

Intergranulær korrosjon som følge av mekanisk og termisk prosessering av ekstruderte AlMgSi(Cu)-legeringer (KK13)

Espen Andreas Blomlie

Materialteknologi

Innlevert: juni 2016

Hovedveileder: Trond Furu, IMTE

Medveileder: Otto Lunder, IMT

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for materialteknologi

Vårsemester
2016

Forord

Denne masteroppgaven er et samarbeidsprosjekt mellom Norges teknisk- naturvitenskapelige universitet, Steertec Raufoss AS, Hydro Aluminium Sunndalsøra og SINTEF Materialer og Kjemi. Oppgaven bygger på en industriell og konkret problemstilling med materialprøver fra bedriftene Steertec Raufoss AS og Hydro Aluminium Sunndalsøra. Hovedformålet med oppgaven er å finne årsaken til et korrosjonsfenomen som Steertec Raufoss AS beskriver som geometriavhengig.

Jeg vil rette en stor takk til min hovedveileder, Dr. Trond Furu¹ og medveileder Dr. Otto Lunder² for kontinuerlig møtevirksomhet, planlegging og diskusjon i forbindelse med oppgavens innhold. Takk til Inge Erland Opheim³ for tilgjengelighet og svar rundt prøvematerialets tilvirkning.

Vil også ytre en stor takk Yingda Yu ved mikroskopilaboratoriet for god oppfølging ved bruk av elektronmikroskopet og EBSD-analyser, og fortjent ros til Trygve Lindahl Schancke ved metallografilaboratoriet for gode råd i forbindelse med prøveprepareringen. Jeg vil selvsagt gi en stor takk til Jostein Røyset⁴ og Ola Andersen⁴ for hjelp ved ekstrudering av skinner for deformasjonsforsøk av KK13-materialet. Takker John Walmsley⁵ for å bidra med fremstilling av TEM-bilder av den varmebehandlede KK13-komponenten.

Til slutt vil jeg ytre en stor takk for at jeg fikk presenterer noe av arbeide jeg har lagt ned i denne oppgaven for så mange engasjerte personer i fagmiljøet på FICAL-møtet.

Trondheim, Juni 2016

Espen Andreas Blomlie

¹ Hydro Aluminium, Sunndalsøra. Professor II ved NTNU

² SINTEF Materialer og Kjemi, Trondheim. Professor II ved NTNU

³ Steertec Raufoss AS

⁴ Hydro Aluminium, Sunndalsøra

⁵ SINTEF Materialer og Kjemi, Trondheim

Abstract

The purpose of this study is to determine which factors that influence the degree of intergranular corrosion in areas, which are deformed in different ways and have different geometry. This is examined based on two previous reports that has indicated less intergranular corrosion (IGC) on one of two different cold formed sides on a AlMgSi(Cu)-alloy, named KK13 [62, 63]. These two sides have different geometry and the relevant components are supplied by Steertec Raufoss AS. The intergranular corrosion phenomenon is discussed from the first processing step to the final product.

The components from Steertec are examined across and along the extruded direction, before and after a pulled broaching, solution heat treatment and artificial ageing. There have been accelerated corrosion tests (ISO 11846 – method B) for initiation of IGC on the components delivered by Steertec and some extruded material samples of KK13 with different heat treatment and deformation through cold rolling. The samples are prepared by brushing, polishing, electrochemical polishing and anodizing to produce good contrasts in the microstructure. The investigations are primarily done in light and electron microscope with different techniques. The heat treated sample is additionally examined in TEM.

The results confirm that at a standardized corrosion test gives large intergranular corrosion on the cold shaped component with subsequent heat treatment from Steertec. The component has a fine-grained recrystallized structure. Decreasing grain size/increased grain boundary area escalates the intergranular corrosion in width area and penetration depth. As it seems that cold forming has increased the ageing response of the alloy, it's recommended a lower ageing time to avoid IGC for the KK13-alloy. It's also found that a fibrous microstructure achieves a substantially IGC resistant behavior for the alloy.

Sammendrag

Hovedformålet med denne rapporten er å bestemme hvilke faktorer som påvirker graden av intergranulær korrosjon i områder som er deformert på forskjellig måte og har ulik geometri. Dette er undersøkt med bakgrunn og grunnlag fra to tidligere rapporter som har påvist forskjellig grad av intergranulær korrosjon (IGK) på ulike sider av en kalddeformert AlMgSi(Cu)-legering av typen KK13 [62, 63]. Sidene er utformet i samme kalddeformeringspress, men har ulik geometriform. Det intergranulære korrosjonsfenomenet drøftes opp mot alle prosesseringstrinn frem til det ferdige sluttproduktet.

De aktuelle prøvekomponentene fra Steertec Raufoss AS er undersøkt på tvers og langs av ekstruderingsretningen, i tillegg til før og etter trekkbrotsjning og varmebehandling (inn- og utharding). Det er foretatt akselererte korrosjonstester (ISO 11846 – metode B) for initiering av IGK på komponentene levert fra Steertec, samt på ekstruderte KK13-materialprøver (fra Hydro Aluminium Sunndalsøra) med forskjellig utharding og deformeringsgrad gjennom kaldvalsing. Prøvene er preparert ved blant annet pussing, polering, elektroplering og anodisering for fremstilling av kontraster i mikrostrukturen. Undersøkelsene er hovedsakelig gjort i lys- og elektronmikroskop. Som et tillegg er den varmebehandlede og korrosjonsutsatte prøven fra Steertec undersøkt i TEM.

Resultatene viser at det ved en standardisert korrosjonstest avdekkes store intergranulære korrosjonsangrep på kaldformet komponent av KK13-materialet med etterfølgende varmebehandling fra Steertec. Komponenten har en finkornet rekrystallisert struktur med en stor andel høyvinklede korngrenser. Videre observeres det at med minkende kornstørrelse/økt korngrenseareal øker de intergranulære korrosjonsangrepene i bredde og penetreringsdybde. Som et bedringstiltak for å unngå IGK på det kaldbearbeidede KK13-materialet anbefales det en lavere uthardingstid, da det gjennom resultatene ser ut til at kaldforming har økt herderesponsen til legeringen. Det er også funnet at en fibrig kornstruktur oppnår en tilnærmet IGK-resistent oppførsel.

Forkortelsesliste

A2	Elektrolytt for elektropolering
AA6082	Aluminiumslegering med typebetegnelse 6082
α	Presipitاتفase i AlMgSi-legeringer
b	Burgersvektor i henhold til ligning (2) og (3)
β	Likevektfase (Mg_2Si)
β'	Herdende presipitاتفase i AlMgSi-legeringer (heksagonal semikoherente nåler)
β''	Herdende presipitاتفase i AlMgSi-legeringer (monoklin semikoherente nåler)
BSE	Tilbakespredte elektroner
ϵ	Belastningsfaktor i henhold til ligning (2)
EBS	Tilbakespredningsdiffraksjon av elektroner
f	Fraksjon dispersoider i henhold til ligning (1)
F_v	Volumfraksjon av partikler i henhold til ligning (3)
F_v/r	Partiklenes dispersjon i henhold til ligning (3)
GP-soner	Metastable Guinier-Preston-soner som presipiterer i forkant av herdende faser
IGK	Intergranulær korrosjon / korn grensekorrosjon
k	Reaksjonsratekonstant i henhold til ligning (4)
KK13	Den trettende legeringen for kontroll av kim - «kimkontroll 13»
n	Numerisk konstant i henhold til ligning (4)
P	Totalt drivende kraften for rekrystallisering i henhold til ligning i (1)
P_D	Drivende kraft for kornvekst i henhold til ligning i (1)
PFZ	Presipitاتفri sone
ρ	Dislokasjonstetthet i henhold til ligning (2) og (3)
r	Partikkelstørrelse i henhold til ligning (3)

r	Dispersoidestørrelse i henhold til ligning (1)
Q-fase	Presipitafaser for AlMgSi-legeringer med Cu
QC	Alle forløpsfaser til Q-fasen
R	Fraksjon rekrystallisert i henhold til ligning (4)
s	Skjærspenning i henhold til ligning (3)
S-fase	Presipitafase i AlMgSi(Cu)-legering ved høyt Si innhold (Al ₂ CuMg)
SSSS	Super saturated solid-solution (mettet fast løsning)
SE	Sekundærelektroner
SEM	Sekundærelektronmikroskop
t	Tid i i henhold til ligning (4)
T4x	Løsningsvarmebehandlet
T6x	Løsningsvarmebehandlet og underelding
T6	Løsningsvarmebehandlet og presipitativvarmebehandlet til høyest styrke
T7x	Løsningsvarmebehandlet og overelding
T8	Løsningsvarmebehandlet, kaldarbeidet og presipitativvarmebehandlet
TEM	Transmisjonselektronmikroskop
TMP	Termomekanisk prosessering
vekt%	Vektprosent
y_{GB}	Konstant i henhold til ligning (1)
σ_y	Flytegrense i henhold til ligning (5)
σ_i	Bidrag fra aluminium i henhold til ligning (5)

Innholdsfortegnelse

Forord	i
Abstract	iii
Sammendrag	v
Forkortelsesliste	vi
Innholdsfortegnelse	viii
Innledning.....	1
Teori og tidligere arbeid	3
2.1 Aluminium – fremtidens materiale	3
2.2 AlMgSi-legeringer (6000-serien)	4
2.2.1 Karakteristiske egenskaper	5
2.3 Prosessering av ekstruderte profiler	5
2.3.1 Støping og homogenisering	6
2.3.2 Mekanisk utforming	9
2.3.3 Varmebehandling	13
2.3.4 Effekt av legeringselement	23
2.4 Korrosjon av aluminium 6xxx-legeringer	26
2.4.1 Intergranulær korrosjon	27
2.4.2 Punktkorrosjon	30
Ekspérimentelt.....	32
3.1 Material og fremstilling av komponenter fra Steertec	32
3.1.1 Støping og homogenisering	32
3.1.2 Ekstrudering, kaldforming og varmebehandling	33
3.2 Fremstilling av ekstruderte KK13-skiner for deformasjonsforsøk.....	35
3.2.1 Støp og homogenisering.....	35
3.2.2 Ekstrudering	36
3.3 Intergranulær korrosjonstest	37
3.4 Optisk karakterisering.....	37
3.5 Analyser i elektronmikroskop	38
3.6 Utherdingsforsøk	40
3.7 Deformasjonsforsøk.....	41
3.8 Hardhetsmåling.....	42
Resultater.....	43
4.1 Lysoptisk karakterisering	43

4.1.1 Struktur for ubehandlet komponent	43
4.1.2 Struktur for varmebehandlet komponent	44
4.1.3 Grad av intergranulær korrosjon for ubehandlet prøve.....	45
4.1.4 Grad av intergranulær korrosjon for varmebehandlet prøve.....	46
4.2 Analyser i elektronmikroskop	48
4.2.1 Kornstørrelse og kornorientering for ubehandlet prøve.....	49
4.2.2 Kornstørrelse og kornorientering for varmebehandlet prøve.....	51
4.3 TEM-bilder av den varmebehandlede komponenten fra Steertec	53
4.4 Dispersoider i varmebehandlet KK13	54
4.5 Hardhet og korrosjon som følge av utherdingsparametere.....	55
4.6 Hardhet, kornstruktur og korrosjon som følge av deformasjongrad	57
Diskusjon.....	59
5.1 Komponenter fra Steertec Raufoss AS	59
5.1.1 Kaldformet komponent uten etterfølgende varmebehandling	59
5.1.2 Kaldformet komponent med etterfølgende varmebehandling	61
5.2 Hardhet og korrosjon som følge av utherdingsparametere.....	66
5.3 Hardhet, kornstruktur og korrosjon som følge av deformasjongrad	67
Konklusjon	70
Forslag til videre arbeid.....	71
Referanseliste	72
Vedlegg A: EBSD-analyser for ubehandlet prøve fra Steertec Raufoss AS.....	76
Vedlegg B: EBSD-analyser for varmebehandlet prøve fra Steertec Raufoss AS	78

Innledning

Aluminiumslegeringer er en av Norges viktigste og største eksportartikler. Rent aluminium har ikke særlig høy styrke, men ved å tilsette noen få prosent av andre grunnstoffer som magnesium, silisium og kobber kan styrken tidobles. Økningen i styrke gjør at aluminiumslegeringen kan brukes i vitale konstruksjonsdeler for høytytelsesbiler.

Gjennom produksjon, fabrikasjon og sveising vil en legering eksponeres for ulike temperaturer, tidsparametere og deformasjonsgrad. En varmebehandling vil blant annet kunne gi presipitater i legeringen. I utherdbare legeringer som 2xxx (AlMgCu), 6xxx (AlMgSi) og 7xxx (AlMgZn) er styrken gitt av tettheten på små presipitater som dannes ved utherding. Under den samme varmebehandlingen vil det i tillegg dannes presipitutfrie soner nær korn grensene. Legeringen vil derfor kunne bli følsom for korrosjonsangrep i nærliggende områder til korn grensene ved eksponering i enkelte miljøer. Dette korrosjonsfenomenet går ofte under navnet intergranulær korrosjon, men er også titulert korn grensekorrosjon.

I korrosive miljøer kan «urenheter» skille seg ut på og ved korn grenser som er tappet for korrosjonsbeskyttende presipitater. Disse urenheterne kan fungere som anodiske eller katodiske initieringspunkter for galvanisk korrosjon. Element og mengde av disse urenheterne kontra opphopning og avtapping av korrosjonsbeskyttende legeringselement avgjør hastigheten på korrosjonsangrepet. Alvorlige angrep kan finne sted om disse urenheterne og aluminiumgrunnmassen får utspille seg fritt som galvaniske celler. I kloridholdige miljøer vil effekten akselereres gjennom en etsning av materialet, og videre føre til store intergranulære korrosjonsangrep dersom materialet er mottakelig for initiering [4].

Det intergranulære korrosjonsfenomenet er et bredt og velkjent forskningstema og dukker opp som et problem i både generell fysikalsk metallurgi og for enkelte aluminiumslegeringer. Det henvises til en rekke kjente forskningsartikler på området hvor effekter undersøkes direkte mot mer eller mindre like legeringstyper som i denne avhandlingen [8, 9, 10, 14, 34].

Oppgavens formål og undersøkelser

Målet med denne avhandlingen er å kunne gi en forklaring på et konkret intergranulært korrosjonsfenomen hvor selve korrosjonsgraden er geometriavhengig. Oppgaven og korrosjonsutsatte prøvekomponenter er levert av bedriften Steertec Raufoss AS.

Det er i første omgang gjort forsøk og undersøkelser på to ekstruderte og kaldformede komponenter. Den ene komponenten er varmebehandlet (inn- og utherdet) etter kaldforming, mens den andre er ubehandlet etter kaldforming. De undersøkte materialkomponenten er av samme AlMgSi(Cu)-legering av typen KK13. KK13 er forholdsvis lik en standard AA6082-legering, men med noe forskjellig kjemi (hhv. lavere Si- og høyere Cu-innhold).

Komponenten er undersøkt med lysmikroskop for å se på mikrostruktur i forkant og etterkant av varmebehandling gjort hos Steertec. Preparering og hardhetsmålinger gjennomføres før forsøket videre bygges på med akselerert korrosjonstest (ISO 11846 – metode B). Initieringsgraden av korrosjon blir undersøkt med bakgrunn i kornstruktur og geometri i nærheten av prøveoverflaten. Kornstørrelsesanalyse for de ulike geometriformene blir etter elektroplering gjennomført med EBSD-teknikk i elektronmikroskop.

Videre er det foretatt varmebehandlingsforsøk på det kaldbearbeidede materiale fra Steertec uten etterfølgende varmebehandling. Materialet er undersøkt i etterkant av ulike varmebehandlingsmetoder (inn- og utharding) hvor det er brukt ulike tid- og temperaturparametere. Prøvene er i etterkant av varmebehandlingen korrosjonstestet med samme standardiserte test som over. Det ble i tillegg til dette sendt inn prøvebiter av komponenten for undersøkelser i TEM. Dette ble gjort hos SINTEF Materialer og Kjemi av John Walmsley.

I andre prøveprosess er det foretatt skinneekstrudering av KK13-materialet. Skinnene blir deformert i forskjellig grad med kaldvalsing, og varmebehandling er gjort for å fremskaffe ulik mikrostruktur i materialet. Kornstrukturavbildning og hardhetsmålinger blir foretatt og dokumentert. Prøvene blir deretter korrosjonstestet og initieringsgrad blir igjen undersøkt for å danne et grunnlag av sammenlignbare resultater. Alle de overstående forsøkene er gjort her ved universitetet på Gløshaugen.

Resultatene vil forhåpentligvis kunne gi Steertec et grunnleggende innsyn i hvordan forskjellig grad av varmebehandling, mekanisk kalddeformasjon og endelig kornstruktur påvirker hardhet, IGK og punktkorrosjon for KK13-legeringen.

Teori og tidligere arbeid

2.1 Aluminium – fremtidens materiale

Aluminiumsproduksjon skjer gjennom raffinering av råvaren bauxitt som hovedsakelig består av aluminiumoksid, jern og silisium. Bauxitten finnes hovedsakelig rundt ekvator, og storutvinning ved gruvedrift skjer blant annet i Brasil og Australia. Store mengder energi kreves for å redusere aluminiumoksid til aluminium (12-14 KWh per kilo ren Al). Dette gjør at primærproduksjonen ses på som økonomisk utfordrende og det stimuleres til gjenbruk av produsert aluminium[3].

Aluminium har fantastiske resirkuleringsmuligheter. Det kreves bare 5% av den opprinnelige produksjonsenergien for å resirkulere brukt material. Med riktig sortering av aluminiumskrap kan effektiv resirkulering i prinsippet gjøres utallige ganger [2]. Sett fra et økonomisk og utslippsvennlig perspektiv har materialet et gjenvinningspotensial som er gull verdt i dagens klimautfordrende samfunn.

Rent aluminium har få bruksområder der styrke er en forutsetning. Likevel kan aluminium (99%) finnes i de fleste dagligdagse hjem hvor aluminiumsfolien i kjøkkenskapet er et godt eksempel.

Aluminium legeres ofte med andre elementer for å oppnå tilstrekkelige bruksegenskaper. Legeringene deles videre inn i bestemte serier etter komposisjon og legeringsinnhold [7].

Tabell 2.1: Serier for aluminiumslegeringer, hovedelement og noen typiske egenskaper [7].

Serie	Legeringselement	Typiske egenskaper
1000	Ren Al, 99.3-99.9%	Høy konduktivitet gjør at legeringen egner seg i elektriske komponenter og varmevekslerindustrien.
2000	Kobber (Cu)	Høy styrke gjør legeringen velegnet til bærende formål. Kan oppnå en styrke på 400 MPa etter herding.
3000	Mangan (Mn)	Medium styrke, god formbarhet og mulighet for god overflatebehandling. Dårlige sveiseegenskaper.
4000	Silisium (Si)	Høy støpbarhet og høy duktilitet. Gode maskineringsmuligheter.
5000	Magnesium (Mg)	Medium styrke og meget god korrosjonsmotstand i aggressive miljø (eks sjøvann).
6000	Mg og Si	Medium styrke og god korrosjonsmotstand. Ofte brukt i ekstruderingsprosesser og kan lett anodiseres.
7000	Sink (Zn)	Høyest styrke av alle legeringene, men utsatt for spenningskorrosjon, da særlig ved sveising.
8000	Andre (Fe, Ni, Li)	Variierende mengde legeringselement avhengig av bruksområde. Litium for høy styrke og stivhet, samt jern for økt styrke og god elektrisk konduktivitet.

2.2 AlMgSi-legeringer (6000-serien)

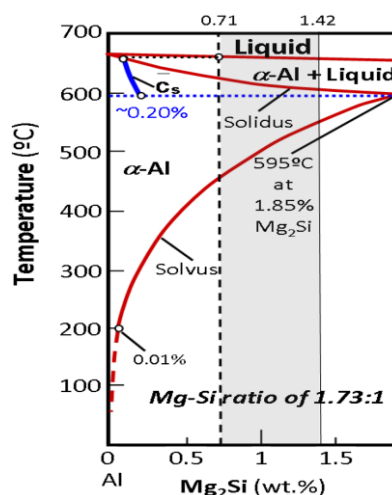
Det er vanlig å dele aluminiumlegeringer inn i fire hovedkategorier; Utherdbare legeringer, ikke-utherdbare legeringer, støpte komposisjoner og knalegeringer. Utherdbare legeringer får all sin styrke gjennom dannelse av presipitater i en utherdning. Ikke-utherdbare legeringer får styrken sin gjennom indre spenninger i materialet etter mekanisk bearbeiding. Støpte komposisjoner får hovedsakelig styrken sin gjennom tilsatte legeringselement og den endelige sammensetningen av det støpte produktet. Knalegeringer bearbeides i etterkant av støping gjennom smiing, valsing eller ekstrudering til et ferdig produkt.

I 6000-serien inneholder utherdbare legeringer silisium og magnesium i omtrent mengdeforhold som kreves for at de danner optimal mengde (tetthet og sammensetning) magnesium og silisiumpresipitater. Innholdsmengde for de to elementene ligger henholdsvis i området 0,4-1,4 vekt% Si og 0,5-1,3 vekt% Mg [12]. Både silisium og magnesium har en signifikant fast oppløselighet i aluminium, og med økt temperatur vil løseligheten øke for begge elementene [13].

Magnesium og silisium tilsettes enten i mengder for å forme balanserte pseudo-binære AlMg₂Si-legeringer (Mg:Si-forhold på 1,73:1) eller med en overflod av silisium over det som trengs for å danne β -fase (Mg₂Si) [11]. Formasjonen av blant annet intermetalliske Mg₂Si-partikler øker aluminium sin respons ved varmebehandling av materialet. Presipitatherding er et resultat av denne varmebehandlingen (kunstig aldring) og dette gir meget gunstige egenskaper til legeringen.

Andre elementer kan også tilsettes for å forbedre egenskapene til legeringen ytterligere. De mest vanlige elementene er mangan (0,5-0,7 vekt%), krom (0,1-0,3 vekt%) og kobber (0,3-0,9 vekt%). Mangan og krom er vanligvis brukt for å forhindre rekrySTALLISERING og kontrollere kornveksten ved prosessering. Kobber tilsettes for å øke styrken, men tilsatser over 0.5 vekt% vil redusere korrosjonsmotstanden til legeringen [12]. Det er bevist at kobbertilsats sett i forhold til Mg/Si-forholdet er avgjørende for initiering av lokal korrosjon i legeringen [14]. Dette vil omtales nærmere i avsnitt 2.3.3.3.

I Figur 2.2 kan det ses et pseudo-binært Al-Mg₂Si-fasediagram. Forskyvningen i den gjennomsnittlige sammensetningen av det faste materialet når det ikke er i likevekt tilsvarer fremgangsmåten for industriell størkning [15].



Figur 2.2: Pseudo-binært fase-diagram for Al-Mg₂Si med et Mg:Si vektforhold 1.73:1 [15].

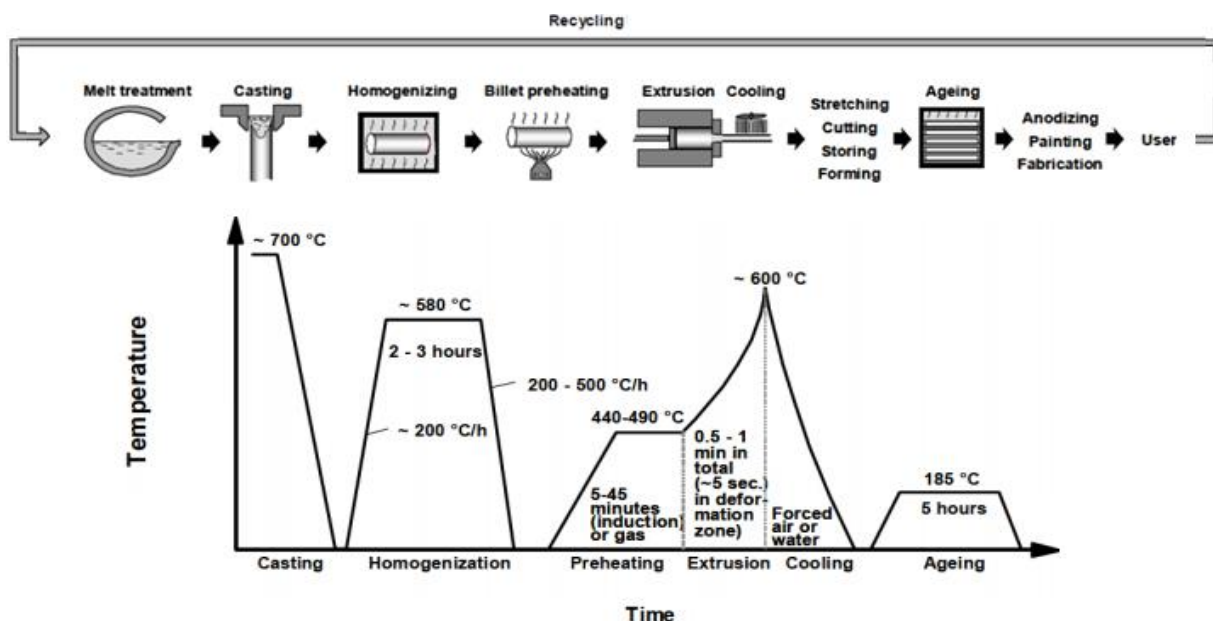
2.2.1 Karakteristiske egenskaper

6000-serien er ikke like sterke som legeringer i 2000- og 7000-serien. Likevel er formbarhet, sveisbarhet og mulighetene for maskinering svært gode. Styrken er heller ikke avskrekkende, da strekkstyrken (flytespenning) til AlMgSi-legeringer ligger i området fra 210 til 390 MPa. Forlengelsen avtar som kjent med økende styrke og tøyeligheten til legeringene ligger i størrelsesorden 11-17% sett i forhold til overstående strekkstyrke [12]. Ved «nøytrale» pH-verdier bærer korrosjonsbeskyttelsen preg av å være over middels god, sett i sammenheng med og i forhold til de andre seriene. Bruk av AlMgSi-legeringer inkluderes i blant annet arkitektoniske applikasjoner, sykkelrammer, bildeler, brurekkverk og en rekke andre sveisede konstruksjoner [16].

2.3 Prosessering av ekstruderte profiler

Fra en flytende aluminiumsmelte til et ferdig legeringsprodukt vil det måtte gjennomgå mange prosesseringstrinn. Støping, homogenisering, ekstrudering og varmebehandling er noen av stegene som må gjennomføres for å oppnå et fullverdig ekstrudert sluttprodukt. I noen tilfeller må det også anvendes ulike kaldformingsmetoder i etterkant av ekstrudering. Dette gjøres for å oppnå spesialtilpassede og komplekse geometriformer av de ekstruderte profilene. En varmebehandling (inn- og utharding) vil da forekomme i etterkant av selve kaldforming.

En skisse av hele prosesseringssyklusen for ekstruderte AlMgSi med omtrentlige temperaturer og tid for de forskjellige varmebehandlingstrinnene kan ses under i Figur 2.3.



Figur 2.3: Skisse av produksjonssyklus for ekstruderte AlMgSi-legeringer med omtrentlige temperaturer og tid for de forskjellige varmebehandlingstrinnene [17].

2.3.1 Støping og homogenisering

Gjennom en støping produseres det pressbolter med varierende diameter avhengig av den tilsiktede anvendelsen. Sammensetningen av de støpte pressboltene bestemmes i forkant ved å tilsette ønskede legeringselement i smelten. Etter støping blir boltene homogenisert for å redusere mikrosegregeringer, kvitte seg med lavt eutektisk smeltepunkt, sfærifisere uløselige partikkelfaser og kontrollere utfelling av dispersoidpartikler [17].

Industriell homogeniseringen varer vanligvis i 2-3 timer, og prosessen kan om ønskelig forlenges. En forlengende prosess gjøres ofte i forbindelse med sakte diffusjon av legeringselement eller økt fjerning av mikrosegregeringer. Temperaturen for homogenisering holdes som regel rundt 500 °C med en oppvarming fra romtemperatur på 185-200 °C/t. Avkjølingshastigheten bør være slik at den ikke øker flytestresset til materialet i senere prosesseringstrinn. En kjølehastighet mellom 300 og 500 °C/t er adekvat [59].

2.3.1.1 Sekundærfase

Som et resultat av størkningsprosessen kan sekundærfaser i form av intermetalliske forbindelser finnes i materialet etter støping. Bestanddelene kan deles inn i ytterligere to kategorier avhengig av deres evne til å løse seg opp i løpet av homogeniseringen; ikke-løselige og løselige komponenter.

Ikke-løselige komponenter inneholder som regel Fe-sammensetninger. Fe har nesten neglisjerbar oppløselighet i aluminiumgrunnmassen (~0,04 vekt% ved 650 °C [19]). Disse

sammensetningene vil derfor ikke løses opp, men gjennom homogeniseringen vil de kunne danne forskjellige faser. Fe er som regel et uønsket element, og ses på som en forurensning i AlMgSi-legeringer grunnet vanskeligheten med å fjerne elementet i det smeltede metallet [20].

Alle bestanddeler utenom Fe er som regel svært godt løselig, avhengig legeringsmengde. Homogeniseringen i forkant av en ekstruderingsprosess gjøres hovedsakelig for å oppløse disse bestanddelene. Gjennom homogeniseringen vil likevektfase vokse med diffusjon fra overmettet grunnmasse. Dette skjer på grunn av frigjøringen av legeringselementer fra de løselige komponentene, og vil videre føre til at ustabile partikler blir omdannet til likevektspartikler [20].

De overnevnte likevektspartiklene vil typisk brytes opp eller deles inn i mindre deler gjennom en mekanisk prosessering. De vil da fremkomme på linje med deformasjonsretningen. Partiklene vil redusere bruddseigheten til materialet i og med at de brytes opp ved lave påkjenninger [19, 20].

Avhengig av størkningshastighet og legeringsmengde kan forskjellige typer bestanddeler dannes under støping av en 6xxx-legering. Det er kjent at Mg_2Si og andre ikke-likevektsfaser dannes og det er i senere tid oppdaget både kubiske α -AlFeSi- og β -AlFeSi-partikler etter størkning av AA6082-legeringer. Disse partiklene er ofte referert til som primærpartikler og blant disse er β -AlFeSi kjent for å gi dårlig duktilitet og formbarhet [20].

β -fasen er i mange tilfeller uønsket og gjennom homogeniseringsfasen kan partikler av β -AlFeSi transformeres til α -AlFeSi og føre til utsvevende Mg_2Si -partikler. Mangantilsats vil påvirke grad av transformasjon og fordelingen av Mg_2Si [28].

2.3.1.2 Dispersoider

Når overgangsmetaller som mangan er til stede i 6xxx-legeringer har de en tendens til å danne små partikler eller utfellinger under støp eller homogenisering. Grunnet at disse partiklene, kalt dispersoider, har langsom diffusjon i grunnmassen av aluminium vil de være i underkant av 1 μm og godt fordelt. Størrelse og fordeling er avhengig av homogeniseringsparametere og legeringsinnhold. Om størrelse og fordeling av dispersoidene er gunstig vil disse ha positiv effekt på deformasjonsoppførselen til legeringen. Ved lave temperaturer og korte tidsperspektiv vil dispersoidene ha tendenser til å være bredt fordelt og små. Ved høyere temperaturer vil dispersoidene være større og mindre fordelt [20, 30].

Dispersoidene er kjent for å forsinke eller hindre rekrySTALLISERING (energifrigjørende effekt som minimerer spenninger ved endring av mikrostruktur). De er ofte orientert med deformasjonsretningen og har en tendens til å «punkt feste» korngrenser som videre gir en morfologi av fiberstruktur. Dispersoidenes evne til å kontrollere kornstrukturen er sterkt avhengig av størrelse, fordeling og koherens. Små dispersoider på noen få nanometer kan hemme diskontinuerlig rekrySTALLISERING ved å låse subkorn og videre hindre gjenoppsetting. Koherente dispersoider vil være enda mer effektive i denne forbindelsen i og med at de tvinger overflaten på dispersoidene fra å være koherente til å bli inkoherent, en prosess som krever høye energier [20, 29]. RekrySTALLISERING og gjenoppsetting vil omtales nærmere i avsnitt 2.3.3.1.

Det ble på midten av 1940-tallet sett på sammenhengen mellom størrelse, fraksjon og drivende krefter for rekrySTALLISERING. Dispersoider spiller som nevnt en stor rolle og vil påvirke mange av de nevnte faktorene for rekrySTALLISERING gjennom den kjente drivkraftformelen:

$$P_Z = \alpha \gamma_{GB} \frac{f}{r} \quad (1)$$

hvor den totale drivende kraften for rekrySTALLISASJON er gitt ved $P = P_D - P_Z$. Her er P_D den drivende kraften for kornvekst grunnet deformasjonstrykk og temperatur. Fra formelen vil både størrelsen (r) og fraksjonen (f) dispersoider påvirke drivkraften i stor grad. α og γ_{GB} er konstanter.

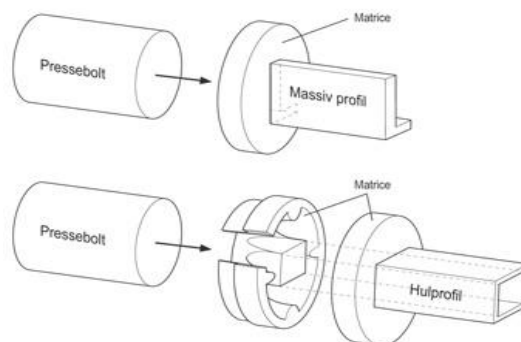
I AlMgSiMn-legeringer er dannelsen av AlMnSi-dispersoider kjent for å forekomme. Tilstedeværelsen av jern i disse legeringene kan føre til dannelse av Al(Mn, Fe)Si-fase. Det er i litteraturen foreslått at disse fasene kan vokse/fremkomme på β' -Mg₂Si-partikler via en mellomliggende sekundærfase og senere utfelles ved omtrent 400 °C. Videre er det funnet tilstedeværelse av grove AlFeSi-dispersoider i AlMgSi-legeringer med og uten tilsats av Cu [31].

2.3.2 Mekanisk utforming

2.3.2.1 Ekstrudering

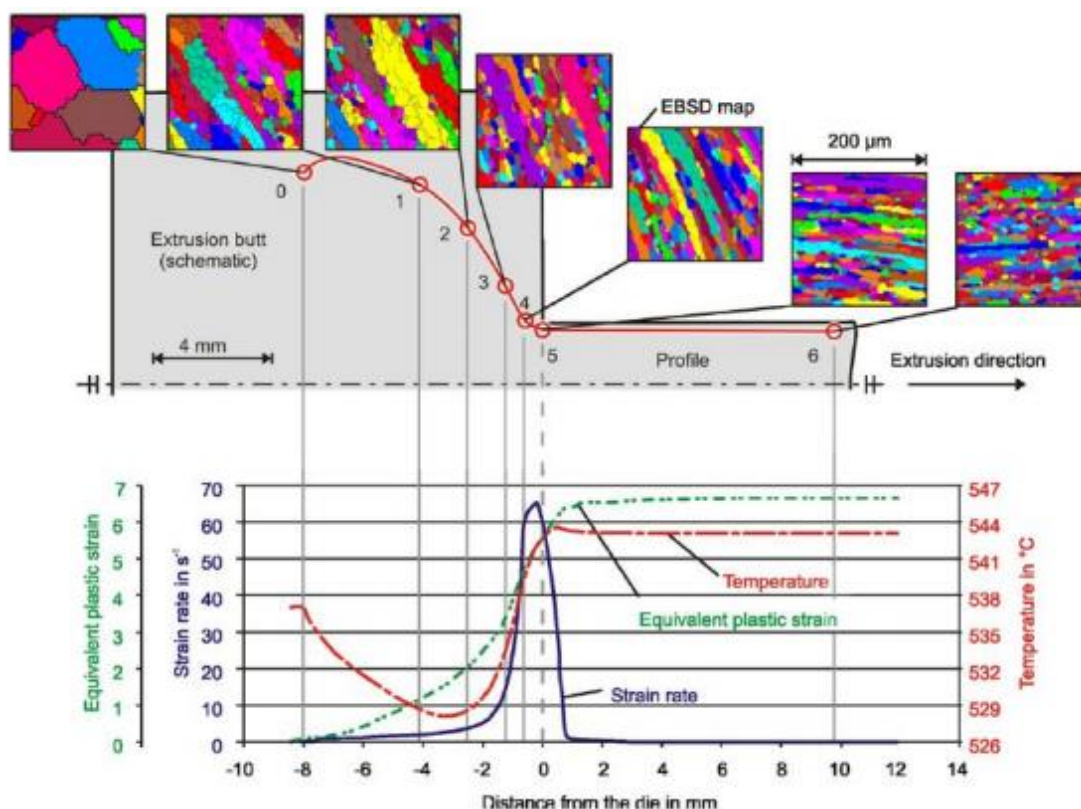
Mekanisk prosessering med tilførsel av varme kalles termomekanisk prosessering (TMP). Smidde AlMgSi-legeringer kan oppnå veldig gode egenskaper ved bruk av TMP og omtrent 75% av alle industrielle aluminiumlegeringer har gjennomført en TMP etter støping og homogenisering på veien mot et ferdig produkt [16].

I forkant av en mekanisk ekstruderingsprosess blir pressboltene forvarmet for å oppnå høyere formbarhet. Gjennom ekstruderingen vil støpeboltene bli presset sammen mot et utformingsverktøy (matrice) med så stor kraft og temperatur at det formes en ny profilgeometri. Mikrostrukturen av materialet vil forlenges i ekstruderingsretningen. Den ekstruderte komponenten tar form og det dannes en fibrig deformasjonsstruktur som i enkelte tilfeller kan frigjøre den lagrede energien direkte gjennom en rekrytallisering. En slik dynamisk rekrytallisering er relativt vanlig for enkelte aluminiumslegeringer ved varmekstrudering, men er avhengig av blant annet deformasjonsgrad, temperatur under ekstrudering og legeringsinnhold i materialet. I denne oppgaven vil det hovedsakelig fokuseres på rekrytalliseringen som skjer under innherding i etterkant av kalddeformasjon. Dette fordi alle prøvekomponentene i forsøksprosessen er kaldbearbeidet i etterkant av ekstrudering og har derfor fått en ny deformert struktur.



Figur 2.3.2.1: Skisse av ekstruderingsprosess med pressbolt og to utvalgte profiler [17].

Ved varmekstrudering vil mikrostrukturen normalt utvikle seg ved at det forekommer forlengede korn med høy defekttetthet. Denne defekttettheten er størst i ytterkant av kornet og minker innover mot sentrum. Kornene inneholder en intern substruktur med finere regioner som er pålagt store belastninger. En illustrasjon av dette kan ses fra Figur 2.3.2.1.1, hvor en strukturell oversikt er gitt med EBSD-analyse under varmekstrudering av en AA6082-legering. Fra figuren kan det også ses hvor høy pressraten er til enhver tid i forhold til avstand fra formingsverktøy og temperatur.



Figur 2.3.2.1.1: Kornstruktur gjennom varmformingsekstrudering av en AA6082-legering [23].

Ved den ytterste overflaten på profilen vil deformasjonen og friksjonen være størst og påkjenningen i midten vil være av betydelig lavere grad. Spenningsraten og dislokasjonstettheten er derfor størst i yttersjiktet, noe som gir større og bedre mulighet for en dynamisk rekrySTALLISERING i dette området. En typisk ekstrudert AlMgSi-legeringsprofil vil derfor ofte ha et rekrySTALLISERT yttersjikt og en fiberstruktur lengre inn mot sentrum. Grad av rekrySTALLISERT yttersjiktet er avhengig av mange faktorer som partikkelstørrelse, partikkelstyrke, ekstruderingshastighet, mangan- og krominnhold, samt homogeniseringsparametere [17, 18].

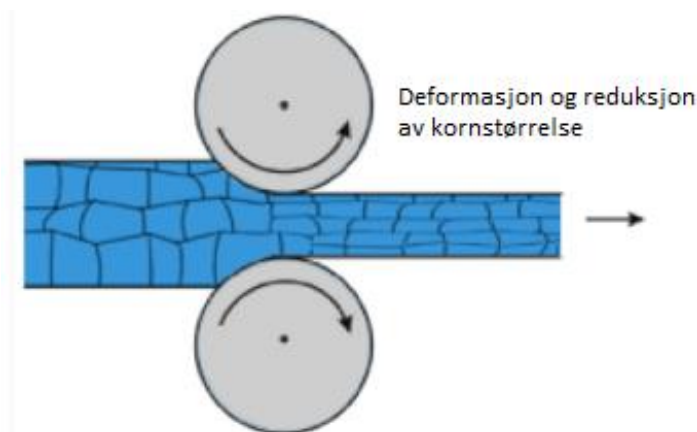
Noen av de overnevnte faktorene påvirker rekrySTALLISERINGEN som skjer under ekstrudering mer enn andre. Manganinnholdet har eksempelvis så stor betydning at det kan være avgjørende for om rekrySTALLISERING skjer i noen som helst grad. En AA6082-legering med mye mangan (~0,52 vekt%) vil ikke rekrySTALLISERE i sentrum under ekstrudering, og oppnår derfor en fiberstruktur. En legering med mindre mangan, for eksempel AA6063 (maks 0,10 vekt% Mn [3]), vil rekrySTALLISERE fullstendig under ekstruderingen og oppnå en kubisk tekstur gjennom hele materialet. Fiberstrukturen vil ha høyere styrke enn den kubiske teksturen og dette vil videre påvirke blant annet korrosjonsmotstand og sveiseegenskaper [40].

Selve ekstruderingen er generelt en billig prosess og har en rask prosesseringstid. En mengde komplekse former kan skapes og som et resultat av dette er omtrent 30% av alle

aluminiumslegeringer ekstrudert. Omtrent 90% av disse ligger i 6xxx-serien [12, 16]. Etter ekstruderingen blir som oftest utherdbare legeringer i 6xxx-serien, som ikke skal kaldeformeres i etterkant, kunstig aldrete til T6-tilstand som vist nederst i prosesseringssyklusen i Figur 2.3.

2.3.2.2 Kaldforming

I mange tilfeller, som i denne oppgaven, vil de ekstruderte profilene kaldformes i etterkant av ekstrudering. Dette fører til nye store deformasjonsspenninger i materialet. Med økt mengde kaldeformasjon etter ekstrudering øker også mengden av lagret elastisk energi i materialet. Dette gir videre en økt drivende kraft for rekrytallisasjon under innherdingsprosessen. Deformasjonsgraden før gløding virker direkte inn på kimdannelseshastigheten. Økt deformasjonsgrad gir økt kimdannelseshastighet og fra omtrent 10 % deformasjon er virkningen størst. Veksthastigheten av nye krystaller vil også øke med økende deformasjon [64].



Figur 2.3.2.2: Prinsippkisse av kaldvalsing og deformasjon av kornstruktur [21].

For å oppnå samme frigjøring av lagret spenningsenergi, og for å få en lignende rekrytallisering av mikrostrukturen, må den kaldformende komponenten gjennomgå en kontrollert varmebehandling (innherding) ved temperaturer omkring 550 °C. Effektene av dette vil forklares nærmere i avsnitt 2.3.3 Varmebehandling.

2.3.2.3 Deformasjonsstruktur

Mikrostrukturen til et materiale vil være utsatt for store forandringer ved mekaniske prosessering gjennom store krefter involvert. Mikrostrukturen til et materiale kan generaliseres til to kategorier hvor den ene er fase- og kornstruktur, og den andre er defekt struktur [22].

Den defekte strukturen kan deles opp i forskjellige typer defekter:

- Komposisjonsdefekter: Segregering av legeringselement og lokal forskjell i komposisjon.
- Punktdefekter: Vakanser og atomer (både interstitielle og substitusjonelle atomer).
- Linjedefekter: Dislokasjoner.
- Plane defekter: Fase- og korn grenser.
- Volumdefekter: Porer og inneslutninger.

Det meste av energien som er generert blir frigjort som varme, men noe av varmen kan bli igjen i strukturen (anslagsvis 1-10% [21]) å danne blant annet punktdefekter og dislokasjoner. Punktdefekter er betydningsfull ettersom mobiliteten av vakanser minker ved lave temperaturer, noe som er tilfellet ved kalddeformering. Om temperaturen øker vil dislokasjonsfeil være mer utbredt, og nesten all den lagrede energien vil føre til akkumulering av dislokasjoner. Orientering og fordeling av disse dislokasjonene vil være den mest avgjørende defekt forskjellen mellom materialet før og etter en varmebehandling [22, 29].

Mengden av dislokasjoner øker om dislokasjonsgenereringen oppstår raskere enn den dynamiske utsløkkingen. En økning i dislokasjonstetthet skjer på grunn av kontinuerlig blokkering av nydannende, mobile dislokasjoner og måten disse samspiller med deformasjonsstrukturen. Kornene endrer form i henhold til makroskopiske endringer som skjer når materialet eksempelvis ekstruderes. Kornene blir langstrakt i ekstruderingsretningen og korn grenseområdet vil øke. Som følge av denne områdeøkningen vil det lagres energi ved at noen av dislokasjonene som genereres i løpet av deformasjonen blir inkludert [22].

Gjennom deformasjonen kan dislokasjonene bevege seg en gjennomsnittlig distanse L , og dislokasjonstettheten er direkte relatert til virkelig belastning gjennom uttrykket:

$$\varepsilon = \rho b L \quad (2)$$

hvor ε representerer belastning, b er burgersvektor og ρ er dislokasjonstettheten. Det er ingen entydig bestemmelse av hva en skal bruke som verdi på L , men det kan være berettiget i noen tilfeller å relatere det til for eksempel kornstørrelsen eller den midlere partikkelavstanden [22].

2.3.3 Varmebehandling

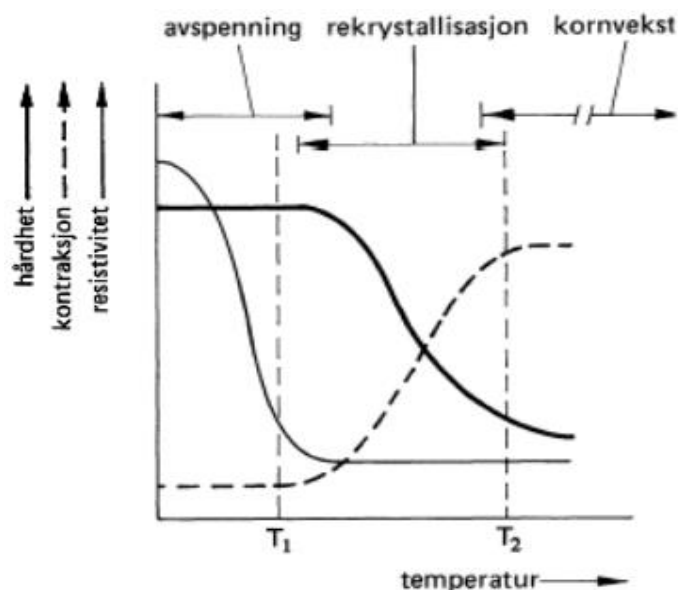
Legeringer i 6000-serien mottar en første varmebehandling gjennom homogeniseringen etter støping. I tillegg til dette vil utherdbare legeringer gjennomgå termisk behandling etter ekstrudering eller en eventuell kaldforming. De utherdbare legeringene varmebehandles etter ulike tilstander ved betegnelse TX, hvor T betyr «termisk behandlet» og X er et tall mellom 1 og 10 som beskriver en eventuell ytterligere behandling. Legeringer i 6xxx-serien varmebehandles som regel ved T4x og T6. T4x-behandling brukes for å forme legeringen (løsningsvarmebehandlet, men ikke presipitatvarmebehandlet), og det vil ved en slik innherding gis en aktivisering av den lagrede energien etter kaldforming [3]. Dette kan føre til gjenoppretting og rekrytallisering av mikrostrukturen.

For å oppnå styrke etter forming gjennomføres det en T6-behandling (kunstig aldring; løsningsvarmebehandlet og presipitatvarmebehandlet) og 6000-serien får det meste av styrken sin gjennom denne presipitatherdingen [16]. Mekanisk prosessering, løsningsvarmebehandling og aldring til «peaktilstand» vil gi forskjellig påvirkning på egenskapene til legeringen.

2.3.3.1 Gjenoppretting og rekrytallisering ved innherding

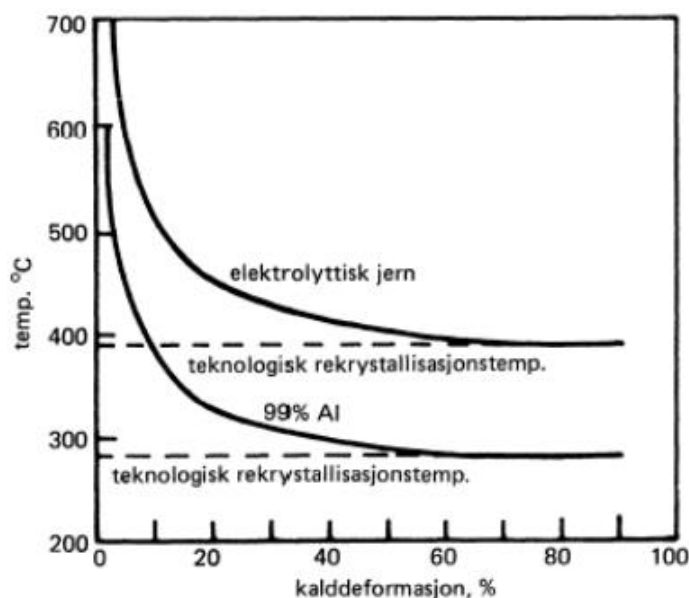
Deformasjonsstrukturen under eller etter mekanisk prosessering (med og uten varmetilsats) er som oftest termodynamisk ustabil. Ved en varmebehandling (innherding) i ettertid av en kaldprosessering vil det forekomme en utvikling av mikrostrukturen. Dette er kontrollert av en termisk aktiveringsprosess som reduserer den lagrede deformasjonsenergien (eksempelvis dislokasjoner) i mikrostrukturen og videre reduserer hardheten. Denne utviklingen kan også forekomme når deformasjonene finner sted, og dette er relativt vanlig ved varmekstrudering av enkelte aluminiumlegeringer. Utviklingen kalles da for dynamisk gjenoppretting og dynamisk rekrytallisering [21].

Ved kaldforming bør det i etterkant av deformasjonen gjennomføres en varmebehandling for å få samme energifrigjørende effekt (minimering av spenninger) som den dynamiske ved nevnt varmdeformering. Det vil i første omgang, ved en innherding på rundt 550 °C, forekomme en avspenning i materialet ved reduksjon av blant annet dislokasjoner. Videre vil materiale gjennomgå en rekrytallisering. Alt dette skjer i løpet av sekunder. Ved lav deformasjonsgrad kan man i tillegg få kornvekst i etterkant av rekrytallisasjonen. I Figur 2.3.3.1 kan effekten denne innherdingen har på hardhet, kontraksjon og resistivitet ses etter kaldforming [64].



Figur 2.3.3.1: Ved gløding etter kalddeformasjon opptrer tre forskjellige prosesser: avspenning, rekryllisasjon og kornvekst [64].

Hardheten i materialet synker etter varmebehandlingen, og reduksjonen i hardhet øker med kalddeformasjonsgrad. Den endelige innflytelse på rekryllisasjonstemperaturen er vist under i Figur 2.3.3.1.1 for 99% Al og elektrolyttisk Fe. Graden av kalddeformasjon er gitt som forlengelsen i en strekkstav.

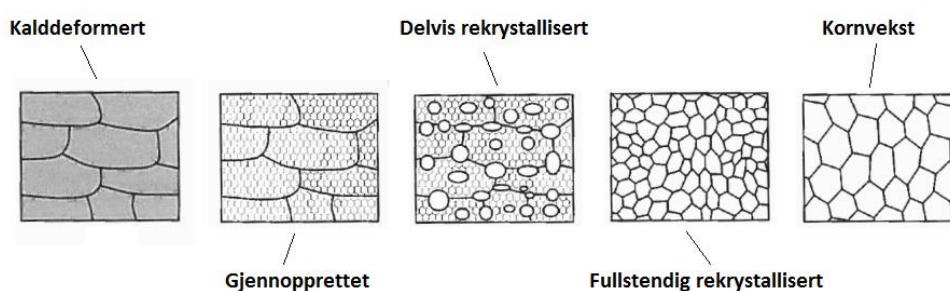


Figur 2.3.3.1.1: Variasjon av rekrylliseringsstemperatur med graden av kalddeformasjon i 99% Al og elektrolyttisk Fe [64].

Figur 2.3.3.1.1 viser at temperaturen nærmer seg en asymptotisk verdi når deformasjonsgraden overstiger 40 – 50%. Dette er den rekryllisasjonstemperaturen som vanligvis oppgis for teknologisk bruk. De nye kornene vokser frem fra stabile kim, og veksten

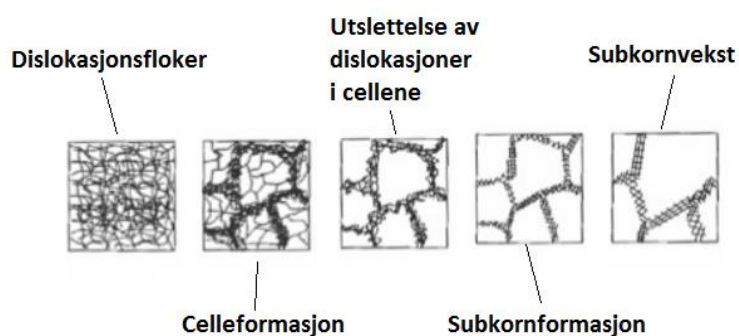
stanser først når kornene er blitt så store at de møter hverandre. Størrelsen på de rekrystalliserte korn øker med veksthastigheten og faller med kimdanneshastigheten. Deformasjonsgraden før gløding virker som nevnt på kimdanneshastigheten og økt deformasjonsgrad gir økt kimdanneshastighet. Økende deformasjonsgrad vil derfor gi en redusert kornstørrelse.

For å undersøke de overstående energifrigjøringsfenomenene nærmere må det ses på mikrostrukturen under gløding. Ved en slik mykgjøding vil det kunne oppstå en substruktur (understruktur) avhengig av legering og prosessparametere i deformasjonen. Når materialet er gjenopprettet er hoveddelen av dislokasjonsstrukturen fjernet og materialet når en metastabil tilstand.



Figur 2.3.3.1.2: Skjematisk illustrasjon av kalddeformert struktur og utglødingsprosessen steg for steg fra deformert materiale til kornvekst [22].

I underliggende Figur 2.3.3.1.3 kan de varierende stegene i gjenoppretningen ses. En økt mengde dislokasjoner hopper seg opp gjennom deformasjonen og mengden dislokasjoner fører til at floker seg og gir høye spenninger i materialet. Etter hvert vil det dannes celler og subkornvegger vil starte å vokse.

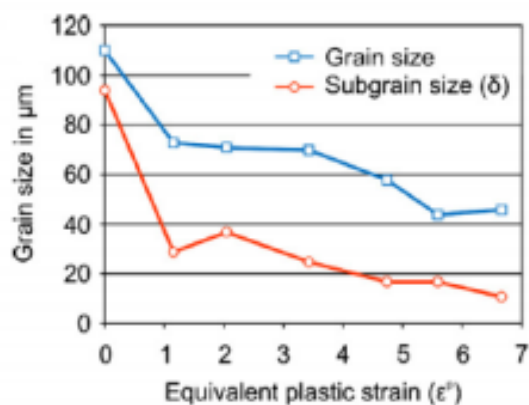


Figur 2.3.3.1.3: Varierende steg i gjenoppretningen av et plastisk deformert materiale [22].

Med sin høye stableenergi (omtrent 168 mJ/m^2 [22]), har aluminium en større sjanse for å danne cellulære substrukturer enn «floker» og stabile feil ved plane defekter. Substrukturen som dannes er avhengig av deformasjonsgrad, temperatur og avkjølingshastighet. Cellulære

substrukturer kan raskt dannes ved lave temperaturer, mens ved høye temperaturer dannes det ofte veldefinerte subkorn (underkorn) med smale, tydelige vegger [3].

Størrelsen på kornene og subkornene er avhengig av blant annet den plastiske tøyningen ved deformasjonen. En illustrasjon av dette for samme AA6082-legering som i Figur 2.3.2.1.1 er gitt under i Figur 2.3.3.1.4. Utviklingen av kornstørrelse gjenspeiler den siste empiriske loven for rekrySTALLISERING mot slutten av dette avsnittet.



Figur 2.3.3.1.4: Økende grad av plastisk deformasjon gir en redusert kornstørrelse (AA6082-legering) [23].

Til forskjell fra gjenoppretting (utvinning, gjenvunnet struktur), som skjer uniformt gjennom mikrostrukturen, involverer rekrySTALLISERING dannelse og vekst av belastningsfrie (spenningsfrie) korn i visse områder av materialet. Kornene vokser ved å forbruke den deformerte eller gjenoprettede mikrostrukturen som illustrert i Figur 2.3.3.1.2.

Gjenoppretting og rekrySTALLISERING av mikrostrukturen er konkurrerende prosesser og de kan overlape hverandre i enkelte temperaturområder. RekrySTALLISERING vil vanligvis begynne før subkornvekst (i gjenopprettingen) oppstår. Når rekrySTALLISERING først har funnet sted i den gjenvunnede strukturen og den deformerte strukturen er oppbrukt kan ikke ytterligere gjenoppretting finne sted. Den drivende kraften for begge prosessene er reduksjon av lagret energi som følge av deformasjonene som er påført. Gjenoppretting gir en ny, omrokkert dislokasjonsstruktur og kornstrukturen blir relatert til deformerte korn. RekrySTALLISERING gir en spenningsfri mikrostruktur med færre dislokasjoner og nye korn dannes slik at kornstrukturen har få likheter med den deformerte strukturen [24].

Stableenergien til aluminium vil påvirke grad av gjenoppretting av mikrostruktur. Høy stableenergi, som for aluminium, vil føre til en stor grad av gjenoppretting. Dette gjør som nevnt at mikrostrukturen får utslettelse av dislokasjoner eller omrokkerte dislokasjoner som fører til dannelse av veldefinerte subkorn grenser [3].

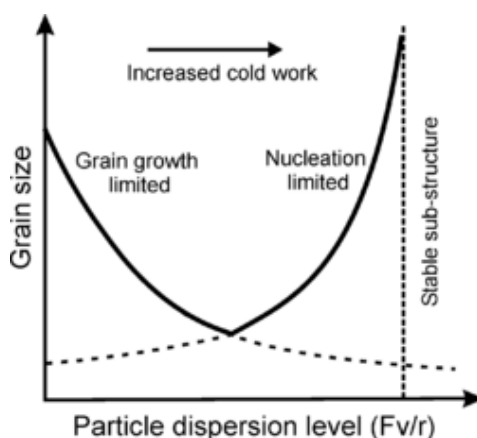
Kornvekst er en tredje endring som kan skje gjennom en varmebehandlingsprosess. Dette fenomenet er styrt av den drivende kraften i overflaten av korn grensene og er, som for rekrytallisering, relatert til bevegelser i høyvinklede korn grenser ($>15^\circ$) som har som hovedformål å redusere den totale lagrede energien i strukturen [21].

Ved høye temperaturer er rekrytallisering dominerende sett i forhold til gjenoppretting. Dette gjør at det vokser fram nye korn med en og samme fase. De mest vanlige plassene for vekst av korn er for aluminium på partikler og overgangsbånd. Overgangsbånd dannes når to nabokornvolum deformeres i forskjellige slip-plan (plan hvor dislokasjonsbevegelser lett oppstår og som påfølgende gir plastisk deformasjon) og rotert for å gi forskjellig orientering. Partikler kan binne opp mobile dislokasjoner og danne deformasjonssoner. Dislokasjonstettheten (ρ) sett opp mot deformasjonssoner er gitt med uttrykket:

$$\rho = \frac{3F_v s}{rb} \quad (3)$$

der F_v er volumfraksjon av partikler, r størrelsen på partiklene, s skjærspenning og b burgers vektor. Dette fenomenet er kalt for partikkelstimulert vekst, og det er de store forskjellene i lagret energi i disse sonene som gir rekrytallisering.

Små partikler gir gjennom Zener-effekten (pinning/låsing på lav- og høyvinklede korn grenser) en klar effekt på rekrytalliseringen. Partiklenes dispersjon er gitt med F_v/r , hvor høye verdier gir en stabil ukrystallisert deformasjonsstruktur og raskere rekrytallisering [21, 22]. I Figur 2.3.3.1.5 kan effekten av fordeling av små partikler, samt grad av kaldarbeid ses opp mot kornstørrelse i en rekrytallisert aluminiumprøve. Den minste størrelsen er ved krysningspunktet der veksten er stabilisert [22].



Figur 2.3.3.1.5: Effekt av kaldarbeid og fordeling av små partikler mot kornstørrelse [22].

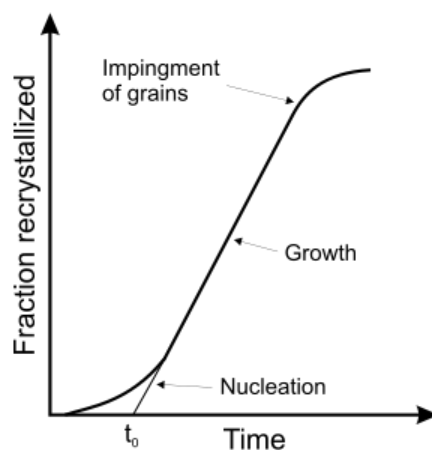
En rekke faktorer påvirker grad av gjenoppretting, rekrySTALLISERING og kornstørrelse. De empiriske lovene for rekrySTALLISERING kan deles inn i seks punkter [27]:

- Termisk aktivitet. Grad av mikroskopiske mekanismer som kontrollerer initiering og vekst av rekrySTALLISERTE korn er avhengig av varmebehandlingstemperatur. Her vil Arrhenius sin ligning indikere eksponentielle forhold [22].
- Kritisk temperatur. Fra forrige punkt er det funnet at rekrySTALLISERING trenger en minimumstemperatur for at nødvendige atommekanismer skal kunne utløpe seg. Denne rekrySTALLISERINGSTEMPERATUREN synker med økende varmebehandlingstid.
- Kritisk deformasjon. Deformasjonene som påføres materialet må være tilstrekkelig til å gi nok energi og drivende kraft for vekst.
- Deformasjonen påvirker kritisk temperatur. En økning av deformasjon eller reduksjon av deformasjonstemperatur vil øke den lagrede energi og potensiell initiering. Som et resultat av dette vil rekrySTALLISERINGSTEMPERATUREN synke med økende deformasjon.
- Kornstørrelsen fra start vil påvirke kritisk temperatur. Korngrenser er gode initieringspunkter for vekst. Ettersom en økt kornstørrelse resulterer i færre korngrenser vil dette resultere i synkende initieringsrate og videre en økende rekrySTALLISERINGSTEMPERATUREN.
- Deformasjon påvirker den endelige kornstørrelsen. Økende deformasjon eller redusert deformasjonstemperatur, øker initieringsraten raskere enn vekstraten. Som et resultat fås det mindre korn og flere korngrenser ved økt deformasjon.

Videre kan reaksjonskinetikken til rekrySTALLISERINGEN og fraksjon rekrySTALLISERT (R) regnes ut fra formelen til Johnson, Mehl og Avrami:

$$R = 1 - e^{(-kt^n)} \quad (4)$$

hvor t er tid, k er en funksjon av temperatur (reaksjonsratekonstant) og n er en numerisk konstant [22]. Figur 2.3.3.1.6 viser et naturlig rekrySTALLISERINGSFORLØP mot tid for en aluminium 6xxx-legering.



Figur 2.3.3.1.6: Variasjon av rekrystallisert volum mot tid [27].

2.3.3.2 Presipitatherding

Ved en utherdingsprosess i etterkant av en innherding vil en for utherdbare legeringer kunne oppnå presipitatherding. En vesentlig egenskap for en presipitatherdende (utherdbare) legering er en temperaturavhengig, fast, likevektoppløslighet. Denne karakteriseres ved økende oppløselighet med økende temperatur. Dette gjelder de fleste binære aluminiumlegeringsserier, men noen serier presipitatherder i så liten grad at de ikke regnes som mottakelige for varmebehandling.

I utformingen av legeringer der styrke er en forutsetning tas det ofte utgangspunkt i å danne en struktur som inneholder fine partikler som hindrer dislokasjonsbevegelser i en grunnmassen. En god spredning av partiklene gir et sterkt materiale [6].

Spredning av partikler kan oppnås ved å velge en legering som ved økende temperaturer har en singel fase, men som ved kjøling utfeller andre faser i grunnmassen. En varmebehandling (utherdning) vil deretter brukes for å gi den ønskede fordelingen av utfellinger, presipitater, i grunnmassen. Om legeringen blir hardere eller sterkere, og det har forekommet en herdende effekt i etterkant av prosessen, sies legeringen å være presipitatherdet. «Aldrende herding» er et begrep som ofte brukes om en presipitatherding.

Det er godt kjent at 6000-serien får sine totale hardhet, og derfor flytegrense, gjennom tre forskjellige bidrag som vist i ligningen:

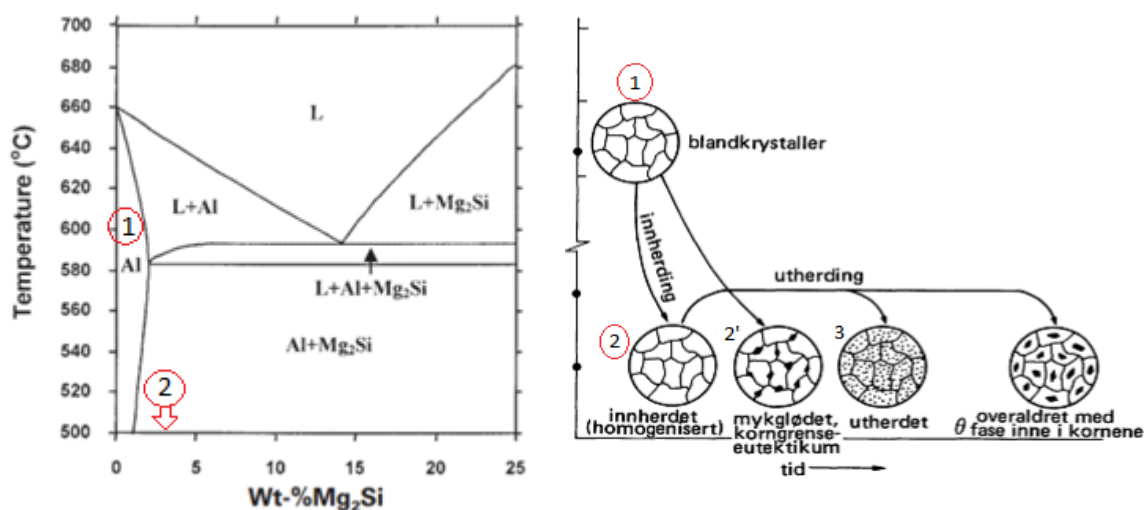
$$\sigma_y = \sigma_i + \sigma_{ss} + \sigma_p \quad (5)$$

hvor σ_y er flytegrensen til AlMgSi-legeringer, σ_i er det grunnleggende bidraget fra ren aluminium, σ_{ss} er bidraget fra legeringselementene og σ_p er bidraget fra presipitater og dispersoider [32].

Styrken fra elementer i fast løsning og herdende partikler gjøre at det blir vanskeligere for dislokasjonene å bevege seg. Elementer i fast løsning gjør dette ved å opprette et elastisk spenningsfelt rundt det oppløste elementet. Når en dislokasjon møter en partikkel kan den enten gå rundt den, som er vanlig for store partikler, eller avskjære den, som er vanlig for små partikler. Begge disse variantene vil vanskeliggjøre flyten av dislokasjoner og derfor styrke legeringen. Det oppnås høyest hardhet når det forekommer en blanding av store og små partikler [32].

For å oppnå en tilfredsstillende presipitatherding for en AlMgSi-legering av typen AA6082 må temperaturen først overstige solvuslinjen for å kunne løse opp alle legeringselementene i fast løsning. Temperaturen bør holdes godt under eutektisk temperatur for å unngå lokal smelting. Denne innherdingen vil gi en mettet fast løsning (super saturated solid solution - SSSS), og legeringen bråkjøles derfra til romtemperatur.

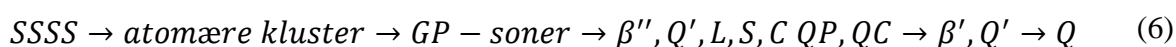
Et utvidet fasediagram, sett i forhold til Figur 2.2, for løseligheten av legeringselementene Mg og Si mot temperatur representert ved Mg_2Si -fasen og er gitt til venstre i Figur 2.3.3.2. Til høyre i samme figur kan prinsipp av strukturforløpet for et AlCu-system ses, da prinsippet av stegene er de samme for alle herdende aluminiumslegeringer i inn- og utherdingsprosessen. Avkjølingskurven til høyre for innherdingskurven gjelder for normal avkjøling i luft og resulterer i et mykglødet materiale. Mykglødingen gir tilnærmet samme fasthet som overeldet tilstand.



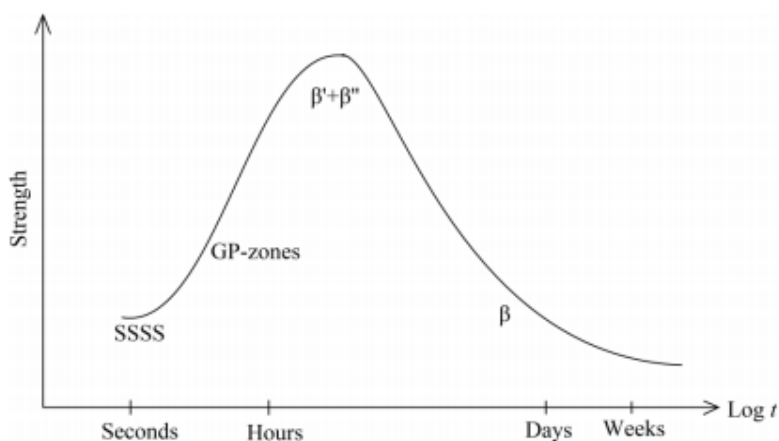
Figur 2.3.3.2: Fasediagram som viser løselighet for Mg og Si i grunnmassen til aluminium ved forskjellige temperaturer, samt prinsippet av strukturforløp gjennom hele herdeprosessen[33].

Etter innherdingen må legeringen videre varmeutherdes ved temperaturer fra 150-210 °C (185 °C er relativt vanlig for AA6082 [34, 40, 59]). På disse temperaturene vil det utfelles en rekke stabile og metastabile herdende partikler, og kunsten er å stoppe før koherensen brytes opp for maksimal styrkeøkning. Type og rekkefølge på utfellingene vil være avhengig av blant annet Cu-innhold og forholdet mellom Mg og Si i legeringen. Ved kontrollert varmebehandling vil fint fordelte presipitater normalt gjøre at dislokasjonsbevegelser hindres.

I AlMgSi-legeringer vil et kontrollert presipitatforløp for en legering som inneholder Cu være som følger [34]:



Hvert trinn i ligning 6 representerer mellomliggende trinn i utfellingsprosessen der partiklene felles ut i forskjellige størrelser, sammensetninger og strukturer. Den strykende effekten hvert presipitat har er avhengig av hvor gode de er til å låse dislokasjoner fra bevegelse i materialet [31]. En skisse av styrkeforløpet gjennom utherdingen med den gjeldende, dominerende herdefasen for en balansert kobberfri legering kan ses i Figur 2.3.3.2.1. Fra figuren kan det i dette tilfellet observeres størst hardhet når en blanding av β' og β'' er tilstede som herdende faser. Om legeringen hadde inneholdt Cu, ville komposisjon og form av herdefasene til sammenligning primært være som Q-faser etter ligning 6, og bare tildels som β -fase med Mg_xSi -komposisjon [31, 34].



Figur 2.3.3.2.1: Presipitatforløp for en balansert kobberfri AlMgSi-legering med styrke mot tid som funksjon av herdefaser. Her er β -fasen dominerende [32].

For en legering som inneholder kobber antas de nåleformede Q'- og Q-fasen som like. Begge antas å være heksagonale, men komposisjonen er ikke helt klar. Det er likevel foreslått ulike sammensetninger for Q-fasene, og et eksempel som ofte blir brukt er $\text{Al}_4\text{Mg}_8\text{Si}_7\text{Cu}_2$ [34].

Dersom et stort overskudd av Cu brukes kan θ -fase (Al_2Cu) og dets forløpsfaser være utformet sammen med Q-fasene. Hvis utilstrekkelig med Si er tilstede kan S-fase (Al_2CuMg) og deres forløpsfaser være formet. S-fasen kan ikke være direkte sammen med Q-fasen. Både Si og β (med forløpsfaser) kan være tilstede med store mengder Cu i legeringen [34].

2.3.3.3 Presipitاتفrie soner

Presipitاتفrie områder dukker opp i alle utherdbare legeringer og vises ofte som soner tappet for utfellinger langs korn grensene. Områdene forekommer hovedsakelig som et resultat av den enkle diffusjonsveien legeringselementer har mot korn grensene. En smale sone på noen titalls nanometer dannes på hver side av korn grensen og legeringselementene kan senere kombineres for å danne forholdsvis grove partikler på selve korn grensen.

Områdene kan også dannes ved at det forekommer en utarming av vakanser (ledige områder) nær korn grensene som videre kan forsinke vekst av presipitater på en gitt herdetemperatur. Dette skjer gjennom legeringselementenes lave mulighet for spredning. Noen utfellinger, som GP-soner, kan være mindre avhengig av det vakanse volum og blir derfor ikke betydelig påvirket.

Det finnes noen måter man kan redusere effekten av uttømming av ledige stillinger. Høyere varmebehandling ved innherdingen og raskere avkjøling etterpå vil føre til at konsentrasjonen av vakanser øker, og man får reduksjon av presipitاتفrie områder. En lavere temperatur ved utherdning vil også kunne ha en positiv effekt, da mindre initieringspunkt kan være stabile [3].

Bortsett fra den ødeleggende virkningen av korn grensepartikler så vil grad av presipitاتفrie soner spille en viktig rolle for herdbare legeringer. Plastisk flyt vil kunne forekomme lettere langs de presipitاتفrie områdene, da disse områdene er mykere enn den omkringliggende grunnmassen [49, 50]. Deformasjon i presipitاتفrie soner kan føre til en opphopning av dislokasjoner på og i nærheten av korn grenser som kan føre til mikroskopiske tomrom og videre til sprekker og brudd [51].

Tadashi Minoda og Hideo Yoshida fikk i 1999 bekreftet sin hypotese om at presipitاتفrie soner og tilfeldige høyvinkel korn grenser påvirker IGK i en 6061-legering med 0,33 vekt% Cu og et Mg/Si forhold på 1,91. Alvorlige IGK-angrep ble oppdaget på en kaldformet prøve som ble

fullstendig rekrystallisert, og gikk fra lavvinklede til større mengde høyvinklede korngrenser, etter formingsprosessen. Dette var også et resultat av at de presipitafrie sonene var nært knyttet til denne tilfeldige korngrensekarakteriseringen [52].

2.3.4 Effekt av legeringselement

2.3.4.1 Mengdeforhold mellom magnesium og silisium

Mengdeforholdet mellom Mg og Si er svært viktig i 6xxx-legeringer. Egenskapene til materiale kan endres i stor grad ved små justeringer i forhold mellom legeringskomponentene. Som nevnt innledningsvis i oppgaven vil en balansert legering, med generelt gode og stabile egenskaper, hovedsakelig bestå av bare Mg og Si i legeringen (med et peakforhold på 1,73). Dersom det er mer Si enn det trengs for å gi et forhold på 1,73, vil det være et «overskudd» av Si i legeringen.

I legeringer som blir brukt i bilindustrien er ofte en overflod av Si brukt for å gi en bedre i herderespons. Et overskudd av Si vil ikke gi en endring i utfellings/presipitasekvensen, gitterparametere eller generell struktur av metastabile faser i AlMgSi-legeringer [36, 37]. Det skal likevel nevnes at et overskudd av Si kan resultere i en modifikasjon av sammensetning, særlig i tidlige stadier av presipiteringen. Det kan også endre tettheten av utfelte partikler og gi en redusert styrkerespons, sett i forhold til en balansert legering, i forbindelse med utherdingsprosessen [36]. Grunnen til at dette skjer er at økt mengde Si forsterker utfelling av fin fordelt β'' og reduserer initieringstiden for styrkerespons under utharding. Det er også funnet at en reduksjon av Mg/Si-forhold i soner og klustere fører videre til økt presipitering og styrke, men at det reduserer duktiliteten betraktelig [36, 37]. Forskning både på 70-tallet og i 2015 gir uttrykk for at en betydelig mengde av silisiumoverskuddet dannes som rene Si-partikler på korngrenser, noe som fører til intergranulære brudd [37, 38].

Mg i fast løsning er ikke sett på som et korrosjonsfremmende element, da korrosjonspotensialet endres minimalt. Mg har likevel mulighet til å slå seg sammen med grunnmassen av Al i en anodisk faseforming som videre kan gi lokal korrosjon. Dette er hovedsakelig et problem i sveising, da Mg ofte er brukt i sveisetråden [43].

I januar 2015 ga Holmestad ut en rapport der det ble vist at ved å øke Mg:Si forholdet fra 0,83 til 2,00 i en AlMgSi-legering med 0,40 vekt% Cu vil en kunne redusere muligheten for intergranulær korrosjon [56]. Dette skjer ved at den Mg-rike legeringen reduserer det katodiske potentialet som er skapt av Cu, noe som fører til en redusert potensialforskjell mellom korngrenselaget og den presipitafrie sonen, se figur 2.4.1.

2.3.4.2 Kobbertiltsats

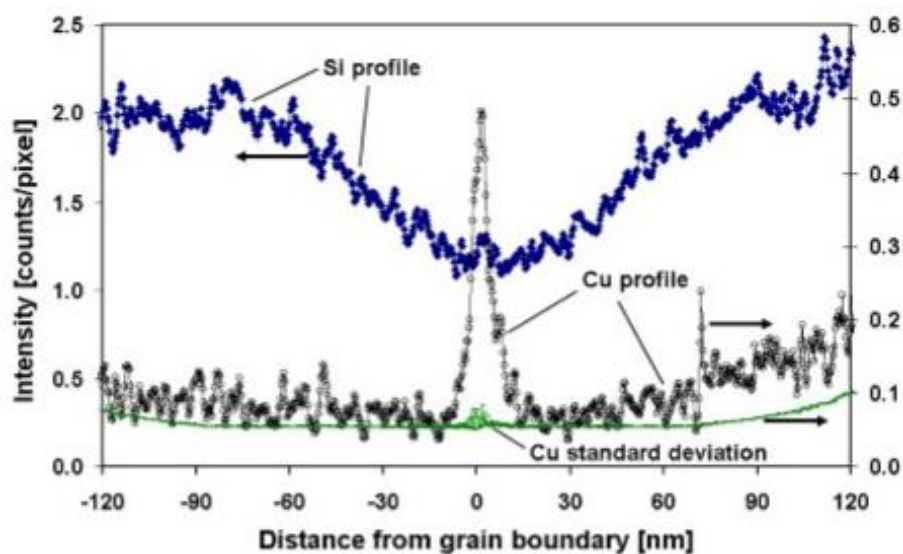
En stor mengde av studier er knyttet til forskning rundt Cu-innhold i AlMgSi-legeringer, da det er en økt bruk av slike materialer i bilindustrien. Det er likevel mange ubesvarte spørsmål rundt deler av mekanismene; som fasefordeling og komposisjon av selve herdefasene. Likevel kommer det helt klart frem fra ulike deler av forskningen at tilstedeværelsen av Cu endrer presipitattoppsøpselen betraktelig i en slik legering [41].

I kobberfrie legeringer vil en økende mengde av «overskudds-Si» gjøre at legeringen blir hardere. Dette skjer hovedsakelig gjennom økt volumfraksjon av β'' -partikler. For legeringer med overskudd av Si og som inneholder Cu har undersøkelser i TEM vist at ved en tilsats på 0,3 vekt% Cu vil β'' -presipitatene gi høyest styrke på 20-30 % av den totale mengden partikler. De gjenværende partiklene har nåleform, eller ligger som plater, med GP-soner og Q'-faser fylt med Cu. Q'-fasen dannes seint i presipitatforløpet for legeringer med Cu-innhold og vil sammen med L, S, C og QC (alle forløpsfaser til Q'-fasen) være med på å øke styrken til AlMgSi-legeringer med Cu [34, 41, 42]. I tidlige faser av presipitatforløpet er nåleformede og koherente GP-soner observert noe som ikke gir β'' -monoklin struktur som er vanlig for GP-soner i legeringer med overskudd av Si uten Cu [42].

Den maksimale løseligheten av Cu i aluminium synker fra 5,7 vekt% ved 548 °C til rundt 0,04 vekt% ved romtemperatur [43]. Sakte avkjøling fra høy temperatur eller varmebehandling ved midlere temperatur vil føre til utfellinger av disse kobberrike fasene som nevnt ovenfor. Cu er et edelt metal og kan virke foredlende i fast oppløsning. Når sekundærfasepartikler er formet vil disse partiklene normalt anses for å være katodiske områder. Rundt disse partiklene vil grunnmassen bli utarmet og tømte for Cu og videre blir det et aktivt område som fortrinnsvis kan angripes hvis det utsettes for et korrosivt miljø. Dette kan forårsake interkrystallinsk korrosjon som forklares nærmere i avsnitt 2.4.1.

Selv om den potensielt skadelige effekten av kobber er kjent, er det fortsatt en stor spredning rapportert som kritisk kobbernivå før IGK-følsomhet besetter legeringen. Noen kilder gir uttrykk for at det er så lavt som 0,04vekt%, mens andre mener det er noe høyere [44, 45]. Svenningsen et al har rapportert IGK i en legering med 0,13 vekt% kobber [8, 9, 10]. Årsaken kunne ikke linkes direkte mot overskuddet av Si, da en Cu-fri legering med samme Mg:Si-forhold var helt resistent mot IGK. Denne oppdagelsen ble senere satt i sammenheng med andre legeringselementer, termomekanisk historie og forskjeller i testmetode.

Det er bred enighet i litteraturen om at IGK i 6000-seriens legeringer er forårsaket av uttømming av Si og Cu (om det er tilstedet) langs korn grensene [46, 47, 48]. Både Si og Cu er foredlende elementer i fast løsning og som nevnt vil områder utarmet på disse komponentene bli aktive i forhold til både edle korn grenseutfellinger og bulk-korn. Under i figur 2.3.4.2 kan et integrert linjeskanning av Si og Cu ses for en AlMgSi legering med 0,18 vekt% Cu og et Mg:Si-forhold på 0,87. En kan tydelig se at det er en uttømming av Si langs korn grensen og en klar økning av Cu på selve korn grensen.



Figur 2.3.4.2: Integrert linjeskanning av en AlMgSi(Cu)-legering [34].

Bekymringen for et Cu tillegg i 6000-seriens legeringer for å øke styrke er til en viss grad et europeisk fenomen og begrunnes direkte ved mulig initiering av IGK. Nordamerikanerne har en tendens til å unngå høye overskudd av Si med samme formål og bekymring. For eksempel har amerikanske bilprodusenter en tendens til å foretrekke høye Cu legeringer som AA6111 (~0,7 wt% Cu) for karosserier og paneler, mens europeiske bilprodusenter vanligvis velge lav-Cu og høye Si legeringer som AA6016, alternativt 5000-serien legeringer for det samme programmet [34]. Legeringer velges åpenbart etter en lang rekke kriterier, og IGK-motstand blir bare en av disse.

Ekstruderte profiler i 6000-serien brukes også i verdensrommet som frontchassis for lav vekt og i høyttelse biler som Lotus Elise og Opel Speedster. Disse profilene er imidlertid laget av lavere legerete materialer som generelt anses for å være motstandsdyktig mot IGK. Legeringer med høy styrke i 6000-serien, som AA6013 og AA6056, er materialer som ofte blir brukt i luftfartapplikasjoner på grunn av sin overlegne motstand mot IGK, spenningskorrosjon og

bedre sveisbarhet sammenlignet med 2000-serien legeringer. Den forbedrede styrken for disse legeringene er et resultat av deres forholdsvis høye Cu-innhold [34].

Doktoravhandlingen til Larsen og forskning gjort av Zhan, A et al indikerer at kobberinnholdet er den viktigste faktoren for initiering av IGK på 6xxx-legeringer [34, 55]. Økt Cu-innhold gir dypere punktkorrosjon/IGK gjennom økt mengde katodisk Q-fase. Larsen konkluderer videre med at den skadelige effekten av Cu ikke endres med tilstedeværelsen av Fe, Si og Cr i legeringen ved testene som ble brukt. Cu-frie legeringer var mye mindre utsatt for IGK enn legeringer som inneholdt 0,2 og 0,3 vekt% Cu. Imidlertid ble det funnet at effekten av Cu kan reduseres ved vannavkjøling etter ekstrudering, sett i forhold til luftkjøling. Det ble også funnet at ekstrudert materialet med etterfølgende kaldbearbeiding trenger mindre herdetid for å oppnå IGK-resistens, dette grunnet dannelse av store mengder dislokasjoner gjennom kaldforming [34].

2.4 Korrosjon av aluminium 6xxx-legeringer

Når aluminium omgis av atmosfærisk luft vil det dannes en tynn, amorf og usynlig oksidfilm på overflaten av materialet. Denne filmen beskytter aluminiumet fra videre oksidasjon og den selvbeskyttende prosessen gjør at aluminium i seg selv er svært korrosjonsmotstandig. Foruten at materialet utsettes for forhold eller substanser som bryter ned filmen, vil materialet være «fullstendig» beskyttet for korrosjonsangrep [5]. Oksidfilmen er ikke homogen og inneholder flere svake punkter. Dette gjør at lokaliserte korrosjonsangrep kan finne sted hvis filmen brytes ned rundt disse områdene. Ved økt legeringstilsats blir oksidfilmen enda mindre homogen og med enda flere svake punkter. Den samme negative oksidfilmtrenden skjer også om materialet utsettes for varmebehandling eller store mekaniske påkjenninger [6].

Støpte og varmebehandlede AlMgSi-legeringer kan være utsatt for intergranulære korrosjonsangrep. Selektiv korrosjon tar plass på korn grensen eller nærliggende områder rundt, men ikke i noen stor grad på selve kornene. Intergranulær korrosjon (IGK) er et direkte resultat av mikrogalvaniske cellehandlinger på korn grensene som et resultat av korn grensepresipitering. Presipiteringene er enten mindre eller mer edel enn den omkringliggende aluminium grunnmassen. Foretrukket oppløsning av materialet skjer hovedsakelig der presipitatene, eller de presipitafrie sonene, gjennomgår en anodisk reaksjonskinetikk [4]. Det er derfor korn grensefaktorer som korn grenseutfelling, segregering av legeringselement og soner tappet for legeringselement er avgjørende for IGK. Mengde

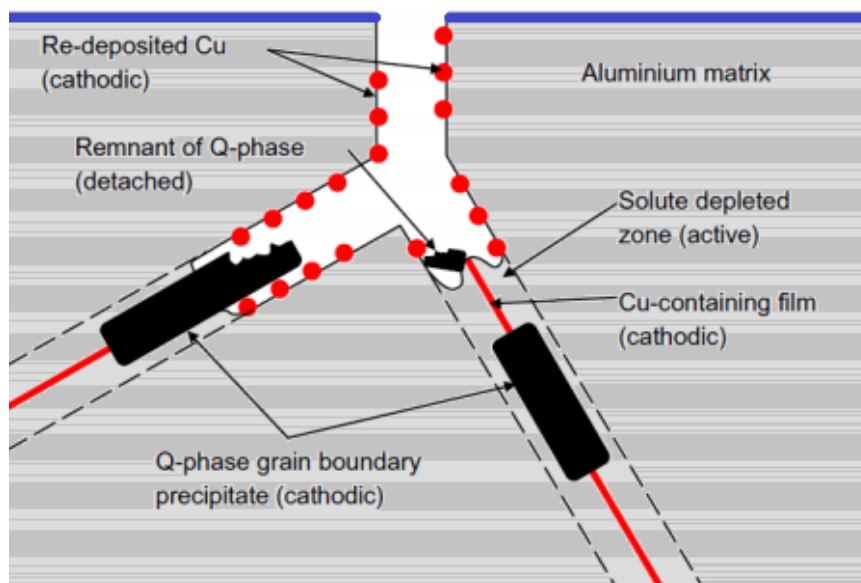
urenheter, forhold mellom legeringselement, samt antall og orientering av korn grenser er også utslagsgivende faktorer [7, 43, 52]. Punktkorrosjon (pitting) er også observert i en rekke studier [5, 6, 34, 53]. Disse korrosjonsproblemene vil vanligvis øke for legeringer som er tilsatt Cu og legeringer som har overskudd av Si som trengs for å danne Mg_2Si -partikler. I de neste to avsnittene vil de to korrosjonsfenomenene forklares i nærmere detalj.

2.4.1 Intergranulær korrosjon

Intergranulær korrosjon (IGK) er en form for korrosjon som forplanter og vokser seg langs korn grensene. Disse angrepene fører til et karakteristisk utseende i lysmikroskop med forgreininger innover materialet. I kontrast er disse forgreiningene vanskelig å se med det blotte øyet, noe som videre gjør korrosjonsmekanismen utfordrende å oppdage og i verste fall kan dette føre til store ødeleggelser. IGK virker direkte inn på materialets egenskaper noe som kan resultere i sprekker og brudd [53].

Som en konsekvens av mikrogalvaniske koblinger mellom enten edle eller mindre edle partikler på korn grensene og den omkringliggende grunnmassen vil korrosjonsmekanismen kunne utvikle seg. Forskjellen i potensial mellom korn grensene og grunnmassen er gitt gjennom den lave løseligheten av intermetalliske faser i aluminiumgrunnmassen. For AlMgSi-legeringer så vil intermetalliske faser som inneholder Cu være katodiske (foredlende). Det samme gjelder for faser med Si. Mg har derimot en lavere plassering på spenningsrekka og er derfor til sammenligning anodisk. Presipiteringen av disse intermetalliske fasene på korn grensene fører til en uttømming av det omkringliggende området rundt korn grensene. Som forklart i avsnitt 2.3.3.3 er dette direkte knyttet til presipitاتفrie soner, da disse sonene er aktive ved initiering av intergranulær korrosjon.

En skisse av IGK-mekanismen for en AlMgSi legering med Cu er gitt i Figur 2.4.1. Her kan de galvaniske cellehandlingene ses som et resultatet av den sammensatte og katodiske Q-fasen mot den aktive og presipitاتفrie sonen.

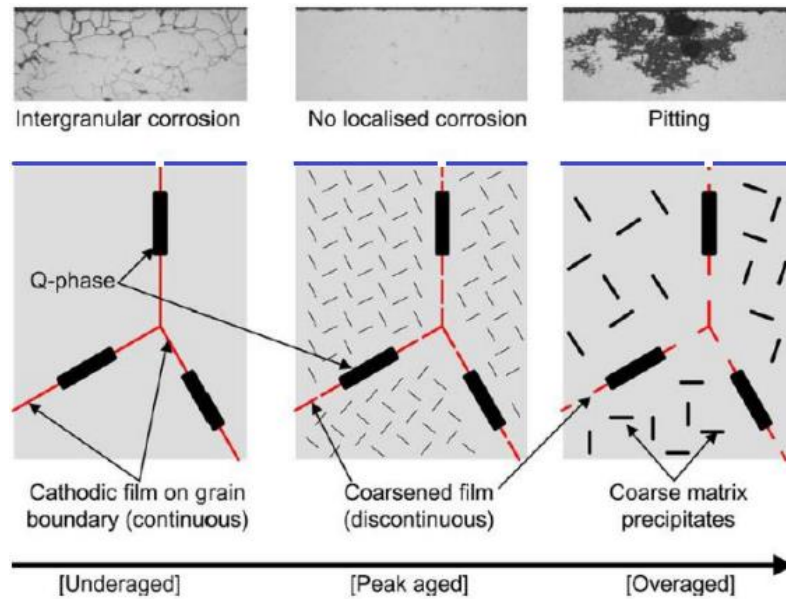


Figur 2.4.1: Skisse av den intergranulære korrosjonsmekanismen med katodisk Q-fase og aktiv presipitاتفri sone [10].

Alle de foregående delkapitlene kan knyttes direkte eller indirekte opp mot IGK. Kjemisk sammensetning, prosessering gjennom forming og varmebehandling, samt endelig mikrostruktur er de viktigste faktorene for initiering av korrosjonsmekanismen.

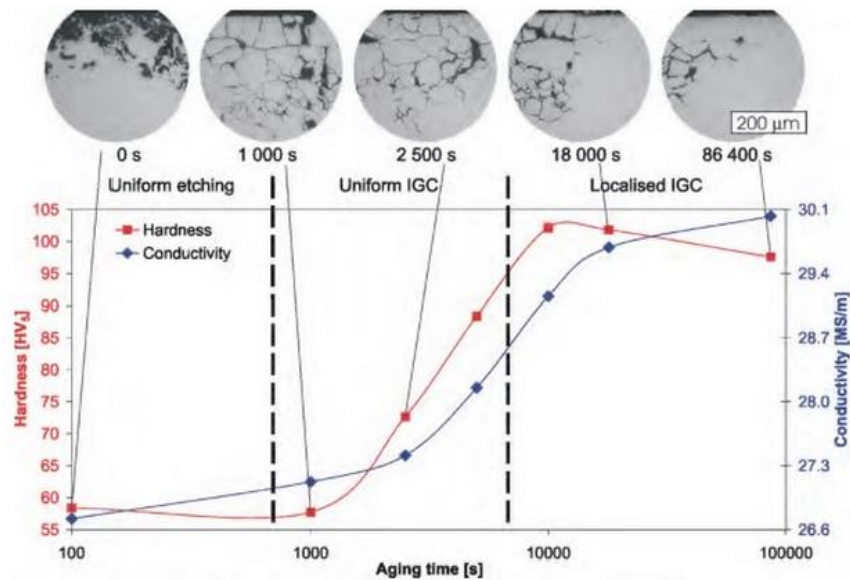
De mekanismene som påvirker mest innenfor kjemisk sammensetning av legeringen er som nevnt kobberinnhold og forholdet mellom Mg og Si. Fe påvirker i mindre grad, men kan ha skadelig effekt gjennom punktkorrosjon på materialet, da ved forming av Al_3Fe - og Al_6Fe -faser [19]. Mn kan hindre denne skadelig effekten ved å danne $AlMnFe$ -partikler, samt at Mn hindrer korn grensevekst og videre minker sjansen for IGK. Zn har en oppveiende effekt mot Cu fordi det senker korrosjonspotensialet. Zn nivå over 0,5 vekt% har likevel ikke vist noen bedring på den generelle korrosjonsoppførselen [20].

Utherding til T6 er fra 70-tallet kjent for å påvirke IGK-følsomheten i negativ retning [43, 54]. Nyere forskning har vist at dette ikke stemmer helt og at det er mer komplekst enn som så. Mekanismen bak IGK endres med utherdings hastighet og temperatur. Svenningsen et al har vist dette gjennom forsøk med forskjellige utherdings tider [8, 9]. I Figur 2.4.1.1 kan forskjellige grad av utherdings tid ses i sammenheng med initieringen, vekst og forgroving av katodiske korn grensefasen. Ved for lav utherdings tid (underelding) vil den katodiske korn grensefasen være sammenhengende og føre til høy grad av IGK. Fasen som ligger som en film på korn grensen vil gjennom lengre utherdings tid (overelding) kunne forgroves og videre bli diskontinuerlig. Dette fører til at de drivende kreftene for IGK reduseres betraktelig. I en prøve som har for lang utherdings tid vil grove presipitater føre til punktkorrosjon i omtrent alle tilfeller.



Figur 2.4.1.1: Utherdingstid mot foreslått reaksjonsmekanisme, AA6082 med 0,13 vekt% Cu [10].

Korrosjonsoppførselen for en AlMgSi-legering med 0,2 vekt% Cu kan ses som følge av utherdningstid i Figur 2.4.1.2. Figuren er hentet fra Larsens doktoravhandling og viser en utherdning ved 185 °C etter innherding med bråkjøling i vann [34]. Ved størst hardhet (T6-tilstand) er det lokalisert IGK. Behandlingsmetoden er utført for en legeringen med Mg:Si-forhold på 0,83 og overnevnt kobberinnhold.



Figur 2.4.1.2: Resultat av utherdningstid (ved 185 °C) mot lokalisert IGK etter innherding med bråkjøling i vann [34].

Avkjølingshastighet etter ekstrudering vil også kunne påvirke IGK-følsomheten. En luftkjølt legering har mye større sjanse for å få påvist IGK gjennom Q- og Mg₂Si-fase på korn grensene enn et vannkjølt (bråkjølt) legering. Den vannkjølte legeringen vil ikke presipitere disse fasene i så stor grad som den luftkjølte [8, 10].

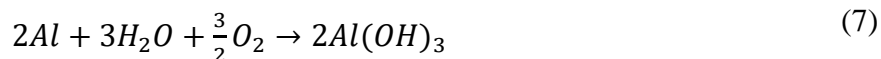
Det er gjennom tidligere forskning vist at et ytterlag med rekrystallisert struktur og med høyvinklede korngrenser begrenser IGK-følsomhet til å gjelde kun i dette sjiktet. Dette er sett i forhold til en hovedmasse av fibrig struktur med hovedsakelig lavvinklede korngrenser [14].

2.4.2 Punktkorrosjon

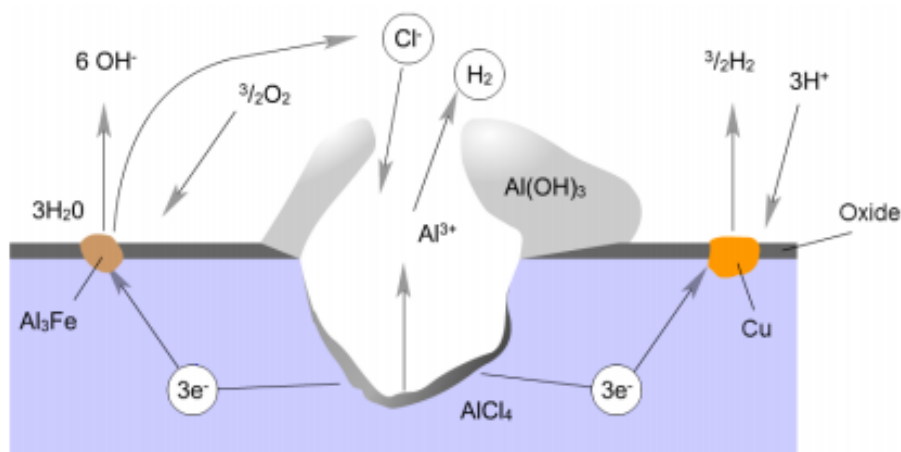
Punktkorrosjon (pitting) er sammen med intergranulær korrosjon den største korrosive utfordringene for en AlMgSi-legering. Punktkorrosjon er forbundet med lokal nedbryting av den passiverende oksidfilmen slik at det formes smale hull i overflaten av materialet. Ettersom det gir et lite anodisk og et stort katodisk område vil korrosjonen vokse raskt og dypt inn i materialet.

Punktkorrosjon kan foregå i mange ulike miljø og både ferskvann og sjøvann kan raskt initiere punktkorrosjon. Sprekker og groper i overflaten på et materiale er ofte initieringspunkter for korrosjonsmekanismen. Dette, sammen med et klorholdig miljø, er sett på som hovedmekanismene for lokale angrep, men mekanismen er likevel ikke forstått fullstendig [58].

Punktkorrosjon deles ofte inn i initieringsstadiet og vekststadiet. Initieringen er ofte gitt ved lokal nedbryting gjennom flere ledd. Den utledede ligningen for initiering og videre vekst er som følger:



Først løser aluminium seg opp til kationer (Al^{3+}) og reagerer med anionene (Cl^-) fra omgivelsene som har angrepet svake punkter i oksidfilmen. Sammen former disse $AlCl_4^-$ som gir en høy tetthet av mikrosprekker i overflaten. Etter en hydrolysering av $AlCl_4^-$ vil det dannes aggressiv syreløsning gjennom H^+ -ioner i bunnen av gropen. Dette gjør at en veksten fortsetter i høy fart. Kationene (Al^{3+}) som dannes i bunnen av gropen vil diffundere ut mot overflaten og reagerer med hydrogenet fra hydrogengassutviklingen eller vannreduksjonen og videre forme aluminiumhydroksid. Hydroksidet presipiterer og legger seg på toppen av gropen [59].



Figur 2.4.2: Prinsippskisse av mekanismen for punktkorrosjon [59]

Punktkorrosjon og IGK er ofte overlappende korrosjonsmekanismer, da kritisk korrosjonspotensial for begge ligger relativt høyt og i samme potensialområde. Tidligere studier har vist at det ofte forekommer sammenheng mellom punktkorrosjon og utherdingsforløpet, slik som for IGK. Ved en utherding til T7x (overelding etter innherding) vil punktkorrosjon ofte være den dominerende korrosjonsmekanismen [9]. Legeringer med høyt Cu-innhold, som 2000-serien, er mer utsatt for punktkorrosjon enn andre ved overeldet tilstand [10, 57].

Eksperimentelt

3.1 Material og fremstilling av komponenter fra Steertec

Hvert trinn i fremstillingsprosessen vil være med på å avgjøre sluttproduktets materialegenskaper. Dette kapitlet presenterer forsøksmaterialene som er undersøkt og hvordan materialene er prosessert i forkant og under selve eksperimentene.

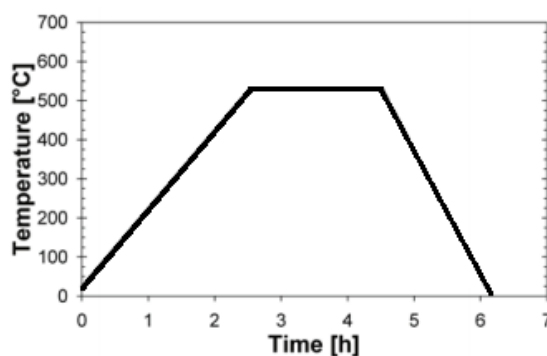
3.1.1 Støping og homogenisering

I denne oppgaven er det tatt utgangspunkt i å studere en ekstrudert bilkomponent av et materiale med kjennemerke KK13 (kimkontroll13). Komponenten studeres både rett etter kaldforming og etter påfølgende varmebehandling (inn- og utherdet). KK13-legeringen har et forhold Mg:Si lik 1,91 og er relativt lik en AA6082-legering, men med noen lokale forskjeller i legeringskemi:

Tabell 3.1.1: Kjemisk sammensetning av KK13-legeringen fra Steertec sammenlignet med en kommersiell AA6082-legering.

	KK13 (støpecharge: ISR TK-002597-S12)	AA6082 (spec: BS EN 573-3:2009)
Si	0,519	0,70-1,30
Fe	0,230	0,0-0,50
Cu	0,384	0,0-0,10
Mn	0,508	0,40-1,00
Mg	0,991	0,60-1,20
Cr	0,008	0,0-0,25
Zn	0,027	0,0-0,20
Pb	0,005	0,0-0,05
	[vekt% av element]	[vekt% tilstede av element]

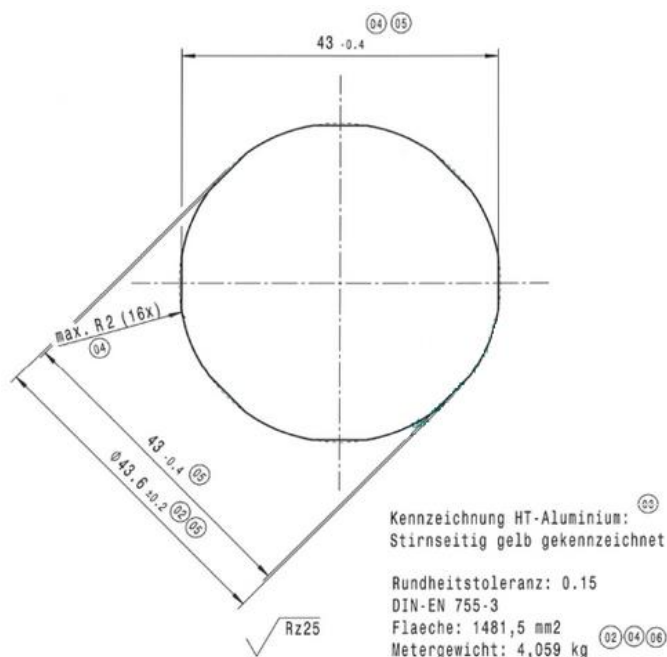
KK13-legeringen er støpt og homogenisert etter bestemte kravspesifikasjoner fra støperiet Rachwitz (Hydro). Homogeniseringsforløp i forkant av ekstruderingen er gjort omtrentlig (530 °C, +10/-5 °C) som i Figur 3.1.1 under:



Figur 3.1.1: Homogeniseringsforløp i forkant av ekstrudering [3].

3.1.2 Ekstrudering, kaldforming og varmebehandling

Ekstruderingen av profilene er gjort hos Neuman Aluminium Strangpressen i Marktl, Østerrike. Utvendig diameter er rund, men med åtte flater som er kjennemerket for KK13-legeringen. Et utsnitt fra profiltegningen er gitt under i Figur 3.1.2:

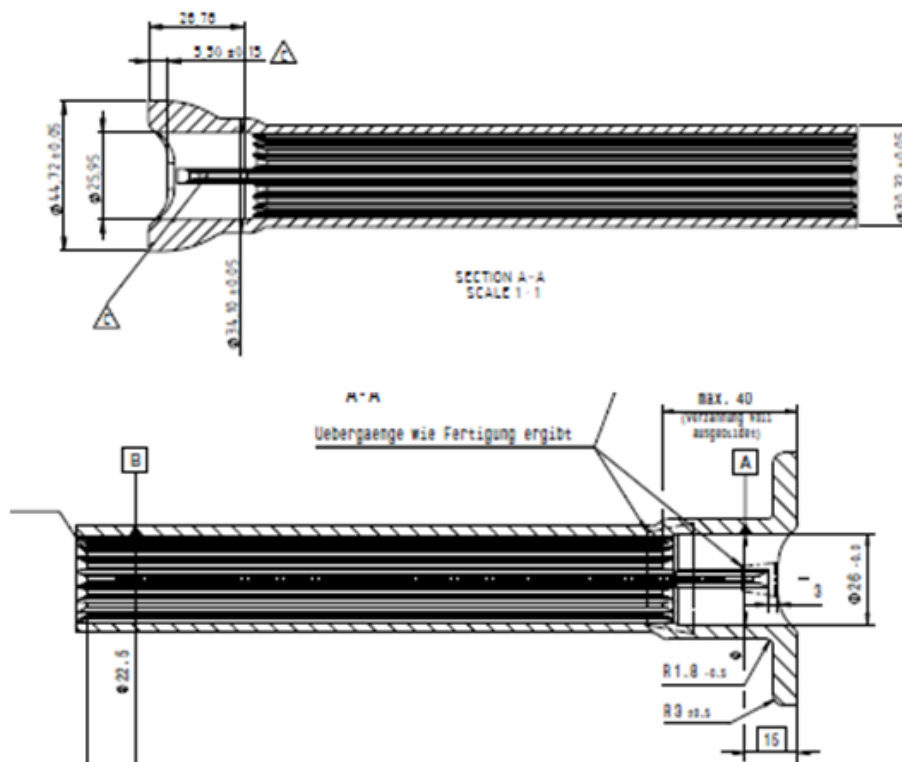


Figur 3.1.2: Utsnitt av profiltegning for KK13-legeringen [35].

Selve ekstruderingen er foretatt i et etthullsverktøy. Profilene kuttes, og et gjennomgående hull med diameter $26,5 \pm 0,15$ mm bores ut før levering til Steertec Raufoss AS.

Ved ankomst Steertec starter formingen av styrekomponenten. Det foretas først en mykgløding ved 410 °C i 6 timer, fulgt av en kontrollert nedkjøling til 250 °C på minimum 6 timer. Deretter avkjøling i luft.

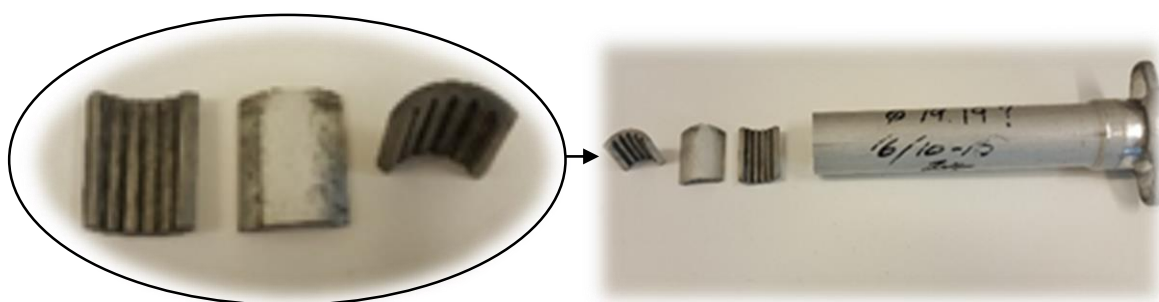
Komponenten presses ved at det stukes ut til det får verktøykontakt. Denne deformasjonen er på ca 11%. Deretter foroverekstruderes røret fra en utvendig diameter på 43.6 mm ($\pm 0,2$) til 30,3 mm, noe som skjer samtidig som det oppstår en innvendig reduksjon (fra Ø26,5 mm til Ø22,5 mm) grunnet fortanning av det borede hullet. Reduksjonsforholdet ved foroverekstruderingen er 3,6:1. Delen omformes i to press, der fortanningen og utvendig diameter presses i første press, mens endeflensen presses i andre press. Et utsnitt fra stadietegningene er gitt under i Figur 3.1.2.1:



Figur 3.1.2.1: Skissetegning av formingsstadiet for komponenten [35].

Formingen skjer ved romtemperatur og uten tilførsel av varme. Selve formingen utvikler en varme som gjør at verktøyene holder en driftstemperatur på omtrent 40 °C, og delen har omtrent samme temperatur når den tas ut av verktøyet.

I underliggende Figur 3.1.2.2 foreligger komponenten som kaldformet med fortanning. Dette viser delen før varmebehandling og trekkbrotsjing har funnet sted. Man kan tydelig se fortanningen på innsiden av røret.



Figur 3.1.2.2: Viser bilkomponenten i sin helhet etter kaldforming og fortanning. Dette før varmebehandling og brotsjing.

Etter den formende pressingen blir komponenten innherdet ved 550 °C (ovnstemperatur) i 15 minutter, for deretter å bli bråkjølt i vann tilsatt Tensid. Tensid reduserer overflatespenningene i vannet og reduserer luftboblestørrelsen noe som gjør at delen ikke slår seg ved bråkjøling. Vanntemperaturen er på 35 °C ±10 °C.

Etter innherding, foretas det en utharding ved 155 °C i 20 timer. Tiden mellom innherding og utharding er ikke styrt. Etter utharding blir komponenten sendt til Tyskland der flankene på den innvendige fortanningen blir trekkbrotsjet. Denne brotsjingen fjerner 0,2–0,25 mm av materialet. I bunn og topp av fortanningen er materiale teoretisk sett ikke fjernet.

Etter kontakt med Inge Erland Opheim, oppdragsgiver i Steertec, er det informert om endringer i uthardingsprosessen av komponentene hos bedriften. Det er den siste tiden foretatt utharding ved 200 °C i 6 timer, noe som har gitt positiv effekt og gode resultater i form av redusert lokal korrosjon. En uthardingsprosess med like parametere for varmebehandling (200 °C i 6 timer) blir gjort med prøver fra den ubehandlede komponenten i varmelaboratoriet på NTNU.

Under i Figur 3.1.2.3 kan det endelige resultatet av styrekomponenten ses etter varmebehandling (inn- og utharding) og trekkbrotsjing. Komponenter inngår i rattakselen på BMW sine 5-, 6- og 7-serier med V8 motor. Da V-motoren er bredere enn en vanlige rekkemotor vil eksosanlegget og turboen komme svært tett på rattakselen noe som fører til at komponenten må tåle temperaturer helt opp mot 240 °C [35]!



Figur 3.1.2.3: Viser bilkomponenten i sin helhet etter kaldforming med fortanning og trekkbrotsjing etter varmebehandling.

3.2 Fremstilling av ekstruderte KK13-skiner for deformasjonsforsøk

I andre forsøksstrinn ble det i samarbeid med Hydro Aluminium Sunndalsøra ekstrudert skinner på SINTEF sitt formingslaboratorium ved NTNU. Pressboltene ble utstøpt på Sunndalsøra.

3.2.1 Støp og homogenisering

Legeringsinnholdet avviker noe fra forrige Steertec sin KK13-legering, men baserer seg på å være omtrentlig likt. Lokale forskjeller ligger i noe økt tilsats av Mg, Cu og Mn, samtidig som det er litt mindre Fe. Legeringen har et Mg:Si-forhold på 1,94 og skiller seg derfor relativt lite fra Steertec (Mg:Si-forhold på 1,91). Siktepunkt for sammensetning av denne KK13-legeringen kan ses under i Tabell 3.2.

Tabell 3.2: Kjemisk sammensetning av KK13-legeringen fra Hydro [60].

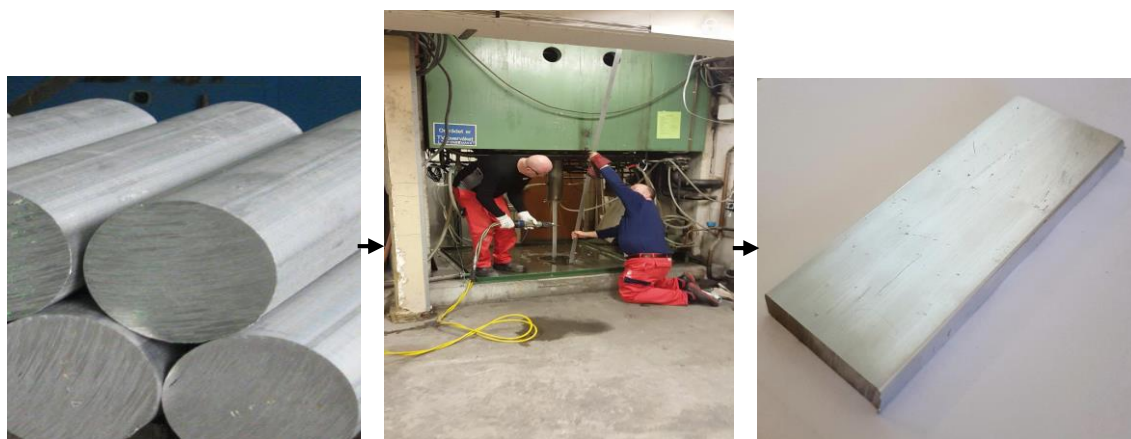
KK13 (smelteanalyse fra Hydro)	
Si	0,520
Fe	0,200
Cu	0,411
Mn	0,550
Mg	1,010
[vekt% av element]	

Pressboltene i Figur 3.2a er støpt med en diameter på 95 mm ved Hydro Research and Technology Development, Sunndal. Videre er det utført homogenisering ved 530 °C i 4 timer i luftsirkulasjonsovn. Etter homogenisering er boltene luftkjølt med vifte på en kjølefart tilsvarende industriell produksjon (300-500 °C per time).

3.2.2 Ekstrudering

Ekstruderingen i Figur 3.2b ble gjort med førvarming (overheting) av bolt ved 548 °C i 10 minutter. Boltene ble videre kjølt med vann til 504 °C (508 °C i front og 500 °C i bak) umiddelbart (10-15 sekunder) før ekstrudering. Stempelfart under ekstruderingen var 10 mm/s, med et reduksjonsforhold på 35,7 (i forhold til kontainerdiameter på 100 mm), noe som tilsvarer en profilfart på 357 mm/s (21,4 m/min). Profilfarten vil være svært realistisk i forhold til industriell produksjon.

I Figur 3.2c kan et avkapp med lengde 105 mm, bredde 40 mm og høyde 5,9 mm fra den tre meter ferdigekstruderte skinneprofilen ses. Det ble tatt fire slike avkapp for deformasjonsforsøk med kaldvals, samt strukturanalyse, hardhetsmålinger og korrosjonstesting.



Figur 3.2a, b og c: Produksjonsforløpet fra støpt bolt til ekstrudert skinne. Bilde (a) viser støpte KK13-bolter. Bilde (b) viser ekstruderingen med vannavkjøling og avkapping gjort ved universitet. Bilde (c) er et 10 cm langt avkapp som skal brukes i deformasjonsforsøkene.

3.3 Intergranulær korrosjonstest

Korrosjonstesten tar utgangspunkt i Norsk Standard – ISO 11846 (metode B). I forkant av korrosjonstesting ble det foretatt to avkapp fra hver av komponentene. Prøvene ble kuttet med en Struers Labotom5 skjæremaskin og det ble lagt fokus på minst mulig variasjon i prøvegeometri for å sikre et godt sammenligningsgrunnlag og unngå feilparametere. Ved oppmålingen ble det brukt et skyvelære og overflatearealet ble holdt godt innenfor standardens rammer.

Avkappede prøver ble videre rensset i aceton. Etter rensingen ble prøvene lagt i en blanding av NaOH (5% (m/m)) ved en temperatur på 55 °C i 3 minutter. Prøvene ble deretter rensset i vann. Etter vannrensen ble prøvene desmuttert i HNO₃ (ρ=1,4 g/ml) ved 22 °C (romtemperatur). Selve IGK-testen ble gjennomført med metode B i standarden og brukes til å sammenligne intergranulær korrosjonsresistans mellom varmebehandlede aluminiumslegeringer. I testen blir prøvene liggende i en løsning av NaCl (30 g/l) og HCl (10 ml ± 1 ml (ρ=1,19 g/ml)) i 24 timer ved romtemperatur (22 °C). Etter testingen ble prøvene rensset i destillert vann og tørket. Korrosjonsprodukt ble fjernet med en ikke-metallisk børste.

3.4 Optisk karakterisering

For å kunne se resultatet av den intergranulære korrosjonstesten ble prøvene undersøkt i lysmikroskop med lysfeltbelysning. Prøvenes struktur ble etter anodisering betraktet og definert ved bruk av polarisert lys med sub-parallell lambda-plate.

I prøveprepareringen ble først et avkapp fra hver prøve innstøpt i ClaroCit slik at langsgående ekstruderingsplan kunne prepareres. Det ble også støpt inn et avkapp fra hver prøve der planet på tvers av ekstruderingsretningen kunne prepareres.

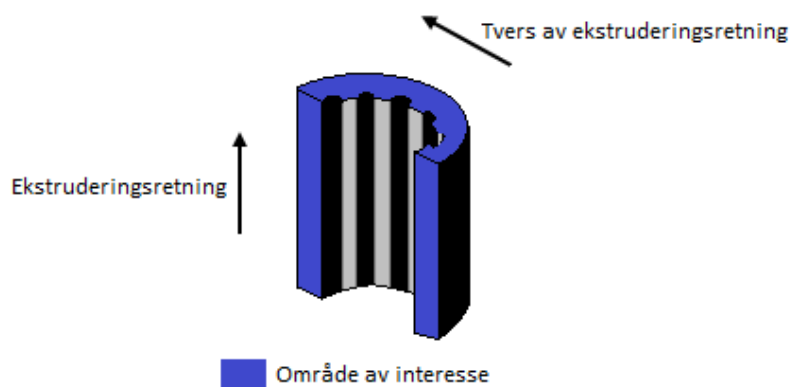
De fire prøvene ble etter korrosjonstesting og innstøping pusset med en Struers RotoPol pussemaskin. Alle prøvene gikk gjennom en lik pusseprosess med gradvis finere sandpapir, fra grovt sandpapir (320 ISO/FEPA) til fint sandpapir (4000 ISO/FEPA). Prøvene ble pusset med lik tid (5 minutter) på hver av de ulike sandpapiertypene. Mellom hvert pussesteg og etter endt pussing ble prøvene rensset med rektifisert sprit.

Prøvene ble deretter polert mekanisk på en poleringsmaskin av typen Struers Knuth Rotor. Under poleringen ble det polert med partikkelstørrelse på 15 µm, 6 µm, 3 µm og 1 µm med vanlig bruk av lub og flytende Diamond polish-suspensjon. Dette ble utført på MD Allegro Struers

poleringsplater. Alle prøvene ble polert like lenge på alle partikkelstørrelser. Mellom hvert steg i poleringen, samt etter poleringen, ble prøvene skylt i destillert vann og avfettet med etanol.

For å kunne få frem kornkontrast i overflaten ble prøvene påført et oksidlag på noen få nanometer. Anodiseringen ble gjort i 5 % HBF_4 og 95 % H_2O med en anodiseringsstrøm på 1 ampere og en anodiseringsspenning på 20 volt. Dette ble gjort i 120 sekunder med god røring i anodiseringsbadet. Prøvene ble etter anodiseringen rensert i vann og etanol, før videre lufttørring.

Det optiske lysmikroskopet som ble brukt var et Leica MEF4M med Jenoptik Laser Optik System-kamera koblet mot en datamaskin med ProgRes Capture v2.8.8-program installert. Undersøkelsene ble foretatt på tvers og langs med ekstruderingsretningen som illustrert i Figur 3.4.



Figur 3.4: Illustrasjon av interesseområdet ved lysmikroskopi av komponentene.

3.5 Analyser i elektronmikroskop

For å analysere kornstørrelse og korngrænseorientering ble det brukt tilbakespredt elektron diffraksjonsskanning (EBSD) i et skannende elektron mikroskop (SEM). I forkant av undersøkelsen i SEM ble prøvene elektrolyert. Under elektrolyeringen på metallografilaboratoriet ble det brukt en Struers Lectropol-5, der det ble polert et området på 3 cm^2 med A2-elektrolytt på $-30\text{ }^\circ\text{C}$. Innholdet i A2-elektrolytten kan ses i Tabell 3.5 under:

Tabell 3.5: Komposisjon av A2-elektrolytt.

Substans	Mengde
Perchloric syre	78 ml
Vann	120 ml
Etanol	700 ml
Butyccellosolve	100 ml

EBSA er svært sensitiv for uregelmessigheter i prøveoverflaten og det ble derfor brukt en plasmarensner av typen Fishione instrument av modell 1020. Prøvene ble rensert i 10 minutter for å gi et adekvat skannområde på overflaten.

Elektronmikroskopet som ble brukt var av typen Zeiss Ultra, 55 Limited Edition. Det ble foretatt to bilder med sekundælektroner (SE) for å gi en oversiktlig indikasjon av hvor på prøven EBSD-analysene er gjort.

For opptak og indeksering av diffraksjonsmønstre i de forskjellige prøvene blir en Nordif UF-300 EBSD-detektor brukt. Diffraksjonsmønsteret blir videre lagret i Nordif 1.4.0. Innstillingene brukt SEM og Nordif kan ses i Tabell 3.5.1 og 3.5.2

Tabell 3.5.1: Innstillinger for bruk i SEM.

Akselerasjonsspenning	Arbeidsavstand	Aperturdiameter	Vippevinkel	Forstørrelse
[kV]	[mm]	[μm]	[$^\circ$]	[x]
20	25,7 og 28,2	300	70	300 og 600

Tabell 3.5.2: Innstillinger for bruk i Nordif 1.4.0.

Opptaksinnstillinger		
Hastighet	Oppløsning	Eksponeringstid
[fps]	[px]	[μs]
200	120x120	3000
Kalibreringsinnstillinger		
Hastighet	Oppløsning	Eksponeringstid
[fps]	[px]	[μs]
80	240x240	12450
Interesseområde		
Lengde	Bredde	Step size
[μm]	[μm]	[μm]
1000	900	0.5

Prøvene ble montert i elektronmikroskopet hvor aperturdiameter, forstørrelse og akselerasjonsspenning ble stilt inn. Fokus, arbeidsavstand, stigmator og wobblere ble optimalisert før prøvene gradvis ble vippet til 70°. EBSD-detektoren ble koblet inn og programvaren Nordif 1.4.0 startet opp. Deretter ble parameterne fra elektronmikroskopet ført inn i programvaren, før kalibrerings- og opptaksinnstillinger ble optimalisert. Før opptak av selve diffraksjonsmønsteret ble det foretatt en subtraksjon av bakgrunnen. Fem kalibreringsbilder ble tatt og indekseringssteg satt på ønsket innstilling før skanningen ble startet.

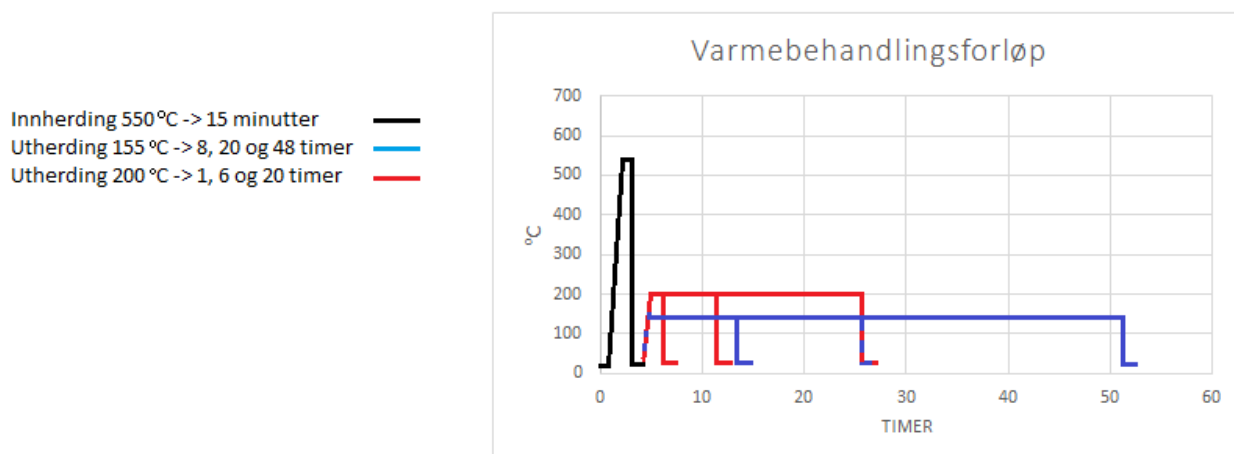
Etter et møte med rådføring av veiledere ble kornanalysene prioritert gjort på tvers av ekstruderingsretningen. Det ble tatt tre opptak for hvert tverrsnitt på begge prøvene (ubehandlet og varmebehandlet prøve fra Steertec). Opptakene ble henholdsvis tatt på topp og i bunn av innvendig fortanning, samt på presset ytterside. For prøvene som var varmebehandlet ble det brukt en forstørrelse på 300x, mens det for den ubehandlede prøven ble brukt 600x. Dette med bakgrunn fra tidligere lysmikroskopkarakterisering og vurdering av størrelse på rekrystalliserte struktur etter varmebehandling. Skannanalyse med korngrenseorientering, korngrensemarkering og korntelling ble foretatt i programmet EDAX OIM Data Analysis.

3.6 Utherdingsforsøk

For undersøke grad av hardhet og korrosjon mot utherdingsforløp ble det tatt seks avkapp fra komponenten som var ubehandlet etter kaldforming hos Steertec. Hver prøve ble først innherdet ved 550 °C (ovnstemperatur) i 15 minutter for deretter å bli bråkjølt i romtemperert vann på 22 °C tilsatt tensid. Tensid reduserer overflatespenning og luftboblestørrelsen i vannet, og brukes for å unngå at materialet slår seg, samt simulere samme avkjøling etter innherdingen som Steertec bruker på sine komponenter. Utherdingen ble gjort med seks forskjellige varmebehandlingsforløp.

- 1) Det ble først foretatt utherdning ved 155 °C:
 - a. 8 timer
 - b. 20 timer
 - c. 48 timer.
- 2) Videre ble de resterende tre prøven utherdet ved 200 °C:
 - a. 1 time
 - b. 6 timer
 - c. 20 timer.

Utherdingsparameterne ble satt i samråd med veiledere. Underelding (T6x), utherdning til T6 og overelding til tilstand T7x vil påvirke grad av korrosjon og hardhet forskjellig. Formålet med varmebehandlingen var å finne ut om Steertec sitt utherdingsforløp var optimalt for komponenten, hovedsakelig i forhold til initiering av lokal korrosjon, men også i forhold til hardhet. Luftsirkulasjonsovn som ble brukt under inn- og utherdning var en Nabertherm med C19 program for tilfredsstillende temperaturkontroll. Et oversiktsdiagram for varmebehandlingen kan ses under i Figur 3.6.



Figur 3.6: Visuell representasjon av de ulike varmebehandlingsforløpene før korrosjonstesting.

3.7 Deformasjonsforsøk

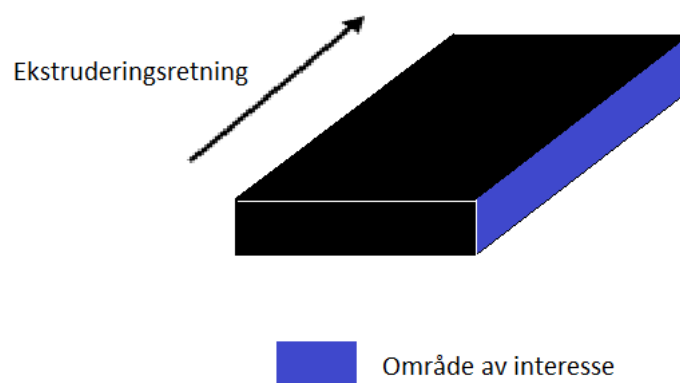
For å utføre deformasjonsforsøk for fremskaffelse av forskjellig mikrostruktur ble det produsert skinneprofilene av KK13-legeringen. Materialkarakterisering og fremstilling av skinneprofilene kan ses i avsnitt 3.2.

For å etablere ulike kornstrukturer ble valsing og varmebehandling gjort på tre forskjellige måter:

- 1) For å få finkornet og rekrystallisert struktur ble skinneprofilen først valset ned til halv prøvetykkelse (50 %) for videre bli glødet ved 550 °C i 15 minutter med bråkjøling i romtemperert vann. Prøven ble deretter holdt i romtemperatur (23 °C) i 1 time før den ble utherdet ved 185 °C i 5 timer.
- 2) For å få grovkornet og rekrystallisert struktur ble skinneprofilen først litt valset (20 % av opprinnelig tykkelse) for deretter å bli glødet ved 550 °C i 15 minutter med etterfølgende bråkjøling i romtemperert vann. Prøven ble videre holdt i romtemperatur (23 °C) i 1 time før den ble utherdet ved 185 °C i 5 timer.
- 3) For å oppnå en fibrig struktur ble materialet først glødet ved 550 °C i 15 minutter for videre å bli valset ned til halv prøvetykkelse (50 %). Deretter ble prøven holdt i romtemperatur (23 °C) i 10 minutter før utherdning ble gjort ved 185 °C i 5 timer.

Innherdingen ble gjort ved at prøvene ble lagt direkte inn i varm ovn på 550 °C. Utherding ble gjort med oppvarming fra romtemperatur til 185 °C med en fart på 200 °C/ time. Det ble brukt en kaldvals av typen Weiss Machine Schneides XS 5 og varmebehandlingen ble gjort i en Nabertherm med C19 temperaturkontrollprogram. Etter utherdningen ble prøvene undersøkt i

lysmikroskop med polarisert lys og det ble fremskaffet kornstruktur bilder av det langsgående tverrplanet med fokus på det ytterste sjiktet. Etter fremstillingen ble det gjort en ny korrosjonstest med påfølgende undersøkelser av initieringsgrad mot mikrostruktur.



Figur 3.7: Illustrasjon av interesseområdet ved lysmikroskopi av prøvekomponentene etter kaldforming og korrosjonstesting.

3.8 Hardhetsmåling

Hardhetsmålingene ble gjort ved at prøvene ble preparert med samme metode som før karakterisering i lysmikroskop, da ved pussing fra 320 til 4000 ISO/FEPA og polering fra 6 μm ned til 1 μm . Det ble brukt et trykk på 5 kg for hardhetsmålingen, og det ble regnet ut et gjennomsnitt av 10 målinger for hver prøve med tilføyning av respektive konfidensintervall. Hvert trykk varte i 15 sekunder og ble utført med en fart på 100 $\mu\text{m}/\text{sek}$. Målingen ble gjort på et instrumentet av typen Matsuzawa DVK 1S.

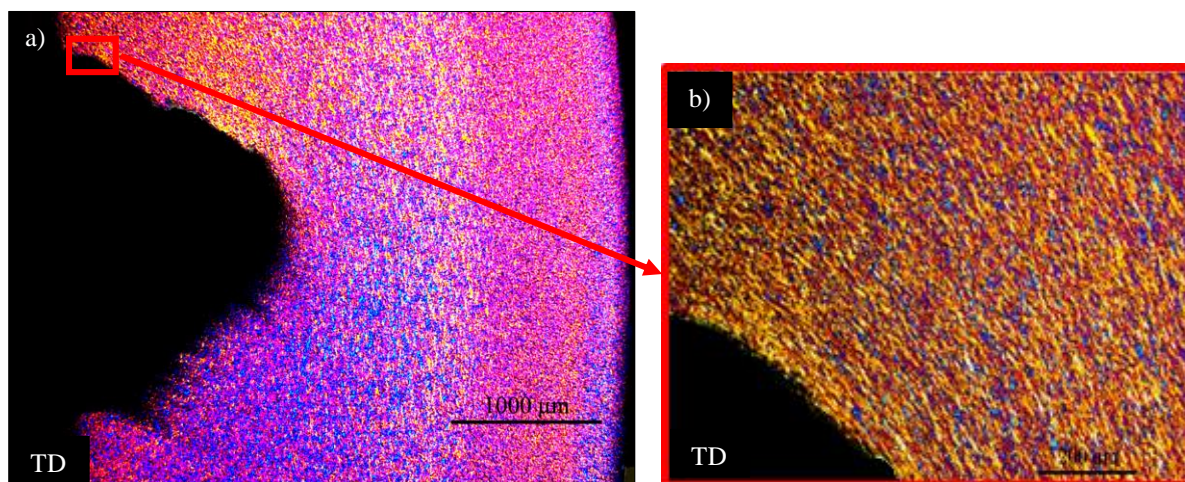
Resultater

4.1 Lysoptisk karakterisering

For å karakteriserer den fullstendige mikrostrukturen for de to komponentene; ubehandlet og varmebehandlet (innherdet ved 550 °C i 15 minutter og utherdet ved 155 °C i 20 timer) etter ekstrudering, mykgløding og kaldforming ble det i etterkant av korrosjonstest og preparering brukt polarisert lys i lysmikroskop. Det ble også benyttet lysfeltbelysning for å kunne se initieringseffekten av korrosjonstesten, samt finne dispersoider på høy mikroskopforstørrelse (avsnitt 4.4). Resultatene kan ses i de underliggende delkapitlene.

4.1.1 Struktur for ubehandlet komponent

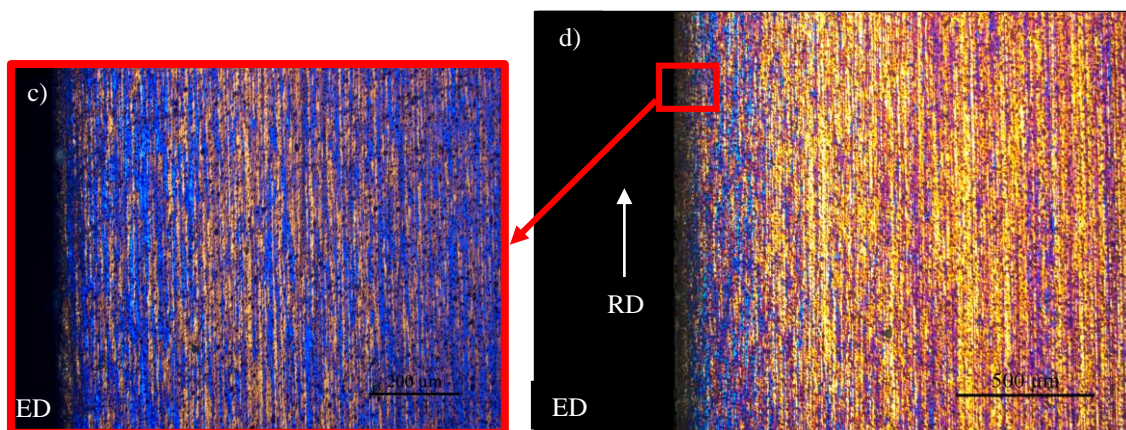
Kornstrukturen på tvers av ekstruderingsretningen for prøven som var ubehandlet (uten varmebehandling) etter ekstrudering, mykgløding og kaldforming kan ses under i Figur 4.1.1a og b. Bilde (a) er et oversiktsbilde med 2.5x forstørrelse. Prøven er undersøkt med polarisert lys etter korrosjonstest med etterfølgende pussing, polering og anodisering.



Figur 4.1.1a og b: De polariserte bildene av komponenten som er ekstrudert, mykglødet og kaldformet uten varmebehandling. Bildene er tatt i planet på tvers av ekstruderingsretningen (TD) og innfelt bilde (b) er fra fortanningen og har 10x forstørrelse.

Bilderresultatene viser at det forekommer en deformert og avlang subkornstruktur i hele tverrsnittet av den kalddeformerte komponenten. Deformasjonen har ført til at kornene er orientert med langsiden mot det kalddeformerte kantområdet og med lavvinklede korngrenser ($<15^\circ$) som orienterer parallelt med overflaten uansett geometri.

Under i Figur 4.1.1c og d kan strukturen ses for det langsgående ekstruderingsplan. Prøven er undersøkt på samme måte som ovenfor, men oversiktsbilde bilde (d) har nå 5x forstørrelse.

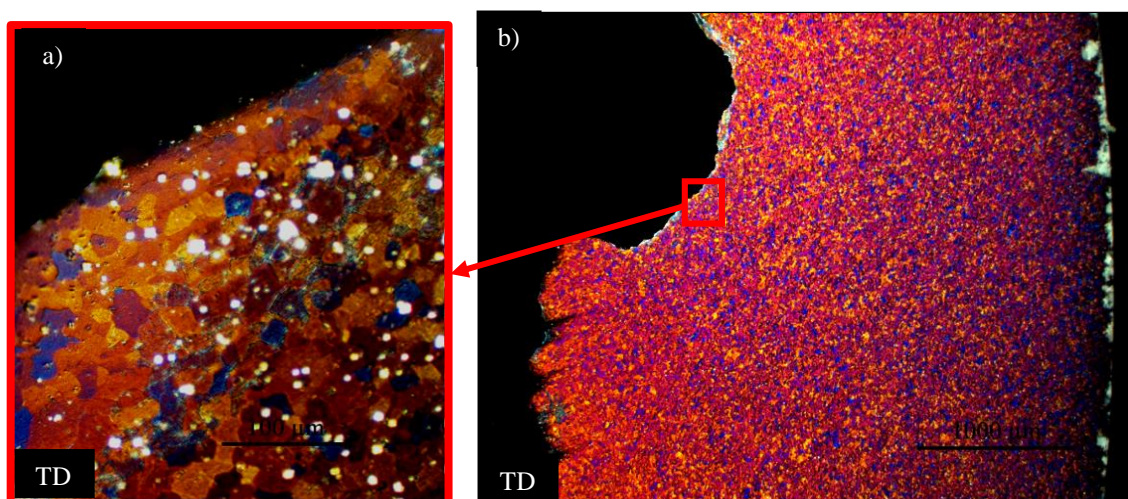


Figur 4.1.1c og d: Komponenten er ekstrudert, mykglødet og kaldformet uten varmebehandling i etterkant. På bildet vises det langsgående ekstruderingsplanet (ED) med ekstruderingsretning (RD). Innfelt bilde (c) har en forstørrelse på 10x og venstre prøvekant er presset ytterside for begge bildene.

Strukturbildene som ble tatt i det langsgående ekstruderingsplan viser samme avlange fibertrend av subkorn akkurat som i det tversliggende planet normalt på ekstruderingsretningen. Langsgående korn med lavvinklede korngrenser og med orientering omtrent parallelt med overflaten er klare, gjenkjennelige trekk.

4.1.2 Struktur for varmebehandlet komponent

Kornstrukturen på tvers av ekstruderingsretningen for prøven som var varmebehandlet ved innherding på 550 °C i 15 minutter og utherdet ved 155 °C i 20 timer etter ekstrudering, mykgløding og kaldforming kan ses under i Figur 4.1.2a og b. Prøven er undersøkt med polarisert lys etter korrosjonstest med påfølgende pussing, polering, anodisering.

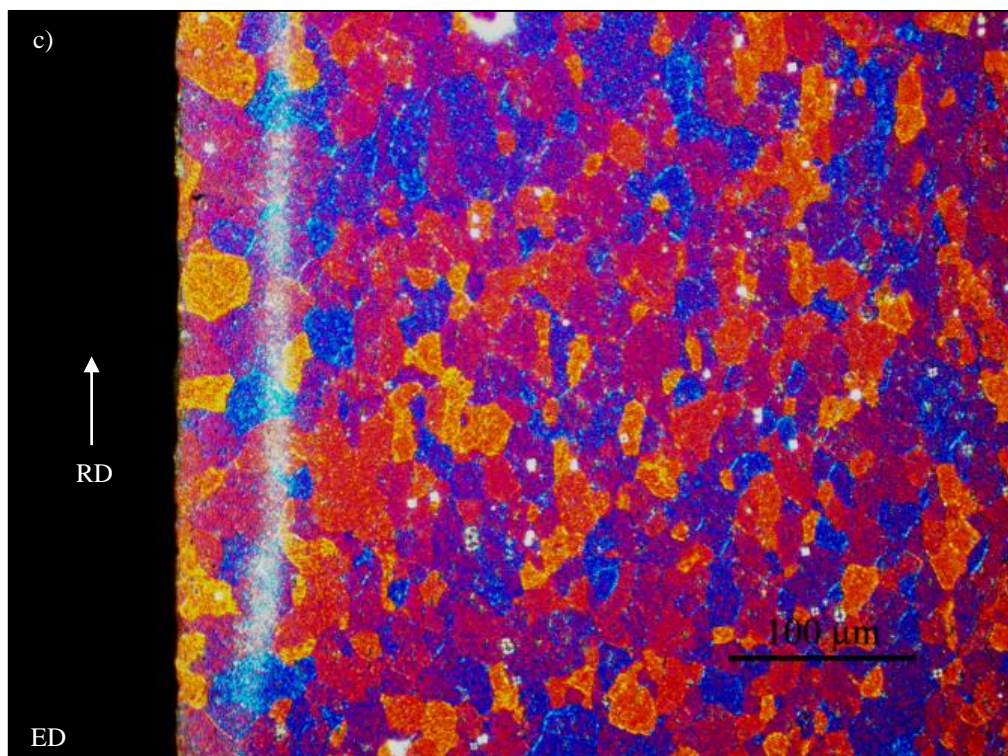


Figur 4.1.2a og b: De polariserte bildene av komponenten som er ekstrudert, mykglødet og kalddeformert med varmebehandling. Bildet er tatt på tvers av ekstruderingsretning (TD) og innfelt bilde (a) er har 20x forstørrelse.

Fra de to bildene i Figur 4.1.2 kan det tydelig ses at det har oppstått en rekrySTALLISERING av mikrostrukturen. En frigjøring av lagret deformasjonsenergi har gitt en klar kornstruktur. Kornene ser ut til å ha en snittstørrelse på rundt 20 μm . Korngrensene går i alle retninger og

bærer i stor grad preg av å være høyvinklede ($>15^\circ$). På innfelt bilde (a) med 20x forstørrelse kan det ses en del uregelmessigheter i form av lyse partikler. Dette antas å være ikke-eloksert korrosjonsprodukt som blir liggende igjen i prøveoverflaten.

I Figur 4.1.2c kan kornstrukturen ses ekstruderingsretningen. Prøvekanten til venstre i bilde er kaldformet, presset, ytterside.

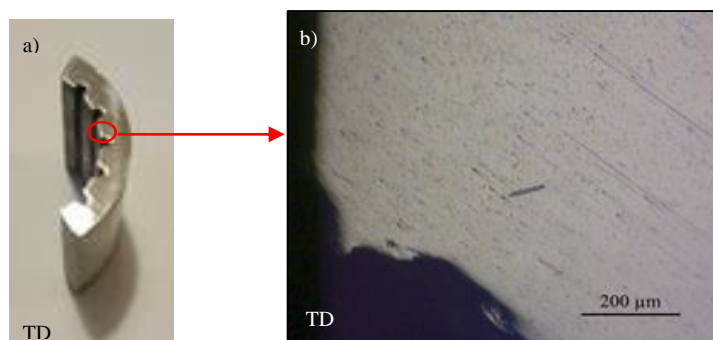


Figur 4.1.2c: Komponenten er ekstrudert, mykglødet og kaldformet med varmebehandling i etterkant. På bildet vises det langsgående ekstruderingsplanet (ED) med ekstruderingsretning (RD). Bilde er forstørret 20 ganger og venstre prøvekant er presset ytterside.

Det forstørrede bilde i Figur 4.1.2c som er tatt i ekstruderingsplanet viser samme rekrystalliserte trend som i det tversliggende planet. En tydelig kornstruktur med veldefinerte og høyvinklede korngrenser er tydelig avbildet. Strukturen ser ut til å være fullstendig rekrystallisert med gjennomsnittlig korndiameter på rundt 20 μm .

4.1.3 Grad av intergranulær korrosjon for ubehandlet prøve

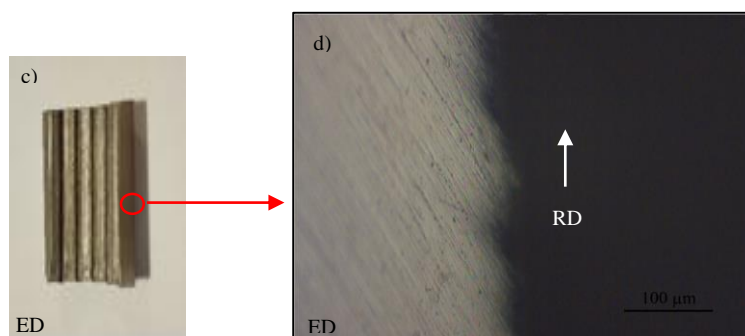
Fra den optiske karakteriseringen med polarisert lys kan det ses at prøvene som er ubehandlet etter kaldforming har tydelig forskjell i struktur og tekstur sett i forhold den varmebehandlede prøven. Etter videre undersøkelser i lysmikroskop, nå med lysfeltbelysning, kan det bestemmes om endelig mikrostruktur er avgjørende for initieringsgrad av intergranulær korrosjon. Bilderresultater for den ubehandlede prøven kan ses i Figur 4.1.3a og b under.



Figur 4.1.3a og b: Illustrasjonsfoto (a) og lysfeltbilde (b) av komponenten uten varmebehandling. Bilde b er tatt i planet på tvers av ekstruderingsretningen (TD) som vist i bilde (a) og viser kant av øvre del av fortanningen. Bilde (b) har 10x forstørrelse.

I hele det tversliggende planet for prøven som ikke er varmebehandlet er det ingen tegn til korrosjon. Overflaten er glatt og fin, og det er hverken korrosjon på den innvendig fortanningen eller den pressede yttersiden.

I de underliggende bildene kan den samme ubehandlede prøven med fiberstruktur ses i den ekstruderte, langsgående, planretningen. Kanten til høyre i Figur 4.1.3d er tatt mot presset ytterside som vist i Figur 4.1.3c.



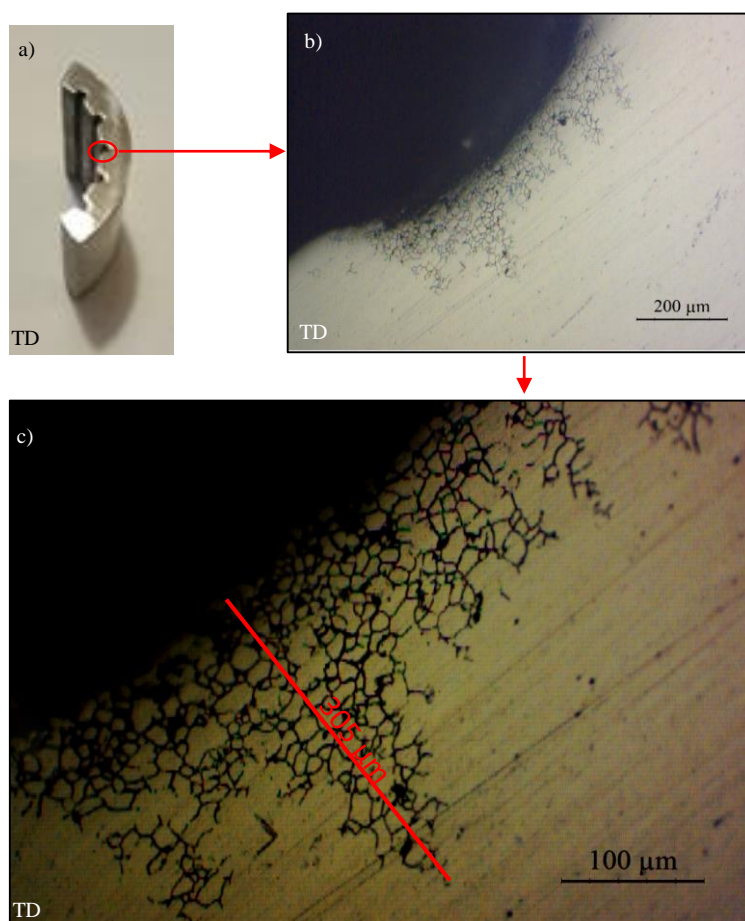
Figur 4.1.3c og d: Illustrasjonsfoto (c) og lysfeltbilde (d) av komponenten uten varmebehandling. Bilde d er tatt i planet langs med ekstruderingsretningen (ED) som vist i bilde (c) og viser kant presset ytterside. Bilde (d) har 20x forstørrelse.

I hele det langsgående ekstruderingsplanet for den ubehandlede prøven er det ikke tegn til korrosjon, hverken intergranulær korrosjon eller punktkorrosjon. Dette gjelder både for den kanten mot innsiden av fortanningen og den avbildede kanten mot presset ytterside.

4.1.4 Grad av intergranulær korrosjon for varmebehandlet prøve

Prøven som er varmebehandlet med innherding på 550 °C i 15 minutter (bråkjøling i vann) og etterfølgende utharding på 155 °C i 20 timer (bråkjøling i vann) har som påvist i avsnitt 4.1.2 en kornstruktur med korngrenser som går direkte ut mot overflaten. Intuitivt skulle man tro at det blottlegger muligheten for intergranulær korrosjon, da korngrensene eksponeres direkte mot

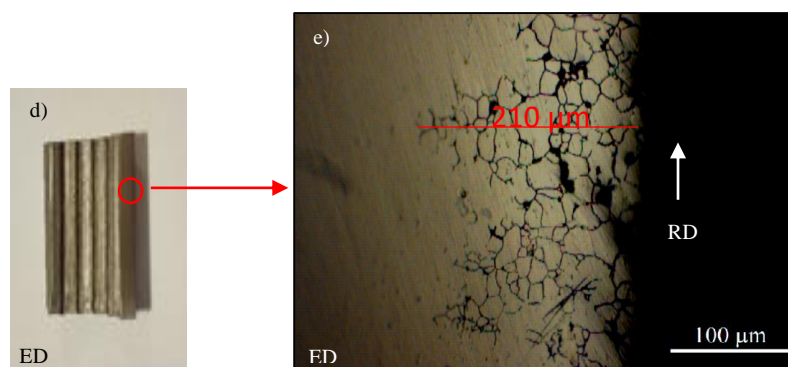
testblandingen (NaCl, HCl og H₂O) som initierer korrosjonsmekanismen. Resultatet er som antydnet og kan ses under i Figur 4.1.4a, b og c.



Figur 4.1.4a, b og c: Illustrasjonsfoto (a) og lysfeltebilder (b og c) av komponenten med varmebehandling. Bilde (b) er tatt i planet på tvers av ekstruderingsretningen (TD) som vist i bilde (a) og viser kant av nedre del av fortanningen. Bilde (b) har 10x forstørrelse. Bilde (c) har 20x forstørrelse og kontrasten er maksimert for tydelig fremstilling.

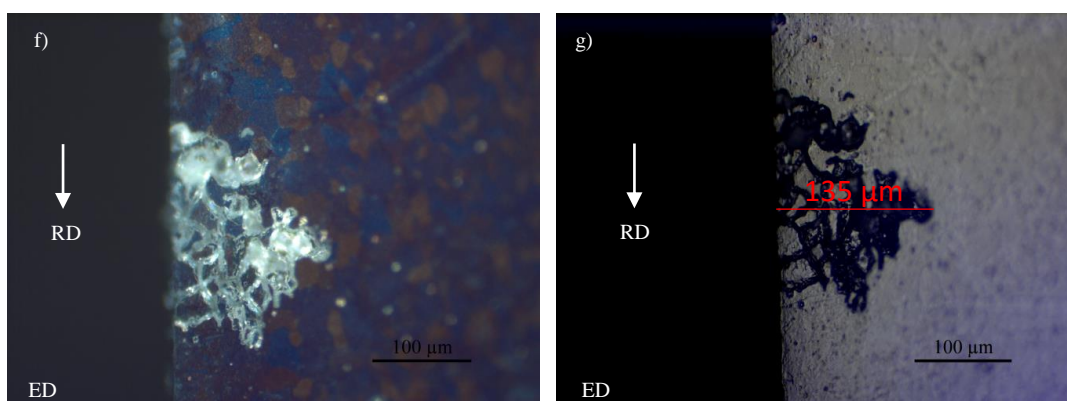
Det er med lysfeltebelysningen påvist intergranulær korrosjon i hele det tversliggende planet. Dog er graden av korrosjon noe forskjellig. Fortanningen på innsiden av komponenten bærer preg av dypere og flere intergranulære korrosjonsangrep enn presset ytterside. Bunnene av fortanningen er klart mest, dybde- og arealmessig, angrepet. I bunn av innvendig fortanning kan angrepene ha en dybde på i overkant av 300 µm og omtrent hele området er angrepet. Topp av fortanning har en del upåvirkede soner, men er jevnt over hardt rammet av IGK.

På presset ytterside er de dypeste angrepen rundt 210 µm og det er flere plasser hvor det ikke er initiert intergranulær korrosjon i noen stor grad. I Figur 4.1.4d og e er et av de mest korrosjonspåvirkede områdene på presset ytterside avbildet.



Figur 4.1.4d og e: Illustrasjonsfoto (d) og lysfeltbilde (e) av komponenten med varmebehandling i ekstruderingsplan. Bilde (e) har 20x forstørrelse og kontrasten er maksimert for tydelig fremstilling. Høyre prøvekant er presset ytterside.

For å sette det hele i perspektiv kan et svært typisk og gjennomsnittlig tilfelle for presset ytterside ses avbildet i Figur 4.1.4f og g. Bilde er tatt noen få millimeter lengre ned på prøven i forhold til avbildning i Figur 4.1.4e. Det er i motsetning til Figur 4.1.4d venstre prøvekant som er presset ytterside for Figur 4.1.4f og g.



Figur 4.1.4f og g: Mellomstillingsbilde (f) og lysfeltbilde (g) av komponenten med varmebehandling i ekstruderingsplan. Bildene har 20x forstørrelse og høyre prøvekant er presset ytterside.

Fra bildene kan en se et smalere og ikke fullt så dypt område som i avbildningen på Figur 4.1.4e, men Figur 4.1.4f og g er likevel mer representativt i forhold til korrosjonsstatus på planet ytterside. I Figur 4.1.4f er det brukt en mellomstilling mellom polarisert lys og lysfeltbelysning på lysmikroskopet og kvalitet på oppløsningen blir derfor redusert. En kan tydelig se at korrosjonsproduktet ikke påvirkes i samme grad ved anodiseringen som aluminiumslegeringen. Korrosjonsproduktet fremstår som lysere (ansamling av tyngre element) på bildene.

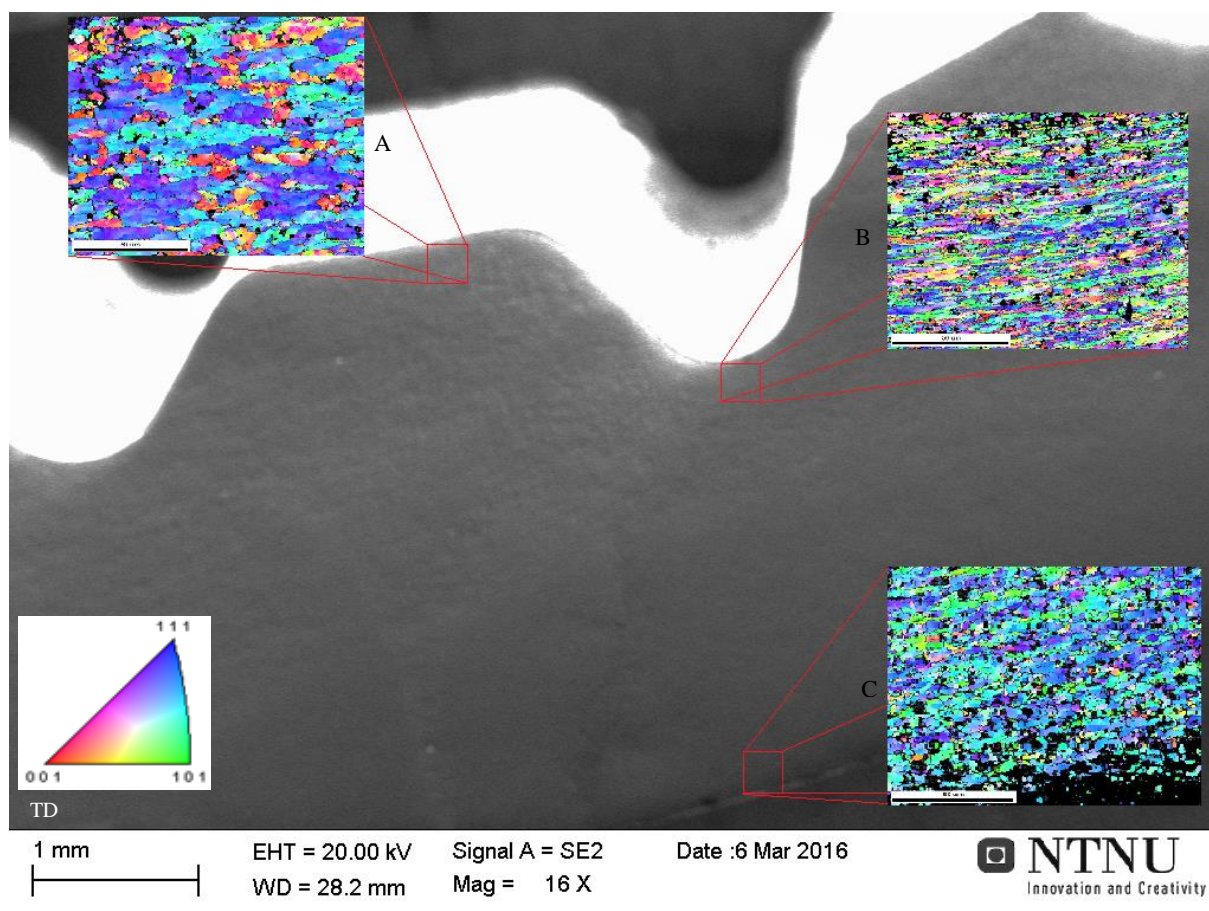
4.2 Analyser i elektronmikroskop

EBSD-analyser er foretatt i elektronmikroskopet som beskrevet i avsnitt 3.5 og viser krystallografisk orientering og størrelse for kornene i de ulike deformasjonsområdene på tvers

av ekstruderingsretningen. Med bakgrunn i disse analysene kan det blant annet avgjøres hvilke områder som har hatt størst deformasjon under kaldformingen.

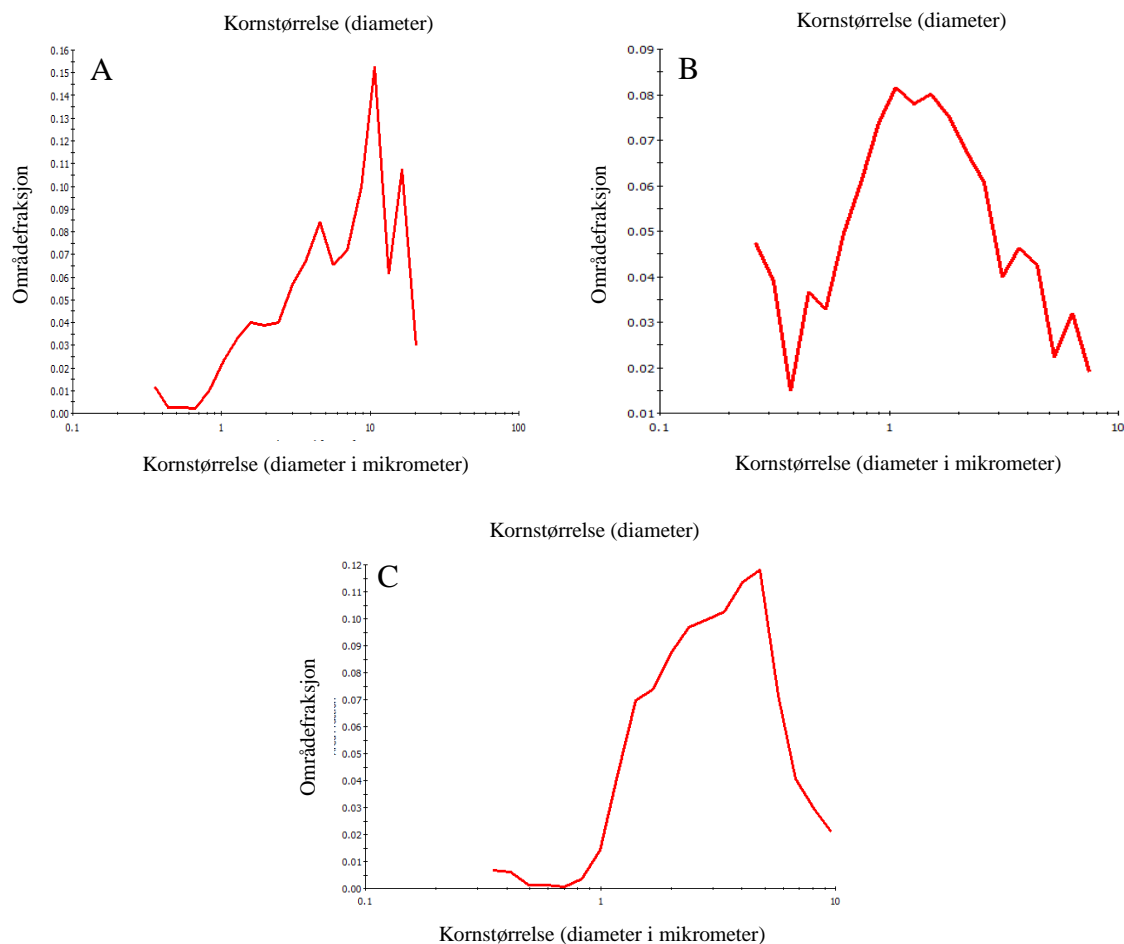
4.2.1 Kornstørrelse og kornorientering for ubehandlet prøve

For å kunne illustrere hvor på prøven strukturanalysene er gjort foreligger det et oversiktsbilde tatt i elektronmikroskopet med utgangspunkt i sekundærelektroner og 16 ganger forstørrelse. Innfelt bilde A i Figur 4.2.1 gir uttrykk og skann av subkornstruktur på topp av innvendig fortanning. Innfelt bilde B tar for seg bunnen av innvendig fortanning, mens bilde C tar for seg den kaldpressede yttersiden. De tre EBSD-skannene kan ses i full størrelse i Vedlegg A.



Figur 4.2.1: Oversiktsillustrasjon foretatt i SEM med innfelt skannresultat (A, B og C), samt krystallografisk orientering for hvert område i det tversliggende planet (TD) for prøven som var ubehandlet etter kaldforming. Målestaven på innfelte bilder er 50 μm .

Fra skannene kan en se at stort sett alle avbildingsområder består stort sett av lavvinkelde subkorn etter kalddeformasjonen, samt at subkornstørrelsen er forskjellig på de tre skannområdene. For å undersøke gjennomsnittlig subkornstørrelse og orientering for de ulike områdene på den kalddeformerte komponenten ble det foretatt en avlesning av kornstørrelse og orientering med en korn grensevinkel mellom 2° og 15° . Resultatet for hvert av de tre skannene kan ses A, B og C i Figur 4.2.1.1



Figur 4.2.1.1: Kornstørrelsesanalyser foretatt i programmet OIM-analyse for hvert av de tre skannområdene (A, B og C) som er innfelt i Figur 4.2.1.

Kornstørrelsen varierer avhengig av skannområde i prøveplanet. Topp av sagtann (område A) har en gjennomsnittlig korngrensediameter på $7,8 \mu\text{m}$. Bunn av sagtann (område B) har en gjennomsnittlig korngrensediameter på $1,9 \mu\text{m}$. Ytterkanten av prøveoverflaten (område C) har en gjennomsnittlige korngrensediameter på $3,5 \mu\text{m}$. For bildene B og C er skannene gjort langt ut mot kanten slik at bildet ikke «kornkomplett». Dette er likevel et tilfredsstillende og tilstrekkelig resultat; da hvert skannområdet har et utvalg på henholdsvis 225841 og 128813 veldefinerte korn.

Område A: 74,5 % av alle definerte korngrenser er mellom 2° og 15° . 25,5 % av korngrensene er større enn 15° .

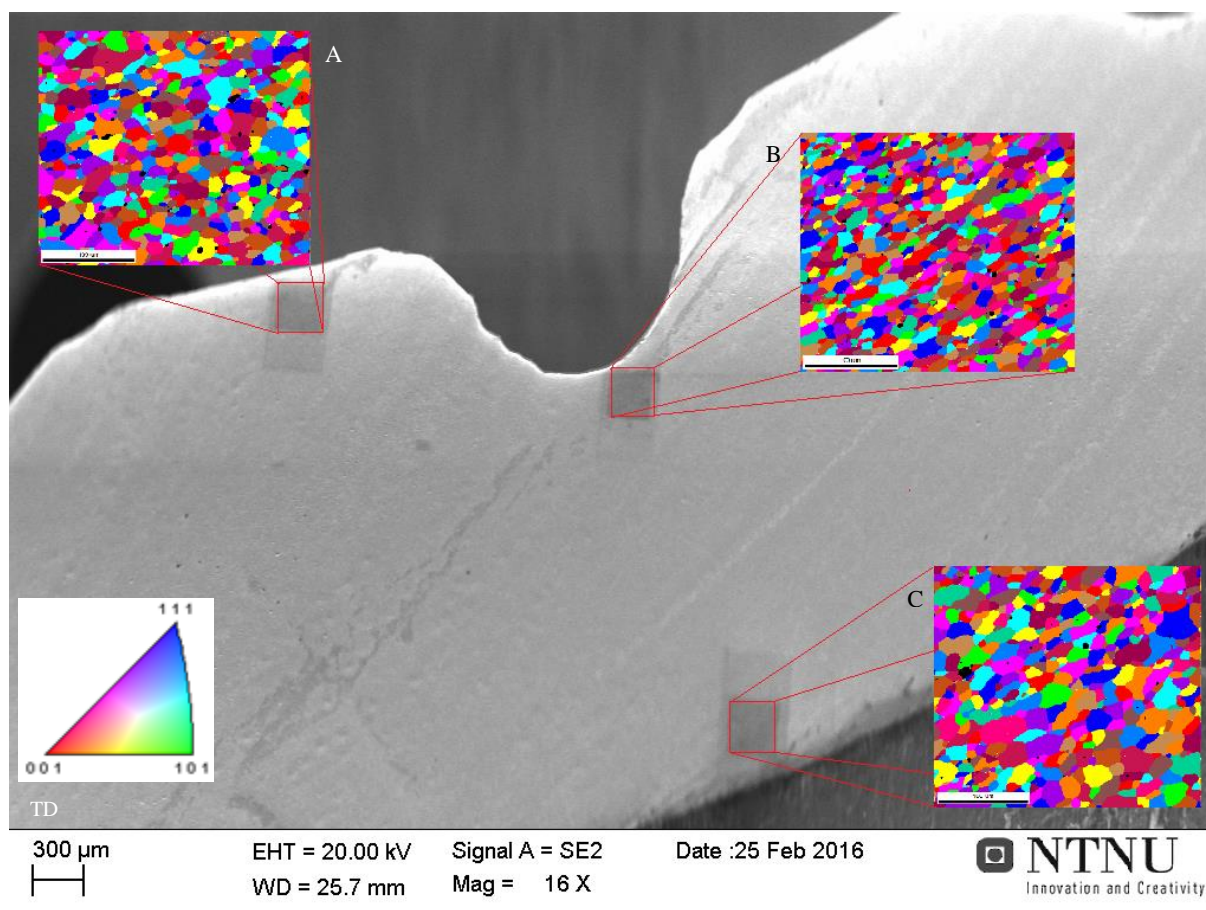
Område B: 78,2 % av alle definerte korngrenser er mellom 2° og 15° . 21,8 % av korngrensene er større enn 15° .

Område C: 74,2 % av alle definerte korngrenser er mellom 2° og 15° . 25,8 % av korngrensene er større enn 15° .

Alle punktpar med misorientering over 2° er i følge EDAX OIM Data Analysis definert som en korngrense.

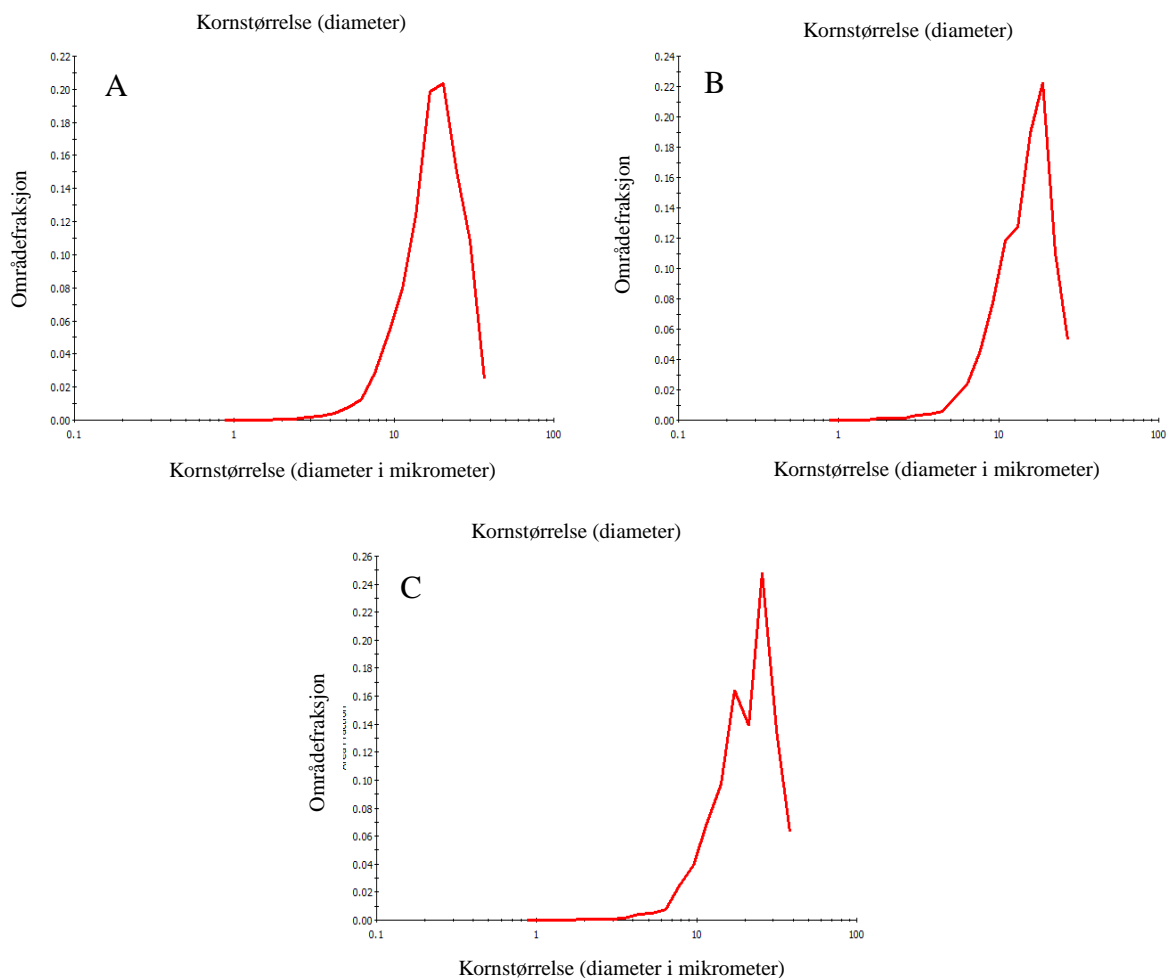
4.2.2 Kornstørrelse og kornorientering for varmebehandlet prøve

En illustrasjon av EBSD-skannområdene for prøven som var varmebehandlet hos Steertec er gitt ved et sekundærelektronbilde med 16 ganger forstørrelse i Figur 4.2.2. Innfelt bilde A i Figur 4.2.2 gir uttrykk og skann av kornstruktur på topp av innvendig fortanning. Innfelt bilde B tar for seg bunnen av innvendig fortanning, mens bilde C tar for seg den kaldpressede yttersiden. De tre EBSD-skannene kan ses i full størrelse i Vedlegg B.



Figur 4.2.2: Oversiktsillustrasjon foretatt i SEM med innfelt skannresultat (A, B og C), samt krystallografisk orientering for hvert område i det tversliggende planet (TD) for prøven som var ubehandlet etter kaldforming. Målestaven på innfelte bilder er 100 μm.

Fra skannene kan det ses at stort sett alle avbildingsområder består av en høy andel høyvinkelde og rekrysalliserte korn etter kalddeformasjon med påfølgende varmebehandling. Kornstørrelsen er fortsatt forskjellig på de tre skannområdene noe som indikerer at det har vært lagret ulike mengde deformasjonsenergi (eksempelvis gjennom dislokasjoner) i de ulike områdene. For å undersøke gjennomsnittlig kornstørrelse og orientering for de ulike områdene på den varmehandlede komponenten ble det foretatt en avlesning av kornstørrelse og orientering med en korngrensevinkel mellom 5° og 65°. Resultatet for hvert av de tre skannene kan ses i A, B og C i Figur 4.2.2.1.



Figur 4.2.2.1: Kornstørrelsesanalyser foretatt i programmet OIM-analyse for hvert av de tre skannområdene (A, B og C) som er innfelt i Figur 4.2.1.

Kornstørrelsen varierer avhengig av skannområde i prøveplanet. Topp av sagtann (område A) har en gjennomsnittlig korngrensediameter på 18,9 μm. Bunn av sagtann (område B) har en gjennomsnittlig korngrensediameter på 15,5 μm. Ytterkanten av prøveoverflaten (område C) har en gjennomsnittlige korngrensediameter på 21,8 μm. For alle bildene er skannene gjort langt ut mot kanten for å se struktur direkte i det utsatte korrosjonsområdet.

Område A: 66,4 % av korngrensene er større enn 15°. 33,6 % av alle definerte korngrenser er mellom 2° og 15°.

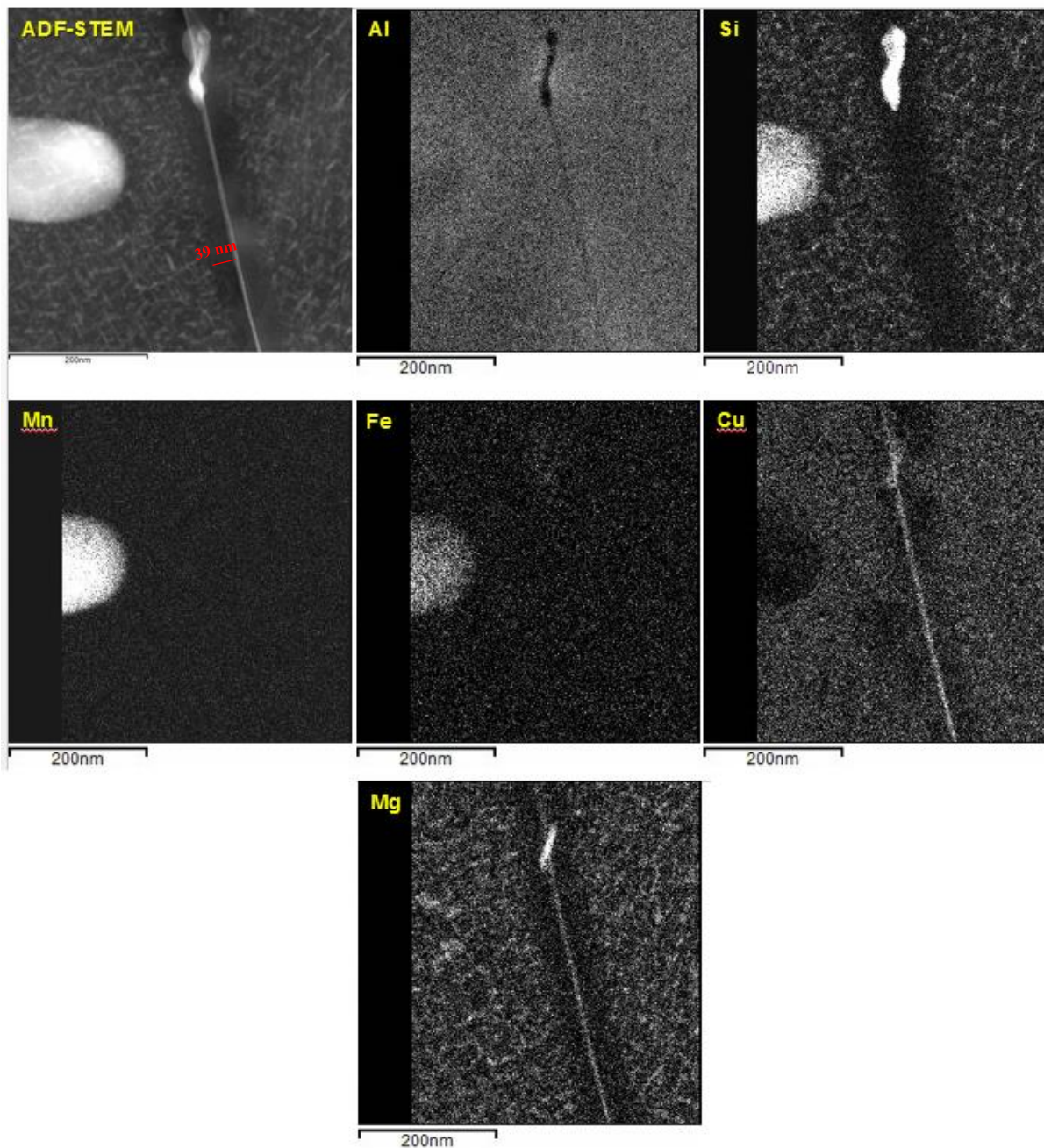
Område B: 68,5 % av korngrensene er større enn 15°. 31,5 % av alle definerte korngrenser er mellom 2° og 15°.

Område C: 59,2 % av korngrensene er større enn 15°. 40,8 % av alle definerte korngrenser er mellom 2° og 15°.

Alle punktpar med misorientering over 2° er i følge EDAX OIM Data Analysis definert som en korngrense.

4.3 TEM-bilder av den varmebehandlede komponenten fra Steertec

For prøvene som ble innsendt for undersøkelser i TEM ble det gjort analyser rundt og på korn grensene ved hjelp av avbildning på svært høy forstørrelse. Det ble foretatt elementanalyse av korn grensene nær kanten av den innvendige toppfortanningen i det tversliggende planet. Prøvene ble preparert med blant annet elektropolering for å fremskaffe en tilfredsstillende kontrast i overflaten for å kunne se korn grensepresipitatene. Bildeanalysene for hvert element på en utvalgt korn grense kan ses under i Figur 4.3.1.

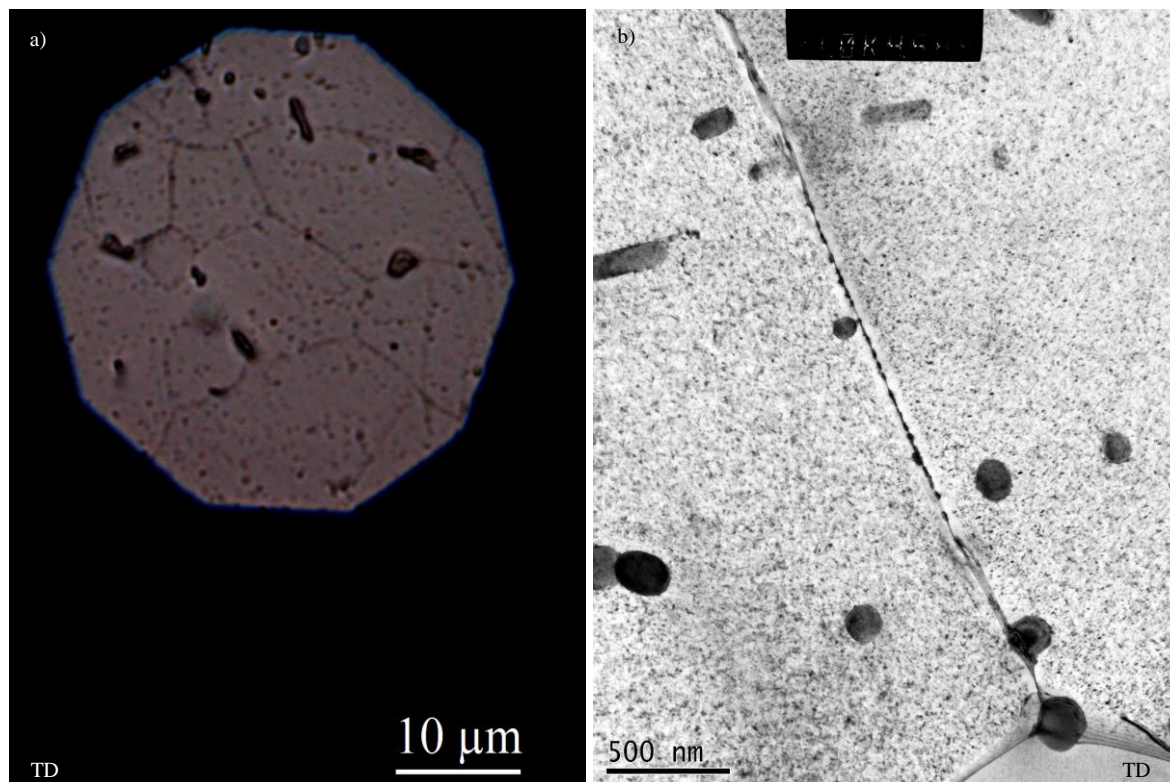


Figur 4.3.1: Elementanalyse ved bruk av TEM fra utvalgt korn grense på innvendig toppfortanning av den varmebehandlede komponenten fra Steertec Raufoss AS.

Det kan tydelig observeres store mengder presipitater i grunnmatriksen, noe som er normalt for en AlMgSi(Cu)-legering. Videre kan det ses at Mg sammen med Cu legger seg på korn grensen som en berikende film. Det ser ikke ut som om Mn, Fe og Si tar del i samme korn grensefilm. Den presipitاتفrie sonen vises veldig godt i det første bilde (ADF-STEM), og er omtrent 40 nm bred på hver side av korn grensen. En silisiumrik fasepartikkel har tydelig presipitert direkte på korn grensen. Fra bildene ser det ut som fasen inneholder en betydelig mengde med Al, Mg og Cu, samt en liten andel Fe. Disse elementene stammer direkte fra den presipitاتفrie sonen.

4.4 Dispersoider i varmebehandlet KK13

Ved hjelp av høy forstørrelse i lysmikroskop og TEM ble det observert en generell trend av små dispersoider sett i forhold til legeringer med mindre mengder mangan (eksempelvis 6181- og KFC-legering [34]). De relativt små dispersoidene ble funnet på korn grenser, i korn grensekryssinger, så vel som generelt nedsenket i grunnmassen. Under i Figur 4.4a og b kan det ses to høyforstørrede bilder av dispersoider som ligger på og til en viss grad låser korn grensene og hindrer rekrySTALLISeringen sin fremmarsj. Bilde b er tatt i TEM og har mye høyere forstørrelse enn bilde a som er tatt i lysmikroskop (med 100x forstørrelse). Begge prøvene er elektrolysert.

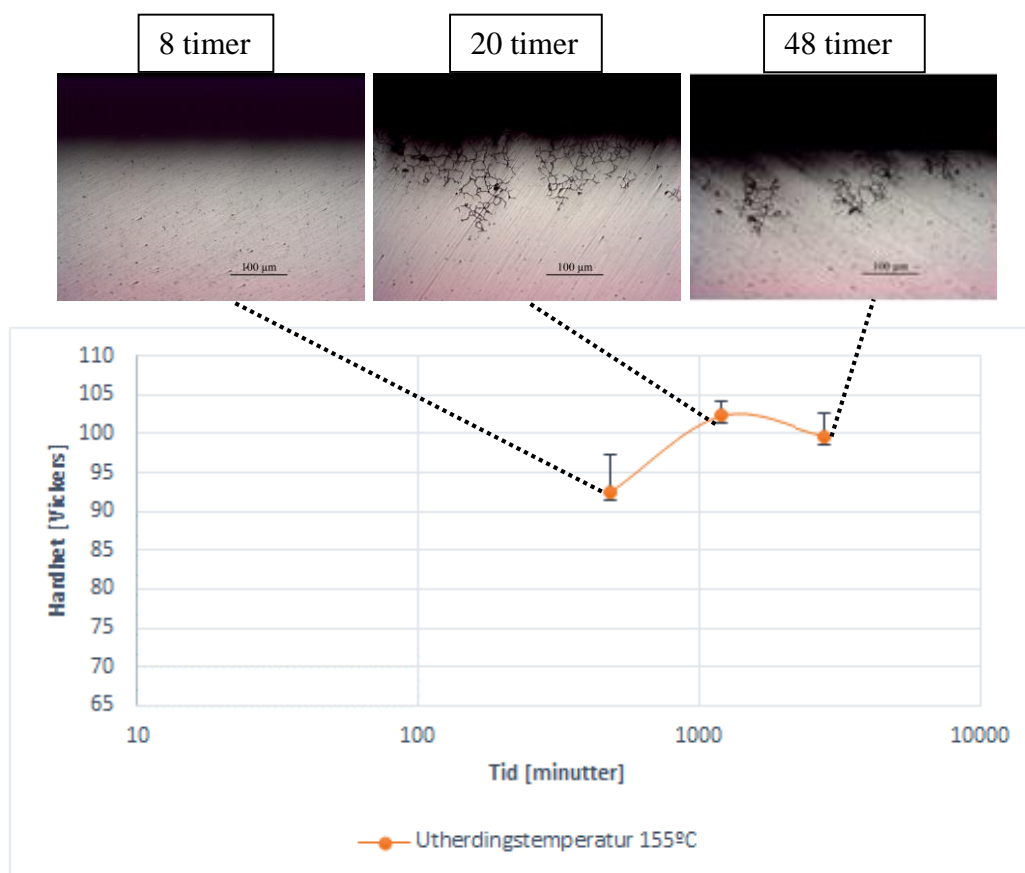


Figur 4.4 a og b: Lysfeltebilde og TEM-bilde av små dispersoider på og ved korn grensene. Bilde (a) og (b) er tatt i planet på tvers av ekstruderingsretningen (TD).

Fra bildene kan en tydelig se hvordan dispersoider og partikler på mellom 0,2-2 μm ligger på og langs korn grensene, samt i møtende korn grensekryss. Fra bilde b kan en også se den presipitafrie sonen på noen få nanometer liggende parallelt med den presipiterte korn grensefilmen.

4.5 Hardhet og korrosjon som følge av utherdingsparametere

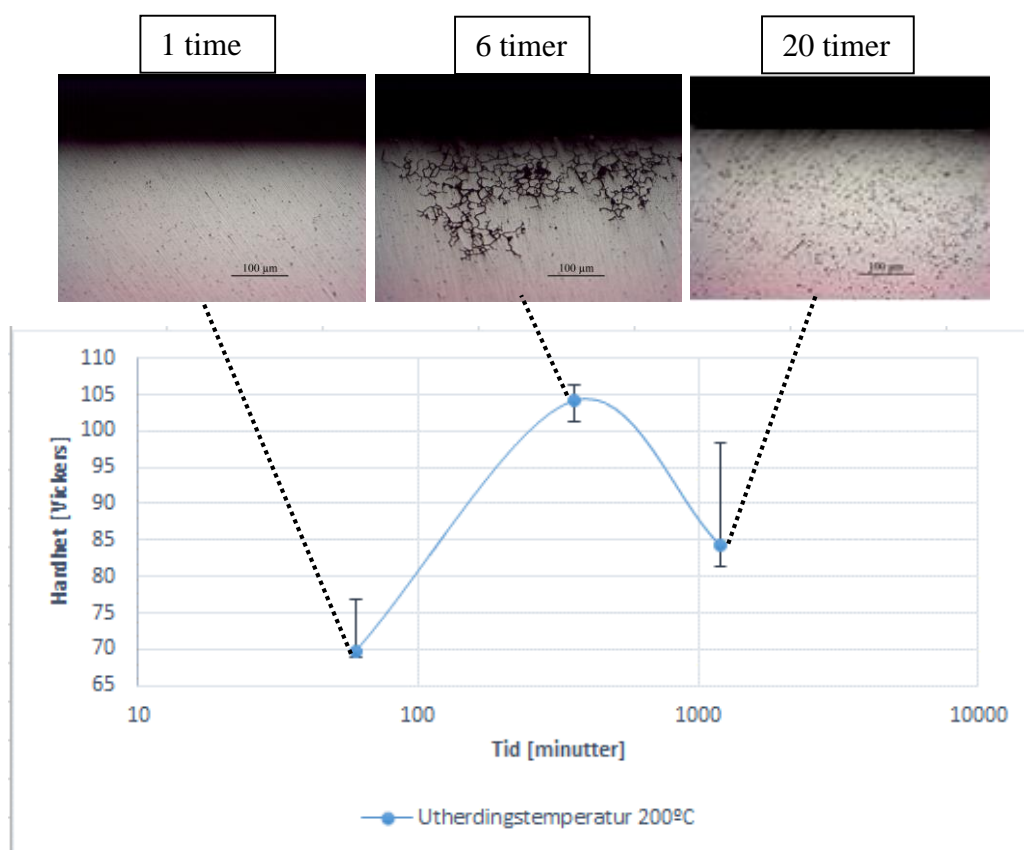
Etter de første resultatene ble det naturlig å fortsette korrosjonstesting av den kalddeformerte KK13-legeringen. Det ble tatt seks avkapp av den ubehandlede komponenten med etterfølgende varmebehandling på forskjellige temperatur og tid. Prøvene ble videre preparert ved pussing og polering før hardhetsmålinger ble gjennomført. Prøvene ble derfra korrosjonstestet etter samme ISO-standardiserte metode som i de tidligere forsøkene med etterfølgende pussing og polering. Lysmikroskopbildene er hentet fra samme området, topp av innvendig fortanning, for alle prøvebitene. Førstkommende Figur 4.5.1 viser resultatet ved en utherdningstemperatur på 155 $^{\circ}\text{C}$ med eksponeringstider på 8, 20 og 48 timer.



Figur 4.5.1: Resultat av utherdningstid (ved 155 $^{\circ}\text{C}$) mot lokalisert IGG og punktkorrosjon etter innherding med bråkjøling i vann.

Fra Figur 4.5.1 kan det ikke ses noen grad av korrosjon ved 8 timer utharding (underelding). Ved 20 timer utharding (T6) og høyeste målt hardhet (102,3 HV) er prøveoverflaten desidert mest angrepet både i bredden og dybden. Ved 48 timer utharding (overelding) er det en generell trend av smalere korrosjonsspalter. Det er fortsatt en solid dybde på opp mot 230 μm , men i dette tilfellet minner initieringsformen mye om punktkorrosjon.

I underliggende Figur 4.5.2 kan en se resultatet av en uthardingstemperatur ved 200 °C og eksponeringstider på henholdsvis 1, 6 og 20 timer.

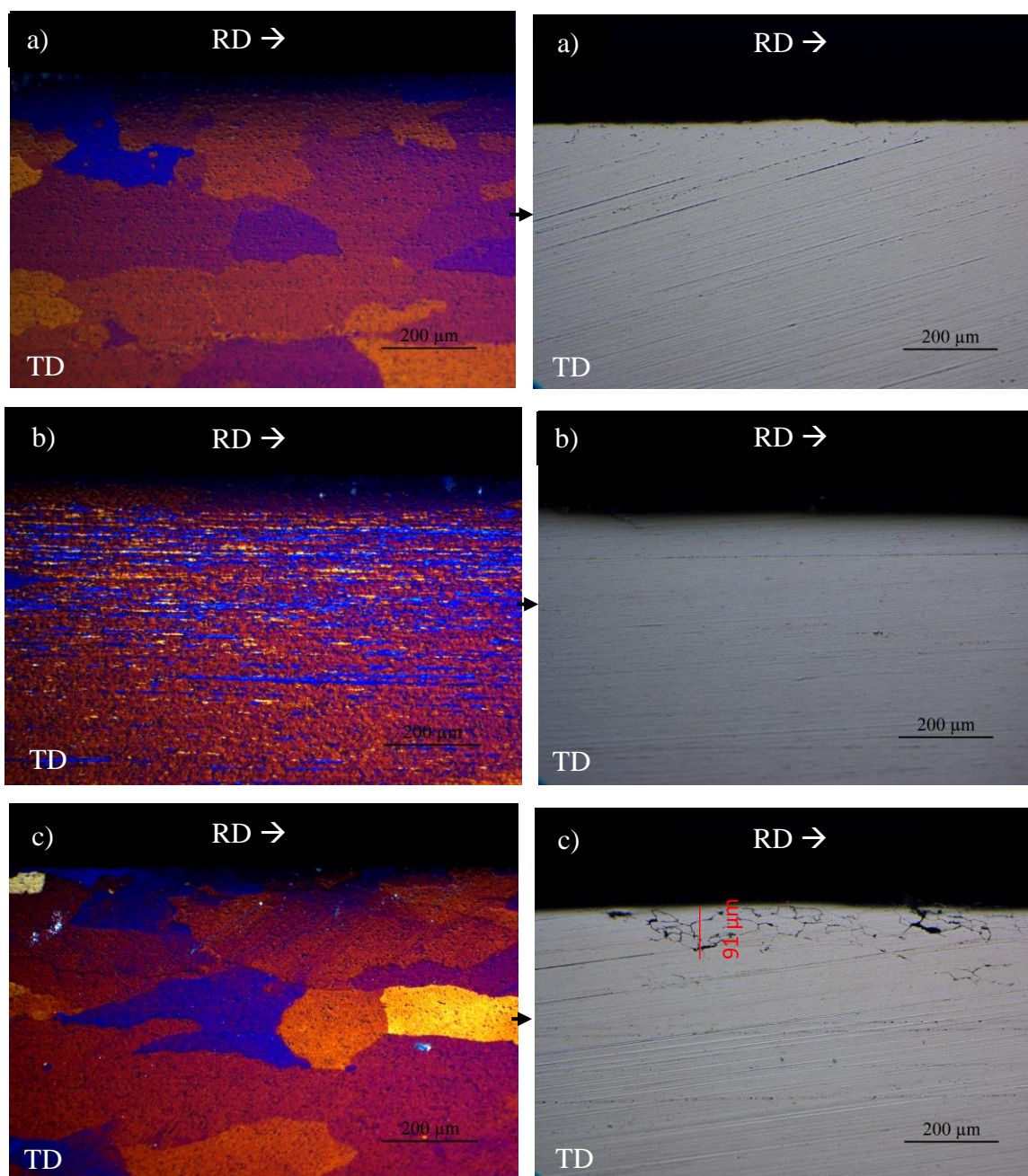


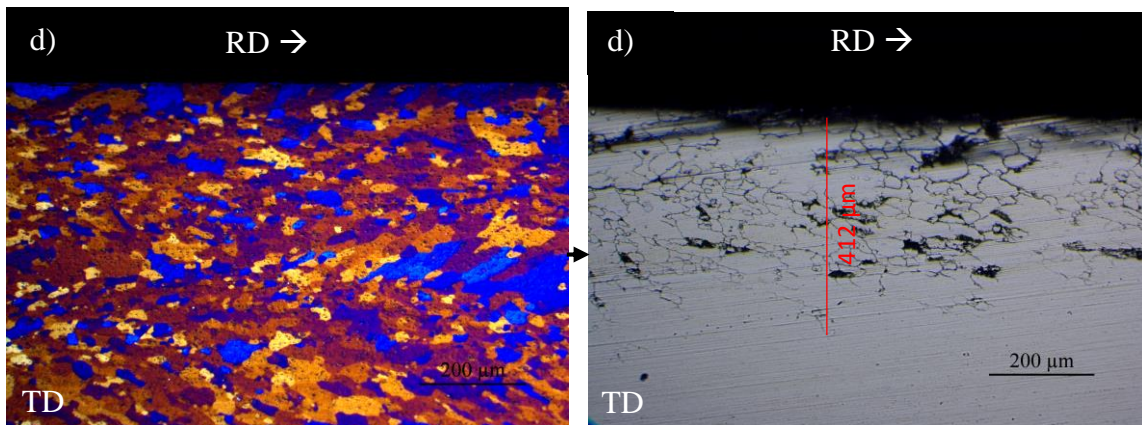
Figur 4.5.2: Resultat av uthardingstid (ved 200 °C) mot lokalisert IGG og punktkorrosjon etter innherding med bråkjøling i vann.

Fra Figur 4.5.2 kan det ikke ses noen grad av korrosjon ved 1 time utharding (underelding). Ved 6 timer utharding (T6) og høyeste målt hardhet (104,2 HV) er prøveoverflaten desidert mest angrepet både i bredden og dybden (opp mot 300 μm). Ved 20 timer utharding (overelding) er det en generell trend av punktkorrosjonsprikker i overflaten av materialet. Uansett hvor mye det ble polert kunne det tydelig ses i både det ekstruderte og tversliggende planet. Det er ingen stor grad av penetrert intergranulær korrosjon i kanten, men en tydelig angrepet prøveoverflate med grove punktkorrosjonsgroper på overeldet materiale. Hardhetsmålingene for prøven som er uthardet ved 20 timer gir et større konfidensintervall enn målingene foretatt for de andre prøvene. Fra dette kan den avtagende hardheten for overeldet material være mindre enn hva kurven tilsier.

4.6 Hardhet, kornstruktur og korrosjon som følge av deformasjonsgrad

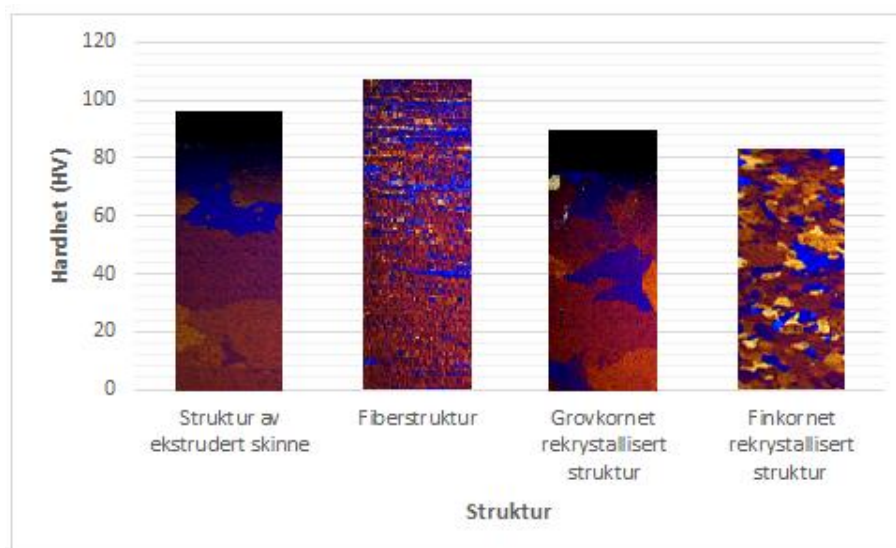
I Figur 4.6.1a-d kan resultatet av kornstruktur etter ekstrudering, valsing og varmebehandling av KK13-skinne ses opp mot korrosjonsbestandigheten. Bilde (a) representerer skinnen med ekstrudert struktur, bilde (b) som fibrig struktur (T8) og bilde (c) og (d) som henholdsvis grov- og finkornet rekrystallisert struktur. Korrosjonsbildene er etter beste evne tatt i samme området som kornstrukturbildene, men noe områdeavvik er påregnet. Alle bildene er tatt i det tversliggende ekstruderingsplan og ekstruderingsretning er fra venstre mot høyre.





Figur 4.6.1a-d: Kornstruktur mot korrosjonsbestandighet for de ekstruderte, valsede og varmebehandlede KK13-skinne. Bilde (a) er «som ekstrudert», (b) er som innherdet, kaldvalset 50% og utherdet, (c) er kaldvalset 20%, innherdet og utherdet og (d) er kaldvalset 50%, innherdet og utherdet. Bildene til venstre er tatt med polarisert lys med sub-parallell lambdaplate bildene til høyre med lysfeltbelysning. Det er brukt 10x forstørrelse.

For å kunne sammenligne hardheten mellom de fremskaffede skinnprofilene og komponentene fra Steertec ble det foretatt hardhetsmålinger av alle skinneprovne med ulike strukturer. Resultatet av målingene kan ses i underliggende Figur 4.6.2.



Figur 4.6.2: Kornstruktur mot målt hardhet for de ekstruderte, valsede og varmebehandlede KK13-skinne. Forstørrelse er 10x og bildene er tatt med polarisert lys med sub-parallell lambdaplate.

Den ekstruderte strukturen har en hardhetsgrad på 96,3 HV og bærer i henhold til Figur 4.6.1a ikke preg av å ha utartet noen form for korrosjon i overflaten under korrosjonstesting. Det kan fra Figur 4.6.2 tydelig ses at den fibrige strukturen har høyest hardhet med 107,3 HV og at det heller ikke her forekommer korrosjon i overflaten. Grovkornet rekrySTALLISerte strukturen har en hardhet på 90,2 HV og har opp mot 100 μm med penetrert intergranulær korrosjons i enkelte deler av overflaten (Figur 4.6.1c). Den finkornede og rekrySTALLISerte strukturen med størst deformasjon i forkant av innherding har lavest hardhet (83,4 HV). Strukturen bærer preg av intergranulære korrosjonsangrep i stort sett hele overflaten og penetreringsdybden kan være over 400 μm på det verste. Hardhet til strukturene er generelt lave og det kan derfor se ut som om det ikke er oppnådd noen T6-tilstand etter utherdning sammenlignet med Figur 4.5.1/2.

Diskusjon

I dette kapitlet vil de ulike resultatene som er presentert i kapittel 4 bli diskutert opp mot teorien i kapittel 2. Diskusjonen vil bli gjennomgått trinnvis i rekkefølgen som foreligger i resultatdelen, men med oppsummerende avsnitt for hvert forsøk. Alle oppfølgingsforsøk vil bli diskutert direkte opp mot komponentresultatene fra Steertec.

5.1 Komponenter fra Steertec Raufoss AS

5.1.1 Kaldformet komponent uten etterfølgende varmebehandling

For å danne seg et helhetlig bilde av komponentenes strukturelle historie ble mikrostrukturen på begge komponentene fra Steertec undersøkt i lysmikroskop med polarisert lys. I avsnitt 4.1.1 kan resultatet for komponenten som var kaldformet uten etterfølgende varmebehandling ses. Det ble funnet en deformert, fibrig substruktur i begge tverrsnitt av de undersøkte områdene.

I følge teorien vil prøver som er kaldformet få en deformert fase- og kornstruktur etter mekanisk bearbeiding [22]. En høy andel lagret energi vil hope seg opp og det dannes store spenninger inne i materiale. Orientering og fordeling av dislokasjoner, samt mobiliteten til vakanser og atomer vil påvirke hvilke type defekter en videre kan forvente seg før og etter varmebehandling [29]. Kornene i prøvekomponenten som er ubehandlet (Figur 4.1.1a-d) er forlenget i deformasjonsretningen og det skapes en intern substruktur som er pålagt store spenninger/belastninger. Etersom materialet er mykglødet i forkant av kaldformingsprosessen hos Steertec vil det være færre opphopninger av dislokasjoner før den siste kaldformingen finner sted sammenlignet med etter en endt varmekstrudering. Dette er med på å reduserer hardheten til materialet, og spenningene er hovedsakelig dannet med bakgrunn i selve kaldformingen [21]. Materialet er kaldformet i en slik grad at det sannsynligvis er blitt dannet dislokasjonsfloker som videre har gitt en utvikling av påfølgende, og avbildede, cellulære subkornstruktur [22].

Kornene i begge tverrsnitt har en orientering slik at korn grensen ikke eksponeres ut mot overflaten av materialet. En naturlig blokkering gjør at korrosjonsmekanismen ikke kan penetrere overflaten i noen stor grad. Resultatene etter korrosjonstesting i avsnitt 4.1.3 gir ingen indikasjoner på intergranulære korrosjonsangrep. Dette viser videre hvor avgjørende det er om korn grensene i overflaten eksponeres for det akselererende korrosjonsfluidet i korrosjonstesten eller ikke.

I Figurene 4.2.1 og 4.2.1.1 er det visst store lokale forskjeller i deformert subkornstørrelse avhengig av geometri. I følge teorien tyder dette på at materialet er pålagt lokale spenningsforskjeller ved kaldforming, da materialet lagrer forskjellig grad av energi og får en utvikling i form av subkornstørrelsesforskjeller. Dette stemmer godt med teorien og det henvises og relateres direkte til siste punkt i de empiriske lovene for rekrytallisering i avsnitt 2.3.2 [27]. En illustrasjon av dette kan ses i Figur 2.3.2.2.3 der kornstørrelse er plottet mot grad av plastisk tøyning.

Det kan se ut som om lokal mikrostruktur ikke har noen som helst betydning i det overstående forsøket, da det er ingen tegn til korrosjon uavhengig av kornstørrelse, kornorientering og geometri. Sannsynligvis skyldes dette den generelle trenden av kornenes lavvinklede orientering langs komponentens deformasjonsretning (gjennomsnitt på 75,6 % lavvinklede korngrenser mellom 2° og 15° for de målte områdene A, B og C), noe som underbygger teorien og resultater fra forsøkene gjort av Tadashi Minoda og Hideo Yoshida i 1999 [52].

Om man ser i retning avsnitt 4.5 som tar for seg utherdningstid mot korrosjon kan det legges merke til at prøvene som har lavest utherdningstid, uavhengig av temperatur, er minst utsatt for korrosjon. Dette kan tyde på at det ikke er utviklet noen vekst av presipitاتفrie soner nær korngrensen ved så korte utherdningstider. Dette kan også komme av at innherdingstemperaturen er så høy (550 °C) og avkjølingen er stor nok (bråkjøling) til at det er dannet en økt konsentrasjon av vakanser som gir en reduksjon av presipitاتفrie soner langs de rekrytalliserte korngrensen. Det vil med dette grunnlaget ikke være noen enkel diffusjonsvei for legeringselementene til korngrensene. Ved underelding til T6x-tilstand vil materialets omkringliggende korngrenseområde trolig forbli det samme som rett etter kaldforming, sett bort fra rekrytalliseringseffektene som skjer i strukturen under innherding og fast oppløsning av legeringselement. Den deformerte fibrige korngrenseorienteringen vil altså endres ved innherding, men utherdning i 8 timer ved 155 °C og 1 time ved 200 °C vil sannsynligvis ikke gi tilstrekkelig grad av presipitاتفrie soner (med filmdannelse på korngrensen) til å initiere intergranulære korrosjonsangrep. Denne mekanismen er enda ikke fullstendig forstått og det forskes mye på akkurat dette området, jamfør representative presentasjoner fra FICAL-møtet 27. Mai på NTNU, Gløshaugen.

Det kommer frem fra Figur 4.5.1 og 4.5.2 at styrken til materialet som ikke er varmebehandlet vil være lavere enn materialet som er varmebehandlet over en gitt tid avhengig av temperatur. Fra teorien vil en få høyest styrke ved å danne en struktur med fint fordelte partikler som hindrer dislokasjonsbevegelse i grunnmassen [6]. En slik presipitatherdende effekt vil oppnås med

oppløsning av legeringselementer til fast løsning (innherding) ved høye temperaturer, og videre utfelling av herdefaser (eksempel Mg_2Si) ved middels høye temperaturer over lengre tid (utherding) [33, 34]. I og med at materialet ikke er varmebehandlet (utherdet) har overstående herdende effekter ikke inntruffet. Materialet har likevel relativt høy styrke før varmebehandling (62,4 HV), da legeringen har et relativt balansert Mg:Si-forhold, samt en høy andel Cu grovt fordelt i grunnmassen.

I forhold til deformasjonsforsøkene som er gjort på de ekstruderte skinnene kan samme ikke-korrosive trend observeres for den fibrige prøven i Figur 4.6.1b som for prøven fra Steertec i Figur 4.1.1a-d. Dette resultatet viser at det ikke foreligger noen direkte geometribegrunnelse for den ikke-korrosive mekanismen, og at dette hovedsakelig kun er avhengig av den internt formede mikrostrukturen i de ulike komponentene. Det foreligger ingen korrosjonspenetrering i noen av komponentene, og den fibrige strukturen i begge komponentene bør kunne sies å være tilnærmet IGK-resistent.

Bildene som er tatt i lysmikroskop med polariser lys etter pussing, polering (ned til 1 μm) og anodisering gir en klar og lik strukturtegens i begge plan (TD og ED). Samme strukturtegens ble funnet gjentatte ganger ved preparering av samme prøvemateriale og prøveresultatene bør derfor kunne sies å ha svært høy reproduserbarhet med lik prøvepreparering.

5.1.2 Kaldformet komponent med etterfølgende varmebehandling

For å få frem budskapet tidlig må det nevnes at det for denne prøvekomponenten er initiert og konstanter store områder med intergranulær korrosjon etter testing, se avsnitt 4.1.4. Det bør derfor være naturlig å se på hva som påvirker kornstørrelse, orientering og korngrenseareal før man tar for seg elementinnhold på og ved selve korngrensene. Påvirkningen dette har er avgjørende for den intergranulære korrosjonsmekanismen.

Steertec sin etterfølgende varmebehandling ved 550 °C i 15 minutter (etterfølgende bråkjøling) og 155 °C i 20 timer (etterfølgende bråkjøling) av den kaldformede komponenten gir i henhold til bilderesultatene i Figur 4.1.2a-c og Figur 4.2.2 en relativt fin, rekrystallisert struktur med høyvinklede korngrenser. Etter avsnitt 4.2.2 er det relativt små forskjeller i fraksjon høyvinklede korngrenser mellom de ulike delene av prøven (A, B og C), men et generelt høy snitt av korngrenser over 15° på 64,7 % . Det kan ses en trend av økende korrosjonsgrad ved økende mengde høyvinklede korngrenser om man sammenligner med bilderesultatene av korrosjon i avsnitt 4.1.4. Gjennomsnittlig korndiameter for hele komponenten ligger på omtrent

18,7 μm , men med lokale forskjeller avhengig av geometri. Den lave korngrensediameteren tyder ifølge teorien på at det har vært store deformasjonskrefter involvert ved kaldformingen fordi det ved fremstilling av kornstruktur på et ekstrudert materialet med samme legeringsinnhold (Figur 4.6.1a) ble utviklet en betydelig større gjennomsnittlig korndiameter (9 ganger større). For KK13-skinne i Figur 4.6.1d oppnår man omtrent sammen gjennomsnittlige kornstørrelsesdiameter (18,6 μm) ved en kalddeformasjonsgrad på hele 50 %!

På samme måte som for komponenten som ikke er varmebehandlet i avsnitt 5.1.1 ble det altså vist en kornstørrelsesforskjell avhengig av komponentgeometri, samt størrelsesforskjell på mellom 70 og 110 ganger før og etter kaldbearbeiding. Det må tilføyes at subkornstørrelsen her er sammenlignet med den ekstruderte kornstrukturen fremstilt fra KK13-skinne i Figur 4.6.1a. Den ekstruderte KK13-skinne vil ha en god del subkorn igjen i mikrostrukturen etter ekstrudering om utviklingstilfellet er likt som i avsnitt 4.2, noe det trolig er. En illustrasjon av dette kan ses i Figur 2.3.2.2.3 og det forventes at med en videre, økende kalddeformasjon vil man til slutt oppnå en stabil subkornstruktur [61]. For å finne ut om dette er en valid sammenligning vil neste avsnitt ta for seg deformasjonsgraden av den kalddeformerte komponenten fra Steertec.

Den utvendige diameteren på komponentene fra Steertec er ved kaldformingen redusert fra 43,6 mm til 30,3 noe som tilsvarer en reduksjon på rundt 30 %. Denne reduksjonen kommer i etterkant av en deformasjon på rundt 11 % som skjer ved staking av komponenten for å oppnå verktøykontakt. Profilen er i tillegg formet innvendig med fortanning av et boret hull med diameter $26,5 \pm 0,15$ mm. Selve hullet er boret ut før mykgløding og store deler av spenningene, gjennom reduksjon av blant annet dislokasjoner, er derfor glødet ut [21]. Fortanningen i seg selv vil kunne gi ringvirkninger av spenninger i nærheten av innvendig formingsområde, samt utover i materialet. Alle disse deformasjonene er med på å oppnå ønsket komponentform. Samtidig vil deformasjonene være med på å danne grunnlag for drivende krefter i en rekrytallisering av kornene og derfor sammen med legeringsinnhold (konstant) avgjøre resultatet av den innvendig mikrostruktur. Ved økt deformasjon vil kritisk rekrytalliseringstemperatur synke, noe som gir variasjoner i kornstørrelse og korrosjonsinitiering ved forskjellige inn- og utherdingsparametere [21].

Deformasjonene vil i tillegg til dette påvirke den tynne oksidfilmen på overflaten av komponenten. Økt deformasjon og legeringstilsatt vil være med på å skape en mindre homogen film med flere lokalt svake områder i overflaten. Korrosjonsinitiering i små groper, samt på

kvasse kanter vil med bakgrunn i overstående lokale oksidreduksjon være spesielt utsatt for IGK [6].

Fra bilderesultatene i Figur 4.1.4 kan man tydelig se at strukturen bærer preg av intergranulær korrosjon. Det foreligger korrosjon i alle områder uavhengig av geometri og i begge de undersøkte planene (ED og TD). Det skal likevel nevnes at korrosjonen er verst, dypest penetrering og størst areal, i de områdene der kornene er minst. De minste kornene foreligger i henhold til Figur 4.2.2 og 4.2.2.1 ved bunn av fortanning med gjennomsnittlig kornstørrelse på 15,5 μm og på topp av fortanning (18,9 μm). De intergranulære korrosjonsområdene har penetrert så dypt som 300 μm i nedre del av den innvendige fortanningen. I øvre del av fortanningen (topp av tann) er de penetrerte områdene opp mot 280 μm fra overflaten.

For den pressede yttersiden er korrosjonsangrepene mindre, men i aller høyeste grad betydelig. Gjennomsnittlig korndiameter er på 21,8 μm og de dypeste intergranulære angrepene er opp mot 210 μm . Trenden viser at det forekommer en økende intergranulære korrosjonspenetrering med minkende kornstørrelse. Dette vil derfor være én av mulig flere essensielle forklaringer på korrosjonsforskjellen avhengig av geometri.

Alle de tre undersøkte områdene har en økt mengde høyvinklede korngrenseorienteringer etter innherding. Korngrensene er derfor etter varmebehandlingen (innherding) omrokkert gjennom rekrySTALLISERINGEN slik at flere korngrenser eksponeres direkte ut mot overflaten av materialet enn før varmebehandling. I følge korrosjonsteorien vil dette være med på å øke risikoen for mulig initiering av intergranulær korrosjon, uavhengig av elementinnhold [20, 52]. Dette må selvsagt også ses opp mot at en minkende kornstørrelse vil gi opphav til et økt korngrenseareal og flere mulige høyvinklede korngrenser for eksponering mot overflaten.

Mangan vil sammen med krom være med på å avgjøre grad av rekrySTALLISERING og kornvekst. Om styrken kan opprettholdes ved tilsats av andre elementer (eks. Cu), bør manganinnholdet vurderes opptrappet slik at korngrensearealet ikke blir for høyt [3, 12]. Dette skjer hovedsakelig gjennom dannelsen av dispersoider som vil bremse rekrySTALLISERINGEN ved punktfasting av korngrenser [20, 30]. Fra Figur 4.4a og b kan det tydelig ses at det forekommer dispersoider som ligger på korngrensene. Disse dispersoidene kan eksempelvis være AlMnSi-, AlFeSi- eller AlMnFe-dispersoider. AlMnFe-partikler er kjent for å hindre korngrensevekst og minker dermed sjansen for IGK [20]. Det kan likevel med bakgrunn i resultatene fra denne rapporten ikke forklares hvilke dispersoider som er til stede eller i hvilken grad Zener-effekten og dispersoidene påvirker rekrySTALLISERINGEN for KK13-materialet [21, 22].

Når først tilstrekkelig med høyvinklede korn grenser og korn grenseareal finner sted vil legeringsinnhold og varmebehandling være neste avgjørende faktor for grad av korrosjon. Det er fra teorien kjent at et høyt innhold av Cu gir et økt katodisk potensial [41, 56]; Cu-innhold over 0,3 vekt% vil gi store mengder Q'-faser med Cu, da ikke alt Cu vil kunne ligge som plater eller med GP-soner [34]. Når sekundærfasepartikler med Cu er formet (seint i presipitatforløpet) vil disse partiklene anses for å være katodiske områder [41, 42]. Rundt disse områdene vil grunnmassen bli utarmet og tømt for Cu. Videre blir det et aktivt område som kan angripes i korrosive miljø og videre føre til intergranulære korrosjonsangrep. I og med at KK13-legeringen inneholder opp mot 0,4 vekt% kobber og forholdet mellom Mg og Si er relativt balansert (sett i forhold til binære AlMgSi-legeringer) vil den overstående aktiviseringen av det katodiske og omkringliggende området trolig økes. De presipitاتفrie områdene vil forgroves med økt temperatur og lengre utherdningstid, og en mikrogalvanisk effekt vil videre oppstå mellom anodisk og katodisk område. Det er fra teorien kjent at disse effekten kan skje for legeringer med Cu-nivå så lave som 0,04 vekt% [44, 45].

Fra Figur 4.3.1 kan det tydelig ses et anrikelseslag av Cu og Mg sammen med en relativt bred presipitاتفri sone i KK13-legeringen med gitte utherdingsparametere på 155 °C over 20 timer. Mg og Cu har motsatt virkning og Mg er med på å redusere den katodiske effekten til Cu. Denne effekten vil også kunne reduseres ved bruk av litium, og Calin D. Marioara fra SINTEF Materialer og Kjemi forsker på bruk av Li som et tillegg til Mg i KK13-legeringen.

Ettersom det ikke er initiert korrosjon før det har gått en viss utherdningstid for den varmebehandlede komponentene fra Steertec (Figur 4.5.1) er det rimelig å tro at veksten av grove, presipitاتفrie soner (aktivt område) langs korn grensene først begynner etter en viss tid på 155 °C. Det samme skjer etter en viss utherdningstid (noe lavere enn for overstående tilfelle) med en utherdningstemperatur på 200 °C, se Figur 4.5.2. En uttømming av Si langs korn grensene og en stor mengde Cu på selve korn grensen som vist i Figur 2.3.4.2 skjer etter Figur 4.3.1 tilsynelatende også for KK13-legeringen. Dette gir klare indikasjoner på at det er mikrogalvaniske cellehandlinger mellom katodisk (korn grense) og anodisk område. Ved en økt, forgrovet presipitاتفri sone vil det gis en enklere diffusjonsvei for de anodiske elementene til den katodiske korn grensen og korrosjon vil derfor kunne initieres. Som et tiltak bør det vurderes en ytterligere økning av Mg-innholdet i legeringen, da dette vil redusere den katodiske oppførselen langs korn grensefilmen, jmfør Holmestads doktoravhandling fra 2015 [56].

I og med at Steertec i disse dager har begynt med høyere temperaturer ved utherdning (200 °C i 6 timer) og dette har redusert korrosjonen betraktelig fra 155 °C i 20 timer, ble det naturlig å

undersøke dette nærmere for å se om det stemte [35]. Etter utherdingsforsøk av den kaldbearbeidede KK13-profilen fra Steertec kan det fra Figur 4.5.1 og 4.5.2 se ut som materialet bør ha mindre utherdningstid ved disse temperaturene for å unngå korrosjon. Det er ved T6-tilstand, for begge utherdningstemperaturene, et tydelig korrosjonsutsatt material. Resultatene er motstridende til Steertec sine oppdagelser, da det fra figurene ser ut til at korrosjonsangrepene er størst og dypest ved utherdning til T6-tilstand på 200 °C i 6 timer i forhold til 155 °C i 20 timer. Det er ut fra disse resultatene tydelig at det forekommer flere mikrogalvaniske koblinger mellom edle eller mindre edle partikler på korn grensene og den omkringliggende grunnmassen ved høyere utherdningstemperatur på omtrent samme hardhet (102,3 mot 104,2 HV) [20]. Det må derfor ha oppstått en enklere diffusjonsvei til korn grensen for disse partiklene ved høyere temperatur og kortere utherdningstid (200 °C i 6 timer), sett i forhold til lavere temperatur og lengre utherdningstid (155 °C i 20 timer). Det kan derfor virke som om de presipitafrie sonene vokser og forgroves mye raskere ved høye temperaturer (200 °C) enn en fart som er mindre enn 1/3 av en temperatur på 45 °C differanse sett i forhold til utherdningstid. Dette korrosjonsresultatet underbygges av forskning på 70-tallet, hvor det blant annet ble bekreftet at IGK-følsomheten økte ved utherdning til T6-tilstand [43, 54].

I og med at resultatene i forrige avsnitt ikke stemmer overens med Figur 2.4.1.1 må man se på opphavet til selve figuren. Figuren viser en AlMgSi-legering med mye mindre Cu (0,13 vekt%) i forhold til KK-13legeringen, samt at materialet i figuren ikke er kaldbearbeidet i forkant av varmebehandlingen [10]. Dette tilsier at KK13-materialet har økt herderesponsen etter kaldforming og forslått korrosjonsoppførsel i Figur 2.4.1.1 vil ikke korrespondere direkte med oppførsel for KK13-legeringen. Ved å herde materialet mindre etter kaldforming kan man unngå å havne i det korrosjonsutsatte området. Som et tiltak bør dette vurderes på bekostning av styrken. I doktoravhandlingen til Larsen ble det funnet at utherdningstid ble redusert ved kaldforming gjennom økt dannelse av dislokasjoner [34]. Dette vil trolig være tilfellet også for KK13-legeringen fra Steertec. Som et tiltak vil en litt lavere utherdningstemperatur (eksempel 185 °C) kunne redusere stabile initieringspunkter og ha positiv effekt på vakanskonsentrasjon. Dette vil videre påvirke grad og størrelse av de presipitafrie sonene nær korn grensene [3]. For å vurdere tidsperspektivet ved en endring av utherdningstemperatur må nye forsøk gjennomføres for å finne hvilket tidsområde korrosjon initieres. Det siste kan også gjøres ved å måle de presipitafrie sonene ved korrosjon opp mot de presipitafrie sonene på materiale uten korrosjon i TEM. For en KK13-legering med mye katodisk Cu (0,384 vekt%) vil drivkraften for å danne korrosive initieringsfaser på korn grensen være betydelig større enn for en legering med mindre

Cu. Dette gjør at det muligens kreves en mindre presipitattfri sone for å utvikle samme intergranulære korrosjonsangrep, men det kan ikke bekreftes fra resultatene i denne rapporten.

Et annet tiltak som bør vurderes er å få kalddeformasjonsgraden av komponenten redusert. Ved å varmekstrudere et utgangspunkt for komponenten med mindre behov for kaldforming i etterkant kan det redusere etterfølgende deformasjon- og rekrystalliseringsgrad. Dette begrunnes med bakgrunn i resultatene fra kalddeformasjonsforsøkene av de ekstruderte KK13-skinne. I og med at det i henhold til Figur 4.6.1c/d forekommer mye mindre korrosjon ved grov rekrystallisert struktur (deformert 20 %) enn fin rekrystallisert struktur (50 % deformasjon) bør lavere deformasjonsgrad om mulig vurderes som et alternativ for å unngå gjennomsnittlig kornstørrelsesdiameter på rundt 20 μm (18,7). Kornstørrelsesdiameter på 20 μm gir opphav til et stort reorganisert korngranseareal med eksponering av korngrenser mot prøveoverflaten og det korrosive miljø.

Ettersom brotsjingen ikke er i kontakt med nedre og øvre del av fortanningen skal ikke dette være en direkte påvirkende faktor for korrosjon i disse områdene. Likevel må det tas i betraktning at denne kaldforming, som er gjort i etterkant av utherdingen, vil gi spenninger i materialet. Resultatene i denne rapporten kan ikke avgjøre om brotsjingen påvirker korrosjonsresistansen til materialet, da det ikke kommer helt klart frem hvor på den indre fortanningen brotsjingen er gjort i forhold til opprinnelig fortanning.

5.2 Hardhet og korrosjon som følge av utherdingsparametere

Det viser seg fra Figur 4.5.1 og 4.5.2 at presipitatorløpet til KK13-legeringen har klare likhetstrekk med presipitatorløpet i teorien og Figur 2.3.3.2.1. Det skal oppnås en herdetopp med høyest styrke i materialet etter noen timer med utherding på middels høye temperaturer. I forkant av denne toppen er styrken økende og i etterkant av toppen er styrken avtagende. KK13-materialet kan derfor sies å være presipitatherdet gjennom bidrag fra ren aluminium, legeringselementene, samt presipitater og dispersoider [32]. Hardheten for de to målte herdetoppene er henholdsvis 102,3 og 104,2 HV og dette samsvarer godt med målt hardhet på den kaldformende og varmebehandlede komponenten fra Steertec (103,8 HV). Hardheten for den kaldformende Steertec komponenten uten varmebehandling er på 68,3 HV, noe som ser ut til å være ganske likt målt hardhet ved lavest utherdingstid i Figur 4.5.1/2 (det forekommer en økning i hardhet etter innherding og henholdsvis 1 og 8 timer utherding).

Ved utharding i etterkant av en innherding på et kaldformet materiale vil styrken fra elementer i fast løsning og herdende partikler gjøre at det blir vanskelig for de få gjenværende dislokasjonene å bevege seg. Dette vil videre kunne gi en økt herderespons og uthardingstiden som vil gi et IGC-resistent materiale vil forkortes [34]. Fra korrosjonsbildene i Figur 4.5.1 og 4.5.2 ser dette ut til å stemme godt overens med et av de viktigste resultatene i doktoravhandlingen til Larsen [34]; økt kalddeformasjon gir økt herderespons. Korrosjonen er initiert etter en hvis uthardingstid, noe som kan tyde på at det må dannes en grad av aktiv presipitafri sone langs korn grensene før de katodiske korn grensefasene vil reagere. Når dette først er dannet vil korrosjonsmekanismen aktiveres. Ved videre utharding vil korn grensefasene trolig brytes opp og bli diskontinuerlig. Dette vil forgrove grunnmassen gjennom disse presipitatene og videre føre til at materiale får en korrosjonsform som minner mer om punkt korrosjon. Dette kan ses spesielt godt fra materialet som er uthardet ved 200 °C i 20 timer med punkt korrosjonsprikker over hele overflaten (både i det tversliggende og langsgående planet), men også gjennom smalere korrosjonsspalter i materialet som er uthardet i 48 timer ved 155 °C. Punkt korrosjonsprikkene som oppstår ved høyest uthardingstemperatur har ikke penetrert materiale i noen stor grad, men har laget punkt korrosjonsprikker på rundt 5 til 10 mikrometer i dybde over hele overflaten. Dette kan tyde på at grunnmassen blir kraftig forgrovet av presipitatene fra korn grensene ved så høye temperaturer over lang tid (overelding).

5.3 Hardhet, kornstruktur og korrosjon som følge av deformasjonsgrad

Kalddeformasjonsforsøkene med valsing og varmebehandling gir i henhold til Figur 4.5.1 forventet mikrostruktur for alle prøvekomponentene. Den ekstruderte strukturen har omtrent samme grove kornstruktur som den grovkornede rekrySTALLISerte strukturen i Figur 4.6.1b. Den ekstruderte strukturen bærer i motsetning til den grovkornede og rekrySTALLISerte strukturen ikke preg av intergranulær korrosjon. Forskjellen mellom de to strukturene er hovedsakelig at den ekstruderte strukturen ikke har vært gjennom noen form for kalddeformasjon med etterfølgende varmebehandling. Varmebehandlingen vil gi en vekst og forgroving av den presipitafrie sonen, samt gi opphav til flere høyvinklede korn grenser eksponert mot overflaten. Dette kan være en av grunnen til at de forholdsvis «like» strukturen har forskjellig grunnlag for å utvikle intergranulær korrosjon i overflaten. Den kalddeformerte overflaten vil i tillegg gi opphav til flere initieringspunkter for korrosjon i overflaten ettersom oksidfilmen blir redusert gjennom kaldvalseprosessen.

Den grovkornede og rekrySTALLISerte prøven (20 % kalddeformasjon) har noen få lokale initieringspunkter på overflaten med intergranulære korrosjonsangrep på opp mot 100 μm . Dette er en betydelig mindre korrosjonspenetrering enn prøven som er finkornet og rekrySTALLISert (50 % kalddeformasjon) med penetreringsdybder på over 400 μm . Finkornet prøve bærer også preg av å ha et klart større korrosjonsareal på overflaten enn den grovkornede. Dette gir igjen grunnlag for å trekke konklusjon om at antall høyvinklede kornrensere mot overflaten, redusert kornstørrelse og økt kornrenseareal gir negativ effekt på korrosjonsresistansen til materialet. Dette er en av de mest interessante oppdagelsen i denne oppgaven.

For den fibrige strukturen (innherdet, kaldformet 50 % og utherdet) er korrosjonstrenden nøyaktig den samme som for den kaldformede komponenten uten varmebehandling fra Steertec. Begge komponentene har en fibrig deformasjonsstruktur og det er ingen tegn til initiert korrosjon på overflaten av prøvene. Kornene er lavvinklede og orientert parallelt med den kaldpressede overflaten for begge materialprøvene. Alle resultatene fra deformasjonsforsøkene med kaldvalsing og varmebehandling korresponderer tilsynelatende veldig godt med resultatene fra avsnitt 4.1.1-4.1.4.

Hardhetsmålingene som er gjort etter utherdning av de ulike mikrostrukturene er stort sett som forventet i henhold til teorien [40]. Det oppnås høyest hardhet for komponenten som etter rekrySTALLISering har fått kalddeformert kornene sine til en fibrig subkornstruktur. Dette skjer grunnet den generelle deformasjonsherdningen som oppstår med blant annet akkumulering av store mengder dislokasjoner i den fibrige subkorn-mikrostrukturen før innherding. Dispersionsgraden av partikler vil også gå opp med økende kaldarbeid og dette gir en mer stabil substruktur [22, 27]. Begge de kalddeformerte (20 og 50 %) strukturene har fått redusert graden av dislokasjoner og indre spenning gjennom rekrySTALLISeringen ved innherdingen. Det skal likevel bemerkes at hardheten er noe lav (83,4 HV) for den fint rekrySTALLISerte prøven med 50 % kalddeformasjon i forkant av innherding. Etter en utherdning på 185 $^{\circ}\text{C}$ i 5 timer burde hardheten vært høyere om man sammenligner med hardhetssyklusen på utherdingsforsøket i Figur 4.5.2. Dog har utherdingsforsøket i Figur 4.5.2 noe høyere utherdningstemperatur (200 $^{\circ}\text{C}$) og Steertec komponenten er kalddeformert i noe mindre grad før inn- og utherdning. Den presipitatherdende mekanismen, med blant annet den herdende Q-fasen og β -fasene (med forløpsfaser), vil gå raskere ved en høyere utherdningstemperatur [32]. Hardhetsmålingene for de kalddeformerte (20 og 50 %) og rekrySTALLISerte strukturene kan derfor gi inntrykk av at materialet har overgått T6-tilstand (mot T7x) etter utherdningen ved 185 $^{\circ}\text{C}$ i 5 timer. I henhold

til teorien og Figur 2.3.3.1 og 2.3.3.1.1 ser materiale ut til å være noe overeldet etter utharding ettersom strukturen med høyest hardhet er minst kalddeformert (20 %) [64]. Resultatet og vurderingen bindes direkte opp mot at en økende grad av kalddeformasjon vil gi økt herdespons av materialet. Dette skjer grunnet flere muligheter for kimdanning, samt bedre flyt av Si og Mg langs dislokasjoner og kornrensener [34].

Avkjølingshastigheten etter ekstrudering, inn- og utharding er høy, og det er utført med samme vannavkjølede metode i alle forsøkene. Denne avkjølingshastighetsfaktoren blir derfor i liten grad diskutert opp mot resultatene, da individuelle forskjeller ikke skal være tilstede. Det kan være interessant å gjøre forsøk med lavere avkjølingshastighet (eksempelvis i luft) for å finne ut om dette følger teorien på området og gir en høyere grad av intergranulær korrosjon. Om dette stemmer vil en økt temperaturkontroll gjennom hele prosesseringen være svært viktig for å kontrollere små og store spenninger i mikrostrukturen av materialet, samt hastighet og presipiteringsgrad. Tiltak som å bråkjøle raskere, for eksempel i flytende nitrogen, bør vurderes etter prosesseringsforsøkene. Et AlMgSi(Cu)-materiale vil ved raskere avkjøling kunne unngå å presipitere store mengder Q-fase på kornrensene og har videre mindre sjanse for å få påvist intergranulær korrosjon [8, 10].

Konklusjon

Denne masteroppgaven har studert initiert korrosjonsgrad etter mekanisk og termisk prosessering av to ekstruderte AlMgSi(Cu)-legeringer av typen KK13. Det kan med bakgrunn i konfidensintervall på målinger og reproduserbarhet av forsøk konkluderes med følgende punkter:

- En standardisert korrosjonstest avdekker ingen intergranulære korrosjonsangrep på kaldformet komponent av KK13-materialet uten etterfølgende varmebehandling fra Steertec Raufoss AS.
 - Mikrostrukturen for hele prøvekomponentene har etter kaldbearbeiding fått en deformert og fibrig subkornstruktur med gjennomsnittlig kornstørrelsesdiameter på 4,4 μm . Strukturen har et gjennomsnitt på 75,6 % lavvinklede korn grenser, $<15^\circ$.
 - Subkorn grensene er i stor grad orientert parallelt med den deformerte komponentoverflaten og eksponeres i liten grad ut mot overflaten.
- En standardisert korrosjonstest avdekker store intergranulære korrosjonsangrep på kaldformet komponent av KK13-materialet med etterfølgende varmebehandling fra Steertec Raufoss AS.
 - Mikrostrukturen for hele prøvekomponenten er etter kaldforming og varmebehandling rekrySTALLISERT til en finkornet struktur med gjennomsnittlig kornstørrelsesdiameter på 18,7 μm . Strukturen har et gjennomsnitt på 64,7 % høyvinklede korn grenser, $>15^\circ$.
 - Lokalt forskjellig prøvegeometri gir ulik dimensjon på kornstørrelsesdiameter.
 - Med minkende kornstørrelse/økt korn grenseareal øker de intergranulære korrosjonsangrepene i breddeareal og penetreringsdybde.
 - Korrosjonsangrepene på Steertec-komponenten er størst i bunn av innvendig fortanning. Gjennomsnittlig kornstørrelsesdiameter for dette området er 15,5 μm .
 - Korrosjonsangrepene på Steertec-komponenten er minst på kaldpresset ytterside. Gjennomsnittlig kornstørrelsesdiameter for dette området er 21,8 μm .
 - Med økt mengdefraksjon av høyvinklede korn grenser øker graden av IGK.
- Lavere utherdningstid for den kaldbearbeidede og innherdet KK13-komponent har positiv effekt på initieringsgrad av IGK.
- En deformert fibrig kornstruktur oppnår en tilnærmet IGK-resistent oppførsel etter T8-behandling med 50 % deformasjon.
- Økt kalddeformasjon i forkant av inn- og utherdning gir for et rekrySTALLISERT materiale økt grad av IGK.

Forslag til videre arbeid

I videre arbeid bør det fokuseres på ubesvarte deler i diskusjonen. Det vil derfor bli presentert ulike utdrag fra diskusjonen som kan være interessant å finne ut mer av i et fremtidig arbeid.

- For å finne ut av hvilken effekt dispersoidene i legeringen har på rekrystallasjonen og Zener-effekten kan det ved ulik elementtilsats (eksempelvis med variasjon i manganinnholdet) undersøkes og måles mengde dispersoider på korn grensene, samt grad av kaldformet og rekrystallisert kornstruktur mot korrosjon. Videre bør det foretas EDS-analyser i SEM av dispersoidene som ligger på korn grensen (2-3 μm). Eksakt sammensetting av dispersoidene kan finnes slik at en videre kan definere hvilke elementer som påvirker en eventuelt låsende (pinning) effekt av korn grensene ved rekrystallisering av materialet.
- For å vurdere tidsperspektivet ved en endring av utherdningstemperatur må nye forsøk gjennomføres for å finne hvilket tidsområde korrosjonen initieres. Dette kan gjøres ved å måle de presipitاتفrie sonene ved korrosjon opp mot de presipitاتفrie sonene på materiale uten korrosjon i TEM. Hyppig tidskontroll for hver prøve ved en bestemt temperatur blir viktig. Som en hypotese vil det for eksempel være mulig å drøfte; for en KK13-legering med mye katodisk Cu (0,384 vekt%) vil drivkraften for å danne korrosive initieringsfaser på korn grensen være betydelig større enn for en legering med mindre Cu. Dette gjør at det muligens kreves en mindre presipitاتفri sone for å utvikle samme intergranulære korrosjonsangrep.
- Brotsjingen som er gjort i etterkant av utherdningen, vil gi spenninger i materialet som videre vil kunne føre til endring i mikrostrukturen i nærliggende områder. Denne kaldformingsmetoden bør undersøkes nærmere, og utbedring som for eksempel å gjennomføre brotsjingen i forkant av varmebehandlingen bør tas opp til vurdering etter endt brotsjingsforsøk av materialet.
- Selv om konfidensintervallet på de 10 hardhetsmålingene er relativt stort for de overleddede prøvene i Figur 4.5.1 og 4.5.2 er det bekymringsverdig at hardheten til materialet reduseres så raskt ved utherdning på 155 °C og 200 °C. Dette for en komponent som skal tåle temperaturer opp mot 240 °C i et motorrom [35]. Spesielt for prøvene som er utherdet ved 200 °C (med størst usikkertetsnivå) vil det etter peakstyrke (T6) være et fall av hardhet med gjennomsnitt på 1,42 HV per time. Graden av hardhetsfall bør i høyeste grad undersøkes for å se om dette over tid kan påvirke styrken slik at en potensiell bruddmekanisme i styrekomponenten utarter seg.

Referanseliste

1. Hydro AS, *Slik bruker vi aluminium* [Cited 11.02.2016]; Available from: <http://www.hydro.com/no/Hydro-i-Norge/Om-aluminium/Hvorfor-aluminium/Slik-bruker-vi-aluminium/>
2. Aluminum Anodizers Council, *An Historical Perspective* pp. 44-49. [14.02.2016]
3. I.J. Polmear. *Light Alloys*, E. Arnold, Hodder & Stoughton Ltd. UK, Third edition, 1995.
4. J. R. Davis. *Corrosion Understanding The Basics*, ASM International, 2000. pp.151-157
5. J.R Davis. *Corrosion of Aluminum and Aluminum alloys*, ASM International, 1999. pp.25-45
6. P. R. Roberge, *Handbook of Corrosion Engineering*, McGraw-Hill, 2000.
7. R. Braun, *Materials Characterization*, Vol. 56, 2006, pp. 85-95.
8. G. Svenningsen, M.H. Larsen, J.H. Nordlien, K. Nisancioglu, *Corrosion Science*, Vol. 48 , 2006, pp. 258–272.
9. G. Svenningsen and M.H. Larsen, *Corrosion Science*, Vol. 48 , 2006, pp. 1528–1543.
10. G. Svenningsen and M.H. Larsen, *Corrosion Science*, Vol. 48, 2006, pp. 3969–3987.
11. ASM hand book *Properties and selection nonferrous alloys and special- purpose Material*, 1990, Vol. 2. pp. 12-14.
12. J.K. Solberg, *NTNU - Teknologiske metaller og legeringer*, Editor. 2010.
13. J.R. Davis, J. R. Davis & Associates, and ASM International. Handbook Committee. *Aluminum and Aluminum Alloys*. Asm Specialty Handbook. Asm International, 1993.
14. Magnus Hurlen Larsen *Effect of composition and thermomechanical processing on the intergranular corrosion of AA6000 aluminium alloys*. pp. 5-12.
15. Available from: <http://www.mdpi.com/1996-1944/7/6/4224/htm> [Cited 21.03.2016]
16. *Properties and selection nonferrous alloys and special- purpose material*, ASM hand book, 1990, Vol. 2. pp. 7-11.
17. Reiso, O., *Extrusion and Al Metallurgy*, i undervisningsnotater. 2013, NTNU
18. F.J. Humphreys , M.H., *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2004, Elsevier. p. 269-283.
19. G. Sha, e.a., *Characterization of Fe-rich Intermetallic Phases in a 6xxx Series Al Alloy*. Materials Science Forum, 2006. 519-521: p. 1721

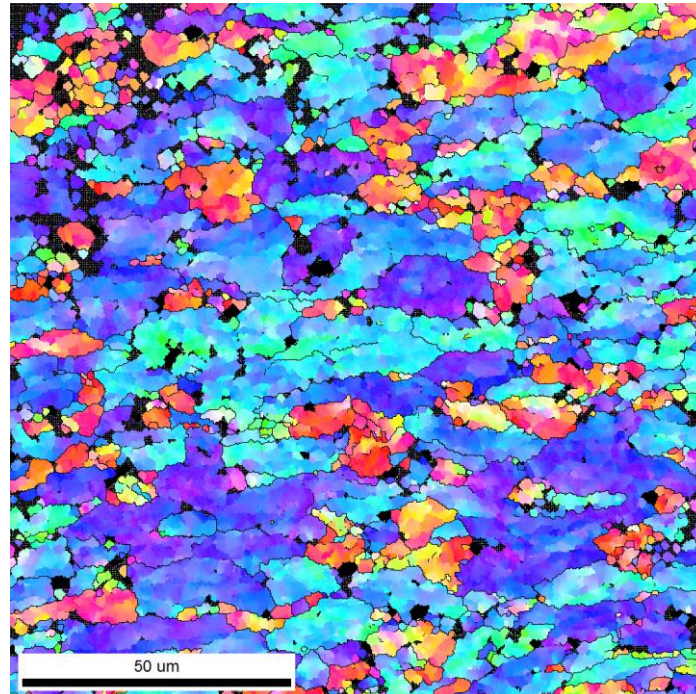
20. Murat, S. and T.T.I. James, *Physical Metallurgy and the Effect of Alloying Additions in Aluminum Alloys*, in Handbook of Aluminum. 2003, CRC Press.
21. Verlinden, B., *Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials*. Pergamon Materials Series, ed. R.W. Cahn. 2007: Pergamon.
22. Humphreys, F.J. and M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*. 1995: Elsevier.
23. A.Güzel, A.J., F.Parvizian, H.-G.Lambers, A.E. Tekkaya, B.Svendesen, H.J.Maier, *A new method for determining dynamic grain structure evolution during hot aluminum extrusion*. Journal of Materials Processing Technology, 2010: p. 323 - 330.
24. Available from: <http://aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?catid=68&pageid=-984994097> [Cited 11.04.2016]
25. *Preventive tiltak for å unngå rekrytllisasjon ved ekstrudering av aluminium*. Anders Veungen Berg, Henry Sigvart Valberg. Juni 2012.
26. Valberg, H.S., *Applied Metal Forming, Including FEM analysis* 2010, Cambridge University Press. p. 159 -164
27. *RD Doherty; DA Hughes; FJ Humphreys; JJ Jonas; D Juul Jenson; ME Kassner; WE King; TR McNelley; HJ McQueen; AD Rollett (1997). "Current Issues In Recrystallisation: A Review". Materials Science and Engineering A238: 219–274.*
28. B. Rinderer. *The metallurgy of homogenisation*. *Materials Science Forum*, 693:264–275, July 2011.
29. *The Effect of Alloying Elements on the Ductility of Al-Mg-Si Alloys* - Magnus Sætersdal Remøe
30. K. Strobel, E. Sweet, M. Easton, J. F. Nie, M. Couper, "Dispersoid Phases in 6xxx Series Aluminium Alloys", *Materials Science Forum*, Vols. 654-656, pp. 926-929, Jun. 2010
31. K. Matsuda, e.a., *Effects of Cu and Transition Metals on the Precipitation Behaviors of Metastable Phases in Al-Mg-Si*. *Materials Transactions*, 2002. 43(11): p. 2789-2795.
32. Myhr, O., Ø. Grong, and K. Pedersen, *A Combined Precipitation, Yield Strength, and Work Hardening Model for Al-Mg-Si Alloys*. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2010. 41(9): p. 2276-2289
33. Zhang, J., et al., *Equilibrium pseudobinary Al-Mg₂Si phase diagram*. *Materials Science and Technology*, 2001. 17(5): p. 494-496
34. Magnus Hurlen Larsen - *Effect of composition and thermomechanical processing on the intergranular corrosion of AA6000 aluminium alloys*.
35. Mailutveksling med Inge Erland Opheim, Steertec Raufoss AS. [15.01-15.5.2016]
36. A.K. Gupta, D.J.L., S.A. Court, *Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si*. *Materials Science and Engineering A*, 2001. 336: p. 11-17.

37. Lynch, J.P., L.M. Brown, and M.H. Jacobs, *Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys*. *Acta Metallurgica*, 1982. 30(7): p. 1389-1395.
38. J. Aucote, D.W.E., *Effects of excess silicon addition on ductility of Al0.95%Mg2Si Alloy*. *Materials Science and Technology*, 1977. s. 57-63.
39. *Influence of Various Additional Elements in Al Based Filler Alloys for Automotive and Brazing Industry* Ashutosh Sharma*, Y.S. Shin** and Jae-Pil Jung
40. *Mechanical Properties of Gas Metal Arc and Friction Stir AA6082-T6 Weldments*. Christina Rødsand Breivik. *Materials Technology*. Supervisor: Trond Furu, IMTE. Co-supervisor: Øystein Grong, IMT.
41. Chakrabarti, D., Y. Peng, and D.E. Laughlin. Precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions and the role of the Q'and related phases. in *Materials Science Forum*. 2002. Transtec Publications; 1999.
42. Marioara, C., et al., *The effect of Cu on precipitation in Al-Mg-Si alloys*. *Philosophical Magazine*, 2007. 87(23): p. 3385-3413.
43. I.L. Muller and J.R. Galvele, *Corros. Sci.*, 17, 179 (1977)
44. C. Vargel, *Corrosion of Aluminium*, Elsevier Ltd. (2004)
45. H. P. Godard, W. B. Jepson, M. R. Bothwell, *The Corrosion of Light Metals*, John Wiley & Sons, New York, 1967.
46. WA Metwally and M Mosalam. *Susceptibility of some 6000 Al weldments to pitting and intergranular corrosion*. *Metall*, 50(2):106–109, 1996.
47. O. R. Myhr and O. Grong. *Novel modelling approach to optimisation of welding conditions and heat treatment schedules for age hardening Al alloys*. *Science and technology of welding and joining*, 14(4):321–332, MAY 2009.
48. Stefano Maggiolino and Chiara Schmid. *Corrosion resistance in FSW and in MIG welding techniques of AA6XXX*. *Journal of materials processing technology*, 197(1-3):237–240, FEB 1 2008.
49. Abe, M., K. Asano, and A. Fujiwara, *Influence of the precipitate-free zone width on the tensile properties of an Al-6 Wt pct Zn-1.2 Wt pct Mg alloy*. *Metallurgical Transactions*, 1973. 4(6): p. 1499-1505.
50. Kuramoto, S., G. Itoh, and M. Kanno, *Intergranular fracture in some precipitation-hardened aluminum alloys at low temperatures*. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1996. 27(10): p. 3081-3088.
51. Ogura T., H.A., Sato T., *Effect of PFZ and Grain Boundary Precipitate On Mechanical Properties and Fracture Morphologies in Al-Zn-Mg(Ag) Alloys*. *Materials Science Forum*, 2010. 638-642: p. 297-302.
52. *The effect of microstructures on intergranular corrosion resistance of 6061 aluminium alloy extrusions*. 1999. pp. 548-552

53. M., M.W.A.a.M., *Susceptibility of some 6000 Al weldments to pitting and intergranular corrosion*. Vol. 50. 1996, Hannover, ALLEMAGNE: Giesel.
54. Mondolfo, L.F., *Aluminium Alloys: Structure and Properties*. 1976: Butterworths
55. A. Zahn, C.E. Caicedo-Martinez, J.M.C. Mol, L. Zhuang, H. Terryn and J. H. W. de Wit, *ATB Metallurgie* 45, 546 (2006)
56. Holmestad, Jon. (Scanning) *Transmission Electron Microscopy Studies of Grain Boundary Segregation relevant to Intergranular Corrosion in Al-Mg-Si-Cu Alloys*
57. aluMATTER - materials science & engineering - corrosion & corrosion control- forms of corrosion - pitting corrosion. Cited from: [<http://aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?catid=180&pageid=2144416697>].
58. R. A. Rodríguez-Díaz et al *Corrosion Behavior of AlMgSi Alloy in Aqueous Saline Solution*. 2014.
59. Bru, Magnus. *The Effect of Mn and Homogenisation Procedure on Mechanical Properties and Grain Structure in Extruded AA6082*
60. Mailutveksling med Jostein Røyset, Hydro Aluminium Sunndalsøra [25.4-10.5 2016]
61. Cited from [https://www.researchgate.net/figure/235664142_fig11_Fig-11-Resulting-grain-size-as-a-function-of-characteristic-of-dispersoids-f-r]
62. Haugstad, Ann Leni. *Intergranular corrosion in dependence of alloy and process. Cold forged 6082.51 and cold- /warm forged KK13*. 06.05.2015
63. Dr. Steger, Helmut. Dr. Weitzl, Johann. Tanja Scheilz. *Ermittlung der Anfälligkeit von Aluminium-Legierungen der Reihe 6xxx für interkristalline Korrosion. Testing the Sensitivity of 6xxx Aluminium Alloys for Intercrystalline Corrosion*. April 2011.
64. Johansen, Henning. *Materiallære – metaller. Materials Science*. 29.05.2016. [Cited from: [[http://www.ansatt.hig.no/henningj/materialteknologi/Materiallare/arbeidsplan/8.%20avsp.,%20rekryst.%20og%20kornv/Materiallaere-TDL-8-Avsp.,%20rekryst.%20og%20kornvekst%20\(IM+TDL\)-10.pdf](http://www.ansatt.hig.no/henningj/materialteknologi/Materiallare/arbeidsplan/8.%20avsp.,%20rekryst.%20og%20kornv/Materiallaere-TDL-8-Avsp.,%20rekryst.%20og%20kornvekst%20(IM+TDL)-10.pdf)]

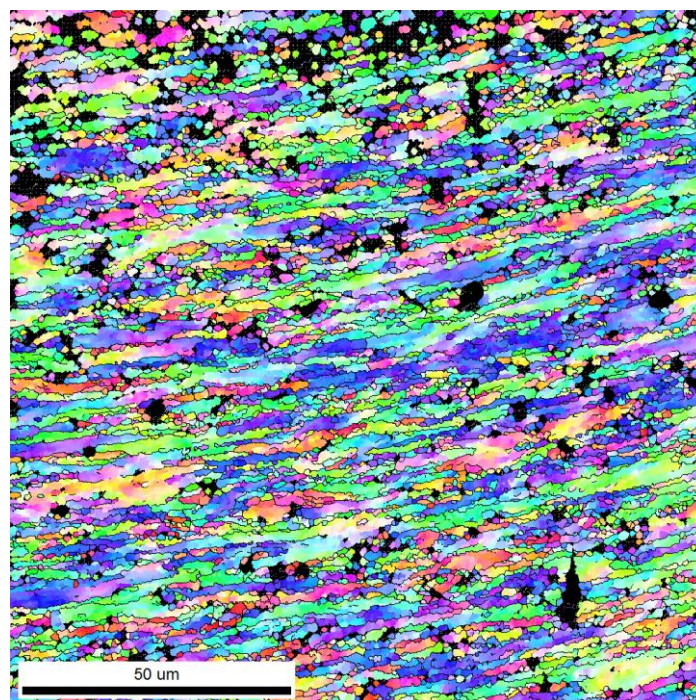
Vedlegg A: EBSD-analyser for ubehandlet prøve fra Steertec Raufoss AS

Topp av innvendig fortanning:



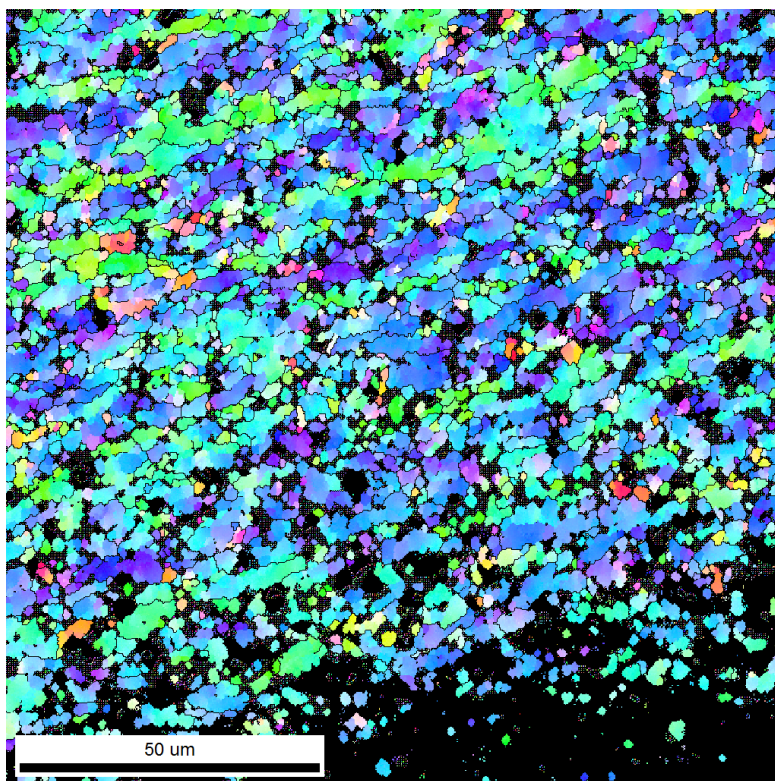
Figur A1: EBSD-skann av den innvendige fortanningstoppen på kalddeformert komponent fra Steertec uten varmebehandling. Skannet er tatt i kanten mot prøveoverflaten.

Bunn av innvendig fortanning:



Figur A2: EBSD-skann av den innvendige fortanningsbunnen på kalddeformert komponent fra Steertec uten varmebehandling. Skannet er tatt i kanten mot prøveoverflaten.

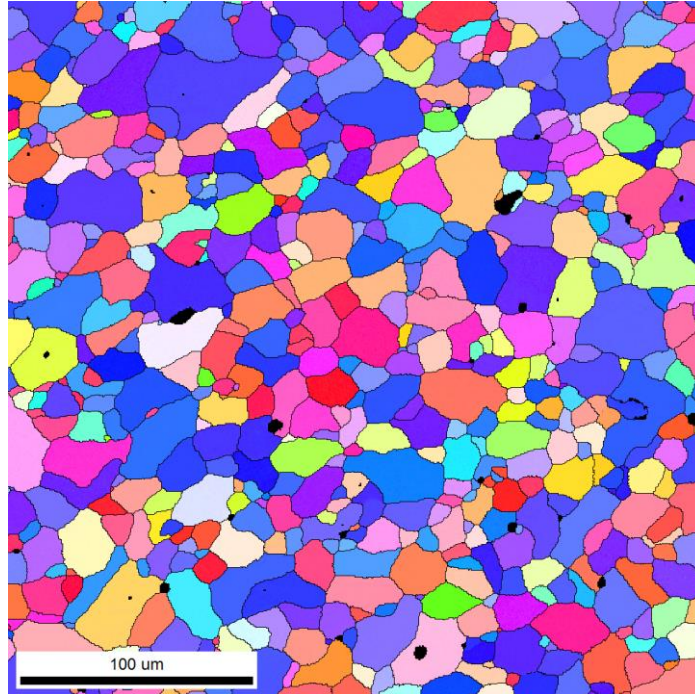
Kaldpresset ytterside:



Figur A3: EBSD-skann av den kaldpressede yttersiden på kaldeformert komponent fra Steertec uten varmebehandling. Skannet er tatt i kanten mot prøveoverflaten.

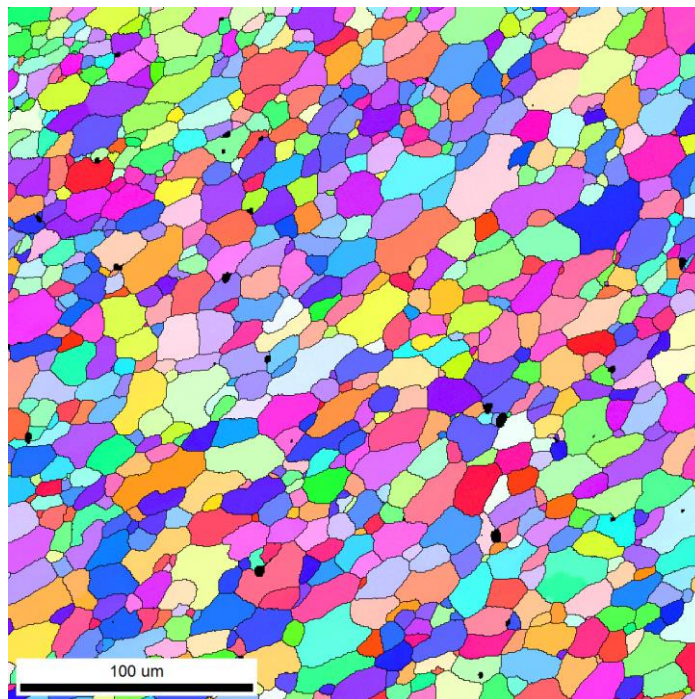
Vedlegg B: EBSD-analyser for varmebehandlet prøve fra Steertec Raufoss AS

Topp av innvendig fortanning:



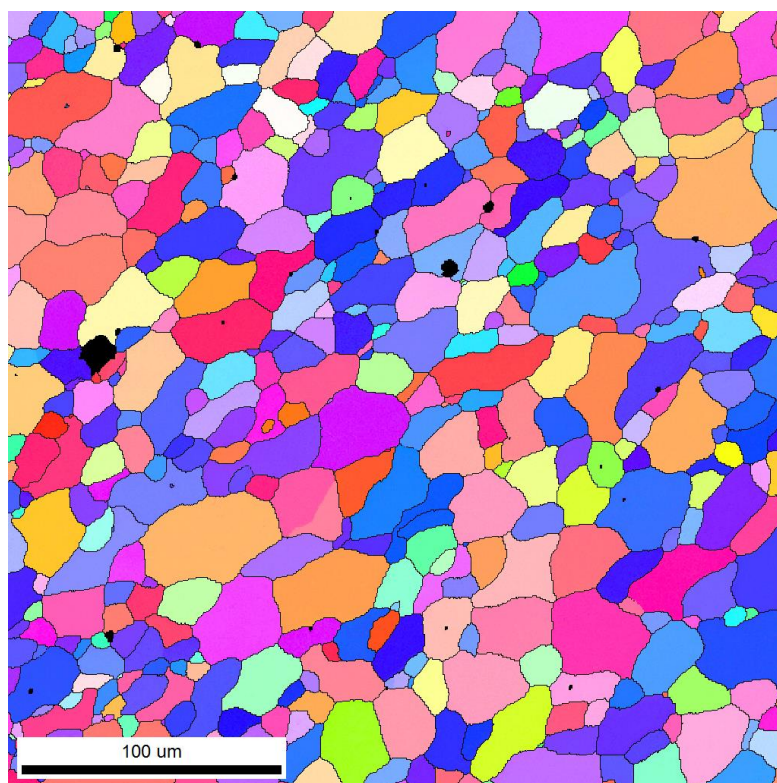
Figur B1: EBSD-skann av den innvendige fortanningstoppen på kalddeformert komponent fra Steertec med varmebehandling. Skannet er tatt i kanten mot prøveoverflaten.

Bunn av innvendig fortanning:



Figur B2: EBSD-skann av den innvendige fortanningsbunnen på kalddeformert komponent fra Steertec med varmebehandling. Skannet er tatt i kanten mot prøveoverflaten.

Kaldpresset ytterside:



Figur B3: EBSD-skann av den kaldpressede yttersiden på kaldeformert komponent fra Steertec med varmebehandling. Skannet er tatt i kanten mot prøveoverflaten.