing alloys with pure metals of comparable strength, generating severe plastic deformation in normally brittle materials, improving structural and mechanical uniformity, and improving surface quality [28, 34].



Rys. 14. Produkty i prefabrykaty wytworzone z udziałem procesu wyciskania hydrostatycznego HE (a) wiertło chirurgiczne 316LVM [29], (b) implant dentystyczny CP Ti grade 2 [30], (c) śruba ampolowa 316L [31], (d) stabilizator kręgosłupa CP Ti grade 2 [32], (e) profile złożone CP Ti grade 2 i 316L, (f) elektrody CuCrZr do zgrzewania oporowego [33], (g) profile i rurki Cu, stopy Cu, (h) profil i rurki Al, stopy Al, (i) profile złożone stopy Al 5483, 6060 i 7475

Fig. 14. Products and prefabricates made with use of hydrostatic extrusion proces HE (a) 316LVM spiral drill bit [29], (b) CP Ti grade 2 dental implants [30], (c) 316L hexagon socket [31], (d) CP Ti grade 2 spine stabilizer [32], (e) CP Ti grade 2 and 316L complex profiles, (f) CuCrZr electrodes for spot resistance welding [33], (g) Cu and Cu alloys profiles and tubes, (h) Al and Al alloys profile and tubes, (i) 5483, 6060 and 7475 Al alloys complex profiles

W tab. 2 przedstawiono bezwzględny wzrost wytrzymałości na rozciąganie oraz procentowy wzrost wytrzymałości na rozciąganie, granicy plastyczności i wydłużenia do zerwania dla przykładowych materiałów po wyciskaniu hydrostatycznym na zimno z dużym odkształceniem w porównaniu z najmocniejszymi materiałami dostępnymi na rynku. Zależnie od materiału duże odkształcenie plastyczne podnosi wytrzymałość na rozciąganie nawet o 75%. Natomiast, związane z nim bardzo silne rozdrobnienie mikrostruktury do rozmiarów UFG bądź NC, wywołuje jeszcze silniejszy wpływ na granicę plastyczności, która wzrasta od 50% do 150%. Warto podkreślić równoczesny wyraźny wzrost wytrzymałości i plastyczności w powszechnie stosowanych materiałach konstrukcyjnych jak tytan i jego stop CP Ti grade 2 i Ti grade 5, stopy miedzi C65500 Herculoy i CuCrZr czy stal austenityczna serii 316L. Własności te osiągnięto dzięki zastosowaniu wysokociśnieniowej przeróbki plastycznej z dużymi odkształceniami na zimno.

Tab. 2 presents the absolute increase in tensile strength and the increase in tensile strength, yield point, and elongation to failure as a percentage for example materials after cold hydrostatic extrusion with severe plastic deformation in comparison to the strongest materials available on the market. Depending on the material, severe plastic deformation raises tensile strength even up to 75%. At the same time, the very strong refinement of microstructure to UFG or NC sizes related to this deformation has an even stronger impact on the yield point, which increases by from 50% to 150%. It is worth emphasizing the simultaneous, clear growth of strength and plasticity in widely used structural materials such as titanium and its alloy, CP Ti grade 2 and grade 5, C65500 Herculoy and CuCrZr copper alloys, and 316L series austenitic steel. These properties were achieved thanks to the application of high-pressure cold severe plastic deformation.

Tab. 2. Zmiana własności mechanicznych po wyciskaniu hydrostatycznym (HE) na zimno w porównaniu z najmocniejszymi materiałami dostępnymi na rynku

Tab. 2. Changes in mechanical properties after cold hydrostatic extrusion HE in comparison to strongest commercial materials offered on the market

Materiał / Material	Po HE / After HE	Zmiana / Change		
	R_m UTS (MPa)	R_m UTS (%)	$R_{0.2}$ YS (%)	A ϵ_f (%)
Cu	442	77	96	-71
Ti-6Al-4V Ti grade 5	1530	71	74	20
5483	632	66	164	-65
6060	423	53	68	-45
C65500 Herculoy	1247	45	130	56
7475	748	41	50	-26
CuCrZr	745	38	63	5
316L Stainless steel	1373	32	40	23
CP Ti grade 2	1320	26	22	25

3. WNIOSKI

Zaprojektowano i wykonano unikatową aparaturę wysokociśnieniową do przeróbki plastycznej materiałów z dużymi odkształceniami plastycznymi na zimno metodami

3. CONCLUSIONS

Unique high-pressure equipment for plastic working of materials with severe cold plastic deformation using ECAP and HE methods was designed and fabricated. ECAP chambers with

ECAP i HE. Komory ECAP o kącie komory $\varphi = 90^\circ$ pozwalają stosować dopuszczalny nacisk 210 T co odpowiada ciśnieniu hydrostatycznemu w komorze równemu 2.3 GPa. Komory do procesu HE pracują w zakresie ciśnień roboczych do 2.5 GPa. Oba procesy przeróbki plastycznej poddano procesowi modelowania MES z wykorzystaniem programu Ansys. Najkorzystniejszy rozkład odkształceń plastycznych zaobserwowano w ECAP dla kąta naroża $\psi = 16^\circ$ umożliwiającym w znacznej części przekroju poprzecznego jednorodne odkształcenie plastyczne zbliżone do wartości teoretycznej. Dla procesu HE złożonych profili modelowanie MES pozwoliło określić obszary spiętrzenia naprężeń podnoszące lokalnie wartości rzeczywistych odkształceń plastycznych o ~40% stanowiące potencjalne miejsca generowania pęknięć. Wykazano łatwość łączenia ze sobą obu technik SPD i wykorzystywania tego procesu do wzmacniania efektu rozdrabniania ziaren do rozmiarów nanometrycznych. Zbadano materiały o znaczeniu przemysłowym, jak stopy aluminium 5483, 6060, 7475, stopy miedzi CuCrZr i CuCoNiBe oraz tytan CP Ti grade 2. Rozdrabnianie mikrostruktury metodami deformacji pod wysokim ciśnieniem prowadzi do wzrostu wytrzymałości do 75% i granicy plastyczności do ~150%. W materiałach o wyższej temperaturze topnienia towarzyszą temu wzrosty plastyczności do 20%. Zwiększono rozmiary odkształczanych produktów co podnosi możliwości aplikacyjne materiałów przerabianych plastycznie z dużymi odkształceniami SPD o unikalnych właściwościach mechanicznych. Przedstawiono obszary możliwych zastosowań wytworzonych materiałów w postaci produktów i prefabrykatów jak instrumentarium i implanty medyczne, elementy złączne, oprzyrządowanie spawalnicze czy rury i profile złożone.

PODZIĘKOWANIA

Badania były finansowe ze środków statutowych Instytutu Wysokich Ciśnień Polskiej

chamber angle $\varphi = 90^\circ$ make it possible to apply maximum load, 210 T, which corresponds to hydrostatic pressure in the chamber equal to 2.3 GPa. Chambers for the HE process operate in a working pressure range up to 2.5 GPa. Both plastic working processes were subjected to the FEM modeling process using Ansys software. The most favorable distribution of plastic strain was observed in ECAP for corner angle $\psi = 16^\circ$, enabling homogeneous plastic strain, similar to the theoretical value, in a significant part of the cross-section. For the HE process for producing complex sections, FEM modeling made it possible to identify stress concentration areas that locally increase plastic true strain values by ~40% and constitute potential crack generation points. The ease of combining both of these SPD techniques and using them to amplify the grain refinement effect to nanometric dimensions was shown. Materials of significance to industry, such as 5483, 6060, 7475 aluminum alloys, CuCrZr and CuCoNiBe copper alloys, and CP grade 2 titanium were studied. Microstructure refinement by means of high-pressure deformation methods leads to an increase in strength up to 75% and of yield point up to ~150%. In materials with a higher melting temperature, increases in plasticity up to 20% accompany this. The dimensions of deformed products were increased, which increases the possibilities of applying materials worked with SPD, which have unique mechanical properties. Possible areas of application for the produced materials in form of products and prefabricates are presented, such as surgical instruments and medical implants, fixing elements, welding tools, pipes and complex sections.

ACKNOWLEDGEMENTS

Research was financed from statutory funds of the Institute of High Pressure Physics of the

Akademii Nauk Unipress oraz z projektu NANOMET finansowanego przez Europejski Fundusz Rozwoju Regionalnego (kontrakt POIG.01.03.01-00-015/08). Autorzy dziękują firmie Inter-Metal za wyprodukowanie elementów złącznych z 316L, firmie Clavmed za wyprodukowanie implantów kostnych z 316LVM, firmie ChM za wyprodukowanie implantów kostnych oraz firmie Osteoplant za wyprodukowanie implantów dentystycznych z nanokrystalicznego prefabrykatu CP Ti grade 2, wszystkie materiały wytworzone w IWC PAN metodami opisanymi w bieżącej publikacji. Autorzy dziękują Wydziałowi Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej za pomoc w mikroskopii elektronowej TEM i panu Konradowi Wojciechowskiemu za udział w eksperymentach wyciskania hydrostatycznego.

Polish Academy of Sciences Unipress and from the NANOMET project, financed by the European Regional Development Fund (contract POIG.01.03.01-00-015/08). The authors thank the Inter-Metal company for manufacturing fixing elements from 316L steel, the Clavmed company for manufacturing bone implants from 316LVM steel, the ChM company for manufacturing bone implants, and the Osteoplant company for manufacturing dental implants from a nanocrystalline CP grade 2 titanium prefabricate, all materials were produced at IHPP PAS using the methods described in this publication. The authors thank the Faculty of Materials Engineering of the Warsaw University of Technology for assistance with TEM electron microscopy and Mr. Konrad Wojciechowski for his participation in hydrostatic extrusion experiments.

LITERATURA

- [1] Valiev, Ruslan, Z. 2004. „Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties”, *Nature Materials*, 3: 511-516.
- [2] Segal, Vladimir, M. 1974. *Methods of stress-strain analysis in metalforming*. Minsk: Sc.D. thesis.
- [3] Valiev Ruslan, Z. 1997. „Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals”. *Mater Sci Engin A* 234-236: 59-66.
- [4] Valiev Ruslan, Z, Langdon, Terence, G. 2006. „Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement”. *Prog Mater Sci* 51 (7): 881-981.
- [5] Langdon, Terence, G. 2013. „Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement”. *Acta Materialia* 61: 7035-7059
- [6] Bridgman, Phillip, W. 1943 „On torsion combined with compression”. *J Appl Phys* 14: 273-83.
- [7] Languillaume J., Chmelik F., Kapelski G., Bordeaux F., Nazarov A.A., Canova G., et al. 1993. „Microstructures and hardness of ultrafinegrained Ni3Al”. *Acta Metal Mater* 41: 2953-2962.
- [8] Zhilyaev, Alexander, P., Langdon Terence, G. 2008. „Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications”. *Prog. Mater. Sci.* 53 (6): 893-979.
- [9] Saito Y., Tsuji, Nobuhiro, Utsunomiya H., Sakai Tomokazu, Hong R.G., 1998. „Ultra-fine Grained Bulk Aluminum Produced by Accumulative Roll-bonding (ARB) Process”. *Scripta Materialia* 39 (9): 1221-1227.

REFERENCES

- [1] Valiev, Ruslan, Z. 2004. „Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties”, *Nature Materials*, 3: 511-516.
- [2] Segal, Vladimir, M. 1974. *Methods of stress-strain analysis in metalforming*. Minsk: Sc.D. thesis.
- [3] Valiev Ruslan, Z. 1997. „Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals”. *Mater Sci Engin A* 234-236: 59-66.
- [4] Valiev Ruslan, Z, Langdon, Terence, G. 2006. „Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement”. *Prog Mater Sci* 51 (7): 881-981.
- [5] Langdon, Terence, G. 2013. „Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement”. *Acta Materialia* 61: 7035-7059
- [6] Bridgman, Phillip, W. 1943 „On torsion combined with compression”. *J Appl Phys* 14: 273-83.
- [7] Languillaume J., Chmelik F., Kapelski G., Bordeaux F., Nazarov A.A., Canova G., et al. 1993. „Microstructures and hardness of ultrafinegrained Ni3Al”. *Acta Metal Mater* 41: 2953-2962.
- [8] Zhilyaev, Alexander, P., Langdon Terence, G. 2008. „Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications”. *Prog. Mater. Sci.* 53 (6): 893-979.
- [9] Saito Y., Tsuji, Nobuhiro, Utsunomiya H., Sakai Tomokazu, Hong R.G., 1998. „Ultra-fine Grained Bulk Aluminum Produced by Accumulative Roll-bonding (ARB) Process”. *Scripta Materialia* 39 (9): 1221-1227.

- [10] Valiev, Ruslan, Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R., 1993. „Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation”. *Mater. Sci. Eng. A* 168:141–147.
- [11] Segal, Vladimir, M. 1995. „Materials processing by simple shear”. *Mater. Sci. Eng. A* 197 (2): 157–164.
- [12] Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji, Nobuhiro, Sakai Tomokazu. 1999. „Novel Ultra-high Straining Process for Bulk Materials-development of the Accumulative Roll-bonding (ARB) Process” *Acta Materialia* 47 (2): 579–583.
- [13] Pugh, H.L.D., 1970. *Mechanical Behaviour of Materials Under Pressure*. Amsterdam: Elsevier Publ.Co Ltd.
- [14] Pachla Wacek, Styczyński L. 1978 „Thermally activated structural changes during hydrostatic extrusion of aluminium and copper” PhD diss., Warsaw Technical University, Department of Mechanical Engineering.
- [15] Pachla, Wacek, Kulczyk, Mariusz, Świdarska-Środa, Anna, Lewandowska, Małgorzata, Garbacz H., Mazur, Andrzej, Kurzydłowski K.J. 2006. „Nanostructuring of metals by hydrostatic extrusion”. in “Proc. of 9th Int. Conf, on Metal Forming EMRS 20”, edited by. Juster, N., Rosochowski, A., 535-538, Kraków: Publ. House Akapit.
- [16] Romelczyk, Barbara, Kulczyk, Mariusz, Pakiela, Zbigniew 2012 „Microstructure and mechanical properties of fine-grained iron processed by hydro-extrusion”. *Archives of Metallurgy and Materials* 57(3): 883-887.
- [17] Brynk, Tomasz, Pakiela, Zbigniew, Kulczyk, Mariusz, Kurzydłowski, Krzysztof, J. 2013 „Fatigue crack growth rate in ultrafine-grained Al 5483 and 7475 alloys processed by hydro-extrusion” *Mechanics of Materials* 67: 46–52.
- [18] Lewandowska Małgorzata, Kurzydłowski Krzysztof, J., 2008 „Recent development in grain refinement by hydrostatic extrusion”. *Journal of Materials Science* 43: 7299-7306.
- [19] Lewandowska, Małgorzata, Krawczyńska, Agnieszka, T., Kulczyk, Mariusz, Kurzydłowski, Krzysztof, J., 2009 „Structure and properties of nano-sized Eurofer 97 steel obtained by hydrostatic extrusion”. *Journal of Nuclear Materials C* 386-388: 499-502.
- [20] Pachla, Wacek, Mazur, Andrzej, Skiba, Jacek, Kulczyk, Mariusz, Przybysz, Sylwia. 2012. „Development of high-strength pure magnesium and wrought magnesium alloys AZ31, AZ61, and AZ91 processed by hydro-static extrusion with back pressure” *International Journal of Materials Research* 103 (5): 580-589.
- [21] Kulczyk Mariusz, Pachla Wacek, Świdarska-Środa A., Krasilnikov N., Diduszko R., Mazur, Andrzej, Łojkowski W., Kurzydłowski, Krzysztof, J. 2006. „Combination of ECAP and Hydrostatic Extrusion for UFG microstructure generation in nickel”. *Solid State Phenomena* 114: 51-56.
- [10] Valiev, Ruslan, Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R., 1993. „Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation”. *Mater. Sci. Eng. A* 168:141–147.
- [11] Segal, Vladimir, M. 1995. „Materials processing by simple shear”. *Mater. Sci. Eng. A* 197 (2): 157–164.
- [12] Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji, Nobuhiro, Sakai Tomokazu. 1999. „Novel Ultra-high Straining Process for Bulk Materials-development of the Accumulative Roll-bonding (ARB) Process” *Acta Materialia* 47 (2): 579–583.
- [13] Pugh, H.L.D., 1970. *Mechanical Behaviour of Materials Under Pressure*. Amsterdam: Elsevier Publ.Co Ltd.
- [14] Pachla Wacek, Styczyński L. 1978 „Thermally activated structural changes during hydrostatic extrusion of aluminium and copper” PhD diss., Warsaw Technical University, Department of Mechanical Engineering.
- [15] Pachla, Wacek, Kulczyk, Mariusz, Świdarska-Środa, Anna, Lewandowska, Małgorzata, Garbacz H., Mazur, Andrzej, Kurzydłowski K.J. 2006. „Nanostructuring of metals by hydrostatic extrusion”. in “Proc. of 9th Int. Conf, on Metal Forming EMRS 20”, edited by. Juster, N., Rosochowski, A., 535-538, Kraków: Publ. House Akapit.
- [16] Romelczyk, Barbara, Kulczyk, Mariusz, Pakiela, Zbigniew 2012 „Microstructure and mechanical properties of fine-grained iron processed by hydro-extrusion”. *Archives of Metallurgy and Materials* 57(3): 883-887.
- [17] Brynk, Tomasz, Pakiela, Zbigniew, Kulczyk, Mariusz, Kurzydłowski, Krzysztof, J. 2013 „Fatigue crack growth rate in ultrafine-grained Al 5483 and 7475 alloys processed by hydro-extrusion” *Mechanics of Materials* 67: 46–52.
- [18] Lewandowska Małgorzata, Kurzydłowski Krzysztof, J., 2008 „Recent development in grain refinement by hydrostatic extrusion”. *Journal of Materials Science* 43: 7299-7306.
- [19] Lewandowska, Małgorzata, Krawczyńska, Agnieszka, T., Kulczyk, Mariusz, Kurzydłowski, Krzysztof, J., 2009 „Structure and properties of nano-sized Eurofer 97 steel obtained by hydrostatic extrusion”. *Journal of Nuclear Materials C* 386-388: 499-502.
- [20] Pachla, Wacek, Mazur, Andrzej, Skiba, Jacek, Kulczyk, Mariusz, Przybysz, Sylwia. 2012. „Development of high-strength pure magnesium and wrought magnesium alloys AZ31, AZ61, and AZ91 processed by hydro-static extrusion with back pressure” *International Journal of Materials Research* 103 (5): 580-589.
- [21] Kulczyk Mariusz, Pachla Wacek, Świdarska-Środa A., Krasilnikov N., Diduszko R., Mazur, Andrzej, Łojkowski W., Kurzydłowski, Krzysztof, J. 2006. „Combination of ECAP and Hydrostatic Extrusion for UFG microstructure generation in nickel”. *Solid State Phenomena* 114: 51-56.

- [22] Ansys simulation software. 2015. www.ansys.com
- [23] Kulczyk, Mariusz, Skiba Jacek, Pachla Wacek, 2014. „Microstructure and mechanical properties of AA5483 treated by a combination of ECAP and hydrostatic extrusion”. *Archives of Metallurgy and Materials* 59(1): 163-166.
- [24] Timoshenko Stephen. 1930. *Strength of Materials, Part II* Princeton: Van Nostrand.
- [25] Valiev, Ruslan, Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V., 2000. „Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation”. *Progress in Materials Science* 45(2): 103-190.
- [26] Świątkowski, Kazimierz, 2005. „Badania porównawcze własności materiałów modelowych uzyskiwanych różnymi metodami” *Rudy i Metale Nieżelazne*, 50(8): 448-451.
- [27] Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, Antti, Yang, D., Y., Micari, F., Lahoti, G., D., Groche, P., Yanagimoto, J., Tsuji, N. Rosochowski, A., Yanagida, A. 2008. „Severe plastic deformation (SPD) processes for metals”. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 57: 716-735.
- [28] Pachla, Wacek, Kulczyk, Mariusz, Przybysz, Sylwia, Skiba, Jacek, Wojciechowski, K., Przybysz, Mariusz, Topolski, K., Sobolewski, A., Charkiewicz, M. 2015. „Effect of severe plastic deformation realized by hydrostatic extrusion and rotary swaging on the properties of CP Ti grade 2” *Journal of Materials Processing Technology* 221: 255-268.
- [29] Clavmed. 2015. <http://www.clavmed.com>
- [30] Osteoplant. 2015. <http://www.osteoplant.com.pl/en/>
- [31] Inter-Metal. 2015. <http://www.inter-metal.com.pl>
- [32] ChM Ltd. 2015. <http://en.chm.eu/>
- [33] Zakład Inżynierii Spajania. 2015. Wydział Inżynierii Produkcji, Politechnika Warszawska.
- [34] Pachla Wacek, Skiba, Jacek, Kulczyk Mariusz, Przybysz Sylwia, Przybysz Mariusz, Wróblewska M., Diduszko R., Stępnik R., Bajorek J., Radomski M., Fąfara W. 2014. „Nanostructuring of 316L type austenitic stainless steels by hydrostatic extrusion” *Materials Science & Engineering A* 615: 116-127.
- [22] Ansys simulation software. 2015. www.ansys.com
- [23] Kulczyk, Mariusz, Skiba Jacek, Pachla Wacek, 2014. „Microstructure and mechanical properties of AA5483 treated by a combination of ECAP and hydrostatic extrusion”. *Archives of Metallurgy and Materials* 59(1): 163-166.
- [24] Timoshenko Stephen. 1930. *Strength of Materials, Part II* Princeton: Van Nostrand.
- [25] Valiev, Ruslan, Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V., 2000. „Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation”. *Progress in Materials Science* 45(2): 103-190.
- [26] Świątkowski, Kazimierz, 2005. „Badania porównawcze własności materiałów modelowych uzyskiwanych różnymi metodami” *Rudy i Metale Nieżelazne*, 50(8): 448-451.
- [27] Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, Antti, Yang, D., Y., Micari, F., Lahoti, G., D., Groche, P., Yanagimoto, J., Tsuji, N. Rosochowski, A., Yanagida, A. 2008. „Severe plastic deformation (SPD) processes for metals”. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 57: 716-735.
- [28] Pachla, Wacek, Kulczyk, Mariusz, Przybysz, Sylwia, Skiba, Jacek, Wojciechowski, K., Przybysz, Mariusz, Topolski, K., Sobolewski, A., Charkiewicz, M. 2015. „Effect of severe plastic deformation realized by hydrostatic extrusion and rotary swaging on the properties of CP Ti grade 2” *Journal of Materials Processing Technology* 221: 255-268.
- [29] Clavmed. 2015. <http://www.clavmed.com/>
- [30] Osteoplant. 2015. <http://www.osteoplant.com.pl/en/>
- [31] Inter-Metal. 2015. <http://www.inter-metal.com.pl/>
- [32] ChM Ltd. 2015. <http://en.chm.eu/>
- [33] Zakład Inżynierii Spajania. 2015. Wydział Inżynierii Produkcji, Politechnika Warszawska.
- [34]
- [35] +Pachla Wacek, Skiba, Jacek, Kulczyk Mariusz, Przybysz Sylwia, Przybysz Mariusz, Wróblewska M., Diduszko R., Stępnik R., Bajorek J., Radomski M., Fąfara W. 2014. „Nanostructuring of 316L type austenitic stainless steels by hydrostatic extrusion” *Materials Science & Engineering A* 615: 116-127.