

## UTICAJ TERMOMEHANIČKE OBRADJE NA OTPORNOST PREMA NAPONSKOJ KOROZIJI VISOKO LEGIRANIH Al-Mg LIMOVA \*

## THE EFFECTS OF THERMOMECHANICAL TREATMENT ON THE SCC RESISTANCE OF HIGHLY ALLOYED Al-Mg SHEET

MILJANA POPOVIĆ, ENDRE ROMHANJI

*Tehnološko-metalurški fakultet, Univerzitet u Beogradu, Jugoslavija*

### REZIME

Metodom jednoosnog zatezanja sa malom brzinom deformacije (SSRT) ispitivan je uticaj strukture na otpornost prema naponskoj koroziji (SCC) Al-Mg legure sa 6.8%Mg. Utvrđeno je da ispitivana legura u deformisanom, i meko žarenom stanju, pokazuje veliku osetljivost prema naponskoj koroziji. Pri ispitivanju u korozionom rastvoru, duktilnost se značajno smanjuje, a indeks osetljivosti prema naponskoj koroziji ima visoku vrednost,  $I_{SCC} \approx 81-91\%$ . Posle žarenja u dvofaznoj ( $\alpha+\beta$ ) oblasti, otpornost prema naponskoj koroziji ispitivane legure, znatno se poboljšava. U tom slučaju, duktilnost se neznatno menja pri ispitivanju u korozionoj sredini, a indeks osetljivosti prema naponskoj koroziji ima nisku vrednost,  $I_{SCC} \approx 6-13\%$ . Rezultati pokazuju da je izborom odgovarajuće termomehantičke obrade (TMO) moguće postizanje strukture u Al-Mg6.8% leguri koja je otporna prema naponskoj koroziji.

**Ključne reči:** Al-Mg legura, termomehantička obrada, naponska korozija

### ABSTRACT

The effects of cold work and different heat treatments on the stress corrosion cracking (SCC) behaviour of Al-Mg6.8% alloy were studied using slow strain rate testing (SSRT). The results have indicated high SCC susceptibility for hard and soft tempers. After different heat treatments in the range of dual phase ( $\alpha+\beta$ ) structure, a high SCC resistance has experienced. The presented results indicated the possibility of a serious improvement of SCC resistance in such a highly alloyed high strength Al-Mg alloy sheet.

**Key words:** Al-Mg alloy, thermomechanical treatment, stress corrosion cracking

---

\* Rad je predstavljen na Simpozijumu: "Deformacija i struktura metala i legura", 26-27. jun, 2002., Beograd, Jugoslavija

## 1. UVOD

Proučavanje strukture, osobina i deformacionog ponašanja Al-Mg legura (serija 5000) različitog hemijskog sastava (sa dodatkom Mn, Cu, Zn, Zr, Sc, itd.), koje imaju veliku primenu u automobilske industriji, kao i u izradi drugih transportnih sredstava, predstavlja predmet mnogobrojnih dosadašnjih istraživanja [1-8].

Poznato je da čvrstoća Al-Mg legura raste sa povećanjem sadržaja Mg, dok se duktilnost bitno ne menja (čak, neznatno raste sa povećanjem sadržaja Mg od 2% do 5%) [1,2], zbog čega postoji stalni interes za povećanjem sadržaja Mg u ovim legurama. Međutim, zbog obrazovanja presičenog čvrstog rastvora na sobnoj temperaturi, višak Mg teži da se izdvoji u obliku  $\beta$ -faze ( $Mg_5Al_8$ ), koja ima anodni karakter u poredjenju sa Al-osnovom, zbog čega Al-Mg legure sa  $>3\%$  Mg postaju veoma osetljive prema interkristalnoj i naponskoj koroziji [3-5,7-10]. Neka prethodna istraživanja [3,4,7,11-13], pokazuju da se otpornost prema koroziji visoko legiranih Al-Mg legura može poboljšati dodatkom Zn (1-2%), platiniranjem (npr. sa legurom 7072), ili obezbeđenjem specifične strukture kombinacijom deformacije i žarenja.

Cilj ovog rada je bio da se ispita uticaj strukture, koja se postiže hladnim valjanjem i različitim uslovima žarenja (temperatura i vreme žarenja), na otpornost prema naponskoj koroziji Al-Mg6.8% legure, koja je ocenjena na osnovu ispitivanja jednoosnim zatezanjem sa malom brzinom deformacije (SSRT), na vazduhu i u korozionom rastvoru.

## 2. EKSPERIMENTALNI RAD

Za ispitivanje su korišćeni Al-Mg limovi debljine 3mm, u meko žarenom stanju (O), koji su hladno valjani sa redukcijom od 30%, i žareni na temperaturama  $t=225^{\circ}C$ ,  $245^{\circ}C$ ,  $265^{\circ}C$  i  $285^{\circ}C$  (vreme žarenja  $\tau=12h$ ), zatim na  $t=320^{\circ}C$  ( $\tau=3h$ ), i na  $t=450^{\circ}C$  ( $\tau=10min$ ). Hemijski sastav ispitivane legure dat je u tabeli 1.

*Tabela 1 - Hemijski sastav ispitivane Al-Mg legure, mas. %*

*Table 1 - Chemical composition of tested Al-Mg alloy, wt. %*

| Mg  | Mn  | Fe  | Si  | Cu   | Zn   | Ti   | Cr   |
|-----|-----|-----|-----|------|------|------|------|
| 6.8 | 0.5 | 0.2 | 0.1 | 0.01 | 0.03 | 0.05 | 0.01 |

Osetljivost prema naponskoj koroziji (SCC) ocenjena na osnovu rezultata dobijenih pri jednoosnom zatezanju sa malom brzinom deformacije (SSRT) [3,7], na sobnoj temperaturi. Za ispitivanje su korišćeni uzorci koji su posle hladnog valjanja i žarenja u intervalu temperatura od  $225^{\circ}C$  do  $450^{\circ}C$ , senzibilizovani na  $100^{\circ}C$ , u trajanju od 7 dana.

Ispitivanje jednoosnim zatezanjem (SSRT) izvršeno je u poprečnom pravcu u odnosu na pravac valjanja, na epruvetama sa mernom dužinom  $l_0=25\text{mm}$  i širinom mernog dela epruvete  $b_0=6.25\text{mm}$ . Za svako stanje ispitivane legure pokidane su epruvete na vazduhu, pri početnoj brzini deformacije  $\dot{\epsilon}_{\text{air}} = 6.7 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ , i u korozionom rastvoru  $2\% \text{NaCl} + 0.5\% \text{Na}_2\text{CrO}_4$ , pri brzini deformacije  $\dot{\epsilon}_{\text{SCC}} = 3.3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ . Na osnovu vrednosti ukupnog izduženja, izmerenih pri ispitivanju na vazduhu,  $\Delta l_{\text{air}}$ , i u korozionom rastvoru,  $\Delta l_{\text{SCC}}$ , izračunate su vrednosti indeksa osetljivosti prema naponskoj koroziji,  $I_{\text{SCC}}$ , prema sledećem izrazu [8]:

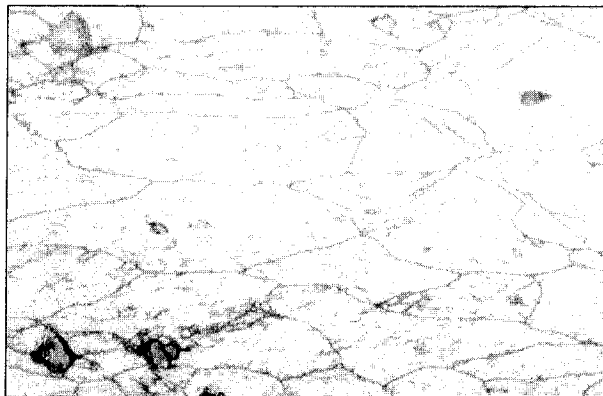
$$I_{\text{SCC}} = \left( 1 - \frac{\Delta l_{\text{SCC}} / l_0}{\Delta l_{\text{air}} / l_0} \right) \times 100, \%$$

Kada indeks osetljivosti prema naponskoj koroziji ima minimalnu vrednost,  $I_{\text{SCC}} \rightarrow 0$ , legura se smatra otpornom prema naponskoj koroziji. U slučaju dostizanja maksimalne vrednosti,  $I_{\text{SCC}} \rightarrow 1$ , legura se ocenjuje kao veoma osetljiva prema naponskoj koroziji.

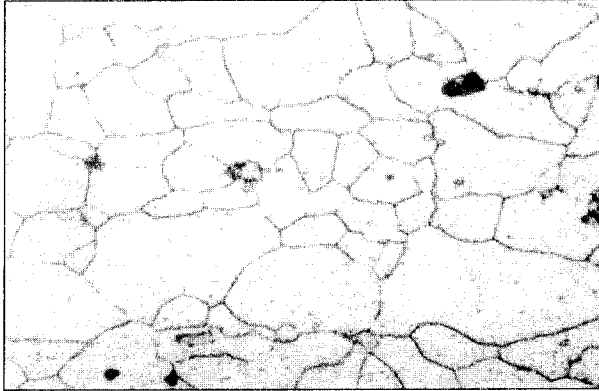
Za mikrostrukturna ispitivanja uzorci su mehanički polirani i nagrizani u 10% rastvoru  $\text{H}_3\text{PO}_4$  na  $50^\circ\text{C}$ .

### 3. REZULTATI I DISKUSIJA

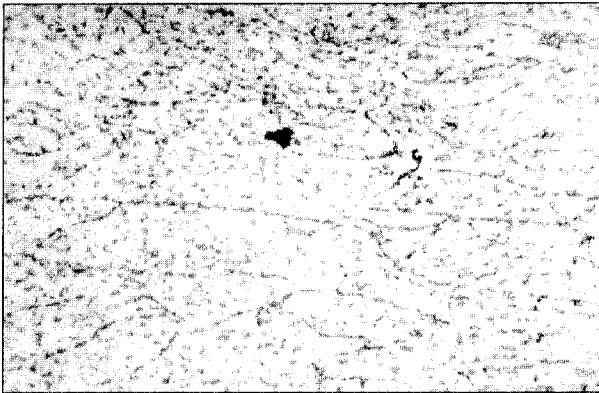
Mikrostruktura ispitivane legure, u deformisanom i žarenom stanju, posle 7 dana senzibilizacije na  $100^\circ\text{C}$ , prikazana je na slici 1(a-c).



Slika 1a) 30% deformisano +  $100^\circ\text{C}/7$  dana,  $I_{\text{SCC}} \approx 91\%$



Slika 1b) 450<sup>0</sup>C/10 min+100<sup>0</sup>C/7 dana,  $I_{SCC} \approx 81\%$



c) 245<sup>0</sup>C/12h+100<sup>0</sup>C/7 dana,  $I_{SCC} \approx 6.3\%$

Slika 1(a-c) - Uticaj TMO na mikrostrukturu AlMg6.8 legure  
posle 7 dana senzibilizacije na 100<sup>0</sup>C

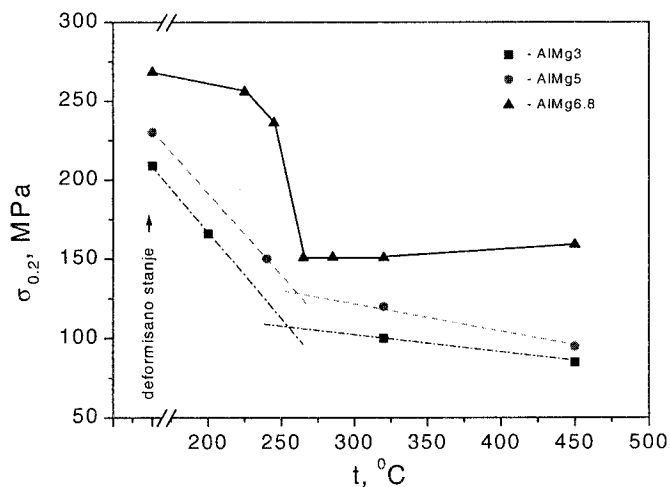
Figure 1(a-c) - Microstructures of tested alloy after sensitization  
treatment for 7 days at 100<sup>0</sup>C

U toku niskotemperaturnog žarenja, odnosno senzibilizacije, višak rastvorenih atoma Mg taloži se iz  $\alpha$ -Al presićenog čvrstog rastvora u obliku  $\beta$ -faze, po šemi  $\alpha \rightarrow \beta$ , što je zapaženo i drugim Al-Mg legurama [2,3,5,9,14-16]. Oblik i raspodela izdvojenog taloga  $\beta$ -faze, zavisi od strukture koja je obrazovana u toku prethodne termomehaničke obrade (TMO), kao što je prikazano na slici 1 (a-c). U toku senzibilizacije uzoraka koji su 30% deformisani,  $\beta$ -faza se izdvaja po granicama izduženih zrna, kao i unutar zrna, duž ravni u kojima dolazi do lokalizovanja deformacije (slika 1a). Ispitivanjem uzoraka koji su žareni na 285<sup>0</sup>C/12h, zatim na 320<sup>0</sup>C/3h i na 450<sup>0</sup>C/10 min (u jednofaznoj oblasti  $\alpha$ -čvrstog rastvora, iznad temperature rekristalizacije), pokazano je da se  $\beta$ -faza

izdvaja u vidu neprekidnog filma po granicama rekristalisanih zrna, kao što je prikazano na slici 1b. U uzorcima koji su žareni u dvofaznoj ( $\alpha+\beta$ ) oblasti, na temperaturama  $225^{\circ}\text{C}$ ,  $245^{\circ}\text{C}$  i  $265^{\circ}\text{C}$ , u trajanju od 12h, u toku senzibilizacije  $\beta$ -faza se izdvaja u obliku finih globula, ravnomerno raspoređenih u strukturi, kako po granicama zrna, tako i unutar zrna (slika 1c). Na osnovu prethodnih istraživanja [3,9,14-16] pretpostavljeno je da ravnomernoj raspodeli izdvojene  $\beta$ -faze doprinosi prisustvo  $\beta$ -faze u ( $\alpha+\beta$ ) strukturi pre senzibilizacije, kao i povećana gustina dislokacija u oporavljenoj ( $\alpha+\beta$ ) strukturi, koje se mogu smatrati preferentnim mestima za taloženje  $\beta$ -faze u toku senzibilizacije ispitivane legure.

Pri ispitivanju jednoosnim zatezanjem sa malom brzinom zatezanja (SSRT), na vazduhu i u rastvoru, pokazano je da deformacione karakteristike i otpornost prema naponskoj koroziji ispitivane Al-Mg6.8% legure, zavise od termomehaničke obrade (TMO), koja prethodi senzibilizacionom žarenju (slike 2, 3 i 4).

Na slici 2 prikazana je zavisnost čvrstoće ( $\sigma_t$ ), a na slici 3 zavisnost ukupnog izduženja ( $e_{uk}$ ), pri ispitivanju na vazduhu (krive a) i u korozionom rastvoru (krive b), od temperature žarenja. Pokazano je da čvrstoća opada a duktilnost raste sa povećanjem temperature žarenja, i da ispitivana legura sa 6.8%Mg ima veću čvrstoću a manju duktilnost od Al-Mg legura sa manjim sadržajem Mg [7], kao što je prikazano na slikama 2 i 3.

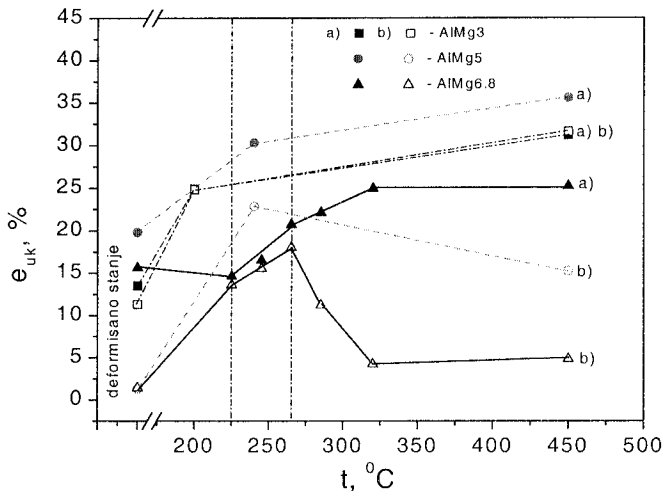


Slika 2 - Uticaj TMO na čvrstoću Al-Mg legura pri ispitivanju zatezanjem na vazduhu, sa brzinom deformacije  $\dot{\epsilon} = 6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Figure 2 - Effect of annealing conditions on the yield strength of Al-Mg alloys in room temperature tensile testing

Rezultati pokazuju da čvrstoća ispitivane Al-Mg6.8% legure u deformisanom stanju opada od ~270 MPa do ~150 MPa (slika 2), a duktilnost raste od 15% do 25% (slika 3, kriva a), posle žarenja u temperaturnom intervalu od 225<sup>0</sup>C do 450<sup>0</sup>C. Relativno visok nivo čvrstoće (~230-250 MPa), zadržava se posle žarenja na 225<sup>0</sup>C i 245<sup>0</sup>C. Posle žarenja na 265<sup>0</sup>C, čvrstoća naglo opada do vrednosti ~150 MPa, a sa daljim povećanjem temperature žarenja do 450<sup>0</sup>C, nivo čvrstoće se neznatno menja, kao što je prikazano na slici 2. Smanjenje čvrstoće i povećanje duktilnosti, koje nastaje sa povišenjem temperature žarenja, posledica je procesa oporavljanja i rekristalizacije strukture u toku zagrevanja.

Na osnovu karakteristika čvrstoće i duktilnosti (slike 2 i 3), pretpostavljeno je da se u toku žarenja na 225<sup>0</sup>C i 245<sup>0</sup>C dolazi do oporavljanja strukture, a počev od 265<sup>0</sup>C, kao i na višim temperaturama žarenja, dolazi do rekristalizacije strukture, što je u skladu sa ranije objavljenim rezultatima [1,2,18] ispitivanja Al-Mg legura sličnog sastava.



Slika 3 - Zavisnost ukupnog izduženja od TMO, pri ispitivanju zatezanjem:  
a) na vazduhu i b) u korozijskom rastvoru

Figure 3 - Variation of total elongations in slow strain rate testing:  
a) in the air, and b) in corrosive solution

Rezultati ispitivanja osetljivosti prema naponskoj koroziji prikazani su na slikama 3 i 4. Pokazano je da se vrednosti ukupnog izduženja, pri ispitivanju u korozijskom rastvoru (slika 3, krive b), razlikuju od vrednosti dobijenih ispitivanjem na vazduhu (slika 3, krive a). Na slici 3 prikazan je i uticaj termomehanske obrade, odnosno stanja Al-Mg6.8% legure, na vrednosti ukupnog izduženja dobijenih pri ispitivanju u rastvoru.

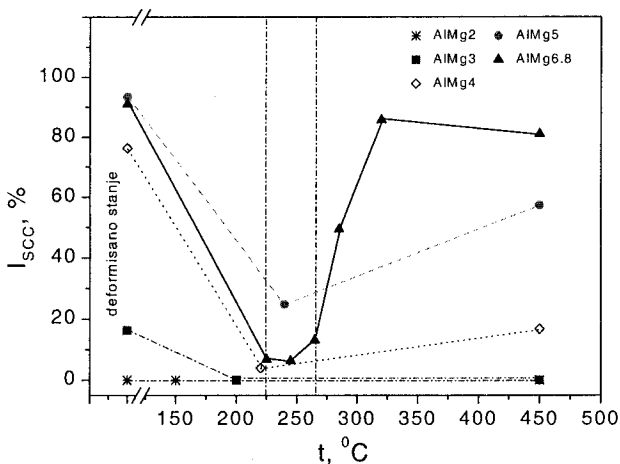
Osetljivost prema naponskoj koroziji (SCC) ocenjena je na osnovu vrednosti indeksa  $I_{SCC}$ , koji se izračunava prema izrazu (1), i koji pokazuje

koliko se ukupno izduženje pri ispitivanju u rastvoru  $(e_{uk})_{SCC}$  smanjuje, u odnosu na ispitivanje na vazduhu  $(e_{uk})_{air}$ .

$$I_{SCC} = 1 - \frac{(e_{uk})_{SCC}}{(e_{uk})_{air}} \times 100, \% \quad (1)$$

Zavisnost indeksa osetljivosti prema naponskoj koroziji,  $I_{SCC}$ , od termomehaničke obrade ispitivane Al-Mg6.8% legure, kao i Al-Mg legura sa manjim sadržajem Mg, prikazana je na slici 4. Pokazano je da se u slučaju ispitivanja Al-Mg6.8% legure u deformisanom stanju, i posle žarenja na 320°C i 450°C, vrednost ukupnog izduženja izrazito smanjuje pri ispitivanju u korozionom rastvoru (slika 3, kriva b). Kod legure u deformisanom stanju izduženje se smanjuje od ~15%, pri ispitivanju na vazduhu, do ~0.6%, pri ispitivanju u korozionom rastvoru (slika 3), i osetljivost prema naponskoj koroziji je veoma izražena,  $I_{SCC} \approx 91\%$  (slika 4). Slično ponašanje pokazuju Al-Mg legure sa 4%Mg i 5%Mg, u deformisanom stanju, kada je  $I_{SCC} \approx 77-92\%$ , dok su legure Al-Mg2% i Al-Mg3%, u deformisanom stanju otporne prema naponskoj koroziji,  $I_{SCC} \approx 0-18\%$  [7], kao što je prikazano na slici 4.

Takodje, pri ispitivanju Al-Mg6.8% legure koja je rekristalizaciono žarena na 320°C i 450°C, ukupno izduženje se smanjuje, od ~25%, pri ispitivanju na vazduhu, do ~3-4%, pri ispitivanju u rastvoru (slika 3). Osetljivost prema naponskoj koroziji je veoma izražena,  $I_{SCC} \approx 81-87\%$ , kao što je prikazano na slici 4. Slično ponašanje pokazuje i Al-Mg5% legura u meko žarenom stanju, kada je  $I_{SCC} \approx 60\%$ , dok se legure sa manjim sadržajem Mg (2-4%Mg), posle žarenja na 450°C, mogu oceniti kao otporne prema naponskoj koroziji [7] (slika 4).



Slika 4 - Zavisnost indeksa osetljivosti prema naponskoj koroziji ( $I_{SCC}$ ) od termomehaničke obrade Al-Mg legura

Figure 4 - The elongation percentage loss,  $I_{SCC}$ , for the various specimens after sensitization

Žarenjem ispitivane Al-Mg6.8% legure na 285<sup>0</sup>C, sklonost prema naponskoj koroziji je manja nego posle žarenja na 320<sup>0</sup>C i 450<sup>0</sup>C (sl.4). U slučaju žarenja na 285<sup>0</sup>C ukupno izduženje se smanjuje od ~22%, pri ispitivanju na vazduhu, do ~10%, pri ispitivanju u korozionom rastvoru (slika 3), a indeks osetljivosti prema naponskoj koroziji ima vrednost,  $I_{SCC} \approx 50\%$ .

Pri ispitivanju Al-Mg6.8% legure posle žarenja u dvofaznoj ( $\alpha+\beta$ ) oblasti, na 225<sup>0</sup>C, 245<sup>0</sup>C i 265<sup>0</sup>C, vrednost ukupnog izduženja se neznatno menja pri ispitivanju u rastvoru, ~13-18%, u odnosu na vrednosti dobijene ispitivanjem na vazduhu, ~14-20% (slika 3). U ovom slučaju, sklonost prema naponskoj koroziji je veoma slabo izražena, i indeks osetljivosti prema naponskoj koroziji ima vrednosti  $I_{SCC} \approx 6-13\%$ , kao što je prikazano na slici 4. Drugim rečima, ispitivana Al-Mg6.8% legura, u stanju koje se postiže žarenjem na 225<sup>0</sup>C, 245<sup>0</sup>C i 265<sup>0</sup>C/12h, može se smatrati otpornom prema naponskoj koroziji, što važi i za legure sa manjim sadržajem Mg (2-5%Mg), koje su žarene u temperaturnom intervalu od 200<sup>0</sup>C do 240<sup>0</sup>C, u trajanju od 12h (slika 4).

U skladu sa poznatim teorijama o naponskoj koroziji [3,17], i ranije publikovanim radovima [4,5,7,8,12,13], pretpostavljeno je da je velika osetljivost prema naponskoj koroziji Al-Mg6.8% legure u deformisanom stanju, posledica anodnog rastvaranja  $\beta$ -faze, koja je u velikoj meri izdvojena po granicama deformisanih zrna i duž ravni lokalizovanja deformacije (slika 1a), po kojima je napredovanje loma olakšano. U meko žarenom stanju, izražena sklonost prema naponskoj koroziji Al-Mg6.8% legure prouzrokovana je, takodje, rastvaranjem neprekidnog filma  $\beta$ -faze, koja je u ovom slučaju izdvojena po granicama zrna (slika 1b), čime je napredovanje loma duž granica zrna favorizovano. Pretpostavljeno je da povećanje otpora prema naponskoj koroziji ispitivane Al-Mg6.8% legure, koja je žarena u dvofaznoj ( $\alpha+\beta$ ) oblasti na 225<sup>0</sup>C, 245<sup>0</sup>C i 265<sup>0</sup>C/12h, nastaje zbog ravnomerne raspodele globularno izdvojene  $\beta$ -faze. Globularna  $\beta$ -faza, otežava rast prskotina stvorenih anodnim rastvaranjem  $\beta$ -faze, i na taj način otežava i napredovanje loma.

#### 4. ZAKLJUČAK

Otpornost prema naponskoj koroziji (SCC) ispitivane Al-Mg6.8% legure zavisi od mikrostrukture, koja nastaje u toku termomehaničke obrade (TMO), i povećava se prema sledećem redosledu: (1) 30% deformisano stanje,  $I_{SCC} \approx 91\%$ , (2) meko žareno u intervalu od 285<sup>0</sup>C do 450<sup>0</sup>C,  $I_{SCC} \approx 50-87\%$ , i (3) žareno u dvofaznoj ( $\alpha+\beta$ ) oblasti od 225<sup>0</sup>C do 265<sup>0</sup>C,  $I_{SCC} \approx 6-13\%$ .

Oblik i raspodela  $\beta$ -faze, koja se izdvaja u toku senzibilizacije, utiče na otpornost prema naponskoj koroziji. Povećana osetljivost prema naponskoj koroziji, u deformisanom i meko žarenom stanju, posledica je rastvaranja  $\beta$ -



faze, koja je izdvojena u obliku neprekidnog filma po granicama zrna, ili duž ravni lokalizovanja deformacije, i olakšanog napredovanja loma u tom slučaju. Poboľšanju korozione postojanosti posle žarenja u dvofaznoj ( $\alpha+\beta$ ) oblasti doprinosi ravnomerna raspodela globularno izdvojene  $\beta$ -faze, koja otežava napredovanje loma.

## ZAHVALNICA

*Autori se zahvaljuju Valjaonici aluminijuma u Sevojnu, koja je obezbedila materijal, Laboratoriji Valjaonice bakra u Sevojnu, u kojoj su izvršena mehanička i metalografska ispitivanja i Vojnotehničkom institutu, za ispitivanja naponske korozije.*

## LITERATURA

- [1] J.E.Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, ASM, Metals Park, OH, 1984.
- [2] L.F.Mondolfo, Aluminum Alloys: Structure and Properties, Butterworths, Boston, 1976.
- [3] J.R.Davis, Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys, ASM Intl., Mat. Park, OH, 1999.
- [4] T.J.Summers, D.O.Sproles, Aluminum Alloys – Their Physical and Mechanical Properties, Charlottesville, Virginia, USA, vol.III (1986) 1576-1662
- [5] K.M.Gatenby, et.al., Aluminum Alloys – Their Physical and Mechanical Properties, T.H.Sanders, Jr., E.A.Starke, Jr., Ed., Atlanta, USA, vol.I (1994) 378-85
- [6] Y.Nakayama, T.Takai, D.Jin, Mater. Sci. Forum, 217-222 (1996) 1269-74
- [7] N.J.H.Holroyd, G.M.Scamans, Environment-Sensitive Fracture: Evaluation and Comparison of Test Methods, STP 821, S.W.Dean, E.N.Pugh, G.M.Ugriansky, Ed., ASTM, 1984, 202-241
- [8] J.C.Chang, T.H.Chuang, Metall. Mater. Trans, 30A (1999) 3191-99
- [9] E.C.W.Perryman, G.B.Brook, J. Inst. Metals, 79 (1951) 19-34

- [10] D.Sampath, et.al., Mater. Sci. Forum, 331-337 (2000) 1089-94
- [11] M.C.Caroll, et.al, Scripta mater., 42 (2000) 335-40
- [12] P.Brenner, G.J.Metcalf, J. Inst. of Metals, **81** (1952-53) 261-68
- [13] R.Braun, T.Hack, Mater. Sci. Forum, 217-222 (1996) 1635-40
- [14] M.Bournane, M.Nedjar, A.F.Sirenko, Scripta mater., 40 (1999) 375-82
- [15] N.R.M.R.Bhargava, et.al., Metall. Mater. Trans, 29A (1998) 2835-42
- [16] S.Nebti, D.Hamana, G.Cizeron, Acta metall. mater., 43 (1995) 3583-88
- [17] T.D.Burleigh, Corrosion, 47 (1991) 89-98
- [18] M.Koizumi, S.Kohara, H.Inagaki, Z.Metallkde, 91 (2000) 460-67