

УНИВЕРЗИТЕТ У КРАГУЈЕВЦУ ФАКУЛТЕТ ТЕХНИЧКИХ НАУКА ЧАЧАК

Љубица М. Радовић

ДЕФОРМАЦИОНО ПОНАШАЊЕ И КАРАКТЕРИСТИКЕ ЛОМА АІ-Мg ЛЕГУРА У СВЕТЛУ МЕЂУЗАВИСНОСТИ САСТАВ – ТЕХНОЛОГИЈА – СТРУКТУРА

Докторска дисертација

Чачак, 2013

ИДЕНТИФИКАЦИОНА СТРАНИЦА ДОКТОРСКЕ ДИСЕРТАЦИЈЕ

I Аутор

Име и презиме: Љубица Радовић

Датум и место рођења: 01. 01. 1966. год., Вигоште, Ариље, Република Србија

Садашње запослење: Војнотехнички институт Београд

II Докторска дисертација

Наслов: Деформационо понашање и карактеристике лома Al-Mg легура у светлу међузависности састав – технологија – структура

Број страница: 151

Број слика: 143

Број библиографских података: 191

Установа и место где је рад израђен: Војнотехнички институт Београд

Научна област УДК: 620.1(043.3)

Ментор: др Бранка Јордовић, ред. проф.

III Оцена и одбрана

Датум пријаве теме: 04. 03. 2010. год.

Број одлуке и датум прихватања докторске дисертације:

Комисија за оцену подобности теме и кандидата:

др Венцислав Грабулов, научни саветник, Институт за испитивање материјала, Београд

др Бранка Јордовић, ред. проф., Факултет техничких наука Чачак, Универзитет у Крагујевцу

др Снежана Радоњић, ред. проф., Факултет техничких наука Чачак; Универзитет у Крагујевцу

др Милентије Стефановић, ред. проф., Факултет инжењерских наука Крагујевац, Универзитет у Крагујевцу

др Миљана Поповић, ван. проф., Технолошко-металуршки факултет Београд, Универзитет у Београду

Комисија за оцену докторске дисертације:

др Венцислав Грабулов, научни саветник, Институт за испитивање материјала, Београд

др Бранка Јордовић, ред. проф., Факултет техничких наука Чачак, Универзитет у Крагујевцу

др Снежана Радоњић, ред. проф., Факултет техничких наука Чачак, Универзитет у Крагујевцу

др Милентије Стефановић, ред. проф., Факултет инжењерских наука Крагујевац, Универзитет у Крагујевцу

др Миљана Поповић, ван. проф., Технолошко-металуршки факултет Београд, Универзитет у Београду

Комисија за одбрану докторске дисертације:

др Венцислав Грабулов, научни саветник, Институт за испитивање материјала, Београд

др Бранка Јордовић, ред. проф., Факултет техничких наука Чачак, Универзитет у Крагујевцу

др Снежана Радоњић, ред. проф., Факултет техничких наука Чачак, Универзитет у Крагујевцу

др Милентије Стефановић, ред. проф., Факултет инжењерских наука Крагујевац, Универзитет у Крагујевцу

др Миљана Поповић, ван. проф., Технолошко-металуршки факултет Београд, Универзитет у Београду

Датум одбране дисертације:

Израдом ове докторске дисертације руководила је др Бранка Јордовић, ред. проф., којој се захваљујем на ангажовању и подршци у раду.

Посебну захвалност дугујем колегама Компаније "Слобода" из Чачка, колеги Милошу Бокорову из Универзитетског центра за електронску микроскопију у Новом Саду, као и сарадницима Катедре за металуршко инжењерство Технолошко металуршког факултета у Београду, на помоћи у експерименталном делу овог рада. Нарочиту захвалност изражавам др Миљани М. Поповић, ван. проф. и на саветима који су унапредили овај рад.

Захваљујем се колегама Одељења за металне материјале Сектора за материјале и заштиту Војнотехничког института, а посебно колеги мр Милутину Никачевићу, дипл. инж., на идејама, корисним саветима, сугестијама и критичким дискусијама у свим сегментима израде овог рада.

Финансирање израде ове докторске тезе обезбедило је Министарство одбране Републике Србије, Уговор. бр. 7574-2, на чему им се захваљујем.

Листа симбола

ТМП	- термомеханичка прерада
PB	- ротационо ваљање
ГВ	- ваљање глатким ваљцима
ЕГР	- енергија грешке у редоследу
AC	- хлађење на ваздуху (air cooling)
FC	- хлађење у пећи (furnace cooling)
HR	- велика брзина загревања до температуре жарења (high heating rate)
LR	- мала брзина до температуре жарења (low heating rate)
ИГТ	- изражена граница течења
ДС	- деформационо старење
СДС	- статичко деформационо старење
ДДС	- динамичко деформационо старење
OM	- оптичка микроскопија
SEM	- скенирајућа електронска микроскопија
EDS	- енергодисперзиона анализа х-зрака
TEM	 трансмисиона електронска микроскопија
ДП	- дисконтинуирано попуштање
r (%)	- степен редукције при хладном ваљању
l ₀ (mm) - дужи	ина мерног дела епрувете
b (mm)	- ширина мерног дела епрувете
PSN	- нуклеација на честицама секундарних фаза (particle stimulated nucleation)
GPB	- Guinier-Preston-Bugaryatski зоне
EGR	- енергија грешке у реодоследу
LAMB	- покретљивост границе под малим углом
НАМВ - покр	етљивост границе под великим углом
SIBM	- деформацијом изазвана покретљивост граница (strain induced boundary migration)
PLC	- The Portevin-Le Chatelier-ов ефекат
$\Delta\sigma$ (MPa)	- амплитуда напрезања
HV	- тврдоћа мерена Vickers методом
n	- индекс деформационог ојачавања
m	- осетљивост на брзину деформације
$R_{p0.2}$ (MPa)	- граница течења
$R_m(MPa)$	- затезна чврстоћа
3	-стварни степен деформације
ε _c	- критични степен деформације за почетак дисконтинуираног попуштања
$\dot{\mathcal{E}}$ (s ⁻¹)	- стварна брзина деформације
ECAP	- пресовање са екстремно великим степеном деформације
d _{sr} (µm)- сред	ња величина зрна
L _z (µm) - дужи	на линеарног одсечка зрна
L _f (µm) - дужи	на линеарног одсечка честице секундарне фазе
$L_{(\mu m)}$	- средњи линеарни одсечак.

Извод

У раду је испитан утицај технологије прераде, ротационог ваљања конуса и ваљања глатким ваљцима на структуру, физичка и механичка својства Al-Mg легура различитог хемијског састава. Коришћене су три комерцијалне Al-Mg легуре AlMg3, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, а применом различитих режима термомеханичке прераде добијена су два стуктурна стања у погледу величине зрна. Хомогена ситнозрна структура, са средњом величином зрна код свих легура 13-14 µm, и крупнозрна, са величином зрна у интервалу од 20-50 µm. Ротационим ваљањем обликовани су конуси коришћењем трнова са угловима $2\alpha=90^\circ$, 60° , 40° и 18° , при чему су остварена 4 степена деформације: 30 %, 50 %, 66 % и 84 %, респективно.

За испитивање структурних и механичких својстава Al-Mg легура у полазном стању и након деформације, у функцији садржаја Mg, величине зрна, степена деформације и примењене технологије пластичне прераде, коришћене су оптичка микроскопија (OM), скенирајућа електронска микроскопија са енегродисперзионом анализом х-зрака (SEM/EDS), трансмисиона електронска микроскопија (TEM), тест једноосним затезањем и мерење тврдоће и електричне проводљивости.

Са повећањем степена деформације, повећањем садржаја Mg у легури и смањењем величине зрна, долази до повећања границе течења и затезне чврстоће.

Показано је да при деформацији ротационим ваљањем, за разлику од ваљања глатким ваљцима, долази до појаве динамичког опорављања, што се одразило на деформационо понашање при једноосном затезању и механичка својства. Механичка својства ротационо ваљаних узорака су ниже него код узорака ваљаних глатким ваљцима са истим степеном деформације. Динамичко опорављање доводи до повећања пластичности Al-Mg легура. Претпостављено је да је појава динамичког опорављања при ротационом ваљању последица велике брзине деформације и адијабатског загревања у уској зони деформације. Лом ротационо ваљаних узорка од Al-Mg легура при једноосном затезању се одвија дуктилним механизмом. Доминанатан утицај на карактеристике лома Al-Mg легура су показали величина и расподела честица секундарних фаза. Крупне честице секундарних фаза представљају места за нуклеацију микрошупљина за време деформације и ограничавају дуктилност и способност обликовања. Успостављена је веза између полазне микроструктуре, чврстоће и дуктилности са карактеристикама површине прелома Al-Mg легура.

Abstract

The development of the microstructures, and changes of the mechanical and phisical properties during deformation of Al-Mg alloys (3-6 % Mg) by shear spinning and cold rolling were investigated. Four mandrels with different angles of 2α =90°, 60°, 40° and 18°, were used for shear spinning, and reduction of 30%, 50%, 66% μ 84 % were achieved, respectively. The microstructure and mechanical properties in annealed and deformed Al-Mg alloys were examined by means of optical microscopy, SEM/EDS, TEM, tensile testing, hardness and electrical conductivity measurement.

With increase of reduction and Mg content, as well as decrease of the grain size, the yield stress and ultimate tensile strength of Al-Mg alloys increase.

It was shown that during shear spinning, unlike cold rolling, dynamic recovery occurres, what affect the deformation behaviour during tensile test and mechanical properties. Mechanical properties of Al-Mg alloys after shear spinning are lower compared to cold rolling at the same reduction. Dynamic recovery increases the plasticity of Al-Mg alloys. It was assumed that dynamic recovery during shear spinning is result of high strain rate and adiabatic heating in a small deformation zone.

Fracture of shear spun specimens during uniaxial tensile occure by ductile mechanism. The size and distribution of the second phase particles showed the dominant influence on the fracture. Existance of the coarse second phase particles provides damage nucleation sites during forming processes and limits the ductility and spinnability of Al-Mg alloys. The relationship between initial microstructure, strength and ductility with facture surface characteristics was established.

САДРЖАЈ

Л	иста симбола	5
И	ЗВОД	6
A	bstract	7
1	Увод	10
2	Литературни преглед	14
	2.1 Комериијалне легуре алуминијума	14
	2.1.1 Подела алуминијумских легура	14
	2.1.2 Механизми ојачавања	14
	2.1.2.1 Растварајуће ојачавање	14
	2.1.2.2 Ојачавање због присуства талога на бази Mn	16
	2.1.2.3 Ојачавање деформацијом	17
	2.1.2.4 Ојачавање границама зрна	17
	2.2 Комерцијалне Al-Mg легуре (серија 5xxx)	
	2.2.1. Утицај садржаја Мд на својства Al-Mg легура	19
	2.2.1.1 Утицај садржаја Мд на микроструктуру	19
	2.2.1.2 Утицај садржаја Мд на механичка и физичка својства	21
	2.2.2 Утицај додатка Мп на својства Al-Mg легура	26
	2.2.2.1 Утицај додатка Мп на структуру	26
	2.2.2.2 Утицај додатка Мп на механичка и физичка својства	26
	2.3. Деформација Al-Mg легура	27
	2.3.1 Ротационо ваљање	27
	2.3.2 Ваљање глатким ваљцима	32
	2.3.3 Деформационо понашање при једноосном затезању	34
	2.3.3.1 Динамичко деформационо старење	34
	2.3.3.2 Способност деформационог ојачавања	41
	2.3.3.3 Пластична нестабилност	43
	2.4. Понашање деформисаних легура у току загревања	43
	2.4.1. Опорављање	43
	2.4.2. Рекристализација	48
	2.4.3. Раст зрна	49
	2.5. Механизми лома у Al-Mg легурама	49
	2.5.1 Макроскопски изглед прелома при једноосном затезању	49
	2.5.2 Микроскопске карактеристике лома	51
	2.6 Квантитативна микроструктурна анализа	57
	2.6.1 Методе мерења величине зрна и честица секундарних фаза	58
	2.6.2 Расподела величине честица секундарних фаза	59
	2.6.3 Приказивање резултата	62
3	Експериментални рад	65
	3.1 Материјал	65
	3.2. Деформација	66
	3.2.1. Ротационо ваљање	67
	3.2.2. Хладно ваљање глатким ваљцима	67
	3.3. Испитивање механичких својстава	68
	3.3.1. Мерење макро и микротврдоће	68
	3.3.2. Испитивање једноосним затезањем	68
	3.4. Испитивање физичких својстава	68

	3.4.1. Мерење електричне проводљивости	68
	3.5. Карактеризација микроструктуре	69
	3.5.1 Оптичка микроскопија	69
	3.5.2. Скенирајућа електронска микроскопија	69
	3.5.3. Трансмисиона електронска микроскопија	70
	3.5.4. Квантитативна микроструктурна анализа	70
4	Резултати	72
	4.1 Полазна микроструктура	72
	4.2 Идентификација фаза у структури Al-Mg легура	75
	4.2.1 Оптичка микроскопија	75
	4.2.2 Микротврдоћа фаза	76
	4.2.3 SEM микроскопија и EDS анализа	76
	4.3 Расподела величине честица секундарних фаза	82
	4.4 Ротационо ваљани конуси	86
	4.5 Микроструктура Al-Mg легура у деформисаном стању	90
	4.5.1. Микроструктура ротационо ваљаних Al-Mg легура	90
	4.5.2 Лом честица секундарних фаза	92
	4.6 Механичка својства деформисаних Al-Mg легура	95
	4.6.1 Деформационо понашање и механичка својства ротационо ваљаних	
	Al-Mg легура	95
	4.6.2 Упоредна анализа деформационог понашања и механичких својстава Al-	Mg
	легура при ротационом ваљању и ваљању глатким ваљцима	97
	4.7 Електрична проводљивост	101
	4.8 Трансмисиона електронска микроскопија	103
	4.9 Карактеристике лома Al-Mg легура	110
	4.9.1 Макроскопске карактеристике лома (стерео оптичка микроскопија)	110
	4.9.2 Макроскопске карактеристике површине прелома (SEM)	112
	4.9.3 Микроскопске карактеристике лома	114
5	Дискусија	122
	5.1 Полазна микроструктура	122
	5.1.1 Средња величина зрна и расподела величине зрна	122
	5.1.2 Идентификација секундарних фаза у Al-Mg легурама	123
	5.1.3 Расподела величине честица секундарних фаза	124
	5.1.4 Лом честица секундарних фаза при претходној деформацији	126
	5.1.5 Дислокациона субструктура	127
	5.2 Микроструктура и механичка својства деформисаних Al-Mg легура	127
	5.3 Деформационо понашање и механичка својства деформисаних Al-Mg	
	легура	129
	5.4 Електрична проводљивост	131
	5.5 Карактер прелома ротационо ваљаних елемената при једноосном	
	затезању	132
	5.5.1 Макроскопске карактеристике лома	133
	5.5.2 Микроскопске карактеристике лома	133
6	Закључак	137
7	Литература	140

1 Увод

Због специфичне комбинације својстава (густине, механичких својстава, корозионе отпорности, способности обликовања, цене и др.), област примене алуминијумских легура се шири, и оне су и даље атрактивне за истраживаче. Посебно је изражен захтев за смањењем масе компонената ради повећања енергетске ефикасности, нарочито у ракетној техници, авио и аутомобилској индустрији и индустрији амбалаже. У циљу што адекватнијег избора материјала, који ће датим процесом обезбедити најбољу комбинацију употребних својстава и трошкова производње, врши се оптимизација како, хемијског састава, тако и процесних параметара прераде.

Алуминијумске легуре са магнезијумом као главним легирајућим елементом, серије 5xxx, представљају важну групу комерцијалних Al легура које имају највећу примену у аутомобилској, транспортној, индустрији амбалаже, авиоиндустрији и ракетној техници.

Главни допринос чврстоћи ових легура дају растварајуће ојачавање и хладна деформација, а мање ојачавање границама зрна и текстуром. Растварајуће ојачавање се постиже присуством супституцијски растворених атома Mg у чврстом раствору Al. Поред Mg који је главни легирајући елемент и који има велику растворљивост у чврстом раствору, ове легуре садрже и друге легирајуће и пратеће елементе (Mn, Fe, Si, Cr, Zn, Cu, Ti, Ni), који због ограничене растворљивости граде нерастворне интерметалне фазе. Ови елементи мање утичу на повећање чврстоће од Mg, али имају значајну улогу на промене у структури које настају у току загревања Al-Mg легура, тј. имају велику улогу у контроли величине и хомогености расподеле зрна, утичу на физичка својства и корозиону постојаност. Иначе ове легуре показују одличну корозиону постојаност и добру заварљивост.

Познато је да величина зрна представља један од најважнијих структурних параметара код легура које су намењене обликовању. У зависности од намене полупроизвода, захтевана величина зрна може бити веома различита. На пример, ситнозрна структура је повољнија у случају кад се захтева повећање чврстоће, а крупнозрна структура је повољнија са аспекта способности обликовања.

Финална величина зрна у Al-Mg легурама је последица претходне термомеханичке прераде. У току деформације долази до значајног повећања густине дислокација. У структури се стварају густи дислокациони сплетови, јер доминирају процеси стварања и умножавања дислокација у односу на динамичко опорављање. Слободна путања за кретање дислокација се смањује а чврстоћа легуре се повећава. Највећи ефекат се постиже при хладној пластичној деформацији, јер је опорављање, као термално активиран процес отежано. Укупна енергија акумулирана у току деформације је пропорционална повећању густине дислокација. Код Al-Mg легура растворени атоми у чврстом раствору највише доприносе деформационом ојачавању, јер отежавају процес динамичког опорављања и густина дислокација се повећава у току деформације. Утицај дисперзоида и конституената на ојачавање деформацијом зависи од природе реакције дислокација са њима (еластична, хемијска, дисперзна), као и врсте дисперзоида и конституената. При загревању деформисаног метала долази до ослобађања енергије која је акумулирана за време деформације и то процесима опорављања и рекристализације. Под опорављањем се подразумевају све промене које се дешавају у деформисаном металу пре него што се појаве нова недеформисана зрна. Потпуна замена деформисане структуре недеформисаном се одвија путем ставарања и раста нових зрна у процесу рекристализације. Опорављање обично претходи рекристализацији и одвија се на нижим температурама.

Оба ова процеса се могу одвијати у току самог процеса деформације (динамички услови) или након деформације (статички услови). Рекристализација је дифузионо контролисани процес који се одиграва у две фазе: (а) фази настанка – нуклеације недеформисаних зрна и (б) фази раста стабилних недеформисаних зрна. Оба процеса су дифузионог карактера и брзина којом се одигравају зависи од комбинације температуре и времена загревања. Ако је брзина настанка клица (N) већа од брзине раста зрна (G), ствара се велики број зрна која споро расту, те је финална структура ситнозрна. Са друге стране, ако је брзина настанка клица (N) мања од брзине раста зрна (G), ствара се мањи број зрна која брзо расту, те је финална структура крупнозрна. Однос ових брзина зависи од: степена деформације који претходи рекристализацији, температуре загревања и времена загревања и он се одређује за сваку легуру (хемијски састав) посебно. Преферентна места за појаву клица недеформисане структуре су границе зрна и субзрна. Што се тиче присутних честица у структури, њихов утицај није једнозначан, тј. неке од њих убрзавају стварање клица, а неке спречавају појаву клица. Претпоставља се да је одлучујући параметар површински напон (баријера) на граници основа/талог. Што се тиче брзине раста зрна, сматра се да утицај честица практично зависи искључиво од њихове величине и међусобног растојања. Величина честица секундарних фаза се контролише такође примењеним режимом термомеханичке прераде.

Према томе, избор оптималног термомеханичког режима је трајни истраживачки циљ, јер је тако могуће једнозначно контролисати величину зрна и величину честице и њихов утицај на експлоатациона својства. Ова сазнања су такође битна и за добијање резултата који омогућавају једнозначно дефинисање почетних и граничних вредности неопходних за моделирање процеса деформације.

Резултујућа микроструктура и величина зрна добијена применом различитих режима термомеханичке прераде одређују њихове механичка својства и утичу на способност обликовања ових легура. Осим тога, величина и расподела секундарних фаза утиче на понашање легура при деформацији и у значајној мери одређује механизам лома. Сматра се да кључну улогу у механизму лома у овим легурама имају тип, величина и расподела честица секундарних фаза. Познавање понашања при лому је важно како са аспекта прераде, тако и са аспекта експлоатације, те је веома битно успоставити везу између механизма лома и микроструктуре ради што оптималнијег избора технологије прераде и структуре легуре за одређену намену.

Утицај микроструктуре на деформационо понашање и лом Al-Mg легура након хладног ваљања је предмет многих истраживања. Међутим, у случају ротационог ваљања, било конусних или цилиндричних елемената, утицају наведених фактора на својства обликованих елемената, деформационо понашање и лом, нарочито растворно ојачаних Al легура, које су погодније за ротационо ваљање у односу на таложно ојачане Al легуре, није у литератури посвећена довољна пажња.

Познато је да се технологијом ротационог ваљања могу остварити велики степени деформације уз примену далеко мање силе, односно енергије за деформацију, у односу на конвенционалне поступке обликовања, захваљујући чињеници да је у сваком моменту времена диференцијално мала запремина подвргнута деформацији. Осим тога, ротационим ваљањем могу се израђивати осносиметрични конусни или цилиндрични елементи са праволинијском или криволинијском изводницом, са константном или променљивом дебљином зида, уз мањи утрошак енергије, нижу цену израде, велику димензиона тачност и стабилност, висок квалитет унутрашње и спољне површине. Инсталисана снага машине и простор за смештај опреме су значајно мањи у односу на конвенционалне поступке израде металних делова. Због тога је ова технологија супериорна кад је у питању израда конусних и цилиндричних елемената у ракетној техници (оплате, контактне и балистичке капе, млазнице, кошуљице бојевих глава, кумулативни левци и коморе мотора) и авиоиндустрији (носне капе, делови мотора, хидраулични и пнеуматски цилиндри) и многи други елементи.

Обзиром да се примена танкозидних конусних елемента од алуминијумских легура повећава са све убрзанијим развојем ракетне, авио и војне индустрије, повећава се и интерес за истраживања у овој области.

Из тих разлога у овом раду ће бити анализирано деформационо понашање при једноосном затезању и понашање при лому три Al-Mg легуре, ротационо ваљане са различитим степеном деформације. Користиће се легуре са садржајем Mg од 3 %, 4,5 % и 6 % и додатком Mn, у два структурна стања у погледу величине зрна. Нарочити велики интерес за истраживање има легура са 6% Mg и додатком Mn, код које се деформацијом може постићи чврстоћа и преко 500 MPa, па зависно од захтева, може заменити таложно ојачане легуре алуминијума. Тиме се могу обезбедити својства елемената које одговарају легурама серија 2xxx (Al-Cu), 6xxx (Al-Si-Mg) и 7xxx (Al-Zn-Mg/Cu) у таложно ојачаном стању добијени конвенционалним поступцима, чиме се знатно поједностављује процес израде и смањује цена.

Да би се утврдило да ли је могуће проценити својства ротационо ваљаних елемената од Al-Mg легура и оценити деформационо понашање и понашање при лому на основу резултата добијених испитивањем лимова деформисаним глатким ваљцима, обзиром на различита напонска стања, извршиће се поређење резултата добијених применом ове две технологије.

Претпоставка је да је су ниже механичка својства ротационо ваљаних елемената који су деформисани истим степеном деформације као и хладно ваљани лимови, што је

примећено у ранијим истраживањима, како на челицима, тако и Al легурама, последица значајно мање површине додира алата-ролни и метала за разлику од ваљања на глатким ваљцима. Тиме је сама запремина у којој долази до деформације мања, те се може очекивати појава динамичког опорављања које изазива смањење ефеката дислокационог ојачавања, а тиме и нижу чврстоћу.

2 Литературни преглед

2.1 Комерцијалне легуре алуминијума

2.1.1 Подела алуминијумских легура

Алуминијум и његове легуре се деле на две групе:

• легуре за ливење,

легуре за пластичну деформацију (ливене и механички прерађене, тј. ваљане),

и даље на подгрупе:

- термички обрадиве (ојачавају термичком обрадом тј. термичким таложењем)
- термички необрадиве, тј. растворно ојачане (ојачавају растварањем легирајућих елемената у чврстом раствору и деформацијом).

Према основном легирајућем елементу алуминијумске легуре су сврстане у 8 група, као што је приказано у табели 2.1.

Ознака	Главни легирајући	Ознака	Главни легирајући		
Ознака	елемент	Ознака	елемент		
1xxx	Нема (99,9 Al)	5xxx	Mg		
2xxx	Cu	6xxx	Mg+Si		
3xxx	Mn	7xxx	Zn		
4xxx	Si	8xxx	Sn, Li и др. елементи		

Табела 2.1. Подела алуминијумских легура према главним легирајућим елементима [1]

Према ASTM и EN нормама оне се означавају са 4 цифре које означавају легирајуће елементе према утицајности. Стање легуре се означава латиничним словом, Т или H, и 2 до 4 цифре. Т за термички обрадиве и H за растворно ојачане легуре које додатно ојачавају деформациијом. Додатна бројчана ознака означава термичко стање ако је иза слова T, односно деформисано стање, ако је иза ознаке H.

2.1.2 Механизми ојачавања

Главни механизми ојачавања у Al-Mg легурма су: растварајуће ојачавање и хладна деформација. Мањи допринос чврстоћи дају ојачавање честицама секундарних фаза, границама зрна и текстуром.

2.1.2.1 Растварајуће ојачавање

Растварајуће ојачавање настаје услед реакције дислокација са супституцијски раствореним атомима легирајућих елемената у чврстом раствору алуминијума. Да би

допринео ојачавању у комерцијалним растворно ојачаним Al легурама додати елемент мора имати значајну растворљивост у Al на температури жарења, мора бити задржан у чврстом раствору после спорог хлађења са температуре жарења и не сме реаговати са другим елементима и стварати нерастворне фазе. У табели 2.2 дате су вредности максималних растворљивости елемената у алуминијуму.

Елемент	Температура ¹	Максимална растворљивост у чврстом раствору			
	(°C)	Mas. (%)	At. (%)		
Бакар	548	5,65	2,4		
Железо	655	0,05	0,025		
Магнезијум	450	17,4	18,5		
Манган	658	1,82	0,90		
Силицијум	577	1,65	1,59		
Хром	661	0,77	0,40		
Цинк	443	82,8	66,4		
Цирконијум	660,5	0,28	0,08		

Табела 2.2: Растворљивост елемената у чврстом раствору алуминијума [1]

¹ Максимална растворљивост на еутектичкој, односно перитектичкој температури.

На 20°С растворљивост Mg и Zn је око 2 %, а испод 0,1 % за остале елементе приказане у табели 2.2. Mg, Cu, Zn и Si су најчешћи легирајући елементи у алуминијуму који имају довољну растворљивост, док Cr, Mn и Zr се примарно користе због образовања фаза које имају улогу у контроли величине зрна.

Растварајућем ојачавању у Al-Mg легурама највише доприноси присуство Mg [2-4], управо због његове велике растворљивости. Због разлике у атомским пречницима (пречник атома Mg је већи за 12% од пречника Al) магнезијум у алуминијуму проузрокује значајну дисторзију кристалне решетке, што проузрокује ојачавање [1].

Растворени атоми, као и дислокације, изазивају појаву еластичних напрезања у решетки. Да би се смањила унутрашња енергија решетке растворени атоми се окупљају око дислокација и реагују са њима у току деформације. Могу да реагују са дислокацијама у статичким и динамичким условима. У статичким условима растворени атоми се окупљају око дислокација и образују тзв. Cotrell-ове атмосфере. У динамичким условима растворени атоми реагују са дислокацијама које се под утицајем спољњег напрезања крећу по равнима клизања. За кретање дислокација које су ступиле у реакцију са раствореним атомима или дислокација око којих су образоване атмосфере растворених атома, потребно је применити веће напрезање него за кретање дислокација око којих је концентрација растворених атома једнака просечној концентрацији у чврстом раствору.

На слици 2.1 приказан је утицај растворених атома, који су најчешће присутни у растворно ојачаним легурама Al, на границу течења Al легура у односу на чист Al.



Слика 2.1. Утицај растворених атома на повећање границе течења чистог АІ [2].

Највећи утицај на ојачавање Al-Mg легура Mn има када је присутан у чврстом раствору [3-5], око 115-145 MPa/mas.% Mn [5]. Дакле, он ефикасније ојачава легуру по at. % додатог елемента од Mg, као што је приказано на слици 2.1. Међутим, само 0,2-0,3 mas.% Mn (0,1-0,15 at.%) [2] (0.14 mas.% [5]) се налази у чврстом раствору. Његова растворљивост је мања од растворљивости Mg по at.%.

Сличано је и са утицајем бакра. Додатак Си у већини растворно ојачаних комерцијалних Al легура је обично ограничен на 0,3 mas.% (0,1 at.%) да би се избегло стварање конституената Al-Cu-Fe типа, талога на границама зрна или ефекта таложног ојачавања. У новије време интензивна истраживања се врше на новој поткласи легура серије 5xxx, Al-Mg-Cu легурама код којих је додатак Cu већи. Цинк има велику растворљивост, али он незнатно доприноси ојачавању механизмом растварајућег ојачавања.

2.1.2.2 Ојачавање због присуства талога на бази Мп

Поред тога што манган у чврстом раствору алуминијума знатно доприноси ојачавању Al-Mg легура (види 2.1.2.1), ако је присутан у већем проценту (због мале растворљивости), гради дисперзоиде Al-Mn и Al-Fe-Mn типа. Улога дисперзоида је већа у постизању оптималне величине зрна него у повећању чврстоће [1, 2, 6]. Њихова улога у повећењу чврстоће се огледа у томе што је ојачавање деформацијом много веће у њиховом присуству (слика 2.2). Фине честице дисперзоида на бази Mn се не могу деформисати, али представљају препреке за кретање дислокација и то ефикасније уколико је растојање између њих мање. Ако је Mn присутан у облику секундарних фаза, онда Mg ефикасније ојачава легуру него Mn.



Слика 2.2. Затезне својства Al-Mg-Mn легура у деформисаном стању [7].

2.1.2.3 Ојачавање деформацијом

Ојачавање деформацијом је основни механизам ојачавања легура које се термички не обрађују, тј. не ојачавају термичким таложењем. У току деформације долази до значајног повећања густине дислокација. У структури се стварају густи дислокациони сплетови, јер доминирају процеси стварања и умножавања дислокација у односу на динамичко опорављање. Слободна путања за кретање дислокација се смањује а чврстоћа легуре се повећава. Највећи ефекат се постиже при хладној пластичној деформацији, јер је опорављање, као термално активиран процес отежано. Код Al-Mg легура растворени атоми у чврстом раствору највише доприносе деформационом ојачавању, јер отежавају процес динамичког опорављања и густина дислокација се повећава у току деформације [8]. Утицај конституената (нерастворних интерметалних фаза које се образују за време очвршћавања) и дисперзоида (мање интерметалне фазе које се образују за време топле прераде) на ојачавање деформацијом зависи од природе и врсте конституената и дисперзоида, као и од реакције дислокација са њима (еластична, хемијска, дисперзна) [8].

2.1.2.4 Ојачавање границама зрна

Чврстоћа Al-Mg легура у жареном стању највише зависи од степена растварајућег ојачавања због присуства растворених атома Mg и ојачавања границама зрна. Границе зрна представљају ефикасне препреке за кретање дислокација, јер разлика у оријентацији два суседна зрна представља основни разлог због кога дислокације не могу да пређу из једног у суседно зрно [8]. Граница течења једне легуре по Hall-Petch-овој једначини

износи: $\sigma_0 = \sigma_T + \sigma_{gz}$, где је σ_T напрезање које је потребно применити да се савлада трење решетке и изазове клизање у унутрашњоси зрна, а σ_{gz} напрезање које је потребно применити да се савлада отпор границе зрна и клизање пренесе из једног у суседно зрно. Ова једначина јасно показује да на границу течења утичу границе зрна и да се она повећава са смањењем величине зрна (слика 2.3) [8, 9].



Слика 2.3. Утицај величине зрна на границу течења АІ-Мg легура [9].

Вредност границе течења зависи и од облика зрна и текстуре, али и хомогености у погледу величине зрна. Величина зрна у Al-Mg легурама највише зависи од садржаја дисперзоида на бази Mn, степена деформације при хладном ваљању и услова завршног жарења (температура и време). Ојачавање границама зрна у Al-Mg легурама израженије је него у осталим Al легурама [9, 10].

2.2 Комерцијалне Al-Mg легуре (серија 5xxx)

Al-Mg легуре имају широку примену и најчешће су предмет истраживања од свих ојачаних алуминијумских легура. Захваљујући првенствено растворно ефекту растварајућег ојачавања услед присуства Mg, великој способности деформационог ојачавања, доброг односа чврстоће и дуктилности, великој способности обликовања у сложеним операцијама пресовањем лимова, али и корозионе постојаности и добре заварљивости, интерес за повећањем садржаја Мд у овим легурама се повећава. Осим тога, њихова прерада не укључује каљење, које је критична операција за постизање тачности димензија. Са повећањем саржаја Mg могуће је постићи велику чврстоћу и велику брзину дефомационог ојачавања. У исто време, повећање садржај Мд не утиче битно на пад издужења, чак се и повећава [11].

2.2.1. Утицај садржаја Мд на својства Al-Мд легура

2.2.1.1 Утицај садржаја Мд на микроструктуру

Промене механичких и физичких својстава Al-Mg легура у највећој мери су последица утицаја садржаја Mg на микроструктуру. Додатак Mg у Al-Mg легурама утиче на густину и распоред дислокација, брзину динамичког опорављања, опорављање, рекристализацију, а тиме и на резултујућу величину зрна и текстуру [12-15].

При пластичној деформацији густина дислокација се повећава за неколико редова величине у односу на недеформисано стање, при чему се образује дислокациона субструктура. Распоред дислокација није случајан. Већина се "акумулира" на границама. При малом степену деформације јављају се појединачне дислокације, док се са повећањем степена дефомације и повећањем густине дислокација стварају дислокациони сплетови који се повезују у мрежу и образују или ћелијску субструктуру, као што је случај код чистог Al, или субструктуру типа Taylor-ове решетке, као у Al-Mg легурама [16, 17]. На образовање ћелијске субструктуре утичу енергија грешке у редоследу (ЕГР), температура и брзина дефомације. Чист Al већ при малом степену деформације (око 5 %) показује ћелијску субструктуру где су појединачне дислокације јасно видљиве, Са повећањем степена деформације ћелијска структура је јаснија, док је при великом степену деформације (ε>2) присутна структура субзрна [12, 18]. При хладној деформацији Al, при средњем и великом степену деформације, када се образује изражена ћелијска субструктура, многе границе субзрна постају границе под великим углом, са углом дезоријентације од 10-15° [19]. Међутим, при деформацији Al-Mg легура, расподела дислокација се знатно разликује од расподеле у чистом Al (слика 2.4), што је директна последица утицаја додатка Mg [12, 20-21]. При великом садржају Mg густина дислокација унутар субзрна при хладној деформацији је знатно већа, што се открива анализом структуре на трансмисионом електронском микроскопу.



Слика 2.4. ТЕМ микрофотографија. Утицај садржаја Мд на расподелу дислокација: a) Al (AA1050) и б) AlMg3 легура. Обе легуре су хладно ваљане са истим степеном деформације (ε=2,3, e=90 %) [20].

На ТЕМ микрофотографији приказаној слици 2.5 се уочава јасна разлика у расподели и густини дислокација у AlMg3 легури и алуминијуму (AA1050), при чему су деформисани истим степеном деформације. Тенденција ка образовању ћелијске субструктуре је последица динамичког опорављања чиме се смањује еластична енергија, нарочито код великих степена деформације [22]. Међутим, са додатком Mg смањује се ЕГР и образовање дислокационе субструктуре се мења, тако да се при деформацији Al-Mg легура образовање ћелијске субструктуре отежано [16, 20]. Код пов.ц.к. метала са ниском ЕГР, као што су Al-Mg легуре, попречно клизање је отежано, покретљивост празнина је мала, па су и процеси динамичког опорављања и поништавања дислокација (који су потребни за образовање ћелијске субструктуре), занемарљиви. Због тога се код њих образује дислокациона субструктура која се састоји од неправилно распоређених дислокација променљивог знака најчешће ивичне оријентације. Тако, супротно од Al, у AlMg3 легури, се образује структура са равномерним распоредом дислокација, чак и при релативно великом степену деформације $\epsilon \approx 0.2$ (e=18 %) (слика 2.6).



Слика 2.5. ТЕМ микрофотографија. Микроструктура Al након деформације притиском: a) $\varepsilon \approx 0,05$, (b) $\varepsilon \approx 0,2$ [12].

Слика 2.6. ТЕМ микрофотографија. Микроструктура AlMg3 легуре након деформације притиском на собној температури (а) $\varepsilon \approx 0,05$, (b) $\varepsilon \approx 0,2$ [12].

Дислокациона субструктура Al-Mg легура у највећој мери зависи од присуства растворених атома Mg у чврстом раствору, али и од присутних секундарних фаза на бази Mg и Mn. Атоми Mg се окупљају око језгра дислокација или се групишу у накупине чиме блокирају њихово кретање. Такође велика разлика у атомским пречницима Mg и Al утиче на смањење покретљивости и отежава расподелу дислокација [23]. Са повећањем садржаја Mg густина дислокација се значајно повећава. Дислокације се нагомилавају на препрекама, а нове се стварају механизмом умножавања. Осим тога ако су у структури присутне крупније честице талога (≥1 µm) у њиховој околини ствара се велики број дислокација, а ако се ради о финијим честицама талога, ствара се равномернији распоред дислокација. Ове карактеристике имају значајног утицаја на кинетику процеса опорављања и рекристализације који се јављају при загревању деформисаних метала и легура. Повећање садржаја Mg y Al-Mg легурама утиче и на хомогеност расподеле величине зрна, облик зрна и текстуру, као и на температуру рекристализације [1, 13, 14, 24]. Утицај Mg на температуру рекристализације је сложен и зависи од тога да ли се Mg налази у чврстом раствору или у облику честица фаза, па због тога у литератури мишљења нису усаглашена. По некима, ако је Mg присутан у чврстом раствору температура рекристализације расте, а ако је присутан у облику Mg₅Al₈ фазе не утиче битно на температуру рекристализације [1]. По другим ауторима температура рекристализације пада са повећањем садржаја Mg до 5% а затим расте [13]. Такође се наилази на став да додатак Mg до 1% успорава рекристализацију, јер растворени атоми Mg смањују покретљивост граница под великим углом чиме се онемогућава нуклеација зрна при опорављању [24]. Са повећањем садржаја Mg изнад 1% брзина рекристализације се значајно повећава, што се објашњава повећањем густине дислокација, а тиме и покретачке силе за рекристализацију.

Уобичајени метод за комерцијалну прозводњу алуминијумских легура је директно ливење које је праћено термомехнаичком прерадом (ТМП), као што је ваљање или екструзија. Грешке при ливењу, као што су микросегрегације и порозност, које су уобичајено присутне у ливеној стуктури, могу утицати на значајан пад механичких својстава. Микросегрегације се смањују за време хомогенизације, међутим порозност заостаје, чак се и величина пора и њихов проценат повећава. Хемијски састав и услови очвршћавања такође имају утицај на образовања пора за време очврпшћавања.

Испитивања више аутора су показала садржај Mg утиче и на образовање порозности у току ливења Al-Mg легура, при чему је показано да се порозност повећава са повећањем садржаја Mg [25, 26]. Када је % Mg мањи од 2 %, порозност је мала и равномерно распоређена од површине ка центру слаба. Међутим, у легурама од 2-6 % Mg величина пора и њихов удео се значајно повећавају [26, 27].

Додатак Mg повећава чврстоћу Al-Mg легура. Међутим, у легурама преко 4,5 % Mg, долази до издвајања анодних Al-Mg интерметалних фаза на границама зрна, при чему отпорност на корозију почиње постепено да пада. Ове фазе су анодног карактера у односу Al основу што доводи до појаве интеркристалне корозије [28-31].

2.2.1.2 Утицај садржаја Mg на механичка и физичка својства

Чист алуминијум има веома малу границу течења (7-11 MPa), али услед велике растворљивости Mg у чврстом раствору алуминијума (Табела 2.2), постиже се њено значајно повећање. Чврстоћа Al-Mg легура у жареном стању постиже се у највећој мери растварајућим ојачавањем (слике 2.7 и 2.8) и ојачавањем границама зрна (слика 2.3 погл.2.1.2.4), сагласно Hall-Petch-овој једначини:

$$\sigma_{v} = \sigma_{0} + kd^{-1/2} \tag{2.1}$$

где је σ_v -напон течења (MPa), d-величина зрна (μ m), σ_0 -напон услед унутрашњег трења решетке, који одражава ојачавање услед растворених атома Mg у чврстом раствору, а k- je константа. На слици 2.7 приказана је зависност σ_0 од садржаја Mg која показује да се σ_0 линеарно повећава са повећањем садржаја Mg, и то око 15,5 MPa/mas.% Mg [9]. По другим изворима напон σ_0 износи 19 MPa/mas.% [7]. Вредност константе k се такоће повећава са повећањем садржаја Mg тако да су добијене вредности Petch-ових параметара за легуре AA5754: k=0,22 MNm^{-3/2}, σ_0 =42,5 MPa; AA5182: k=0,30 MNm^{-3/2}, σ_0 =57,6 MPa [9]. Ito другим ауторима допринос Мд ојачавању је чак и већи по таз.% [7]. Максимална растворљивост Mg у чврстом раствору Al износи 17,4 % на 450°C, а на собној температури 1,9 %, у равнотежним условима [32]. Како се равнотежни услови постижу при веома малим брзинама хлађења ($<5 \cdot 10^{-4}$ °/час), у легурама са више од 2-3% Mg при већим брзинама добија се пресићени чврсти раствор, чиме се постиже већи степен растварајућег ојачавања.

Због отежаног премештања и поништавања дислокација, односно отежаног формирања субзрна, деформационо ојачавање се интензивира, а брзина деформационог ојачавања се повећава са повећањем садржаја магнезијума [3, 33, 34]. Утицај садржаја Mg на брзину деформационог ојачавања је последица отежаног динамичког опорављања и приказан на слици 2.8. Такође се види, да је утицај Мп на брзину деформационог ојачавања у Al-Mg легурама је већи од утицаја Мд (око три пута). Највећу утицај на деформационо ојачавање Мg има у II и III степену ојачавања услед отежаног динамичког опорављања. Тако да је, осим границе течења и зависност затезне чврстоће од садржаја Мд је скоро линеарна [35, 36].





трења решетке [9].

Слика 2.7. Утицај садржаја Мд на напон Слика 2.8. Утицај садржаја Мд и Мп на брзину деформационог ојачавања у легури AA3103 [3].

Присуство растворених атома Мд доводи до појаве пластичне нестабилности при деформацији, која је позната као Portevin-Le Châtelier (PLC) ефекат [15, 37, 38] (види 2.3.3). Показано је да овај ефекат постаје израженији са повећањем садржаја Mg [3, 15, 37].

Al-Mg легуре за деформацију садрже и до 6% Mg. Повећање чврстоће Al са додатком до 1% Mg праћено је наглим падом дуктилности (слика 2.9), док при већим садржајима дуктилност остаје непромењена, чак и показује благи пораст. Утицај Mg на дуктилност је двојак. С једне стране већи садржај Mg успорава дислокације, и тиме стабилише пластично течење. Растворени атоми Mg сегрегирају ка дислокацијама, блокирају их и тиме отежавају динамичко опорављање, што је евидентно на основу отежаног образовања субзрна, односно ћелијске субстуктуре. Због тога се велика брзина деформационог ојачавања задржава до већих степена деформације [14, 39]. Међутим, у легурама које садрже изнад 5 % Mg може доћи лако до динамичке рекристализације у одређеним условима температуре и брзина деформације, што у одсуству честица секундарних фаза може довести до повећања зрна. Тако да садржај Mg од 4,4 % представља баланс између отежаног кретања дислокација и динамичког опорављања.

Показано је да се способност дубоког извлачења Al-Mg легура повећава са повећањем садржаја Mg од 3-6% [40]. Због смањења покретљивости дислокација образовањем атмосфера растворених атома Mg, смањење чврстоће са повећањем температуре је мање него код других Al легура.



Слика 2.9. Утицај садржаја Mg на границу течења и издужење неких комерцијалних Al-Mg легура [7].

Електрична проводљивост је физичко својство која се огледа у способности за провођење електричне струје. Било који поремећај периодичне расподеле атома у кристалној структури изазива расипање електрона, а самим тим промену електричне проводљивости. Тај поремећај може настати услед "термичких" вибрација, дисконтинуитета у структури (нечистоћа, растворених атома, интерметалних једињења, граница зрна и субзрна),

грешака на микроскопском нивоу (пора, прслина) и атомском нивоу (дислокација и празнина). Највећи утицај имају атоми легирајућих елемената растворени у чврстом раствору [1, 41, 42].

Чист алуминијум има велику електричну проводљивост на собној температури (61 %IACS) [7]. Специфична проводљивост алуминијума (по јединици масе) је два пута већа у на бакар. Утицај појединих елемената на вредност електричне односу проводљивости/отпорности је био предмет досадашњих истраживања више аутора (табела 2.3) [6, 41]. Додатком легирајућих елемената електрична проводљивост се смањује, при чему је већи утицај елемената када су растворени у чврстом раствору него у облику фаза. Показано је да код бинарних система електрична проводљивост опада, односно отпорност расте, готово линеарно са повећањем садржаја растворених атома [15, 43, 44].

Табела 2.3. Допринос легирајућих елемената електричној отпорности алуминијумске основе (μΩcm/wt.%) [6]

Легирајући	Просечно повећање отпорности по mas.% легирајућег елелемента								
елемент	Mg	Mn	Fe	Cu	Si	Cr	Zn	Zr	Ti
У чвр. раствору	+0,54	+2,94	+2,56	+0,334	+1,02	+4,0	+0,094	+1,74	+2,88
У виду талога	+0,22	+0,34	+0,058	+0,03	+0,088	+0,18	+0,023	+0,044	+0,12

Електрична проводљивост/отпорност се користи као индиректна метода за одређивање садржаја растворених елемената у чврстом раствору, односно за праћење микроструктурних промена за време загревања (таложење/растварање) (слике 2.10 и 2.11). При томе треба имати на уму да и дислокације, расипајући електроне, такође утичу на електричну проводљивост. Због тога је потребно раздвојити ова два ефекта код одређивања проводљивости легуре у жареном стању [42]. На слици 2.10 приказан је допринос једног и другог утицаја на укупну промену елекричне отпорности.

Магнезијум и манган значајно утичу на промену електричне проводљивости алуминијума. Повећање садржаја растворених атома Mg и Mn y Al-Mg легурама доводи до смањења електричне проводљивости. На слици слика 2.11 приказана је промена електричне отпорности при жарењу три Al-Mg легуре са различитим садржајем Mg (2,5 %, 3 % и 4,5 % Mg код AA5052, AA5754 и AA5182 респективно); претходна ТМП: хомогенизација 496°C +80% хладна деф., + завршно жарење. У легурама са већим садржајем Mg, \geq 3 mas.%, вишак Mg се издваја у облику β фазе - (Mg₅Al₈) чесица, које се највећим делом издвајају дуж граница зрна, што је праћено порастом електричне проводљивости. [15, 45, 46]. Процес издвајања ове фазе се одвија споро на собној температури, или убрзано при жарењу на 60-180°C. Брзина таложења се повећава и са повећањем садржаја Mg у легури и претходном деформацијом [47].



Слика 2.10. Утицај времена жарења на електричну отпорност AA5754 легуре (300°/3h) [42].



Слика 2.11. Утицај температуре жарења на електричну отпорност Al-Mg легуре различитог хемијског састава (2,5-4,5 % Mg) [48].

Праћање процеса издвајања и расподеле честица β фазе у Al-Mg легурама је важно са аспекта корозионе постојаности ових легура. Показано је да је електрична проводљивост довољно осетљива физичка величина на промену садржаја растворених атома Mg у чврстом раствору Al, односно процеса таложења/растварања Mg-фаза [15, 47, 49]. Утицај и других растворених елемената у Al-Mg легурама је регистрован , нарочито Mn и Fe, (29.4 and 25.6 п Ω m/wt.% [6, 47]).

Структурне промене при деформацији алуминијумских легура, које доприносе промени расипања електрона (промена густине дислокација, индуковање празнина, прелазних и деформационих трака), такође утичу на електричну проводљивост. Због тога се методом мерења електричне проводљивости може одређивати промена густине дислокација, средњег растојања између дислокација при деформацији и динамичком опорављању [50]. Повећање густине дислокација је најинтензивније у почетном стадијуму деформације (до 10 % деформације [42], односно неколико процената деформације [49], при чему у том интервалу долази и до највећег пада електричне проводљивости, односно пораста отпорности (слика 2.12).

Брзина пада електричне проводљивости се смањује са степеном деформације из два разлога: (i) брзина повећања густине дислокација се смањује, (ii) расипање електрона на дислокацијама при великој густини дислокација се смањује [42]. Показано је, такође, да вредност електричне проводљивости зависи од укупне густине дислокација која се образује за време деформације а не од њиховог распореда [51].



Слика 2.12. Утицај степена хладне деформације (е=0-85 %) на промену отпорности у AA5754 легури (CC-DCR- континуирано ливено и директно хладно ваљано; CC-H - континуирано ливено и хомогенизовано пре хладног ваљања) [42].

2.2.2 Утицај додатка Мп на својства Al-Mg легура

2.2.2.1 Утицај додатка Мп на структуру

Манган се Al легурама додаје примарно због утицаја на процесе опорављања и рекристализације, а самим тим контролу величине зрна и текстуру. У легурама са мањим садржајем Mg, манган је присутан у чврстом раствору. У легурама са већим садржајем Mg образује фине дисперзоиде Al₄Mn или Al₆Mn, који блокирају кретање граница зрна, а у присуству других елемената (Fe, Si) гради грубње честице фазе (Mn,Fe)Al₆, које служе као потенцијална места (клице) за образовање нових рекристалисаних зрна. На тај начин долази до смањења величине зрна [1].

Честице на бази Mn не растварају се у току топлог ваљања и жарења. (Фине честице дисперзоида на бази Mn се растварају изнад 480°С [52, 53]). Основне предности додатка Mn су што доприноси хомогенијој расподели Mg фаза у структури, обезбеђује већу стабилност Al-Mg легура, а осим тога за дати ниво чврстоће садржај Mg се може смањити у присуству Mn. Повећан садржај Mg или Mn отежава прераду повећавајући тенденцију ка појави пуцања при топлом ваљању [54]. Легуре за деформацију обично садрже до 0,75% Mn.

2.2.2.2 Утицај додатка Мп на механичка и физичка својства

Додатак мангана доприноси и повећању чврстоће, жилавости и заварљивости Al-Mg легура и смањује склоност ка напонској и интеркристалној корозији [1, 7, 55]. Мп утиче на својства Al-Mg легура директно и индиректно. Директан утицај Mn има када се налази растворен у чврстом раствору и у облику фаза, а индиректан, преко утицаја на смањење величине зрна. Ефекти додатка Mn на растварајуће ојачавање Al-Mg легура, ојачавање због присуства Mn-талога и величину зрна су описани у поглављу 2.1.2.

Због свих ових ефеката, додатак Mn повећава брзину деформационог ојачавања у Al-Mg легурама, и то његов утицај око три пута је већи од утицаја Mg (слика 2.8). Утицај додатка Mn на механичка својства Al-Mg легура је приказан на сликама 2.1 и 2.2. Додатак Mn значајно утиче на промену електричне проводљивости/отпорности, како када је присутан у чврстом раствору (табела 2.3), или у облику фаза [47].

2.3. Деформација Al-Mg легура

2.3.1 Ротационо ваљање

Ротационо ваљање је један од најстаријих процеса обликовања метала који користи принцип обликовања метала између два обртна тела – трна и ролне. Континуирани развој космичке технике, ваздухопловне и војне индустрије намеће захтев за израдом високо прецизних, осносиметричних делова комплексног облика, са великим односом чврстоће и масе, високим квалитетом површине и униформном дебљином зида. Технологија ротационог ваљања је супериорна код израде делова са оваквим захтевима, у односу на конвенционалне поступке прераде пластичне прераде или машинске обраде [56-59]. Предности ове технологије су бројне: једноставни алати и ниска цена њихове израде, висок квалитет спољне и унутрашње површине, велика димензиона тачност, повољна комбинација механичких својстава и крутости, као и велика флексибилност у производњи.

Поступак ротационог ваљања (PB) је процес обликовања метала при коме се равна плоча или припремак обликује у бешавни шупљи цилиндар, конус, полулопту или други осносиметрични део, применом силе и ротације. Постоје три основна процеса ротационог ваљања: конвенционално, ротационо ваљање конуса и ротационо ваљање цилиндара. Оно што је основно и заједничко за све процесе је да плоча или припремак, стегнути између трна и потисног вретена ротирају, при чему се алат (једна или више ролни) помера паралелно изводници трна и обликује комад до жељеног облика. Код конвенционалног PB мења се само облик радног комада, при чему дебљина зида остаје приближно константна, док се код PB конуса (shear forming) и цилиндара (flow forming) дебљине зида коначног елемента значајно мења у односу на дебљину почетне плоче или припремка [56, 57]. Редукција дебљине зида не мора бити униформна дуж изводнице радног комада, тако да се могу произвести и сложенији осносиметрични облици.

Процеси који се изводе са редукцијом дебљине зида су од већег интереса и често незаменљиви при изради појединих делова у ракетној техници (балистичке и контактне капе, оплате бојевих глава, кумулативни левци, коморе ракетних мотора, млазнице, резервоари и делови турбина и многи други елементи). Због тога ће у овом раду бити посвећена пажња процесу ротационог ваљања елемената конусног облика. Мада су у литератури обрађени различити аспекти процеса РВ конусних и цилиндричних елемената (својства материјала, силе, квалитет површине, процесни параметри, FEM процеса) [60-

74], података који се односе на утицај металуршких параметара на процес и својства, посебно конусних елемената је мало.

Механизам деформације

Принцип ротационог ваљања конуса и компоненте силе за конус са праволинијском изводниицом су приказани на слици 2.13 а и б. Припремак, дебљине S_0 , је стегнут између конусног трна (угао конуса 2α) и потисног вретена. Овом склопу се даје обртно кретање помоћу вретена које носи трн. Алат, који чине једна или више ролни, се помера паралелно изводници конуса помоћу носача алата и добија обртно кретање од тела које се обликује. При том се припремак деформише у конус, а почетна дебљина се редукује у веома уским границама. За време деформице примењена сила делује на тачке контакта између ролне и материјала који се деформише, па је мала запремина материјала подвргнута дејству силе у сваком моменту времена, док остатак материјала није напрегнут. У овом процесу течење материјала се одвија дуж осе паралелне оси трна и у принципу представља смицање у равни, па отуда и назив "shear forming". Поједностављено, овај процес се може посматрати као међусобно клизање цилиндричних слојева који се смичу у правцу осе конуса (слика 2.14).



Слика 2.13. Ротационо ваљање конуса: а) конус са равном изводницом и константном дебљином зида; тачке Р и Р' приказују "померање" метала у аксијалном правцу. [57], б) Компоненте силе при РВ конуса (Fq-нормална сила, Fp-аксијална (feeding force), Ft-тангенцијална [75, 76].

Дакле основни начин деформације је смицање у аксијалном правцу. При томе свака тачка остаје у истој равни након као и пре деформације тј. на истом растојању од осе трна.

Као што је већ поменуто, када се врши обликовање, течење материјала се јавља у малој запремини где се одвија деформација. Примењено напрезање, које изазива деформацију, проузрокује промене у кристалној решетки тј. клизање дуж одређених равни које су паралелне правцу деформације (слика 2.15). Клизне равни се оријентишу у правцу деформације и долази до дисторзије кристалне решетке.



Слика 2.14. Деформација при обликовању конуса [57].



Слика 2.15. Промена кристалне решетке услед деформације [77].

Редукција дебљине зида је у строгој функционалној зависности и одређена је односом између почетне дебљине S_0 , завршне дебљине S и угла α , где је α -угао између изводнице финалног дела у односу на осу симетрије (полу угао конуса) (слика 2.16). Овај однос, ако је припремак равна плоча, се може представити "синусним" законом:

$$S = S_0 \sin \alpha \tag{2.2}$$

који је илустрован на слици 2.16 а.



Слика 2.16. Однос између почетне и завршне дебљине зида и угла α . а) S₁=S₀ sin α ; б) повећана дебљина припремка, повећана дебљина зида; в) смањен угао, смањена дебљина зида; г) конусни припремак [77].

Завршна дебљина зида се може мењати:

- променом почетне дебљине припремка (слика 2.16 б)
- променом угла α (слика 2.16 в).

Смањењем угла α добија се мања дебљина зида и остварује се већи степен деформације. Обликовање је могуће почети и од предформе односно конусног припремка (слика 2.16 г). У том случају једначина мора садржати однос ова два угла, почетног β и завршног α и има облик:

$$S = S_0 \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$
(2.3)

Конусни припремак се користи у случају када је захтевани угао завршног конуса мањи од 35° или када се захтева велики степен редукције зида [58].

дебљина зида се постиже контролисањем зазора између ролни и трна. У пракси често долази до одступања дебљине зида елемента у односу на синусни закон, што се уобичајено назива надредукција или подредукција. Код надредукције завршна дебљина радног комада је мања од задате по синусном закону, код подредукције је већа, што се може представити следећим једначинама:

 $S = S_0 \sin \alpha$ синусна редукција $S < S_0 \sin \alpha$ надредукција $S > S_0 \sin \alpha$ подредукција

При неком степену деформације, у оквиру ових граница, доћи ће до лома обликованог елемента, и максимални степен редукције зида по дебљини који је остварен до тог момента се дефинише као гранични степен деформације.

Међутим у пракси је много чешћи случај да стварна дебљина S одступа од »синусне дебљине« Ss, па ако се уведе параметар одступања од синусног закона:

$$K = \frac{S}{S_s} \tag{2.4}$$

и примени закон о сталности запремине:

$$(1+e_s)(1+e_l)(1+e_c) = 1, (25)$$

једначине (19), (20) и (21) ће имати следећи облик:

Ì

$$e_{s} = K \sin \alpha - 1, \qquad (26)$$

$$e_{l} = \frac{\frac{1}{\sqrt{K}} \left(\frac{R_{0}}{\sin \alpha}\right)}{R_{0}} - 1, \qquad (2.7)$$

И

$$e_c = \frac{1}{\sqrt{K}} - 1. \tag{2.8}$$

Ако нема одступања од синусног закона, K=1 и сагласно једначини (28) деформација обода $e_c = 0$. Ако је K<1 онда је $e_c > 0$. То значи да се у обликованом делу јавља затезно напрезање у обимном правцу. Ако лом не наступи одмах у недеформисаном ободу ће се јавити такође затезно напрезање, (слика 2.17), и додатна компонента радијалног притисног напрезања која при пластичној деформацији повећава дуктилност метала. Тако да, када је дебљина зида мања од оне која се захтева по синусном закону, у случају надредукције, способност обликовања се повећава и обратно, у случају подредукције она се смањује.



Слика 2.17. Део прстена при обликовању конуса [78].

Ротационо ваљање конуса се користи за израду делова где је угао α у интервалу од 8° до 80°. Ако се деформација ради у једном пролазу минимални угао је око 13°. За делове код којих је угао α између 8 и 13° неопходно је деформацију извршити у два пролаза [77]. По неким ауторима деформацију треба вршити у два пролаза за делове са углом мањим од 35° [58].

Сила коју је потребно применити за обликовање зависи од дебљине плоче или припремка, механичких својстава материјала, и угла α коришћеног трна. Она се повећава са смањењем угла α. Промена силе зависи и од облика и радијуса коришћених ролни [76, 79, 80]. Будући да је деформација локализована, много већи степени деформације се могу постићи са мањом силом у поређењу са другим процесима обликовања.

Понашање материјала при ротационом ваљању

Већина публикованих радова из области ротационог ваљања се бави утицајем процесних параметара на својства и квалитет обликованих елемената, док се у малом броју радова анализира утицај полазног материјала (састава, структуре и термичког стања), или пак утицај термомеханичког режима прераде при ротационом ваљању, на механичка и стуктурна својства обликованих елемената [62, 70-73, 81-84].

При ротационом ваљању конуса и цилиндара, обзиром да се најчешће ради о процесима хладне пластичне деформације, као последица деформационог ојачавања долази до пораста вредности границе течења, затезне чврстоће и тврдоће обликованих елемената, док релативно издужење, контракција и жилавост опадају [62, 63, 68]. Промена механичких карактеристика зависи од оствареног степена деформације и способности метала за деформационо ојачавање. Осим тога током обликовања долази до промена полазне микроструктуре, смањења величине зрна, сразмерно оствареном степену деформације, усмеравања и промене оријентације зрна (текстуре) [58, 85, 86]. Јавља се и анизотропија механичких својстава, као последица нехомогене деформације и образовања текстуре деформације. Механичка својства се мењају од спољашњег ка унутрашњем зиду конуса, што је потврђено мерењем тврдоће на попречном пресеку деформисаног комада. Највише вредности механичких карактеристика се, због течења метала у аксијалном и тангенцијалном правцу, добијају на страни до ролни, док је унутрашњи слој – до трна изложен пре свега аксијалним деформацијама [58, 87, 88]. Међутим, како се при ротационом ваљању остварују велики парцијални степени сажимања, а дебљина зидова обликованог комада је уобичајено мала, то су и разлике у механичким карактеристикама тих зона по дебљини зида мале.

2.3.2 Ваљање глатким ваљцима

Ваљање лимова глатким ваљцима/равно ваљање је процес пластичне деформације између пара ваљака који ротирају. Под дејством силе притиска ваљака и трењем између припремка и ваљака, долази до редукције дебљине, уз истовремено повећање дужине припремка.

Будући да се деформација одвија само у делу радног комада који је захваћен ваљцима, односно у релативно малој запремини (слика 2.18), то је и сила о потребна за редукцију релативно мала. У зависности од температуре на којој се врши деформација, разликује се топло и хладно ваљање. Обзиром да структурне промене јако зависе од температуре деформације, то се и механичка својства лимова након топлог или хладног ваљања знатно разликују.



Слика 2.18. Геометрија равног ваљања и силе у запремини деформације [89].

Укупна редукција која се изврши при ваљању је дата изразом:

$$r = \frac{h_0 - h}{h_0} \cdot 100 \ (\%) \,, \tag{2.9}$$

односно стварна деформација

$$\varepsilon = \ln \frac{h_0}{h}, \qquad (2.10)$$

при чему је h₀ – почетна дебљина, а h – завршна дебљина лима након деформације.

У сваком моменту времена на контакт између лима и ваљка, који је одређен углом захвата, делују радијална компонента силе, Pr, и тангенцијална сила трења $\tau_{T} = \mu$ Pr. Вертикална компонента силе (нормална на раван лима), је сила ваљања потребна за редукцију припремка. Хладно ваљање се изводи на собној температури, али се при томе температура материјала може подићи између 50°С и 65°С [90]. Због велике способности Al-Mg легура да ојачавају деформацијом, при хладном ваљању долази до ојачавања, при чему се тврдоћа и чврстоћа повећавају, уз истовремено смањење издужења и контракције. Промене механичких својстава су последица микроструктурних промена у току ове хладне деформације.

Микроструктурне промене

Микроструктуру хладно деформисаних Al лимова карактеришу јако издужена зрна у правцу ваљања (слика 2.19) и нехомогеност структуре у погледу величине зрна по пресеку лима. Зрна на површини ваљања су ситнија него у централном делу лима, а са повећањем степена редукције која претходи жарењу величина зрна се смањује [91]. Секундарне фазе се такође усмеравају у правцу ваљања, а централна сегрегациаја секундарних фаза, настала у току ливења, се још више изражава [35].



Слика 2. 19. Микроструктурне промене при хладном ваљању А1-5% Мg легуре [92].

При хладној пластичној деформацији долази до значајног повећања густине дислокација и образовања дислокационих петљи (слика 2.20), што доприноси ојачавању. При великом степену деформације густина дислокација је тако велика да су појединачне дислокације једва видљиве (слика 2.20 в). Детаљнији опис дислокационе субструктуре деформисаних Al-Mg легура дат је у поглављу 2.2.1.1.



Слика 2.20. Дислокациона структура хладно ваљане Al-2,9%Mg-0,4Cu mas %, 1,25 mas %,Mn: a) тамно поље, 10 % редукције, б) тамно поље, 40 % редукције в) светло поље 90 % редукције.

2.3.3 Деформационо понашање при једноосном затезању

2.3.3.1 Динамичко деформационо старење

При деформацији алуминијумских легура затезањем, притискањем и увијањем, у одређеном интервалу температура и брзина деформације, након достизања неког критичног степена пластичне деформације на кривима деформације се појављују дисконтинуитети, који се огледају у правилном мањем или већем повећању и смањењу напрезања. Ова појава се назива *дисконтинуирано попуштање (ДП)* или *The Portevin-Le Chatelier (PLC)* ефекат. Сматра се да она настаје као последица реакције дислокација са раствореним атомима [39, 93, 94].

Постоји више модела који описују ову појаву али један од најранијих модела је Cottrell-ов модел по коме ДП почиње када се брзина кретања растворених атома и дислокација изједначе. У једном тренутку концентрација растворених атома око дислокација постаје довољна да у потпуности блокира кретање дислокација. Број покретних дислокација се нагло смањује, због чега се брзина преосталих покретних дислокација нагло повећава, што је праћено повећањем напрезања. Међутим по достизању напрезања при коме се блокиране дислокације ослобађају, или се стварају нове механизмом умножавања, повећава се број покретних дислокација при чему се напрезање смањује. Ово наизменично повећање и смањење напрезања изазива појаву дисконтинуитета на кривој ојачавања. Cottrell-ов модел се заснива на претпоставци да се ДП јавља као последица реакције растворених атома са дислокацијама, што је аналогно појави деформационог старења (статичког деформационог старења), али пошто су овде дислокације у покрету ова појава се назива *динамичко деформационо старење (ДДС)*.

Појава ДП, која је примећена код многих и интерстицијских и супституцијских чврстих раствора. Услед велике покретљивости супституцијски растворених атома Mg, као и постизања великог садржаја Mg, феномен ДП у Al-Mg легурама је изражен и предмет је истраживања многих аутора [11, 15, 36, 48, 39, 95-98].

Појава ДП при једноосном затезању не зависи само од структурних фактора, већ показује велику зависност од температуре и брзине деформације. Зато се у теорији ДП дефинишу критичне вредности температуре, Тс, и брзине деформације, $\dot{\varepsilon}_c$, за појаву ДП, као и критични степен деформације за почетак ДП, ε_c . За појаву ДП потребно је да се температура повећа изнад критичне вредности, Тс. Критична температура се дефинише као температура на којој се ДП појављује на почетку деформације тј. кад је критични степен деформације $\varepsilon_c=0$, при одређеној брзини деформације. При затезању материјала који су претходно хладно деформисани, појави дисконтинуираног попуштања претходи мала хомогена деформација, која се дефинише као критични степен деформација, која се дефинише као критични степен деформација за почетак ДП, ε_c . То је деформација потребна да растворени атоми достигну довољну брзину да дифундују ка мобилним дислокацијама и образују атмосфере. Вредност

критичне температуре зависи од брзине деформације и садржаја растворених атома, док критични степен деформације зависи од температуре, брзине деформације и величине зрна.

Код Al-Mg легура на температурама T>T_c критични степен деформације, ε_c , и критично напрезање, σ_c , при коме започиње ДП, се повећавају са повећањем температуре и смањењем брзине деформације. Овакво понашање се назива "инверзно" понашање, док се повећање ε_c са смањењем температуре и повећањем брзине деформације назива "нормално" понашање [99, 100]. "Нормално" понашање је карактеристично за Al-Mg легуре на T<T_c. Критични степен деформације, ε_c , показује малу зависност од величине зрна код малих брзина деформације, док је код великих брзина деформације тај утицај далеко већи, при чему се ε_c повећава са повећањем величине зрна [93].

Критична брзина деформације, $\dot{\varepsilon}_c$ је вредност изнад које се ДП појављује на почетку деформације, при критичном степену деформације ε_c =0. При брзинама деформације већим од критичне $\dot{\varepsilon} > \dot{\varepsilon}_c$ дислокације се већ на почетку деформације ослобађају растворених атома, док при $\dot{\varepsilon} < \dot{\varepsilon}_c$, ДП започиње након достизања критичног степена деформације ε_c . У Al-Mg легурама се ДП јавља при брзинама деформације $\dot{\varepsilon} \approx 10^{-7} \cdot 10^{-2} \text{s}^{-1}$ [15, 93, 95, 101, 102]. Код већег садржаја Mg, ДП је више изражено, тј. већи је интервал осциловања дисконтинуитета, који се дефинише као амплитуда напрезања, $\Delta \sigma$, и већа је учесталост појављивања дисконтинуитета. У овим легурама више атома Mg дифундује ка заробљеним дислокацијама за време њиховог задржавања на препрекама, тако да је њихово ослобађање отежано, тј. потребна је већа сила. Због тога се на кривој сила-издужење амплитуда дисконтинуитета повећава. Са повећањем садржаја Mg интеракција растворених атома са дислокацијама је учесталија, па и њихово блокирање и деблокирање учесталије, што се манифестује повећањем учесталости појављивања дисконтинуитета на кривима деформације.

Ради анализе и поређења понашања, на сликама 2.21-2.23 приказане су типичне криве деформације Al-4,5Mg (AA5182) легуре у хладно деформисаном стању и након жарења са различитим брзинама хлађења (испитивања су вршена на собној температури при брзини деформације $\dot{\varepsilon} = 2.5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$). Криву деформације хладно ваљаног узорка карактерише појава ДП након критичног степена деформације ε_c (ознака 1 на слици 2.21), а затим се деформација одвија при приближно константном напрезању (плато 2) са амплитудом напрезања $\Delta \sigma$ =2-5 MPa. Други плато (4) карактерише повећање амплитуде напрезања $\Delta \sigma$ =5-12 MPa и деформација до лома се одвија такође при константном напрезању, али вишем него први плато (2). Овом платоу је претходио скок напрезања (3).

Деформација узорка који је жарен и споро хлађен на ваздуху (слика 2.22), одвија се појавом изражене границе течења и Lüders-овог издужења (1), а затим се деформација наставља уз појаву дисконтинуитета на кривој чија се амплитуда постепено повећава до лома (4), Δσ=2-10 MPa. На почетку је брзина деформационог ојачавања велика (2), а затим

се смањује (3). Криву деформације истог узорка након брзог хлађења са температуре жарења карактерише одсуство изражене границе течења и Lüders-овог издужења, а деформација се након достизања границе течења одвија дисконтинуирано ($\Delta \sigma$ =2 MPa), уз постепено повећање амплитуде напрезања до лома ($\Delta \sigma_{max} \approx 8$ MPa). Одсуство изражене границе течења је последица велике густине дислокација и тачкастих грешака створених услед термичког напрезања при каљењу узорка са 450°С, који су довољни да уклоне изражену границу течења и омогуће хомогеније течење (слика 2.23) у поређењу са узорком који је споро хлађен (AC –хлађен на ваздуху) са ниже температуре (слика 2.22). Појава изражене границе течења (ИГТ) у супституцијским чврстим растворима, се јавља или када нема довољно покретних дислокација у почетку деформације, или при већим концентрацијама растворених атома, тј. када је концентрација растворених атома довољно велика да изазове образовање кондензованих атмосфера и блокира кретање дислокација. Даље напредовање деформације је могуће када се створи довољан број покретних

Даље напредовање деформације је могупе када се створи довољан орој покретних дислокација. Дакле, појава ИГТ зависи од односа количине растворених атома и густине дислокација и постаје израженија са повећањем овог односа [39]. У случају споро хлађене легуре Al-4,5Mg повећање односа растворених атома и густине дислокација је последица појаве статичког деформационог старења (СДС), јер при спором хлађењу растворени атоми имају довољно времена да се окупе око дислокација. Супротно, при брзом хлађењу тај однос се смањује услед повећања густине дислокација и ИГТ се не јавља. Слично у претходно деформисаном узорку, услед велике густине дислокација која је створена за време деформације, ИГТ се не јавља, а ДП се јавља након критичног степена деформације ε_c . На сликама 2.21-2.23 се такође уочава да повећање степена деформације при затезању изазива повећање амплитуде напрезања, ($\Delta \sigma$), до достизања максималне силе или до лома. Осим тога, утврђено је да амплитуда напрезања, $\Delta \sigma$, такође зависи и од садржаја Mg, величине зрна, температуре и брзине деформације (слике 2.24-2.26).



Слика 2.21. Крива деформације хладно Слика 2.22. Крива деформације AA5182 ваљане легуре AA5182 [39]. легуре жарене 300°С/30 min, (AC) [39].

Амплитуда напрезања, $\Delta \sigma$, се повећава са повећањем садржаја Mg у легури [36], повећањем степена деформације и температуре испитивања, као и опадањем величине
зрна и брзине деформације, *ċ* [36, 99]. Повећање амплитуде напрезања настаје услед повећања брзине преосталих покретних дислокација (које нису блокиране раствореним атомима) са повећањем степена деформације (слика 2.24), при чијем се ослобађању јавља већа релаксација напрезања. У Al-4,5%Mg легури умножавање дислокација и образовање покретних дислокација се дешава на тројним границама, границама зрна и граничним површинама између честица секундарних фаза и основе [39].



Слика 2.23. Крива деформације легуре AA5182, жарене 450°С/10мин (WQ) [39].

Слика 2.24. Зависност амплитуде напрезања издужења и брзине деформације легуре AA5182 жарене на 316°C [48].

Са повећањем садржаја Mg у Al-Mg легурама (2,5-4,5%Mg), повећава се број покретних дислокација који постаје привремено заустављен, при чему њихово ослобађање изазива већи пад, односно, пораст амплитуде напрезања (слика 2.25).

Повећање амплитуде напрезања са смањењем величине зрна последица је два фактора. Граница зрна су састављене од великог броја дислокација, и представљају снажне препреке за покретне дислокације. С друге стране ово су области са великом енергијом и привлаче растворене атоме Mg. Са смањењем величине зрна број граница се значајно повећава, чиме се повећава број препрека за покретне дислокације и време задржавања покретних дислокација на њима. Атоми Mg имају више времена да дифундују ка покретним дислокацијама. Ова два ефекта чине да се са смањењем зрна повећава амплитуда напрезања (слика 2.26). Повећање величине зрна у легури Al-3%Mg (AA5754), приказаној на претходној слици, је постигнуто повећањем температуре жарења.

У Al-Mg легурама се при деформацији на кривој сила-издужење јавља неколико типова дисконтинуитета у зависности од степена деформације, температуре и брзине деформације. Појава дисконтинуитета представља макроскопску манифестацију феномена динамичког деформационог старења (ДДС). Обично се дисконтинуитети деле на A, B и C (слика 2,27), мада постоје и D и E тип [103-105]. Дисконтинуитети типа A, D и A+B се образују на почетку деформације и налазе се изнад нивоа криве сила-издужење.





Слика 2.25. Зависност амплитуде напрезања од издужења у три Al-Mg легуре [48].

Слика 2.26. Зависност амплитуде напрезања од издужења AA5754 легуре са различитом величином зрна [48].

Тип C се јавља након критичног степена деформације, $\varepsilon_c > 0$, и налази се испод нивоа криве сила-издужење [106]. Сматра се да су типови A и B резултат блокирања дислокација раствореним атомима ("блокирајући тип"), а тип C деблокирања, тј. особађања дислокација од растворених атома ("деблокирајући" тип) [99, 104]. Тип E се обично јавља при већем степену деформације, непосредно пре достизања максималне силе [39]. Који ће се тип дисконтинуитета јавити при једноосном затезању зависи и од услова испитивања, брзине деформације и температуре. На слици 2.28 приказано је који се тип дисконтинуитета јавља у AlMg5 легури у зависности од температуре у интервалу брзина деформације $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} - 10^{-2} s^{-1}$.

80 60

-2



T.°C

-60

Слика 2.27. Типови дисконтинуитета у Al-Мg легурама [106].

Слика 2.28. Облик дисконтинуитета у AlMg5 легури у зависности од брзине деформације и температуре [106].

При деформацији, због ИГТ на почетку деформације и ДП у току деформације на површини настају најпре траке неправилног облика, а затим и правилне паралелне траке,

услед чега настаје површинска храпавост. Због аналогије са појавом трака при деформацији челика, и овде се оне често називају једним именом Lüders-ове траке. Међутим, постоји неколико типова и калсификација Lüders-их трака [36]. Најчешће се користи Томпсон-ова класификација, која траке класификује по њиховом изгледу на површини и на кривим затезања. По Томпсон-у постоји А, В и С тип Lüders-ових трака [36]. Lüders-ове траке типа А се образују при малом степену деформације, испод 1%, и чине површину лима потпуно неприхватљивом за израду нпр. спољашњих делова каросерије аутомобила, јер се не могу покрити бојом. Линије типа В на површини нису толико изражене и не кваре изглед површине након фарбања. Иако је прихваћено да су траке типа А резултат блокирања дислокација границама зрна, раствореним атомима Mg или непокретним дислокацијама, а траке В резултат поновљеног блокирања покретних дислокација, механизам стварања Lüders-ових трака још увек није до краја разјашњен.

На слици 2.29 приказан је утицај ДП на својства Al-Mg легура. У области температура и брзина деформације где се јавља ДП осетљивост на брзину деформације, m, је негативна, издужење пада, док се брзина деформационог ојачавања повећава. Осетљивост на брзину деформације, m, показује промену напрезања при течењу са променом брзине деформације, и дефинише се изразом:

m=dlog
$$\sigma$$
/dlog $\dot{\varepsilon}$ (2.11)



Слика 2.29. Шематски приказ утицаја ДП на својства Al-Mg легура [107].

Код чистих метала и већине легура у току деформације једноосним затезањем, са повећањем брзине деформације напрезање при течењу се повећава, па осетљивост на брзину деформације има позитивну вредност. Овакво понашање је пожељно при преради

јер је деформација ових материјала стабилна. Позитивна осетљивост на брзину деформације доприноси хомогеној расподели деформације, нарочито при великим степенима деформације у области стварања дифузног врата, близу лома. Међутим, код легура у области температура и брзина деформације где се јавља ДДС осетљивост на брзину деформације има негативну вредност [36]. Међу њих спадају и Al-Mg легуре [9, 96, 107-112]. Због негативне осетљивости на брзину деформације, са повећањем брзине деформације напрезање потребно за деформацију се смањује, због чега се деформација не прерасподељује на околину, већ се наставља у локалној области, што изазива локализовање деформације. Деформација се наставља до достизања максималне силе, после чега брзо долази до лома. Због тога је постхомогено издужење код Al-Mg легура мало, а степен деформације који се може постићи одговара приближно хомогеном издужењу [9]. Мале промене вредности осетљивости на брзину деформације могу значајно утицати на промене у преношењу деформације [8, 113].

Међутим, ако се Al-Mg легуре деформишу у области где нема дисконтинуираног попуштања (нпр. на повишеним температурама), осетљивост на брзину деформације се повећава и има позитивну вредност [114-116].

Позитивна осетљивост на брзину деформације јавља се код метала и легура код којих се у току деформације развија ћелијска дислокациона субструктура. При већим брзинама деформације попречно клизање је отежано, густина дислокација се повећава и успорава се процес динамичког опорављања. Дакле повећање напрезања при течењу са повећањем брзине деформације, тј. m>0, последица је додатног ојачавања услед повећања густине дислокација [115].

Брзина деформационог ојачавања

Брзином деформационог ојачавања ($\partial \sigma / \partial \epsilon$), се дефинише интензитет којим се отпор метала према даљој деформацији повећава са повећањем степена деформације, или другим речима, способност акумулације дислокација у одсуству динамичког опорављања. Са повећањем деформације брзина деформационог ојачавања се смањује, па деформација која одговара моменту када $\partial \sigma / \partial \varepsilon$ постане једнако стварном напрезању σ (моменат достизања пластичне нестабилности), одговара хомогеном издужењу. За разлику од интерстицијских чврстих раствора, код којих реакција дислокација са раствореним атомима не утиче на брзину деформационог ојачавања, реакција са супституцијским раствореним атомима показује велики утицај на брзину деформационог ојачавања. Брзина деформационог ојачавања се повећава у области где се јавља ДП (слика 2.29). Код Al-Mg легура повећање брзине деформационог ојачавања је последица интеракције покретних дислокација са раствореним атомима, при чему се покретљивост дислокација смањује а динамичко опорављање се отежава услед отежаног попречног клизања. Повећање брзине деформационог ојачавања са повећањем садржаја Mg (види 2.2.1.2) у Al-Mg легурама доприноси повећању њихове способности обликовања. Са повећањем брзине деформације долази до смањења брзине деформационог ојачавања, јер је при већим брзинама деформације повећава брзина кретања дислокација, а потребно напрезање за њихово кретање се смањује. У поређењу са легурама које имају мањи садржај растворених легирајућих елемената (1xxx и 3xxx), легуре серије 5xxx и 6xxx имају скоро два пута већу брзину деформационог ојачавања (слика 2.30).



Слика 2.30. Деформационо ојачавање АІ легура [117].

Брзина динамичког опорављања Al-Mg легура опада са повећањем садржаја растворених атома, тако да легура AA5182 има већу брзину деформационог ојачавања од легуре AA5052, која има мањи садржај Mg. Ово је и очекивано с обзиром да атоми Mg коче дислокације тако да смањују могућност прерасподеле и поништавања дислокација.

За способност обликовања једне легуре није важна само брзина деформационог ојачавања, већ и способност да се она задржи при што већим напрезањима, тј. до што већих деформација. Због тога се при обликовању "захтевнијих" делова користи пре AA5182 легура него AA5052 или AA5754 [117].

2.3.3.2 Способност деформационог ојачавања

Истраживања су показала да многа својства Al легура, (чврстоћа, жилавост, дуктилност и др.) зависе од способности деформационог ојачавања, тј. отпора метала према даљој деформацији. Al-Mg легуре за разлику од других Al легура које ојачавају деформацијом, ојачавају све до појаве лома. Способност деформационог ојачавања се најчешће оцењује на основу индекса деформационог ојачавања, *n*, и разлике између затезне чврстоће и границе течења. Индекс деформационог ојачавања се одређује у тесту једноосног затезања коришћењем емпиријске зависности

$$\sigma = K \varepsilon^n$$
 (2.12)

Са повећањем индекса n, као и повећањем разлике између затезне чврстоће и границе течења, способност деформационог ојачавања легуре се повећава. На индекс деформационог ојачавања, *n*, и разлику (R_m-R_{0.2}) код Al-Mg легура, при испитивању на собној температури, утиче садржај Mg, величина зрна, као и брзина деформације.

Испитивање утицаја садржаја Мg на дуктилност Al-Mg легура преко хомогеног и укупног издужења, при малој, средњој и великој брзини деформације (слика 2.31а), показује да хомогено издужење има минималне вредности при 1,8% Mg, а затим расте са повећањем садржаја Mg. Овакав тренд је последица способности за деформационо ојачавање, а које је резултат интеракције између дислокација и растворених атома. С обзиром на везу између индекса деформационог ојачавања и хомогеног издужења, индекс *n* показује исту зависност од садржаја Mg као и хомогено издење (слика 2.31). При малом додатку Mg (<1,8%) деформација је нехомогена, што изазива пад хомогеног издужења и индекса деформационог ојачавања. Њихово повећање са повећањем садржаја Mg изнад 2,7% се објашњава хомогеном деформацијом услед смањења растојања између деформационих трака [11].

За разлику од челика, индекс деформационог ојачавања код Al легура не описује довољно тачно понашање материјала у области хомогене деформације, тј. пре него што дође до локализације деформације [118]. Вредности индекса деформационог ојачавања су обично веће од хомогеног издужења (n>ε_h) [9, 113]. Индекс –n, у Holloman-овој једначини

$$\sigma = K \varepsilon_h^n \tag{2.13}$$

се узима као константна вредност, док се у стварности он мења са степеном деформације.



Слика 2.31. Утицај садржаја Mg на: а) хомогено и укупно издужење и б) индекс деформационог ојачавања, *n* [11].

2.3.3.3 Пластична нестабилност

Пластична нестабилност се дефинише као моменат када се при деформацији брзина деформационог ојачавања, $\partial \sigma / \partial \varepsilon$, достигне вредност текућег напона, што значи да локално место које је последње деформисано не може да ојача и пренесе деформацију на суседно. Према Considère-овом критеријуму пластична нестабилност се јавља када се брзина деформационог ојачавања смањи да постане једнака стварном напрезању ($\partial \sigma / \partial \varepsilon = \sigma$). При једноосном затезању то се манифестује стварањем "врата" на епрувети, и након мале деформације долази до лома. Будући да је Considère -ов услов, геометријски услов, он је горња граница хомогене деформације. Међутим, у реалним условима, микроструктурни фактори као што су крупне честице секундарних фаза могу бити иницијална места где се стварају шупљине, тако да се локализација деформације јавља пре достизања Сonsidère-овог услова, мада неки аутори наводе да се изражено стварање шупљина не дешава пре стварања врата [117]. Брзина образовања врата зависи од осетљивости на брзину деформације, као и од микроструктуре. Величина и расподела честица секундарних фаза контролишу стварање, раст и коалесценцију микрошупљина и постхомогену деформацију до лома.

2.4. Понашање деформисаних легура у току загревања

2.4.1. Опорављање

Деформисана структура образована за време термомеханичког процеса (ТМП) је неравнотежна, тако да се за време загревања након деформације јављају субструктурне промене, које доводе до смањења акумулиране енергије. При томе долази до омекшавања деформисаног метала, а степен омекшавања зависи од температуре и времена. На нижим температурама доминирају процеси опорављања, који доводе до благог пада тврдоће. На високим температурама се може веома брзо може јавити рекристализација, док на средњим температурама оба механизма могу допринети омекшавању. Додатно смањење енергије се може постићи растом зрна.

По структурним променама које се при загревању деформисаног метала, у зависности од покретачке силе, тј. акумулиране енергије деформације или површинске енергије (енергија граница зрна) и механизма разликујемо три процеса обнављања деформисане структуре:

- опорављање (акумулирана енергија, кретање дислокација са малим углом)
- рекристализација (акумулирана енергија, кретање дислокација са великим углом)
- раст зрна (површинска енергија, кретање дислокација са великим углом).

Опорављањем се само делимично враћају својства које је метал поседовао пре деформације. Међутим, ефекте опорављања је тешко квантификовати. Микроструктурне промене које се дешавају за време опорављања су дискретне, тако да се на оптичком

микроскопу тешко уочавају. Карактеристике као што су густина дислокација, величина субзрна и угао дезоријентације, је тешко и квантификовати. Међутим оне утичу на физичка и механичка својства, па је опорављање могуће пратити индиректним методама, као што су мерење електричне отпорности и густине, и/или одређивање механичких својстава (граница течења и тврдоћа) (слика 2.32). За разлику од рекристализације, при опорављању се механичка својства незнатно мењају.



Слика 2.31. Промена електричне отпорности, тврдоће и разлике снаге при опорављању 99.998% Аl деформисаном 95% притискивањем. Брзина загревања 6°С/мин [Clareborough et al.1963] [119].

Промена електричног отпорности/проводљивости при опорављању је последица промене густине дислокација и празнина. Све грешке у решетки изазивају расипање електрона и повећање електричног отпора, тј. смањења електричне проводљивости (као реципрочне вредности електричнот отпора). При томе празнине ефикасније расипају електроне од дислокација, па и промена електричне проводљивости углавном зависи од промене њихове концентрације. При деформацији долази до повећања броја дислокација и празнина, па се електрична проводљивост смањује, док се при опорављању повећава.

У току опорављања смањење акумулиране енергије се одвија на два основна начина: поништавањем дислокација и променом распореда дислокација, који се одвијају симултано. Поништавањем дислокација се смањује њихова густина. Међутим, овај механизам није толико важан, пошто се у општем случају густина дислокација при опорављању битније не мења. При опорављању се углавном мења распоред дислокација, који се одвија у више фаза, као што је приказано на слици 2.33. Да ли се нека или све фазе јављају за време жарења зависи од врсте метала, састава, врсте и степена деформације, као и од температуре жарења. Дислокације се распоређују тако да образовањем субзрна заузимају енергетски најповољнији положај, једна изнад друге. Дислокације се распоређују углавном у границама субзрна, док их унутар субзрна или има веома мало, или их нема. Прерасподела дислокација се у зависности од температуре одвија по више механизама а најважнији су полигонизација (образују се субзрна чије су границе под малим углом) и коалесценција субзрна.



Слика 2.33. Шематски приказ промена дислокационе субструктуре за време опорављања. Од случајне расподеле дислокација (дислокационих петљи), преко образовања ћелијске структуре до образовања субзрна [89].

Један од најважнијих параметара који одређује брзину опорављања у неком материјалу је енергија грешке у редоследу (ЕГР). ЕГР одређује брзину разлагања дислокација, растојање између парцијалних дислокација, као и брзину успињања и спуштања и попречног клизања дислокација. Код метала са малом ЕГР (бакар, α -месинг, аустенитни челик) опорављање је отежано због отежаног успињања и спуштања дислокација, тако да се пре рекристализације овдија мали степен порављања. Међутим, код метала са великом ЕГР (Аl, α -железо), успињање и спуштање дислокација је брзо и јавља се знатан степен опорављања. Растворени атоми могу утицати на опорављање или преко утицаја на ЕГР блокирајући дослокације, или преко утицаја на концентрацију и покретљивост празнина. Блокирањем дислокација, отежавају динамичко опорављање, што резултује већом акумулираном енергијом него код чистих метала, или отежавају статичко опорављање, бог чега се акумулира већа енергија у Al-Mg легурама него него у чистом Al. Међутим, при жарењу деформисаних легура, без обзира што атоми Mg блокирају дислокације, брзина опорављања је велика, бржа него у чистом Al [119].

Границе субзрна су граничне површине између делова истог зрна која имају малу разлику у оријентацији, тј. мали угао дезоријентације, па спадају у границе под малим углом. Границе зрна су граничне површине између кристала исте фазе које показују велику разлику у кристалографској оријентацији, па се називају границе под великим углом. Међутим, која је то величина угла дезоријентације испод ког је граница под малим углом а изнад граница под великим углом, није јасно дефинисан. Постоје тврђења да су границе под малим углом до 15° дезоријентације а под великим изнад 15° [8, 120]. На покретљивост граница зрна највише утичу растворени атоми, честице секундарних фаза и температура. Растворени атоми, као и дислокације, изазивају појаву еластичних напрезања у решетки. Да би се смањила унутрашња енергија решетке растворени атоми се окупљају око дислокација и образују тзв. Cotrell -ове атмосфере и смањују покретљивост граница. При малој концентрацији растворених атома покретљивост граница је већа, тако да растворени атоми немају велики утицај на њихову покретљивост, док са повећањем концентрације растворених атома покретљивост граница смањује. Секундарне фазе могу бити присутне у структури за време деформације, када су често хомогено распоређене, или се могу издвајати у току жарења. У овом случају њихов распоред зависи од образоване дислокационе структуре. Оне такође смањују покретљивост граница и

успоравају опорављање. Ако су присутне фино дисперговане фазе оне чак могу и да потпуно блокирају кретање границе зрна (pinning ефекат). Температура може потпуно да промени механизам кретања граница. Са повећањем температуре смањује се активациона енергија за покретање граница и њихова покретљивост се значајно повећава.

При жарењу Al-Mg легура, установљено је, да се величина образованих субзрна смањује са повећањем садржаја Mg у легури [2]. На исти начин и снижење температуре жарења утиче на величину образованих субзрна. Чврстоћа и тврдоћа Al-Mg легура у опорављаном стању зависе од величине образованих субзрна [6], што објашњава зависност механичких својстава Al-Mg легура од садржаја Mg у жареном стању. Опорављање хладно деформисаних Al-Mg легура се одвија много брже него код осталих Al легура. Њихово опорављање може почети чак и на собној температури. Резултати су показали да код ових легура брзина опорављања расте са смањењем степена претходне деформације, а при истом степену деформације расте са повећањем садржаја Mg у легури. Исти експерименти су показали да промена механичких својстава при опорављању прати логаритамску зависност [18, 121].

Трансмисиона електронска микроскопија је најпогоднија метода за праћење структурних промена при опорављању. На слици 2.34 приказана је структура једне деформисане AA5754 (Al-3% Mg) (слика 2.34 a), као промене у распореду и густини дилокација при жарењу са различитим временима жарења (слика 2.34 б-г). У унутрашњости зрна се оучава да још има дислокација. Разлог су растворени атоми Mg који отежавају процес опорављања.



Слика 2.34. ТЕМ микрофотографија. Опорављање у АА5754 легури: a) 15 % деформисано, б) жарено на 177°С, в) жарено на 177°С/30 min, г) жарено на 177°С/120 min [122].

Процес омекшавања, сличан статичком опорављању, може се јавити за време деформације на повишеним температурама. Овај процес се назива динамичко опорављање.

Динамичко опорављање је типично за метале са великом ЕГР (алуминијум, нискоугљенични феритни челик итд.), код којих у почетном стадијуму деформационог ојачавања долази до опорављања, за легуре са малом концентрацијом растворених елемената, код великих степена деформације и за деформацију на повишеним температурама. Код метала са великом ЕГР разлагање дислокација за време деформације је отежано, што омогућава релативно лако успињање и спуштање дислокација, односно опорављање. Веома интензивно опорављање, које почиње већ на почетку деформације, се манифестује образовањем дислокационих ћелија. Међутим растворени атоми реагују са дислокацијама унутар ћелија и границама субзрна, када се јавља ефекат познат као "solute drag". Растворени атоми смањују ЕГР или путем блокаде дислокација или утицајем на концентрацију и покретљивост празнина.

Основни механизми динамичког опорављања су успињање и спуштање, попречно клизање и планарно клизање дислокација, који резултирају образовањем граница под малим углом (субзрна), као и код статичког опорављања. Међутим, примењено напрезање обезбеђује додатну поткретачку силу за кретање граница под малим углом, при чему долази до поништавања дислокација, што омогућава да субзрна остану полигонална за време деформације. Процеси деформационог ојачавања и опорављања доводе до континуираног образовања и "растварања" нискоугаоних граница, при чему густина "слободних" дислокација у субзрну остаје константна. Након деформације приближно $\varepsilon = 0.5-1$, односно $\varepsilon = 40-65$ %, постиже се стабилна стуктура субзрна (као што је шематски приказано на слици 2.33). Међутим, без обзира на ово, облик зрна наставља да се мења за време деформације, што значи да се без обзира што достигнути напон течења остаје константан, стабилно стање микроструктуре још увек није достигнуто при динамичком опорављању. Са повећањем температуре, и успињање и спуштање и попречно клизање се убрзавају, због чега се деформационо ојачавање смањује, тј. при истом степену деформације напон течења се смањује. Показано је, да се генералнио, са повећањем температуре деформације, деформација постаје хомогенија, што се објашњава активирањем већег броја система клизања.

Динамичко опорављање се у Al легурама са малим садржајем растворених елемената јавља чак и при хладној деформацији. За разлику од чистог Al, додатак Mg y Al-Mg легурама смањује ЕГР и тиме отежава кретање дислокација успињањем и спуштањем, што отежава образовање ћелијске структуре, тј. опорављање [12, 94, 119, 123]. Са повећањем садржаја магнезијума у чврстом раствору, међусобна интеракција дислокација са раствореним атомима доводи до интензивнијег умножавања дислокација, односно повећања густине покретних дислокација. Ово доводи до израженог деформационог ојачавања [94]. С друге стране за дату густину дислокација, при већем садржају Mg, мањи део покретних дислокација се траснформише у "шуму" дислокација. Због тога Mg доводи до ојачавања Al-Mg легура, а брзина деформационог ојавећава са повећањем садржаја Mg [34, 17, 119]. Атоми Mg се смештају испод екстра равни, што смањује еластично напрезање око дислокација, и отежава премештање дислокација и образовање ћелијске субструктуре, што је трансмисионом електронском микроскопијом и показано (слике 2.5, 2.6 и 2.34).

Честице секундарних фаза, нарочито фино дисперговане честице (најчешће на бази Мп, Zn, Cu) блокирајући дислокације такође смањују брзину динамичког опорављања [89, 124]. Тако на пример, у деформисаним металима високе чистоће опорављање се може јавити на температури око 0,2 *Tm*, а рекристализација почиње на $0.3T_{\rm T}$. Растворени атоми у металима комерцијалне чистоће подиже температуре опорављања и рекристализације до 0,4 Tт и 0,6 $T_{\rm T}$ [89].

Динамичко деформационо старење (види 2.3.3.1), које је карактеристично за Al-Mg легуре, отежава попречно клизање и премештање дислокација, тако да смањује брзину динамичког опорављања [12, 34, 98, 123].

2.4.2. Рекристализација

Деформисана структура највише утиче на процесе стварања и раста зрна за време рекристализације. Кључно питање које се поставља је да ли се клица образује као потпуно ново зрно, или клица расте из одређене мале области (запремине) као што је велика ћелија или ћелијски блок, на одрећеним преферентним местим у деформисаној структури. До сада је предложено више модела стварања клица. Класична теорија (Бурке 1952), која је полазила од претпоставке да се клице нових рекристалисаних зрна стварају спонтано услед термичких кретања је одбачена, јер је експериментима показано да клице не могу да се створе на било ком месту, већ на одређеним преферентним местима. Другу групу модела чине они који се заснивају на претпоставци да се клице стварају растом субзрна створених при деформацији или опорављању (Cahn), (коалесценцијом субзрна, механизмом полигонизације), а трећа група на кретању првобитних граница зрна тј. граница које су постојале пре деформације (strain-induced boundary migration-SIBM) (Beck, Sperry 1952) [125]. Без обзира на полазне претпоставке, јасно је да друга и трећа група модела описују само начине на које субзрна која већ постоје у деформисаној или опорављеној структури могу да испуне услове да постану клице нових рекристалисаних зрна. Да би једна мала запремина структуре са релативно малом густином грешака могла да се активира и постане клица потребно је да бар један део границе буде оријентисан под великим углом у односу на деформисану околину [8, 19, 125, 126]. Тиме се ствара покретљива граница између клице и деформисане решетке. Други услов који је потребан да би се субзрно активирало и постало клица новог зрна је да достигне одређену критичну величину. При малом степену деформације најчешће примећени механизам нуклеације је кретањем првобитних граница зрна (СИБМ) [17, 19, 127]. Покретачка сила за раст субзрна је разлика у акумулираној енергији, тј. густини дислокација у два суседна зрна. Велика ћелија или субзрно са мањом густином дислокација (мањом акумулираном енергијом), расте на рачун зрна са већом густином дислокација (већом акумулираном енергијом) које се налази са друге стране првобитне границе. Друга субзрна могу достићи критичну величину растом у процесу опорављања механизмом коалесценције субзрна или механизмом полигонизације (види 2.4.1).

2.4.3. Раст зрна

процеса рекристализације, којом је деформисана структура Након замењена недеформисаном и значајно смањена енергија система, део енергије је још увек акумулиран у границама зрна. Даље смањење слободне енергије је могуће смањењем укупне површине граница, што се може постићи растом зрна. Процес раста зрна за време рекристализације битно зависи од деформисане структуре. Брзина раста образоване клице зависи од покретачке силе и покретљивости њених гараница. Покретачка сила зависи од акумулиране енергије у локалном подручју и морфологије микроструктуре и оријентације око клице, док покретљивост граница зависи од дезоријентације граница и околне структуре. Клице су углавном окружене деформисаном основом са сегментима различите опрјентације са границом [119]. Брзина раста зрна зависи и од текстуре образоване за време хладне деформације [128], али овде неће бити разматрана. Најчешће помињани механизам нормалног раста зрна је механизам који се заснива на кретању граница зрна. Већа зрна расту на рачун мањих, тј. у процесу раста исчезавају зрна која имају мање граница (мања зрна), а расту већа (која се граниче са већим бројем суседа).

Честице секундарних фаза смањују покретљивост граница зрна у процесу раста зрна, а могу чак и да га потпуно блокирају. Раст зрна се зауставља оног момента када смањење површинске енегије услед раста зрна постане мање од повећања енегије које настаје услед њеног одвајања од честице секундарне фазе. Максимална величина зрна која се постиже у процесу нормалног раста се може повећати или повећањем температуре или смањењем запреминског удела честица секундарних фаза.

Аналогно утицају величине честица секундарних фаза на покретљивост граница при расту нових рекристалисаних зрна, може се очекивати да ће се смањењем дисперзије, тј. огрубљавањем честица секундарних фаза, добити повећање величине зрна.

2.5. Механизми лома у Al-Mg легурама

2.5.1 Макроскопски изглед прелома при једноосном затезању

Хемијски састав, брзина деформације, радна температура и микростуктура утичу на механичка својства и механизам лома у алуминијумским легурама [93, 111, 129-137]. При једноосном затезању пластична деформација започиње на најслабијем месту на коме долази до локалног смањења пресека, при чему се ту јавља пораст стварног напрезања. Код материјала код којих се јавља деформационо ојачавање на том месту ствара се отпор даљој деформацији и пластична деформација се преноси на суседно недеформисано место дуж епрувете. На новом месту поново долази до дефомационог ојачавања, тако да се процес наставља. Макроскопски, епрувета се хомогено издужује, али са повећањем силе достиже се степен деформације при коме способност материјала да деформационо ојачава није довољна да компензује смањење пресека. Деформација се локализује на месту које је

последње деформисано, што доводи до локалног сужавања и стварања врата на епрувети. Та појава је приказана на слици 2.35, и код цилиндричних и код призматичних узорака.



Слика 2.35. Фазе дуктилног лома: а) у цилиндричној епрувети, б) дифузни и локализован врат у призматично (пљоснатој) епрувети.

При затезању лимова, тј. пљоснатих епрувета, када је ширина неколико пута већа од дебљине, макроскопски посматрано врат се састоји од уских деформационих трака по дебљини узорка, где су услови раванске деформације такви да се унутар врата издужење у аксијалном правцу повећава на рачун смањења дебљине, као што је приказану у случају алуминијумске легуре 6061 на слици 2.36.

Облик, односно дужина врата који се ствара на узорку, првенствано зависи од карактеристика материјала, индекса деформационог ојачавања и осетљивости на брзину деформације, али и од геометрије узорка [138]. Врат је "локализован" када је узак, а "дифузни" ("раширен") када се деформација малог интензитета локализује на великој дужини епрувете у односу на дебљину. Због велике ширине епрувете у односу на дебљину, оштра локализација деформације у правцу ширине је отежана, па се деформације одвија поступно на већем делу епрувете. Тако се у области дифузног врата може остварити знатна деформације без видљивих промена на геометрији епрувете. У току даље деформације може наступити прекид, или се унутар дифузног врата ствара "локализован" врат.

Дужина дифузног врата (у правцу затезања) је приближно једнака двострукој ширини узорка., односно епрувете, док је ширина локалног врата приближно два пута већа од дебљине узорка. Анализа преко Морових кругова (Mohr) [138] предвиђа да се локални врат образује под приближно 55° у односу на осу затезања, код изотропних материјала, а код анизотропних је дефинисана једначином која укључује фактор анизотропије R [139],

$$\theta = \operatorname{arc} tg(\sqrt{(R+1)/R)}$$
(2.14).

Деформација при којој настаје и угао под којим се образује локални врат, зависи од величине дифузног врата, због тога што је се у врату деформација преноси нехомогено.



Слика 2.36. Изглед прелома легуре 6061 при једноосном затезању пљоснатих епрувета са различитим односом ширина/дебљина: а) дифузни врат (w/t=1); б) дифузни врат (w/t=3,8); ц) Локално тањење на дифузном врату (w/t=12) [138].

Стварање врата по дебљини лима започиње у моменту када геометријско слабљење у материјалу постаје веће од деформационог ојачавања, тј. када степен ојачавања не може да компензује смањење попречног пресека епрувете.

2.5.2 Микроскопске карактеристике лома

Познато је да се код алуминијумских легура јавља смицајни лом (дуктилни) при једноосном затезању на собној температури при конвенционалним брзинама деформације [130]. Понашање алуминијумских легура при лому зависи од више параметара: границе течења, брзине деформационог ојачавања, садржаја честица секундарних фаза, облика и величине зрна, границе зрна. Смицајни лом се јавља при деформацији пов.ц.к. легура, међу којима су и Al-Mg легуре, у области температура и брзина деформације где се јавља дисконтинуирано попуштање [6, 11, 15, 131]. На слици 2.37 приказана је температурна област у којој се у току деформације јавља смицајни лом у две алуминијумске легуре из различитих система легирања: легуре AlMg5, која ојачава растварањем елемената у чврстом раствору и AlZn5Mg1 која таложно ојачава.

Смицајни лом настаје због локализовања деформације у околини интерметалних фаза на бази Fe, Si, Mn или због локализовања деформације у смицајним тракама. Повећан садржај фаза на бази Fe, Si и Mn, убрзава појаву лома, при чему се смицајни дуктилни лом одвија механизмом настанка микрошупљина на овим честицама, растом и коалесценцијом микрошупљина. Повећана концентрација напрезања у околини честица секундарних фаза доприноси стварању и расту микрошупљина, односно доприноси појави смицајног лома и смањењу укупног издужења. Поред тога, Mg у чврстом раствору изазива локализовање деформације и образовање смицајних трака, тако да се микрошупљине концентришу у уској зони (равни) у којој је дошло до локализовања деформације [6, 131]. Због негативне осетљивости на брзину деформације (m<0), која након достизања максималне силе доминира у односу на деформационо ојачавање, долази до локализовања деформације и појаве смицајног лома [131].



Слика 2.37. Област појаве дисконтинуираног попуштања (ДП) у алуминијумским легурама: a) AlMg5 b) AlZn5Mg1 (A_f -укупно издужење, A_m-хомогено издужење) [130].

Напредовање лома је веома интензивно, а постхомогено издужење мало. На површини лома при томе настају бројна удубљења, "јамице" (dimples) различитих димензија, зависно од величине фаза које су присутне у структури [11, 140-142]. Овај "јамичасти" облик лома је најчешћи у алуминијумским легурама, док су интеркристаклни лом, локално смицање и ламеларни тип лома, такође примећени, али се јављају далеко ређе [143].

<u>Настанак дуктилне прслине</u>. Дуктилни лом настаје стварањем микрошупљина које могу настати на више начина (слика 2.38):

- декохезијом граничне површине између основе и честице
- ломом саме честице
- растом шупљине настале ломом честице у претходним операцијама прераде
- декохезијом граничне површине између основе и честице заједно са смицајном деформацијом или клизањем по граници зрна.



Слика 2.38. Механизми образовања микрошупљина: а) декохезијом граничне површине између основе и честице; б) ломом честице; в) декохезијом граничне површине између основе и честице заједно са смицајном деформацијом или клизањем по граници зрна.

Који ће механизам бити доминантан, зависи од природе саме честице, облика, величине и њеног запреминског удела, али и од природе везе честице са основом. Микрошупљина на честицама секундарних фаза настаје оног момента када је еластична енергија око честице већа од површинске енергије новонастале површине микрошупљине. Мале сферичне честице не могу лако да се ломе или деформишу, тако да се под утицајем напрезања, које стварају дислокације нагомилане на честицама, долази до декохезије и сварања микрошупљина између основе и честице. Велике издужене честице се лако ломе и на тај начин се стварају микрошупљине. Када је материјал претходно хладно деформисан, не само да се јавља декохезија на граничној површини основа/честица, већ се и саме честице ломе (слике 2.39 и 2.40). Ове поломљене честице представљају иницијална места за настанак прслине.





Слика 2.39. SEM микрофотографија. Површина лома CuAl₂ или Al₂CuMg честице (5-8µm) у Al-Cu легури [143].

Слика 2.40. SEM/BEI микрофотографија. Лом честица секундарне фазе у хладно ваљанојAl-Mg-Mn/Cu легури [35].

У случају када материјал садржи честице значајно различите по величини, крупне честице имају делеко мању енергију везе са основом од ситнијих честица. Иницијација лома у у овом случају настаје декохезиојом и растом микрошупљине на међуповршини честица/основа. Са повећањем степена деформације декохезија се јавља и на ситнијим честицама, тако да се на површини лома јављају две класе дуктилних јамица (слика 2.41). У легурама алуминијума, високе чврстоће које ојачавају термичким таложењем, такође се јављају честице различите величине. На пример у Al-Mg-Si легурама потенцијална места за обазовање микрошупљина су: a) крупне Al(Fe,Mn)Si честице талога, б) честице дисперзоида средње величине и груби Mg₂Si талози и ц) фине честице дисперзоида [142, 144]. Микрошупљине прво настају на крупнијим Al(Fe,Mn)Si. Јамице настале око ових честица могу бити реда величине 15 µm. Затим, при већем степену деформације микрошупљине настају на ситнијим честицама, тако да настају јамице реда величине 2 µm. Због тога се микрошупљине често називају примарне и секундарне микрошупљине. На слици 2.41 приказан је пример површине лома таложно ојачане Al-Cu легуре са јамицама значајно различитим по величини. Овај пример потрврђује да лом у комплексним структурама (честице различите величине и деформабилности) зависи више од екстремних вредности величине и растојања између честица, него од просечних.



Слика 2.41. SEM микрофоторгафија. Површина лома затезне епрувете 2219-T62 легуре. Различита величина јамица [140].

Раст и коалесценција микрошупљина. Под утицајем деформације образоване микрошупљине расту а истовремено се образују и нове. Када се микрошупљине приближе једна другој довољно близу, танки лигаменти између њих се прекидају и долази до лома. На површини лома при томе настају бројна удубљења која се најчешће називају "јамице" (dimples). Механизам лома у легурама које садрже честице секундарних фаза је контролисан управо овим честицама. Раст иницијалне прелине се може одвијати или увећањем (растом) образованих микрошупљина око честица и њиховим спајањем, или деформацијом дуж трака клизања унутар лигамената (између шупљина). Који ће механизам доминирати зависи од величине и растојања између честица. Тачније, може се рећи да се коалесценција микрошупљина одвија по три механизма: а) стабилном коалесценцијом путем раста и судара (impingement) примарних јамица, б) нестабилном коалесценцијом смицањем лигамената између микрошупљина и, ц) коалесценцијом секундарних јамица у/ на лигаменатима између примарних јамица [145]. Најчешће је присутна комбинација б) и ц) механизама. Ако су у структури присутне крупне честице на релативно малом растојању раст прслине ће се одвијати растом и спајањем микрошупљина (pure ductile tearing), које се одвија у равни са максималним нормалним напрезањем, тако да се прслина креће у овој равни (слика 2.42а). Када се честице налазе на већем растојању, процес коалесценције микрошупљина може укључити и деформацију клизањем у области између микрошупљина, тј. унутар лигамената. Сматра се да се ова деформација одвија на два начина:

- смицајном декохезијом-деформацијом смицањем између образованих микрошупљина (void sheet fracture), или
- стањивањем лигамената (стварањем врата) и њиховим прекидом (*plastic load-limit model*).

У првом случају до декохезије долази дуж деформационих трака, у којима су смицајно напрезање и смицајна деформација највећи (слике 2.42б).



Слика 2.42. Шематски приказ коалесценције микрошупљина (a) растом микрошупљина дуж равни нормалној на правац нормалног напрезања (pure ductile tearing) б) цик-цак деформација клизањем у равнима са великим смицајним напрезањем између шупљина [138].

Карактеристично је да се декохезија одвија веома брзо и уз минималну пластичну деформацију, па се макроскопски посматрано овај лом карактерише као крт [146]. Овај механизам је присутан у челицима који садрже честице различите величине (нпр. крупне MnS и мање –сферне карбиде). Лом почиње стварањем микрошупљина на честици MnS. Између микрошупљина ствара се врат који се сужава након достизања критичног напрезања, док не наступи прекид лигамената. (*the plastic load-limit model*) [138].

На слици 2.43 приказани су различити типови микрошупљина који настају у присуству четица секундарних фаза (2.43а, б, ц), као и у материјалима који не садрже секундарне фазе, нпр. легуре титана (2.43д, е). Коалесценција микрошупљина, будући да је нестабилан и брз процес, није увек потпуно јасна. Поједини аутори сматрају да суседне микрошупљине расту и спајају (McClintock). Микрошупљине образоване на малим честицама потпомажу процес коалесценције (слика 2.43 б). Међутим, уочен је и механизам у коме се јавља и смицање између шупљина. Слика 2.43 ф показује да права линија која повезује корене микрошупљина постаје под углом од 45° када дужина микрошупљине постане једнака растојаљу између две микрошупљине.

Познато је да микрошупљине могу настати на крупним недеформабилним честицам секундарних фаза при мањој унетој деформацији него на ситнијим [147]. Међутим, истраживања на таложно ојачаним алуминијумским легурама су показала да се са повећањем броја ситнијих честица у процесу таложења смањује дуктилност [142]. У случају када је лом резултат коалесценције оваквих честица (под претпоставком да су хомогене по величини и расподели) деформација при лому се може проценити на основу предложених модела у литератури (Brown and Embury) [142], и одговара деформацији потребној да микрошупљина порасте до величине једнаке средњем растојању између честица.



Слика 2.43. Шематски приказ настанка и раста микрошупљина: a), б) и ц) у присуству честица секундарних фаза; д) и е) без честица секундарних фаза, ф) смицање између шупљина (Schwalbe et al.) [143].

Критични услови за коалесценцију микрошупљина у случају бимодалне расподеле честица секундарних фаза (хетерогене величине) је приказан шематски на слици 2.44. Лом се одвија на следећи начин: са повећањем степена деформације микрошупљине прво настају на крупним честицама и почињу да расту. Пре него што се достигну услови за њихово спајање, јавља се декохезија на граничним површинама ситних честица и основе. У том случају критична деформација за коалесценцију шупљина насталим на крупним честицама и суседних (ситних) се пре достиже него у случају хомогене расподеле само крупних фаза. Критични деформација се постиже када величина шупљине око крупне чесетице постане једнака растојању λ (слика 2.44) између честица хетерогене величине, које је мање него у случају хомогене расподеле крупних фаза.



Слика 2.44. Шематски приказ критичних услова за коалесценцију микрошупљина у случају бимодалне расподеле ч.с.ф. [142].

Процес спајања микрошупљина у случају бимодалне расподеле величине честица се може одвијати веома брзо. У основи је то дуктилни лом, али је дуктилност знатно смањена. На површини лома се уочавају и крупне и ситне јамице, а ситне могу бити и унутар крупних [142]. Облик и дубина јамица зависи од величине и растојања између честица., типа примењеног напрезања и својстава (жилавости) самог материјала. Најчешће се среће подела на три групе јамица: полигоналне (еквиаксијалне или равноосне), смицајне (смицајно издужене) и бочно смицајно издужене, које су шематски приказане на слици 2.45.



Слика 2.45. Облик јамица у зависности од примењеног напрезања; а) затезно, б) смицање, ц) бочно затезно напрезање.

При једноосном затезању настају на обе преломне површине полигоналне јамице. При смицању настају јамице које су издужене и усмерене супротно на две преломне површине, док при бочном затезању настају издужене јамице усмерене ка месту настанка лома на обе преломне површине. Због угла под којим се посматрају, најчешће 30°-45°да би се обезбедио најбољи контраст, еквиаксијалне јамице не морају увек на површини лома да изгледају потпуно равноосно, већ благо издужене.

2.6 Квантитативна микроструктурна анализа

Квантитативна микроструктурна анализа или квантитативна металографија, има важну улогу у науци о материјалима и инжењерској пракси. У циљу разумевања улоге честица секундарних фаза на развој микроструктуре при опорављању и рекристализацији односно резултујућу величину зрна, потребно је дати квантитативан опис механичких својстава у функцији расподеле величине честица секундарних фаза и величине зрна. Помоћу резултата квантитативне анализе се може успоставити веза између прцеса прераде, микроструктуре и механичких својстава метала или легуре, што представља први корак ка успостављању математичког модела.

Познавање микроструктуре неког материјала подразумева не само увид у присуство појединих фаза у микроструктури, већ и податке о њиховом површинском и запреминском уделу у микроструктури, облику, величини и расподели честица, средњем слободном путу између честица, облику, величини и облику зрна, уделу рекристалисаних зрна и др. [1]. Квантитативна металографија одређује ове карактеристике микроструктуре квантитативним мерењем на микрофотографијама или микроскопу.

2.6.1 Методе мерења величине зрна и честица секундарних фаза

Стандардне процедуре и методе које се користе за одређивање величине зрна и удео секундарних фаза, дефинисане су стандардима (ASTM E 3, ASTM E-112, ASTM E-562, ASTM E-1382 – 97, ASTM E 1245). Мерење параметара при квантитативној анализи је могуће вршити директно на микроскопу или, што је чешће, тзв. анализом слике. Анализа слике подразумева коришћење микрофотографија са оптичке и скенирајуће [148, 149], па чак и трансмисионе електронске микроскопије [150, 151]. Примена оптичке микроскопије је јефтинија и стога се углавном примењује у индустрији, док се у квантитативној анализи у истраживачке сврхе све више примењује микрофотографија са SEM-а, и то добијена коришћењем детектора секундарних електрона (SEI-secondary electron imaging) и одбијених електрона (BEI-backscatter electron imaging). Испитивања на легури титана, која су обухватила одређивање квантитативног удела примарне α -фазе коришћењем и оптичке микроскопије и скенирајуће електронске микрскопије, су показала да се статистички добијају еквивалентни резултати [152]. Међутим, у случају квантитативне анализе финих честица секундарних фаза примена SEM -a, је у сваком случају супериорна.

За одређивање величине микроструктурних параметара користи се више метода:

- Метода поређења;
- Планиметријска метода;
- Линијска метода мерења одсечка.

Методом поређења се анализирана микроструктурна карактеристика пореди са стандарадним серијама микрофотографија. Ова метода је довољно тачна за комерцијалне сврхе.

Планиметријска метода (Jeffries' procedure) је метода која се заснива на принципу бројања микроструктурне карактеристике на одређеној површини, најчешће кругу одређене површине. Код одређивања величине зрна тиме се одређује средња вредност површине пресека зрна, из које се израчунава и средњи пречник зрна, уз апроксимацију да је зрно кружног попречног пресека. Ова метода се примењује у случају неусмерене структуре.

Линијска метода мерења одсечка (*Heyn lineal intercept procedure*) се чешће користи од планиметријске методе а састоји се у одређивању средњег линеарног одсечка (растојања између тачака пресека мерне линије произвољне орјентације са границом зрна или честице). Последње две методе су тачније од методе поређења.

Од микроструктурних карактеристика најчешће се одређују средња величина зрна, величина честица секундарних фаза, расподела величине зрна и секундарних фаза, удео појединих фаза у структури, али и облик зрна и честица секундарних фаза. Када су честице сферне, величина честица је дефинисана пречником честица. Међутим, обзиром да су честице најчешће неправилног облика, онда се одређују параметри који описују и величину и облик честице. Неки од основних стереолошких параметара који су приказани на слици 2.46.



Слика 2.46. Графички приказ основних геометријских (раванских) параметара при квантитативној микроструктурној анализи на попречном пресеку узорка: a) Naseinnstein пречник; б) Martin пречник; в) Feret пречник; г) максимални пречник; д) еквивалентни пречник; ђ) линеарни одсечак [153].

Naseinnstein пречник (слика 2.46 а) представља дужину тетиве нормалне на тангенту паралелну мерној линији; Martin-ов пречник (слика 2.46 б) је дужина тетиве која дели честицу на две једнаке површине; Feret пречник (слика 2.46 в) је пројекција честице на x или y осу; Максимални пречник је најдужа тетива која је паралелна мерној линији; Еквивалентни пречник је пречник круга површине еквивалентне површини честице (слика 2.46 д), док је линеарни одсечак растојање између тачака пресека мерне линије и обода честице (2.46 ђ).

Осим ових параметара често се одређује и површина попречног пресека (A), обим (L_p), периметар (P) и др. На основу ових измерених параметара изводе се друге карактеристике које описују описују облик зрна или честице. Постоји више дефинисаних фактора облика, на пример: фактор издужења или анизотропије $A_r=d_{max}/d_{min}$ или $A_r=дужина/ширина$, сферност $f=4\pi A/P^2$ или $f = P^2/4\pi A$ и др. Рачунским путем се добијају средње вредности линијских, раванских и запреминских параметара који квантитативно описују микроструктуру, али и површински и запремински удео појединих микроструктурних карактеристика [154-156].

2.6.2 Расподела величине честица секундарних фаза

Честице секундарних фаза су један од основних микроструктурних параметара који одређује својства алуминијумских легура. Њихов утицај зависи од количине, односно удела у микроструктури, растојања између честица и расподеле, облика, величине, природе и деформабилности честица. Контрола удела фаза, као и величина и расподела честица секундарних фаза, су кључни фактори у контроли микроструктуре легура (величине зрна, густине дислокција и др.), а самим тим и физичких и механичких

својстава. Због тога се квантиттативна металографија често користи за потврду регуларности израде и термомеханичке прераде алуминијумских легура. Према равнотежним дијаграмима стања у микроструктури Al-Mg легура, у зависности од садржаја Mg и других елемената (Mn, Fe, Cr), јављају фазе типа: Al-Mg, Al-Fe, Al-Fe-Mn, Al-Fe-Mn-Cr и Al-Mg-Mn.

При термомеханичкој преради алуминијумских легура може доћи до лома честица честица секундарних фаза, у зависности од њихове природе (тврдоће) и величине. Најчешће су то тврде и крупне честице на бази Fe ((Fe,Mn,Cr)₃SiAl₁₂, (Fe,Mn,Cr)₂Si2Al₉) у Al-Mg-Si легурама, (Fe,Mn)Al₆ у Al-Mg, и далеко мање Mg₂Si фазе, које су присутне у више система легирања [157-160].

Мерења се, по правилу, при квантитативној микроструктурној анализи врше на великом броју поља, тако да се могу одредити средња и стандардна девијација. Тачност мерења зависи од броја поља на којима се врши мерење, односно броја анализираних слика. Прецизним мерењем се сматра оно које је 95% у интервалу (граници) поверења. Овај интервал дефинише опсег око средње вредности мерења у коме ће бити 95 мерења од 100.

Интервал поверења 95% (95% confidence interval) се рачуна према једначини:

$$95\% CI = \frac{ts}{\sqrt{n}} \tag{2.15}$$

где је:

t - Student's фактор (*multiplier*), који зависи од нивоа захтеване тачности и броја мерења, а вредности се налазе у табелама у ASTM стандардима, (Е 562 and Е 1382);

s - је стандардна девијација узорка.

Релативна тачност мерења RA, је одређена изразом:

$$% RA = 100 (95 \% CI)/X$$
 (2.16)

где је Х –средња вредност мерења.

Релативна тачност од 10% или мања, сматра се задовољавајућом у већини радова.

Одређивање микроструктурних параметара зависи од поузданости мерења. Грешке које настају при мерењу могу бити:

- (а) експерименталне природе, што укључује моћ раздвајања микроскопа, неодговарајућу металографску припрему и ефекат нагризања,
- (б) статистичке проузроковане применом неодговарајуће технике узимања узорака,
- (в) субјективне које се јављају при мерењу мануелном и полуаутоматском методом,
- (г) последица постављања прага детекције када се користе потпуно аутоматски анализатори.

Од свих грешака највећу пажњу треба посветити статистичким грешкама, односно начину узимања узорака и одређивању потребне величине узорка или броју мерних поља, јер се могућност настајања било које грешке може смањити уколико се изведе довољан број мерења.

Избор мерних поља код изотропних микроструктура може бити потпуно, случајно и систематско. У предности је метода систематског избора поља када се мерна поља бирају на одређеном правилном растојању. Наиме, код методе систематског бирања поља релативна стандардна грешка се брже смањује са повећањем узорка него код друге две методе. Могућност појаве статистичке грешке при неправилном узимању узорака код анизотропне микроструктуре је далеко већа него код изотропне.

Величина узорка односно број мерних поља, у овом случају мерења, *n*, потребних за постизање захтеване тачности оцене може се одредити ако се претходно изврши прорачун неколико основних статистичких параметара, до којих се долази анализом мањег броја мерења.

Аритметичка средина мереног параметра се рачуна према једначини:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i$$
(2.17)

где је x_i вредност сваког појединачног мерења параметра x, а n број мерења.

Стандардна девијација скупа - \sigma, или *узорка - s*, која представља меру одступања (дисперзије) вредности појединачних мерења параметра *x* од аритметичке средине, израчунава се по формули:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n} (x_i - \overline{x})^2}$$
(2.18)

Даље се прорачунава *стандардна девијација аритметичке средине*, $\sigma_{\bar{r}}$, по једначини:

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{s}{\sqrt{n}} \tag{2.19}$$

Стандардна девијација као мера дисперзије је мера апсолутног а не релтивног одступања, па се због тога тачност односно прецизност анализе често одређује на основу *коефицијента варијације CV (* која се може изразити у процентима као:

$$CV = \frac{s}{x} 100 \,(\%) \tag{2.20}$$

На основу вредности аритметичке средине и стандардне девијације може се одредити потребан број мерења *-n* за захтевану тачност оцене уз 95% интервал поверења према једначини:

$$n = \left[\frac{200}{\% CV} \cdot \frac{s}{\overline{x}}\right]^2 \tag{2.21}$$

2.6.3 Приказивање резултата

Један од најпростијих начина графичког приказивања груписаних података (величине честица фаза или величине зрна) је хистограм. Хистограм је тип дијаграма који се састоји од низа правоугаоника. Основице правоугаоника су једнаке и одговарају ширини изабраног интервала на х-оси (класе), а висине могу бити или број измерених јединица (нпр. број зрна, честица итд.), или процентуални удео измерених јединица одређене класе у односу на укупни број измерених јединица, што се назива *релативна учесталост* (%). Пример једног таквог хистограма, где је приказана расподела величине зрна, приказан је на слици 2.47. Мерена су зрна већа од 1 μ m, при ћему су сва измерена зрна груписана у класе ширине 1 μ m. Ширина интервала (*bin*), који се представља на *х*-оси, код израде хистограма је критичан параметар, јер неодговарајући избор може довести до некоректних закључака, [161].



Слика 2.47. Типичан изглед расподеле величине зрна хистограмом.

У случају избора малог интрвала мерена величина може остати непромењена, док у супротном неке промене се неће регистровати. На слици 2.48 приказан је пример три хистограм који репрезентују исте резултте али са различитим бројем класа, где се види да се изглед хистограма драматично мења у зависности од ширине интервла.



Слика 2.48. Хистограми са изабраним различитим класама (ширином интервала) 12,5; 25 и 50 [161].

Хистограм може да има више различитих облика. Најчешћи облици су симетричан, асиметричан (улево или удесно) и униформни [162]. Код асиметричног хистограма линија која спаја средине правоугаоника (стубића) је дужа улево (асиметричан улево) или удесно (асиметричан удесно). Карактеристике којима се такође описује крива расподеле су аритметичка средина (једначина 2.17), медијана и модус. Медијана је средишњи члан растућег низа, а модус је апсциса највише тачке криве. Тако, нпр. код криве расподеле која је асиметрична удесно, аритметичке средина има највећу, модус најмању вредност, док је вредност медијане између ове две. Серија података у којима се само једна вредност јавља са највећом учесталости има само један модус. Таква расподела се назива *унимодална*. Ако се две вредности јављају са истом (највећом) учесталости, расподела је *бимодална*. Ако се више од две вредности јављају са истом (највећом) учесталости, онда таква серија података садржи више модуса, па је расподела *мултимодална* [162].

Кумулативна учесталост се израчунава сабирањем учесталости свих класа које су мање или једнаке од посматране вредности. Овакав приказ је нарочито погодан код поређења одређених параметара у различитим легурама, или истој легури различитог састава. На слици 2.48 приказан је пример одређивања ширине секундарних дендритних грана у AlCu5Mg1 легури без и са додатком Ti [163]. Расподела је приказана и као релативна и кумулативна учесталост (слика 2.49 а, б), али је поређењем кумулативних учесталости у ова два случаја (слика 2.49 в) јасније приказано да додатак Ti утиче на ширину секундарних дендритних грана.



Слика 2.49. Расподела средње ширине секундарних дендритних грана у легури а) AlCu5Mg1(0% Ti) - узорак 1; б) AlCu5Mg1 (0,25% Ti) - узорак 2; (в) поређење кумулативних учесталости обе легуре.

3 Експериментални рад

3.1 Материјал

За испитивање су коришћени топло ваљани лимови Al легура, AlMg3, AlMg4,5Mn, AlMg6Mn, произведени у индустријским условима. Хемијски састав испитаних легура дат је у табели 3.1.

	-								
	Mg	Si	Cu	Mn	Fe	Zn	Ni	Ti	Al
AlMg3	3,1	0,09	0,01	0,03	0,31	0,04	0,01	0,01	Ост.
AlMg4,5Mn	4,55	0,16	0,02	0,47	0,42	0,02	0,01	0,014	Ост.
AlMg6Mn	5,95	0,12	0,015	0,54	0,36	0,07	0,01	0,01	Ост.

Табела 3.1. Хемијски састав Al-Mg легура, mas.%

У циљу добијања жарених лимова дебљине 3 mm у два структурна стања у погледу величине зрна, који су били полаз за деформацију РВ и ГВ, извршена је термомеханичка прерада (ТМП) Al-Mg легура. Шеме ТМП су приказане на сликама 3.1-3.3. Режим I је примењен за добијање ситнозрног структурног стања, а режим II за крупнозрно структурно стање. Жарење је извршено у лабораторијској пећи у атмосфери ваздуха. При загревању легура AlMg3 и AlMg6Mn при завршном жарењу режима II, примењена је велика брзина загревања 25°С/min, а код легуре AlMg4,5Mn, мала 0,6°С/min (≈35°С/h). Хлађење након завршног жарења код оба режима је извршено ваздуху (AC-air cooling), док је хлађење након међуфазног жарења у режиму I извршено на ваздуху а код режима II у пећи (FC -furnace cooling).



Слика 3.1. Термомеханички режим прераде AlMg3 легуре.



Слика 3.2. Термомеханички режим прераде AlMg4,5Mn легуре.



Слика 3.3. Термомеханички режим прераде AlMg6Mn легуре.

3.2. Деформација

Деформационо понашање је испитано на узорцима који су деформисани коришћењем две технологије: ротационо ваљање конусних елемената и ваљање глатким ваљцима (равно ваљање или конвенционално ваљање).

3.2.1. Ротационо ваљање

Ротационо ваљање конусних елемената извршено је на машини "Leifeld" у Компанији "Слобода" Чачак. Припремци за ротационо ваљање су били лимови димензија 130x130 mm и дебљине 3 mm. Коришћени су алати-трнови са углом од $2\alpha = 90^{\circ}$, 60° , 40° и 18° (слике 3.4 и 3.5). Процесни параметри: брзина обртања трна, корак-помак по аксијалној оси, зазори између алата и плоче и др., одређени су на основу израде више пробних узорака. При изради конуса са углом $2\alpha=90^{\circ}$ і $2\alpha=60^{\circ}$ брзина обртања трна је износила n=400 o/min, а корак-помак по аксијалној оси f= 150 mm/min. При изради конуса са углом $2\alpha=40^{\circ}$ и $2\alpha=18^{\circ}$ параметри су били n=660 o/min i f=150 mm/min.





Слика 3.4. Алати за ротационо ваљање конуса: ролне и трн ($2\alpha = 60^{\circ}$).

Слика 3.5. Трнови за ротационо ваљање: 2 $\alpha = 40^{\circ}$ и $2\alpha = 18^{\circ}$.

Димензиона мерења су обухватила мерење дебљине зидова конусних елемената и мерење углова конуса. Дебљине зидова (S) су мерене дуж 4 изводнице под међусобним углом од 90°. Растојања између мерних тачака дуж једне изводнице су била 20 mm. Мерења су вршена компаратером, са тачношћу од 0,01 mm. За прорачун степена редукције су узете средње вредности измерених дебљина. Мерење углова конуса је вршено угломером. Теоријске, односно "синусане" дебљина конуса обиликованих на трновима са одређеним углом, израчунате су коришћењем једначина 2.2 и 2.3, а одступање остварене дебљине зида конуса од теоријске на (коефицијент одступања К) по једначини 2.4.

3.2.2. Хладно ваљање глатким ваљцима

Ваљање глатким ваљцима је извршено на полуиндустријском ваљачком стану на Катедри за металуршко инжењерство Технолошко металуршког факултета у Београду. Полазна дебљина узорака од 3 mm је редукована са степенима деформације од 30, 50 и 80 % код свих легура.

3.3. Испитивање механичких својстава

3.3.1. Мерење макро и микротврдоће

Мерење тврдоће је вршено методом Vickers-a са оптерећењем 50 N i 30 N, у зависности од дебљине узорака по стандарду SRPS C.A4.050. Мерење тврдоће PB елемената је вршено дуж 2 изводнице под углом од 180°, на растојању од 15 mm између мерних места. На лимовима ваљаних глатким ваљцима вршено је најмање 5 мерења по узорку. Мерење микротврдоће фаза извршено је на "Leitz" микроскопу METALLOPLAN са ауатоматским уређајем за мерење микротврдоће, по Vickers методи, коришћењем силе

ауатоматским уређајем за мерење микротврдопе, по Vickers методи, коришпењем силе $F=98,1x10^{-3}$ N (10 g) и $F=49,05x10^{-3}$ N (5 g), у зависноси од величине фазе Тврдоћа је мерена на крупним честицама (Fe,Mn)Al₆ фазе (15-25 µm), тако да се задовољи захтев да растојање отиска од ивице честице буде 2 дијагонале отиска (2d).

3.3.2. Испитивање једноосним затезањем

Испитивање једноосним затезањем је извршено на собној температури коришћењем епрувета урађеним по стандарду ASTM E-8, L_0 = 25 mm, на кидалици "Zwick", максималног опсега силе 50 kN, константном брзином затезања v=10 mm/min, при чему је остварена стварна почетна брзина деформације $\dot{\varepsilon} = 6,7 \cdot 10^{-3} s^{-1}$. Дијаграми затезања (F- Δ l) су регистровани на екстерном писачу, при чему је издужење мерено екстензометром.

3.4. Испитивање физичких својстава

3.4.1. Мерење електричне проводљивости

Мерење електричне проводљивости је извршено на уређају »Főrster« SIGMATEST D 2.086 у јединицама %IACS (*International Annealed Copper Standard*), чија је тачност мерења ±1% од измерене вредности. Избор фреквенције (60-480 kHz) је извршен је у зависности од електричне проводљивости и дебљине конкретних узорака, тако да је задовољен услов да је дебљина узорка d≥3δ_{ef}, при чему је $\delta_{ef} = \frac{503}{\sqrt{\sigma \cdot f}}$; σ –проводљивост [MS/m], 1 MS/m=1,72 %IACS; f-фреквенција [Hz]. Мерења су извршена на собној температури (20-23°C).

3.5. Карактеризација микроструктуре

3.5.1 Оптичка микроскопија

Испитивање микроструктуре је извршено на оптичком микроскопу Leitz, при повећањима 100-1000х, и фотографисана дигиталним камером »Canon« Power Shot S40 и видео камером Leica DFC 295.и то:

- Анализа структуре зрна –посматрањем нагрижених узорака у поларизованом светлу;
- Анализа присутних фаза на полираним узорцима у светлом пољу.

Узорци су припремљени механичким брушењем и полирањем а затим су електрохемијски полирани и нагрижени. Механичко брушење је извршено на брусним папирима финоће од 240 до 2000, механичко полирање дијамантском пастом финоће 7/5 µm. Електрохемијско полирање извршено је на уређају »Polectrol Struers« у воденом раствору перхлорне киселине са напоном 30V у трајању 15s. Електрохемијско нагризање је извршено на истом уређају у Barker's-овом реагенсу (водени раствор борфлуороводоничне киселине). Услови нагризања: напон 10-15V, време 80-160 s.

3.5.2. Скенирајућа електронска микроскопија

Анализа прелома на скенирајућем микроскопу је вршена под повећањима од 35 до 3500 х. Мала повећања су коришћена при анализи макроскопског изгледа лома, а велика за одређивње микроскопских карактеристике површине прелома.

Скенирајућа електронска микроскопија је коришћена за:

- анализу преломних површина затезних епрувета;
- израда микрофотографија секундарних фаза на металографским узорцима
- идентификацију секундарних фаза енергодисперзиона анализа X- зрака (EDS)

Анализа површине прелома извршена је на затезним епруветама коришћењем скенирајућих микроскопа JEOL 20T на Катедри за металуршко инжењерство Технолошко металуршког факултета у Београду и JEOL JSM-6460LV, Универзитетског центра за електронску микроскопију Природно-математичког факултета у Новом Саду.

Металографски узорци су били у полираном стању, осим у случају ситнозрне AlMg3 легуре, која садржи фине честице секундарних фаза, која је нагрижена у Graf-Sergent реагенсу (15,5 ml HNO₃, 0,5 ml HF, 3g CrO₃, 84 ml H₂O.

При одређивању услова за испитивање коришћена су два детектора на SEM-у: детектор секундарних електрона (SE) и одбијених електрона (BE), па су и добијене две врсте микрофотографија (SEI-secondary electron image и BEI-backscatter electron image).

Идентификасија фаза је извршена енергодисперзионом анализом X-зрака (EDS) на SEM-у. Коришћене су тачкаста и линијска анализа, као и *X-ray mapping*, односно одређивање расподеле појединачних елемената на одређеној површини.

Испитивање је извршено на полираним или, у случају ситнозрне AlMg3 легуре, нагриженим узорцима (нагризање извршено у Graf-Sergent pearency). Узорци су пре испитивања опрани етил-алкохолом у ултразвучном купатилу у трајању од 15 минута.

3.5.3. Трансмисиона електронска микроскопија

Испитани су узорци AlMg3 легуре у:

- полазном жареном стању, са две величине зрна (ситно и крупно),
- деформисаном стању ротационо ваљаном, са степеном деформације 85 % %,
- деформисаном стању –ваљањем глатким ваљцима, са степеном деформације 80 %.

Узорци за испитивање, дискови пречника 15 mm, су исечени из танких лимова (дебљине око 0,5 mm). Дискови су затим механички тањени алату до дебљине мање од 100 µm, коришћењем серије брусних папира финоће до 1000. Из ових узорака (фолија) су зумбом исечени стандарни узорци за TEM - дискови пречника 3 mm. Дискови су даље тањени у Struers-овом инструменту за електрополирање уз коришћење раствора елекролита хемијског састава CH₃OH:HNO₃=2:1. Услови електрополирања су били следећи:

T=-35°C, U=12-15 V, I=15-22 mA. ТЕМ карактеризација је извршена у микроскопу JEOL 100CX при напону од 100 kV.

Механичка припрема узорака до дебљине мање од 100 µm, као и конструкција и израда алата за држање ових узорака, су урађени у Одељењу за металне материјале ВТИ-а. електролитичко тањење и испитивање је извршено у Лабораторији за електронску микроскопију Катедре за металуршко инжењерство Технолошко-металуршког факултета у Београду.

3.5.4. Квантитативна микроструктурна анализа

Квантитативна анализа микроструктуре Al-Mg легура је обухватила

- Одређивање величине зрна;
- Одређивање расподеле величине зрна;
- Одређивање расподеле величине честица секундарних фаза
- Одређивање средње величине јамица на површинама прелома.

Одређивање величине зрна извршено је линијском методом мерења одсечка коришћењем софтвера за анализу слике LAS-Leica Application Suite. Коришћене су микрофотографије добијене на оптичком микроскопу, при повећању 200х. Тестне линије су цртане у два

правца, по 6 у сваком правцу, при чему су мерења извршена најмање на 5 микрофотографија по стању.

Квантитативна анализа расподеле честица секундарних фаза је, такође, извршена коришћењем софтвера за обраду слике LAS, применом линијске методе мерења одсечка. Коришћене су микрофотографија добијеним на SEM при повећењу од 2000х. За свако структурно стање мерење је извршено на по 70 микрофотографија, по 6 мерних линија, мерењем одсечка честице на мерној линији. Мерене су честице (независно од типа честица) крупније од 0,5 µm. Број измерених честица је био од 600 до 1000 за свако структурно стање легуре.

При поређењу расподеле честица секундарних фаза у жареној и деформисаној AlMg6Mn легури, мерења су извршена на по 90 микрофотографија при повећању 2000х.

Статистичка обрада резутата мерења и величине зрна и честица секундарних фаза извршена је у програму Origin.

Одређивање средње величине јамица је извршено на SEM микрофотографијама површина прелома (повећање око 650х) линијском методом бројања одсечака на по 6 линија.

4 Резултати

4.1 Полазна микроструктура

Микроструктуру Al-Mg лимова дебљине 3 mm након завршног жарења, који су били полаз за даљу деформацију (РВ и ГВ), карактеришу полигонална, рекристалисана зрна, слика 4.1. Резултати одређивања средње величине зрна методом линеарног пресека су дате у табели 4.1, а расподеле величине зрна приказане су на сликама 4.2 до 4.7. Расподела величине зрна код ситнозрних структура свих легура је унимодална. Величина зрна код сваке легуре појединачно је веома уједначена и највећи број зрна је у интервалу 10-20 µm. Код крупнозрних структура уочена је нехомогеност у погледу величине зрна и интервал величина зрна је већи (табела 4.1). Расподела величине зрна код свих легура је мултимодална.

Табела 4.1. Средња величина и опсег величине зрна испитаних Al-Mg легура након различитих режима ТМП (µm)

Легура	Средња величина зрна, <i>L</i> _z (µm)	Опсег величине зрна, Lz _{min} -Lz _{max} (µm)		
	Ситно зрно	Крупно зрно		
AlMg3	14,2	20-50		
AlMg4,5Mn	13,3	30-55		
AlMg6Mn	14,1	20-50		


Слика 4.1. Микроструктура ситнозрних и крупнозрних узорака Al-Mg легура у полазном стању за даљу деформацију : a) AlMg3; б) AlMg4,5Mn; в) AlMg6Mn.



Слика 4.2. Расподела величине зрна у ситнозрној AlMg3 легури.



Слика 4.4. Расподела величине зрна у ситнозрној AlMg4,5Mn легури.



Слика 4.6. Расподела величине зрна у ситнозрној AlMg6Mn легури.

Слика 4.3. Расподела величине зрна у крупнозрној AlMg3 легури.



Слика 4.5. Расподела величине зрна у крупнозрној AlMg4,5Mn легури.



Слика 4.7. Расподела величине зрна у крупнозрној AlMg6Mn легури.

4.2 Идентификација фаза у структури Al-Mg легура

4.2.1 Оптичка микроскопија

Идентификација секундарних фаза у Al-Mg легурама оптичком микроскопијом извршена је на основу нијансе боје, облика, величине и расподеле у структури. Анализа је вршена на полираним, а затим на нагриженим узорцима. Обзиром да је рађена само квалитативна анализа а не квантитативна, анализа фаза на нагриженим узорцима се показала као једноставнија, јер се фазе јасније уочавају у односу на полирано стање. На сликама 4.8-4.11 приказане су катектеристичне фазе уочене у испитаним Al-Mg легурама.





AlMg3 легури.

Слика 4.8. Секундарне фазе у крупнозрној Слика 4.9. Секундарне фазе у крупнозрној AlMg4,5Mn легури.



Слика 4.10. Секундарне фазе у структури крупнозрне AlMg6Mn легуре a) Mg-Si фаза у AlMg6Mn легури б).



Слика 4.11. Секундарне фазе у: а) ситнозрној, б) крупнозрној AlMg6Mn легури.

4.2.2 Микротврдоћа фаза

У микроструктури испитаних Al-Mg легура оптичком микроскопијом су идентификоване честице (Fe,Mn)Al₆, Mg₂Si, Al₃Fe и Mg₅Al₈ (β) фазе (види 4.2.3). Мерење микротврдоће свих ових фаза је непоуздано, пре свега због односа њихове величине и тврдоће. Да би мерење било поуздано, однос величине честице и дијагонале отиска (која зависи од тврдоће честице и примењеног оптерећења) мора бити најмање 5 (види. 3.3.1). Смањењем оптерећења, смањује се величина отиска пирамиде на честици, али се при томе смањује прецизност мерења дијагонале (повећање при коме се мери дијагонала је 400х, а тачност уређаја је је ±1 µm). Због тога је метода у конкретном случају била погодна једино за мерење микротврдоће (Fe,Mn)Al₆ фазе, чије су полигоналне честице величине најчешће 10-20 µm, па до 30 µm. Мерења су извршена на узорцима легуре AlMg6Mn.

При мерењу су коришћене силе утискивања: F=98,1x10⁻³ N (10 g) и 49,05x10⁻³ N (5 g). Средња вредност измерених дијагонала је одређена на основу 5 мерења.

Сила утискивања, F (N)	Дијагонала отиска, d _{sr} (µm)	Тврдоћа, НV
98,1·10 ⁻³	5,0	742
$49,05 \cdot 10^{-3}$	3,5	757

Табела 4.2. Микротврдоћа (Fe,Mn)Al₆ фазе

4.2.3 SEM микроскопија и EDS анализа

Идентификаија фаза на SEM-у у испитаним Al-Mg легурама извршена је на AlMg3 легури, док је за идентификацију фаза у легурама са додатком Mn изабрана је AlMg6Mn легура. због уочених крупнијих фаза на оптичком микроскопу, на којима је EDS анализа поузданија.

У табели 4.3 дати су типови фаза које су детектоване EDS анализом у Al-Mg легурама, као и претпостављени састави фаза.

Легура	Тип фазе
AlMg3	Al-Fe, Al-Mg, Al-Fe-Cr
AlMg4,5Mn	Al-Fe-Mn, Mg-Si
AlMg6Mn	Al-Fe-Mn, Al-Mg-Mn, Mg-Si

Табела 4.3. Фазе идентификоване у Al-Mg легурама EDS анализом

На сликама 4.12 до 4.13, приказане су микрофотографије анализираних фаза и одговарајући спектри добијени EDS анализом. Сиве полигоналне честице, мање од 4 µm у AlMg3 легури (слика 4.12), су обе Al-Mg типа, што одговара β фази (Mg₃Al₅ или Mg₅Al₈). Присутне су и Al-Fe и Al-Fe-Cr светлије фазе, чија је идентификација тежа због односа величине честице и величине електронског снопа који захвата и део основе, па се у анализи јавља и Mg (слика 4.13, спектри 1 и 3) Анализа фаза које садрже Fe и Cr, анализиране при већем повећању су приказане на сликама 4,14 и 4.15.





Слика 4.12. Фазе Al-Mg типа у AlMg3 легури а), б); EDS спектар елемената детектованих в).





Слика 4.13. Фазе Al-Mg, Al-Fe и Al-Fe-Cr, у структури AlMg3 легуре.



Слика 4.14. Фазе Al-Fe-Cr у структури AlMg3 легуре.



Слика 4.15. Al-Fe и Al-Mg фазе у AlMg3 легури.

На сликама 4.16 до 4.17 приказан је типичан изглед фаза у AlMg6Mn легури и одговарајући спектри. Крупне честице су Al-Fe-Mn типа (спектар 1 на слици 4.16), односно највероватније (Fe,Mn)Al₆. Анализирано место 2 на слици 4.16 а, у ствари није фаза, већ микрошупљина настала на граници зрна, а детектовани Mg на спектру 2 потиче из основе.



Слика 4.16. Фазе у AlMg6Mn легури а) и одговарајући EDS спектри фаза б).

Ha слици 4.17 приказана је честица полигоналног облика, величине 3 µm, у AlMg6Mn легури, за коју је анализом утврђено да садржи Al, Mg и Si. За ову честицу се, не може

тачно одредити тип, обзиром да су у спектру детектовани Al, Mg и Si. Највероватније да је то Mg-Si фаза, односно Mg_2Si , а обзиром на величину честице детектовани Mg потиче из основе.



Слика 4.17. SEM микрофотографија. Честица Mg - Si фазе у AlMg6Mn легури.

На слици 4.18 приказана је расподела појединачних елемената, Mg, Al, Fe и Mn у фазама типа Fe-Mn-Al. На слици 4.19 приказан је низ честица, у шупљини која је настала највероватније на двојној или тројној граници зрна. Овакви низови честица се на оптичком микроскопу виде као "црне фазе", и не може се поуздано утврдити да ли се ради о шупљинама или некој од тамних фаза. Резултати EDS анализе честица су показали да су спектри 2 и 4 идентични, односно да се ради о честицама истог састава. Највероватније је то једна поломљена једна честица (Fe,Mn)Al₆ фазе. На спектарима 1 и 3 је регистровано присуство Mg, Si и Al, као и F и O. Њихово присуство се не може повезати са саставом могућих фаза, већ је претпостављено да су последица припреме узорака (брусног папира са Si, као и HF киселине - средства за нагризање).







б)

Слика 4.18. Расподела елемената у AlMg6Mn легури (X-ray mapping): a) анализирана област; б) расподела Mg, Al, Fe и Mn.



Слика 4.19. Честице фаза у AlMg6Mn легури а) и одговарајући спектар б).

4.3 Расподела величине честица секундарних фаза

Упоредни хистограми расподеле честица секундарних фаза у ситнозрним и крупнозрним Al-Mg легурама, приказани су на сликама 4.20-4.22. На ординати су приказане релативне учесталости у функцији величине зрна, док су на слици 4.23 приказане кумулативне учесталости.



Слика 4.20. Расподела величине честица секундарних фаза у AlMg3 легури.



Слика 4.21. Расподела величине честица секундарних фаза у AlMg4,5Mn легури.



Слика 4.22. Расподела величине честица секундарних фаза у AlMg6Mn легури.



Слика 4.23. Кумулативна учесталост величине честица секундарних фаза у: a) AlMg3; б) AlMg4,5Mn и в) AlMg6Mn легури.

Дијаграми расподеле величине секундарних фаза су показали благ пораст величине честица фаза у крупнозрним у односу на ситнозрне структуре. У AlMg3 легури пораст је уочен у области величине фаза од 1,5 µm до 3 µm, у AlMg4,5Mn легури од око 2 µm до 6 µm, а AlMg6Mn од око 1 µm до 7 µm.

На сликама 4.24 и 4.25 збирно су приказане упоредне расподеле величине фаза у ситнозрним и крупнозрним Al-Mg легурама. Резултати показују да је највећи удео фаза у свим легурама величине око 1 μ m, као и да крупније фазе садрже легуре на бази Mn у оба структурна стања, у односу на AlMg3 легуру. Незнатно крупније фазе су присутне у крупнозрној AlMg6Mn у односу на AlMg4,5Mn легуру.



Слика 4.24. Расподела величине секундарних фаза у Al-Mg легурама са ситним зрном.



Слика 4.25. Расподела величине секундарних фаза у АІ-Мд легурама са крупним зрном.

Статистичка обрада података

Резултати квантитативне анализе расподеле честица секундарних фаза у Al-Mg легурама дати су у табели 4.4, где су:

n -број измерених честица,

Σ-сума измерених вредности,

- \overline{x} аритметичка средина,
- σ_{z} -стандардна девијација аритметичке средине,
- CV, %- коефцијент варијације,

На основу аритметичке средине, стандардне девијације и коефицијента варијације, за захтевану тачност оцене (5 % или 10 %), одређен је потребан број мерења на основу једначине 2.21. Резултати су дати у табели 4.4.

Легура	Структура	n	Σ	\overline{x}	S	$\sigma_{\overline{x}}$	CV (%)	Потр. број. мерења, п	
								5 %	10 %
AlMg3	Ситно зрно	608	731,8	1,20	0,832	0,034	2,80	769	192
	Крупно зрно	655	819,9	1,25	0,918	0,036	2,86	863	216
AlMg4,5Mn	Ситно зрно	769	1197,0	1,56	1,330	0,048	3,08	1163	291
	Крупно зрно	855	1332,5	1,56	1,304	0,045	2,86	1117	279
AlMg6Mn	Ситно зрно	912	1145,2	1,26	1,013	0,034	2,67	1034	258
	Крупно зрно	886	1617,7	1,82	1,663	0,056	3,06	1336	334

Табела 4.4. Резултати статистичке анализе расподеле честица секундарних фаза у Al-Mg легурама

4.4 Ротационо ваљани конуси

На слици 4.2.6 приказан је изглед конуса који су добијени ротационим ваљањем.



Слика 4.26. Изглед конуса добијених ротационим ваљањем на трновима са угловима: a) 90°, б) 60°, в) 40° и г) 40° и 18° (обликовање извршено у две фазе).

4.4.1 Димензиона мерења конуса и остварени степени деформације

На сликама 4.27 и 4.28 приказани су резултати мерења дебљине зидова конуса Al-Mg легура. Мерење је извршено дуж две изводнице, што је представљено кривима у истој боји. Резултати показују да је прелаз са почетне дебљине припремка (3 mm) до дебљине која се захтева по синусном закону, остварен на приближно 3 mm од врха конуса.

Дебљина је приближно константна дуж изводница конуса свих легура у оба структурна стања.



Слика 4.27. Расподела дебљине зида дуж две изводнице PB конуса од Al-Mg легура (са полазним ситним зрном).



Слика 4.28. Расподела дебљине зида дуж две изводнице PB конуса од Al-Mg легура са полазним крупним зрном.

Разлика у дебљини дуж изводница је мања од 0,1 mm. Дебљине зида по обиму конуса су приближно константне. Одступање се јавило при обликовању свих легура на трну са углом $2\alpha = 40^{\circ}$, при чему су разлике у дебљини по обиму конуса износиле и до 0,2 mm.

Остварена је задовољавајућа димензиона тачност како дуж изводница, тако и по обиму конуса. За прорачун су узете средње вредности измерених дебљина. У табелама 4.5-4.7 дате су средње вредности измерених дебљина припремака за ротационо ваљање (S₀) и ротационо ваљаних конуса (S), као и одступање (K) од дебљине израчунате по синусном закону (S_{sin}=S₀ sin $\alpha/2$).

Легура	Структура	Угао трна 2α [°]	S_0 [mm]	S _{sr} [mm]	S _{sin} [mm]	K=S/Ssin	e (%)
		90	3,01	2,15	2,13	1,01	29
	Ситно	60	3,01	1,52	1,51	1,01	50
AlMg3	зрно	40	3,01	0,96	1,02	0,94	68
		18	0,96	0,45	0,47	0,96	(53*) 85
		90	3	2,16	2,12	1,02	28
	Крупно	60	3,01	1,52	1,51	1,01	50
	зрно	40	2,98	0,96	1,01	0,95	68
		18	0,96	0,45	0,46	1,02	(53*) 85

Табела 4.5. Дебљине припремака и конуса од AlMg3 легуре

*парцијални степен деформације

Табела 4.6.	Лебљине п	рипремака	и конуса о	л AlMg4.5Mr	легуре
	N • • • • • • • • • • •			<u> </u>	

Легура	Структура	Угао трна 2α [°]	S ₀ [mm]	S _{sr} [mm]	S _{sin} [mm]	K=S/Ssin	e (%)
		90	3,06	2,16	2,16	1,00	29
	Ситно	60	3,06	1,54	1,53	1,01	50
	зрно	40	3,07	0,96	1,04	0,92	69
AlMg4,5Mn		18	0,96	0,45	0,44	1.02	(53*) 85
		90	3	2,12	2,12	1,00	29
	Крупно	60	3,04	1,55	1,52	1,02	49
	зрно	40	3,01	0,95	1,02	0,93	68
		18	0,95	0,45	0,43	1,04	(53*) 85

*парцијални степен деформације

Легура	Структура	Угао трна 2α [°]	$S_0[mm]$	S _{sr} [mm]	S _{sin} [mm]	K=S/Ssin	e (%)
		90	3,03	2,15	2,14	1,00	29
	Ситно	60	3,02	1,55	1,51	1,03	49
	зрно	40	3,03	0,96	1,03	0,93	68
AlMg6Mn		18	0,96+				
		90	3,03	2,12	2,14	0,99	30
	Крупно	60	3,03	1,54	1,52	1,02	49
	зрно	40	3,01	0,97	1,02	0,95	68
		18	$0,97^{+}$				

*појавиле се прслине при обликовању

4.5 Микроструктура Al-Mg легура у деформисаном стању

4.5.1. Микроструктура ротационо ваљаних Al-Mg легура

На слици 4.29 приказане су микроструктурне промене при ротационом ваљању AlMg6Mn легуре са растућим степеном деформације у упоређењу са полазним жареним стањем, и то у два правца: аксијалном правцу померања трна, тј. уздужном правцу конуса (слика 4.29 а, б, в), и у попречном правцу тј. обиму конуса (слика 4.29 г, д, ђ).

Промене у структури се манифестују издужењем зрна и усмеравањем зрна у уздужном правцу. Такође је уочена ротација зрна у односу на уздужну осу конуса. У обимном правцу конуса (попречном правцу у односу на осу конуса) такође долази до деформације и издужења зрна.

На слици 4.30 приказане су упоредо микроструктуре AlMg3 легуре, деформисане са приближно истим степеном деформације, ротационим ваљањем и ваљањем глатким ваљцима. При 50 % деформације не уочава се разлика у микроструктури једних и других узорака, док су при већем степену деформације у структури након ваљања ГВ уочене области са значајно крупнијим зрном. Код узорака деформисаних PB само су појединачна зрна значајно већа од околних.



в) e= 68 %, L-Т раван

ђ) е=68 %, Т-S раван

Слика 4.29. Утицај степена деформације на микроструктуру AlMg6Mn легуре при ротационом ваљању конуса (полазно крупно зрно): а-в) површина конуса у аксијалном правцу (L-Т раван); г-ђ) попречни пресек у обимном правцу (T-S раван).



a) 50 % PB

б) 50% <u>Г</u>В



в) 85 % РВ

г) 80 % ГВ)

Слика 4.30. Микроструктура AlMg3 легуре а), в) ротационо ваљане; б) и г) ваљане глатким ваљцима.

4.5.2 Лом честица секундарних фаза

На сликама 4.31 до 4.32 приказан је пример лома честица секундарних фаза који је уочен на металографским узорцима Al-Mg легура са Mn, након хладног ваљања (ТМП у циљу добијања полазних стања). Ова појава је уочена и на оптичком микроскопу и SEM-у, у узорцима при свим примењеним степенима редукције (20, 40 и 60 %).



Слика 4.31. Лом крупних честица секундарних фаза у AlMg6Mn легури при хладном ваљању и оствареној редукцији: а) 20 %, б) 40 %, в и г) 60 %.



Слика 4.32. SEM микрофотографија. Лом крупних честица (Fe,Mn)Al₆ фазе у ротационо ваљаној крупнозрној AlMg6Mn легури (e=69 %).

4.6 Механичка својства деформисаних Al-Mg легура

4.6.1 Деформационо понашање и механичка својства ротационо ваљаних Al-Mg легура

Анализа деформационог понашања PB узорака при једноосним затезању извршена је на примеру AlMg6Mn легуре. На слици 4.33 приказане су криве деформације добијене испитивањем узорака код којих је ротационим ваљањем остварена деформација, односно редукција дебљине од 30 % и 50 %. Криве деформације показују дисконтинуирано течење, без изражене границе течења, а пластична деформација почиње након достизања критичног степена деформације. Код 30% редукованих узорака, јављају се A типови диконтинуитета, или комбинација A и B, а код 50 % редукованих само B тип. Појава типа дисконтинуитета не показује зависност од величине зрна. Максимална амплитуда осциловања дисконтинуитета ($\Delta \sigma$) се благо повећава са повећањем степена деформације при затезању, и смањењем величине зрна. Резултати испитивања утицаја редукције при PB и величине зрна на критични степен деформације за почетак ДП, ε_c , на примеру AlMg6Mn легуре, приказан је на слици 4.34. Критични степен деформације за почетак ДП, ε_c , се повећава са повећањем величине зрна и смањењем редукције. Остале легуре су показале слично понашање. Критични степен деформације за почетак ДП, ε_c , је показао линеарну зависност са повећањем садржаја Mg, што је приказано на слици 4.35.



Слика 4.33. Карактеристичне криве деформације ротационо ваљане AlMg6Mn легуре са редукцијом: (a) 30%; (b) 50% . (`) крупно зрно, (``) ситно зрно. Због боље прегледности криве су померене хоризонтално и вертикално.



Слика 4.34. Зависност критичног степена деформације за почетак ДП, ε_c , AlMg6Mn легуре од величине зрна.

Слика 4.35. Зависност амплитуде напрезања од садржаја Mg у ситнозрним Al-Mg легурама.

На сликама 4.36-4.38 приказани су резултати испитивања једноосним затезањем Al-Mg легура након деформације ротационим ваљањем. Вредности границе течења и затезне чврстоће повећавају са повећањем степена деформације. Садржај Mg и величина зрна су показали утицај на затезна својства. Са повећањем садржаја Mg као и смањењем величине зрна вредности границе течења и затезне чврстоће се повећавају.



Слика 4.36. Зависност границе течења и затезне чврстоће Al-Mg легура од степена деформације ротационим ваљањем.

На слици 4.37 приказане су зависности укупног издужења испитаних Al-Mg легура од оствареног степена деформације. Вредност укупног издужења се смањује са повећањем степена деформације, и то интензивније у интервалу 0-30 % деформације код свих легура, а затим наставља блаже да пада код AlMg3 легуре, незнатно се мења код AlMg4,5Mn легуре, док је код AlMg6Mn легуре уочен благи пораст издужења у оба структурна стања.



Слика 4.37. Зависност укупног издужења Al-Mg легура од степена деформације ротационим ваљањем: а) ситнозра структура, б) крупнозрна структура.

На слици 4.38, приказане зависности затезне чврстоће испитаних легура показују линеарну зависност од садржаја Mg, независно од угла коришћеног трна, тј. оствареног степена деформације.



Слика 4.38. Зависност затезне чврстоће Al-Mg легура од садржаја Mg и коришћеног трна при ротационом ваљању: а) ситнозрна структура, б) крупнозрна структура.

4.6.2 Упоредна анализа деформационог понашања и механичких својстава Al-Mg легура при ротационом ваљању и ваљању глатким ваљцима

На слици 4.39 приказане су криве деформације добијене при једноосном затезању AlMg4,5Mn легуре претходно деформисане ротационим и ваљањем глатким ваљцима, са оствареним приближно истим степеном деформације. На кривима затезања ротационо ваљаних узорака јављају се дисконтинуитети типа A или A+B, а код узорака ваљаних глатким ваљцима присутни су дисконтинутети типа B. Равније криве деформације се

уочавају код узорака ваљаних глатким ваљцима. Ниједна крива, независно од облика претходне деформације и степена деформације не показује изражену границу течења.



Слика 4.39. Облици дисконтинуитета на кривима затезања AlMg4,5Mn легуре (крупно зрно) при испитивању претходно деформисаних узорака ротационим ваљањем и ваљањем глатким ваљцима.

На слици 4.40 приказана је упоредна зависност тврдоће од садржаја Mg у узорцима који су деформисани ротационим (PB) и конвенционалним ваљањем (ГВ) са истим степеном деформације. Ротационо ваљани узорци свих легура, у оба структурна стања, имају више вредности тврдоће код легура са већим садржајем Mg, осим у случају AlMg3 легуре када су измерене приближно исте вредности. Међутим, измерене вредности тврдоће нису поуздане због непогодне геометрије узорака добијених из конуса, па ће резултати затезних испитивања, приказани на сликама 4.41-4.43, бити анализирани као поузданији.



Слика 4.40. Тврдоћа Al-Mg легура у зависности од садржаја Mg након 50 % деформације ротационим ваљањем - PB и ваљањем глатким ваљцима - ГВ.

Резултати испитивања зависности границе течења Al-Mg легура од оствареног степена деформације (слика 4.41) су показали да су добијене ниже вредности у узорцима претходно деформисаним ротационим него конвенционалним ваљањем, што је нарочито јасно изражено у крупнозрним структурама. Разлика у вредностима границе течења се повећава са повећањем садржаја Mg. Сличне зависности су добијене и у случају затезне чврстоће, које су приказане на слици 4.42.



Слика 4.41. Зависност границе течења Al-Mg легура од оствареног степена деформације при ротационом ваљању и ваљању глатким ваљцима: а) ситнозрна структура, б) крупнозрна структура.



Слика 4.42. Зависност затезне чврстоће Al-Mg легура од степена деформације при ротационом ваљању и ваљању глатким ваљцима: а) ситнозрна структура, б) крупнозрна структура.

Разлика затезне чврстоће узорака ваљаних ГВ у односу на РВ при 80 % деформације, је од 50-60 МРа код ситнозрних легура, односно 25-35 МРа, код крупнозрних легура.

Промена укупног издужења испитаних Al-Mg легура у зависности од оствареног преходног степена деформације приказане су на слици 4.43. Код AlMg3 легуре, у интервалу деформације од 30-80 %, вредности издужења се смањују са повећањем степена деформације код свих узорака, с тим што су више вредности добијене у PB узорцима. Код

легура AlMg4,5Mn и AlMg6Mn при ротационом ваљању у интервалу од 50 % до 70 % деформације вредности укупног издужења при једноосном затезању се повећавају.



Слика 4.43. Зависност укупног издужења Al-Mg легура од структуре и степена деформације при ротационом ваљању и ваљању глатким ваљцима: a) AlMg3; б) AlMg4,5Mn; в) AlMg6Mn.

Разлика затезне чврстоће и границе течења (R_m-R_{0,2}) код свих испитаних легура у оба структурна стања је већа код РВ него код узорака ваљаних ГВ, што је приказано на слици 4.44.



Слика 4.44. Зависност разлике затезне чврстоће и границе течења од степена остварене редукције при ротационом ваљању и ваљању глатким ваљцима: a) AlMg3; б) AlMg4,5Mn; в) AlMg6Mn.

4.7 Електрична проводљивост

Резултати испитивања утицаја састава, величине зрна, степена деформације и примењене технологије на електричну проводљивост приказани су на сликама 4.45-4.47. Електрична проводљивост показује благи пад са повећањем степена деформације. Код AlMg3 легуре вредност електричне проводљивости је већа код крупнозрне у односу структуру са ситним зрном, у целом опсегу деформације. Обрнут утицај величине зрна је примећен код AlMg6Mn легуре, док су код AlMg4,5Mn легуре вредности електричне проводљивости блиске у оба структурна стања.



Слика 4.45. Зависност електричне Слика 4.46. Зависност електричне проводљивости Al-Mg легура од степена проводљиости од садржаја Mg y Al-Mg деформације хладним ваљањем (сз - ситно легурама. зрно, кз - крупно зрно).

Мерење електричне проводљивости на ротационо ваљаним узорцима, обзиром на конусни облик узорака и различите пречнике у зависности од коришћеног трна, унело би велику грешку при мерењу. При мерењу на закривљеним површинама се може извршити корекција измерене вредности узимајући у обзир пречник узорка, међутим, пречник PB узорака се мења дуж изводнице конуса, што додатно отежава прорачун и смањује тачност мерења. Због тога је у овом раду анализа утицаја микроструктуре Al-Mg легура и степена деформације на електричну проводљивост базирана на мерењима на равним узорцима (ваљаним глатким ваљцима).

4.8 Трансмисиона електронска микроскопија

Резултати испитивања структуре, односно субструктуре AlMg3 легуре у жареном стању (након завршног жарења 320° C/3 h) са ситним зрном (\approx 14 µm), која представља полазну структуру за даљу механичку прераду, приказани су на сликама 4.47-4.48. Микроструктура се састоји из равноосних зрна величине 5 µm и више (слика 4.48). Границе зрна су високоугаоне. Уочене су и заостале линије клизања, иначе типичне за Al легуре. Микрофотографије на слици 4.48 показују присуство умерене густине дислокација у структури. Није уочена значајна разлика у густини и распореду дислокација у близини граница и у унутрашњости зрна.



Слика 4.47. ТЕМ микрофотографија са одговарајућом дифракционом сликом (g={111}). AlMg3 легура, жарено стање, ситнозрна структура.



Слика 4.48. (а) Светло поље и одговарајућа дифракциона слика (g={111}); (б) Тамно поље слабог снопа (WBDF) и одговарајућа дифракциона слика (g ={111}. AlMg3 легура, жарено стање, ситнозрна структура.

Дислокациона субструктура жарене AlMg3 легуре са крупним зрном (30-50 µm)(слика 4.49), која је такође представљала полаз за даљу прераду, је врло слична структури ситнозрног узорка исте легуре. Удео граница зрна, у делу узорка довољно транспарентном за TEM, је мањи због, што се очекује у крупнозрној легури. Присуство дислокација и дислокационих сплетова је евидентно (слике 4.49). Уочене су и накупине правих, паралелних дислокација.

Резултати испитивања субструктуре AlMg3 легуре, у деформисаном стању, након ротационог ваљања са 85 % деформације, приказани су на сликама 4.50 и 4.51. Деформисана субструктура се састоји из јасно дефинисаних ћелијских трака. Зидови трака су јасно дефинисани у уздужном правцу, док се у попречном виде накупине дислокација које формирању зидове ћелијске субструктуре (слика 4.50). Дебљина трака је уједначена и

у просеку износи 1 µm. Субструктура је усмерена и не зависи од кристалографске оријентације зрна, већ је одређена процесом деформације. Разлика у оријентацији између суседних трака се креће у опсегу 5-15°. Удаљеније траке показују већу разлику у оријентацији.



Слика 4.49. ТЕМ микрофотографија у светлом пољу, g={111}. AlMg3 легура, жарено стање, крупнозрна структура.



Слика 4.50. а, б) ТЕМ микрофотографија. Слика 4.51. а, б) ТЕМ микрофотографије. Деформисана ситнозрна AlMg3 легура (PB, е=85 %), са формираним ћелијским таркама.

Деформисана ситнозрна AlMg3 легура (PB, e=85 %).

Деформисана субструктура крупнозрне AlMg3 легуре након ротационог ваљања са великим степеном деформације, е=85 %, (слика 4.52-4.55), одликује се присуством усмерених, јасно дефинисаних ћелијских трака. Просечна ширина трака је 800 nm, са минималном ширином од 300 nm и максималном од 1.5 µm. Ћелијски зидови трака у уздужном правцу су јасно дефинисани, док унутар трака ћелијска субструктура је у зачетку (слика 4.53). Постоји тенденција да дислокације формирају зидове ћелија (слика 4.54). Разлика у оријентацији између трака се креће у опсегу 5-20°. Удаљеније траке показују већу разлику у оријентацији (слика 4.55).



Слика 4.52. ТЕМ микрофотографија типичне деформисане субструктуре (PB, e=85 %) крупнозрне AlMg3 легуре.



Слика 4.53. ТЕМ микрофотографије субструктуре унутар трака (а) светло поље (б) тамно поље. Деформисано стање (PB, e=85 %), крупнозрне AlMg3 легуре.



Слика 4.54. ТЕМ микрофотографија деформисане субструктуре зидова ћелија крупнозрне AlMg3 легуре. (PB, e=85 %).



Слика 4.55. (а) ТЕМ микрофотографија у светлом пољу тракасте ћелијске субструктуре; (б) Дифракциона слика, SAD апертуром је захваћена површина материјала пречника 3 µm; (в) Дифракциона слика, SAD апертуром је захваћена површина материјала пречника 9 µm (ротационо ваљано, e=85 %). (Деформисано стање (PB 85 %), крупнозрне AlMg3 легуре.

Резултати испитивања деформисаног стања ситнозрне AlMg3 легуре, деформисано 80%. глатким ваљцима (ГВ), приказани су на сликама 4.56–4.59. Појединачне дислокације нису видљиве (слика 4.56). У току процеса деформације долази до фрагментације и промене оријентације материјала унутар зрна, као почетног облика опорављања (слике 4.56 и 4.57). У појединим областима је уочено одсуство или смањена густина дилокација (слика 4.57). Разлика у оријентацији суседних фрагмената, у опсегу пречника 3 µm, је нискоугаона, 5-10°. У већем радијусу од око 9 µm, разлика у оријентацији постаје знатнија. Фрагменти не показују значајну усмереност и често су неправилног облика (слика 4.58). Јасно дефинисани ћелијски зидови унутар зрна и виши степени опорављања (слика 4.59) су присутни у мањој мери.



Слика 4.56. ТЕМ микрофотографије: (а) Слика 4.57. Светло поље; (б) Тамно поље, g={111} са Светло поље одговарајућом дифракционом сликом. Деформисано Деформисано стање (ГВ 80 %) ситнозрне AlMg3 легуре AlMg3 легуре.

Слика 4.57. ТЕМ микрофотографије: (а) Светло поље; (б) Тамно поље, g={111}. Деформисано стање (ГВ 80 %), ситнозрне AlMg3 легуре.

Резултати испитивања крупнозрне AlMg3 легуре након деформације глатким ваљцима, e=80 %, су приказани на сликама 4.60 и 4.61. Деформисана субструктура након ваљања глатким ваљцима, e=80 %, је врло слична субструктури одговарајућег узорка ситнозрног материјала. Фрагментација зрна је започела, али јасно дефинисана ћелијска структура није формирана. Присутан је и висок степен заосталих напрезања. Фрагменти су неправилни и не постоји јасно изражена усмереност. Разлика у оријентацији у равни дифракционих слика у регионима радијуса 3 µm је 5-10°, што указује на почетак формирања нискоугаоних граница.



Слика 4.58. ТЕМ микрофотогафија фрагмената: (а) Светло поље (б-г) Тамно поље коришћењем различитих рефлексија. Деформисано стање ГВ 80 %, ситнозрне AlMg3 легуре.

Слика 4.59. ТЕМ микрофотогафија: ћелијских зидова унутар зрна (а) Светло поље; (б) Тамно поље. Деформисано стање

ГВ 80 %, ситнозрне AlMg3 легуре.




Слика 4.60. ТЕМ микрофотографија (светло поље $g=\{111\}$). Деформисано стање, ГВ 80 %, крупнозрне AlMg3 легуре.

Слика 4.61. ТЕМ микрофотографије, фрагментација структуре (а) светло поље (б) тамно поље. Деформисано стање, ГВ 80 %, крупнозрне AlMg3 легуре.

Резултати ТЕМ карактеризације структуре AlMg3 легуре показали су да: полазна микроструктура жарене AlMg3 легуре је слична и у случају ситног и крупног зрна. Одликују је једноосна зрна и релативно ниска густина дислокација. Дислокације су униформно распоређене унутар зрна и микроструктура не показује присуство заосталих напрезања.

Узорци AlMg3 легуре деформисане 80% глатким ваљцима имају, такође, сличне карактеристике без обзира на полазну величину зрна. У току процеса деформације долази до фрагментације материјала унутар зрна, али опорављање није поодмакло да би се формирала јасно дефинисана ћелијска субструктура. Ниво заосталих напрезања је знатан. Узорци AlMg3 легуре деформисани 85% ротационим ваљањем карактеришу се усмереном деформисаном субструктуром и формирањем ћелијских трака. Уочене разлике у дебљини трака код крупнозрне и ситнозрне структуре су релативно мале и у домену су статистичке грешке. У оба случаја формирани су јасно дефинисани ћелијски зидови у уздужном правцу, док је унутар трака започело формирање ћелијске субструктуре и опорављање.

4.9 Карактеристике лома Al-Mg легура

4.9.1 Макроскопске карактеристике лома (стерео оптичка микроскопија)

Макроскопски изглед глатких призматичних епрувета испитаних Al-Mg легура након једноосног затезања приказан је на 4.62 до 4.66. Коришћене су епрувете исте ширине, w=6,25 mm, док је дебљина варирала, од t=3 mm (почетно жарено стање легуре), до t=0,45 mm при највећем степену деформације, што је дало однос w/t≈2; 3; 4; 6,5; и 14.

При једноосном затезању испитане епрувете показују карактеристике дуктилног лома. У мерном делу епрувета долази до сужавања, тј. појаве врата. Код жарених узорака врат је дифузан (слика 4.62), код деформисаних узорака (PB), такође се јавља сужење у мерном делу епрувете, али је у овом случају врат локализован (слике 4.63 и 4.64), чак се у неким случајевима јасно и не запажа (слика 4.63б).



Слика 4.62. Дифузни врат добијен једноосним затезањем легура у жареном стању (w/t≈2) а) AlMg3; б) AlMg4,5Mn; в) AlMg6Mn; (LT раван).



Слика 4.63. Локализовани врат добијен једноосним затезањем крупнозрних ротационо ваљаних Al-Mg легура, a) AlMg3, e=85 %, (w/t \approx 14); б) AlMg4,5Mn e=68%, (w/t \approx 6,5); в) AlMg6Mn e=68%, (w/t \approx 6,5); L-T раван.



Слика 4.64. Локализовани врат добијен једноосним затезањем крупнозрне AlMg6Mn легуре, ротационо ваљане а) е=30 %; б) е=49 %; в) е=68 %; (w/t≈3, 4,5 и 6 респективно); (LT раван).

На слици 4.65 приказан је изглед прелома затезних епрувета AlMg6Mn легуре у LS равни. Уочава се деформација по дебљини узорка. Угао под којим долази до лома епрувета код испитаних Al-Mg легура, жарених и деформисаних, је од 40-45°.



Слика 4.65. Макроскопски изглед прелома затезних епрувета PB AlMg6Mn легуре: а) е=0 %, б) е=30 %; в) е=49 %; г), д) и ђ) е=68 %; а) до д) крупно зрно; ђ) ситно зрно; (LS раван).

На примеру AlMg6Mn легуре на слици 4.66 приказан је утицај величине зрна на облик епрувете након лома. У жареном стању дифузни врат у крупнозрној структури је више изражен него у ситнозрној, док у деформисаном стању, код локализованог врата, тај утицај није тако очигледан.



Слика 4.66. Макроскопски изглед прелома затезних епрувета AlMg6Mn легуре у зависности од деформације и величине зрна. Дифузни врат у жареном стању и локализован врат у PB стању (LT раван).

4.9.2 Макроскопске карактеристике површине прелома (SEM)

Површина прелома затезних епрувета Al-Mg легура у жареном и деформисаном стању анализирана је на SEM-у. Да би се одредио макроскопски тип лома узорци су посматрани под малим повећањима (30-200х), док су велика повећања коришћена да би се одредио микромехамнизам лома.

Прегледом површина прелома затезних епрувета код свих анализираних узорака (при чему су детаљније анализирани PB узорци), установљено је да они имају карактеристике дуктилног лома. На сликама од 4.67 до 4.69 приказан је макроскопски изглед површине прелома узорака деформисаних ротационом ваљањем и глатким ваљцима (е≈50%) и различитом полазном величином зрна. За све узорке карактеристичан је исти тип лома. Површине прелома су "храпаве", јер доминира присуство дуктилних јамица, али се, углавном у средишњем делу узорака, запажају и "глатке" површине смицајног лома.



Слика 4.70. SEM микрофотографија. Макроскопски изглед површине прелома деформисане ситнозрне AlMg6Mn легуре (ваљано глатким вацима, e=50%).

4.9.3 Микроскопске карактеристике лома

Анализиране су површине прелома након једноосног затезања, Al-Mg легура у полазном - жареном стању, као и након ротационог ваљања са различитим степеном деформације. Изглед карактеристичних површина прелома Al-Mg легура у жареном стању приказан је на слици 4.71.

Код свих легура је присутан дуктилни лом. Највећим делом површине прелома карактерише присуство бројних дуктилних еквиаксијалних јамица, као што је приказано на слици 4.71 а), в) и д). Области које се макроскопски (на малим повећањима) виде као "глатке", као што је приказано на сликама 4.68-4.70 за AlMg6Mn легуру, уочене су и у жареним узорцима осталих легура, и приказане су на слици 4.71 б), г) и ђ). Међутим, посматрано под већим повећањем (>500х), као што је приказано на слици 4.72, види се да се и ове површине састоје од мноштва веома финих јамица. Уочено је да су зидови крупних јамица степенасти (приказани стрелицама).

Средња величина јамица у жареном стању Al-Mg легура, одређена у областима са типичним ("чистим") јамичастим ломом, је 12,3 µm, 6,5 µm и 15,8 µm код AlMg3, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn легуре респективно.



Слика 4.71. SEM микрофотофрафије површине прелома жарених крупнозрних Al-Mg легура: а) и б) AlMg3 легура; в) и г) AlMg4,5Mn легура; д) и ђ) AlMg6Mn легура. а), в), д) -области "јамичастог" лома; б), г), ђ) области смицајног лома.



Слика 4.72. SEM микрофотографија. Површина прелома жарене крупнозрне AlMg3 легуре са "клизним степеницама" на зидовима примарних јамица (приказаних стрелицама).

На сликама 4.73 и 4.74 приказане су јамице настале растом микрошупљина око крупних честица (Fe,Mn)Al₆ фаза. Однос величине честице и јамице већи је од 2 (слика 4.75 а,б), а величина појединих јамица прелази 40 μ m (слика 4.73). На слици 4.76 је приказан пример коалесценције јамица механизмом "судара".



Слика 4.73. SEM микрофотографија. Примарна јамица око крупне честице фазе (Fe,Mn)Al₆ у ситнозрној жареној AlMg6Mn легури, са издуженим секундарним јамицама унутар лигамената.

Слика 4.74. SEM микрофотографија. Вишеструки лом честице (Fe,Mn)Al₆ фазе у жареној крупнозрној AlMg4,5Mn легури при ваљању у претходној ТМП.



Слика 4.75. SEM микрофотографија. Лом честице (Fe,Mn)Al₆ фазе у легури AlMg6Mn при ваљању глатким ваљцима, e=80 %: a) димензије честице; б) димензије јамице настале на честици при једноосном затезању.



Слика 4.76. SEM микрофотографија. Раст и коалесценција микрошупљина (тањењем и прекидом лигамената) у крупнозрној AlMg6Mn легури, а) e=30 %; б) e=50 %, коалесценција јамица "сударом".

Утицај степена деформације при ротационом ваљању и полазне величине зрна на карактеристике лома, анализиран је на примеру легуре AlMg6Mn. На слици 4.77 приказан је изглед површина прелома затезних епрувета AlMg6Mn легуре које су ротационо ваљане са различитим степеном деформације (30-68 %), и то са ситнозрном и крупнозрном полазном структуром. Изглед површина прелома показује да се лом у ротационо ваљаним узорцима одвија дуктилним механизмом. Са повећањем степена деформације величина јамица се смањује. Поређењем површина прелома узорака са ситнозрном и крупнозрном полазном структуром који су деформисани истим степеном деформације, уочавају се разлике у величини јамица и деформацији унутар лигамената. У ситнозрној стуктури јамице су ситније и плиће. Ова разлика се повећава са повећањем степена деформације. у При већем повећању се уочавају и издужене секундарне јамице унутар лигамената између примарних јамица (слика 4.78).



Слика 4.77. SEM микрофотографије. Површина прелома при једноосном затезању PB AlMg6Mn легуре са различитим степеном деформације и величином зрна: a,б) е =30 %; в, г) е =50 %; д, ђ) е =68 %; а, в, д) ситно зрно; б, г, ђ) крупно зрно. (Стрелицом на слици д) је означена секундарна прслина).



Слика 4.78. SEM микрофотографија. Издужене секундарне јамице унутар лигамената између примарних јамица. Површина прелома крупнозрне AlMg6Mn легуре, e=30%.

На сликама 4.79-4.80 приказане су "глатке" површине прелома (површине смицања) у легури AlMg6Mn, а уочене су и код осталих испитаних легура, и у жареном и деформисаном стању. Ове површине карактерише много мање присуство крупних јамица односно крупних фаза, а самим тим и далеко мањи удео јамичастог лома. Трагови деформације унутар лигамената, без присуства јамица, се нарочито уочавају на слици 4.80. На више узорака су уочене паралелне линије, које се у литератури срећу под називом *"tram line"* (слике 4.81 и 4.82).



X1,888 11 Mp. Uni % 13

Слика 4.79. SEM микрофотографија. Површина прелома у средишњем делу узорка са слике 4.69 (AlMg6Mn, крупно зрно, e=49%).

Слика 4.80. SEM микрофотографија. Детаљ са слике 4.79 при већем повећању.



Слика 4.81. SEM микрофотографија. "*Tram line markings*" карактеристике на површини прелома легуре AlMg4,5Mn, e=30%.



Слика 4.82. SEM микрофотографија. "*Tram line markings"* карактеристике на површини прелома РВ (e=30%) легуре AlMg6Mn.



a)

б)

Слика 4.83. SEM микрофотографија. Уситњавање честица секундарних фаза у крупнозрној AlMg6Mn легури при деформацији: а) ротационим ваљањем, е=69 %; б) глатким ваљцима, е=83%. (микрофотографије су приказане при истом повећању).

На сликама 4.84-4.85 приказане су области јамичастог лома на површини прелома затезних епрувета, AlMg3, легуре претходно деформисаних ротационим ваљањем (е≈85 %) и глатким ваљцима (е≈80 %).



Слика 4.84. SEM микрофотографија. Области јамичастог лома на површинама прелома при једноосном затезању ротационо ваљане AlMg3 легуре, е≈85 %: а) ситно зрно; б) крупно зрно.



Слика 4.85. SEM микрофотографија. Области јамичастог лома на површинама прелома при једноосном затезању AlMg3 легуре, ваљане глатким ваљцима, е≈80 %: а) ситно зрно; б) крупно зрно.

Приказане микрофотографије не показују значајне разлике у зависности од примењене технологије и структурног стања.

5 Дискусија

5.1 Полазна микроструктура

5.1.1 Средња величина зрна и расподела величине зрна

При обликовању лимова од Al-Mg легура величина зрна представља важан структурни фактор. У циљу испитивања утицаја полазне величине зрна на својства ротационо ваљаних елемената, примењени су различити режими ТМП (види 3.1). Ситнозрна структура (\approx 12-13 µm) код свих легура је добијена уобичајеном ТМП (50 %+320°C/3h). У литератури се сугерише да се, осим жарења коме претходи критични степен деформације, пораст величине зрна у току нормалног раста може постићи и/или повећањем температуре жарења, или смањењем дисперзије секундарних фаза [15, 52, 164]. Међутим, у легурама са додатком Mn, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, показано је да при критичном степену деформације и жарењу 320°C/3h, у легурама са Mn није дошло до пораста зрна, чак ни са повећањем температуре жарења [165-167], што је приписано присуству финих Mn-дисперзоида (Al₆Mn) које се издвајају на границама зрна блокирају кретање граница при рекристализацији и расту зрна [1, 168].

Због тога је примењена хомогенизација, која је укључила двостепено високотемпературно жарење (565°С/16h+450°С/4h AC) са циљем да се фине честице секундарних фаза што више растворе у првом степену жарења, а затим да се контролисаним спорим хлађењем у пећи, уз задржавање на нижој температури (другом степену жарења), убрза таложење на већ присутним крупнијим нераствореним честицама. Дакле, смањење дисперзије секундарних фаза се постиже повећањем средњег слободног пута између честица и смањењем густине финих дисперзоида [164]. На основу претходних истраживања [167], даљом прерадом (види 3.1) је остварен је пораст зрна и код легура са додатком мангана (табела 4.1). Повећање величине и смањења дисперзије честица секундарних фаза, довело је до пораста зрна, што је запажено и раније [169-172].

Структура испитаних Al-Mg легура са полазним ситним зрном је хомогена у погледу расподеле величине зрна након статичке рекристализације. Хомогеност је последица великог степена деформације (e=50 %), који је претходио завршном рекристализационом жарењу, што је већ показано у Al-Mg легурама [172]. Ова појава је доведена у везу са интензивним стварањем клица рекристалисаних зрна услед велике покретачке силе што је омогућило равномернији раст зрна. Међутим, у случају крупнозрних структура, где је примењен режим двостепене хомогенизације у циљу укрупњавања секундарних фаза и мањи степен деформације пре завршног жарења (e=20 % до 40 %) (види 3.1), опсег величине зрна је већи. У овом случају, средња величина зрна има привидну вредност, тј. није параметар који одражава праву слику микроструктуре, па је меродавније одређивање расподеле величине зрна, при чему се избегава и субјективност оцене хомогености на бази оптичких микрофотографија. Расподела величине зрна код AlMg3 легуре је приказана на

сликама 4.2 и 4.3. У случају ситнозрне структуре, може се закључити да је расподела унимодална, благо асиметрична удесно, а опсег величине зрна мали. Највећи број зрна величине је од 10 μ m до 20 μ m. Код крупнозрне структуре AlMg3 легуре (слика 4.3), утврђено је да је опсег величине зрна далеко већи, а расподела је мултимодална [162]. Око 80 % зрна је величине до 55 μ m, односно највећи број зрна је величине од 20-50 μ m. Слична расподела величине зрна је добијена и у крупнозрним структурама AlMg4,5Mn и AlMg6Mn легуре (слике 4.5 и 4.7), што је последица пре свега, нехомогене расподеле честица секундарних фаза и малог степена деформације (20 %) пре завршног жарења. Код AlMg4,5Mn и AlMg6Mn легуре око 80 % зрна је величине до 50 μ m.

Ради анализе ефекта примењених режима ТМП на величину зрна код све три испитане Al-Mg легуре, криве кумулативне расподеле величине зрна приказане су на једном дијаграму (слика 5.1).



Слика 5.1. Криве кумулативне расподеле величине зрна у Al-Mg легурама.

Јасно се уочава се да је опсег величина зрна, и у случају ситнозрних и крупнозрних структура, веома уједначен код све три легуре. То наводи на закључак да су поређења својстава испитаних легура (физичких, механичких и др.) у функцији величине зрна, компетентна. Опсег величине зрна код ситнозрних легура је мањи, што потврђује оцену на бази оптичке микроскопије, да су ове структруре хомогеније у погледу величине зрна, што је последица хомогеније раподеле величине честица секундарних фаза након примењеног режима ТМП (види 3.1).

5.1.2 Идентификација секундарних фаза у Al-Mg легурама

Применом оптичке и скенирајуће микроскопије, извршена је идентификација фаза у испитаним Al-Mg легурама. Типичне фазе су затим анализиране EDS методом на SEM-у.

Показано је да су крупне сиве честице интерметални конституенти (Fe,Mn)Al₆ (присутне у фазама са Mn), тамне фазе Mg₂Si, а ситне честице дисперзоида Al-Mn, Al-Fe-Mn или Al-Mg типа (слике 4.14-4.17). У AlMg3 легури садржај Mn је значајно мањи у односу на AlMg4,5Mn и AlMg6Mn лугуре, (табела 3.1), па је и садржај фаза на бази Mn у овој легури значајно мањи и честице су ситније [1, 52, 53, 173, 174]. Крупне честице (Fe,Mn)Al₆ фазе нису регистроване, што је у сагласности са хемијским саставом легуре, односно сав Mn је или у чврстом раствору или у облику ситних Al₆Mn (Al₄Mn) фаза. Због тога је Fe везано у облику фаза типа Al-Fe, Al-Fe-Cr, које су идентификоване. Према неким ауторима [53] у Al легурама су присутне две врсте Al-Mn честица: (i) ситније, величине 0,1-0,4 μ m, које имају облик ромба (R-dispersoids) и (ii) крупније, веће од 1,2 μ m, које се на OM и SEM-у виде као игличасте, а на TEM-у је показано да су плочасте (P- dispersoids). У испитаној AlMg6Mn легури уочене су честице величине 1-2 μ m, а већина су мање од 1 μ m (слика 4.10 а,6).

5.1.3 Расподела величине честица секундарних фаза

Примењена ТМП, која укључује двостепену хомогенизацију пре завршне редукције и жарења, доводи до смањења дисперзије секундарних фаза, што је запажено и у другим Al-Mg легурама [53, 164, 168, 169, 174], што резултира порастом величине зрна (слике 4.20-4.25). Праћена је релативна учесталост броја честица одређене величине, при чему је величина честице оцењена на основу мерења линијског одсечка. Показано је да ситнозрне легуре са додатком Mn, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, садрже крупније честице од AlMg3 легуре, нарочито AlMg4,5Mn легура, што се најјасније може видети ако се упореде криве кумулативне расподеле, као што је приказано на слици 5.2. Најкрупније честице код AlMg3 легуре су величине око 5 μ m, а EDS анализа је показала да су то честице Al-Fe-Mg и Al-Fe-Mg-Cr типа (види 4.2.3), док су код легура са Mn, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, најкрупније честице (Fe,Mn)Al₆. Код свих легура је запажено да је највећи удео честица величине око 1 μ m у оба структурна стања. У крупнозрној у односу на ситнозрну структуру AlMg3 легуре уочено је благо повећање удела честица величине око 1,5 μ m до 3 μ m, у AlMg4,5Mn од око 2 μ m до 6 μ m, а AlMg6Mn од око 1 μ m до 7 μ m.



Слика 5.2. Криве кумулативне расподеле величине честица секундарних фаза у ситнозрним Al-Mg легурама.

Кумулативна расподела величине честица (слика 4.23 а) показује да све честице величине до 2,5 µm чине 90 % измерених честица присутних у AlMg3 легури (ситније честице од 0,5 µm нису мерене), док је 90 % свих честица у остале две легуре су величине до 4 µm (слике 4.23 б и в). Разлика у величини честица у испитаним легурама (независно од структурног стања) је последица већег садржаја легирајућих елемената у AlMg4,5Mn и AlMg6Mn легури (табела 3.1). Већи садржај Mg и додатак Mn доводи до образовања већег садржаја секундарних фаза, што је и при анализи металографских узорака ОМ уочено (види 4.3), и у складу је са резултатима других аутора код легура сличног састава [175]. Због тога је и примењени режим (565°C/6h +450°C/4h), имао већи ефекат на промену расподеле величине честица секундарних фаза код легура AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, односно израженије огрубљавање фаза (слика 5.3). Резултати ранијих истраживања о утицају садржаја легирајућих елемената и режима ТМП на величину зрна [165-167], показали су да на величину зрна утиче примењени режим ТМП, као и садржај легирајућих елемената. Добијени резултати су у складу са закључцима/резултатима других аутора који показују да крупне фазе више утичу на брзину стварања клица, повећавајући је, док фини Мп-дисперзоиди, смањују покретљивост граница и спречавају раст зрна [52, 169, 172, 176]. Међутим, обзиром да су ове фазе мање или далеко мање од 1 µm, па углавном нису ни мерене при квантитативној анализи, промена њиховог удела се једино може пратити посредно преко промене величине крупнијих фаза, што је овде урађено, или евентуално довољним бројем слика на ТЕМ-у.

Показано је да су за "процес огрубљавања" углавном одговорне честице Fe-Mn-Al фазе. Мада је квантитативна анализа рађена на свим честицама збирно, али је SEM/EDS-ом показано да су крупне фазе искључиво типа Fe-Mn-Al. Познато је да се са додатком Mg смањује растворљивост Mn y Al, што доводи до повећања удела Al₆Mn дисперзоида у

односу на очекивани по бинарном дијаграму стања [177], па се више Mn налази у облику фаза него у чврстом раствору.



Слика 5.3. Криве кумулативне расподеле величине честица секундарних фаза у крупнозрним Al-Mg легурама (криве за AlMg4,5Mn и AlMg6Mn легуре се преклапају).

Резултати статистичке обраде података при одређивању расподеле величине честица секундарних фаза у Al-Mg легурама дати су у табели 4.4. Поређењем резултата, односно броја потребних мерења за допуштено одступање од стварне вредности 5 %, са извршеним бројем мерења, може се закључити да је потребно извршити већи број мерења код свих легура, него што је у овом статистичком узорку урађено. Међутим, ако се узме да је допуштено одступање од стварне вредности 10 %, извршени број мерења (измерених честица) је већи од потребног за захтевану тачност оцене уз интервал поверења од 95 %. Такође се може уочити да се потребан број мерења повећава са повећањем степена легираности ових легура, као и да је овај број већи код крупнозрног него ситнозрног стања код свих легура. Са повећањем степена легираности, односно повећања садржаја Мд и додатка Mn, у легурама AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, повећава се и запремински удео фаза. Због тога је и опсег величине честица образованих фаза већи (слика 4.25). Да би се у том случају добила приближна тачност при квантитативној анализи, као и у случају AlMg3 легуре, потребан је већи узорак, односно већи број мерења. У литератури се наводи да је тачност од 10 % задовољавајућа у већини случајева, а користи се и мањи број мерења (нпр. 300 честица по легури [171]).

5.1.4 Лом честица секундарних фаза при претходној деформацији

Приликом анализе фаза у Al-Mg легурама у полазном стању уочен је лом крупних (Fe,Mn)Al₆ фаза у AlMg4,5Mn и AlMg6Mn легурама (слике 4.31 и 4.32). У неким случајевима низови честица на малом растојању, или лом крупне честице, на OM се виде као једна честица. Међутим на SEM-у је показано да је при механичкој преради долази до

вишеструког лома, односно изражене фрагментације крупних честица (Fe,Mn)Al₆ фазе, што је већ уочено на легурама сличног састава при затезању и притискивању или ECAP-у [149, 159, 178]. Утврђено је да је тврдоћа ове фазе око 750 HV, што значи да је изузетно крта, због чега и долази до њеног лома честица при деформацији. (У литератури се наводи тврдоћа ове фазе око 718 HV (7040 MPa) [7]). Квантитативна анализа расподеле величине честица/фрагмената честица у жареној и ротационо ваљаној AlMg6Mn легури, приказана на слици 5.4, не даје јасну разлику у величини честица пре и након деформације. Удео крупнијих честица у оба стања је готово исти, док је у деформисаном стању удео честица величине од 1 µm до 2,5 µm, нешто већи.



Слика 5.4. Расподела величине честица/фрагмената секундарних фаза у AlMg6Mn легури у жареном и деформисаном стању (r=68 %).

5.1.5 Дислокациона субструктура

Резултати испитивања структуре трансмисионом електронском микроскопијом (TEM) указују да је полазна микроструктура жарене AlMg3 легуре слична и у случају ситног и крупног зрна. Одликују је једноосна зрна и релативно ниска густина дислокација унутар зрна (слике 4.48-4-50), што су карактеристике жарене структуре [50, 122, 179, 180]. Дислокације су равномерно распоређене унутар зрна, а границе зрна као и унурашњост зрна су без заосталих напрезања. Уочене накупине правих, паралелних дислокација (слике 4.22 и 4.39) указују да је механизам деформације у току претходне механичке обраде било планарно клизање по више клизних система [181].

5.2 Микроструктура и механичка својства деформисаних Al-Mg легура

Al-Mg лимови у полазном, меко жареном стању, деформисани су поступцима хладне деформације ротационим ваљањем и глатким ваљцима. Резултати испитивања структурних промена при ротационом ваљању конуса са растућим степеном деформације,

у поређењу са полазним жареним стањем, на примеру једне Al-Mg легуре приказани су на слици 4.29. Микроструктура је анализирана у два правца: аксијалном правцу померања трна (при чему је посматрана површина конуса), и на попречном пресеку обима конуса. Микроструктуру Al-Mg легура након ротационог ваљања конуса карактерише присуство издужених зрна, која су усмерена у аксијалном правцу (правац врх-дно конуса) и благо ротирана у односу на осу конуса. Оваква деформација је последица сложеног дејства сила. Аксијална сила доводи до течења материјала у правцу врх-дно конуса, а тангенцијална до смицања, тј. ротације у обимном правцу. Због тога се на микрофотографијама при већим степенима деформације, уочава блага ротација зрна у односу на уздужну осу конуса (слика 4.29в). Радијална компонента силе доводи до редукције дебљине, тако да су зрна у попречном пресеку обимног правца конуса (T-S раван) спљоштена, а под дејством тангенцијалне силе издужена у обимном правцу. Ове промене постају израженије са повећањем степена деформације. Сложеније напонско стање при РВ конусних елемената него при ваљању глатким ваљцима (јавља се додатна компонента смицајне деформације [75], а деформација је локализована у далеко мањој запремини), узроковали су и израженије промене у структури, пре свега величине, облика и усмерености зрна. Сличне промене облика и величине зрна су примећене при РВ на легури титана, легурама Al на челику [62, 77, 87, 182].

У микроструктури ротационо ваљаних легура је уочена је и фрагментација крупних честица секундарних фаза (слике 4.31-4.32). Промене у структури које се тичу расподеле и величине присутних секундарних фаза анализиране су на ОМ и SEM-у и дате су у поглављу 4.2. Показано је да су граница течења и затезна чврстоћа Al-Mg легура након ротационог ваљања ниже у односу на ваљање глатким ваљцима са истим степеном деформације, односно да при ротационом ваљању долази до омекшавања (слика 4.36). Због тога је анализа дислокационе суструктуре (на примеру AlMg3 легуре) извршена на TEM-у. Показано је да при ротационом ваљању долази до појаве динамичког опорављања, док је при ваљању глатким ваљцима динамичко опорављање у почетној фази.

Узорци AlMg3 легуре деформисани 85% ротационим ваљањем карактеришу се усмереном деформисаном субструктуром и формирањем ћелијских трака. Уочене разлике у дебљини трака код крупнозрне и ситнозрне структуре су релативно мале и у домену су статистичке грешке (ТЕМ као метода карактеризације се не карактерише добром статистиком). У оба случаја формирани су јасно дефинисани ћелијски зидови у уздужном правцу, док је унутар трака започело формирање ћелијске субструктуре и опорављање (слике 4.51 до 4.56). Субструктура је усмерена и не зависи од кристалографске оријентације зрна, већ је одређена процесом деформације.

Испитивање деформисане субструктуре AlMg3 легуре деформисане 80% глатким ваљцима, указује на висок ниво заосталих напрезања у материјалу, тако да појединачне дислокације нису видљиве (слика 4.57). У току процеса деформације долази до фрагментације и промене оријентације материјала унутар зрна, као почетног облика

опорављања (слике 4.57-4.58). Међутим, јасно дефинисана ћелијска структура, као у случају ротационо ваљане структуре није формирана. Делимично опорављање се огледа у одсуству или смањењу густине дилокација унутар зрна. Фрагменти су неправилни и не постоји јасно изражена усмереност. Разлика у оријентацији у равни дифракционих слика у регионима радијуса 3 µm је 5-10°, што указује на почетак формирања нискоугаоних граница. Узорци имају, такође, сличне карактеристике без обзира на полазну величину зрна. Степен опорављања уочен у овим узорцима је мањи него у узорцима који су деформисани ротационим ваљањем, и у случају ситног и крупног полазног зрна. Дакле, може се закључити да је при ротационом ваљању, при истом степену деформације, процес динамичког опорављања интензивнији у односу на узорке деформисане глатким ваљцима, што се огледа у нижим заосталим напрезањима, као и мањој густини дислокација унутар ћелија. Ова запажања објашњавају ниже вредности механичких својстава ротационо ваљаних у односу на конвенционално ваљане узорке.

Резултати ових испитивања такође, наводе на закључак да величина зрна није значајно утицала на карактеристике деформационе субструктуре, већ да је доминантан утицај примењеног процеса деформације (РВ или деформације ГВ). Резултати испитивања механичких својстава су у складу са овим, јер је показано да величина зрна није показала велики утицај на пад механичких својстава РВ у односу на конвенционално ваљане узорке.

5.3 Деформационо понашање и механичка својства деформисаних Al-Mg легура

Криве деформације испитаних AlMg легура (слике 4.23-4.25) показују да је деформација ротационо ваљаних Al-Mg легура при једноосном затезању на собној температури и брзини деформације $\dot{\varepsilon} = 6.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, нехомогена, што се огледа у појави дисконтинуираног попуштања (ДП). Интензитет ДП се повећава са повећањем садржаја Mg, што је у складу са резултатима ранијих истраживања [167, 183]. За разлику од жарених стања Al-Mg легура, на кривама затезања претходно PB узорака (e=30-85 %), није уочена изражена граница течења, што је последица веће густине покретних дислокација генерисаних при PB [8, 37, 94].

Интензитет дисконтинуираног попуштања, оцењен преко вредности амплитуде напрезања, $\Delta \sigma$, показује линеарну зависност од садржаја Mg (слика 4.35). Ово указује да се са повећањем садржаја Mg пропорционално повећава и број покретних дислокација које бивају заустављене на препрекама. Што је више дислокација привремено заустављено на препрекама, то је већа сила потребна да се деблокирају, што резултира већом амплитудом напрезања на деформационој кривој [9, 15, 36, 39, 48, 117, 184]. У ранијим радовима је показано је да се при са повећањем садржаја Mg повећава густина и покретних и непокретних дислокација [39, 94], али да је повећање густине покретних дислокација веће. То је резултат два ефекта: прво атоми Mg смањују средње растојање између дислокација, па је њихова интеракција учесталија и друго, Mg смањујући ЕГР, отежава попречно клизање, а тиме и опорављање [8].

Амплитуда напрезања се повећава са повећањем степена деформације, код свих испитаних легура (слика 4.35), што се приписује повећаном броју покретних дислокација у току деформације који постаје привремено заустављен, при чему њихово ослобађање изазива већи пад, односно, пораст амплитуде напрезања. Овакав тренд је већ уочен у легурама сличног састава [36, 39, 48, 50, 180].

На кривима затезања ротационо деформисаних узорака јављају се дисконтинуитети типа А или А+В, док су код узорака ваљаних глатким ваљцима присутни дисконтинутети типа А+В, при чему преовлађује тип В, а при највећем степену деформације (е=80 %) јавља се само тип В (слика 4.39). На основу раније анализе типова дисконтинуитета у Al-Mg легурама и услова под којима се поједини типови јављаују [167], као и литературних података [99, 103, 104] може се закључити да је деформација једноосним затезањем у узорцима претходно деформисаним РВ олакшана у односу на ваљане ГВ, односно образује се већа густина покретних дислокација. Поређењем облика кривих затезања, јасно је уочено да су криве код ГВ узорака у области пластичне деформације (након границе течења) имају мањи нагиб, при свим степенима деформације. Ово указује да је интензитет деформационог ојачавања, односно капацитет за деформационо ојачавање, при једноосном затезању претходно РВ узорака био већи у односу на ваљане ГВ. Другим речима, ојачавање при ваљању ГВ је било веће. Због тога су очекивано добијене ниже вредности чврстоће при истом степену деформације при PB. У процесу PB површина контакта између ролне и материјала је мала, односно значајно мања запремина материјала је подвргнута дејству силе у сваком моменту времена [57, 58], у односу на ваљање глатким ваљцима. Осим тога брзине деформације се такође значајно разликују. Брзина обртања трна при PB је износила n=400 o/min, што је значајно већа брзина у односу на брзину обртања ваљака лабораторијског ваљачког стана.

Експерименти на алуминијуму су показали да се при великој брзини деформације (1·104 s-1) при хладном ваљању образује далеко већа густина дислокационих петљи, него при малој брзини ваљања (1·102 s-1), при чему је доказано (TEM) да се дислокационе петље састоје из празнина (vacancy-type, vacancy loop) [185]. Исти ефекат је примећен и при великој брзини деформације која се постиже ударним дејством силе у тесту притискањем. Иако механизам образовања празнина при великим брзинама деформације није потпуно разјашњен, сматра се да унета велика енергија у кратком временском интервалу поспешује (абнормално) образовање празнина [185]. Велика концентрација празнина унета при деформацији олакшава механизме који доводе до динамичког опорављања, што је и уоченом ћелијском субструктуром и показано [185]. Испитивањима на Al-Mg легурама је такође показано да је динамичко опорављање олакшано при хладном ваљању у индустријском условима, управо због много веће брзине деформације [33]. Сматра се да при брзини деформације 1 s-1 и већој, топлота унета деформацијом изазива повећање температуре [186]. Обзиром на значајно већу брзину деформације и мању запремину деформације у односу на ваљање глатким ваљцима, претпостављено је да динамичко опорављање не само могуће при ротационом ваљању, већ да је олакшано, што је у сагласности са резултатима испитивања субструктуре на ТЕМ-у.

Промена укупног издужења испитаних Al-Mg легура у зависности од оствареног претходног степена деформације показује очекивано понашање код AlMg3 легуре, где у интервалу деформације од 30-80 %, вредности издужења се смањују са повећањем степена деформације (слика 4.37). Међутим, код легура AlMg4,5Mn и AlMg6Mn при ротационом ваљању у интервалу од 50 % до 70 % деформације не долази до пада, већ до повећања вредности укупног издужења. Степен деформације од око 70 % на конусима је остварен коришћењем трна са углом $2\alpha = 40^{\circ}$, при чему је димензионим мерењима показано да је обликовање вршено у условима надредукције, тј. К<1 а дебљина зида мања од теоријске (табела 4.7). Овакво понашање може бити последица два фактора. Први је динамичко опорављање, а други је надредукција при деформацији. Сматра се да отпор обода деформацији проузрокује радијална притисна напрезања која делују у зони деформације [78]. Такође је показано да повећање притисне компоненте напрезања у зони деформације може повећати дуктилност метала у овом процесу. Тако да, када је дебљина зида мања од захтеване по синусном закону, односно кад се деформација одвија у условима надредукције, као што је био случај код AlMg4,5Mn и AlMg6Mn (K<1, при углу трна 2α=40° табеле 4.6 и 4.7), у недеформисаном ободу јавља се додатна радијално притисно напрезање и дуктилност расте.

Дакле, више изражен ефекат динамичког опорављања се јавља при ротационом ваљању AlMg3 легуре са великим степеном деформације, него при ваљању глатким ваљцима, у оба структурна стања. Овим се објашњавају и ниже вредности чврстоће након ротационог ваљања и повећање пластичности. Образовње субзрна и континуирано повећање угла дезоријентације између субзрна, услед анихилације дислокација, доводи до рафинације зрна близу оригиналних граница зрна. Новоформирана зрна могу постепено акомодирати деформацију механизмом клизања граница зрна и тако допринети повећању дуктилности [116].

Утицај величине зрна на механичка својства испитаних Al-Mg легура је у складу са познатом Hall-Petch-овом једначином (2.1). Граница течења и затезна чврстоћа имају више вредности у ситнозрним структурама, код обе примењене технологије (слике 4.36, 4.41 и 4.42), што је последица механизма ојачавања границама зрна.

5.4 Електрична проводљивост

Мерењем електричне проводљивости испитаних Al-Mg легура у жареном и деформисаном стању установљено је да на вредност електричне проводљивости утичу садржај Mg, додатак Mn, величина зрна, величина честица секундарних фаза, густина дислокација и концентрација празнина образованих при деформацији, као и образовање шупљина при лому честица секундарних фаза.

Измерене вредности електричне проводљивости испитаних Al-Mg легура у жареном стању су показале приближно линеаран пад електричне проводљивости са повећањем садржаја Mg (слика 4.46). Одступање од линеарне зависности, које се наводи у литератури [1, 7, 48] је последица додатка Mn легурама са 4,5 и 6 % Mg. У овим легурама је уочен интензивнији пад електричне проводљивости у односу на AlMg3 легуру. Међутим, утицај Mn је далеко мањи од Mg, због мање разлике у атомским пречницима, али и због тога то се Mn у легурама са већим садржајем Mg углавном налази у облику секундарних фаза [2, 5], које далеко мање смањују електричну проводљивост него ако је Mn присутан у чврстом раствору (табела 2.3).

Очекивани утицај величине зрна, тј. пад електричне проводљивости са смањењем величине зрна, као последице повећања броја граница које су препреке за кретање електрона [8], је установљен једино код AlMg3 легуре (слика 4.45). Међутим, код легура са већим садржајем Mg и додатком Mn, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, очигледно је да на вредност електричне проводљивости утиче, не само удео већ и расподела честица секундарних фаза образованих након ТМП. Пад електричне проводљивости код AlMg6Mn легуре се може приписати огрубљавању честица секундарних фаза наком двостепене хомогенизације (слике 4.22 и 4.23), али и лому крупних и тврдих (око 750HV, табела 4.2) честица (Fe,Mn)Al₆ фазе у току хладног ваљања, при чему настају шупљине (слике 4.31 и 4.32), које веома ефикасно расипају електроне [7]. Дакле, код крупнозрне AlMg6Mn легуре, пад електричне проводљивости услед смањења броја граница. Код AlMg4,5Mn легуре, очигледно да су ова два супротна ефекта имају приближан утицај, јер су вредности електричне проводљивости у оба структурна стања ове легуре веома блиске.

При деформацији хладним ваљањем долази до повећања густине дислокација и концентрације празнина, што изазива пад електричне проводљивости. Најинтензивније промене се дешавају у почетном стадијуму деформације (до 10 % деформације [42], односно неколико процената деформације [49, 187], па због тога у том интервалу долази и до највећег пада електричне проводљивости, односно пораста отпорности. Због тога је измерени пад електричне проводљивости, после 10-50% деформације у испитаним Al-Mg/Mn легурама мали, до 2,5%, што је у сагласности са литературним подацима [1, 42, 49]. Брзина пада електричне проводљивости се смањује са степеном деформације јер се брзина повећања густине дислокација смањује, али се смањује и расипање електрона на дислокацијама при великој густини дислокација [42].

5.5 Карактер прелома ротационо ваљаних елемената при једноосном затезању

Макроскопске и микроскопске карактеристике, било дуктилног или кртог лома, зависе од врсте оптерећења, микроструктуре, брзине деформације и температуре. У овом раду су карактеристике лома анализиране на глатким призматичним епруветама, применом

јеноосног затезног напрезања, на собној температури и брзини деформације $\dot{\varepsilon} = 6,67 \cdot 10^{-3} s^{-1}$.

5.5.1 Макроскопске карактеристике лома

При једноосном затезању жарених Al-Mg легура након достизања максималне силе, услед пластичне нестабилности, долази до сужавања, тј. појаве дифузног, "раширеног" врата на мерном делу епрувета пре лома (слика 4.63), док се код претходно деформисаних (PB) узорака, сужење у мерном делу епрувете значајно смањује. Врат је узак, тј. локализован (слике 3.64 и 4.65), што је карактеристика смицајног дуктилног лома. Ова промена макроскопских карактеристика лома од дифузног ка локализованом је последица смањене пластичности Al-Mg легура услед интензивног деформационог ојачавања, али је и последица промене односа w/t, услед смањења дебљине епрувете при претходној деформацији (PB) [138]. Са повећањем овог односа (w/t≈2 за жарено стање, до w/t≈ 14 код највећег степена деформације) отпор ка стварању врата се повећава и попречна деформација је максимална на средини дебљине и ширине узорка. Издужење у правцу осе затезања се врши на рачун сужења епрувете у попречном правцу (Т правац) и по дебљини (S правац), што је на прелому затезних епрувета AlMg6Mn легуре и показано (слика 4.66). Сагласно појави малог дифузног врата у жареним Al-Mg легурама (слика 4.63), као и локализованог врата у деформисаним легурама добијене су у мале разлике укупног и хомогеног издужења, односно мало постхомогено издужење [167]. што је због негативне осетљивости на брзину деформације, карактеристично за Al-Mg легуре [188]. Због негативне осетљивости на брзину деформације, са повећањем брзине деформације напрезање потребно за деформацију се смањује, због чега се деформација не прерасподељује на околину, већ се наставља у локалној области, што изазива локализовање деформације. Деформација се наставља до достизања максималне силе, после чега брзо долази до лома. Због тога је постхомогено издужење код Al-Mg легура мало, а степен деформације који се може постићи одговара приближно хомогеном издужењу [9].

На примеру AlMg6Mn легуре приказан је утицај величине зрна на макроскопске карактеристике лома. У жареном стању дифузни врат у крупнозрној структури је више изражен него у ситнозрној, док у деформисаном стању, код локализованог врата, тај утицај није тако очигледан (слика 4.67). Запажање је у сагласности са добијеним механичким карактеристикама ове легуре, односно већом разликом вредности укупног издужења у жареном, негу у деформисаном стању (слика 4.43 в).

5.5.2 Микроскопске карактеристике лома

Површине прелома затезних епрувета испитаних Al-Mg легура карактерише углавном присуство бројних еквиаксијалних јамица, што су карактеристике дуктилног јамичастог

лома (4.71 а), в) и д). Уочене су и области које се макроскопски (на малим повећањима на SEM-y) виде као "глатке", (слике 4.68-4.70, 4.71 б), г) и ђ). Овај тип лома карактерише ниска енергија али је механизам лома дуктилан, због чега га називају и нискоенергетски дуктилни (квази крти) лом [147]. Због тога што површина нема изражених карактеристика као јамичасти лом, називају га и "featurless"[131]. Међутим, посматрано под већим повећањем (>500х), као што је приказано на слици 4.72, уочава се да се, уствари, и ове површине састоје од мноштва веома финих јамица. На основу ових карактеристика може се констатовати да се истовремено, у фази раста примарних микрошупљина који се одвија пластичном деформацијом основе, одвија и декохезија на ситнијим честицама секундарних фаза. Коалесценција микрошупљина се одвија смицајном декохезијом, тј. смицањем између образованих микрошупљина. Осим тога, уочено је да су зидови крупних јамица степенасти (означени стрелицама на слици 4.72). Оваква морфологија зидова јамица са клизним степеницама (serpentine glide) је настала у фази раста микрошупљина због велике пластичне деформације [138], а сматра се да је последица клизања у повољно оријентисаним равнима [147].

Настанак, раст и коалесценција микрошупљина се одвија симултано и јако зависи од нехомогености микроструктуре. Иако постоје модели су базирани на просечним карактеристикама микроструктуре, они не могу да објасне утицај нехомогености на локализацију деформације у Al-Mg легурама. Због тога је у новијим истраживањима, која се баве утицајем нехомогене расподеле честица секундарних фаза на локализацију деформације, показано да се у структурама са крупним честицама доминантну улогу у фази образовања микрошупљина имају управо ове честице. Микрошупљине најчешће настају на крупним честицама и/или на накупинама честица, док у даљем процесу раста и спајања микрошупљина већу улогу имају ситније честице [189].

Површине прелома се састоје од јамица различите величине. Највеће јамице настају на крупним честицама (Fe,Mn)Al₆ фазе (слике 4.73-4.75). Оне се образују при најмањем напрезању и због тога се обично називају примарне. Величина ових јамица је најчешће 15-20 цт. па и до 40 цт. Оне настају или на микрошупљинама насталим ломом самих честица или декохезијом граничне површине између основе и честице, а могу настати ломом честице, било у току претходне ТМП, деформацијом ротационим ваљањем или глатким ваљцима, било у току теста затезањем. Велике честице имају мању енергију везе са основом од ситнијих честица [190]. Такав је случај код челика услед присустува присуства укључака MnS, који имају делеко мању енергију везе са основом од честица карбида, па се на површини јављају две класе дуктилних јамица, или у случају алуминијумских легура које ојачавају термичким таложењем [131, 140-142]. Показано је да се напрезање при коме долази до нуклеације на микрошупљинама у Al-Mg легурама (5754 и 5182) смањује са повећањем честице до одређене величине, а затим постаје константно [175]. Мање јамице настају на ситнијим честицама секундарних фаза, средње величине најчешће до 5 μm, и на честицама дисперзоида, величине до 1 μm и мање. Оне се налазе између примарних јамица, односно на/у лигаментима који повезју примарне јамице. Обзиром да се образују при већем напрезању, односно касније, називају се *секундарне*. Оваква расподела јамица на површини прелома је у сагласности са претходном квантитативном анализом расподеле величине честица (види 4.3), којом је показано је да су у структури присутне крупне честице, највећим делом до 10-ак µm, али и оне величине преко 25 µm, нарочито код крупнозрне AlMg6Mn легуре.

У испитаним Al-Mg легурама честице секундарних фаза значајно различите по величини су образоване због примењене претходне ТМП, нарочито у крупнозрним легурама са додатком мангана (види 3.1).

На сликама 4.73 до 4.74 приказане су јамице настале растом микрошупљина око крупних честица (Fe,Mn)Al₆ фаза. Уочено је да је параметар раста (однос средње величине примарне јамице и средње величине полазне микрошупљине) већи од 2 (слика 4.75 а и б), као и да величина појединих јамица прелази 40 μ m (слика 4.73). Параметар раста се може се довести у везу са дуктилности, односно жилавости лома. Са повећањем овог параметра повећава се и жилавост лома [141]. До повећања дуктилне јамице долази у фази раста образоване микрошупљине, услед локализоване пластичне деформације. Дуктилност, односно жилавост материјала, у највећој мери зависи управо од фазе раста микрошупљина, при којој се апсорбује велика количина енергије. Поједини аутори сматрају да се чак 87% од укупне енергије лома код челика високе чврстоће апсорбује у овој фази [(Shockey et al.) [147].

Одрећивањем средње величине јамица у жареном стању Al-Mg легура, у областима са типично ("чистим") јамичастим ломом, показано је да се у AlMg4,5Mn легури величина јамица значајно смањује у односу на AlMg3 легуру (од 12,3 µm до 6,5 µm, али са даљим повећањем садржаја Mg, код AlMg6Mn легуре, средња величина јамица износи 15,8 µm. Резултати за AlMg3 и AlMg4,5 Mn легуру се слажу са малобројним подацима у литератури, да се са повећањем садржаја Мд средња величина јамица смањује [11, 111, 187]. Међутим, код већих садржаја Мg у наведеним истраживањима у реф. Т. Микај и реф T. Jobba коришћене су Al-Mg легуре високе чистоће, без других легирајућих елемената и нечистоћа, тако да честице секундарних фаза нису биле главни фактор који одређује механизам лома. Модел предвиђа стварање микрошупљина око мањих или већих зона агломерације Mg атома [11]. Уочено повећање средње величине јамица код AlMg6Mn легуре је последица већих примарних јамица у овој легури у фази настанка, због најкрупнијих честица (Fe,Mn)Al₆ фазе у овој легури, на којима настају примарне јамице. У сагасности са ових карактеристикама су и резултати одређивања издужења, који су показали да AlMg6Mn легура има нешто вишу вредност издужења у жареном стању у односу на друге две легуре (слика 4.37б).

Анализом утицаја степена деформације при ротационом ваљању и полазне величине зрна на карактеристике лома (анализиран на примеру легуре AlMg6Mn), је показала да се лом у ротационо ваљаним узорцима одвија дуктилним механизмом, као и код претходно анализираних жарених легура. Са повећањем степена деформације, осим значајног смањења величине јамица, појављују се и секундарне прслине, што је последица интензивног деформационг ојачавања као и већег удела поломљених честица секундарних фаза [191]. Уочене појаве су у складу са макроскопским изгледом прелома затезних епрувета, приказаним на сликама 4.65-4.66. Претпоставља се да је смањење величине примарних јамица првенствено последица фрагментације крупних честица секундарних фаза, тако да је у тренутку појаве лома значајно смањен број честица највеће величине.

Поређењем површина прелома узорака који су деформисани истим степеном деформације, са различитом полазном величином зрна код AlMg6Mn легуре (слика 4.77), уочавају се значајне разлике у величини јамица и деформацији унутар лигамената. У ситнозрној стуктури јамице су ситније и плиће, а удео ситнијих јамица је већи у односу на крупнозрну структуру. Ове карактеристике указују на мању дуктилност, што се може објаснити присуством ситнијих честица секундарних фаза И интензивнијим деформационим ојачавањем услед већег ојачавања границама зрна и честицама фаза. Ова запажања су у сагласности са вишим вредностима укупног издужења која су добијена код крупнозрне легуре (слика 4.43 в). У AlMg3 легури није примећена значајна разлика у величини јамица у зависности од полазне величине зрна при великим степенима деформације (слике 4.84-4.85). Будући да се ради о легури у којој је садржај Мп веома низак, може се сматрати да је овакво понашање још једна потврда да су честице секундарних Мп-фаза кључне за појаву лома.

Смањена способност обликовања ротационим ваљањем AlMg6Mn легуре у односу на AlMg4,5Mn, односно појава лома при обликовању конуса на трну $2\alpha=18^{\circ}$, што одговара степену деформације око 84 %, је највероватније последица више фактора, при чему је нехомогена деформација услед лома крупних честица секундарних фаза при великом степену деформације, највероватније доминантан фактор. Изражена фрагментација фаза у AlMg6Mn легури је уочена већ при 69 % деформације (слика 4.82). Ово потрврђује претпоставку да лом у комплексним структурама (честице различите величине и деформабилности) зависи више од екстремних вредности величине и растојања између честица, него од просечних [140].

6 Закључак

Испитан је утицај садржаја Mg, величине зрна и примењене технологије пластичне прераде, на микроструктуру, механичка и физичка својства финалних производа. Испитане су три комерцијалне Al-Mg легуре (AlMg3, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn), са полазним ситним и крупним зрном, и деформисане ротационим ваљањем конусних елемената и ваљањем глатким ваљцима. При обликовању конуса остварена су 4 различита степена деформације, 30%, 50%, 66% и 84 %, применом трнова са угловима $2\alpha=90^{\circ}$, 60° , 40° и 18°, респективно. При деформацији лимова глатким ваљцима остварени су степени редукције од 30 %, 50 % и 80 %.

Применом ТМП Al-Mg легура (50%+320°C/3h) добијена је хомогена ситнозрна структура (13-14 μ m), код испитаних свих легура. Применом хомогенизације [565°C/16h (FC)+450°C/4h (FC)], пре завршне редукције (20-40 %) и жарења (280°C-350°C/3h), дошло је до пораста величине зрна услед смањења дисперзије честица секундарних фаза. Код легура AlMg3 и AlMg6Mn највећи број зрна је у опсегу 20-50 μ m, односно 30-55 μ m код AlMg4,5Mn легуре

Квантитативном микроструктурном анализом расподеле величине честица секундарних фаза и анализом састава, показано је да је огрубљавање честица секундарних фаза при хомогенизацији израженије у легурама са Mn (AlMg4,5Mn и AlMg6Mn), првенствено због пораста величине честица (FeMn)Al₆, фазе, на рачун растварања ситних дисперзоида.

При ротационом ваљању Al-Mg легура у интервалу деформације е=30-85 %, долази до комплексне промене облика и величине зрна и фрагментације крупних честица секундарних фаза. Зрна се издужују у аксијалном правцу и обимном правцу конуса, а смањују (спљоштавају) у радијалном правцу. Уочена је и блага ротација у односу на уздужну осу трна.

Деформација ротационо ваљаних Al-Mg легура (e=30-85 %) при једноосном затезању на собној температури и брзини деформације $\dot{\varepsilon} = 6.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ је нехомогена, што се огледа у појави дисконтинуираног попуштања (ДП) на кривима деформације, без појаве изражене границе течења. Интензитет ДП се повећава са повећањем садржаја Mg у легури. Присутни су дисконтинуитети типа A или A+B.

Са повећањем степена деформације при ротационом ваљању, повећањем садржаја Мg, додатком Mn, као и смањењем величине зрна, вредности границе течења и затезне чврстоће се повећавају. Садржај Mg није показао једнозначан утицај на вредности издужења Al-Mg легура након ротационог ваљања. Са повећањем садржаја Mg од 3 % до 4,5 % издужење опада, док код легуре са 6 % Mg издужење расте. Пораст издужења је последица утицаја два фактора: појаве динамичког опорављања при великом степену деформације и додатних радијалних притисних напрезања услед извршене деформације у

условима надредукције. Динамичко опорављање које се јавља при ротационом ваљању при већим степенима деформације доводи до повећања пластичности Al-Mg легура.

Граница течења и затезна чврстоћа испитаних Al-Mg легура, у оба структурна стања, након ротационог ваљања имају ниже вредности у односу на ваљање глатким ваљцима, док је више вредности издужења и разлика (R_m-R_{0,2}) веће. Испитивањем на TEM-у указују да је разлика у понашању последица појаве динамичког опорављања, до кога долази приликом ротационог ваљања, а које се не јавља при ваљању глатким ваљцима.

Електрична проводљивост испитаних Al-Mg легура првенствено зависи од садржаја Mg, а мање од садржаја Mn, величине зрна, величине честица секундарних фаза и густине дислокација која се образује при деформацији. Са повећањем садржаја Mg (3-6 %) вредност електричне проводљивости се линеарно смањује. Додатак Mn такође смањује електричну проводљивост, али је његов утицај значајно мањи. Са смањењем величине зрна повећање електричне проводљивости, као последица повећања броја граница које представљају препреке за кретање електрона, је јасно изражено код AlMg3 легуре. Међутим, код легура сложенијег састава, AlMg4,5Mn и AlMg6Mn, је утврђено да на електричну проводљивост утиче не само удео, већ и расподела честица секундарних фаза. Ниже вредности електричне проводљивости код крупнозрне AlMg6Mn легуре у односу на

пиже вредности слектричне проводъивости код крупнозрне Анмдомп легурс у односу на ситнозрну, у целом опсегу деформације, су резултат два ефекта, при чему први доминира: i) смањења електричне проводљивости услед огрубљавања честица секундарних фаза при хомогенизацији и настанка шупљина при лому крупних тврдих честица при деформацији (које ефикасно расипају електроне) и ii) повећања електричне проводљивости услед смањења броја граница са повећањем величине зрна. Код крупнозрне AlMg4,5Mn легуре оба структурна стања имају блиске вредности електричне проводљивости, што је последица изјеначених утицаја ових супротних ефеката.

Са повећањем степена деформације хладним ваљањем (е=30-85%) вредности електричне проводљивости Al-Mg легура благо опадају код оба структурна стања, као последица повећања густине дислокација и концентрације празнина.

Испитивањима на TEM-у субструктуре AlMg3 легуре је показано да жарену легуру у полазном стању у оба структурна стања (ситно и крупно зрно) карактерише присуство равноосних зрна и релативно ниска густина дислокација које су хомогено распоређене унутар зрна. Микроструктура не показује присуство заосталих напрезања.

Примењене технологије су показале утицај на субструктуру AlMg3 легуре. У узорцима деформисаним глатким ваљцима није формирана јасно дефинисана ћелијска субструктура, што указује на низак ниво опорављања, а ниво заосталих напрезања је значајан. У ротационо ваљаним узорцима је образована усмерена субструктура са ћелијским тракама и јасно дефинисаним ћелијским зидовима у уздужном правцу. Унутар трака је евидентан почетак формирање ћелијске субструктуре и опорављање. Претпостављено је да је појава динамичког опорављања при ротационом ваљању последица велике брзине деформације и велике количине топлоте концентрисане у уској зони деформације.

Величина зрна није значајно утицала на карактеристике деформационе субструктуре, већ да је доминантан утицај примењеног процеса деформације (ротационог ваљања или деформације глатким ваљцима).

Лом ротационо ваљаних Al-Mg легура при једноосном затезању се одвија дуктилним механизмом. Доминанатан утицај на карактеристике лома Al-Mg легура су показали величина и расподела честица секундарних фаза. Крупне честице секундарних фаза представљају места за нуклеацију микрошупљина за време деформације и ограничавају дуктилност и способност обликовања.

Лом у Al-Mg легурама се одвија механизмом, настанка, раста и коалесценције микрошупљина. Микрошупљине настају на честицама секундарних фаза и то: на ситним и честицама средње величине декохезијом на граничној површини честица/основа, а у легурама са додатком Mn, и на поломљеним честицама крупне (Fe,Mn)Al₆ фазе. Лом честица (Fe,Mn)Al₆ фазе је настаје и у току претходне ТМП и деформације (ротационим ваљањем или ваљањем глатким ваљцима). Коалесценција микрошупљина се одвија механизмима: "чистим" растом микрошупљина, смицајном декохезијом између микрошупљина и тањењем и прекидом лигамената.

Величина, облик и расподела честица секундарних фаза имају одлучујућу улогу у одређивању механизма лома. Фрагментација честица услед повећања степена деформације при РВ мења изглед површине прелома затезних епрувета. Са повећањем степена претходне деформације (ротационим ваљањем) удео јамичастог лома се смањује. Утицај величине зрна на микроструктурне карактеристике лома је одраз утицаја величине честица секундарних фаза, које су, услед примењене термомеханичке прераде, крупније/грубље у крупнозрној структури.

Удео поломљених честица секундарних фаза које су уочене на површини прелома код свих легура, се повећава са повећањем степена деформације, такође указују да на механизам лома испитаних Al-Mg легура одлучујућу улогу имају честице секундарних фаза (садржај, величина и природа честица).

Показано је да нехомогеност структуре (величине зрна, која је последица нехомогене расподеле честица секундарних фаза) у крупнозрним легурама утиче на изглед површине лома, тј. на удео јамичастог у односу на смицајни лом. У областима са мањим уделом честица секундарних фаза или са ситним честицама, површина прелома је "глатка".

7 Литература

- [1] L. F. Mondolfo, Aluminium Alloys: Structure and Properties, Boston, Butterworths, 1976.
- [2] R. E. Sanders Jr., S. Fhum.Baumann, H. C. Stumpf, Aluminium Alloys-Phisical and Mechanical Properties, vol.III, EMerAS, West Midlands, UK (1986) 1441-1484.
- [3] Ø. Ryen, O. Nijs, E. Sjölander, B. Holmedal, H -E. Ekström, E. Nes, Strengthening Mechanisms in Solid Solution Aluminum Alloys, Metall. Mater. Trans. A Vol 37A (2006) 1999-2006.
- [4] E. L. Huskins, B. Cao, K.T. Rames, Strengthening mechanisms in an Al–Mg alloy, Mater. Sci. Eng., A 527 (2010) 1292–129.
- [5] S. A. Court, K. M. Gatenby, D.J. Lloyd, Factor affecting the strength and formability of alloys based on Al-3 wt.% Mg, Mater. Sci. Eng., A 319-321 (2001) 443-447.
- [6] E. Hatch, Aluminium Properties and Physical Metallurgy, ASM, Metals Park, Ohio, 1984.
- [7] ASM Handbook, Properties and Selection: Nonferrous alloys and Special-Purpose Materials, Vol. 2, Metals Park, Ohio, 1979.
- [8] Ђ. Дробњак, Физичка металургија, ТМФ, Београд, 1986.
- [9] G. Burger, A. K. Gupta, P. W. Jeffrez, D. J. Lloyd, Microstructural control of aluminium sheet used in automotive applications, Mat.Characrerization, 35 (1995) 23-29.
- [10] D. J. Lloyd, S. A. Court, Influence of grain size on tensile properties of Al –Mg alloys, Mater. Sci. Technol. Vol. 19 (2003) 1349-1354.
- [11] T. Mukai, K.Higashi and S.Tanimura, Influence of the magnesium concentration on the relationship between fracture mechanism and strain rate in high purity A1-Mg alloys, Mater. Sci. Eng., A 176 (1994) 181-189.
- [12] J. Gubicza, N. Q. Chinh, Z. Horita, T. G. Langdon, Effect of Mg addition on microstructure and mechanical properties of aluminum, Mater. Sci. Eng., A 387-389 (2004) 55-59.
- [13] R. Grimes, Grain control in aluminium, Recrystallization in the Control of Microstructure, Iron and Steel Institute and the Institute of London, 1973, Paper No. MS 353.
- [14] N. Ryum, J. D. Embury, A comment on the recrystallization behaviour of Al-Mg alloys, Scand. J. Metall., 11 (1982) 51-54.
- [15] W. Wen, Y. Zhao, J.G. Morris, The effect of Mg precipitation on the mechanical properties of 5xxx aluminum alloys, Mater. Sci. Eng., A 392 (2005) 136-144.

- [16] B. Bay, N. Hansen, D. A. Hughes, D. Kuhlmann-Wilsdorf, Overview no. 96 Evolution of f.c.c. deformation structure in polyslip, Acta Metall. Mater.Vol. 40 No. 2 (1992) 205-219.
- [17] D. A. Hughes, Microstructural evolution in a non-cell forming metal: Al-Mg, Acta Metall. Vol. 41 Issue 5 (1993) 1421-1430.
- [18] E. Nes, Recovery revisited, Acta Metall. Vol.43 No.6 (1995) 2189-2207.
- [19] D. Juul Jensen, Deformation Microstructure and Recristallization Behaviour, The fourth Int.Conf. on Recrystallization and Releted Phenomena, Ed. by T.Sakai and H.G.Suzuki, The Japan Institute of Metals (1999) 3-14.
- [20] Ø. Ryen H. I. Laukli, B. Holmedal, E. Nes, Large Strain Work Hardening of Aluminum Alloys and the Effect of Mg in Solid Solution, Metall. Mat. Trans. Vol. 37A (2006) 2007-2013.
- [21] J. May, M. Dinkel, D. Amberger, H. W. Höppel, M. Göken, Mechanical Properties, Dislocation Density and Grain Structure of Ultrafine-Grained Aluminum and Aluminum-Magnesium Alloys, Metal. Mater. Trans. A Vol. 38A (2007) 1941-1945.
- [22] D. Chu and W. Morris, Jr, The influence of microstructure on work hardening in aluminium, Acta Mater. Vol. 44 No.7 (1996) 2599-2610.
- [23] F. Li, W. Roberts and P.S.Bate, Superplasticity and the development of dislocation structures in an Al-4.5% Mg alloy, Acta Mater. Vol. 44, No. 1 (1996) 217-233.
- [24] M. Koizumi, S. Kohare, H. Inagaki, Kinetics of recrystallization in Al-Mg alloys, Metallkunde, Vol. 91 No. 6 (2000) 460-467.
- [25] N. Hiromi, Effects of Mg contents on porosity formation in Al-Mg alloy DC slabs, J. Jap. Inst. Light Met. Vol. 52 No.7 (2002) 293-297.
- [26] A. Chaijaruwanich, Evolution of pore morphology and distribution during the homogenization of direct chill cast Al–Mg alloys, Acta Mater. 55 (2007) 285-293.
- [27] P.D. Lee, R.C. Atwood, R.J. Dashwood, H. Nagaumi., Modeling of porosity formation in direct chill cast aluminium-magnesium alloys, Mater. Sci. Eng., A 328 (2002) 213-222.
- [28] М. Поповић, Е. Ромхањи, Утицај термомеханичке обраде на отпорност према напонској корозији високолегираних Al-Mg лимова, MJOM (1992) 325-334.
- [29] J. L. Searles, P. I. Gouma, R. G. Buchheit, Stress corrosion cracking of AA5083 (Al-4,5Mg-1.0Mn), Metall. Mater. Trans. A 32A, 11 (2001) 2859-2867.
- [30] R. Goswami, Precipitation of the β phase in Al-5083, Mater. Sci. Eng., A 527 (2010) 1089-1095.
- [31] L. Tan, T. R. Allen, Effect of thermomechanical treatment on the corrosion of AA5083, Mater. Sci. Eng., A 527 (2010) 1089-1095.
- [32] R. Verma, A. K. Ghosh, S. Kim, C. Kim, Grain refinement and superplasticity in 5083 Al, Mat. Sci. Eng. A 191 (1995) 143-150.

- [33] D. J. Lloyd, D. Kenny, The Large Strain Deformation of Some Aluminium Alloys, Metall. Trans. A Vol. 13A (1982) 1445-1452.
- [34] N. Yu. Zolotorevsky, A.N. Solonin, A.Yu. Churyumov, V.S. Zolotorevsky, Study of work hardening of quenched and naturally aged Al–Mg and Al–Cu alloys, Mater. Sci. Eng., A 502 (2009) 111–117.
- [35] Z. Zhu, M.J. Starink, Solution strengthening and age hardening capability of Al-Mg-Mn alloys with small additions of Cu, Mater. Sci. Eng., A 488 (2008) 125–133
- [36] I. Choi, Effects of Microstructure and Alloy Contents on The Lüders Line Formation in Al-Mg Alloys, Scripta Mater. Vol. 38 No. 6 (1998) 887-892.
- [37] D. J. Lloyd, The Deformation of Commercial Aluminium-Magnezium Alloys, Metall. Trans. Vol. 11 A (1980) 1287-1294.
- [38] Zs. Kovács, J. Lendvai, G. Vörös, Localized deformation bands in Portevin–Le Châtelier plastic instabilities at a constant stress rate, Mater. Sci. Eng., A 279 (2000) 179-184.
- [39] J. M. Robinson, M. P. Shaw, Observations on deformation characteristics and microstructure in an Al-Mg alloy during serrated flow, Mater. Sci. Eng., A 174 (1994) 1-7.
- [40] K. Hasegawa T. Fujita, K. Araki, S. Mitao, K. Osawa, M. Niikura, K. Ohori, Effects of intermediate annealing on the r-value of Al-Mg alloy sheets, Mater. Sci. Eng., A 257 (1998) 207-214.
- [41] P. Ólafsson, R. Sandström, Å. Karlsson, Comparison Of Experimental, Calculated and Observed Values For Electrical And Thermal Conductivity of Aluminium Alloys, J. Mater. Sci. Technol. 32 (1997) 4383-4390.
- [42] S. Sarkar, M. A. Wells, W. J. Poole, Softening behaviour of cold rolled continuous cast and ingot cast aluminum alloy AA5754, Mater. Sci. Eng., A 421 (2006) 276-285.
- [43] M. J. Starink and A.-M. Zahra, Low temperature decomposition of Al-Mg alloys: GP zones and L12 ordered precipitates, Phil. Mag. A Vol. 76 (1997) 701-714.
- [44] A. Gaber, Studies on Al-Mg solutions using electrical resistivity and microhardness measurements, Eur. Phys. J. AP 7 (1999) 103-109.
- [45] M. Popovic, E. Romhanji, Characterization of microstructural changes in an Al-6.8 wt.% Mg alloy by electrical resistivity measurements, Mater. Sci. Eng., A 492 (2008) 460-467.
- [46] D. Glišic, B. Minov, M. Popovic, E. Romhanji, SCC Susceptibility and Formability in Relation to Different TMTs of an Al-6,8wt% Alloy Sheet, Proc. of the ICAA11 -Aluminum Alloys: Their Physical and Mechanical Properties, ed by J.Hirsch, B. Skrotski, G. Gottstein, Vol. 2 22-26 (2008) Aachen, Germany, 2155-2162.
- [47] S. I. Vooijs S. B. Davenporty, I. Toddy, S. van der Zwaag, Monitoring the precipitation reactions in a cold-rolled Al-Mn-Mg-Cu alloy using thermoelectric power and electrical resistivity measurements, Philos. Mag. A Vol. 81 No. 8 (2001) 2059-2072.

- [48] W. Wen, J. G. Morris, An investigation of serrated yielding in 5000 series aluminum alloys, Mater. Sci. Eng., A 354 (2003) 279-285.
- [48] E. Romhanji, M. Popović, S. Stanojević, Precipitation Processes in Al-Mg-(Mn,Cu) Type Alloy Sheets Evaluated Through Electrical esistivity Variations, J Nondestruct Eval. 29 (2010) 43-48.
- [50] D.-Y. Park, M. Niewczas, Plastic deformation of Al and AA5754 between 4.2K and 295K, Mat. Sci. Eng. A 491 (200) 88–102.
- [51] M. Verdier, I. Groma, L. Flandin, J. Lendvai, Y. Brkhet, P. Guyot, Dislocation Densities And Stored Energy ,4fter Cold Rolling Of Al-Mg Alloys: Investigations By Resistmty And Differential Scanning Calorimetry, Scripta Mater. Vol. 31 No. 4 (1997) 449-454.
- [52] S. -L. Lee, S. -T. Wu, Influence of Soaking Treatments on Hot Ductility of Al-4.85 Pct Mg Alloys Containing Mn, Metall.Trans. A Vol.17A (1986) 833-841.
- [53] P. Ratchev, B. Verlinden, P. Van Houtte, Effect of preheat temperature on the orientation relationship of (Mn,Fe)A16 Precipitates in an AA5182 Aluminiummagnesium Alloy, Acta Metall. Mater. Vol. 43, No. 2 (1995) 621-629.
- [54] P. Ratchev, B. Verlinden, P. Van Houtte, P. De Smet, Hot ductility of an Al-4wt.%Mg-0.5wt.%Cu alloy, Mat. Sci. Eng. A222 (1997) 189-196.
- [55] H. B. McShane, C. P. Lee, T. Sheppard, Structure, anisotropy, and properties of hor rolled AA5083 alloy, Mater. Sci. Tech, Vol.5 (1990) 428-440.
- [56] C. C. Wong, T. A. Dean, J Lin, A review of spinning, shear forming and flow forming processes, International Journal of Machine Tools & Manufacture 43 (2003) 1419-1435.
- 1[57] B. Avitzur, Handbook of metal-forming processes, New York: John Wiley and Sons, Inc, 1983.
- [58] ASM Handbook, Forming and Forging, Vol. 14, Ninth edition, ASM Metals Park, Ohio, 1988.
- [59] C.L.Packham, Metal spinning and shear and flow forming, Sheet Metall. Ind. (1977) 382-389.
- [60] M. Hayama, T. Murota, H. Kudo, Experimental Study of Shear Spinning, Bull. JSME, Vol. 8, No 31 (1965) 453-460
- [61] M. Hayama, T. Murota, H. Kudo, Deformation Modes and Wrinkling of Flange on Shear Spinning, Bull. JSME, Vol. 9 No 34 (1966) 423-433
- [62] W. Xu, D. Shan, Z. Wang G. Yang, Y. LÜ, D. Kang, Effect of spinning deformation on microstructure evolution and mechanical property of TA15 titanium alloy, T. Nonferr. Metal. Soc., 17 (2007) 1205-1211.
- [63] K. Moria, M. Ishiguro, Y. Isomura, Hot shear spinning of cast aluminium alloy parts, J. Mater. Process. Technol., 209 (2009) 3621–3627.
- [64] Y. Chen, W. Xu, D. Shan, B.Guo Microstructure evolution of TA15 titanium alloy during hot power spinning, T. Nonferr. Metal. Soc., 21 (2011) 323-327.

- [65] M. Fei, H.Yang, M. Zhan, Effects of material properties on power spinning process of parts with transverse inner rib, T. Nonferr. Metal. Soc. 20: (2010) 1476-1481.
- [66] M. –D. Chen, R. –Q. Hsu, K. –H. Fuh, Effects of over-roll thickness on cone surface roughness in shear spinning, J. Mater. Process. Technol. 159 (2005) 1–8.
- [67] A. Sekiguchi, H. Arai, Control of wall thickness distribution by oblique shear spinning methods, J. Mater. Process. Technol. 212 (2012) 786-793.
- [68] S. -C. Chang, C.-A. Huang, S.-Y. Yu, Y. Chang, W.-C. Han, T.-S. Shieh, H.-C. Chung, H.-T. Yao, G.-D. Shyu, H.-Y. Hou, C.-C. Wang, W.-S. Wang, Tube spinnability of AA 2024 and 7075 aluminum alloys, J. Mater. Process. Technol. 80-81: (1998) 676-682.
- [69] K. Mori, M. Ishiguro, Y. Isomura, Hot shear spinning of cast aluminium alloy parts, J. Mater. Process. Technol., 209 (2009) 3621–3627.
- [70] M. Jahazi, G. Ebrahimi, The infuence of flow-forming parameters and microstructure on the quality of a D6ac steel, J. Mater. Process. Technol. 103: (2000) 362-366.
- [71] K. M Rajan, P. U. Deshpande, K. Narasimhan, Effect of Heat treatment of preform of the mechanical properties of low formed AISI 4130 Steel tubes – a theorethical and experimental assessment, J. Mater. Process. Technol. 125-126: (2002) 503-511.
- [72] C. H. Gür, E. B. Arda, Effect of tube spinning and subsequent heat treatments on strength, microstructure and residual stress state of AISI/SAE type 4140 steel, J. Mater. Process. Technol. 19: (2003) 1590-1594.
- [73] Y. -J. Lee, M.-C. Kung, I. -K. Lee, C. –P. Chou, Effect of lath microstructure on the mechanical properties of flow-formed C-250 maraging steels, Mater. Sci. Eng., A 454– 455 (2007) 602–607.
- [74] Lj. Radović, M. Nikačević, Effect of shear spinning and chemical composition on microstructure evolution and mechanical property of Al-Mg alloys, 3rd International Scientific Conference on Defensive Technologies, OTEH 2009, Military Technical Institute, Belgrade, Proceedings on CD, Belgrade, 2009, 644-647. ISBN 978-86-81123-40-9.
- [75] H. Palten, D. Palten, Metal Spinning-From Ancient Art to High-Tech Industry, Metal Forming Magazine, Vol. 36 No. 9 (2002) 30-34.
- [76] M.-D. Chen, R.-Q. Hsu, K.-H. Fuh, An analysis of force distribution in shear spinning of cone, Int. J. Mech. Sci. 47 (2005) 902-921.
- [77]C. L. Packham, Metal spinning and shear and flow forming, Part 2, Sheet Metal Industries (1977) 485-492.
- [78] R. L. Kegg, A New Method for Determination od Spinnability of Metals, J. Eng. Ind. (1961) 119-124.
- [79] Q. Bai, H Yang., M. Zhan, Finite element modeling of power spinning of thin-walled shell with hoop inner rib, T. Nonferr. Metal. Soc. 18 (2008) 6-13.
- [80] M. D. Chen, R. Q. Hsu, K. H. Fuh, Forecast of shear spinning force and surface roughness of spun cones by employing regression analysis, Int. J. Mach. Tools & Manuf. 41 (2001) 1721-1734.
- [81] A. A. Mazahar, T. Trasool, E. A. Khokhar, Q. Khan, Flow Turning, grinding and hydro forming of maraging steel tubes, Sheet Metal Industries (1988) 32-38.
- [82] М. Никачевић, В. Грабулов, И. Блачић, Утицај поступка израде коморе ракетних мотора на чврстоћу, жилавост и тип лома, Научнотехнички преглед, Вол. XLVIII, број 4, Београд, 1998 199-207.
- [83] М. Никачевић, Љ. Радовић, М. Хршум, Утицај микроструктуре припремка на механичка својства ротационо ваљане безшавн цеви високе чврстоће, VII Саветовање металурга Србије, Београд, 2008, 39. ISBN 868718303-х.
- [84] Љ. Радовић, М. Никачевић, Особине ротационо ваљаних конусних делова од Аl легура у функцији садржаја Мg и степена деформације, III Научно стручни скуп из одбрамбених технологија, ОТЕХ 2009, Војнотехнички институт Београд, Зборник радова (на CD-у), Београд, 2009. ISBN 978-86-81123-40-9.
- [85] В. Павелић, Технологија производње наоружања, ЦВШ КоВ ЈНА, Загреб, 1988, 189-200.
- [86] www.flowform.com, приступљено мај 2012.
- [87] А. Палигорић, Р. Радан, Обрада метала поступком обртног истискивања, Научнотахничка информација, Београд 1976.
- [88] S. Kalpakcioglu, On the Mechanics of Shear Spinning, Trans. ASME J. Eng. Ind. (1961) 125-130.
- [89] B. Verlinden, J. Driver, I. Samajdar, R. D. Doherty, Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials, Ed. by Robert W. Cahn, Pergamon Materials Series, Amsterdam, 2007.
- [90] W. Yu, Part 6, Rolling –The basic principle of deformation, University of Science and Technology Beijing (USTB), wenku.baidu.com.
- [91] J. Liu, J. G. Morris, Recrystallization microstructures and textures in AA 5052 continuous cast and direct chill cast aluminum alloy, Mater. Sci. Eng., A 385 (2004) 342-351.
- [92] S. H. Choi, J.K. Choi, H.W. Kim, S.B. Kang, Effect of reduction ratio on annealing texture and r-value directionality for a cold-rolled Al–5% Mg alloy, Mater. Sci. Eng., A 519 (2009) 77-87.
- [93] M. Wagenhofer, M. A. Erickson-Natishan, R. W. Armstrong, Influences of Strain Rate and Grain Size on Yield and Serrated Flow In Commercial Al-Mg Alloy 5086, Scripta Mater. Vol. 41 No. 11 (1999) 1177-1184.
- [94] G. Horváth, N. Q. Chinh, J. Gubicza, J. Lendvai, Plastic instabilities and dislocation densities during plastic deformation in Al–Mg alloys, Mater. Sci. Eng., A 445–446 (2007) 186-192.

- [95] F.B. Klose, F. Hagemann, P. Hähner, H. Neuhäuser., Investigation of the Portevin-LeChâtelier effect in Al-3wt.%Mg alloys by strain-rate and stress-rate controlled tensile tests, Mater. Sci. Eng., A 387-389 (2004) 93-97.
- [96] G. J. Fan, G.Y. Wang, H. Choo, P.K. Liaw, Y.S. Park, B.Q. Han, E.J. Lavernia, Deformation behavior of an ultrafine-grained Al–Mg alloy at different strain rates, Stipta Mat. 52 (2005) 929-933.
- [97] H. Inagaki, T. Komatsubara, Yield Point Elongation in Al-Mg Alloy, Mater. Sci. Forum Vols. 331-337 (2000) 1303-1308
- [98] R. Kral, Strain Hardening and Dynamic Recovery during Deformation of Al-Mg alloys, Phys. Stat. Sol. (a) 157 (1996) 255-263.
- [99] B. Tian, Ageing effect on serrated flow in Al-Mg alloys, Mat.Sci.Eng. A 349 (2003) 272-278.
- [100] M. Abbadi, P. Hähner, A. Zeghloul, On the Characteristics of Portevin Le Chatelier bands in aluminum alloy 5182 under stress-controlled and strain-controlled tensile testing, Mater. Sci. Eng., A 337 (2002) 194-201.
- [101] R. Král, P. Lukáč, Strain Hardening and Dynamic Recovery during Deformation of A1-Mg Alloys, Mater. Sci. Eng., A 234-236 (1997) 786-789.
- [102] C. Johnson, D. J. Lloyd, Property anisotropy in magnesium containing aluminium alloys, Mater. Sci. Forum Vols. 331-337 (2000) 715-726.
- [103] E. Pink, A.Grinberg, Stress drops in serrated flow curves of AlMg5, Acta Metall. Vol.30 (1982) 2153-2160.
- [104] E. Pink, The effect of precipitates on characteristics of serrated flow in AlZn5Mg1, Acta Metall. Vol. 37 No 7 (1989) 1773-1781.
- [105] P. Rodrigues, Serrated plastic flow, Bull. Mater. Sci. Vol. 6, No.4, 1984, 653.
- [106] E. Pink, A. Grinberg, Praktische Aspecte des Portevin-Le-Chateliers-Effekts (I), Aluminium, (1984) 687-691.
- [107] R. C. Picu, G. Vincze, J.J. Gracio, F. Barlat, Effect of solute distribution on the strain rate sensitivity of solid solutions, Scripta Mater. 54 (2006) 71-75.
- [108] P. Hähner, On the critical conditions of the Portevin-Le Châtelier Effect, Acta Mater. Vol. 45, No.9, 1997, 3695-3707.
- [109] R. A. Mulford and U.F.Kocks, New Observations on the Mechanism of Dynamic Strain Aging and of Jerky flow, Acta Metall. Vol. 27 (1979) 1125-1134.
- [110] М. Поповић, Магистарски рад, TMF Beograd, 1997.
- [111] M. J. Hadianfard, R. Smerd, S.Winkler, M.Worswick, Effects of strain rate on mechanical operties and failure mechanism of structural Al–Mg alloys, Mater. Sci. Eng., A 492 (2008) 283-292.
- [112] F. Iida, T.Suzuki, E.Kuramoto, S.Takeuchi, Anomalus strain rate sensitivity of flow stress in superconducting Al and Al-Mg alloys, Acta Mater. Vol. 27 (1979) 637-647.

- [113] J. C. Blade, Formability in aluminium alloys its assessment and the reloevance of mictostructure, VIII Int. Light Metal Congress, Leoben, Wienna, 1987, 496-504
- [114] E. Romhanji, M. Dudukovska, D. Glišić, The effect of temperature on strain-rate sensitivity in high strengthi Al-Mg alloy sheet, J. Mat. Proc. Tech. 125-126 (2002) 193-198.
- [115] D. H. Bae, A. K. Ghosh, Grain Size and Temperature Dependence of Superplastic Deformation in an Al-Mg Alloy Under Isostructural Condition, Acta Mater. 48 2000 1207-1224.
- [116] W. A. Soer, A. R. Chezan, J. Th. M. De Hosson, Deformation and reconstruction mechanisms in coarse-grained superplastic Al–Mg alloys, Acta Mater. 54 (2006) 3287-3833.
- [117] D. J. Lloyd, Some Aspects of the Metallurgy of Automotive Al Alloys, Materials Forum Vol. 28, ed. by J. F. Nie, A. J. Morton, B. C. Muddle, Institute of Materials Engineering Australasia Ltd (2004) 107-117.
- [118] J. D. Emburi, Transformation, aluminium technology and aplications, Ed. by Pampullo et.al, ASN, Metals Park, Ohio, 1980.
- [119] F. J. Humphreys, M.Hatherely, Recristallization and Related Annealing Phenomena, New York, NY: Elsevir Science Inc., 2004.
- [120] F. J. Humphreys, P. B. Prangnell, R. Priestner, The fourth Int.Conf. on Recrystalliyation and Related Phenomena, Ed. by T.Sakai and H.G.Suzuki, The Japan Institute of Metals (1999) 69-78.
- [121] M. Verdier, Y. Brechet, P. Guyot, Recovery of AlMg Alloys: Flow Stress and Strain-Hardening Properties, Acta Mater. Vol.47, No.1 (1999) 127-134.
- [122] http://aluminium.matter.org.uk, приступљено мај 2012.
- [123] M. Verdier M. Janecek, Y. Bréchet, P. Guyot, Microstructural evolution during recovery in Al–2.5%Mg alloys, Mater. Sci. Eng., A 248 (1998) 187-197.
- [124] H. Jin and D.J. Lloyd, The Tensile Response of a Fine-Grained AA5754 Alloy Produced by Asymmetric Rolling and Annealing, Metall. Mater. Trans. A Volume 35A (2004) 997-1006.
- [125] J. Kwiecinski, J.W. Wyrzykowski J, The effect of recoveryannealingaftersmallplastic deformations on the yield strength of polycrystalline aluminium, Acta. Metall. Mater. Vol. 41, 11 (1993) 3089-3095. Mater. Sci. Forum, Vols. 113-115 (1993) 157-162
- [126] F. J. Humphreys, Nucleation in Recrystallization, Mater. Sci. Forum, Vols. 467-470 (2004) 107-116.
- [127] F. J. Humphreys, A Unified Theory of Recovery, Recrystallization And Grain Growth, Based on The Stability and Growth of Cellular Microstructures-I. The Basic Model, Acta Mater. Vol. 45 No. 10 (1997) 4231-4240.
- [128] M. T. Lyttle, D. J. Jensen, Recristallization Kinetics of AA3104 Deformed at Room and Elevated Temperatures, The fourth Int.Conf. on Recrystalliyation and Related

Phenomena, Ed. by T.Sakai and H.G.Suzuki, The Japan Institute of Metals (1999) 185-190.

- [129] T. Mukai, K. Ishikawa, K. Higashi, Influence of strain rate on the mechanical properties in fine-grained aluminum alloys, Mater. Sci. Eng., A 204 (1995) 12-18.
- [130] E. Pink, W. Bernt, M. Fellner, Flow and fracture of aluminium alloys and of iron and steel, within and outside the range of inhomogenous flow, Scripta Metall. Mater. Vol. 28 (1993) 1137-1142.
- [131] J. E. King, C. P. You, J.F.Knott, Serreted yielding and localized shear failure mode in aluminium alloys, Acta Metall. Vol. 29 (1981) 1553-1556.
- [132] E. El-Magd and M. Brodmann, Influence of precipitates on ductile fracture of aluminium alloy AA7075 at high strain rates, Mater. Sci. Eng., A 307 (2001) 143-150.
- [133] L.P. Borrego J.M. Costa, S. Silva, J.M. Ferreira, Microstructure dependent fatigue crack growth in aged hardened aluminium alloys, Int. J. Fatigue 26 (2004) 1321–1331.
- [134] A. Chennakesava Reddy, S. Sundar Rajan, Influence of ageing, inclusions and voids on ductile fracture mechanism in commercial Al-alloys, Bull. Mater. Sci. Vol. 28 No. 1 (2005) 75-79.
- [135] D. Jiang, C. Wang, Influence of microstructure on deformation behavior and fracture mode of Al-Mg-Si alloys, Mater. Sci. Eng., A 352 (2003) 29-33.
- [136] A. Deschamps, High temperature cleavage fracture in 5383 aluminum alloy, Mater. Sci. Eng., A 319–321 (2001) 583-586.
- [137] M. N. Bassim, A. G. Odeshi, Shear strain localisation and fracture in high strength structural materials, Arch. Mater. Sci. Eng., Vol. 31 Issue 2 (2008) 69-74.
- [138] ASM Handbook, Failure Analyses and Prevention, Vol. 11 ASM Metals Park, Ohio, 1986.
- [139] Е. Ромхањи, Механика и метралургија деформације материјала, ТМФ, Београд, 2011.
- [140] T. S. Srivatsan, Satish Vasudevan, Lisa Park, R.J. Lederich, The quazi-static deformation and filnal fracture behaviour of aluminium alloy 2219, Mater. Sci. Eng., A 281 (2000) 292-304.
- [141] V. M. J. Sharma, K. Sree Kumar, B. Nageswara Rao, S.D. Pathak, Effect of microstructure and strength on the fracture behavior of A2219 alloy, Mater. Sci. Eng., A 502 (2009) 45–53.
- [142] S. E. Urreta, F. Louchet, A. Ghilarducci, Fracture behaviour of an Al-Mg-Si industrial alloy, Mater.Sci. Eng. A302 (2001) 300-307.
- [143] T. Kobayashi, Strength and fracture of aluminum alloys, Mater. Sci. Eng., A 286 (2000) 333-341.
- [144] A. Asserin–Lebert, J. Besson, A.F. Gourgues, Failure of 6056 aluminium sheet materials: effect of specimen thickness and hardening behaviour on strain localization and toughness, Mater. Sci. Eng., A 395, (2005) 186-194.

- [145] R. Ravindran, K. Manonmani, R. Narayanasamy, An analysis of void coalescence in Al 5052 alloy sheets annealed at different temperatures formed under different stress conditions, Mater. Sci. Eng., A 507 (2009) 252-267.
- [146] Ђ.Дробњак, Избор материјала, интерна скрипта ТМФ, 1992.
- [147] R. H. Van Stone, T. B. Cox, J. R. Low, Jr, J. A. Psioda, Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture, International Metals Reviews, Vol.30, No. 4 (1985) 157-179.
- [148] H. Hosokawa, H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi, T. Tagata, K. Higashi, Effects of Si on Deformation Behavior and Cavitation of Coarse-Grained Al-4.5Mg Alloys Exhibiting Large Elongation, Acta Mater. Vol. 47 No. 6 (1999) 1859-1867.
- [149] K. T. Park, S.H.Myung, D H. Shin, C.S. Lee, Size and distribution of particles and voids pre-existing in equal channel angular pressed 5083 Al alloy: their effect on cavitation during low-temperature superplastic deformation, Mater. Sci. Eng., A 371 (2004) 178-186.
- [150] D. G. Morris, M.A. Munoz-Morris, Microstructure of severely deformed Al–3Mg and its evolution during annealing, Acta Mater. 50 (2002) 4047-4060.
- [151] M. V. Markushev, M.Yu. Murashkin, Structure and mechanical properties of commercial Al–Mg 1560 alloy after equal-channel angular extrusion and annealing, Mater. Sci. Eng., A 367 (2004) 234-242.
- [152] J. Miller, AFRL-ML-WP-TP-2006-432, Wright-Patterson Air Force Base, OH 45433-7750 2006.
- [153] H. E. Exner, Analysis of Grain and Particle-Size Ddistributions in Metallic Materials, Int. Metall. Rev. Vol. 17 (1972) 25-42.
- [154] ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol. 9, ASM International, Eight ptinting, Metals Park Ohio, 1998.
- [155] ASM International, Practical Guide to Image Analysis, Materials Park Ohio, 2000.
- [156] R. L. Higinson, C. M. Sellars, Worked Examples in Quantitative Metallography, Maney Publishing, London, 2003.
- [157] J. A. Sæter, H.A.Vatne, Exper invest of particle break-up during cold doformation of Non Heat Treatable Aluminium Alloys, Mater. Sci. Forum, Vols 331-337 (2000) 763-768.
- [158] H. Agarwal, A. M. Gokhale, S. Graham, M. F. Horstemeyer, Quantitative Characterization of Three-Dimensional Damage Evolution in a Wrought Al-Alloy under Tension and Compression, Meter. Mat. Trans, Vol. 33A (2002) 2599-2006.
- [159] A. Balasundaram, A.M. Gokhale, S. Graham, M.F. Horstemeyer, Three-dimensional particle cracking damage development in an Al-Mg-base wrought alloy, Mater. Sci. Eng., A355 (2003) 368-383.

- [160] H. Agarwal, A. M. Gokhale, S. Graham, M. F. Horstemeyer, Anisotropy of Intermetallic Particle Cracking Damage Evolution in an Al-Mg-Si Base Wrought Aluminum Alloy under Uniaxial Compression, Meter. Mat. Trans Vol.33A (2002) 3443-3447.
- [161] D. W. Scott, WIREs, Computational Statistics, Vol. 2, 2010.
- [162] P. S. Mann, Uvod u statistiku, Ekonomski fakultet u Beogradu, 2009.
- [163] B. Zlatičanin, B. Radonjić, B. Jordović, Modern quantitative microstructure analysis on the example of AlCu5Mg1 alloys, APTEFF, 33 (2002) 109-114.
- [164] M. Osman, O. Engler, K. Karhausen, A. J. McLaren, The influence of Homogenisation Heat Treatment on Microstructure Development in Al-Mg-Mn Alloy AA5454, Mat. Sci. Forum, Vols. 396-402 (2002) 351-356
- [165] LJ. Radović, M. Nikačević, Effect of cold rolling reduction on critical strains and final grain size of Al-Mg alloys containing Mn, DPSM, ed. by E.Romhanji, M.T.Jovanović, N. Radović, Belgrade (2005) 231-236.
- [166] LJ. Radović, M. Nikačević, M. Popović, E. Romhanji, Influence of Thermomechanical Treatment and Chemical Composition on Recrystallization of Al-Mg alloys, MJOM Vol. 13 (2007) 259-267.
- [167] Љ. Радовић, Утицај термомехнаичке прераде и садржај легирајућих елемената на деформабилност Al-Mg легура, Магистарска теза, ТМФ, Београд, 2008.
- [168] S. L. Lee, S. T. Wu, Indentification of Dispersoids in Al-Mg Alloys Containing Mn, Metall. Trans. A Vol.18A (1987) 1353-1357.
- [169] K. Kannan, J. S. Vetrano, C. H. Hamilton, Effect of Alloy and Thermomechanical processing on Recrystallization of Al-Mg-Mn Alloys, Metall. Mater. Trans. A Vol. 27A (1996) 2947-2957.
- [170] M. A. Zaidi, T. Shepard, Effect of high temperature soak and cooling rate on recrystallization behaviour of two Al-Mg alloys (AA5252 and AA 5454), Metall. Tech. Vol. 11 (1984) 313-319.
- [171] D. Mandal, I. Baker, On the effect of fine second-phase particles on primary recrystallization as a function of strain, Acta Metall. Vol. 45 (1997) 453-461.
- [172] N. Raghunathan, T. Sheppard, Microstructural development during annealing of hot rolled Al-Mg alloys, Mater. Sci. Eng. Vol. 5 (1989) 542-547.
- [173] Р. Додок, С. Аврамовић, Б. Мајкић, Извештај о освајању производње лимова од AlMg6, Ваљаоница ѕалуминијума Севојно, 1992.
- [174] T. Sheppard, N. Raghunathan, Modification of cast structures in Al-Mg alloys by thermal threatments, Mater. Sci. Tech. Vol. 5 (1989) 268-280.
- [175] Z. Chen, M.J. Worswick, Investigation of void nucleation in Al–Mg sheet, Mater. Sci. Eng., A 483–484 (2008) 99-101.
- [176] R.D.Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, Current issues in recrystallization:a review, Mater. Sci. Eng., A 238 (199) 219-274.

- [177] ASM Handbook, Alloy Phase Diagrams, Vol. 3, ASM International, Meterials Park, Ohio, 1997.
- [178] L. Dupuy, J.J. Blandin, Damage sensitivity in a commercial Al alloy processed by equal channel angular extrusion, Acta Mater. 50 (2002) 3251-3264.
- [179] T. L. Tsai, P. L. Sun, P. W. Kao, C. P. Chang, Microstructure and tensile properties of a commercial 5052 aluminum alloy processed by equal channel angular extrusion, Mater. Sci. Eng., A 342 (2003) 144-151.
- [180] L. Ziani, S. Boudrahem, H. Ait-Amokhtar, M. Mehenni, B. Kedjar, Unstable plastic flow in the Al–2%Mg alloy, effect of annealing process, Mater. Sci. Eng., A 536 (2012) 239-243.
- [181] D. Kuhlmann-Wilsdorf, Q: Dislocations structures how far from equilibrium? A: Very close indeed, Mater. Sci. Eng., A 315 (2001) 211-216.
- [182] S.-C. Chang, C.-C. Wang, C.-A. Huang, Y. Chang, T.-L. Chen, Fabrication of 2024 aluminum spun tube using a thermomechanical treatment process, J. Mater. Process. Technol. 108 (2001) 294-299.
- [183] Lj. Radović, M.Nikačević, M.Popović, E.Romhanji, B.Jordović, Inhomogenities of Plastic Deformation – Serrations in Comercial Al-Mg Alloys, 12th International Conference on Tribology - SERBIATRIB '11, Kragujevac (2011) 152-156.
- [184] S. Kumar, K. V. Narsimha Rao, M. K. Surappa, Investigation of serrated flow behaviour in Al-10Mg alloy, Mater. Sci. Technol., Vol. 17 (2001) 113-115.
- [185] S. Kojima, A. Yokoyama a, M. Komatsu b, M. Kiritani, High-speed deformation of aluminum by cold rolling, Mater. Sci. Eng., A 350 (2003) 81-85.
- [186] M. Wang, C. Gan, X.LIU, Deformation Behavior of 6063 Aluminum Alloy During High-Speed Compressions, J. Wuhan Univer. Technol.- Mater. Sei. Ed., Vol. 20, No. 3 (2005) 40-43.
- [187] M. Jobba, Plastic Deformation and Fracture Behavior of Al-Mg and Al-Cr Alloys, Masters Thesis, McMaster University, Mater. Sci. Eng., A (2010) http://digitalcommons.mcmaster.ca/opendissertations/4176.
- [188] I. S. Kim, M.C Chaturvedi, Serrated flow in Al-5 wt. %Mg alloy, Mat. Sci. Eng. 37 (1979) 165-172.
- [189] M. J. Worswick, Z. T. Chen, A. K. Pilkey, D. Lloyd And S. Court, Damage Characterization And Damage Percolation Modelling In Aluminum Alloy Sheet, Acta Mater. 49 (2001) 2791-2803.
- [190] J. D. Embury, Plastic flow in dispersion hardened materials, Metall. Trans. A 16 (1985) 2191–2200.
- [191] D. R. Fang, Q.Q. Duan, N.Q. Zhao, J.J. Li, S.D. Wu, Z.F. Zhang, Tensile properties and fracture mechanism of Al–Mg alloy subjected to equal channel angular pressing, Mater. Sci. Eng., A 459 (2007) 137-144.