

## Osiągnięcia

1. Opracowano wieloskalowe narzędzie informatyczne, pozwalające na modelowanie procesów rekrytalizacji stopów magnezu w procesie ciągnięcia drutów o średnicach 0.05-0.1 mm w podgrzewanych ciągnadłach.
2. W połączeniu z modelem MES procesu wieloprzestupowego ciągnięcia oraz z modelem utraty spójności materiału, opracowany model rekrytalizacji pozwolił na prognozę odnowienia plastyczności w zależności od temperatury i prędkości ciągnięcia oraz średnicy drutu.
3. Opracowany model został zweryfikowany na podstawie fizycznej symulacji procesu w skali makro za pomocą symulatora GLEEBLE oraz w skali mikro za pomocą urządzenia konstrukcji własnej do ciągnięcia cienkich drutów.
4. Na podstawie wykonanej analizy numerycznej opracowano parametry ciągnięcia oraz wyprodukowano drut o średnicy 0.05 mm.
5. Badania własności mechanicznych uzyskanych cienkich drutów wykazały wzrost charakterystyk wytrzymałościowych, proporcjonalny do zmniejszenia średnicy drutu, przy równoczesnej poprawie plastyczności materiału.

## Uzyskane wyniki

1. Zmodyfikowano kod MES Drawing2d w celu uwzględnienia osobliwości konstrukcji urządzenia do ciągnięcia w podgrzewanych ciągnadłach zaprojektowanego w AGH oraz procesów w skali mikro [1]. Wykonano symulacje MES wielo przestupowego procesu ciągnięcia w podgrzewanych ciągnadłach. Wysznięto hipotezę, że proces odnowienia plastyczności materiału drutu po przepuście jest proporcjonalny do stopnia rekrytalizacji materiału w komorze grzejnej. A zatem, opracowanie parametrów wieloprzestupowego ciągnięcia wykonywano przyjmując warunek uzyskania 100% rekrytalizacji materiału przed następnym przestupem [2].

2. Na podstawie wyników symulacji, wykonanych za pomocą zmodyfikowanego kodu MES Drawing2d wyznaczono temperaturowe i odkształceniowe warunki ciągnięcia, niezbędne do wykonania fizycznego modelowania ciągnięcia na symulatorze GLEEBLE 3800. Uzyskane zależności zmiany temperatury i odkształcenia w czasie odwzorują jeden przestup ciągnięcia oraz proces nagrzewania materiału przed następnym przestupem.

3. Opracowano model rekrytalizacji w skali makro. Ten model został zaimplementowany do programu MES Drawing2d.

Jako podstawę do opracowanie modelu mikrostruktury w niniejszym projekcie wykorzystano równania zaproponowane w publikacji [3]. Wstępna analiza wykazała, że w analizowanych procesach ciągnięcia stopów magnezu odkształcenia są niższe od odkształcenia krytycznego dla rekrytalizacji dynamicznej [2,4] i w dalszej części projektu modelowano tylko zjawiska statyczne. Kinetykę rekrytalizacji statycznej (SRX) opisuje równanie JMAK (Johnson, Mehl, Avrami, Kolmogorov) adaptowane przez Sellarsa [3] poprzez wprowadzenie czasu do 50% rekrytalizacji. Opisany model rekrytalizacji statycznej zawiera współczynniki, które zostały wyznaczone na podstawie badań doświadczalnych obejmujących próbę relaksacji naprężeń wykonaną na symulatorze termofizycznym GLEEBLE 3800. Badania zostały przeprowadzone w celu kalibracji modelu rekrytalizacji statycznej dla stopów MgCa08, Ax30, AL36 oraz Mg. W czasie prób próbka była nagrzewana do temperatury odkształcenia z prędkością 20°C/s, następnie wytrzymywana w tej temperaturze przez 5 s i odkształcana z prędkością odkształcenia 1 s<sup>-1</sup> do zadanego odkształcenia. Po odkształceniu próbka była trzymana między zablokowanymi kowadłami w temperaturze takiej jaka była w czasie odkształcenia. Prędkość odkształcenia spadała do zera a naprężenie zmniejszało się w wyniku zjawiska relaksacji. Zmiany naprężenia były mierzone i na podstawie tych pomiarów wyznaczono zmiany ułamka zrekrystalizowanego w funkcji czasu. Przeprowadzono 9 prób w temperaturach 250, 300 i 350°C dla odkształcenia 0.1, 0.2 i 0.3. Analiza zmian naprężenia pozwoliła na wyeliminowanie wpływu zdrowienia i wyznaczenie ułamka objętości zrekrystalizowanej, szczegóły tej procedury podane są w [5]. Kinetykę rekrytalizacji statycznej wyznaczoną z prób relaksacji naprężeń posłużyły do kalibracji modelu rekrytalizacji. Wyniki obliczeń zmian ułamka objętości zrekrystalizowanej porównano z danymi doświadczalnymi. Uzyskano dobrą zgodność między wynikami obliczeń i pomiarów w próbie relaksacji naprężeń [6,7].

4. Opracowanie modelu rekrytalizacji w skali mikro za pomocą metody automatów komórkowych. Implementacja modelu do programu MES Drawing2d.

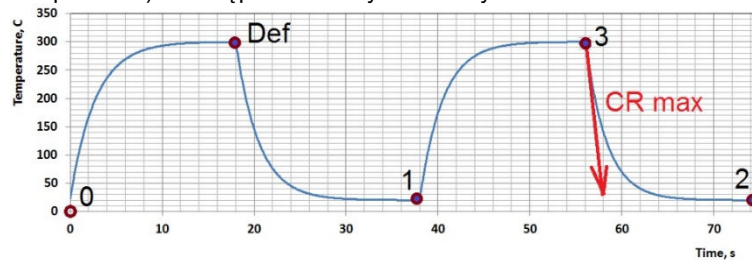
Opracowany model rekrytalizacji w skali macro pozwala na prognozowanie kinetyki rekrytalizacji rozpatrywanych stopów magnezu dla średnicy drutu, znacznie większej niż wymiary ziarna. Jednak, wyniki, otrzymane w pracach [1,8] pozwalają stwierdzić, że przy produkcji drutu o średnicy, porównywalnej ze średnicą ziarna zjawiska na poziomie mikrostruktury muszą być wzięte pod uwagę. W związku z tym wpływ średnicy ziarna na kinetykę rekrytalizacji był przedmiotem badań w skali mikro za pomocą metody automatów komórkowych (FCA-based model). Wyniki modelowania wykazały, że zmniejszenie średnicy drutu do wartości, porównywalnych z średnicą ziarna zwiększa czas rekrytalizacji. Na przykład, zmniejszenie średnicy drutu od 200 do 20 μm wydłuża czas rekrytalizacji o około 30% [9]. Otrzymane wyniki pozwoliły na wprowadzenie korekty do modelu rekrytalizacji w skali makro.

5. Opracowanie warunków fizycznej symulacji ciągnięcia na symulatorze GLEEBLE 3800 oraz wykonanie testów.

Warunki fizycznej symulacji wyznaczono na podstawie numerycznego modelowania jednego przestupu ciągnięcia drutu o średnicy 0.1 mm. Wartość odkształcenia wynosiła 0.182 a prędkość ciągnięcia 10 mm/s. Zmiany temperatury pokazano na rys.1. Wykonano badania stopów Ax30, Al36 oraz MgCa0.8. Każdy stop został

poddany dwóm wariantom obróbki:

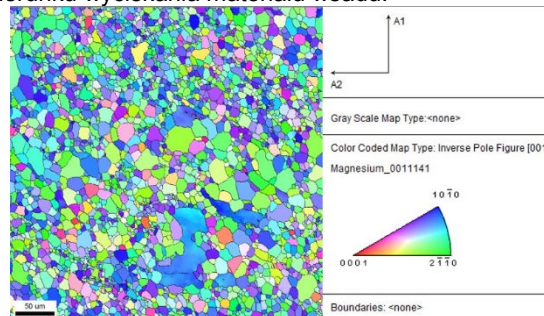
- Wariant 1: Nagrzewanie od punktu 0 do punktu Def, zadanie w tym punkcie odkształcenia 0.182, a następnie dalsze chłodzenie do punktu 1 według linii Def-1.
- Wariant 2: Powtórzenie warunków wariantu 1, ale w punkcie 1 ponowne nagrzewanie (analogicznie do linii 0-Def, tylko od punktu 1 do punktu 3) a następnie i maksymalnie szybkie chłodzenie.



Rys.1. Zmiana temperatury oraz odkształcenia w procesie fizycznego modelowania procesu ciągnięcia za pomocą symulatora GLEEBLE (Def - moment odkształcenia 0.182, 3 - moment zakończenia wyżarzania przed następnym przepustem).

6. Analiza metalograficzna wyników fizycznej symulacji, interpretacja tych wyników w formie przydatnej do kalibracji modelu rekrytalizacji.

Pierwszym etapem analizy metalograficznej była ocena materiału wsadowego. Wykonano analizę EBSD (rys.2) oraz statystyczną ocenę średnicy ziarna badanego materiału. Jak wynika z przeprowadzonych badań, dla analizowanych stopów największą powierzchnię zajmują ziarna o średnicy 10  $\mu\text{m}$ , orientacja krystalograficzna ziaren jest mocno ułożona w kierunku wyciskania materiału wsadu.



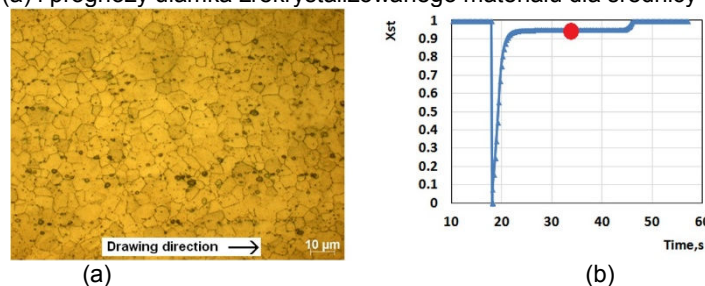
Rys. 2. Wyniki analizy EBSD próbki wsadowej ze stopu MgCa08.

Drugim etapem była ocena zmian strukturalnych po fizycznej symulacji. Wyniki analizy pokazały dobrą jakościową zgodność z modelem rekrytalizacji w skali makro. Dla stopu MgCa08, mikrostruktura w wariantie 1 składa się z większych ziaren i skupisk drobniejszych ziaren bardziej równoosiowych, które są wynikiem procesu rekrytalizacji. Obserwowane są także granice bliźniacze. W przypadku próbki stopu z wariantu 2 ziarna są równoosiowe o zbliżonej wielkości i ponadto ich rozmiar jest większy niż w przypadku wariantu 1. To może sugerować, że nastąpił rozrost ziarna podczas ponownego wyżarzania stopu. Analogiczne wyniki uzyskano drogą modelowania.

7. Modelowanie MES wykonanych testów, interpretacja wyników analizy metalograficznej.

Modelowanie MES fizycznej symulacji miało na celu walidację opracowanego modelu rekrytalizacji, jaki w tym celu został zaimplementowany do programu Qform w postaci kodu w języku Lua.

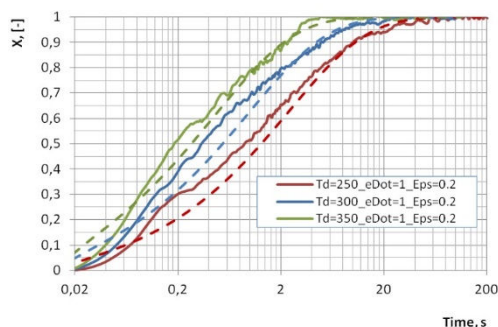
Natomiast modelowanie fizyczne w skali mikro było wykonane za pomocą urządzenia do ciągnięcia konstrukcji własnej. Analiza metalograficzna była wykonana dla drutów o średnicy od 0.913 mm do 0.05 mm, a prognoza rekrytalizacji była wykonana za pomocą opracowanego modelu. Na rys. 3 podano przykład wyników analizy struktury po ciągnięciu (a) i prognozy ułamka zrekrystalizowanego materiału dla średnicy 0,913 mm [7].



Rys. 3. Wyniki analizy mikrostruktury (a) i przewidywanie ułamka zrekrystalizowanego materiału (b) po pierwszym przepuszczeniu dla stopu MgCa08.

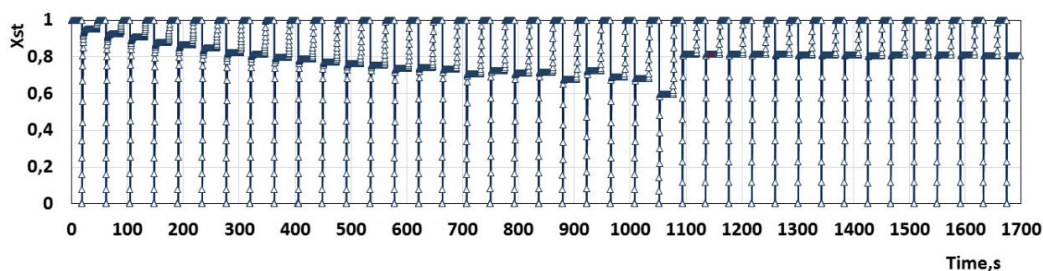
8. Kalibracja modeli rekrytalizacji w skalach makro i mikro w oparciu o dane analizy metalograficznej.

Do kalibracji modeli rekrytalizacji w skalach macro i mikro użyto krzywych relaksacji naprężen, uzyskanych podczas fizycznej symulacji ciągnienia na symulatorze GLEEBLE. Dokładny opis metodyki i wyników kalibracji można znaleźć w pracach [7] (skala makro) oraz [11,12] (skala mikro). Na rys. 4 pokazano przykładowe wyniki zmiany ułamka zrekrystalizowanego uzyskane w eksperymencie oraz za pomocą opracowanego modelu w skali makro po jego kalibracji.



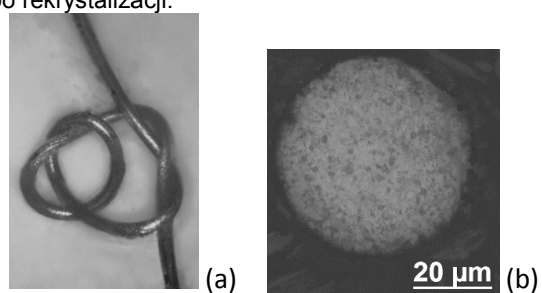
Rys. 4. Wyniki pomiarów (linie ciągłe) i obliczeń (linie przerywane) zmian ułamka objętości zrekrystalizowanej dla różnych temperatur i dla odkształcenia 0.2 (materiał - MgCa08).

9. Wykonanie symulacji procesu ciągnienia, dobór parametrów ciągnienia pozwalających na realizację procesu bez wyżarzania międzyoperacyjnego. Rozbudowa kodu MES o program do optymalizacji. Opracowany moduł do optymalizacji pozwala na wprowadzenie przedziału zmiany parametrów ciągnienia i wygenerowanie szeregu plików wsadowych do programu Drawing2d. Optymalizację wykonywano stosując kryterium pełnej rekrytalizacji materiału w ciągu technologicznym przy minimalizacji liczby przepustów. Opracowany schemat ciągnienia wykorzystuje wyciskany wsad o średnicy 1.0 mm. W celu otrzymania drutu 0.05 mm zaproponowano 40 przepustów z następującą zmianą średnic drutu (mm): 1.0 -> 0,913 -> 0,833 -> 0,761 -> 0,694 -> 0,634 -> 0,579 -> 0,528 -> 0,482 -> 0,44 -> 0,402 -> 0,367 -> 0,335 -> 0,306 -> 0,279 -> 0,255 -> 0,233 -> 0,212 -> 0,194 -> 0,177 -> 0,162 -> 0,147 -> 0,135 -> 0,123 -> 0,112 -> 0,1 -> 0,0955 -> 0,0912 -> 0,087 -> 0,0831 -> 0,0794 -> 0,0758 -> 0,0724 -> 0,0691 -> 0,0656 -> 0,063 -> 0,0601 -> 0,0574 -> 0,0548 -> 0,0524 -> 0,05. W przepustach 1-25 (do średnicy 0.1 mm) wydłużenie wynosi 1.2, natomiast dla pozostałych przepustów - 1,1. Wyniki modelowania dla wybranego schematu ciągnienia podano na rys. 5.



Rys. 5. Zmiana ułamka zrekrystalizowanego materiału po przepustach podczas ciągnienia według opracowanego schematu dla stopu MgCa08.

10. Wykonanie wielo przepustowego ciągnienia drutów do średnic 0.05-0.1 mm według opracowanych parametrów. Jako wsad zastosowano drut ze stopów MgCa08 i Ax30 o średnicy 1.0 mm, który otrzymano drogą wyciskania. Parametry procesu wyciskania opracowano za pomocą modelowania MES i optymalizacji wartości temperatury i prędkości wyciskania [10]. Parametry ciągnienia (prędkość ciągnienia, temperatura ciągnadła i komory wstępnej) odpowiadały wynikom symulacji komputerowej. W konsekwencji udało się uzyskać drut z rozpatrywanych stopów o średnicach w zakresie 0.05-1 mm o wysokiej jakości powierzchni oraz dobrych charakterystykach plastycznych. Na rys. 6 pokazano przykład drutu ze stopu MgCa08 o średnicy 0.05 mm po zawiązaniu w węzeł (taki test jest niezbędny w przypadku stosowania drutów jako nici chirurgiczne). Mikrostruktura drutu składa się z równoosiowych ziaren po rekrytalizacji.

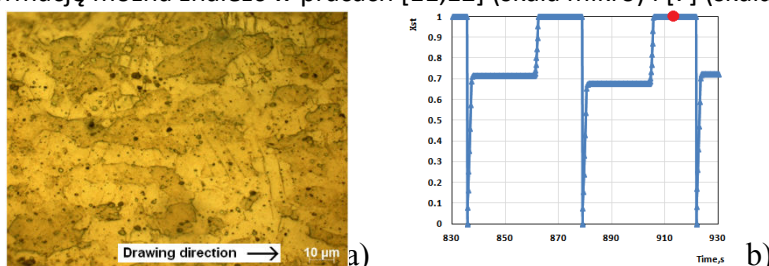


Rys. 6. Drut ze stopu MgCa08 o średnicy 0.05 mm po zawiązaniu w węzeł (a) oraz mikrostruktura przekroju (b).

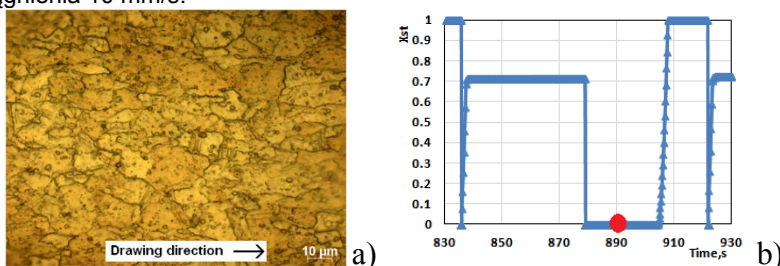
11. Analiza metalograficzna uzyskanych drutów, weryfikacja modelu rekrytalizacji.

Weryfikację modeli rekrytalizacji wykonano na podstawie porównania mikrostruktury drutu z wynikami obliczeń ułamka rekrytalizacji wykonanych za pomocą modelu w skali makro oraz cyfrowej mikrostruktury wygenerowanej przez model w skali mikro. W celu oceny wrażliwości modelu przeprowadzono specjalne doświadczenie, polegające na wykonaniu pewnych przepustów ciągnięcia w różnych warunkach. Na rys. 7 pokazano mikrostrukturę drutu po 21 przepuście ( $d = 0.147$  mm) oraz wyniki modelowania. Zarówno wyniki doświadczenia jak i modelowania wykazały pełną rekrytalizację po nagrzewaniu drutu w komorze wstępnej (moment analizy mikrostruktury oznaczono na rys. 7,b). Natomiast bezpośrednio po przepuście ułamek zrekrystalizowanego materiału wynosi około 0.7. Przeprowadzenie przepustu 21 w warunkach odkształcenia na zimno (rys. 8) pokazuje wydłużone mniejsze ziarna (co jest skutkiem odkształcenia i braku rekrytalizacji) oraz bliźniaki odkształcenia.

Szczególną informację można znaleźć w pracach [11,12] (skala mikro) i [7] (skala makro).



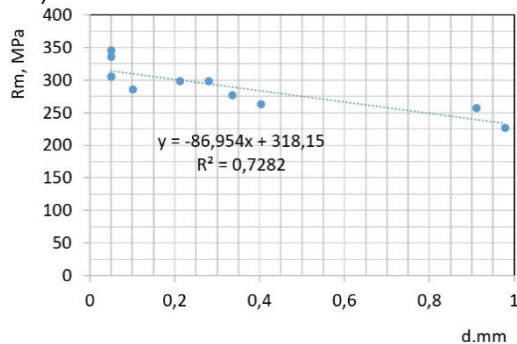
Rys. 7. Mikrostruktura drutu ze stopu MgCa08 po 21 przepuście po nagrzewaniu w komorze wstępnej (a) oraz przewidywanie ułamka zrekrystalizowanego materiału, średnica drutu 0.147 mm, temperatura w komorze grzejnej 350°C, prędkość ciągnięcia 10 mm/s.



Rys. 8. Mikrostruktura drutu ze stopu MgCa08 po 21 przepuście po nagrzewaniu w komorze wstępnej (a) oraz przewidywanie ułamka zrekrystalizowanego materiału, średnica drutu 0.147 mm, temperatura w komorze grzejnej 20°C, prędkość ciągnięcia 10 mm/s.

12. Badania własności mechanicznych uzyskanych drutów, analiza metalograficzna jakości powierzchni.

W związku z małymi średnicami otrzymanych drutów badania charakterystyk wytrzymałościowych wykonano za pomocą mikro maszyny konstrukcji własnej, z budowanej na bazie siłomierza AXIS FB50 z dokładnością pomiaru siły 0.01 N. Wyniki pomiaru granicy wytrzymałości drutów ze stopu MgCa08 podano na rys. 9. Dane dla średnic powyżej 0.5 mm uzyskano na maszynie wytrzymałościowej ZWICK. Uzyskane wyniki pozwalają stwierdzić, że granica wytrzymałości drutu wzrasta liniowo przy zmniejszaniu jego średnicy, przy czym nie następuje zmniejszenie plastyczności. Ten fakt jest związany z dużym stopniem odkształcenia materiału (początkowa średnica wlewka wynosiła 120 mm).



Rys. 9. Zależność granicy wytrzymałości drutu ze stopu MgCa08 od jego średnicy przy stosowaniu opracowanych parametrów ciągnięcia.

## Realizowane cele

Cel projektu sformułowano jako poznanie zjawisk zachodzących w mikrostrukturze odkształczanych stopów magnezu, w szczególności dotyczących procesów rekrytalizacji oraz odnowy plastyczności. W wyniku wykonania projektu opracowano

- model rekrytalizacji w skalach makro i mikro;
- wykonano eksperymentalne badania w skalach makro (stosując symulator GLEEBLE) oraz mikro (stosując urządzenie do ciągnięcia własnej konstrukcji) procesów rekrytalizacji stopów Mg w warunkach opracowanego procesu ciągnięcia;
- wykonano zaawansowaną analizę metalograficzną, pozwalającą na walidację opracowanych modeli rekrytalizacji;
- wykonano kalibrację modeli rekrytalizacji oraz wykorzystanie ich do opracowania parametrów procesu ciągnięcia drutów o średnicy 0.05 mm.

Na podstawie wykonanych badań udowodniono, że w rozpatrywanych warunkach ciągnięcia nie występuje dynamiczna rekrytalizacja (jak zakładano we wniosku), dlatego modelowano tylko procesy statycznej rekrytalizacji. Natomiast model dynamicznej rekrytalizacji był też opracowany i opublikowany [4].

## Wpływ na dyscyplinę

Zaproponowany i zrealizowany w projekcie zestaw badań pozwolił na opisanie podstawowych zjawisk dynamicznej i statycznej rekrytalizacji, zachodzących w wyrobach o wymiarach porównywalnych z elementami mikrostruktury ze stopów Mg nowej generacji do zastosowania na implanty resorbowalne. Opisanie tych zjawisk będzie kluczowe do wspomagania projektowania oraz wytwarzania mikro implantów z analizowanych biozgodnych stopów magnezu. Wyniki projektu pozwolą również na opracowanie procesów przeróbki plastycznej na gorąco biozgodnych stopów Mg na implanty o wymiarach porównywalnych z wymiarami ziarna (50  $\mu\text{m}$  i mniejszych), takich jak cienkie resorbowane nici chirurgiczne.

## Literatura

- [1] A. MILENIN, P. KUSTRA, D. BYRSKA-WÓJCIK, FEM-BEM code for the multiscale modeling and computer aided design of wire drawing technology for magnesium alloys, *Advanced Engineering Materials*, 16, 2014, 202–210.
- [2] A. MILENIN, P. KUSTRA, M. PIETRZYK, Physical and numerical modelling of wire drawing process of Mg alloys in heated dies accounting for recrystallization, *Key Engineering Materials*, 622-623, 2014, 651–658.
- [3] C.M. SELLARS, *Physical Metallurgy of Hot Working*, International conference of Hot Working and Forming Processes, The Metals Society, London, 1979, 3-15.
- [4] A. MILENIN, P. KUSTRA, M. PIETRZYK, Model MES procesu ciągnięcia w podgrzewanych ciągnadłach drutów ze stopów Mg z uwzględnieniem procesów rekrytalizacji w skali makro, *Hutnik Wiadomości Hutnicze*, 81, 2014, 7–10.
- [5] L.P. KARJALAINEN, J. PERTTULA, Characteristics of static and metadynamic recrystallization and strain accumulation in hot-deformed austenite as revealed by the stress relaxation method, *ISIJ International*, 36, 1996, 729-736.
- [6] A. MILENINA, P. KUSTRA, M. PIETRZYK, Multi pass wire drawing of Mg alloys in heated die with controlled recrystallization, *Proc. Conf. InterWire2015*, Wire Association International, Atlanta.
- [7] A. MILENIN, P. KUSTRA, D. BYRSKA-WÓJCIK, M. PIETRZYK, Physical and mathematical modeling of static recrystallization process in the wires of MgCa08 alloy after drawing in heated dies, *Computer Methods in Materials Science*, 15, 2015, (in press)
- [8] A. MILENIN, P. KUSTRA, M. KOPERNIK, The development and validation of a meso-scale numerical model of fracture in the biocompatible magnesium alloys during drawing of hyperfine wire, *Proc. Conf. Computational Fluid and Solid Mechanics*, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, USA, 2013
- [9] D.S. SVYETLICHNYY, A. MILENIN, P. KUSTRA AND V. PIDVYSOTS'KYY Modeling with FCA-based model of microstructure evolution in ultra-thin wires of MgCa08 alloy during hot drawing, *XIII Int. Conf. on Computational Plasticity. Fundamentals and Applications COMPLAS XIII*, Barcelona, 2015, p. 965-973.
- [10] A. MILENIN, M. GZYL, T. REC, B. PLONKA COMPUTER AIDED DESIGN OF WIRES EXTRUSION FROM BIOCOMPATIBLE Mg-Ca MAGNESIUM ALLOY, *Archives of Metallurgy and Materials*, 59, 2014, 551-556
- [11] D.S. SVYETLICHNYY, P. KUSTRA, A. MILENIN Modeling with FCA-based model of microstructure evolution of MgCa08 alloy during drawing of thin wire in heated die, *Archives of Metallurgy and Materials*, 60, 2015, 2721–2727.
- [12] D. S. SVYETLICHNYY, A three-dimensional frontal cellular automaton model for simulation of microstructure evolution – initial microstructure module, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 22, 2014, 085001-1–085001-19.