

UNIVERZITET U BEOGRADU
TEHNOLOŠKO-METALURŠKI FAKULTET

Ana B. Alil

**STRUKTURA I SVOJSTVA VIŠESLOJNIH
Al-Mg TRAKA DOBIJENIH HLADNIM
VALJANJEM**

doktorska disertacija

Beograd, 2018

UNIVERSITY OF BELGRADE
FACULTY OF TECHNOLOGY AND METALLURGY

Ana B. Alil

**STRUCTURE AND PROPERTIES
OF AI-Mg ALLOY SHEETS PRODUCED
BY ACCUMULATIVE ROLL BONDING**

Doctoral Dissertation

Belgrade, 2018

Mentor:

Dr. Miljana Popović, redovni profesor
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metallurški fakultet

Članovi komisije:

Dr. Endre Romhanji, redovni profesor u penziji
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metallurški fakultet

Dr. Tamara Radetić, naučni savetnik
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metallurški fakultet

Dr. Jelena Bajat, redovni profesor
Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metallurški fakultet

Dr. Zijah Burzić, naučni savetnik
Vojnotehnički institut, Beograd

Kandidat:

Ana Alil

Datum odbrane: _____

STRUKTURA I SVOJSTVA VIŠESLOJNIH Al-Mg TRAKA DOBIJENIH HLADNIM VALJANJEM

Rezime: Ispitivan je uticaj akumulativnog spajanja valjanjem (ARB postupak) i konvencionalnog hladnog valjanja (CR postupak) na mehanička i koroziona svojstva standardne AA5083 legure sa 4.2 mas. % Mg i modifikovane legure, sa sadržajem Mg od 5.1 mas.% i dodatkom 0.5 mas.% Zn. Rezultati ispitivanja jednoosnim zatezanjem pokazali su da dolazi do značajnog povećanja parametara čvrstoće i smanjenja izduženja nakon svakog ARB provlaka i sa porastom stepena deformacije CR postupkom. Pokazana je prednost ARB postupka nad klasičnim postupkom hladnog valjanja obzirom da se mogu postići veći stepeni deformacije i veća rafinacija strukture. Pokazano je da povišen sadržaj Mg doprinosi porastu čvrstoće, dok se potencijal za ojačavanje i koroziona otpornost smanjuju. Viši nivo čvrstoće CR traka rezultat je veće gustine dislokacija i izraženijeg deformacionog ojačavanja zbog intenzivnije interakcije dislokacija kod konvencionalnog valjanja u odnosu na ARB postupak. Rezultati testa gubitka mase (NAMLT) pokazali su otpornost jednoslojnih CR i višeslojnih ARB traka ispitivanih legura prema intergranularnoj koroziji (IGC) u deformisanom stanju. Međutim, nakon 7 dana senzitizacije na 100 i 150 °C, CR uzorci AA5083 legure postaju osetljivi, dok ARB uzorci ostaju otporni prema IGC. Za razliku od standardne legure, CR i ARB trake modifikovane legure pokazale su veliku osetljivost prema IGC nakon tretmana senzitizacije. Osetljivost prema IGC u korelaciji je sa različitom morfologijom i raspodelom β -faze (Mg_2Al_3) istaložene tokom senzitizacije. Otkriveno je da postojanje smičajnih traka usled intenzivne plastične deformacije u višeslojnoj ARB strukturi, i pasivnog filma između slojeva doprinosi povoljnoj raspodeli β -faze u strukturi otpornih ARB uzorka što su potvrdili i rezultati elektrohemihskih ispitivanja. U slučaju IGC osetljivih CR uzorka, velika količina β -faze istaložena je duž granica zrna. Elektrohemihski parametri su u dobroj korelaciji sa rezultatima NAML testa, koji su potvrdili prednost ARB višeslojne strukture u odnosu na konvencionalno hladno valjanu, i ustanovljeno je da ARB postupak ima realnu mogućnost praktične industrijske primene za izradu višeslojnih traka jer omogućava transformaciju Al-Mg legura u materijale novih, poboljšanih svojstava.

Ključne reči: Al-Mg legura, hladno valjanje, akumulativno spajanje valjanjem, mehanička svojstva, intergranularna korozija, β -faza

Naučna oblast : Metalurško inženjerstvo

STRUCTURE AND PROPERTIES OF Al-Mg ALLOY SHEETS PRODUCED BY ACCUMULATIVE ROLL BONDING

Summary: Influence of accumulative roll bonding (ARB) and conventional cold rolling (CR) on the mechanical and corrosion properties of an AA5083 type alloy with 4.2 wt% Mg and a modified alloy with 5.1 wt% Mg and addition of 0.5 wt% Zn was studied. Tensile tests showed significant increase in strength and a decrease in elongation after each ARB deformation and cold rolling reductions. The advantage of ARB processing over conventional cold rolling was due to the possibility to achieve high degree of deformation and a grain structure refinement. Higher Mg content in a modified AA5083 alloy contributed significantly to the increase in strength, while strain hardening potential and corrosion resistance were reduced. The higher strength level of cold rolled material was attributed to higher dislocation density and the hardening effect due to more intensive dislocation interactions compared to ARB processed material. Results of nitric acid mass loss test (NAMLT) revealed that cold rolled (CR) monometal and ARB processed multilayered specimens were resistant toward intergranular corrosion (IGC) in as-deformed state. However, after 7 days of sensitization at 100 and 150 °C, CR material of AA5083 alloy became IGC sensitive, while ARB specimens stayed resistant. On the other hand, both cold rolled and ARB processed specimens of a modified alloy became IGC susceptible after sensitization. IGC susceptibility of the tested alloys can be correlated with different morphology and distribution of β -phase (Mg_2Al_3) precipitated during sensitization. It was found that an extensive shear banding within ARB multilayered structure and the existence of passive film between the layers contributed a favorable distribution of β -phase in the structure of IGC resistant ARB specimens. In case of IGC susceptible cold rolled specimens, large amount of β -phase precipitated preferentially along the elongated grain boundaries. Electrochemical parameters were in a good correlation with the results of NAMLT tests, which in turn, confirmed the superiority of ARB multilayered structure over conventional cold rolled structure in terms of IGC susceptibility and corrosion stability.

Key words: Al-Mg alloy, cold rolling, accumulative roll bonding (ARB), mechanical properties, intergranular corrosion (IGC), β -phase

Research field: Metallurgical Engineering

Sadržaj:

UVOD.....	1
1. Pregled literature	4
1.1 Al-Mg legure	4
1.1.1 Rastvarajuće ojačavanje	4
1.1.2 Deformaciono ojačavanje.....	7
1.1.3 Ojačavanje smanjenjem veličine zrna	9
1.2 Nekovencionalni postupci termomehaničke prerade	11
1.3 Akumulativno spajanje valjanjem (ARB postupak)	13
1.3.1 Generalni principi.....	13
1.4 Uticaj procesnih parametara na ARB postupak	18
1.4.1 Stepen redukcije	18
1.4.2 Temperatura i brzina valjanja.....	20
1.4.3 Prečnik valjaka	21
1.4.4 Lubrikant	21
1.4.5 Stanje površine	22
1.5 Smicajna deformacija u toku ARB procesiranja.....	23
1.6 Struktura zrna.....	25
1.7 Mehaničke osobine Al-legura procesiranih ARB postupkom	30
1.8 Koroziono ponašanje Al-Mg legura	32
1.8.1 Senzitizacija	33
1.8.2 Koroziono ponašanje Al-legura sa UFG strukturom.....	33
1.9 Poređenje ARB postupka sa ostalim nekonvencionalnim postupcima prerade....	35
2. Eksperimentalni deo	37
2.1 Materijal i procesiranje	37
2.1.1 Hemski sastav.....	37
2.1.2 Priprema toplo valjanih traka za ARB procesiranje	37
2.2 Postupak akumulativnog spajanja valjanjem.....	39
2.3 Proizvodnja monometala konvencionalnim hladnim valjanjem.....	42
2.4 Senzitizacija	45
2.5 Metode karakterizacije.....	46

2.5.1 Merenje električne otpornosti.....	46
2.5.2 Mikrostruktura.....	48
2.5.2.1 Optička mikroskopija.....	48
2.5.2.2 Skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM)	50
2.5.2.3 Fraktografska analiza.....	51
2.5.3 Mehaničke osobine	52
2.5.3.1 Tvrdoća	52
2.5.3.2 Ispitivanje jednoosnim zatezanjem.....	52
2.5.4 Koroziona ispitivanja	54
2.5.4.1 Ispitivanje osetljivosti prema intergranularnoj koroziji (IGC)	54
2.5.4.2 Elektrohemijksa ispitivanja - određivanje brzine korozije	55
3. Rezultati i diskusija.....	59
3.1 Karakterizacija toplo valjanih ploča	59
3.1.1 Standardna legura AA5083	59
3.1.2 Modifikovana AA5083+Zn legura	65
3.2 Procesiranje standardne AA5083 legure.....	73
3.2.1 Višeslojne trake legure AA5083 dobijene ARB postupkom.....	73
3.2.1.1 Karakteristike ARB procesiranja legure AA5083	73
3.2.1.2 Mikrostruktura ARB višeslojnih traka AA5083 legure	77
3.2.1.3 Mehanička svojstva ARB višeslojnih traka AA5083 legure	80
3.2.1.4 Fraktografska ispitivanja ARB višeslojnih traka AA5083 legure	84
3.2.2 Konvencionalno hladno valjanje AA5083 legure	86
3.2.2.1 Mikrostruktura jednoslojnih hladno valjanih traka legure AA5083	88
3.2.2.2 Električni otpor višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka AA5083 legure	91
3.2.2.3 Mehanička svojstva višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka AA5083 legure	93
3.3 Procesiranje modifikovane AA5083+Zn legure	99
3.3.1 Višeslojne trake legure AA5083+Zn dobijene ARB postupkom	99
3.3.1.1 Karakteristike ARB procesiranja legure AA5083+Zn	99
3.3.1.2 Mikrostruktura ARB višeslojnih traka AA5083+Zn legure	103
3.3.1.3 Mehanička svojstva ARB višeslojnih traka AA5083+Zn legure	105
3.3.2 Konvencionalno hladno valjanje AA5083+Zn legure.....	109

3.3.2.1 Mikrostruktura jednoslojnih hladno valjanih traka modifikovane legure AA5083+Zn.....	110
3.3.2.2 Električni otpor višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka modifikovane AA5083+Zn legure	111
3.3.2.3 Mehanička svojstva višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka modifikovane AA5083+Zn legure	113
3.4 Uticaj hemijskog sastava na procesiranje	118
3.4.1 Uticaj hemijskog sastava na električni otpor višeslojnih i jednoslojnih traka	118
3.4.2 Uticaj hemijskog sastava na tvrdoću višeslojnih i jednoslojnih traka.....	122
3.4.3 Uticaj hemijskog sastava na zatezne karakteristike višeslojnih i jednoslojnih traka	123
3.4.4 Uticaj hemijskog sastava na nivo ojačavanja višeslojnih i jednoslojnih traka	126
3.4.5 Uticaj hemijskog sastava na sposobnost deformacionog ojačavanja višeslojnih i jednoslojnih traka	128
3.5 Koroziono ponašanje	131
3.5.1 Intergranularna korozija standardne AA5083 legure	131
3.5.1.1 Rezultati NAML testa.....	131
3.5.1.2 Uticaj senzitizacionog žarenja na električni otpor.....	135
3.5.1.3 Uticaj senzitizacionog žarenja na udeo izdvojene β -faze	137
3.5.1.4 Uticaj senzitizacionog žarenja na mikrostrukturu AA5083 legure.....	138
3.5.1.5 Mikrostruktura višeslojnih i jednoslojnih traka AA5083 legure posle NAML testa	146
3.5.1.6 Određivanje brzine korozije elektrohemijskim metodama.....	148
3.5.2 Intergranularna korozija modifikovane AA5083+Zn legure.....	153
3.5.2.1 Rezultati NAML testa.....	153
3.5.2.2 Uticaj senzitizacionog žarenja na električni otpor.....	158
3.5.2.3 Uticaj senzitizacionog žarenja na udeo izdvojene β -faze	158
3.5.2.4 Uticaj senzitizacionog žarenja na mikrostrukturu AA5083+Zn legure	163
3.5.2.5 Makroizgled višeslojnih traka AA5083+Zn legure posle NAML testa	166
4. Zaključak	168
Literatura	173

UVOD

Al-Mg legure predstavljaju tradicionalne legure koje imaju široku primenu u automobilskoj industriji, građevinarstvu, brodogradnji, zatim, u industriji transportnih sredstava, za izradu vagona, cisterni, kriogenih sudova, itd. Povoljan odnos čvrstoće i duktilnosti, dobra sposobnost oblikovanja, zavarljivost i koroziona postojanost čine ih pogodnim za primenu u oblastima, gde je potrebno da legure poseduju kombinaciju ovih svojstava [1]. Sa jedne strane, Al-Mg legure imaju veliku perspektivu za primenu u industriji transportnih sredstava, koja se ogleda u mogućnosti smanjenja težine konstrukcije, smanjenju potrošnje goriva i poboljšanju voznih karakteristika, ali se javljaju i sve strožiji zahtevi koje ove legure treba da ispune, kao što su porast čvrstoće, sposobnost oblikovanja i koroziona otpornost. Ekomska isplativost i ekološko unapređenje su takođe važni aspekti, koji direktno utiču na zahteve za razvoj i osvajanje novih Al-Mg legura. Iako postoji veliki broj literaturnih podataka o strukturi, svojstvima i deformacionom ponašanju Al-Mg legura različitog hemijskog sastava, postoji stalni interes za razvojem novih procesnih tehnika i za modifikacijom hemijskog sastava standardnih Al-Mg legura koji mogu zadovoljiti tržišne zahteve.

Generalno, Al-Mg legure pripadaju grupi Al-legura za deformaciju, koje ne ojačavaju termičkim taloženjem, već mehanizmom rastvarajućeg ojačavanja, koje se postiže zahvaljujući prisustvu supstitucijski rastvorenih atoma Mg u čvrstom rastvoru Al, i deformacionog ojačavanja, koje nastaje usled uticaja Mg na kretanje dislokacija u toku deformacije. Zahvaljujući efektima rastvarajućeg ojačavanja usled prisustva Mg, velikoj sposobnosti deformacionog ojačavanja, dobrog odnosa čvrstoće i duktilnosti, interes za povećanjem sadržaja Mg u ovim legurama se povećava, čime se može povećati čvrstoća Al-Mg legura. Međutim, povećanje sadržaja Mg u leguri preko 3 mas. % dovodi do narušavanja korozione postojanosti i povećanja sklonosti prema intergranularnoj i naponskoj koroziji [1,2]. Istraživanja su pokazala da se dodatni efekti ojačavanja mogu postići kontrolom veličine zrna, odnosno da je za postizanje većih efekata u pogledu poboljšanja osobina materijala potrebno izvršiti značajno usitnjavanje strukture, što je zainteresovalo mnoge istraživače i inženjere, i dovelo do razvoja novih postupaka intenzivne plastične deformacije.

Najpoznatiji nekonvencionalni postupci prerade intenzivnom plastičnom deformacijom, koji se koriste za ojačavanje rafinacijom strukture su: ECAP presovanje (*engl. Equal Channel Angular Pressing*), deformacija uvijanjem pod velikim pritiskom (*engl. High Pressure Torsion*), ARB postupak spajanja valjanjem (*engl. Accumulative Roll Bonding*) i asimetrično valjanje (*engl. Asymmetric Rolling*). Kod navedenih postupaka prerade, rafinacija strukture nastaje kao posledica postignutih ultra velikih stepena plastične deformacije ($\epsilon > 4$), pri čemu se postiže ultra finozrna struktura, sa veličinom zrna od $0.1\text{-}5 \mu\text{m}$, ili nano struktura, sa veličinom zrna $< 100 \text{ nm}$.

Razvoj nekonvencionalnih postupaka intenzivne plastične deformacije, u najvećem broju slučajeva uključuje skupu i složenu prateću opremu i alate, kao i ograničenu količinu dobijenog materijala. U odnosu na takve postupke, akumulativno spajanje valjanjem (ARB postupak) poseduje niz prednosti, jer omogućava proizvodnju masivnih komada, u obliku višeslojnih limova i traka, i pruža mogućnost za uvođenje u industrijsku proizvodnju, bez dodatnih zahteva za pratećom opremom, i konstrukcijom složenih i skupih alata. ARB postupak izvodi se na klasičnom valjačkom stanu, i zasniva se na spajanju valjanjem dva uzorka iste debljine, sečenju uzorka na pola posle valjanja, ponovnom spajanju i daljoj deformaciji valjanjem. Osnovna karakteristika ovog postupka je da konačna debljina uzorka ostaje ista nakon procesa valjanja i spajanja, tako da se operacija sečenje-spajanje-deformacija valjanjem može ponavljati neograničen broj puta, u zavisnosti od kapaciteta materijala za ojačavanje. Na ovaj način, ostvaruje se veliki ukupni stepen deformacije, koji nije moguće postići u procesu klasične prerade valjanjem. Rezultat višestrukog ponavljanja postupka valjanja i spajanja je mogućnost dobijanja višeslojnih traka koje imaju jedinstvenu kombinaciju svojstava, koja se postiže zahvaljujući razvoju mikrostrukture, aktiviranju različitih mehanizama deformacije i ojačavanja.

Dosadašnja istraživanja akumulativnog spajanja valjanjem Al-Mg legura (sa sadržajem Mg od 2.2-4.0 mas%) uglavnom su se odnosila na ARB procesiranje na povišenim temperaturama, pri čemu je postignuta ultra finozrna struktura sa veličinom zrna od $0.1\text{-}0.4 \mu\text{m}$. Zbog toga je, motivaciju za naučno istraživanje u okviru ove

doktorske disertacije, predstavljalo proučavanje mogućnosti akumulativnog spajanja valjanjem na sobnoj temperaturi Al-Mg legura sa $> 4\%$ Mg, i dodatkom Mn, Zn i dr., koje su proizvedene u industrijskim uslovima u Valjaonici aluminijuma Impol Seval u Sevojnu. Ispitivane su Al-Mg legure sa sadržajem Mg $> 4\%$, jer je očekivan veći potencijal za ojačavanje u toku ARB procesiranja na sobnoj temperaturi, sa povećanjem sadržaja Mg, kao i sa povećanjem stepena ARB deformacije. U okviru ove doktorske disertacije ispitivan je razvoj mikrostrukture u zavisnosti od ostvarenog stepena deformacije u toku ARB postupka, kao i od sadržaja legirajućih elemenata. Procesiranje je izvršeno i konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, pri čemu su proizvedene jednoslojne trake, u cilju poređenja i uspostavljanja korelacije između mikrostrukture, odnosno rafinacije strukture, i mehaničkih svojstava ispitivanih Al-Mg legura procesiranih ARB postupkom i klasičnim hladnim valjanjem. Pošto je jedan od važnih aspekata za primenu Al-Mg legura u konstrukcijama transportnih sredstava dobra koroziona postojanost, jedan deo istraživanja posvećen je korozionim ispitivanjima, odnosno ispitivanjima uticaja mikrostrukture koja se formira u toku ARB procesiranja i u toku konvencionalnog hladnog valjanja, na otpornost prema intergranularnoj koroziji. Naime, detaljnim pregledom literature je utvrđeno da je veoma malo pažnje posvećeno proučavanju korozionog ponašanja Al-Mg legura koje su procesirane velikim stepenima deformacije, u uslovima koji su izvan konvencionalnih uslova prerade.

Zbog toga je osnovni cilj istraživanja u okviru ove doktorske disertacije bio da se ispita uticaj ARB postupka spajanja valjanjem, i ostvarenih velikih stepena deformacije, zatim uticaj načina procesiranja (ARB postupak i konvencionalni postupak hladnog valjanja), kao i hemijskog sastava (povećan sadržaj Mg i dodatak Zn) na razvoj mikrostrukture, mehanička svojstva i koroziono ponašanje ispitivanih Al-Mg legura. Jedan od važnih ciljeva bio je da se uspostavi korelacija izmedju mikrostrukture i mehaničkih, odnosno korozionih svojstava višeslojnih Al-Mg traka dobijenih ARB postupkom, i da se izvrši poređenje sa svojstvima jednoslojnih Al-Mg traka dobijenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja.

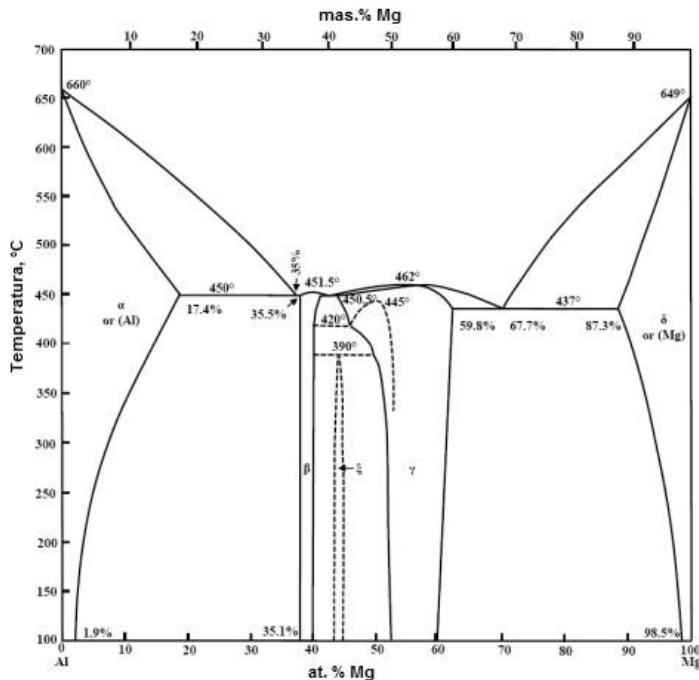
1. Pregled literature

1.1 Al-Mg legure

Al-Mg legure pripadaju seriji 5xxx, tj. grupi Al-legura za deformaciju, koje ne ojačavaju termičkim taloženjem. Tradicionalne Al-Mg legure za deformaciju sadrže najčešće do 5.5 mas.% Mg, dok je sadržaj ostalih elemenata (Mn, Fe, Si, Cu, Cr, itd.) ograničen do ukupno 1 mas. %. Osnovni mehanizmi ojačavanja Al-Mg legura su rastvarajuće ojačavanje i deformaciono ojačavanje. Prisustvo Mg usled efekta rastvarajućeg ojačavanja najviše doprinosi porastu čvrstoće, dok drugi legirajući i prateći elementi zbog ograničene rastvorljivosti manje utiču na povećanje čvrstoće od Mg, ali imaju značajnu ulogu na promene u strukturi, utiču na kontrolu veličine zrna, na fizička svojstva i korozionu postojanost. Obzirom da se pred Al-Mg legure postavljaju sve strožiji zahtevi u pogledu poboljšanja mehaničkih i korozionih osobina, kao direktna posledica primene u industriji, dodatni efekti ojačavanja se mogu postići i kontrolom veličine zrna, odnosno veći efekti u pogledu poboljšanja osobina materijala postižu se usitnjavanjem strukture, tj. smanjenjem veličine zrna.

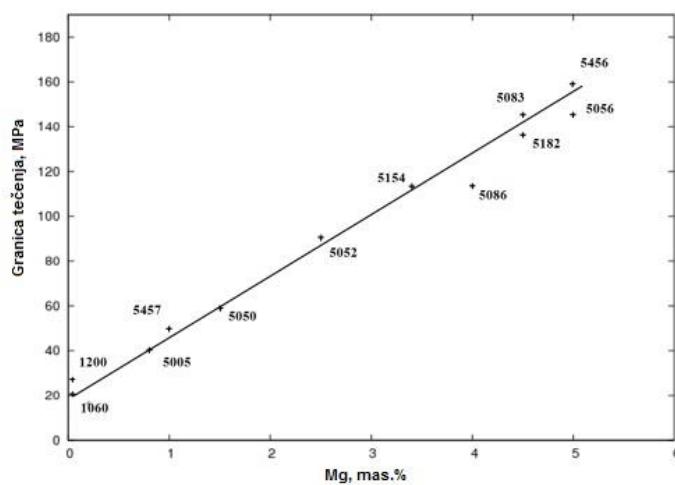
1.1.1 Rastvarajuće ojačavanje

Na slici 1.1 prikazan je ravnotežni Al-Mg dijagram stanja, koji pokazuje značajnu rastvorljivost Mg na povišenim temperaturama, dok na sobnoj temperaturi rastvorljivost Mg u čvrstom rastvoru aluminijuma iznosi svega 1.9 mas. %. Legure, sa sadržajem Mg većim od 2 mas. %, na sobnoj temperaturi obrazuju presičeni čvrsti rastvor i, u temperaturnom intervalu od sobne do 450°C može doći do izdvajanja Mg u obliku ravnotežne β -faze (Al_3Mg_2 ili Al_8Mg_5), koja je anodna u odnosu na osnovu aluminijuma, što kod legura sa sadržajem $\text{Mg} > 3$ mas. % može uzrokovati pojavu osetljivosti prema koroziji.



Slika 1.1 Ravnotežni dijagram stanja Al-Mg [3].

Magnezijum, kao osnovni legirajući element koji se supstitucijski rastvara u čvrstom rastvoru aluminijuma, najviše doprinosi rastvarajućem ojačavanju u Al-Mg legurama pri čemu dodatak 1 mas. % Mg u čvrstom rastvoru doprinosi povećanju čvrstoće do ~34 MPa u odnosu na čvrstoću aluminijuma. Čvrstoća Al-Mg legura raste, proporcionalno sadržaju Mg, upravo zahvaljujući efektu rastvarajućeg ojačavanja (slika 1.2).



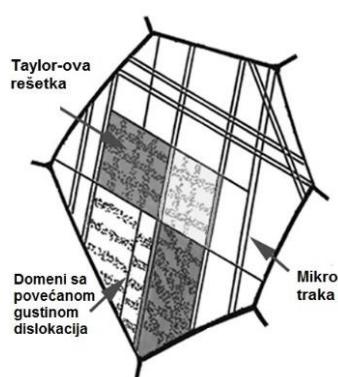
Slika 1.2 Uticaj sadržaja Mg na granicu tečenja tradicionalnih Al-Mg legura [3].

Rastvarajuće ojačavanje nastaje usled interakcije dislokacija sa supstitucijski rastvorenim atomima Mg u čvrstom rastvoru aluminijuma. Razlika u atomskim prečnicima Mg i Al (prečnik atoma Mg je veći za 12% od prečnika Al), razlika između njihovih konstanti elastičnosti kao i različitim valencijama ovih atoma prouzrokuje značajnu distorziju kristalne rešetke aluminijuma, što dovodi do ojačavanja [1]. Rastvoreni atomi Mg, kao i dislokacije, izazivaju pojavu elastičnih naprezanja u rešetki. Da bi se smanjila unutrašnja energija rešetke, rastvoreni atomi Mg koji su smešteni uglavnom u jezgru dislokacija ispod klizne ravni, interaguju sa njima u toku deformacije. Interakcija supstitucijskih atoma Mg sa dislokacijama može se odvijati u statičkim uslovima kada se rastvoreni atomi okupljaju oko dislokacija obrazujući Cotrell-ove atmosfere, ili u dinamičkim uslovima kada rastvoreni atomi reaguju sa dislokacijama koje se pod uticajem spoljnog naprezanja kreću po ravnima klizanja. Rastvoreni atomi Mg formiraju nakupine na greškama u redosledu, odnosno između parcijalnih dislokacija i predstavljaju prepreke za poprečno klizanje. Da bi došlo do kretanja dislokacija oko kojih su obrazovane atmosfere rastvorenih atoma, ili koje su stupile u interakciju sa rastvorenim atomima, potrebno je primeniti veće naprezanje što dovodi do ojačavanja i povećanja nivoa naprezanja u toku deformacije.

Ostali legirajući elementi nemaju toliki uticaj na rastvarajuće ojačavanje Al-Mg legura upravo zbog niskog sadržaja u Al-Mg legurama. Na primer, najveći uticaj na ojačavanje Al-Mg legura ima Mn kada je prisutan u čvrstom rastvoru [1, 2], ali, njegova količina u Al-Mg legurama iznosi samo 0.4-1.0 mas.% Mn, od čega se u čvrstom rastvoru nalazi ispod 0.3 mas. % Mn. Cu i Si reaguju sa atomima Mg, tako što grade nerastvorne faze Al-Cu-Mg i Mg-Si, zbog čega se sadržaj Mg u čvrstom rastvoru, a samim tim i stepen rastvarajućeg ojačavanja, smanjuje. Zbog toga je njihov sadržaj ograničen u Al-Mg legurama, na 0.3 mas. % za Cu, i na 0.2 mas. % za Si [1-3].

1.1.2 Deformaciono ojačavanje

Deformaciono ojačavanje predstavlja najvažniji mehanizam ojačavanja Al-Mg legura. Najveći efekat ojačavanja postiže se u toku hladne deformacije kada dolazi do značajnog povećanja gustine dislokacija [1, 2]. Rastvoren atomi Mg imaju veliki uticaj na pokretljivost dislokacija u toku deformacije, čime se obezbeđuje značajan kapacitet za deformaciono ojačavanje ovih legura, obzirom da dolazi do obrazovanja gustih dislokacionih spletova u strukturi, pri čemu se slobodna putanja za kretanje dislokacija smanjuje, a čvrstoća raste [1-3]. U prisustvu rastvorenih atoma Mg gustoća dislokacija značajno raste u toku deformacije i povećava se za nekoliko redova veličine u odnosu na nedeformisano stanje. U toku deformacije Al-Mg legura, zbog interakcije dislokacija sa rastvorenim atomima Mg, dominira planarno klizanje, i u toku deformacije, zbog otežanog poprečnog klizanja, ne obrazuje se čelijska substruktura, već struktura sa povećanom gustoćom dislokacija, koje su prividno ravnomerno raspoređene [2]. Pri velikom sadržaju Mg, tendencija ka obrazovanju čelijske substrukture je otežana, jer se sa dodatkom Mg smanjuje energija greške u redosledu, pokretljivost praznina je mala, pa su i procesi dinamičkog oporavljanja i poništavanja dislokacija (koji su potrebni za obrazovanje čelijske substrukture), zanemarljivi. Dislokacije obrazuju kompleksnu substrukturu, i raspoređene su tako da obrazuju Taylor-ovu rešetku, mikrotrake i granice domena sa povećanom gustoćom dislokacija (DDW) (sl.1.3).



Slika 1.3 Šematski prikaz razvoja dislokacione strukture u toku deformacije

Al-Mg legura [2].

Dislokaciona substruktura Al-Mg legura u najvećoj meri zavisi od prisustva rastvorenih atoma Mg u čvrstom rastvoru, ali i od prisutnih sekundarnih faza na bazi Mg i Mn. Atomi Mg se okupljaju oko jezgra dislokacija ili se grupisu u nakupine čime blokiraju njihovo kretanje. Takođe, velika razlika u atomskim prečnicima Mg i Al utiče na smanjenje pokretljivosti i otežava raspodelu dislokacija. Kao posledica interakcije rastvorenih atoma Mg sa dislokacijama, pri deformaciji legura iz sistema Al-Mg, nakon dostizanja nekog kritičnog stepena plastične deformacije na krivama deformacije moguća je pojava diskontinuiteta. Pojava diskontinuiteta se ogleda u pravilnom, manjem ili većem povećanju i smanjenju naprezanja, i naziva se diskontinuirano popuštanje (DP). Jedan od modela koji opisuju ovu pojavu je Cottrell-ov model po kome DP počinje kada se brzina kretanja rastvorenih atoma i dislokacija izjednače. U jednom trenutku koncentracija rastvorenih atoma oko dislokacija postaje dovoljna da u potpunosti blokira kretanje dislokacija. Broj pokretnih dislokacija se naglo smanjuje, zbog čega se brzina preostalih pokretnih dislokacija naglo povećava, što je praćeno povećanjem naprezanja. Međutim po dostizanju naprezanja pri kome se blokirane dislokacije oslobađaju, ili se stvaraju nove mehanizmom umnožavanja, povećava se broj pokretnih dislokacija pri čemu se naprezanje smanjuje. Ovo naizmenično povećanje i smanjenje naprezanja izaziva pojavu diskontinuiteta na krivoj ojačavanja [1-3].

Razvoj mikrostrukture u toku hladnog valjanja

Kod Al-Mg legura, razvoj deformacione strukture i substrukture prvenstveno zavisi od interakcije rastvorenih atoma Mg i dislokacija u toku deformacije. Pri veoma malim stepenima deformacije <10%, dolazi do povećanja dislokacija u strukturi. Pri srednjim stepenima kada je redukcija pri hladnom valjanju 10-40%, u strukturi se mogu zapaziti deformisana zrna koja su izdužena u pravcu valjanja, što može biti praćeno obrazovanjem deformacionih traka. Pri hladnom valjanju sa većim stepenima redukcije, od 40% do 70%, deformacija je i dalje lokalizovana i nehomogena i dolazi do progresivnog stvaranja smicajnih traka u svakom zrnu. Sa povećanjem stepena deformacije broj smicajnih traka raste, one se grupisu i napreduju kroz granice zrna tako da se prostiru kroz nekoliko zrna. Kada je stepen deformacije pri hladnom valjanju u intervalu od 70-90%, broj smicajnih traka se povećava, nastaju makro-smicajne trake, a zrna postaju sve izduženija u pravcu valjanja [3-5].

1.1.3 Ojačavanje smanjenjem veličine zrna

Granice zrna predstavljaju efikasne prepreke za kretanje dislokacija, jer razlika u orijentaciji dva susedna zrna predstavlja osnovni razlog zbog koga dislokacije ne mogu da pređu iz jednog u susedno zrno [1-5]. Poznato je da se pri deformaciji Al-Mg legura najveći broj dislokacija nalazi u primarnim ravnima. Slobodna putanja dislokacija približno je jednaka prečniku zrna i deformaciono ojačavanje zavisi od reakcije dislokacija sa granicama zrna.

Uticaj veličine zrna na ojačavanje može se videti iz Hall-Petch-ove jednačine, prema kojoj granica tečenja iznosi:

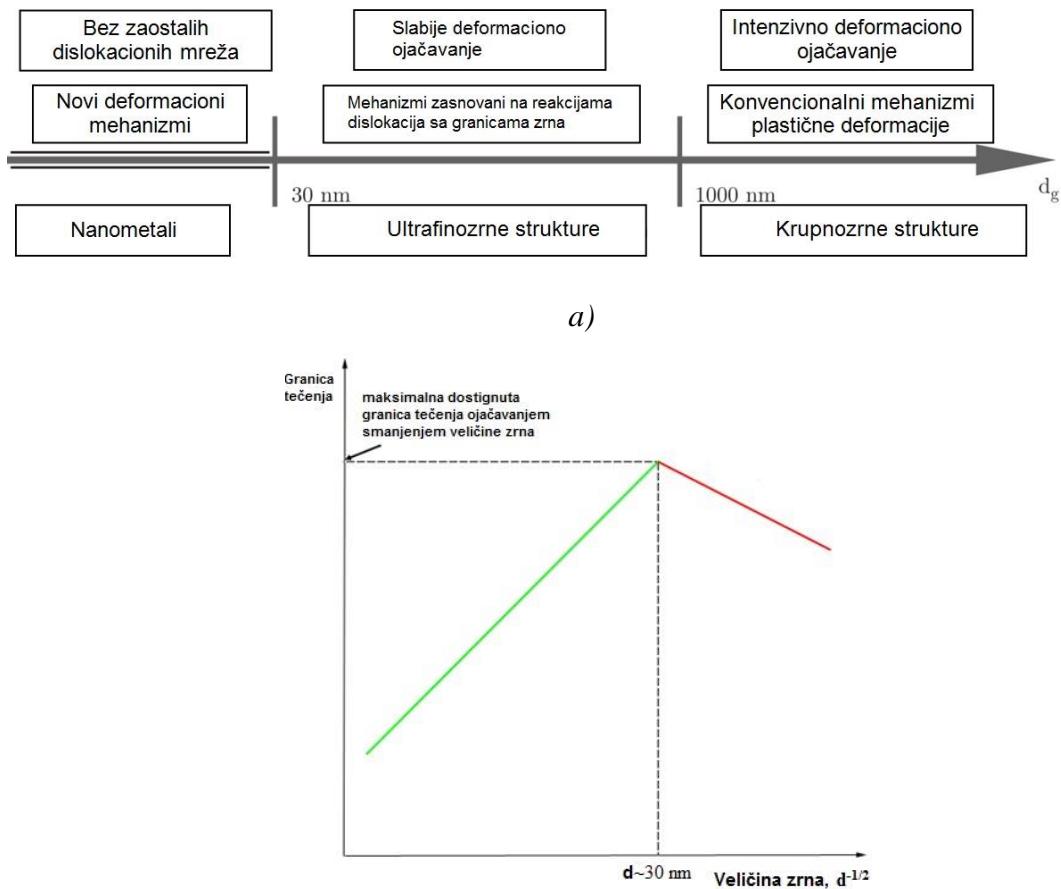
$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1.1)$$

gde je σ_0 naprezanje koje je potrebno primeniti da se savlada trenje rešetke i izazove klizanje u unutrašnjosti zrna, k konstanta koja zavisi od materijala, a d prečnik zrna.

Ova jednačina jasno pokazuje da na granicu tečenja utiče veličina zrna, i da se ona povećava sa smanjenjem veličine zrna. Stepen ojačavanja smanjenjem veličine zrna ocenjuje se na osnovu vrednosti drugog člana u jednačini ($k \cdot d^{-1/2}$), odnosno na osnovu vrednosti parametra k . Vrednost parametra k raste sa povećanjem sadržaja Mg u Al-Mg legurama [5, 6]. U Al-Mg leguri sa 3 mas. % Mg, $k=0.22$, a u leguri sa 4.5 mas. % Mg, $k=0.3$. Efekat ojačavanja granicama zrna u Al-Mg legurama znatno je izraženiji nego u drugim Al-legurama, kod kojih je parametar $k<0.15$ [6].

Jednačina 1.1 navela je razne istraživače na pokušaj da proizvedu materijal sa što manjom veličinom zrna kako bi se čvrstoća povećala. Konvencionalni postupci prerade ne mogu da proizvedu materijal sa veličinom zrna manjom od $10 \mu\text{m}$, pa se javila potreba za razvojem novih metoda i procesnih tehnika za dobijanje materijala sa finozrnom strukturu, sa veličinom zrna od $0.1\text{-}5 \mu\text{m}$, ili nano strukturu, sa veličinom zrna $< 100 \text{ nm}$. Jedan od načina za dobijanje ultrafinozrne strukture (UFG) je primena različitih metoda ili tehnika intenzivne plastične deformacije, odnosno SPD postupaka (*engl.*

Severe Plastic Deformation). S obzirom na ponašanje materijala prilikom deformisanja, polikristalne materijale je moguće podeliti u tri oblasti, u odnosu na veličinu zrna (slika 1.4a). U oblasti veličine zrna preko 1000 nm konvencionalni mehanizmi deformacije su dominantni i izraženo je veliko ojačavanje materijala. U oblasti od 1000 do 30 nm (materijali sa UFG strukturom), defekti u granicama zrna najviše utiču na mehanizam deformacije, a ojačavanje materijala je slabije. Područje veličine zrna ispod 30 nm predstavlja oblast nano struktura, sa novim deformacionim mehanizmom [7], kada dolazi do promene nagiba Hall-Petch-ove jednačine (slika 1.4b). Podaci sa slike 1.4 ukazuju da se intenzivna plastična deformacija može efikasno koristiti za smanjenje veličine zrna i stvaranje ultrafinozrne strukture, a da se nano struktura dobija aktiviranjem novih mehanizama deformacije.



Slika 1.4 a) Klasifikacija polikristalnih metala prema veličini zrna [7],
b) ojačavanje smanjenjem veličine zrna (Hall-Petch-ova jednačina).

1.2 Nekovencionalni postupci termomehaničke prerade

Konvencionalnim postupcima termomehaničke prerade Al-Mg legura, kao što su valjanje, presovanje, kovanje, itd., nije moguće postizanje strukture sa veličinom zrna manjom od $10 \mu\text{m}$ [1-3]. Sa druge strane, poznato je da strukture sa veličinom zrna $2\text{-}5 \mu\text{m}$ obezbeđuju superplastično ponašanje na povišenim temperaturama (obično iznad $0,5 T_m$, gde je T_m temperatura topljenja), pri malim brzinama deformacije ($10^{-3}/\text{s}$ ili $10^{-4}/\text{s}$), obzirom da je osnovni mehanizam deformacija klizanjem po granicama zrna [4]. Proučavanje superplastičnosti uslovilo je razvoj novih metoda i procesa termomehaničke prerade, koji omogućavaju rafinaciju zrna ispod $1 \mu\text{m}$, i kod tradicionalnih legura [4, 5, 8-12]. Pokazano je da ultrafinozrna struktura obezbeđuje poboljšanje svojstava Al-Mg legura, u odnosu na strukturu sa veličinom zrna $> 10 \mu\text{m}$, time što se obezbeđuje viši nivo čvrstoće, bolja duktilnost, veća sposobnost za superplastično oblikovanje, otpor prema koroziji i zamoru, manja hrapavost površine, itd. [4, 8-12].

Najpoznatiji nekonvencionalni postupci termomehaničke prerade Al-Mg legura, tj. postupci za postizanje ultra velikih stepena deformacije ($\varepsilon > 3$), i istovremeno za rafinaciju strukture do submikronske veličine zrna ($< 1 \mu\text{m}$), su:

- (a) ECAP ili ECAE presovanje (*engl. Equal Channel Angular Pressing/Extrusion*), odnosno presovanje kroz matricu sa dva identična otvora, koji se nalaze pod određenim uglom [11, 13-19],
- (b) HPT deformacija uvijanjem pod velikim pritiskom (*engl. High Pressure Torsion*) [20-23];
- (c) ARB postupak akumulativnog spajanja valjanjem (*engl. Accumulative Roll Bonding*) [24-29],
- (d) asimetrično valjanje (*engl. Asymmetrical Rolling*) [30],
- (e) multiaksijalno kovanje (*engl. Multiaxial Forging*) [8, 32], i dr.

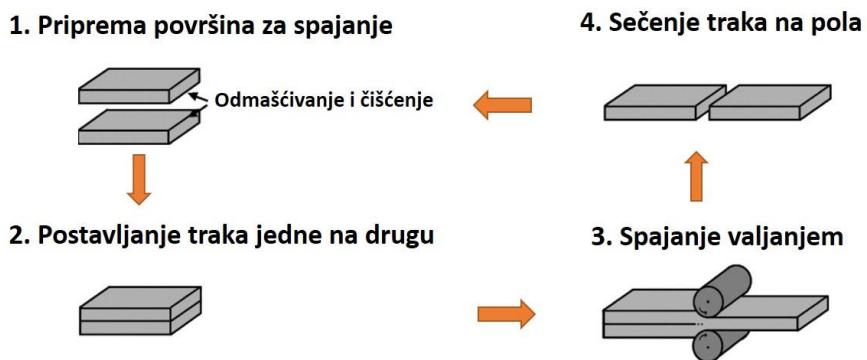
Navedeni postupci pripadaju grupi tzv. SPD postupaka deformacije (*engl. Severe Plastic Deformation*), odnosno postupcima plastične deformacije u kojima je moguće postizanje ultra velikih stepena plastične deformacije. Takođe, treba naglasiti da postupci za proizvodnju materijala sa UFG strukturom mogu biti kompleksni, što zavisi od faznog i hemijskog sastava inicijalnog (polaznog) materijala, tehnike prerade, kao i izbora optimalnog termomehaničkog režima prerade i načina, odnosno putanje po kojoj se odvija deformacija [10].

Svi navedeni SPD procesi osim ARB procesa deformacije, imaju dva osnovna nedostatka. Najpre, ovi procesi zahtevaju mašine za preradu sa velikim radnim opterećenjima i skupe alate i kalupe. Sa druge strane, produktivnost SPD postupaka deformacije je vrlo mala, i količina dobijenog materijala je ograničena. Međutim, ARB proces spajanja valjanjem je obećavajući proces koji ima potencijal za kontinuiranu proizvodnju velikih limova u industrijskim uslovima [26]. Osnovni cilj akumulativnog spajanja valjanjem, kao i ostalih SPD postupaka intenzivne deformacije, je postizanje ultrafinozrne (UFG) strukture u materijalu [8].

1.3 Akumulativno spajanje valjanjem (ARB postupak)

1.3.1 Generalni principi

Proces akumulativnog spajanja valjanjem (ARB postupak) patentirala je grupa japanskih naučnika na čijem čelu je bio Y. Saito 1998. godine [24, 26]. ARB postupak predstavlja SPD proces plastične deformacije u kome se trake početne debljine t_0 postavljaju jedna preko druge, a zatim deformišu valjanjem obično sa 50% redukcije do iste debljine t_0 . Nakon valjanja, traka debljine t_0 i dvostruko veće dužine, podeli se na dva dela (po dužini), i postupak spajanja valjanjem se ponavlja. Šematski prikaz ARB postupka dat je na slici 1.5.



Slika 1.5 Šematski prikaz ARB postupka.

Obzirom na princip ARB postupka, sa geometrijske tačke gledišta ne postoji ograničenje za izvođenje postupka, jer nema promene konačne debljine uzorka, tako da se postupak valjanja i spajanja može ponavljati neograničen broj puta. Međutim, ARB postupak je limitiran kapacitetom materijala za ojačavanje deformacijom od kog direktno zavisi broj ARB provlaka koji je moguće ostvariti. Sa druge strane, uzastopnim ponavljanjem postupka deformacije ARB valjanjem, ostvaruje se veliki ukupni stepen deformacije, koji nije moguće postići u procesu konvencionalnog valjanja.

Generalno, ekvivalentna deformacija nakon N provlaka kod ARB procesa može se izraziti sledećom jednačinom [25, 26]:

$$\varepsilon_N = N \cdot 2/\sqrt{3} \cdot \ln(r) \quad (1.2)$$

pri čemu je:

$$r = 1 - t/t_0 = 1 - 1/2^N \quad (1.3)$$

gde su: r - redukcija, t_0 , t debljina trake pre i posle ARB valjanja.

Jednačina pretpostavlja da se tokom prolaska komada kroz valjke spajanje vrši u uslovima ravanske deformacije, odnosno u uslovima kada ne dolazi do bočnog širenja, što je generalno tačno za valjanje tankih traka. Primenom redukcije od 50% koja se najčešće koristi pri ARB spajanju, ekvivalentna deformacija nakon N ARB provlaka se može pojednostaviti jednačinom [26]:

$$\varepsilon_{eq} = 0.8N \quad (1.4)$$

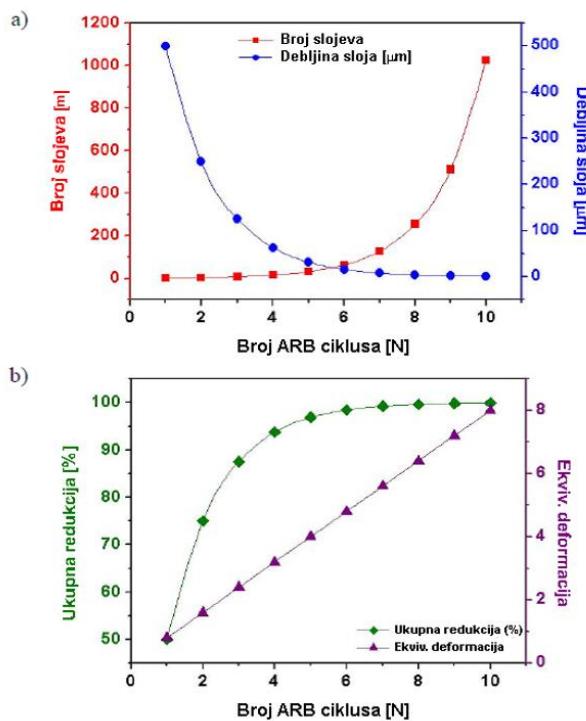
Stepen rafinacije mikrostrukture, koji zavisi od broja uspešno izvedenih ARB ciklusa ili provlaka, utiče na mehaničke osobine materijala. U teoriji, tehnikom akumulativnog spajanja valjanjem može da se postigne neograničen ukupni stepen deformacije, ali u realnosti, ivične ili centralne prsline ili, pojava druge vrste loma, može nastupiti u materijalu, tako da za svaki materijal postoji ograničen broj ARB provlaka u zavisnosti od kapaciteta materijala za ojačavanje deformacijom [24-26].

U tabeli 1.1 navedene su geometrijske promene u materijalu tokom ARB postupka kada se spajaju dva uzorka debljine 1 mm sa 50% redukcije u svakom provlaku. Broj slojeva koji nastaju u uzorku posle N provlaka pri ARB valjanju jednak je 2^N .

Tabela 1.1 Geometrijske promene u materijalu tokom ARB procesa [25]

Broj provlaka, N	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Broj granica spajanja, l	1	3	7	15	31	63	127	255	511	1023
Broj slojeva, m $m = 2^N$	2	4	8	16	32	64	128	256	512	1024
Debljina sloja, (μm) $t_N = 1000/2^N$	500	250	125	62.5	31.2	15.6	7.8	3.9	1.9	0.96
Ukupna redukcija, (%) $r = (1 - 1/2^N) \cdot 100$	50	75	87.5	93.8	96.9	98.4	99.2	99.6	99.8	99.9
Ekvivalentna stvarna deformacija $\varepsilon = (2\sqrt{3} \cdot \ln 2) \cdot N = 0.8 \cdot N$	0.8	1.6	2.4	3.2	4.0	4.8	5.6	6.4	7.2	8.0

Zavisnost promene geometrije materijala od stepena deformacije, odnosno od broja ARB provlaka, prikazana je na slici 1.6.



Slika 1.6 Promena geometrije materijala u toku ARB procesiranja 2 uzorka polazne debljine 1 mm, sa redukcijom od 50% po provlaku, odnosno po ARB provlaku [25].

Poznato je da se valjanjem prerađuje blizu 90% od ukupne količine metala koji prolaze kroz procese prerade, pri čemu se obezbeđuje kontinuirana proizvodnja ploča, traka, limova i šipki. Postupak ARB spajanja valjanjem predstavlja kontinuiran proces proizvodnje uzoraka velikih dimenzija, koji se odvija na konvencionalnom odnosno klasičnom valjačkom stanu [8, 11, 24]. U nedostatke ovog postupka ubrajaju se: pojava prslina, kao i moguća nehomogena deformacija po debljini trake. Potencijalni problem za neuspešno spajanje valjanjem (ARB postupak), odnosno glavni nedostatak ovog postupka prerade predstavlja pojava ivičnih i poprečnih prslina tokom provlaka. Naime, ivične prsline nastaju kao rezultat naponskog stanja u toku intenzivne plastične deformacije ARB postupkom [25]. Sa porastom broja ARB provlaka, može doći do pojave bočnog širenja materijala što dovodi do promene naponskog stanja u pravcu valjanja. Ozbiljan problem kod ARB postupka je lom materijala koji može da nastane. Ivične prsline javljaju se već pri prvom ARB ciklusu, i postaju sve izraženije sa povećanjem broja ARB provlaka. Takođe, preterano velika redukcija koja se dobija ponavljanjem ARB provlaka, ponekad može rezultirati i centralnim prelomom. To može nastati zbog naprezanja izazvanim bočnim širenjem blizu ivice trake. Bočno širenje se ne može zanemariti kada je odnos širina/debljina manji od 10. Kod Al-Mg legura ivične prsline napreduju ka centru, tako da dalje procesiranje može postati nemoguće. Ranija istraživanja pokazala su da se višeslojne trake sa ultrafinozrnom strukturom dimenzija 1 x 50 x 300 mm mogu proizvesti ARB postupkom bez prslina u laboratorijskim uslovima [24-26, 30]. Tako procesirani materijali imaju zateznu čvrstoću dva do četiri puta višu od polaznih materijala, ali sa druge strane ARB procesirani materijali imaju limitirano izduženje zahvaljujući pojavi rane plastične nestabilnosti. Da bi se pojava prslina izbegla predložene su metode, kao što je pričvršćivanje uzoraka na bočnim stranama, koje sprečava pucanje. U cilju dobijanja kvalitetnog spoja ARB postupkom uvedeni su odgovarajući režimi žarenja između provlaka, zajedno sa površinskim tretmanom traka za spajanje (odmašćivanje i četkanje žicom) [27, 33-36].

Ekvivalentna stvarna deformacija ε koja se ostvaruje u toku ARB postupka, relativno je visoka, kao što je navedeno u tabeli 1.1. Sa druge strane, pri konvencionalnom hladnom valjanju ukupna ostvarena redukcija je obično 60 do 80%, što odgovara ekvivalentnoj Von Mises-ovoj deformaciji između 1.06 do 1.86 [25]. Iz ovoga može se zaključiti da se ARB postupkom omogućava postizanje znatno većeg stepena deformacije nego konvencionalnim hladnim valjanjem.

Kod ARB postupka postoji prag deformacije (kritična redukcija po svakom provlaku) da bi se postiglo efikasno spajanje valjanjem. Poznato je da se prag deformacije smanjuje sa porastom temperature [26]. Kritična redukcija zavisi od materijala koji se procesira i temperature procesiranja (generalno potrebno je iznad 35% redukcije za uspešno spajanje).

ARB postupak se uglavnom izvodi na povišenim temperaturama [37-39], ali ispod temperature rekristalizacije materijala zato što rekristalizacija poništava akumuliranu plastičnu deformaciju. Prethodna istraživanja pokazala su da ARB postupak koji se izvodi na nižim temperaturama, omogućava postizanje strukture sa manjom veličinom zrna [40,41].

Tokom ARB procesiranja, postoji mogućnost promene u načinu slaganja traka za spajanje valjanjem, jedne u odnosu na drugu, nakon svakog ARB provlaka. Takođe, pripremljene trake koje se spajaju mogu se učvrstiti tako što se izbuše po 4 rupe koje se buše u blizini 4 ugla i vezuju se žicom [4, 42, 43] kako bi se izbeglo neželjeno pomeranje u toku valjanja.

ARB postupak do sada je uspešno izvršen na različitim materijalima kao što su: komercijalno čist aluminijum 1100 serija [24, 26, 44, 45], različite legure aluminijuma [46-54], Al-Mg legura tipa 5083 [26, 49], čelik [32, 45, 55], visoko čist bakar i njegove legure [56-58], komercijalno čist titan i njegove legure [59, 60], legure Ni [61], i tako dalje.

Takođe, ARB postupak spajanja je primenljiv i za spajanje različitih, odnosno raznorodnih materijala u cilju proizvodnje višeslojnih kompozita [62-65]. Spajanje raznorodnih materijala ARB postupkom kombinuje jedinstvene prednosti svakog materijala koji se spaja, pri čemu se postižu bolje osobine nego što su osobine svakog materijala pojedinačno. To rezultira jedinstvenom kombinacijom mehaničkih, električnih i magnetnih osobina dok debljina pojedinačnih ARB slojeva dostiže nanometarsku veličinu [62-65]. Međutim, i pored brojnih literaturnih podataka o ARB postupku spajanja valjanjem, mikrostrukturi koja se dobija nakon ARB procesiranja i mehaničkom ponašanju različitih materijala koji su do sada procesirani ovim postupkom, još uvek postoje različita tumačenja mehanizama rafinacije zrna, zatim uticaja smicajne deformacije, a takođe je nedovoljno izučeno koroziono ponašanje višeslojnih Al-legura nakon ARB spajanja.

1.4 Uticaj procesnih parametara na ARB postupak

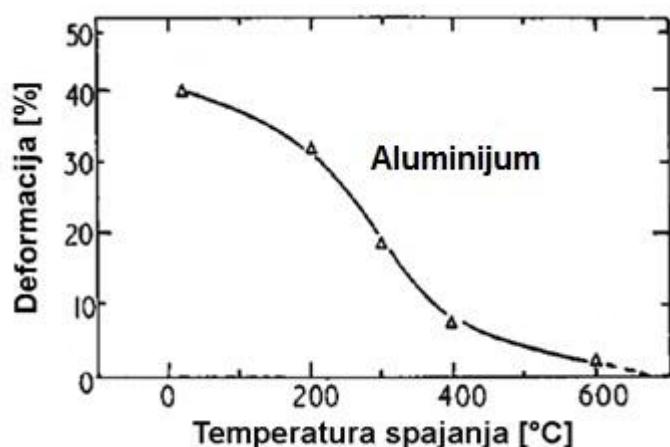
Najznačajniji procesni parametri prilikom izvođenja ARB postupka su:

- ukupni stepen redukcije,
- temperatura i brzina valjanja,
- prečnik valjaka,
- upotreba lubrikanta i
- stanje površina traka koje se spajaju.

1.4.1 Stepen redukcije

Jedan od najvažnijih koraka prilikom izvođenja akumulativnog spajanja valjanjem, predstavlja ostvarivanje veze između dve trake, koje je indukovano pritiskom valjaka na metal tokom valjanja. Kvalitet ostvarene veze je veoma važan, jer utiče na razvoj mikrostrukture u materijalu što dalje utiče na mehanička svojstva materijala. Mechanizam stvaranja veze valjanjem je sličan tradicionalnom zavarivanju u čvrstom stanju ili hladnom zavarivanju pritiskom. S obzirom da su to tehnike gde nema fuzije, kompresija je primarna sila potrebna između kontaktnih površina da bi se ostvarilo spajanje. To znači da je za dobar spoj potrebna plastična deformacija.

Na kvalitet spoja, osim temperature i brzine valjanja, utiče i primjenjeni stepen deformacije u toku spajanja valjanjem [24, 27]. Za ostvarivanje uspešnog spoja neophodno je dostizanje tzv. kritičnog stepena deformacije, koji omogućava uspešno spajanje traka [66]. Na slici 1.7 pokazano je da se vrednost kritičnog odnosno minimalno potrebnog stepena redukcije smanjuje sa povišenjem temperature deformacije, odnosno da se uspešan spoj može postići sa manjim stepenom redukcije ukoliko se deformacija odvija na višim temperaturama.



Slika 1.7. Uticaj temperature valjanja na vrednost minimalnog kritičnog stepena deformacije koji je neophodan za ostvarivanje spoja kod aluminijuma [67].

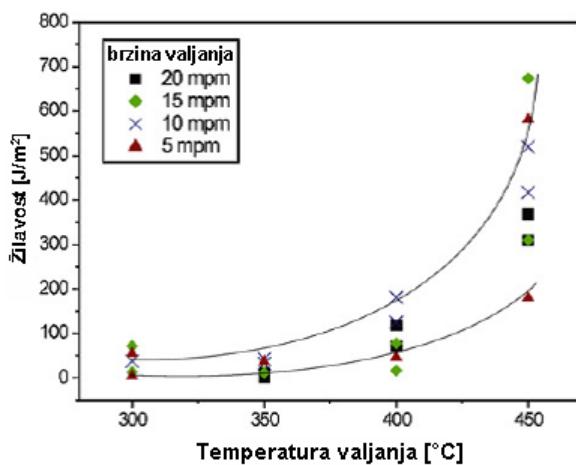
Kod akumulativnog spajanja valjanjem plastična deformacija se izražava u ostvarenom stepenu redukcije. Ukoliko je veći stepen redukcije, primjenjuje se i veći pritisak što samim tim uzrokuje veću plastičnu deformaciju. Za aluminijumske legure Saito i njegovi saradnici [26] su utvrdili da je za ostvarivanje uspešne veze tokom akumulativnog spajanja valjanjem na sobnoj temperaturi minimalni stepen redukcije koji je potreban 50%.

1.4.2 Temperatura i brzina valjanja

Prilikom izbora temperature valjanja potrebno je uzeti u obzir zahtevana svojstva materijala koja je neophodno postići. Toplo valjanje podstiče međupovršinsku difuziju i dinamičko oporavljanje, što omogućava bolje spajanje. Materijali koji imaju veliku tvrdoću i visoku zateznu čvrstoću, ali nisku duktilnost kao što je čelik pogodniji su za toplo valjanje. Suprotno konvencionalnom toplog valjanju koje se izvodi na temperaturi iznad temperature rekristalizacije materijala, ARB se vrši ispod ove kritične temperature da bi se zadržala akumulirana deformacija [26, 39, 68].

Čvrstoća veze između traka koje se spajaju ARB postupkom povećava se ako se poveća temperatura na kojoj se vrši spajanje valjanjem [27]. Prethodna istraživanja su pokazala da se duktilni materijali, kao što su aluminijumske legure i legure bakra, uspešno mogu spajati ARB postupkom na nižim temperaturama [27, 41, 54].

Sa druge strane, velika brzina valjanja može značajno smanjiti vreme za ostvarivanje veze spajanja, ali i rezultirati njenim slabljenjem na samoj graničnoj površini. Iz tog razloga, brzinu valjanja kao parametar ne treba zanemariti s obzirom da je slabija veza spoja zapažena u slučaju kada se brzina valjanja povećava, iako se na taj način može omogućiti sniženje temperature valjanja (slika 1.8).



Slika 1.8 Uticaj temperature valjanja i brzine valjanja na čvrstoću veze prilikom ARB spajanja komercijalno čistog aluminijuma [27].

1.4.3 Prečnik valjaka

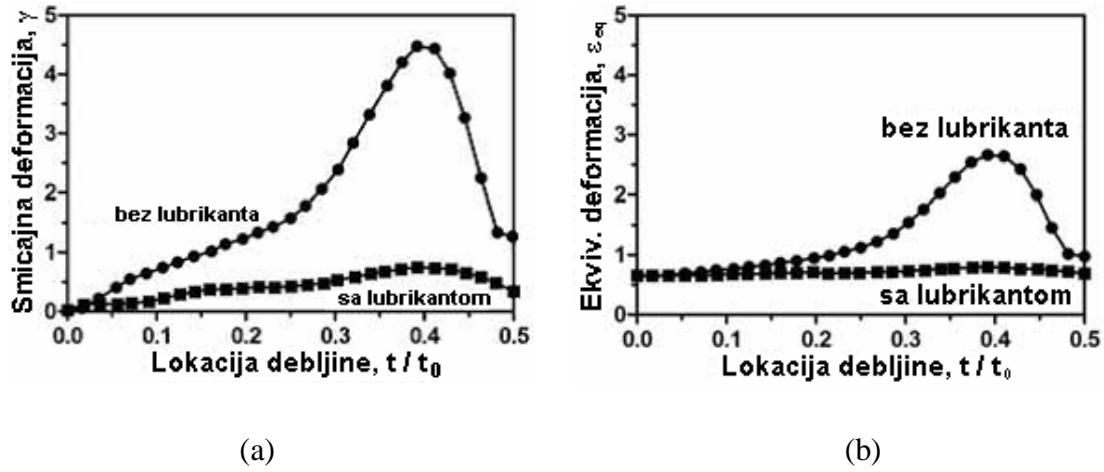
Prečnik valjaka utiče na proces ARB spajanja valjanjem i ostvarivanje veze između slojeva, obzirom da utiče na brzinu kojom se okreću valjci, a takođe utiče i na kontaknu površinu odnosno zonu deformacije. Manji prečnik valjaka prouzrokuje veću brzinu valjanja, manju zonu deformacije i veći pritisak valjanja [69]. Veći pritisak valjanja generalno vodi ka boljem interlamelarnom spoju između slojeva metala [41].

Prečnik valjaka određuje veličinu kontaktne zone između valjaka i uzorka tokom procesiranja. Velika kontaktna površina generiše veliku vrednost koeficijenta trenja i uvodi izraženu smicajnu deformaciju na površinu [34]. Tekstura traka koje se procesiraju akumulativnim spajanjem valjanjem može se takođe menjati u zavisnosti od veličine smicajne deformacije [25, 34].

1.4.4 Lubrikant

Kod konvencionalnog valjanja podmazivanje smanjuje trenje između valjaka i radnog komada. Time se smanjuje smicajna deformacija pa se očekuje ravansko stanje deformacije kroz čitavu debljinu lima, odnosno trake koja se valja. Kod ARB postupka, smicajna deformacija podstiče razvoj ultra finozrnih struktura. Kao rezultat toga, lubrikant se ne koristi kod ARB postupka u poređenju sa konvencionalnim valjanjem [34, 55]. Bez podmazivanja tekstura smicanja koncentrisana je blizu površine zahvaljujući upravo izraženoj smicajnoj deformaciji koja se javlja. Ovakvo simultano smicanje i valjanje dovodi do obrazovanja komplikovane mikrostrukture i teksture deformacije.

Uticaj podmazivanja kod ARB postupka proučavan je od strane Kamikawe [55]. Razlika u vrednostima smicajne deformacije, u slučaju korišćenja lubrikanta, i u uslovima valjanja bez lubrikanta, prikazana je na slici 1.9. U odsustvu podmazivanja velika ekvivalentna deformacija smicanja uočena je na ~ 0.4 od debljine uzorka odnosno veoma blizu površine. Deformacija smicanjem se zatim polako smanjuje ka centru uzorka. Nasuprot tome, smicajna deformacija ostaje konstantna po celoj debljini uzorka u prisustvu podmazivanja, što ukazuje da je efekat smicanja mali i gotovo zanemarljiv.



Slika 1.9 Raspodela smicajne deformacije (a) i ekvivalentne deformacije (b) po debljini uzorka nakon jednog ARB provlaka [55].

1.4.5 Stanje površine

Kod ARB postupka, kontaminati i nečistoće koje se mogu javiti na površini se uvek uklanjuju pre samog postupka spajanja kako bi se poboljšala jačina veze između traka koje se spajaju. Treba imati u vidu da se fini oksidni sloj veoma brzo formira na površini aluminijumskih legura, koje imaju veliki afinitet prema kiseoniku, tako da je za uspešno spajanje valjanjem veoma važno da se ono izvede u najkraćem roku posle pripreme površine.

Da bi došlo do ostvarivanje veze ARB postupkom, površina materijala mora biti adekvatno pripremljena, odnosno odmašćena i očišćena metalnom četkom pre spajanja [70, 71]. Na taj način se poboljšava kvalitet spoja pri valjanju, kao i čvrstoća spoja. Utvrđeno je da čišćenje čeličnom četkom takođe može izazvati veliku plastičnu deformaciju na površinama za spajanje [71]. Quadir i njegovi saradnici [27] smatraju da je unutrašnja substruktura ARB procesiranog uzorka posledica kombinovanog efekta četkanja čeličnom žicom i valjanja, dok su Hansen i njegovi saradnici [72, 73] primetili slične mikrostrukturne osobine, ali tvrde da deformacija koja je izazvana čišćenjem metalnom četkom polako nestaje posle nekoliko ARB provlaka bez očiglednog uticaja na ukupnu mikrostrukturu i razvoj teksture.

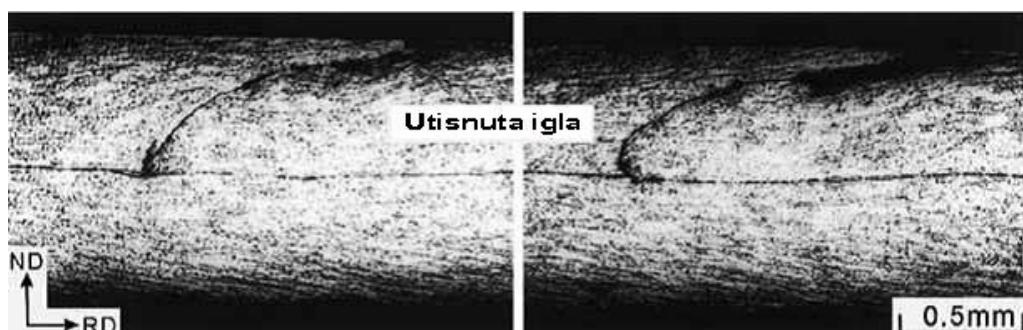
1.5 Smicajna deformacija u toku ARB procesiranja

Na razvoj mikrostrukture tokom ARB procesiranja, kojim se mogu postići stepeni deformacije >90%, najveći uticaj ima smicanje koje nastaje blizu površine i na međupovršinama između susednih slojeva. Znajući veličinu smicajne deformacije koja se uvede tokom svakog ARB provlaka može se predvideti razvoj mikrostrukture.

Lee i njegovi saradnici [34] merili su stepen smicanja u aluminijumskoj traci ugrađivanjem igle (pina) kroz debljinu trake. Veličina smicanja uvedenog tokom svakog ARB provlaka može se proceniti na osnovu deformacije, odnosno savijanja igle. Na slici 1.10 prikazana je deformisana igla. U odsustvu podmazivanja, velika količina trenja je koncentrisana blizu površine, izazivajući time izrazito veliku deformaciju igle.

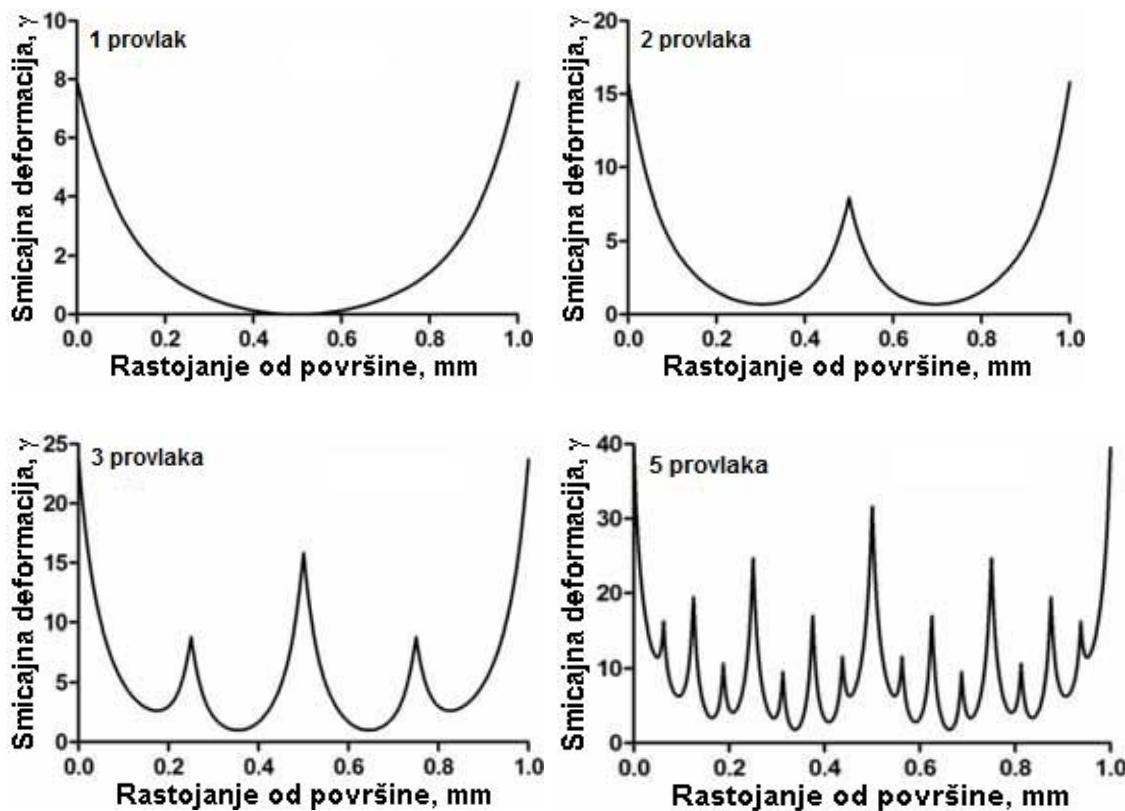
Stepen deformacije opada idući ka centru lima i gotovo da na samoj granici spajanja (u centru jezgra) nema smicajne deformacije. Raspodela smicajne deformacije kroz debljinu uzorka je veoma neujednačena. Pažljivim merenjem nagiba ubaćene igle, izračunava se intenzitet smicajne deformacije prema jednačini:

$$\gamma(x) = 13.6 \cdot (0.5-x)^2 + 288.4 \cdot (0.5-x)^6 \quad (1.5)$$



Slika 1.10 Mikrofotografija ARB procesirane legure Al sa ubaćenom iglom po debljini trake [34].

Uzimajući datu jednačinu u obzir, na slici 1.11 je prikazana teorijska raspodela smicajne deformacije po debljini trake aluminijumske legure pri različitom broju ostvarenih ARB provlaka. Kao što je prikazano na slici 1.11 najveća smicajna deformacija je akumulirana blizu površine, dok se sa povećanjem broja ARB provlaka ukupna smicajna deformacija po debljini uzorka povećava.



Slika 1.11 Teorijska raspodela smicajne deformacije po debljini lima procesiranog ARB postupkom posle različitog broja ARB provlaka [34].

U slučaju ARB procesiranja sa manje od četiri ARB provlaka očekuje se heterogena mikrostruktura i tekstura po debljini uzorka. Međutim, kako se broj ARB provlaka povećava, na kraju brzina deformacionog ojačavanja opada blizu površine (oblast povećane tvrdoće), ali ne i u centru (oblast smanjene tvrdoće). Kako se sečenje i slaganje nastavlja, razlika između ove dve oblasti se smanjuje, i istovremeno se odvija dinamičko oporavljanje i kretanje granica zrna malog dometa, pa mikrostruktura postaje homogena [34].

1.6 Struktura zrna

Prema Valievu [8], obrada intenzivnom plastičnom deformacijom se može definisati kao postupak deformisanja kojim se u materijalu stvaraju ekstremno visoke vrednosti plastične deformacije, bez velike promene u dimenzijskim uzorka koji se procesira.

Valiev [8] je formulisao tri uslova koja treba da se ispune da bi se dobio materijal sa submikronskom veličinom zrna:

1. sitnozrni materijali moraju imati pretežno granice pod velikim uglom (HAGB- *engl. High Angle Grain Boundaries*),
2. struktura mora biti ujednačena po zapremini uzorka, i
3. velika plastična deformacija ne sme da izazove unutrašnja oštećenja i prsline.

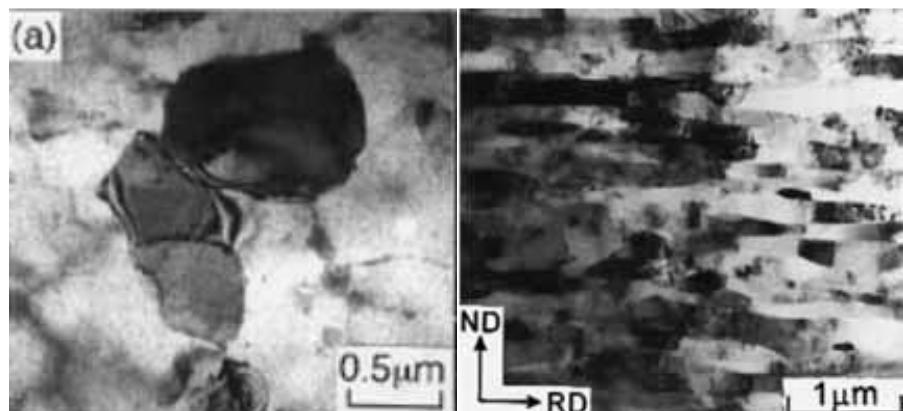
Tradicionalne metode deformacije kao što su valjanje i izvlačenje žice ne mogu da ispune ove zahteve [8] za razliku od SPD postupaka (postupaka intenzivne plastične deformacije) u koje spada i akumulativno spajanje valjanjem (ARB postupak).

Rafinacija zrna postupcima ultra visokih deformacija podrazumeva stvaranje novih visokougaonih granica zrna. Ovo se može postići pomoću tri mehanizma:

1. izduženje postojećih zrna tokom plastične deformacije,
2. stvaranje granica pod velikim uglom mehanizmom podele zrna i
3. izdužena zrna se mogu deliti i lokalno na mestima kao što su trake klizanja.

Podela zrna počinje pri niskim i srednjim naprezanjima kada se zrna obrazuju u celijama i blokovima ćelija. Sa povećanjem naprezanja ovakva substruktura evoluira ka lamelarnoj strukturi. Tokom ovog procesa obrazuju se nove visokougaone granice [4, 8].

Posle velikog broja ARB provlaka, procesirani materijal ima homogenu mikrostrukturu koja se sastoji od velikog udela granica zrna pod velikim uglom (HAGB). Primer je dat na slici 1.12. Leva mikrofotografija pokazuje leguru aluminijuma serije 1100 procesiranu posle 8 ARB ciklusa u kratko-poprečnom pravcu gde su zrna ekviaksijalna sa srednjom veličinom od $0.7 \mu\text{m}$. Desna mikrofotografija prikazuje isti materijal koji je procesiran u 4 ARB provlaka u uzdužno-poprečnom pravcu gde se primećuje izdužena morfologija zrna sa srednjom veličinom $0.23 \mu\text{m}$. Slična mikrostrukturna zapažanja su uočena kod ostalih aluminijumskih legura kao i kod IF čelika [34, 45, 74-76].



Slika 1.12 TEM mikrofotografije koje pokazuju veličinu zrna nakon 8 ARB provlaka u ND pravcu (levo) [25], i nakon 4 ARB ciklusa u TD pravcu (desno) [34].

U tabeli 1.2 prikazane su dobijene vrednosti za veličinu zrna nekih ARB procesiranih aluminijumskih legura.

Tabela 1.2 Srednje veličine zrna merene u uzdužno-poprečnom pravcu za Al-legure procesirane ARB postupkom

Legura	Broj ARB provlaka	Veličina zrna (μm)	Temperatura procesiranja (°C)	Grupa autora	Referenca
1100	8	0.23	RT	Lee et al.	34
1100	8	0.21	RT	Tsuji et al.	25
5052	4	0.26	RT	Tsuji et al.	25
5754	4	0.09	RT	Slamova et al.	70
5083	7	0.08	100	Tsuji et al.	28
5083	7	0.5	200	Saito	26
5083	7	0.5	200	Sheikh	49
6061	8	0.10	RT	Tsuji et al.	25
6061	8	0.18	200	Hollang	77
7075	5	0.30	250	Tsuji et al.	25
8006	7	0.25	RT	Slamova et al.	70
8011	7	0.17	RT	Slamova et al.	70

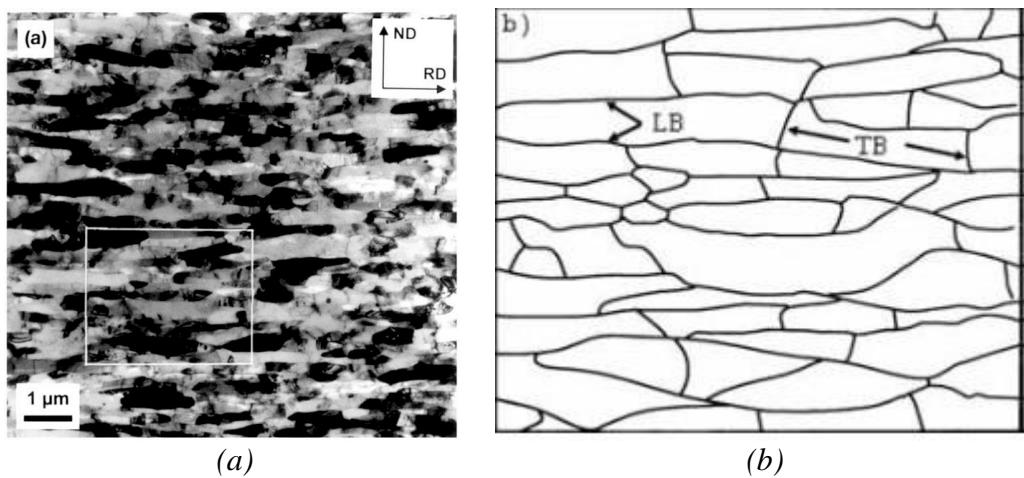
*RT-engl. Room Temperature-sobna temperatura

Tokom ARB postupka, ultra veliki stepeni deformacije se ostvaruju i mehanička energija se pretvara u toplotu, dok se ostatak akumulira u obliku energije deformacije koja potiče od dislokacija [67, 68]. Kako se postupak dalje nastavlja i dislokacije i smicajno naprezanje se istovremeno akumuliraju u materijalu, dolazi do podele zrna i ugao dezorientacije između granica postaje veći. Dinamičko oporavljanje koje se može javiti teži da smanji gustinu dislokacija, pa je mikrostruktura koja nastaje balans između dva konkurentna procesa. Ultra finozrne strukture su iregularnog oblika i broj dislokacija unutar zrna je mali. Najkarakterističnija osobina kod ultra finozrnih struktura kod materijala koji su procesirani ARB postupkom je izdužena morfologija zrna. Zrna su izdužena u pravcu valjanja (RD engl. Rolling Direction). Ovakva mikrostruktura liči na lamelarnu (slika 1.12 desno).

Granice zrna

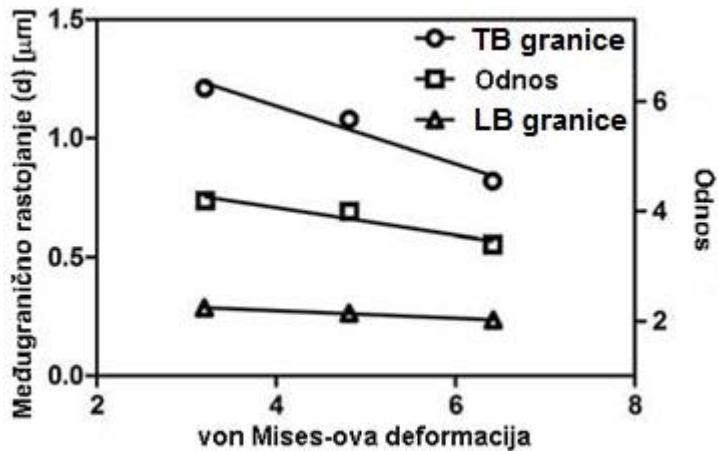
Kod materijala koji su procesirani ARB postupkom javljaju se dva tipa granica zrna: izdužene lamelarne granice (*LB*-engl. Lamellar Boundaries) i kratko poprečne granice (*TB*-engl. Transverse Boundaries). Lamelarne granice su paralelne pravcu valjanja, dok su kratko-poprečne normalne na lamelarne. Obe vrste granica javljaju se još pri prvom ARB provlaku, a sa povećanjem broja provlaka postaju još jasnije definisane.

Razvoj mikrostrukture tokom ARB postupka komercijalno čistog aluminijuma dokumentovao je Huang [38]. Sa povećanjem naprezanja tokom ARB procesa, rastojanje između lamelarnih i transverzalnih granica i njihov međusobni odnos (*engl. aspect ratio*) se smanjuje dok se ugao dezorientacije duž granica povećava. Na slici 1.13 je prikazana TEM mikrofotografija lamelarne strukture kod ARB procesiranog komercijalnog aluminijuma kao i ilustracija dva tipa različitih granica.



Slika 1.13 (a) TEM mikrofotografija lamelarne strukture komercijalnog aluminijuma procesiranog ARB postupkom b) Šematski prikaz longitudinalnih (LB) i transverzalnih (TB) granica [38].

Rastojanje između LB i TB granica kod legure 1100-Al, počev od četvrtog do osmog ARB provlaka prikazano je na slici 1.14. Kako se broj ARB provlaka povećava rastojanje kod obe vrste granica se smanjuje. Slično tome, koeficijent oblika zrna (*engl. aspect ratio*) takođe pokazuje pad sa povećanjem ekvivalentne plastične deformacije.



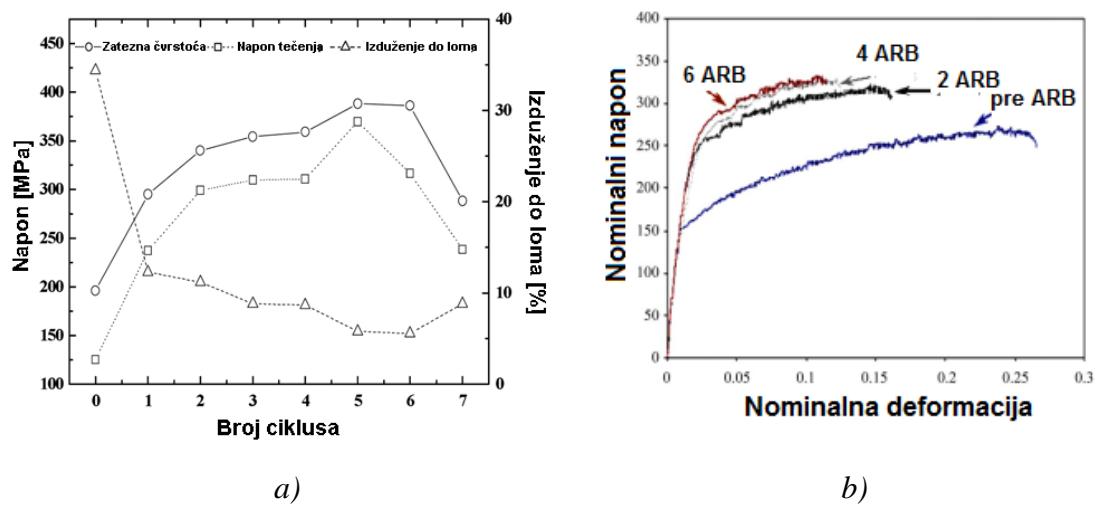
Slika 1.14 Rastojanje između TB i LB granica u funkciji Von Mises-ove ekvivalentne plastične deformacije [38].

Iako se smatra da je razvoj strukture tokom ARB procesa sličan strukturi koja se dobija tokom hladnog valjanja, postoje određene značajne razlike između ovih struktura. Pri istom nivou ekvivalentne plastične deformacije, rastojanje između lamenarnih (LB) i transverzalnih granica (TB) kod ARB procesiranog uzorka je uvek manje nego kod hladno valjanog i sa većim uglovima dezorientacije, dok se ovakve granice zrna ne javljaju kod hladno valjanih aluminijumskih legura [38]. Takođe, javlja se još i efekat izraženog smicanja kod ARB procesiranih legura. Smicanje koje se javlja usled same geometrije i načina ARB procesiranja doprinosi rafinaciji zrna i poboljšanju mehaničkih svojstava, ali takođe prouzrokuje veliku nehomogenost u mikrostrukturi i razvoju teksture po debljini uzorka [55, 78, 79]. Ova heterogenost je još jedan faktor koji razlikuje mikrostrukturu nastalu tokom hladnog valjanja od mikrostrukture koja nastaje kao posledica akumulativnog spajanja valjanjem (ARB).

Važno je napomenuti da tokom ARB procesa, zrna koja se formiraju imaju ukupan udio visokougaonih granica zrna HAGB $\geq 70\%$ dok je prosečno rastojanje između HAGB $\leq 1 \mu\text{m}$ u svim pravcima [80].

1.7 Mehaničke osobine Al-legura procesiranih ARB postupkom

Opšte je poznato da smanjenje veličine zrna utiče na povećanje čvrstoće materijala prema konceptu Hall i Petch-a koji su dali odnos između veličine zrna i čvrstoće prema jednačini 1.1. Na bazi ovog koncepta, dobijanje ultra-finozrnih materijala je poslednjih godina predmet istraživanja mnogih istraživača, s obzirom da je rafinacija zrna mehanizam ojačavanja koji pruža najbolji kompromis između čvrstoće i duktilnosti materijala. Materijali koji su procesirani ARB postupkom, generalno imaju 2-4 puta višu čvrstoću u odnosu na materijale procesirane konvencionalnim postupcima. Sa druge strane, nakon već prvog ARB provlaka duktilnost Al-Mg legura se smanjuje kao što je pokazano za leguru 5052 na slici 1.13a i leguru 5083 na slici 1.13b. U većini ispitivanih legura aluminijuma izduženje se kreće u opsegu 3-10% [26, 50-54, 81-84].



Slika 1.15 a) Mehaničke osobine Al-legure 5052 procesirane ARB postupkom na 300°C [51] i b) nominalne krive deformacije 5083 legure procesirane ARB postupkom na sobnoj temperaturi [49].

Većina istraživača koja je proučavala mogućnosti dobijanja ultrafinozrnih materijala aluminijuma i njegovih legura koristeći ARB postupak zapazila je povećanje tvrdoće i čvrstoće sa povećanjem broja ARB ciklusa. Naravno, u zavisnosti od tipa legure, mehanizma ojačavanja, kao i procesnih parametara (temperatura, brzina valjanja, prečnik valjaka) može doći i do omekšavanja nakon što se dostigne maksimalni nivo tvrdoće [48, 52, 53]. U tabeli 1.3 dat je pregled legura aluminijuma koje su procesirane ARB postupkom.

Tabela 1.3 Pregled aluminijumskih legura procesiranih ARB postupkom

Legura	Dimenzijs, mm	Broj ARB provlaka	Veličina zrna, μm	T, $^{\circ}\text{C}$	Grupa autora	Ref.
1100	1×20×250	8	0.23	RT	Lee et al.	34
1100	1×20×300	8	0.67	200	Saito et al.	24
1050	1×25×200	5	0.3	200	Su et al.	81
5052	2×25×200	7	0.4	300	Song et al.	51
5086	0,5×20×100	8	0.2	300	Roy et al.	50
5083	1×30×100	6	0.2	300	Sheikh et al.	49
5083	1×20×300	7	0.5	200	Saito et al.	26
5083	1×30×150	6	0.1	RT	Toroghinejad et al.	82
6061	1×40×200	5	0.24	RT	Rezaei et al.	54
6016	1×100×300	8	0.38	RT	Hollang et al.	83
6061	1×20×300	8	0.31	RT	Lee et al.	34
7075	2×30×180	5	0.35	300	Higalgo et al.	84
8011	1×30×300	15	0.8	200	Xing et al.	46

U tabeli 1.3 pokazano je da su legure serije 5000, odnosno legure sa glavnim legirajućem elementom Mg, procesirane na povišenim temperaturama [49-51]. Prethodna istraživanja Al-Mg legura [26, 49-51] pokazala su da nakon ARB procesiranja dolazi do značajnog povećanja tvrdoće, granice tečenja i zatezne čvrstoće, ali duktilnost ovako procesiranih materijala se značajno smanjuje. Da bi se legure aluminijuma koje su procesirane ARB postupkom mogle koristiti u industriji povećanje duktilnosti je od velike važnosti, s obzirom da je duktilnost odlučujući faktor za sposobnost oblikovanja materijala. Metode koje se poslednjih godina koriste da bi se povećala duktilnost UFG materijala su post-termička obrada žarenjem ili procesiranje na kriogenim temperaturama [46, 47, 78, 79].

Na osnovu karakteristika materijala, ARB postupak se pokazao kao jedna od najsvestranijih SPD tehnika koja je razvijena u poslednje vreme. Neočekivani nivoi mehaničkih svojstava su postignuti podvrgavanjem ARB procesu Al i njegovih legura, što jasno pokazuje da je potencijal ARB postupka za proizvodnju materijala sa povoljnom kombinacijom osobina veoma visok. Međutim, da bi se ispunili industrijski zahtevi za primenu ARB procesiranih legura aluminijuma za izradu transportnih sredstava, veoma je važno obezbediti dobru korozionu postojanost.

1.8 Koroziono ponašanje Al-Mg legura

Al-Mg legure za deformaciju podležu različitim tipovima korozije kao što su opšta ili uniformna korozija, i lokalni tipovi koji se mogu javiti su piting korozija, intergranularna, naponska i raslojavajuća korozija. Najnepovoljniji oblici lokalnog tipa korozije koji se javljaju u deformisanim Al-Mg legurama su naponska (SCC), intergranularna (IGC) i raslojavajuća korozija. Da bi došlo do naponske korozije neophodno je prisustvo zateznog naprezanja, sa istovremenim uticajem korozione sredine. Raslojavača korozija javlja se samo u deformisanom stanju kada su zrna usmerena i izdužena u pravcu deformacije.

Sklonost ka intergranularnoj koroziji javlja se kod Al-Mg legura sa sadržajem Mg >3 mas.%. Obzirom da AA5083 legure imaju sadržaj Mg od 4-4.9 mas% Mg, mala rastvorljivost Mg u čvrstom rastvoru Al na sobnoj temperaturi (videti dijagram stanja na slici 1.1) dovodi do izdvajanja čestica β -faze (Al_3Mg_2) koja ukoliko formira kontinuiran film po granicama zrna može dovesti do povećane sklonosti ka IGC. Na kinetiku i morfologiju izdvajanja faze β ne utiče samo hemijski sastav već u velikoj meri prethodna termomehanička obrada legure. Precipitacija taloga β -faze bila je dosadašnji predmet istraživanja mnogih autora [85-87]. Razlika između korozionog potencijala β -faze koji iznosi -1150 mVSCE, u odnosu na potencijal čvrstog rastvora koji je ~300 mVSCE je znatna, pa u korozionim sredinama može doći do pojave IGC ukoliko je β -faze izdvojena kontinualno po granicama zrna.

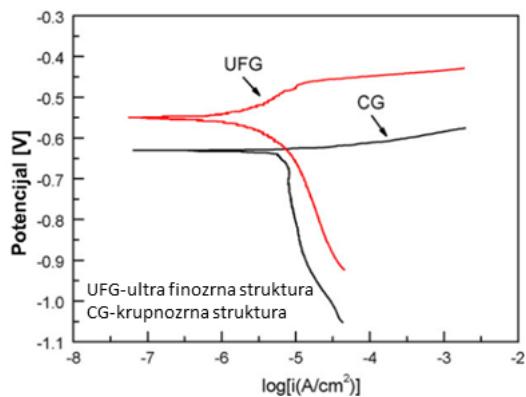
1.8.1 Senzitizacija

Na povišenim temperaturama, rastvorljivost Mg u Al-čvrstom rastvoru je značajna (slika 1.1), ali kada se temperatura smanjuje dolazi do taloženja anodne β -faze (Al_3Mg_2) kroz različite etape taloženja [87-89]. Obzirom na veliku pokretljivost atoma Mg u Al-čvrstom rastvoru, reakcije taloženja se mogu javiti i na sobnoj temperaturi, ali se izdvajanje odvija veoma sporo. Izlaganje Al-Mg legura dužim vremenima žarenja na povišenim temperaturama (50-200 °C) rezultira izdvajanjem β -faze iz presičenog Al-čvrstog rastvora po granicama zrna. Taj proces naziva se senzitizacija [90-92]. Porast temperature znatno ubrzava procese taloženja. Efekti senzitizacije nisu izraženi kod Al-Mg legura sa nižim sadržajem Mg (<3 mas.%) obzirom da je usled nedovoljne presičenosti Al-čvrstog rastvora pokretačka sila za taloženje β (Al_3Mg_2) faze ograničena. Ključnim faktorima koji kontrolišu taloženje β faze u Al-Mg legurama smatraju se temperatura i vreme senzitizacije, jer njihovo povećanje povećava udeo i kontinuitet β -faze po granicama zrna [87, 93]. Međutim, termomehanički tretman ima uticaj na morfologiju β -faze, raspodelu i količinu izdvojene β -faze, i može značajno uticati na sklonost Al-Mg legura prema IGC [94, 95]. Dosadašnja istraživanja pokazala su da izdvajanje β -faze zavisi od veličine zrna, kao i ugla dezorientacije granice zrna, a takođe veliki uticaj pokazuju vreme i temperatura senzitizacije [96-103].

1.8.2 Koroziono ponašanje Al-legura sa UFG strukturon

Dosadašnja istraživanja ispitivanja korozije materijala procesiranih nekonvencionalnim postupcima prerade uglavnom su se odnosila na ispitivanje naponske i piting korozije [90, 104-107]. Literatura koja se bavi korozionim ispitivanjima ultra-finozrnih materijala koji se dobijaju različitim postupcima intenzivne plastične deformacije, odnosno SPD postupcima, je veoma limitirana, a pogotovo u slučaju aluminijumskih legura koje su procesirane ARB postupkom.

Generalno se smatra da Al-legure nisu koroziono postojane usled velikog broja defekata u strukturi (dislokacione substrukture, nečistoća kao što su čestice na bazi Fe koje se mogu ugraditi u meku površinu aluminijuma još tokom pripreme površine brušenjem za ARB postupak). Međutim, neka istraživanja [90, 108, 109] su upravo pokazala da Al-legure sa UFG strukturama koje se dobijaju ARB procesiranjem imaju veću korozionu otpornost u odnosu na materijale procesirane konvencionalnim postupcima. Primer polarizacionih krivih Al-Mn legure koja je procesirana ARB postupkom i ispitivana u 3.5%-tnom rastvoru NaCl prikazana je na slici 1.16. Sa slike se može uočiti da UFG struktura koja se dobija ARB postupkom pokazuje veću otpornost prema koroziji [90].



Slika 1.16 Polarizacione krive Al-Mn legure [90].

Pokazano je da ARB procesirane Al-legure mogu pokazati različito koroziono ponašanje, odnosno neka istraživanja su pokazala da dolazi do poboljšanja, a druga do smanjenja korozione stabilnosti ARB materijala [96, 108, 109, 110]. Obzirom na potencijal ARB procesiranih legura i njihovog uvođenja u industrijsku praksu, postoji veliki interes za istraživanje korozionog ponašanja Al-Mg legura, kao i razumevanja uticaja ARB deformacije u odnosu na konvencionalno procesirane legure.

1.9 Poređenje ARB postupka sa ostalim nekonvencionalnim postupcima prerade

Većina nekonvencionalnih postupaka termomehaničke prerade, odnosno SPD tehnika, još uvek je primenljiva samo u laboratorijskim uslovima, i za sada nije moguće ostvariti kontinuiranu, odnosno industrijski masovnu proizvodnju. Iz tog razloga, ARB postupak plastične deformacije poseduje velike prednosti u odnosu na ostale SPD postupke, kao što su ECAP, HPT itd., s obzirom da ovi postupci zahtevaju upotrebu visokih pritisaka, skupih kalupa i alata, i generalno skupe procesne opreme [8, 12, 26]. Za razliku od drugih nekonvencionalnih postupaka prerade intenzivnom plastičnom deformacijom, ARB postupak ne zahteva modifikacije u samoj opremi već se može uspešno obavljati na konvencionalnom valjačkom stanu, i moguće je ostvariti veću produktivnost u odnosu na ostale SPD postupke. Takođe, ARB postupak omogućava proizvodnju uzoraka mnogo većih dimenzija od onih koji se dobijaju npr. ECAP procesom, gde su tipične dimenzije uzoraka 5-15 mm u prečniku i 50-150 mm dužine [8, 15].

Postupci ECAP i HPT procesiranja odvijaju se zahvaljujući smicajnoj deformaciji, zbog čega je uloga smicanja u postizanju ultra finozrne strukture materijala predmet mnogih istraživanja i diskusije. S tim u vezi, važno je pomenuti da postoje različita tumačenja koja se odnose na ulogu smicajne deformacije, i određeni autori [25] smatraju da ona nije neophodna za formiranje UFG strukture u materijalu. Razlog tome je, što se neki materijalni sa UFG strukturon mogu dobiti i konvencionalnim valjanjem i ARB postupkom. Za razliku od ECAP i HPT postupaka kod ARB postupka pored smicanja javlja se i drugi vid plastične deformacije prouzrokovani valjanjem [8]. ARB proces je u prednosti za rafinaciju zrna u odnosu na konvencionalne postupke valjanja, a razlog tome je uloga smicajnog naprezanja. Postoje dva moguća dodatna mehanizma ojačavanja kod ARB procesa koji se razlikuju od ostalih. Prvi mogući mehanizam je efekat velike smicajne deformacije u oblasti neposredno ispod površine uzorka, u zoni kontakta metala sa valjcima (velika smicajna deformacija je posledica trenja između valjaka i komada). Ova deformacija se prenosi ka unutrašnjosti komada ponavljanjem ARB provlaka. Drugi mehanizam je uvođenje novih graničnih površina između susednih ARB slojeva. Veliki broj novih graničnih površina između slojeva se dobija nakon nekoliko ARB provlaka (tab.1.1) i primećuje se dobro razvijena vlknasta struktura [24, 26].

Pored mehanizma rafinacije zrna i deformacionog ojačavanja kod ARB postupka postoji veliki broj drugih mehanizama koji se javljaju prilikom rafinacije usled izuzetno velike plastične deformacije izazvane smicanjem ispod površine, zatim povećanja frikcionih sila između radnog komada i valjaka, stvaranja novih graničnih površina između slojeva. Upravo nedostatak ovih mehanizama kod klasičnog valjanja postavlja valjanje inferiornim u odnosu na akumulativno spajanje valjanjem.

2. Eksperimentalni deo

2.1 Materijal i procesiranje

2.1.1 Hemijski sastav

Hemijski sastav Al-Mg legura koje su korišćene u ovom istraživanju za proizvodnju višeslojnih traka postupkom spajanja valjanjem (ARB postupkom), kao i za dobijanje jednoslojnih hladno valjanih traka (uzorci monometala), dat je u tabeli 2.1. Ispitivana Al-Mg legura označena kao AA5083 po hemijskom sastavu odgovara standardnoj leguri AA5083, dok legura označena kao AA5083+Zn predstavlja modifikovanu AA5083 leguru sa povećanim sadržajem Mg i dodatkom Zn, u odnosu na standardnu AA5083 leguru.

Tabela 2.1 Hemijski sastav ispitivanih legura i standardne legure AA5083 (mas.%)

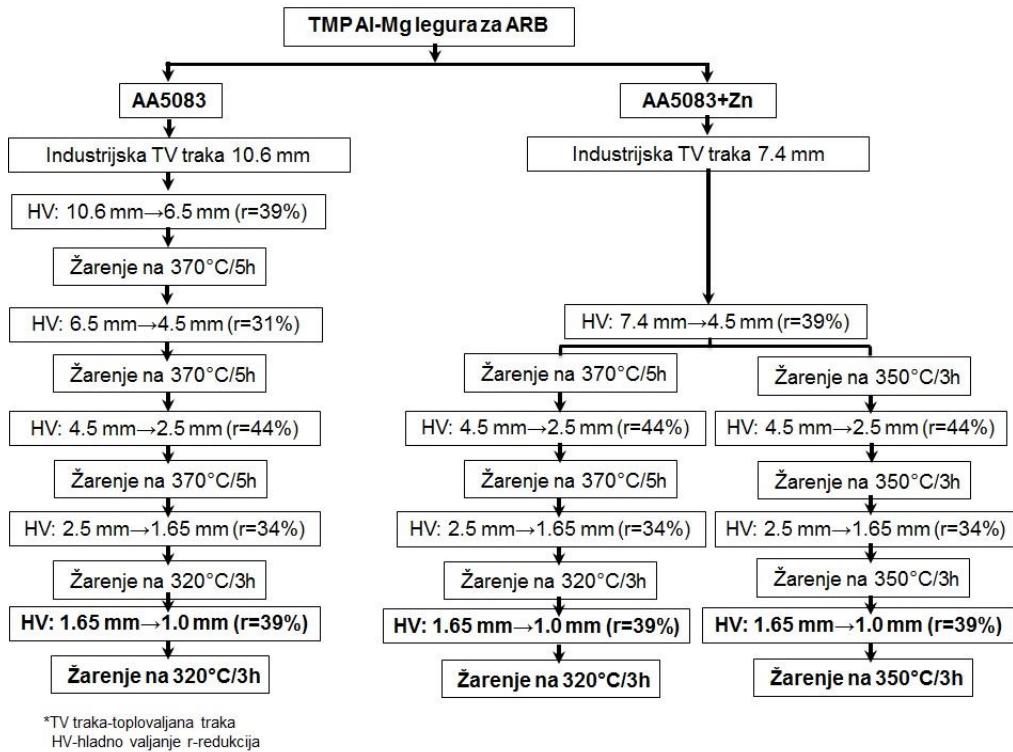
Legura	Mg	Mn	Cu	Fe	Si	Zn	Zr	Ti	Na	Cr
Standardna AA5083	4.0-4.9	0.4-1.0	<0.1	<0.4	<0.4	<0.25	/	<0.15	/	0.05-0.25
AA5083	4.16	0.47	0.008	0.29	0.15	0.018	/	0.009	0.0003	0.060
AA5083+Zn	5.1	0.72	0.013	0.34	0.11	0.51	0.02	0.025	0.0005	0.008

2.1.2 Priprema toplo valjanih traka za ARB procesiranje

Ispitivane legure su industrijski proizvedene postupkom livenja, homogenizacije i toplog valjanja, u Valjaonici aluminijuma Impol-Seval u Sevojnu i isporučene su u vidu toplo valjanih ploča debljine 10.6 mm za AA5083 leguru i 7.4 mm za AA5083+Zn leguru, a dalja prerada izvedena je u laboratorijskim uslovima.

Primarni cilj ispitivanja bilo je procesiranje toplo valjanih ploča ARB postupkom za proizvodnju višeslojnih traka, dok je konvencionalno hladno valjanje kojim su dobijene jednoslojne trake, odnosno uzorci monometala korišćeno radi poređenja dobijene strukture i svojstava. Za ARB postupak spajanja valjanjem korišćene su trake polazne debljine 1 mm.

Da bi se dobile trake željene debljine (1 mm), toplo valjane (TV) trake su procesirane prema termomehaničkim režimima prikazanim na slici 2.1 za obe ispitivane legure. Proizvedene trake debljine 1 mm u meko žarenom stanju, korišćene su za ARB procesiranje i proizvodnju višeslojnih uzoraka.

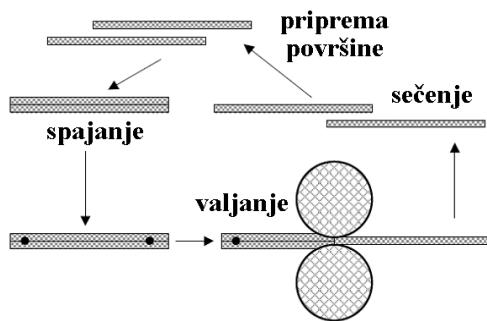


Slika 2.1 Šematski prikaz termomehaničkog (TMP) režima prerade TV traka debljine 10.6 mm (AA5083) i 7.4 mm (AA5083+Zn) do debljine 1 mm.

Valjanje je izvedeno u laboratorijskim uslovima, na valjačkom stanu FRECH Walzwerksmaschinen D-6920 Sinsheim, a međufazno žarenje u laboratorijskim pećima za termičku obradu na Tehnološko-metalurškom fakultetu. Posle međufaznog žarenja uzorci su hlađeni na vazduhu.

2.2 Postupak akumulativnog spajanja valjanjem

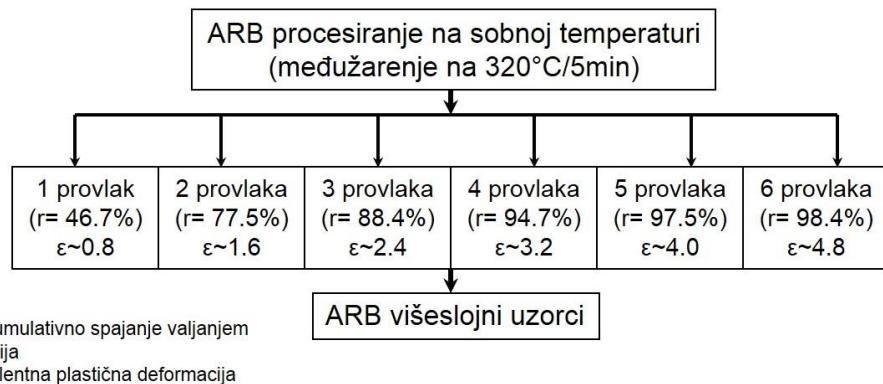
Uzorci standardne AA5083 legure debljine 1 mm proizvedene po šemi na slici 2.1 u meko žarenom stanju ($320^{\circ}\text{C}/3\text{h}$) dalje su korišćeni za proizvodnju višeslojnih traka postupkom spajanja valjanjem na sobnoj temperaturi. Šematski prikaz postupka akumulativnog spajanja valjanjem prikazan je na slici 2.2.



Slika 2.2 Šematski prikaz ARB postupka.

Postupak akumulativnog spajanja valjanjem (ARB postupak) izведен je u više faza. Za postizanje adekvatnog spajanja traka, i za obezbeđenje čvrstoće spoja, bilo je potrebno da površina traka koje se deformišu i spajaju valjanjem, bude odmašćena i očišćena metalnom četkom. U prvoj fazi, površina traka je odmašćena metanolom i očišćena četkom od nerđajućeg čelika. U drugoj fazi, dve trake istih dimenzija ($1 \times 100 \times 400 \text{ mm}$) složene su jedna na drugu, tako da se dodiruju površinama koje su tretirane kao u fazi 1. Pripremljene i složene trake dodatno su pričvršćene aluminijumskom žicom, da bi se izbeglo pomeranje u toku valjanja. U poslednjoj fazi izvršeno je valjanje na sobnoj temperaturi sa redukcijom od $\sim 50\%$ bez korišćenja lubrikanta. Spajanje valjanjem, odnosno ARB postupak je izведен na laboratorijskom valjačkom stanu sa prečnikom valjaka $D = 210 \text{ mm}$ i perifernom brzinom valjanja od $\sim 1.5 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ (72 o/min). Vreme između pripreme površina za spajanje i samog spajanja valjanjem iznosilo je < 1 minuta, kako bi se izbeglo formiranje oksidnog sloja na površini.

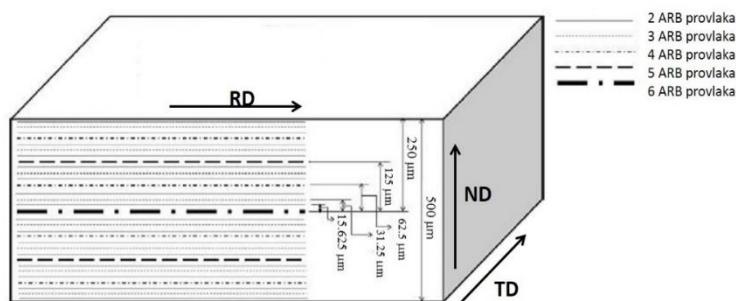
Šematski prikaz proizvodnje višeslojnih traka AA5083 legure ARB procesiranjem prikazan je na slici 2.3.



Slika 2.3 Šematski prikaz proizvodnje višeslojnih traka postupkom akumulativnog spajanja valjanjem za leguru AA5083.

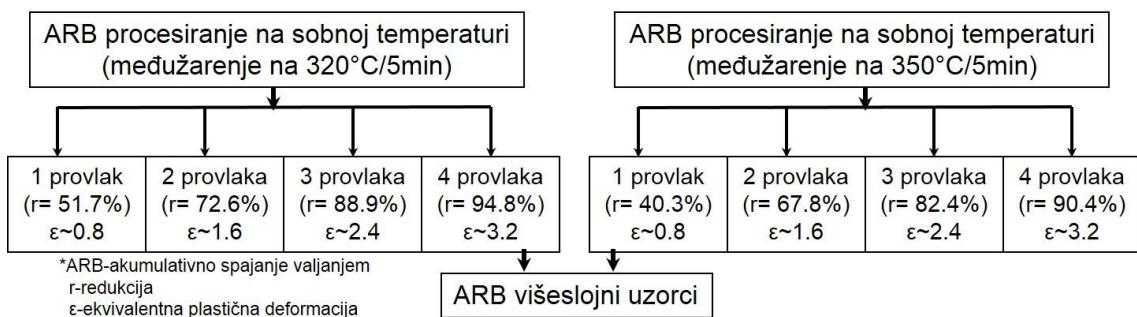
Kod standardne legure AA5083 ostvareno je ukupno 6 ARB provlaka, odnosno postignuta je ukupna redukcija 98.4% nakon šestog provlaka. Pre svakog provlaka valjci su oprani alkoholom, dok su trake nakon svakog ARB provlaka međufazno žarene na 320°C/5 min i hlađene na vazduhu.

Na slici 2.4 šematski je prikazan višeslojni ARB uzorak nakon 6 provlaka, pri čemu su označene granične površine između slojeva, kao i debljine slojeva nakon 6 ARB provlaka.



Slika 2.4 Šematski prikaz višeslojnog uzorka nakon 6 ARB provlaka.

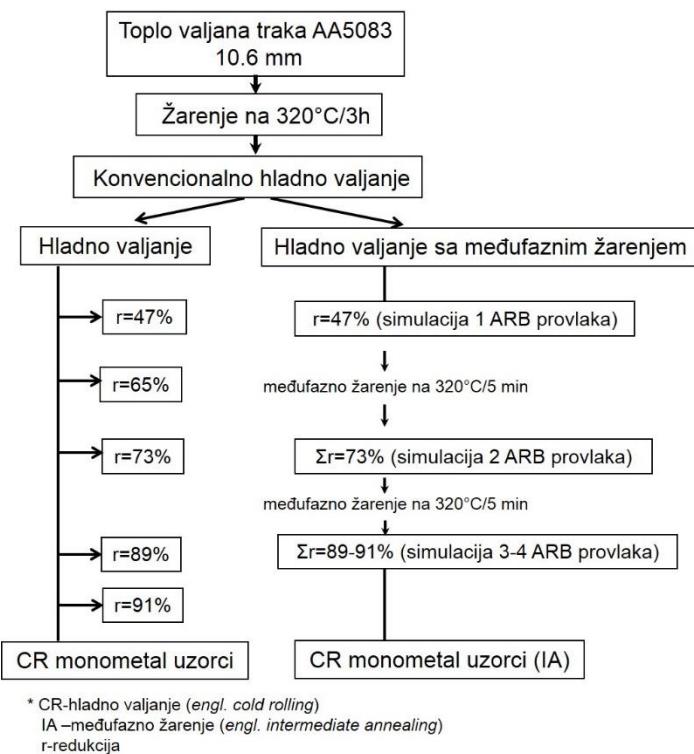
Za proizvodnju višeslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure korišćene su trake debljine 1 mm koje su proizvedene prema šemi na slici 2.1. Jedan deo traka AA5083+Zn legure debljine 1 mm završno je žaren na 320°C/3h, a drugi deo na 350°C/3h (slika 2.1). Obe grupe uzoraka dalje su procesirane ARB postupkom. Uslovi proizvodnje višeslojnih traka AA5083+Zn legure šematski su prikazani na slici 2.5. ARB procesiranje izvršeno je na laboratorijskom valjačkom stanu, pri istim uslovima koji su korišćeni za standardnu AA5083 leguru. U slučaju ARB procesiranja modifikovane legure AA5083, ostvareno je maksimalno 4 ARB provlaka ($r = 94.8\%$), i kod traka koje su međufazno žarene na 320°C/5 min, i kod onih koje su žarene na 350°C/5 min.



Slika 2.5 Šematski prikaz proizvodnje višeslojnih traka postupkom akumulativnog spajanja valjanjem za leguru AA5083+Zn.

2.3 Proizvodnja monometala konvencionalnim hladnim valjanjem

U okviru ovog rada proizvedene su i jednoslojne trake legure AA5083 dobijene konvencionalnim hladnim valjanjem. Šematski prikaz proizvodnje monometala legure AA5083, odnosno jednoslojnih traka, prikazan je na slici 2.6.



Slika 2.6 Šematski prikaz proizvodnje jednoslojnih traka konvencionalnim hladnim valjanjem standardne legure AA5083.

Napravljene su dve grupe jednoslojnih uzoraka: 1) uzorci hladno valjani različitim stepenima deformacije (označeni kao CR monometal uzorci) i 2) uzorci proizvedeni hladnim valjanjem i kratkotrajnim međufaznim žarenjem između provlaka, koji simuliraju ARB procesiranje (označeni kao CR monometal uzorci (IA)). Jednoslojni hladno valjani uzorci monometala proizvedeni su sa redukcijama od 47, 65, 73, 89 i 91%. CR monometal (IA) uzorci proizvedeni su hladnim valjanjem i međufaznim žarenjem na 320°C/5 min, koje je izvršeno nakon ostvarenog stepena deformacije od ~50% i ~75%, kako bi se simulirali uslovi koji su korišćeni prilikom ARB spajanja valjanjem (slika 2.6).

Za uzorke monometala, odnosno za jednoslojne trake, izabrane su redukcije koje približno odgovaraju redukcijama ostvarenim posle određenog broja ARB provlaka za višeslojni materijal. U tabeli 2.2 navedene su ostvarene redukcije u postupku deformacije hladnim valjanjem, ARB postupkom, kao i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja za leguru AA5083.

Tabela 2.2 Ostvarene redukcije u toku konvencionalnog hladnog valjanja i ARB spajanja za leguru AA5083 i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja

Monometal		ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal					
CR	CR (IA)	Ostvarene redukcije	Ostvarene redukcije	Teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja			
$r_{st}, \%$	$r_{st}, \%$	$r_{st}, \%$	N	$r_t, \%$	ε_N	m	$t_N, \mu\text{m}$
47	47	47	1	50	0.8	2	500
65							
73	73	77.5	2	75	1.6	4	250
89		88.4	3	87.5	2.4	8	125
91	91						
		94.7	4	93.8	3.2	16	62.5
		97.5	5	96.9	4.0	32	31.2
		98.4	6	98.4	4.8	64	15.6

gde su: N -broj ARB provlaka,

r_t - ukupna redukcija posle N provlaka, %

$$r_t = \left(1 - \frac{1}{2^N}\right) \cdot 100 \quad (2.1)$$

r_{st} - stvarna ukupna redukcija izračunata na osnovu debljine svakog uzorka, %

$$r_{st} = \frac{\Delta t}{t_0} \cdot 100 \quad (2.2)$$

ε_N - ekvivalentna plastična deformacija,

$$\varepsilon_N = N \cdot \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln(r) \quad (2.3)$$

m - broj slojeva posle N provlaka,

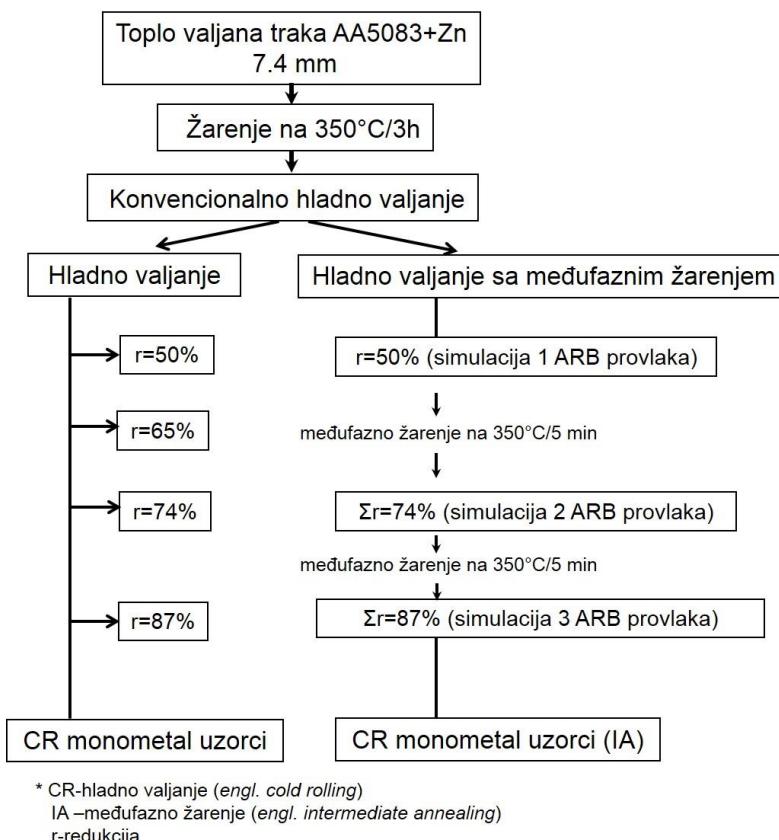
$$m = 2^N \quad (2.4)$$

t_N - teorijska debljina slojeva posle N provlaka, μm

$$t_N = \frac{1000}{2^N} \quad (2.5)$$

U slučaju AA5083+Zn legure, toplo valjana ploča početne debljine 7.4 mm procesirana je konvencionalnim hladnim valjanjem za proizvodnju jednoslojnih traka (uzorci monometala). Šematski prikaz proizvodnje monometala legure AA5083+Zn prikazan je na slici 2.7.

Napravljene su dve grupe uzoraka: 1) uzorci hladno deformisani različitim stepenima hladne deformacije (označeni kao CR monometal uzorci) i 2) uzorci proizvedeni hladnim valjanjem i kratkotraјnim međufaznim žarenjem koji simuliraju ARB procesiranje (označeni kao CR monometal uzorci (IA)). Kod CR monometal uzoraka ostvarene su redukcije od 50, 65, 74 i 87 %. Uzorci označeni kao CR monometal (IA) uzorci, napravljeni su tako što su trake nakon ostvarenog stepena deformacije od ~50% i ~75% međufazno žarene na 350°C/5 min, kako bi se simulirali uslovi koji su korišćeni prilikom ARB spajanja (slika 2.7).



Slika 2.7 Šematski prikaz proizvodnje jednoslojnih traka konvencionalnim hladnim valjanjem modifikovane legure AA5083+Zn.

U tabeli 2.3 navedene su ostvarene redukcije u toku deformacije hladnim valjanjem, ARB postupkom, kao i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja za leguru AA5083+Zn.

Tabela 2.3 Ostvarene redukcije u toku konvencionalnog hladnog valjanja i ARB spajanja za leguru AA5083+Zn i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja

Monometal		ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal						
CR	CR (IA)	Ostvarene redukcije		Ostvarene redukcije		Teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja		
$r_{st}, \%$	$r_{st}, \%$	$r_{st} (320^{\circ}\text{C}), \%$	$r_{st} (350^{\circ}\text{C}), \%$	N	$r_t, \%$	ε_N	m	$t_N, \mu\text{m}$
50	50	51.7	40.3	1	50	0.8	2	500
65								
74	74	72.6	67.8	2	75	1.6	4	250
87	87	88.9	82.4	3	87.5	2.4	8	125
		94.8	90.4	4	93.8	3.2	16	62.5

gde su:

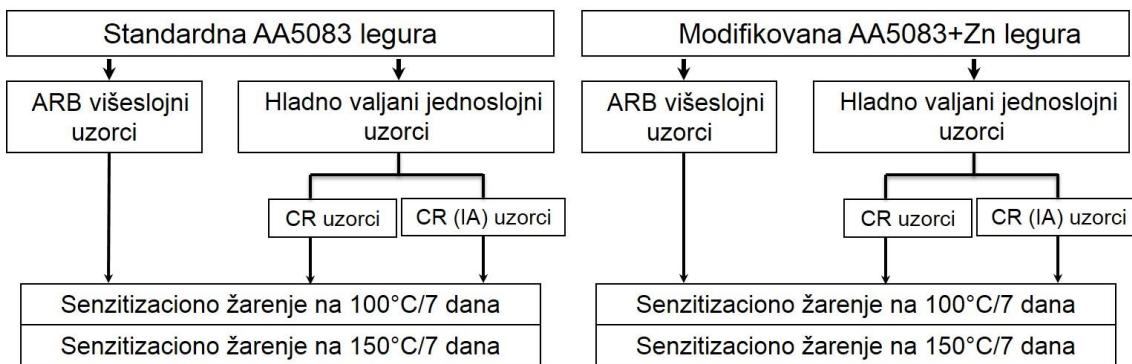
$r_{st} (320^{\circ}\text{C}/3\text{h})$ - stvarna ukupna redukcija ostvarena u toku hladnog valjanja sa međufaznim žarenjem na 320°C ,

$r_{st} (350^{\circ}\text{C})$ - stvarna ukupna redukcija ostvarena u toku hladnog valjanja sa međufaznim žarenjem na 350°C ,

dok su ostale oznake parametara ARB procesiranja navedene ispod tabele 2.2.

2.4 Senzitizacija

Jedan deo uzoraka višeslojnih ARB traka i jednoslojnih uzoraka monometala, dalje su senzitizaciono žareni na temperaturi 100°C i 150°C , u trajanju od 7 dana, prema šemi na slici 2.8. Uzorci nakon senzitizacije korišćeni su za ispitivanje osetljivosti prema intergranularnoj koroziji i za elektrohemiju ispitivanja korozije.



*ARB-akumulativno spajanje valjanjem
CR-konvencionalno hladno valjanje

Slika 2.8 Šema senzitizacije uzoraka.

2.5 Metode karakterizacije

Izvršena su ispitivanja višeslojnih traka, proizvedenih ARB postupkom, i jednoslojnih uzoraka monometala, proizvedenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, za obe procesirane legure. Izvršena je karakterizacija mikrostrukture, merenje električne otpornosti, ispitivana su mehanička svojstva kao i osetljivost prema intergranularnoj koroziji uzoraka i elektrohemijjska ispitivanja.

2.5.1 Merenje električne otpornosti

Merenje električne otpornosti kao metoda karakterizacije služi za detekciju procesa rastvaranja i taloženja, pri čemu porast električne otpornosti ukazuje na procese rastvaranja, a pad ukazuje na procese taloženja. Praćen je uticaj termomehaničke prerade traka za spajanje valjanjem na vrednost električnog otpora. Takođe, ispitivana je zavisnost električne otpornosti od broja ostvarenih ARB provlaka, odnosno od stepena plastične deformacije višeslojnih i jednoslojnih traka obe legure. Merena je i promena električnog otpora nakon senzitizacionog žarenja višeslojnih ARB uzoraka, odnosno CR monometal uzoraka (sa i bez međufaznog žarenja), na 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana radi praćenja precipitacionih procesa.

Za merenje električne provodljivosti χ [MS/m], odnosno električne otpornosti ρ [Ωm], korišćen je uređaj Sigma Test 2.069 (Slika 2.9). Merenja su izvršena na uzorcima obe ispitivane legure, pomoću sonde prečnika 8 mm, na sobnoj temperaturi ($t = 25^\circ\text{C}$).

Na uređaju moguće je izmeriti provodljivost u intervalu od 0.5 do 65 MS/m, odnosno od 1 do 112 % IACS. Merenja se mogu izvršiti pri frekvencijama 60, 120, 240, 480 i 960 kHz; za merenje provodljivosti ispitivanih uzoraka traka, odabrana je frekvencija $f = 240$ kHz. Izbor frekvencije izvršen je na osnovu uslova da debljina uzorka na kojima se meri provodljivost mora biti jednaka ili veća od trostrukе vrednosti efektivne dubine prodiranja, δ_{ef} (mm), koja se izračunava na osnovu izraza 2.6:

$$\delta_{ef} = \frac{503}{\sqrt{\chi \cdot f}} \quad (2.6)$$

gde je: χ - provodljivost, MS/m, a f – frekvencija, Hz.

Za odabranu vrednost frekvencije $f = 240$ kHz i prosečnu provodljivost ispitivane legure koja iznosi $\chi \sim 17$ MS/m, efektivna dubina prodiranja je $\delta_{ef} = 0.250$ mm. U tom slučaju, za trake na kojima je merena provodljivost, potrebno je da bude zadovoljen uslov da je debljina uzorka veća od trostrukе vrednosti efektivne dubine prodiranja, δ_{ef} , odnosno: $3 \times \delta_{ef} = 3 \times 0.250$ mm = 0.750 mm što svi ispitivani uzorci zadovoljavaju.

Izmerene vrednosti električne provodljivosti χ izražene su u jedinicama [MS/m]. Vrednost električnog otpora ρ izračunata je na osnovu relacije $\rho = 1/\chi$ i izražena u jedinicama Ωm [$1/(\text{MS/m}) = \mu\Omega\text{cm}$]. Kao etalon za merenje, odnosno za kalibraciju uređaja, korišćen je čist bakar provodljivosti 58.38 MS/m, i standardni materijal niske provodljivosti 4.387 MS/m (slika 2.9b).



Slika 2.9 Uredaj za merenje provodljivosti a) i etalon za kalibraciju uređaja b).

2.5.2 Mikrostruktura

Za karakterizaciju mikrostrukture korišćen je optički mikroskop Reichert-Jung MeF3 (slika 2.10) i skenirajući elektronski mikroskop MIRA3 TESCAN (slika 2.11). Izvršena je karakterizacija mikrostrukture toplovaljanih traka, traka za ARB procesiranje, ARB višeslojnih traka, jednoslojnih traka (hladno valjanih sa i bez međufaznog žarenja), i senzitizovanih uzoraka za obe ispitivane legure.

2.5.2.1 Optička mikroskopija

Za metalografska ispitivanja uzorci su pripremljeni mehaničkim brušenjem sa vodobrusnim papirom granulacije do #2000 i poliranjem sa dijamatskim pastama granulacije 10, 3 i 1 μm . Završna priprema uzorka urađena je poliranjem sa suspenzijom OPU na Struers-ovom uređaju. Mikrofotografije na kojima je prikazana veličina i raspodela faza u polaznom toplo valjanom stanju (TV) urađene su na optičkom mikroskopu Reichert-Jung MeF3 (slika 2.10) u svetlom polju. Takođe, za praćenje razvoja mikrostrukture tokom ARB procesiranja, i u toku konvencionalnog valjanja, korišćeno je svetlo polje pri povećanjima od $\times 50$ do $\times 1000$.

Za određivanje veličine zrna uzorci su posle mehaničkog brušenja i poliranja, nagrizani Barker-ovim reagensom (800 ml destilovane vode + 20 ml HBF₄), pri radnom naponu U=20 V, i slikani u polarizovanom svetlu na optičkom mikroskopu Reichert-Jung MeF3. Određena je veličina zrna linijskom metodom (metodom odsečka) u programima Photoshop i ImageJ.

Uzorci u senzitizovanom stanju, nakon žarenja na 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana, pripremljeni su mehaničkim poliranjem i nagrizanjem u 10% rastvoru fosforne kiseline (H₃PO₄) na t = 35°C, u trajanju od τ = 3 min [111]. Mikrofotografije na kojima je prikazana raspodela izdvojene β-faze, na poprečnom uzdužnom preseku (u odnosu na pravac valjanja), urađene su na optičkom mikroskopu Reichert-Jung MeF3 pri povećanju od ×500 i ×1000 u svetlom polju.



a)



b)

Slika 2.10 Optički mikroskop Reichert-Jung MeF3 a) i uređaj za poliranje b).

Naime, u toku senzitizacionog žarenja ispitivanih Al-Mg legura dolazi do taloženja β faze (Mg₅Al₈), čija veličina, oblik i raspodela zavise od strukture koja je obrazovana u toku prethodne termomehaničke prerade. U toku senzitizacije legure sa deformisanom strukturon, β-faza se izdvaja po granicama deformisanih i izduženih zrna, ili na mestima kao što su ravni klizanja, smicajne trake, odnosno na mestima povećane gustine dislokacija. Optička mikroskopija korišćena je i za ispitivanje mikrostrukture ARB uzoraka, CR monometal i CR monometal (IA) uzoraka u senzitizovanom stanju za analizu oblika, rasporeda i količine β-faze.

2.5.2.2 Skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM)

Uzorci legura AA5083 i AA5083+Zn ispitivani su na SEM mikroskopu MIRA3 TESCAN (slika 2.11) u laboratoriji Tehnološko-metalurškog fakulteta i na SEM mikroskopu JEOL 6610LV sa EDS detektorom Oxford Instruments Xmax 20 mm² SDD u laboratoriji Rudarsko-geološkog fakulteta. Korišćena su dva detektora na SEM-u: detektor sekundarnih i detektor odbijenih elektrona, pa su i dobijene dve vrste mikrofotografija (SE-secondary electron image i BSE-backscatter electron image). SE detektor prikazuje površinu uzorka u velikoj rezoluciji, pa je pogodan za proučavanje morfologije uzorka. BSE pokazuje uzorak u nijansama sive boje koje odgovaraju atomskim težinama atoma koji izgrađuju uzorak, pa se BSE detektor koristi za proučavanje razlika u hemijskom sastavu uzorka odnosno pogodan je za detekciju različitih faza. Kod izbijanja elektrona iz elektronskog omotača atoma ostaje prazno tzv. vakantno mesto, koje se popuni elektronom iz druge elektronske ljeske više energije. Prilikom tog skoka elektrona emituje se jedan kvant energije ili X-zrak. Energija ovako nastalog zračenja karakteristična je za svaki hemijski element koju detektuje treća vrsta detektora, EDS detektor (*engl. Energy Dispersive Spectrometer*). Ovaj detektor služi za određivanje hemijskog sastava uzorka na temelju X-zraka.

Skenirajuća elektronska mikroskopija je korišćena za:

- semi-kvantitativnu identifikaciju sekundarnih faza u polaznom toplo valjanom stanju ispitivanih legura AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure - energodisperzionom analizom X-zraka (EDS);
- određivanje raspodele i morforlogije β -faze senzitizovanih uzoraka (ARB i CR) nakon nagrizanja u 10% rastvoru fosforne kiseline (H_3PO_4) na $t = 35^\circ C$, u trajanju od $\tau = 3$ min;
- određivanje raspodele i morforlogije β -faze senzitizovanih uzoraka (ARB i CR) nakon nagrizanja u rastvoru amonijum persulfata ($(NH_4)_2S_2O_8$) na sobnoj temperaturi, u trajanju od $\tau = 25$ min [112];

Kao rezultat nagrizanja β -faze senzitizovanih uzoraka korišćenjem standardne procedure u 10% rastvoru fosforne kiseline (H_3PO_4) na $t = 35^\circ C$ [111] dolazi do rastvaranja β -faze po granicama i unutar zrna, što se pri manjim uvećanjima reflektuje u vidu linija i tačaka, međutim posmatrane karakteristike nisu stvarna β -faza, budući da je β -faza nanometarske veličine. Osnovni razlog korišćenja nagrizanja u rastvoru amonijum persulfata ($(NH_4)_2S_2O_8$) je njegova karakteristika da jasno otkrije β -fazu, a da pri tom ne dođe do narušavanja njenog integriteta i mogućnost posmatranja na SEM mikroskopu [112].

Identifikacija faza na poliranim uzorcima, u polaznom toplo valjanom stanju, za obe ispitivane legure, izvršena je energodisperzionom analizom X-zraka, pri čemu je korišćena tačkasta analiza. Senzitizovani višeslojni (ARB) i jednoslojni hladno valjani (CR) uzorci, pre ispitivanja na SEM-u, tretirani su etil-alkoholom u ultrazvučnom kupatilu u trajanju od 10 minuta.



Slika 2.11 SEM mikroskop MIRA3 TESCAN.

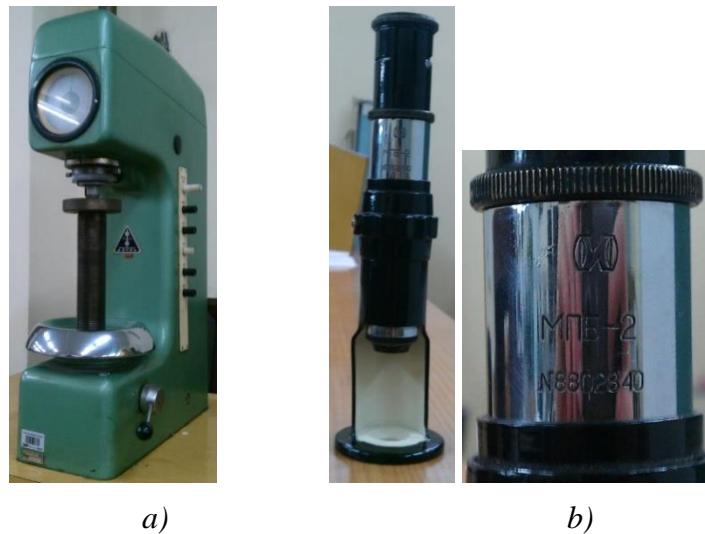
2.5.2.3 Fraktografska analiza

Analiza prelomnih površina na zateznim epruvetama (fraktografska analiza) izvršena je pomoću skenirajućeg elektronskog mikroskopa MIRA3 TESCAN (slika 2.11) u laboratoriji Tehnološko-metalurškog fakulteta.

2.5.3 Mehaničke osobine

2.5.3.1 Tvrdoća

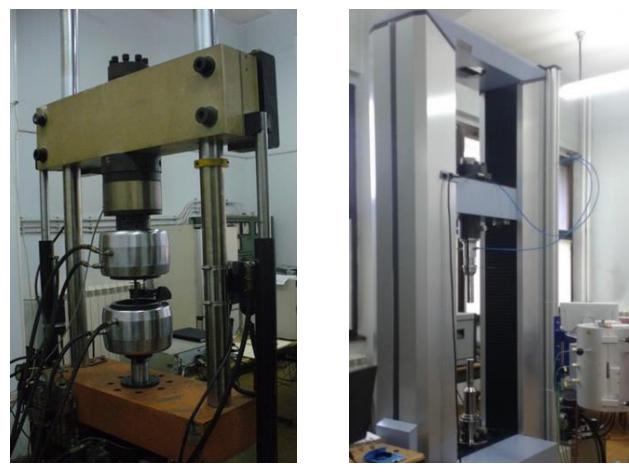
Za ispitivanje tvrdoće korišćena je metoda po Brinel-u (HB) [113]. Tvrdoća po Brinel-u se definiše kao odnos sile utiskivanja i površine otiska koji napravi kuglica prečnika D (mm), na površini ispitivanog materijala. Za merenje tvrdoće korišćen je uređaj WPM (Slika 2.12), sa kuglicom prečnika 5 mm. Za ispitivanje je korišćena sila utiskivanja od 125 i od 250 kg.



Slika 2.12 Uredaj za ispitivanje tvrdoće po Brinelu a) i okular za merenje prečnika otiska b).

2.5.3.2 Ispitivanje jednoosnim zatezanjem

Ispitivanje jednoosnim zatezanjem [114] izvršeno je na hidrauličnoj Instron 1332 (slika 2.13a), i elektro-mehaničkoj Shimadzu kidalici (slika 2.13b), u laboratoriji Tehnološko-metalurškog fakulteta. Za ispitivanje su korišćene standardne ASTM epruvete, sa mernom dužinom $l_0 = 50$ mm i širinom mernog dela epruvete $b_0 = 12.5$ mm (slika 2.14). Epruvete su isečene tako da je osa zatezanja paralelna pravcu valjanja. Ispitivanja su izvedena na sobnoj temperaturi, pri konstantnoj brzini zatezanja $v=2.5$ mm/min ($\dot{\epsilon}=8.3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

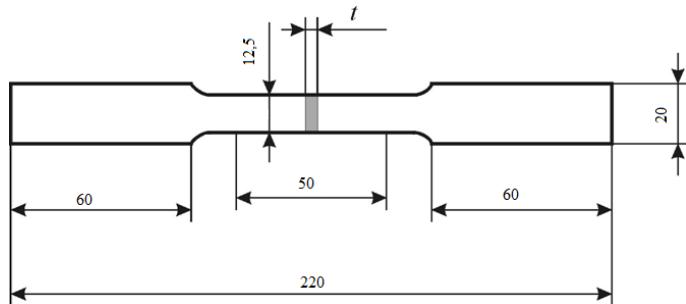


a)

b)

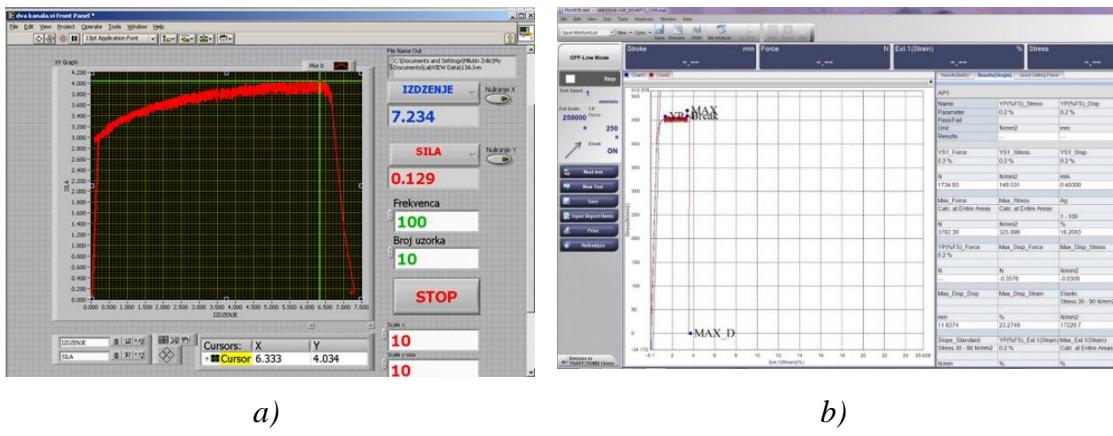
Slika 2.13 Uredaj za ispitivanje jednoosnim zatezanjem:

a) hidraulična Instron 1332 kidalica i b) elektro-mehanička Shimadzu kidalica.



Slika 2.14 Skica ASTM epruvete koja je korišćena za ispitivanje jednoosnim zatezanjem.

Vrednosti granice tečenja, zatezne čvrstoće, homogenog i ukupnog izduženja očitavane su preko odgovarajućeg softvera i izračunate su na osnovu eksperimentalno dobijenih dijagrama $F-\Delta l$ (slika 2.15).

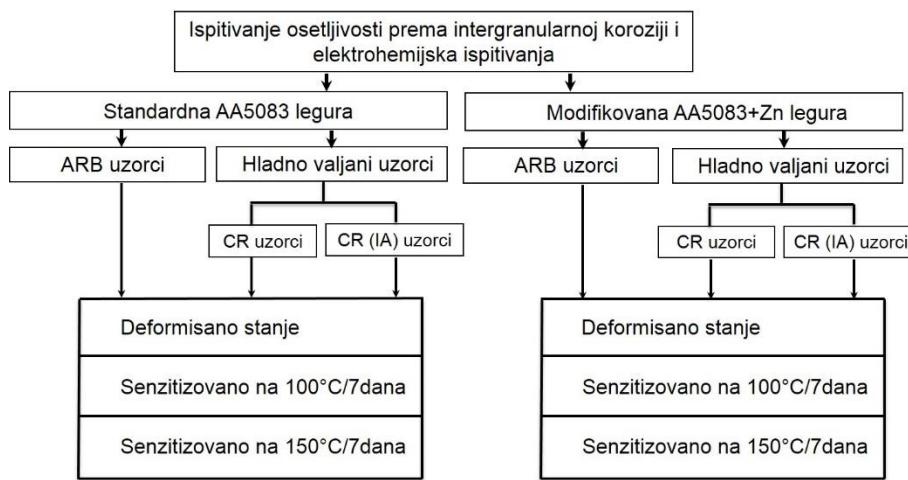


Slika 2.15 Softver za prikazivanje podataka sa kidalice Instron 1332 a) i Shimadzu b).

2.5.4 Koroziona ispitivanja

2.5.4.1 Ispitivanje osetljivosti prema intergranularnoj koroziji (IGC)

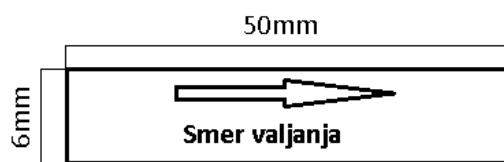
Za ispitivanje osetljivosti prema intergranularnoj koroziji korišćene su višeslojne i jednoslojne trake proizvedene od standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure. Izvršena su ispitivanja uzoraka u tri stanja: deformisano, senzitizovano na 100°C i 150°C , u trajanju od 7 dana prema šemii 2.16.



Slika 2.16 Uzorci korišćeni za ispitivanje intergranularne korozije i za elektrohemijska ispitivanja.

Za ispitivanje korozionog ponašanja korišćen je standardni NAML test (*engl. Nitrid Acid Mass Lost test*), koji se zasniva na merenju gubitka mase koji nastaje stajanjem u azotnoj kiselini. Procedura za izvođenje ovog testa i određivanje osjetljivosti prema intergranularnoj koroziji (IGC) opisana je u standardu ASTM G67 [115].

Prema zahtevima standarda ASTM G67 korišćeni su uzorci dimenzija 50×6 mm, debljine t mm, pri čemu je dužina uzorka od 50 mm paralelna pravcu valjanja (slika 2.17). NAML test sastoji se u tome da se uzorci potope u rastvor koncentrovane azotne kiseline (HNO_3), na temperaturi $t = 30^\circ\text{C}$, u trajanju od 24 h.



Slika 2.17 Uzorak za ispitivanje intergranularne korozije.

Na osnovu razlike u masi uzorka pre i posle testa, izračunava se gubitak mase po jedinici površine, koji predstavlja meru osjetljivosti prema IGC. Prema standardu ASTM G67, ako je gubitak mase $1-15 \text{ mg/cm}^2$ materijal je otporan prema IGC koroziji, a ako je gubitak mase $25-75 \text{ mg/cm}^2$ materijal je osjetljiv prema IGC koroziji.

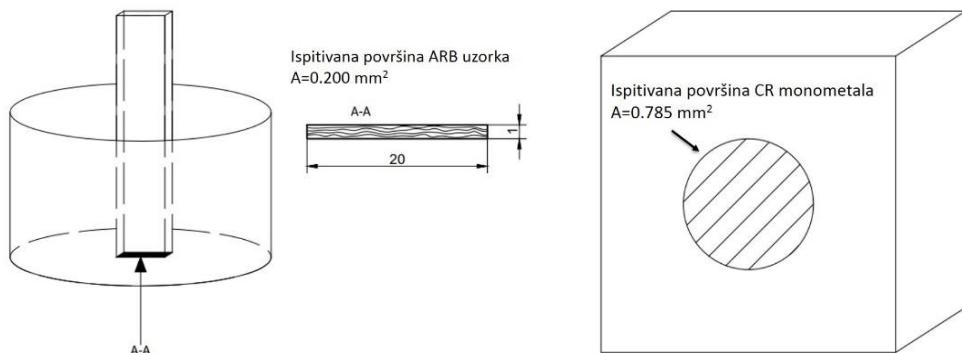
Na uzorcima koji su ispitani u ovom radu, nakon NAML testa, urađena je analiza dubine rastvaranja na optičkom mikroskopu i analiza površina štanglica na SEM-u za višeslojne i jednoslojne trake legure AA5083.

2.5.4.2 Elektrohemijska ispitivanja - određivanje brzine korozije

Brzine korozije višeslojnih traka dobijenih postupkom akumulativnog spajanja valjanjem, kao i monometala dobijenog konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, određivane su iz elektrohemijskih polarizacionih merenja. Merenja su izvršena na uređaju Gamry Reference 600 Potentiostat. Priprema površine uzorka vršena je grubim mokrim brušenjem pomoću brusnog papira sa prahom SiC finoće #800, #1200 i #2000 redom. Neposredno pre izlaganja dejstvu korozione sredine (3 % NaCl, pH = 6) uzorci su odmašćeni acetonom i osušeni na vazduhu.

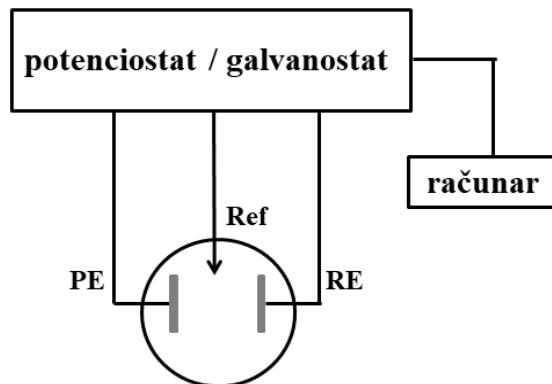
Potenciodinamička polarizacija (PDP). Za elektrohemisika ispitivanja odabrani su uzorci AA5083 legure koji su osetljivi i otporni prema intergranularnoj koroziji. Ispitani su hladno valjani CR monometal (IA) uzorci i ARB višeslojni uzorci standardne AA5083 legure u deformisanom i senzitizovanom stanju (slika 2.16). Sva polarizaciona merenja izvršena su na sobnoj temperaturi ($t = 25 \pm 2^\circ\text{C}$), u elektrohemiskoj celiji koja omogućava da određena površina uzorka, tj. radne elektrode, bude u kontaktu sa elektrolitom (3 % vodenim rastvorom NaCl, pH = 6). Kao radne elektrode korišćene su dve grupe uzorka standardne AA5083 legure (ARB višeslojni uzorci i CR monometalni uzorci), kao kontra elektroda platinska mrežica, a zasićena kalomelova elektroda (SCE) kao referentna elektroda (nalazila se u Luginovoj kapilari).

Izabrana su dva stepena deformacije za CR monometal uzorku (~47% i ~91%), koji odgovaraju ARB višeslojnim uzorcima koji su procesirani 1 i 3-4 ARB provlaka. Ispitani su uzorci (ARB i CR) u deformisanom stanju i nakon senzitizacionog žarenja od $100^\circ\text{C}/7$ dana. Za elektrohemisika merenja korišćena je površina višeslojnih ARB uzorka od 0.200 cm^2 (normalna na pravac valjanja), dok je površina uzorka koji su procesirani konvencionalnim valjanjem (CR monometal) iznosila 0.785 cm^2 (slika 2.18).



Slika 2.18 Izgled višeslojnog ARB uzorka i jednoslojnog hladno valjanog uzorka za elektrohemisika ispitivanja.

Na slici 2.19 šematski je prikazana elektrohemijska čelija.



Slika 2.19 Šema elektrohemijske čelije.

Svi potencijali u radu su prikazani u odnosu na zasićenu kalomelovu elektrodu, čiji je potencijal 0.242 V u odnosu na standardnu vodoničnu elektrodu (SHE). Odmah posle dovođenja radne elektrode u kontakt sa rastvorom u čeliji, započelo je praćenje potencijala otvorenog kola (E_{OCP}), koje je trajalo do uspostavljanja stabilnog E_{OCP} , 1200s. Potenciodinamička polarizacija (PDP) je sprovedena nakon što je uspostavljen potencijal otvorenog kola (OCP). Uzorci su polarizovani ± 1 V (SCE) u odnosu na OCP sa brzinom skeniranja od 1.0 mVs^{-1} . Na osnovu E -log j zavisnosti, dobijenih iz polarizacionih merenja u oblasti $\pm 250 \text{ mV}$ vs. E_{OCP} , određeni su korozioni potencijal, E_{kor} , i gustina struje korozije, j_{kor} . Gustina struje korozije, kao mera brzine korozije, je određena ekstrapolacijom Tafelovih nagiba do korozionog potencijala na graficima zavisnosti E -log j .

Metoda elektrohemijiske spektroskopske impedance (EIS). Za ispitivanje korozione stabilnosti korišćena je metoda spektroskopije elektrohemijске impedancije (EIS). Merenje EIS-a je vršeno u potencijostatskom modu, na potencijalu otvorenog kola sa amplitudom perturbacije potencijala od 10 mV (rms) u frekvencijskom opsegu od 100 kHz do 10 mHz. Spektar impedancije može da se predstavi u kopleksnoj ravni kao Najkvistov (engl. Nyquist) dijagram, koji prikazuje zavisnost imaginarnе komponente impedancije, Z_{imag} , od realne komponente impedancije, Z_{real} . Dobijeni podaci se analiziraju odgovarajućim ekvivalentnim električnim kolom, koje bi kao model odgovaralo eksperimentalnim rezultatima EIS. Analiza podataka je izvršena pomoću softvera Gamry Instruments Echem Analyst 5.50. Parametar "Goodness of Fit" je korišćen da bi se procenila adekvatnost primenjenih EEC modela. Dobijene vrednosti manje od $2.5 \cdot 10^{-4}$ za sva ispitivana stanja ukazuju na to da su korišćeni EEC modeli, predloženi od strane nekoliko autora [116, 117], bili odgovarajući za tumačenje dobijenih rezultata EIS-a.

3. Rezultati i diskusija

3.1 Karakterizacija toplo valjanih ploča

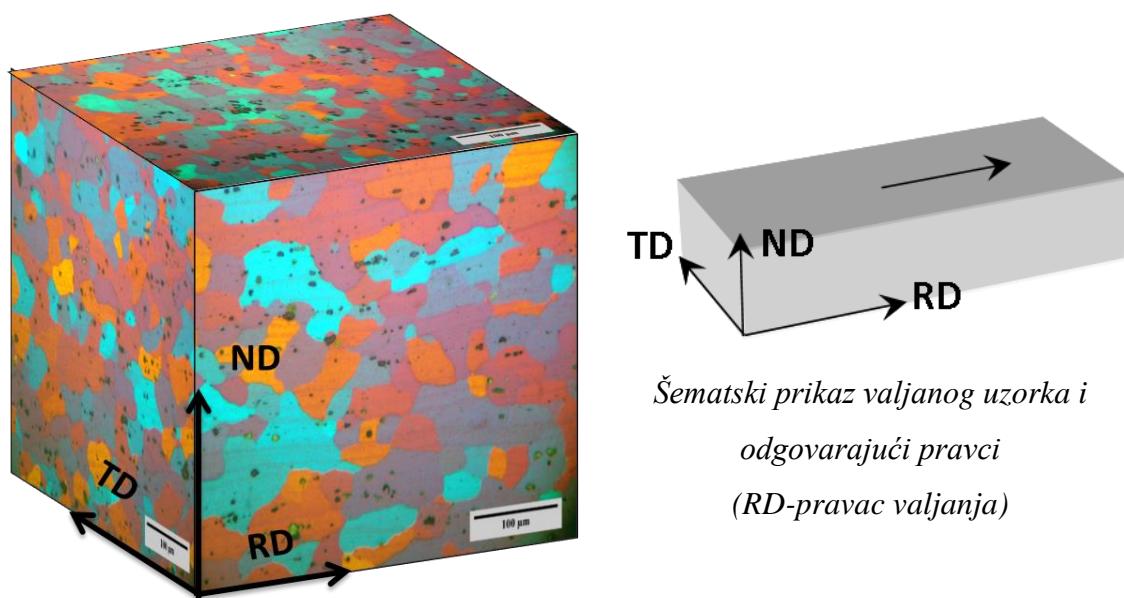
Mikrostrukturalna karakterizacija ispitivanih legura AA5083 i AA5083+Zn u polaznom toplo valjanom stanju, odnosno stanju isporuke, izvršena je optičkom mikroskopijom i skenirajućom elektronском mikroskopijom.

3.1.1 Standardna legura AA5083

Mikrostrukturalna ispitivanja industrijski proizvedenih toplo valjanih ploča debljine 10.6 mm standardne AA5083 legure obuhvatila su određivanje veličine zrna, kao i identifikaciju i raspodelu prisutnih faza.

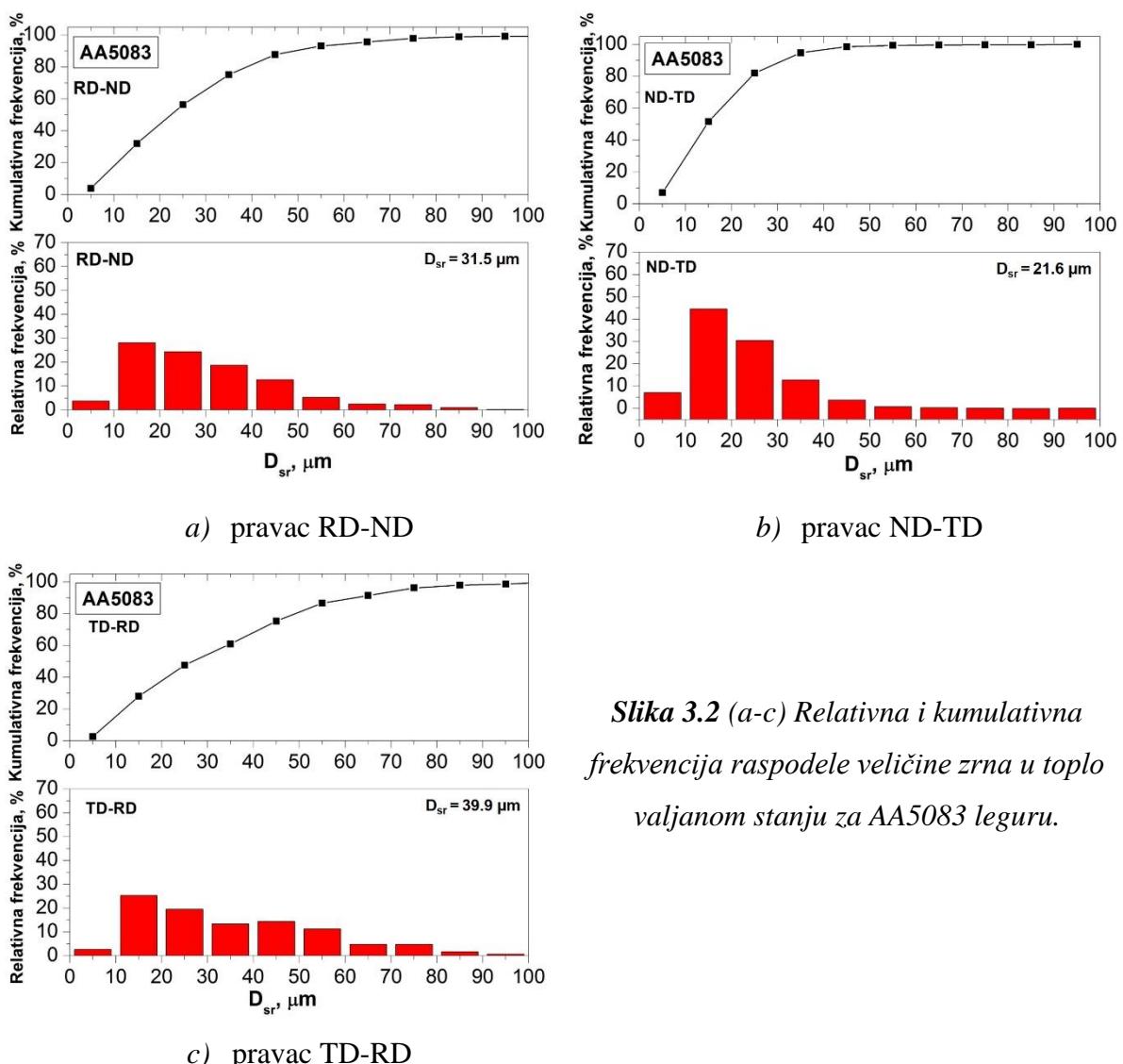
Mikrostruktura

Veličina zrna. Na slici 3.1 dat je 3D prikaz veličine zrna u toplo valjanom stanju za standardnu leguru AA5083. Srednja vrednost veličine zrna izračunata je linijskom metodom i mereni su pojedinačno odsečci na preko 1000 zrna u programu Photoshop i ImageJ i iznosi $31.5 \pm 2.54 \mu\text{m}$ u uzdužno-poprečnom pravcu (ravan RD-ND), $39.9 \pm 2.02 \mu\text{m}$ u ravni valjanja (ravan TD-RD) i $21.6 \pm 1.27 \mu\text{m}$ u kratko-poprečnom pravcu (ravan ND-TD).



Slika 3.1 3D prikaz veličine zrna u toplo valjanom stanju za AA5083 leguru.

Rezultati merenja veličine zrna i njihove raspodele u strukturi toplo valjanog stanja prikazani su na slici 3.2 (a-c). Prikazani su dijagrami raspodele veličine zrna u sva tri pravca: u uzdužno-poprečnom pravcu (RD-ND), sl.3.2a, zatim u kratko-poprečnom pravcu (ND-TD), sl.3.2b, kao i u ravni valjanja (TD-RD), sl.3.2c. Dijagrami na slici 3.2 pokazuju zavisnost relativne frekvencije odnosno relativnog ili procentualnog udela zrna određene veličine (klase) u strukturi, u odnosu na ukupan broj izmerenih zrna. Takođe, dijagrami pokazuju i kumulativne krive raspodele veličine zrna u određenoj strukturi. Za određenu veličinu zrna (npr. 25 μm), vrednost kumulativne frekvencije predstavlja procentualni udeo ili zastupljenost u strukturi, svih zrna, čija je veličina manja od 25 μm .

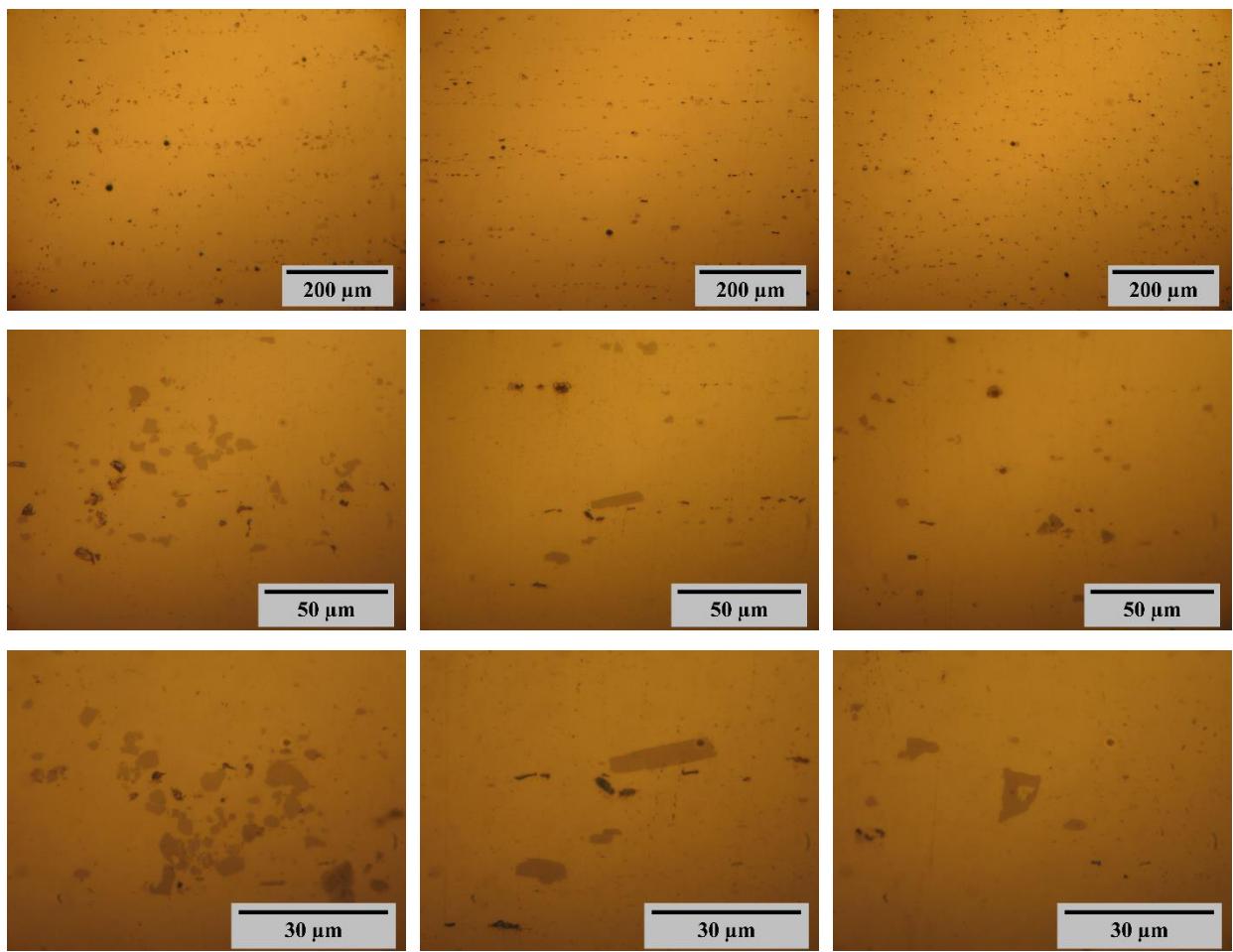


Slika 3.2 (a-c) Relativna i kumulativna frekvencija raspodele veličine zrna u toplo valjanom stanju za AA5083 leguru.

Rezultati sa slike 3.2 pokazuju da je prosečna veličina zrna najmanja u kratko-poprečnom pravcu (ND-TD ravan), jer relativna frekvencija zrna koja pripadaju klasi 15 i 25 μm čini gotovo 75% udela u ukupnom broju izmerenih zrna (slika 3.2b), dok relativna i kumulativna frekvencija raspodele veličine zrna u uzdužno-poprečnom pravcu (ravan RD-ND) i ravni valjanja (ravan TD-RD) ukazuju na prisustvo više različitih klasa u strukturi (slika 3.2a i c). U uzdužno-poprečnom pravcu (ravan RD-ND) (slika 3.2a), kumulativna frekvencija pokazuje da zrna veličine 35 μm čine skoro 80% strukture. U ravni valjanja (ravan TD-RD) (slika 3.2c) zapažena je najveća nehomogenost u raspodeli veličine zrna.

Raspodela i morfologija faza

Mikrostruktura u tri karakteristične ravni. Raspodela i morfologija prisutnih sekundarnih faza u toplo valjanom stanju za standardnu leguru AA5083 prikazana je na slici 3.3: u uzdužno-poprečnom pravcu (RD-ND), sl.3.3a, u ravni valjanja (TD-RD), sl.3.3b i u kratko-poprečnom pravcu (ND-TD), sl.3.3c. Na slici 3.3a i 3.3b zapažena je usmerena trakasta struktura sekundarnih faza u pravcu valjanja. U ravni RD-ND (slika 3.3a) svetle i tamne faze koje su prisutne u strukturi grupisane su, pri čemu njihova veličina ne prelazi 10 μm . Izdužena morfologija prisutnih čestica svetlih i tamnih faza javlja se u ravni valjanja (ravan TD-RD) (videti sliku 3.3b) pri čemu u pravcu valjanja svetle faze dostižu veličinu preko 20 μm . U kratko-poprečnom pravcu (ravan ND-TD) na slici 3.3c faze koje su manje od 10 μm su relativno ravnomerno raspoređene u strukturi.



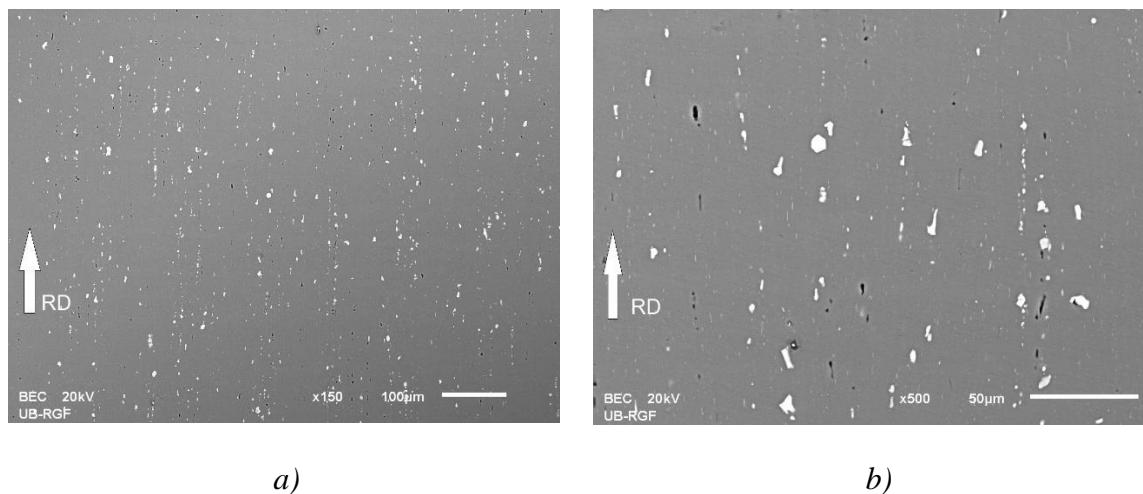
a) pravac RD-ND b) pravac TD-RD c) pravac ND-TD

Slika 3.3 (a-c) Optičke mikrofotografije toplo valjanih traka legure AA5083 u poliranom stanju.

Identifikacija faza – Skenirajuća elektronska mikroskopija

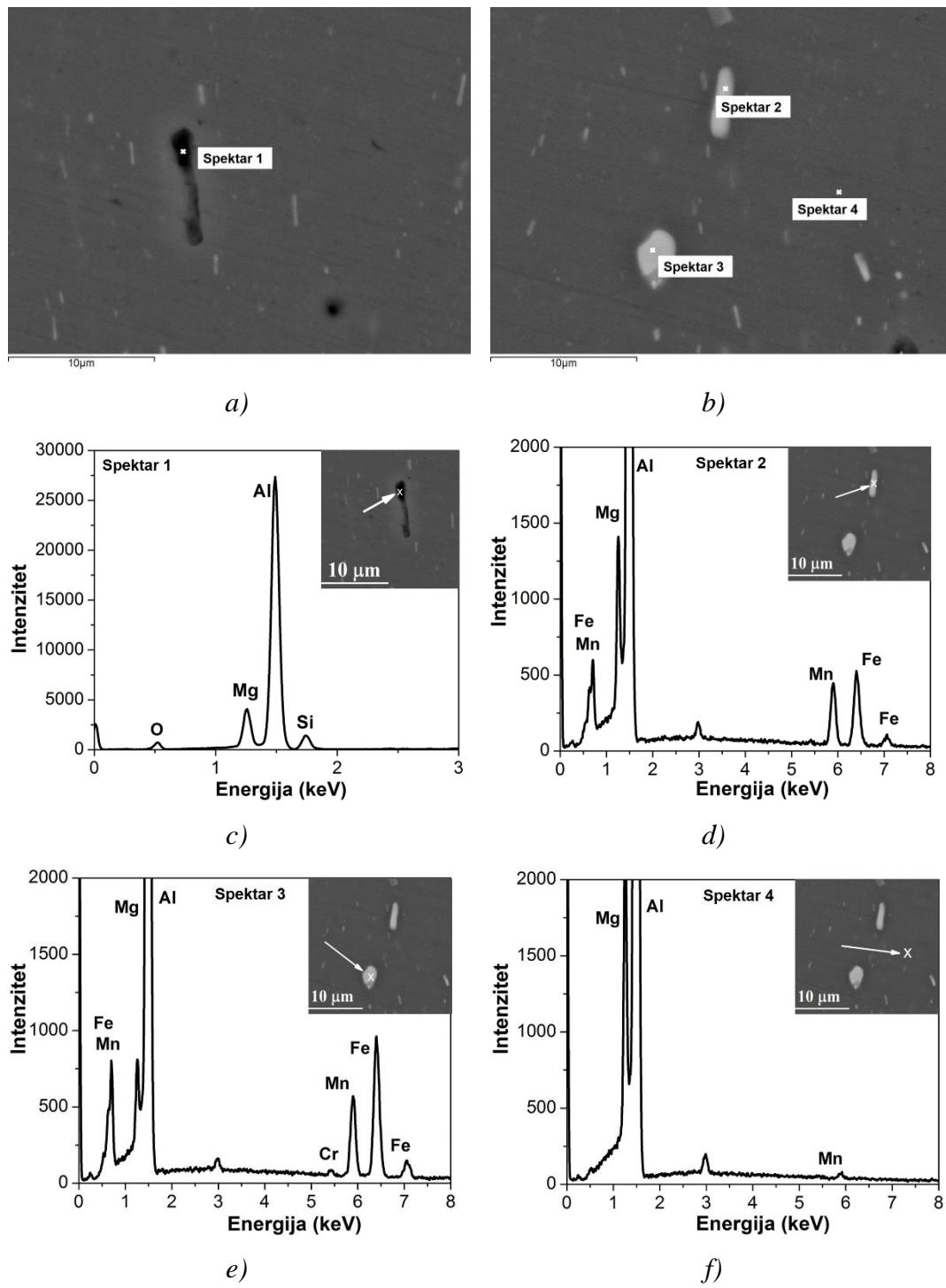
Rezultati mikrostrukturnih ispitivanja skenirajućom elektronском mikroskopijom prikazani su na slikama 3.4 i 3.5. SEM mikrofotografijama na slici 3.4 pokazano je da prisutne faze imaju izduženu morfologiju i da su usmerene u pravcu valjanja.

Na slici 3.4 (a i b) prikazane su mikrostrukture toplo valjanog stanja u uzdužno-poprečnom pravcu valjanja (ravan RD-ND) za AA5083 leguru (SEM-BEC). Zapažena je usmerena trakasta struktura u kojoj su prisutne svetle i tamne faze, pri čemu su svetle faze krupnije od tamnih faza. Tamne faze koje su prisutne u strukturi su izduženije od svetlih faza.



Slika 3.4 (a-b) SEM-BEC mikrostrukture toplo valjanog stanja AA5083 legure.

EDS spektri prisutnih faza u strukturi toplo valjanog stanja za standardnu AA5083 leguru prikazani su na slici 3.5. Kao što pokazuje spektar 1 na slici 3.5c u tamnim fazama prisutni su elementi Mg i Si, pa semikvantitativnom analizom može se reći da je prisutna faza Mg_2Si . Sa druge strane, svetle poligonalne faze u strukturi su faze na bazi Mn i Fe kao što potvrđuje spektar 2 prikazan na slici 3.5d, odnosno najverovatnije je to $(Fe,Mn)Al_6$ faza. U nekim fazama koje su na bazi Mn i Fe prisutan je i sadržaj Cr kao što pokazuje spektar 3 na slici 3.5e. Spektar 4 na slici 3.5f pokazuje da se u osnovi nalaze elementi Al, Mg i Mn.



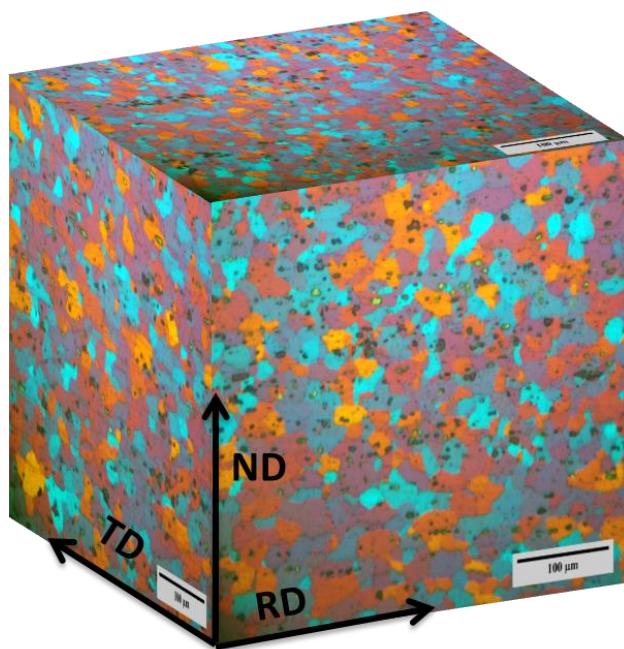
Slika 3.5 (a-f) SEM-EDS spektri prisutnih faza u AA5083 leguri u toplo valjanom stanju.

3.1.2 Modifikovana AA5083+Zn legura

Izvršena je karakterizacija mikrostrukture industrijski proizvedene modifikovane legure AA5083+Zn u toplo valjanom stanju debljine 7.4 mm.

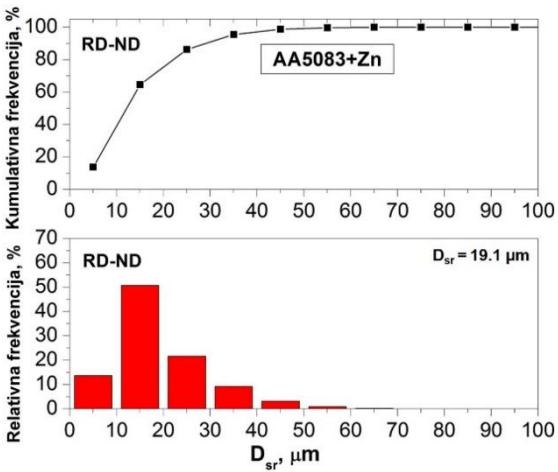
Mikrostruktura

Veličina zrna. Na slici 3.6 dat je 3D prikaz veličine zrna u toplo valjanom stanju za modifikovanu AA5083+Zn leguru. Srednja vrednost veličine zrna izračunata je linijskom metodom u programu Photoshop i ImageJ i iznosi $13.3 \pm 0.12 \mu\text{m}$ u uzdužno-poprečnom pravcu (ravan RD-ND), $19.3 \pm 0.17 \mu\text{m}$ u ravni valjanja (ravan TD-RD) i $13.3 \pm 0.12 \mu\text{m}$ u kratko-poprečnom pravcu (ravan ND-TD).

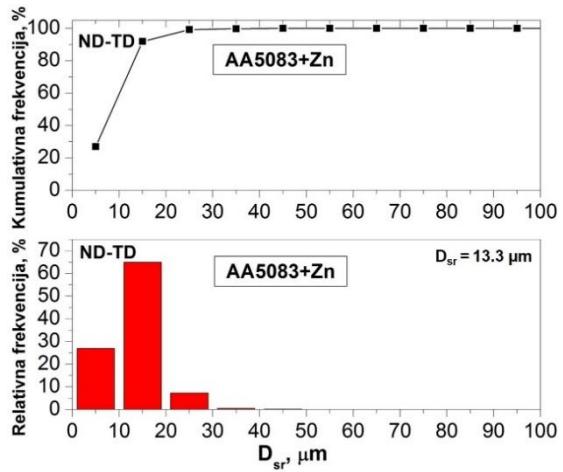


Slika 3.6 3D prikaz veličine zrna u toplo valjanom stanju za modifikovanu AA5083+Zn leguru.

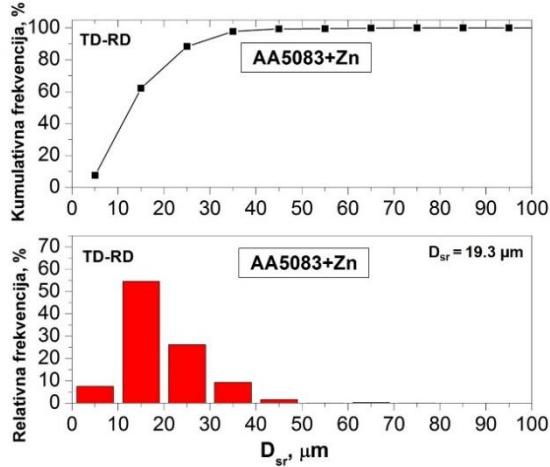
Rezultati merenja veličine zrna i njihove raspodele u strukturi toplo valjanog stanja prikazani su na slici 3.7 (a-c). Prikazani su dijagrami raspodele veličine zrna u sva tri pravca: u uzdužno-poprečnom pravcu (RD-ND), sl.3.7a, zatim u kratko-poprečnom pravcu (ND-TD), sl.3.7b, kao i u ravni valjanja (TD-RD), sl.3.7c.



a) pravac RD-ND



b) pravac ND-TD



c) pravac TD-RD

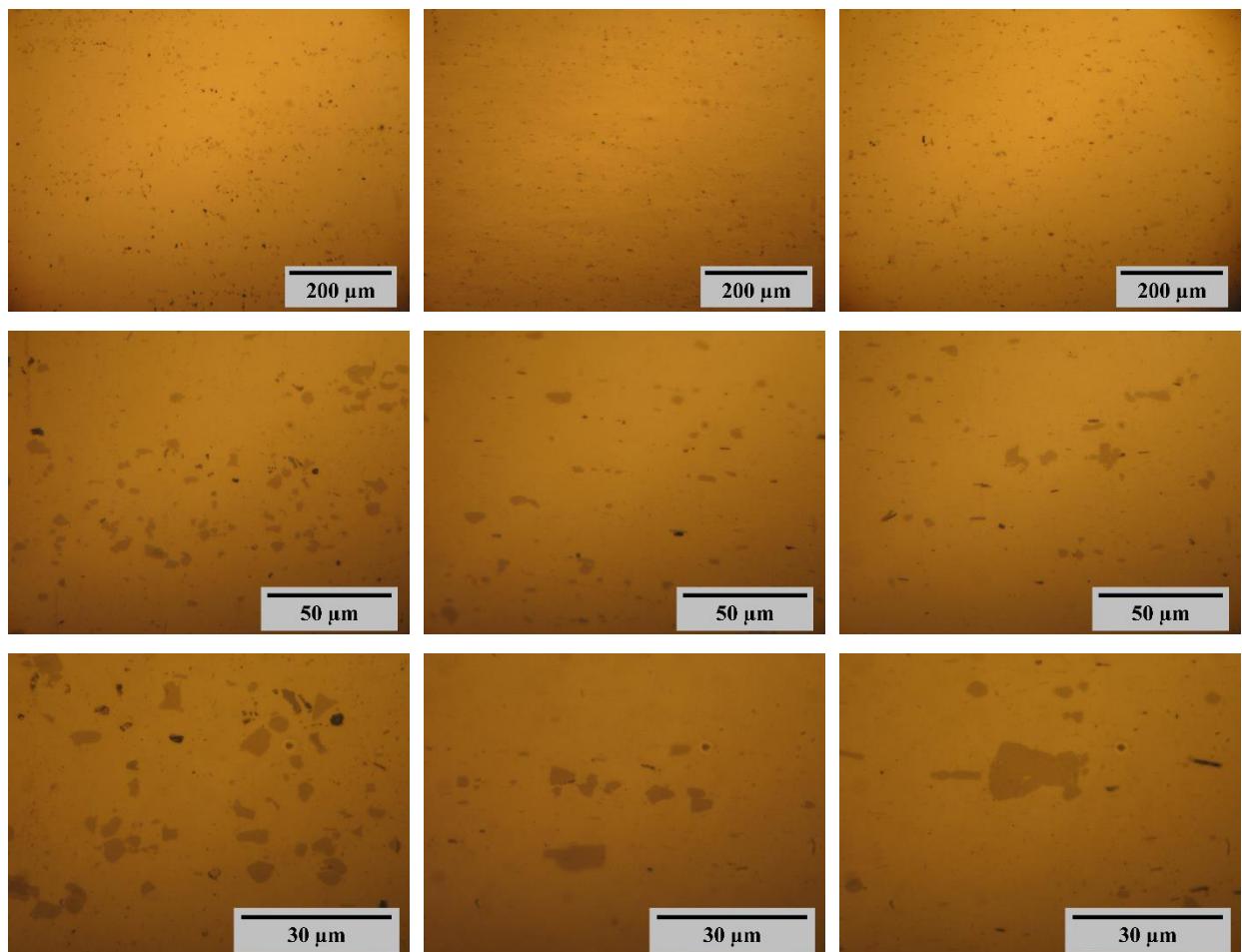
Slika 3.7 (a-c) Relativna i kumulativna frekvencija raspodele veličine zrna u toplovaljanom stanju za AA5083+Zn leguru.

Najsitnozrnja struktura i ujedno najhomogenija raspodela veličine zrna zapažena je u kratko-poprečnom pravcu (ND-TD), što pokazuju relativna i kumulativna frekvencija na slici 3.7b. Zastupljenost veličine zrna $< 15 \mu\text{m}$ u strukturi u kratko-poprečnom pravcu iznosi $\sim 90\%$, dok u uzdužno-poprečnom pravcu (RD-ND) i ravni valjanja (TD-RD) procentualni udio zrna čija je veličina $< 15 \mu\text{m}$ iznosi oko 60% (slika 3.7 a i c). Ostatak čine veća zrna veličine preko $30 \mu\text{m}$, koja se ne mogu zapaziti u ND-TD pravcu (slika 3.7b).

Rezultati merenja veličine zrna pokazuju da je struktura modifikovane legure u toplo valjanom stanju (polaznom) sitnozrnija u sva tri pravca od strukture standardne legure AA5083. Na rafinaciju strukture utiče povećan sadržaj legirajućih elemenata, jer modifikovana legura AA5083+Zn osim dodatka Zn sadrži i 5.1% Mg (tabela 2.1) u odnosu na standardnu AA5083 leguru. Osim hemijskog sastava, različita prethodna termomehanička prerada AA5083+Zn legure može uticati na usitnjavanje zrna, odnosno na smanjenje prosečne veličine zrna, što je u slučaju AA5083+Zn legure dovelo i do homogenije raspodele veličine zrna u sva tri pravca u odnosu na standardnu AA5083 leguru (slika 3.2).

Raspodela i morfologija faza

Mikrostruktura u tri karakteristične ravni. Raspodela i morfologija prisutnih faza toplo valjanih traka modifikovane AA5083+Zn legure prikazana je na slici 3.8 u poliranom stanju u sva tri pravca. U pravcu RD-ND svetle i tamne faze koje su prisutne u strukturi su grupisane i njihova veličina je ispod 5 μm (slika 3.8a), dok je raspodela sekundarnih faza ravnomernija u strukturi nego kod standardne legure AA5083 (slika 3.3a). Izdužena morfologija prisutnih čestica svetlih i tamnih faza javlja se u ravni valjanja (TD-RD) (slika 3.8b), pri čemu u pravcu valjanja svetle faze dostižu veličinu preko 15 μm . U pravcu ND-TD na slici 3.8c takođe su prisutne svetle i tamne faze koje su relativno ravnomerno raspoređene u strukturi i koje dostižu veličinu i preko 20 μm .



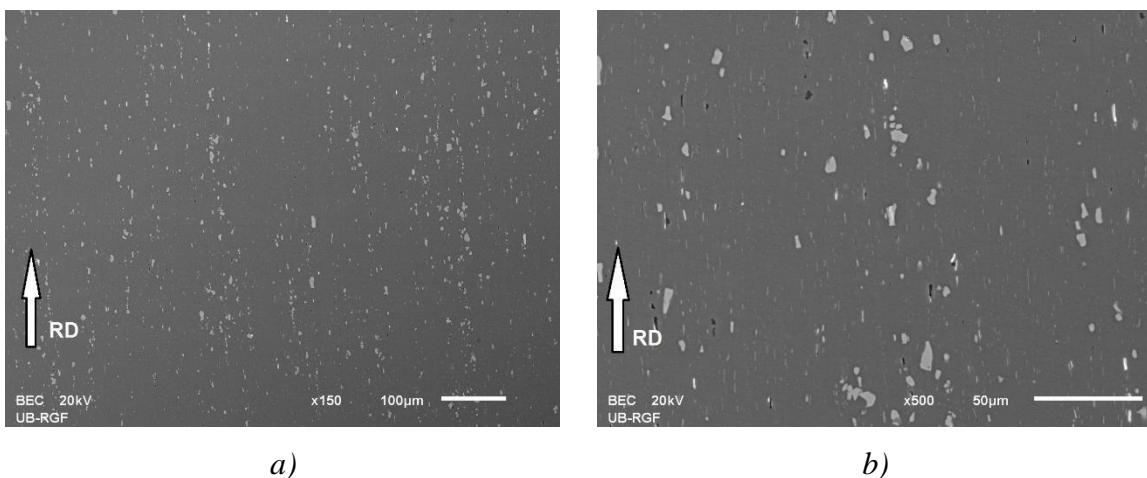
a) pravac RD-ND b) pravac TD-RD c) pravac ND-TD

Slika 3.8 (a-c) Optičke mikrofotografije toplo valjanih traka modifikovane legure

AA5083+Zn u poliranom stanju.

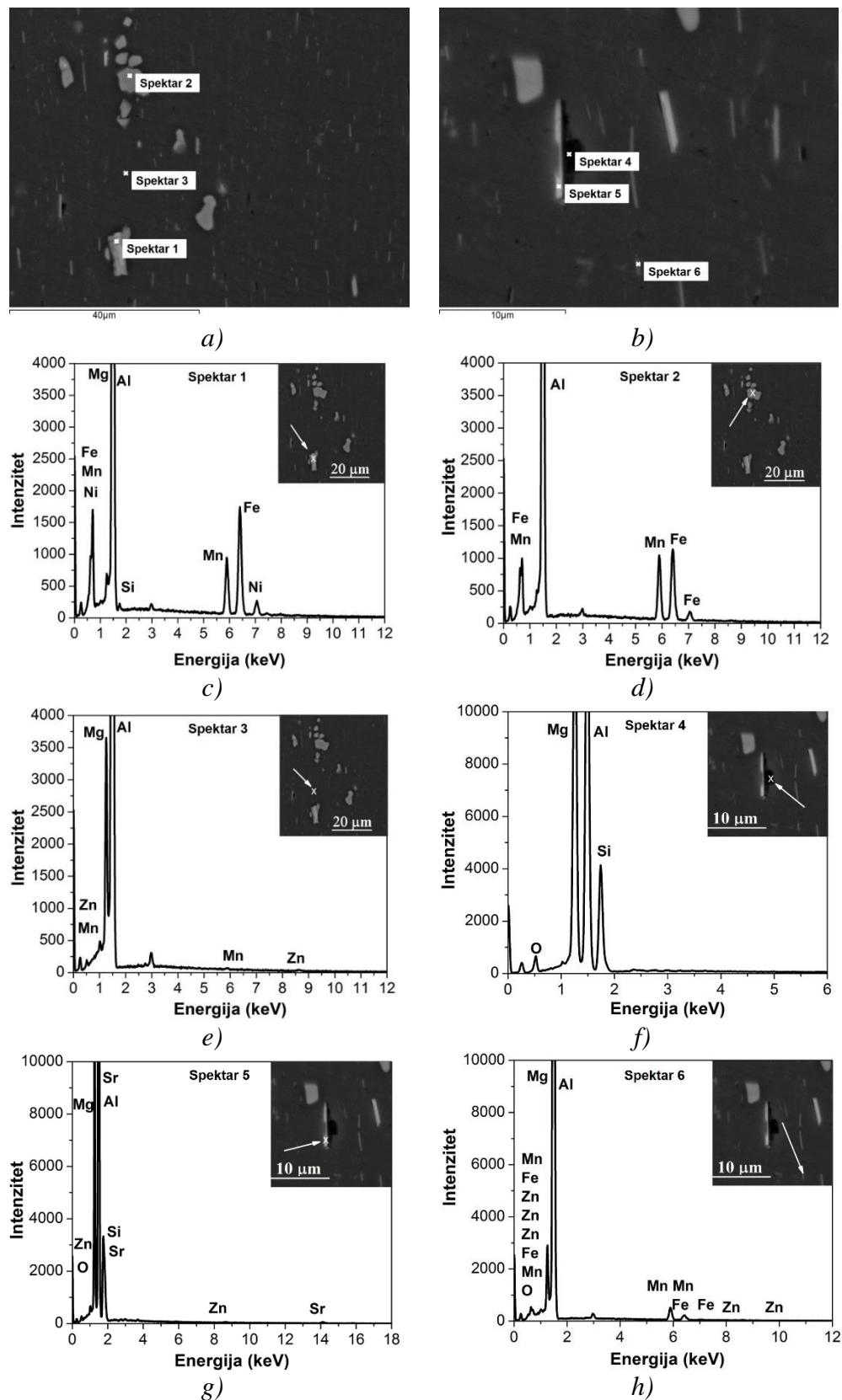
Identifikacija faza – Skenirajuća elektronska mikroskopija

Rezultati ispitivanja skenirajućom elektronskom mikroskopijom modifikovane AA5083+Zn legure prikazani su na slici 3.9 i 3.10. Na slici 3.9 (a i b) prikazane su mikrostrukture toplo valjanog stanja u uzdužno-poprečnom pravcu valjanja (ravan RD-ND) za modifikovanu AA5083+Zn leguru (SEM-BEC). Kod AA5083+Zn legure se takođe primećuje usmerena trakasta struktura, ali i gušća raspodela svetlih i tamnih faza u trakama u odnosu na standardnu AA5083 leguru (slika 3.4 i slika 3.9). Svetle faze su krupnije od tamnih faza u strukturi. Zapaženo je, takođe, da kod modifikovane AA5083+Zn legure su prisutne veoma sitne izdužene svetle faze u osnovi (slika 3.9b) čiji je broj u standardnoj AA5083 leguri daleko manji (slika 3.4b).



Slika 3.9 (a-b) SEM-BEC mikrostrukture toplo valjanog stanja AA5083+Zn.

Na slici 3.10 prikazani su EDS spektri prisutnih faza u strukturi toplo valjanog stanja za modifikovanu AA5083+Zn leguru. Pokazano je da su u strukturi toplo valjanog stanja prisutne krupne svetle faze na bazi Fe i Mn. Spektar 1 (slika 3.10c) pokazuje da neke svetle faze koje se nalaze u strukturi su faze koje pored Mn i Fe sadrže i Ni, dok spektar 2 (slika 3.10d) pokazuje da je svetla faza u strukturi samo na bazi Mn i Fe, odnosno najverovatnije je to $(Fe,Mn)Al_6$ faza. U osnovi se nalaze elementi Al, Mg, Mn i Zn što potvrđuje spektar 3 (slika 3.10e). U tamnim fazama prisutni su elementi Mg i Si, pa semikvantitativnom analizom možemo reći da je prisutna faza Mg_2Si (spektar 4 na slici 3.10f). Ono što je značajno napomenuti, jeste da je u najsvetlijim fazama zapaženo i prisustvo Sr što potvrđuje spektar 5 (slika 3.10g), dok sitne, vrlo izdužene svetle faze, osim prisustva Fe i Mn pokazuju i izvestan sadržaj Zn što potvrđuje spektar 6 (slika 3.10h).



Slika 3.10 (a-h) SEM-EDS spektri prisutnih faza u AA5083+Zn leguri u toplo valjanom stanju.

Mikrostruktura karakterizacija legura ispitivanih u ovom radu pokazala je da je modifikovana legura AA5083+Zn sitnozrnja u odnosu na standardnu AA5083 leguru. U obe legure prisutne su tamne faze na bazi Mg i Si, i svetle fazi na bazi Mn i Fe. Pokazano je da svetle faze osim Mn i Fe mogu sadržati i druge elemente kao što su Cr i Ni. Pokazano je da je ideo svetlih krupnih i sitnih sekundarnih faza na bazi Mn i Fe veći u modifikovanoj AA5083+Zn leguri, kao i da su one ravnomernije raspoređene u strukturi modifikovane legure u odnosu na standardnu AA5083 leguru.

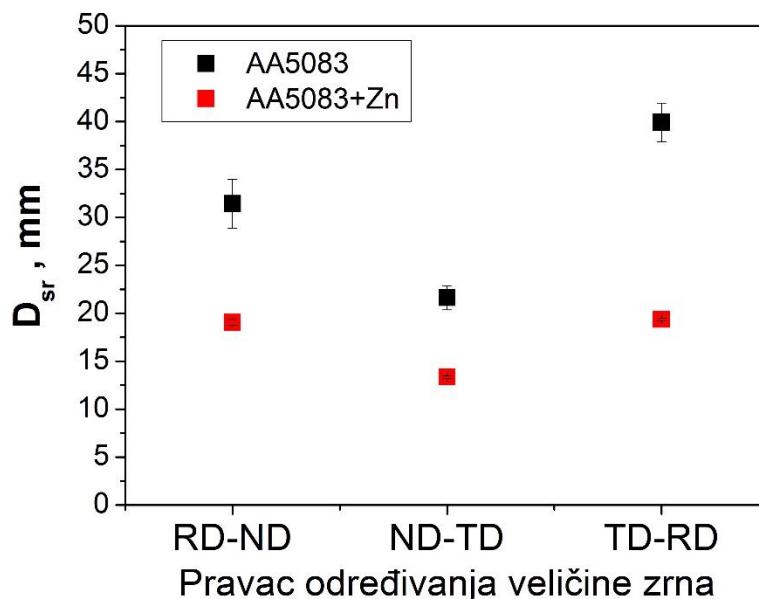
Modifikovana AA5083+Zn osim većeg sadržaja Mg i dodatka Zn (0.51%), sadrži 0.72% Mn, dok standardna AA5083 legura sadrži ispod 0.5% mangana (0.47% Mn). Viši sadržaj Mn doprinosi smanjenju veličine zrna u polaznom toplo valjanom stanju, obzirom da Mn služi kao inhibitor veličine zrna i u legurama sa većim sadržajem Mg obrazuje fine disperzoide Al_4Mn ili Al_6Mn , koji blokiraju kretanje granica zrna [118], a takođe u prisustvu drugih elemenata (Fe, Si) gradi grublje čestice faze $(\text{Mn}, \text{Fe})\text{Al}_6$, koje služe kao potencijalna mesta (klice) za obrazovanje novih rekristalisanih zrna. To je razlog smanjenja veličine zrna kod modifikovane legure AA5083+Zn u odnosu na standardnu AA5083 leguru [1-3]. Drugi uticaj višeg sadržaja Mn u modifikovanoj AA5083+Zn leguri u odnosu na standardnu AA5083 leguru ogleda se u tome što doprinosi homogenijoj raspodeli sekundarnih faza na bazi Mg u strukturi, što ilustruju slike 3.4 i 3.9.

U tabeli 3.1 i na slici 3.11 date su srednje vrednosti veličine zrna za obe ispitivane legure u toplo valjanom stanju u sva tri pravca.

Tabela 3.1 Srednja vrednost veličine zrna u toplo valjanom stanju ispitivanih legura

Legura	Ravan određivanja veličine zrna		
	RD-ND	ND-TD	TD-RD
AA5083	$31.5 \pm 2.54 \mu\text{m}$	$21.6 \pm 1.27 \mu\text{m}$	$39.9 \pm 2.02 \mu\text{m}$
AA5083+Zn	$19.1 \pm 0.30 \mu\text{m}$	$13.3 \pm 0.12 \mu\text{m}$	$19.3 \pm 0.17 \mu\text{m}$

Pokazano je da u svim ispitivanim pravcima modifikovana AA5083+Zn legura ima manju veličinu zrna u odnosu na standardnu AA5083 leguru (slika 3.11).



Slika 3.11 Srednja veličina zrna u toplo valjanom stanju za AA5083 i AA5083+Zn leguru u tri pravca.

Mehanička svojstva ispitivanih legura u toplo valjanom stanju navedena su u tabeli 3.2. Pokazano je da standardna AA5083 legura ima tvrdoću 68 HB dok je tvrdoća modifikovane AA5083+Zn legure nešto veća ~75 HB (Tabela 3.2). Za AA5083+Zn leguru određene su mehaničke osobine i pokazano je da je granica tečenja 143.5 MPa, zatezna čvrstoća 318.7 MPa dok ukupno izduženje iznosi 22.2%. Standardna AA5083 legura ima mehaničke osobine iz opsega datog u tabeli 3.2. U toplo valjanom stanju električna otpornost za AA5083 leguru iznosi ~ 5.8 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$, dok za AA5083+Zn vrednost električne otpornosti je ~ 6.1 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$. Viša vrednost električnog otpora u toplovaljanom stanju za modifikovanu AA5083+Zn leguru u odnosu na standardnu AA5083 leguru ($\Delta\rho \sim 0.3 \cdot \mu\Omega\cdot\text{cm}$) pripisuje se prisustvu većeg sadržaja Mg i Zn, kako u čvrstom rastvoru tako i u obliku sekundarnih faza.

Tabela 3.2 Mehaničke osobine ispitivanih legura u toplo valjanom stanju

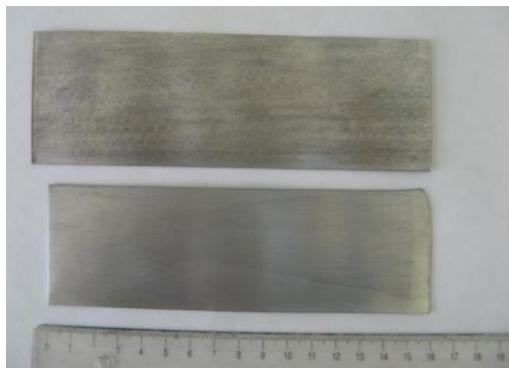
Legura	Debljina mm	Tvrdoća HB	Granica tečenja, MPa	Zatezna čvrstoća, MPa	Izduženje, %	Električni otpor, $\mu\Omega\cdot\text{cm}$
AA5083 (SRPS EN 485-2)	6-12.5	65-75	min 125	275-350	min 16	
AA5083	10.6	68				5.8
AA5083+Zn	7.4	75	143.5	318.7	22.2	6.1

3.2 Procesiranje standardne AA5083 legure

3.2.1 Višeslojne trake legure AA5083 dobijene ARB postupkom

3.2.1.1 Karakteristike ARB procesiranja legure AA5083

Na slici 3.12a prikazan je izgled ARB traka za spajanje (dimenzija $1 \times 100 \times 400$ mm), kao i greške koje su nastajale u toku ARB procesiranja: neuspjeno spajanje (slika 3.12b) i pojava ivičnih i uzdužnih prslina koje nastaju tokom spajanja (slika 3.12c i d).



a) Izgled traka polazne deblijine

1 mm pre ARB spajanja valjanjem



b) Uzorak kod koga nije uspelo

spajanje u prvom provlaku



c) Pojava ivičnih prslina u drugom

provlaku



d) Pojava uzdužne prsline u šestom

provlaku

Slika 3.12 (a-d) Izgled traka za ARB spajanje valjanjem standardne legure AA5083.

Neuspešno spajanje traka, prikazano na slici 3.12b, dešavalo se u retkim slučajevima, a uzrok te pojave najverovatnije je loša priprema površina za spajanje. Pojava ivičnih prslina zapažena je u svakom ARB provlaku, i taj deo uzorka je odstranjen sečenjem, da bi se ostatak uzorka koristio za nastavak spajanja valjanjem u sledećem provlaku. Pojava uzdužnih prslina zapažena je samo u poslednjem provlaku, kada je kapacitet za ojačavanje deformacijom značajno smanjen, tj. potrošen.

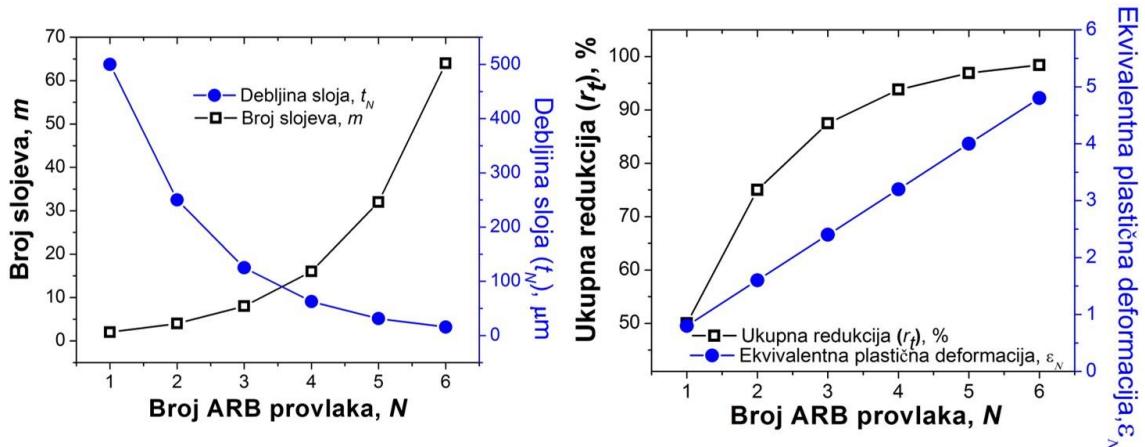
Pojava ivičnih prslina predstavlja potencijalni uzrok daljeg neuspešnog spajanja valjanjem (ARB postupak). Naime, ivične prsline nastaju kao rezultat naponskog stanja u toku intenzivne plastične deformacije ARB postupkom [25, 119]. Usled velike ukupne plastične deformacije koja se akumulira u materijalu i obzirom da valjanje nije hidrostatički proces može doći do pojave ivičnih prslina. Sa porastom broja ARB provlaka, može doći do pojave bočnog širenja materijala što dovodi do promene naponskog stanja u pravcu valjanja. Tsuji i njegovi saradnici [25] predložili su neke metode za izbegavanje pojave ivičnih prslina tokom ARB procesa, kao što su pričvršćivanje uzorka na bočnim stranama, koje sprečavaju pucanje [24-26, 119]. Takođe, u cilju dobijanja kvalitetnog spajanja valjanjem može se primeniti kratkotrajno žarenje između provlaka, zajedno sa odgovarajućim površinskim tretmanom traka za spajanje (odmašćivanje i četkanje žicom) [25, 33-36, 70].

U tabeli 3.3 dati su podaci o broju ostvarenih ARB provlaka i redukcijama postignutim u toku ARB procesiranja standardne AA5083 legure koja je ispitivana u ovom radu. Grafički prikaz geometrijskih promena koje su nastale tokom postupka spajanja valjanjem za AA5083 leguru dat na slici 3.13.

Tabela 3.3 Eksperimentalne i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja za leguru AA5083

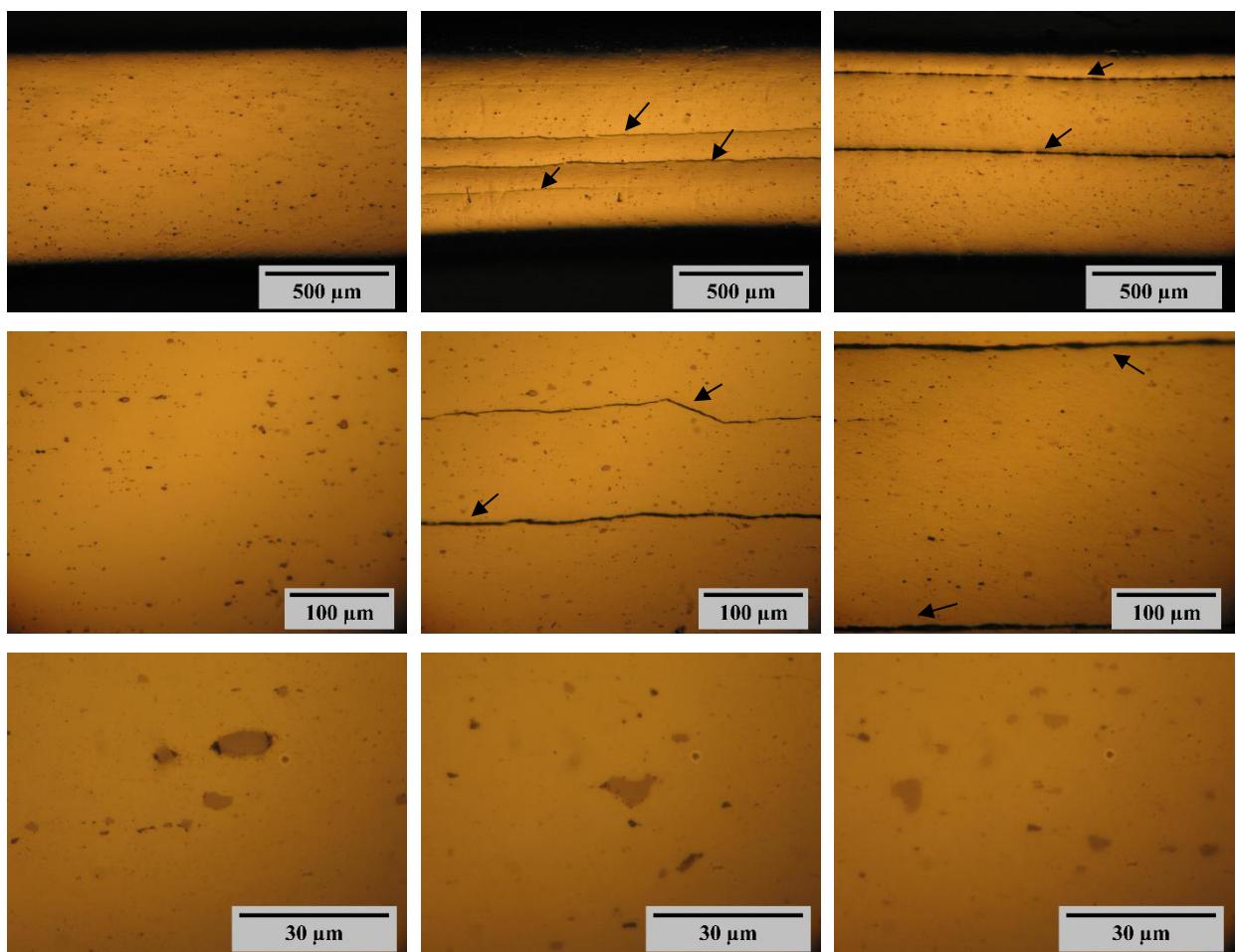
Ostvarene redukcije	ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal				
	$r_{st}, \%$	N	$r_t, \%$	ε_N	m
47	1	50	0.8	2	500
77.5	2	75	1.6	4	250
88.4	3	87.5	2.4	8	125
94.7	4	93.8	3.2	16	62.5
97.5	5	96.9	4.0	32	31.2
98.4	6	98.4	4.8	64	15.6

U tabeli 3.3 i na slici 3.13 date su vrednosti za teorijsku debljinu slojeva posle svakog ARB provlaka (t_N), ukupnu ostvarenu redukciju (r_t) i ekvivalentnu plastičnu deformaciju (ε_N), kao i očekivani broj slojeva posle svakog ostvarenog provlaka (m). Podaci u tabeli 3.3 i slika 3.13 pokazuju da sa porastom broja ARB provlaka (N), broj slojeva (m) eksponencijalno raste (vidi jednačinu 2.4), dok se debljina slojeva (t_N) smanjuje (jednačina 2.5). Takođe, porast broja ARB provlaka dovodi do povećanja ukupne redukcije (r_t) prema jednačini 2.1, i ekvivalentna plastična deformacija (ε_N) se povećava prema jednačini 2.3. Rezultati prikazani u tabeli 3.3 i na slici 3.13, pokazuju da se nakon šest ARB provlaka i ostvarene ekvivalentne deformacije od 4.8, višeslojne trake debljine 1 mm, sastoje od 64 sloja debljine 15.6 μm (slika 2.4).



Slika 3.13 Geometrijske promene u toku ARB procesiranja standardne AA5083 legure [120].

Na slici 3.14 prikazana je struktura višeslojnih traka nakon prvog, četvrтog i šestog ARB provlaka za leguru AA5083. S obzirom na prirodu ARB postupka može se jasno uočiti prisustvo graničnih površina između slojeva, kao što je prikazano na slici 3.14b i c. Granične površine između slojeva (označene strelicama na slici 3.14), predstavljaju mesta gde zapravo nije došlo do potpunog spajanja. Na slici 3.14a granična površina se ne može uočiti pri datom povećanju, jer je u prvom ARB provlaku došlo do potpunog spajanja između dva sloja.



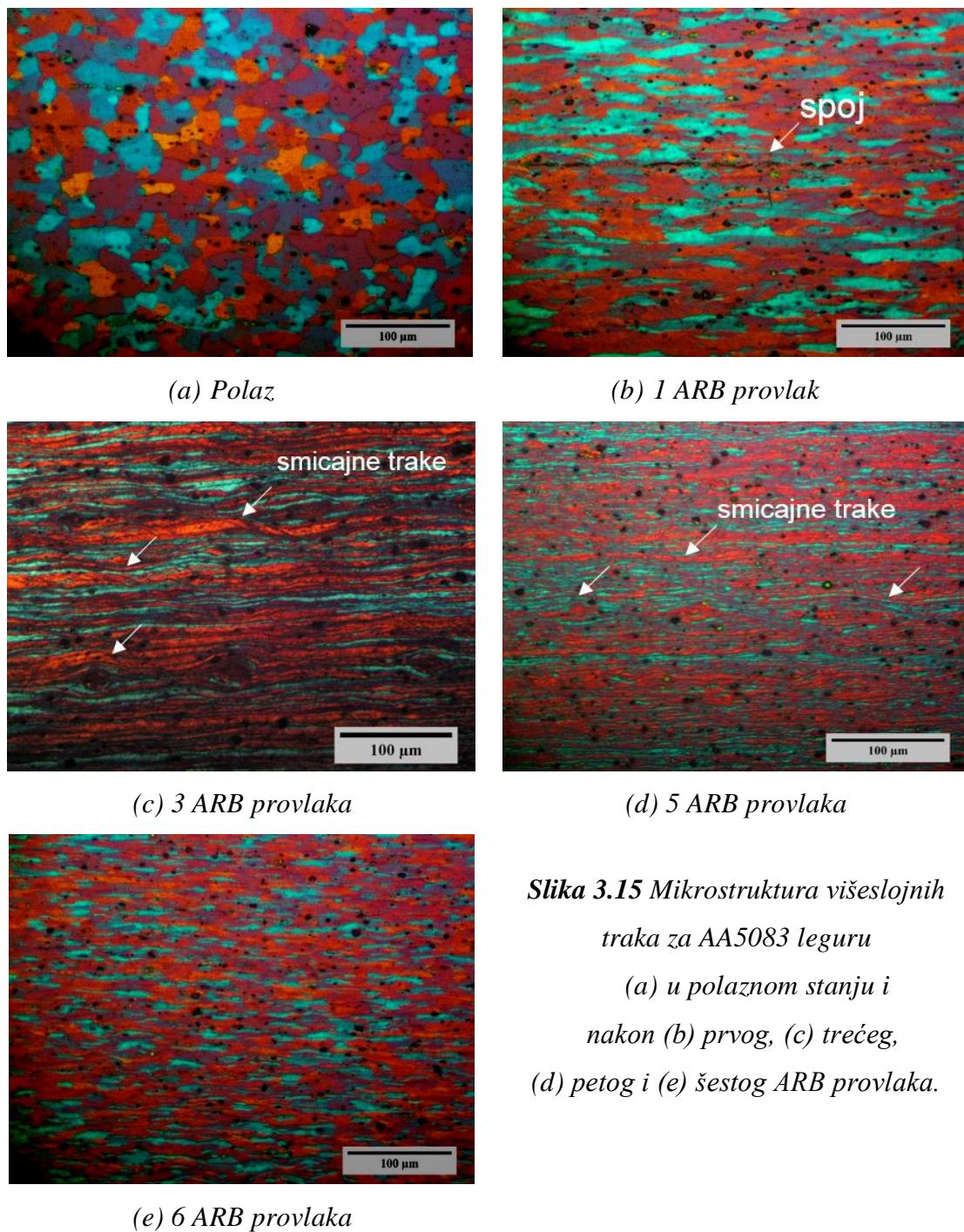
a) 1 ARB provlak b) 4 ARB provlaka c) 6 ARB provlaka

Slika 3.14 Makrofotografije i mikrofotografije uzdužno-poprečnog preseka (RD-ND)

višeslojnih ARB uzoraka AA5083 legure u poliranom stanju.

3.2.1.2 Mikrostruktura ARB višeslojnih traka AA5083 legure

Razvoj mikrostrukture u toku ARB procesiranja prikazan je na slici 3.15 (a-e). Prikazane su mikrofotografije u uzdužno-poprečnom pravcu (RD-ND) u polarizovanoj svetlosti za polazno stanje (traka debljine 1 mm odžarena na 320°C/3h pripremljena za ARB procesiranje), slika 3.15a, i mikrostruktura nakon prvog (slika 3.15b), trećeg (slika 3.15c), petog (slika 3.15d) i šestog (slika 3.15e) provlaka za leguru AA5083.



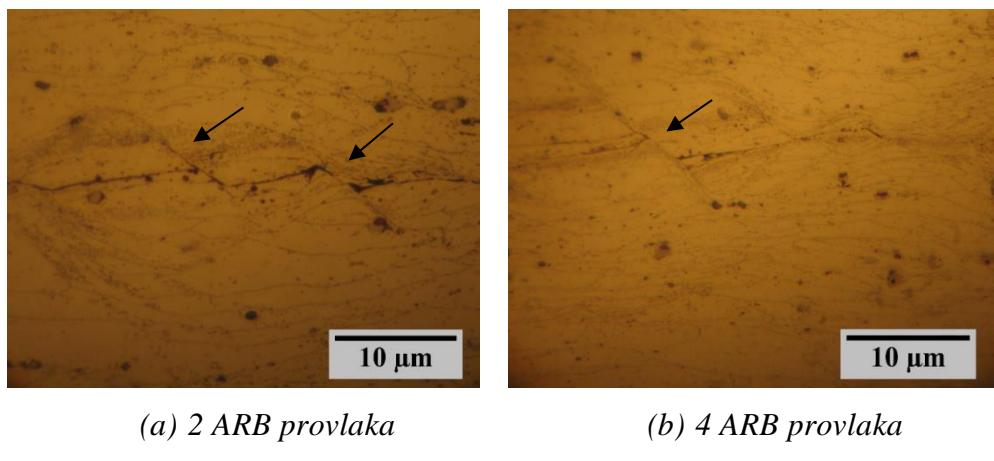
Slika 3.15 Mikrostruktura višeslojnih

traka za AA5083 leguru

*(a) u polaznom stanju i
nakon (b) prvog, (c) trećeg,
(d) petog i (e) šestog ARB provlaka.*

Polazna struktura traka za ARB spajanje valjanjem je potpuno rekristalisana sa poligonalnim zrnima veličine $\sim 23 \mu\text{m}$ (slika 3.15a). U toku ARB procesiranja, zrna se izdužuju u pravcu valjanja (slika 3.15b-e). Merenjem dužina transverzalnih granica, utvrđeno je da se nakon prvog, trećeg i šestog ARB provlaka veličina zrna smanjuje sa $\sim 23 \mu\text{m}$ koliko je iznosila pre spajanja na oko 7, 5.5, 2.5 i $3 \mu\text{m}$, respektivno. To znači da je u toku ARB procesiranja veličina zrna u kratko-poprečnom pravcu smanjena $\sim 9\times$ nakon ostvarenih 5 ARB provlaka. Nakon šestog ARB provlaka evidentno je da dolazi do smanjenja ukupne dužine longitudinalnih granica zrna i blagog povećanja veličine zrna u transverzalnom pravcu (slika 3.15 e). Oblik i veličina zrna ukazuju na to da je posle 6 ARB provlaka došlo do oporavljanja ili rekristalizacije strukture, što je zapaženo i u radovima drugih autora [26, 50-54, 82]. Osim izduženja zrna u pravcu valjanja i smanjenja zrna u poprečnom pravcu, u toku ARB procesiranja legure AA5083 zapažena je pojava smicajnih traka. Sa porastom broja ARB provlaka i porastom ekvivalentne plastične deformacije, dolazi do lokalizacije deformacije i pojave smicajnih traka na granici između ARB slojeva, kao i unutar slojeva (slika 3.15 c i d).

Pojava smicajnih traka zapažena je u strukturi višeslojnih traka koje su procesirane od 1 ARB do 5 ARB provlaka, i prikazana je na slici 3.16 i to nakon drugog (slika 3.16a) i četvrtog ARB provlaka (slika 3.16b). Uzorci su slikani u poliranom stanju nakon niskotemperaturnog žarenja na $100^\circ\text{C}/7$ dana i nagrizanja 3 min u 10%-tnom rastvoru H_3PO_4 . Smicajne trake koje se javljaju tokom ARB postupka zaklapaju ugao $\sim 40\text{-}45^\circ$ u odnosu na pravac valjanja, što je zapaženo i u drugim Al-Mg legurama u toku konvencionalnog hladnog valjanja [121-125].



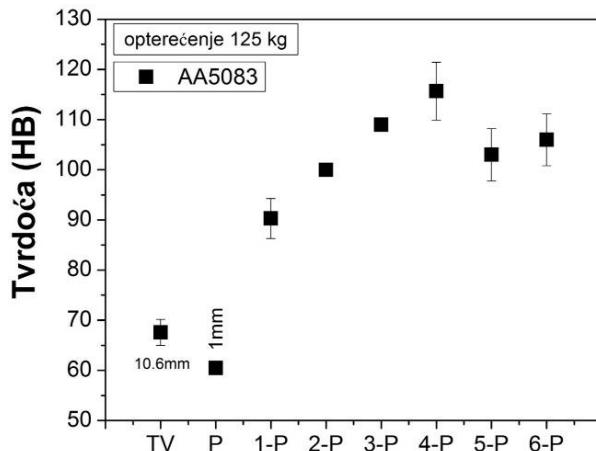
Slika 3.16 Pojava smicajnih traka nakon (a) drugog i (b) četvrtog ARB provlaka AA5083 legure.

Pojava smicajnih traka u strukturi ARB višeslojnih traka može se objasniti velikom smicajnom deformacijom koja nastaje na površini uzorka, kao rezultat trenja između valjaka i traka koje se spajaju [8, 76]. U svakom narednom ARB provlaku (nakon sečenja i pripreme površine za spajanje valjanjem), jedna polovina površinskog regiona kod koga je akumulirana smicajna deformacija iz prethodnog provlaka, dolazi u centar u narednom ARB provlaku. Zbog ponavljanja procedure (spajanje valjanjem-sečenje i priprema površine-spajanje valjanjem), akumulirana smicajna deformacija po debljini trake raste sa povećanjem broja ARB provlaka. Dolazi do sve izraženije rafinacije zrna, kao i povećanja intenziteta smicajne deformacije unutar ARB slojeva i po debljini trake. Prethodna istraživanja Al-Mg legura pokazala su da je razvoj kompleksne mikrostruktture u korelaciji sa razvojem teksture u toku prerade ARB postupkom [82, 126-129].

3.2.1.3 Mehanička svojstva ARB višeslojnih traka AA5083 legure

Uticaj ARB procesiranja na mehaničke osobine AA5083 legure prikazan je na slici 3.17 i 3.18.

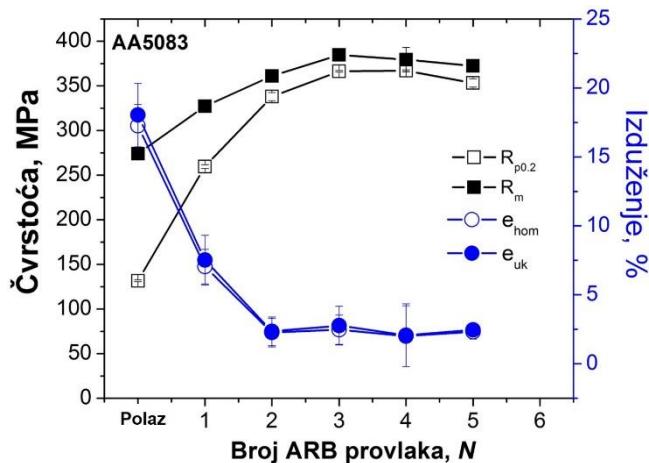
Tvrdoća. Zavisnost tvrdoće (HB) višeslojnih traka standardne AA5083 legure od broja ostvarenih ARB provlaka, odnosno od stepena deformacije, prikazana je na slici 3.17.



Slika 3.17 Zavisnost tvrdoće višeslojnih traka standardne AA5083 legure od broja ARB provlaka.

Vrednost tvrdoće u polaznom rekristalisanom stanju, za traku debljine 1 mm iznosi ~60 HB. Sa povećanjem broja ARB provlaka dolazi do porasta tvrdoće do 4 ARB provlaka, a nakon petog i šestog provlaka zapažen je blagi pad tvrdoće. Pokazano je da se posle četvrtog ARB provlaka tvrdoća poveća $\sim 2\times$ u odnosu na polazno rekristalisano stanje, dok pad tvrdoće posle ostvarenog petog i šestog provlaka iznosi oko 10%. Povećanje tvrdoće sa porastom ARB provlaka u skladu je sa prethodnim istraživanjima [37, 81, 130, 131] i može se pripisati deformacionom ojačavanju koje nastaje usled povećanja gustine dislokacija i njihove interakcije tokom ARB deformacije, kao i ojačavanju koje nastaje zbog rafinacije strukture. Smanjenje tvrdoće nakon petog i šestog ARB provlaka može se dovesti u vezu sa dinamičkim procesima oporavljanja strukture, na šta ukazuju ranije publikovani radovi [24, 49, 130].

Čvrstoća. Vrednost granice tečenja, zatezne čvrstoće, homogenog i ukupnog izduženja očitavani su iz dijagrama $F\text{-}\Delta l$, i na slici 3.18 prikazana je njihova zavisnost od broja ARB provlaka za standardnu AA5083 leguru.



Slika 3.18 Zavisnost granice tečenja, zatezne čvrstoće, homogenog i ukupnog izduženja od broja ARB provlaka za AA5083 leguru.

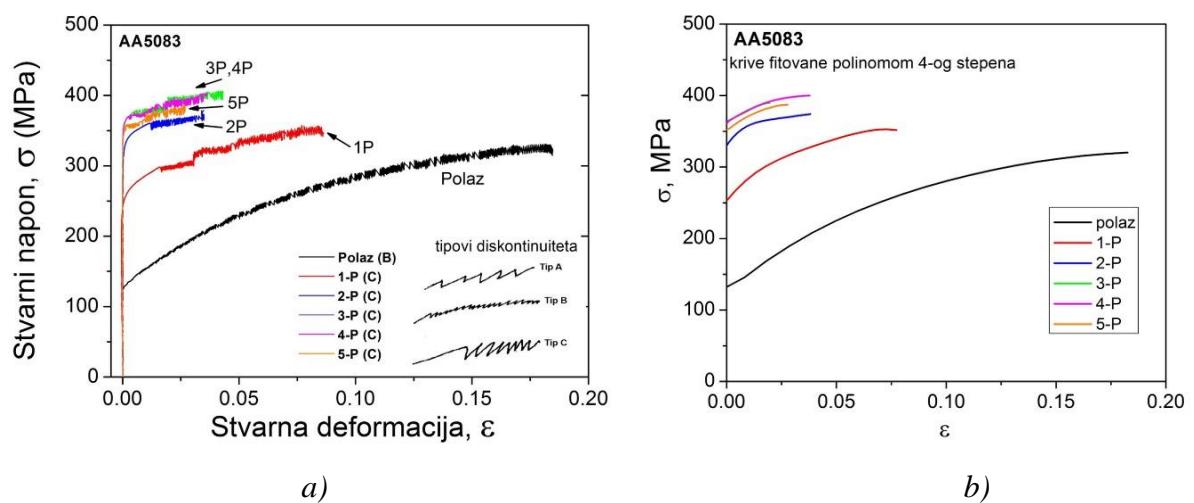
U polaznom meko žarenom stanju, pre ARB spajanja, granica tečenja $R_{p0,2}$ iznosila je 132 MPa. Najintenzivnija promena vrednosti granice tečenja zapažena je nakon prvog i drugog ARB provlaka. Nakon prvog ARB provlaka, granica tečenja ima dvostruko veću vrednost, dok nakon drugog ARB provlaka, njena vrednost je veća $\sim 2.7 \times$ u odnosu na vrednost u meko žarenom stanju. Najviša vrednost granice tečenja za AA5083 leguru postiže se nakon 4 ARB provlaka, pri čemu je zapažen porast od ~ 3 puta (~370 MPa) u odnosu na vrednost pre ARB procesiranja, dok je blagi pad vrednosti nakon petog ARB provlaka primećen, u skladu sa vrednostima tvrdoće (slika 3.17).

Vrednost zatezne čvrstoće (R_m) takođe raste sa povećanjem broja ARB provlaka, ali zapažena je manje intenzivna promena zatezne čvrstoće, kao što je prikazano na slici 3.18. Vrednost zatezne čvrstoće se povećava sa ~ 275 MPa, u polaznom stanju, za ~ 50 MPa nakon prvog, i ~ 25 MPa nakon drugog ARB provlaka, dok najvišu vrednost dostiže nakon četvrtog ARB provlaka od ~ 385 MPa. Posle 5 ARB provlaka, primećeno je blago smanjenje vrednosti zatezne čvrstoće.

Razlika između zatezne čvrstoće i granice tečenja ($R_m - R_{p0,2}$) po provlaku najveća je u prvom ARB provlaku i iznosi ~ 75 MPa. Sa porastom broja ARB provlaka, odnosno sa povećanjem ostvarenog stepena ARB deformacije, razlika ($R_m - R_{p0,2}$) se smanjuje, i od 2-5 ARB provlaka iznosi ~ 25 MPa. Vrednost ($R_m - R_{p0,2}$) ukazuje na to da se, najveći kapacitet za deformaciono ojačavanje ostvaruje posle prvog ARB provlaka, dok sa porastom ARB provlaka, odnosno sa povećanjem ostvarenog stepena deformacije, sposobnost za ojačavanje deformacijom se smanjuje.

U skladu sa promenom čvrstoće, sa porastom broja ARB provlaka vrednost homogenog i ukupnog izduženja opada, što je zapaženo u radovima drugih autora [45, 132-134]. Nakon prvog provlaka izduženje sa ~20%, u polaznom meko žarenom stanju opada na oko 7.5%, dok nakon drugog provlaka izduženje iznosi ~3% i sa daljim povećanjem broja provlaka nivo izduženja se ne menja, tj. ima konstantnu vrednost (slika 3.18) što je posledica deformacionog ojačavanja koje dovodi smanjenja pokretljivosti dislokacija, kao i sve većem uticaju radvajanja veze između slojeva.

Na slici 3.19a prikazane su stvarne krive deformacije σ - ε za standardnu leguru AA5083 koja je procesirana ARB postupkom, dok su na slici 3.19b prikazane krive ojačavanja koje su fitovane polinomom četvrtog stepena.



Slika 3.19 Stvarne krive deformacije a) i fitovane krive deformacije b) za standardnu leguru AA5083 koja je procesirana ARB postupkom.

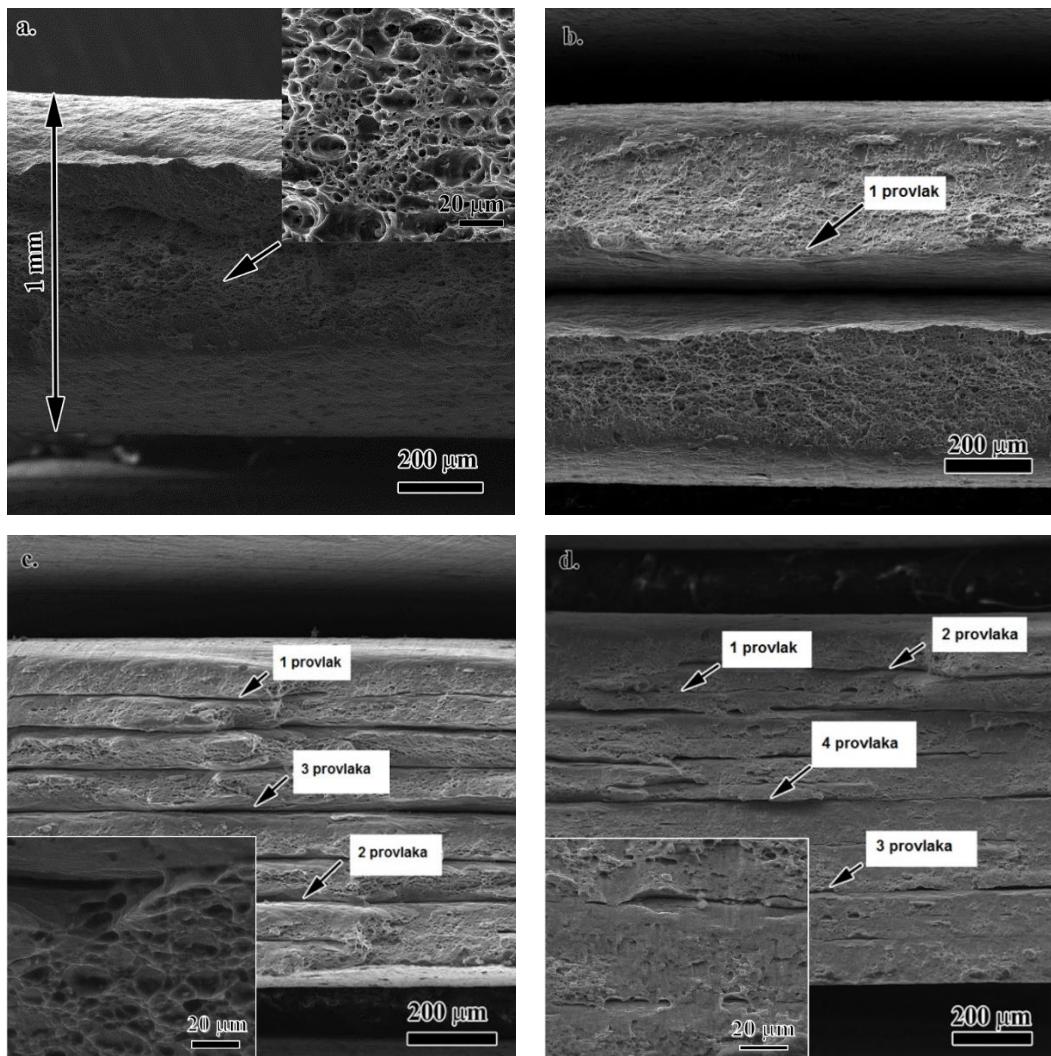
Nivo naprezanja raste sa porastom broja ARB provlaka do četvrtog ARB provlaka, dok se nakon ostvarenog petog ARB provlaka primećuje blagi pad nivoa naprezanja (slika 3.19). Pri tome, najveći porast nivoa naprezanja se uočava nakon prvog ARB provlaka ($\Delta\sigma_{P-1P} \sim 100$ MPa). Nakon drugog ARB provlaka nivo naprezanja se u odnosu na prvi provlak poveća za $\Delta\sigma_{1P-2P} \sim 65$ MPa, dok se daljim povećanjem ARB provlaka nivo naprezanja povećava za manje od 25 MPa. Stvarne krive ojačavanja na slici 3.19b ilustruju jasno da čvrstoća višeslojnih traka raste, dok izduženje opada sa porastom broja ARB provlaka.

Stvarne krive deformacije na slici 3.19a pokazuju da se nakon dostizanja nekog kritičnog stepena plastične deformacije (ϵ_c), na krivama deformacije pojavljuju diskontinuiteti. Pojava diskontinuiteta ogleda se u naizmeničnom povećanju i smanjenju naprezanja, i nastaje kao posledica reakcije dislokacija sa rastvorenim atomima [135]. Ova pojava se naziva diskontinuirano popuštanje (DP) ili The Portevin-Le Chatelier (PLC) efekat. U zavisnosti od stepena deformacije, temperature i brzine deformacije, pri deformaciji Al-Mg legura na krivoj sila-izduženje može se pojaviti nekoliko tipova diskontinuiteta, koji se obično označavaju kao A, B i C diskontinuiteti (detalj na slici 3.19a), iako postoje i D i E tip [135].

U slučaju ispitivane legure AA5083, u polaznom meko žarenom stanju, pri jednoosnom zatezanju se pojavljuju diskontinuiteti tipa B. Smatra se da je pojava diskontinuiteta tipa B rezultat blokiranja i deblokiranja dislokacija rastvorenim atomima u toku deformacije. Međutim, stvarne krive deformacije σ - ϵ već pri prvom ARB provlaku pokazuju tip C diskontinuiteta (slika 3.19a). Tip C se javlja nakon određenog kritičnog stepena deformacije, $\epsilon_c > 0$, i pojavljuje se ispod nivoa krive sila-izduženje [136]. Za razliku od tipa B, tip C nastaje kao rezultat deblokiranja, tj. osobađanja dislokacija od rastvorenih atoma [136]. Očigledno da ARB deformacija utiče na pojavu diskontinuiteta tipa C, iako je jednoosno zatezanje izvedeno pri istim uslovima ispitivanja pri istoj brzini deformacije na sobnoj temperaturi. Takođe, zapaženo je da se sa porastom ARB provlaka, kritični stepen deformacije ϵ_c , za pojavu diskontinuiteta smanjuje, pri čemu počev od trećeg ARB provlaka, diskontinuirano popuštanje se javlja od početka plastične deformacije ($\epsilon_c = 0$).

3.2.1.4 Fraktografska ispitivanja ARB višeslojnih traka AA5083 legure

Na uzorcima višeslojnih traka koji su ispitivani jednoosnim zatezanjem izvršena je analiza prelomnih površina, odnosno ispitane su prelomne površine pokidanih zateznih epruveta (slika 3.20) za standardnu AA5083 leguru, koja je procesirana ARB postupkom.



Slika 3.20 Izgled površina preloma na zateznim epruvetama legure AA5083

a) pre ARB spajanja, posle b) jednog, c) tri i d) četiri ARB provlaka.

Za Al-Mg trake, u polaznom stanju, lom je tipično duktilni, sa dubokim ekviaksijalnim jamicama, kao što se vidi na slici 3.20a. Duktilni lom najčešće se javlja kao transgranularni kod metala koji imaju dobru plastičnost i žilavost kao što je AA5083 legura [130]. Duktilni lom najčešće počinje nukleacijom i nastavlja se rastom i koalescencijom mikrošupljina. U slučaju ispitivane legure AA5083, počev od prvog do četvrtog ARB provlaka, prelomna površina pokazuje duktilni karakter (slika 3.20a-c) pri čemu se jasno vide slojevi, dok detalji na slici 3.20 pokazuju karakter loma unutar jednog sloja. Kod višeslojnih uzoraka koji su procesirani sa većim brojem ARB provlaka, na površini loma zapažene su male izdužene jamice, što pokazuje da je lom duktilnog karaktera. Mešoviti lom (i duktilni i krti) javlja se na prelomnim površinama kod uzorka koji su procesirani sa više od 4 ARB provlaka. Za krti lom, plastična deformacija je mala ili izostaje. Inicijacija prsline se obično javlja na koncentratorima napona odnosno na graničnim površinama između slojeva nastalih tokom ARB procesiranja. Površina krtog loma je ravna i upravna na primjeno naprezanje u toku testa zatezanja, kao što je pokazano na slici 3.20d za uzorak koji je procesiran sa 4 ARB provlaka.

Sa povećanjem broja provlaka tokom akumulativnog spajanja valjanjem (ARB) eksponencijalno se povećava broj slojeva u materijalu [8, 24-26]. Poznato je da je veza koja se ostvaruje akumulativnim spajanjem najslabija u poslednjem ostvarenom provlaku [76].

Tokom ispitivanja zatezanjem, upravo te stvorene granične površine, koje su paralelne sa osom zatezanja, predstavljaju pogodna mesta za stvaranje i propagaciju prsline. Takođe, razdvajanje veze između slojeva može nastati upravo na graničnoj površini koja je formirana u poslednjem provlaku. Slabljenje veze na graničnim površinama igra važnu ulogu u smanjenju duktilnosti materijala i sa povećanjem broja ARB provlaka dolazi do smanjenja izduženja (slika 3.18). Prema tome, kada nastupi plastična nestabilnost i dođe do lokalizacije deformacije i stvaranja vrata, može se očekivati da se naponsko stanje transformiše u troosno što dovodi do razdvajanja veze, posebno na najslabijim mestima, koja su locirana na sredini debljine trake (poslednji provlak).

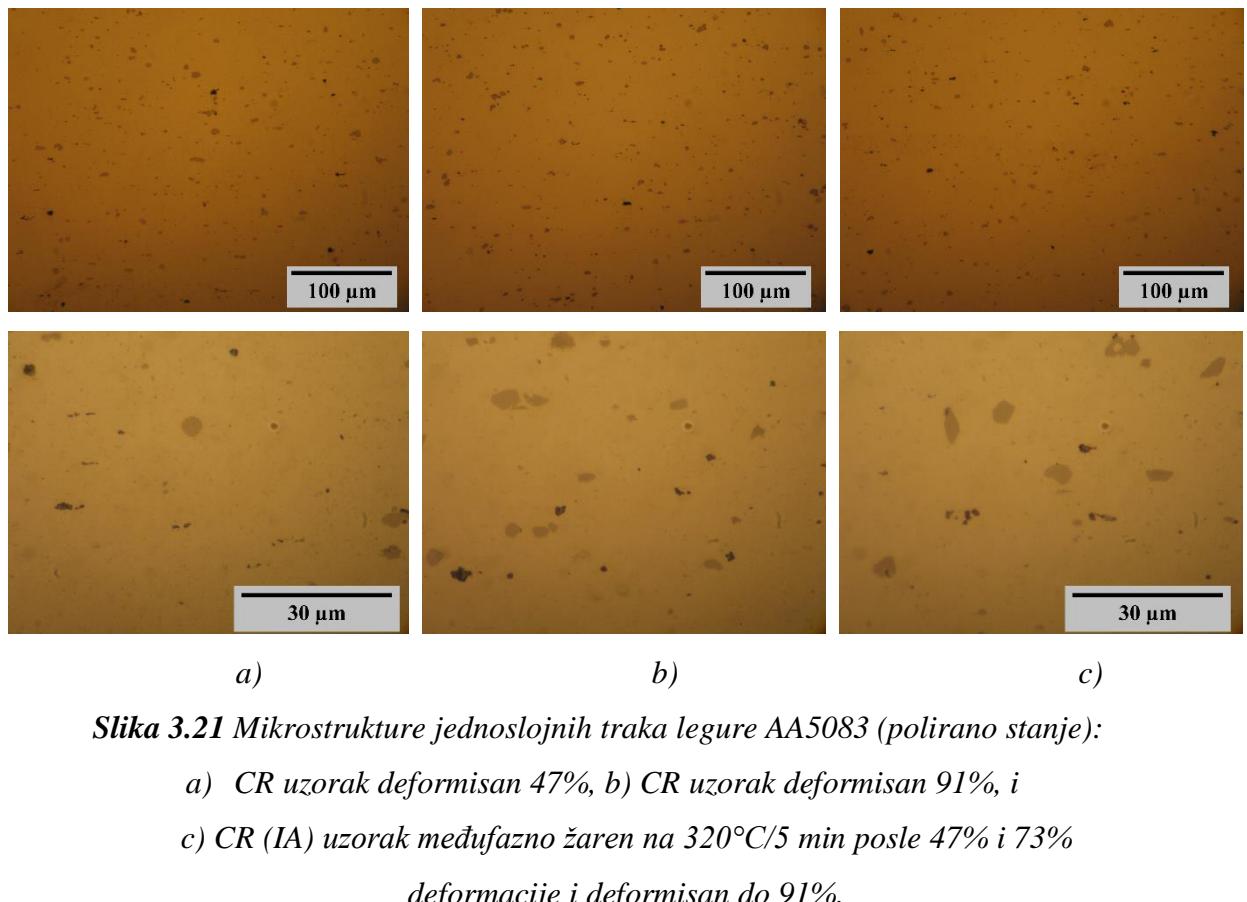
3.2.2 Konvencionalno hladno valjanje AA5083 legure

Toplo valjana ploča standardne AA5083 legure korišćena je za proizvodnju uzoraka jednoslojnog materijala koji su procesirani konvencionalnim postupkom hladnog valjanja sa različitim stepenima deformacije (slika 2.4), sa i bez međufaznog žarenja. Jednoslojni hladno valjani uzorci monometala proizvedeni su sa redukcijama od 47, 65, 73, 89 i 91%. Ovi uzorci označeni su kao CR monometal uzorci. Takođe, konvencionalnim hladnim valjanjem proizvedeni su jednoslojni uzorci sa međufaznim žarenjem na 320°C/5 min, koje je izvršeno nakon ostvarenog stepena deformacije od ~50% i ~75%, kako bi se simulirali uslovi koji su korišćeni prilikom ARB spajanja valjanjem (slika 2.4). Ovi uzorci označeni su kao CR (IA) monometal uzorci. Hladno valjani jednoslojni uzorci legure AA5083 ispitivani su sa ciljem da se struktura i svojstva ovih materijala, koji su proizvedeni konvencionalnim hladnim valjanjem, uporede sa strukturom i svojstvima višeslojnih traka koje su proizvedene ARB postupkom. Za uzorke monometala, odnosno za jednoslojne trake, izabrane su redukcije koje približno odgovaraju redukcijama ostvarenim posle određenog broja ARB provlaka za višeslojni materijal, i u tabeli 3.4 navedene su redukcije ostvarene u postupku deformacije hladnim valjanjem, ARB postupkom, kao i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja za leguru AA5083.

Tabela 3.4 Ostvarene redukcije u toku konvencionalnog hladnog valjanja i ARB spajanja za leguru AA5083 i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja

Monometal		ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal					
CR	CR (IA)	Ostvarene redukcije	Ostvarene redukcije	Teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja			
47	47	47	1	50	0.8	2	500
65							
73	73	77.5	2	75	1.6	4	250
89		88.4	3	87.5	2.4	8	125
91	91						
		94.7	4	93.8	3.2	16	62.5
		97.5	5	96.9	4.0	32	31.2
		98.4	6	98.4	4.8	64	15.6

Na slici 3.21 prikazane su mikrostrukture jednoslojnih traka standardne AA5083 legure, i to za uzorke koji su deformisani 47% i 91%, kao i za uzorak kod koga je izvršena simulacija ARB postupka, odnosno koji je nakon 47% deformacije žaren na $320^{\circ}\text{C}/5\text{min}$, zatim deformisan do 73% deformacije, ponovo žaren na $320^{\circ}\text{C}/5\text{min}$ i dalje deformisan do 91%.



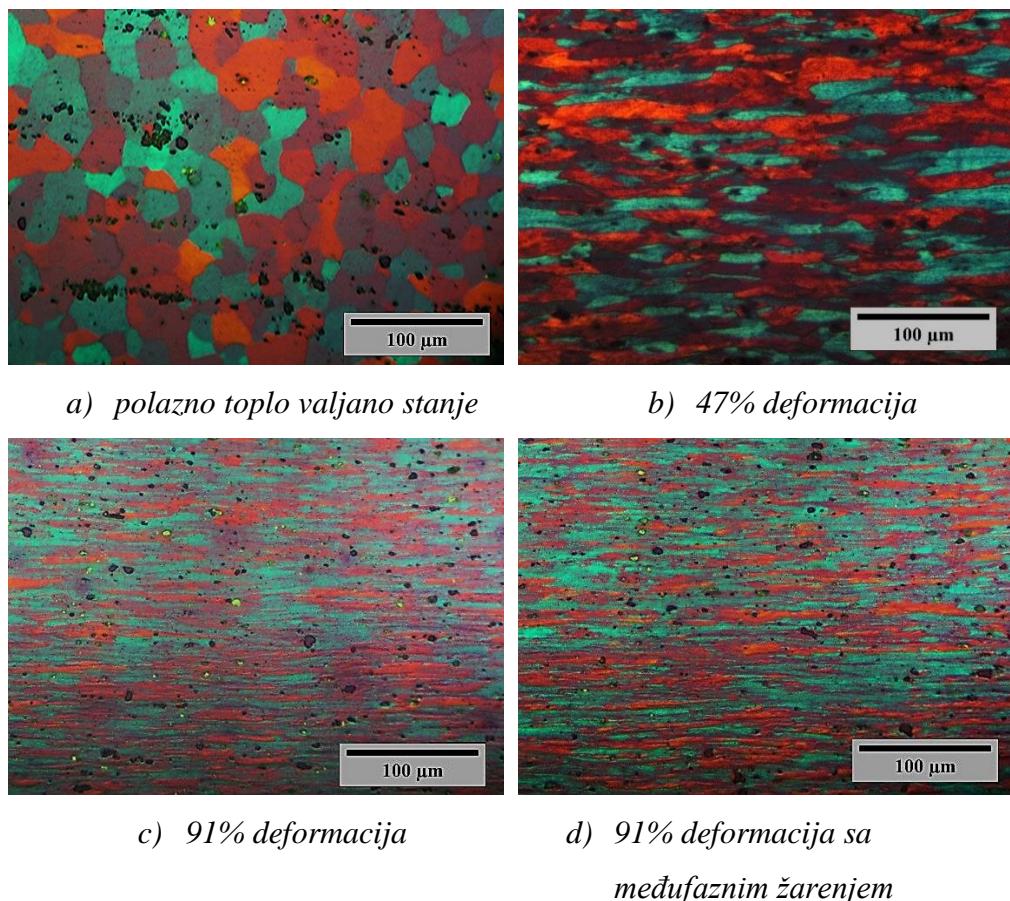
Slika 3.21 Mikrostrukture jednoslojnih traka legure AA5083 (polirano stanje):

- a) CR uzorak deformisan 47%, b) CR uzorak deformisan 91%, i
- c) CR (IA) uzorak međufazno žaren na $320^{\circ}\text{C}/5\text{ min}$ posle 47% i 73% deformacije i deformisan do 91%.

Slika 3.21 ukazuje na relativno ravnomernu raspodelu različitih sekundarnih faza prisutnih u strukturi. Za razliku od ARB višeslojnih uzoraka, nije zapažena usmerenost sekundarnih faza u pravcu valjanja.

3.2.2.1 Mikrostruktura jednoslojnih hladno valjanih traka legure AA5083

Razvoj mikrostrukture u toku konvencionalnog hladnog valjanja jednoslojnih traka (uzorci CR monometala) prikazan je na slici 3.22. Mikrostrukture, prikazane na slici 3.22(a-d) pokazuju promenu oblika i veličine zrna koja nastaje u toku deformacije hladnim valjanjem.

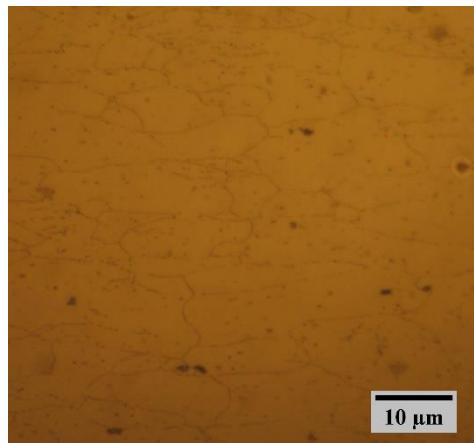


Slika 3.22 (a-d) Mikrostruktura hladno valjanih jednoslojnih traka legure AA5083 nakon nagrivanja u Barker-ovom reagensu.

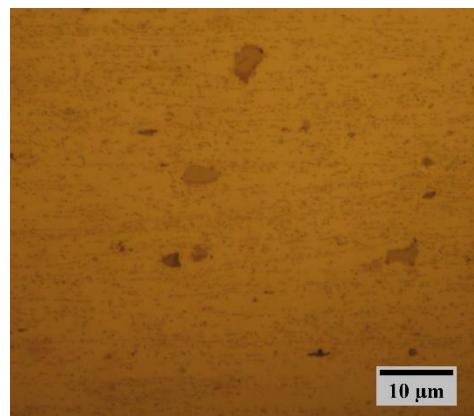
Na slici 3.22a prikazana je struktura polaznog toplo valjanog stanja AA5083 legure koja je potpuno rekristalisana sa poligonalnim zrnima veličine $\sim 31 \mu\text{m}$. U toku deformacije konvencionalnim hladnim valjanjem, zrna se izdužuju u pravcu valjanja, kao što pokazuje slika 3.22 b-d. Nakon maksimalno ostvarenog stepena deformacije 91% u toku hladnog valjanja struktura zrna je veoma izdužena u pravcu valjanja, i došlo je do velikog smanjenja dužine transverzalne granice zrna u odnosu na longitudinalnu granicu zrna za $\sim 8\times$ (slika 3.22c).

Kod jednoslojnog uzorka CR monometala (IA) sa ukupnom ostvarenom redukcijom od 91%, koji je hladno deformisan i kratkotrajno međufazno žaren na $320^\circ\text{C}/5$ min, nakon 47% i nakon 73% deformacije, struktura zrna je ista kao kod uzorka koji je 91% deformisan bez međufaznog žarenja (slika 3.21d). Međufazno žarenje na 320°C u trajanju od 5 min, nije uticalo na oblik i veličinu zrna. Optičke mikrofotografije ukazuju na to da postoji razlika u boji zrna, kod uzoraka koji su 91% deformisani, sa i bez međufaznog žarenja na $320^\circ\text{C}/5$ min, što se može pripisati različitoj teksturi (slika 3.22 c i d).

Za razliku od ARB višeslojnih traka kod kojih je zapažena pojava smicajnih traka i veoma izdužena zrna sa dugačkim longitudinalnim granicama u pravcu valjanja (slika 3.15), kod jednoslojnih traka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja ove pojave izostaju pri svim ostvarenim stepenima deformacije, kao što je prikazano na slici 3.23.

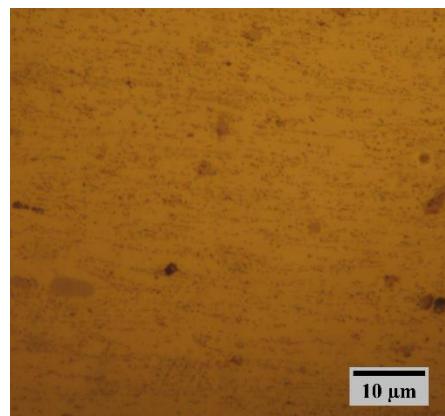


a) 47% deformacija



b) 91% deformacija

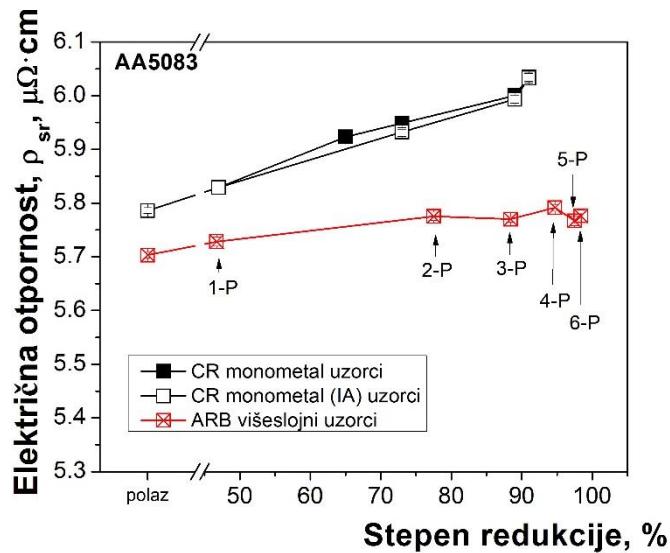
Slika 3.23 (a-c) Mikrostruktura jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (polirano stanje nakon niskotemperaturnog žarenja na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana i nagrizanja 3 min u 10%-tnom rastvoru H_3PO_4).



c) 91% deformacija sa međufaznim žarenjem

3.2.2.2 Električni otpor višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka AA5083 legure

Na slici 3.24 prikazan je uticaj stepena ostvarene redukcije na vrednost električnog otpora (ρ), jednoslojnih i višeslojnih traka, odnosno prikazan je uticaj deformacije koja je ostvarena konvencionalnim hladnim valjanjem i ARB postupkom na vrednost električnog otpora kod standardne legure AA5083.



Slika 3.24 Zavisnost električnog otpora od stepena deformacije za jednoslojne i višeslojne trake AA5083 legure.

Pokazano je da sa porastom stepena deformacije vrednost električnog otpora raste, i kod jednoslojnih traka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, i kod višeslojnih traka procesiranih ARB spajanjem valjanjem. Međutim, slika 3.24 pokazuje viši nivo električne otpornosti kod jednoslojnih traka (CR monometal uzorci bez i sa međufaznim žarenjem) nego kod višeslojnih ARB traka.

Kod jednoslojnih traka monometala, vrednost električnog otpora raste od polazne vrednosti u toplo valjanom stanju od $5.78 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ do $6.03 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ posle 91% deformacije. Rezultati pokazuju da kratkotrajno međufazno žarenje na $320^\circ\text{C}/5 \text{ min}$ posle 47% i 73% deformacije, neznatno utiče na električni otpor, odnosno vrednosti električnog otpora približno su iste za CR monometal i CR monometal (IA) uzorke (slika 3.24).

Sa druge strane, zapažen je blagi porast električne otpornosti višeslojnih ARB traka koji je ispod $0.1 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, u celom opsegu ispitivanih deformacija. Naime, plastična deformacija ostvarena ARB postupkom spajanja neznatno povećava električnu otpornost što je zapaženo i u drugim Al-Mg legurama [120, 137]. Električni otpor ARB višeslojnih traka je znatno niži nego kod jednoslojnih hladno valjanih traka (sa i bez međufaznog žarenja), a sa povećanjem stepena ostvarene deformacije razlika u vrednosti električnog otpora raste od $\sim 0.05 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, za prvi ARB provlak, do $\sim 0.23 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ za treći ARB provlak.

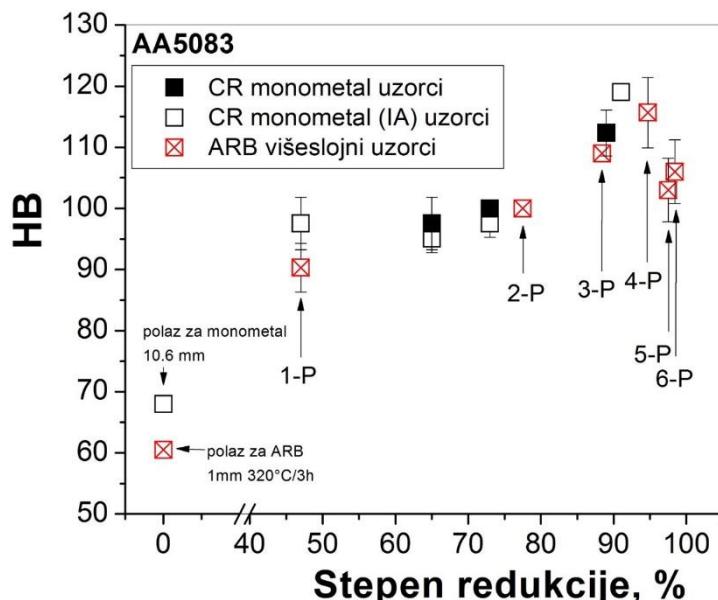
Poznato je da na vrednost električnog otpora utiču promene u strukturi koje nastaju u toku deformacije hladnim valjanjem, odnosno, električni otpor zavisi od stepena hladne deformacije i prethodne termomehaničke obrade [2, 137-139]. Razlika nivoa intenziteta promene električnog otpora sa porastom ostvarene plastične deformacije može se dovesti u vezu sa različitim mehanizmima deformacije koji se odigravaju pri konvencionalnom hladnom valjanju, i ARB procesiranju. Pored deformacionog ojačavanja kod ARB postupka postoji mnoštvo drugih mehanizama kao što su deformacija smicanjem, povećanje frikcionih sila između radnog komada i valjaka i stvaranja novih graničnih površina između slojeva [26, 67].

Razlika električne otpornosti jednoslojnih i višeslojnih traka standardne AA5083 legure može se objasniti uzimajući u obzir mikrostrukturne karakteristike CR monometal uzorka (slika 3.22 i 3.23) i višeslojnih ARB uzorka (slika 3.15 i 3.16). Visok nivo i intenzivno povećanje otpornosti jednoslojnih traka sa porastom stepena deformacije uzrokovani su porastom gustine dislokacije koja se javlja tokom hladnog valjanja, kako je ranije primećeno [130, 137]. Niži nivo otpornosti višeslojnih ARB uzorka može biti u korelaciji sa pojavom smicajnih traka i smicajnom deformacijom kao dominantnim mehanizmom deformacije tokom ARB postupka što rezultuje nižom gustinom dislokacija u strukturi [129]. U nekim prethodnim istraživanjima [82, 130], razmatrana je promena vrednosti električne otpornosti višeslojnih ARB traka, i utvrđeno je da dolazi do aktiviranja dinamičkih mehanizama oporavljanja i zasićenosti gustine dislokacija pri intenzivnim plastičnim deformacijama. Međutim, u slučaju legure AA5083 ispitivane u ovom radu, primećena je pojava smicajnih traka tokom svakog od 5 ARB provlaka, dok u 6 ARB provlaku dolazi do obnavljanja deformisane strukture, a takođe, i pojava smicajnih traka u strukturi izostaje.

3.2.2.3 Mehanička svojstva višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka

AA5083 legure

Tvrdoća. Na slici 3.25 prikazan je uticaj stepena deformacije pri konvencionalnom hladnom valjanju, sa i bez međufaznog žarenja, kao i deformacije ostvarene u toku ARB spajanja na vrednost tvrdoće (HB) jednoslojnih i višeslojnih ARB traka.



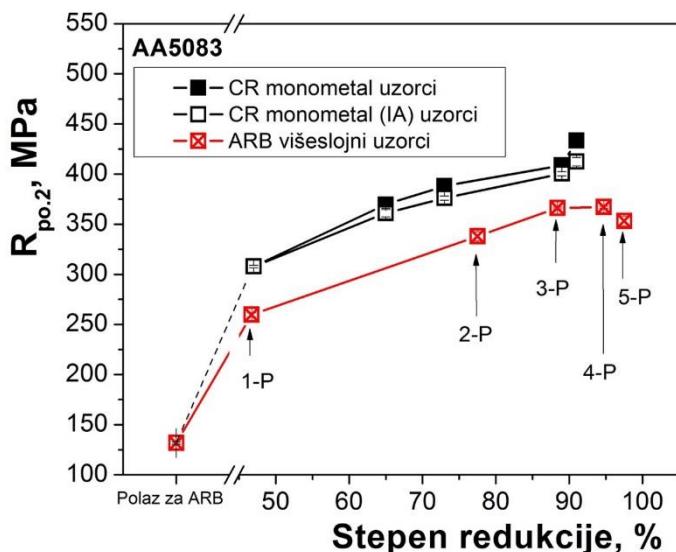
Slika 3.25 Zavisnost tvrdoće višeslojnih i jednoslojnih traka AA5083 legure od ostvarenog stepena redukcije pri hladnom valjanju i ARB procesiranju.

Povećanjem stepena deformacije, tj. povećanjem broja ARB provlaka tvrdoća raste od meko žarenog stanja do četvrtog ARB provlaka odnosno ostvarene deformacije od 93.8%, dok posle petog i šetog ARB provlaka, koji odgovaraju ukupnim ostvarenim stepenima deformacije od 96.9% i 98.4%, respektivno, vrednost tvrdoće pokazuje blagi pad.

Pokazano je da sa porastom stepena hladne deformacije koja se ostvaruje konvencionalnim hladnim valjanjem vrednost tvrdoće raste od ~100 HB posle deformacije od 47% do ~120 HB posle deformacije od 91%. Simulacijom ARB provlaka, odnosno žarenjem na 320°C/5min posle deformacije od 47% i 73% i daljom deformacijom (CR monometal (IA) uzorci), vrednosti tvrdoće nešto su niže od vrednosti tvrdoće CR monometal uzoraka koji su hladno deformisani bez međufaznog žarenja.

Nakon 91% ostvarene deformacije, tvrdoća uzorka koji je samo deformisan i onog kod kojeg je vršeno žarenje posle 47% i 73% deformacije na 320°C/5 min približno je ista i iznosi 120 HB. Deformacijom i simulacijom ARB postupka na monometalu AA5083 legure pokazano je da je vrednost tvrdoće nešto viša pri deformaciji od 47% i iznosi 97 HB dok pri ARB spajanju posle prvog ostvarenog ARB provlaka iznosi 90 HB. Takođe, pri simulaciji trećeg ARB provlaka, vrednost tvrdoće je 115 HB, dok nakon trećeg ARB provlaka posle akumulativnog spajanja valjanjem vrednost tvrdoće iznosi 109 HB.

Jednoosno zatezanje. Na sl. 3.26 prikazan je uticaj stepena redukcije na granicu tečenja ($R_{p0.2}$) jednoslojnih i višeslojnih traka legure AA5083, pri jednoosnom zatezanju na sobnoj temperaturi, sa početnom brzinom deformacije $\dot{\varepsilon} = 8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.



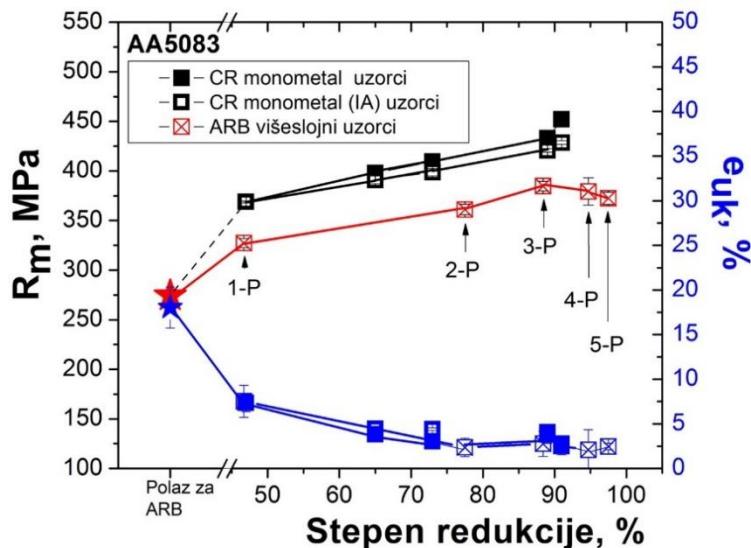
Slika 3.26 Zavisnost granice tečenja od stepena deformacije za jednoslojne i višeslojne trake AA5083 legure.

Pokazano je da granica tečenja ispitivane legure raste sa povećanjem stepena deformacije pri hladnom valjanju. Jednoslojni CR monometal uzorci i CR monometal (IA) uzorci pokazuju približno iste vrednosti granice tečenja u celom opsegu ispitivanih deformacija. Pokazano je jednoslojne trake monometala dobijene konvencionalnim valjanjem imaju više vrednosti granice tečenja za ~50 MPa za sve ostvarene stepene redukcije u odnosu na granice tečenja višeslojnih traka dobijenih nakon akumulativnog spajanja valjanjem AA5083 legure.

Maksimalni stepen deformacije ostvaren kod CR (IA) uzorka monometala iznosi 91% i odgovara stepenu deformacije između trećeg i četvrtog ARB provlaka za koje ukupni ostvareni stepeni deformacije iznose 87.5% i 93.8%, respektivno.

Više vrednosti granice tečenja jednoslojnih traka u odnosu na višeslojne trake posledica su mikrostrukture i mehanizma deformacije. Razlika u vrednostima granice tečenja jednoslojnih traka procesiranih konvencionalnim hladnim valjanjem rezultat je veće gustine dislokacija i efekta deformacionog ojačavanja zbog intenzivnije interakcije dislokacija [37, 81, 131, 137]. Sa druge strane, manja čvrstoća višeslojnih ARB traka može se pripisati pojavi smicajnih traka koje nastaju ARB procesiranjem pretpostavkom da je u strukturi prisutna manja gustina dislokacija, na šta ukazuju prethodna istraživanja [121].

Na slici 3.27 prikazan je uticaj stepena redukcije na zateznu čvrstoću (R_m) i ukupno izduženje (ϵ_{uk}) jednoslojnih i višeslojnih traka legure AA5083, pri jednoosnom zatezjanju na sobnoj temperaturi, sa početnom brzinom deformacije $\dot{\epsilon} = 8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.



Slika 3.27 Zavisnost zatezne čvrstoće i ukupnog izduženja od stepena deformacije za jednoslojne i višeslojne trake AA5083 legure.

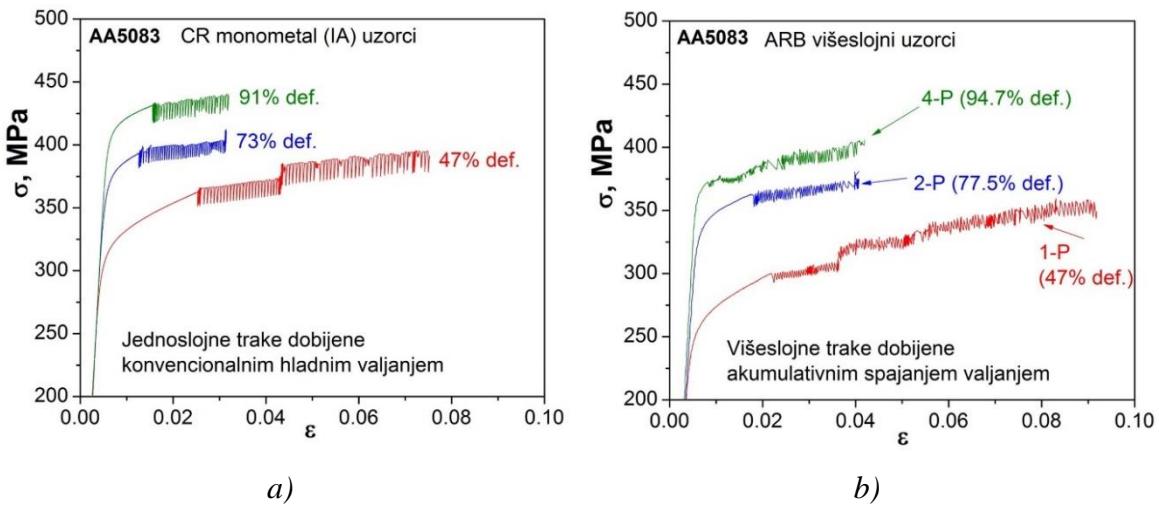
Pokazano je da zatezna čvrstoća ispitivane legure procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja u deformisanom stanju raste sa povećanjem stepena deformacije (CR monometal uzorci). U slučaju jednoslojnih uzoraka koji su međufazno žareni na 320°C/5min (CR monometal (IA) uzorci), posle stepena deformacije koji odgovaraju broju provlaka prilikom ARB spajanja valjanjem, zatezna čvrstoća takođe raste sa povećanjem stepena deformacije, ali je nešto niža od zatezne čvrstoće CR monometal uzoraka u deformisanom stanju.

Zatezna čvrstoća jednoslojnih monometal uzoraka raste od ~370 MPa posle 47% deformacije do ~450 MPa posle 91% deformacije. Pokazano je da je čvrstoća hladno valjanih jednoslojnih traka više za ~50 MPa u odnosu na zatezne čvrstoće višeslojnih ARB traka dobijenih ARB procesiranjem AA5083 legure za sve ostvarene stepene redukcije.

Pri ostvarenom stepenu deformacije od 47% (što odgovara prvom ARB provlaku) zatezna čvrstoća monometala dobijena konvencionalnim postupkom hladnog valjanja ima za ~60 MPa višu vrednost od zatezne čvrstoće ARB višeslojnog uzorka dobijenog prilikom akumulativnog spajanja valjanjem kod kojeg je ostvaren stepen deformacije od 47%. Pri ostvarenom stepenu deformacije od 73% i 91% (što odgovara drugom i trećem ARB provlaku) zatezne čvrstoće jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja imaju za ~50 MPa višu vrednost od zatezne čvrstoće odgovarajućih ARB višeslojnih uzoraka.

Vrednosti izduženja se naglo smanjuju sa ~20% na oko 7% nakon 47% stepena deformacije, a sa daljim porastom deformacije nivo izduženja i za jednoslojne i višeslojne trake iznosi oko 3% (slika 3.27).

Na slici 3.28 prikazan je uticaj stepena deformacije koji je ostvaren hladnim valjanjem i ARB spajanjem (dva načina procesiranja) na nivo naprezanja u toku jednoosnog zatezanja jednoslojnih i višeslojnih traka. Prikazane su stvarne krive deformacije jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem (slika 3.28a) i višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom (slika 3.28b).

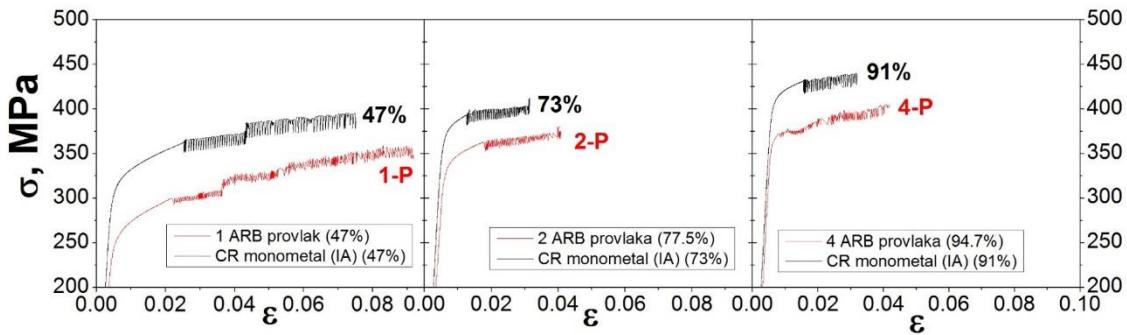


Slika 3.28 Stvarne krive deformacije jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem (a) i višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom (b).

Sa porastom stepena deformacije nivo naprezanja raste kod oba postupka procesiranja (slika 3.28a i b). Kod jednoslojnih traka deformisanih 47% do 73% nivo naprezanja raste za $\Delta\sigma_{47-73} \sim 50$ MPa, dok je porast naprezanja od 73% do 91% deformacije $\Delta\sigma_{73-91} \sim 30$ MPa. Kod višeslojnih traka, nivo naprezanja posle 2 ARB provlaka u odnosu na 1 ARB provlak iznosi $\Delta\sigma_{1P-2P} \sim 65$ MPa, dok je manji porast naprezanja od 2 ARB provlaka do 4 ARB provlaka i iznosi $\Delta\sigma_{2P-4P} \sim 20$ MPa. Međutim, evidentno je da su nivoi naprezanja viši kod jednoslojnih traka u odnosu na višeslojne (slika 3.29).

Zapažena je razlika u pojavi diskontinuiteta na krivama deformacije kod jednoslojnih i višeslojnih uzoraka. Oba postupka deformacije ukazuju na postojanje C tipa diskontinuiteta, međutim kritični stepen deformacije, ϵ_c kod višeslojnih uzoraka (slika 3.28b) opada sa povećanjem stepena deformacije. Pri velikim stepenima deformacije, nakon 4 ARB provlaka, diskontinuirano popuštanje se javlja na početku plastične deformacije, tj. po dostizanju granice tečenja ($\epsilon_c=0$). Amplituda naprezanja $\Delta\sigma$ značajno je manja u odnosu na amplitudu naprezanja kod jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (slika 3.28a).

Na slici 3.29 prikazane su stvarne krive deformacije za CR monometal (IA) jednoslojne trake koje su deformisane približno istim stepenom deformacije kao višeslojne trake, i odgovaraju ARB deformacijama nakon prvog, drugog i četvrtog ARB provlaka.



Slika 3.29 Stvarne krive deformacije jednoslojnih traka dobijenih hladnim valjanjem sa stepenom deformacije koji odgovaraju ARB deformacijama ostvarenim pri procesiranju višeslojnih traka.

Slika 3.29 pokazuje viši nivo naprezanja u toku jednoosnog zatezanja jednoslojnih CR monometal traka u odnosu na višeslojne trake, i iznosi ~ 50 , ~ 40 odnosno ~ 45 MPa za deformaciju koja odgovara prvom, drugom i četvrtom ARB provlaku, respektivno. Ovo je rezultat povećane gustine dislokacija i efekta ojačavanja zbog intenzivnijih interakcija dislokacija [37, 81, 131]. Takođe, niži nivo naprezanja u toku zatezanja ARB višeslojnih uzoraka može se pripisati pojavi smicajnih traka (slika 3.15 i 3.16) i aktivnom mehanizmu smicajne deformacije, koji je karakteristika ARB procesiranja, a time i manje gustine dislokacija u strukturi [121].

3.3 Procesiranje modifikovane AA5083+Zn legure

3.3.1 Višeslojne trake legure AA5083+Zn dobijene ARB postupkom

3.3.1.1 Karakteristike ARB procesiranja legure AA5083+Zn

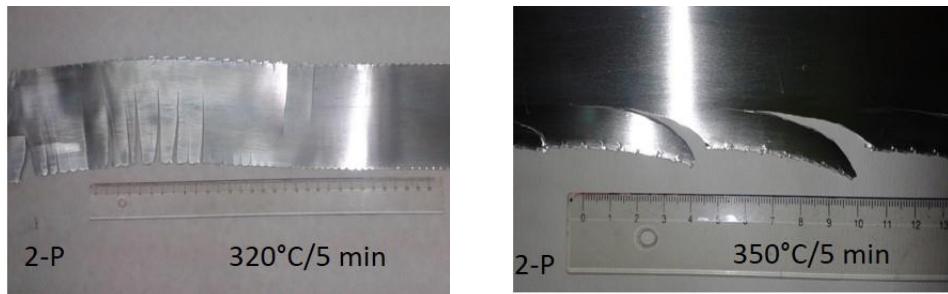
Karakteristike ARB procesiranja date su u tabeli 3.5. Viša temperatura međufaznog žarenja od 350°C rezultirala je olakšanim spajanjem i nižim ostvarenim redukcijama po provlaku prilikom ARB spajanja u odnosu na trake koje su međufazno žarene na 320°C (tabela 3.5). Iz tabele se može očitati, da je očekivan broj slojeva posle 4 ARB provlaka 16 i da je teorijska debljina slojeva 62.5 µm.

Tabela 3.5 Eksperimentalne i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja za modifikovanu leguru AA5083+Zn

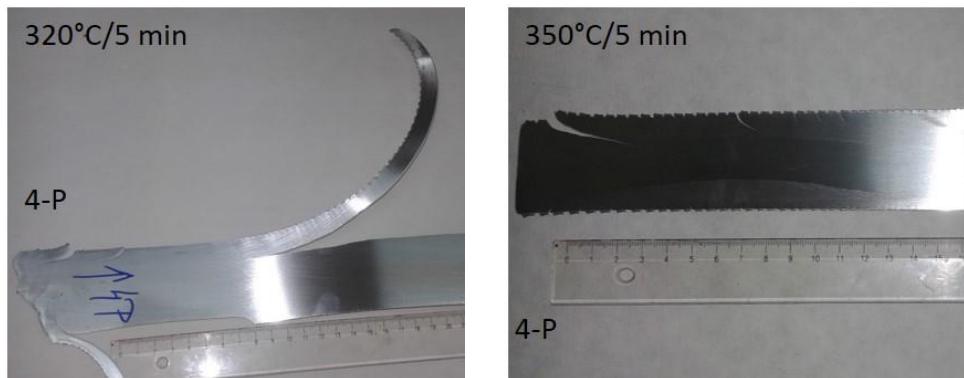
ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal						
Ostvarene redukcije		Teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja				
r_{st} (320°C), %	r_{st} (350°C), %	N	r_t , %	ϵ_N	m	t_N , µm
51.7	40.3	1	50	0.8	2	500
72.6	67.8	2	75	1.6	4	250
88.9	82.4	3	87.5	2.4	8	125
94.8	90.4	4	93.8	3.2	16	62.5

Na slici 3.30 prikazan je karakterističan izgled ARB traka legure AA5083+Zn i pojava ivičnih, poprečnih i uzdužnih prslina koje nastaju tokom ARB procesiranja.

U toku ARB procesiranja traka modifikovane legure AA5083+Zn koje su kratkotrajno međufazno žarene na 320°C, bile su izraženije ivične i poprečne prsline, već pri drugom ostvarenom provlaku (slika 3.30a). Pojava uzdužnih prslina postala je veoma izražena pri većim stepenima deformacije, odnosno prilikom spajanja valjanjem u četvrtom ARB provlaku (slika 3.30b).



a) Pojava ivičnih i poprečnih prslina u drugom ARB provlaku

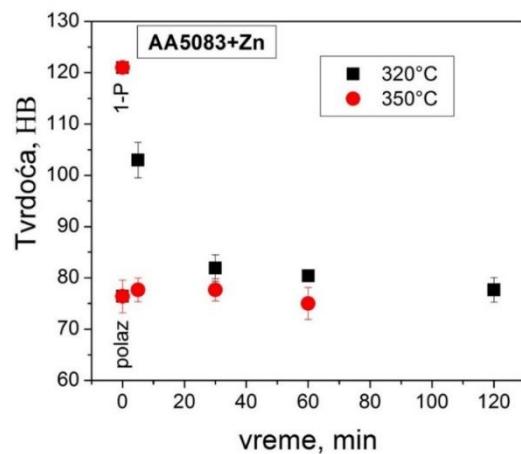


b) Pojava ivičnih i poprečnih prslina u četvrtom ARB provlaku

Slika 3.30 (a-b) Izgled traka za ARB spajanje valjanjem modifikovane legure

AA5083+Zn.

Generalno, ARB spajanje sa međufaznim žarenjem na $320^{\circ}\text{C}/5$ min je bilo otežano, zbog pojave pucanja u poprečnom pravcu, kao i zbog izražene pojave ivičnih prslina. Zbog toga je urađena proba sa međufaznim žarenjem na $350^{\circ}\text{C}/5$ min. Na slici 3.31 prikazan je uticaj uslova žarenja posle prvog ARB provlaka na tvrdoću trake legure AA5083+Zn.

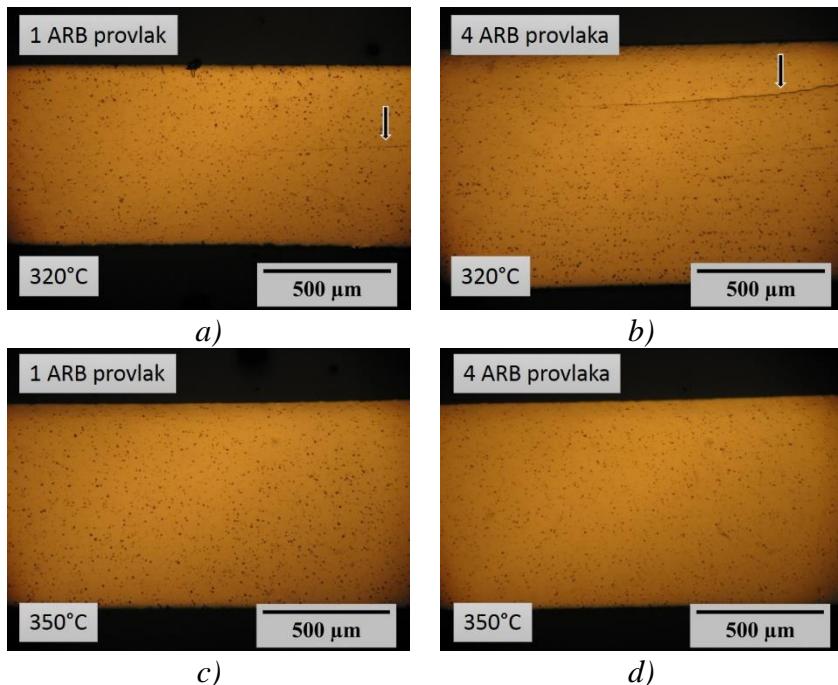


Slika 3.31 Uticaj uslova žarenja posle prvog ARB provlaka na tvrdoću trake legure AA5083+Zn.

Rezultati pokazuju da tvrdoća trake posle prvog ostvarenog ARB provlaka dostiže vrednost 121 HB. Žarenje od 5 min na temperaturi od 320°C smanjuje vrednost tvrdoće za ~15 HB, tj. vrednost tvrdoće iznosi ~115 HB. Međutim, posle 5 min žarenja na 350°C, tvrdoća ARB trake se smanjuje do ~75 HB, odnosno do nivoa koji odgovara potpuno rekristalisanom polaznom stanju. Za postizanje ovog nivoa tvrdoće u toku žarenja na 320°C bilo je potrebno 30 min. Vremena žarenja duža od 30 min na 320°C i 350°C obezbeđuju potpuno rekristalisanu strukturu, na šta ukazuje nivo tvrdoće na slici 3.31.

Nakon prvog ARB provlaka, odnosno nakon ~50% deformacije dolazi do značajnog povećanja gustine dislokacija, jer je u prisustvu rastvorenih atoma Mg proces stvaranja i umnožavanja dislokacija dominantan u odnosu na dinamičko oporavljanje [1, 140]. Istraživanja su pokazala da legirajući elementi kao što su Mg, Mn, Cr, i Fe utiču na procese oporavljanja i rekristalizacije strukture [141, 142]. Takođe, pokazano je da temperatura žarenja ima veći uticaj na obnavljanje strukture nego vreme [143]. S obzirom da modifikovana legura sadrži 5.1% Mg, kao i 0.5% Zn i 0.72% Mn koji povećavaju temperaturu rekristalizacije (vidi tabelu 2.1), pokazano je da viša temperatura žarenja od 350°C smanjuje vreme potrebno za potpunu rekristalizaciju strukture i postizanje tvrdoće meko žarenog stanja u odnosu na temperaturu žarenja od 320°C. Da bi se olakšalo spajanje valjanjem traka od modifikovane AA5083+Zn legure korišćena je i temperatura od 350°C za međufazno žarenje.

Na slici 3.32 prikazana je makrostruktura poliranih uzoraka nakon prvog i četvrtog ARB provlaka slikana u svetlom polju za modifikovanu leguru AA5083+Zn.

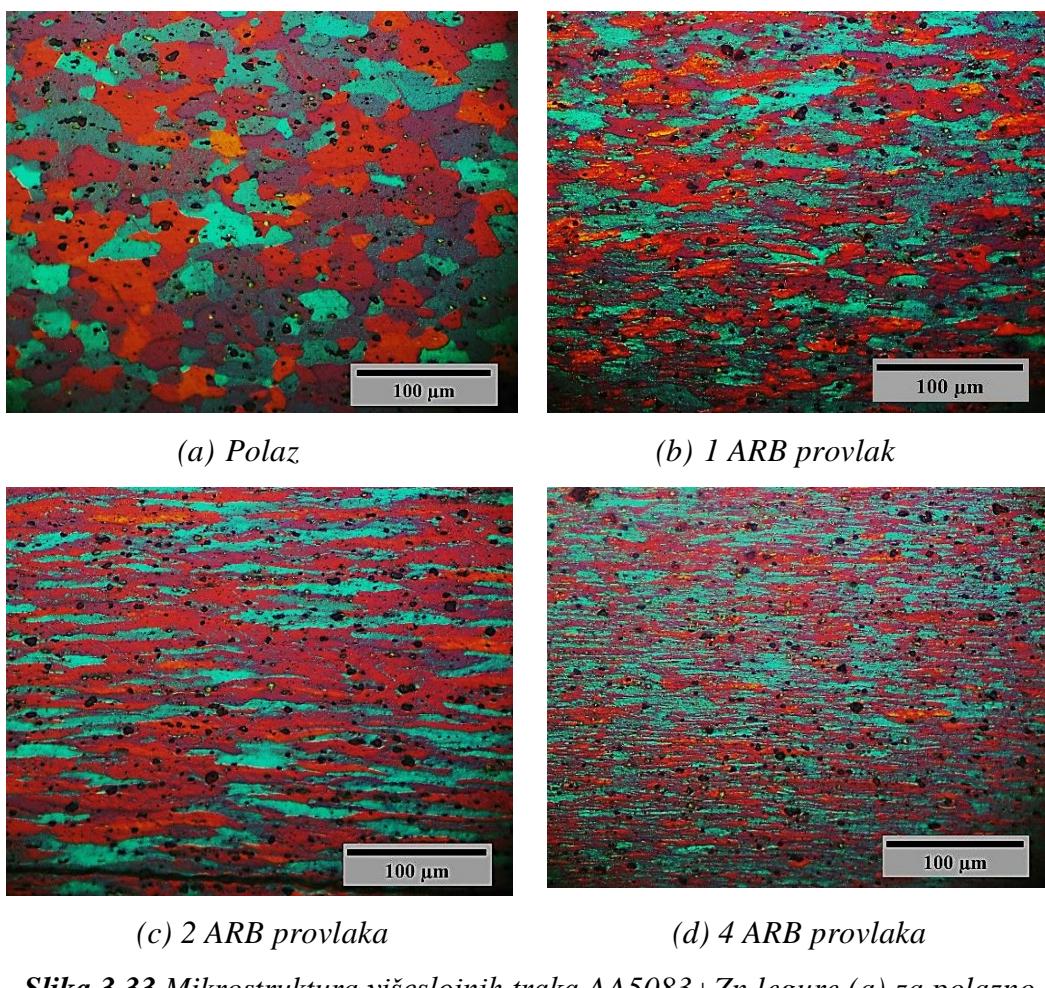


Slika 3.32 (a-d)
Makrofotografije ARB
uzoraka AA5083+Zn
legure u poliranom
stanju.

Pokazano je da se bolja veza između slojeva ostvaruje kod traka koje su međufazno žarene na 350°C (slika 3.32c i d) u odnosu na trake koje su žarene na 320°C (slika 3.32a i b) kod kojih se jasno vide linije gde nije došlo do potpunog spajanja.

3.3.1.2 Mikrostruktura ARB višeslojnih traka AA5083+Zn legure

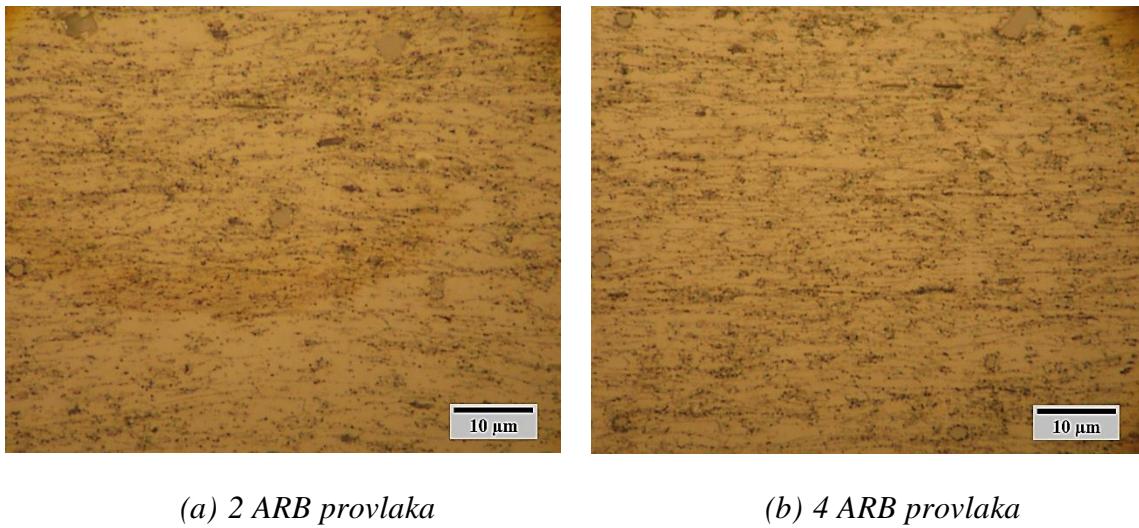
Razvoj mikrostrukture u toku ARB procesiranja prikazan je na slici 3.33 (a-d). Na slici 3.33 (a-d) prikazane su mikrofotografije u uzdužno-poprečnom pravcu (RD-ND) u polarizovanoj svetlosti, za polazno stanje (traka debljine 1 mm odžarena na 320°C/3h pripremljena za ARB procesiranje), slika 3.33a, i mikrostruktura nakon prvog (slika 3.33b), drugog (slika 3.33c), i četvrtog (slika 3.33d) provlaka za modifikovanu leguru AA5083+Zn.



Slika 3.33 Mikrostruktura višeslojnih traka AA5083+Zn legure (a) za polazno stanje i nakon (b) prvog, (c) drugog, i (d) četvrtog ARB provlaka (nagrizanje Barker-ovim reagensom).

Merenjem dužina transverzalnih granica, utvrđeno je da se nakon prvog, drugog i četvrtog ARB provlaka njihova vrednosti smanjuje sa $\sim 24 \mu\text{m}$ koliko je iznosila pre spajanja na $\sim 8, 6$ i $4 \mu\text{m}$, respektivno. U toku ARB procesiranja veličina zrna u kratkopoprečnom pravcu smanjena je oko $6\times$.

Na slici 3.34 prikazane su mikrostrukture višeslojnih ARB uzoraka modifikovane AA5083+Zn legure koji su niskotemperaturno žareni na $100^\circ\text{C}/7$ dana. Za razliku od standardne AA5083 legure, kod koje se u strukturi javljaju smicajne trake (slika 3.15 i 3.16), kod modifikovane AA5083+Zn legure pri povećanjima od $1000\times$ na optičkom mikroskopu nije zapaženo prisustvo smicajnih traka (slika 3.33 i 3.34).

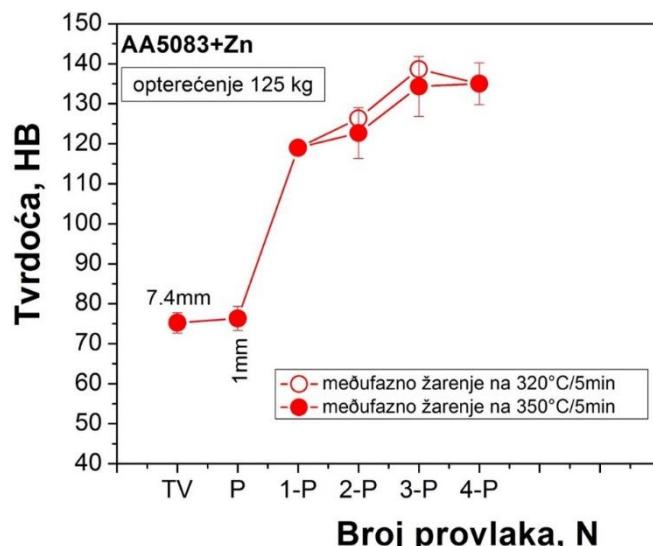


Slika 3.34 Mikrostruktura višeslojnih traka nakon (a) drugog i (b) četvrtog ARB provlaka AA5083+Zn legure (polirano stanje nakon niskotemperaturnog žarenja na $100^\circ\text{C}/7$ dana i nagrivanje 3 min u 10% rastvoru H_3PO_4).

3.3.1.3 Mehanička svojstva ARB višeslojnih traka AA5083+Zn legure

Uticaj ARB procesiranja na mehaničke osobine modifikovane AA5083+Zn legure prikazan je na slici 3.35 i 3.36.

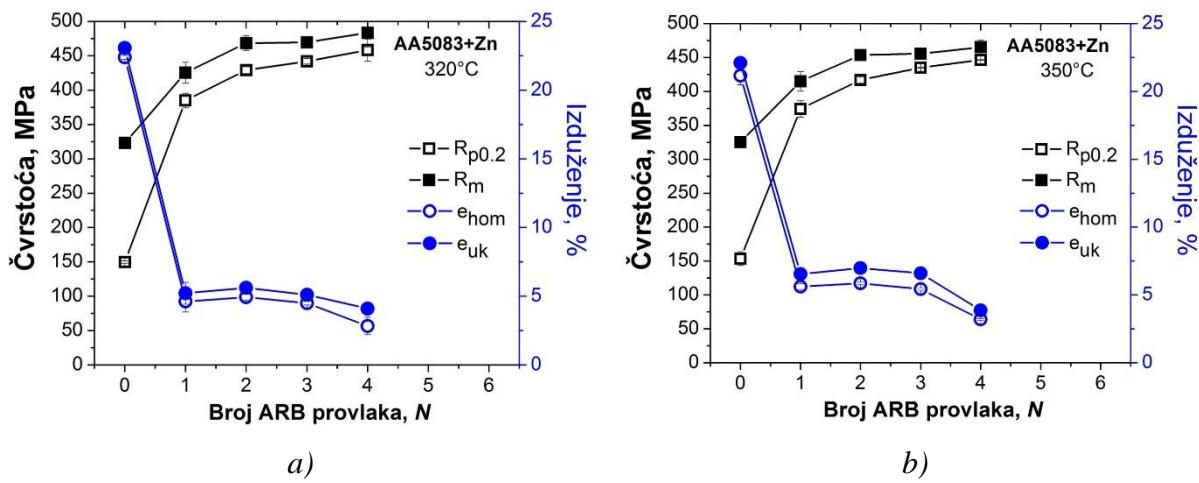
Tvrdoća. Zavisnost tvrdoće višeslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure od broja ostvarenih ARB provlaka prikazana je na slici 3.35.



Slika 3.35 Zavisnost tvrdoće višeslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure od broja ARB provlaka.

Rezultati pokazuju da tvrdoća višeslojnih AA5083+Zn traka raste sa povećanjem broja ARB provlaka, odnosno sa povećanjem stepena deformacije od ~ 75 HB u polaznom stanju do $\sim 135\text{-}140$ HB. Za međufazno žarenje na $320^{\circ}\text{C}/5$ min i na $350^{\circ}\text{C}/5$ min nivo tvrdoće približno je isti. Najveća promena tvrdoće, zapaža se u toku prvog ARB provlaka, i vrednost tvrdoće raste sa ~ 75 HB na ~ 120 HB. Sa povećanjem broja ARB provlaka tvrdoća raste, ali je intenzitet promene manji u odnosu na prvi provlak. Kod modifikovane AA5083+Zn legure do ostvarenog trećeg ARB provlaka zapažen je porast tvrdoće za $\sim 1.8\times$, dok u poslednjem ostvarenom četvrtom provlaku tvrdoća ostaje na približno istom nivou od $\sim 135\text{-}140$ HB.

Čvrstoća. Vrednost granice tečenja, zatezne čvrstoće, homogenog i ukupnog izduženja su očitavani iz dijagrama $F\text{-}\Delta l$, i na slici 3.36 prikazana je njihova zavisnost od broja ARB provlaka za modifikovanu AA5083+Zn leguru, za slučaj međufaznog žarenja na $320^{\circ}\text{C}/5$ min (slika 3.36a) i na $350^{\circ}\text{C}/5$ min (slika 3.36b). Rezultati pokazuju da mehaničke osobine višeslojnih ARB traka imaju približno iste vrednosti, za međufazno žarenje na $320^{\circ}\text{C}/5$ min i $350^{\circ}\text{C}/5$ min.

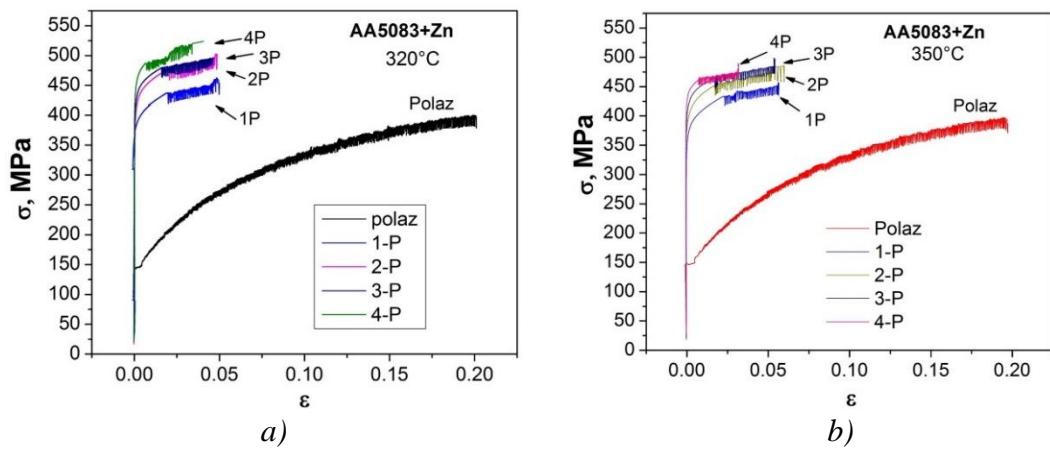


Slika 3.36 Zavisnost granice tečenja, zatezne čvrstoće, homogenog i ukupnog izduženja od broja ARB provlaka za AA5083+Zn leguru međufazno žarenju na
a) $320^{\circ}\text{C}/5$ min i b) $350^{\circ}\text{C}/5$ min.

U polaznom stanju pre ARB spajanja granica tečenja $R_{p0.2}$ iznosila je ~ 150 MPa. Sa povećanjem broja ARB provlaka i ostvarene deformacije granica tečenja raste. Najveća promena nastaje u prvom ARB provlaku kada se vrednost granice tečenja poveća sa ~ 150 MPa na ~ 375 MPa. Sa daljim povećanjem broja ARB provlaka, granica tečenja postepeno raste (manjim intenzitetom) i maksimalna vrednost granice tečenja za AA5083+Zn leguru ostvaruje se nakon 4 ARB provlaka kada iznosi ~ 450 MPa tj. vrednost granice tečenja se povećava $3\times$ u odnosu na vrednost pre spajanja valjanjem.

Takođe, trend porasta se zapaža i kod zatezne čvrstoće R_m koja pre ARB deformacije iznosi ~ 325 MPa i njena vrednost raste do ~ 480 MPa nakon poslednjeg ostvarenog četvrtog provlaka. Porast zatezne čvrstoće je $1.5\times$, pa je jasno da ARB procesiranje ima veći uticaj na porast granice tečenja ($3\times$) u odnosu na zateznu čvrstoću gde je ostvaren porast od $1.5\times$. Najveća razlika u porastu između granice tečenja i zatezne čvrstoće primećuje se nakon prvog ARB provlaka i ona iznosi ~ 240 MPa ($\Delta R_{p0,2}$) odnosno ~ 105 MPa (ΔR_m). Kako se povećava broj provlaka, razlike u prirastu granice tečenja i zatezne čvrstoće se smanjuju. Kao što je i očekivano, sa porastom broja ARB provlaka vrednosti homogenog i ukupnog izduženja opadaju [45, 133-134]. Nakon prvog provlaka izduženje sa 23% pada na oko 5%, pri čemu ovaj nivo ostaje približno isti u ispitivanom opsegu ARB deformacije, odnosno do 4 ARB provlaka.

Na slici 3.37 prikazane su stvarne krive deformacije σ - ϵ za modifikovanu leguru AA5083+Zn koja je procesirana ARB postupkom na sobnoj temperaturi sa kratkotrajnim međufaznim žarenjem od $320^{\circ}\text{C}/5$ min (slika 3.37a) i $350^{\circ}\text{C}/5$ min (slika 3.37b) između provlaka.



*Slika 3.37 Stvarne krive deformacije za modifikovanu leguru AA5083+Zn koja je procesirana ARB postupkom sa međufaznim žarenjem na
a) $320^{\circ}\text{C}/5$ min i b) $350^{\circ}\text{C}/5$ min između provlaka.*

Nivo naprezanja raste sa porastom broja ARB provlaka kao što pokazuje slika 3.37. Pri tome, najveći porast naprezanja se uočava nakon ostvarenog prvog ARB provlaka ($\Delta\sigma_{1P} \sim 200$ MPa). Nakon drugog ARB provlaka nivo naprezanja se u odnosu na prvi provlak poveća za $\Delta\sigma_{1P-2P} \sim 50$ MPa, dok se nakon trećeg ARB provlaka nivo naprezanja neznatno povećava. U odnosu na treći ARB provlak nakon poslednjeg ostvarenog četvrtog ARB provlaka nivo naprezanja se povećava za $\Delta\sigma_{3P-4P} \sim 50$ MPa za leguru koja je međufazno žarena na 320°C, a ~10 MPa za leguru koja je međufazno žarena na 350°C. Takođe, potvrđen je trend da se sa porastom broja ARB provlaka nivo čvrstoće povećava do 4 ARB provlaka, dok parametri izduženja ostaju oko 5 % sa porastom ARB provlaka.

Pre ARB spajanja traka debljine 1 mm odžarena na 320°C/3h i 350°C/3h pokazuje izraženu granicu tečenja i tip B diskontinuiteta. Sa slike 3.37 stvarne krive deformacije $\sigma-\epsilon$ već pri prvom ARB provlaku pokazuju tip C diskontinuiteta koji se javlja do poslednjeg uspešno ostvarenog provlaka, odnosno do četvrtog ARB provlaka. Za razliku od tipa B koji je karakterističan za polazno stanje pre ARB procesiranja, tip C nastaje kao rezultat deblokiranja, tj. osobađanja dislokacija od rastvorenih atoma [144]. Sa slike 3.37 jasno se uočava da se sa porastom broja ARB provlaka kritični stepen deformacije pri kojem počinje diskontinuirano popuštanje se smanjuje, ali je u svim navedenim slučajevima $\epsilon_c > 0$.

3.3.2 Konvencionalno hladno valjanje AA5083+Zn legure

Toplo valjana ploča modifikovane AA5083+Zn legure korišćena je za proizvodnju uzoraka jednoslojnog materijala (CR monometal uzorci sa i bez međufaznog žarenja na 350°C/5 min) koji su procesirani konvencionalnim postupkom hladnog valjanja sa različitim stepenima deformacije kao što je opisano u eksperimentalnom delu (slika 2.7). Jedan deo uzoraka pripremljen je hladnim valjanjem sa različitim stepenima deformacije (CR monometal uzorci), pri čemu su ostvarene redukcije od 50, 65, 74 i 87 %. Drugi deo uzoraka proizveden je hladnim valjanjem i kratkotrajnim međufaznim žarenjem (CR (IA) monometal uzorci) tako što su trake nakon ostvarenog stepena deformacije od ~50% i ~75% međufazno žarene na 350°C/5 min, kako bi se simulirali uslovi koji su korišćeni prilikom ARB spajanja. Hladno valjani jednoslojni uzorci legure AA5083+Zn ispitivani su sa ciljem da se struktura i svojstva ovih materijala, koji su proizvedeni konvencionalnim hladnim valjanjem, uporede sa strukturom i svojstvima višeslojnih traka koje su proizvedene ARB postupkom. Za uzorce monometala, odnosno za jednoslojne trake, izabrane su redukcije koje približno odgovaraju redukcijama ostvarenim posle određenog broja ARB provlaka za višeslojni materijal, i u tabeli 3.6 navedene su redukcije ostvarene u postupku deformacije hladnim valjanjem, ARB postupkom, kao i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja za modifikovanu leguru AA5083+Zn.

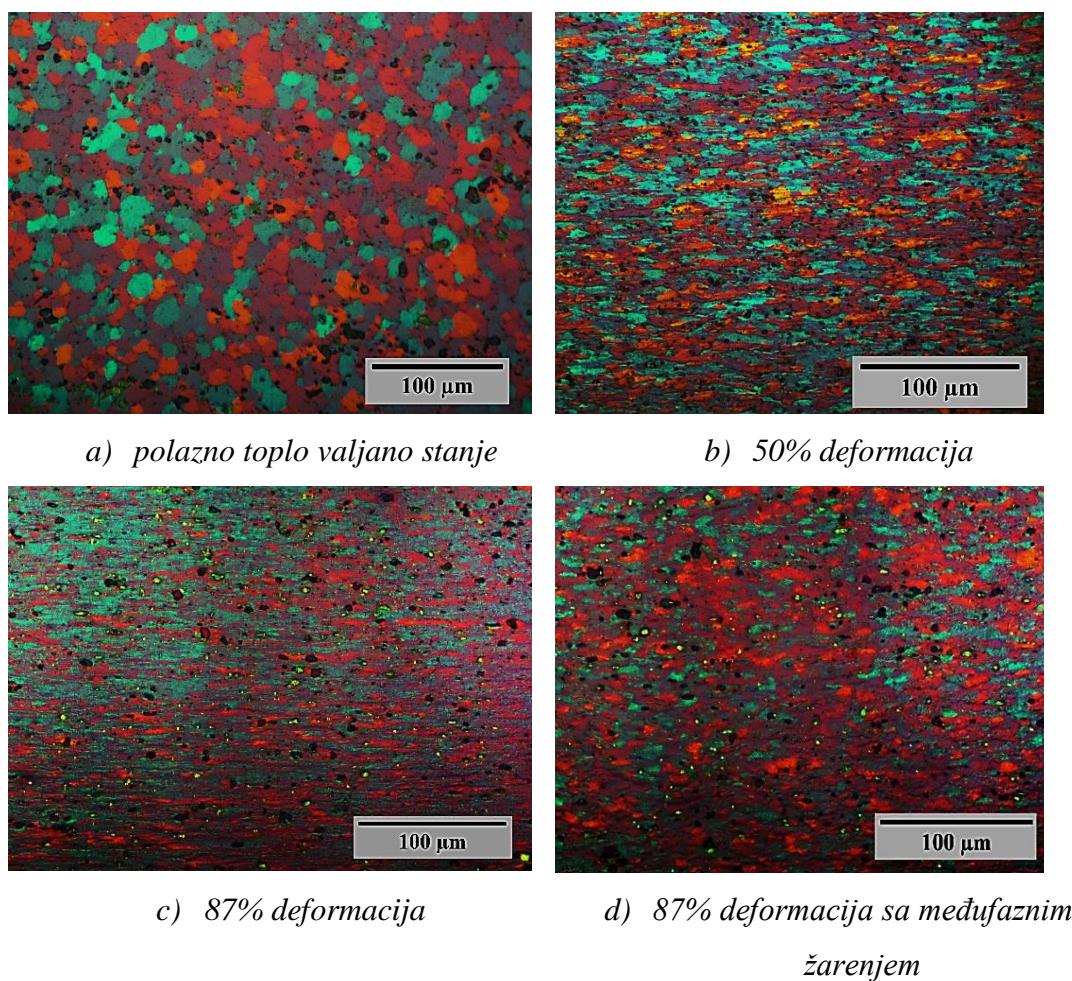
Tabela 3.6 Ostvarene redukcije u toku konvencionalnog hladnog valjanja i ARB spajanja za leguru AA5083+Zn i teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja

Monometal		ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal							
CR	CR (IA)	Ostvarene redukcije		Ostvarene redukcije		Teorijske vrednosti parametara ARB procesiranja			
$r_{st}, \%$	$r_{st}, \%$	$r_{st} (320^\circ\text{C}), \%$	$r_{st} (350^\circ\text{C}), \%$	N	$r_t, \%$	ϵ_N	m	$t_N, \mu\text{m}$	
50	50	51.7	40.3	1	50	0.8	2	500	
65									
74	74	72.6	67.8	2	75	1.6	4	250	
87	87	88.9	82.4	3	87.5	2.4	8	125	
		94.8	90.4	4	93.8	3.2	16	62.5	

Kod modifikovane AA5083+Zn legure maksimalno ostvareni stepen hladne deformacije konvencionalnim hladnim valjanjem iznosi 87% (tabela 3.6).

3.3.2.1 Mikrostruktura jednoslojnih hladno valjanih traka modifikovane legure AA5083+Zn

Razvoj mikrostrukture jednoslojnih traka (monometala) AA5083+Zn legure u toku konvencionalnog hladnog valjanja prikazan je na slici 3.38 (a-d). Mikrostrukture jednoslojnih traka prikazane na slici 3.38 (b-d) pokazuju promenu oblika i veličine zrna koja nastaje u toku deformacije hladnim valjanjem modifikovane legure AA5083+Zn.

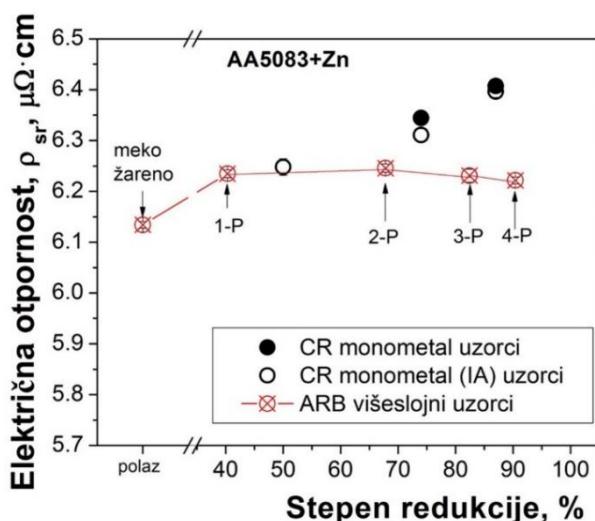


Slika 3.38 (a-d) Mikrostruktura jednoslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure dobijenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja.

Na slici 3.38a prikazana je struktura polaznog toplo valjanog stanja AA5083 legure koja je potpuno rekristalisana sa poligonalnim zrnima veličine $\sim 19 \mu\text{m}$. Nakon hladnog valjanja sa redukcijom od 50% zrna se izdužuju u pravcu valjanja kao što je prikazano na slici 3.38b. Nakon maksimalno ostvarenog stepena deformacije od 87% zrna postaju još izduženija u pravcu valjanja i dolazi do velikog smanjenja dužine transverzalne granice zrna u odnosu na longitudinalnu granicu zrna (slika 3.38c). Kod uzorka koji su hladno valjani sa međufaznim žarenjem (CR monometal (IA) uzorci) sa ukupnom ostvarenom redukcijom od 87%, (slika 3.38d), struktura zrna se razlikuje od uzorka koji je samo deformisan do stepena deformacije od 87% (slika 3.38c). Odnos između longitudinalne i transverzalne granice kod uzorka CR monometal (IA) sa ukupnom ostvarenom redukcijom od 87% se smanjuje u odnosu na odnos deformisani uzorak 87%. Zapaža se da kod uzorka koji su međufazno žareni i deformisani 87% dolazi do izvesnog oporavljanja i rekristalizacije strukture, zbog čega zrna postaju poligonalna, kao što je prikazano na slici 3.38d.

3.3.2.2 Električni otpor višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka modifikovane AA5083+Zn legure

Na slici 3.39 prikazan je uticaj stepena ostvarene redukcije na vrednost električnog otpora (ρ), jednoslojnih i višeslojnih traka, odnosno prikazan je uticaj deformacije koja se ostvaruje konvencionalnim hladnim valjanjem i ARB postupkom na vrednost električnog otpora kod modifikovane legure AA5083+Zn.



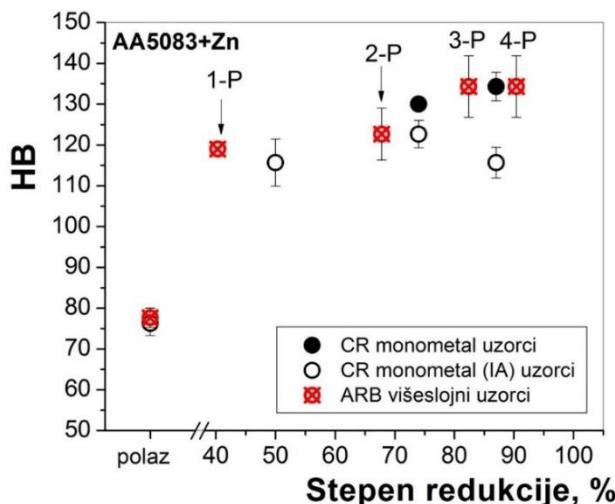
Slika 3.39 Zavisnost električnog otpora od stepena deformacije za jednoslojne i višeslojne trake AA5083+Zn legure.

Pokazano je da sa porastom stepena hladne deformacije, kod jednoslojnih traka koje su procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, vrednost električnog otpora raste od $\sim 6.1 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ do $6.4 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ posle 87% deformacije. Električni otpor jednoslojnih traka koje su hladno valjane, sa i bez međufaznim žarenjem, imaju približno iste vrednosti u ispitivanom opsegu deformacija. Kod ARB višeslojnih uzoraka, nakon prvog provlaka (ostvarena je redukcija od 40.3%) otpor se neznatno povećao za $\sim 0.06 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, a daljim povećavanjem broja provlaka (do četvrтog) vrednost električne otpornosti ima približno konstantnu vrednost oko $6.2 \mu\Omega\cdot\text{cm}$. Sa porastom stepena deformacije zapažene su veće promene električnog otpora kod jednoslojnih traka u odnosu na višeslojne trake koje su procesirane ARB postupkom.

Vrednosti električnog otpora za uzorce deformisane konvencionalnim postupkom valjanja su više od vrednosti dobijenih ARB postupkom spajanja. Razlika u vrednosti električnog otpora koja za stepen redukcije od 74% (drugi ARB provlak) iznosi $\sim 0.1 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, a za stepen redukcije 87% (treći ARB provlak) $\sim 0.18 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, može se dovesti u vezu sa većom brzinom umnožavanja dislokacija kod konvencionalnog hladnog valjanja nego kod višeslojnih uzoraka dobijenih ARB postupkom. Razlika u vrednostima električnog otpora višeslojnih uzoraka u odnosu na jednoslojne monometal uzorce posledica je načina procesiranja, razvoja mikrostrukture kao i dodatnih mehanizama deformacije koji se odigravaju pri ARB deformaciji u odnosu na klasično hladno valjanje. To su deformacija smicanjem, uslovi podmazivanja, povećanje frikcionih sila između radnog komada i valjaka, i stvaranje novih graničnih površina na kojima dolazi do poništavanja dislokacija i do njihove manje gustine u strukturi [13, 25, 67].

3.3.2.3 Mehanička svojstva višeslojnih i jednoslojnih hladno valjanih traka modifikovane AA5083+Zn legure

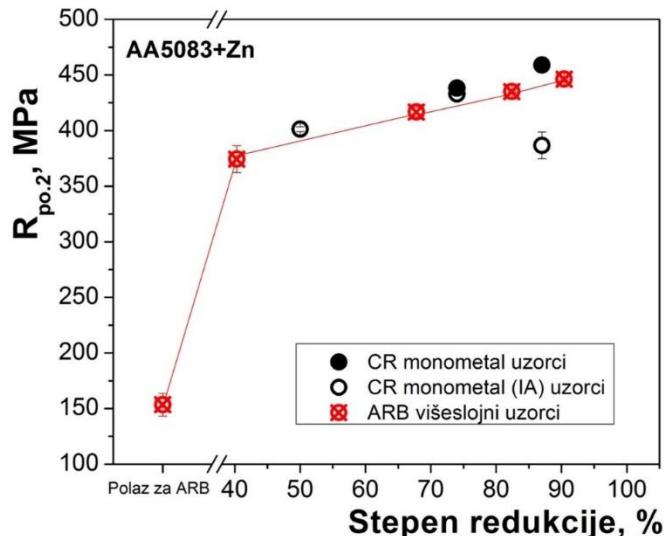
Tvrdoća. Na slici 3.40 prikazan je uticaj stepena redukcije pri konvencionalnom hladnom valjanju, sa i bez međufaznog žarenja (CR monometal i CR monometal (IA) uzorci), kao i deformacije ostvarene u toku ARB spajanja na vrednost tvrdoće (HB) jednoslojnih i višeslojnih traka.



Slika 3.40 Zavisnost tvrdoće višeslojnih i jednoslojnih traka AA5083+Zn legure od ostvarenog stepena redukcije.

Pokazano je da sa porastom stepena hladne deformacije, tvrdoća jednoslojnih CR monometala raste od ~80 HB u polaznom stanju do ~115 HB posle deformacije od 50%, i do ~135 HB posle deformacije od 87%. Tvrdoća jednoslojnih uzoraka koji su hladno valjani sa međufaznim žarenjem (CR monometal (IA) uzorci), ima niže vrednosti, što ukazuje na odvijanje procesa oporavljanja i rekristalizacije u toku međufaznog žarenja na 350°C/5 min, kao što pokazuje mikrostruktura na slici 3.38d. Naime, tvrdoća jednoslojnih CR (IA) uzoraka koji su 74% i 87% deformisani sa međufaznim žarenjem, niža je za ~10 HB, odnosno ~20 HB, u odnosu na CR uzorke koji su hladno valjani sa istim stepenom deformacije, bez međufaznog žarenja. Kod višeslojnih ARB uzoraka sa povećanjem stepena deformacije, tj. povećanjem broja ARB provlaka tvrdoća takođe raste, od ~80 HB u meko žarenom stanju do ~135 HB posle četvrtog ARB provlaka i ostvarene deformacije od 90.4 %. Slika 3.40 pokazuje da tvrdoća višeslojnih ARB uzoraka legure AA5083+Zn ima približno istu vrednost kao tvrdoća jednoslojnih traka koje su hladno valjane bez međufaznog žarenja (CR uzorci).

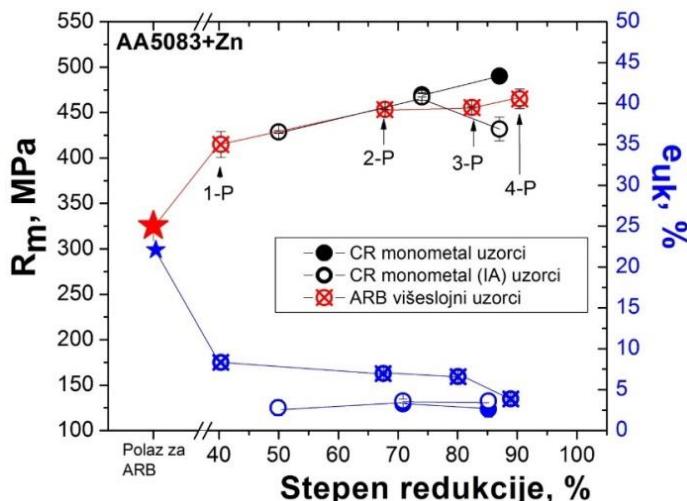
Jednoosno zatezanje Na slici 3.41 prikazan je uticaj stepena redukcije na granicu tečenja ($R_{p0.2}$) jednoslojnih i višeslojnih traka modifikovane legure AA5083+Zn pri jednoosnom zatezanju na sobnoj temperaturi, sa početnom brzinom deformacije $\dot{\varepsilon} = 8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.



Slika 3.41 Zavisnost granice tečenja od stepena deformacije za jednoslojne i višeslojne trake AA5083+Zn legure.

Pokazano je da granica tečenja jednoslojnih i višeslojnih traka ispitivane legure raste sa povećanjem stepena hladne deformacije od $\sim 375 \text{ MPa}$ do $\sim 450 \text{ MPa}$. Rezultati pokazuju da jednoslojne hladno valjane trake imaju neznatno više vrednosti granice tečenja, u odnosu na višeslojne trake. Međutim, u slučaju simulacije 3 ARB provlaka, odnosno nakon deformacije od 87% (sa međufaznim žarenjem na $350^\circ\text{C}/5 \text{ min}$ posle 50 i 74% deformacije), granica tečenja naglo opada. Vrednost granice tečenja niža je za $\sim 75 \text{ MPa}$ u odnosu na uzorak deformisan istim stepenom deformacije bez međufaznog žarenja i $\sim 65 \text{ MPa}$ u odnosu na višeslojni uzorak koji je procesiran sa 3 ARB provlaka.

Zatezna čvrstoća i ukupno izduženje. Na slici 3.42 prikazan je uticaj stepena redukcije na zateznu čvrstoću (R_m) i ukupno izduženje (ϵ_{uk}) jednoslojnih i višeslojnih traka modifikovane legure AA5083+Zn, pri jednoosnom zatezanju na sobnoj temperaturi, sa početnom brzinom deformacije $\dot{\varepsilon} = 8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

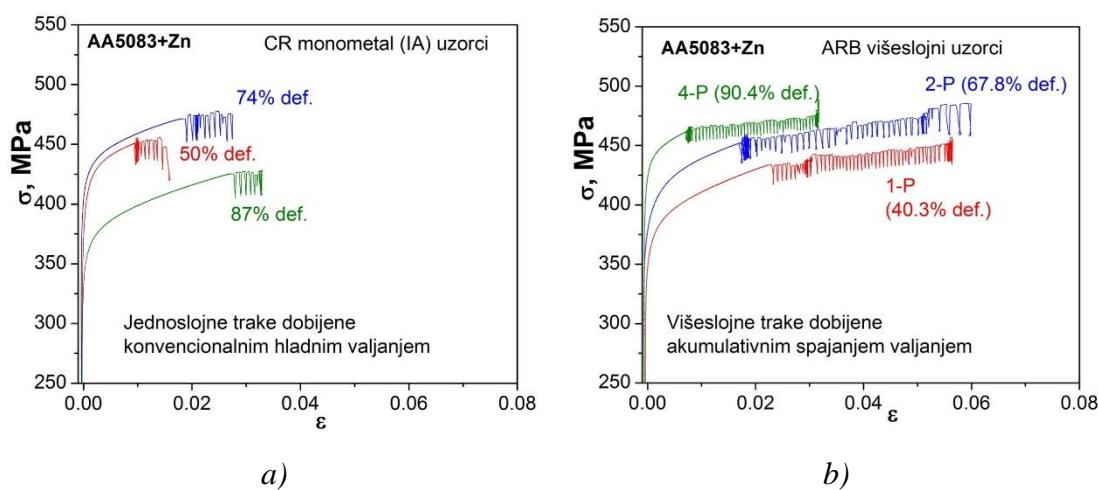


Slika 3.42 Zavisnost zatezne čvrstoće i ukupnog izduženja od stepena deformacije za jednoslojne i višeslojne trake AA5083+Zn legure.

Rezultati pokazuju da zatezna čvrstoća jednoslojnih i višeslojnih traka ispitivane legure raste od $\sim 420 \text{ MPa}$ do $\sim 500 \text{ MPa}$ sa povećanjem stepena hladne deformacije. Zatezna čvrstoća jednoslojnih hladno valjanih traka ima nešto više vrednosti u odnosu na višeslojne ARB trake, osim u slučaju uzorka koji su deformisani 87% sa međufaznim žarenjem. Vrednost granice tečenja niža je za $\sim 55 \text{ MPa}$ u odnosu na uzorak deformisan istim stepenom deformacije bez međufaznog žarenja i $\sim 35 \text{ MPa}$ u odnosu na višeslojni uzorak koji je procesiran sa 3 ARB provlaka.

Rezultati prikazani na slici 3.42 pokazuju da jednoslojne trake imaju vrednosti izduženja niže od višeslojnih traka procesiranih ARB postupkom i njihove vrednosti iznose oko 3% u celom opsegu ispitivanih deformacija. Pri jednoosnom zatezanju višeslojnih traka dobijene su vrednosti izduženja u intervalu od 8% do 5, sa povećanjem stepena ARB deformacije.

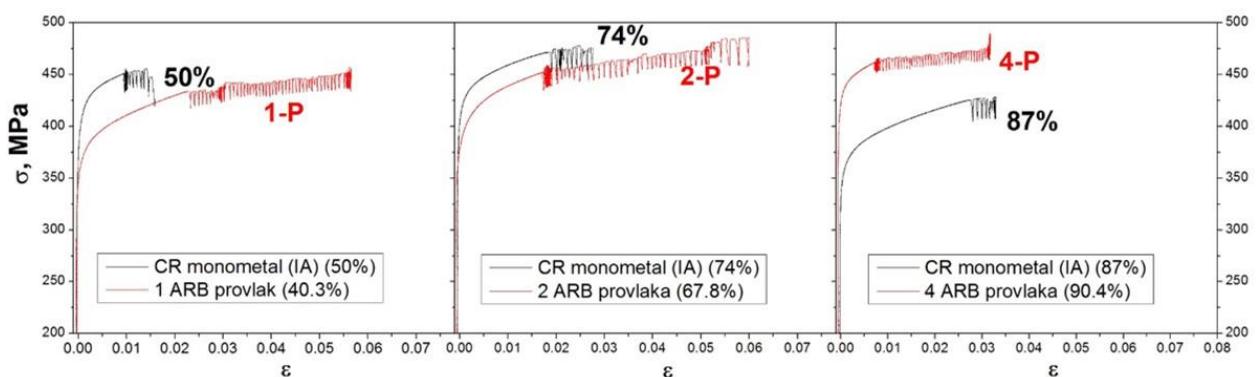
Na slici 3.43 prikazane su stvarne krive deformacije jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem (slika 3.43a) i višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom (slika 3.43b).



Slika 3.43 Stvarne krive deformacije jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem (a) i višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom (b).

Nivo naprezanja kod jednoslojnih traka koje su deformisane 50% do 74% raste za $\Delta\sigma_{50-74} \sim 30$ MPa, dok se primećuje veliki pad naprezanja (više od 50 MPa) kada se jednoslojne trake nakon 74% deformacije odžare na 350°C/5 min i deformišu do 87%. Kod višeslojnih traka, nivo naprezanja posle 2 ARB provlaka u odnosu na 1 ARB provlak iznosi $\Delta\sigma_{1P-2P} \sim 50$ MPa, dok je manji porast naprezanja od 2 ARB provlaka do 4 ARB provlaka i iznosi $\Delta\sigma_{2P-4P} \sim 20$ MPa. Rezultati prikazani na slici 3.43 jasno pokazuju da je ukupno izduženje veće kod višeslojnih ARB traka u odnosu na jednoslojne trake procesirane konvencionalnim hladnim valjanjem.

Na slici 3.44 prikazane su stvarne krive deformacije za jednoslojne trake hladno valjane sa međufaznim žarenjem koje su deformisane približno istim stepenom deformacije kao višeslojne trake, i koji odgovaraju ARB deformacijama nakon prvog, drugog i četvrtog ARB provlaka.



Slika 3.44 Stvarne krive deformacije jednoslojnih traka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem i višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom.

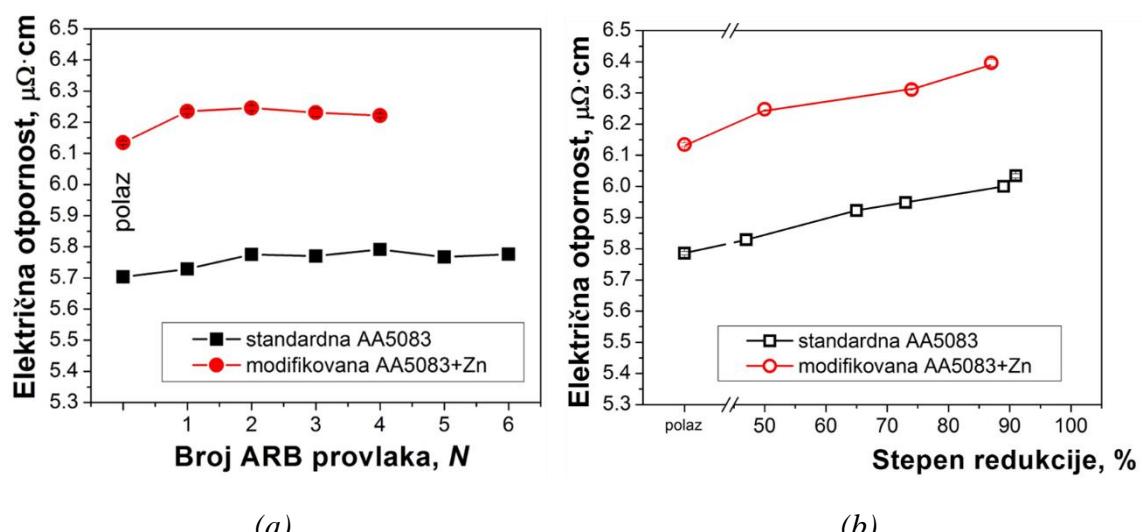
Rezultati pokazuju da je nivo naprezanja u toku jednoosnog zatezanja jednoslojnih traka ~50% i 74% deformisanih hladnim valjanjem, nešto viši nego kod višeslojnih ARB traka. Ova razlika u nivou naprezanja, može se pripisati većem stepenu deformacije koji je ostvaren u toku hladnog valjanja, nego u toku ARB procesiranja. Međutim, pri najvećem ostvarenom stepenu deformacije (87%) kod koga je vršeno međufazno žarenje na 350°C/5 min nakon 50% i 74% deformacije, nivo naprezanja u odnosu na višeslojni uzorak posle trećeg ARB provlaka (82.4% deformacije) značajno je niži. Pad naprezanja kod CR monometal (IA) uzorka deformisanog 87% posledica je mikrostrukturnih promena (slika 3.38d), koje nastaju zbog oporavljanja i rekristalizacije u strukturi i formiranja strukture sa poligonalnim zrnima.

3.4 Uticaj hemijskog sastava na procesiranje

Legure ispitivane u ovom radu, standardna AA5083 legura i modifikovana legura AA5083+Zn, razlikuju se po hemijskom sastavu, odnosno po sadržaju legirajućih elemenata. Standardna legura AA5083 sadrži 4.2 % Mg i 0.47 % Mn, dok, modifikovana legura AA5083+Zn, osim povećanog sadržaja Mg (5.1 % Mg) i Mn (0.72 % Mn) sadrži 0.51% Zn. U ovom poglavlju će biti prikazan uticaj sadržaja legirajućih elemenata (Mg, Zn) na fizičke i mehaničke osobine, kao i na deformacione karakteristike ispitivanih legura, koje su procesirane konvencionalnim hladnim valjanjem i ARB postupkom spajanja valjanjem.

3.4.1 Uticaj hemijskog sastava na električni otpor višeslojnih i jednoslojnih traka

Uticaj hemijskog sastava, odnosno sadržaja legirajućih elemenata, na električni otpor višeslojnih ARB traka i jednoslojnih hladno valjanih traka prikazan je na slici 3.45 (a,b). Na slici 3.45a prikazana je zavisnost električne otpornosti od broja ARB provlaka za višeslojne trake, kao i uticaj stepena redukcije na vrednost električnog otpora za jednoslojne trake standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure (slika 3.45b).



Slika 3.45 Uticaj sadržaja legirajućih elemenata na električni otpor višeslojnih (a) i jednoslojnih (b) traka standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure.

Pokazano je da povećanjem sadržaja Mg od 4.2 do 5.1 % (~0.9 % Mg) povećava se vrednost električnog otpora višeslojnih i jednoslojnih traka u celom ispitivanom opsegu deformacija. Viša vrednost električnog otpora u polaznom meko žarenom stanju (320°C/3h) za modifikovanu AA5083+Zn leguru u odnosu na standardnu AA5083 leguru ($\Delta\rho\sim0.4 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) pripisuje se prisustvu većeg sadržaja Mg i Zn u čvrstom rastvoru. Električni otpor višeslojnih ARB traka raste ~0.5 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$, a jednoslojnih ~0.35 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ sa povećanjem sadržaja Mg i dodatka Zn.

Na povećanje vrednosti električnog otpora utiče temperatura i prisustvo različitih grešaka u kristalnoj rešetki, kao što su praznine, intersticijali i dislokacije [2, 139]. Takođe, najveći uticaj na vrednost električnog otpora ima hemijski sastav legure. Uticaj pojedinih legirajućih elemenata na vrednost električnog otpora aluminijuma prikazan je u tabeli 3.7. Dodatkom legirajućih elemenata, električni otpor raste, pri čemu znatno više raste ukoliko je legirajući element prisutan u čvrstom rastvoru, nego ako je izdvojen u obliku ravnotežne faze u strukturi.

Tabela 3.7 Uticaj sadržaja legirajućih elemenata na električni otpor aluminijuma

Legirajući element	Maksimalna rastvorljivost u Al, %	Prosečno povećanje otpora po mas.% legirajućeg elementa, $\mu\Omega\text{cm}$	
		u čvrstom rastvoru	u obliku faze
Hrom, Cr	0.77	4.0	0.18
Bakar, Cu	5.65	0.344	0.03
Železo, Fe	0.052	2.56	0.058
Magnezijum, Mg	14.9	0.54	0.22
Mangan, Mn	1.82	2.94	0.34
Silicijum, Si	1.65	1.02	0.088
Cink, Zn	82.8	0.094	0.023
Cirkonijum, Zr	0.28	1.74	0.044

Električni otpor Al-Mg legura jednak je zbiru električnog otpora čistog aluminijuma ($2.65 \mu\Omega\text{cm}$ na 20°C , ili $2.71 \mu\Omega\text{cm}$ na 25°C) i električnog otpora koji nastaje zbog prisustva legirajućih elemenata, i može se izračunati pomoću jednačine:

$$\rho_{\text{Al-Mg}} = \rho_{\text{Al}} + \sum c \cdot \rho_o = \rho_{\text{Al}} + c_{\text{Mg}} \cdot \rho^0_{\text{Mg}} + \Delta\rho_{\text{ost.}} \quad (3.1)$$

gde su:

$\rho_{\text{Al-Mg}}$ – specifični električni otpor Al-Mg legure na određenoj temperaturi, Ωm

ρ_{Al} – specifični električni otpor Al na određenoj temperaturi, Ωm

c_{Mg} – koncentracija rastvorenih atoma Mg u čvrstom rastvoru, mas.%

ρ_o – koeficijent promene specifičnog električnog otpora po mas.% rastvorenih atoma legirajućih elemenata, $\Omega\text{m}/\text{mas.}\%$

ρ^0_{Mg} – koeficijent promene specifičnog električnog otpora po mas.% rastvorenih atoma Mg, $\rho^0_{\text{Mg}}=0.54 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m/mas.}\% \text{ Mg}$

$\Delta\rho_{\text{ost.}}$ – promena specifičnog električnog otpora zbog uticaja ostalih legirajućih elemenata, $\Delta\rho_{\text{ost.}} = c \cdot \rho_o (\Omega\text{m})$.

Razlika u izmerenim vrednostima električne otpornosti ispitanih legura u polaznom stanju (za višeslojne trake polaz je meko žareno stanje, dok je za jednoslojne trake polaz toplo valjano stanje) pripisuje se povećanom sadržaju Mg kod modifikovane AA5083+Zn legure. Takođe, modifikovana AA5083+Zn legura sadrži 0.72 % Mn i 0.51% Zn, dok standardna AA5083 legura sadrži 0.47 % Mn i tek 0.018 % Zn. Međutim, iz tabele 3.7 vidi se da Mn ima veći uticaj na vrednost električnog otpora od Mg, pogotovo ukoliko je prisutan u čvrstom rastvoru, i njegov doprinos nije zanemarljiv, ali obzirom da je Mn prisutan u modifikovanoj leguri 0.72 % i da nije sav u čvrstom rastvoru, doprinos Mg je dominantan.

U celom opsegu ostvarenih deformacija ARB postupkom spajanja, modifikovana legura AA5083+Zn ima veći otpor za $\sim 0.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ što se može pripisati uticaju povećanog sadržaja Mg i ostalih legirajućih elemenata (Zn i Mn).

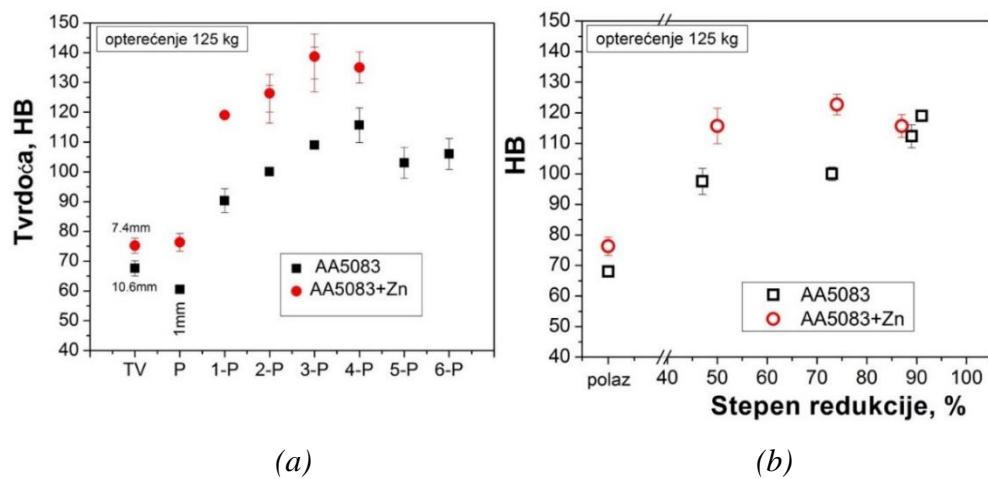
Za razliku od ARB deformacije, sa porastom stepena deformacije ostvarenim konvencionalnim hladnim valjanjem električna otpornost se povećava praktično linearno za obe ispitivane legure (slika 3.45b). Promena električnog otpora sa porastom stepena deformacije jednoslojnih traka je znatno veća nego kod višeslojnih ARB traka. U celom opsegu ispitivanih deformacija, jednoslojne trake modifikovane AA5083+Zn legure imaju veći otpor za $\sim 0.3\text{--}0.35 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ u odnosu na otpor jednoslojnih traka standardne AA5083 legure.

Konvencionalni postupak hladnog valjanja više utiče na promenu otpora (slika 3.45). Ovaj način deformacije utiče na povećanje gustine defekata, odnosno dislokacija u strukturi. U slučaju ARB procesiranja, prepostavlja se da je intenzitet stvaranja i umnožavanja dislokacija manji u odnosu na konvencionalni postupak.

Niži nivo električne otpornosti kod višeslojnih traka posledica je strukture koja se obrazuje tokom ARB procesiranja, kao i postojanja graničnih površina koje nastaju tokom ARB postupka. Smicajna deformacija i pojava smicajnih traka su dominantni mehanizmi deformacije tokom ARB procesiranja. Način ARB procesiranja, odnosno neprekidno ponavljanje postupka valjanja i spajanja bez promene debljine uzorka kao i uticaj velike smicajne deformacije koja nastaje blizu površine i na površinama između nastalih susednih slojeva predstavljaju moguće razloge za manju gustinu dislokacija u odnosu na gustinu dislokacija koja se dobija konvencionalnim postupkom hladnog valjanja jednoslojnih traka [129].

3.4.2 Uticaj hemijskog sastava na tvrdoću višeslojnih i jednoslojnih traka

Uticaj hemijskog sastava, odnosno sadržaja legirajućih elemenata, na tvrdoću višeslojnih i jednoslojnih traka prikazan je na slici 3.46. Zavisnost tvrdoće od broja ostvarenih ARB provlaka za obe ispitivane legure prikazana je na slici 3.46a, dok je uticaj stepena redukcije ostvarenog konvencionalnim postupkom hladnog valjanja na vrednost tvrdoće za jednoslojne trake standardne i modifikovane AA5083 legure prikazan na slici 3.46b.

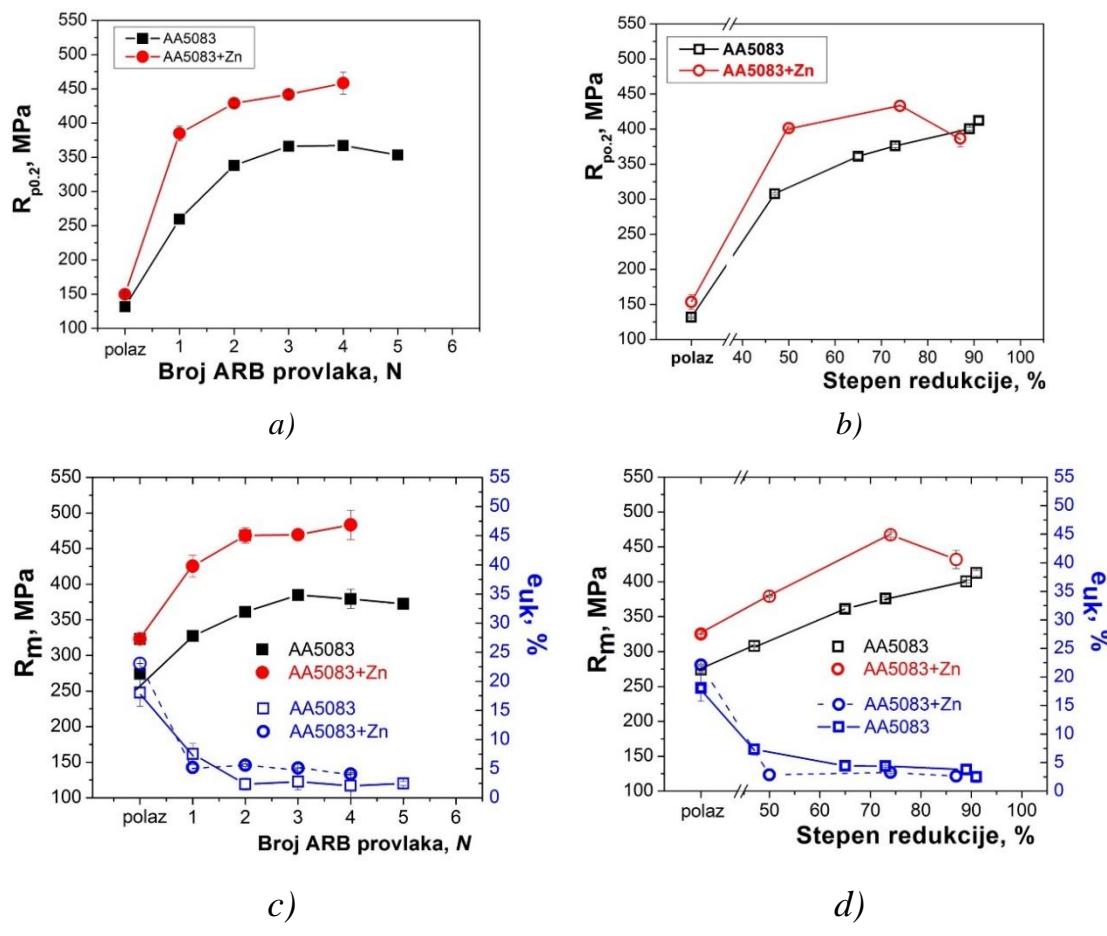


Slika 3.46 Uticaj sadržaja legirajućih elemenata na tvrdoću višeslojnih (a) i jednoslojnih (b) traka standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure.

Tvrdoća višeslojnih i jednoslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure veća je od tvrdoće višeslojnih i jednoslojnih traka standardne AA5083 legure u celom ispitivanom opsegu deformacija, kao posledica povećanog sadržaja Mg koji znatno doprinosi ojačavanju. Modifikovana AA5083+Zn legura posle svakog ostvarenog ARB provlaka ima za ~30 HB više vrednosti tvrdoće u odnosu na standardnu AA5083 leguru koja sadrži 4.2% Mg. Sa druge strane, kod jednoslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, nivo tvrdoće je viši za ~20 HB u odnosu na nivo tvrdoće jednoslojnih traka standardne AA5083 legure do ostvarenog stepena deformacije od 87% kada vrednost tvrdoće naglo opada i približava se vrednosti tvrdoće za standardnu AA5083 leguru (slika 3.46b). Veća promena tvrdoće višeslojnih ARB traka ($\Delta HB_{ARB} \sim 30$ HB) u odnosu na promenu tvrdoće jednoslojnih CR traka ($\Delta HB_{CR} \sim 20$ HB) posledica je rafinisanije strukture i intenzivne smicajne deformacije koja se javlja kod ARB procesiranja.

3.4.3 Uticaj hemijskog sastava na zatezne karakteristike višeslojnih i jednoslojnih traka

Na slici 3.47 prikazan je uticaj hemijskog sastava, odnosno povećanog sadržaja legirajućih elemenata (5.1 % Mg, 0.72 % Mn i 0.51 % Zn) na zatezne karakteristike jednoslojnih uzoraka deformisanih konvencionalnim hladnim valjanjem i višeslojnih uzoraka dobijenih ARB procesiranjem. Zavisnost granice tečenja, zatezne čvrstoće i ukupnog izduženja od broja ARB provlaka prikazana je na slici 3.47 (a,c), dok je na slici 3.47 (b,d) prikazana zavisnost granice tečenja, zatezne čvrstoće i ukupnog izduženja od stepena redukcije pri konvencionalnom hladnom valjanju ispitivanih legura.



*Slika 3.47 Zavisnost granice tečenja, zatezne čvrstoće i ukupnog izduženja:
(a,c) od broja ARB provlaka, i (b,d) od stepena redukcije pri konvencionalnom
hladnom valjanju ispitivanih legura.*

Pokazano je da povećanjem sadržaja Mg od 4.2 do 5.1 % povećavaju se vrednosti granice tečenja ($R_{p0,2}$) i zatezne čvrstoće (R_m) višeslojnih i jednoslojnih uzoraka u celom ispitivanom opsegu deformacija. Viši sadržaj Mg (za ~0.9 % Mg) doprinosi višim vrednostima granice tečenja i zatezne čvrstoće u polaznom stanju pre ARB spajanja i konvencionalnog hladnog valjanja. Za standardnu AA5083 leguru vrednost granice tečenja iznosila je 132 MPa, zatezne čvrstoće 274 MPa, dok za modifikovanu AA5083+Zn leguru vrednost granice tečenja je 148 MPa, a zatezne čvrstoće je 325 MPa. Granica tečenja i zatezna čvrstoća višeslojnih ARB uzoraka raste ~80-125 MPa (slika 3.47a i c), dok je porast granice tečenja i zatezne čvrstoće jednoslojnih uzoraka ~50-80 MPa (slika 3.47b i d), osim za jednoslojni uzorak deformisan 87% (sa međufaznim žarenjem na 350°C/5 min nakon 50 i 74% deformacije) kod kojeg parametri čvrstoće opadaju što se pripisuje strukturi koja se obrazuje nakon ovakve termomehaničke obrade (slika 3.38 d).

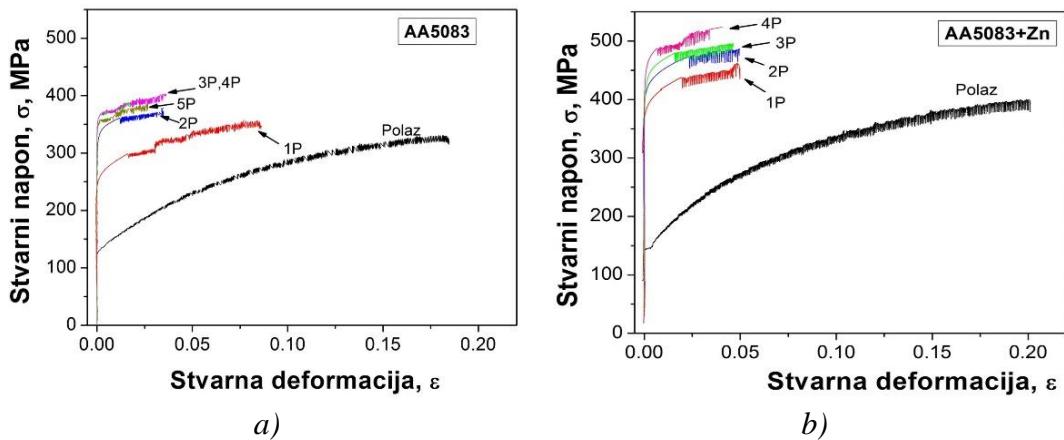
S obzirom da su glavni mehanizmi ojačavanja kod Al-Mg legura rastvarajuće ojačavanje i hladna deformacija rezultati više granice tečenja i zatezne čvrstoće mogu se objasniti povećanim sadržajem Mg u modifikovanoj leguri budući da prisustvo Mg najviše doprinosi rastvarajućem ojačavanju u Al-Mg legurama [140, 145]. Doprinos magnezijuma ojačavanju pripisuje se zbog njegove velike rastvorljivosti, kao i zbog razlike u atomskim prečnicima magnezijuma u aluminiju što prouzrokuje značajnu distorziju kristalne rešetke i dovodi do ojačavanja. Pored toga, legražući element mangan ukoliko je prisutan u čvrstom rastvoru aluminijuma znatno doprinosi ojačavanju, ali zbog njegove male rastvorljivosti u aluminiju obrazuje sekundarne faze Al-Mn i Al-Fe-Mn tipa čiji je uticaj veći na smanjenje veličine zrna nego na povećanje čvrstoće. Uloga sekundarnih faza mangana u povećenju čvrstoće se ogleda u tome što je ojačavanje deformacijom mnogo veće u njihovom prisustvu [146]. Međutim, ako je Mn prisutan u obliku sekundarnih faza, onda na efekat ojačavanja veći uticaj ima Mg nego Mn.

S obzirom da ispitivane legure priradaju legurama serije 5xxx, odnosno legurama koje ne ojačavaju termičkim taloženjem njihov osnovni mehanizam predstavlja ojačavanje deformacijom. U toku deformacije valjanjem dolazi do značajnog povećanja gustine dislokacija. U strukturi dominiraju procesi stvaranja i umnožavanja dislokacija koji doprinose povećanju čvrstoće u odnosu na dinamičko oporavljanje, obzirom da je oporavljanje termalno aktiviran proces. Veća promena granice tečenja i zatezne čvrstoće kod višeslojnih uzoraka u odnosu na jednoslojne uzorke može se pripisati različitim mehanizmima deformacije ARB postupka u odnosu na konvencionalno hladno valjanje. Kod primjenjenog ARB postupka osim ojačavanja deformacijom valjanjem postoje drugi mehanizmi koji se javljaju usled izuzetno velike plastične deformacije izazvane smicanjem ispod površine, zatim povećanje frikcionih sila između radnog komada i valjaka, kao i stvaranja novih graničnih površina između slojeva [26, 67, 76] koji utiču na ojačavanje.

Kao što je i očekivano sa porastom broja ARB provlaka, odnosno sa porastom stepena ostvarene deformacije, vrednosti ukupnog izduženja višeslojnih i jednoslojnih uzoraka opadaju za obe ispitivane legure (slika 3.47c i d). Međutim, pokazano je da veće ukupno izduženje imaju višeslojni uzorci modifikovane AA5083+Zn legure, u odnosu na ukupno izduženje višeslojnih uzoraka standardne AA5083 legure (slika 3.47c). Sa druge strane, ukupno izduženje jednoslojnih uzoraka dobijenih konvencionalnim valjanjem je približno isto za standardnu AA5083 leguru i modifikovanu AA5083+Zn leguru.

3.4.4 Uticaj hemijskog sastava na nivo ojačavanja višeslojnih i jednoslojnih traka

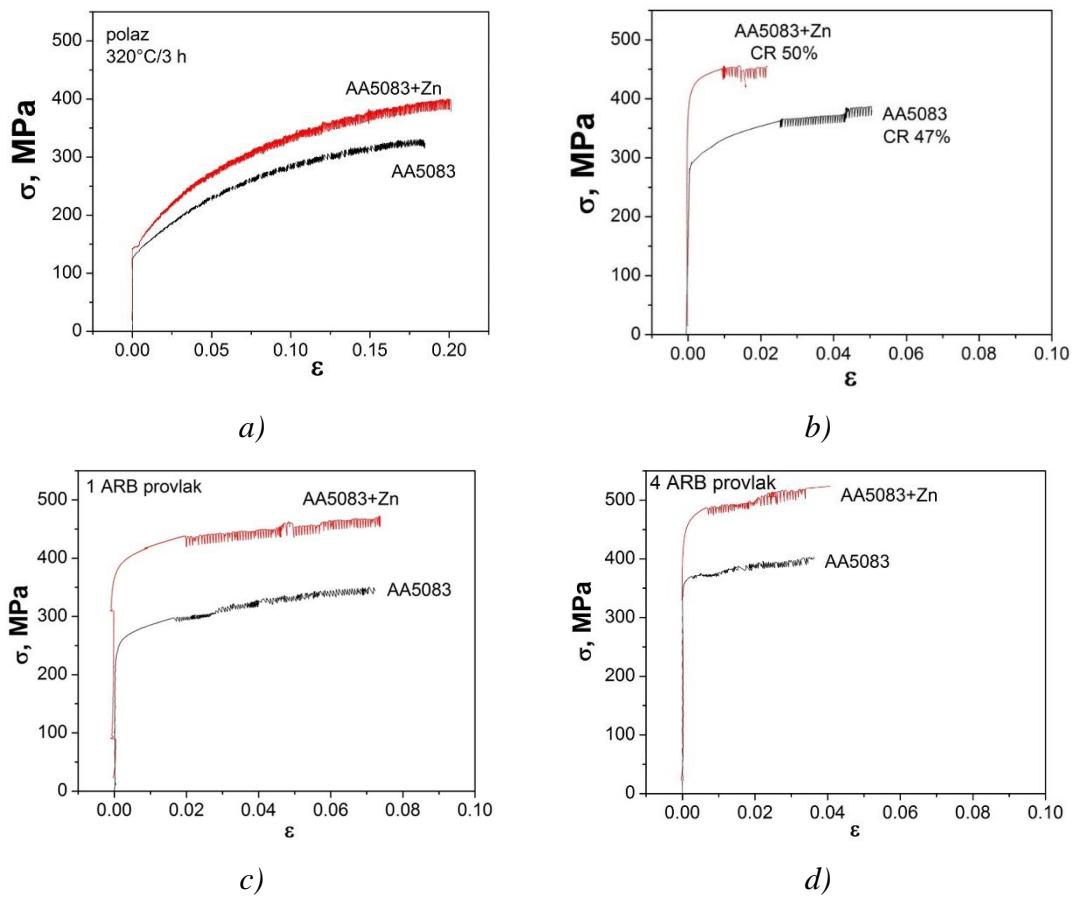
Na slici 3.48 (a-b) prikazane su stvarne krive ojačavanja za obe ispitivane legure, dok su na slici 3.49 (a-e) pojedinačno prikazane stvarne krive deformacije za svaki ostvareni provlak.



Slika 3.48 Stvarne krive deformacije a) za standardnu leguru AA5083 i b) modifikovanu AA5083+Zn leguru koje su procesirane ARB postupkom.

Pokazano je da je nivo naprezanja u toku jednoosnog zatezanja viši za sva stanja modifikovane AA5083+Zn legure u odnosu na standardnu AA5083 leguru kao što se vidi na slici 3.48 i 3.49. Pre ARB spajanja, viši nivo naprezanja za modifikovanu AA5083+Zn leguru pripisuje se povećanom sadržaju Mg u čvrstom rastvoru u odnosu na standardnu AA5083 leguru, i taj nivo iznosi $\Delta\sigma_{\max} \sim 70$ MPa, kao što se vidi na slici 3.49a. Takođe, najveća razlika u nivou naprezanja zapaža se posle ostvarenog prvog ARB provlaka i nivo naprezanja za modifikovanu leguru je viši za ~ 125 MPa u odnosu na standardnu (slika 3.49c). Kako se povećava broj ostvarenih ARB provlaka, razlika u nivou naprezanja ispitivanih legura se neznatno smanjuje, i za 4 ARB provlak $\Delta\sigma_{\max} \sim 100$ MPa (slika 3.49d). Sa povećanjem sadržaja Mg, nivo naprezanja višeslojnih uzoraka procesiranih ARB postupkom je viši od nivoa naprezanja jednoslojnih uzoraka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem, što ilustruju slike 3.49b i c. Kod jednoslojnih uzoraka deformisanih $\sim 50\%$, nivo naprezanja se povećava za ~ 75 - 100 MPa, dok kod višeslojnih uzoraka posle $\sim 50\%$ deformacije (što odgovara 1 ARB provlaku) nivo naprezanja je viši ~ 125 MPa sa porastom sadržaja legirajućih elemenata (Mg, Mn, Zn).

Viši nivo naprezanja javlja se kod modifikovane legure AA5083+Zn u odnosu na standardnu AA5083 leguru kao posledica većeg sadržaja Mg koji najviše utiče na deformaciono ojačavanje, i manje veličine zrna kod modifikovane AA5083+Zn legure. Ovaj fenomen može se objasniti time što granice zrna predstavljaju snažne prepreke za pokretne dislokacije. Takođe, granice zrna su i oblasti sa velikom energijom i privlače rastvorene atome Mg. Sa smanjenjem veličine zrna broj granica se značajno povećava, čime se povećava broj prepreka za pokretne dislokacije.



Slika 3.49 (a-d) Poređenje stvarnih krivih deformacije za standardnu leguru AA5083 i modifikovanu AA5083+Zn.

Sa slike 3.49 zapaža se povećanje amplitude naprezanja, odnosno pojava diskontinuiteta je izraženija kod modifikovane AA5083+Zn legure koja sadrži ~0.9% više magnezijuma od standardne AA5083 legure. Ova pojava nastaje usled povećanja brzine pokretnih dislokacija (koje nisu blokirane rastvorenim atomima), pri čijem se oslobođanju javlja veća relaksacija naprezanja. Sa povećanjem sadržaja Mg u Al-Mg legurama, povećava se broj pokretnih dislokacija koji postaje privremeno zaustavljen, pri čemu njihovo oslobođanje izaziva veći pad, odnosno, porast amplitude naprezanja [147].

3.4.5 Uticaj hemijskog sastava na sposobnost deformacionog ojačavanja višeslojnih i jednoslojnih traka

Poznato je da svojstva kao što su čvrstoća i izduženje zavise od sposobnosti deformacionog ojačavanja, odnosno otpora prema daljoj deformaciji. Za razliku od nekih Al legura koje ojačavaju deformacijom, ispitivane legure (standardna i modifikovana AA5083 legura) ojačavaju sve do pojave loma (slika 3.48). Sposobnost deformacionog ojačavanja se najčešće ocenjuje na osnovu indeksa deformacionog ojačavanja, n , i razlike između zatezne čvrstoće i granice tečenja. Indeks deformacionog ojačavanja određen je nakon jednoosnog zatezanja, odnosno izračunat je iz nagiba log σ -log ϵ stvarnih krivih deformacije. U tabeli 3.8 prikazane su vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja za standardnu AA5083 leguru za oba načina procesiranja (ARB procesiranje i konvencionalno valjanje). Kao što se vidi iz tabele 3.8 sa porastom stepena plastične deformacije za oba primenjena postupka, vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja se smanjuju. Ovi rezultati su u saglasnosti sa prethodnim rezultatima.

Tabela 3.8 Indeks deformacionog ojačavanja za standardnu AA5083 leguru

Ostvarene redukcije r_{st} , %	Broj ARB provlaka	Ostvarene redukcije r_{ARB} , %	Konvencionalno hladno valjanje		ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal
			Bez međufaznog žarenja	Sa međufaznim žarenjem	
			Indeks deformacionog ojačavanja n		
0	0	0	0.304	0.304	0.304
47	1	47	0.077	0.077	0.112
65	/	/	0.039	/	/
73	2	77.5	0.035	0.032	0.036
89	3	88.4	0.034	/	0.031
91	/	/	0.034	0.029	/
/	4	94.7	/	/	0.043
/	5	97.5	/	/	0.041

Kapacitet deformacionog ojačavanja sa povećanjem plastične deformacije se smanjuje bilo da je deformacija ostvarena konvencionalnim hladnim valjanjem (sa i bez međufaznog žarenja) bilo ARB deformacijom. Međutim, za sve ostvarene stepene deformacije, višeslojne trake procesirane ARB postupkom pokazuju nešto više vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja u odnosu na jednoslojne trake procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (tabela 3.8). Kapacitet ojačavanja višeslojnih ARB traka zavisi od gustine dislokacija i veličine zrna [148]. Do smanjenja indeksa deformacionog ojačavanja dolazi jer sa povećanjem broja ARB provlaka, odnosno stepena deformacije, dolazi do smanjenja veličine zrna (slika 3.15) i gustina dislokacija se povećava. Nešto veće vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja višeslojnih traka u odnosu na jednoslojne trake ukazuju na različite mehanizme ojačavanja. U toku ARB procesiranja aktivira se više mehanizama ojačavanja u isto vreme. Naime, ojačavanje nastaje kao rezultat rafinacije zrna, deformacionog ojačavanja, ali i intenzivne smicajne deformacije ispod površine uzorka koja nastaje zbog trenja između valjaka i uzorka, i zbog stvaranja intenzivno deformisanog materijala u sredini uzorka (zbog ponavljanja postupka sečenja i spajanja pre valjanja). Takođe, ojačavanje je delimično prouzrokovano i nastajanjem novih međupovršina [5, 6, 12].

Na indeks deformacionog ojačavanja n , kod Al-Mg legura, pri ispitivanju na sobnoj temperaturi, utiče sadržaj Mg, veličina zrna, kao i brzina deformacije [149]. U tabeli 3.9 prikazane su vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja za modifikovanu AA5083+Zn leguru za oba načina procesiranja (ARB procesiranje i konvencionalno valjanje).

Tabela 3.9 Indeks deformacionog ojačavanja za modifikovanu AA5083+Zn leguru

Ostvarene redukcije r_{st} , %	Broj ARB provlaka	Ostvarene redukcije r_{ARB} , %	Konvencionalno hladno valjanje		ARB spajanje valjanjem Višeslojni materijal
			Bez međufaznog žarenja	Sa međufaznim žarenjem	
			Indeks deformacionog ojačavanja n		
0	0	0	0.308	0.308	0.308
50	1	40.3	0.038	0.038	0.052
74	2	67.8	0.038	0.036	0.048
87	3	82.4	0.036	0.050	0.052
/	/	/	/	/	/
/	4	90.4	/	/	0.028

Takođe, kod modifikovane AA5083+Zn legure sa porastom stepena deformacije za oba primenjena postupka, vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja se smanjuju (tabela 3.9). Višeslojne ARB trake pokazuju slične vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja u odnosu na jednoslojne trake dobijene konvencionalnim postupkom hladnog valjanja.

Bez obzira na primjenjeni postupak procesiranja vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja veće su za modifikovanu AA5083+Zn leguru u odnosu na standardnu AA5083 leguru (tabela 3.8 i 3.9). Veće vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja pripisuju se povećanom sadržaju Mg, obzirom da sposobnost za deformaciono ojačavanje se povećava sa porastom sadržaja Mg zbog interakcija između dislokacija i rastvorenih atoma Mg. Povećanje n sa povećanjem sadržaja Mg može se objasniti homogenom deformacijom usled smanjenja rastojanja između deformacionih traka [149].

3.5 Koroziono ponašanje

3.5.1 Intergranularna korozija standardne AA5083 legure

Koroziono ponašanje standardne AA5083 legure, odnosno sklonost prema intergranularnoj koroziji (IGC), ocenjeno je na osnovu vrednosti gubitka mase u testu NAML (*engl. Nitrid Acid Mass Lost test*) prema ASTM G67 standardu [115]. Ispitivana je osetljivost višeslojnih uzoraka posle ARB procesiranja i jednoslojnih uzoraka koji su procesirani konvencionalnim hladnim valjanjem. Osim u deformisanom stanju, ispitivana je osetljivost prema IGC jednoslojnih i višeslojnih uzoraka posle senzitizacije na temperaturi 100° i 150°C u trajanju od 7 dana prema šemi prikazanoj na slici 2.16 u eksperimentalnom delu.

3.5.1.1 Rezultati NAML testa

U tabeli 3.10 prikazani su rezultati NAML testa i vrednosti gubitka mase višeslojnih ARB uzoraka standardne AA5083 legure, u deformisanom stanju, i posle senzitizacije na 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana. Prema ASTM G67 standardu [115] vrednost gubitka mase u intervalu od 1-15 mg/cm² pokazuje da je uzorak otporan prema IGC, dok vrednosti gubitka mase u intervalu od 25-75 mg/cm² ukazuju na to da je uzorak osetljiv prema IGC.

Pokazano je da su višeslojni ARB uzorci AA5083 legure, posle svih ostvarenih ARB provlaka, otporni prema intergranularnoj koroziji (tabela 3.10). Takođe, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana i na 150°C/7 dana, gubitak mase je manji od 15 mg/cm², pa se prema standardu smatra da su ispitivani višeslojni uzorci AA5083 legure otporni prema intergranularnoj koroziji. Rezultati pokazuju da temperatura i vreme od 7 dana senzitizacije nemaju uticaj na sklonost višeslojnih ARB uzoraka standardne AA5083 legure prema intergranularnoj koroziji.

Tabela 3.10 Rezultati merenja gubitka mase u NAML testu za višeslojne ARB uzorke legure AA5083 u deformisanom i senzitizovanom stanju

Višeslojni uzorci procesirani ARB postupkom									
Broj ARB provlaka	Deformisano stanje			Senzitizacija 100°C/7d			Senzitizacija 150°C/7d		
	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost
Polaz 320°C/3h	P-1	1.4	1.43	P-101	4.2	4.33	P-151	7.1	6.35
	P-2	1.5		P-102	4.2		P-152	5.6	
	P-3	1.4		P-103	4.6		/	/	
1 ARB provlak	1P-1	2.2	2.03	1P-101	3.4	3.53	1P-151	7.2	6.50
	1P-2	2.2		1P-102	3.6		1P-152	6.3	
	1P-3	1.7		1P-103	3.6		1P-153	6.0	
2 ARB provlaka	2P-1	2.9	2.33	2P-101	3.3	2.67	2P-151	3.6	3.60
	2P-2	1.9		2P-102	2.3		2P-152	3.6	
	2P-3	2.2		2P-103	2.4		/	/	
3 ARB provlaka	3P-1	2.6	2.43	3P-101	2.4	2.53	3P-151	3.7	3.55
	3P-2	2.3		3P-102	2.7		3P-152	3.4	
	3P-3	2.4		3P-103	2.5		/	/	
4 ARB provlaka	4P-1	2.5	2.67	4P-101	3.0	2.80	4P-151	3.7	3.53
	4P-2	2.7		4P-102	2.7		4P-152	3.7	
	4P-3	2.8		4P-103	2.7		4P-153	3.2	
5 ARB provlaka	5P-1	4.8	3.50	5P-101	3.2	3.03	5P-151	3.8	4.05
	5P-2	2.9		5P-102	2.9		5P-152	4.3	
	5P-3	2.8		5P-103	3.0		/	/	
6 ARB provlaka	6P-1	5.1	3.90	6P-101	4.2	4.55	/	/	
	6P-2	3.9		6P-102	4.9		/	/	
	6P-3	2.7		/	/		/	/	

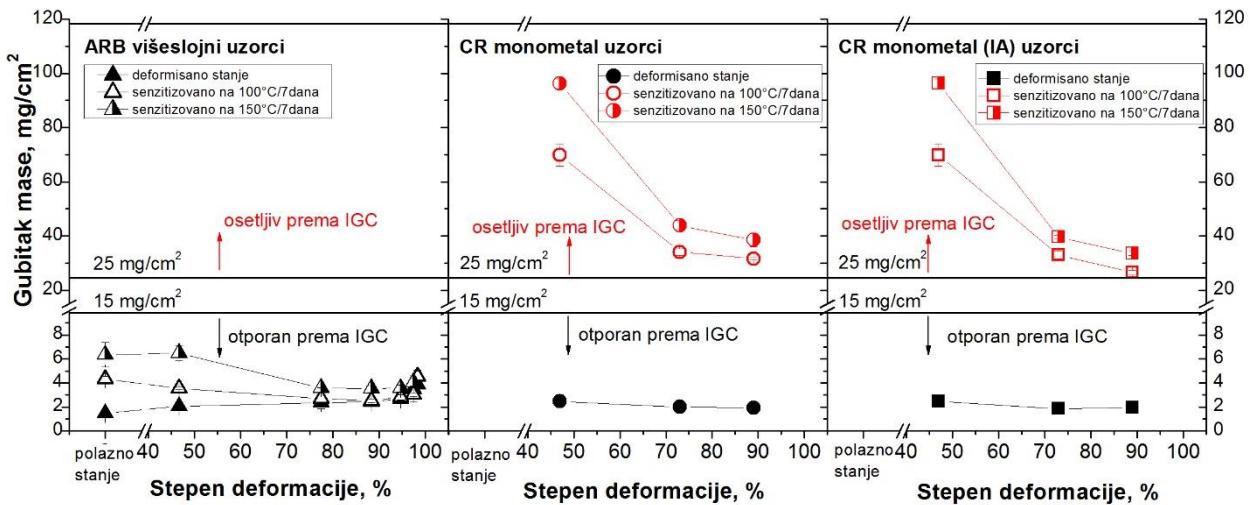
U tabeli 3.11 prikazani su rezultati merenja gubitka mase u NAML testu za jednoslojne uzorke (uzorci CR monometala) standardne AA5083 legure, koja je procesirana konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, i to u deformisanom stanju (bez i sa međufaznim žarenjem) i posle senzitizacije na 100°C/7 dana i na 150°C/7 dana.

Tabela 3.11 Rezultati merenja gubitka mase u NAML testu za jednoslojne CR uzorke legure AA5083 u deformisanom i senzitizovanom stanju

Jednoslojni monometal uzorci procesirani konvencionalnim postupkom hladnog valjanja								
Način procesiranja	Deformisano stanje			Senzitizacija 100°C/7d		Senzitizacija 150°C/7d		
	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²
47% deformacije	47-1	2.6	2.43	47-101	71.0	69.8	47-151	98.2
	47-2	2.4		47-102	73.1		47-152	94.2
	47-3	2.3		47-103	65.4		47-153	96.5
73% deformacije	73-1	2.0	1.97	73-101	35.2	34.1	73-151	42.1
	73-2	1.9		73-102	34.2		73-152	43.8
	73-3	2.0		73-103	32.9		73-153	45.8
73% def. (320°C/5min posle 47% def.)	S73-1	1.8	1.83	S73-101	32.2	33.1	S73-151	39.2
	S73-2	1.9		S73-102	34.7		S73-152	40.3
	S73-3	1.8		S73-103	32.4		S73-153	39.4
89% deformacije	89-1	2.0	1.90	89-101	31.5	31.7	89-151	41.4
	89-2	1.9		89-102	31.5		89-152	37.5
	89-3	1.8		89-103	32.0		89-153	36.7
89% def. (320°C/5min posle 47% i 73% def.)	S89-1	2.0	1.93	S89-101	27.3	26.5	S89-151	33.2
	S89-2	1.9		S89-102	26.5		S89-152	33.1
	S89-3	1.9		S89-103	25.7		S89-153	34.5

Pokazano je da su jednoslojni uzorci, procesirani konvencionalnim hladnim valjanjem sa i bez međufaznog žarenja, otporni prema IGC u deformisanom stanju, jer je gubitak mase $< 2.5 \text{ mg/cm}^2$ (tabela 3.11). Međutim, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana i na 150°C/7 dana hladno valjani jednoslojni uzorci postaju osetljivi prema IGC, i gubitak mase je znatno veći od 25 mg/cm^2 . Pri tome, viša temperatura senzitizacije rezultuje višim vrednostima gubitka mase. Sa druge strane, sa porastom stepena deformacije od 47% do 89% kod jednoslojnih uzoraka sa i bez međufaznog žarenja vrednost gubitka mase se smanjuje, od $\sim 70 \text{ mg/cm}^2$ do 26.5 mg/cm^2 , odnosno od $\sim 96 \text{ mg/cm}^2$ do $\sim 33 \text{ mg/cm}^2$.

Na slici 3.50 prikazana je zavisnost gubitka mase od ostvarenog stepena redukcije za višeslojne ARB uzorke i jednoslojne CR monometal uzorke koji su procesirani hladnim valjanjem sa i bez međufaznog žarenja (označeni kao CR monometal uzorci i CR monometal (IA) uzorci), i to za deformisano stanje i stanja nakon senzitizacije na 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana.



Slika 3.50 Zavisnost gubitka mase od stepena deformacije i uslova senzitizacije višeslojnih i jednoslojnih uzoraka standardne AA5083 legure.

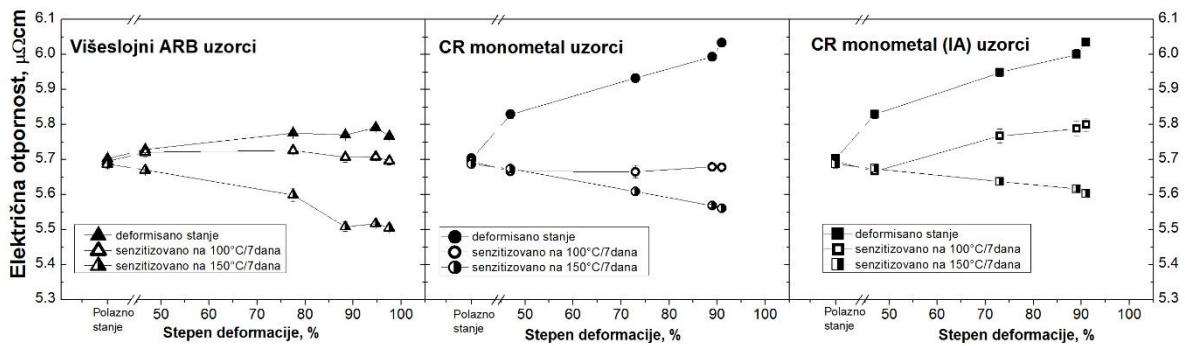
Prema ASTM G67 standardu višeslojni ARB uzorci u deformisanom stanju imaju gubitak mase ispod 4 mg/cm^2 , pri čemu ukupna ARB deformacija, od 47% nakon prvog ARB provlaka do 98.4% nakon šestog ostvarenog provlaka, nema uticaja na sklonost uzoraka prema intergranularnoj koroziji. Nakon senzitizacije na 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana gubitak mase se povećava, pri čemu najveći gubitak mase javlja se kod uzoraka u polaznom stanju ($320^\circ\text{C}/3\text{h}$) i nakon prvog ARB provlaka kada je gubitak mase $\sim 7 \text{ mg/cm}^2$, dok povećanjem broja ostvarenih ARB provlaka gubitak mase se smanjuje do $\sim 4 \text{ mg/cm}^2$ (slika 3.50).

Jednoslojni uzorci procesirani konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (sa i bez međufaznog žarenja) u deformisanom stanju imaju gubitak mase ispod 4 mg/cm^2 odnosno nisu skloni IGC koroziji (slika 3.50). Stepen deformacije ostvaren pri konvencionalnom valjanju nema uticaj na vrednost gubitka mase u deformisanom stanju. Međutim, nakon senzitizacije, jednoslojni hladno valjani uzorci postaju osetljivi prema intergranularnoj koroziji. Pri istom stepenu deformacije, gubitak mase jednoslojnih uzoraka, procesiranih konvencionalnim valjanjem, je praktično isti bilo da je uzorak deformisan sa ili bez međufaznog žarenja.

Međutim, na vrednosti gubitka mase utiče temperatura senzitizacionog žarenja. Nakon žarenja na 100°C /7 dana, jednoslojni uzorci deformisani 47% imaju gubitak mase $\sim 70 \text{ mg/cm}^2$, dok senzitizacija na 150°C pri istom vremenu žarenja dovodi do gubitka mase od $\sim 95 \text{ mg/cm}^2$. Za razliku od uticaja temperature senzitizacije, porast stepena deformacije dovodi do smanjenja vrednosti gubitka mase za oba tretmana senzitizacionog žarenja. Pri tome, za maksimalni ostvareni stepen deformacije od $\sim 90\%$ postupkom konvencionalnog hladnog valjanja, gubitak mase je $< 40 \text{ mg/cm}^2$ za uzorke senzitizovane na 150°C , dok posle senzitizacije na 100°C gubitak mase približava vrednosti od 25 mg/cm^2 , koja se smatra granicom otpornosti prema intergranularnoj koroziji za Al-Mg legure. Dakle, sklonost ka intergranularnoj koroziji koja je ocenjena na osnovu gubitka mase po jedinici površine [115], razlikuje se za višeslojne uzorke dobijene ARB postupkom, u odnosu na jednoslojne monometal uzorke dobijene konvencionalnim hladnim valjanjem. U deformisanom stanju, i jednoslojni CR uzorci i ARB višeslojni uzorci su otporni prema IGC. Međutim, jednoslojni hladno valjani uzorci (CR i CR(IA)) postaju osetljivi prema IGC posle senzitizacije 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana, dok višeslojni ARB uzorci ostaju otporni (slika 3.50) i nakon senzitizacije na 100°C i 150°C . Osetljivost prema IGC raste sa porastom temperature senzitizacije, ali se smanjuje sa povećanjem stepena deformacije nezavisno od načina procesiranja (ARB postupkom ili konvencionalnim CR hladnim valjanjem).

3.5.1.2 Uticaj senzitizacionog žarenja na električni otpor

U toku senzitizacionog žarenja Al-Mg legura dolazi do taloženja β faze (Al_5Mg_8), čija veličina, oblik i raspodela zavise od strukture koja je obrazovana u toku termomehaničke prerade [150-156]. U toku senzitizacije legure sa deformisanom strukturom, β -faza se izdvaja po granicama deformisanih i izduženih zrna, ili na mestima kao što su ravni klizanja, smicajne trake, odnosno na mestima povećane gustine dislokacija. Izdvajanje β -faze tokom senzitizacionog žarenja utiče na razliku u koncentraciji Mg (precipitacija/rastvaranje Mg) i praćeno je promenom električne otpornosti. Za standardnu leguru AA5083 koja je ispitivana u ovom radu, izmerena električna otpornost jednoslojnih i višeslojnih uzoraka u deformisanom stanju (pre senzitizacije) i posle senzitizacije na 100°C i 150°C . Na slici 3.51 prikazan je uticaj senzitizacionog žarenja na promenu električnog otpora (ρ) za višeslojne ARB uzorke i jednoslojne CR monometal uzorke.

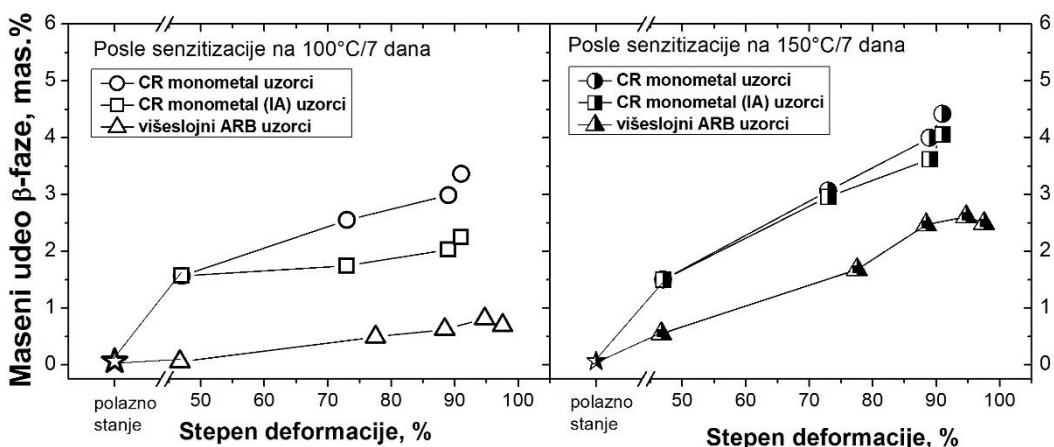


Slika 3.51 Dijagram promene električne otpornosti višeslojnih ARB uzoraka i jednoslojnih CR monometal uzoraka u odnosu na ostvaren stepen deformacije standardne AA5083 legure.

Pokazano je da se nakon senzitizacionog žarenja električna otpornost smanjuje i kod uzorka procesiranih ARB postupkom i kod uzorka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (slika 3.51). Veća promena električne otpornosti zapažena je kod jednoslojnih CR i CR (IA) uzoraka. Veći pad električne otpornosti dobija se posle senzitizacije na 150° C, i veći je sa porastom stepena deformacije. Maksimalan pad električne otpornosti je dobijen za jednoslojne CR monometal uzorke koji su deformisani 91% pri čemu je promena otpora $\sim 0.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$. Efekat smanjivanja električnog otpora može se dovesti u vezu sa izdvajanjem β -faze iz čvrstog rastvora. Na precipitaciju β -faze utiču dva faktora: temperatura senzitizacije i prethodni stepen deformacije. Viša temperatura senzitizacije dovodi do ubrzanog razlaganja presičenog čvrstog rastvora i olakšava izdvajanje β -faze, dok povećanjem stepena hladne deformacije dolazi do povećavanja broja i gustine dislokacija čime se povećava i broj mesta za izdvajanje β -faze što što za posledicu ima intenzivnije smanjenja električne otpornosti. Veće smanjenje električnog otpora kod jednoslojnih CR uzorka (sa i bez međufaznog žarenja) u odnosu na višeslojne ARB uzorke, posledica je različitih mehanizama defomacije koji se odigravaju pri klasičnom hladnom valjanju u odnosu na ARB deformaciju. Kod konvencionalnog hladnog valjanja brzina umnožavanja dislokacija je veća nego kod višeslojnih uzorka dobijenih ARB postupkom, pa je samim tim i veća gustina dislokacija i broj mesta za izdvajanje β -faze. Kod višeslojnih ARB uzorka, usled dodatnih mehanizama defomacije koji se javljaju pri ARB deformaciji, gustina dislokacija je smanjena.

3.5.1.3 Uticaj senzitizacionog žarenja na udeo izdvojene β -faze

Promena električnog otpora posle senzitizacije može se dovesti u vezu sa precipitacijom β -faze i smanjenjem Mg u čvrstom rastvoru. Koristeći promenu vrednosti električnog otpora nakon senzitizacije izračunata je koncentracija Mg u čvrstom rastvoru, dok je količina β -faze određena preko pravila poluge. Na slici 3.52 prikazan je uticaj senzitizacije na količinu izdvojene β -faze za višeslojne i jednoslojne uzorke.



Slika 3.52 Udeo β -faze u strukturi višeslojnih ARB uzoraka i jednoslojnih CR monometal uzoraka u zavisnosti od temperature senzitizacije za standardnu AA5083 leguru.

Rezultati pokazuju da udeo β -faze raste sa povećanjem stepena deformacije i sa povećanjem temperature senzitizacije (slika 3.52). Takođe, udeo β -faze je veći kod jednoslojnih CR uzoraka nego kod višeslojnih ARB uzoraka. U slučaju višeslojnih ARB uzoraka, udeo β -faze se povećava do 2.6 mas.% sa povećanjem stepena ARB deformacije nakon senzitizacije na 150°C/7 dana. Međutim, u slučaju jednoslojnih CR monometal uzoraka deformisanih konvencionalnim valjanjem, udeo β -faze povećava se do ~ 4.5 mas.% nakon maksimalno ostvarene deformacije od 91% i senzitizacije na 150°C/7 dana. Može se prepostaviti da povećanje stepena deformacije (bez obzira da li su uzorci procesirani ARB postupkom ili postupkom konvencionalnim hladnim valjanjem) povećava gustinu dislokacija u deformisanoj strukturi koja predstavlja povoljna mesta za precipitaciju čestica β -faze.

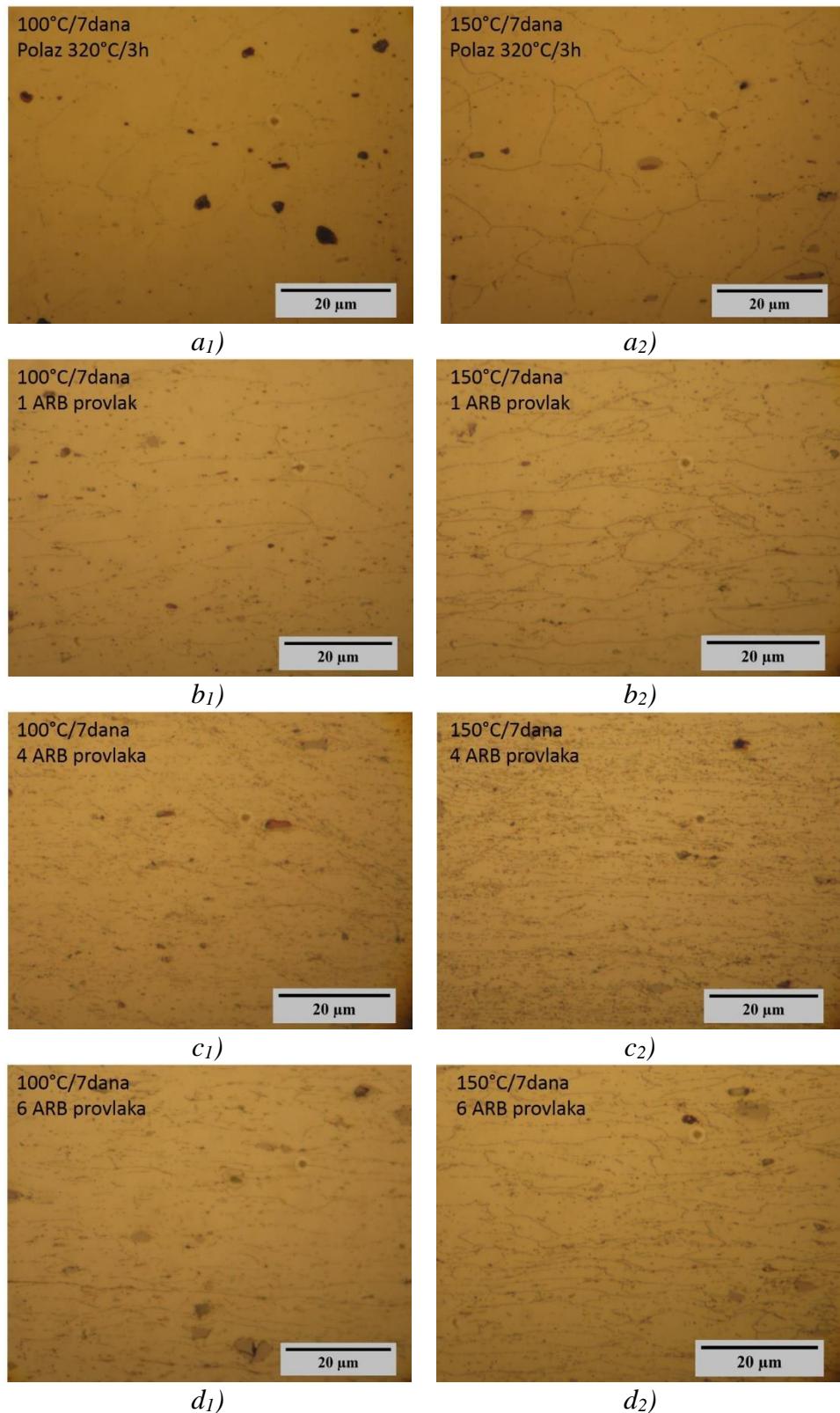
3.5.1.4 Uticaj senzitizacionog žarenja na mikrostrukturu AA5083 legure

U toku senzitizacionog žarenja dolazi do taloženja β -faze čija veličina, oblik i raspodela zavisi od strukture koja je obrazovana u toku termomehaničke prerade [96-103]. U toku senzitizacije legure sa deformisanim strukturom β -faza se izdvaja po granicama deformisanih i izduženih zrna, ili na mestima kao što su ravni klizanja, smicajne trake, odnosno na mestima povećane gustine dislokacija.

Na slici 3.53 (a₁-d₂) prikazane su mikrofotografije strukture senzitizovanih višeslojnih uzoraka standardne AA5083 legure, posle senzitizacionog žarenja na 100°C i 150°C, u trajanju od 7 dana. β -faza je otkrivena metalografskim nagrizanjem u 10% rastvoru fosforne kiseline (H_3PO_4) na $t = 35^\circ C$, u trajanju od $\tau = 3$ min. Pokazano je da oblik i raspodela β -faze koja se izdvaja u toku senzitizacije, zavisi od strukture koja je obrazovana u toku prethodne obrade ispitivane legure.

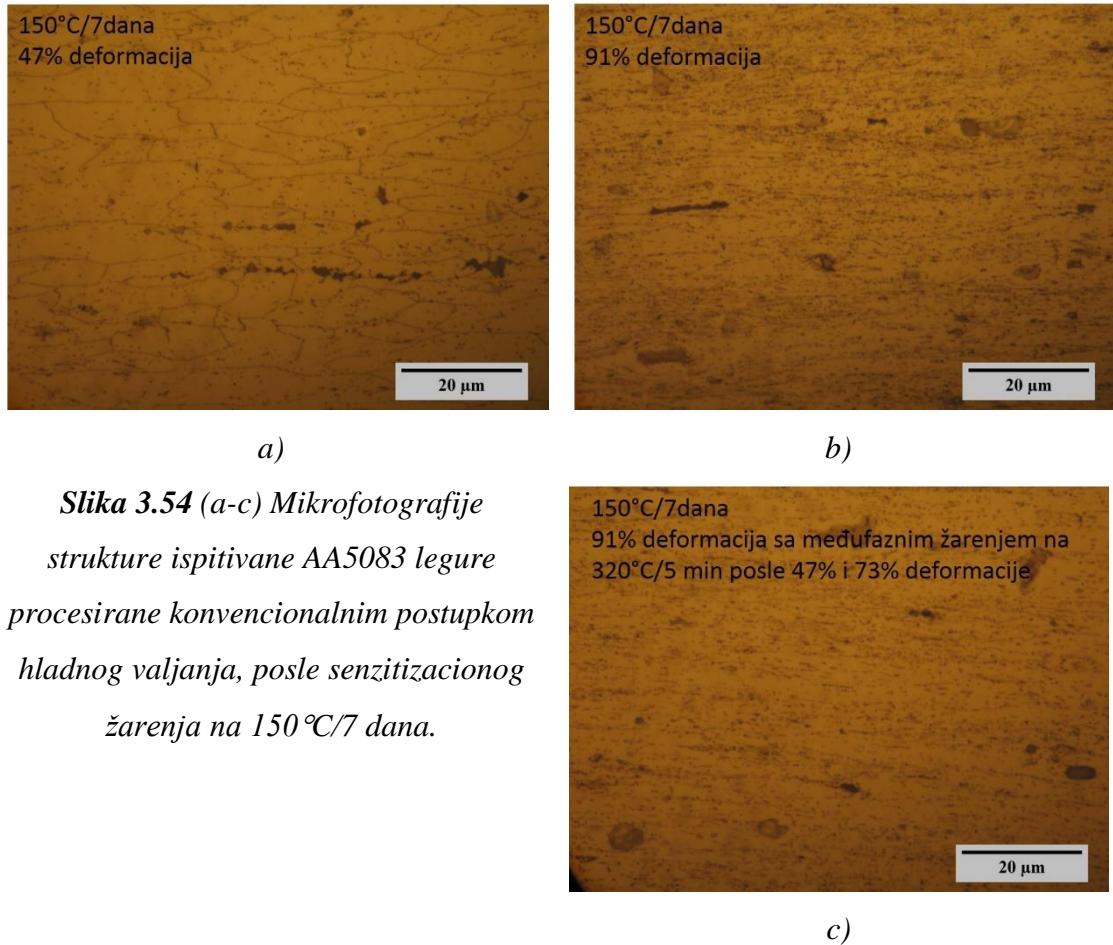
U polaznom potpuno rekristalisanom stanju, β -faza se izdvaja po granicama poligonalnih zrna u vidu isprekidanog filma (sl.3.53a₁ i a₂). Količina izdvojene β -faze raste za sva stanja sa porastom temperature senzitizacije sa 100°C na 150°C kao što je pokazano na slici 3.53. Prilikom ARB spajanja od prvog do šestog ARB provlaka, ukupni primjenjeni stepen deformacije raste od ~50% posle prvog, do ~98% posle šestog ARB provlaka. Pri tome, dolazi do deformacije zrna koja se izdužuju u pravcu valjanja (sl. 3.53 b₁-d₂), a istovremeno i do smanjenja odnosa longitudinalnih i transverzalnih granica zrna što vodi ka intenzivnoj rafinaciji zrna [24-26]. Sa porastom ARB provlaka, β -faza se izdvaja kako po granicama izduženih i deformisanih zrna tako i unutar zrna. Nakon drugog ARB provlaka, odnosno od deformacija većih od 75%, količina izdvojene β -faze raste i β -faza se sve više izdvaja ravnomernije u unutrašnjosti zrna (sl.3.53 c₁-d₂).

Povećanje temperature senzitizacije prouzrokuje veću količinu izdvojene β -faze. (sl.3.52 i sl.3.53). Prilikom maksimalne ostvarene deformacije, odnosno nakon šestog ARB provlaka, izdvajanje β faze je intenzivnije po granicama zrna nego u samoj unutrašnjosti zrna (sl.3.53 d₁ i d₂) usled drugačije mikrostrukture u kojoj nisu zapažene smicajne trake i gde je došlo do izvesnog povećanja veličine zrna, usled procesa oporavljanja ili rekristalizacije strukture (sl. 3.15e).



Slika 3.53 (a₁-d₂) Mikrofotografije strukture višeslojnih ARB traka ispitivane AA5083 legure posle senzitizacionog žarenja na 100 °C/7 dana i 150 °C/7 dana.

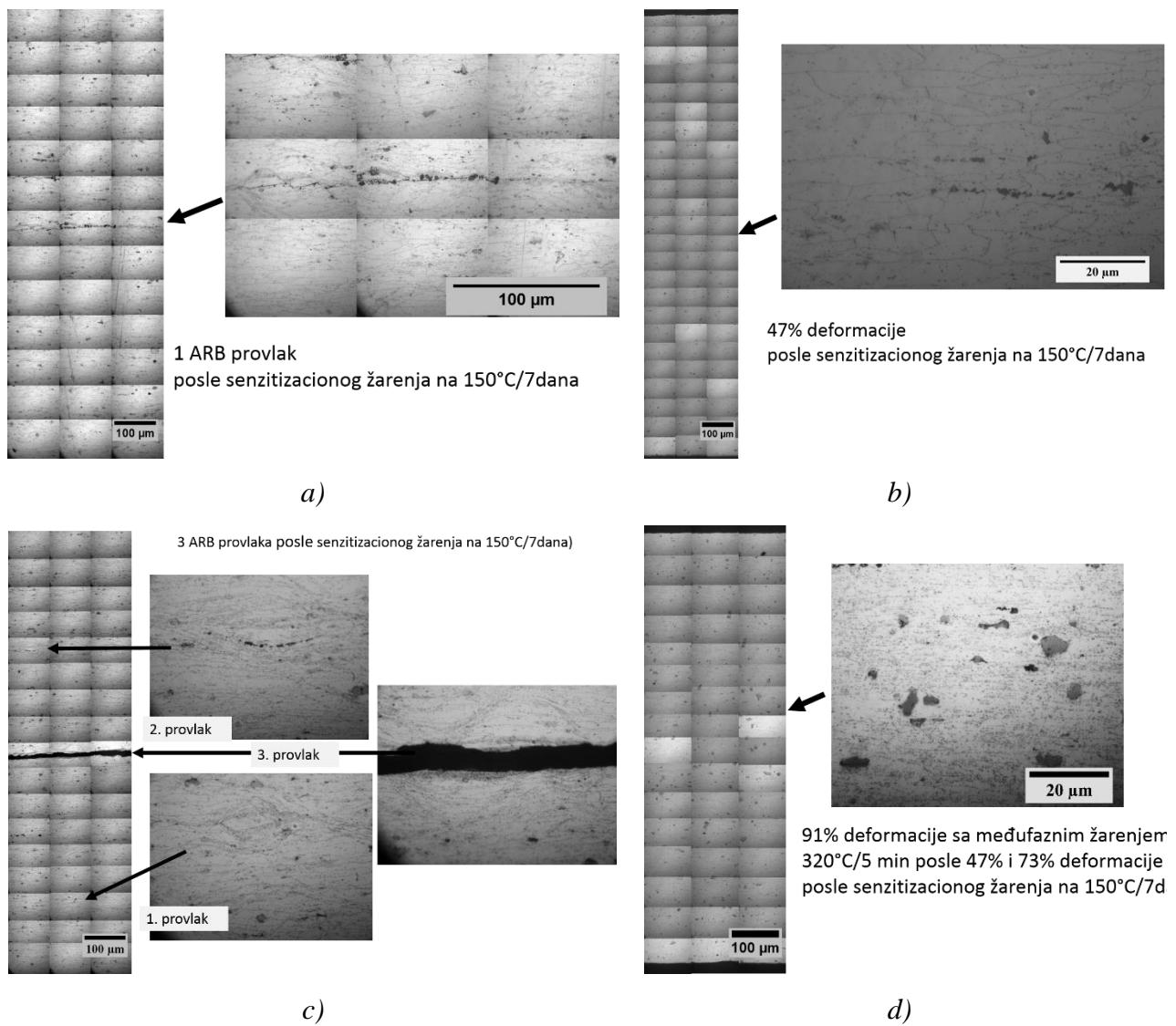
Na slici 3.54(a-c) prikazane su strukture jednoslojnih CR monometal uzoraka i to: na sl.3.54a struktura koja je deformisana 47% konvencionalnim hladnim valjanjem i senzitizovana 150°C/7 dana, na sli.3.54b struktura koja je deformisana 91% konvencionalnim hladnim valjanjem i senzitizovana 150°C/7 dana i na sl.3.43c struktura koja je deformisana 91% konvencionalnim hladnim valjanjem sa kratkotrajnim međufaznim žarenjem na 320°C/5 min posle 47% i 73% deformacije i senzitizovana 150°C/7 dana.



Slika 3.54 (a-c) Mikrofotografije strukture ispitivane AA5083 legure procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, posle senzitizacionog žarenja na 150 °C/7 dana.

Kao što se vidi na slici 3.54, kod jednoslojnih uzoraka u strukturi je prisutna veća količina β -faze sa porastom stepena ostvarene hladne deformacije. Takođe, nije zapažena veća razlika u strukturi uzoraka koji su međufazno žareni (CR monometal (IA) uzorci) u odnosu na deformisane (CR monometal uzorci) uzorke, što potvrđuju slike 3.54b i c. Sa druge strane, količina izdvojene β -faze je veća kod CR monometal uzoraka (sl.3.54) u odnosu na višeslojne ARB uzorke (sl.3.53), što je u skladu sa rezultatima proračuna udela β -faze (sl.3.52).

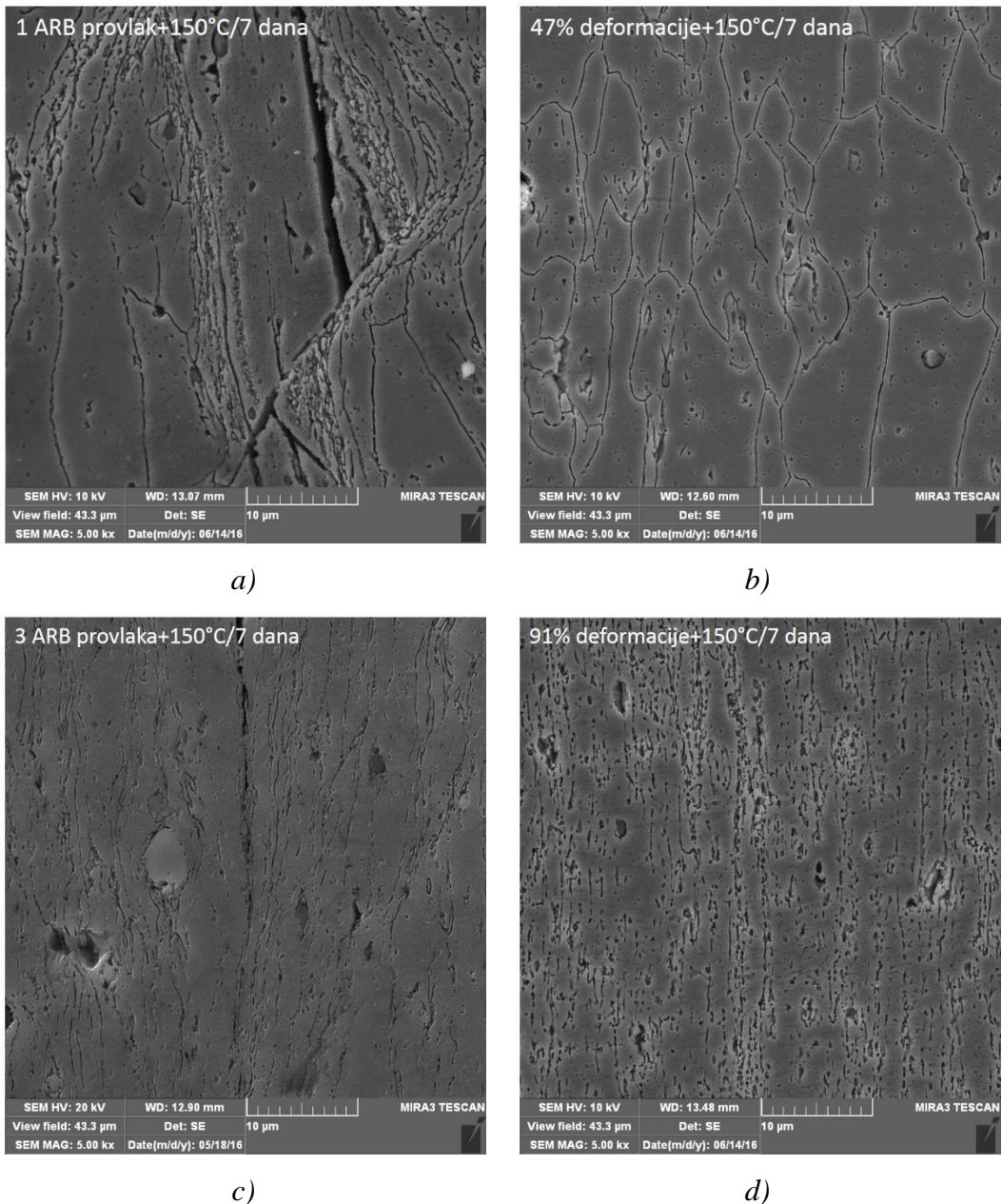
Pored količine β -faze u strukturi, veoma je važna raspodela β -faze po preseku ispitivanih uzoraka. Na slici 3.55 prikazana je struktura senzitizovanih uzoraka višeslojnih ARB traka, kao i jednoslojnih CR monometal traka. Na slici 3.55a i c prikazane su strukture posle senzitizacije na $150^{\circ}\text{C}/7$ dana nakon prvog i trećeg ARB provlaka, dok su na slici 3.55b i d prikazane strukture uzoraka deformisanih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja sa stepenima deformacije koji odgovaraju stepenima deformacija ostvarenim prilikom ARB procesiranja.



Slika 3.55 Raspodela β -faze u strukturi višeslojnih ARB traka (a, c) i jednoslojnih CR traka (b, d).

Rezultati pokazuju da primenjena tehnika procesiranja (ARB postupak ili konvencionalni postupak hladnog valjanja) utiče na raspodelu β -faze koja se izdvaja u toku senzitizacije. Slike 3.55a i c pokazuju da se β -faza izdvaja duž ravni u kojima dolazi do lokalizovanja deformacije odnosno izdvajanje je intenzivnije na smicajnim trakama, dok kod uzoraka deformisanih postupkom konvencionalnog hladnog valjanja β -faza je izdvojena po granicama zrna za uzorak deformisan 47% (slika 3.55b), odnosno, ravnomerno po preseku za uzorak deformisan 91% kao što je pokazano na slici 3.55d.

Takođe, određivanje raspodele i morfologije β -faze senzitizovanih uzoraka (ARB i CR) nakon nagrizanja u 10% rastvoru fosforne kiseline (H_3PO_4) na $t = 35^\circ C$, u trajanju od $\tau = 3$ min izvršena je na skenirajućem elektronskom mikroskopu (slika 3.56). Slike 3.56a i c pokazuju da je tokom senzitizacije uzoraka koji su procesirani ARB postupkom β -faza izdvojena u vidu isprekidanog filma, pri čemu je udeo β -faze 0.55 mas.% kod uzorka koji je deformisan ~50%, dok je udeo β -faze kod uzorka koji je procesiran ~90% ARB postupkom ~2.6 mas.%. Za razliku od uzoraka procesiranih ARB postupkom, kod uzoraka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (sl.3.56b i d) β -faza se kontinuirano izdvaja po granicama zrna. Količina β -faze kod uzorka koji je procesiran konvencionalnim valjanjem ~50% udeo je znatno veći i iznosi 1.5 mas.% i pri tom gubitak mase ima najveću vrednost od ~95 mg/cm² (slika 3.50). Pokazano je da udeo β -faze raste sa porastom ostvarenog stepena deformacije (slika 3.52), dok se gubitak mase smanjuje sa porastom ostvarenog stepena deformacije (slika 3.50). Primer toga je uzorak CR monometal (IA) deformisan ~90% konvencionalnim valjanjem (slika 3.56d) kod koga je udeo β -faze 4.5 mas.%, dok je gubitak mase ~35 mg/cm². Iz ovoga se može zaključiti da udeo β -faze nije ključni faktor za sklonost prema intergranularnoj koroziji, već je raspodela i morfologija β -faze, kao i stepen deformacije i način ostvarivanje iste.

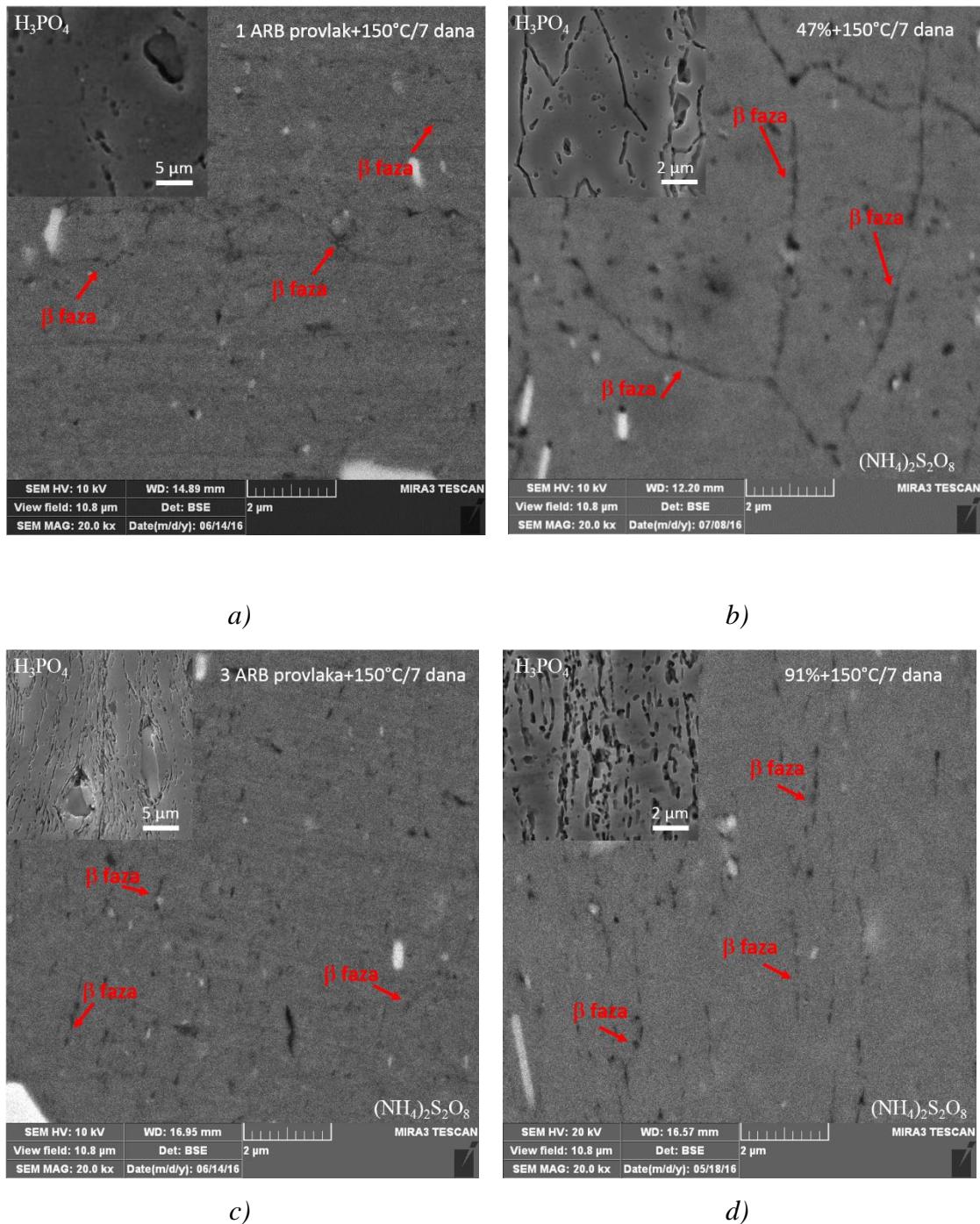


Slika 3.56 (a-d) SEM mikrostrukture senzitizovanih uzoraka na 150°C/7 dana posle nagrizanja u 10% rastvoru fosforne kiseline (H_3PO_4) na $t=35^\circ C$, u trajanju od $\tau=3$ min.

Za efikasnije ispitivanje senzitizovane mikrostrukture standardne AA5083 razvijen je i korišćen novi rastvor za otkrivanje β -faze [112]. Do sada prikazane mikrostrukture nagrizane su u rastvoru ortofosforne kiseline koja predstavlja standardno rešenje za otkrivanje β -faze duž granica zrna u Al-Mg legurama [150-153]. Nagrizanje ortofosfornom kiselinom na 35°C daje kao rezultat tamne linije i tačke koje se mogu posmatrati na optičkom mikroskopu. Međutim, posmatrane linije i tačke nisu stvarna β -faza, obzirom da je veličina β -faze reda veličine nekoliko nanometara. Iz ovog razloga, višeslojni ARB uzorci i CR monometal uzorci nagrizani su u rastvoru amonijum persulfata ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) na sobnoj temperaturi, u trajanju od $\tau=25$ min i posmatrani na skenirajućem elektronskom mikroskopu pri većim uvećanjima. Na slici 3.57 prikazane su senzitizovane strukture nakon nagrizanja u $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ sa detaljima kako se vidi β -faza kada je nagrižena u standardnom rastvoru za nagrizanje H_3PO_4 .

Evidentno je da je β -faza istaložena po granicama zrna kod uzorka koji je deformisan 47% konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (slika 3.57b), dok je količina i raspodela β -faze u uzorku koji je procesiran ARB postupkom posle prvog provlaka i ostvarene deformacije od 47% mnogo manje izražena (slika 3.57a). Kod uzorka koji su procesirani sa većim stepenom deformacije (slika 3.57c i d) raspodela β -faze je drugačija, tako što je bez obzira na veći njen udeo kod višeslojnog ARB uzorka raspodela je homogena po granicama zrna i u unutrašnjosti zrna (slika 3.57c), dok je kod uzorka koji je procesiran konvencionalnim valjanjem β -faza uglavnom raspoređena po granicama zrna u obliku traka (slika 3.57d).

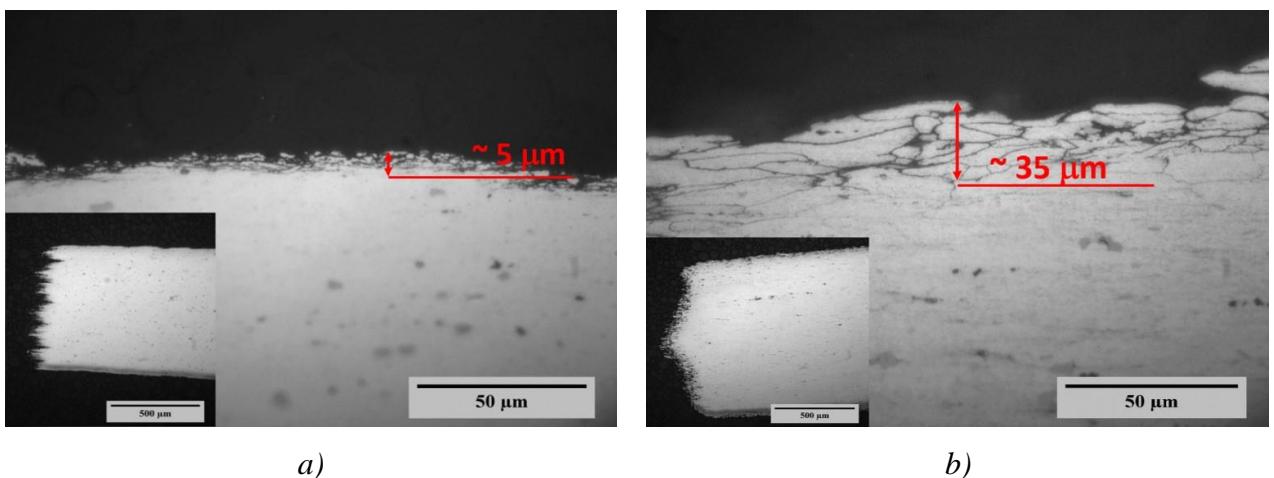
Važne razlike su primećene između uzorka procesiranih ARB postupkom i uzorka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja nakon nagrizanja u rastvoru amonijum persulfata ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$). Sa slike 3.57 evidentno je da na raspodelu β -faze u stруктуri senzitizovanih uzorka utiče primjenjeni način procesiranja, odnosno način deformacije.



Slika 3.57 (a-d) SEM mikrostrukture senzitizovanih uzoraka na 150°C/7 dana posle nagrizanja u $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ na sobnoj temperaturi, u trajanju od $\tau=25$ min.

3.5.1.5 Mikrostruktura višeslojnih i jednoslojnih traka AA5083 legure posle NAML testa

Na slici 3.58 ilustrovana je razlika u sklonosti prema intergranularnoj koroziji otpornih višeslojnih uzoraka koji su procesirani ARB postupkom i neotpornih koji su procesirani konvencionalnim hladnim valjanjem. Slika 3.58a prikazuje poprečni presek (RD-ND) senzitizovanog uzorka na $150^{\circ}\text{C}/7$ dana koji je procesiran sa 3 ARB provlaka nakon provedenih 24h u koncentrovanoj azotnoj kiselini na 30°C , dok je na slici 3.58b prikazan poprečni presek (RD-ND) senzitizovanog uzorka na $150^{\circ}\text{C}/7$ dana koji je procesiran sa stepenom deformacije od 91% konvencionalnim postupkom valjanja.

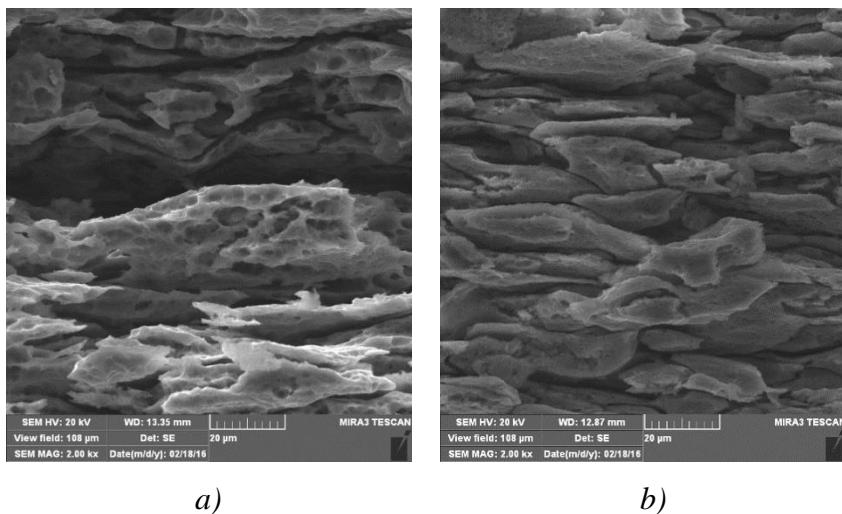


Slika 3.58 Poprečni presek (RD-ND) posle NAML testa:

- a) višeslojni ARB uzorak procesiran sa $\sim 90\%$ ARB deformacije, b) jednoslojni CR monometal uzorak procesiran sa $\sim 90\%$ deformacije konvencionalnim valjanjem.*

Na poprečnim presecima uzoraka posle NAML testa otkrivena su zrna na površinama usled intergranularne korozije. Međutim, maksimalna dubina prodiranja za višeslojni uzorak iznosi $5 \mu\text{m}$ (slika 3.58a), dok je kod jednoslojnog uzorka monometala dubina prodiranja veća 7 puta i iznosi više od $35 \mu\text{m}$ (slika 3.58b). Ovi rezultati su u skladu sa rezultatima NAML testa, obzirom da je gubitak mase kod višeslojnog ARB uzorka posle $\sim 90\%$ ARB deformacije $\sim 3.5 \text{ mg/cm}^2$, dok je gubitak mase kod jednoslojnog CR monometal uzorka deformisanog $\sim 90\%$ deformacije konvencionalnim hladnim valjanjem $\sim 35 \text{ mg/cm}^2$.

Da bi se shvatile razlike u ponašanju prema intergranularnoj koroziji uzorka koji su procesirani ARB postupkom i konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (ARB i CR), ispitana je morfologija površine po preseku RD-ND uzorka nakon NAML testa i izvršeno je poređenje pomoću skenirajuće elektronske mikroskopije. Na slici 3.59a i b prikazani su SEM mikrofotografije IGC otpornog uzorka (ARB uzorak posle 1 ARB provlaka) i ICG osetljivog uzorka (~ 47% CR monometal), respektivno.

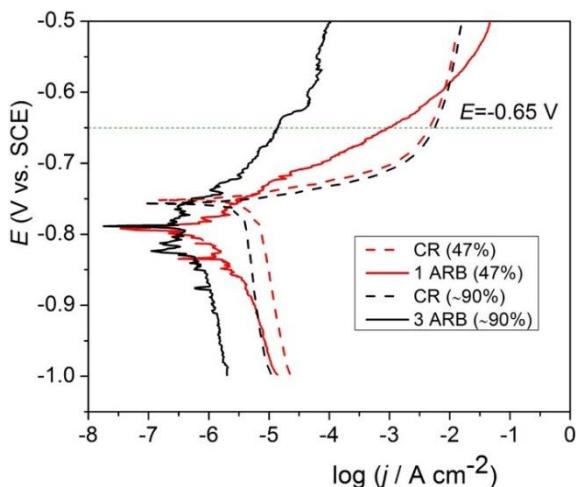


Slika 3.59 SEM mikrofotografije površine poprečnih preseka (RD-ND) uzorka nakon NAML testa: a) ARB uzorak posle jednog ARB provlaka (IGC otporan), i b) jednoslojni CR monometal uzorak deformisan ~47% (IGC osetljiv).

Različite morfologije površine prikazane na slici 3.59 ukazuju na različite mehanizme korozionog procesa. Slika 3.59a pokazuje da se korozioni proces kod IGC otpornog stanja, odvijao na granicama zrna i unutar ili unutar zrna. Površinska morfologija je gruba i sunđerasta, što ukazuje na to da su izdužene granice zrna i unutrašnjost zrna korodirale nakon potapanja u azotnu kiselinu. Sa druge strane, slika 3.59b pokazuje da se korozioni napad jednoslojnog CR monometal uzorka, koji je podložan IGC koroziji desio pre svega po granicama zrna, dok unutrašnjost zrna nije korodirala. Očigledno je da osetljivost prema IGC može biti korelirana ne samo sa količinom izdvojene β -faze, već sa raspodelom u strukturi koja je i ranije primećena za Al-Mg legure [63]. Neki autori smatraju da se otpornost prema intergranularnoj koroziji višeslojnih ARB uzorka može pripisati postojanju pasivnog filma formiranog između slojeva [157,158]. Povećanje broja ARB provlaka dovodi do većeg broja slojeva i stvara bolje uslove za formiranje pasivnog filma, što povećava otpornost na koroziju [159,160].

3.5.1.6 Određivanje brzine korozije elektrohemijskim metodama

U cilju razumevanja korozione stabilnosti standardne AA5083 legure koja je procesirana ARB postupkom i postupkom konvencionalnog hladnog valjanja izvršena su i elektrohemjska ispitivanja. Za elektrohemjska ispitivanja odabrani su uzorci AA5083 legure koji su osetljivi i otporni prema intergranularnoj koroziji. Ispitani su hladno valjani CR monometal (IA) uzorci i ARB višeslojni uzorci standardne AA5083 legure u deformisanom i senzitizovanom stanju (slika 2.16). Kao radne elektrode korišćene su dve grupe uzorka standardne AA5083 legure (ARB višeslojni uzorci i CR monometalni uzorci) koje su pre početka polarizacije, bile potopljene u rastvor 1200 s kako bi se stabilizovao potencijal otvorenog kola. Na slici 3.60 prikazane su anodne polarizacione krive CR monometal uzorkaka deformisanih sa 47% i ~ 90% i višeslojnih ARB uzorka procesiranih istim stepenima ARB deformacije. Svi uzorci ispitani su u senzitizovanom stanju na 100°C/7 dana u 3% vodenom rastvoru NaCl.



Slika 3.60 Polarizacione krive za jednoslojne CR uzorke i višeslojne ARB uzorke.

Uzorci su senzitizovani na 100°C/7 dana i testirani u 3 % vodenom rastvoru NaCl.

U tabeli 3.12 prikazani su elektrohemjski parametri ispitivanih jednoslojnih i višeslojnih uzorka legure AA5083 posle senzitizacionog žarenja na 100°C/7 dana. Vrednosti gustine struje korozije j_{kor} određene su ekstrapolacijom Tafelovih nagiba do korozionog potencijala.

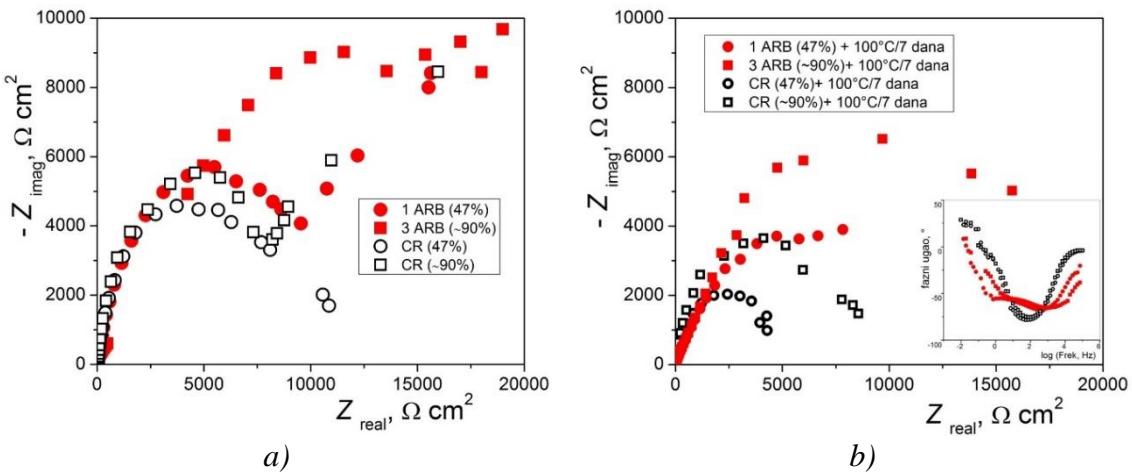
Tabela 3.12. Elektrohemski parametri jednoslojnih CR i višeslojnih ARB uzoraka standardne AA5083 legure posle senzitizacije na 100°C/7 dana

	CR monometal uzorci		Višeslojni ARB uzorci	
Stepen deformacije, %	47	91	47	94
Korozioni potencijal, E_{kor} , mV (SCE)	-763	-767	-771	-810
Gustina struje korozije j_{kor} , $\mu\text{A}/\text{cm}^2$	20.4	19.5	1.95	0.68

Gustina struje korozije j_{kor} CR monometal uzoraka ima vrednost $\sim 20 \text{ mA/cm}^2$, dok gustina struje korozije j_{kor} višeslojnih ARB uzoraka ima nižu vrednost za najmanje jedan red veličine. Ravnomernija raspodela β -faze koja se javlja u višeslojnim ARB uzorcima, rezultirala je povećanom korozionom stabilnošću. Sa druge strane, potvrđeno je da stepen plastične deformacije obezbeđuje veću korozionu stabilnost bez obzira na primjenjeni postupak deformacije (ARB postupak ili postupak konvencionalnog valjanja). Međutim, ARB postupak usled dodatnih mehanizama deformacije ima izraženiji efekat, pošto je koroziona stabilnost više od tri puta povećana nakon 3 ARB provlaka (slika 3.60 i tabela 3.12).

Gustina struje korozije kao mera korozione stabilnosti potvrđuje bolje koroziono ponašanje uzoraka koji su procesirani ARB postupkom u odnosu na uzorce koji su procesirani konvencionalnim postupkom hladnog valjanja. Veću otpornost na koroziju višeslojnih ARB uzoraka dodatno potvrđuju anodne struje koje su za najmanje dva reda veličine manje u odnosu na CR monometal uzorke (slika 3.60). Na primer, pri potencijalu -0,65 V gustina anodne struje za višeslojni ARB uzorak deformisan $\sim 90\%$ iznosi $14,4 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, a za CR monometal uzorak deformisan istim stepenom deformacije vrednost gustine anodne struje iznosi $5623 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, što ukazuje na brzo anodno rastvaranje uzorka koji je deformisan konvencionalnim hladnim valjanjem. Uticaj stepena deformacije za ARB uzorak takođe se jasno vidi sa slike 3.60, pošto je gustina anodne struje za višeslojni ARB uzorak deformisan 47% (1 ARB provlak) $794 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, tj. 50 puta je veća od gustine anodne struje za višeslojni ARB uzorak deformisan $\sim 90\%$ (3 ARB provlaka).

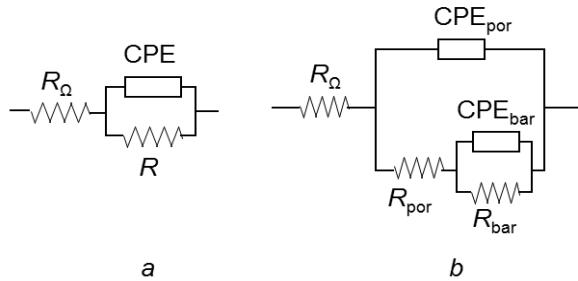
Za ispitivanje korozione stabilnosti korišćena je i metoda spektroskopije elektrohemijeske impedancije (EIS). Spektar impedancije predstavljen je Najkvistovim (*engl. Nyquist*) dijagramom kao zavisnost imaginarnе komponente, Z_{imag} , od realne komponente, Z_{real} , impedancije. Uticaj vrste i stepena deformacije evidentan je na Najkvistovim dijagramima, prikazanim na slici 3.61. Na slici 3.61a prikazani su EIS dijagrami za jednoslojne CR uzorke i višeslojne ARB uzorke u deformisanom stanju bez senzitizacije, dok su na slici 3.61b prikazani EIS dijagrami za jednoslojne CR uzorke i višeslojne ARB uzorke koji su senzitizovani na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana.



Slika 3.61. Najkvistovi dijagrami CR monometal uzoraka i višeslojnih ARB uzoraka
a) u deformisanom stanju b) nakon senzitizacije na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana (insert se odnosi na
Bode fazni dijagram). Uzorci su testirani u 3 % vodenom rastvoru NaCl .

Svaki polukrug na Najkvistovom dijagramu predstavlja jednu vremensku konstantu, pri čemu veći polukrug ukazuje na veću imedansu, odnosno na veću otpornost posmatranog sistema. Veće polukrugove na Najkvistovim dijagramima imaju višeslojni ARB uzorci u odnosu na jednoslojne CR uzorke, u deformisanom stanju i nakon senzitizacije na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana (slika 3.61). U deformisanom stanju, Najkvistovi polukrugovi su veći u odnosu na polukrugove posle senzitizacije, što je u skladu sa rezultatima ispitivanja sklonosti prema IGC prikazanim na slici 3.50. Veći polukrugovi prikazani na slici 3.61 ukazuju na povećanu korozionu stabilnost i jasno je povećanje broja ARB provlaka povoljno utiče na korozionu stabilnost. Parovi tačaka Z_{real} i Z_{imag} se uz pomoć teorije električnih kola (EEC modeli) prevode u ekvivalentna kola elektrode, a matematičko modelovanje granice faza elektroda-elektritolit daje fizičko značenje pojedinim elementima kola. Ekvivalentna električna kola koja su se koristila za fitovanje Najkvistovih dijagrama prikazana su na slici 3.62.

Elementi električnih kola su: R_Ω - otpornost elektrolita, R_{por} -otpornost spoljašnjeg poroznog sloja, R_{bar} - otpornost unutrašnjeg, barijernog sloja, CPE_{por} and CPE_{bar} - elementi sa konstantnim faznim uglom, koji se odnose na spoljašnji i unutrašnji oksidni sloj, respektivno, dok je R ukupna otpornost oksidnog sloja, a CPE element sa faznim uglom koji se odnosi na ukupnu kapacitivnost oksidnog sloja.



Slika 3.62 Ekvivalentna električna kola a) sa jednom vremenskom konstantom (RCPE) I b) sa dve vremenske konstante korišćeni za fitovanje Najkvistovih dijagrama sa slike 3.61b.

Parametri elemenata električnih kola određeni prilikom fitovanja eksperimentalnih rezultata prikazani su u tabeli 3.13. Kao što se vidi iz tabele 3.13 CR monometal uzorci fitovani su sa električnim kolom sa jednom vremenskom konstantom (slika 3.62a), dok su višeslojni ARB uzorci fitovani kolom sa dve vremenske konstante (slika 3.62b). Razlog za to, je postojanje dva polukruga na Najkvistovim dijagramima što se jasno vidi na Bodeovom dijagramu koji je prikazan na slici 3.61b.

Tabela 3.13 Parametri elemenata električnih kola određeni prilikom fitovanja EIS dijagrama za jednoslojne CR uzorke i višeslojne ARB uzorke nakon senzitizacije na 100°C/7 dana

Proces deformacije	Stepen deformacije, %	$R_{\text{por}} \cdot 10^{-3}$, Ωcm^2	CPE _{por}		$R_{\text{bar}}(R) \cdot 10^{-3}$, Ωcm^2	CPE _{bar} (CPE)	
			$Y_0 \cdot 10^6$, F/cm^2	n		$Y_0 \cdot 10^6$, F/cm^2	n
CR	47	/	/	/	4.79	12.1	0.91
ARB	47	2.24	21.1	0.75	10.8	13.7	0.77
CR	91	/	/	/	8.03	9.20	0.92
ARB	94	2.68	32.0	0.83	17.0	29.6	0.78

CPE elemente sa faznim uglom koji se odnose na ukupnu kapacitivnost oksidnih slojeva karakterišu parametri Y_0 i n , pri čemu je Y_0 konstanta u CPE, a n je eksponencijalni faktor i predstavlja meru površinske nehomogenosti. Niže vrednosti n za višeslojne ARB uzorke ukazuju na veću površinsku heterogenost, obzirom da se ispitivana površina sastoji od više slojeva kao što se vidi na slici 2.18 [157, 158].

Kao što se vidi iz tabele 3.13, ukupne otpornosti oksidnih slojeva višeslojnih ARB uzoraka su više nego udvostručene u odnosu na otpornosti oksidnih slojeva CR monometal uzoraka. Ultra velike plastične deformacije (SPD deformacije) koje se postižu ARB postupkom doprinose i većim vrednostima R_{por} (otpornost spoljašnjeg poroznog sloja) i R_{bar} (otpornost unutrašnjeg, barijernog sloja) u višeslojnim ARB uzorcima, što ukazuje na povećanu otpornost na koroziju.

Elektrohemijske metode pokazale su da su u dobroj korelaciji sa rezultatima NAML testova, što ukazuje na to da se ARB proces može koristiti kao efikasan alat za modifikaciju mikrostrukture umesto konvencionalnog hladnog valjanja kako bi se poboljšala otpornost na IGC i obezbedila stabilnost korozije.

3.5.2 Intergranularna korozija modifikovane AA5083+Zn legure

Koroziono ponašanje modifikovane AA5083+Zn legure, odnosno sklonost prema intergranularnoj koroziji (IGC), ocenjeno je na osnovu vrednosti gubitka mase u testu NAML (*engl. Nitrid Acid Mass Lost test*) prema ASTM G67 standardu [115]. Ispitivana je osetljivost višeslojnih uzoraka posle ARB procesiranja i jednoslojnih uzoraka koji su procesirani konvencionalnim hladnim valjanjem. Osim u deformisanom stanju, ispitivana je osetljivost prema IGC jednoslojnih i višeslojnih uzoraka posle senzitizacije na temperaturi 100° u trajanju od 7 dana.

3.5.2.1 Rezultati NAML testa

U tabeli 3.14 prikazani su rezultati NAML testa i vrednosti gubitka mase višeslojnih ARB uzoraka modifikovane AA5083+Zn legure, koja je međufazno žarena na 320°C/5min, u deformisanom stanju, i posle senzitizacije na 100°C/7 dana. Prema ASTM G67 standardu [115] vrednost gubitka mase u intervalu od 1-15 mg/cm² pokazuje da je uzorak otporan prema IGC, dok vrednosti gubitka mase u intervalu od 25-75 mg/cm² ukazuju na to da je uzorak osetljiv prema IGC.

Pokazano je da je su višeslojni ARB uzorci modifikovane AA5083+Zn legure, posle svih ostvarenih ARB provlaka, otporna prema intergranularnoj koroziji u deformisanom stanju (tabela 3.14). Međutim, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana gubitak mase je za sva stanja > 25 mg/cm² pa su prema ASTM G67 standardu višeslojni uzorci AA5083+Zn legure osetljivi prema intergranularnoj koroziji.

Tabela 3.14 Rezultati merenja gubitka mase u NAML testu za višeslojne ARB uzorke koji su međufazno žareni na 320°C/5 min legure AA5083+Zn u deformisanom i senzitizovanom stanju

Broj ARB provlaka	Višeslojni uzorci procesirani ARB postupkom				
	Br. uzorka	Sa međufaznim žarenjem na 320°C/5 min		Senzitizacija 100°C/7d	
		Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²
Polaz 320°C/3h	P-1	2.9	2.79	P-101	35.6
	P-2	2.8		P-102	40.7
	P-3	2.8		P-103	34.2
1 ARB provlak	1P-1	2.4	2.40	1P-101	55.0
	1P-2	2.3		1P-102	53.0
	1P-3	2.5		1P-103	52.9
2 ARB provlaka	2P-1	4.3	5.30	2P-101	68.5
	2P-2	6.6		2P-102	53.1
	2P-3	5.0		2P-103	56.2
3 ARB provlaka	3P-1	4.3	4.12	3P-101	36.8
	3P-2	4.0		3P-102	37.7
	3P-3	4.1		3P-103	33.5
4 ARB provlaka	4P-1	5.1	5.45	4P-101	34.8
	4P-2	5.2		4P-102	40.1
	4P-3	6.0		4P-103	40.3

U tabeli 3.15 prikazani su rezultati NAML testa i vrednosti gubitka mase višeslojnih ARB uzoraka modifikovane AA5083+Zn legure, koja je međufazno žarena na 350°C/5min, u deformisanom stanju, i posle senzitizacije na 100°C/7 dana. Pokazano je veoma slično ponašanje kao za leguru koja je spajana sa međufaznim žarenjem na 320°C/5 min, odnosno uzorci su otporni u deformisanom stanju, a postaju neotporni nakon senzitizacije na 100°C/7 dana. Može se zaključiti da temperatura međufaznog žarenja ne utiče na ponašanje prema intergranularnoj koroziji već samo na spajanje prilikom ARB postupka kao što je pokazano u poglavljju 3.3.1.1.

Tabela 3.15 Rezultati merenja gubitka mase u NAML testu za višeslojne ARB uzorke koji su međufazno žareni na 320°C/5 min legure AA5083+Zn u deformisanom i senzitizovanom stanju

Broj ARB provlaka	Višeslojni uzorci procesirani ARB postupkom				
	Sa međufaznim žarenjem na 350°C/5 min				
	Br. uzorka	Deformisano stanje	Br. uzorka	Senzitizacija 100°C/7d	
Polaz 350°C/3h	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost
	AP-1	2.6	2.54	AP-101	33.4
	AP-2	2.7		AP-102	30.8
1 ARB provlak	AP-3	2.3		AP-103	33.9
	1AP-1	2.3	3.02	1AP-101	70.2
	1AP-2	3.7		1AP-102	77.2
2 ARB provlaka	1AP-3	/		1AP-103	/
	2AP-1	2.7	3.27	2AP-101	42.5
	2AP-2	2.7		2AP-102	59.1
3 ARB provlaka	2AP-3	4.4		2AP-103	47.3
	3AP-1	2.6	2.87	3AP-101	37.3
	3AP-2	2.8		3AP-102	38.5
4 ARB provlaka	3AP-3	3.3		3AP-103	43.3
	4AP-1	3.2	3.53	4AP-101	35.3
	4AP-2	3.1		4AP-102	37.4
	4AP-3	4.3		4AP-103	36.1

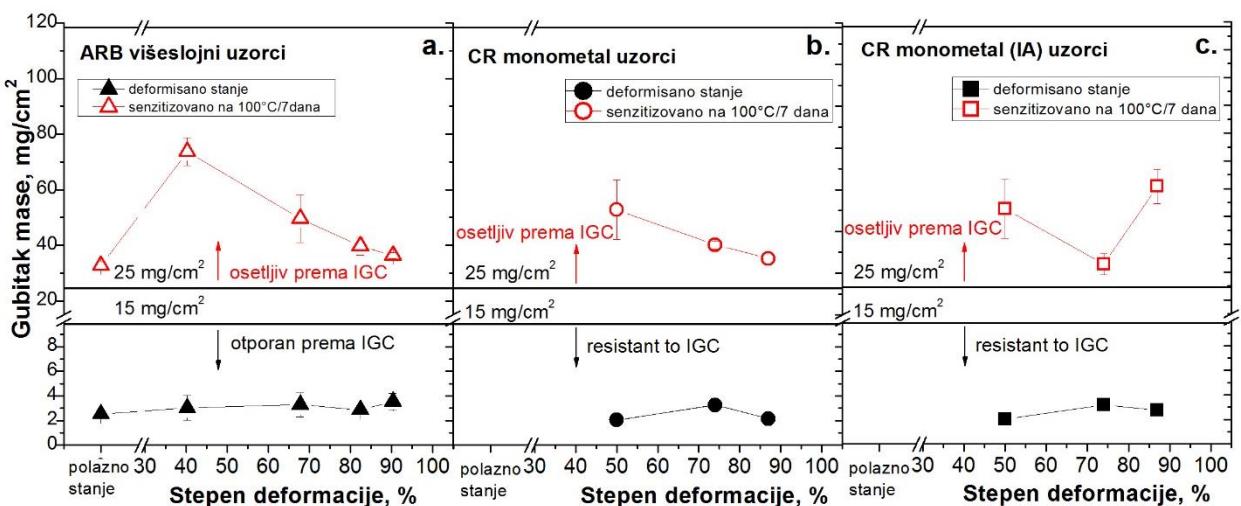
U tabeli 3.16 prikazani su rezultati merenja gubitka mase jednoslojnih uzoraka (uzorci CR monometala) modifikovane AA5083+Zn legure, koja je procesirana konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, i to u deformisanom stanju (bez i sa međufaznim žarenjem na 350°C/5 min) i posle senzitizacije na 100°C/7 dana.

Tabela 3.16 Rezultati merenja gubitka mase u NAML testu za jednoslojne CR uzorke legure AA5083+Zn u deformisanom i senzitizovanom stanju

Jednoslojni monometal uzorci procesirani konvencionalnim postupkom hladnog valjanja					
Način procesiranja	Deformisano stanje			Senzitizacija 100°C/7d	
	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²	Srednja vrednost	Br. uzorka	Gubitak mase mg/cm ²
50% deformacije	50-1	2.1	2.03	50-101	64.7
	50-2	2.1		50-102	44.0
	50-3	1.9		50-103	49.7
74% deformacije	74-1	3.3	3.27	74-101	40.7
	74-2	3.3		74-102	38.5
	74-3	3.2		74-103	41.3
74% def. (350°C/5min posle 50% def.).	S74-1	3.3	3.17	S74-101	36.6
	S74-2	3.1		S74-102	32.9
	S74-3	3.1		S74-103	28.9
87% deformacije	87-1	2.1	2.13	87-101	36.5
	87-2	2.2		87-102	32.8
	87-3	2.1		87-103	36.5
87% def. (350°C/5min posle 50% i 74% def.).	S87-1	2.7	2.77	S87-101	53.6
	S87-2	2.9		S87-102	64.7
	S87-3	2.7		S87-103	64.1

Pokazano je da su jednoslojne trake, procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja sa i bez međufaznog žarenja, otporne prema IGC u deformisanom stanju, jer je gubitak mase $< 3.3 \text{ mg/cm}^2$ (tabela 3.16). Međutim, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana hladno valjani jednoslojni uzorci postaju osetljivi prema IGC, i gubitak mase je znatno veći od 25 mg/cm².

Na slici 3.63 prikazana je zavisnost gubitka mase od ostvarenog stepena redukcije modifikovane AA5083+Zn legure za višeslojne ARB uzorke sa međufaznim žarenjem na 350°C/5 min i jednoslojne CR monometal uzorke koji su procesirani hladnim valjanjem sa i bez međufaznog žarenja na 350°C/5 min (označeni kao CR monometal uzorci i CR monometal (IA) uzorci), i to za deformisano stanje i stanje nakon senzitizacije na 100°C u trajanju od 7 dana.

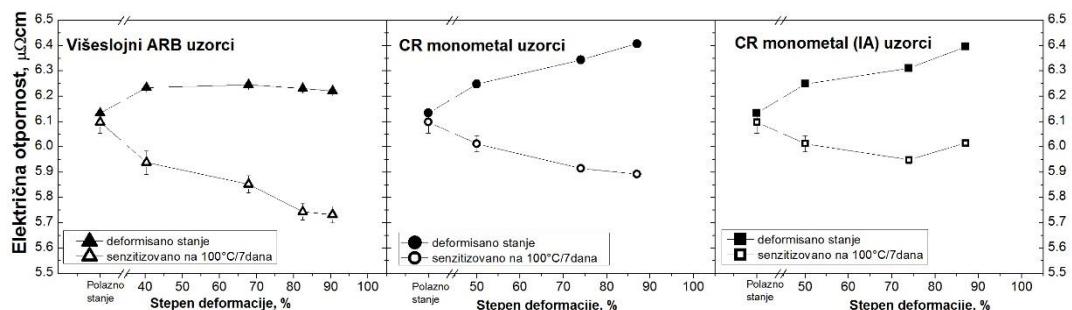


Slika 3.63 Zavisnost gubitka mase od stepena deformacije i uslova senzitizacije višeslojnih i jednoslojnih uzoraka modifikovane AA5083+Zn legure.

Pokazano je da u deformisanom stanju svi uzorci bilo da su procesirani ARB postupkom ili konvencionalnim valjanjem pokazuju otpornost prema IGC obzirom da je gubitak mase $< 5 \text{ mg/cm}^2$. Međutim, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana sva stanja pokazuju gubitak mase $> 25 \text{ mg/cm}^2$ pa je prema ASTM G67 standardu modifikovana AA5083+Zn legura osetljiva prema intergranularnoj koroziji.

3.5.2.2 Uticaj senzitizacionog žarenja na električni otpor

Na slici 3.64 prikazan je uticaj senzitizacionog žarenja od 100°C/7 dana na promenu električnog otpora (ρ) za višeslojne ARB uzorke i jednoslojne CR monometal uzorke modifikovane AA5083+Zn legure.

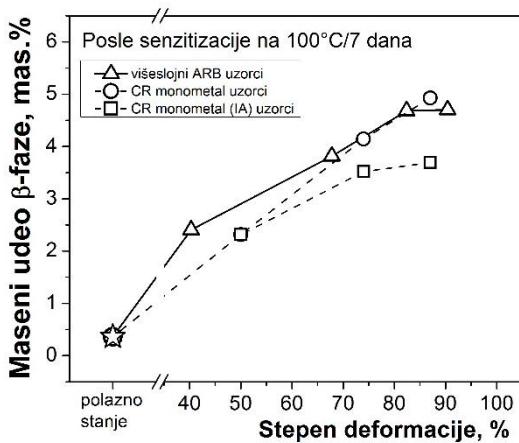


Slika 3.64 Dijagram promene električne otpornosti višeslojnih ARB uzoraka i jednoslojnih CR monometal uzoraka u odnosu na ostvaren stepen deformacije modifikovane AA5083+Zn legure.

Pokazano je da se nakon senzitizacionog žarenja na 100°C/7 dana električna otpornost smanjuje i kod uzoraka procesiranih ARB postupkom i kod uzoraka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (slika 3.64). Pad električne otpornosti povećava se sa porastom stepena deformacije. Električna otpornost se smanjuje za $\sim 0.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ kod ARB procesiranih uzoraka i CR monometal uzoraka bez međufaznog žarenja sa porastom stepena ostvarene deformacije. Međutim, kod CR monometal (IA) uzoraka, odnosno uzoraka sa međufaznim žarenjem pad električne otpornosti posle senzitizacije na 100°C/7 dana iznosi $\sim 0.35\text{--}0.4 \mu\Omega\cdot\text{cm}$. Efekat smanjivanja električnog otpora posledica je izdvajanja β faze u strukturi senzitizovanih uzoraka.

3.5.2.3 Uticaj senzitizacionog žarenja na udeo izdvojene β -faze

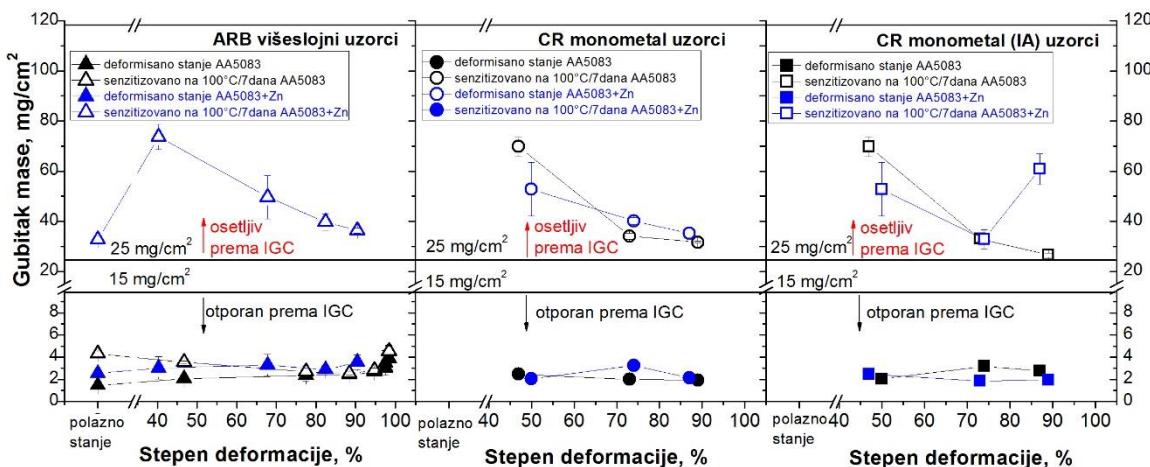
Pad vrednosti električnog otpora nastaje zbog izdvajanja β -faze i smanjenja Mg u čvrstom rastvoru. Koristeći promenu vrednosti električnog otpora nakon senzitizacije na 100°C/7 dana izračunata je koncentracija Mg u čvrstom rastvoru, dok je količina β -faze određena preko pravila poluge. Na slici 3.65 prikazan je uticaj senzitizacije na količinu izdvojene β -faze za višeslojne i jednoslojne uzorke.



Slika 3.65 Udeo β -faze u strukturi višeslojnih ARB uzoraka i jednoslojnih CR monometal uzoraka posle senzitizacije na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana za modifikovanu AA5083+Zn leguru.

Rezultati pokazuju da udeo β -faze raste sa povećanjem stepena deformacije (slika 3.64) kod svih ispitivanih uzoraka. U slučaju višeslojnih ARB uzoraka, udeo β -faze se povećava do ~4.5 mas.% sa povećanjem stepena ARB deformacije nakon senzitizacije na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana. Sa porastom stepena deformacije u toku konvencionalnog hladnog valjanja bez međufaznog žarenja (CR monometal uzorci), udeo β -faze se povećava do ~5 mas.%. Međutim, u slučaju jednoslojnih CR monometal (IA) uzoraka deformisanih konvencionalnim valjanjem sa međufaznim žarenjem na $350^{\circ}\text{C}/5$ min, količina β -faze posle senzitizacije na $100^{\circ}\text{C}/7$ dana je niža od količine β -faze višeslojnih ARB uzoraka i uzoraka deformisanim hladnim valjanjem bez međufaznog žarenja. Maksimalni udeo β -faze za CR monometal (IA) uzorke iznosi ~3.5 mas.% nakon maksimalnog stepena deformacije od 87%. Evidentno je da veći pad električne otpornosti rezultira i taloženje većeg udela β -faze kada su uzorci procesirani konvencionalnim valjanjem bez međufaznog žarenja (slika 3.64).

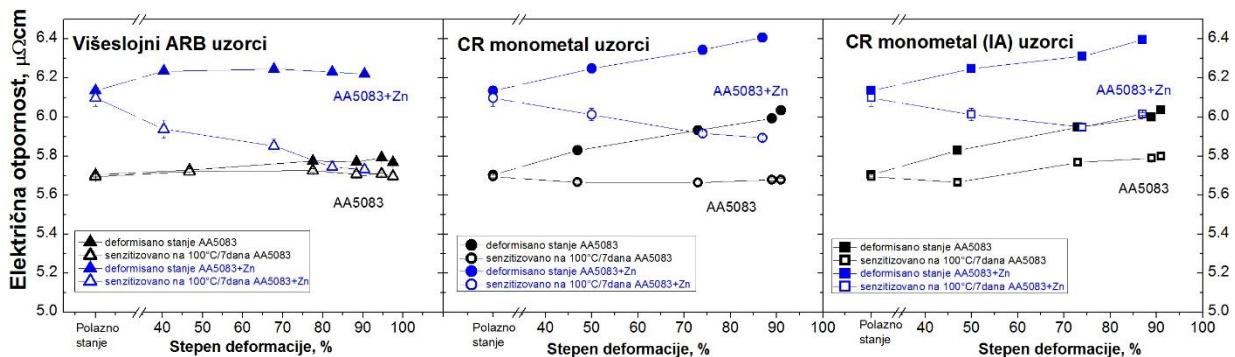
Na slici 3.66 prikazani su rezultati NAML testa za obe ispitivane legure (standardnu AA5083 i modifikovanu AA5083+Zn) koje su procesirane ARB postupkom i konvencionalnim hladnim valjanjem (sa i bez međufaznog žarenja) u deformisanom i senzitizovanom stanju ($100^{\circ}\text{C}/7$ dana).



Slika 3.66 Zavisnost gubitaka mase od stepena deformacije i uslova senzitizacije višeslojnih i jednoslojnih uzoraka standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure.

Slika 3.66 pokazuje da su u deformisanom stanju svi uzorci jednoslojnih i višeslojnih ARB traka otporni prema IGC za obe ispitivane legure, dok nakon senzitizacije na 100°C/7 dana svi uzorci jednoslojnih traka proizvedenih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja (sa i bez međufaznog žarenja) su osetljivi prema intergranularnoj koroziji. Međutim, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana, višeslojni ARB uzorci modifikovane AA5083+Zn legure pokazuju sklonost prema intergranularnoj koroziji, dok višeslojni ARB uzorci standardne AA5083 legure ostaju otporni i nakon senzitizacionog žarenja na 100°C/7 dana.

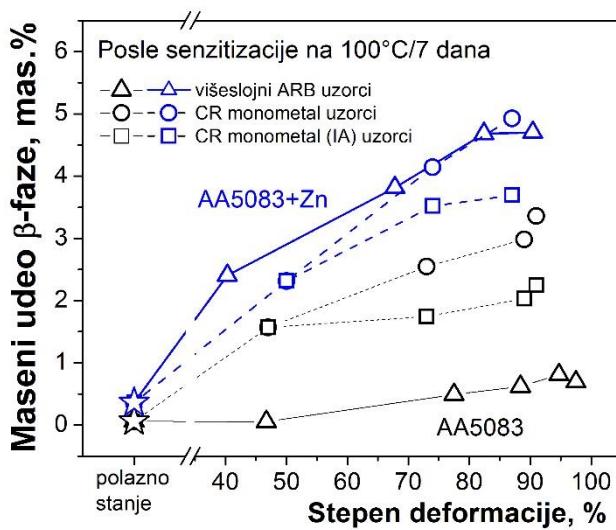
Na slici 3.67 prikazan je uticaj senzitizacionog žarenja od 100°C/7 dana na promenu električnog otpora (ρ) za višeslojne ARB uzorke i jednoslojne CR monometal uzorke standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure.



Slika 3.67 Dijagram promene električne otpornosti višeslojnih ARB uzoraka i jednoslojnih CR monometal uzoraka u odnosu na ostvaren stepen deformacije standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure.

Viši nivo električne otpornosti zapaža se kod modifikovane AA5083+Zn legure za sva ispitivana stanja u odnosu na standardnu AA5083 leguru. Takođe, primetan je znatno veći pad otpornosti sa porastom ostvarene deformacije višeslojnih ARB uzoraka kod modifikovane AA5083+Zn legure u odnosu na standardnu AA5083 leguru. Kod jednoslojnih uzoraka dobijenih konvencionalnim hladnim valjanjem bez međufaznog žarenja pad otpornosti je veći za ~0.1 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ za modifikovanu AA5083+Zn leguru u odnosu na standardnu AA5083 leguru, dok kod CR monometal (IA) uzoraka tj. uzoraka dobijenih hladnim valjanjem sa međufaznim žarenja pad otpornosti je veći za ~0.2 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ za modifikovanu AA5083+Zn leguru u odnosu na standardnu AA5083 leguru.

Na bazi promene vrednosti električnog otpora posle tretmana senzitizacije određena je količina β -faze i na slici 3.68 prikazan je uticaj senzitizacije od 100°C/7 dana na količinu izdvojene β -faze za višeslojne i jednoslojne uzorce obe ispitivane legure.

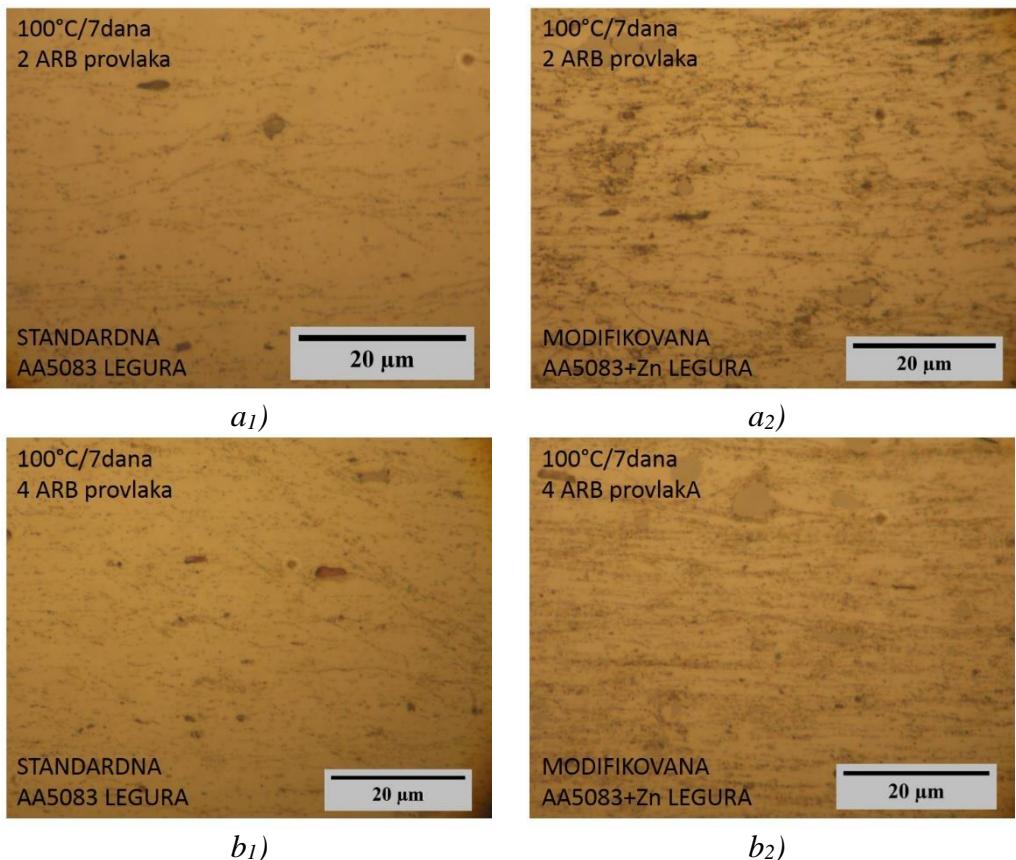


Slika 3.68 Udeo β-faze u strukturi višeslojnih ARB uzoraka i jednoslojnih CR monometal uzoraka posle senzitizacije na 100°C/7 dana za standardnu AA5083 i modifikovanu AA5083+Zn leguru.

Rezultati pokazuju da je nakon senzitizacionog žarenja na 100°C/7 dana, u strukturi višeslojnih i jednoslojnih traka modifikovane AA5083+Zn legure prisutna veća količina β-faze u odnosu na standardnu AA5083 leguru. Kod standardne AA5083 legure, jednoslojne trake dobijene konvencionalnim hladnim valjanjem imaju $\sim 4\times$ veći udeo β-faze u strukturi od višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom, dok jednoslojne trake proizvedene konvencionalnim hladnim valjanjem sa međufaznim žarenjem imaju $\sim 3\times$ veći udeo β-faze u strukturi od višeslojnih traka dobijenih ARB postupkom. Za razliku od standardne AA5083 legure, višeslojne i jednoslojne trake modifikovane AA5083+Zn legure proizvedene ARB postupkom i konvencionalnim hladnim valjanjem, respektivno, sadrže približno isti udeo β-faze u strukturi nakon senzitizacionog žarenja na 100°C u trajanju od 7 dana. Međutim, jednoslojne trake proizvedene konvencionalnim hladnim valjanjem sa međufaznim žarenjem modifikovane AA5083+Zn legure imaju niži udeo β-faze u strukturi od višeslojnih ARB traka i jednoslojnih traka koje su proizvedene bez međufaznog žarenja, pri čemu se sa porastom ostvarene deformacije razlika u količini β-faze u strukturi povećava, tj. razlika u udelu β-faze u strukturi za stepen deformacije od 74% je ~ 0.5 mas. %, dok je za stepen deformacije 87% razlika skoro 1.5 mas. %.

3.5.2.4 Uticaj senzitizacionog žarenja na mikrostrukturu AA5083+Zn legure

Na slici 3.69 (a₁-b₂) prikazane su mikrofotografije strukture senzitizovanih višeslojnih uzoraka standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure, koja se dobija posle senzitizacionog žarenja na 100°C/7 dana. β-faza je otkrivena metalografskim nagrizanjem u 10% rastvoru fosforne kiseline (H_3PO_4).

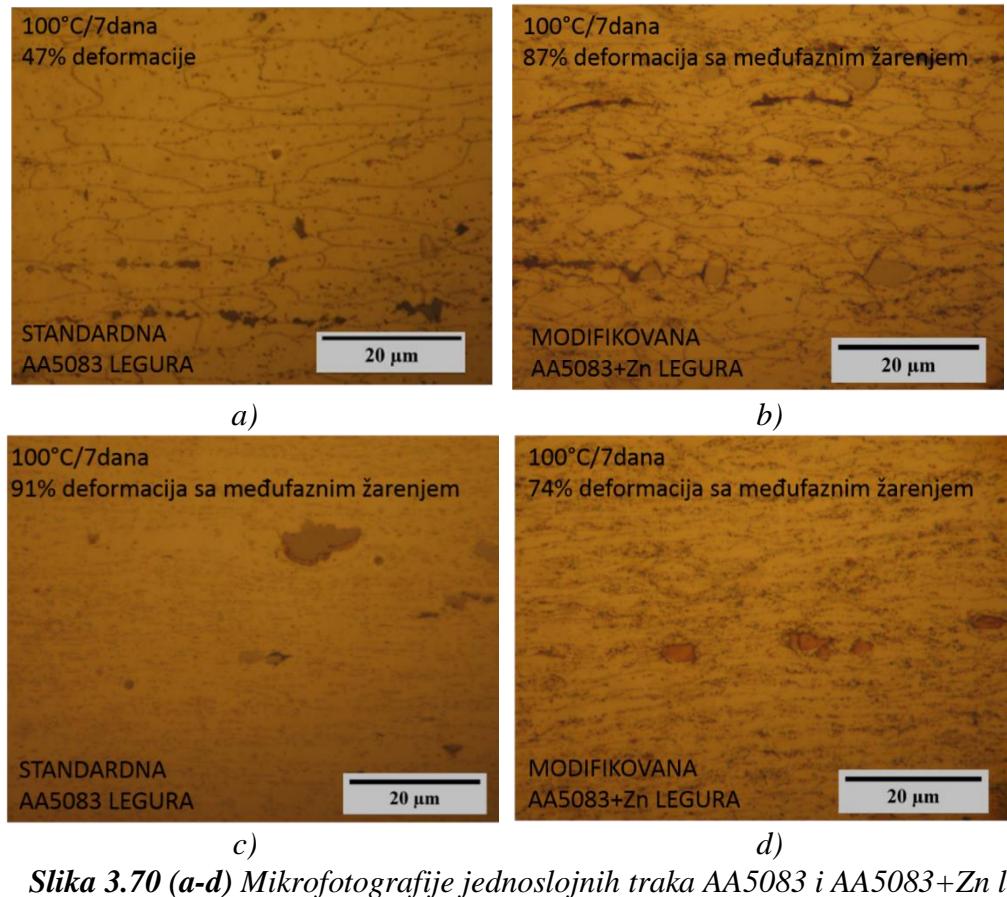


Slika 3.69 (a₁-b₂) Mikrofotografije višeslojnih traka ispitivanih legura procesiranih ARB postupkom, posle senzitizacionog žarenja na 100 °C/7 dana.

U strukturi višeslojnih ARB traka modifikovane AA5083+Zn legure prisutna je veća količina β-faze u strukturi (slika 3.69a₂ i b₂) u odnosu na standardnu AA5083 leguru (slika 3.69a₁ i b₁) nakon drugog i četvrtog ARB provlaka, što je u skladu sa dijagramom na slici 3.68. Osim udela β-faze u strukturi, različita je i distribucija β-faze u standardnoj AA5083 i modifikovanoj AA5083+Zn leguri.

Nakon drugog ARB provlaka, β -faza je kod standardne AA5083 legure uglavnom prisutna u vidu polukontinuiranog filma po granicama zrna i u unutrašnjosti zrna, (slika 3.69a₁), pri čemu se u strukturi javljaju smicajne trake na kojima je primećeno intenzivnije izdvajanje β -faze. Sa druge strane, u senzitizovanoj strukturi modifikovane AA5083+Zn legure posle drugog ARB provlaka β -faza je prisutna u znatno većoj količini u odnosu na standardnu AA5083 leguru i izdvaja se po granicama izduženih deformisanih zrna, dok prisustvo smicajnih traka u modifikovanoj AA5083+Zn nije zapaženo (3.69a₂). Nakon četvrtog ostvarenog ARB provlaka, β -faza je ravnomernije izdvojena u strukturi (unutar zrna i na smicajnim trakama) standardne AA5083 legure (3.69b₁), dok je kod modifikovane AA5083+Zn legure nakon četvrtog ARB provlaka β -faza uglavnom raspoređena po granicama zrna i nehomogeno se javlja u strukturi (3.69b₂). NAML test pokazao je da su višeslojni uzorci standardne AA5083 legure otporni, dok su višeslojni uzorci modifikovane AA5083+Zn legure neotporni prema IGC koroziji (slika 3.66). Takođe, sa porastom stepena deformacije, gubitak mase višeslojnih ARB uzoraka se smanjuje. Različit udio sa jedne, kao i raspodela β -faze u strukturi standardne AA5083 i modifikovane AA5083+Zn legure imaju veliki uticaj na ponašanje i sklonost senzitizovanih struktura prema intergranularnoj koroziji.

Sa druge strane, jednoslojne trake obe ispitivane legure pokazale su osetljivost prema IGC koroziji nakon senzitizacije na 100°C/7 dana i na slici 3.70(a-d) prikazane su strukture jednoslojnih CR monometal (IA) uzoraka. Kao što se vidi na slici 3.68, kod jednoslojnih uzoraka sa porastom stepena ostvarene hladne deformacije količina β -faze u strukturi raste. Kod jednoslojnih traka standardne AA5083 legure deformisanih 47%, β -faza čiji je udio u strukturi ~1.5 mas.% je raspoređena po granicama izduženih zrna, i kod takvih uzoraka je gubitak mase najveći (~70 mg/cm²), kao što je prikazano na slici 3.70a. Sa porastom stepena deformacije kod standardne AA5083 legure, kod CR monometal (IA) uzoraka deformisanih 91% udio β -faze raste do ~2.5 mas.%, ali je β -faza raspoređena ravnomernije u strukturi po granicama i u unutrašnjosti zrna, što rezultuje smanjenjem gubitka mase na 26.5 mg/cm² (slika 3.70c).



Slika 3.70 (a-d) Mikrofotografije jednoslojnih traka AA5083 i AA5083+Zn legure procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, posle senzitizacionog žarenja na 100°C/7 dana.

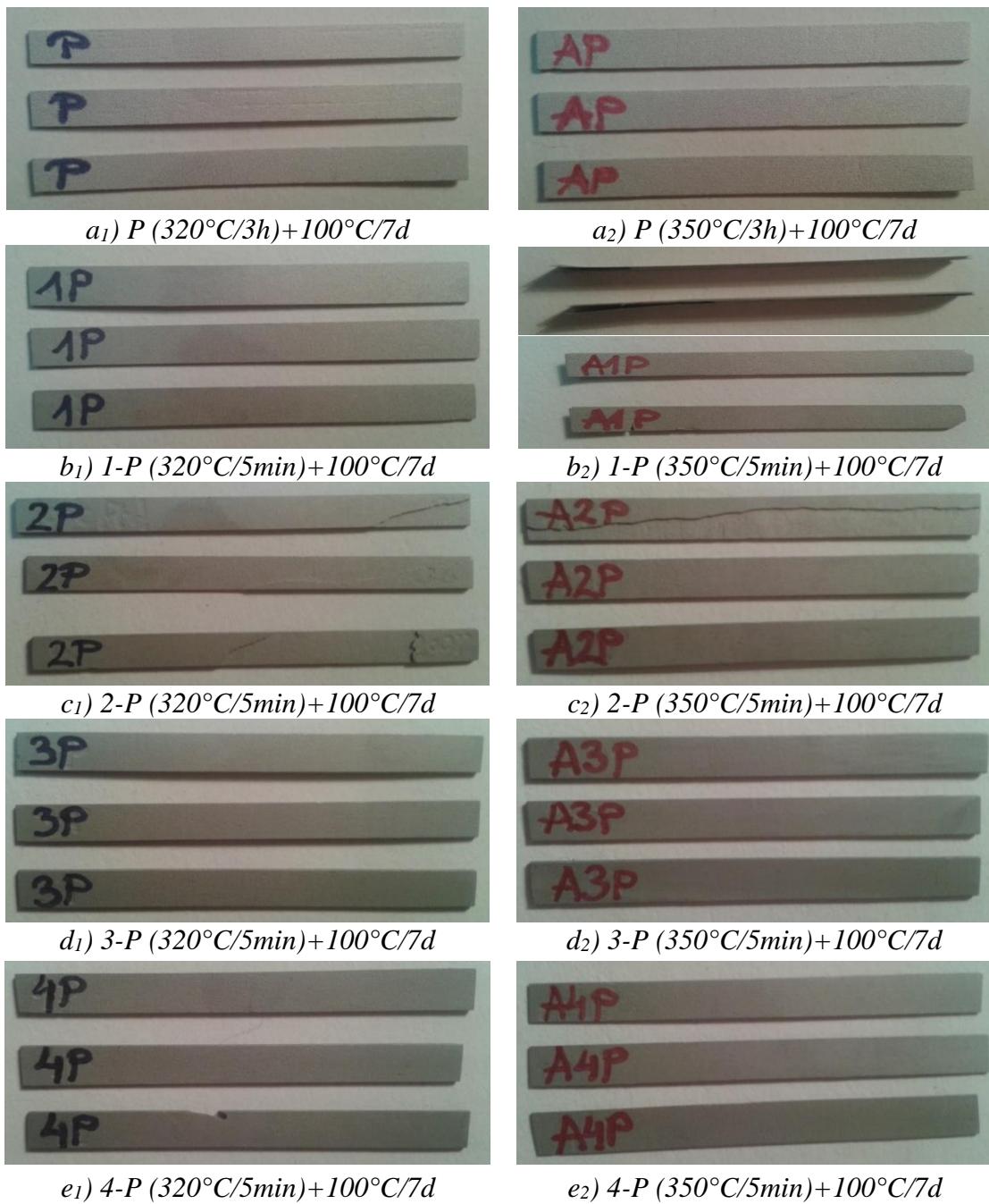
Međutim, kod modifikovane AA5083+Zn efekat smanjenja gubitka mase sa porastom stepena deformacije izostaje, obzirom da najveći gubitak mase ($\sim 65 \text{ mg/cm}^2$), pokazuju uzorci koji su deformisani maksimalnim stepenom deformacije od 87% (CR monometal (IA) uzorci (tab.3.16). Struktura ovih uzoraka nakon senzitizacije prikazana na slici 3.70b slična je strukturi uzoraka standardne AA5083 legure deformisane 47% date na slici 3.70a. Veliki gubitak mase posledica je izdvajanja β -faze po granicama zrna (slika 3.70 a i b). Sa druge strane, struktura senzitizovanih uzoraka modifikovane AA5083+Zn legure deformisanih 74% pokazuju strukturu sličnu strukturi standardne AA5083 legure koja je deformisana 91% (slika 3.70c i d). Strukture prikazane na slici 3.70c i d imaju manji gubitak mase (oko $25\text{-}30 \text{ mg/cm}^2$), pa se može zaključiti da udeo β -faze nije presudan faktor za osjetljivost prema IGC, već raspodela β -faze u strukturi, obzirom da je β -faza više prisutna u unutrašnjosti zrna u strukturi kod uzoraka prikazanih na slikama 3.70 c i d.

3.5.2.5 Makroizgled višeslojnih traka AA5083+Zn legure posle NAML testa

Poznato je da u standardnim Al-Mg legurama sa sadržajem >3.5 mas.% Mg, prilikom prođenih žarenja u temperaturnom opsegu od 50-20°C dolazi do precipitacije β -faze [90-92]. Međutim, istraživanje Carroll-a i saradnika [161] pokazalo je da dodatak Zn od 0.58-0.7 mas.% u AA5083 leguru, dovodi do zamene β -faze ternarnom Al-Mg-Zn fazom, odnosno τ -fazom. Rezultati autora Halap-a [95] pokazuju da u leguri sa dodatkom Zn od 0.5 mas.% i sadržajem Cu od 0.013 mas.%, granice zrna sadrže i Zn i Cu. Obzirom da Al-Mg-Zn faza, odnosno τ -faza ima bolje korozione osobine nego β -faza [161], dobijeni rezultati za višeslojne ARB uzorke nakon senzitizacije nisu u skladu sa teorijskim razmatranjima.

Obzirom da je modifikovana AA5083+Zn legura pokazala velike poteškoće prilikom ARB spajanja, a da je praktično isti termo-mehanički režim prerade izvršen kao za standardnu AA5083 leguru koja je otporna nakon senzitizacije, posmatran je makroizgled štanglica nakon NAML testa višeslojnih ARB uzoraka modifikovane AA5083+Zn legure nakon senzitizacije na 100°C/7 dana u cilju traženja uzroka ovakvim rezultatima. Na slici 3.71 (a₁-e₂) prikazan je makroizgled senzitizovanih štanglica modifikovane AA5083+Zn legure nakon NAMLT testa.

U polaznom stanju, nakon senzitizacije na 100°C/7 dana i 24h u koncentrovanoj HNO₃ površina štanglica dobila je peskiran izgled (sl.3.71 a₁ i a₂). Ujedno, gubitak mase za polazno stanje bilo da je ono žareno na 320°C/3h ili 350°C/3h je najniži i iznosi oko 30 mg/cm². Najveći gubitak mase pokazuje uzorak koji je spojen jednim ARB provlakom sa međufaznim žarenjem na 350°C/5min, kod koga je gubitak mase preko 75 mg/cm² što ukazuje na fizički gubitak i odvajanje materijala kao što se vidi na sl.3.71 b₂. Takođe, nakon drugog ARB provlaka, gubitak mase je preko 50 mg/cm², i kod tog stanja dolazi do fizičkog odvajanja delova slojeva kao što se vidi na sl.3.71 c₁ i c₂. Može se zaključiti, da su uzorci za NAML test modifikovane AA5083+Zn legura prilikom sečenja na potrebne dimenzije za NAML test [115] oštećeni i da je došlo do odvajanja između slojeva. Ovaj rezultat je logičan obzirom da je modifikovana legura teško spajana ARB postupkom na sobnoj temperaturi, dok se većina prethodnih istraživanja upravo bavila spajanjem ARB postupkom na povišenim temperaturama [37, 39, 45].



Slika 3.71 (a₁-e₂) Makroizgled senzitizovanih štanglica modifikovane AA083+Zn legure nakon NAML testa.

4. Zaključak

U ovoj doktorskoj disertaciji ispitivani su struktura i svojstva jednoslojnih i višeslojnih Al-Mg traka dobijenih hladnim valjanjem. Ispitana je standardna AA5083 legura koja sadrži 4.2 mas.% Mg i modifikovana legura, sa povećanim sadržajem Mg od 5.1 mas.% i dodatkom 0.5 mas.% Zn. Korišćena su dva postupka prerade: konvencionalno hladno valjanje za dobijanje jednoslojnih traka (CR postupak), i nekonvencionalni postupak-akumulativno spajanje valjanjem (ARB postupak) za dobijanje višeslojnih traka. Cilj je bio da se ispita: uticaj modifikacije sastava AA5083 legure, uticaj primjenjenog stepena deformacije, kao i načina procesiranja na mehanička svojstva i koroziono ponašanje ispitivanih Al-Mg legura. Posle deformacije hladnim valjanjem konvencionalnim i ARB postupkom, izvršena je senzitizacija ispitivanih Al-Mg legura na 100°C i 150°C, u trajanju od 7 dana. Cilj senzitizacije bio je da se utvrdi uticaj mikrostrukturnih promena nastalih prethodnom preradom na izdvajanje β -faze u toku senzitizacije, odnosno na koroziono ponašanje ispitivanih Al-Mg legura.

Uticaj stepena deformacije i načina procesiranja na strukturu višeslojnih i jednoslojnih traka. Pokazano je da se AA5083 legura može procesirati u 6 ARB provlaka na sobnoj temperaturi bez korišćenja lubrikanta sa ukupnim stepenom deformacije od 98.4% koji se ne može dobiti konvencionalnim postupkom hladnog valjanja, gde je maksimalni stepen plastične deformacije iznosio 91%. Kod AA5083+Zn legure ostvaren je ukupni stepen deformacije od 93.8% što odgovara četvrtom ARB provlaku, dok je maksimalni stepen deformacije pri konvencionalnom valjanju iznosio 87%. Višeslojne trake AA5083 legure posle 6 ARB provlaka sastoje se od 64 sloja, dok se trake AA5083+Zn legure sastoje od 16 slojeva nakon 4 ARB provlaka. Rezultati su pokazali prednost ARB postupka nad klasičnim postupkom hladnog valjanja obzirom da se mogu postići veći stepeni deformacije i višeslojna struktura.

Posledica postizanja većih stepena deformacije ARB postupkom jeste dobijanje različite morfologije zrna i značajno rafinisanje strukture višeslojnih ARB traka u odnosu na jednoslojne CR trake. Kod AA5083 legure, ARB deformacija dovodi do: rafinacije zrna u kratko-poprečnom pravcu ($\sim 9\times$), povećanja longitudinalnih granica zrna i pojave smicajnih traka u strukturi. Struktura i oblik zrna nakon 6 ARB provlaka je različita u odnosu na strukturu od 1-5 ARB provlaka: nema pojave smicajnih traka, dolazi do

smanjenja ukupne dužine longitudinalnih granica zrna i blagog povećanja veličine zrna. U struktruri jednoslojnih CR traka AA5083 legure, nisu zapažene dugačke longitudinalne granice zrna, kao ni pojava smicajnih traka u strukturi. Kod AA5083+Zn legure, nakon 4 ARB provlaka, rafinacija zrna u kratko-poprečnom pravcu je $\sim 6\times$, ali nije zapažena pojava smicajnih traka. Kod jednoslojnih CR (IA) traka (CR postupak sa međufaznim žarenjem) AA5083+Zn legure, zapaženo je povećanje zrna posle deformacije od 87% u odnosu na trake koje su deformisane 87% bez međufaznog žarenja.

Uticaj stepena deformacije i načina procesiranja na mehanička svojstva višeslojnih i jednoslojnih traka. Procesiranje legura ARB postupkom dovodi do poboljšanja parametara čvrstoće i tvrdoće. Kod ispitivanih legura primenom ARB deformacije tvrdoća se povećava $\sim 2\times$, granica tečenja se povećava gotovo $3\times$, a zatezna čvrstoća $\sim 1.5\times$ u poređenju sa polaznim materijalom pre ARB procesiranja. Porast čvrstoće i tvrdoće posledica je povećanja gustine dislokacija i njihove interakcije tokom deformacije, kao i rafinacije zrna nastale usled intenzivne plastične deformacije tokom ARB procesa. Do četvrtog ARB provlaka, parametri čvrstoće i tvrdoće kod obe legure rastu, dok nakon toga kod AA5083 legure kapacitet za ojačavanje se smanjuje i javlja se blagi pad tvrdoće i čvrstoće koji nastaje usled dinamičkih procesa oporavljanja.

Jednoslojne CR trake AA5083 legure imaju više vrednosti čvrstoće u odnosu na višeslojne ARB trake u čitavom ispitivanom opsegu deformacija, dok su vrednosti čvrstoće jednoslojnih CR traka AA5083+Zn legure nešto veće u odnosu na višeslojne ARB trake, pri čemu za jednoslojne CR (IA) trake deformisane 87% sa međufaznim žarenjem vrednosti čvrstoće naglo opadaju. Ovi rezultati posledica su mehanizma deformacije, odnosno rezultat su veće brzine umnožavanja dislokacija kod konvencionalnog valjanja u odnosu na ARB postupak, pa samim tim i veće gustine dislokacija i izraženijeg deformacionog ojačavanja zbog intenzivnije interakcije dislokacija kod konvencionalnog valjanja, dok se manja čvrstoća višeslojnih ARB traka može pripisati pojavi smicajnih traka koje nastaju ARB procesiranjem i nižom gustinom dislokacija u strukturi.

Tokom testa zatezanja, dobijene su niske vrednosti ukupnog izduženja kod jednoslojnih i višeslojnih traka kao posledica intenzivnog deformacionog ojačavanja. Međutim, višeslojnih ARB trake imaju veća izduženja od jednoslojnih CR traka u

čitavom opsegu ispitivanih deformacija. Takođe, višeslojne ARB trake modifikovane AA5083+Zn imaju dvostruko veće vrednosti izduženja u odnosu na višeslojne ARB trake AA5083 legure, što se može pripisati povećanom sadržaju Mg.

Kapacitet deformacionog ojačavanja se smanjuje sa povećanjem stepena deformacije bez obzira da li je deformacija ostvarena konvencionalnim hladnim valjanjem (sa ili bez međufaznog žarenja) ili ARB deformacijom. Pokazano je da za sve ostvarene stepene deformacije, višeslojne trake procesirane ARB postupkom pokazuju više vrednosti indeksa deformacionog ojačavanja u odnosu na jednoslojne trake procesirane konvencionalnim postupkom hladnog valjanja.

Analiza promena u strukturi posle senzitizacije. Mikrostrukturne promene praćene su merenjem električnog otpora, optičkom i skenirajućom mikroskopijom. Smanjenje električnog otpora ispitivanih legura posle senzitizacije, ukazuje na to da u toku žarenja na 100°C i 150°C u trajanju od 7 dana, dolazi do izdvajanja β -faze. Intenzivnije smanjenje električnog otpora nastaje posle senzitizacije na 150°C, pri većim stepenima deformacije i pri većem sadržaju Mg u leguri. Prisustvo veće gustine dislokacija u strukturi obezbeđuje veći broj preferentnih mesta za izdvajanje β -faze u toku senzitizacije, pri čemu efekat postaje izraženiji sa povećanjem stepena deformacije, kada se ubrzava raspad presičenog čvrstog rastvora i olakšava izdvajanje β -faze. Izdvajanje β -faze u toku senzitizacije zavisi od strukture koja je obrazovana u toku prethodne obrade, što ukazuje na veliki uticaj primenjene tehnike (ARB postupak ili CR postupak), odnosno načina deformacije na količinu i raspodelu β -faze u strukturi senzitizovanih uzoraka. Kod ARB procesiranih uzoraka AA5083 legure β -faza se izdvaja po granicama i u unutrašnjosti deformisanih zrna, pri čemu je izdvajanje intenzivnije na smicajnim trakama, odnosno na mestima gde je povećana gustina dislokacija. Sa porastom stepena ARB deformacije β -faza se sve više izdvaja u unutrašnjosti zrna. U strukturi jednoslojnih traka procesiranih konvencionalnim postupkom hladnog valjanja β -faza se izdvaja u vidu filma po granicama deformisanih zrna, dok pri većim stepenima deformacije β -faza se izdvaja ravnomerno po preseku u strukturi.

Intergranularna korozija jednoslojnih i višeslojnih traka. Osetljivost prema intergranularnoj koroziji (IGC) ocenjena je u NAML testu. Utvrđeno je da otpornost prema IGC zavisi od primenjene tehnike procesiranja i ostvarenog stepena deformacije, odnosno od razvoja mikrostrukture u toku prerade, kao i od količine i raspodele β -faze koja se izdvaja u toku senzitizacije. U deformisanom stanju, jednoslojne i višeslojne trake obe ispitivane legure pokazuju otpornost prema IGC. Višeslojne trake standardne AA5083 legure su otporne prema IGC i nakon senzitizacije, dok su jednoslojne trake osetljive prema IGC nakon senzitizacije. Sa porastom stepena plastične deformacije otpornost jednoslojnih CR traka AA5083 legure prema IGC se povećava što je potvrđeno time što je gubitak mase $\sim 25 \text{ mg/cm}^2$ nakon senzitizacije od $100^\circ\text{C}/7$ dana posle stepena redukcije 91% što se smatra granicom osetljivosti prema IGC, a posledica je ravnomernije raspodele β -faze u strukturi. Usled postojanja višeslojne strukture i pasivnog filma između slojeva dobijenih ARB deformacijom, ARB proces može biti efikasan alat za modifikaciju mikrostrukture koji povećava otpornost na intergranularnu koroziju standardne AA5083 legure. Uočeno je da se količina β -faze povećava sa povećanjem stepena plastične deformacije, pri čemu se veća količina istaloži tokom konvencionalnog valjanja. Pokazano je da udeo β -faze nije ključni faktor za sklonost prema IGC, već raspodela i morfologija β -faze, kao i stepen deformacije i način ostvarivanje iste. Razliku u korozionoj stabilnosti jednoslojnih i višeslojnih traka standardne AA5083 legure potvrđuju i rezultati elektrohemihiskih ispitivanja. Za razliku od AA5083 legure, jednoslojne CR trake i višeslojne ARB trake dobijene valjanjem AA5083+Zn legure pokazale su veliku osetljivost prema intergranularnoj koroziji nakon tretmana senzitizacije. Veliki uticaj na ovakvo ponašanje višeslojnih traka imala je priprema uzorka za izvođenje testa, obzirom da je gubitak mase posledica izvesnog fizičkog odvajanja slojeva usled mehaničkog sečenja na potrebne dimenzije.

Uticaj hemijskog sastava na mehanička svojstva višeslojnih i jednoslojnih traka. Povišen sadržaj Mg sa 4.2% u standardnoj AA5083 leguri na 5.1% u modifikovanoj leguri doprinosi porastu čvrstoće, dok je potencijal za ojačavanje ove legure akumulativnim spajanjem valjanjem na sobnoj temperaturi manji u odnosu na AA5083 leguru. Doprinos magnezijuma ojačavanju pripisuje se njegovoj velikoj rastvorljivosti, kao i razlici u atomskim prečnicima magnezijuma i aluminijuma, što prouzrokuje značajnu distorziju kristalne rešetke i dovodi do ojačavanja.

U odnosu na ostale nekonvencionalne postupke prerade, ARB postupak ima niz prednosti, jer omogućava proizvodnju masivnih komada, u obliku traka, i pruža mogućnost za uvođenje u industrijsku proizvodnju, bez dodatnih zahteva za pratećom opremom i konstrukcijom složenih i skupih alata obzirom da se izvodi na klasičnom valjačkom stanu. Zbog dodatnih mehanizama ojačavanja i mogućnosti za postizanje veoma velikih ukupnih stepena deformacije, ARB postupak ima veliki potencijal za proizvodnju višeslojnih traka sa povoljnom kombinacijom poboljšanih svojstava i može se smatrati superiornim u odnosu na proces klasičnog hladnog valjanja obzirom da se mogu postići stepeni deformacije koji su izvan limita uobičajene prerade. Takođe, primenom ARB postupka postižu se strukture sa veličinom zrna koja je ispod one koja se može postići konvencionalnim hladnim valjanjem ($10-15 \mu\text{m}$). Korelacija razvoja mikrostrukture, mehaničkih i korozionih svojstava višeslojnih ARB traka sa mikrostrukturnim karakteristikama, mehaničkim i korozionim svojstvima jednoslojnih traka dobijenih postupkom konvencionalnog hladnog valjanja pokazala je da ARB postupak može zadovoljiti zahteve za poboljšanje svojstava aluminijumskih legura i jednostavno se implementirati u industriju transportnih sredstava.

Za dalju tehničku i industrijsku primenu ARB procesiranih traka veoma je važno obezbediti dovoljnu duktilnost u procesima oblikovanja, tako da dalja istraživanja treba usmeriti ka pronalaženju najoptimalnijih parametara termičke obrade kako bi se mogao dobiti povoljan odnos čvrstoće i duktilnosti. Pažljivim odabirom nivoa deformacije prilikom ARB postupka i parametara post-termičke obrade pružila bi se mogućnost da se prilagode svojstva materijala tako da odgovaraju širokom spektru zahteva i aplikacija. Stoga, opseg primenljivosti ARB materijala može biti u velikoj meri proširen.

Literatura

- [1] L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys: Structure and Properties, Boston, Butterworths, 1976.
- [2] E. Hatch, Aluminium Properties and Physical Metallurgy, ASM, Metals Park, Ohio, 1984.
- [3] Edouard Pouillier, PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [4] B. Verlinden, *Proc. of the 2nd Int. Conf. on "Deformation Processing and Structure of Materials"*, (Eds. E.Romhanji, M.T.Jovanović, N.Radović) 26-28 May 2005, Belgrade, Serbia, p.3
- [5] J.Hirsch, *Mater. Sci. Forum*, vol.242 (1997) p.33-50
- [6] G.B.Burger, A.K.Gupta, et.al., *Mat. Characterization*, 35 (1995) p.23-39
- [7] L. Olejnik and A. Rosochowski, *Bull. Pol. Ac.: Tech.*, 53 (4) (2005) p. 413-423
- [8] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, *Progr. Mat.Sci.*, 45 (2000) p.103-189
- [9] T. G. Langdon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, *JOM*, No.6 (1998) p.41-45
- [10] T. C. Lowe, R. Z. Valiev, *JOM*, No.4 (2000) p.27-28
- [11] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, Y. T. Zhu, *JOM*, No.4 (2006) p.33-39
- [12] R. Z. Valiev, T. C. Lowe, A. K. Mukherjee, *JOM*, No.4 (2000) p.37-40
- [13] A. Azushima, et.al, *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 57 (2008) p.716-735
- [14] M. Fukurawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *J. Mat. Sci.*, 36 (2001) p.2835-2843
- [15] V. M. Segal, *Mat. Sci. Eng. A*, 197 (1995) p.157-164

- [16] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, and R. Z. Valiev, *Mat. Sci. Eng. A*, 343, (2003) p. 43-50
- [17] Y. Zhang, R. B. Figueiredo, S. N. Alhajeri, J. T. Wang, N. Gao, and T. G. Langdon, *Mat. Sci. Eng. A*, 528 (2011) p. 7708-7714
- [18] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, X. Wang, and T. G. Langdon, *Mat. Sci. Eng. A*, 527 (2010) p. 6335-6339
- [19] X. Zhao, X. Z. Liao, Z. Jin, R. Z. Valiev, Y. T. Zhu, *Acta Mater.*, 52 (2004) p. 4589-4599
- [20] Z. Horita, D. Smith, M. Fukurawa, M. Nemoto, R. Z. Valiev, T. G. Langdon, *J. Mater. Res.*, 11, (1996) p.1880-1890
- [21] A. A. Popov, I. Y. Pyshmintsev, S. L. Demakov, A. G. Illarionov, T. C. Lowe, A. V. Sergeyeva, and R. Z. Valiev, *Scripta Mater.*, 37 (1997) p. 1089-1094
- [22] A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, and A. K. Mukherjee, *Scripta Mater.*, 45 (2001) p. 747-752
- [23] R. K. Islamgaliev, V. U. Kazyhanov, L. O. Shestakova, A. V. Sharafutdinov, and R. Z. Valiev, *Mat. Sci. Eng. A*, 493 (2008) p. 190-194
- [24] Y. Saito, N. Tsuji, et.al, *Scripta Mater.*, 39 (1998) p. 1221-1227
- [25] N. Tsuji, Y. Saito, S. H. Lee, Y. Minamino, *Adv. Eng. Mater.*, 5 (2003) p. 338-344
- [26] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, *Acta Mater.*, 47 (1999) p. 579-583
- [27] M. Z. Quadir, A. Wolz, M. Hoffman, M. Ferry, *Scripta Mater.*, 58 (2008) p. 959-962
- [28] J. L. Milner, F. Abu-Farha, C. Bunget, T. Kurfess, and V. H. Hammond, *Mat. Sci. Eng. A*, 561 (2013) p. 109-117
- [29] D. Terada, S. Inoue, and N. Tsuji, *Journal of Materials Science*, 42 (2007) p. 1673-1681

- [30] T. Hirohata, S. Masaki, S. Shima, *J. Mater. Proc. Tech.*, 111 (2001) p. 113-117
- [31] R. Kapoor, A. Sarkar, R. Yogi, S. K. Shekhawat, I. Samajdar, J. K. Chakravartty, *Mat. Sci. Eng. A*, 560 (2013) p. 404-412
- [32] B. K. Min, H. W. Kim, S. B. Kang, *J. Mater. Process. Technol.*, 355 (2005) p. 162-163
- [33] K. D. Lau, Development of microstructure and texture in accumulative roll bonded commercial purity aluminium, Masters Degree, UNSW Australia, 2011.
- [34] S.H. Lee, Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, *Scripta Mater.*, 46 (2002) p. 281-285
- [35] K. Ikeda, N. Takata, K. Yamada, F. Yoshida, H. Nakashima, N. Tsuji, *Materials Science Forum*, 503-504 (2006) p. 925-931
- [36] B. L. Li, N. Tsuji, N. Kamikawa, *Mat. Sci. Eng. A*, 423 (2006) p. 331-342
- [37] H. Pircazi, A. Akbarzadeh, R. Petrov, L. Kestens, *Mater. Sci. Eng. A*, 497 (2008) p. 132-138
- [38] X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, Y. Minamino, *Mater. Sci. Eng. A*, 340 (2003) p. 265-271
- [39] K.-T. Park, H.-J. Kwon, W.-J. Kim, Y.-S. Kim, *Mater. Sci. Eng. A*, 316 (2001) p. 145-152.
- [40] M. Slámová, P. Homola, M. Karlik, *Mater. Sci. Eng. A*, 462 (2007) p. 106-110
- [41] H. Yan, J. G. Lenard, *Mater. Sci. Eng. A*, 385 (2004) p. 419-428
- [42] Z. Cyganek, K. Rodak, F. Grosman, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 13 (2013) p. 7-13
- [43] M. Alizadeh, E. Salahinejad, *Mat. Sci. Eng. A*, 595 (2014) p. 131-134
- [44] M. Naseri, M. Reihanian, E. Borhani, *Mat. Sci. Eng. A*, 673 (2016) p. 288-298

- [45] X. X. Huang, N. Kamikawa, N. Tsuji, and N. Hansen, *ISIJ International*, 48 (2008) p. 1080-1087
- [46] Z. P. Xing, S. B. Kang, H. W. Kim, *Metall. Mater. Trans. A*, 33A (2002) p.1521-1530
- [47] Z. P. Xing, S. B. Kang, H. W. Kim, *J. Mater. Sci.*, 39 (2004) p. 1259-1265
- [48] S. H. Lee, Y. Saito, T. Sakai, H. Utsunomiya, *Mat. Sci. Eng. A*, 325 (2002) p. 228-235
- [49] H. Sheikh, *Scripta Mater.*, 64 (2011) p. 556-559
- [50] Shibayan Roy, Satyaveer Singh D.,et.al., *Mat. Sci. Eng. A*, 528 (2011) p.8469-8478
- [51] H. R. Song, Y. S. Kim, W. J. Nam, *Metals and Materials*, 12 (2006) p.7-12
- [52] H. W. Kim, S. B. Kang, N. Tsuji, Y. Minamino, *Metall. Mater. Trans. A*, 36A (2005) p. 3151-3163
- [53] Z. P. Xing, S. B. Kang, H. W. Kim, *Scripta Mater.*, 45 (2001) p. 597-604
- [54] M. R. Rezaei, M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, *J. Mater. Proc. Tech.*, 211 (2011) p. 1184-1190
- [55] N. Kamikawa, T. Sakai, N. Tsuji, *Acta Mater.*, 55 (2007) p. 5873-5888
- [56] R. Monzen, Y. Takagawa, C Watanabe, D. Terada, N. Tsuji, *Procedia Engineering*, 10 (2011) p. 2417-2422
- [57] S. Ohsaki, S. Kato, N. Tsuji, T. Ohkubo, K. Hono, *Acta Materialia*, 55 (2007) p. 2885-2895
- [58] Charles C.F. Kwan, Zhirui Wang, *Mat. Sci. Eng. A*, 528 (2011) p. 2042-2048
- [59] H. Kitahara, S. Matsushita, M. Tsushida, S. Ando, N. Tsuji, *International Journal of Fatigue*, 92 (2016) p. 18-24

- [60] V. D. Cojocaru, D. Raducanu, D. M. Gordin, I. Cinca, *J. Alloys Compd.*, 546 (2013) p. 260-269
- [61] Y. B. Zhang, O.V. Mishin, N. Kamikawa, A. Godfrey, W. Liu , Q. Liu, *Mat. Sci. Eng. A*, 576 (2013) p. 160-166
- [62] M. Eizadjou, A. K. Talachi, H. D. Manesh, H. S. Shahabi, K. Janghorban, *Process, Composites Science and Technology*, 68 (2008) p. 2003-2009
- [63] Shibayan Roy, Nataraj B.R., et.al, *Mater. Des.*, 36 (2012) p. 529-539
- [64] R. N. Dehsorkhi, F. Qods, M. Tajally, *Mat. Sci. Eng. A*, 530 (2011) p. 63-72
- [65] H. S. Liu, B. Zhang, G. P. Zhang, *J. Mater. Sci. Technol.*, 27 (2011) p.15-21
- [66] G. Králík, J. G. Lenard, *J. Mater. Proc. Tech.*, 152 (2004) p. 154-161
- [67] Nagaraj Vinayagam Govindaraj, PhD Thesis, NTNU, Trondheim, 2013.
- [68] Irena Topić, PhD Thesis, Erlangen, 2008.
- [69] T. Inoue, A. Yanagida, J. Yanagimoto, *Materials Letters*, 106 (2013) p. 37-40
- [70] M. Slámová, P. Homola, P. Sláma, et. al., *Materials Science Forum*, Vols. 519-521 (2006) p. 1239-1244
- [71] M. Slámová, P. Homola, P. Sláma, et. al., *Materials Science Forum*, Vols. 503-504 (2006) p. 711-716
- [72] N. Hansen, X. Huang, R. Ueji, N. Tsuji, *Mater. Sci. Eng. A*, 387-389 (2004) p. 191-194
- [73] N. Hansen, D. J. Jensen, *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, 357 (1999), p.1447-1469
- [74] Ch. Kwan, PhD Thesis, Materials Science and Engineering, University of Toronto, 2011.
- [75] R. Song, D. Ponge, D. Raabe, J.G. Speer, D.K. Matlock, *Mat. Sci. Eng. A*, 441 (2006) p.1-18

- [76] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino, *Scripta Mater.*, 47 (2002) p. 893-899
- [77] L Hollang, J Scharnweber, K Reuther, W Skrotzki, *15th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-15) Journal of Physics: Conference Series*, 240 (2010) p.1-9
- [78] N. Kamikawa, N. Tsuji, X. Huang, N. Hansen, *Acta Mater.*, 54 (2006) p. 3055-3066
- [79] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, *Acta Mater.*, 57 (2009) p. 4198-4208
- [80] A. Gholinia, P. Bate, P. B. Prangnell, *Acta Mater.*, 50 (2002), p. 2121-2136
- [81] L. Su, Ch. Lu, H. Li, G. Deng, K. Tien, *Mat. Sci. Eng. A*, 614 (2014) p. 148-155
- [82] M. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, R. Jamaati, M. Hoseini, J.A.Szpunar, *Mat. Sci. Eng. A*, 556 (2012) p. 351-357
- [83] L. Hollang, J. Scharnweber, K. Reuther, W. Skrotzki, *Proc. of the 15th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA-15)*:Conference Series 240 (2010) p.1-4
- [84] P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jimenez, O.A. Ruano, F. Carreno, *Mat. Sci. Eng. A*, 556 (2012) p. 284-294
- [85] M. Starink, A.-M. Zahra, *Journal of Materials Science*, 34 (1999) p. 1117 -1127
- [86] S. Nebti, D. Hamana, G. Cizeron, *Acta Metall. Mater.*, 43 (1995) p. 3583-3588
- [87] M. Starink, A.-M. Zahra, *Acta Mater.* 46 (1998) p. 3381-3397
- [88] K. Osamura, T. Ogura, *Metall. Trans. A*, 15A (1984) p. 835-842
- [89] M. Starink, A.-M. Zahra, *Phil. Mag. A*, 76A (1997) p. 701-714
- [90] W. Wei, K.-X. Wei, Q.-B. Du, *Mater. Sci. Eng. A*, 454-455 (2007) p. 536-541
- [91] R. Goswami, G. Spanos, P. S. Pao, R. L. Holtz, *Mater. Sci. Eng. A*, 527 (2010) p. 1089-1095

- [92] J. R. Davis, Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys. ASM Intl, Metals Park OH, USA 2000.
- [93] R. Sieniawski, R. Filip, W. Ziaja, *Mater. Des.*, 18(4/6) (1997) p. 361-363
- [94] L. Tan, T.R. Allen, *Corros. Sci.*, 52 (2010) p. 548-554
- [95] A. Halap, T. Radetić, M. Popović, E. Romhanji, *Metall. Mater.Trans. A*, 45A (2014) p. 4572-4579
- [96] W. Wei, S. Gonzales, T. Hashimoto, R. Prasath Babu, G. E. Thompson, X. Zhou, *Mater. Corros.*, 67, (2016) p. 331-339
- [97] M. F. Naeini, M. H. Shariat, M. Eizadjou, *J. Alloys. Comp.*, 509 (2011) p. 4696-4700
- [98] J. Yan, N. M. Heckman, L. Velasco, A. M. Hodge, *Scientific Reports* 6, 2016, Article number: 26870 doi:10.1038/srep26870.
- [99] D. Scotto, D'Antuono, J. Gaies, W. Golumbfksie, M. L. Taheri, *Scripta Mater.*, 76 (2014) p. 81-84
- [100] G. Yi, Y. Zhu, E. Sundberg, A. T. Derrick, M. L. Free, *Corrosion.*, 72(2) (2016) p. 177-186
- [101] R. Zhang, R. K. Gupta, C. H. J. Davies, A. M. Hodge, M. Tort, K. Xia, N. Birbilis, *Corrosion.*, 72(2) (2016) p. 160-168
- [102] Mohsen Seifi, N. J. Henry Holroyd, John J. Lewandowski, *Corrosion.*, 72(2) (2016) p. 264-283
- [103] T. Radetić, M. Popović, B. Jegdić, E. Romhanji, *Mater. Corros.*, 67 (2016) p. 867-875
- [104] A. Vinogradov, T. Mimaki, S. Hashimoto, R.Z. Valiev, *Scripta Mater.*, 41 (1999) p. 319-326
- [105] T. Yamasaki, H. Miyamoto, T. Mimaki, A. Vinogradov, S. Hashimoto, *Mater. Sci. Eng. A*, 318 (2001) p. 122-128

- [106] A. Balyanov, J. Kutnyakova, N. A. Amirkhanova, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, X. Z. Liao, Y. H. Zhao, Y. B. Jiang, H. F. Xu, T. C. Lowe, Y. T. Zhu, *Scripta Mater.*, 51 (2004) p. 225-229
- [107] M. K. Chung, Y. S. Choi, J. G. Kim, Y. M. Kim, Jae-Chul Lee, *Mater. Sci. Eng. A*, 366 (2004) p. 282-291
- [108] I. Sabirov, M. Y. Murashkin, R. Z. Valiev, *Mater. Sci. Eng. A*, 560 (2013) p. 1-24
- [109] M. Kadkhodaee, M. Babaiee, H. D. Manesh, *J. Alloys Comp.* 576 (2013) p. 66-71
- [110] A. Fattah-alhosseini, S. O. Gashti, J. Mater. Eng. Perform. 2015, 24 (9) p. 3386-3393.
- [111] ASTM B928, “Standard Specification for High Magnesium Aluminum-Alloy Sheet and Plate for Marine Service and Similar Environments”, West Conshohocken, PA, ASTM International, 2004.
- [112] Yang, Young-Ki, and Todd Allen, Materials Characterization, 80 (2013) p. 76-85
- [113] ASTM E10-08, “Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials”, West Conshohocken, PA, ASTM International, 2008, www.astm.org
- [114] SRPS EN ISO 6892-1:2017 Metalni materijali – Ispitivanje zatezanjem – Deo 1: Metoda ispitivanja na sobnoj temperaturi.
- [115] ASTM G67-04 Standard Test Method for Determining the Susceptibility to Intergranular Corrosion of 5xxx Series Aluminum Alloys by Mass Loss after Exposure to Nitric Acid (NAMLT).
- [116] A. Aballe, M. Bethencourt, F. J. Botana, M. Marcos, R. Osuna, *Mater. Corros.*, 52 (2001) p. 185-192
- [117] B. V. Jegdić, Lj. S. Živković, J. P. Popić, J. Rogan, J. B. Bajat, V. B. Mišković-Stanković, *Mater. Corros.*, 67 (2016) p. 1173-1184

- [118] T. Radetić, M. Popović, E. Romhanji, *Mater. Charact.*, 65 (2012) p.16-27
- [119] Tsuji, N. (2006). Production of bulk nanostructured metals by ARB process, Severe Plastic Deformation: Toward Bulk Production of Nanostructured Materials, Progress in Severe Plastic Deformation, NOVA Publishers, New York, 545.
- [120] A. Alil, M. Popović, T. Radetić, E. Romhanji, *Metall. Mater. Eng.*, 20 (4) 2014 p. 285-295
- [121] T. Leffers, R. K. Ray, *Progr. Mater. Sci.*, 54 (2009) p. 351-396
- [122] M. Z. Quadir, M. Ferry, O. Al- Buhamad, R. R. Munroe, *Acta Mater.*, 57 (2009) p. 29-40
- [123] O. Engler, T. Hentschel, H-J. Brinkman, presented at ICOTOM 17, Dresden, Germany, 24 August - 29 August, 2014, pp. 1-6.
- [124] O. Engler, *Scripta Mater.*, 44 (2001) p. 229-236
- [125] A. Duckham, R. D. Knutsen, O. Engler, *Acta Mater.*, 49 (2001) p. 2739-2749
- [126] S.G. Chowdhury, V.C. Srivastava, B. Ravikumar, S. Soren, *Scripta Mater.*, 54 (2006) p. 1691-1696
- [127] H. Chang, M. Y. Zheng, W. M. Gan, K. Wu, E. Maawad, H. G. Brokmeier, *Scripta Mater.*, 61 (2009) p. 717-720
- [128] P. P. Bhattacharjee, S. Saha, J. R. Gatti, *J. Mater. Eng. Perf.*, 23 (2014) p. 458-468
- [129] R. Jamaati, M. R. Toroghinejad, *Mater. Sci. Eng. A*, 598 (2014) p. 77-97
- [130] M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, R. Jamaati, *Mater. Sci. Eng. A*, 561 (2013) p. 145-151
- [131] M. Eizadjou, H. D. Manesh, K. Janghorban, *J. Alloy Comp.*, 474 (2009) p. 406-415.
- [132] C. Kwan, Z. R. Wang, S. B.Kang, *Mater. Sci. Eng. A*, 480 (2008) p. 148-159
- [133] Q. Wei, S. Cheng, K. T. Ramesh, E. Ma, *Mater. Sci. Eng. A*, 381 (2004) p. 71-79

- [134] Y. T. Zhu, J. Y. Huang, J. Gubicza, T. Ungar, Y. M. Wang, E. Ma, R. Z. Valiev, *Journal of Materials Research*, 18 (2003) p. 1908-1917
- [135] E. Pink, *Acta Metall.*, 37 (1989) p. 1773-1781
- [136] E. Pink, A. Grinberg, *Aluminium*, (1984) p. 687-691.
- [137] M. Popović, E. Romhanji, *Mater. Sci. Eng. A*, 492 (2008) p. 460-467
- [138] A. Alil, M. Popović, T. Radetić, M. Zrilić, E. Romhanji, *J. Alloy Comp.*, 625 (2015) p. 76-84
- [139] D. Sampath, S. Moldenhauer, H. R. Schipper, K. Mechsner, A. Haszler, *Mater. Sci. Forum*, 331-337 (2000) p.1089-1094
- [140] Ø. Ryen, O. Nijs, E. Sjölander, B. Holmedal, H -E. Ekström, E. Nes, *Metall. Mater. Trans. A*, 37A (2006) p. 1999-2006
- [141] H. Jazaeri, F. J. Humphreys, *Acta Mater.*, 52 (2004) p. 3239-3250
- [142] H. Jazaeri, F. J. Humphreys, *Acta Mater.*, 52 (2004) p. 3251-3262
- [143] M. Koizumi, S. Kohara, H. Inagaki, *Z. Metallkd.*,91 (2000) p. 88-96
- [144] B. Tian, *Mater. Sci. Eng. A*, 349 (2003) p. 272-278
- [145] E. L. Huskins, B. Cao, K.T. Rames, *Mater. Sci. Eng. A*, 527 (2010) p. 1292-1298
- [146] ASM Handbook, Properties and Selection: Nonferrous alloys and Special-Purpose Materials, Vol. 2, Metals Park,, Ohio, 1979.
- [147] G. Horváth, N. Q. Chinh, J. Gubicza, J. Lendvai, *Mater. Sci. Eng. A*, 445-446 (2007) p. 186-192
- [148] A. Fattah-alhosseini, O. Imantalab, Y. Mazaheri, M.K. Keshavarz, *Mater. Sci. Eng. A*, 650 (2016) p. 8-14
- [149] T. Mukai, K.Higashi and S.Tanimura, *Mater. Sci. Eng. A*, 176 (1994) p. 181-189

- [150] R.H. Jones, D.R. Baer, M.J. Danielson, J.S. Vetrano, *Metall. Mater. Trans A*, 32 (2001) p. 1699-1711
- [151] L.Guan, Y. Zhou, B. Zhang, J. Q. Wang, E.-H. Han, W. Ke, *Corrosion Science*, 103 (2016) p. 255-267
- [152] W. Wei, S. Gonzales, T. Hashimoto, R. Prasath Babu, G. E. Thompson, X. Zhou, *Mater. Corros.*, 67 (2016) p. 331-339
- [153] M. L. C. Lim, R. G. Kelly, J. R. Scully, *Corrosion.*, 72(2) (2016) p. 198-220
- [154] A. Alil, M. Popović, T. Radetić, E. Romhanji, Proc. of the 2nd Int. Conf. on "Metallurgical and Materials Engineering Congress of South-East Europe", 3-5 June 2015, Belgrade, p. 111-117
- [155] A. Alil, M. Popović, J. Bajat, E. Romhanji, *Mater. Corros.*, DOI: 10.1002/maco. 201709915
- [156] D. Scotto D'Antuono, J. Gaies, W. Golumbskie, M. L. Taheri, *Acta Mater.*, 123 (2017) p. 264-271
- [157] Z. Lukacs, *J. Electroanal. Chem.*, 432 (1997) p. 79-83
- [158] Z. Lukacs, *J. Electroanal. Chem.*, 464 (1999) p. 68-75
- [159] M. Eizadjou, H. D. Manesh, K. Janghorban, *Mater. Des.*, 29 (2008) p. 909-913
- [160] M. Eizadjou, H.D. Manesh, K. Janghorban, *Mater. Des.*, 30 (2009) p. 4156-4161
- [161] Carrol and C. Breslin, *British Corrosion Journal.*, 26 (1991) p. 255-259

Biografija

Ana Alil rođena je 30.04.1985. u Beogradu. Diplomirala je 2010. na Katedri za metalurško inženjerstvo, na Tehnološko-metalurškom fakultetu Univerziteta u Beogradu, sa prosečnom ocenom 9,55. Diplomskog rad „Uticaj veštačkog starenja na ojačavanje Al-Mg-Cu legura“, odbranila je sa ocenom 10. Za izuzetan uspeh na studijama primila je diplomu fonda „Panta S. Tutundžić“, kao i specijalno priznanje Srpskog hemijskog društva najboljim studentima hemije i hemijske tehnologije na Univerzitetima u Srbiji 2010. godine. Bila je stipendista Zadužbine Studenica Kongresa Srpskog Ujedinjenja 2010/2011. Školske 2010/2011. upisala je doktorske studije na Tehnološko-metalurškom fakultetu u Beogradu, na studijskom programu Metalurško inženjerstvo. Školske 2013/2014. odbranila je završni ispit sa temom „Primena akumulativnog spajanja valjanjem (ARB postupka) za ojačavanje i rafinaciju strukture Al-Mg legura“, sa ocenom 10. U julu 2013. završila je specijalizaciju u oblasti zavarivanja prema kriterijumima Međunarodnog Instituta za Zavarivanje (IIW) i stekla zvanje međunarodni inženjer zavarivanja. U periodu 2010-2013. bila je zaposlena u Institutu Goša, Beograd, u istraživačko-obrazovnom centru iz oblasti zavarivanja i srodnih postupaka, gde je učestvovala u realizaciji i izradi elaborata za projekte sa industrijom, a od 2011. učestvuje na nacionalnim istraživačkim projektima. Od 2011. angažovana je na projektu TR 34018 „Razvoj tehnologije proizvodnje i zavarivanja Al-Mg legura visoke čvrstoće za primenu u konstrukcijama drumskih i železničkih transportnih sredstava“, koje finansira Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije. Od 2013. zaposlena je u Inovacionom centru Tehnološko-metalurškog fakulteta u Beogradu. Od 2015. angažovana je na izvođenju računskih i eksperimentalnih vežbi iz predmeta Mehanika i deformaciono ponašanje metala i Deformaciono procesiranje metala, na osnovnim akademskim studijama na studijskom profilu Metalurško inženjerstvo. Učestvovala je u izradi eksperimentalnog dela većeg broja završnih i master radova iz oblasti metalurškog inženjerstva. Završila je obuku za rad na uređaju za ispitivanje jednoosnim zatezanjem. Autor/koautor je 24 rada objavljenih u međunarodnim i nacionalnim časopisima kao i 22 saopštenja sa međunarodnih i nacionalnih konferencija.

Образац 5.

Изјава о ауторству

Име и презиме аутора Ана Алил

Број индекса 4069/2010

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

СТРУКТУРА И СВОЈСТВА ВИШЕСЛОЈНИХ Al-Mg ТРАКА ДОБИЈЕНИХ ХЛАДНИМ

ВАЉАЊЕМ

- резултат сопственог истраживачког рада;
- да дисертација у целини ни у деловима није била предложена за стицање друге дипломе према студијским програмима других високошколских установа;
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио/ла интелектуалну својину других лица.

Потпис аутора

У Београду, 30.11.2017.



Образац 6.

**Изјава о истоветности штампане и електронске
верзије докторског рада**

Име и презиме аутора	<u>Ана Алил</u>
Број индекса	<u>4069/2010</u>
Студијски програм	<u>Металуршко инжењерство</u>
Наслов рада	<u>СТРУКТУРА И СВОЈСТВА ВИШЕСЛОЈНИХ Al-Mg ТРАКА ДОБИЈЕНИХ ХЛАДНИМ ВАЉАЊЕМ</u>
Ментор	<u>др Миљана Поповић, редовни професор,</u> <u>Технолошко-металуршки факултет,</u> <u>Универзитет у Београду</u>

Изјављујем да је штампана верзија магистарског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла ради похрањења у **Дигиталном репозиторијуму Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског назива доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

Потпис аутора

У Београду, 30.11.2017.



Образац 7.

Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

СТРУКТУРА И СВОЈСТВА ВИШЕСЛОЈНИХ Al-Mg ТРАКА ДОБИЈЕНИХ ХЛАДНИМ

ВАЉАЊЕМ

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигиталном репозиторијуму Универзитета у Београду и доступну у отвореном приступу могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство (CC BY)
2. Ауторство – некомерцијално (CC BY-NC)
- (3) Ауторство – некомерцијално – без прерада (CC BY-NC-ND)
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима (CC BY-NC-SA)
5. Ауторство – без прерада (CC BY-ND)
6. Ауторство – делити под истим условима (CC BY-SA)

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци.
Кратак опис лиценци је саставни део ове изјаве).

Потпис аутора

У Београду, 30.11.2014.



- 1. Ауторство.** Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце, чак и у комерцијалне сврхе. Ово је најслободнија од свих лиценци.
- 2. Ауторство – некомерцијално.** Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела.
- 3. Ауторство – некомерцијално – без прерада.** Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела. У односу на све остале лиценце, овом лиценцом се ограничава највећи обим права коришћења дела.
- 4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима.** Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада.
- 5. Ауторство – без прерада.** Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела.
- 6. Ауторство – делити под истим условима.** Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада. Слична је софтверским лиценцима, односно лиценцима отвореног кода.