

Utherdbare bimetall materialer fremstilt ved skrueekstrudering: AA 6060/ren magnesium

Eirik Mauland

Materialteknologi Innlevert: juli 2013 Hovedveileder: Hans Jørgen Roven, IMTE Medveileder: Kristian G. Skorpen, IMT Oddvin Reiso, IMT Nils Ryum, IMT

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet Institutt for materialteknologi

Forord

Denne oppgaven er skrevet som en masteroppgave i emnet TMT4905, våren 2013, ved Institutt for materialteknikk (IMT), Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet i Trondheim (NTNU).

Oppgaven er en videreføring fra en rekke oppgaver som har undersøkt fremstilling av aluminium ved skruekstrudering. I denne oppgaven går arbeidet ut på å undersøke muligheten for å danne en metallmatriks kompositt med aluminiumslegeringsmatriks og ren magnesium som forsterkende material ved skruekstrudering.

Jeg vil gjerne rette en takk til min hovedveileder Hans Jørgen Roven for tildeling av en spennende og innovativ masteroppgave og en fruktbar diskusjon og veiledning underveis. En takk til medveileder Kristian Grøtta Skorpen for veiledning og assistanse under det praktiske arbeidet og behjelpelighet med alt av praktiske og teoretiske spørsmål som har kommet opp. Takk til Oddvin Reiso for glød og initiativ i diskusjoner og behjelpelighet under arbeidet og Yingda Yu for innføring og hjelp under SEM-undersøkelsene. Jeg vil også takke medstudent Bodil Drange Pedersen for en god dialog og et givende samarbeid underveis i skriveprosessen.

Deklarasjon

Jeg bekrefter med dette at jeg har skrevet oppgaven på egenhånd etter retningslinjene gitt ved NTNU.

Eirik Mauland NTNU, 30. Juni, 2013

Sammendrag

Skruekstrudering er en ny, innovativ prosess for å fremstille metaller. Prosessens store fortrinn er et relativt lav energiforbruk sammenliknet med tradisjonell ekstrudering, noe som i dagens energisamfunn er meget aktuelt. Prosessen går ut på å mate granuler/pulver i en skrue som transporterer og konsoliderer metallet mot en dyseåpning. Friksjon og deformasjonsenergi varmer opp godset sammen med påført induksjonsvarme i ekstruderingsdysen slik at det oppnås plastisk flyt i ekstruderingskammeret og godset presses gjennom dyseåpningen til en ferdig profil.

I dette forsøket ble det undersøkt hvordan tilsats av ren magnesium granuler (rest AA6060 granuler) påvirket mikrostruktur og mekaniske egenskaper. Målet med ekstruderingen var å danne en Al/Mg metallmatriks kompositt (MMC).

Fire komposisjoner ble skruekstrudert i forsøket:

- AA6060 + 5 wt % Mg
- AA6060 + 7,5 wt % Mg
- AA6060 + 10 wt % Mg
- AA6060 + 12,5 wt % Mg

Ekstrudat av 5 wt % Mg og 7,5 wt % Mg gjennomgikk to herdeoppsett, utherding (T5) og inn- og utherding (T6).

Mikrostuktur og mekaniske egenskaper ble undersøkt for ekstrudatene i herdetilstandene uherdet (F), utherdet (T5) og inn- og utherdet (T6).

Det ble dannet et Al/Al₃Mg₂(Al₁₂Mg₁₇) AMMC etter skruekstrudering av hhv 5, 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg. Matriksen bestod av Al(Mg), med spiralbånd og fint fordelt Al₃Mg₂(Al₁₂Mg₁₇).

Det var store periodiske variasjoner i ekstruderingshastighet av 10 og 12,5 wt % Mg grunnet manglende flyt i materialet og minkende moment fra skruen grunnet minkende klebningsfriksjon ved økt Mg tilsats. 5 og 7,5 wt % Mg viste jevn ekstruderingshastighet.

Fasefordelingen endret seg som funksjon av økt mg tilsats. 5 wt % Mg viste kun tydelige intermetalliske spiralbånd, mens 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg i økende grad viste fint fordelte intermetalliske faser i matriksen i tillegg til de intermetalliske spiralbåndene. Den intermetalliske fasefordelingen over tverrsnittet var konsentrert i en sone mellom senter og ytterkant for alle ekstrudater. Sidekant og senter viste lite intermetalliske faser.

Ekstrudatene viste økende flytespenning, strekkfasthet og hardhet som funksjon av økt Mg tilsats for ekstrudatene med hhv 5, 7,5 og 10 wt % Mg tilsats. Dette var et resultat av økt arbeidsherding og fast løsningsherding grunnet høyere mengder Mg i matriksen og økt dispersjonsherding fra de intermetalliske fasene som økte i omfang og fordeling i matriksen. Forlengelsen avtok som funksjon av økt Mg tilsats.

De mekaniske egenskapene varierte betraktelig mellom parallellene i hvert ekstrudat og vitnet om inhomogene ekstrudatlengder.

Majoriteten av Al(Mg) matriksen til alle ekstrudater viste en fin likeakset dynamisk rekrystallisert kornstruktur på <15 μ m. Kornstrukturen omkring intermetalliske faser inneholdt deformert kornstruktur av feedstock strukturen i tillegg til dynamisk rekrystallisert struktur.

T5 herding ga herdebidrag til flytespenningen for 5 wt % Mg på ca 70 % og ca 10-20 % for 7,5 wt % Mg. T6 herding ga herdebidrag til flytespenningen for 5 wt % Mg på ca 40-70 % og ca 10-20 % for 7,5 wt % Mg.

Mikrostrukturen til T6 herdede prøver viste omfattende rekrystallisering og kornvekst i områdene ut mot sidekantene, foruten dette var kornstrukturen tilnærmet uavhengig av herdingen.

Strekkprøvene av 5 wt % Mg viste duktil bruddprofil, strekkprøvene av 7,5 wt % Mg viste kombinert sprø og duktil bruddprofil og strekkprøvene av hhv 10 og 12,5 wt % Mg viste sprø bruddprofil. Bruddprofilen til 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg viste delaminering i spiralbånd med intermetalliske faser over tverrsnittet.

Et konservativt overslag viste at overgangen mellom duktil til sprø bruddprofil inntraff ved hardheter mellom 70-80 og 90-100 HV(1) i matriks.

Summary

Screw extrusion is a new, innovative process for producing metals. The process advantage is a relatively low energy consumption compared with traditional extrusion, which in today's energy focused society is of great interest. The process involves feeding granules/powder in a screw which transports and consolidates the metal towards a die. Friction and deformation energy heats up the substrate along with applied induction heating in the extrusion die so as to provide plastic flow in the extrusion chamber. The substrate is following forced through the die orifice into a finished profile.

In this experiment, it was investigated how the addition of pure magnesium granules (residual AA6060 granules) affected the microstructure and mechanical properties. The aim of the extrusion was to form an Al / Mg metal matrix composite (MMC).

Four compositions were screw extruders in the experiment:

- AA6060 + 5 wt % Mg
- AA6060 + 7.5 wt % Mg
- AA6060 + 10 wt % Mg
- AA6060 + 12.5 wt % Mg

Extrudates of 5 wt % Mg and 7.5 wt % Mg underwent two tempering setups, artificial aging (T5) and solution heat treatment and artificial aging (T6).

Microstructure and mechanical properties were investigated for extrudates in curing conditions as-fabricated (F) artificial aged (T5) and solution heat treated and artificial aged (T6).

There was produced an Al/Al₃Mg₂ (Al₁₂Mg₁₇) AMMC after screw extrusion of respectively 5, 7.5, 10 and 12.5 wt% Mg. The matrix consisted of Al (Mg), with spiral ribbons and finely divided Al₃Mg₂ (Al₁₂Mg₁₇) inter-metallics.

There were large periodic variations in the extrusion speed of 10 and 12.5 wt % Mg due to lack of flow in the material and decreasing torque of the screw due to sticking friction with increasing Mg additive. 5 and 7.5 wt % Mg displayed steady extrusion speed.

Phase distribution changed as a function of increased Mg additive. 5 wt % Mg displayed only apparent inter-metallic spiral ribbons, while 7.5, 10 and 12.5 wt % Mg increasingly displayed evenly distributed intermetallic phases in the matrix in addition to the inter-metallic spiral bands. The intermetallic phase distribution over the cross section was concentrated in a zone between center and periphery for all extrudates. Border and center displayed little intermetallic phases.

Extrudates displayed increasing yield strength, tensile strength and hardness as a function of increasing Mg addition in extrudates with respectively 5, 7.5 and 10 wt % Mg additive. This was a result of increased work hardening and solid solution

hardening due to higher amounts of Mg in the matrix and increased dispersion hardening by the intermetallic phases which increased in scale and distribution in the matrix. Elongation decreased as a function of increased Mg addition.

The mechanical properties varied significantly between the parallels of each extrudate and testified inhomogeneous extrusion lengths.

The majority of Al (Mg) matrix extrudates displayed a fine equiaxed dynamic recrystallized grain structure of $<15 \mu m$. The grain structure surrounding the intermetallic phases contained deformed grain structure of feedstock material as well as dynamically recrystallized structure.

T5 heat treatment gave hardening contribution to the yield stress of 5 wt% Mg at about 70% and about 10-20% for 7.5 wt % Mg. T6 hardening gave hardening contribution to the yield stress for 5 wt % Mg at about 40-70% and 10-20% for 7.5 wt % Mg.

The microstructure of T6 hardened samples displayed extensive recrystallization and grain growth in the areas extending from the side edges, besides this was grain structure nearly independent of heat treatment.

The specimens of 5 wt % Mg displayed ductile fracture profile, tensile specimens of 7.5 wt % Mg displayed combined brittle and ductile fracture profile and tensile specimens respectively 10 and 12.5 wt % Mg displayed brittle fracture profile. The fracture profiles of 7.5, 10 and 12.5 wt % Mg displayed delamination of the spiral bands of intermetallic phases over the cross section.

A conservative estimate displayed that the transition from ductile to brittle fracture profile occurred at hardness values of between 70-80 and 90-100 HV(1) in the matrix.

Innholdsfortegnelse

1	Innled	ning1
2	Teori.	
2	2.1 K	Convensjonell ekstrudering2
	2.1.1	Generelt2
	2.1.2	Termodynamikk2
	2.1.3	Friksjon4
4	2.2 S	krueekstrudering6
	2.2.1	Generelt6
	2.2.2	Materialflyt under skrueekstrudering6
	2.2.3	Friksjon under skruekstrudering7
	2.2.4	Kjemisk og termisk rensing8
4	2.3 A	1 - legeringer
	2.3.1	6xxx
	2.3.2	Varmebehandling10
	2.3.3	AA606014
	2.3.4	Skruekstrudert AA606014
2	2.4 N	Iagnesium16
2	2.5 N	Ietallmatriks kompositter (MMC)17
	2.5.1	Deformasjonsprosessering av Al/Mg17
	2.5.2 Al/Mg	Dannelse av intermetalliske faser ved deformasjonsprosessering av 18
	Alumi	nium-baserte metallmatriks kompositter (AMMC)20
4	2.6 D	Deformasjon ved høye temperaturer22
	2.6.1	Gjenvinning22
	2.6.2	Rekrystallisering
	2.6.3	Dynamisk gjenvinning23
	2.6.4	Geometrisk dynamisk rekrystallisering23
	2.6.5	Superplastisk flyt

	2.6.6	5 Diffusjonsteori	.24
	2.7	Styrkemekanismer i polykrystallinske materialer	.26
	2.7.1	I Fast løsnings herding	.26
	2.7.2	2 Dispersjonsherding	.26
	2.7.3	3 Presipitatherding	.27
	2.7.4	4 Arbeidsherding	.27
	2.7.5	5 Kornstørrelse	.27
	2.8	Strekktesting og fraktografi	.28
	2.8.1	Elastisk- og plastisk deformasjon og flytepunkter	.28
	2.8.2	2 Dynamisk tøyningselding	.28
	2.8.3	3 Fraktografi	.30
3	Eksp	perimentelt	.32
	3.1	Feedstock-materiale	.32
	3.2	Kjemisk og termisk rensing	.32
	3.3	Skrueekstrudering	.32
	3.3.1	Montering av skrueekstruder	.32
	3.3.2	2 Skruekstruderingforsøk	.33
	3.4	Varmebehandling	.34
	3.4.1	1 T5-herding	.34
	3.4.2	2 T6-herding	.34
	3.5	Strekktesting	.34
	3.6	Makro- og mikrohardhet	.35
	3.7	Mikrostruktur	.35
	3.8	Polarisert lysmikroskopi	.35
	3.9	SEM	.36
	3.10	Fraktografi	.36
4	Resu	ıltater	.37
	4.1	Prosessparametere	.37
	4.2	Diffusjon	.38
	4.3	Mikrostruktur	.39

	4.3.1	Feedstock
	4.3.2	Uherdet
	4.3.3	Herdet
	4.3.4	Intermetalliske faser
	4.4 S	trekktesting49
	4.4.1	Strekkurver
	4.4.2	Serratert flytprofil
	4.5 F	raktografi
	4.6 H	ardhetsmålinger
	4.6.1	Makrohardhet
	4.6.2	Mikrohardhet
5	Diskus	
	5.1 E	ksperimentelt
	5.1.1	Ekstruderingskjøring og driftsparametere
	5.1.2	Anodisering
	5.2 G	enerelt om komposisjon og fasefordeling i herdetilstand F/T158
	5.2.1	Diffusjon
	5.2.2	Lokal smelting
	5.3 G	enerelt om kornstruktur i herdetilstand F61
	5.4 S	trekktesting og fraktografi62
	5.4.1	Uherdet
	5.4.2	Herdet
	5.4.3	Serratert flyt
	5.5 H	ardhetsmålinger67
	5.5.1	Makrohardhet67
	5.5.2	Mikrohardhet
c	Konkl	usjon69
0		
0 7	Videre	arbeid
0 7 8	Videre Appen	arbeid

8.2	Appendiks B	X
8.2.1	1 5 wt% Mg-herdetilstand F	XI
8.2.2	2 7,5 wt% Mg-herdetilstand F	XIII
8.2.3	3 10 wt% Mg, herdetilstand F	XV
8.2.4	4 12,5 wt% Mg-herdetilstand F	XVII
8.2.5	5 5 wt% Mg, herdetilstand T5	XIX
8.2.0	6 7,5 wt% Mg, herdetilstand T5	XX
8.2.7	7 5 wt% Mg, herdetilstand T6	XXI
8.2.8	8 7,5 wt% Mg, herdetilstand T6	XXII
8.3	Appendiks C	XXIII
8.4	Appendiks D	XXV

Forkortelser

FCC	Face Centered Cubic structure
BCC	Body Centered Cubic structure
HCP	Hexagonal Close Packed structure
MMC	Metal Matrix Composite
AMMC	Aluminum Metal Matrix Composite
ARB	Accumulative Roll Bonding
FSW	Friction Stir Welding
MA	Mechanical Alloying
бххх	Al-Mg-Si legeringer
HV(1)	Hardhet Vickers, (1 kg last i inntrykket)
HV(0,025)	Hardhet Vickers, (25 g last i inntrykket)
HAZ	Heat Affected Zone
SEM	Scanning Electron Microscope
EDS	Energy Dispersive Spectrometer
SE detektor	Secondary Electron detektor
AsB detektor	Angle selective Backscatter detektor
T _m	Smeltetemperatur
PLC effekt	Portevin-Le Chatelier effekt
5 wt % Mg	5 vektprosent magnesium, rest AA6060
7,5 wt % Mg	7,5 vektprosent magnesium, rest AA6060
10 wt % Mg	10 vektprosent magnesium, rest AA6060
12,5 wt % Mg	12,5 vektprosent magnesium, rest AA6060

1 Innledning

Skruekstrudering er en ny, innovativ prosess for å fremstille metaller. Prosessens store fortrinn er et relativt lav energiforbruk sammenliknet med tradisjonell ekstrudering, noe som i dagens energisamfunn er meget aktuelt. Prosessen går ut på å mate granuler/pulver i en skrue som transporterer og konsoliderer metallet mot en dyseåpning. Friksjon og deformasjonsenergi varmer opp godset sammen med påført induksjonsvarme i ekstruderingsdysen slik at det oppnås plastisk flyt i ekstruderingskammeret og godset presses gjennom dyseåpningen til en ferdig profil.

I tidligere forsøk har det blitt undersøkt skruekstrudering med granuler av aluminumslegering AA6060. Disse forsøkene har undersøkt materialflyt under skruekstrudering [1], prosessparameterene: mating, moment, temperatur og deres innvirkning på ferdig profil [2] og innvirkningen av termisk og kjemisk rensesteg på ekstrudatets mekaniske egenskaper og mikrostruktur [3].

I dette forsøket skal det undersøkes hvordan tilsats av ren magnesium granuler (rest AA6060 granuler) påvirker mikrostruktur og mekaniske egenskaper. Målet med ekstruderingen var å danne en Al/Mg metallmatriks kompositt (MMC).

En metallmatriks kompositt er et material som etter konsolidering inneholder to eller flere distinkte faser. Typisk benyttes en relativ lett og myk matriks med tilsats av et forsterkende material som et keram eller metall. Aluminiumbaserte metallmatriks kompositter (AMMC) har blitt fremstilt med en variasjon av keramer og metaller. I figur 1 vises en Al/SiC AMMC. [4]



Figur 1: figuren viser mikrostrukturen til en støpt AMMC Al/SiC med 30 wt % SiC [5]

Fire komposisjoner ble skruekstrudert i forsøket:

- AA6060 + 5 wt % Mg
- AA6060 + 7,5 wt % Mg
- AA6060 + 10 wt % Mg
- AA6060 + 12,5 wt % Mg

Ekstrudat av 5 wt % Mg og 7,5 wt % Mg gjennomgikk to herdeoppsett, utherding (T5) og inn- og utherding (T6).

Mikrostuktur og mekaniske egenskaper ble undersøkt for ekstrudatene i herdetilstandene uherdet (F), utherdet (T5) og inn- og utherdet (T6).

2 Teori

2.1 Konvensjonell ekstrudering

2.1.1 Generelt

Ekstrudering er en plastisk deformasjonsprosess hvor en metallblokk ved trykkpåkjenninger tvinges til å flyte gjennom en dyseåpning av mindre tverrsnittsareal enn metallblokkens. [6]

Den vanligste formen for ekstrudering av metaller er å presse en sylindrisk blokk gjennom en dyseåpning med et stem med høyt påført trykk til en ønsket profil. Denne formen for ekstrudering kalles direkte ekstrudering og benyttes for å produsere barer, wire, tuber og andre mer komplekse geometrier. Prosessen vises skjematisk i Figur 2. En annen form for ekstrudering er med et hult stem presse dysen mot en stasjonær blokk og på den måten ekstrudere profilen. Denne ekstruderingsprosessen kalles indirekte ekstrudering. [7]



Figur 2: figuren viser skjematisk prinsippet bak friksjonsassistert direkte ekstrudering. [6]

Under ekstrudering blir det dannet en omfattende spenningstilstand i godset som fører til store materialdeformasjoner. Ekstruderingsprofilen har betydelig mindre tverrsnitt sammenliknet med godset og det kreves dermed at materialet innehar en lav flytespenning i tillegg til den høye påførte spenningen fra stemmet. Dette oppnås vanligvis ved å heve temperaturen i godset slik at materialets flytespenning minker. For aluminiumslegeringer vil dette temperaturområdet vanligvis ligge på 400-500^oC, mens det for eks. ved ekstrudering av rustfrie stål vil ligge opp mot 1250^oC. [7]

2.1.2 Termodynamikk

Det vil genereres varme fra både deformasjonsarbeid og friksjonsarbeid under ekstrudering. Noe av varmen vil forbli i ekstrudatet, noe vil distribueres til beholderen og dysen og noe vil føre til oppvarming av resten av godset.

Figur 2 viser kildene til varmeutvikling under direkte ekstrusjon. Det meste av energien fra deformasjonen vil overføres til varmeenergi. Deformasjonsenergien kan resultere i en temperaturøkning på flere hundre grader. Friksjonskreftene langs beholderen og dysen vil føre til en oppvarming av disse samt en temperaturendring i godset.

Temperaturendringene under ekstruderingen vil bero på mange faktorer, hvor de viktigste vil være:

- Godsets initielle temperatur
- Flytespenningen til legeringen ved gitt tøyning, tøyningsrate og temperatur
- Plastisk deformasjon
- Friksjonen i grenseflatene mellom ekstrudat og hhv beholderveggen, død metall sone og dyse
- Varmeoverføringen

Temperaturdistribusjonen i godset under ekstruderingen beror også på flere faktorer og viktige parametere presenteres her kort.

- **Mekaniske egenskaper**: De mekaniske egenskapene til godset vil påvirke varmeutviklingen på grunn av deformasjon og friksjon. Varmeutviklingen er direkte proporsjonal med flytespenningen ved en gitt temperatur, tøyning og tøyningsrate. Ved friksjon øker temperaturen proporsjonalt med friksjonsskjærspenningen.
- **Friksjon**: Temperaturdistribusjonen i tverrsnittet avhenger sterkt av friksjonen i beholder, dyseveggen og dødmetalsonen. Friksjonen presenteres videre i kapitel 2.1.3.
- Stempelhastighet: Temperaturen øker med økt stempelhastighet da tøyningsraten er direkte proposjonal med stempelhastigheten. Varmeutviklingen er igjen direkte proposjonal med tøyningsraten.
- **Ekstruderingsraten**: Ekstruderingsraten beskriver forskjellen i tverrsnitt fra godset til ferdig ekstrudat. En høy ekstruderingsrate vil føre til høy grad av deformasjon og tøyning som genererer varme.
- **Dysegeometri**: Dysegeometrien vil påvirke varmeutviklingen ved at et stort friksjonsareal vil genererere mer varme sammenliknet med et lite.

Ekstruderingens temperaturdistribusjon over tverrsnittet vil være sterkt avhengig av dysefriksjonen, ekstruderingshastigheten og varmeoverføringsegenskapene til ekstrudatet. Temperaturdistribusjonen over tverrsnittet vil typisk følge enten profil a, eller b, i Figur 3 ved ekstrudering. Variasjoner i temperatur og deformasjon i ekstruderingstverrsnittet vil kunne medføre variasjoner i kornstørrelsen gjennom ekstrudatlengden. [6]



2.1.3 Friksjon

Det vil oppstå friksjon i alle typer metallformingsprosesser. Friksjonen dannes da to overflater er i kontakt og i relativ bevegelse til hverandre. Friksjonen er avhengig av flere ulike parametere og er ikke direkte målbar. Parameterene relativt trykk, temperatur, overflateruhet og materialvalg påvirker friksjonen.

Under ekstrudering vil det oppnås metall-mot-metall kontakt mellom dysens sylindriske og koniske overflate og ekstrudatet. Trykket her vil kunne bli meget høyt, i størrelsesorden av flytestyrken til materialet. Den relative bevegelsen sammen med høyt trykk og friksjonskrefter resulterer i en økning i temperatur. Denne prosessen medfører slitasje og plastisk flyt av ekstrudatet(Figur 4). Dette kan også resultere i en opphopning av ekstrudat rundt dyseveggene. [8]



Figur 4: figuren viser skjematisk mekanismene under friksjon

Det er vanskelig å bestemme reelle friksjonsverdier på grunn av kompleksiteten til forskjellige deformasjonsprosesser. Hver formingsprosess vil ha unike friksjonskoeffisienter selv om overflater og smøring er identiske. Disse koeffisientene er blitt bestemt gjennom et stort spekter av modeller som passer prosessene og forskjellige materialer. [8]

Adhesiv slitasje

Adhesiv slitasje karakteriseres som overføring av materiale fra en overflate til en annen under relativ bevegelse (Figur 5). Denne type slitasje er et resultat av adhesive krefter som virker i kontaktflatene mellom overflateujevnheter. Overført materiale blir enten permanent eller delvis festet til den andre overflaten. Slitasjeformen kjennetegnes med høye slitasjerater og ustabile friksjonskoeffisienter. Adhesjonen påvirker direkte friksjonskoeffisienten til et materiale, hvor høy grad av adhesjon medfører generering av høye friksjonskrefter.



Figur 5: Figuren viser adhesiv slitasje. I a er substratene festet sammen ved hjelp av adhesive krefter, og b viser permanent overført substrat.

De fleste metaller vil adhere hvis forholdene ligger til rette for det. Adhesive krefter er avhengig av flere faktorer som relativt trykk, overflateruhet, oksidlag, hardhet og krystallstruktur.

Oksidlag på overflatene til metaller forhindrer direkte kontakt mellom metaller og vil opptre som en adhesjonsbarriere. Et økt relativt trykk og økte temperaturer mellom to overflater vil øke adhesjonen.

Metaller består i hovedsak av fire forskjellig krystallstrukturer, FCC, BCC, HCP og tetragonale. Det er funnet eksperimentelt at metaller med HCP krystallstruktur viser betraktelig mindre adhesjon sammenliknet med andre krystallstrukturer. Høy hardhet, e-modul og overflateenergi fører også til en minkende adhesjon.

Den høyeste adhesjonen inntreffer mellom identiske materialer, mens bimetalliske kombinasjoner viser mindre grad av adhesjon og følgelig mindre friksjon.

Forskjellen i adhesjonsegenskapene til metaller med relativ lik hardhet er knyttet mot nødvendigheten for noe plastisk deformasjon mellom ruhetene før virkelig kontakt kan inntreffe. HCP metaller har mye færre slippsystemer og er av den grunn mindre duktile sammenliknet med FCC metaller. Dette medfører at HCP metaller vil ha en mindre grad av adhesjon. I Figur 6 presenteres adhesjonskoeffisienter for forskjellige metaller mot hardheten. [9]



Figur 6: Figuren viser adhesjonskoeffisienter til forskjellige metaller mot hardheten [9]

2.2 Skrueekstrudering

2.2.1 Generelt

Skrueekstrudering av metaller er et nytt felt som foreløpig ligger på forskningsnivå og har ennå ikke blitt kommersialisert. Hovedprinsippet ligger i å mate granulater i en skrue som transporterer granulatet til en oppvarmet dyse. Varmen i dyseåpningen fører til klebningsfriksjon mellom granulatene i ekstruderingskammeret og ytterligere varmeutvikling. Momentet fra skruen fører til plastisk flyt og presser ekstrudatet gjennom dyseåpningen til en ferdig profil. Ekstruderingen bestemmes av matehastighet, skruemoment, dysetemperatur samt temperaturer innover i skruen. Prosessen er aktuell for kommersialisering da energibehovet er betydelig mindre sammenliknet med tradisjonell ekstrudering. Prosessen åpner muligheten for kontinuerlig resirkulering da det i motsetning til tradisjonell ekstrudering er en kontinuerlig prosess. Figur 7 viser en skjematisk tegning av en enkeltvinge skrueekstruder. [1]



Figur 7: figuren viser skjematisk tegning av en enkeltvinge skrueekstruder [1]

2.2.2 Materialflyt under skrueekstrudering

Materialflyt under skruekstrudering er undersøkt i PhD oppgaven "Material flow in screw extrusion of aluminum" av Widerøe. Flytprofilen under skrueekstrudering er betydelig mer kompleks sammenliknet med ordinær ekstrudering. Flytprofilen vil være sterkt avhengig av skruegeometri, matehastighet og rotasjonshastighet. Konsolidering av granulene inntreffer i skruekanalen og i ekstruderingskammeret da granulene mikrosveises til hverandre, og styres av friksjonsforhold og temperaturer. Kompakteringen av granulene bestemmes av trykkdannelsen i det materialet presses fremover og danner en tett masse som videre kontinuerlig deformeres gjennom ekstruderingskammeret. Under enkeltvinge skruekstrudering vil det dannes døde og saktegående soner med materialet langs beholderveggene da disse vil klebe til beholderveggen. Disse sonene vil gjennomgå en betydelig deformering og vil bevege seg sakte mot dyseåpningens sidekant. En saktegående soner vil også dannes i bakkant av skruen. Mellom disse sonene vil materialet flyte relativt hurtig mot dyseåpningen. Fenomenet er vist ved skisse i Figur 8 og flytprofilen til enkeltvinge ekstrudat matet med AA6060 granul med periodisk kontrastvæske vises i Figur 9. [1]



Figur 8: figuren viser en skjematisk illustrasjon av typisk materialflyt under skrueekstrudering. [1]



Figur 9: figuren viser flyten til enkeltvinge ekstrudert AA6060 periodisk ispedd kontrastvæske. [1]

2.2.3 Friksjon under skruekstrudering

Siden skrueekstrudering er en relativ ny prosess ligger lite data tilgjengelig om friksjonskreftene som inntreffer.

Widerøe og Welo har i en artikkel undersøkt hvordan forholdene for klebningsfriksjon mellom en aluminiumslegering, AA6060, og verktøystål endres ved endringer i temperaturer (250-500[°]C) og trykkpåkjenninger. Hensikten med artikkelen var å finne en ny metode for å bestemme grenseverdier for når klebningsfriksjon inntreffer. Artikkelen konkluderer med at det normale trykket nødvendig for å oppnå klebning er sterkt temperaturavhengig, hvor høyere trykk er nødvendig for å oppnå klebning ved lave temperaturer. Trykk-mot-skjærstyrke, (q/\bar{k}) , til aluminiumen i overgangen mellom glidning og klebning var her vist å være ca. 0,6 ved temperaturer over 300[°]C og ca. 0,7 for 250[°]C. [1] Flitta og Sheppard har sett på endringer i friksjonskoeffisient ved økte temperaturer for en ekstrudert AA2024 legeringer og konkluderte med at det fra 300[°]C til 450[°] oppnåddes en betydelig høyere friksjonskoeffisient. Friksjonskarakteristikken endret seg fra kleb og slipp til ren klebningsfriksjon ved høyere temperaturer. Koeffisientene vises grafisk i Figur 10. [10]



Figur 10: figuren viser endringer i friksjonskoeffisient til AA2024 under ekstrudering ved forskjellige temperaturer. [10]

2.2.4 Kjemisk og termisk rensing

Det vil forekomme forurensinger på resirkulerte aluminiumslegeringer og da i særlig grad olje og fett. Siden det er aktuelt å bruke resirkulerte aluminiumslegeringer i forsøket må testoppsettet inkludere rensesteg. Aceton og termisk rensing er effektive metoder for å fjerne olje og fett og blir følgelig gjennomgått for å bestemme renseparameterene i forsøket. Fett og olje bør fjernes før ekstrudering.

Aceton er den enkleste typen ketoner. Aceton er et kraftig løsemiddel som er løselig med vann og nesten alle organiske løsemiddel. Dette er grunnen det benyttes når kraftig avfetting er nødvendig. [11]

Ved termisk rensing er det viktig at temperaturen er høy nok til at smøremidler fordamper. Temperaturen bør samtidig være relativ lav for å forhindre oksidering. Tidligere termisk rensingsoppsett i doktoravhandlingen "Solid state recycling of aluminium scrap and dross characterization" av Jirang Cui viste at minimumstemperaturen som fører til omfattende oksidering på en acetonrenset AA6060 legering lå på $\sim 428^{\circ}$ C. Samtidig viste forsøk at forbrenningen av forurensinger etter acetonrensingen nådde sin topp ved ~331^oC. [12] Forsøket av Lim et al. underbygger dette. Termisk avfetting av en aluminiumslegering viser her 95 wt% avfetting ved 350°C i 30min. [13] Oksideringen av magnesium er også sterkt temperaturavhengig. Oksidlaget vokser anisotropt på overflaten på substratet og har en tykkelse som kun er marginalt avhengig av temperaturer opp til $410 < 437^{\circ}$ C. Ved høye temperaturer $>437^{\circ}$ C vil oksideringen endre karakter og dannes ved noduldannelser i overflaten. Figur 11 viser hvordan noduldannelsen skjer ved høye temperaturer og Figur 12 viser hvordan oksideringen endrer karakter som resultat av økt temperatur over tid [14].



Figur 11: figuren viser mekanismene bak noduldannelse ved høytemperatur oksidering av Mg. [14]



Figur 12: figuren viser sammenhengen mellom temperatur og oksidering av Mg over forskjellige tidsintervaller. [14]

2.3 Al - legeringer

2.3.1 6xxx

6xxx legeringer er basert på aluminium. Aluminum innehar en lav tetthet, 2,7 g/cm³ en FCC krystallstruktur og en meget god duktilitet.

6xxx legeringer er innlegert med Mg og Si som hovedinnlegeringselementer. Dette medfører at legeringsgruppen er utherdbar og danner herdende presipitater av Mg₂Si ved varmebehandling. Gjennomgang av varmebehandling av 6xxx legeringer presenteres i kapittel 2.3.2. Legeringsgruppen kjennetegnes med god formbarhet, sveisbarhet, maskinell bearbeidbarhet og korrosjonsmotstand. Styrken betegnes som mellomsterk. Bruksområdene til 6xxx er blant annet i arkitektuelle strukturer, sykkelrammer, transportutstyr, brorekkverk og sveiste strukturer.

Figur 13 viser wt % Mg og wt % Si konvolutter for et utvalg 6xxx legeringer.



Figur 13: figuren viser et utvalg 6xxx legeringers wt % Mg og wt % Si innhold med inntegnet Mg₂Si likevektslinje [15]

2.3.2 Varmebehandling

Varmebehandlingen beskriver oppvarming og avkjøling som påføres et material for å endre de mekaniske egenskapene, mikrostrukturen eller restpenningstilstanden til et metall. For aluminiumslegeringer vil dette begrepet i hovedsak begrense seg til prosesser som øker styrken og hardheten til utherdbare legeringer. 6xxx legeringer er utherdbare legeringer på grunn av innlegeringen av magnesium og silisium. Disse elementene vil ved egnet varmebehandling danne den herdende fasen Mg₂Si.

Varmebehandling for å øke styrken til aluminiumslegeringer er en trestegsprosess.

• Innherding/løsningsgløding: oppløsning av løselige faser

- Bråkjøling: dannelsen av en overmettet fast løsning
- Utherding/kaldherding: presipitering av tvangsløste atomer enten ved romtemperatur (naturlig elding) eller ved høyere temperaturer (kunstig elding)

Herdetilstanden til legeringer designeres med betegnelsene gitt av Tabell 1.

 Tabell 1: Tabellen viser aktuelle herdetilstander for aluminumslegeringer. [16]

Aluminiumslegeringers herdebetegnelser

- F Som produsert. Betegner smidde og støpte legeringer uten noen spesiell kontroll over termiske forhold eller arbeidsherdingsprosesser for å oppnå spesifikke egenskaper
- **T** Termisk behandlet for å oppnå stabile herdninger. T er alltid fulgt av et siffer som beskriver kombinasjonene av spesifikke herdeprosesser.
- **T1** Avkjølt fra opphøyede temperaturprosesser og naturlig eldet til stabil tilstand.
- **T5** Avkjølt fra opphøyede temperaturprosesser med påfølgende utherding.
- T6 Innherdet, bråkjølt med påfølgende utherding til maks styrke
- **T7** Innherdet, bråkjølt med påfølgende overelding

Innherding

For å oppnå en homogen fast løsning blir legeringen varmet opp over solvustemperaturen slik at det i fast løsning oppnås maksimale mengder løselige herdende elementer. Prosessen består av å legge legeringen i væske som holder en høy nok temperatur og over et langt nok tidspenn slik at vi oppnår en homogen fast løsning.

Solvustemperaturen er bestemt av komposisjonen Al/Mg, for 6xxx legeringer. Denne representerer lavest mulig temperatur for fullstendig løsning. Temperaturen bør ikke overgå den eutektiske smeltetemperaturen. Omfattende eutektisk smelting vil kunne forringe strekkfastheten, duktiliteten og slagseigheten til legeringen. Det er vanlig å beregne inn en sikkerhetsmargin over solvustemperaturen for å sikre fullstendig løsning og diffusjon, og under eutektiske smeltetemperaturer for å unngå smelting. For legeringer med komposisjoner over løselighetsgrensene til elementer i matriks vil det være hensiktsmessig å legge seg så nærme de eutektiske smeltetemperaturene som mulig.



Figur 14: figuren viser et Al-Mg fasediagram

Ved høye oppvarmingstemperaturer må det påberegnes en risiko for ikke-eutektisk smelting. Ved en hurtig oppvarming av en Al0<17,1%Mg vil fasene Al₃Mg₂ og Al₁₂Mg₁₇ ikke løses opp like mye som ved en meget langsom oppvarming. Fasene vil eksistere uløst over solvus og kunne danne en eutektisk smelte hvis temperaturene overgår de eutektiske smeltetemperaturene. Denne smeltefasen vil dannes i grenseflatene mellom de intermetalliske fasene og matriksen. Fasene vil ved tilstrekkelig tidsspenn ved opphøyede temperaturer løses i matriksen, men kan ved prematur bråkjøling, størkne og danne fine eutektiske rosetter.

Bråkjøling

Bråkjøling er en kritisk fase ved herdeprosessen. Hensikten med bråkjølingen er å bevare den faste løsningen oppnådd ved innherdingen. Dette gjøres ved hurtig avkjøling til lave temperaturer, som romtemperatur. Det er viktig at overføringen fra innherdingsmedium til kjølemedium gjennomføres hurtig. Langsom avkjøling i temperaturområder hvor presipitering igangsettes bør unngås. En annen viktig faktor er å velge et kjølemedium som sikrer en minimal grad av presipitering, slik at det unngås kritiske temperaturområder.

Utherding

Legeringen kan for løsningsherdede og som fabrikkert gjennomgå et utherdingssteg. Dette kan gjøres ved naturlig elding eller et kunstig eldesteg ved opphøyde temperaturer. Hensikten med eldingen er å få dannet herdende presipitater, som øker styrken og hardheten til legeringen. [17]

Magnesium og silisium i legeringer medfører en mulighet for utherding av Mg_2Si . Presipitatene dannes på vakanser fra bråkjølingen etter innherdingen. Presipitering av Mg_2Si fører til en økt styrke og strekkfasthet i legeringen. Ved presipiteringen øker styrken til et toppnivå før styrken avtar som resultat av forgroving av Mg_2Si presipitatene, som vist av Figur 15.



Figur 15: figuren viser forskjellige utherdingstemperaturers innvirkning på flytespenningen over tid for en AA6061 legering. [17]

Presipiteringen og den resulterende herdeeffekten er sterkt avhengig av Mg:Si forholdet. Legeringer med balansert Mg-Si støkiometri (Mg:Si=1,73) eller overskudd av Mg vil følge et typisk presipiteringsforløp for aluminiumslegeringer.

Klasedannelse av Mg og Si atomer \rightarrow koherente nåleformede β'' (Mg_xSi_y) presipitater \rightarrow semi-koherente stavformede β'' (Mg_xSi_y) presipitater \rightarrow formasjon av likevektsfasen Mg₂Si [18]

Magnesiumoverskudd vil hemme løseligheten til Mg₂Si betraktelig, som vist Tabell 2.

Temperatur			Oversku	dd av Mg		
(⁰ C)	0%	0,5%	1%	1,5%	2%	3%
595	1,85	-	-	-	-	-
577	1,73	-	-	-	-	-
527	1,34	0,9	0,55	0,35	0,2	0,05
477	0,93	0,52	0,25	0,13	0,07	0,03
427	0,64	0,32	0,12	0,05	0,03	-
377	0,47	0,21	0,07	-	-	-
327	0,38	0,16	-	-	-	-

Tabell 2: tabellen viser hvordan overskudd av Mg påvirker løseligheten til Mg₂Si [19]

2.3.3 AA6060

AA6060 er en utherdbar Al-Mg-Si legering og innehar en FCC krystallstruktur. De viktigste legeringselementene er Mg og Si som danner den herdende fasen Mg₂Si. Det er tilsats av små mengder Mn og Cr, for å korrigere jerninnholdet. Små mengder Cu og Zn for å øke styrken uten betydelig forringelse av korrosjonsegenskapene og Ti tilsats for å kontrollere kornstørrelse. [19] Komposisjonskrav for AA6060 vises i **Error! Reference source not found.** AA6060 benyttes i all hovedsak i ekstrudert tilstand på grunn av sin gode formbarhet, korrosjonsegenskaper og at den er anvendelig med overflatebehandlinger.

 Tabell 3: Tabellen viser komposisjonskrav for AA6060. [17]

Komposisjon i maks. vektprosent hvis ikke vist ved område											
Kjemiske	Legering	Al	Si	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Cr	Ti	Andre
Symbol											
AlMgSi	6060	rest	0,3-	0,1-	0,35-	0,10	0,10	0,15	0,05	0,10	0,15
			0,6	0,3	0,6						

2.3.4 Skruekstrudert AA6060

Bilsbak gjennomførte i 2012 strekktesting av skruekstrudert, termisk renset AA6060. Det ble avlest flytespenninger på ~80MPa, strekkfastheter på ~170-175MPa og forlengelser på ~27-28% i som ekstrudert tilstand, vist i Figur 16. Makrohardhetsmålinger med HV(1) viste en gjennomsnittlig hardhet på 47 HV.



Figur 16: figuren viser spenning-tøyningskurver for termisk renset skruekstrudert AA6060. [3]

Termisk renset AA6060 skrueekstrudat ble i forsøket også T6-herdet, med innherding ved 520^{0} C i 10 min og påfølgende utherding ved 185^{0} C i 9,5t. Det ble avlest flytespenninger på ~260MPa, strekkfastheter på ~280MPa og forlengelser på ~18-20

% etter herdingen, vist i Figur 17. [3] Typiske verdier for mekaniske egenskaper presenteres i

Tabell 4.



Figur 17: figuren viser spenning-tøyningskurver for T6-herdet termisk renset skruekstrudert AA6060. [3]

Tabell 4: tabellen viser mekaniske egenskaper for AA6060 i herdetilstand F, T1, T5 og T6 ekstrudert og skruekstrudert. *[17] **[3]

AA6060		Strekkfasthet Flytespenning		Forlengelse	Hardhet	
		(MPa)	(MPa)	(%)	(HV)	
Ekstrudert	T 1	150	90	25	45	
*	T5	220	185	13	80	
	T6	245	215	13	90	
Skruekstrudert	F	~170-175	~80	~27-28	47	
**	T6	~280	~260	~18-20	-	

2.4 Magnesium

Magnesium har en meget lav tetthet, 1,74 g/cm³. Dette er lavere enn alle andre strukturelle metaller, og er grunnen til at det blir benyttet i applikasjoner hvor lav vekt er et krav. Magnesium innehar en HCP krystallstruktur og er relativ duktil, med E-modul på 45 GPa. Magnesium som ulegert legering benyttes sjelden som strukturelt material uten innlegering av andre metaller. Grunnen til dette ligger i at magnesium ved lave temperaturer er meget vanskelig å deformere og innehar en kompleks bruddkarakteristikk grunnet lite deformasjon i krystallgeometrien. Typiske verdier for mekaniske egenskaper i ren magnesium presenteres i Tabell 5. [20]

Tabell 5: tabellen viser typiske mekaniske egenskaper for ulegert Mg ved 20⁰C. [20]

Ulegert Mg	Strekkfasthet	Flytespenning	Forlengelse	Hardhet
	(MPa)	(MPa)	(%)	(HB)
Ekstrudert, 13mm	165-205	69-105	5-8	35

2.5 Metallmatriks kompositter (MMC)

MMC er et material som består av en metallmatriks med tilsats av et forsterkende metall eller keram. Matriksen er kontinuerlig gjennom materialet, i motsetning til en lagvis materialstruktur. Matriksen er ofte et lett metall som aluminium, magnesium eller titan. Forsterkningsmaterialet er omsvøpt i matriksen, i motsetning til ved innlegering består mikrostrukturen til MMC av to distinktive faser. Fordelen med dette er, som ved kompositter, at de gunstige egenskapene ved de ulike materialene kan utnyttes. Det kan eksempelvis dannes et sterkt material med god forlengelse. Forsterkningsmaterialet vil i all hovedsak bedre de strukturelle egenskapene til materialet, men kan også benyttes til å endre andre egenskaper som slitestyrke, friksjonskoeffisient og termisk ledningsevne. [4]

2.5.1 Deformasjonsprosessering av Al/Mg

Kapittelet skal gi et innblikk i deformasjonsprosessering av Al/Mg. Det foreligger kun bakgrunnsstoff om skrueekstrudering av aluminium, men ikke iblandet magnesium. Det er dermed hensiktsmessig å undersøke andre deformasjonsprosesser hvor Al/Mg benyttes. Kapitelet gir en innføring i prosesser som har undersøkt fremstilling av Al/Mg, hvor det videre blir presentert susceptibiliteten for dannelse av intermetalliske faser ved prosessene og fenomenene knyttet til det som er rapportert.

Adderende valse bonding (ARB)

ARB er en omfattende plastisk deformasjonsprosess hvor det kan produseres profiler med en ultrafin kornstruktur. Prosessen er en deformasjonsprosess samt en bondingprosess hvor det dannes et-legeme bulkmateriale. Prosessen innebærer å overflatebehandle og stable tynne metallag, som blir varmet opp og valset. Profilen kuttes og prosessen gjentas til ønsket antall pass er gjennomført. Prosessen vises skjematisk i Figur 18 og strukturen etter 4 valsesteg vises i Figur 19. [21]





Figur 18: figuren viser en skjematisk illustrasjon av ARB prosessen. [21]

Figur 19: figuren viser optisk mikrostruktur til en ARB Al/Mg kompositt etter fire valsepass. [21]

ARB av Al/Mg resulterte i en fin kornstruktur (<1 μ m) med likeaksede korn. Mekaniske egenskaper som hardhet og bøyestyrke økte med antall valsepass. Det ble dannet intermetalliske faser i grenseflatene mellom Al og Mg og blir presentert i kapitel 2.5.2. [22]

Mekanisk opplegering (MA)

Mekanisk opplegering er en effektiv metode for å oppnå legeringer med en fin mikrostruktur. Prosessen innebærer å kraftig deformere pulverpartikler slik at tilsatsatomene løses i matriksen. Pulveret kaldsveises sammen på grunn av friksjonskrefter og går påfølgende til brudd på grunn av høyenergikollisjon. Dette fører til atomgitterdefekter og en kontinuerlig forfining av pulveret ned til nanometerregimet. Kaldsveisingen fører til en økning i diffusjonskoblingene og aktiverer diffusjonsprosessen. [23]

Friction stir welding (FSW)

FSW danner en sveis ved å påføre et roterende verktøy i skjøten mellom to materialer. Verktøyet blander materialene ved hjelp av friksjonskrefter som genererer varme og plastisk flyt i materialene. Prosessen vises skjematisk i Figur 20. Under FSW vil materialet gjennomgå en omfattende plastisk deformasjon ved eleverte temperaturer. Dette resulterer i en rekrystallisert fin kornstruktur med likeaksede korn. Den fine kornstrukturen medfører gode mekaniske egenskaper. [24]



Figur 20: figuren viser en skjematisk beskrivelse av FSW prosessen [24]

2.5.2 Dannelse av intermetalliske faser ved deformasjonsprosessering av Al/Mg

Ved plastiske deformasjonsprosesser av aluminiumslegeringer og magnesium vil det i grenseflatene mellom materialene kunne dannes intermetalliske faser. Disse fasene kan lokalt virke ugunstig for de mekaniske egenskapene. Fasene, som vist av fasediagrammet i Figur 14, vil være $Al_{12}Mg_{17}$ og Al_3Mg_2 . Det er vist at disse fasene medfører en betydelig økning i hardhet i grenseflatene og kan videre medføre avskalling mellom materialene og lav sammenføyningsstyrke. Forsøk av Ben-Artzy et.al har undersøkt sveisbarheten mellom AA6063 og to typer magnesiumslegeringer. De konkluderer med en betydelig mengde intermetalliske faser i HAZ og i sveisesonen på sveiseteknikkene som innebærer smelting. Dette medførte en betydelig reduksjon i slagseighet hvor det var behov for relativt små krefter for å oppnå brudd. [25]

Dannelsen av de intermetalliske fasene ved deformasjonsprosesser utspeiler seg ved ARB. Forsøk gjennomført av Ming-Che Chen et. al undersøker diffusjonen og dannelsen av intermetalliske faser ved adderende valse-bonding (ARB) av Al/Mg. ARB prosessen ble gjennomført med lagtykkelse på 1mm, valsetemperatur på 300^oC og en 50 % reduksjon i tykkelse mellom hvert valsepass. Det ble hurtig dannet intermetalliske faser i grensesjiktene mellom Al og Mg. Prosessen er diffusjonsstyrt og økte i omfang ved videre varmebehandling ved 300^oC. Tøyningsomfanget og tidsspenn ved opphøyede temperaturer økte ved flere pass og resulterte i en forhøyning i diffusjon og økt dannelse av intermetalliske faser. [21]



Figur 21: figuren viser et mikrograf av grensesjiktet mellom Al/Mg komposittlagene ved ARB [21]

Sato et. al undersøkte i et forsøk lokal smelting under FSW av aluminiumslegering AA1050 og magnesiumlegering AZ31. De fant omfattende dannelse av intermetalliske faser i sveisesonen. Det ble målt temperaturer over 460^oC, noe som åpner for intermetalliske faser mellom Al og Mg, slik det kan leses av fra fasediagrammet for Al-Mg i Figur 14. Diffusjonen ble også forhøyet grunnet omfattende plastisk deformasjon og høye tøyningsrater. Dette medførte lokal smelting og dannelsen av intermetalliske faser ved avkjøling. Figur 22 viser EDS kartleggingen av intermetalliske faser dannet ved lokal smelting i forsøket. [26] Figur 23 viser en lokal smeltestruktur under FSW av aluminium. [5]





Figur 22: figuren viser EDS kart over intermetalliske faser dannet ved lokal smelting under FSW av Al og Mg [26]

Figur 23: figuren viser lokal smeltestruktur av aluminium under FSW. [5]

Det har blitt undersøkt om det blir dannet intermetalliske faser ved MA. Forsøk gjennomført av Scudino et. al med ren Al mekanisk innlegert med forskjellige mengder Mg viser at det ikke dannes Al₃Mg₂. Dette er fordi at Al₃Mg₂ har en meget kompleks krystallstruktur og at overmettet Al(Mg) i fast løsning er betydelig lettere kinetisk å danne, som igjen hindrer dannelsen av Al₃Mg₂. Fasen Al₁₂Mg₁₇ har en mye mindre kompleks struktur og dannes ved høye innlegeringer. [23]

Aluminium-baserte metallmatriks kompositter (AMMC)

AMMC fremstilles i dag ved flere støpe-, sveise- og deformasjonsprosesser. Til nå har de fleste AMMC produsert vært med tilsats av keramer, eksempelvis Al/SnO₂, Al/Al₂O₃ og Al/SiC for å oppnå en ultrafin kornstruktur. AMMC med forsterkning av metaller har også blitt undersøkt, eksempelvis Al/Cu.

Al/Al₂Mg₃ kompositt ble fremstilt ved ARB med 1060-Al og AZ31-Mg stablede plater. (Mg innholdet i materialet på ca 5 wt % Mg). Dannelsen av Al₂Mg₃ ble gjort ved varmebehandling ved 400 $^{\circ}$ C i 6 timer etter 3 valsepass ved 280 $^{\circ}$ C. Strukturen gjennomgikk påfølgende hhv 1, 3 og 6 valsepass ved 280 $^{\circ}$ C. Mikrostrukturen vises i Figur 24.



Figur 24: figuren viser mikrostrukturen til Al/Al₂Mg₃ etter a, 1 b, 3 og (c,d,) 6 valsepass ved ARB. [27]

Mikrostrukturen etter 6 valsepass viste en fin likeakset mikrostruktur som følge av dynamisk rekrystallisering. Hardheten i matriksen økte som funksjon av antall valsepass som vist i Figur 25, mens hardheten til intermetallisk fase Al₃Mg₂ holdt seg konstant uavhengig av antall valsepass. Økningen i hardheten i matriksen ble forklart med økt grad av arbeidsherding, samt dispersjonsherdebidrag fra de intermetalliske fasene. [27]



Figur 25: figuren viser grafisk hardhetsverdiene etter forskjellige antall valsepass til Al/Al_2Mg_3 fremstilt ved ARB. [27]

2.6 Deformasjon ved høye temperaturer

Rekrystalliserings- og gjenvinningsprosessene vil kunne oppstå under deformasjon ved forhøyede temperaturer og kalles da dynamisk gjenvinning og dynamisk rekrystallisering. De dynamiske prosessene inntreffer under valsing, ekstrudering og smiing og er viktige ettersom de minker flytestyrken til materialet. Prosessene forenkler dermed deformasjonen og vil kunne påvirke den endelige teksturen og kornstørrelsen.

I kapittelet presenteres gjenvinnings- og rekrystalliseringsmekanismer som kan inntreffe under skrueekstrudering samt betingelser for superplastisk flyt ved opphøyede temperaturer.

2.6.1 Gjenvinning

Under gjenvinning vil noe av den interne tøyningsenergien avlastes på grunn av dislokasjonsbevegelse. [28] Etter kaldbearbeiding vil den deformerte mikrostrukturen inneholde et stort antall viklede dislokasjoner. Ved oppvarming til ca. 0,3 T_m vil den termiske energien muliggjøre dislokasjonsbevegelse og dannelse av en subkornstruktur. Dislokasjonstettheten holder seg tilnærmet konstant. På grunn av dette vil ikke de mekaniske egenskapene endres drastisk under gjenvinning, men noe av duktiliteten og hardheten vil avta. [29] Figur 26 viser de forskjellige stegene som inntreffer under gjenvinning av et plastisk deformert materiale.



Figur 26: figuren viser stegene som inntreffer under gjenvinning av et plastisk deformert materiale. [30]

2.6.2 Rekrystallisering

Under rekrystallisering dannes en ny likeakset kornstruktur da strukturen etter deformering innehar en høy tøyningsenergitilstand. [28] Et deformert materiale vil over en temperatur, ca. 0,4 T_m , hurtig danne en subkornstruktur hvor nye små korn kimdannes på subkorngrensene og eliminerer det meste av dislokasjoner. Rekrystallisering medfører en betydelig minking i dislokasjoner og vil dermed føre til en nedgang i styrke og en økning i duktilitet. Ved høye temperaturer vil gjenvinning og rekrystallisering inntreffe hurtig. Kornene som blir dannet vil begynne å vokse og favoriserte korn vil fortære små korn. Denne kornveksten er nesten alltid uønsket [29]

2.6.3 Dynamisk gjenvinning

I metaller med høy grad av feil som aluminium vil dynamisk gjenvinning kunne inntreffe under deformering. Under første steg av deformasjonsprosessen vil det oppstå dislokasjonsinteraksjoner og antallet dislokasjoner mangedobles. Idet dislokasjonstettheten øker vil drivkraften for gjenvinning øke og som et resultat vil det dannes lavvinkelkorngrenser og subkorn. Ved en gitt tøyningsrate vil graden av gjenvinning og arbeidsherding nå en likevekt og dislokasjonstettheten holdes konstant. Dette resulterer i en likevektsflytespenning. Prosessen vises skjematisk i Figur 27 og typisk mikrostruktur vises i Figur 28. Prosessen hvor termisk aktivert deformasjon inntreffer er avhengig av deformasjonstemperaturen, tøyningsraten og tøyningen.

Mekanismene bak dynamisk gjenvinning er dislokasjonsklatring, slipp og glidning som resulterer i dannelsen av lavvinkelkorngrenser. Den høye påførte spenningen medfører bevegelse av lavvinkelkorngrenser og vil føre til fjerning av dislokasjoner i det de migrerer og møtes i krongrenser og Y-knutepunkter. Arbeidsherdingen og gjenvinningsprosessen medfører en kontinuerlig dannelse og fjerning av lavvinkelkorngrenser og en konstant tetthet dislokasjoner i subkornstrukturen. [30]

Den dynamiske gjenvinningsevnen til et materiale er avhengig av mengden lagoppbyggningsfeil i legeringen og denne energien minker med legeringsmengden. På grunn av dette vil fast løsningsinnlegering hindre dynamisk gjenvinning, da de tvangsløste atomene vil hindre dislokasjonsklatring og krysslipp som medfører at det kreves en større spenning for å oppnå plastisk flyt. [31]



Figur 27: figuren viser skjematisk mekanismene bak dynamisk gjenvinning [30]

Figur 28: figuren viser typisk mikrostruktur etter dynamisk gjenvinning [30]

2.6.4 Geometrisk dynamisk rekrystallisering

Under dynamisk gjenvinning vil det dannes en sagtannet korngrensestruktur som innehar en bølgelengde lik subkornene. Hvis materialet gjennomgår en betydelig reduksjon i tverrsnitt, under varmdeformering, vil kornene bli flate. Subkornstørrelsen er derimot nesten uavhengig av tøyningen, og fraksjonen med høyvinklede korngrenser vil øke med tøyningen. Ved tilstrekkelig tøyning vil de sagtannede korngrensene nærme seg kornstørrelsen til subkornene og til slutt danne en ny kornstruktur med små likeaksede korn. Fenomenet er vist skjematisk i Figur 29. [30]



Figur 29: figuren viser skjematisk mekanismene bak geometrisk rekrystallisering etter dynamisk gjenvinning. [30]

2.6.5 Superplastisk flyt

temperatur-Superplastisk flyt beskriver et tøyningsområde hvor og dominerende korngrenseglidning er den deformasjonsmekanismen fremfor dislokasjonskryp. Korngrenseglidning er sterkt avhengig av korngrensestørrelsen og det vil følgelig være en maksimal kornstørrelse hvor dette er den dominerende prosessen for gitte temperaturer og tøyningsrater. [32]

Superplastisk flyt inntreffer i bestemte temperaturområder og tøyningsregimer. På et generelt grunnlag må temperaturen ligge på 0,5-0,65 T_m for å oppnå superplastisk flyt. Dette kreves for å oppnå tilstrekkelig diffusjon i prosessen, men andre parametere må også oppfylles. Materialet må inneha en fin kornstruktur, typisk mindre enn 10µm, og metallet bør inneha sekundærfaser for å stabilisere mikrostrukturen. Et annet krav er at materialet innehar en likeakset struktur som gjør det mulig for korngrenser å glide og rotere under deformasjon. Korngrensene må i tillegg tåle strekkspenningen under plastisk deformasjon uten å separeres.

Magnesium og aluminium oppnår superplastisitet i samme område. Kornstørrelse i størrelsesorden 5-15 μ m, temperaturintervaller mellom 300-450^oC og tøyningsrater mellom 10⁻³ og 10⁻⁴ s⁻¹. Korngrensediffusjon vil være den dominerende diffusjonsprosessen for magnesium, mens det for aluminium vil være atomgitterdiffusjon som dominerer under superplastiske forhold. [32]

2.6.6 Diffusjonsteori

Delkapittelet gir en kort innføring diffusjonsmekanismer og diffusjonsberegninger som kan være aktuelle når Mg løses i Al matriksen under deformasjon ved opphøyede temperaturer.

Atomgitterdiffusjon

Atomer diffunderer inn i matriksen på vakanser og låses i gitteret. Mekanismen avhenger av antallet vakanser tilgjengelig. Antallet vakanser øker med økende
temperaturer. Denne prosessen kalles vakansdiffusjon og det meste av selvdiffusjon og interdiffusjon inntreffer på grunn av disse mekanismene.

Interstitiell diffusjon inntreffer når relativt små atomer diffunderer interstitielt mellom atomene i gitteret. Denne formen for diffusjon skjer hurtig sammenliknet med vakansstyrt diffusjon. [28]

Fenomenene er vist skjematisk i Figur 30.

Diffusjonshastighet til Mg i Al

Diffusjon av urenheter i fast løsning blir vanligvis beskrevet vha Arrhenius likning.

$$D = D_0 \exp\left[\frac{-Q}{RT}\right] \tag{1}$$

Hvor D_0 er preeksponensialfakoren, Q er aktiveringsenergien, T er den absolutte temperaturen og R er gasskonstanten.

 D_0 og Q evalueres fra avleste diffusjonskoeffisienter ved forskjellige temperaturer. D_0 og Q presenteres i Tabell 6 for Mg i FCC aluminum. [33]

Tabell 6: tabellen viser preeksponensialfakoren D_0 og aktiveringsenergien Q for Mg i Al. [33]

Diffudant	$D_0 (m^2/s)$	Q (kJ/mol)	
Mg	10 ⁻⁵	120	

Diffusjonslengden er ofte gitt av Ficks 1. lov og kan beskrives ved likning (2).

$$\overline{x} = \sqrt{Dt} \tag{2}$$

Verdier avlest fra likningene må betraktes kritisk da det er flere faktorer som spiller inn på nøyaktigheten som overflateruhet, mengden oksidfilm og dislokasjonstetthet. [28]

2.7 Styrkemekanismer i polykrystallinske materialer

I dette kapittelet presenteres aktuelle styrkemekanismer som kan inntreffe under skrueekstrudering og ved inn- og utherding.

2.7.1 Fast løsnings herding

Fast løsningsherding inntreffer når legeringsatomer substitutionelt eller interstitielt diffunderer inn i atomgitteret til metallmatriksen, beskrevet i kapittel 2.6.6 som atomgitterdiffusjon. [28] Atomene fører til gitterspenninger i atomgitteret da de enten er større eller mindre enn matriksatomene eller innehar en annen E-modul som kan medføre harde eller myke punkter i matriks.[34] Dette fører til forstyrrelse i slipplanene og fører til en begrensning i dislokasjonsbevegelsen. Gitterspenningene mellom de låste atomene og dislokasjoner vil hemme plastisk flyt da det vil kreve en større spenning å initiere og opprettholde plastisk flyt. [28]



Figur 30: figuren viser substitionell og interstitiell løsning i atomgitteret

Magnesium fast løsningsherder aluminium substitionelt og gir herdebidrag avhengig av hvor mye innlegering som finner sted. Styrken til aluminiumslegeringer øker med innlegering av Mg opp til et maksimum rundt 12-14 wt % Mg. Etter dette vil legeringen bli for sprø til å kunne finne anvendelse og til og med vanskeliggjøre presis mekanisk testing.[19]

2.7.2 Dispersjonsherding

Dispersjonsherding inntreffer når oksidpartikler i metallmatriksen hindrer dislokasjonsbevegelse. En legering med Al_2O_3 i en aluminiumsmatriks vil kunne oppnå gunstige styrkeegenskaper ved opphøyde temperaturer. Styrkebidraget beror på oksidets volumfraksjon og minkende partikkelmellomrom. Styrkepotensialet til dislokasjons looping rundt ikke koherente partikler er mindre enn det som stammer fra partikkelkuttingsprosessene, noe som medfører at dispersjonsherdede legeringer ikke er av de sterkeste strukturelle materialene. Legeringene er derimot mer stabile ved opphøyde temperaturer og gjør de dermed gunstige ved applikasjoner med høye driftstemperaturer. [35]

2.7.3 Presipitatherding

Ved oppvarming av en legering i enfaseområdet over solvus, over tid vil det oppnås en homogen løsning. Ved hurtig avkjøling vil løsningen forbli overmettet på legeringselement selv om det i følge fasediagrammet forutses et tofaseområde. Ved oppvarming av legeringen i eldingsområdet under solvus vil diffusjonsstyrte prosesser øke og medføre en presipitering av β partikler enten i kornene eller langs α korngrensene. Presipiteringen avhenger av temperaturen. Optimal temperatur velges ut fra en kombinasjon av ideell partikkelkimdanning og vekstrater.

Etter en inkubasjonstid vil klynger med løste atomer danne sekundærfasepartikler homogent i kornene eller heterogent på korngrensene. Det vil over tid kimdannes flere partikler og eksisterende korn vil vokse. Denne prosessen vil fortsette til sekundærfasepartikkelvolum har nådd likevekt. Når likevekt er nådd vil sekundærfasepartiklene forgroves, hvor store partikler vil vokse på bekostning av de små. Presipiteringen av sekundærfasepartikler i matriksen vil hindre dislokasjonsbevegelse i atomgitteret. Hardhet og styrke i legeringen øker med tid og partikkelstørrelse for så å minke ettersom partiklene forgroves. [35] Fenomenet vises grafisk i Figur 15 for en AA6061 legering.

2.7.4 Arbeidsherding

Ved deformasjonsprosesser vil det kunne oppstå arbeidsherding. Arbeidsherding er et fenomen hvor et duktilt materiale blir hardere og sterkere ved plastisk flyt. [28] Arbeidsherding stammer fra en betydelig økning dislokasjonsinteraksjoner som hindrer dislokasjonsbevegelse under plastisk deformasjon. Dislokasjonene vil hope seg opp på slipbarrierer. Dette resulterer i et større spenningsbehov for å opprettholde plastisk flyt. Styrken øker dermed med dislokasjonstettheten. [35]

2.7.5 Kornstørrelse

Kornstørrelsen påvirker styrken til polykrystallinske metaller. Korn vil i hovedsak ha forskjellig krystallografisk orientering i forhold til hverandre og en delt korngrense. Under deformasjon, slipp og dislokasjonsbevegelse vil korngrensene opptre som dislokasjonsbarrierer. Dette skjer av to grunner:

- 1. Siden de to kornene har forskjellig krystallografisk orientering må dislokasjonene skifte bevegelsesretning. Større grad av misorientering representerer et større hinder.
- 2. Atomuregelmessighet rundt korngrensene medfører diskontinuitet i slipplanene fra et korn til det neste.

Et finkornet material vil på grunn av dette være hardere og sterkere sammenliknet med et grovkornet material siden korngrensearealet vil være større. [35]

2.8 Strekktesting og fraktografi

Strekktesting gjøres ved å feste en egnet prøvebit med to klemmer på hver side og påføre strekkspenning. Strekkspenningen blir avlest som en funksjon av strekklengden. Disse verdiene blir satt i forhold til testprøvens dimensjon og verdier for nominell spenning og nominell tøyning plottes.

2.8.1 Elastisk- og plastisk deformasjon og flytepunkter

Elastisk deformasjon beskriver strekkspenningsområdet hvor båndene mellom atomene tøyes. Ved å fjerne lasten vil materialet gjeninnta sin opprinnelige form. I det strekkspenningen øker vil dislokasjoner bevege seg og samle seg opp på slipplan før omsider atomplanene glider over hverandre. Når dette inntreffer vil deformasjonen opptre plastisk så vell som elastisk. På grunn av testoppsetts varierende nøyaktighet avleses flytespenningen etter en gitt tøyningsforskyving på 0,2 % etter plastisk flyt for lettere kunne sammenlikne verdier. Strekkfastheten avleses da den nominelle spenning når sitt toppunkt. Dette vil for duktile materialer være da deformasjonen fører til halsdannelse på prøvebiten. Sprø materialer vil gå til brudd før halsdannelse inntreffer og bruddstyrken vil her være lik strekkfastheten. Total tøyningen avleses i det prøven går til brudd. En typisk strekkurve for et duktilt materiale er vist i Figur 31. [36]



Figur 31: figuren viser en typisk strekk-tøyningskurve for et duktilt materiale [36]

2.8.2 Dynamisk tøyningselding

Metaller med styrkebidrag fra legeringselementer, som magnesium, i fast løsning kan oppleve svak formbarhet gjennom fenomenet dynamisk tøyningselding. Dynamisk tøyningselding inntreffer på grunn av en negativ tøyningsratesensitivitet kalt Portevin-Le Chatelier effekten. Dynamisk tøyningselding i aluminiumslegeringer skjer på grunn av innlegering av raskt diffunderende tvangsløste atomer i matriksen som påvirker dislokasjonene. Disse interaksjonene fører til en ujevn bevegelse av dislokasjoner innad i korn og langs korngrenser. Denne prosessen kalles pinning og oppstår når mobile dislokasjonen møter hindringer som korngrenser og dislokasjonsopphopninger. Tvangsløste atomer vil på grunn av diffusjon samles og danne grupperinger rundt dislokasjonene og holde fast dislokasjonsopphopningene. Ved hjelp av en spenningsøkning vil dislokasjonene termisk aktiveres og igjen bevege seg til de møter et nytt hinder. [37, 38] Dette viser seg som en ujevn, hakkete linje under flyt ved strekktesting (Figure 32 og Figur 33) og visuelt som dynamisk tøyningseldingsbånd.

Et økt magnesiuminnhold har vist seg å øke spenningsfallet som følge av PLC effekten i Al-Mg legeringer. Kang et. al sammenliknet spenningsfall og båndlengde for 5 vanlige Al-Mg legeringer og konkluderte med at spenningsfallet økte mens båndtøyningen holdt seg relativ konstant for legeringer med økt mengde Mg. Dette grunner i at legeringer med høyere innlegeringer vil ha større mengder Mg atomer tilgjengelige for pinning av disloksjoner. [39]



Figure 32: figuren viser PLC effekten på 5 vanlige Al-Mg legeringer under strekktesting [39]

Temperaturen vil også ha en innvirkning på PLC effekten da den øker diffusjonen. Pinning styrken er sterkt avhengig av antallet løste atomer som bidrar til pinning. Ved opphøyde temperaturer vil løseligheten til Mg-atomer i Al øke og medføre økt grad av pinning, som vil vise seg som større spenningsamplituder under plastsk flyt [37].



Figur 33: figuren viser hvordan økt temperatur øker PLC amplituden under plastisk flyt for en Al-Mg legering [37]

2.8.3 Fraktografi

Strekktestprøver kan forevise enten en duktil eller sprø bruddannelse. Dette er bestemt av hvor mye makroskopisk deformasjon som inntreffer før prøven går til brudd.

Et duktilt brudd karakteriseres av omfattende plastisk deformasjon og anvendt energi. Duktile brudd viser seg ofte som grå, fiberaktige overflater hvor bruddet på en makroskopisk skala vises vinkelrett på spenningsretningen eller som skjær, 45⁰ på spenningsretningen. Sprøbrudd karakteriseres av en rask bruddinitiering med lite eller ingen halsdannelse. Anvendt energi og plastisk deformasjon er betydelig mindre sammenliknet med duktile brudd. Sprøbrudd viser ofte en lys og granulær overflate, vinkelrett på spenningsretningen. Et sik-sak. fiskebeinsmønster vises ofte i overflaten, pekende mot spenningsretningen. Figur 34 viser a, en duktil bruddflate og b, en sprø bruddflate. [36]



Figur 34: figuren viser hhv a-b, et duktilt brudd og c-d, et sprøtt brudd [36]

Mikroskopisk vil duktile brudd vises som dimpler, ofte med partikler eller sekundærfaser i senter. Denne prosessen er kjent som "microvoid coalescence" Mikrohulrommene nukleerer i områder med tøyningsdiskontinuitet, som kan være ved sekundærpartikler, inneslutninger, korngrenser og dislokasjonsopphopninger. I det tøyningen øker vil mikrohulrommene vokse sammen og til slutt danne en kontinuerlig sprekk. Dannelsen av disse mikrohulrommene krever betydelig mengder lokal deformasjon og anvendt energi. [40]



Figur 35: figuren viser i a, dimpler og b, dimpler med partikler ved et duktilt brudd. [36]

Sprø brudd vil mikroskopisk vises som radielle kammer som forgreninger seg ut fra senter i prøven. Kammen går vinkelrett på bruddretningen og dannes når to sprekker som ikke er i samme plan river mellomliggende material fra hverandre. Bruddet inntreffer som kløyvning, hurtig mot sidekantene hvor de penetrerer sidekanten, dette fenomenet kan observeres i Figur 34(d). [36]

I en enakset strekktest, vil den maksimale skjærspenningen inntreffe med en forskyvning på 45^0 fra spenningsretningen. [36] Slippsystemer som følger denne orienteringen vil være de første som aktiveres og vil følges av andre slipsystemer ved økt plastisk deformasjon. Under denne prosessen vil dislokasjoner bevege seg mot slipbarrierer og hindre videre deformasjon med mindre belastningen øker. Dette fenomenet kalles arbeidsherding og er presentert i kapittel 2.7.4. [41]

3 Eksperimentelt

3.1 Feedstock-materiale

Granuler av AA6060, se Tabell 7, og ren magnesium ble benyttet i forsøket. AA6060 granulene hadde sylindrisk form med ca lengde 10mm og 3mm diameter. AA6060 granulene ble kuttet til med roterende blader fra en lang kveilet wire som ble kontinuerlig matet. Magnesiumsgranulene varierte mer i størrelse og geometri, men majoriteten var i størrelsesorden av de av AA6060 granulene.

 Tabell 7: tabellen viser komposisjonskrav for AA6060. [17]

Komposisjon i maks. vektprosent hvis ikke vist ved område											
Kjemiske	Legering	Al	Si	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Cr	Ti	Andre
Symbol											
AlMgSi	6063	rest	0,3-	0,1-	0,35-	0,10	0,10	0,15	0,05	0,10	0,15
_			0,6	0,3	0,6						

3.2 Kjemisk og termisk rensing

Metallgranulene ble kjemisk renset ved hurtig vask i aceton. Granulene ble så termisk renset for fett og olje i masovn ved 360^{0} C i 1 time. Denne temperaturen sikret en høy grad av fordamping av smøremidler samtidig som faren for omfattende metalloksidering ble unngått.

3.3 Skrueekstrudering

3.3.1 Montering av skrueekstruder

Før hver ny batch, ble alle avtagbare deler i skrueekstrudereren montert, og og følgelig demontert etter bruk. Demonteringen ble gjort for å fjerne restmaterialer i skruen og rengjøre materialeksponerte deler til senere forsøk.

Ekstrusjonsdyse, ekstrusjonskammer, skruebeholder, en ytre beholder og singleflightskruen ligger i NaOH etter vært forsøk. Disse skylles og trykklufttørkes før montering. Monteringen skjedde etter oppsett vist i Tabell 8. Ferdig montert skrueekstruderer vises i Figur 36 med beskrivelse av essensielle deler

 Tabell 8: tabellen viser installeringsoppsett for skruekstrudereren

- 1 Innsette "liner" og skrue
- 2 Montere ekstruderingskammer, ekstruderingsdyse og frontcover
- 3 Bolte fast kammer, dyse og stativ
- 4 Feste av kjøleslanger

- 5 Posisjonere induksjonsspole og profilrenne
- 6 Plassere termoelementer i posisjoner a-f gitt av Tabell 9
- 7 Installere beskyttelsesskjerm

Tabell 9: Tabellen beskriver termoelementenes posisjonering i skruekstrudereren

T1	På utsiden	av	dyseåpningen	vinkelrett	på	ekstruderingsretningen,
	skraper over	flate	n til ekstrudatet			

- T2 I ekstruderingskammeret
- T3 I ekstruderingskammeret, motsatt side av T2
- T4 I liner, front
- T5 I liner, bak
- T6 I skruefestet



- Lagerhus
- 2 Drivaksling
- 3 Ekstruderingsdyse
- 4 Ekstruderingskam mer
- 5 Beholder med matehull og trakt
- 6 Girkasse
- 7 Induksjonsspole
- 8 Vibrasjonsmater
- 9 Termoelement, T2
- 10 Kjøleslange

Figur 36: figuren viser ferdig montert skruekstruderer med navn på essensielle deler [1]

3.3.2 Skruekstruderingforsøk

Skrueekstruderen ble varmet opp til driftstemperatur på $\sim 400^{\circ}$ C i T1 med induksjonsspolen. Granuler ble matet og det ble forsøkt å opprettholde en jevn driftstemperatur i dysen på 400°C. Driftstemperaturen ble prosesstyrt vha induksjon, skruehastighet, luftkjøling og matehastighet. I det ekstrudatet begynte å forlate dysen ble det festet en stålwire til en roterende kveiler som kontinuerlig dro i ekstrudatet for å ivareta en tilnærmet rett ekstruderingsprofil. Ekstruderingen ble gjennomført for granulblandinger med hhv 5, 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg/rest AA6060.

3.4 Varmebehandling

Avkappede ekstrudatbiter med hhv 5 og 7,5 wt % Mg med lengde ~12cm gjennomgikk to forskjellig herdeoppsett. Prøvenummerering er gitt i Tabell 10.

3.4.1 T5-herding

Tre paralleller av hhv 5 og 7,5 wt % Mg ble T5 herdet. Prøvene ble utherdet i masovn ved 185° C med oppvarmingshastighet på 200° C/h. Prøvene ble deretter luftavkjølt.

3.4.2 T6-herding

Tre paralleller av hhv 5 og 7,5 wt % Mg ble T6 herdet. Prøvene ble innherdet ved 425^{0} C i saltbad i en time og hurtig bråkjølt i romtemperert vann. Prøvene hvilte påfølgende i romtemperatur i ett døgn. Prøvene ble utherdet i masovn ved 185^{0} C med oppvarmingshastighet på 200^{0} C/h. Prøvene ble deretter luftavkjølt.

3.5 Strekktesting

Prøver gitt av Tabell 10 ble maskinert ut på finmekanisk verksted ved NTNU til geometri gitt av Figur 37.

Prøvene ble uniaksielt strekktestet med en MTS 810, 100kN servo-hydraulisk universal testramme. Nummereringen i Tabell 10 benyttes videre i rapporten ved omtale av strekkprøvene.

Herdetilstand	Mg (%)	Prøvenummerering							
F	5	1	2	3	4	5			
	7,5	6	7	8	9	10			
	10	11	12	13	14	15	16		
	12,5	17	18	19					
T5	5	1x	2x	3x					
	7,5	4x	5x	бx					
T6	5	7x	8x	9x					
	7,5	10x	11x	12x					

Tabell 10: tabellen viser nummereringen av prøvene benyttet i strekktestingsforsøket



Figur 37: figuren viser skjematisk geometri til maskinerte strekkprøver benyttet i forsøket

3.6 Makro- og mikrohardhet

Prøvebiter av tverrsnitt til ekstrudatene 5, 7,5, 10,0 og 12,5 wt % Mg i herdetilstand F og tverrsnitt av strekkprøvene til 5 og 7,5 wt % Mg i herdetilstand T5 og T6 ble slipt og polert med poleringsskiver, med MD-OPS 1 μ m som siste poleringssteg på Struers Tegraforce-5. Makrohardheter, HV(1), ble gjennomført i posisjon 1-7 for uherdede og posisjon 1-5 for herdede prøver, gitt av Figur 38, med hardhetsmåler Matsusawa DVK-1S. Avstanden mellom punktene ble satt til 1 mm.

Mikrohardheter ble avlest i intermetalliske faser og matriks med mikrohardhetsmåler Leica VMHT-MOT, etterfulgt av kartlegging av Mg og Al konsentrasjoner i EDS med Zeiss Supra 55VP.



Figur 38: figuren viser skjematisk makrohardhetsinntrykk 1-7 i tverrsnittet til uherdede ekstrudater og 1-5 i tverrsnittet til strekkprøvene for herdede ekstrudater.

3.7 Mikrostruktur

3.8 Polarisert lysmikroskopi

Feedstock-granul av AA6060 og ren magnesium ble manuelt polert med Struers DP-03, med MD-OPS 1 μ m som siste poleringssteg.

Kuttede prøvebiter av tverrsnitt og lengdesnitt til de uherdede ekstrudatene AA6060 + 5, 7,5, 10,0 og 12,5 wt % Mg og tverrsnittene til strekkprøvene av T5 og T6 herdede 5 og 7,5 wt % Mg ble slipt og automatisk polert med poleringskiver med MD – OPS 1 μ m som siste steg på Struers Tegraforce-5.

Polerte overflater ble anodisert i 5 % H_3PO_4 løsning i 90 sekunder med 20V spenning og 1A strøm, forsynt fra en TTi- QL355 strømforsyning.

Prøvene ble undersøkt og avbildet i polarisert lys med kryssede polarisatorer og lambdaplate med et Leica MEF4M mikroskop. Feedstockmaterialet ble avbildet med 20X forstørrelse. De skruekstruderte overflatene ble systematisk avbildet med oversiktsbilde, avbilding i posisjon 1-3 ved 20X samt 50X forstørrelse i posisjon 3 gitt av Figur 39.



Figur 39: figuren viser skjematisk en kuttet ekstrudert prøve hvor posisjonene for avbilding i polarisert lys er angitt med tall 1-3 i hhv lengdesnitt og tverrsnitt.

3.9 SEM

Tverrsnitt og lengdesnitt til de fire ekstrudatene 5, 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg ble slipt og polert med poleringsskiver, med MD-OPS 1 μ m som siste poleringssteg på Struers Tegraforce-5. Overflatene ble undersøkt og avbildet systematisk med SE- og AsB detektor for variasjoner i komposisjonen over tverrsnitt og lengdesnittet.

Kjemisk sammensetning i faser og matriks ble kartlagt i EDS med Zeiss Supra 55VP.

3.10 Fraktografi

Bruddflatene til strekkprøvene gitt av Tabell 10 ble undersøkt i SEM og makroskopisk. Det ble tatt oversiktsbilder makroskopisk med et kompaktkamera og med SE-detektor i SEM av alle prøvene.

Overflatene til prøvene ble undersøkt og avbildet i SEM ved AsB og SE detektor og bruddtypen ble karakterisert. Bruddtypefenomenene ble avbildet med høy forstørrelse med SE detektor og intermetalliske faser ble kartlagt i EDS.

4 Resultater

4.1 Prosessparametere

Temperaturmålinger i T1-T6, ref. Tabell 9, ble logget under ekstruderingsforløpet og fremvises grafisk fullstendig i Appendiks C. I Figur 40 vises temperaturloggingen under ekstrudering, hhv T1 og T2(T3), som fungerte som operative styreparametere under ekstruderingen.



Figur 40: figuren viser temperaturloggingen i T1-T3 under ekstrudering av a, 5 wt% Mg b, 7,5 wt% Mg c, 10 wt% Mg og d, 12,5 wt% Mg.

Variasjonen i ekstruderingshastigheten økte som funksjon av økt magnesiuminnhold. For 10 og 12,5 wt % Mg var variasjonene særdeles store. Ekstruderingen forløp seg saktere og saktere før moment fikk bygd seg opp og fikk en drastisk oppsving i ekstruderingshastighet. Dette fenomenet gjentok seg periodisk over ekstruderingsforløpet, vist skjematisk i Figur 41.

Ved 10 wt % og 12,5 wt % Mg forsøket fyltes skruen seg opp og kladdet. 5 og 7,5 wt % Mg batchene hadde ingen ekstruderingsvansker og det ble observert en jevn ekstruderingshastighet. Problematikken med manglende materialflyt og kladding ble unngått.



Figur 41: figuren viser skjematisk periodiske variasjoner i ekstruderingshastighet som funksjon av momentet

4.2 Diffusjon

Det ble gjennomført et overslag på diffusjonsrater av Mg inn i Al matriks ved 400^oC.

Det ble benyttet likning (1), med temperatur 400° C og D₀ og Q gitt av Tabell 6. Plottet likning (2) for å undersøke sammenhengen mellom diffusjonstid og diffusjonslengde, grafisk fremstilling av likning (2) er gitt i Figur 42.



Figur 42: figuren viser diffusjonslengden som funksjon av diffusjonstiden til Mg i Al ved 400⁰C

4.3 Mikrostruktur

Fullstendig kartlegging av mikrostruktur presenteres i Appendiks B, med systematisk avbilding i polarisert lysmikroskopi.

4.3.1 Feedstock

Avbilding av mikrostukturen i polarisert lys til feedstock AA6060 vises i Figur 43. Ren magnesium oksiderte krafig under anodisering i H_3PO_4 og hindret avbilding.



Figur 43. figuren viser mikrostukturen til feedstock AA6060 granul

4.3.2 Uherdet

Polariserte bilder

Figur 44 viser oversiksbilde av tversnittet til uherdede ekstrudater av 5, 7,510 og 12,5 wt % Mg.



Figur 44: figuren viser polariserte bilder av tverrsnittet til uherdet 1, 5 wt% Mg 2, 7,5 wt% Mg 3, 10 wt% Mg og 4, 12,5 wt% ved 5X forstørrelse.

Det var store variasjoner i kornstørrelse på ekstrudatene, avhengig av posisjonering i prøven. Senter i prøven innehadde den fineste og mest homogene kornstrukturen, mens området mellom senter og ytterkant viste større heterogenitet i kornstørrelse. Figur 45 viser mikrostrukturen i tverrsnitt og lengdesnitt til de fire ekstrudatene i senter av prøven. Figur 46 viser mikrostruktur rundt intermetalliske faser i området mellom senter og ytterkant.

Av Figur 45 ser vi en tilnærmet homogen likeakset kornstruktur for ekstrudatene av 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg. 5 wt % Mg viser derimot en avlang kornstruktur i lengdesnittet og antyder en ikke fullstendig dynamisk rekrystallisering.



Figur 45: figuren viser polariserte bilder av mikrostrukturen til uherdet 1, 5 wt% Mg, 2, 7,5 wt% Mg, 3, 10 wt%, 4, 12,5 wt% Mg i senter av a, tverrsnitt og b, lengdesnitt ved 20X forstørrelse.

Resultater



Figur 46: figuren viser mikrostrukturen langs intermetalliske faser i a, 5 wt% Mg b, 7,5 wt% Mg c, 10 wt% Mg og d, 12,5 wt% Mg.

Sem

Nesten samtlige ekstrudater viste tilnærmet homogen fase, med magnesium løst i aluminumsmatriksen, i senter og i ytterkant av tverrsnittet. Unntaket fra dette var 12,5 wt % Mg som hadde et bånd med ren aluminiumslegering ut mot sidekanten av tverrsnittet med påfølgende bånd med intermetalliske faser innenfor, vist i Figur 47.



Figur 47: figuren viser EDS kartlegging av elementkonsentrasjon Al og Mg langs sidekanten til 12,5 wt % Mg ekstrudat. Fargeintensiteten angir konsentrasjonen.

SEM mikrografet i Figur 48 viser fasefordelingen for 5 wt % Mg, hvor det vises tydelig bånd med intermetalliske faser mellom tilnærmet homogen fase. I ytterkant og i senter vises kun tilnærmet homogen fase uten intermetalliske faser.



Figur 48: figuren viser SEM mikrograf av a, senter b, midt mellom senter og ytterkant c, ytterkanten til tverrsnitt av 5 wt % Mg ved 100X forstørrelse.

Fasefordelingen endret karakter ved økt Mg tilsats. Figur 49 viser fasefordelingen i mellomliggende bånd for 7,5 wt % Mg. Intermetalliske faser er i større grad finfordelt i matriks. Dette fenomenet finner vi i økende grad i ekstrudatene av 10 wt % Mg og 12,5 wt % Mg, vist for 12,5 wt % Mg i Figur 50 med tilhørende EDS linjeanalyse.



Figur 49: SEM mikrografene viser område med intermetalliske faser i tverrsnittet til 7,5 wt % Mg. A, viser oversiktsbilde ved 100X forstørrelse, b, og c, viser utvalgt område ved hhv 300X og 1000X forstørrelse.

Figur 50 viser utdrag fra område med intermetallisk fase i 12,5 wt % Mg. Det vises et tydelig område med en matriks som har et ujevnt legeringsinnhold på begge sider. Intermetalliske faser vises som tydelige bånd. En lavlegert aluminiumsone viser seg i midtpartiet med tydelige diffusjonsoner på begge sider.



Figur 50: SEM mikrografet viser område med intermetalliske faser i tverrsnittet til 12,5 wt % Mg ved 300X forstørrelse. EDS linjeanalyse viser konsentrasjoner Al og Mg over linjen anvist.

Resultater

4.3.3 Herdet

Figur 51 viser oversiksbilde av tversnittet til herdede ekstrudater av 5, 7,510 og 12,5 wt % Mg.



Figur 51: figuren viser polariserte bilder av tverrsnittet til 1, 5 wt% Mg 2, 7,5 wt% Mg a, T5 herdet og b, T6 herdet ved 5X forstørrelse.

Mikrostrukturen til de T5 herdede 5 og 7,5 wt % Mg prøvene viste mikrostruktur som tilsvarte de uherdede prøvene. Figur 51 og Figur 52 viser dette, med tilsvarende mikrostruktur som uherdede prøver i Figur 44 og Figur 45.

Figur 51 og Figur 52 viser en betydelig kornvekst i de T6 herdede prøvene. Disse områdene ligger i all hovedsak ut mot sidekanten av tverrsnittet.



Figur 52: figuren viser polariserte bilder av mikrostrukturen til T5 herdet <u>1</u>, 5 wt% Mg, <u>2</u>, 7,5 wt% Mg og T6 herdet <u>3</u>, 5 wt% Mg, <u>4</u>, 7,5 wt% Mg <u>a</u>, i senter og <u>b</u>, i sidekanten av tverrsnitt ved 20X forstørrelse.

4.3.4 Intermetalliske faser

Det ble observert en betydelig mengde intermetalliske faser i alle ekstrudatene. Mengden intermetalliske faser økte ved økt Mg tilsats.

Figur 53 viser et SEM mikrograf av område hvor flere fenomener vises. Et bånd med intermetalliske faser i midten. Bånd med lavlegert aluminum på begge sider med tydelige diffusjonssoner mot magnesiumsrike soner. Og mer fintfordelte intermetalliske faser i matriksen langs sidekantene.



Figur 53: figuren viser a, EDS linescan over område med internetalliske faser og b, punktanalyse av komposisjon i angitte punkter i 10 wt % Mg.

Resultater

Figur 54 viser EDS kartlegging av elementfordelingen i et område med intermetalliske faser. Figuren viser en aluminiumsmatriks innlegert med magnesium. Tynne bånd med lavlegert aluminum og de intermetalliske fasene $Al_{12}Mg_{17}$ og Al_3Mg_2 i midten. Fordelingen av silisium er jevnt over ekstrudatet, med punktvise konsentrasjonstopper. Oksygenkonsentrasjonen er jevnt fordelt over fasene, bortsett fra i fasen av $Al_{12}Mg_{17}$ hvor vi finner en høyere konsentrasjon.



Figur 54: Figuren viser EDS fasefordeling av elementene aluminium, magnesium, silisium og oksygen over område med intermetalliske faser i 5 wt % Mg.

4.4 Strekktesting

4.4.1 Strekkurver

Strekk-tøyningskurver for en parallell med gunstig forlengelse og strekkfasthet av hhv AA6060 + 5, 7,5, 10, 12,5 wt % Mg, herdetilstand F, T5 og T6 vises grafisk i Figur 55. Strekktestresultater fremvises fullstendig grafisk i Appendiks D.



Figur 55: figuren viser strekkurver for en utvalgt parallell fra hhv AA6060 + 5, 7,5, 10, 12,5 wt % Mg, herdetilstand F, T5 og T6

4.4.2 Serratert flytprofil

Prøvene med 5 wt % og 7,5 wt % Mg i herdetilstand F, T5 og T6 viste serratert flyt under stekktesting. Figur 56 viser utdrag fra flytkurven til uherdet 5 og 7,5 wt % Mg, som tydelig viser serratert flyt under plastisk flyt. Prøvene med 10 og 12 wt % Mg viste ikke serratert flyt under strekktestingen.



Figur 56: figuren viser serratert flyt under strekktesting av uherdet a, 5 wt % Mg og b, 7,5 wt % Mg

4.5 Fraktografi

Alle bruddflater vises i Appendiks A.

Majoriteten av prøvene viser karakteristiske områder med duktile bruddoverflater, hhv prøve 1-10 og 1x-12x. Prøve 1-5 har utelukkende dimpel og slippoverflate som vist i Figur 57. Tydelige likeaksede dimpler vises i overflaten i størrelsesorden 1- 5μ m. Prøve 1x-3x og 7x-9x er også dominert av denne bruddmekanismen.



Figur 57: figuren viser bruddoverflaten til prøve 1, 5 wt% Mg, med utdrag av fenomenene a, plan overflate med slipplinjer og b, dimpeloverflate.

SEM mikrografet i Figur 58 viser bruddflaten til prøve 11, 10 wt % Mg. Bruddflaten viser tydelig et sprøbrudd, noe som også sammenfaller med strekkkurvene av figur x. Mikrografet av overflaten viser en typisk sprøbruddstruktur uten dimpeldannelse. Bruddet vises intergranulært, langs korngrensene. Prøve 11, 12, 14, 15 viser et helt tydelig kløvningsbrudd som i Figur 58. Prøve 13, 16, 17 og 19 viser også overflater av sprøbrudd, men delaminerte under strekktesten, noe vi også finner igjen i strekkurvene som spenningsavlastningsområder etter bruddannelsen.



Figur 58: figuren viser SEM bilde av bruddoverflaten til prøve 11-b, 10 wt% Mg, og mikrografer av overflaten ved 1000X med SE detektor og 3000X forstørrelse med AsB detektor.

Fenomenet rundt delamineringen ved bruddinitieringen undersøktes i SEM ved EDS analyse for å fastslå kjemisk sammensetning i spalten. Det ble funnet intermetalliske faser av Al_3Mg_2 mellom lagene som vist i Figur 59. Dette fenomenet ble funnet i samtlige prøver som viste delaminering.



Figur 59: figuren viser utdrag fra bruddoverflaten til prøve 6x som viser intermetallisk fase av Al_3Mg_2 i spalten hvor delaminering har inntruffet.

Flere av prøvene viste kombinerte sprø og duktil bruddkarakteristikk i tillegg til delaminering i bruddoverflatene. Den kombinerte bruddkarakteristikken er vist av SEM mikrografene i Figur 60. Dette fenomenet ble observert på prøvene av 7,5 wt % Mg, hhv prøve 6, 7, 8, 9, 10, 4x, 5x, 6x, 10x og 11x.



Figur 60: figuren viser bruddflaten til prøve 5x hvor a, senter viser sprø bruddoverflate b, viser delaminering med intermetalliske faser imellom og c, duktil bruddoverflate langs sidekanten.

4.6 Hardhetsmålinger

4.6.1 Makrohardhet

Uherdet

Makrohardheten (HV1) avlest fra sidekanten inn mot senter av prøvene vises grafisk i Figur 61. Gjennomsnittshardhet for hhv 5, 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg presenteres i Tabell 11.

Tabell 11: tabellen viser gjennomsnittshardhetene til uherdede ekstrudater

Mgtilsats (wt %)	5 %	7,5 %	10 %	12,5 %
Gjennomsnittshardhet (HV(1))	47,4	94,7	106,5	109,5



Figur 61: figuren viser hardhetsverdier (HV1) i hhv 5, 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg fra sidekant inn mot senter av tverrsnittet.

Herdet

Makrohardheten (HV1) avlest fra sidekanten inn mot senter av prøvene vises grafisk i Figur 61. Gjennomsnittshardhet for T5 og T6 herdet 5 og 7,5 wt % Mg presenteres i Tabell 12.

Tabell 12: tabellen viser gjennomsnittshardhetene til herdede ekstrudater

Herdetilstand	Т	.5	T6		
Mgtilsats (wt %)	5 %	7,5 %	10 %	12,5 %	
Gjennomsnittshardhet (HV(1))	68,7	83,0	68,9	92,6	



Figur 62: figuren viser hardhetsverdier (HV1) T5 og T6 herdet 5 og 7,5 wt % Mg fra sidekant inn mot senter av tverrsnittet.

4.6.2 Mikrohardhet

Mikrohardhetsverdier i intermetalliske faser og i matriksen til 10 wt % Mg presenteres i Tabell 13. Posisjonering av hardhetsinntrykk i faser og matriks er vist av SEM mikrografet i Figur 2. Vedlagt ligger linjeanalyse av konsentrasjon Al og Mg over fasene og i matriksen.

Tabell 13: tabellen viser hardhetsverdier (HV(0,025)) i intermetelliske faser og i matriks i 10 wt % Mg.

	Fase								
	$Al_{12}Mg_{17}$		Al_3Mg_2			Matriks			
Punktnr. i Figur 63	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Hardhet HV(0,025)	296	278	297	293	282	304	133	120	105
Komposisjon									
(wt % Al / wt % Mg)		51/49			63/37		88/12	90/10	93/7
Gj.snittshardhet									
HV(0,025)	290			293			119		



Figur 63: figuren viser 25 g mikrohardhetsinntrykk i intermetalliske faser og matriks i tverrsnittet til 10 wt % Mg angitt med nummerering 1-9. I figuren vises EDS spekteret til Al og Mg over linjen anvist med pil.

5 Diskusjon

5.1 Eksperimentelt

5.1.1 Ekstruderingskjøring og driftsparametere

Det var problematisk å oppnå en kontinuerlig og jevn ekstruderingshastighet ved ekstrudering av 10 wt % og 12,5 wt % Mg. Dette grunner i at en høyere Mg tilsats vil gi godset en høyere flytespenning og kreftene nødvendig for å opprettholde flyt øker. Dette stammer fra den høye magnesiumsmengden substitionelt løsningsherder aluminiumen under deformasjonen og hindrer dislokasjonsbevegelse noe som fører til en økning i flytespenning. Høye magnesiumsmengder vil også føre til en høyere arbeidsherdingsrate noe som også fører til en økt flytemotstand. Den dynamiske gjenvinningsevnen er proposjonal med lageroppbyggningsfeilene i materialet og dette minker da antallet tvangsløste atomer i matriks øker og vil videre føre til en økning i flytespenning. Effekten av disse fenomenene vil nødvendigvis avhenge av i hvor stor grad magnesiumen diffunderer inn i aluminiumsmatriksen.

Intermetalliske faser i strukturen vil øke dislokasjonstettheten i grenseflatene mellom de intermetalliske fasene og aluminiumsmatriksen og følgelig øke flytespenningen. Denne effekten vil øke ved økt Mg tilsats da mengden intermetalliske faser øker og fordelingen i matriksen øker som vist i Figur 48, Figur 49 og Figur 50.

Andre mekanismer som kan medvirke vil være materialenes egne relative flytespenninger. Flytespenningen til aluminium og magnesium er relativ lik og økende mengder Mg vil ikke endre flytespenningen drastisk som resultat av dette.

Den samlede effekten av dette vil kunne bety en betydelig økning i flytespenning og medføre at materialet vil være mer avhengig av temperaturen for å oppnå tilstrekkelig plastisk flyt.

Ved 10 wt % og 12,5 wt % Mg forsøket fyltes skruen seg opp og kladdet. Granulet mistet heften til kammerveggen og ble konsolidert til en solid plugg i ekstruderingskammeret. Det ble ikke oppnådd tilstrekkelig moment for ekstrudering i skruen uavhengig av rotasjonshastighet, og ekstruderingen stanset. Heften til kammerveggen avhenger av adhesjonsevnen til godset. Ren Mg innehar en lavere adhesjonsevne sammenliknet med aluminium, avlest fra Figur 6, selv om hardheten skal være tilnærmet lik som

Tabell 4 og Tabell 5 viser. Bakgrunnen for dette stammer fra det faktum at Mg innehar en HCP krystallstruktur og aluminiumen innehar en FCC krystallstruktur. En HCP struktur har færre slipplan sammenliknet med en FCC struktur og vil ha en større motstand mot plastisk flyt mellom ruhetene i overflaten. Dette medfører en mindre grad adhesjon mellom godset og kammerveggene som funksjon av økende Mg tilsats. Her må merkes at Magnesiumen vil oppta mer av volumet og følgelig mer av kontaktarealet som funksjon av økt tilsats som resultat av lavere tetthet. 1 w % Mg tilsats tilsvarer omtrent 1,5 i volum% Mg. Godset vil som resultat av økende mengder Mg diffundert inn i aluminumsmatriksen oppleve en økning i fast løsningsherding og arbeidsherding. Disse styrkemekanismene medfører en økning i hardhet. Hardhetsøkningen som funksjon av økende Mg tilsats bekreftes i Tabell 11 og Figur 61 fra hardhetsmålingene utført i ekstrudatet. Hardheten er proposjonal med adhesjonsevnen og vil ved økende hardhet føre til en minking i adhesjonsevne.

Når adhesjon til kammerveggen minker vil følgelig deformasjonsgraden også minke. Dette satt i sammenheng med fenomenene presentert tidligere med økende flytespenning som funksjon av Mg tilsats vil kunne forklare hvorfor ekstruderingen stoppet opp.

Figur 40 viser temperaturvariasjonene logget i dysen og i ekstruderingskammeret under ekstruderingen. 5 wt % Mg viste en dysetemperatur uten store variasjoner, ~400-410 0 C, og ekstruderingshastigheten var tilnærmet konstant under ekstruderingen. 7,5 wt % viste også en tilnærmet konstant ekstruderingshastighet, men temperaturen varierte i større grad, ~400-440 0 C. Dette antyder at varmeutviklingen i godset påvirkes av Mg tilsatsen. En høyere Mg tilsats vil, ved mekanismene presentert tidligere, øke flytespenningen og følgelig føre til økt deformasjonsarbeid i ekstruderingskammeret. Dette vil kunne medføre en ujevn temperaturgenerering da materialet ikke oppnår like god flyt som mindre legerte og temperaturgenereringen i ekstruderingskammeret vil være høyere når det deformeres. Temperaturene avlest fra T2(T3), i ekstruderingskammeret bekrefter dette for 10 og 12,5 wt % Mg. Da temperaturene her er høyere sammenliknet med 5 og 7,5 wt % Mg.

10 og 12,5 wt % gikk begge til brudd i dyseåpningen etter en tids ekstruderingsstans og antyder et sprøtt materiale med mye spenninger.

5.1.2 Anodisering

Prøvene av 10 og 12,5 wt % Mg oksiderte kraftig under anodiseringen og vanskeliggjorde avbildingen i polarisert lys. Det la seg korrosjonsprodukter på overflaten som hindret en god avbilding, vist som lyse områder i figur x-y. Oksideringen inntraff i sonen mellom senter og ytterkant, med andre ord den magnesiumrike sonen med betydelig mengder intermetalliske faser. Dette viser at magnesiumen oksiderte kraftig i 5 % H_3PO_4 løsningen under gjeldene forhold. Det ble forsøkt å minke på anodiseringstiden, og et kompromiss mellom tilstrekkelig anodisering mot oksidering ble funnet ved 30-40 s for å muliggjøre avbilding av prøvene.

5.2 Generelt om komposisjon og fasefordeling i herdetilstand F/T1

5.2.1 Diffusjon

Alle ekstrudatene har vist en tilnærmet homogen fast løsning med løst Mg i matriksen. Det var før ekstrudering forventet en bimetallstruktur eksempelvis som vises i Figur 19, med en egen AA6060 og ren magnesium fase med intermetalliske faser imellom. Ren magnesium ble derimot ikke observert i matriksen ved EDS analyser. Magnesiumen hadde derimot løst seg i aluminiumsmatriksen og dannet en homogen legeringsløsning. Spørsmålet ble stilt om det hadde blitt dannet en smelte eller om prosessen var diffusjonsstyrt. Ved undersøkelser av prosesstemperaturene i T1 i Figur 40 vises variasjoner i dysetemperaturene, som vil kunne være et godt estimat på maksimal temperatur. Disse temperaturene kan åpne muligheten for noe eutektisk smelting slik fasediagrammet i Figur 14 antyder, med eutektiske smeltetemperaturer på 450 og 437⁰C for hhv Al₂Mg₃ og Al₁₂Mg₁₇, men ikke en homogen smelte. Det er dermed grunn til å argumentere for at løsningen har gjennomgått diffusjonsstyrt fast løsningsherding under deformasjonen.

Beregninger av Arrhenius likning og Ficks 1. lov i Figur 42 viser at diffusjonslengdene under prosesstemperatur på 400° C vil være i størrelsesorden 2-4 mikrometer. Dette er et meget grovt estimat, men kan gi et bilde av hvilken grad av deformering som er nødvendig for homogen løsning og at eksponeringstiden under opphøyde temperaturer er essensielle faktorer under ekstruderingen. Ved et forbehold om diffusjonsstyrt innlegering betyr dette at Mg granulene må deformeres til en størrelse <10 μ m.

Flytprofilen under skruekstrudering i Figur 8 og Figur 9 viser at flytehastigheten mot dyseåpningen vil variere avhengig av hvor i ekstruderingskammeret materialet flyter. Det vil være en saktegående sone langs kammerveggen med betydelig deformering. Her vil eksponeringstiden og deformasjonsgraden være høy. Det kan her forventes en relativ homogen løsning grunnet høy grad av diffusjon og betydelig deformerte granuler. Det samme kan det argumenteres for i sonen i bakkant av skruen da det også her vil oppnås en saktegående sone med relativ lang eksponeringen i et opphøyd temperaturområde. Det kan dermed argumenteres for en relativ homogen løsning i senter av prøven og langs sidekanten til det ferdige ekstrudatet.

Flytsonen i mellom sidekanten og senter i tverrsnittet vil ha en mindre grad av diffusjon da det her flyter relativt hurtig mot dyseåpningen, deformasjonsgraden vil også være noe mindre sammenliknet med sidekanten, mens deformasjonsraten derimot vil kunne være større. Denne sonen vil dermed ha en større mulighet for materialheterogenitet.

Fasefordeling og EDS resultater fra de forskjellige ekstrudatene underbygger denne teorien. Det vises en homogen løsning i senter og sidekanten av alle prøvene uten dannelse av intermetalliske faser. Sonen i mellom viser typisk bånd med intermetalliske faser i størrelsesorden 5-20 μ m. Dette kan tyde på at magnesiumen ikke har hatt tilstrekkelig deformering og høytemperatureksponering til å kunne diffundere fullstendig inn i matriksen og har ved interdiffusjon dannet intermetalliske faser.

Majoriteten av båndene inneholder kun Al_3Mg_2 . Noen av båndene inneholder derimot både $Al_{12}Mg_{17}$ og Al_3Mg_2 . I disse områdene kan relativ lav deformering, liten høytemperatureksponering i sammenheng med opphopning av Mg medført at det i tillegg til Al_3Mg_2 også har blitt interdiffundert og utfelt $Al_{12}Mg_{17}$.

Mekanismen vil ikke vær så ulik det som skjer ved ARB av Al/Mg der vi tydelig ser at magnesiumen og aluminiumen vokser sammen ved dannelsen av intermetalliske faser imellom. Tykkelsen på dette intermetalliske båndet øker i tykkelse som funksjon av tid og deformering. Forskjellen her vil ligge i at alt magnesiumen i dette forsøket har blitt utarmet i dannelsen av intermetalliske faser og ved vakansdiffusjon inn i aluminumsmatriksen.

Alternativ dannelse av intermetalliske faser

Et alternativ til dannelsen av de intermetalliske fasene kan stamme fra at det mellomliggende båndet mellom ytterkant og senter har oppnådd en høyere temperatur grunnet høy deformasjonsrate. Temperaturavlesningen ble gjennomført på overflaten og det er dermed vanskelig å fastslå temperatur innover i godset. Hvis vi tar et forbehold om høyere temperatur i dette båndet kan temperaturen ha overgått de eutektiske temperaturen og dannet smelte i magnesiumsrike soner. Disse sonene vil da kunne felles ut ved avkjøling etter ekstrudering og danne hhv Al₂Mg₃ og Al₁₂Mg₁₇. Det som kan argumentere for dette fenomenet er den store mengden Al₂Mg₃. Rent kinetisk er denne fasen vanskelig å oppnå da den har en meget kompleks krystallstruktur, noe som taler i mot dannelsen av denne ved diffusjonsstyrte prosesser.

5.2.2 Lokal smelting

Av prøvene med 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg kan det observeres en homogen løsning med intermetalliske bånd som i 5 wt % Mg, observert i Figur 48. Vi finner derimot i tillegg fint fordelte intermetalliske faser i små "dammer" i matriks, vist i Figur 49 og Figur 50. Dette fenomenet skiller seg fra de intermetalliske båndene observert, da de virker å ha en typisk støpestruktur.

Sonene kan sees i sammenheng med det som har blitt observert for FSW Al/Mg, hvor temperaturen har blitt høy nok til at det har inntruffet lokal smelting som ved avkjøling har felt seg ut som en intermetallisk fase, vist i Figur 22 og Figur 23.

Vi kan se av temperaturvariasjonene gitt i Figur 40 at det for 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg har vært relativt store temperatursvingninger sammenliknet med 5wt % Mg og at maks temperaturen har nærmet seg den eutektiske smeltetemperaturen for Al_3Mg_2 . Det vil være rimelig å anta at temperaturen lokalt kan ha overgått den eutektiske smeltetemperaturen. Fasen vil da ved rolig avkjøling felles ut som eutektiske rosetter, og er mulig det vi ser i Figur 49 og Figur 50.

Det kan også argumenteres for at det oppnås høyere temperatur i mellomliggende bånd på grunn av høyere deformasjonsrate. Flytprofilen i Figur 8 og Figur 9 viser en rask flyt, som følgelig betyr at deformasjonsraten vil være høy som videre vil kunne generere mye varme. Deformasjonsvarmen vil konkurrere med friksjonsvarmen fra dyseåpningen dannet i overflaten, hvor temperaturavlesningen under ekstruderingen logges, om å opptre som maksimal temperatur. To mulige temperaturdistribusjoner presenteres i Figur 64.



Figur 64: figuren viser to mulige temperaturdistribusjoner over tverrsnittet til skruekstrudert AA6060 + Mg. A er hvis varmegenereringen under høye deformasjonsrater overgår dysefriksjonsvarmegenereringen og b, viser motsatt scenario

Drivkraften for dannelsen av fasene vil også være større enn for 5 wt % Mg siden magnesiuminnholdet i legeringen vil være høyere og påvirke løseligheten.
5.3 Generelt om kornstruktur i herdetilstand F

Av polariserte bilder gitt i Figur 45 og Figur 46 ble en fin likeakset mikrostruktur avbildet i hoveddelen av matriksen, med større avlange korn omkring de intermetalliske fasene. Den likeaksede strukturen med kornstørrelse <15µm tyder på omfattende deformering og at dynamisk gjenvinning og dynamisk geometrisk rekrystallisering har inntruffet. Dette bekreftes i mikroskopbildene tatt av lengdesnitt for 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg, Figur 45, hvor det også her vises en likeakset struktur i motsetning til en avlang struktur som ville vært tilfellet ved deformering uten rekrystallisering. I sonen utenfor senter vises en heterogen kornstruktur, Figur 46, hvor avlange korn ligger langsmed bånd av intermetalliske faser. Dette tyder på at det i disse områdene ikke har dynamisk rekrystallisert og det tydelig vises en struktur med mindre grad av deformering.

Figur 54 er fasefordelingen i områdene rundt intermetalliske faser i stor grad fordelt i bånd med lav Mg-legert aluminium og magnesiumrike områder med intermetalliske faser i en matriks av relativ høy Mg-legert aluminium. Dette tyder på lav grad av deformering sammenliknet med de homogene sonene i senter og langs sidekanten.

Kornstørrelsen i senter av alle prøvene viste en fin likeakset kornstruktur. Lav tøyningsrate i sammenheng med høye temperaturer i senter vil minke dislokasjonstettheten og medføre en større drivkraft for dannelse av en dynamisk rekrystallisert struktur sammenliknet med områder med høye tøyningsrater.

Ved sammenlikning av kornstørrelsene til ekstrudatene i senter vises liten forskjell. Unntaket fra dette er 5 wt % Mg, av Figur 45, som viser en avlang korntruktur i senter av lengdesnittet. Dette vitner om en deformert feedstock struktur, av Figur 43, uten dynamisk rekrystallisering.

10 og 12,5 wt % Mg oksiderte kraftig i områdene utenfor senter som vi ser av polariserte bilder i Appendiks B. Dette fenomenet vanskeliggjør karakterisering av kornstrukturen. Ved nøye undersøkelser av strukturen under oksidlaget på prøvene, er majoriteten av kornene her også likeakset. Strukturen uten oksidlag, mao lavlegert deformert AA6060, vises som avlange deformerte korn som stammer fra mikrostrukturen til feedstock-AA6060.

5.4 Strekktesting og fraktografi

5.4.1 Uherdet

5 wt % Mg

Det ble vist store endringer i mekaniske egenskaper som funksjon av økt Mg tilsats. 5 wt % Mg viste en høy forlengelse, ~20 %, med en relativt lav flytespenning, ~70 MPa og strekkfasthet, ~160 MPa. Disse verdiene er lavere enn verdiene innhentet med termisk renset AA6060 skrueekstrudering fra tidligere forsøk, vist i Figur 16 og

Tabell 4, med flytespenning ~80 MPa, strekkfasthet ~170-175 MPa og forlengelse på ~27-28 %.

Ved sammenlikning av 5 wt % Mg mot konvensjonelt ekstrudert AA6060, finner vi en marginalt høyere strekkfasthet, lavere forlengelse og flytespenning.

Teoretisk burde tilsats av 5 wt % Mg vist høyere strekkfasthet og flytespenning sammenliknet med ren AA6060 ekstrudat, på grunn av fast løsningsherding, dispersjonsherding og økt arbeidsherding. Det er nødvendigvis vanskelig å sammenlikne direkte da prosessparametere under forsøket vil være forskjellig. Lavere forlengelse er å forvente med tilsats av Mg.

Ekstrudatene av 5 wt % Mg var de eneste som hadde et halsdannelsesområde etter strekkfastheten var nådd under strekktesting. Det ble i virkeligheten ikke dannet en hals, men det ble isteden dannet en skrå kam i en spiralform over tverrsnittet, vist av bruddprofilene i Appendiks A. Denne kammen antyder at mekanismene ved halsdannelse, med maksimal skjærspenning 45^0 på spenningsretningen har inntruffet. Forskjellen her vil være at bruddet har initiert ved områdene tilknyttet de intermetalliske fasene hvor materialet vil ha svakheter, og vokst derfra. Bruddprofilen har følgelig fått sitt særegne utseende.

7,5 wt % Mg

7,5 wt % Mg viste en betydelig høyere flytespenning og strekkfasthet sammenliknet med 5 wt % Mg. Herdebidragene fra økt fast løsningsherding, økt arbeidsherding og økt dispersjonsherding har resultert i en betraktelig sterkere legering, med flytespenning på ~180 MPa og strekkfasthet på ~340 MPa. Forlengelsen er følgelig mindre på ~10 %.

Strekkprøvene gikk til brudd uten halsdannelse, m.a.o. et sprøtt brudd. Bruddflatene viser derimot en duktil bruddoverflate langs kantene, med dimpeloverflater som vist i Figur 60. Senter av prøven viser en sprø bruddoverflate, mens mellomliggende områder viser stor grad av delaminering i spiralmønster. Dette tyder på at materialet først går til plastisk flyt langs sidekantene, 45^0 på spenningsretningen. De heterogene sonene innenfor vil så gå til brudd i de intermetalliske fasene og delamineres da sidekantene forlenges. Til slutt vil spenningen i all hovedsak opptas av et lite sterkt tverrsnitt i senter som går til sprøbrudd. Som vist av Figur 44 og i Appendiks B finner vi en homogen mikrostruktur med små likeaksede korn i senter av prøven. Senter av prøven vil dermed være sterkere på grunn av en større andel dislokasjonsbarrierer.

Sidekantene og mellomliggende område har derimot en mer heterogen kornstruktur som følgelig gjør det svakere. Senter av prøven viste også en homogen komposisjon med fast løsningsherdet magnesium, i motsetning til mellomliggende bånd hvor mye av magnesiumen har felt ut som intermetalliske faser. Løsningsherdingen vil dermed gi et større styrkebidrag i senter av ekstrudatet.

10 wt % Mg

Tilsats av 10 wt % Mg resulterte i en legering som innehadde en høyere flytespenning og strekkfasthet sammenliknet med 7,5 wt % Mg. Herdebidragene fra fast løsningsherding, arbeidsherding og dispersjonsherding har økt med økt Mg tilsats og resultert i et sterkere materiale. Flytespenning ~220 MPa og strekkfasthet på ~370 MPa underbygger dette.

Alle bruddflatene viser et typisk sprøbrudd, med bruddflate vinkelrett på spenningsretningen og en granulær overflate, vist i Figur 58. Mikroskopbildene i Appendiks A antyder at bruddene i prøve 12, 14 og 15 initieres fra et punkt i sidekant. Det vises tydelig at vifteformasjonen som har blitt dannet, samles i et punkt ved sidekanten. Prøve 11 viser en spiralformasjon på bruddoverflaten. Dette er en tydelig anvisning på at bruddet har startet i senter av prøveoverflaten. Bruddet har videre forplantet seg utover i et spiralmønster som følger spirallagene, med intermetalliske faser imellom, dannet under selve ekstruderingen. Prøve 13 og 16 kløyvdes ikke fullstendig under brudd og medførte delaminering av prøvene i materialsvakheter knyttet til intermetalliske faser i spiralbåndene.

12,5 wt % Mg

Prøvene med 12,5 wt % viste lavere strekkfasthet sammenliknet med 10 wt % Mg. Strekkfastheten varierte sterkt fra parallell til parallell og antyder en sterkt inhomogen ekstrudatlengde. 17, 18 og 19 viste strekkfasthet på hhv ~170 MPa, ~260 MPa og ~310 MPa. Flytespenningen på ~210 MPa var tilnærmet lik 10 wt % Mg for de to prøveparallellene 18 og 19. Prøve 17 gikk tidlig til brudd, <1 % forlengelse. Dette ugunstige materialegenskaper ekstrudat med og vitner viser et prosessparameternes store innflytelse. Som nevnt i kapittel 5.1.1 opplevde ekstruderingen store variasjoner i ekstruderingshastighet, og dette har videre resultert i en inhomogen ekstrudatlengde. I tillegg ble det også her funnet en homogen fase med 12-13 wt % Mg. Innlegeringer i denne størrelsesorden vil gjøre materialet så sprøtt at det vil kunne vanskeliggjøre presis mekanisk testing.

Alle prøvene gikk til sprøbrudd. Prøve 18 og 19 viste typisk sprø bruddoverflate. Begge prøvene viste delaminering i båndene med intermetalliske faser, men viste i størst grad på prøve 19. Dette ser vi igjen på strekkurvene i Appendiks D. Spenningskurven faller uberegnelig etter brudd da senter har gått til brudd, mens skallet fortsatt henger fast og delamineres i båndene med intermetalliske faser. Prøve 17 gikk prematurt til brudd og viste en overflate med stor grad delaminering og en sprøbrudd profil.

Generelt

Parallellene fra hvert av ekstrudatene viste store forskjeller i strekkfasthet og forlengelse, som vi kan se av strekktestresultatene gitt i Appendiks D. Bruddtypen varierte i større grad som følge av større Mg tilsats slik fraktografiene gitt i Appendiks A viser. Resultatene tyder på liten grad av materialhomogenitet gjennom ekstruderingslengden, Ekstruderingshastigheten og følgelig deformasjonsraten varierte sterkt som nevnt i kapitel 5.1.1. Dette vil nødvendigvis føre til en heterogen mikrostruktur over ekstruderingslengden. Fenomenet med ujevn ekstruderingshastighet var størst ved ekstrudering av 10 og 12,5 wt % Mg, og strekkurvene i Appendiks A viser betydelige forskjeller i strekkfasthet og forlengelse.

5 og 7,5 wt % Mg hadde også store forskjeller i forlengelse og strekkfasthet uten at fenomenet med ujevn ekstruderingshastighet var en betydelig faktor. Dette kan grunne i de store komposisjonsheterogeniteter i ekstrudatet. Som et resultat av betydelig mengder intermetalliske faser og sprekker er det større usikkerhet knyttet til strekktestresultatene. Materialet vil ha markante svakheter i områdene med intermetalliske faser og sprekker som vil kunne initiere brudd. Kornstrukturen varierte også sterkt over tverrsnittet som Figur 44, Figur 45 og Figur 46 viser og vil også være en faktor som influerer.

Flytespenning og strekkfasthet økte som funksjon av økt Mg tilsats, med en minking i forlengelse for ekstrudatene 5 til 10 wt % Mg. 12,5 wt % Mg viste derimot et fall i mekaniske egenskaper. Dette kan forklares med meget ujevn ekstruderingshastighet og en Mg-innlegering så høy at materialet lokalt blir for sprøtt til å kunne mekanisk testes.

5.4.2 Herdet

T5 herdet 5 wt % Mg

De T5 herdede 5 wt % Mg prøvene viste en flytespenning på ~120 MPa og strekkfasthet på ~200–250 MPa. Dette vitner om herdebidrag ved utherding av Mg₂Si. Grafen i Figur 15 viser en betydelig økning i flytespenning, opp til 50 %, som resultat av presipitering av Mg₂Si i en AA6061 legering. Styrkebidraget for 5 wt % Mg ekstrudatene opplevde en økning i flytespenning på ~70 % som resultat av utherdingssteget. Forlengelsen og strekkfastheten varierte proporsjonalt for parallellene 1x, 2x og 3x, som vist i Appendiks D. Denne variasjonen i strekkfasthet og forlengelse vises også i strekktestingen av ekstrudatene i herdetilstand F, og vitner om materialinhomogenitet over ekstrudatlengden.

De T5 herdede prøvene, 1x, 2x og 3x, viser lavere flytespenning (~120 MPa) sammenliknet med konvensjonelt ekstrudert T5 herdet AA6060 (~185 MPa) fra Tabell 4. Strekkfastheten (~200–250 MPa) ligger i samme spenningsområde som

konvensjonelt ekstrudert T5 herdet AA6060 (220 MPa). Forlengelsen til ekstrudatene varierte i stor grad, mellom 7 og 16 %. Parallellene 2x (~13 %) og 3x (16 %) er sammenliknbare med T5 herdet konvensjonelt ekstrudert AA6060 på 13 % forlengelse.

Alle bruddflatene viste duktilt brudd med karakteristiske dimpeloverflater, som vist i Figur 57. Bruddprofilen for prøve 2x og 3x viser en spiralformasjon i bruddflaten som observert på bruddflatene til uherdet 5 wt % Mg. Også her vises bruddet $\sim 45^{0}$ på spenningsretningen i kammer. 1x viser derimot en relativ plan overflate over tverrsnittet.

T5 herdet 7,5 wt % Mg

De mekaniske egenskaper til 7,5 wt % Mg ble noe forbedret for to paralleller hhv 4x og 5x, med flytespenning på hhv ~220 MPa og ~180 MPa og strekkfasthet på hhv ~340 MPa og ~330 MPa. Sammenliknet med uherdede prøver med flytespenning på ~170 MPa og strekkfasthet i spenningsområdet 220 MPa-310MPa er dette en tydelig anvisning på herdebidraget til presipiteringen av Mg₂Si. Det er forventet et mindre herdebidrag fra utherding sammenliknet med for 5 wt % Mg, da strekkfasthet og flytespenning etter ekstrudering allerede var relativ høy.

Prøve 6x viste flytespenning, strekkfasthet og forlengelse som sammenfaller med majoriteten av de uherdede prøvene, uten styrkebidrag som resultat av utherdingen. Grunnen til dette kan være at spenningsavlastningen i form av gjenvinning ved utherdingen sidestiller seg med styrkebidraget fra presipiteringen av Mg₂Si.

De store variasjonene i mekaniske egenskaper mellom parallellene vitner om stor materialheterogenitet over ekstrudatlengden.

Bruddflatene viste seg som for de uherdede ekstrudatene. Sprø bruddoverflate i senter, duktil bruddoverflate langs sidekanten og delaminering rundt intermetalliske faser i mellomliggende område.

T6 herdet 5 wt % Mg

T6 herdet 5 wt % Mg viste flytespenning på ~100-120 MPa og strekkfasthet på ~200-250 MPa. Sammenliknet med både T6 herdet konvensjonelt ekstrudert (~215 MPa) og skruekstrudert AA6060 (~260 MPa) av Tabell 4 er flytespenningen lav. Det vises i Figur 51 og Figur 52 kornvekst i ekstrudatet. Dette er et resultat av rekrystallisering under innherdingen og har over tid ført til omfattende kornvekst. De store kornene vil forringe styrken da legeringen vil inneha et mindre korngrensareal som kan opptre som dislokasjonsbarrierer. Dette vil medføre at flytespenningen minker og kan være grunnen til at vi finner en betydelig lavere flytespenning sammenliknet med ekstrudatene i Tabell 4.

Strekkfasthet og flytespenning er også lavere sammenliknet med T5 herdede 5 wt % Mg. Dette vil være et resultat av større grad av gjenvinning og rekrystalliseringen med påfølgende kornvekst.

Flytespenning, strekkfasthet og forlengelse varierte over parallellene og vitner om inhomogen mikrostruktur over ekstruderingslengden.

Bruddflatene viste seg som for de uherdede ekstrudatene.

T6 herdet 7,5 wt % Mg

De T6 herdede 7,5 wt % Mg prøvene viste flytespenning (~150-200 MPa) og strekkfasthet (~280-300 MPa) som var sammenliknbare med flytespenningen (~160-220 MPa) og strekkfasthet (~270-340 MPa) til de T5 herdede 7,5 wt % Mg prøvene. Av Figur 51 vises mikrostrukturen til både T6 herdet 5 og 7,5 wt % Mg og det vises mer kornvekst i ekstrudatene av 5 wt %. Forringelsen av mekaniske egenskaper som resultat av kornvekst vil dermed være mindre siden mikrostrukturen etter ekstruderingen i større grad er opprettholdt. Dette har resultert i mekaniske egenskaper som sammenfaller mer med T5 herdede prøver. Innherdning viser derimot ingen positiv effekt på mekaniske egenskaper, og viste ikke økt styrkebidrag etter utherdingssteget som kjennetegner T6 herdede legeringer som vist for konvensjonelt ekstrudert AA6060 i Tabell 4.

Bruddprofilen viste seg som for uherdet og T5 herdet 7,5 wt % Mg.

Generelt

Utherdingen ga betydelig styrkebidrag for parallellene med 5 wt % Mg. Styrkebidraget i prøvene med 7,5 wt % Mg var betraktelig lavere. Dette kommer angivelig fra at det for høyere innlegeringer av Mg vil gjennomgå en større gjenvinning som resultat av varmebehandlingen som fører til minking i styrken til ekstrudatet.

Homogeniseringen ved innherding har ikke gitt gunstig effekt på de mekaniske egenskapene til ekstrudatene. Kornvekst har inntruffet, især grad på prøver med 5 wt % Mg, og medført forringelse av mekaniske egenskaper.

5.4.3 Serratert flyt

Figur 60 viser serratert flyt under strekktesting av uherdet 5 og 7,5 wt % Mg. Ifølge teorien skulle spenningsamplituden økt ved høyere Mg tilsats da flere Mg atomer vil være tilgjengelige for pinning. Dette viste seg i forsøket å være motsatt, hvor økt Mg tilsats fjernet serrateringen. Dette grunner sannsynligvis i at prøvene med høy Mg tilsats innehar en sprø struktur som fjerner effekten av serrateringen. Serrateringen er tøyningsrateavhengig og forbeholdes dermed materialer med en duktil flytkarakteristikk og vil av den grunn ikke inntreffe på de relativt sprøe ekstrudatene.

5.5 Hardhetsmålinger

5.5.1 Makrohardhet

Uherdet

Den gjennomsnittlige hardheten, Tabell 11, til ekstrudatene økte med økt magnesiumtilsats. Dette var å forvente da dette sammenfaller med forlengelsen til ekstrudatene som avtok proporsjonalt med magnesiumtilsatsen.

Hardheten over tverrsnittet i Figur 61 viste for alle ekstrudater, verdier i de to punktene nærmest senter, som kan sidestilles med gjennomsnittshardheten. Dette vitner om en homogen løsning i senter av alle ekstrudatene.

Hardhetsverdien i sidekant, Figur 61, viste et høyt avvik sammenliknet med verdiene innover i tverrsnittet for 12,5 wt % Mg. Hardhetsverdiene i sidekanten til 12,5 wt % var forventet å være lav. Figur 47 viser tydelig ren AA6060 legering i sidekant av ekstrudatet. Dette er en duktil legering i herdetilstand F, hhv 45 HV og 47 HV for ekstrudert og skruekstrudert av Tabell 4. Avlest hardhet på 47 HV, 100 μ m fra sidekanten i 12,5 wt % Mg, bekrefter observasjonen i Figur 47. Variasjonene for resterende inntrykk i prøvene over tverrsnittet grunner i harde intermetalliske faser og lokale komposisjonsvariasjoner, vist for 10 wt % Mg i Figur 63 og Tabell 13.

Herdet

Hardhetsinntrykkene på de herdede prøvene ble gjennomført i strekkprøven da disse var de eneste tilgjengelig for undersøkelse. Dette betyr at hardhetsinntrykkene vil variere mer i posisjon fra prøve til prøve, da dette er avhengig av maskineringen. På et generelt grunnlag vil ikke inntrykkene avleses i sidekanten da denne er maskinert bort. Det første inntrykkene vil settes ~300 μ m inn i ekstrudatet, mot ~100 μ m for de uherdede prøvene, forbeholdt jevn maskinering over radien. Dette settes som utgangspunkt ved videre sammenlikning.

Den gjennomsnittlige hardheten, Tabell 12, til T5 og T6 herdet 5 wt % Mg var tilnærmet lik, på 68,7 og 68,9 HV(1). Dette sammenfaller med strekktestresultatene som også viste tilnærmet like flytespenninger, strekkfastheter og forlengelser. Sammenliknet med uherdet 5 wt % Mg er dette en hardhetsøkning på ~46 %. Økningen er forventet da flytespenningen hadde økt med nærmere 70 %.

T5 herdet og uherdet 7,5 wt % Mg viste samme hardhetsfordeling over tverrsnittet, hardt i senterpunktene og relativt mykt i områdene utenfor. Dette bekrefter bruddprofilen avbildet i Figur 60, med sprø bruddannelse i senter og duktil bruddkarakteristikk ut mot sidekantene.

T5 og T6 viste tilnærmet like hardhetsverdier i de to punktene nærmest senter av prøven, av Figur 62. De mekaniske egenskapene flytespenning, strekkfasthet og forlengelse varierte i stor grad for de herdede 7,5 wt % Mg, men ligger i samme område, tilnærmet like verdier er dermed forventet.

De store variasjonene i hardhet over tverrsnittene vil grunne i harde intermetalliske faser og lokale komposisjonsvariasjoner, som vist for 10 wt % Mg i Figur 63 og Tabell 13.

Generelt

Hardheten økte med økt Mg tilsats. Hardheten økte med ~46 % for herdede prøver sammenliknet med uherdede prøver for 5 wt % Mg. 7,5 wt % hadde små endringer i hardhet som resultat av herdingen.

Av resultatene kan vi trekke ut et overgangsområde for duktil til sprø bruddkarakteristikk basert på hardhetsresultatene sett i sammenheng med bruddoverflaten i Figur 60 og bruddflatene i Appendiks A for 7,5 wt % Mg. Ved et konservativt overslag vil overgangen skje mellom 70-80 og 90-100 HV(1).

5.5.2 Mikrohardhet

Mikrohardhetene i Tabell 13 for 10 wt % Mg viser gjennomsnittlig hardhet for fasene Al_3Mg_2 og $Al_{12}Mg_{17}$ på hhv 290 og 293 HV(0,025). Disse verdiene er representative for hardheten i fasene i ekstrudatene av 5, 7,5 og 12,5 wt % Mg. Hardhetene som funksjon av Mg innhold vises også i Tabell 13. Økende Mg innhold resulterer i en høyere hardhet og det vises tydelig en avtagning i hardhet i form av diffusjonssone ut fra de intermetalliske fasegrensene.

6 Konklusjon

De viktigste observasjonene og resultatene presenteres kort punktvis:

- Det ble dannet et Al/Al₃Mg₂(Al₁₂Mg₁₇) AMMC etter skruekstrudering av hhv 5, 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg. Matriksen bestod av Al(Mg), med spiralbånd og fint fordelt Al₃Mg₂(Al₁₂Mg₁₇).
- Det var store periodiske variasjoner i ekstruderingshastighet av 10 og 12,5 wt % Mg grunnet manglende flyt i materialet og minkende moment fra skruen grunnet minkende klebningsfriksjon ved økt Mg tilsats. 5 og 7,5 wt % Mg viste jevn ekstruderingshastighet.
- Fasefordelingen endret seg som funksjon av økt mg tilsats. 5 wt % Mg viste kun tydelige intermetalliske spiralbånd, mens 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg i økende grad viste fint fordelte intermetalliske faser i matriksen i tillegg til de intermetalliske spiralbåndene
- Den intermetalliske fasefordelingen over tverrsnittet var konsentrert i en sone mellom senter og ytterkant for alle ekstrudater. Sidekant og senter viste lite intermetalliske faser.
- Ekstrudatene viste økende flytespenning, strekkfasthet og hardhet som funksjon av økt Mg tilsats for ekstrudatene med hhv 5, 7,5 og 10 wt % Mg tilsats. Dette var et resultat av økt arbeidsherding og fast løsningsherding grunnet høyere mengder Mg i matriksen og økt dispersjonsherding fra de intermetalliske fasene som økte i omfang og fordeling i matriksen.
- Forlengelsen avtok som funksjon av økt Mg tilsats.
- De mekaniske egenskapene varierte betraktelig mellom parallellene i hvert ekstrudat og vitnet om inhomogene ekstrudatlengder.
- Majoriteten av Al(Mg) matriksen til alle ekstrudater viste en fin likeakset dynamisk rekrystallisert kornstruktur på $<15 \mu m$.
- Kornstrukturen omkring intermetalliske faser inneholdt deformert kornstruktur av feedstock strukturen i tillegg til dynamisk rekrystallisert struktur.
- T5 herding ga herdebidrag til flytespenningen for 5 wt % Mg på ca 70 % og ca 10-20 % for 7,5 wt % Mg.
- T6 herding ga herdebidrag til flytespenningen for 5 wt % Mg på ca 40-70 % og ca 10-20 % for 7,5 wt % Mg.
- Mikrostrukturen til T6 herdede prøver viste omfattende rekrystallisering og kornvekst i områdene ut mot sidekantene, foruten dette var kornstrukturen tilnærmet uavhengig av herdingen.
- Strekkprøvene av 5 wt % Mg viste duktil bruddprofil.
- Strekkprøvene av 7,5 wt % Mg viste kombinert sprø og duktil bruddprofil.
- Strekkprøvene av hhv 10 og 12,5 wt % Mg viste sprø bruddprofil.
- Et konservativt overslag viste at overgangen mellom duktil til sprø bruddprofil inntraff ved hardheter mellom 70-80 og 90-100 HV(1) i matriks.
- Bruddprofilen til 7,5, 10 og 12,5 wt % Mg viste delaminering i spiralbånd med intermetalliske faser over tverrsnittet.

7 Videre arbeid

- Undersøke temperaturdistribusjonen over tverrsnittet under skruekstrudering
 Skruekstrudering av andre AMMC materialkombinasjoner, eksempelvis Al/Ti

Referanser

- 1. Widerøe, F., *Material flow in screw extrusion of aluminium*. Vol. 2012:183. 2012, Trondheim: Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet. 1 b. (flere pag.) : ill.
- 2. Skorpen, K.G., *Characterization of Extruded Aluminium*, in *Institutt for materialteknologi*2011, Norwegian University of Science and Technology.
- 3. Bilsbak, A., *Microstructure and mechanical properties of screw extruded aluminium : Characterization of screw extruded aluminium with respect to different cleaning techniques for the feedstock, in Institutt for materialteknologi2012, Norwegian University of Science and Technology.* p. 80.
- 4. Kainer, K.U., *Metal Matrix Composites*. 2006: Wiley.
- 5. ; Available from: <u>http://www.niskanenconsulting.com/Background.html</u>.
- 6. Saha, P.K., *Aluminum Extrusion Technology*. 2000: A S M International.
- 7. Bauser, M., G. Sauer, and K. Siegert, *Extrusion*. 2006: ASM International.
- 8. *ASM handbook, Volume 18, Friction, lubrication, and wear technology.* 1992, Materials Park, OH: ASM International. 1 online resource (xiii, 942 s.) : ill.
- 9. Stachowiak, G. and A.W. Batchelor, *Engineering Tribology*. 2011, Oxford: Elsevier Science. 1 online resource (831 s.).
- 10. Flitta, I. and T. Sheppard, *Nature of friction in extrusion process and its effect on material flow.* Materials science and technology, 2003. **19**(7): p. 837-846.
- 11. Wikipedia. *Acetone*. Available from: <u>http://en.wikipedia.org/wiki/Acetone</u>.
- 12. Cui, J., *Solid state recycling of aluminium scrap and dross characterization*. Vol. 2011:325. 2011, Trondheim: Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet. XII, 208 s. : ill.
- 13. Lim, S.C., et al., *Decomposition kinetics of machining oil and oxidation of A356.2 aluminium alloy in aluminium recycling process.* Materials Science and Technology (UK), 1997. **13**(10): p. 859-864.
- 14. Czerwinski, F., *The oxidation behaviour of an AZ91D magnesium alloy at high temperatures.* Acta Materialia, 2002. **50**(10): p. 2639-2654.
- 15. Reiso, O., Corporate Specialist, Research and Technology Department (*RTD*), Hydro Aluminium, 2013.
- 16. Kaufman, J.G., *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*. 2000: A S M International.
- 17. Davies, J.R., et al., *Aluminium and Aluminium Alloys*. 1993: ASM International, The Materials Information Society.
- 18. Belov, N.A., D.G. Eskin, and A.A. Aksenov, *Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys: Applications for Commercial Aluminum Alloys.* 2005: Elsevier Science.
- 19. Mondolfo, L.F., *Aluminum alloys: structure and properties*. 1976: Butterworths.

- 20. Avedesian, M.M., H. Baker, and A.I.H. Committee, *Magnesium and magnesium alloys*. 1999: ASM International, The Materials Information Society.
- 21. Chen, M.-C., C.-C. Hsieh, and W. Wu, *Microstructural characterization of Al/Mg alloy interdiffusion mechanism during Accumulative Roll Bonding.* Metals and Materials International, 2007. **13**(3): p. 201-205.
- 22. Liu, H.S., B. Zhang, and G.P. Zhang, *Microstructures and Mechanical Properties of Al/Mg Alloy Multilayered Composites Produced by Accumulative Roll Bonding.* Journal of Materials Science & Technology, 2011. **27**(1): p. 15-21.
- 23. Scudino, S., et al., *Mechanical alloying and milling of Al–Mg alloys.* Journal of Alloys and Compounds, 2009. **483**(1–2): p. 2-7.
- 24. Mishra, R.S. and Z. Ma, *Friction stir welding and processing.* Materials Science and Engineering: R: Reports, 2005. **50**(1): p. 1-78.
- 25. Ben-Artzy, A., et al., *Joining of light hybrid constructions made of magnesium and aluminum alloys*, 2002. p. 295-302.
- 26. Sato, Y.S., et al., *Constitutional liquation during dissimilar friction stir welding of Al and Mg alloys.* Scripta Materialia, 2004. **50**(9): p. 1233-1236.
- 27. Liu, C.Y., et al., *Fabrication of Al/Al3Mg2 composite by vacuum annealing and accumulative roll-bonding process.* Materials Science and Engineering: A, 2012. **558**(0): p. 510-516.
- 28. Callister, W.D., *Materials science and engineering: an introduction*. 2003, New York, NY: John Wiley & Sons. xxi, 820 s. : ill.
- 29. Askeland, D.R. and P.P. Fulay, *The science and engineering of materials*. 2006, Toronto, Ont.: Thomson. XX, 863 s. : ill.
- 30. Humphreys, F.J. and M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2004, Amsterdam: Elsevier. xxx, 628 s. : ill. (some col.).
- 31. McQueen, H.J. and E. Evangelista, *Substructures in aluminium from dynamic and static recovery.* Czechoslovak Journal of Physics B, 1988. **38**(4): p. 359-372.
- 32. Kainer, K.U., Magnesium: Proceedings of the 7th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications. 2007: Wiley.
- 33. Du, Y., et al., *Diffusion coefficients of some solutes in fcc and liquid Al: critical evaluation and correlation.* Materials Science and Engineering: A, 2003. **363**(1–2): p. 140-151.
- 34. Ryen, Ø., et al., *Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2006. **37**(6): p. 1999-2006.
- 35. Hertzberg, R.W., *Deformation and fracture mechanics of engineering materials.* 1996, New York: Wiley. XXIV, 786 s. : ill.
- 36. Davis, J.R., *Tensile testing*. 2004, Materials Park, Ohio: ASM International. vii, 283 s. : ill.
- 37. FU ShiHua, Z.Q., HU Qi, GONG Ming, CAO PengTao, LIU HaoWen, *The influence of temperature on the PLC effect in Al-Mg alloy.* SCIENCE CHINA Technological Sciences, 2011. **54**(6): p. 1389-1393.
- 38. Hörnqvist, M. and B. Karlsson. *Temperature and Strain Rate Effects on the Dynamic Strain Ageing of Aluminium Alloy AA7030*. in *Materials science forum*. 2006. Trans Tech Publ.

- 39. Kang, J., et al., *Effect of Mg content on Portevin–Le Chatelier band strain in Al–Mg sheet alloys.* Philosophical Magazine Letters, 2012. **92**(11): p. 647-655.
- 40. *ASM handbook, Volume 12, Fractography.* 1987, Metals Park, Ohio: American Society for Metals. 1 online resource (xiii, 517 s.) : ill.
- 41. Ashby, M.F. and D.R.H. Jones, *Engineering Materials: Vol. 1: An Introduction to Their Properties and Applications.* 1996: Butterworth-Heinemann Limited.

8 Appendiks

8.1 Appendiks A

I appendiks A presenteres oversiktsbilder i SEM med SE-detektor av alle bruddflatene fra strekktestforsøket gitt av Tabell 10.











































8.2 Appendiks B

I appendiks B presenteres polariserte bilder av tverrsnitt og lengdesnitt av ekstrudat i herdetilstand F og tverrsnitt av herdetilstand T5 og T6. Bildene er gitt systematisk med oversiktsbilde ved 2,5X, 20X i posisjon 1-3 samt 50X forstørrelse i posisjon 3. Posisjoneringen er gitt av oversiktsbildet. Makrobilde av overflatene ligger vedlagt.

8.2.1 5 wt% Mg-herdetilstand F





Figur 66: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.

8.2.2 7,5 wt% Mg-herdetilstand F



Figur 67: figuren viser oversiktsbilde over lengdesnitt ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.





Figur 68: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.

8.2.3 10 wt% Mg, herdetilstand F



Figur 69: figuren viser oversiktsbilde over lengdesnitt ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.



Figur 70: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.

15 µm

8.2.4 12,5 wt% Mg-herdetilstand F



Figur 71: figuren viser oversiktsbilde over lengdesnitt ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.





Figur 72: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt til 12,5% Mg ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.

8.2.5 5 wt% Mg, herdetilstand T5



Figure 73: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt til T5 herdet 5% Mg ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3.

8.2.6 7,5 wt% Mg, herdetilstand T5



Figure 74: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt til T5 herdet 7,5% Mg ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3

8.2.7 5 wt% Mg, herdetilstand T6



Figure 75: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt til T6 herdet 5% Mg ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3

8.2.8 7,5 wt% Mg, herdetilstand T6



Figure 76: figuren viser oversiktsbilde over tverrsnitt til T6 herdet 7,5% Mg ved 2,5X forstørrelse og bilder ved 20X i posisjon 1, 2 og 3, samt 50X i posisjon 3

8.3 Appendiks C

I appendiks C presenteres driftsparametere under ekstruderingen grafisk. Avlesningsposisjon for temperaturen er gitt av Tabell 9.







Driftstemperaturer under ekstrudering (AA6060 + 7,5%Mg)


8.4 Appendiks D



Appendiks D viser strekk-spenningskurver for prøvene angitt i Tabell 10.





XXVIII