



Università Politecnica delle Marche
Scuola di Dottorato di Ricerca in Scienze dell'Ingegneria
Curriculum in Ingegneria Industriale

Analisi del comportamento a creep di leghe a struttura CFC: sviluppo di un modello basato su parametri fisici

Ph.D. Dissertation of:

Chiara Paoletti

Advisor:

Prof. Stefano Spigarelli

Curriculum supervisor:

Prof. Giovanni Di Nicola

XIX ciclo – nuova serie

Università Politecnica delle Marche
Dipartimento di Ingegneria Industriale e Scienze Matematiche
Via Brezze Bianche — 60131 - Ancona, Italy



Università Politecnica delle Marche
Scuola di Dottorato di Ricerca in Scienze dell'Ingegneria
Curriculum in Ingegneria Industriale

Analisi del comportamento a creep di leghe a struttura CFC: sviluppo di un modello basato su parametri fisici

Ph.D. Dissertation of:

Chiara Paoletti

Advisor:

Prof. Stefano Spigarelli

Curriculum supervisor:

Prof. Giovanni Di Nicola

XIX ciclo – nuova serie

Università Politecnica delle Marche
Dipartimento di Ingegneria Industriale e Scienze Matematiche
Via Brezze Bianche — 60131 - Ancona, Italy

A mio nonno Lucio...

Indice

Abstract	2
1. Il creep	5
1.1. Introduzione.....	5
1.2. Il moto non conservativo delle dislocazioni.....	5
1.3. La diffusione.....	8
1.4. Il creep.....	11
1.4.1. La prova di creep.....	12
1.4.2. La curva di creep.....	13
1.4.3. I parametri tempo, t_r , e velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}_{ss}$	16
1.4.4. Lo stato stazionario.....	18
1.4.4.1. Lo stato stazionario nei metalli di classe M.....	18
1.4.4.2. Lo stato stazionario nelle leghe di classe A.....	21
1.4.5. Stima della vita a rottura.....	23
1.4.5.1. L'approccio parametrico di Larson Miller.....	24
1.4.6. Meccanismi di rottura tipici del creep.....	25
2. Un modello per il creep basato sulla fisica dei materiali FCC	28
2.1. Introduzione.....	28
2.2. Metodi empirici per la rappresentazione delle curve di deformazione da creep.....	29
2.2.1. Curve di creep.....	29
2.2.2. Estrapolazione delle curve al di fuori dei range sperimentali.....	30
2.3. Un modello basato sulla fisica per lo scorrimento primario e secondario.....	34
2.4. Curve di creep primario.....	37
3. Il modello modificato per l'alluminio puro	40
3.1. Introduzione.....	40
3.2. Il modello.....	43
3.2.1. Modello base per la deformazione controllata dal moto delle dislocazioni.....	43
3.2.2. Tensione interna.....	46

3.2.3. Miglioramento della velocità a basse temperature e sollecitazioni elevate..	47
4. Un modello unificato per descrivere il creep e le deformazioni a caldo di leghe di Al-Mg in soluzione solida.....	50
4.1. Introduzione.....	50
4.2. Il modello.....	52
4.3. Descrizione delle leghe monofase di Al-Mg ad elevata purezza.....	56
4.3.1. Calcolo del drag stress e dataset sperimentali su densità di dislocazioni e velocità di deformazione.....	56
4.3.2. Il creep controllato dal viscous glide: la dipendenza della velocità di deformazione da stress e temperatura a $T \geq 523\text{K}$	59
4.3.3. Creep al di sopra della sollecitazione di transizione: il break-away delle dislocazioni dalle atmosfere di atomi in soluzione.....	60
4.4. Il modello nel regime plastico alle elevate velocità di deformazione: la lavorazione a caldo come estensione del creep.....	65
5. Il modello applicato ai materiali rinforzati da particolato stabile.....	67
5.1. Lo studio della resistenza a creep dei compositi a matrice di alluminio.....	67
5.2. Implementazione del modello.....	72
5.2.1. Equazioni fondamentali.....	72
5.2.2. Il rafforzamento per soluzione solida.....	74
5.2.3. Il rafforzamento da particolato.....	74
5.3. Comportamento a creep di ODS-Al e compositi a $T < 748\text{ K}$	77
5.3.1. Creep di ODS-Al.....	77
5.3.2. Il creep del composito ODS-Al-30%SiC.....	80
5.3.3. Il creep di ODS-Al-5%Mg-30%SiC.....	82
5.3.4. Creep del composito Al-30%SiC puro prodotto da metallurgia delle polveri.....	84
5.4. Modello costitutivo per le leghe ODS-Al e compositi.....	85
6. Il modello applicato alle leghe da invecchiamento.....	89
6.1. Introduzione.....	89
6.2. Materiali e metodi.....	92
6.3. Il modello.....	93
6.3.1. Equazioni per il creep dislocativo nell'Al: termini di rafforzamento.....	93

6.3.2. Le particelle rafforzanti nella lega AA2024.....	96
6.3.3. Modelli per l'integrazione tra particella e dislocazione.....	97
6.3.4. La velocità di deformazione e la sua dipendenza dalla temperatura.....	102
6.3.5. Effetto del rafforzamento per soluzione solida sulla dipendenza dalla temperatura della velocità di deformazione.....	104
6.4. Modellazione della dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato nella lega AA2024 T6-T3.....	105
6.4.1. Il ruolo della dimensione e distribuzione delle particelle.....	105
6.4.2. Quantificazione dell'effetto rafforzante delle particelle.....	108
6.4.3. Influenza delle sollecitazioni sull'evoluzione delle particelle.....	109
6.4.4. Comportamento della lega AA2024 T3 per carichi costanti e variabili....	111
7. Comportamento a creep di materiali a microstruttura complessa: le leghe prodotte da additive manufacturing.....	116
7.1. Introduzione.....	116
7.2. Un modello del materiale e le equazioni costitutive.....	119
7.2.1. Il modello del materiale.....	119
7.2.2. Equazioni per il creep dislocativo nell'Al: i termini di rafforzamento.....	122
7.2.3. Evoluzione del termine di rafforzamento da particelle durante l'esposizione ad alta temperatura.....	123
7.3. Procedure sperimentali.....	127
7.4. Risultati sperimentali	128
7.4.1. Microstruttura dei campioni allo stato as-built.....	128
7.4.2. Risultati delle prove meccaniche.....	131
7.5. Analisi dei dati ottenuti.....	134
7.5.1. Il creep della lega as-built.....	134
7.5.2. Il creep della lega dopo ricottura.....	137
7.5.3. Considerazioni sul MM.....	139
8. Considerazioni conclusive.....	140
 Appendice A	
Procedure sperimentali.....	157
 Elenco delle pubblicazioni.....	159

Lista delle Figure

Fig. 1. 1: Meccanismi di creep; la diffusione delle vacanze consente alla dislocazione a spigolo di spostarsi.	6
Fig. 1. 2: Movimento di dislocazioni a spigolo ad alta temperatura, combinazione di scorrimenti e salti; quando due dislocazioni opposte si incontrano si annullano.	6
Fig. 1. 3: Esempio tipico di una curva di creep ed andamento della velocità di deformazione durante la prova.	13
Fig. 1. 4: Influenza della sollecitazione, a), e della temperatura, b), nelle curve di creep.	16
Fig. 1. 5: Dipendenza della velocità di creep dalla sollecitazione in funzione della temperatura, nello stato stazionario.	19
Fig. 1. 6: Stato stazionario nei metalli di classe A, dipendenza della velocità di deformazione dalla sollecitazione ad una data temperatura; il regime-III è influenzato dalla dimensione media del grano	19
Fig. 1. 7: Meccanismi di creep diffusivo.	20
Fig. 1. 8: Velocità minima di deformazione in funzione della tensione per una soluzione solida (metalli classe A)	23
Fig. 1. 9: Dipendenza di t_r dalle condizioni di prova, per un metallo puro la pendenza è costante e pari a $-n$.	24
Fig. 1. 10: Danneggiamento intergranulare per slittamento dei bordi di grano, dovuto alla rotazione relativa di questi.	27
Fig. 2. 1: Raffronto tra la curva deformazione-tempo fornita dal modello, Eq. 2. 13, applicato al Cu a 75°C e rispettivamente a) 175MPa e b)160MPa, e quella fornita dai dati sperimentali di prove nelle stesse condizioni [24].	38
Fig. 2. 2 : Curva della velocità di deformazione del Cu testato a 75°C-160MPa, espressa in funzione a) del tempo, e b) della deformazione accumulata.	38
Fig. 4. 1, Valori sperimentali della densità di dislocazione come funzione della sollecitazione per diverse composizioni della lega Al-Mg. La figura inoltre riporta le curve per l'Al puro [8] e per leghe Al-Mg (rispettivamente 3.24% e 5.5%Mg a 600 e 623K) [11].	58
Fig. 4. 2: Dati da letteratura per leghe Al-Mg: dati di velocità di deformazione allo 0.2 di deformazione [1](a), velocità di deformazione allo stato stazionario da test a velocità di deformazione costante [15] (b), da [11]	59
Fig. 4. 3: Rappresentazione dei dati sperimentali per $T > 523K$ da [15] e dalle Eq. 4. 7 e Eq. 4. 8, dove la drag stress è stata ricavata dalle Eq. 4. 16 e Eq. 4. 17 [11].	60
Fig. 4. 4: Rappresentazione dei dati sperimentali riportati in [1] (a) e [15] (b) e confronto con le Eq. 4. 7 e Eq. 4. 8, nelle quali è stato utilizzato il σ_{ss}^* dalle Eq. 4. 18 - Eq. 4. 21. In Fig. 4. 4a si riporta anche la variazione di n per la lega con il 3.24%Mg [11].	63
Fig. 4. 5: Variazione di σ_{ss}^* in funzione della temperatura di prova e del carico applicato per una lega Al-2%Mg [11]	64
Fig. 4. 6: Andamento di σ_{ss}^* , c^* e σ_{ss} per una lega al 3.24%Mg a 600K [11]	64
Fig. 5. 1: Velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per (a) ODS-Al [17], (b) ODS-Al+30%SiC [18][19], (c) ODS-Al5Mg+30%SiC [20]. [21]	69
Fig. 5. 2: Velocità di deformazione in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma - \sigma_p$): (a) Al puro, ODS-Al e ODS-Al-30%SiC [23][17][18], (b) Al-5%Mg e ODS-Al5%Mg-30%SiC [24][20]. [21]	70

Fig. 5. 3: Velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per i ODS-Al [17]; le curve ottenute dal modello sono state calcolate con $k_d=0.821, 0.886$ e 0.939 a 623, 673 e 723K rispettivamente, $f=0.026$ e $R_{max}=350\text{MPa}$. [21] _____ 79

Fig. 5. 4: (a) Dipendenza del threshold stress per i materiali presi in considerazione nello studio; (b) Velocità di deformazione modellata in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma-\sigma_p$) per l'Al puro [23], ODS-Al [17] e ODS-Al30%SiC [18]. [21] _____ 80

Fig. 5. 5: Velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per ODS-Al-30%SiC [18].[21] _____ 81

Fig. 5. 6: (a) Comparazione tra i dati sperimentali di velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per ODS-Al-5%Mg-30%SiC [20] e le curve del modello; (b) Velocità di deformazione data dal modello in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma-\sigma_p$) per l'Al-5%Mg [24] e ODS-Al5%Mg-30%SiC a confronto con dati sperimentali da [20]. [21] _____ 83

Fig. 5. 7: Dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato per Al-30%SiC da metallurgia delle polveri, confronto tra dati sperimentali [25][34] e le curve del modello. [21] _____ 85

Fig. 5. 8: Peak flow stress in funzione della velocità di deformazione a 523K per un nanocomposito di Al rinforzato con una percentuale di nanotubi di carbonio dall'1 al 3% [45]. In figura inoltre sono riportate le curve del modello ottenute seguendo la procedura descritta nel testo. [21] _____ 88

Fig. 6. 1: Rappresentazione schematica di una dislocazione che incontra una serie di particelle. La dislocazione si "arrampica" sulle particelle sferiche di diametro d_s (a), o su bacchette di diametro $d_r=1/3 d_s$ (b) che hanno stesso volume e spaziatura interparticellare dei precipitati sferici in (a) ed il cui asse è inclinato rispetto al piano di scorrimento [34]. _____ 99

Fig. 6. 2 Microstruttura del campione testato a 25MPa e 315 ° C fino a rottura. La distribuzione dei precipitati è abbastanza disomogenea nei vari grani. Il grano a destra in a), in particolare, era uno di quelli con una maggiore frazione di particelle in volume. I bordi di grano sono evidenziati dalla presenza di catene semicontinue di particelle grossolane precipitate durante il creep. In b) si possono facilmente osservare particelle allungate, insieme a piccoli precipitati circolari (probabilmente bacchette osservate in sezione trasversale) e particelle equiassiche leggermente più grossolane [34]. _____ 102

Fig. 6. 3 Variazione calcolata della tensione di snervamento per AA2024 T6; i simboli rappresentano i dati sperimentali presi da [39] per gli stati T3 e T6, testati a temperatura ambiente. Diametro iniziale delle bacchette 3,4 nm, frazione in volume della fase-S intragranulare 0,9% a 250°C e 0,6% a 315°C rispettivamente. La figura riporta anche la resistenza a snervamento a temperatura ambiente per gli stati T3 e T6 non esposti a temperatura [39]. [34] _____ 106

Fig. 6. 4 Accrescimento costante a 190°C in funzione dello stress applicato (dati sperimentali da [41]). [34] _____ 110

Fig. 6. 5 Minima velocità di creep in funzione del carico applicato. Le curve a tratto continuo rappresentano i valori della velocità di deformazione forniti dal modello per ogni singola CSE; le curve tratteggiate collegano i valori di velocità di deformazione modellati assumendo che il tempo di esposizione non vari sensibilmente per test condotti a differenti carichi. Quest'ultima condizione è assimilabile alle condizioni sperimentate nei VLE. La dimensione del grano usata per stimare lo stress interno è 50 μm . [34] _____ 111

Fig. 7. 1: (A) Rappresentazione schematica della microstruttura del MM formato da celle di Al circondate da una rete di particelle di Si; (B) rappresentazione della stessa struttura, con lo stesso ingrandimento, dopo che poche particelle hanno subito la maturazione di Ostwald, raddoppiando in diametro mentre un alto numero di queste dissolve. Sebbene siano ancora

<i>nelle loro originarie posizioni, le particelle sopravvissute sembrano avere una distribuzione più omogenea.</i>	120
<i>Fig. 7. 2: Calcolo dell'aumento di dimensioni del Si mediante la maturazione di Ostwald (dati da [13]). [33]</i>	127
<i>Fig. 7. 3: Microstruttura rappresentativa del campione prodotto da AM allo stato as-built osservata mediante OLM, si noti la lampante differenza morfologica tra bordo ed interno del campione che scaturisce dalla metodologia di scansione utilizzata per la stampa. [34]</i>	129
<i>Fig. 7. 4: Micrografie rappresentative della tipica microstruttura del campione su scala sub-micrometrica. Sebbene complessivamente la morfologia rimane simile, la dimensione delle celle in qualche modo varia da zona a zona all'interno dello stesso campione (si noti la differenza tra la prima e la seconda micrografia, dove quest'ultima è stata presa in una zona termicamente alterata). [33]</i>	130
<i>Fig. 7. 5: Una micrografia a maggior ingrandimento, dove è stata effettuata la microanalisi EDS su particelle arrotondate di colore grigio scuro (indicate in figura con il punto rosso) e sulla matrice di Al (punto blu in figura). [33]</i>	131
<i>Fig. 7. 6: Esempio rappresentativo dell'andamento delle curve di creep, nello specifico è stata riportata la curva ottenuta a 175°C e 200MPa. [33]</i>	131
<i>Fig. 7. 7: Tipica forma delle curve di creep, nel primo grafico si riporta la velocità di deformazione in funzione del tempo, nel secondo la velocità di deformazione in funzione della deformazione. [33]</i>	132
<i>Fig. 7. 8: Dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato. [33]</i>	133
<i>Fig. 7. 9: Variazione della durezza in funzione del tempo di esposizione a 150 e 205°C, misurata sulle teste dei campioni e sul tratto utile dopo la prova di creep a differenti carichi. La durata del test riportata nel grafico non comprende la fase di riscaldamento e permanenza alla temperatura di test, che ammonta complessivamente per ogni prova a circa 3 ore. Per completezza in figura è stato riportato il valore di durezza del campione allo stato as-built per poterlo confrontare (145±7HV). [33]</i>	133
<i>Fig. 7. 10: Dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato, confronto tra le curve ottenute dal modello per il MM ed i dati sperimentali ottenuti. In figura inoltre è stata rappresentata la curva che descrive la massima resistenza per una data velocità di deformazione, ed un intervallo di sollecitazioni a rottura di prove riportate in letteratura (linea tratteggiata) [6][7][9][11][12]. [33]</i>	136
<i>Fig. 7. 11: Velocità minima di creep a 225°C [14] e resistenza a trazione a diverse velocità di deformazione a temperatura ambiente [35] per una lega ricotta a 300°C per 2h. La figura inoltre riporta le curve calcolate mediante le equazioni costitutive del modello qui discusso. [33]</i>	138
<i>Fig. 7. 12: Comparazione qualitativa tra la microstruttura del campione as-built (Fig. 7. 4) e la rappresentazione schematica della microstruttura del MM (Fig. 7. 1). [33]</i>	138
 <i>Fig. A 1: Dimensioni e geometria dei campioni di creep utilizzati nelle prove.</i>	158

Lista delle Tabelle

Tab. 2. 1: Principali metodi empirici per la determinazione della curva di creep.30

Tab. 6. 1 Dati di creep per CLE e VLE. [34]113

Introduzione

La descrizione della dipendenza della velocità di creep secondario dallo stress e dalla temperatura applicati è da sempre basata sull'equazione di Norton o sulle relazioni derivate della legge di potenza, mentre nelle lavorazioni a caldo, dove l'equazione di Norton non è valida, solitamente viene utilizzata l'equazione di Garofalo (\sinh). Entrambe queste equazioni sono di natura fenomenologica e possono essere raramente correlate in modo univoco a parametri microstrutturali, come ad esempio la densità di dislocazione.

Nel tentativo di superare questa carenza, negli ultimi anni è stato sviluppato da Sandtröm un modello base per lo studio del comportamento a creep dei metalli fcc che non prevede parametri di adattamento, completamente prevedibile e le cui ipotesi di base possono essere facilmente verificate confrontando l'output del modello con i dati sperimentali ottenuti testando il materiale in condizioni analizzate dal modello.

Questo modello, inizialmente sviluppato per il rame puro, è stato poi applicato da Spigarelli [ref] all'alluminio puro; per applicare il modello ad un materiale diverso è stato necessario interpretare i meccanismi che regolano la velocità di deformazione nelle condizioni in cui non è applicabile la power-law. L'aumento della velocità di creep ad alte sollecitazioni e basse temperature è stato spiegato quantitativamente mettendolo in relazione all'aumento di velocità del climb, che deriva dall'aumento della concentrazione di vacanze indotto dalla deformazione.

A partire da quanto ideato per Cu e Al puri, il modello è stato opportunamente modificato per tenere conto degli effetti di rafforzamento per soluzione solida, al fine di descrivere il comportamento a creep e alla deformazione a caldo di semplici leghe Al-Mg monofase. Il modello ha

dimostrato un'eccellente accuratezza nella descrizione dei regimi di applicabilità sia del creep che della lavorazione a caldo, pur mantenendo la sua caratteristica più importante, ovvero di non richiedere alcun adattamento dei dati sperimentali.

Come secondo step, il modello è stato elaborato per ottenere una nuova equazione costitutiva valida per leghe e compositi rinforzati con una dispersione di particelle nanometriche. Il nuovo modello garantisce un'eccellente descrizione della dipendenza dalla velocità minima di deformazione della sollecitazione applicata e della temperatura, e fornisce una ragionevole spiegazione per la ridotta velocità di creep che si osserva in questi compositi rispetto alle leghe convenzionali. In queste leghe la frazione volumetrica e la dimensione del particolato nanometrico assumono un ruolo chiave nel determinare la risposta a creep. L'effetto rafforzante dovuto all'interazione tra particelle e dislocazione è stato descritto introducendo un *back stress*, che è in generale proporzionale allo stress di Orowan e ha la natura di un vero *threshold stress*.

Successivamente si è declinato il modello per adattarlo al caso delle leghe da invecchiamento dove si è dovuto tenere conto dei cambiamenti nella frazione volumetrica, dimensione e distribuzione dei precipitati rinforzanti e dell'effetto della dimensione del grano in conseguenza all'esposizione ad alta temperatura. Dal confronto con dati sperimentali di letteratura si è attestata l'ottima rispondenza del modello al comportamento reale di questi materiali.

Infine, si è applicato il modello alle leghe AlSiMg prodotte dalla manifattura additiva; tali leghe possiedono una microstruttura estremamente fine e complessa, che per molti versi sfida i modelli fenomenologici più diffusi, i quali, infatti, si sono rivelati poco adatti a prevedere le loro proprietà meccaniche. La microstruttura ultrafine della lega additive è stata descritta utilizzando un

“materiale modello” (MM) costituito da zone morbide e dure che si deformano con una velocità simile. Per prevedere il comportamento a creep del MM è stato utilizzato un insieme di equazioni costitutive che tengono conto anche dei fenomeni di accrescimento/maturazione delle particelle di Si. Parallelamente, è stata studiata la risposta a creep di una lega AlSi10Mg prodotta mediante LPBF e testata nella condizione as-built a temperature comprese tra 150 e 225 ° C. Le curve di velocità minima di creep ottenute per il MM dal modello costitutivo sono state quindi confrontate con i dati sperimentali ottenuti testando la lega reale a carico costante in diversi stati iniziali. Si è ottenuta anche in questo ultimo caso un'eccellente correlazione tra le curve del modello ed i risultati sperimentali.

1. Il Creep:

1.1. Introduzione

Si parla di creep quando un materiale, sottoposto ad una sollecitazione costante, anche inferiore allo snervamento, ad alta temperatura, subisce una deformazione di carattere permanente che aumenta nel tempo. Il creep è un fenomeno caratteristico di tutti i metalli quando questi sono sollecitati al di sopra di una certa temperatura, tipicamente oltre il 30-40% della temperatura di fusione del materiale, T_f .

1.2. Il moto non conservativo delle dislocazioni

La capacità di deformare un materiale è fortemente influenzata dalla temperatura, perché il calore dell'ambiente aumenta l'energia vibrazionale degli atomi del reticolo e ciò garantisce una buona mobilità agli atomi stessi; tale mobilità è possibile grazie alla presenza di siti vuoti, ovvero le *vacanze*.

Il flusso diffusionale delle vacanze (*Fig. 1. 1*), che possiamo anche considerare come il flusso degli atomi in senso opposto, consente il moto delle dislocazioni presenti nel reticolo con movimenti che a temperatura ambiente non sono consentiti.

Come è ben noto, le dislocazioni possono muoversi, oltre che per scorrimento (*glide*) lungo determinati piani (o lungo famiglie di piani nel caso di dislocazioni a vite, se non dissociate in dislocazioni parziali), anche con moti non-conservativi che danno origine ad alcuni processi deformativi fondamentali; tali moti avvengono principalmente grazie a fenomeni di tipo diffusivo, ed originano meccanismi come il ripristino (*recovery*), ovvero

l'addolcimento che si osserva in seguito alla permanenza ad alta temperatura in metalli incruditi.

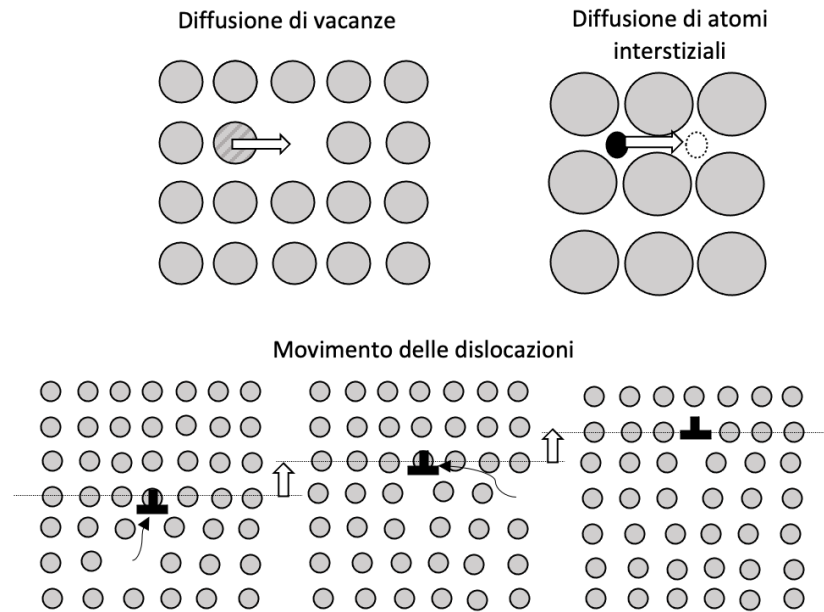


Fig. 1. 1: Meccanismi di creep; la diffusione delle vacanze consente alla dislocazione a spigolo di spostarsi.

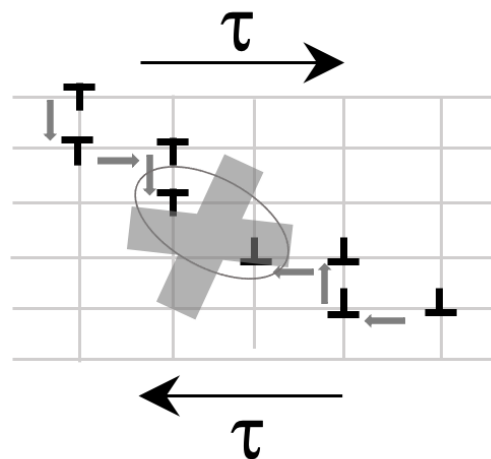


Fig. 1. 2: Movimento di dislocazioni a spigolo ad alta temperatura, combinazione di scorrimenti e salti; quando due dislocazioni opposte si incontrano si annullano.

A temperatura ambiente, le dislocazioni a spigolo possono muoversi soltanto per *glide*, lungo il piano determinato dal vettore di Burgers e dalla linea di dislocazione, mentre le dislocazioni a vite possono muoversi con lo scorrimento incrociato (*cross slip*); il *cross slip* è uno dei meccanismi che permettono alle dislocazioni, che ad un certo stadio della deformazione sono distribuite uniformemente nel grano, di riarrangiarsi a formare pareti che dividono porzioni di grano relativamente libere da dislocazioni (celle). La formazione delle celle è accompagnata da una diminuzione di energia libera; nei metalli con bassa energia del difetto di impilaggio (*stacking fault*) il riarrangiamento delle dislocazioni è ostacolato dalla separazione delle dislocazioni parziali che non possono muoversi al di fuori del loro originario piano di scorrimento.

A temperature superiori invece può verificarsi il salto (*climb*), cioè il movimento per cui una dislocazione a spigolo, o una parte di dislocazione, può arrampicarsi dal suo piano di scorrimento ad un piano parallelo superiore o inferiore; mentre a temperatura ambiente il moto della dislocazione è limitato al *glide*, a temperature maggiori il movimento diviene una combinazione di scorrimenti e salti (schematizzati in *Fig. 1. 2*) che agevola l'annullamento di dislocazioni di segno opposto, appartenenti originariamente a piani di scorrimento paralleli, e la riorganizzazione delle dislocazioni in pareti definite (pareti di sottograno). La combinazione di *climb* e *cross slip* consente il *recovery*, ovvero consente di addolcire la microstruttura e ridurre drasticamente gli effetti dovuti all'incrudimento [1]. A determinate temperature, superiori a quella ambiente, in presenza di una dislocazione a spigolo nel reticolo, gli atomi sulla linea di dislocazione (all'estremità del semipiano extra) diffondono, o più propriamente le vacanze diffondono verso la dislocazione; la diffusione aumenta con la temperatura e dunque il moto non conservativo delle dislocazioni diventa sempre più rilevante man mano che la temperatura aumenta.

Un tipico esempio di quanto descritto si ha nell'alluminio puro: a temperatura ambiente, la struttura del materiale incrudito consiste in celle

delimitate da pareti che dividono zone libere da dislocazioni; i confini di tali celle possono però evolvere in confini di sottograno, con un processo che è tanto più veloce quanto più la temperatura è elevata. Se il materiale ha una energia del difetto di impilaggio bassa, invece, la microstruttura del materiale incrudito consisterà in una distribuzione più omogenea di dislocazioni e per far evolvere le celle in sottograni sarà necessario innalzare ancora di più la temperatura, in modo da facilitare il moto non conservativo delle dislocazioni.

1.3. La diffusione

Temperatura e tempo sono i parametri che governano la diffusione allo stato solido; in molti casi è opportuno conoscere la velocità con cui avvengono i fenomeni diffusivi, espressa come flusso diffusionale (J), cioè come massa, o numero di atomi, che attraversa in direzione perpendicolare una superficie di area unitaria nell'unità di tempo. I flussi diffusionali sono descritti dalle due leggi di Fick, una per condizioni stazionarie e l'altra per condizioni non stazionarie, rispettivamente (Eq. 1. 1) ed (Eq. 1. 2):

$$\text{Eq. 1. 1} \quad J = -D \frac{dc}{dx}$$

$$\text{Eq. 1. 2} \quad \frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

dove C è la concentrazione della specie che diffonde, t è il tempo, x indica la posizione del punto considerato, e D è il coefficiente di diffusione.

$$\text{Eq. 1. 3} \quad D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right)$$

La diffusione delle vacanze avviene seguendo l'equazione di Arrhenius (Eq. 1. 3) secondo cui il coefficiente di diffusione delle vacanze, D , può essere visto come il prodotto di una costante che non dipende dalla temperatura, D_0 , moltiplicato per $\exp(-Q_d/RT)$, dove Q_d è l'energia di attivazione per la diffusione (energia di attivazione del flusso di vacanze), ovvero l'energia necessaria a far spostare la vacanza, R è la costante dei gas e T la temperatura assoluta. La diffusione può avvenire sia all'interno del reticolo, sia su percorsi preferenziali, che sono i bordi di grano e le dislocazioni; lungo tali percorsi preferenziali il flusso avviene con maggiore facilità grazie alle maggiori distanze interatomiche presenti. Mediamente, nella zona del confine di grano la distanza fra gli atomi è superiore rispetto a quella che si ha nel resto del reticolo ed è ciò a renderli percorsi preferenziali per la diffusione. La diffusione delle vacanze, infatti, è costituita dallo spostamento di atomi all'interno della struttura del reticolo e la maggior distanza interatomica nei bordi di grano agevola gli spostamenti degli atomi; questi, dunque, si muovono con facilità superiore, e di conseguenza l'energia che è necessario fornire al materiale per far avvenire la diffusione lungo i confini di grano, Q , è minore dell'energia di diffusione, Q_d (Eq. 1. 4). Lungo i confini di grano serve, dunque, meno energia per consentire spostamenti degli atomi dalle loro posizioni reticolari, e dunque consentire alle vacanze di muoversi:

$$\text{Eq. 1. 4} \quad Q = 0,6Q_d$$

Solitamente la diffusione preferenziale lungo i bordi di grano non è un fenomeno così rilevante perché i confini sono una superficie relativamente modesta rispetto al totale; il fenomeno diventa rilevante alle alte temperature ed in presenza di materiali con un alto numero di confini di grano, ovvero nel caso di materiali a grani molto fini.

L'altro tipo di percorso preferenziale per la diffusione sono le dislocazioni. Ad esempio, nella zona immediatamente sottostante al bordo del semipiano aggiuntivo di una dislocazione a spigolo, si ha una distanza interatomica superiore a quella del resto del reticolo. Gli atomi, essendo più distanti l'uno dall'altro, possono muoversi con facilità, dunque le vacanze diffondono agevolmente. Questo meccanismo viene definito *pipe-diffusion*, perché è come se nella struttura ci fossero dei tubi all'interno dei quali la diffusione è resa agevole. Il *pipe-diffusion* tende a diventare importante quando il numero di dislocazioni è elevato.

La diffusione lungo percorsi preferenziali è caratterizzata da un valore dell'energia di attivazione molto inferiore a quella tipica della diffusione nel reticolo (*bulk diffusion*); anche se nella maggior parte dei casi questi meccanismi danno contributi trascurabili, talvolta essi possono aiutare a comprendere fenomeni particolari, legati sia al trattamento termico che alla deformazione a caldo.

L'energia di attivazione dell'Alluminio a bassa temperatura è minore di quella alle alte temperature. A temperatura ambiente la diffusione interna al reticolo, dunque il *climb*, è assai poco attivo (a causa della lentissima diffusione delle vacanze alle basse temperature) ma diventa rilevante la diffusione attraverso i canali preferenziali, come le dislocazioni. Deformando il materiale a temperatura ambiente, a cui il *climb* è inattivo, non si ha il ripristino, il materiale presenta un'elevatissima densità di dislocazioni, le quali fungono da canale preferenziale per la diffusione e ciò comporta un'energia di attivazione inferiore a quella di autodiffusione [2].

1.4. Il Creep

Il termine *creep* indica una deformazione di carattere permanente (non recuperabile, anelastica), che aumenta nel tempo quando un materiale viene sottoposto ad una sollecitazione costante (anche inferiore allo snervamento), o ad un carico costante, ad elevata temperatura. Tale deformazione può essere matematicamente espressa come:

$$\varepsilon_c = f(\sigma, t, T)$$

Il *creep* è un fenomeno complesso, tipico di tutti i metalli, che coinvolge diversi meccanismi come il flusso diffusionale, lo scorrimento ed il salto delle dislocazioni; è infatti controllato dal *climb* ed è un fenomeno dominante, purché la temperatura abbia un valore superiore ad un limite identificabile nel 30-50% della temperatura assoluta di fusione (T_F). Al di sotto del valore soglia di temperatura il *creep* diventa un fenomeno irrilevante, cioè la deformazione che avviene non è regolata dal *climb* ma da altri micromeccanismi.

Il limite inferiore di temperatura varia molto da metallo a metallo, ed è fondamentale tener presente il valore soglia di temperatura per il materiale analizzato; ad esempio, per l'Alluminio il limite è $0,54T_F$ mentre per il Titanio è $0,3T_F$ [1] e ciò comporta che il Titanio, pur avendo una temperatura di fusione molto più alta di quella dell'Alluminio, tende ad essere sottoposto a *creep* a temperature relativamente modeste. Nel caso specifico dell'Alluminio già sopra i $120-150^\circ\text{C}$ si osserva il fenomeno del *climb* e questo diventa rilevante a $200-300^\circ\text{C}$; oltre i 200°C il *creep* dell'Alluminio non ha interesse industriale in quanto il materiale è troppo deformabile. Il valore della soglia di temperatura è un parametro fondamentale nella selezione di un materiale in fase di progettazione.

1.4.1. La prova di creep

Come già descritto, il *creep* è un fenomeno che comporta una deformazione quando il materiale è sottoposto ad un carico costante (anche con una sollecitazione inferiore allo snervamento); lo studio di questa deformazione, che cresce nel tempo, richiede un tipo di prova specifica.

Le prove meccaniche più comuni, come la trazione, la compressione o la torsione, vengono condotte a velocità di deformazione costante, ovvero, durante la prova, gli afferraggi traslano con una certa legge che viene imposta ad inizio del test; nella prova di creep invece quello che va imposto costante è la sollecitazione, σ , agente sul campione.

Una possibile classificazione delle prove può essere fatta sulla base del tipo di sollecitazione imposta, se di trazione o di compressione, e nella modalità di applicazione del carico, se a sollecitazione o a carico costante. Nella maggior parte dei casi il *creep* viene, per semplicità di esecuzione, studiato effettuando prove a carico costante anche se, dal punto di vista fisico, questa procedura non sarebbe del tutto accurata e andrebbe mantenuta costante la sollecitazione agente sul campione. Nel corso della prova, mantenendo costante il carico applicato, la sollecitazione effettiva tende ad aumentare a causa della riduzione di sezione trasversale derivante dall'allungamento del campione. Nonostante questo problema, i dati così ottenuti sono particolarmente utili e rappresentativi della realtà, in quanto in molte applicazioni pratiche è effettivamente il carico sul componente a mantenersi costante in esercizio, e non la tensione.

In una prova di *creep-rupture* il campione viene strumentato per monitorare costantemente l'allungamento nel tempo; da questo tipo di prove si ottiene la curva di *Fig. 1. 3*, che mostra, disegnata con una linea a tratto continuo, l'andamento della curva deformazione-tempo. Dopo una deformazione istantanea ϵ_0 , che avviene immediatamente in seguito all'applicazione del carico ed è indipendente dal tempo, la deformazione aumenta con il tempo,

fino alla rottura (ϵ_R); la ϵ_0 è facilmente ricavabile, in quanto di solito la sollecitazione è inferiore allo snervamento e segue le leggi classiche della deformazione elastica, dunque $\epsilon_0 = \sigma/E$, dove E è il modulo elastico (che non è costante, ma tende a diminuire con la temperatura), e viene solitamente sottratta dalla curva di creep per avere solo la rappresentazione del contributo dato dai meccanismi di deformazione tipici del creep.

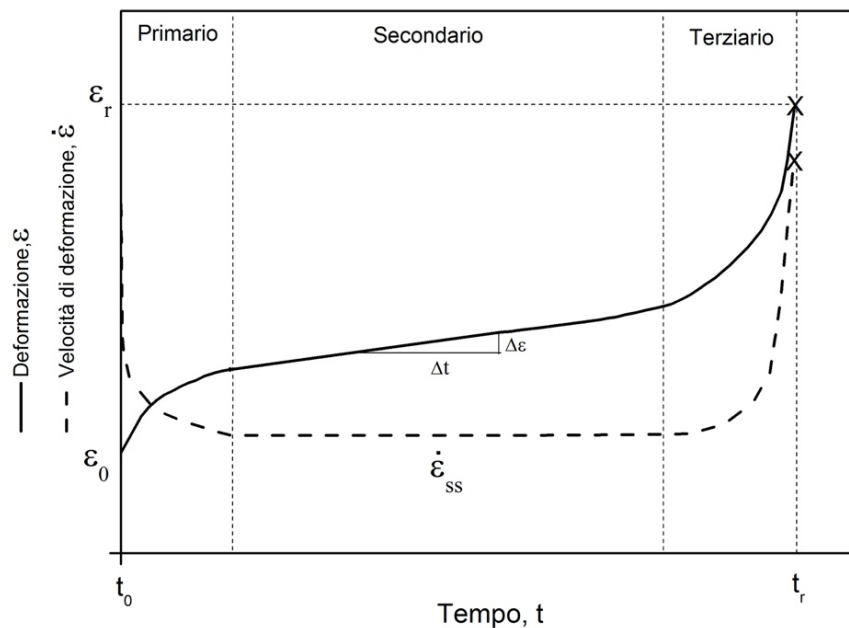


Fig. 1. 3: Esempio tipico di una curva di creep ed andamento della velocità di deformazione durante la prova.

1.4.2. La curva di creep

La curva di *creep* normalmente si fa partire dall'origine e si considera solo la componente della deformazione che si accumula nel campione nel tempo; in generale è una curva sigmoidea che può essere suddivisa in tre zone:

1. un primario, nel quale si ha un graduale decremento nel tempo della velocità di deformazione $\dot{\epsilon} = \frac{\partial \epsilon}{\partial t}$, inizialmente molto alta; in questa fase la

moltiplicazione e l'interazione delle dislocazioni limita progressivamente la deformazione. Nel primario il ripristino parziale (o addolcimento), dovuto a *cross-slip* e *climb*, compete con l'aumento di resistenza del materiale causato dall'incrudimento, che a sua volta è dovuto all'interazione tra le dislocazioni, che formano agglomerati e bloccano le altre dislocazioni; la microstruttura, al termine del primario, è caratterizzata da sottogranì equiassici.

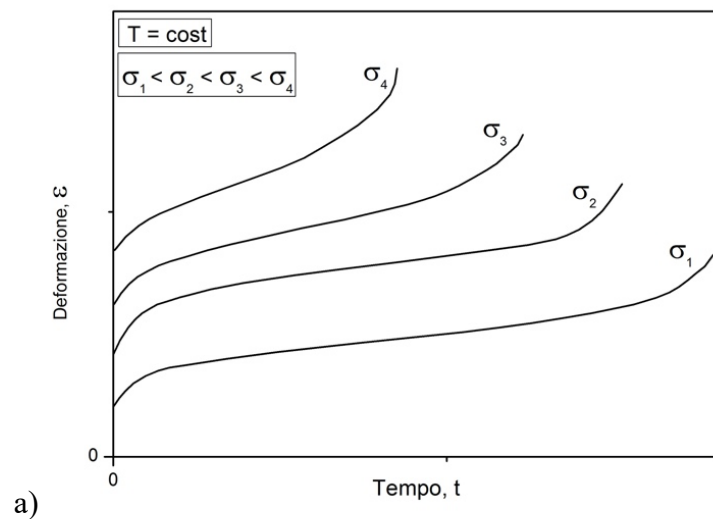
Per basse temperature, vicine alla temperatura soglia, e livelli di stress moderati, il primario è la regione predominante dell'intero processo;

2. uno stadio stazionario, o secondario, che può ridursi ad un tratto estremamente breve o ad un punto; in questa fase c'è equilibrio tra i fenomeni di addolcimento (ripristino, grazie al *climb*) e dei fenomeni di rafforzamento (moltiplicazione ed interazione fra dislocazioni). Di conseguenza in questa regione c'è la stazionarietà della velocità di deformazione, che assume un valore costante $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{SS}$. La microstruttura è costituita da sottogranì, di dimensione costante [3];
3. uno stadio terziario, durante il quale la derivata della curva, che rappresenta la velocità di deformazione, aumenta rapidamente con il tempo, portando infine alla rottura. L'incremento della velocità di deformazione nella fase finale della prova è dato dalla riduzione della effettiva sezione resistente, ortogonale alla direzione di allungamento (che ovviamente coincide con la direzione di applicazione del carico), dovuta ad un insieme di fenomeni che avvengono all'interno del materiale, come la nucleazione e crescita di cavità (cavitazione) o la formazione di cricche. Tutti questi meccanismi riducono la sezione resistente e portano ad un aumento della tensione effettiva, e quindi ad un processo degenerativo e, in ultimo, alla rottura al tempo t_r .

La curva di *Fig. 1. 3* mostra l'andamento tipico che si riscontra nei metalli puri e nella maggior parte delle leghe; la dimensione e la predominanza delle

tre regioni che compongono una curva di creep sono funzione del materiale, della temperatura e del carico applicato, in qualche caso il primario ed il secondario possono essere addirittura assenti, o si può avere un primario inverso in cui la velocità di deformazione anziché diminuire aumenta (soluzioni solide).

Nel grafico di Fig. 1. 4 sono rappresentate una famiglia di curve di *creep*, in Fig. 1. 4a sono prove condotte tutte ad un valore di temperatura ma per condizioni di carico differenti, in Fig. 1. 4b la sollecitazione è comune a tutte le curve ma varia la temperatura; osservando questa serie di curve si nota l'effetto della temperatura e della sollecitazione applicata: per sollecitazioni elevate la curva è molto ripida, la deformazione avviene molto rapidamente, riducendo la sollecitazione di prova le curve pian piano si schiacciano spostandosi verso durate sempre maggiori. Un tale effetto lo avrei se mantenessi costante la sollecitazione e variassi la temperatura, più la temperatura è alta tanto più la durata della prova si riduce. Sintetizzando, generalmente la resistenza a creep diminuisce all'aumentare della temperatura e della sollecitazione.



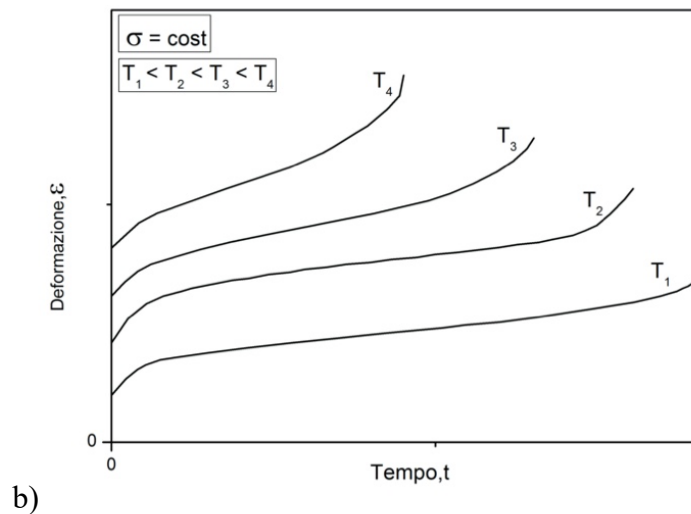


Fig. 1. 4: Influenza della sollecitazione, a), e della temperatura, b), nelle curve di creep.

1.4.3. I parametri tempo, t_r , e velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}_{SS}$

Dall'analisi di una curva di *creep* si ricavano due parametri ingegneristici che consentono di valutare la risposta a *creep* del materiale, il tempo a rottura e la velocità di deformazione nello stato stazionario. Il tempo a rottura t_R è il parametro più semplice ed utile da ricavare, perché permette di stimare la vita a rottura del componente. La velocità di deformazione nello stadio stazionario (secondario) $\dot{\epsilon}_{SS}$, o la velocità minima di deformazione, è il parametro di cui dover tener conto in progettazione se non ci si aspetta che si verifichi rottura nel componente, a causa dei carichi estremamente bassi, e può essere utilizzata per stimare approssimativamente la vita del componente in esercizio, in quanto permette di stimare l'accumulo di deformazione.

Nello stato stazionario, la velocità di deformazione (o, nel caso in cui il secondario sia ridotto ad un punto, nel suo valore minimo $\dot{\epsilon}_m$) viene espressa in funzione della tensione di prova tramite una legge di potenza (*power law*) del tipo:

$$Eq. 1.5 \quad \dot{\epsilon}_{SS} = A\sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}}$$

Dove l'esponente di creep, n , è un coefficiente che solitamente per i metalli assume valori compresi tra 1 e 10, per i metalli puri è 4-5; l'Eq. 1. 5 è anche nota come *Legge di Norton*.

La legge di potenza a volte può essere espressa in una forma più complessa, Eq. 1. 6:

$$\text{Eq. 1. 6} \quad \dot{\varepsilon}_{ss} = A_0 \frac{D G b}{k T} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n$$

dove:

- D è il coefficiente di diffusione delle vacanze, anche detto coefficiente di autodiffusione, dato dall'Eq. 1. 3;
 - d è la dimensione del grano;
 - b è il vettore di Burgers;
 - p è un coefficiente costante, che per il creep da dislocazioni è 0;
 - G è il modulo elastico a torsione;
 - A_0 è una costante adimensionale che non dipende dal materiale, ed il termine $G b / k T$ è stato introdotto nella formula appunto per rendere A_0 adimensionale.
- Una semplificazione della Eq. 1. 6, con una dipendenza da T leggermente diversa, è:

$$\text{Eq. 1. 7} \quad \dot{\varepsilon}_{ss} = A \left(\frac{b}{d}\right)^p \sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}}$$

dove A è una costante che dipende dal materiale, e l'esponentiale è lo stesso termine che era presente nel coefficiente di autodiffusione D (Eq. 1. 3); per i metalli puri il valore di Q , energia di attivazione per il *creep*, equivale all'energia di autodiffusione. Questo prova come la diffusione delle vacanze, che permette

il *climb* (moto non conservativo), sia il meccanismo che governa la deformazione da *creep* nei metalli puri.

1.4.4. Lo stato stazionario

1.4.4.1. Lo stato stazionario nei metalli di classe M

Nel caso la deformazione sia governata dal susseguirsi di due meccanismi, come il *glide* ed il *climb*, è quello più lento che regola la velocità di deformazione. Dato che nei metalli puri il *glide* è un meccanismo relativamente rapido mentre il *climb* (ovvero la sequenza di scorrimenti e salti della dislocazione) rappresenta la fase lenta, in queste condizioni, nel regime stazionario, si ha il “*creep* controllato dal *climb*”, o *creep* controllato dal ripristino.

Rappresentando una serie di prove di *creep* su un grafico bilogarithmico $\sigma-\dot{\epsilon}_{ss}$ (Fig. 1. 5) si ottiene un fascio di rette parallele isoterme, la cui equazione è esattamente l’equazione di Norton (Eq. 1. 5) e dunque la cui pendenza è pari a n . Ampliando il range di sollecitazione di Fig. 1. 5 per osservare il comportamento del metallo a velocità di deformazione molto ridotte o elevate, Fig. 1. 6, si può notare che nel caso di prova a carichi particolarmente bassi (regime-III) la pendenza di queste curve è $n=1$ ed il *creep* è puramente diffusivo (descritto in seguito), mentre nel caso di carichi medio-alti (regime-II) la pendenza è $n=4-5$ ed abbiamo il *creep* governato dal *climb* delle dislocazioni; oltre tale intervallo c’è il regime-I in cui la pendenza aumenta e siamo in regime di deformazione plastica a caldo. In questo caso le velocità di deformazione non sono quelle tipiche del *creep* e si ha una deviazione dalla linearità (*power-law breakdown*). Da notare inoltre è che variando la dimensione del grano nei regimi-I e II non si ha una variazione nella risposta del materiale, mentre nel

regime-III tanto più è fine il grano, tanto più la velocità di deformazione aumenta.

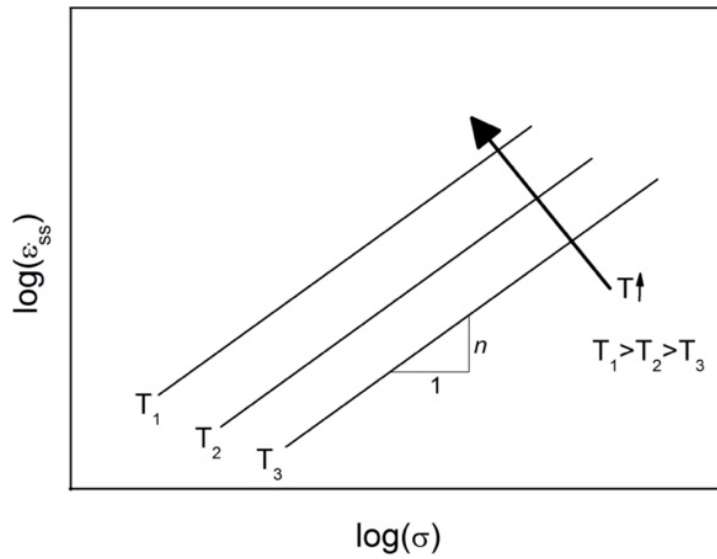


Fig. 1. 5: Dipendenza della velocità di creep dalla sollecitazione in funzione della temperatura, nello stato stazionario.

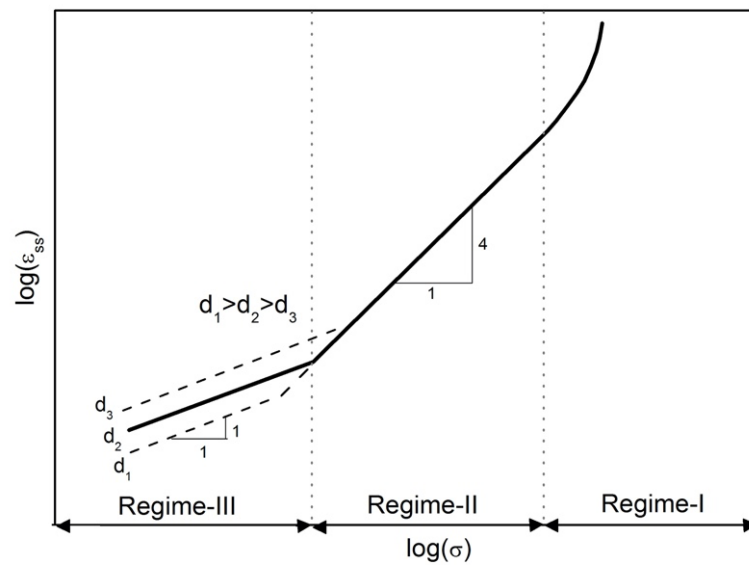


Fig. 1. 6: Stato stazionario nei metalli di classe A, dipendenza della velocità di deformazione dalla sollecitazione ad una data temperatura; il regime-III è influenzato dalla dimensione media del grano

Il regime-III è caratterizzato da un tipo di deformazione in cui le dislocazioni non intervengono, in quanto i carichi in gioco sono troppo bassi; la deformazione, in queste condizioni, è regolata dal moto diffusivo degli atomi, e dunque delle vacanze, che determina la geometria di ogni grano.

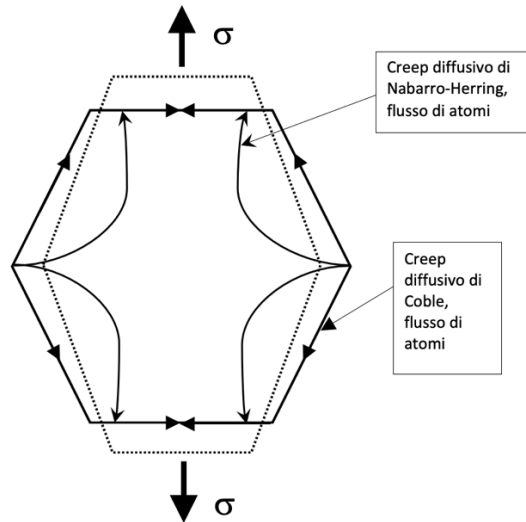


Fig. 1. 7: Meccanismi di creep diffusivo.

In Fig. 1. 7 sono schematizzate le due tipologie di flusso diffusivo:

- 1) Si ha creep diffusivo di Nabarro-Herring quando si ha diffusione di vacanze attraverso il grano dal lato perpendicolare verso il lato parallelo al carico, o secondo lo schema riportato in Fig. 8 quando si ha diffusione, attraverso il grano, di atomi dal lato parallelo verso il lato perpendicolare alla direzione di applicazione della sollecitazione; il fenomeno viene descritto dall'Eq. 1. 7 nella quale, in queste condizioni, va tenuto conto del termine $\left(\frac{b}{d}\right)^p$ in quanto c'è una forte dipendenza dalle dimensioni del grano, e nella quale il termine Q è ancora l'energia di diffusione delle vacanze. Nell'equazione il termine d, dimensione del grano, è al denominatore, dunque più il grano è fine tanto più il termine $\left(\frac{b}{d}\right)^p$ sarà elevato e tanto più sarà alto il valore di $\dot{\epsilon}_{SS}$; tanto più il grano è fine, meno strada dovranno percorrere le vacanze per farlo allungare,

più è attivo il fenomeno e più il materiale si deforma. Con un grano grossolano le vacanze impiegherebbero molto tempo per spostarsi da un lato all'altro e la velocità di deformazione sarebbe estremamente bassa;

- 2) Il Creep diffusivo di Coble è un meccanismo del tutto analogo al precedente nel quale le vacanze (o gli atomi, in senso opposto) si spostano lungo i bordi di grano invece che all'interno del grano; questo meccanismo richiede un'energia inferiore. L'equazione che descrive il fenomeno è sempre la Eq. 1. 7 ma dove la Q è l'energia di attivazione per la diffusione di atomi e vacanze lungo il confine di grano, che solitamente viene valutata come il 60-70% dell'energia di autodiffusione.

In base al materiale ed alla temperatura può avvenire un meccanismo o l'altro, per distinguerli si osserva il valore dell'energia di attivazione che nel secondo caso è inferiore.

1.4.4.2. Lo stato stazionario nelle leghe di classe A

Nel caso di soluzioni solide (indicate come classe A, dall'inglese Alloy, per distinguerle dalla classe M dei metalli puri) la velocità di deformazione nel secondario in funzione della sollecitazione ha un andamento più complesso, rappresentato in *Fig. 1. 8*, dato dalla presenza di atomi in soluzione solida attorno alle dislocazioni. Quando in una lega vi sono atomi in soluzione solida, questi tendono a collocarsi intorno alle dislocazioni, in tali condizioni la dislocazione per spostarsi deve trascinare con sé gli atomi in soluzione; il movimento che si genera è chiamato *viscous glide* e richiede una sollecitazione maggiore rispetto a quella che basterebbe a muovere la sola dislocazione, tale meccanismo è il rafforzamento per soluzione solida. Nei materiali di classe A

dunque c'è un ulteriore meccanismo di deformazione, le dislocazioni scorrono e saltano ma devono, al tempo stesso, trascinare la nube di atomi in soluzione. Il meccanismo che governa la velocità di deformazione è sempre il più lento: nei metalli di classe M dove lo scorrimento è agevole ed il *climb* richiede tempo, la $\dot{\epsilon}$ del regime-II è governata dalla diffusione delle vacanze; nei metalli di classe A, invece, nel regime-II vi sono 3 sotto-regimi, a, b e c. Nel regime-IIc il comportamento del metallo è molto simile a quello dei metalli puri e $n=5$; ciò significa che il *climb* è il meccanismo più lento e l'energia di attivazione è quella di diffusione delle vacanze. Aumentando il carico, ad un certo punto la sollecitazione diventa tanto forte da far "saltare" la dislocazione sopra gli ostacoli con facilità maggiore rispetto allo scorrimento viscoso, cioè lo scorrimento delle dislocazioni nelle loro atmosfere di atomi in soluzione, sarà lento e dunque il *climb* diventa un'operazione relativamente rapida; ciò comporta che $n=3$ e che Q non è più l'energia di autodiffusione ma è l'energia di attivazione per la diffusione della specie ospitata nella specie ospitante (i.e. in lega Al-Mg, in Mg-Zn, etc...), ovvero dell'elemento in soluzione solida. Nel momento in cui la sollecitazione diventa sufficientemente elevata da strappare le dislocazioni dalle loro atmosfere di atomi di soluto, le dislocazioni si liberano ed il loro scorrimento torna ad essere agile, mentre il *climb* torna ad essere il meccanismo più lento e dunque torna $n=5$ e Q è nuovamente l'energia di attivazione per l'autodiffusione.

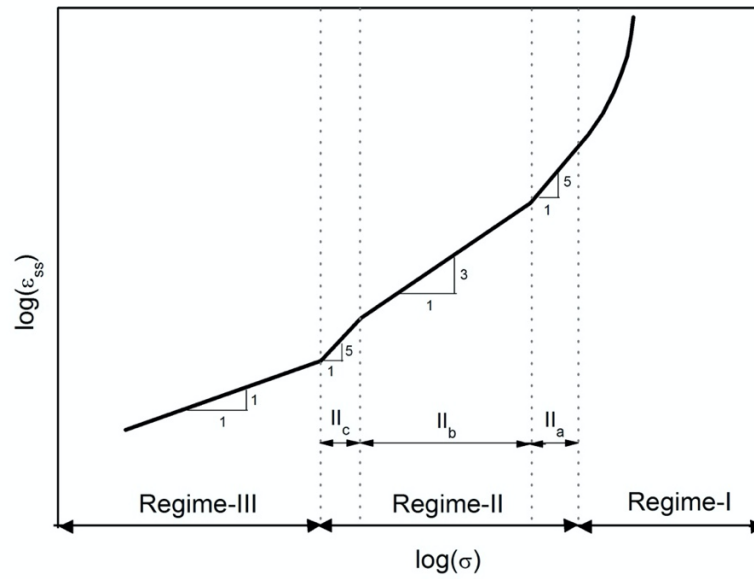


Fig. 1. 8: Velocità minima di deformazione in funzione della tensione per una soluzione solida (metalli classe A)

1.4.5. Stima della vita a rottura

I due principali parametri che descrivono una curva di creep, velocità minima di creep e tempo a rottura, sono legati da una relazione empirica, detta di Monkman-Grant:

$$\text{Eq. 1. 8} \quad \dot{\epsilon}_m t_r = C_r$$

secondo cui è costante per un dato materiale, e pari a C_r , il prodotto tra la velocità minima di creep nel secondario ed il tempo a rottura.

Combinando l'Eq. 1. 8 con l'Eq. 1. 5 si ottiene l'Eq. 1. 9, con la quale è possibile estrapolare la vita a rottura di un materiale:

$$\text{Eq. 1. 9} \quad t_r = A_r \sigma^{-n} e^{\frac{Q}{RT}}$$

Riportando, in un grafico bi-logaritmico di Fig. 1. 9, il tempo a rottura in funzione della sollecitazione per una serie di prove, si ottengono delle rette isoterme; conoscendo il grafico di un certo metallo si può, seguendo linearità e parallelismo delle isoterme, stimare il tempo a rottura in differenti condizioni di sollecitazione o di temperatura. Nel caso di metalli puri e dello stesso regime di deformazione, le rette sono parallele l'una all'altra, mentre nel caso di leghe più complesse (rinforzate da particelle, con sottostrutture importanti, etc...) la linearità spesso si mantiene ma non si ha più il parallelismo e diventa arduo stimare il comportamento di una lega in condizioni diverse da quelle testate; nelle leghe, dunque, n e Q non sono costanti come nei metalli puri, ma dipendono dal carico e dalla temperatura.

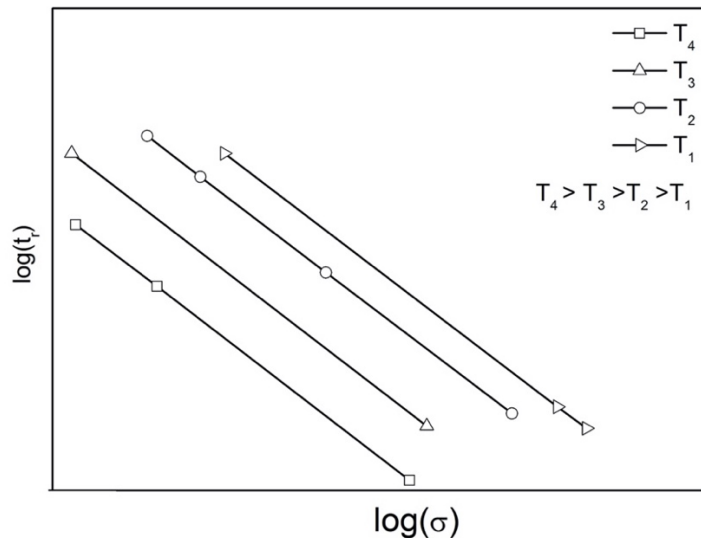


Fig. 1. 9: Dipendenza di t_r dalle condizioni di prova, per un metallo puro la pendenza è costante e pari a $-n$.

1.4.5.1. L'approccio parametrico di Larson-Miller

Date le difficoltà nello studio del creep quando n e Q sono variabili, si sono sviluppati negli anni diversi approcci parametrici di cui il più utilizzato è quello di Larson-Miller (LMP).

Il LMP origina dalla semplificazione della Eq. 1. 9, dove manca il termine σ^{-n} perché si suppone che sia Q a dipendere da σ ; Q dunque non ha un

significato fisico ma rappresenta un termine che dipende da temperatura e sollecitazione:

$$\text{Eq. 1. 10} \quad t_r = B_0 e^{\frac{Q(\sigma)}{RT}}$$

Passando ai logaritmi l'Eq. 1. 10, e definendo:

$$\text{Eq. 1. 11} \quad LMP = \frac{Q(\sigma)}{\log(e)R} = \frac{Q(\sigma)}{2,3 R}$$

Si ottiene infine:

$$\text{Eq. 1. 12} \quad LMP = \frac{Q(\sigma)}{2,3 R} = T(C_{LM} + \log t_r)$$

dove C_{LM} è una costante pari a $-\log(B_0)$ e solitamente si assume $C_{LM}=20$.

Riassumendo, i dati così ottenuti per ogni prova, in un grafico $10^{-3}LMP-\sigma$ i dati si sovrappongono su una curva, chiamata "master curve". La *master curve* consente di individuare, conoscendo tempo e temperatura, ad ogni valore di sollecitazione qual è il corrispondente tempo a rottura, o viceversa, conoscendo il tempo si può ricavare la σ_{amm} .

1.4.6. Meccanismi di rottura tipici del creep

Quando un campione metallico viene sottoposto a sollecitazione di trazione, può rompersi in diversi modi. A basse temperature, dove $T < 0,3T_f$, il campione può cedere per clivaggio, frattura intergranulare fragile o frattura duttile. A temperature più elevate, generalmente per $T > 0,3T_f$, il campione può rompere con i meccanismi di frattura tipici del creep, alcuni trans-granulari ed altri inter-

granulari. Se il materiale è a temperatura elevata o è molto incrudito, può verificarsi un raro caso di *ripristino dinamico e ricristallizzazione*, ma è rara in quanto nel creep la ricristallizzazione è difficile che avvenga a causa del troppo ridotto livello di deformazione accumulata.

Nel *creep* la riduzione di sezione resistente che si ha durante la prova può essere la classica strizione, che porta ad una rottura simile a quella che si verifica, a temperatura ambiente, nei materiali tenaci e duttili, o si può verificare, anche simultaneamente alla strizione, una riduzione di sezione interna dovuta alla cavitazione e che contribuisce ad accelerare il processo di frattura; può anche però presentarsi una frattura puramente intergranulare, nella quale non si apprezza la strizione e la rottura è improvvisa.

Il *creep*, come tutte le deformazioni a caldo, è caratterizzato dallo scorrimento dei bordi di grano; la deformazione avviene per il moto delle dislocazioni, rese più mobili dal climb, ma in parallelo si verifica la rotazione dei grani. Tale rotazione avviene sempre, ma diventa un fenomeno che incide sul comportamento del materiale alle alte temperature quando, nel campione, il bordo di grano occupa una ampia porzione della superficie, ovvero nel caso di materiali a grani fini. La deformazione che deriva dalla rotazione dei grani incide massimo per il 10-20% dunque può essere trascurato il contributo deformativo che questo meccanismo comporta, ma una conseguenza rilevante di questa deformazione è il danno che essa apporta alla microstruttura.

Molto di frequente, in particolar modo per i carichi medio-bassi, si ha la rottura intergranulare che avviene attraverso cavità “*r*” (circolari) o “*w*” (*wedge*); sia la *r* che la *w* tendono principalmente a formarsi nel lato del bordo di grano ortogonale al carico applicato. Nelle prime fasi della prova si possono formare cavità isolate, inizialmente non pericolose, che poi evolvono fino a diventare micro-cricche; con la comparsa delle micro-cricche il campione entra nel terziario e si ha la rottura.

Sottoponendo ad un carico verticale di trazione i tre grani di *Fig. 1. 10*, che alle alte temperature sono più liberi di ruotare, se il grano 1 ruota in senso

orario ed il 2 in senso antiorario si determina l'apertura di una micro-cricca, molto acuta (cavità w), ai vertici comuni ai grani 1, 2, 3. In modo abbastanza simile, se non si è in un giunto triplo di grani ma questi presentano un gradino, con lo scorrimento relativo dei bordi di grano si formano le cavità di tipo r che sono tondeggianti. La coalescenza di queste cavità porta alla formazione di cricche macroscopiche ed alla successiva rottura intergranulare del campione.

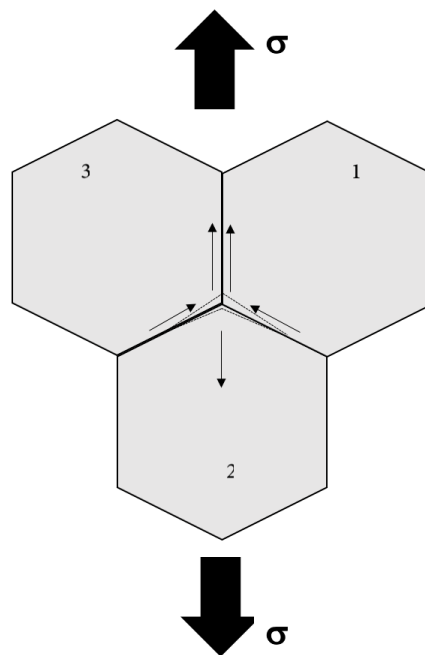


Fig. 1. 10: Danneggiamento intergranulare per slittamento dei bordi di grano, dovuto alla rotazione relativa di questi.

Più il grano è piccolo maggiore sarà il numero di bordi di grano presenti, e di conseguenza tanto più il materiale potrà subire un danneggiamento di questo tipo. Alle alte temperature dunque, dove i grani ruotano con più facilità, è poco conveniente avere una struttura a grani fini. A queste considerazioni sullo svantaggio di avere una struttura fine si aggiungano quelle tratte nel paragrafo 1.3 nel quale si è visto che in presenza di grani di piccole dimensioni le vacanze hanno un tratto minore da percorrere per diffondere; è evidente la poca convenienza di avere un materiale a grani fini per le alte temperature.

2. Un modello per il creep basato sulla fisica dei metalli fcc

2.1. Introduzione

I metodi empirici, in cui si ricorre a funzioni matematiche per adattare le curve ai dati di sperimentali agendo sui valori dei parametri, sono usati quasi esclusivamente per rappresentare le curve di deformazione di creep primario rispetto al tempo; in questi metodi, per generalizzare il comportamento del materiale a condizioni diverse da quelle testate, si tenta di descrivere come i parametri variano in funzione del carico, della temperatura, ecc.

Il tipico periodo di esercizio di impianti industriali per la produzione di energia termica è dell'ordine di almeno 20-30 anni e per la loro progettazione non si può non tener conto del danno da creep che i materiali accumulano nel lasso di tempo stimato; i test di creep vengono eseguiti per lunghi periodi fino a 3-5 anni, e in casi speciali per tempi maggiori, ma anche avendo un set di dati ampi e precisi e delle procedure adeguate è impegnativo estrapolare a tempi così lunghi in modo ragionevolmente sicuro.

Per superare le difficoltà dei metodi empirici possono essere utilizzati modelli basati sulla fisica della deformazione; uno di questi modelli, sviluppato da Sandström [4] per descrivere il comportamento a creep del rame, può essere utilizzato nella progettazione utilizzando un modello per le curve sforzo-deformazione.

2.2. Metodi empirici per la rappresentazione delle curve di deformazione da creep

In letteratura è possibile trovare numerose equazioni costitutive per rappresentare il comportamento di deformazione da creep di un materiale [5,6] equazioni che però non sono di validità generale ma sono specifiche per tipologia di materiale, intervalli di temperature e sollecitazioni.

2.2.1. Curve di creep

Tre modelli di struttura abbastanza simile, indicati come \mathfrak{S} , Φ , Ω , sono riassunti nella *Tab. 2. 1*. Il più conosciuto è il modello \mathfrak{S} , sviluppato dal gruppo di Swansea [7], che riprende la forma di dipendenza dal tempo usata per il creep primario da McVetty [8] e per quello terziario da McHenry [9]. Il modello Φ per il creep primario, di cui Wu et al [10] hanno presentato un'analisi dettagliata e sistematica, è stato utilizzato in varie forme per molti decenni [11]. Il modello Ω è stato sviluppato da Sandström e Kondyr [12,13], ma fino alla metà degli anni novanta non è stato denominato in letteratura come modello Ω [14].

Tutti i modelli sono caratterizzati da una parte dedicata al creep primario ed una al terziario, e ciascuna parte ha due parametri che vengono calcolati tramite processi di best fitting delle curve di creep sperimentali; nessun modello ha una parte dedicata al secondario ma è possibile ottenere la curva completa e la descrizione del secondario dalla combinazione delle parti di primario e terziario. I tre modelli sono caratterizzati da una matematica semplice, in cui la velocità di deformazione può essere espressa in forma esplicita in funzione sia del tempo che della deformazione. Rappresentando su un grafico i dati sperimentali ottenuti per un dato materiale, risulta agevole confrontare la risposta a creep di tale materiale con la legge di uno di questi modelli.

Mod.	Regione	Parametri	$\dot{\varepsilon}(t)$	$\dot{\varepsilon}(\sigma)$
S	I [7][8]	ϑ_1, ϑ_2	$\dot{\varepsilon}_I = \theta_1 \theta_2 e^{-\theta_2 t}$	$\dot{\varepsilon}_I = \theta_2 (\theta_1 - \varepsilon)$
	III [7][9]	ϑ_3, ϑ_4	$\dot{\varepsilon}_{III} = \theta_3 \theta_4 e^{\theta_4 t}$	$\dot{\varepsilon}_{III} = \theta_4 (\varepsilon + \theta_3)$
Φ	I [11][10]	Φ_1, Φ_2	$\dot{\varepsilon}_I = \phi_1 [\phi_1 (1 + \phi_2) t]^{\frac{\phi_2}{1+\phi_2}}$	$\dot{\varepsilon}_I = \theta_2 (\theta_1 - \varepsilon)$
	III [11]	Φ_3, Φ_4	$\dot{\varepsilon}_{III} = \phi_3 [\phi_3 (1 - \phi_4) t]^{\frac{\phi_4}{1-\phi_4}}$	$\dot{\varepsilon}_{III} = \phi_3 \varepsilon^{\phi_4}$
Ω	I [15]	Ω_1, Ω_2	$\dot{\varepsilon}_I = \frac{\Omega_1}{\Omega_1 \Omega_2 t + 1}$	$\dot{\varepsilon}_I = \Omega_1 e^{-\Omega_2 \varepsilon}$
	III [12] [13][14]	Ω_3, Ω_4	$\dot{\varepsilon}_{III} = \frac{\Omega_3}{1 - \Omega_3 \Omega_4 t}$	$\dot{\varepsilon}_{III} = \Omega_3 e^{\Omega_4 \varepsilon}$

Tab. 2. 1: Principali metodi empirici per la determinazione della curva di creep.

2.2.2. Estrapolazione delle curve al di fuori dei range sperimentali

Nelle applicazioni ingegneristiche i dati sulla deformazione da creep sono spesso necessari al di fuori delle condizioni in cui sono stati testati, ed in tal caso i dati sperimentali devono necessariamente essere estrapolati.

È stato svolto un ampio lavoro all'interno dell'European Collaborative Creep Committee (ECCC) per trovare procedure adeguate atte all'estrapolazione. La procedura più semplice individuata consiste nell'utilizzare i metodi dei modelli riportati in Tab. 2. 1 e determinare come i parametri dipendono, ad esempio, dalla temperatura e dallo stress [16]; ciò è stato fatto con successo con il modello S per l'acciaio 0.5Cr0.5MoV [7]. In modo simile, Holmström e Auerkari hanno utilizzato la seguente relazione del tempo corrispondente ad una certa deformazione per descrivere i dati di creep per l'acciaio 2.25Cr1Mo nell'intervallo di temperatura 500-600°C [17]

$$\text{Eq. 2. 1} \quad \text{Log } t = \frac{\log(\alpha t_R + \beta)}{1 + \left(\frac{\log \epsilon}{x_0}\right)^p} - \beta$$

dove t è il tempo per una data deformazione, t_R è il tempo a rottura e x_0 , p , α e β sono parametri da calcolare. L'Eq. 2. 1, denominata metodo di previsione logistica della deformazione da creep (LCSP), ha lo scopo di descrivere la curva di scorrimento completa e richiede lo stesso numero di parametri di adattamento dei modelli nella Tab. 2. 1. Allo scopo di descrivere un maggior numero di dati di temperatura e sollecitazione si è dovuto ovviamente introdurre una dipendenza dalla temperatura e dallo stress per due dei parametri x_0 e p del tipo

$$\text{Eq. 2. 2} \quad q = a_1 + a_2 \log \sigma + \frac{a_3}{T}$$

dove a_1 , a_2 e a_3 sono delle costanti. La difficoltà con questo tipo di approccio risiede nel trovare espressioni adatte per la dipendenza dei parametri di interpolazione dei dati sperimentali dalla temperatura e dallo stress, ma trovate delle buone rappresentazioni i risultati della valutazione vanno generalmente bene. La forma di queste espressioni sarà specifica del materiale e varierà, oltre che tra i diversi materiali, anche con le condizioni analizzate. Al fine di evitare la difficoltà di trovare adeguate rappresentazioni di parametri, Bolton [18] ha proposto un metodo, il cui principio di base è quello di mettere in relazione il tempo di una determinata sollecitazione con il tempo di rottura per le stesse condizioni; questo genere di approcci vengono indicati come metodi di similitudine.

Per estrapolare i dati di rottura per scorrimento vengono tradizionalmente utilizzati dei parametri tempo-temperatura (TTPs) che sono del tipo

$$\text{Eq. 2. 3} \quad TTP(t_R, T) = f_1(T) \log t_R + f_2(T)$$

dove $f_1(T)$ e $f_2(T)$ sono semplici funzioni della temperatura T . Questa è la formulazione tipica dei classici metodi comunemente usati, come quello di Larson e Miller [19] o di Manson e Haferd [20].

I TTP(t, T) sono correlati ad una legge polinomiale della sollecitazione σ o $\log \sigma$

$$\text{Eq. 2. 4} \quad TTP(t_R, T) = \sum_{j=0}^{n_{pol}} a_j \log \sigma^j$$

dove a_j sono delle costanti e n_{pol} è l'ordine del polinomio.

Mediante le Eq. 2. 3 e Eq. 2. 4 si può esprimere il tempo a rottura t_R come

$$\text{Eq. 2. 5} \quad \log t_R = \frac{f_2(T)}{f_1(T)} - \frac{1}{f_1(T)} \sum_{j=0}^{n_{pol}} a_j \log \sigma^j$$

e le costanti in $f_1(T)$ e $f_2(T)$ vengono ricavate dai dati di rottura per tutte le condizioni di prova in modo tale che $\log \sigma$ possa essere tracciato in funzione di PTT(t, T) su una singola linea, chiamata curva master. Quanto detto finora rappresenta il modo tradizionale di estrapolare i dati di rottura per creep.

In molti casi, il rapporto tra il tempo per raggiungere una certa deformazione t_ϵ e il tempo a rottura t_R , a parità di condizioni, è funzione dalla sollecitazione; per un certo livello di deformazione questo rapporto può essere espresso come

$$\text{Eq. 2. 6} \quad \log \frac{t_{\epsilon_i}}{t_R} = b_{1i} + b_{2i} \log \sigma$$

dove b_{1i} e b_{2i} sono due costanti specifiche per ogni livello di deformazione studiato ϵ_i . Per gestire contemporaneamente i livelli di deformazione viene introdotta una forma generalizzata

$$\text{Eq. 2. 7} \quad \log t_{\epsilon_i} = -b_{1i} - b_{2i} \log \sigma + \frac{f_2(T)}{f_1(T)} - \frac{1}{f_1(T)} \sum_{j=0}^{n_{pol}} a_j \log \sigma^j$$

$$i = 1, 2, \dots, n_\epsilon$$

Quando l'Eq. 2. 7 viene adattata simultaneamente ai dati di deformazione e rottura si ottiene un sistema lineare di equazioni per i parametri a e b , che possono essere risolti direttamente [21].

Non è banale la scelta, di volta in volta, del metodo più adatto per l'estrapolazione dai dati di rottura da creep [5,22] o di deformazione da creep [5]; ad esempio, nell'Eq. 2. 7 è necessario provare più di una combinazione delle funzioni $f_1(T)$ e $f_2(T)$.

Negli scorsi decenni sono stati sviluppati da ECCC test di valutazione del progresso (PATs) che possono verificare se la procedura di estrapolazione soddisfa determinati requisiti di base [6,22] ed aumentano notevolmente la possibilità di ottenere un'estrapolazione accurata. Uno dei più importanti PAT consiste nel restringere il set di dati sperimentali rimuovendo i punti a più lungo termine e ripetendo la valutazione col set di dati ridotto; si ha una buona estrapolazione quando non si ottengono variazioni importanti tra la previsione con il set originale e quella con il set ridotto. La differenza tra la previsione e le osservazioni può essere espressa dalla radice dell'errore quadratico medio (RMS)

$$Eq. 2. 8 \quad RMS = \left\{ \frac{1}{N} \sum [\log(t_{\varepsilon-obs}) - \log(t_{\varepsilon-pred})]^2 \right\}^2$$

dove $t_{\varepsilon-obs}$ sono i tempi misurati per una data deformazione di creep, $t_{\varepsilon-pred}$ i corrispondenti tempi previsti e N il numero di punti dati. Il valore RMS viene spesso utilizzato per derivare un fattore di dispersione Z

$$Eq. 2. 9 \quad Z = 10^{2,5RMS}$$

Migliore è l'adattamento, minore è il fattore Z . Se l'RMS viene applicato nelle valutazioni della rottura per creep, un fattore Z vicino a 2 è considerato soddisfacente [6].

2.3. Un modello basato sulla fisica per lo scorrimento primario e secondario

In [23] Sandtröm e Andersson hanno presentato un'equazione fondamentale per la velocità di creep stazionario $\dot{\epsilon}$ nel rame puro e legato a fosforo. La stazionarietà si ottiene quando c'è un equilibrio tra l'incrudimento da deformazione ed il ripristino controllato dal climb. Nel modello si presume che la velocità di creep secondaria, ovvero la velocità minima nei test di deformazione da creep, sia

$$Eq. 2. 10 \quad \dot{\epsilon}_{OFP} = \frac{\frac{2bc_L D_{s0} b \tau_L}{m k_B T} \left(\frac{\sigma}{\alpha m G b} \right) e^{\frac{\sigma b^3}{k_B T} e^{-\frac{Q}{RT}} \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^2 \right]}}{f_P} = h(\sigma, T)$$

dove σ è lo stress applicato e T la temperatura, D_{s0} è il coefficiente di autodiffusione, Q l'energia di attivazione per l'autodiffusione, b vettore di Burgers, f_P un fattore che descrive l'influenza del fosforo (che come si vedrà in seguito può essere calcolato a priori), m il fattore di Taylor, c_L una costante dell'indurimento deformativo, G il modulo di taglio, k_B la costante di Boltzmann, R la costante dei gas, α una costante pari a circa 0,2, σ_{max} è assimilabile alla massima resistenza del materiale, normalmente in qualche modo associabile alla resistenza ultima a trazione (UTS) e τ_L la tensione della linea di dislocazione. Come già accennato, l'Eq. 2. 10 è stata derivata sulla base di un presunto equilibrio tra incrudimento e ripristino statico. Il procedimento per ottenere la relazione Eq. 2. 10 verrà illustrato in una prossima sezione; in questa sede è sufficiente ricordare che il modello include sia l'effetto sulla mobilità delle dislocazioni sia del *climb* che del *glide*, che inizia a giocare un ruolo importante a temperature inferiori al tipico range di creep. Per questo nella Eq. 2. 10 è presente il secondo termine tra parentesi quadre che tiene conto della combinazione di creep da ripristino con un'espressione per la velocità di *glide*

[24]. Con questa miglioria l'Eq. 2. 10 è in grado di descrivere la velocità di creep secondario che si osserva a temperature ambiente fino a 600°C entro un ordine di grandezza per il rame puro [16]. Va sottolineato che tutti i parametri sono derivati indipendentemente nel modello e che non è coinvolto alcun fitting dei dati con la possibile eccezione del valore per f_p , che è stato ampiamente analizzato in un altro lavoro di Sandström e Anderson [23].

Per quanto riguarda la descrizione del primario, il punto di partenza può essere la relazione [4], ottenuta per prove a velocità di deformazione costante

$$\text{Eq. 2. 11} \quad \sigma = \sigma_y + (\sigma_{max} - \sigma_y)(1 - e^{-\omega\varepsilon})$$

dove σ_y è la resistenza allo snervamento, σ_{max} la resistenza a trazione massima e ω una costante. La forma generica dell'Eq. 2. 11 è stata usata in passato per descrivere le curve tensione-deformazione per molte leghe fcc. Nel loro studio, Sandström e Hallgren [4] hanno ricavato espressioni per i valori dei parametri caratteristici del Cu-OFP per evitare di averli come parametri da adattare. L'Eq. 2. 11 si ricava tenendo conto dell'aumento della densità di dislocazioni dovuto all'incrudimento e della riduzione di dislocazioni dovuta al ripristino dinamico. Il tasso di ripristino dinamico in funzione della deformazione è uguale a $\omega\rho$, dove ρ è la densità di dislocazioni e la costante ω è data da [25]

$$\text{Eq. 2. 12} \quad \omega = \frac{m}{b} d_{int} \left(2 - \frac{1}{n_{slip}} \right)$$

dove il fattore di Taylor m è pari a 3.06, d_{int} la distanza di interazione tra le dislocazioni (pari a $2.5b$) e n_{slip} il numero di sistemi di scorrimento indipendenti (che nel caso dei metalli fcc è notoriamente 12). Sandström e Hallgren [4] hanno analizzato la scelta del valore per d_{int} , sostenendo che l'annullamento della dislocazione avviene quando le dislocazioni sono in contatto diretto,

assumendo il valore $d_{int} = 2.5b$. Il valore così ricavato di ω è 14,7. Nello stesso lavoro gli autori hanno descritto la dipendenza dalla temperatura e dalla velocità di deformazione del limite di snervamento. La validità dell'Eq. (2.11) è stata dimostrata per Cu-OFP (rame puro privo di ossigeno e drogato con fosforo) per velocità di deformazione comprese tra 1×10^{-7} e $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ e temperature comprese tra 20 e 175 °C con l'ausilio di prove di trazione a velocità di deformazione costante. Le deformazioni coinvolte, inferiori a 0,3, sono quelle rilevanti per i test di creep, mentre non sono tenute in considerazione le deformazioni maggiori, ottenute in condizioni di deformazione più complesse [26]. L'Eq. 2. 10 è stata ricavata da prove a sollecitazione costante e l'Eq. 2. 11 da prove a velocità di deformazione costante; combinando le due equazioni si deriva un'espressione per la velocità di deformazione durante il creep primario. Presumendo che lo stress introdotto nell'Eq. 2. 10 è σ_{max} , dall'Eq. 2. 11 si ottiene

$$Eq. 2. 13 \quad \frac{d\varepsilon}{dt} = h \left(\sigma_y(\dot{\varepsilon}) + \frac{\sigma - \sigma_y(\dot{\varepsilon})}{1 - e^{-\omega \varepsilon}}, T \right)$$

dove σ è la sollecitazione applicata nel test di creep. Una descrizione di questa dipendenza della velocità di deformazione può essere trovata in [4]. La dipendenza dalla velocità di deformazione è la stessa di quella che si trova nella sollecitazione di creep nell'Eq. 2. 10. Ci sono ragioni che suggeriscono l'uso di σ_{max} come valore della sollecitazione nell'Eq. 2. 13. Infatti, σ_{max} nell'Eq. 2. 11 è correlato alla sollecitazione di creep σ_{stat} , che fornisce la stessa velocità di deformazione della prova di trazione. In altre parole, nel corso della prova di creep, la condizione di massima resistenza si riscontra nel secondario, dove la tensione di prova corrisponde con la minima velocità di deformazione, così come nella prova a velocità di deformazione costante, la tensione massima raggiunta nella prova corrisponde alla condizione di massima resistenza. $\sigma_{stat}(\dot{\varepsilon}, T)$ può essere trovato iterando la relazione $\dot{\varepsilon} = h(\sigma_{stat}, T)$ (vedi Eq. 2. 10). Nel

primario la velocità di deformazione, inizialmente molto alta, è superiore alla velocità di creep del secondario, ciò si verifica nell'Eq. 2. 13 per piccole sollecitazioni.

L'Eq. 2. 13 è dunque un'equazione differenziale per determinare la deformazione da creep in funzione del tempo, che può essere utilizzata per derivare la velocità di deformazione durante il creep primario.

2.4. Curve di creep primario

Integrando l'Eq. 2. 13 è possibile ottenere le curve del tempo di deformazione di creep. Poiché il lato destro dell'equazione contiene la velocità di creep, questa deve essere risolta iterativamente.

In Fig. 2. 1 sono riportate le curve ottenute da Sandström applicando il suo modello al Cu-OFP a 75 °C con un carico pari a 175 e 160 MPa, queste curve vengono messe a confronto con i dati sperimentali ottenuti nelle stesse condizioni considerate nel modello [27]. Il test in Fig. 2. 1a è stato condotto fino a rottura del campione, mentre il test in Fig. 2. 1b è stato interrotto nella zona di creep primario. Il modello dell'Eq. 2. 13 copre solo il primario ed il secondario, dunque con questo modello non è possibile prevedere il creep nel terziario. La cuspide nella curva sperimentale in Fig. 2. 1a è dovuta al riallineamento del macchinario in seguito al superamento della capacità di deformazione del banco di prova. Come si può vedere nella Fig. 2. 1, la deformazione iniziale è piuttosto grande.

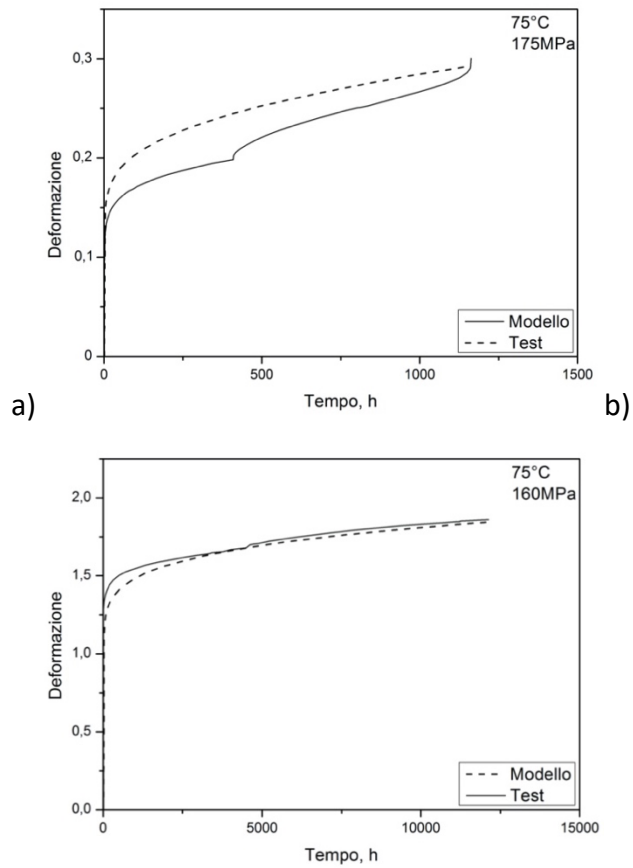


Fig. 2. 1: Raffronto tra la curva deformazione-tempo fornita dal modello, Eq. 2. 13, applicato al Cu a 75 °C e rispettivamente a) 175MPa e b) 160 MPa, e quella fornita dai dati sperimentali di prove nelle stesse condizioni [27].

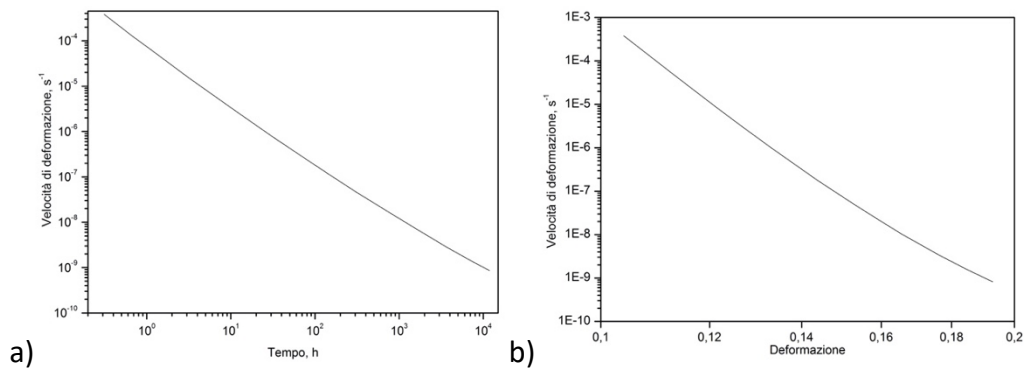


Fig. 2. 2 : Curva della velocità di deformazione del Cu testato a 75 °C-160 MPa, espressa in funzione a) del tempo, e b) della deformazione accumulata.

La retta che si ottiene dall'Eq. 2. 13, rappresentata in un diagramma doppio logaritmico in Fig. 2. 2a è esattamente ciò che fornisce il modello ϕ ; allo stesso modo, la curva in Fig. 2. 2b riporta la velocità di deformazione rispetto alla deformazione e mostra un comportamento approssimativamente lineare, ancora una volta coerente con il modello ϕ . Testando il modello anche per descrivere il creep a temperature più elevate, Sandström ha ottenuto una buona rappresentazione dei dati sperimentali.

Il valore dell'esponente di creep n , ottenuto dall'Eq. 2. 10 come

$$\text{Eq. 2. 14} \quad n = \frac{d \log \dot{\epsilon}}{d \log \sigma}$$

calcolato per le curve di creep di Fig. 2. 1a e Fig. 2. 1b, è circa 60. Per le basse sollecitazioni i valori di n corrispondenti sono progressivamente inferiori.

3. Il modello modificato per l'Alluminio puro

3.1. Introduzione

Come già discusso nel capitolo precedente (paragrafo 1.4.3), nella maggior parte dei casi la dipendenza della velocità di creep nel secondario (la velocità di deformazione nello stato stazionario, $\dot{\epsilon}$) dallo stress applicato (σ) e dalla temperatura (T) viene descritta dalla legge di potenza convenzionale, Eq. 1. 5 e dall'equazione di Arrhenius, Eq. 1. 3, nella forma

$$\text{Eq. 3. 1} \quad \dot{\epsilon} = A \frac{D_0 G b}{kT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n e^{-\frac{Q_d}{RT}}$$

dove A è un parametro del materiale, k è la costante di Boltzmann, G è il modulo di taglio, b è la lunghezza del vettore di Burgers e R è la costante dei gas. D_0 nell'Eq. 3. 1 è il fattore pre-esponenziale nell'equazione di Arrhenius per l'auto-diffusione e Q_d è l'energia di attivazione per l'auto-diffusione nel metallo; n è l'esponente di creep, che nell'alluminio per temperature superiori a 250 °C è di circa 4–5 [28,29].

Al di sopra di una certa sollecitazione, si perde la linearità della legge di potenza e la pendenza della curva, che descrive in coordinate bi-logaritmiche la dipendenza della velocità di deformazione dalla sollecitazione applicata, aumenta progressivamente con il livello di sollecitazione applicato. A temperatura ambiente, l'esponente di stress può arrivare fino a 28 [29]. Diverse teorie, riassunte e discusse da Nabarro in [30,31], sono state successivamente sviluppate per giustificare il comportamento a creep della legge di potenza dei metalli puri e i valori risultanti dell'esponente di stress e dell'energia di attivazione. Sebbene Nabarro considerasse queste teorie "poco convincenti" [31], esse potrebbero comunque rappresentare una base per sviluppare nuovi modelli di creep per materiali più complessi.

Molto spesso l'uso della legge di potenza, nella sua forma fenomenologica, ha dato buoni risultati per descrivere la risposta di innumerevoli materiali,

anche con microstrutture estremamente complesse [32–39]. In questi casi, n , Q e A vengono calcolati mediante una procedura di *best-fitting* dei dati sperimentali e cessano di avere una correlazione diretta con i fenomeni microstrutturali che avvengono all'interno del materiale. Anche nei tentativi di sviluppare modelli costitutivi basati sulla fisica dei fenomeni, si è reso necessario calcolare un certo numero di parametri del materiale adattandoli ai dati sperimentali (i.e. [40]). Il punto cruciale è che, per quanto ci si sforzi di tener conto della fisica della deformazione, la legge di potenza rimane una legge di natura fenomenologica, e per questo motivo si sono cercati approcci alternativi per introdurre equazioni costitutive derivate direttamente dai meccanismi deformativi.

Seguendo questa linea di pensiero, Sandström ha proposto modelli [4,16] per la deformazione plastica dei metalli fcc basati su meccanismi fisici di deformazione che sono stati applicati con successo al rame e agli acciai inossidabili austenitici [41,42] e sono in grado di gestire non solo il *range di creep* della legge di potenza, ma anche le condizioni in cui la legge di potenza non è applicabile. Ad esempio, le equazioni proposte da Sandström possono prevedere correttamente un esponente di creep fino a 65 per il rame a 75 ° C [42]. Questa tipologia di modelli non richiede procedure di *best-fitting*, essendo basati solo su un numero discreto di parametri fisici e microstrutturali predeterminati, opportunamente combinati in un insieme di equazioni costitutive di facile gestione [23,43]. Dal momento che non sono coinvolti parametri regolabili, i modelli hanno una grande capacità predittiva: per prevedere la velocità di creep, gli unici dati richiesti dal modello sono una serie di parametri legati alla microstruttura (nel caso di un metallo puro, dove la composizione non è influente sul comportamento a deformazione, stress e temperatura). Una volta attestata la validità del modello di Sandström, lo stesso è stato rielaborato da Spigarelli [44] in modo da applicarlo all'altro metallo che, con il Cu, costituisce il classico caso di studio del creep dei materiali di classe M, cioè l'Al puro [31].

Il modello presentato da Sandström in [4,16,23,41–43] è applicabile ai metalli fcc con grana grossa. Ciò significa che la dimensione del grano (d) dovrebbe essere molto maggiore della dimensione del sottograno (d_{sub}). Come già detto nei precedenti capitoli (paragrafo 1.4.4.1), quando le dimensioni del grano e del sottograno diventano equivalenti, i meccanismi di deformazione cambiano e i bordi del grano assumono un'influenza dominante nel processo deformativo [45]. Tanto più la dimensione del grano si riduce, quanto più i processi deformativi ai bordi del grano influenzano la velocità di creep. Esistono numerosi modelli per descrivere come ciò possa avvenire, la maggior parte di questi concorda sul fatto che il meccanismo dominante è lo scorrimento del bordo del grano (GBS), ovvero la deformazione che avviene mediante lo scorrimento dei grani vicini l'uno contro l'altro; il GBS non può verificarsi senza un meccanismo di adattamento attorno ai bordi del grano. Nel tempo sono stati formulati un certo numero di modelli empirici per GBS per materiali a grana fine, ma non sembra essere disponibile alcun modello di base. In accordo con i dati sperimentali, per i materiali a grana fine, questi modelli suggeriscono un esponente di stress pari a 2 e una velocità di creep inversamente proporzionale al quadrato della dimensione del grano [46,47].

Sia per i materiali a grana micro che per quelli a grana ultra-fine, si ritiene che il processo di adattamento avvenga mediante un normale scorrimento delle dislocazioni; è quindi del tutto possibile che il comportamento dei materiali microgranulari possa essere esteso alla gamma di materiali a grana ultrafine, ma sono tuttora disponibili pochi dati sperimentali per confermarlo. I materiali nanocristallini sono caratterizzati da una ridotta densità di dislocazioni e, nonostante ciò, l'accomodamento avviene attraverso l'ordinario slittamento di dislocazioni [48] e per emissione e assorbimento di dislocazioni parziali ai bordi del grano [49]. Le dislocazioni parziali portano alla formazione di geminati di deformazione che possono migliorare sia la resistenza che la duttilità, aumentando la densità di dislocazioni e quindi l'incrudimento; anche per materiali ad alto difetto di impilaggio come l'alluminio è possibile osservare

la presenza di geminati. Per i materiali ultrafini, si presume che il meccanismo di accomodamento sia basato sul creep diffusivo. In sintesi, GBS influisce sul comportamento di tutte le granulometrie, ma i processi di adattamento variano in funzione della granulometria.

La breve analisi sopra mostra chiaramente come le leghe di Al a grana molto fine si comportino in modo abbastanza diverso rispetto alle leghe convenzionali a grana grossa, dove il creep è controllato dal *climb* e *glide* della dislocazione e mostrano il tipico comportamento di classe M. Per studiare il comportamento dell'alluminio puro a grana grossa, Spigarelli e Sandström in [44] hanno applicato il modello base di Sandström, già discusso nel capitolo 2.

3.2. Il modello

3.2.1. Modello base per la deformazione controllata dal moto delle dislocazioni

Il modello, originariamente sviluppato per Cu, è costituito da un insieme di equazioni basate sulla fisica ed è stato poi applicato all'alluminio puro.

All'interno di un materiale, le dislocazioni presenti si possono trovare sia come dislocazioni immagazzinate nei confini del sottograno sia come dislocazioni libere che formano una rete all'interno dei sottograni; a volte, come ad esempio nei materiali lavorati a freddo [50], è essenziale distinguere tra queste due tipologie di dislocazioni.

Questa distinzione, però, non è importante nel caso studio dell'alluminio puro ad alta temperatura, dove la densità di dislocazioni libera gioca un ruolo importante e predominante. La densità di dislocazioni libere, ρ , è solitamente correlata alla sollecitazione dall'equazione di Taylor, scritta nella forma

Eq. 3. 2
$$\sigma = \sigma_i + \sigma_d = \sigma_i + \alpha m G b \sqrt{\rho}$$

dove m è il fattore di Taylor (nei metalli fcc $m = 3,06$), $\sigma_d = \alpha m G b \rho^{1/2}$ è il termine di indurimento da dislocazioni e α è una costante ($\alpha = 0,2-0,4$). La tensione interna σ_i rappresenta la resistenza del metallo puro ricotto a grana grossa, ovvero la sollecitazione necessaria per spostare una dislocazione in assenza di altre dislocazioni ad ostacolarne il moto.

L'evoluzione della densità di dislocazioni durante la deformazione può essere espressa come [4,50]

$$\text{Eq. 3. 3} \quad \frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{m}{bL} - \omega\rho - \frac{2}{\dot{\varepsilon}} M \tau_l \rho^2$$

dove ω è una costante ($\omega = 14,7$ in Cu puro), τ_l è la tensione della linea di dislocazione ($\tau_l = 0,5 G b^2$), M è la mobilità di dislocazione e L è il cammino libero medio della dislocazione, cioè la distanza percorsa da una dislocazione prima che essa venga ostacolata; il cammino libero medio, in assenza di particelle indurenti, è esprimibile come

$$\text{Eq. 3. 4} \quad L = \frac{C_L}{\sqrt{\rho}}$$

dove C_L è la costante di incrudimento. L'Eq. 3. 3 rimane valida fintanto che il valore del cammino libero medio della dislocazione che fornisce è inferiore alla dimensione del grano; dunque, nel caso di materiali a grana fine e per sollecitazioni applicate molto basse, cioè per densità di dislocazione molto basse, L dovrebbe essere uguale a d poiché il cammino libero medio di dislocazione non può superare la dimensione del grano. Questo non è ovviamente il caso dei materiali a grana grossolana ($d > 50 \mu\text{m}$) presi in esame nel modello.

Il primo termine a destra dell'Eq. 3. 2 rappresenta l'effetto di rafforzamento per deformazione dovuto alla moltiplicazione delle dislocazioni, che è più

rapido quando L e, di conseguenza, C_L assumono valori bassi e/o la densità di dislocazioni è alta. Il secondo termine a destra dell'Eq. 3. 2 descrive l'effetto del ripristino; il terzo termine prende in considerazione la componente del ripristino che dipende dalla velocità di deformazione.

La mobilità della dislocazioni data dal *climb*, secondo Hirth e Lothe [51], è data da

$$Eq. 3. 5 \quad M_c = \frac{D_{0sd}b}{kT} e^{\frac{\sigma_d b^3}{kT}} e^{-\frac{Q_{sd}}{RT}}$$

I regimi a bassa temperatura/alta velocità di deformazione sono caratterizzati da esponenti di sollecitazione più elevati e valori inferiori dell'energia di attivazione; ciò suggerisce la necessità di tener conto del contributo non trascurabile del *glide*. Secondo [24], la velocità di deformazione per lo scorrimento (*glide*) di una dislocazione su un piano con ostacoli può essere descritto da un'equazione fenomenologica nella forma

$$Eq. 3. 6 \quad \frac{d\varepsilon}{dt} = f\sigma^2 e^{\left\{ -\frac{Q}{RT} \left[1 - \left(\frac{Q_d}{R_{max}} \right)^p \right]^q \right\}}$$

dove f , Q , p , q e R_{max} sono parametri sconosciuti. R_{max} è un parametro associabile alla massima resistenza del metallo, ed è usualmente espresso come la resistenza vera alla trazione, corretta per tenere conto dell'effetto della strizione in metalli molto duttili, quindi moltiplicata per 1.2-1.5. Nes et al [52] hanno formulato un modello unificato per *climb* e *glide* per trovare i valori di f e Q . L'espressione risultante per la mobilità che tiene conto di *glide* e *climb* [23] assume la forma

$$Eq. 3. 7 \quad M_{cg} = \frac{D_{0sd}b}{kT} e^{\left(\frac{\sigma_d b^3}{kT} \right)} e^{\left\{ -\frac{Q_{sd}}{RT} \left[1 - \left(\frac{Q_d}{R_{max}} \right)^p \right]^q \right\}}$$

Dunque, nello stato stazionario, con la mobilità di *climb* e *glide* descritta dall'Eq. 3. 7, l'Eq. 3. 3 diventa

$$M_{cg} = \frac{D_{0sd}b}{kT} e^{\left(\frac{\sigma_d b^3}{kT}\right)} e^{\left\{-\frac{Q_{sd}}{RT} \left[1 - \left(\frac{Q_d}{R_{max}}\right)^{p/q}\right]\right\}}$$

Eq. 3. 8

$$\dot{\epsilon}_{ss} = \frac{2M_{cg}\tau_L b C_L}{m - \omega C_L \left(\frac{\sigma_d}{\alpha m G}\right)} \left(\frac{\sigma_d}{\alpha m G}\right)^3$$

Il termine al denominatore dove è presente ω tiene conto del ripristino, un fenomeno che è particolarmente rilevante quando si descrive il creep nel terziario [53].

3.2.2. Tensione interna

La determinazione della sollecitazione interna, funzione della temperatura e della velocità di deformazione, si basa sull'ipotesi che la densità di dislocazione nel materiale ricotto (ρ_a) e i valori σ_i spieghino la resistenza allo snervamento del metallo puro allo stato ricotto. La tensione di snervamento è quindi data dall'Eq. 3. 2 [54], dove ρ_a è idealmente nulla. Il termine σ_i include la dipendenza dalla dimensione del grano, che è

Eq. 3. 9

$$\sigma_i = \sigma_{i0} + \frac{k_d}{\sqrt{d}}$$

dove σ_{i0} , che rappresenta la tensione interna per un materiale con una granulometria infinitamente grande, dipende dal contenuto di impurità del metallo, mentre k_d è la costante di Hall-Petch.

Un modo per descrivere la dipendenza del limite di snervamento dalla temperatura è assumere che questo sia proporzionale alla resistenza a creep

nell'intervallo di creep, mentre al di sotto dell'intervallo di creep la resistenza allo snervamento è proporzionale al modulo di taglio. I dati di Al puro coprono tutto l'intervallo tra questi due casi estremi, e per questo motivo è stata usata la seguente espressione

$$\text{Eq. 3. 10} \quad \sigma_i = A_y \sqrt{\sigma_{creep} G}$$

dove σ_{creep} è la tensione di creep, che corrisponde ad una data velocità di creep allo stato stazionario. Una volta determinata la tensione di creep rilevante a diversi intervalli di temperature, per una determinata velocità di deformazione e granulometria, può essere ricavata la costante A_y per ottenere una stima affidabile del carico di snervamento dell'alluminio puro a grana grossa. Il carico di snervamento (σ_{yi}) di un materiale di diversa granulometria (d_i) viene calcolato come

$$\text{Eq. 3. 11} \quad \sigma_{yi} = \sigma_{y1} - \frac{k_d}{\sqrt{d}} + \frac{k_d}{\sqrt{d_i}}$$

3.2.3. Miglioramento del modello della velocità a basse temperature e sollecitazioni elevate

Confrontando le Eq. 3. 5 e Eq. 3. 7 si ricava che la mobilità di dislocazioni è amplificata dal seguente fattore

$$\text{Eq. 3. 12} \quad f_{c l g l} = \exp \left[\frac{Q_{sd}}{RT} \left(\frac{\sigma_d}{R_{max}} \right)^2 \right]$$

assumendo $p = 2$ e $q = 1$. Durante la deformazione plastica infatti il numero di vacanze aumenta perché il movimento non conservativo delle dislocazioni genera e assorbe le vacanze stesse; a tal proposito, Mecking ed Estrin hanno

formulato un modello che dimostra il netto aumento della concentrazione di vacanze dato dalla deformazione plastica [55]. Il loro risultato può essere espresso come

$$Eq. 3. 13 \quad \frac{\Delta c}{c_0} = 0.5 \frac{\sqrt{2} \lambda^2 \dot{\epsilon} \sigma_d}{D_{sd} G}$$

dove c_0 è la concentrazione di vacanze di equilibrio termico, $\Delta c = c - c_0$ è la concentrazione in eccesso, λ è la distanza tra i pozzi di vacanze. Sempre seguendo [55], λ è considerata come la dimensione del sottograno d_{sub} .

È noto che la dimensione del sottograno può essere correlata alla tensione applicata σ

$$Eq. 3. 14 \quad \lambda = d_{sub} = \frac{K_{sub} b G}{\sigma}$$

K_{sub} è una costante tipica del materiale. Inserendo l'Eq. 3. 14 nell'Eq. 3. 13 dà

$$Eq. 3. 15 \quad \frac{\Delta c}{c_0} = 0.5 \frac{\sqrt{2} K_{sub}^2 \dot{\epsilon} b^2 \sigma_d G}{D_{sd} \sigma^2}$$

Questo aumento della concentrazione di vacanze aumenta in proporzione alla velocità del *climb*. Pertanto, il fattore moltiplicativo risultante per la velocità di climb, g_{climb} , è

$$Eq. 3. 16 \quad g_{climb} = 1 + \frac{\Delta c}{c_0}$$

Dal confronto dei dati forniti dal modello elaborato da Spigarelli con i dati di prove sperimentali si nota un'ottima corrispondenza (si veda [44]), poiché la reale risposta a creep del materiale è in pieno accordo con quanto descritto dalle Eq. 3. 12 e Eq. 3. 16. Sulla base di un modello empirico per il *glide*, nell'Eq. 3. 7 si è tenuto conto dell'aumento della velocità di creep in relazione al *climb*

ad alta temperatura. Alla luce delle considerazioni fatte finora, gli autori hanno potuto attribuire l'aumento della velocità di *climb* alle basse temperature alla maggiore concentrazione di vacanze presenti. Ciò non dimostra che il creep a temperatura ambiente è completamente controllato dal *climb*, ma rende molto più semplice spiegare il comportamento stazionario che presentano l'alluminio o il rame a temperature vicine a quella ambiente.

4. Un modello unificato per descrivere il creep e le deformazioni a caldo di leghe di Al-Mg in soluzione solida

4.1. Introduzione

La resistenza a creep delle leghe monofasiche Al-Mg non è industrialmente rilevante, ma in letteratura si trovano svariati articoli che ne analizzano il comportamento. La causa di questo interesse può essere attribuita alla natura semplice di questi materiali, poiché la loro microstruttura costituisce un buon caso di studio per identificare i principali meccanismi e separare i loro contributi relativi alla risposta di creep nelle soluzioni solide.

Nella maggior parte dei casi, la dipendenza della velocità di creep secondario ($\dot{\epsilon}$) delle leghe Al-Mg monofase dallo stress applicato (σ) e dalla temperatura (T) è stata descritta dalla legge di potenza convenzionale e dall'equazione di Arrhenius, nella forma riportata in Eq. 3. 1 dove Q è l'energia di attivazione per l'auto-diffusione o per la diffusione di atomi di Mg nell'Al. Nell'alluminio puro l'esponente di creep n è compreso tra 4 e 5, ma al di sopra di un certo livello di sollecitazione la legge di potenza non è verificata e la pendenza della curva, che descrive la dipendenza della velocità di deformazione dalla sollecitazione applicata in coordinate bi-logaritmiche, aumenta progressivamente con il livello di sollecitazione applicato.

Questo comportamento, che è associato ad un esponente di stress nel regime della legge di potenza di circa 5 e ad un'energia di attivazione pari a quella per la diffusione delle vacanze, identifica i materiali di "classe M" (Metallo). L'aggiunta di Mg nella matrice di alluminio complica la dipendenza della velocità di creep secondario dallo stress applicato. L'esponente della

tensione nel regime delle basse sollecitazioni è vicino a 4–5, scende a 3 in un intervallo di sollecitazione intermedio e torna a valori di circa 4–5 prima del decadimento della legge di potenza [56–58]. Questo comportamento ("classe A") è generalmente attribuito al più lento controllo della velocità di deformazione, che deriva dalla sequenza di *glide* e *climb* delle dislocazioni che si verifica durante la deformazione ad alta temperatura. Il meccanismo di controllo della velocità nei metalli puri è il *climb*, in quanto il *glide* è sempre più veloce di quest'ultimo. Nei materiali di classe A, il *glide* è fortemente rallentato dalla formazione di nuvole di atomi di soluto attorno alle dislocazioni ed è questo, di conseguenza, a controllare la velocità nel regime di sollecitazione intermedio; in questo caso $n = 3$ e l'energia di attivazione è rappresentata dall'energia di attivazione per la diffusione degli atomi di Mg nell'Al. L'esponente della sollecitazione è 4-5 e si nota un comportamento di classe M nelle condizioni in cui il *climb* è molto lento (in regime di bassi carichi) o quando gli atomi di soluto non giocano più alcun ruolo, poiché le dislocazioni si sono liberate dalle loro atmosfere (in regime di carichi elevati).

Generalmente viene data per scontata la spiegazione della fenomenologia del creep nelle leghe Al-Mg e l'uso della legge di potenza per descrivere i relativi dati sperimentali; tuttavia, la legge di potenza è di natura fenomenologica e, per questo motivo, si sono cercati approcci alternativi per introdurre un insieme di equazioni costitutive basate sulla fisica che c'è dietro la deformazione. A tale scopo, ad esempio Fernández e González-Doncel [59] hanno presentato un modello unificato per la descrizione del creep nella lega Al-Mg. Il modello proposto da Sandström, già ampiamente introdotto nei precedenti capitoli, propone un altro set di equazioni per i metalli fcc, che, essendo basato solo su un numero di parametri predeterminati fisici e microstrutturali, non richiede alcun best-fitting di dati sperimentali di creep [23,43].

Poiché generalmente l'analisi della risposta alla lavorazione a caldo dei metalli si basa su esperimenti di compressione o torsione a velocità di deformazione

costante, risulta conveniente l'uso della serie di equazioni di Sandström per prevedere il comportamento del materiale anche in tali condizioni. Con questo intento si è applicato il modello alle leghe monofase Al-Mg, con una maggiore enfasi sulla descrizione delle condizioni di alta temperatura tipiche delle lavorazioni a caldo.

4.2. Il modello

Richiamando quanto riportato al paragrafo 3.2.1 e riadattandolo ad una lega Al-Mg, è possibile scrivere la densità di dislocazione libera (ρ) in funzione della sollecitazione applicata mediante l'equazione di Taylor, Eq. 3. 2, modificata con l'aggiunta di un terzo termine per tenere conto della soluzione solida

$$\text{Eq. 4. 1} \quad \sigma = \sigma_i + \sigma_{ss} + \sigma_d = \sigma_i + \sigma_{ss} + \alpha m G b \sqrt{\rho}$$

Nelle leghe in soluzione solida, si ritiene che la resistenza viscosa delle dislocazioni riduca la mobilità delle dislocazioni e controlli la risposta a creep in un ampio intervallo di sollecitazioni applicate. Il termine σ_{ss} rappresenta quindi lo stress richiesto affinché le dislocazioni si muovano vincendo la resistenza delle atmosfere di atomi di soluto. L'evoluzione della densità di dislocazione durante lo sforzo può essere sempre espressa come l'Eq. 3. 3, che si ricorda essere $\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{m}{bL} - \omega\rho - \frac{2}{\dot{\varepsilon}} M\tau_l\rho^2$, in cui il primo termine a destra dell'equazione rappresenta l'effetto di *strain hardening* dovuto alla moltiplicazione delle dislocazioni, che è più rapido quando L e C_L assumono valori bassi e/o la densità di dislocazioni è alta, mentre il secondo e terzo termine a destra dell'equazione descrivono l'effetto del recupero dinamico. Poiché, nel caso di deformazione ad alta temperatura qui considerato ($T > 500$ K), l'ultimo termine dell'Eq. 3. 3, che include una dipendenza dalla temperatura del tipo di Arrhenius, predomina

ampiamente sul secondo termine, che si può considerare a-termico, l'Eq. 3. 3 può essere semplificata per diventare

$$Eq. 4. 2 \quad \frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{m}{bL} - \frac{2}{\dot{\varepsilon}} M\tau_l\rho^2$$

La mobilità delle dislocazioni data dal *climb* in un metallo puro, secondo Hirth e Lothe [51], è già stata riportata nell'Eq. 3. 5

$$Eq. 4. 3 \quad M_c = \frac{D_{0sd}b}{kT} \exp\left(\frac{\sigma_d b^3}{kT}\right) \exp\left(-\frac{Q_{sd}}{RT}\right)$$

Il creep nel regime ad alto *strain rate* è caratterizzato da esponenti di sollecitazione più elevati e valori inferiori dell'energia di attivazione [12]. La mobilità di *glide*, ovvero lo scorrimento delle dislocazioni su un piano con ostacoli, è stata descritta da un'equazione fenomenologica nella forma

$$Eq. 4. 4 \quad M_g \propto \exp\left\{-\frac{Q_g}{RT} \left[1 - \left(\frac{\sigma_d}{R_{max}}\right)^p\right]^q\right\}$$

dove R_{max} , che dipende dalla struttura del materiale, è la sollecitazione necessaria a deformare plasticamente il materiale in assenza di attivazione termica e Q_g è l'energia di attivazione necessaria per superare il piano con ostacoli. Studi recenti hanno dimostrato che l'Eq. 4. 4 funziona molto bene per Cu ed Al puri con $p=2$ e $q=1$ [23,44] , con R_{max} equivalente alla tensione reale corrispondente alla resistenza a trazione ultima del materiale considerato, approssimativamente quantificata come $1.5R_{uts}$, dove R_{uts} è la massima resistenza alla trazione.

Durante lo scorrimento viscoso nelle leghe in soluzione solida, gli atomi di soluto devono saltare dentro e fuori dalle atmosfere che si formano spontaneamente attorno alle dislocazioni. Pertanto, all'energia di attivazione

deve essere aggiunto un ulteriore termine che descrive l'energia necessaria per superare questa barriera. Questo termine aggiuntivo ha la forma [60]

$$\text{Eq. 4. 5} \quad U_{ss} = \frac{\beta R}{bk}$$

con

$$\text{Eq. 4. 6} \quad \beta = \frac{1}{3\pi} \frac{(1+\nu)}{(1-\nu)} bG\Omega\delta_{Mg}$$

dove ν è il coefficiente di Poisson (= 0,3 in Al), Ω è il volume atomico dell'Al e δ_{Mg} è il *misfit* atomico del volume (i dettagli su Ω e δ_{Mg} sono presenti in [60]). La combinazione delle Eq. 4. 2 - Eq. 4. 5 [23,44,60] fornisce la seguente relazione per la mobilità di *climb* e *glide*, da utilizzare per M nell'Eq. 4. 2:

$$\text{Eq. 4. 7} \quad M = M_{cg} \cong \frac{D_{0cg}b}{kT} \exp \left[\frac{\sigma_d b^3}{kT} \right] \exp \left\{ -\frac{Q_{cg}}{RT} \left[1 - \left(\frac{\sigma_d}{R_{max}} \right)^2 \right] \right\} \exp \left(-\frac{U_{ss}}{RT} \right)$$

dove $D_{cg} = D_{0cg} \exp (-Q_{cg}/RT)$ è il coefficiente di diffusione appropriato.

Allo stato stazionario, l'Eq. 4. 2, combinata con le Eq. 4. 1 e Eq. 3. 4, fornisce

$$\text{Eq. 4. 8} \quad \dot{\epsilon}_{ss} = \frac{2M_{cg}\tau_l b C_L}{m} \left(\frac{\sigma_d}{\alpha m G b} \right)^3$$

Il modello basato sulle Eq. 4. 6 e Eq. 4. 7 richiede la determinazione di C_L ($C_L=86$ per l'Al puro [44]) e di due dei termini nell'Eq. 4. 1, vale a dire σ_i e σ_{ss} . Nel caso di Al puro, la determinazione di σ_i , che dipende dalla temperatura e dalla velocità di deformazione, si è basata sul presupposto che la densità di dislocazioni allo stato ricotto (ρ_a) e i valori σ_i spieghino la resistenza allo

snervamento del metallo puro ricotto [54]. La tensione di snervamento è quindi data dall'Eq. 4. 1 (che è generale, e vale per ogni singolo stadio della curva sforzo vs. deformazione) [54], dove ρ_a è virtualmente nulla.

Tradizionalmente, per descrivere la dipendenza della resistenza allo snervamento dalla temperatura si presume che, nell'intervallo di creep, la resistenza allo snervamento è proporzionale alla resistenza allo scorrimento, mentre al di sotto dell'intervallo di creep la resistenza allo snervamento è proporzionale al modulo di taglio; quindi, per l'Al puro, si può ricorrere all'espressione usata in [44]

$$\text{Eq. 4. 9} \quad \sigma_i = A_y \sqrt{\sigma_{creep} G}$$

dove σ_{creep} è la sollecitazione che corrisponde ad una data velocità di creep allo stato stazionario. La costante A_y ($A_y=4,2 \times 10^{-3}$ [44]) è stata determinata mediante l'Eq. 4. 1 in modo da ottenere una stima affidabile della resistenza allo snervamento dell'Al di elevata purezza a temperatura ambiente. Un'equazione per il rafforzamento per soluzione solida è stata fornita in [60], nella forma

$$\text{Eq. 4. 10} \quad \sigma_{SS} = \frac{v_d c \beta^2}{b \Omega D_{Mg} k T} I(z_0)$$

dove v_d è la velocità delle dislocazioni, essendo c la concentrazione atomica di Mg. Il termine $D_{Mg} = D_{0Mg} \exp(-Q_{Mg}/RT)$ è la diffusività del Mg nell'Al.

Il termine $I(z_0)$ può essere calcolato dall'integrazione numerica di

$$\text{Eq. 4. 11} \quad I(z_0) = \int_1^{z_0} \frac{2\sqrt{2\pi}}{3} z^{-\frac{5}{2}} \exp(z) dz$$

con $\beta = \beta / b k T$ [60].

4.3. Descrizione delle leghe monofase di Al-Mg ad elevata purezza

Nel capitolo 3 si è visto come il modello base proposto da Spigarelli e Sandström in [61] fornisce un'ottima descrizione dei dati sperimentali per il metallo puro, senza alcuna necessità di adattamento dei dati, e, per questo motivo, è un'ottima base per l'implementazione dell'analisi delle leghe Al-Mg.

4.3.1. Calcolo del drag stress e data-set sperimentali su densità di dislocazione e velocità di deformazione.

Al fine di valutare l'accuratezza del modello nella stima dello stress della soluzione solida, si può unire quanto ottenuto in [61] per l'Al puro con i dati microstrutturali, vale a dire la variazione della densità di dislocazioni in funzione dello stress applicato. L'Eq. 4. 1 può essere riscritta come

$$\text{Eq. 4. 12} \quad \rho = \left(\frac{\sigma - \sigma_i - \sigma_{SS}}{amGb} \right)^2$$

Dal confronto tra i valori sperimentali riportati in diverse fonti [62–64] si nota come la densità di dislocazioni nell'Al-Mg è leggermente inferiore a quella nell'Al puro. Questo comportamento è pienamente coerente con l'Eq. 4. 12 che presenta una *drag stress*. Pertanto, la densità di dislocazione può essere modellata correttamente, purché il valore calcolato della *drag stress* sia sufficientemente affidabile; per farlo è necessario stimare la velocità delle dislocazioni, che può essere espressa combinando la ben nota equazione di Orowan

$$\text{Eq. 4. 13} \quad \dot{\epsilon} = \rho b v_d$$

con l'Eq. 4. 8, dando

$$\text{Eq. 4. 14} \quad v_d = \frac{C_L}{\alpha m^2} M_{cg} b \sigma_d$$

La combinazione delle Eq. 4. 10 e Eq. 4. 14 dà

$$\text{Eq. 4. 15} \quad \sigma_{ss} = \frac{C_L M_{cg} \sigma_d c \beta^2}{\alpha m^2 \Omega D_{Mg} k T} I(z_0)$$

O

$$\text{Eq. 4. 16} \quad \sigma_{ss} = \frac{B}{1+B} (\sigma - \sigma_i)$$

dove

$$\text{Eq. 4. 17} \quad B = \frac{C_L M_{cg} c \beta^2}{\alpha m^2 \Omega D_{Mg} k T} I(z_0)$$

Il coefficiente di diffusione per *climb* e *glide*, D_{cg} , può essere considerato equivalente al coefficiente di autodiffusione dell'Al. Una volta trovato il valore del carico di rottura delle diverse leghe Al-Mg (con l'ipotesi di cui sopra, $R_{max}=1.5 R_{UTS}$), sono noti tutti i parametri nelle equazioni Eq. 4. 7, Eq. 4. 9 e Eq. 4. 16. Dalle Eq. 4. 12 e Eq. 4. 15 si sono calcolate le curve del modello rappresentate nella Fig. 4. 1 [61]; queste curve sono in pieno accordo con i dati sperimentali [44], e ciò conferma che la stima del *drag stress* è sufficientemente affidabile per essere utilizzata nel modello per la dipendenza della velocità allo stato stazionario dalla sollecitazione applicata.

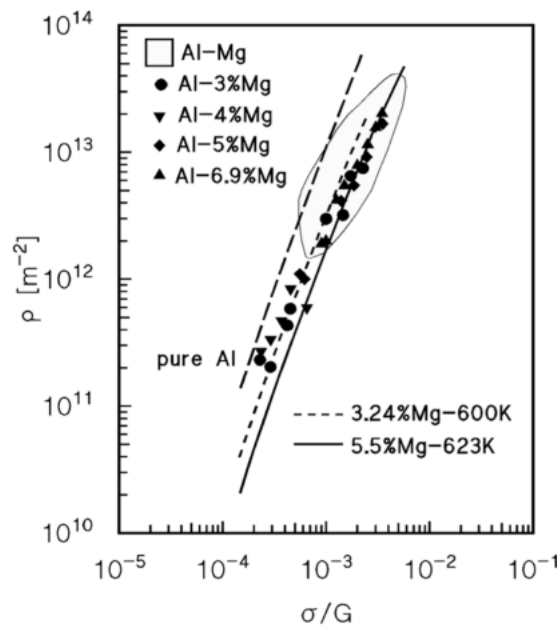


Fig. 4. 1, Valori sperimentali della densità di dislocazione come funzione della sollecitazione per diverse composizioni della lega Al-Mg. La figura inoltre riporta le curve per l'Al puro [44] e per leghe Al-Mg (rispettivamente 3.24% e 5.5%Mg a 600 e 623K) [61].

La Fig. 4. 2 mostra i set di dati di creep sperimentali utilizzati in questo studio. Il primo set di dati [56] presenta la velocità di scorrimento a una deformazione applicata di 0,2, cioè, ragionevolmente vicina allo stato stazionario, a una temperatura costante, per diversi contenuti di Mg (Fig. 4. 2a). Pur essendo limitato a una singola temperatura, il set di dati rappresenta un classico caso-studio nel quale si riconoscono facilmente i tre regimi tradizionali: la Fig. 4. 2a mostra chiaramente il regime I a basse sollecitazioni, in cui si ritiene che il creep sia controllato dal *climb* ($n = 4-5$); nel regime II al di sopra di un certo valore della sollecitazione σ_c , il meccanismo di controllo della velocità dovrebbe essere lo scorrimento viscoso ($n = 3$), e solamente quando lo stress applicato supera un valore limite (σ_{ba} , solitamente identificato con il *break-away stress*, σ_{ba}) le dislocazioni sono in grado di staccarsi dalle atmosfere di atomi di soluto ed il creep dovrebbe tornare ad essere controllato dal *climb* ($n = 4-5$), regime III. I dati di [56] suggeriscono l'ottimo livello di accuratezza del

modello nel descrivere l'effetto della presenza di diverse quantità di Mg in soluzione solida.

Il secondo set di dati (Fig. 4. 2b), che è relativo a una lega Al-2%Mg, è stato estrapolato da [65]. Questo set di dati è estremamente utile per studiare l'accuratezza del modello nel descrivere la dipendenza dalla temperatura della velocità di creep allo stato stazionario.

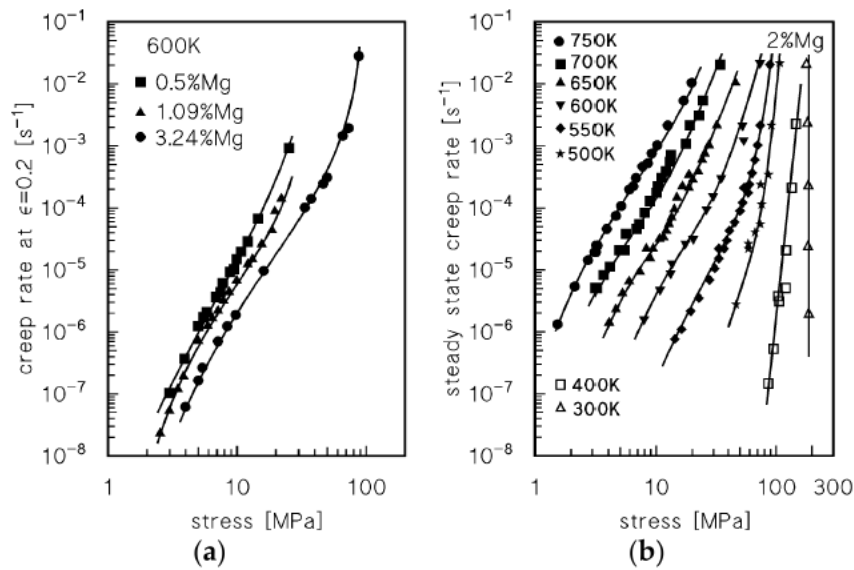


Fig. 4. 2: Dati da letteratura per leghe Al-Mg: dati di velocità di deformazione allo 0.2 di deformazione [56](a), velocità di deformazione allo stato stazionario da test a velocità di deformazione costante [65] (b), da [61]

4.3.2. Il creep controllato dal viscous glide: la dipendenza della velocità di deformazione da stress e temperatura a $T \geq 523$ K

La prima analisi si è concentrata sui dati inclusi nei regimi I e II ad alte temperature. Nel regime di sollecitazione medio-bassa, le atmosfere di soluto circondano le dislocazioni, esercitando una *drag stress* σ_{ss} . Sostituendo la *drag stress* nelle Eq. 4. 7 e Eq. 4. 8, il modello fornisce le curve rappresentate in Fig.

4. 3 [61]. Da questo grafico è chiaro come il modello fornisca un'accurata descrizione dei dati sperimentali nei regimi di sollecitazione medio-bassa, sebbene si osservi una deviazione significativa per sollecitazioni elevate. Questo comportamento potrebbe essere spiegato considerando che il modello può descrivere la velocità di creep allo stato stazionario con ragionevole precisione purché $\sigma < \sigma_{ba}^s$. Pertanto, tutti i punti per $\sigma > \sigma_{ba}^s$ rappresentano la velocità di creep allo stato stazionario in condizioni in cui il distacco progressivo delle dislocazioni si traduce in una riduzione dell'effetto di rafforzamento delle atmosfere di atomi di soluto, cioè del termine σ_{ss} .

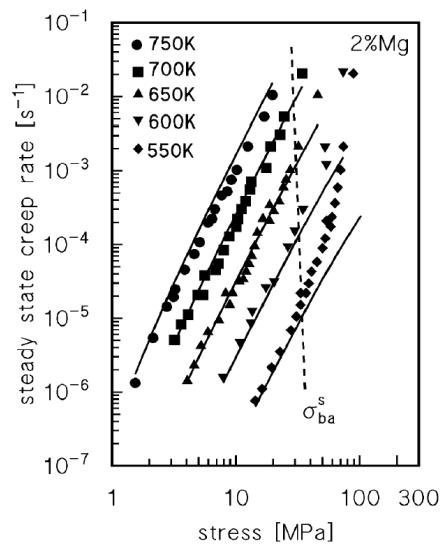


Fig. 4. 3: Rappresentazione dei dati sperimentali per $T > 523 K$ da [65] e dalle Eq. 4. 7 e Eq. 4. 8, dove la drag stress è stata ricavata dalle Eq. 4. 16 e Eq. 4. 17 [61].

4.3.3. Creep al di sopra della sollecitazione di transizione: il break-away delle dislocazioni dalle atmosfere di atomi in soluzione.

Nel modello presentato nel precedente paragrafo, il termine σ_{ss} aumenta monotonamente con la sollecitazione. Al contrario, l'effetto di trascinamento (il *drag*) dovrebbe ridursi rapidamente quando le dislocazioni si staccano dagli atomi di soluto. Tuttavia, per sollecitazioni appena superiori a σ_{ba}^s , non si può

ragionevolmente prevedere che la sollecitazione legata alla soluzione solida si annulli improvvisamente. Questo comportamento dovrebbe poter identificare con un gradino nel grafico della velocità di deformazione in *Fig. 4. 2*, ma questo gradino non è presente. Piuttosto, sembra più ragionevole supporre che, quando lo stress aumenta al di sopra di σ_{ba}^s e la velocità delle dislocazioni e supera un valore limite v_{ba} , una frazione progressivamente crescente degli atomi di Mg viene espulsa dalle atmosfere di soluto.

Quando la sollecitazione è sufficientemente alta da rendere tutte le dislocazioni libere dagli atomi di soluto, il materiale si comporta essenzialmente come l'alluminio puro; con la differenza principale che qui la dislocazione dovrebbe superare i singoli atomi di Mg e che la lega si deforma a creep ad una velocità ancora inferiore. Parallelamente a ciò, la distribuzione omogenea di dislocazioni tipica dei materiali di classe A, associata ad elevate *drag stress*, viene progressivamente rimpiazzata da una distribuzione più eterogenea di dislocazioni con conseguente formazione di sottostrutture.

Se si verifica una tale situazione, la *drag stress* non può più aumentare monotonicamente, come previsto dall'Eq. 4. 10, ma, ad una sollecitazione pari alla *break-away stress* (σ_{ba}), dovrebbe presentare un massimo che dovrebbe essere maggiore di σ_{ba}^s . Il comportamento sopra descritto è stato modellato supponendo che l'effetto del distacco possa essere descritto da un'equazione nella forma

$$\text{Eq. 4. 18} \quad \sigma_{ss}^* = F \sigma_{ss}$$

dove $0 \leq F(\sigma) \leq 1$, σ_{ss} è la *drag stress* calcolata dall'Eq. 4. 15.

Una possibile forma fenomenologica di F è

$$\text{Eq. 4. 19} \quad F = \left[1 + \left(\frac{\sigma}{\sigma_{50}} \right)^h \right]^{-1}$$

dove σ_{50} è la sollecitazione per la quale la *drag stress* ridotta è pari alla metà del valore calcolato di σ_{ss} . Per semplicità, si è stabilito che $\sigma_{50} \cong \sigma_{ba}$. A sua volta questa ipotesi, a causa della peculiare dipendenza di σ_{ss} dalla sollecitazione, implica che per avere un massimo nella *drag stress* per $\sigma = \sigma_{ba}$ allora l'esponente h dovrebbe variare da 2 a 3, rispettivamente in regime di alta temperatura ed a 600 K.

L'espressione generale per la tensione di *break-away* è stata determinata da Friedel [66]

$$Eq. 4. 20 \quad \sigma_{ba} = m\tau_{ba} = mA_{ba} \frac{W_m^2 c}{kTb^3}$$

dove c è la concentrazione, e l'energia massima di interazione tra gli atomi di soluto e una dislocazione del bordo può essere espressa come

$$Eq. 4. 21 \quad W_m = -\frac{1}{2\pi} \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) G |\Delta V_a|$$

essendo ΔV_a la differenza di volume tra atomi di soluto e solvente (e dunque, W_m è direttamente correlato al β dell'Eq. 4. 5). Nella formulazione originale di Friedel $A_{ba} = 1$, ma ciò, ad esempio, comporterebbe un *break-away stress* superiore a 400 MPa per il 2% Mg a 750 K, cioè un livello talmente alto da rendere difficilmente concepibile come questo meccanismo abbia un ruolo nel creep. Questi valori molto alti sono stati ritenuti incompatibili con le prove sperimentali da alcuni autori [56,67,68]; le loro analisi suggeriscono piuttosto che σ_{ba} è di un ordine di grandezza inferiore, cioè $A_{ba} \cong 0,1$ [67,68] o anche $A_{ba} \cong 0,065$ [69,70]: questo valore ridotto della *break-away stress* verrà indicato come σ_{ba}^* . Dunque, l'Eq. 4. 20 è stata provvisoriamente utilizzata con $A_{ba} =$

0,065, per ottenere i valori del *break-away stress* ridotto σ_{ss}^* . Le curve ottenute sostituendo σ_{ss} con σ_{ss}^* nell'Eq. 4. 8 sono presentate nella Fig. 4. 4.

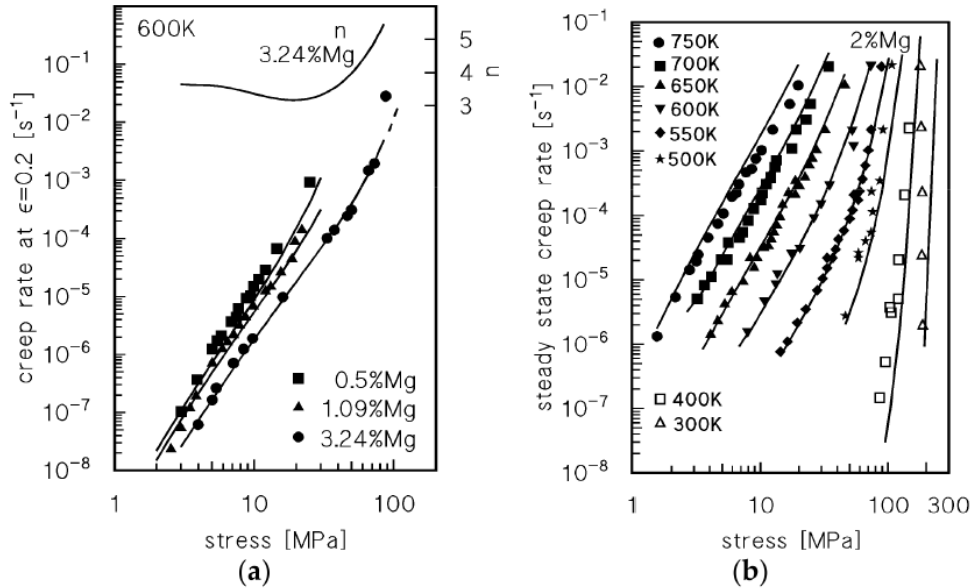


Fig. 4. 4: Rappresentazione dei dati sperimentali riportati in [56] (a) e [65] (b) e confronto con le Eq. 4. 7 e Eq. 4. 8, nelle quali è stato utilizzato il σ_{ss}^* dalle Eq. 4. 18 - Eq. 4. 21. In Fig. 4. 4a si riporta anche la variazione di n per la lega con il 3.24%Mg [61].

Il modello è ora in grado di descrivere il comportamento del materiale nell'intero intervallo di sollecitazioni applicate, ed anche la variazione complessiva della pendenza n ($n = \partial \log \dot{\epsilon} / \partial \log \sigma$), solitamente associata alla transizione dai Regimi I, II e III (Fig. 4. 4a), senza richiedere ipotesi specifiche sui meccanismi di controllo della velocità. Esempi della variazione di σ_{ss}^* in funzione della temperatura e della sollecitazione applicata calcolati tramite procedura iterativa sono presentati in Fig. 4. 5. La riduzione della *drag stress* è l'effetto di una minore quantità di Mg presente nelle atmosfere attorno alle dislocazioni: c^* può essere identificato come la quantità di magnesio, ancora presente nelle nuvole di soluto, che produce una data sollecitazione di resistenza σ_{ss}^* . In Fig. 4. 6 viene mostrato il valore di c^* , calcolato dall'Eq. 4. 18, per una lega ad una data temperatura, insieme ai corrispondenti σ_{ss}^* e σ_{ss} .

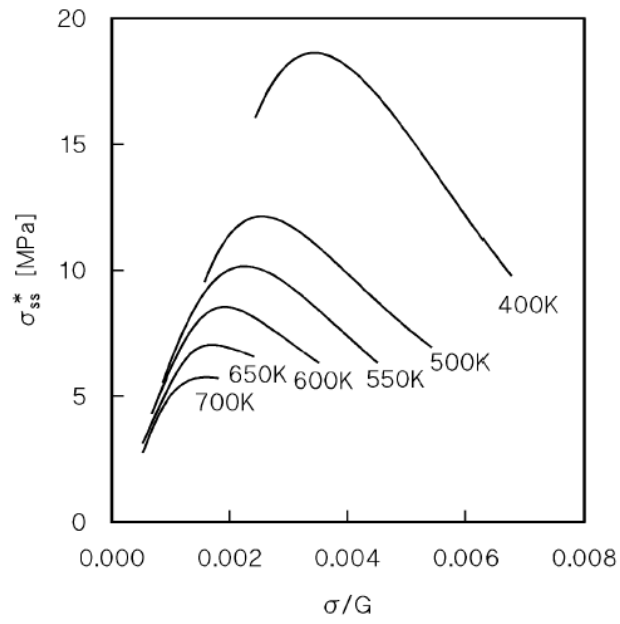


Fig. 4. 5: Variazione di σ_{ss}^* in funzione della temperatura di prova e del carico applicato per una lega Al-2%Mg [61]

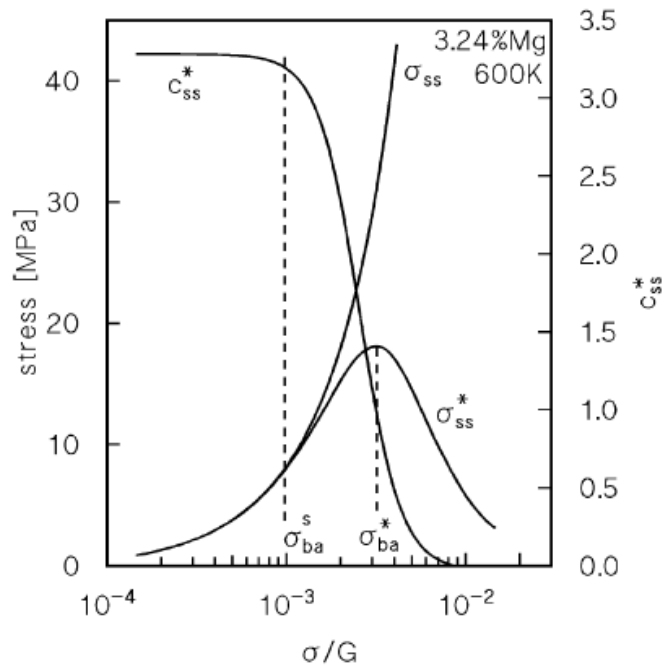


Fig. 4. 6: Andamento di σ_{ss}^* , c^* e σ_{ss} per una lega al 3.24%Mg a 600 K [61]

4.4. Il modello nel regime plastico alle elevate velocità di deformazione: la lavorazione a caldo come estensione del creep

Il modello base di Sandström è stato, dunque, opportunamente modificato per tenere conto del *break-away* della dislocazione ed è così adatto a descrivere anche il comportamento di un materiale per alte velocità di deformazione ad alta temperatura, cioè il regime delle lavorazioni a caldo. Si veda [61] per un confronto tra dati di prove a compressione per tre diverse leghe (0,55, 2,2 e 5,5% Mg) [71] e dati di creep per 0,48% Mg [56], 2,2% Mg [72] e 5,5% Mg [73], con le curve fornite da questo modello, calcolate seguendo la stessa procedura discussa sopra, cioè sostituendo σ_{ss} con σ_{ss}^* . Da questo confronto si nota che il modello provvede ad un'eccellente descrizione dei dati sperimentali per le leghe contenenti rispettivamente 0,55, 2,2 e 5,5% di Mg, con un errore medio del 10%, ad eccezione dei risultati per 0,5% di Mg a 573 K, dove l'errore medio raggiunge il 22%. In effetti a 573 K e alle velocità di deformazione più elevate a 623 K, la *drag stress* ridotta, calcolata seguendo l'Eq. 4. 18, è estremamente bassa, poiché la sollecitazione è molto al di sopra di σ_{ba}^* . Infatti, in questa condizione che non è stata presa in considerazione nel modello, gli atomi isolati possono ancora rallentare il movimento delle dislocazioni, portando alla sovrastima della velocità di deformazione nel regime di temperatura inferiore. Con questa eccezione, si può concludere che il modello elaborato può essere utilizzato con successo per prevedere, con una precisione più che ragionevole, la risposta di lavorabilità a caldo delle leghe Al-Mg nel regime di temperatura tra 550 e 850 K, senza richiedere alcun *best-fitting* dei dati sperimentali. Pertanto, la capacità predittiva del modello è pienamente confermata, suggerendo che potrebbe essere proficuamente utilizzato negli studi di lavorazione a caldo.

Le equazioni costitutive proposte in questo modello, basate sulla fisica della deformazione, contengono tre parametri importanti: lo stress interno, che rappresenta lo stress necessario per spostare una dislocazione nella matrice, il contributo di rinforzo dovuto alle interazioni di soluto atomo-dislocazione (*drag stress*) e la costante di incrudimento della deformazione C_L , che, in combinazione con la densità di dislocazioni libere, determina il cammino libero medio della dislocazione. Avendo descritto con una specifica relazione il *break-away* delle dislocazioni da atmosfere solute, il modello proposto non richiede alcuna variazione nelle equazioni costitutive per descrivere l'intera gamma sperimentale di velocità di scorrimento allo stato stazionario, né adattamento dei dati.

5. Il modello applicato ai materiali rinforzati da particolato stabile

Il modello base è stato successivamente elaborato per ottenere una nuova equazione costitutiva valida per leghe e compositi rinforzati con una dispersione di particelle nanometriche. Il nuovo modello in questa versione implementata fornisce un'eccellente descrizione della dipendenza dalla velocità minima di deformazione della sollecitazione applicata e della temperatura, e fornisce una spiegazione per la ridotta velocità di creep osservata in questi compositi rispetto alle leghe convenzionali. La ragione del diverso comportamento è che il cammino libero medio della dislocazione diventa equivalente alla distanza tra particelle di dimensioni nanometriche. La frazione volumetrica e la dimensione del particolato nanometrico assumono quindi un ruolo chiave nel determinare la risposta a creep di questi materiali. Inoltre, l'effetto rinforzante dovuto all'interazione tra particelle e dislocazione è stato descritto introducendo un *back stress*, che è in generale proporzionale allo stress di Orowan e ha la natura di un vero *threshold stress*.

5.1. Lo studio della resistenza a creep dei compositi a matrice di alluminio

Fino al decennio scorso, numerosi studi si sono concentrati sulla risposta a creep dei compositi a matrice metallica a base di alluminio [74–89]. In generale, i dati sperimentali (velocità minima di creep $\dot{\epsilon}_m$, in funzione della sollecitazione applicata σ e della temperatura T) sono stati descritti da una forma modificata della ben nota Eq. 3. 1, che è del tipo

$$\dot{\epsilon}_m = A \frac{D_{0L} G b}{kT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \exp \left(- \frac{Q_L}{RT} \right)$$

dove D_{0L} e Q_L sono, rispettivamente, il fattore pre-esponenziale e l'energia di attivazione nell'equazione di Arrhenius che descrive la dipendenza dalla temperatura del coefficiente di diffusione delle vacanze. Nel caso dei compositi a matrice metallica a base di Al, l'Eq. 3. 1 deve essere modificata per descrivere il comportamento osservato sperimentalmente, in quanto questi materiali presentano una marcata curvatura della velocità di deformazione rispetto alla curva di sollecitazione, che in coordinate bi-logaritmiche è quasi verticale nel regime di basse sollecitazioni. Un esempio viene riportato in Fig. 5. 1, che mostra la dipendenza della velocità minima di deformazione dallo stress applicato per un Al rafforzato con dispersione di ossido [90] (chiamato ODS-Al), per il composito corrispondente rafforzato con il 30% di particolato di SiC (detto ODS-Al-30%SiC) [91,92], e per una lega di Al-5% Mg rinforzata con dispersione di ossido al 30% SiC (ODS-Al5Mg-30%SiC) [93]. Tutti e tre i materiali contengono circa il 2,6% in volume di particelle fini (25 nm) di allumina, e sono stati specificatamente selezionati per l'analisi di questo studio, poiché sono prodotti con lo stesso processo di lavorazione, e costituiscono un database ideale per modellare separatamente i diversi meccanismi di rinforzo; tali meccanismi di rafforzamento sono:

- i. La presenza di particelle nanometriche di ossido finemente disperse nella matrice;
- ii. L'effetto di una frazione volumetrica relativamente elevata di particolato grossolano di SiC;
- iii. L'effetto della presenza di un secondo elemento in soluzione solida (Mg).

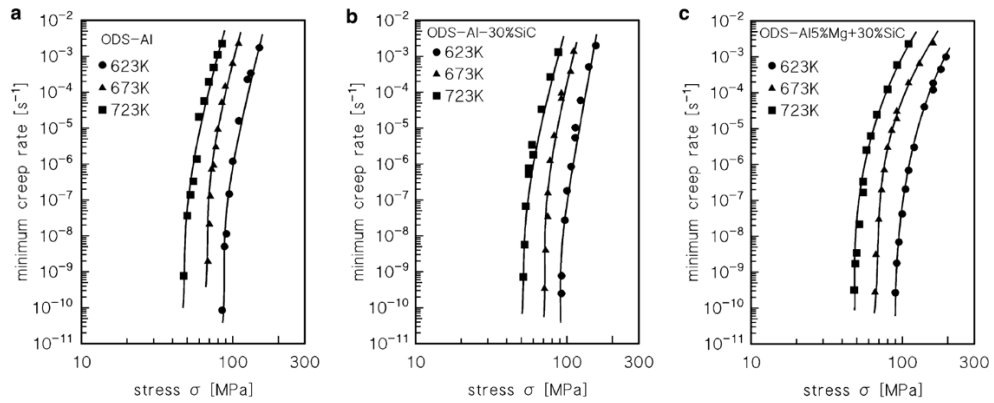


Fig. 5. 1: Velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per (a) ODS-Al [90], (b) ODS-Al+30%SiC [91,92], (c) ODS-Al5%Mg+30%SiC [93]. [94]

La presenza di una dispersione fine di particelle di allumina di dimensioni nanometriche è tipica di molti compositi a matrice metallica prodotti mediante metallurgia delle polveri (Powder Metallurgy, PM). Diversi lavori hanno attestato che queste particelle, che rappresentano un sottoprodotto del percorso di fabbricazione, sono in grado di limitare molto la mobilità delle dislocazioni, migliorando di conseguenza il comportamento a creep del materiale [80,84,85,87]. E' dunque ragionevole ritenere che i rinforzi dei compositi migliorino significativamente la risposta al creep; si presuppone, infatti, che nel meccanismo di trasferimento del carico [76,77,79,80], parte del carico esterno sia sostenuto dall'armatura con una conseguente riduzione della sollecitazione agente sulla matrice. Park e Mohamed [95] hanno espresso l'effetto combinato delle particelle di allumina fine e del trasferimento del carico modificando l'Eq. 3. 1 in

$$Eq. 5. 1 \quad \dot{\epsilon} = A \frac{D_{0L} G b}{kT} \left[\frac{(1 - \beta_{LT})(\sigma - \sigma_p)}{G} \right]^n \exp\left(-\frac{Q_L}{RT}\right)$$

In questa formulazione, σ_p è un *threshold stress* che rappresenta l'effetto di rafforzamento dovuto all'interazione delle particelle di allumina con le

dislocazioni e β_{LT} è il coefficiente di trasferimento del carico dovuto alle particelle grossolane di rinforzo. L'Eq. 5. 1 può essere riscritta nella forma

$$\text{Eq. 5. 2} \quad \dot{\epsilon} = A(1 - \beta_{LT})^n \frac{D_0 L G b}{kT} \left[\frac{\sigma - \sigma_p}{G} \right]^n \exp\left(-\frac{Q_L}{RT}\right)$$

Dall'Eq. 5. 2 si evince che, in presenza di un effetto di trasferimento del carico, l'Eq. 3. 1 rimane valida, visto che può essere riscritta come

$$\text{Eq. 5. 3} \quad \dot{\epsilon} = A' \frac{D_0 L G b}{kT} \left[\frac{\sigma_e}{G} \right]^n$$

una volta che la tensione applicata e la costante A sono sostituite rispettivamente con la tensione effettiva $\sigma_e = (\sigma - \sigma_p)$ e $A(1 - \beta_{LT})^n$.

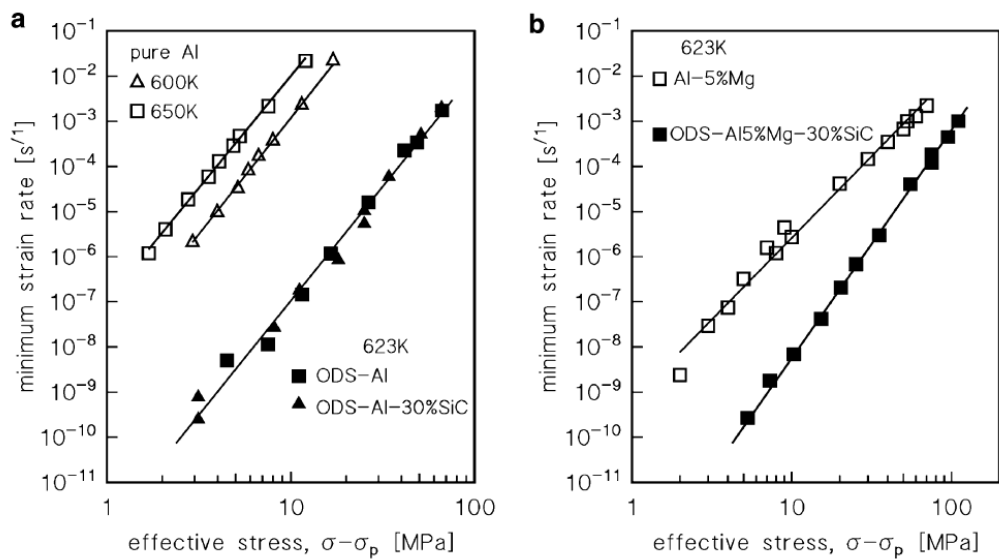


Fig. 5. 2: Velocità di deformazione in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma - \sigma_p$): (a) Al puro, ODS-Al e ODS-Al-30%SiC [65,90,91], (b) Al-5%Mg e ODS-Al5%Mg-30%SiC [73,93]. [94]

Il motivo principale che ha portato all'introduzione del concetto di trasferimento del carico nella modellazione del creep di materiali compositi è

illustrato in Fig. 5. 2, che riporta la velocità di creep allo stato stazionario in funzione della sollecitazione applicata per l'Al puro [65] (Fig. 5. 2a) e Al-5%Mg [73] (Fig. 5. 2b) e la velocità di scorrimento in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma - \sigma_p$) per i materiali di Fig. 5. 1. Dal momento che la sollecitazione effettiva sostituisce la sollecitazione applicata, le velocità di creep per i compositi si allineano su una linea retta approssimativamente parallela, ma inferiore, a quella che descrive il corrispondente materiale non rinforzato. Questa risposta peculiare, comune ai compositi a matrice di Al [76,96], è in pieno accordo con l'Eq. 5. 2 e ciò conferma che il meccanismo di trasferimento del carico è operativo in questi materiali [76]. Tuttavia, nell'ODS-Al il trasferimento del carico non è operativo, ma la relativa velocità di deformazione in Fig. 5. 2 è anch'essa quasi quattro ordini di grandezza inferiore a quella dell'Al puro, come nel caso di ODS-Al-30%SiC ed i dati per ODS-Al e ODS-Al-30% SiC si sovrappongono, sebbene il *threshold stress* sia leggermente diverso. Questa osservazione ha portato Čadek et al. [93] a concludere che il trasferimento del carico non svolge alcun ruolo significativo in questi materiali, ovvero $\beta_{LT} \cong 0$. Di conseguenza, l'Eq. 5. 2 diventa

$$Eq. 5. 4 \quad \dot{\epsilon} = A \frac{D_{0L} G b}{kT} \left(\frac{\sigma - \sigma_p}{G} \right)^n \exp \left(- \frac{Q_L}{RT} \right)$$

Escludendo però il meccanismo di trasferimento del carico nei materiali ODS, non possono essere fornite altre spiegazioni per la drastica riduzione del relativo parametro A (quattro ordini di grandezza nell'Al puro e due ordini di grandezza nell'Al-5Mg) dall'Eq. 5. 4.

Allo scopo di riconsiderare i dati sulla lega ODS e sui compositi [90–93,96] alla luce del modello per il creep originariamente sviluppato Sandström e Spigarelli, ampiamente discussi nei precedenti paragrafi, si è studiato l'effetto della granulometria fine sulla mobilità delle dislocazioni, tralasciando l'effetto

dello scorrimento del bordo del grano che in linea di principio potrebbe essere operativo solo a temperature molto elevate.

5.2. Implementazione del modello

5.2.1. Equazioni fondamentali

Il modello, sviluppato da Sandström [16,23,43,50], si basa sulla ben nota equazione di Taylor, la quale, riscritta per tenere conto dell'effetto di trasferimento del carico e della presenza di particelle fini nella matrice composita, assume la forma

Eq. 5.5

$$\sigma_e = \sigma - \beta_{LT}\sigma = \sigma_i + \sigma_{ss} + \sigma_p + \sigma_p = \sigma_i + \sigma_{ss} + \alpha m G b \sqrt{\rho} + \sigma_p$$

nella quale il significato dei termini sono stati già illustrati nei precedenti capitoli. La tensione interna σ_i nell'Al puro, come si ricorderà, viene calcolata mediante l'Eq. 3.10, $\sigma_i = A_y \sqrt{\sigma G}$, dove σ è la sollecitazione di creep necessaria per ottenere una determinata velocità di deformazione nell'Al puro ricotto di granulometria grossolana. La stessa relazione è stata utilizzata per ODS-Al, sostituendo σ con lo stress effettivo corrispondente ($\sigma - \sigma_p$). Il *threshold stress* σ_p rappresenta naturalmente il contributo di rafforzamento dovuto all'interazione tra particelle fini (allumina, in questo caso) e dislocazioni. Le atmosfere di soluto riducono la mobilità delle dislocazioni; il termine σ_{ss} rappresenta quindi la sollecitazione richiesta affinché le dislocazioni si muovano vincendo la *viscous drag* dovuta agli atomi di soluto.

Come accennato nei precedenti capitoli, il cammino libero medio di dislocazione può essere calcolato dall'Eq. 4.2 solo nel caso di materiali

monofasici elementari a grana grossa, dove predomina l'interazione dislocazione-dislocazione. In generale, gli ostacoli che le dislocazioni mobili incontrano durante lo scorrimento determinano l'ampiezza dello scorrimento. Nel modello semplificato qui elaborato questi ostacoli possono essere altre dislocazioni, bordi di grano e particelle. Pertanto, in presenza di una distribuzione densamente distanziata di particelle fini che interagiscono con le dislocazioni, e dando lo stesso peso a tutti gli ostacoli, secondo Roters et al. [25] il cammino libero della dislocazione può essere espresso nella forma

$$\text{Eq. 5. 6} \quad \frac{1}{L^*} = \frac{1}{L} + \frac{1}{\lambda} + \frac{1}{d_g} = \frac{\sqrt{\rho}}{C_L} + \frac{1}{\lambda} + \frac{1}{d_g}$$

dove λ è la spaziatura, presa come distanza minima media, tra le particelle [25], e d_g è la dimensione del grano.

La mobilità data da *climb* e *glide*, ampiamente discussa nel capitolo 3 (Eq. 3. 7), in cui R_{\max} è la resistenza massima della lega, quantificata per l'Al puro come 1,5 volte il carico di rottura (R_{UTS}) della lega a temperatura ambiente [44]. Il fattore correttivo 1.5 è stato introdotto per tenere conto della conversione da deformazione ingegneristica a deformazione reale e dell'effetto di strizione in questo materiale molto duttile, il che implica che la tensione reale nella sezione ridotta è maggiore di $(1+\varepsilon)R_{\text{UTS}}$. Lo stesso fattore di conversione sarà utilizzato anche per i fragili ODS-Al, per tenere conto della frattura precoce in tutti quei casi in cui si raggiunge R_{UTS} ed il materiale rompe bruscamente durante lo *strain hardening*. Per i materiali che raggiungono la frattura senza un'estesa strizione e dopo l'esaurimento della fase di *strain hardening*, si supporrà semplicemente che $R_{\max} \cong (1+\varepsilon)R_{\text{UTS}}$.

5.2.2. Il rafforzamento per soluzione solida

Come visto nel precedente capitolo, la relazione per la mobilità di *climb* e *glide* nelle leghe Al-Mg diventa

Eq. 5. 7

$$M_{cg} \cong \frac{D_{0L}b}{kT} \exp\left[\frac{\sigma_{\rho} b^3}{kT}\right] \exp\left\{-\frac{Q_L}{RT} \left[1 - \left(\frac{\sigma_{\rho}}{R_{\max}}\right)^2\right]\right\} \exp\left(-\frac{U_{ss}}{RT}\right)$$

5.2.3. Il rafforzamento da particolato

Nell'ODS-Al, la matrice di alluminio puro è rinforzata con una distribuzione fittamente spaziata di particelle di allumina di dimensioni $d = 25$ nm. La distanza media da centro a centro tra le particelle più vicine di ossido può essere espressa in funzione della loro frazione in volume f [97] nella forma

Eq. 5. 8

$$\lambda_c = \frac{0.5d}{\sqrt{6f/\pi}}$$

L'Eq. 5. 8 può essere opportunamente modificata per esprimere il minimo scorrimento che una dislocazione deve compiere prima di incontrare un'altra particella, cioè la distanza media tra le superfici delle particelle più vicine come

Eq. 5. 9

$$\lambda = \frac{0.5d}{\sqrt{6f/\pi}} - d\sqrt{\frac{2}{3}}$$

Čadek et al. [93], analizzando in dettaglio le possibili cause della presenza del *threshold stress*, hanno osservato che le particelle fini di allumina sono incoerenti con la matrice di alluminio. Di conseguenza, hanno dedotto che il *threshold stress* potrebbe derivare dal distacco delle dislocazioni dalla superficie interagente della particella; lo stress risultante necessario per staccare la dislocazione dalla superficie della particella (σ_d) è stato quindi espresso come

$$\text{Eq. 5. 10} \quad \sigma_p = \sigma_d = \sigma_{Or} \sqrt{1 - k_d^2} = \alpha_p \sigma_{Or}$$

dove σ_{Or} è lo *stress di Orowan*, k_d è il fattore di rilassamento per l'interazione attrattiva tra dislocazione e particella [98–101] ed $\alpha_p = \sqrt{1 - k_d^2}$. Questo stress da distacco, σ_d , secondo Čadek et al., potrebbe quindi essere ragionevolmente considerato coincidente con il *threshold stress*.

Lo stress di Orowan nella sua forma più semplice [101] può essere espresso come $\sigma_{Or} = 0.8 \frac{mGb}{\lambda - d}$ o con una formulazione più complessa, suggerita da Rösler et al. [99] nella loro descrizione dell'Al rinforzato con una dispersione di ossidi, vale a dire

$$\text{Eq. 5. 11} \quad \sigma_{Or} = 0.84 \frac{mGb}{2\pi d \sqrt{1 - \nu}} \sqrt{\frac{6f}{\pi}} \ln\left(\frac{d}{2b}\right)$$

che è,

$$\text{Eq. 5. 12} \quad \sigma_{Or} = 0.84 \frac{mGb}{4\pi \lambda_c \sqrt{1 - \nu}} \ln\left(\frac{d}{2b}\right)$$

L'Eq. 5. 12 può essere modificata sostituendo λ_c con λ , ed ottenendo

$$\text{Eq. 5. 13} \quad \sigma_{Or} = 0.84 \frac{mGb}{4\pi \lambda \sqrt{1-\nu}} \ln\left(\frac{d}{2b}\right)$$

Il *threshold stress* ottenuto dalle Eq. 5. 10 e Eq. 5. 13 dovrebbe avere la stessa dipendenza dalla temperatura del modulo di taglio, perché la costante di rilassamento non dovrebbe variare con la temperatura [98–101]; ma in tutti gli studi presenti in letteratura (i.e. [76,80,82,84–87,95,96]) il *threshold stress* mostra una marcata dipendenza dalla temperatura; questo comportamento è difficilmente conciliabile con i modelli esistenti, i quali prevedono che σ_p sia proporzionale alla sollecitazione di Orowan, ovvero al modulo di taglio G [93]. Mohamed et al. [82] supponevano che la variazione osservata nel *threshold stress* fosse causata dall'interazione di dislocazioni con atomi di impurità segregati all'interfaccia matrice-particella incoerente. Il *threshold stress* obbedisce quindi a un'equazione fenomenologica nella forma [82]

$$\text{Eq. 5. 14} \quad \sigma_p = A_p \exp\left(\frac{Q_p}{RT}\right) \sigma_{Or}$$

dove A_p è una costante e Q_p è il valore dell'energia di attivazione provvisoriamente associata all'energia di legame tra le dislocazioni e gli atomi di impurità segregati sull'interfaccia particella-matrice (20-30 kJ / mol) [66]. L'Eq. 5. 14, sebbene di natura fenomenologica, rimane l'unico metodo praticabile per stimare la variazione del *threshold stress* in funzione della temperatura.

5.3. Comportamento a creep di ODS-Al e compositi a T < 748 K

5.3.1. Creep di ODS-Al

La frazione volumetrica delle particelle di ossido presenti nel materiale è del 2,6% [90]. Le sollecitazioni di creep ricavate sperimentalmente a 673 K per velocità minime di scorrimento di 3×10^{-5} e $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sono, rispettivamente, 82 e 94 MPa; tali valori sono circa il 15-30% al di sopra della resistenza a trazione misurata da Hansen a parità di temperatura e velocità di deformazione su un materiale contenente all'incirca la stessa frazione volumetrica di particelle di allumina (71 MPa) [102]. La lega descritta da Hansen aveva una resistenza a trazione a temperatura ambiente prossima a 200 MPa, dunque una stima conservativa di R_{UTS} per l'ODS-Al [90] fornisce un valore di 235 MPa.

L'Eq. 5. 9 fornisce una distanza minima tra superficie e superficie delle particelle λ di circa 34 nm. Poiché $\lambda \ll d_g \ll L$, dopo la sostituzione nell'Eq. 5. 6, si ottiene $L^* \cong \lambda$. Pertanto, in questo materiale, il cammino libero medio della dislocazione è equivalente alla minima spaziatura delle particelle. Sebbene il modello possa fornire una descrizione dello stadio transitorio (ovvero del primario), nello sviluppo ci si è concentrati su ciò che avviene nello stato stazionario.

Le Eq. 5. 5 e Eq. 4. 2 allo stato stazionario forniscono

$$\text{Eq. 5. 15} \quad \dot{\epsilon}_{ss} = \frac{2M_{cg}\tau_l b \lambda}{m} \left(\frac{\sigma \rho}{\alpha m G b} \right)^4$$

che va confrontata con l'equazione per Al puro [44], cioè

$$\text{Eq. 5. 16} \quad \dot{\epsilon}_{ss} = \frac{2M_{cg}\tau_l b C_L}{m} \left(\frac{\sigma_\rho}{\alpha m G b} \right)^3$$

Sebbene la derivazione fatta del modello di base sia elementare, con l'Eq. 5. 15 si è ottenuta una formulazione completamente nuova della dipendenza della velocità allo stato stazionario da stress e temperatura applicati valida per i materiali rinforzati con particelle. Nei ODS-Al, questa differenza si traduce in una forte riduzione della velocità di deformazione per un dato σ_ρ .

Ad esempio, la velocità di deformazione dall'Eq. 5. 15 per $\sigma_\rho=1\text{MPa}$ (corrispondente a una densità di dislocazioni di $3,5 \times 10^{10} \text{ m}^{-2}$) è più di 150 volte inferiore a quello calcolato dall'Eq. 5. 16 con $C_L=86$, anche supponendo che M_{cg} assuma lo stesso valore in entrambe le equazioni. In realtà si è visto che il decremento è molto maggiore. Dato che la resistenza a trazione nell' Al con il 2,6-2,7% di allumina è di almeno 235MPa, $R_{\max}=1,5R_{UTS}$ è vicino a 350MPa, ovvero è 4 volte maggiore rispetto all'Al puro (75 MPa). Dopo la sostituzione nell'Eq. 5. 7, con $Q_{sd} = 122\text{kJ mol}^{-1}$ e $D_{0sd} = 8,3 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ [44], la mobilità delle dislocazioni M_{cg} , e quindi la velocità di deformazione, ottenuta nel materiale rinforzato con particelle è di ordini di grandezza inferiore a quello calcolato per Al puro.

Poiché il materiale non contiene grandi elementi rinforzanti né elementi in soluzione solida, $\beta_{LT} = \sigma_{ss} = U_{ss} = 0$. L'unico parametro da determinare per il calcolo della velocità di creep stazionaria (minimo) è quindi il *threshold stress*. Per questo materiale, il *threshold stress* è stato stimato provvisoriamente come il valore che, per una velocità minima di deformazione di $5 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$, fornisce una velocità di deformazione coerente con le tendenze osservate nei dati sperimentali ottenuti in laboratorio (84, 65,5 e 46,5 MPa rispettivamente a 623,

673 e 723 K, che sono in buon accordo con quelli calcolati da Čadek et al. [90]). La Fig. 5. 3 mostra le curve del modello risultante calcolate con $R_{max} = 350$ MPa.

La descrizione che il modello sviluppato è in grado di fare, confrontato al set di dati sperimentali ottenuto e riportato in Fig. 5. 3, è eccellente. Poiché lo stress di Orowan è 147, 141 e 135 MPa a 623, 673 e 723 K, il valore del termine α_p può essere facilmente calcolato dall'Eq. 5. 10, sostituendo σ_d con σ_p ; si ottiene, così, $\alpha_p = 0.57, 0.46$ e 0.34 a 623, 673 e 723 K.

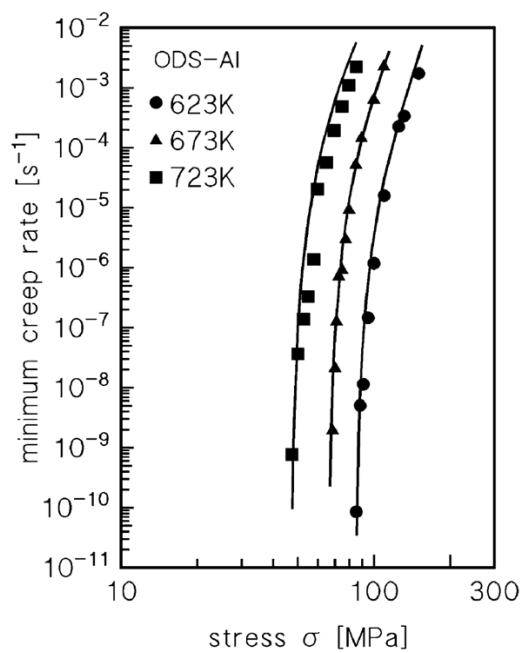


Fig. 5. 3: Velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per i ODS-Al [90]; le curve ottenute dal modello sono state calcolate con $k_d=0.821, 0.886$ e 0.939 a 623, 673 e 723 K rispettivamente, $f \cong 0.026$ e $R_{max}= 350$ MPa. [94]

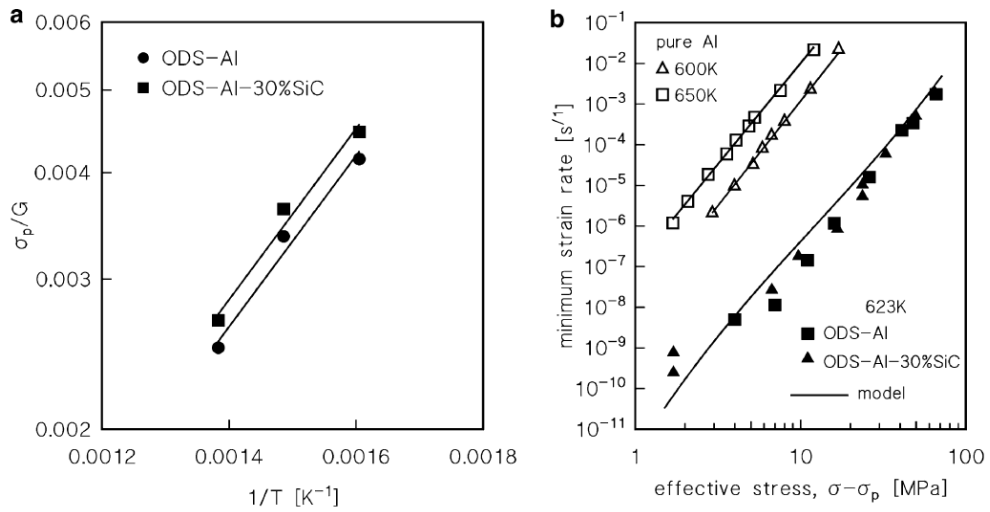


Fig. 5. 4: (a) Dipendenza del *threshold stress* per i materiali presi in considerazione nello studio; (b) Velocità di deformazione modellata in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma - \sigma_p$) per l'Al puro [65], ODS-Al [90] e ODS-Al30%SiC [91]. [94]

La Fig. 5. 4 mostra la variazione, descritta dall'Eq. 5. 14, del *threshold stress* in base alla temperatura e la curva di interpolazione ($Q_p \cong 19$ kJ/mol); questo grafico conferma quantitativamente che il modello fornisce una spiegazione razionale per il comportamento osservato in Fig. 5. 2, ovvero la drastica diminuzione rispetto all'Al puro della velocità di deformazione nell'ODS-Al per un dato stress effettivo.

5.3.2. Il creep del composito ODS-Al-30%SiC

Questo materiale, con una matrice equivalente al composito analizzato nel paragrafo precedente, è stato rinforzato con il 30% di SiC. Čadek et al. [91], comparando i dati di Fig. 5. 1, ha concluso che il rafforzamento non esercita un effetto di trasferimento del carico; di conseguenza, si può qui assumere $\beta_{LT} = 0$. Pertanto, è necessario quantificare solo il *threshold stress*, che, come accennato in precedenza, ha origine dall'interazione tra particelle di allumina fine e dislocazioni. Per il calcolo del *threshold stress* si utilizzerà ancora l'Eq. 5. 10, con gli stessi valori α_p ottenuti per la matrice. Essendo costante la

dimensione media (25 nm), qualsiasi variazione del *threshold stress* dovrebbe dipendere da una corrispondente variazione nella frazione volumetrica delle particelle di ossido; e ciò influenza, λ , l'Eq. 5. 9 ed anche la velocità di deformazione, Eq. 5. 15.

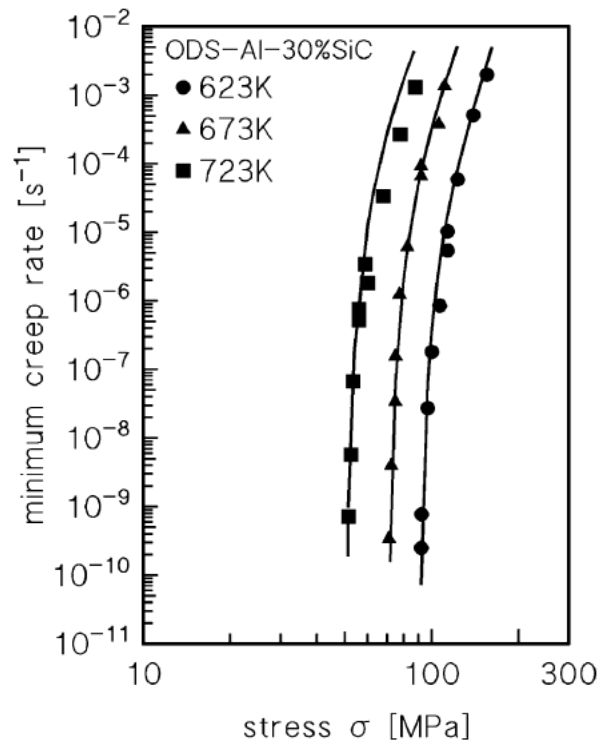


Fig. 5. 5: Velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per ODS-Al-30%SiC [91].[94]

La Fig. 5. 5 mostra le curve del modello calcolate con $f \cong 0.0285$ e $R_{max} = 350$ MPa.

La descrizione ottenuta è di nuovo eccellente, e la differenza tra la frazione volumetrica delle particelle rafforzanti calcolata e quella riportata in [91] è di appena lo 0,25%, cioè ben all'interno dell'intervallo di variazioni che ci si potrebbe aspettare tra lotto di materiale differenti. In Fig. 5. 4 sono riportate la variazione del *threshold stress* in funzione della temperatura e la curva del modello per la velocità di deformazione in funzione della tensione effettiva, che si sovrappone a quella per ODS-Al.

5.3.3. Il creep di ODS-Al-5%Mg-30%SiC

La matrice di questo composito [93] contiene la stessa quantità di particelle di allumina fine, ma questa è legata con il 5% di Mg, quindi deve essere tenuto in considerazione l'effetto di rafforzamento della soluzione solida.

La velocità della dislocazione potrebbe essere espressa nella forma usuale

$$\text{Eq. 5. 17} \quad \dot{\epsilon} = \rho b v_d$$

che è,

$$\text{Eq. 5. 18} \quad v_d = \frac{\lambda}{\alpha^2 m^3 G} M_{cg} \sigma \rho^2$$

La combinazione con l'Eq. 5. 11, sempre con $\beta_{LT}=0$, dà

$$\sigma_{ss} = \frac{\lambda M_{cg} c \beta^2}{\alpha^2 m^3 \Omega G b D_{Mg} k T} I(z_0) \sigma_d^2 \approx \frac{\lambda M_{cg} c \beta^2}{\alpha^2 m^3 \Omega G b D_{Mg} k T} I(z_0) (\sigma - \sigma_{ss})^2$$

dove per semplicità è stato trascurato lo stress interno. M_{cg} viene calcolato come riportato nel capitolo 4. Con $R_{max} = 350\text{MPa}$ i valori del *drag stress* σ_{ss} calcolati sono due ordini di grandezza inferiori alla sollecitazione applicata; qualitativamente questo risultato era prevedibile già solo dal fatto che la velocità di deformazione in questo materiale è uno-due ordini di grandezza inferiore rispetto a una lega convenzionale Al-5%Mg (Fig. 5. 2). Il *drag stress*, essendo proporzionale alla velocità delle dislocazioni, sarà quindi di trascurabile entità.

Dato che l'effetto di trasferimento del carico è trascurabile e il *drag stress* è estremamente basso, il comportamento del materiale può essere assimilato alla lega ODS-Al, con l'unica differenza significativa dell'introduzione del termine U_{ss} (12,7-14,4 kJ/mol) nell'equazione per ricavare la mobilità della

dislocazione per *climb* e *glide*. Considerando ancora $d=25\text{nm}$ e $f=0,026$, il *threshold stress* dovrebbe assumere gli stessi valori riportati nel paragrafo 5.3.1.

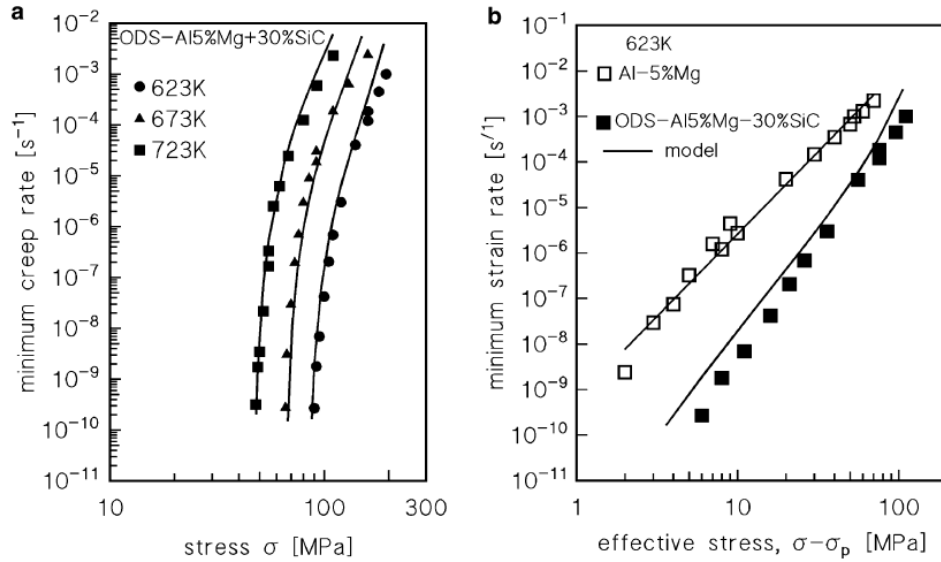


Fig. 5. 6: (a) Comparazione tra i dati sperimentali di velocità minima di creep in funzione della sollecitazione applicata per ODS-Al-5%Mg-30%SiC [93] e le curve del modello; (b) Velocità di deformazione data dal modello in funzione della sollecitazione effettiva ($\sigma - \sigma_p$) per l'Al-5%Mg [73] e ODS-Al5%Mg-30%SiC a confronto con dati sperimentali da [93]. [94]

Le curve del modello risultante, presentate in Fig. 5. 6, differiscono da quelle presentate in Fig. 5. 3 solo per la presenza del termine U_{ss} e forniscono una descrizione accurata dei risultati sperimentali ottenuti in laboratorio, senza richiedere alcun *fitting* dei dati sperimentali. La figura mostra anche la velocità di deformazione modellata in funzione dello stress effettivo rispetto ai dati sperimentali per Al-5% Mg e per il composito. Nonostante una leggera sovrastima della velocità di deformazione nel regime delle basse sollecitazioni, il modello è pienamente in grado di spiegare la velocità di *creep* inferiore osservata nelle leghe rinforzate con particelle.

5.3.4. Creep del composito Al-30%SiC puro prodotto da metallurgia delle polveri

Si è infine analizzato il comportamento di un composito rinforzato con il 30% di SiC in una matrice di Al puro che viene prodotto mediante metallurgia delle polveri [96,101]. La matrice di Al contiene particelle di allumina, ma la frazione volumetrica di queste particelle è inferiore, poiché sono state introdotte nella lega durante il percorso del PM e non espressamente aggiunte come nel caso di ODS-Al-30%SiC. Le frazioni di volume tipiche dell'allumina nei materiali PM variano dallo 0,15% nell'Al-30% SiC (valore stimato [82]) all'1,75% in Al (contenuto misurato [99]). In quest'ultimo caso, una rilevante frazione delle particelle di ossido si è vista essere segregata sui bordi di grano. Poiché le particelle ai bordi di grano non possono interagire con la dislocazione, il valore f da utilizzare nella modellazione dovrebbe essere in realtà molto inferiore al contenuto nominale di allumina.

Per questo materiale, le sollecitazioni di creep per velocità minime di creep inferiori a 3×10^{-5} e $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a 673 K sono 30 e 37 MPa, ovvero approssimativamente pari alla resistenza a trazione misurata da Hansen alla stessa temperatura e velocità di deformazione sui materiali contenenti una frazione volumetrica di particelle di allumina compresa tra 0,15 e 0,51% (23-34 MPa) [102]. Queste leghe hanno una resistenza a trazione a temperatura ambiente compresa tra 80 e 115 MPa. Prendendo un valore intermedio di $f = 0,4\%$, con $R_{max} = 1,5 R_{UTS} = 145 \text{ MPa}$, $d = 25 \text{ nm}$, $\alpha_p = 0,57, 0,46$ e $0,34$ rispettivamente a 623, 673 e 723 K, si ottengono le curve del modello presentate in Fig. 5. 7. La precisione del modello nella descrizione dei dati è sorprendente, in particolare se si considera che le curve sono state calcolate senza la necessità di alcun adattamento dei dati sperimentali.

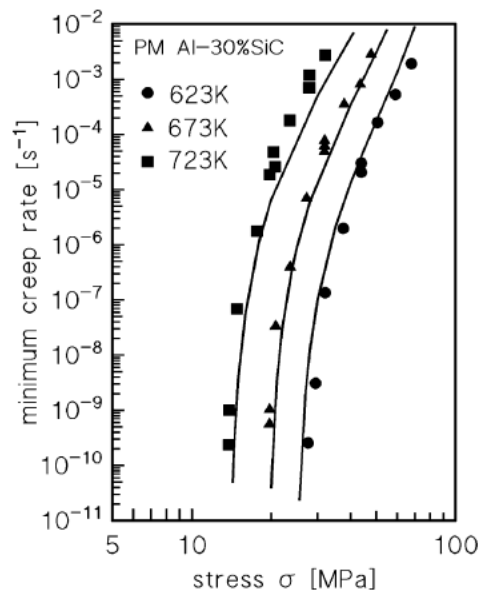


Fig. 5. 7: Dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato per Al-30%SiC da metallurgia delle polveri, confronto tra dati sperimentali [96,101] e le curve del modello. [94]

5.4. Modello costitutivo per le leghe ODS-Al e compositi

Un risultato importante ottenuto di questo studio è che, nel caso di compositi ODS-Al puro, la dipendenza dalla velocità minima di deformazione dallo stress proposta da Sandström per i metalli fcc assume la forma riportata nell'Eq. 5. 15. Ciò implica che uno dei fattori chiave che influenza l'entità della velocità di deformazione in questi materiali è la spaziatura tra le particelle. L'ovvia supposizione che precipitati finemente distanziati o dispersoidi ultrafini riducano la mobilità della dislocazione, e di conseguenza la velocità di deformazione, è quindi espressa correttamente dall'Eq. 5. 15. Nel presente studio sono stati trascurati i cambiamenti nella dimensione e distribuzione delle particelle e nella frazione volumetrica; questa ipotesi è ragionevole nel caso delle particelle di ossido, ma in presenza di precipitati instabili, cioè nel caso di leghe da invecchiamento, questi cambiamenti dovrebbero essere accuratamente descritti.

L'aggiunta di Mg in soluzione solida non richiede variazioni significative nel modello, fatta eccezione per l'inclusione del termine U_{ss} . Nella regione a bassa velocità di deformazione, dove l'effetto del termine di rafforzamento delle particelle è predominante, l'Al-ODS e l'ODS-Al-5%Mg +SiC mostrano un comportamento simile. Al contrario, nel regime ad alta velocità di deformazione, dove il termine di rafforzamento delle particelle gioca un ruolo minore, i materiali ODS-Al e ODS-Al+SiC si sovrappongono, mentre il materiale ODS-Al-5Mg + SiC, per effetto di U_{ss} , mostra una velocità di creep inferiore.

Il nuovo modello dovrebbe quantificare la massima resistenza alla deformazione dei materiali rinforzati con particelle, in assenza di fratture premature, in funzione delle condizioni di deformazione. Questa condizione si ottiene non solo nel creep a un dato carico, ma anche nel caso di deformazioni a velocità di deformazione costante (*peak flow stress*), esattamente come nel caso del modello base per leghe di Al puro [44] e Al-Mg [103].

Il modello non risolve il problema di come ricavare la variazione α_p con la temperatura T , che si traduce in una dipendenza del tipo di Arrhenius del *threshold stress* dalla temperatura. Tuttavia, fornisce una descrizione razionale e generale di tutte le altre peculiarità osservate durante l'analisi della risposta a creep [74,75,88,89,104,76,77,82–87] o del comportamento nelle lavorazioni a caldo [105–107] di leghe di Al e compositi rinforzati con particelle. In questo senso, il modello è pienamente adatto a descrivere la risposta a creep di materiali più avanzati, come il composito Al-5%B4C considerato in [107] o l'alluminio rinforzato con nanotubi di carbonio (CNT) recentemente studiato da Kim e Lee [108]. Quest'ultimo materiale è stato scelto in quanto rappresenta un caso di studio ideale per testare le capacità predittive dell'insieme di equazioni costitutive qui presentate. Kim e Lee hanno studiato due nanocompositi, prodotti da PM ed estrusi, rinforzati con l'1% e il 3% in volume di CNT. I materiali sono stati testati a velocità di deformazione costante a 523 K, nella regione in cui non è verificata la legge di potenza. La dimensione dei grani dei due compositi era di 0,5 μm e le loro R_{UTS} a temperatura ambiente

erano vicine rispettivamente a 450 e 550 MPa. La distanza media tra i nanotubi è stata stimata in 250 e 144 nm per $f = 1$ e 3% [108] ed è stato trascurato l'effetto del presumibilmente basso contenuto di particelle di allumina. Il cammino libero medio della dislocazione può essere calcolato dall'Eq. 5. 6, ottenendo, per particelle sferiche, $L = 167$ e 112 nm. Le curve sforzo-deformazione a temperatura ambiente per i due materiali sono essenzialmente piatte a una deformazione del 7% (la rottura si è verificata a deformazioni vicine al 30 e al 10%, rispettivamente); la fase di incrudimento, dunque, è già ampiamente conclusa a queste basse deformazioni ed R_{max} può essere ottenuto dal carico di rottura a trazione, come $1.07 R_{UTS}$ ($R_{max} = 482$ e 589 MPa). L'Eq. 5. 15, dove i valori costanti di L possono sostituire λ , richiede solo la quantificazione della *threshold stress*. La curva presentata in Fig. 5. 8 per $f = 3\%$ è stata quindi calcolata con $\sigma_p = 145$ MPa. Il *threshold stress* per $f = 1\%$ è stato stimato considerando che, per nanoparticelle con la stessa chimica e dimensione, si ha $\sigma_p \propto \sqrt{f}$, dando $\sigma_p = 83,7$ MPa. La figura mostra chiaramente che il modello fornisce un'ottima descrizione dei dati sperimentali, richiedendo in realtà solo la stima del *threshold stress* in un materiale; la seconda curva del modello è stata ottenuta senza alcun adattamento di dati aggiuntivi. Questo fatto fornisce una conferma diretta che il modello qui presentato è pienamente in grado di descrivere la risposta di scorrimento di Al rinforzato con nanoparticelle, a condizione che siano disponibili i parametri microstrutturali più importanti (dimensione e frazione volumetrica della fase di rinforzo).

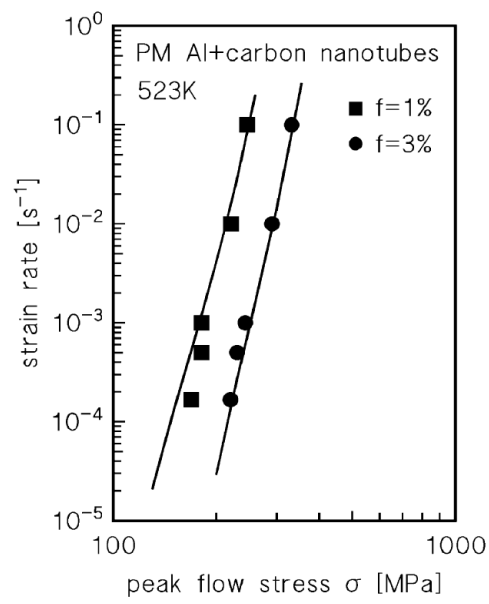


Fig. 5. 8: Peak flow stress in funzione della velocità di deformazione a 523 K per un nanocomposito di Al rinforzato con una percentuale di nanotubi di carbonio dall'1 al 3% [108]. In figura inoltre sono riportate le curve del modello ottenute seguendo la procedura descritta nel testo. [94]

6. Il modello applicato alle leghe da invecchiamento

Per applicare il modello di creep nel caso di leghe da invecchiamento è stato necessario tener conto dei cambiamenti nella frazione volumetrica, dimensione e distribuzione dei precipitati rinforzanti e dell'effetto della dimensione del grano. Dunque, il modello originale precedentemente applicato alle leghe monofase è stato modificato per descrivere gli effetti della dimensione del grano e delle conseguenze dell'esposizione ad alta temperatura sul ruolo rinforzante dei precipitati.

6.1. Introduzione

La lega di alluminio AA2024 (Al-4% Cu-1.5% Mg) è uno dei materiali strutturali più utilizzati nella costruzione di aeroplani [109–111] ed è stata, di conseguenza, studiata a fondo per chiarire la relazione tra la sua microstruttura e le proprietà meccaniche [112–117]. A colpo d'occhio sembrerebbe che questo materiale sia ormai completamente caratterizzato, ma molti ricercatori continuano a studiarne la risposta alle alte temperature [118–121] perché, a differenza del suo comportamento a temperatura ambiente, raramente si è trovata una correlazione diretta tra l'evoluzione microstrutturale che si osserva durante l'esposizione ad alta temperatura e la risposta al creep. Un'eccezione può essere trovata nei pochi studi già citati [115–117], che, tuttavia, hanno trattato un materiale da metallurgia delle polveri e, per questo motivo, dovrebbero essere attentamente considerati quando si tratta di una lega convenzionale lavorata e invecchiata. In questo lavoro di tesi (i cui risultati sono stati pubblicati in [122]) sono stati condotti esperimenti di creep a carico costante su una lega Alclad AA2024-T3, nella maggior parte dei casi portando a

rottura i campioni. La temperatura sperimentale, che era ben al di sopra del limite massimo normalmente prescritto quando si utilizzano leghe AA2024, era stata scelta specificatamente per studiare gli effetti dell'instabilità microstrutturale sulla risposta al creep. Lo stato T3 consiste nel trattamento di solubilizzazione, seguito da lavorazione a freddo e da naturale invecchiamento fino ad una condizione "stabile"; questa combinazione di trattamenti termici e lavorazioni a freddo produce una microstruttura estremamente complessa. Buchheit et al. [123], ad esempio, hanno scoperto che il 60% delle particelle di dimensioni comprese tra 500 e 700 nm erano di fase S in equilibrio (Al_2CuMg), mentre Boag et al [124] hanno trovato una moltitudine di fasi di diversa composizione chimica, tra cui le fasi S e θ (Al_2Cu) e altre particelle contenenti Cu, Fe, Mn, Si e Mg.

Questi studi erano incentrati sulle proprietà a corrosione della lega e si sono quindi concentrati principalmente sulle particelle grossolane. Al contrario, la risposta a creep è notevolmente influenzata dalla presenza di precipitati di dimensioni nanometriche, mentre è influenzata solo marginalmente dalle particelle grossolane che si trovano principalmente sui bordi di grano. L'invecchiamento a bassa temperatura porta alla formazione di zone GPB, fase S'-metastabile e, solo in seguito, fase S stabile [125]. In questo contesto, si è scelta una temperatura elevata per il test di creep con l'obiettivo di agevolare la transizione delle fasi intermedie alla loro fase S di equilibrio, possibilmente durante la fase di riscaldamento degli esperimenti o prima del caricamento. Con lo stesso obiettivo, sono stati effettuati ulteriori esperimenti di carico variabile; in questi test, la sollecitazione iniziale è stata mantenuta costante fino al secondario inoltrato (come al solito in condizioni di carico costante, lo stato stazionario è stato sostituito da un intervallo più o meno esteso durante il quale la velocità di deformazione ha raggiunto il suo valore minimo) e poi è stata bruscamente aumentata (dettagli sulle procedure sperimentali sono riportate in Appendice 1).

Si è visto che la lega, a 315 °C e con prove a carico costante (CLE, constant load experiment) aveva un esponente n molto vicino al valore teorico 4–5 per Al puro della legge di potenza [126]. Questi risultati sono in accordo con i risultati di studi precedenti [114], che riportavano tendenze simili nello stesso regime di temperatura. Al contrario, per gli esperimenti a carico variabile (VLE, variable load experiment) la velocità minima di creep misurata dopo un aumento della sollecitazione, su campioni che hanno precedentemente subito un'esposizione relativamente lunga a 315 °C ad una sollecitazione inferiore, era un ordine di grandezza superiore a quello valutato dai test convenzionali.

La lega AA2024 è una lega da invecchiamento, nella quale il maggior contributo di rinforzo è dato dalla presenza di una distribuzione fine dei precipitati di fase secondaria. Alle alte temperature considerate in questo studio, la ragionevole aspettativa era che il precipitato più importante fosse la fase S, e ciò è in accordo con il fatto che il creep accelera in modo consistente la cinetica di precipitazione ed evoluzione delle particelle [118,119] in quanto porta ad una più rapida formazione della fase di equilibrio e al suo ingrossamento anche a temperature più basse. Pertanto, una volta completata la precipitazione, avviene un rapido ingrossamento delle particelle, che riduce notevolmente l'efficacia delle stesse nell'ostruire la mobilità delle dislocazioni. Tale complessa evoluzione microstrutturale ha ovvie conseguenze sulla risposta meccanica della lega. La dipendenza della velocità minima di creep dalla sollecitazione applicata e dalla temperatura, ad esempio, è solitamente descritta da una legge di potenza, modificata per tenere conto della presenza di precipitati [116,117,126].

L'equazione fenomenologica di creep risultante assume la forma

$$Eq. 6. 1 \quad \dot{\epsilon}_m = A \frac{D_{0L} G b}{kT} \left(\frac{\sigma - \sigma_p}{G} \right)^n \exp \left(- \frac{Q_L}{RT} \right)$$

per informazioni sul significato di ogni termine si rimanda al paragrafo 3.1.

Il termine di rafforzamento σ_p nell'Eq. 6. 1 (spesso identificato sotto il nome di *threshold stress*) rappresenta l'effetto dell'interazione tra particelle e dislocazioni, e non può essere misurato direttamente ma può essere stimato mediante una procedura di adattamento dei dati di creep sperimentali o dai valori di tensione di snervamento. Se il termine di rafforzamento delle particelle è calcolato correttamente, tracciando la minima velocità di creep in funzione della tensione effettiva ($\sigma_e = \sigma - \sigma_p$), i dati sperimentali si allineano su una linea retta di pendenza prossima a 4-5, come nell'Al puro. Poiché il parametro A è tradizionalmente considerato proporzionale al cubo dell'energia del difetto di impilaggio [126], una forte riduzione di quest'ultimo parametro [127,128] potrebbe effettivamente comportare una diminuzione di uno o anche due ordini di grandezza nella velocità di deformazione per un dato stress effettivo. Tuttavia, indagini recenti presentano un quadro abbastanza diverso della situazione, dal momento che l'alligazione in realtà riduce solo leggermente l'energia del difetto di impilaggio, e questa riduzione è di gran lunga troppo modesta per spiegare la drastica riduzione del parametro A [129]. Quindi, dall'Eq. 6. 1, si può ottenere un'ottima descrizione dei dati sperimentali, ma questa descrizione è in gran parte di natura fenomenologica, e ogni possibile correlazione con l'evoluzione microstrutturale del materiale è ancora basata su basi deboli.

6.2. Materiali e metodi

Sono state condotte prove di creep a carico costante (dettagli sulla procedura sperimentale sono forniti nell'Appendice 1) sulla lega AA2024 T3, nella maggior parte dei casi portando a rottura il campione, ed ulteriori prove a carico variabile alla stessa temperatura; in quest'ultime, la sollecitazione iniziale (25 MPa, ad eccezione di un singolo caso in cui la sollecitazione iniziale era di 15 MPa) è stata mantenuta fino in prossimità dell'inizio del secondario.

La durata della prova per raggiungere il *range* della minima velocità di creep è stata stimata sulla base dei risultati del CLE precedentemente effettuato sotto lo stress corrispondente. Quindi, lo stress applicato è stato bruscamente aumentato e mantenuto fino alla rottura del campione. L'analisi metallografica è stata condotta mediante microscopio elettronico a scansione ad alta risoluzione Ultra Plus (HRSEM) (Carl Zeiss AG, Oberkochen, Germania).

6.3. Il modello

6.3.1. Equazioni per il creep dislocativo nell'Al: termini di rafforzamento

Ripartendo dall'equazione di Taylor [16,23,43,50,60] su cui si basa il modello sviluppato da Sandström, già vista nell'Eq. 4. 1

$$Eq. 6. 2 \quad \sigma_e = \sigma - \sigma_0 = \sigma_i + \sigma_{ss} + \sigma_\rho = \sigma_i + \sigma_{ss} + \alpha m G b \sqrt{\rho}$$

Il termine σ_i rappresenta la sollecitazione necessaria per spostare una dislocazione in assenza di altre dislocazioni, e incorpora l'effetto della dimensione del grano, mentre α è una costante (di seguito si considererà $\alpha=0,3$). La tensione interna nell'Al puro a grana fine, σ_i è stata ricalcolata dall'equazione

$$Eq. 6. 3 \quad \sigma_i = A_y \sqrt{\sigma_{Al} G} + \frac{k_{hp}}{\sqrt{d_g}}$$

dove σ_{Al} è la sollecitazione di creep necessaria per ottenere una data velocità di deformazione nell'Al puro ricotto a grana grossa al di sotto di una certa velocità di deformazione, d_g è la dimensione del grano, k_{hp} è la costante di Hall-Petch, mentre $A_y = 0,0042$ [44].

L'Eq. 6. 3 può essere riscritta come

$$Eq. 6. 4 \quad \sigma_i = A_y \sqrt{\left(\sigma - \sigma_p - \sigma_{ss} - \frac{k_{hp}}{\sqrt{d_g}} \right) G + \frac{k_{hp}}{\sqrt{d_g}}}$$

dove σ è la sollecitazione corrispondente alla velocità di deformazione data; σ_p e σ_{ss} sono rispettivamente i termini di rafforzamento del particolato e della soluzione solida. Il termine della sollecitazione nella prima parte dell'equazione è stato depurato dall'effetto del rafforzamento granulometrico per evitare di considerare due volte lo stesso fenomeno.

È stato dimostrato che la relazione Hall-Petch è valida anche a temperature elevate, sebbene k_{hp} , che può essere considerato come una misura dell'efficacia dei bordi di grano nell'aumentare la resistenza del materiale, diminuisce fortemente con l'aumento della temperatura [130] e la riduzione della velocità di deformazione [131]. Questa dipendenza dalla temperatura della "costante" di Hall-Petch può essere descritta dall'equazione fenomenologica [131]

$$Eq. 6. 5 \quad k_{hp}^2 = B_{hp} \exp(-\beta_{hp} T)$$

dove B_{hp} è una costante e

$$Eq. 6. 6 \quad \beta_{hp} = \beta_0 - \beta_1 \ln \dot{\epsilon}$$

I valori k_{hp} dati dalle Eq. 6. 5 e Eq. 6. 6 potrebbero quindi essere utilizzati per stimare l'effetto di rafforzamento del bordo di grano nell'Eq. 6. 3. Tuttavia, per ricavare correttamente tutti i parametri del modello è richiesto un processo iterativo, poiché per stimare la minima velocità di deformazione è necessario stimare il valore della sollecitazione interna, che a sua volta contiene il termine di rinforzo per la dimensione dei grani che dipende dalla velocità di deformazione.

Una volta noti i termini di rafforzamento delle particelle e della soluzione solida, ed una volta ricavata la costante di Hall-Petch, l'Eq. 6. 4 può essere risolta.

Le atmosfere di atomi di soluto presenti riducono la mobilità delle dislocazioni e quindi, il termine σ_{ss} rappresenta lo stress necessario affinché le dislocazioni si muovano vincendo il *viscous drag* dato dalla presenza degli atomi di soluto (Cu e Mg nella lega AA2024). Quanto già detto per l'equazione del *drag stress*, Eq. 4. 10, resta valido e, generalizzando, possiamo scrivere $D_a = D_{0Mg} \cdot \exp(-Q_a/RT)$ per la diffusività degli elementi presenti in soluzione solida nell'Al. La velocità di dislocazione potrebbe essere espressa nella forma usuale riportata nella Eq. 4. 13

$$Eq. 6. 7 \quad \dot{\epsilon} = \rho_m b v_d$$

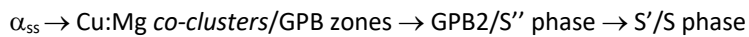
dove ρ_m è la densità di dislocazioni mobili, ovvero una frazione delle dislocazioni libere.

Nella lega AA2024-T3, per una data sollecitazione applicata, la velocità di deformazione è di almeno due ordini di grandezza inferiore a quella osservata in una lega Al-Mg con un contenuto paragonabile di elementi in soluzione solida; pertanto, il *drag stress* corrispondente σ_{ss} calcolato mediante l'Eq. 4. 10

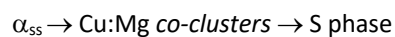
è inferiore, cioè abbastanza trascurabile rispetto agli altri termini nell'Eq. 6. 2. Dunque, si può supporre $\sigma_{ss} \cong 0$, mentre il threshold stress σ_p rappresenta il contributo di rinforzo dato dall'interazione tra particelle fini e dislocazioni.

6.3.2. Le particelle rafforzanti nella lega AA2024

Nella lega AA2024 invecchiata, la matrice di alluminio è rinforzata dalla densa distribuzione di precipitati. Nelle leghe Al-Cu-Mg, con rapporto atomico Cu:Mg vicino a 1, la sequenza di precipitazione è descritta come



dove α_{ss} è la soluzione solida sovrassaturata, GPB sono le zone di Guiner-Preston-Bagaryatsky e la fase S''(GPB2) è una fase intermedia che precede la formazione della fase S' semicoerente [132]. Le fasi S' ed S hanno una composizione ed una struttura cristallina molto simili, mentre la fase S'' ha un'influenza limitata sulla resistenza di AA2024. Quindi, seguendo Khan et al. [132], è possibile applicare un approccio semplificato in cui la sequenza di precipitazione diventa



I *co-cluster* di Cu:Mg svolgono un ruolo significativo nel determinare la resistenza del materiale dello stato T3 a temperatura ambiente, ma sono instabili e, se esposti ad alte temperature per un tempo sufficientemente lungo, vengono sostituiti dalla fase S di equilibrio; di conseguenza il loro effetto può essere trascurato. La fase S di equilibrio al picco di invecchiamento assume la forma di bacchette indivisibili allineate nelle direzioni {100}, sebbene nella lega si possano osservare anche precipitati equiassici dopo una lunga esposizione a creep [122]. Ciò rappresenta una marcata differenza con il comportamento

dell'AA2024PM ricotto presente in [115–117], dove all'interno del grano sono state osservate solo particelle quasi equiassiche, o leggermente allungate.

6.3.3. Modelli per l'interazione tra particella e dislocazione

A temperatura ambiente, e nel regime delle elevate sollecitazioni di creep, i termini di rafforzamento da particelle sono pari allo stress di Orowan. Nel caso di precipitati a forma di bacchette di diametro d_p , orientati in direzione {100} [132], la sollecitazione di Orowan può essere definita come

$$\text{Eq. 6. 8} \quad \sigma_{Or} = 0.112 \frac{mGb}{d_p} \ln \left(\frac{1.316d_p}{b} \right) \left(f^{1/2} + 0.94f + 2.44f^{3/2} \right)$$

dove f è la frazione in volume dei precipitati all'interno del grano, e la spaziatura tra le particelle lungo il piano di scorrimento della dislocazione è

$$\text{Eq. 6. 9} \quad \lambda = d_p \sqrt{\frac{\pi}{4f \cos(54.7^\circ)}}$$

Ad alta temperatura e basse sollecitazioni, quando il by-pass di Orowan non è operativo, cioè per $\sigma < \sigma_{Or}$, le dislocazioni possono superare le particelle per *climb*. La Fig. 6. 1 mostra la rappresentazione schematica di una dislocazione che incontra e supera una matrice di particelle. Nella Fig. 6. 1a, la dislocazione si "arrampica" su particelle equiassiche di dimensione d_s . La resistenza al *climb* delle particelle è un parametro che descrive la velocità con cui aumenta la lunghezza della linea di dislocazione quando questa sale sul precipitato; nel caso di *climb* di particelle sferiche, questa grandezza può essere espressa come [133,134]

$$\text{Eq. 6. 10} \quad R_c = \frac{d}{3\lambda}$$

Il rapporto α_p tra il *threshold stress* e lo *stress di Orowan* assume quindi la forma [133]

$$\text{Eq. 6. 11} \quad \frac{\sigma_p}{\sigma_{Or}} = \alpha_p = \frac{R_c}{2}$$

che, per le particelle sferiche, dà

$$\text{Eq. 6. 12} \quad \frac{\sigma_p}{\sigma_{Or}} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{2f}{3\pi}}$$

Secondo l'Eq. 6. 12, in generale per il *climb*, il contributo al rafforzamento delle particelle è una frazione abbastanza bassa dello stress di Orowan ($\alpha_p=0,023$ per $f=1\%$). Ciò è in netto contrasto con le più antiche teorie del *climb* localizzato, che, sebbene considerato improbabile a causa della brusca flessione della dislocazione all'interfaccia delle particelle (questo fenomeno peraltro si verifica effettivamente quando le dislocazioni rimangono "attaccate" all'interfaccia fra particelle incoerenti e matrice), predicevano un α_p di un ordine di grandezza superiore [133]. Questo valore α_p più alto, d'altra parte, è molto più vicino ai valori calcolati dagli esperimenti.

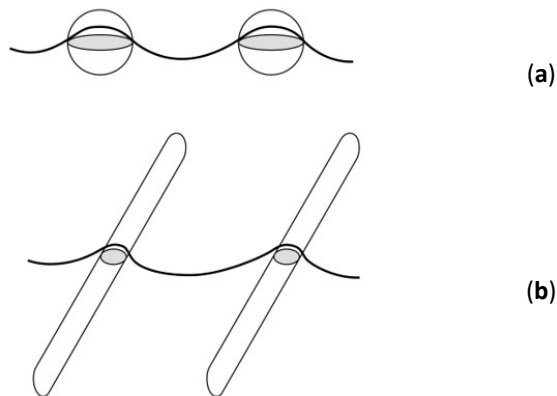


Fig. 6. 1: Rappresentazione schematica di una dislocazione che incontra una serie di particelle. La dislocazione si “arrampica” sulle particelle sferiche di diametro d_s (a), o del diametro arbitrariamente scelto $d_r=1/3 d_s$ (b) che hanno stesso volume e spaziatura interparticellare dei precipitati sferici in (a) ed il cui asse è inclinato rispetto al piano di scorrimento [135].

È stato riconosciuto che nel calcolo è più appropriato utilizzare la spaziatura di Friedel per gli ostacoli deboli, poiché la spaziatura lungo la linea di dislocazione è maggiore della spaziatura planare media utilizzata per ottenere l'Eq. 6. 11. Il rapporto tra il *threshold stress* e lo *stress di Orowan* diventa [133]

$$Eq. 6. 13 \quad \alpha_p = \left(\frac{R_c}{2} \right)^{1.5}$$

Infine, si potrebbe ragionevolmente presumere che vi sia una distribuzione statistica delle distanze tra le particelle e che la dislocazione possa trovare facili porte attraverso la dispersione delle particelle risultante [126]. In tal caso, l'Eq. 6. 11 diventa

$$Eq. 6. 14 \quad \alpha_p = \frac{R_c}{1.68 + R_c}$$

mentre l'Eq. 6. 13, che tiene conto della correzione di Friedel, diventa [134]

$$\text{Eq. 6. 15} \quad \alpha_p = \frac{R_c^{1.5}}{2\sqrt{2} + R_c^{1.5}}$$

Le Eq. 6. 11 - Eq. 6. 15 suggeriscono che il *threshold stress*, per una data microstruttura stabile, è una funzione della resistenza al *climb* indipendente dalla temperatura e, per una data geometria delle particelle, è una frazione costante dello stress di Orowan. In effetti, la proporzionalità tra il termine di rafforzamento da particelle dovuto al *climb* e lo stress di Orowan non era scontata. Lagneborg [136] e successivamente Rösler [137], ad esempio, conclusero che il *climb* per oltrepassare le particelle che non interagiscono con la dislocazione dovrebbe essere rappresentato da un termine di rafforzamento proporzionale allo stress applicato, dove la costante di proporzionalità è quasi indipendente dalla frazione di volume e dalla dimensione del precipitato. Ad esempio, per particelle a forma di cubo inclinate di 45° rispetto al piano di scorrimento, il termine di rafforzamento dovrebbe assumere un valore vicino a 1/3 della sollecitazione applicata [137]. In aggiunta, secondo Rösler non è detto che le particelle ad alto *aspect ratio* esercitino un effetto rinforzante più elevato rispetto ai precipitati equiassici, almeno fintanto che lo stress applicato non si avvicina allo *stress di Orowan*.

Infine, ma non meno importante, si ipotizza che un *threshold stress* possa derivare anche dal distacco delle dislocazioni dalla superficie di interfaccia fra matrice e particella incoerente; lo stress risultante necessario per staccare la dislocazione dalla superficie della particella (σ_d) può quindi essere espresso da un'equazione nella forma

$$\text{Eq. 6. 16} \quad \sigma_p = \sigma_d = \sigma_{Or} \sqrt{1 - k_d^2}$$

dove k_d è il fattore di rilassamento per l'interazione attrattiva dislocazione-particella [98,99].

Si può ragionevolmente ipotizzare che tale *tensione di distacco* coincida in più leghe con il *threshold stress*, che in generale è molto superiore a quello del termine associato al *climb* generale e molto più vicino a quello del *climb* localizzato. Infatti, l'interazione attrattiva tra particella e dislocazione, come già accennato in precedenza, stabilizza le forti curvature della linea di dislocazione che sono tipiche del *climb* localizzato. In ogni caso, il *threshold stress* è sempre proporzionale allo *stress di Orowan*. Nella Fig. 6. 1b, la dislocazione si arrampica su bacchette, di diametro $d_r=1/3d_s$, con lo stesso volume e spaziatura interparticellare sul piano di scorrimento dei precipitati equiassici nella Fig. 6. 1a, ed il cui asse forma un angolo ϕ con il piano di scorrimento. Con queste dimensioni della sezione trasversale, le bacchette hanno una lunghezza pari a $12d_s$. Come si può notare in Fig. 6. 2, l'esposizione al creep della lega 2024-T3 di fatto provoca la formazione di bacchette ancora più lunghe. A colpo d'occhio, il *climb* di una dislocazione su queste lunghe bacchette richiede un aumento molto maggiore della lunghezza della linea di dislocazione rispetto a un precipitato equiassico dello stesso volume. Sebbene questo modello non prevedesse un effetto significativo della forma delle particelle, almeno per precipitati moderatamente allungati, Rösler ha osservato che il *climb* diventa più "localizzato" quando la dislocazione si arrampica sulla bacchetta. Pertanto, una dislocazione il cui piano di scorrimento taglia le bacchette per metà lungo la sua lunghezza richiederà una sollecitazione maggiore per superare l'ostacolo, rispetto a una dislocazione il cui piano di scorrimento è più vicino alla punta della bacchetta. Se si mantiene la visione tradizionale, in cui σ_p è proporzionale a σ_{or} , si dovrebbe quindi qualitativamente e ragionevolmente concludere che, in presenza di precipitati fortemente allungati, α_p dovrebbe essere di molto superiore al valore previsto per il *climb* generalizzato delle particelle sferiche, e molto più vicino al valore per il *climb* localizzato.

Dall'analisi di cui sopra si evince che il valore σ_p è proporzionale allo stress applicato o allo stress di Orowan, con costanti di proporzionalità indipendenti dalla temperatura, il che è in contrasto con l'evidenza sperimentale che punta verso una forte dipendenza da T del termine di rafforzamento da particelle. Pertanto, i modelli sopra menzionati richiedono una procedura di adattamento dei dati sperimentali per determinare α_p o k_d a una data temperatura e per una data lega.

Dunque, nessuno dei modelli qui presentati ha la natura di un modello che non richiede alcun adattamento dei dati sperimentali.

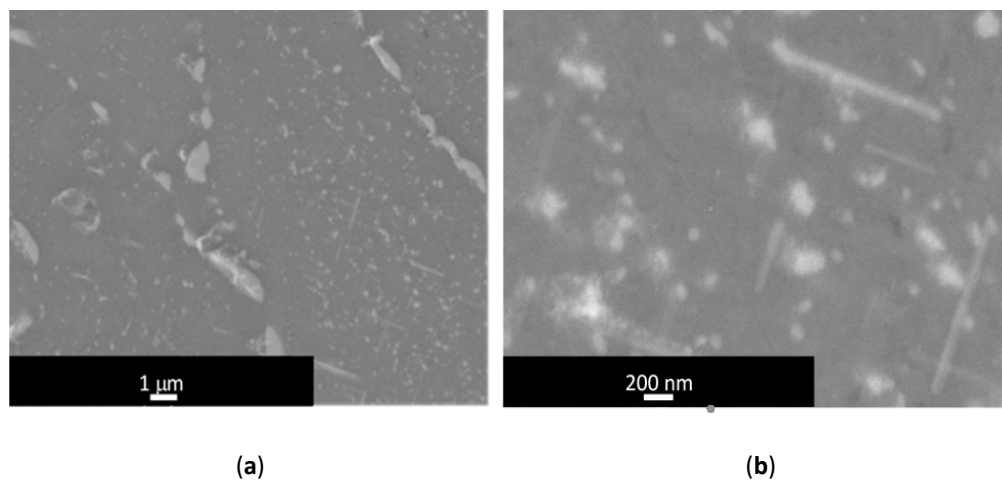


Fig. 6. 2 Microstruttura del campione testato a 25 MPa e 315 ° C fino a rottura. La distribuzione dei precipitati è abbastanza disomogenea nei vari grani. Il grano a destra in a), in particolare, era uno di quelli con una maggiore frazione di particelle in volume. I bordi di grano sono evidenziati dalla presenza di catene semicontinue di particelle grossolane precipitate durante il creep. In b) si possono facilmente osservare particelle allungate, insieme a piccoli precipitati circolari (probabilmente bacchette osservate in sezione trasversale) e particelle equiassiche leggermente più grossolane [135].

6.3.4. La velocità di deformazione e la sua dipendenza dalla temperatura

Si è già visto nei precedenti capitoli che l'evoluzione della densità di dislocazioni durante la deformazione può essere espressa dall'Eq. 3. 3 come

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{m}{bL} - \omega\rho - \frac{2}{\dot{\varepsilon}} M\tau_l \rho^2,$$

dove il primo termine a destra dell'equazione rappresenta l'effetto di strain hardening dovuto alla moltiplicazione delle dislocazioni, che è più rapido quando L è, di conseguenza, C_L assumono valori bassi e/o la densità di dislocazione è alta. Il secondo e il terzo termine sul lato destro dell'Eq. 3. 3 descrivono l'effetto del ripristino. Ad alta temperatura, l'ultimo termine di questa equazione predomina ampiamente sul secondo termine; concentrandosi ancora una volta su ciò che accade ad alte temperature, l'Eq. 3. 3 può essere semplificata

$$Eq. 6. 17 \quad \frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{m}{bL} - \frac{2}{\dot{\varepsilon}} M\tau_l \rho^2$$

Il cammino libero medio delle dislocazioni deve essere calcolato tenendo conto del fatto che, in generale, gli ostacoli che le dislocazioni mobili incontrano durante lo scorrimento determinano la lunghezza dello scorrimento. Gli ostacoli, nel modello semplificato qui presentato, possono essere altre dislocazioni, bordi di grano e particelle. Pertanto, in presenza di una distribuzione densamente spaziata di particelle fini che interagiscono con le dislocazioni, dando lo stesso peso a tutti gli ostacoli, il cammino libero medio della dislocazione può essere espresso nella forma

$$Eq. 6. 18 \quad \frac{1}{L^*} = \frac{1}{L} + \frac{1}{\lambda} + \frac{1}{d_g} \cong \frac{\sqrt{\rho}}{C_L} + \frac{1}{\lambda}$$

La mobilità della dislocazione nell'Al puro può essere espressa come [16,23,43,50]

Eq. 6. 19

$$M = \frac{D_0 L b}{kT} \exp\left(\frac{\sigma_\rho b^3}{kT}\right) \exp\left\{-\frac{Q_L}{RT} \left[1 - \left(\frac{\sigma_\rho}{R_{\max}}\right)^2\right]\right\}$$

dove R_{\max} è la resistenza massima della lega, che può essere quantificata come 1,5volte il carico di rottura (R_{UTS}) della lega a temperatura ambiente [44].

6.3.5. Effetto del rafforzamento per soluzione solida sulla dipendenza dalla temperatura della velocità di deformazione

Durante lo scorrimento, nelle leghe Al-Cu-Mg, gli atomi di Cu e Mg ancora presenti in soluzione solida devono saltare dentro e fuori dalle atmosfere di atomi che si formano spontaneamente intorno alle dislocazioni. Pertanto, si deve aggiungere all'energia di attivazione un termine che descrive l'energia necessaria per superare questa barriera, ovvero [60]

Eq. 6. 20

$$U_{ss} = \frac{\beta R}{bk}$$

con

Eq. 6. 21

$$\beta = \frac{1}{3\pi} \frac{(1+\nu)}{(1-\nu)} b_G \Omega \delta$$

dove ν è il coefficiente di Poisson (che nell'Al è pari a 0,3), Ω è il volume atomico medio dell'Al e δ è il *misfit* atomico del volume. La formula per la mobilità delle dislocazioni in leghe contenenti atomi in soluzione solida diventa così

$$Eq. 6. 22 \quad M \equiv \frac{D_{0L}b}{kT} \exp\left[\frac{\sigma_{\rho} b^3}{kT}\right] \exp\left\{-\frac{Q_L}{RT} \left[1 - \left(\frac{\sigma_{\rho}}{R_{\max}}\right)^2\right]\right\} \exp\left(-\frac{U_{ss}}{RT}\right)$$

6.4. Modellazione della dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato nella lega AA2024 T6-T3

6.4.1. Il ruolo della dimensione e distribuzione delle particelle

La Fig. 6. 3 mostra la variazione della tensione di snervamento, *yield stress*, a temperatura ambiente per la lega AA2024 negli stati T3 e T6, dopo permanenza a temperatura per diverse durate [138]. Il grafico mostra chiaramente che:

- i. la resistenza a temperatura ambiente della lega nello stato T6, non esposta ad alta temperatura, è maggiore;
- ii. l'esposizione ad alta temperatura provoca un rapido calo della tensione di snervamento.

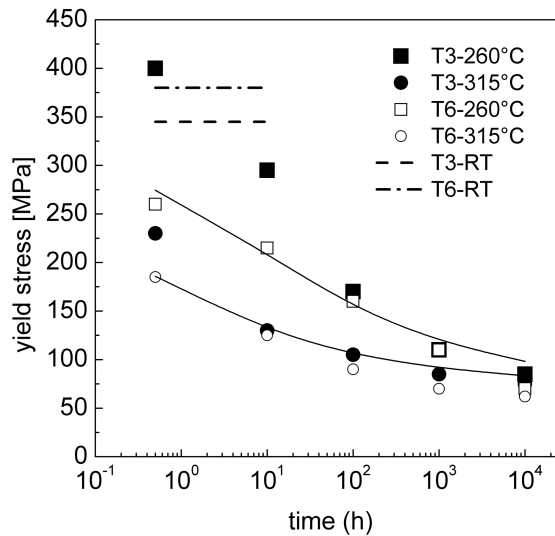


Fig. 6. 3 Variazione calcolata della tensione di snervamento per AA2024 T6; i simboli rappresentano i dati sperimentali presi da [138] per gli stati T3 e T6, testati a temperatura ambiente. Diametro iniziale delle bacchette 3,4 nm, frazione in volume della fase-S intragranulare 0,9% a 250 °C e 0,6% a 315 °C rispettivamente. La figura riporta anche la resistenza a snervamento a temperatura ambiente per gli stati T3 e T6 non esposti a temperatura [138]. [135]

Sebbene, dopo l'esposizione a 315 °C, entrambi gli stati T3 e T6 mostrano la stessa risposta dopo appena 5h (i dati si sovrappongono), a temperatura inferiore la situazione è molto diversa. Dopo l'esposizione a 260 °C, la lega nello stato T3 ha una tensione di snervamento che è apparentemente maggiore del picco del materiale invecchiato. Questa differenza può essere facilmente interpretata considerando che, con il riscaldamento, la lega allo stato T6 sovra-invecchia rapidamente per l'ingrossamento dei precipitati della fase S. Nello stato T3 invece, la lega è sotto-invecchiata e contiene una densità di dislocazioni relativamente alta, introdotta mediante stiramento dopo la solubilizzazione. Riscaldandola, questa microstruttura evolve, i co-cluster Cu:Mg e le altre fasi intermedie si dissolvono e vengono progressivamente sostituite dalla fase di equilibrio [139]. Pertanto, il sovra-invecchiamento è leggermente ritardato nello stato T3 (20-30 ore a 260 °C). Questo meccanismo

è di gran lunga più rapido a 315 °C e gli stati T3 e T6 mostrano la stessa resistenza allo snervamento.

Il primo punto da analizzare in un materiale con una microstruttura instabile come la lega AA2024-T6 è quindi l'effetto del tempo di esposizione sulla dimensione e sulla distribuzione della fase S rafforzante per precipitazione. Dato che le particelle al bordo del grano non interagiscono direttamente con le dislocazioni, nel seguito verrà considerato solo il ruolo dei precipitati all'interno del grano; in particolare, si supponerà che queste particelle siano prevalentemente in fase S a forma di bacchette, come nella lega Al-Cu-Mg studiata da Rockenhäuser et al [140].

Si è studiato dell'esposizione a 190°C, sia in condizioni sollecitate che non, su una lega con una popolazione iniziale di precipitati S molto fini. In particolare, si è analizzata l'evoluzione del diametro delle bacchette di fase S, che era di 3,4 nm nello stato iniziale invecchiato (195 °C-28 h). L'equazione tradizionale [141,142] per descrivere l'accrescimento delle particelle di una popolazione di particelle di diametro iniziale d_{0p} , dopo un'esposizione di durata t ad una certa temperatura T , ha la forma

$$\text{Eq. 6. 23} \quad d_p^3 = d_{0p}^3 + k_g t \exp\left(-\frac{Q_a}{RT}\right)$$

dove k_g è una costante e Q_a è l'energia di attivazione per la diffusione degli elementi costitutivi nella matrice. Per stimare k_g a 190 °C si possono utilizzare dei dati sperimentali presenti in [140]. Quindi, prendendo $Q_a = 134$ kJ/mol, che è l'energia di attivazione per la diffusione del Cu nell'Al [143], l'Eq. 6. 23 può essere utilizzata direttamente per stimare il diametro delle bacchette dopo una prolungata esposizione ad alta temperatura. Un'esposizione prolungata porterebbe ad un accrescimento delle particelle S e, se si mantiene costante la frazione in volume dei precipitati all'interno del grano, porterebbe ad un

pronunciato addolcimento cioè ad una riduzione della resistenza a snervamento. Si supponga che la legge di accrescimento della fase S ottenuta sopra sia valida per la lega AA2024. La tensione di snervamento, ovvero la tensione misurata all'inizio della deformazione plastica, potrebbe essere adeguatamente descritta dall'Eq. 6. 2 nella forma

$$\text{Eq. 6. 24} \quad \sigma_y = \sigma_i + \sigma_{ss} + \sigma_p + \alpha m G b \sqrt{\rho}$$

Inoltre, si può ragionevolmente presumere che

$$\text{Eq. 6. 25} \quad \sigma_y^a \approx \sigma_i + \sigma_{ss} + \alpha m G b \sqrt{\rho}$$

dove σ_y^a è il limite di snervamento della matrice, cioè di una lega con stessi livelli di impurezze ed elementi in soluzione solida, e con particelle grossolane ai bordi del grano, dando così

$$\text{Eq. 6. 26} \quad \sigma_y = \sigma_y^a + \sigma_p$$

Combinando le Eq. 6. 25 e Eq. 6. 26 si può stimare, mediante l'Eq. 6. 9 la tensione di snervamento a 260 e 315 °C di una lega rinforzata da una frazione di volume costante f di particelle S all'interno del grano di diametro iniziale $d_0=3,4$ nm [140].

6.4.2. Quantificazione dell'effetto rafforzante delle particelle

Come accennato in precedenza, la Fig. 6. 3 si riferisce a prove di trazione effettuate a temperatura ambiente, cioè in una condizione in cui il *climb* è poco attivo. Pertanto, il termine di indurimento delle particelle dovrebbe essere pari allo stress di Orowan ($\alpha_p = 1$). Prendendo $\sigma_y^a = 75$ MPa (resistenza allo

snervamento di Alclad AA2024-O da [138]), le curve nella *Fig. 6. 3* sono state ottenute con $f = 0,9$ e $0,6\%$ a 260 e 315 °C rispettivamente. La resistenza della lega dopo un'esposizione molto lunga è leggermente sovrastimata per effetto della sovrastima della resistenza della matrice, poiché anche una moderata crescita dei grani dovrebbe risultare in σ_y^a leggermente inferiore a 75 MPa. Le curve del modello concordano pienamente con i dati per lo stato T6, anche se andrebbe indagato se la frazione di volume calcolata dei precipitati all'interno del grano sia realistica, o grossolanamente sottostimata. In effetti, la frazione volumetrica della fase S potrebbe raggiungere il 4% a 260 °C [139] ed essere accompagnata da quantità consistenti di altre fasi intermetalliche. Prove sperimentali dimostrano infatti che il mantenimento ad alta temperatura si traduce in un forte aumento del numero di particelle grossolane presenti ai bordi di grano. La *Fig. 6. 2a* mostra le catene di precipitati grossolani, formatesi durante l'esposizione a creep, che delineano chiaramente i bordi del grano. Queste particelle grossolane sono in parte precipitati di fase S in equilibrio [123], che in questa forma non contribuiscono efficacemente al rafforzamento. Si può quindi concludere che questo approccio fornisce una descrizione affidabile dei fenomeni di addolcimento associati all'accrescimento delle particelle all'interno dei grani.

6.4.3. Influenza della sollecitazione sull'evoluzione delle particelle

L'analisi nel paragrafo 6.3.2 mostra che l'Eq. 6. 23 fornisce una stima affidabile dei fenomeni di accrescimento durante la ricottura. Esperimenti approfonditi sull'invecchiamento da creep [118,119] confermano che uno stress applicato accelera notevolmente i fenomeni sopra descritti; il lavoro di

Rockenhäuser et al. [140] potrebbe fornire preziosi dati sperimentali sotto forma di diametro delle bacchette in funzione del tempo di esposizione.

Lo stress applicato introduce nel materiale nuove dislocazioni e difetti puntiformi, che aumentano notevolmente la diffusione; questo fenomeno potrebbe essere espresso da una riduzione dell'energia di attivazione nel processo di accrescimento. In questi studio si è scelto di descrivere l'accelerazione del fenomeno di accrescimento riportata in [140] modificando l'Eq. 6. 23 come

$$Eq. 6. 27 \quad d_p^3 = d_{0p}^3 + k_g t \exp \left\{ -\frac{Q_d}{RT} \left[1 - k_\sigma \left(\frac{\sigma}{G} \right)^2 \right] \right\} = d_{0p}^3 + K_g t$$

dove k_σ è una costante. La Fig. 6. 4 riporta sia i dati sperimentali della variazione di K_g in funzione della sollecitazione a 190 °C sia la curva data dall'Eq. 6. 27. La correlazione è eccellente (coefficiente di correlazione 0,998), pertanto questa equazione potrebbe essere utilizzata per stimare la dimensione delle particelle nel momento in cui viene misurata la minima velocità di deformazione.

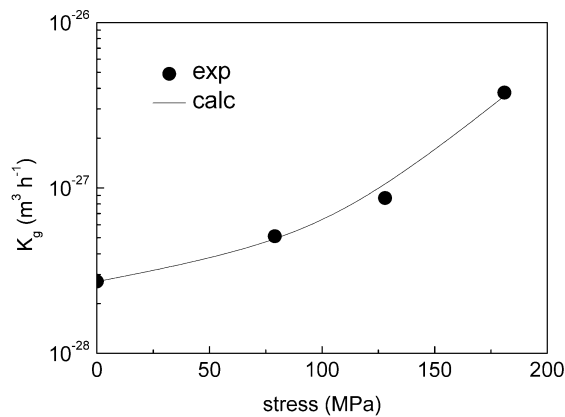


Fig. 6. 4 Accrescimento costante a 190 °C in funzione dello stress applicato (dati sperimentali da [140]). [135]

6.4.4. Comportamento della lega AA2024 T3 per carichi costanti e variabili

La Fig. 6. 5 mostra la velocità minima di creep in funzione del carico applicato a 315 e 250 °C per la lega AA2024 T3; i dettagli sperimentali dei diversi test e, in particolare, il tempo in cui è stato raggiunto la velocità minima di creep (t_m) sono riassunti in *Tab. 6. 1*.

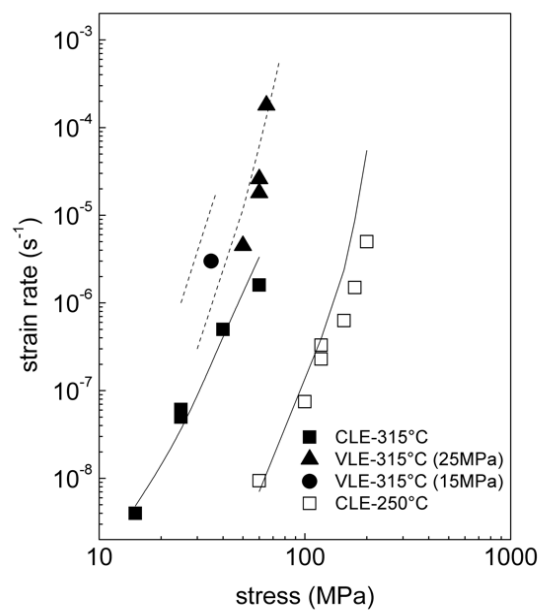


Fig. 6. 5 Minima velocità di creep in funzione del carico applicato. Le curve a tratto continuo rappresentano i valori della velocità di deformazione forniti dal modello per ogni singola CSE; le curve tratteggiate collegano i valori di velocità di deformazione modellati assumendo che il tempo di esposizione non vari sensibilmente per test condotti a differenti carichi. Quest'ultima condizione è assimilabile alle condizioni sperimentate nei VLE. La dimensione del grano usata per stimare lo stress interno è 50 μm . [135]

La dipendenza della velocità di creep dalla sollecitazione applicata allo stato stazionario, per $L^* \approx \lambda$, può essere ottenuta combinando le Eq. 6. 2 e Eq. 6. 17, dando

$$Eq. 6. 28 \quad \dot{\epsilon}_{ss} = \frac{2M_{cg}\tau_l b\lambda}{m} \left(\frac{\sigma_p}{\alpha m G b} \right)^4$$

dove

$$Eq. 6. 29 \quad \sigma_p = \sigma - \sigma_p - \sigma_i - \sigma_{ss} \cong \sigma - \sigma_p = \sigma_e$$

I dati nella *Tab. 6. 1* possono essere facilmente utilizzati per stimare il diametro delle bacchette a t_m , assumendo, ad esempio, $d_0 \cong 3.4$ nm [140]. Per tenere conto dell'effetto dei tempi di riscaldamento e rilassamento, è stata considerata una permanenza di 1,5 ore alla temperatura di prova prima dell'applicazione del carico, dando una stima del diametro delle bacchette all'inizio della prova di 4 e 9 nm a 250 e 315 °C rispettivamente. Si è ipotizzato che la frazione in volume dei precipitati all'interno dei grani fosse $f=0,9$ e 0,6% e $\alpha_p=0,7$ e 0,55, rispettivamente, come nei paragrafi precedenti. Questa quantità è ovviamente solo una piccola frazione della quantità totale di particelle, poiché, come già ribadito, l'esposizione a creep ha provocato una massiccia precipitazione di fasi Al-Cu-Mg o Al-Cu ai bordi di grano.

L'ultimo termine ancora da determinare è la massima resistenza R_{max} , qui provvisoriamente quantificata, per ogni singola prova in corrispondenza della minima velocità di creep, come

$$Eq. 6. 30 \quad R_{max} = 1.5 \left(R_{UTS}^a + \sigma_{Or} \right)$$

prendendo $R_{UTS}^a \approx 115$ MPa come valore di resistenza a trazione a temperatura ambiente di una lega con lo stesso grado di impurità e contenuto simile di elementi in soluzione solida e precipitati intergranulari grossolani.

Tab. 6. 1 Dati di creep per CLE e VLE. [135]

CLE				
<i>T</i> [°C]	σ [MPa]	t_m [h]	$\dot{\epsilon}_m$ [s ⁻¹]	
250	60	200	9.4x10 ⁻⁹	
	100	10	7.5x10 ⁻⁸	
	120	7	3.3x10 ⁻⁷	
	155	1	6.0x10 ⁻⁷	
	175	0.35	1.5x10 ⁻⁶	
	200	0.05	5.0x10 ⁻⁶	
315	15*	337	4.0x10 ⁻⁹	
	25	50	5.0x10 ⁻⁸	
	40	8	5.0x10 ⁻⁷	
	60	0.6	1.6x10 ⁻⁶	
VLE				
<i>T</i> [°C]	σ (primo carico) [MPa]	σ (secondo carico) [MPa]	t al primo carico [h]	t_m al secondo carico [h]
315	25	50	15	1
	25	60	15	0.08
	25	65	15	0.03
	15*	35	337	1

* dati per gli stessi esperimenti; i carichi sono stati variati quando il materiale aveva ormai raggiunto la minima velocità di creep (lo stazionario) dopo 337h.

La Fig. 6. 5 traccia le curve calcolate dal modello qui presentato, senza alcun adattamento dei dati di scorrimento. Le linee continue sono le curve che rappresentano il valore modellato della velocità di deformazione per una determinata sollecitazione applicata; le linee tratteggiate rappresentano i valori calcolati della velocità di deformazione per le prove con un tempo di esposizione simile alle prime ma che hanno subito uno stress iniziale (25 MPa o 15 MPa), seguito da un'esposizione molto più breve alla stessa temperatura

sotto un carico maggiore. La concordanza tra i dati sperimentali e il modello è eccellente. Una deviazione significativa si osserva solo nella regione di sollecitazioni molto elevate (brevissimo tempo di esposizione) a 250 °C, cioè in una condizione in cui la densità di dislocazione iniziale e la presenza di fasi intermedie conferiscono una maggiore resistenza alla lega. Ciò deriva dal fatto che il modello si basa sull'ipotesi che l'esposizione a creep causi solo un accrescimento della fase di equilibrio, come potrebbe essere il caso della condizione T6.

Sebbene il modello fornisca un'ottima descrizione degli esperimenti, va tenuto presente che questa presentazione convenzionale potrebbe essere in qualche modo fuorviante. In Fig. 6. 5 sono riportati i dati sperimentali e le curve del modello iso-P (iso- σ_p), dove P rappresenta una data combinazione delle dimensioni e della frazione di volume dei precipitati all'interno del grano, cioè un dato valore del contributo da rafforzamento della particella. La figura mostra chiaramente che ogni singolo dato per il CLE giace su una diversa curva iso-P. Al contrario, il VLE, per il quale il tempo di esposizione è grosso modo coincidente con la durata della prima fase della prova, eseguita a carico inferiore, giace sulla stessa curva iso-P (linee tratteggiate in Fig. 6. 5). Questo fatto spiega facilmente la differenza tra il CLE e VLE nella velocità di deformazione.

Inoltre, il modello spiega anche la minore velocità di creep misurata nella lega AA2024 T3, per una data sollecitazione effettiva, rispetto ad Al puro o leghe di Al-Mg. L'entità della velocità minima di deformazione nelle leghe rinforzate con particelle è influenzata da due diversi parametri: il termine di rafforzamento delle particelle σ_p , che era già considerato nell'equazione fenomenologica (Eq. 6. 1), ed il cammino libero medio della dislocazione L , che non appare nei modelli fenomenologici tradizionali. Quest'ultima caratteristica microstrutturale è sostanzialmente coincidente con la spaziatura interparticellare nella lega AA2014-T3, che, a sua volta, è di ordini di grandezza inferiore al cammino libero medio di dislocazione nei metalli e leghe monofase.

In questo senso, i vantaggi del modello elaborato (per maggiori dettagli si veda [135]) rispetto alla tradizionale equazione fenomenologica della legge di potenza sono notevoli:

1. Il modello non richiede alcun adattamento dei dati di creep sperimentali (nessuno dei dati di creep è stato utilizzato per adattare le equazioni, una volta che il modello è stato adeguatamente sintonizzato da altri risultati microstrutturali e prove di trazione, necessarie per fornire una stima di α_p).
2. Il modello è autoconsistente, poiché spiega facilmente la velocità di creep inferiore che si osserva confrontando la lega testata sotto una data sollecitazione effettiva e il metallo puro sotto una equivalente sollecitazione.
3. Sebbene il modello consideri solo particelle a forma di bacchette, la presenza osservata di precipitati equiassici non sembra influenzare in modo significativo l'accuratezza della descrizione.
4. Lo svantaggio principale del modello qui presentato è che la quantificazione del termine di rafforzamento delle particelle deve ancora essere valutata dai dati sperimentali (la tensione di snervamento). Pertanto, la determinazione del *threshold stress* originato dall'interazione particella-dislocazione rimane di natura fenomenologica.

7. Comportamento a creep di materiali a microstruttura complessa: le leghe prodotte da Additive Manufacturing

7.1. Introduzione

Una tra le più affermate tecniche di produzione additiva (AM, *Additive Manufacturing*) per metalli e leghe è la fusione a letto di polvere con laser (LPBF, *Laser Powder Bed Fusion*) [144–146]. Durante la LPBF, il raggio laser fonde selettivamente le regioni di un letto di polvere e costruisce nuove parti strato su strato utilizzando un modello CAD (*Computer Aided Design*). La rapida azione del laser dà luogo a velocità di raffreddamento molto elevate ($\cong 100$ °C/s) e il processo di fusione, che viene reiterato sugli strati superiori, funge da trattamento termico sugli strati inferiori e già solidificati, generando microstrutture uniche e proprietà meccaniche peculiari [147,148]. Le approfondite indagini condotte sulla macrostruttura, microstruttura e proprietà meccaniche dell'AlSi10Mg prodotto da AM hanno chiaramente delineato alcune importanti caratteristiche che si possono riassumere come segue:

- I. la mesostruttura, cioè la combinazione di caratteristiche strutturali su scala intermedia (5-100 μm), nel materiale allo stato di fabbricazione (detto *as-built*) è solitamente costituita da grani colonnari di Al di diametro pari ad alcuni micron. Su una più fine scala submicrometrica, questi grani sono costituiti da celle lunghe più piccole con un diametro di poche centinaia di nm separate da regioni eutettiche ricche di particelle di Si e di Mg in soluzione solida o sotto forma di Mg_2Si . Queste celle allungate, a loro volta, sono al loro interno frammentate in sub-

celle più equiassiche, sempre con un diametro di poche centinaia di nm (500 in [149]), separate da una rete di regioni eutettiche ricche di Si;

- II. le regioni eutettiche ricche di Si sono solitamente decorate con una dispersione molto fine di particelle di Si nanometriche. Tuttavia, esistono anche leghe *as-built* in cui la regione eutettica contiene una catena semicontinua ben definita di particelle di Si, come in [150,151], e materiali che sviluppano questa struttura solo dopo un trattamento termico di ricottura [152,153], poiché il reticolo iniziale è formato da particelle molto più fini (pochi nm) e/o da particelle grossolane che con il riscaldamento diventano via via più sferiche. Queste differenze possono essere tranquillamente attribuite ai diversi parametri di produzione, sebbene sia stato chiaramente dimostrato che il numero di particelle nello stato *as-built* dipende anche dalla dimensione del campione [153];
- III. anche all'interno delle celle sono presenti particelle di Si, ma molto più distanziate;
- IV. l'estrema finezza della microstruttura si traduce in proprietà meccaniche molto elevate dei campioni *as-built* a scapito di una bassa duttilità. I valori UTS tipici per i campioni *as-built* vanno da 340 [154] a 473 MPa [155]; i valori inferiori vengono solitamente osservati quando la deformazione a rottura è particolarmente bassa (1,5% e 7,7% in [154] e [155] rispettivamente);
- V. l'eccessiva fragilità dei campioni *as-built* può essere in qualche modo attenuata da un trattamento termico di ricottura o distensione, che provoca un aumento della deformazione a rottura ma riduce sostanzialmente l'UTS [150,152,156]. Un trattamento di distensione effettuato a 300 °C provoca la parziale separazione della rete continua di Si che delinea le celle nonché un moderato accrescimento delle particelle di Si.

Le leghe Al–Si–Mg sono potenzialmente buoni candidati per molte applicazioni, a partire dalle industrie motoristiche, automobilistiche e aerospaziali, o quelle per la produzione di componenti degli scambiatori di calore. Questi materiali, ed in particolar modo la lega AlSi10Mg, sono quindi ampiamente utilizzati per realizzare parti di fusione leggere e sottili. In questo contesto della tecnologia *additive* in rapido sviluppo, è del tutto naturale che la maggior parte degli studi abbia indagato le correlazioni tra struttura, trattamenti termici e proprietà meccaniche a temperatura ambiente dell'AlSi10Mg prodotto da AM, mentre solo una minoranza di essi ha considerato le proprietà ad alta temperatura di questo materiale. La scarsa resistenza al creep caratteristica delle leghe di alluminio ha logicamente portato a trascurare spesso lo studio di questo fenomeno nelle leghe pressofuse.

Il creep della lega AM-AlSi10Mg, per esempio, è stato studiato solo da Read et al. [154], che hanno effettuato pochi esperimenti, e da Elan Uzan et al [157]; questi ultimi hanno studiato la risposta a creep della lega dopo distensione a 300 °C per 2 h, conducendo 7 esperimenti (4 test a 225 °C con carico 117, 127, 137 e 147 MPa e 3 test aggiuntivi con carico 117 MPa a 250, 275 e 300 °C). I dati in [154] e [157], tuttavia, forniscono un quadro sufficientemente dettagliato della risposta del materiale a una temperatura che è ben al di sopra di qualsiasi limite operativo tipico per una lega come l'AlSi10Mg, e quindi, sebbene molto utili per interpretare alcuni micromeccanismi, sono di scarso interesse per qualsiasi potenziale applicazione della lega.

È stato dimostrato in modo evidente che ad alta temperatura, durante la ricottura [150,151] o il creep [157], le particelle di Si sferoidizzano e subiscono un accrescimento; pertanto, a fine test, la regione eutettica assume la forma di una distribuzione densamente spaziata di particelle globulari più o meno fini di Si. Le leghe AlSi, dunque, si comportano come composti a matrice metallica di qualche tipo in cui le particelle di Si agiscono come rinforzi [158,159]. Per questo motivo, in questo lavoro si è analizzata nel dettaglio la risposta al creep

di questi compositi naturali rinforzati con particelle di Si di dimensioni nm sia con una rivisitazione del modello di base di Sandström, sia con la validazione di quanto supposto mediante prove sperimentali di creep.

Lo scopo prefissato all'inizio di questo studio era triplice:

1. fornire un modello costitutivo, con una solida base fisica, per la descrizione dei risultati di creep della lega AlSi10Mg prodotta da AM, creato sulla base delle peculiarità già assodate sulla microstruttura e la sua evoluzione;
2. colmare la lacuna nella conoscenza della risposta alle alte temperature della lega prodotta da AM, studiandone il comportamento a creep in un intervallo di temperatura abbastanza vicino a qualsiasi potenziale applicazione;
3. validare la previsione del modello fisico con la nuova matrice di dati sperimentali di creep.

7.2. Un modello del materiale e le equazioni costitutive

7.2.1. Il modello del materiale

Il primo scopo di questo studio era fornire un modello di materiale (MM) in cui possano essere facilmente riconosciute tutte le principali caratteristiche microstrutturali delle leghe da manifattura additiva. Il presupposto fondamentale è che la risposta a creep, in particolare la dipendenza della velocità minima di creep da stress e temperatura, dipenda sostanzialmente dalle caratteristiche microstrutturali, cioè dal movimento delle dislocazioni e dalle interazioni dislocazione-ostacolo.

È ragionevole ritenere che le caratteristiche strutturali a una macro e meso-scala (dimensione delle pozze fuse, dimensione e morfologia dei grani

colonnari, distribuzione disomogenea degli elementi di soluto ecc.) abbiano effetto prevalentemente sui meccanismi di danneggiamento e quindi causino un inizio precoce di creep terziario. Per questo motivo il loro effetto verrà trascurato in questa sede.

Come già introdotto, a livello submicrometrico la microstruttura della lega *as-built* consiste in celle molto piccole circondate da una rete di regioni eutettiche che, dopo la deposizione, la ricottura o all'inizio del test, sono decorati con una distribuzione fine e densa di particelle di Si di dimensioni nanometriche. Le celle, che contengono particelle fini distanziate, costituiscono chiaramente una zona dolce che la dislocazione può attraversare facilmente. Al contrario, le regioni eutettiche costituiscono delle zone dure che rappresentano un forte ostacolo al movimento delle dislocazioni [149]. Su queste basi, con la regola delle miscele, tipicamente utilizzata per i compositi, è stato creato un materiale modello che esemplifica la microstruttura di una tipica lega AlSi10Mg prodotta da AM (Fig. 7. 1).

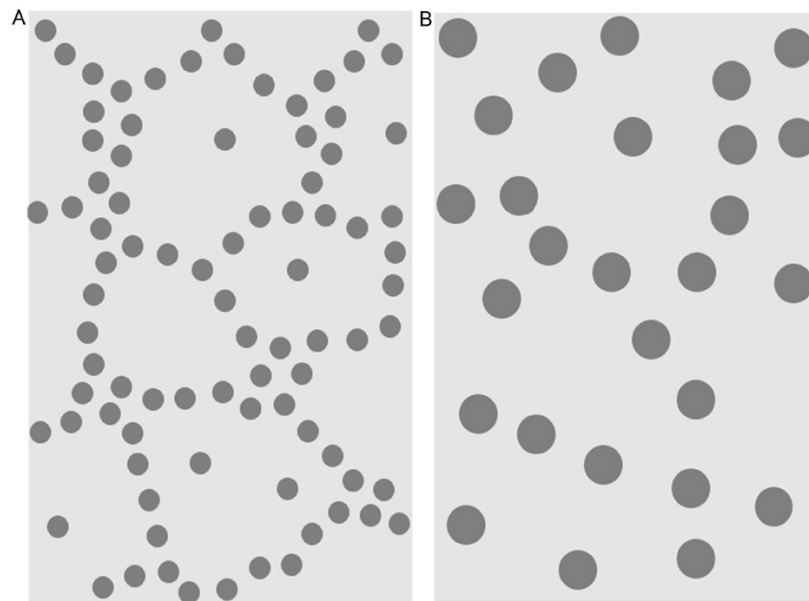


Fig. 7. 1: (A) Rappresentazione schematica della microstruttura del MM formato da celle di Al circondate da una rete di particelle di Si; (B) rappresentazione della stessa struttura, con lo stesso ingrandimento, dopo che poche particelle hanno subito la maturazione di Ostwald, raddoppiando in diametro mentre un alto numero di queste dissolve. Sebbene siano ancora nelle loro originarie posizioni, le particelle sopravvissute sembrano avere una distribuzione più omogenea.

Il MM è quindi pensato come una rappresentazione semplificata della reale microstruttura, descritta su scala submicrometrica, tralasciando le caratteristiche macro e meso-strutturali. Il MM ideato è formato da celle con un diametro di 500 nm circondate da una “rete” di zone dure in cui è dispersa una distribuzione fine di particelle di Si di dimensione media pari a 50 nm. All’interno delle celle le particelle, la cui distanza iniziale (da centro a centro) è di 200 nm, sono distribuite in modo omogeneo; una volta che la dislocazione, nel suo movimento di scorrimento, arriva al confine della zona dura incontra una serie di particelle la cui distanza da centro a centro si presume sia di 100 nm, il che dà una distanza da superficie a superficie di 50 nm. La frazione volumetrica totale delle zone dure nelle regioni eutettiche è stata stimata intorno al 25%, il resto è costituito dagli interni più dolci delle celle. Sia nella zona dolce che in quella dura vi è una certa quantità di Si e Mg in soluzione solida. Le particelle crescono durante il creep e, di conseguenza, la distanza tra le particelle diventa maggiore, esattamente come succede nel caso delle leghe da invecchiamento (cfr. capitolo precedente). Per una frazione volumetrica costante della fase rafforzante, la spaziatura tra le particelle può essere considerata inversamente proporzionale al diametro delle particelle, e quindi

$$\text{Eq. 7.1} \quad L = L_0 \frac{d}{d_0}$$

dove L e L_0 sono la distanza tra le particelle da superficie a superficie, d e d_0 le dimensioni delle particelle rispettivamente al tempo t e all'inizio della prova t_0 .

Per quanto riguarda le particelle all'interno delle celle, si è ipotizzato che la distanza delle particelle aumentasse nel tempo a causa dell'accrescimento competitivo, fino a che la distanza interparticellare arriva alla metà del diametro della cella (250 nm). Da questo momento in poi si è supposto che la distanza interparticellare rimanesse sostanzialmente costante per una durata maggiore. Questa ipotesi implica che, anche per lunghi periodi di esposizione,

almeno una singola particella rimanga all'interno della cella. La *Fig. 7. 1*, che illustra schematicamente l'evoluzione della microstruttura del MM durante l'esposizione ad alte temperature, suggerisce che, in presenza di fenomeni di accrescimento/maturazione, il materiale diventa sempre più omogeneo in termini di distribuzione delle particelle.

L'altro principale presupposto di base, necessario per sviluppare un modello basato sulla fisica che sia facile da gestire, è che sia la zona dura che quella morbida si deformino con una velocità di deformazione simile; in tal caso, la sollecitazione totale può essere calcolata come

$$\sigma = f_H \sigma_H + (1 - f_H)\sigma_S$$

dove σ_H e σ_S sono le tensioni che agiscono rispettivamente sulle zone dure e dolci [160].

Nella trattazione si è scelto di trascurare, per semplicità, qualsiasi possibile effetto delle tensioni residue pregresse introdotte nei campioni di creep dai gradienti termici tipici della stampa da AM; si può ritenere infatti che l'esposizione ad alta temperatura, durante il riscaldamento del campione e il mantenimento ad alta T (l'intero processo è durato 3 h ad ogni prova), dovrebbe essere stata sufficiente a provocare la progressiva riduzione di eventuali tensioni residue presenti indotte dalla stampa.

7.2.2. Equazioni per il creep dislocativo nell'Al: i termini di rafforzamento

Ancora una volta come base di sviluppo si è usato il modello costitutivo proposto da Sandström per il Cu [16,43,50], per i cui dettagli e derivazione si

rimanda ai precedenti capitoli (in particolare capitolo 2 e 3). Rispetto all'Eq. 4.1 del precedente capitolo, nella valutazione della resistenza del materiale (**Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**) può essere trascurata la sollecitazione richiesta per spostare la dislocazione in assenza di altre dislocazioni ed il *viscous drag stress* dovuto alla presenza di atomi di soluto, poiché entrambe queste quantità sono solitamente molto inferiori al termine di rafforzamento delle particelle (vedere [44,103] per una discussione dettagliata).

Lo stress σ_0 rappresenta il contributo rafforzante dovuto all'interazione tra particelle fini e dislocazioni. Nel caso di forti sollecitazioni applicate e/o a bassa temperatura, l'effetto di rafforzamento delle particelle è pari allo stress di Orowan (σ_{Or}), che nella sua forma più semplice può essere calcolato con la ben nota formula [161]:

$$\sigma_{Or} = \frac{0.84mGb}{L}$$

In questo studio, la temperatura massima considerata è di 225 °C e le sollecitazioni in molti casi erano vicine o addirittura superiori allo snervamento del materiale. Su queste basi, analogamente al caso dei compositi rinforzati con nanoparticelle (capitolo 6), dove $\sigma_0 \approx \sigma_{Or}$ per temperature inferiori a 250 °C, il termine di rafforzamento delle particelle è stato assunto uguale allo stress di Orowan.

7.2.3. Evoluzione del termine di rafforzamento da particelle durante l'esposizione ad alta temperatura

Le particelle, una volta precipitate nella frazione volumetrica di equilibrio, si evolvono durante la successiva esposizione ad alta temperatura mediante un processo la cui cinetica è spesso descritta dall'equazione di maturazione di Ostwald (fenomeno di "*Ostwald ripening*") nella forma che abbiamo già visto nel capitolo precedente, e che può essere riscritta come

$$\text{Eq. 7. 2} \quad d^3 = d_0^3 + \frac{64\gamma C_\infty V_m^2}{9RT} D_{eff} t$$

dove d_0 è la dimensione delle particelle iniziali, d la dimensione delle particelle al tempo t , γ l'energia dell'interfaccia, C_∞ la concentrazione di equilibrio delle specie che formano particolato, V_m il volume molare della particella. D_{eff} è il coefficiente di diffusione effettiva che, seguendo Taneike et al [162], può essere scritto come

$$\text{Eq. 7. 3} \quad D_{eff} = D_{Ls} + A_{p1}\rho D_{ps} + A_{p2}\rho_m D_{ps}$$

dove $D_{Ls}=D_{0Ls} \exp(-Q_{Ls}/RT)$ è il coefficiente di diffusione nel reticolo dell'elemento che forma la particella, $D_{ps}=D_{0ps}\exp(-Q_{ps}/RT)$ il coefficiente di *pipe-diffusion* corrispondente e ρ_m la densità di dislocazioni mobili. A_{p1} è l'area della sezione effettiva per la *pipe-diffusion* lungo le dislocazioni, mentre A_{p2} è un'area molto più ampia della sezione efficace per la diffusione che tiene conto dell'effetto di *scavenging* degli atomi di soluto dovuto al movimento delle dislocazioni.

Il secondo termine a destra dell'equazione Eq. 7. 3 rappresenta l'effetto della *pipe-diffusion* lungo i nuclei di dislocazione. Sebbene tenga conto dell'intera popolazione di dislocazioni, la sua entità diventa significativa solo per sollecitazioni molto elevate e/o basse temperature. Infatti la *pipe-diffusion* lungo il nucleo di dislocazione diventa significativa per campioni altamente stressati solo quando la temperatura è così bassa che l'Ostwald ripening è lento e ha effetti trascurabili.

Procedendo con il calcolo della diffusione del Si nell'Al, $Q_{Ls}=124 \text{ kJ mol}^{-1}$ [163]; prendendo $Q_{ps}=0,6Q_{Ls}$, le misurazioni della diffusione di Legros et al. [164] danno $D_{0Ls}=2,7 \times 10^{-5}$ e $D_{0ps}=2,6 \times 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$. Con $A_{p1}=10b^2$ [165], il secondo

termine a destra dell'Eq. 7. 3 diventa confrontabile con D_{Ls} solo a temperature inferiori a 175 °C con $\rho_m=10^{13}m^{-2}$.

L'ultimo termine a destra dell'equazione Eq. 7. 3 rappresenta l'effetto del meccanismo di *scavenging*: la dislocazione nel suo spostamento raccoglie e trascina con sé gli atomi di soluto dalla matrice, aiutando così il meccanismo di trasporto dei soluti. L'area della sezione effettiva A_{p2} è quindi di gran lunga più ampia di A_{p1} e potrebbe essere considerata una funzione della velocità delle dislocazioni, poiché, per una data durata, l'effetto *scavenging* diventa sempre più efficace all'aumentare di questa [162].

Su queste basi, l'Eq. 7. 3 diventa

$$Eq. 7. 4 \quad D_{eff} \approx D_{Ls} + A_{p2}\rho_m D_{ps}$$

usando l'equazione di Orowan

$$Eq. 7. 5 \quad \dot{\epsilon} = \frac{b}{m} \rho_m v_m$$

e combinando l'Eq. 7. 4 con l'Eq. 7. 5 si ottiene

$$Eq. 7. 6 \quad D_{eff} = D_{Ls} + \frac{A_{p2}m}{bv_m} \dot{\epsilon} D_{ps}$$

Supponendo che A_{p2} sia proporzionale alla velocità della dislocazione v_m , allora

$$Eq. 7. 7 \quad D_{eff} = D_{Ls} \left(1 + B' \dot{\epsilon} \frac{D_{ps}}{D_{Ls}} \right) = D_{Ls} \left[1 + B \dot{\epsilon} \exp \left(\frac{Q_{Ls} - Q_{ps}}{RT} \right) \right]$$

In questa espressione, il parametro B ($B=B'D_{ps0}/D_{pl0}$) non dipende dalla sollecitazione, dalla velocità di deformazione né dalla temperatura. L'equazione dell'Ostwald ripening diventa così

$$\text{Eq. 7. 8} \quad d^3 = d_0^3 + K_g D_{Ls} t + K_g D_{Ls} B \exp\left(\frac{Q_{Ls} - Q_{ps}}{RT}\right) \dot{\epsilon} t$$

con

$$\text{Eq. 7. 9} \quad K_g = \frac{64\gamma C_\infty V_m^2}{9RT}$$

Questa espressione è sostanzialmente equivalente a quella usata in [162], e contiene un termine che aumenta linearmente con $\dot{\epsilon} t$, cioè con la deformazione. Quindi, osservando l'Eq. 7. 8 si può affermare, senza commettere errori, che l'accelerazione dell'Ostwald ripening in campioni deformati dipende dalla velocità di deformazione [162,166], o dallo stress (poiché la velocità di deformazione è una funzione dello stress applicato) [167,168] o anche dalla deformazione [165,169,170].

Riprendendo $Q_{Ls}=124 \text{ kJ mol}^{-1}$ (con $Q_{ps}=0.6D_{0Ls}$), i due parametri rimanenti da stimare sono $D_{pl0}K_g$ e B. Per semplificare il calcolo si può trascurare la debole dipendenza di K_g dalla temperatura. Per stimare $D_{0Ls}K_g$ anche in questa fase iniziale dell'analisi si possono usare i dati sull'accrescimento delle particelle di Si dopo 6 ore a temperature comprese tra 300 e 400 °C in una lega Al-12Si prodotta da AM [156], e si ottiene $D_{0Ls}K_g = 2 \times 10^{17} \text{ nm}^3 \text{ h}^{-1}$ (Fig. 7. 2).

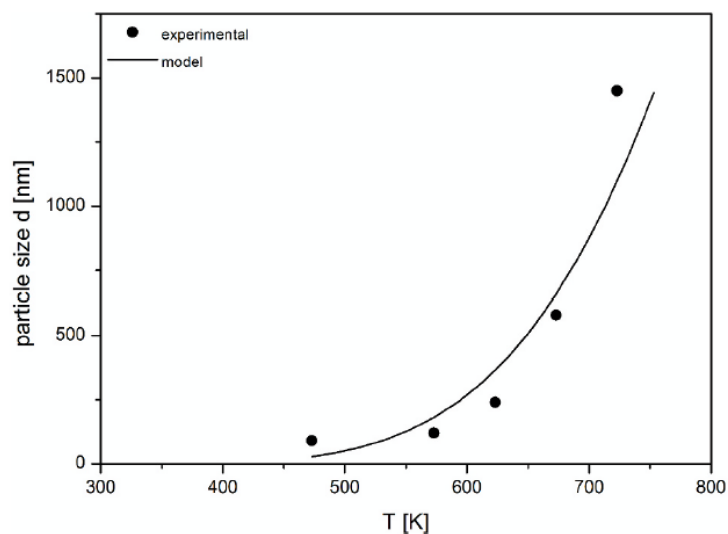


Fig. 7. 2: Calcolo dell'aumento di dimensioni del Si mediante la maturazione di Ostwald (dati da [156]). [171]

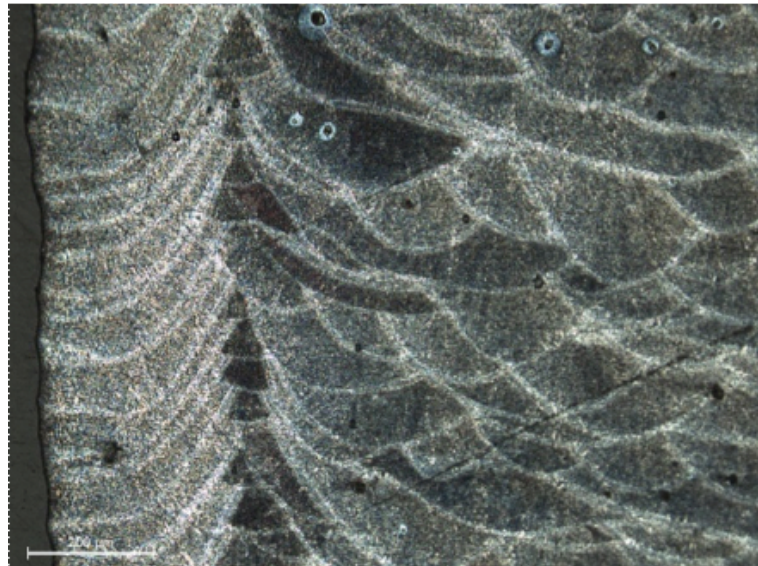
7.3. Procedure sperimentali

Per la validazione sperimentale del modello di questo studio sono stati eseguiti test di creep, secondo le procedure sperimentali descritte nell'appendice A, su campioni in una lega Al-9,6%Si-0,38%Mg stampati con una macchina SML500, con direzione di crescita nella stampa parallela all'asse del campione (direzione di caricamento del creep) con i seguenti parametri di deposizione: temperatura del substrato 150 °C, potenza laser 350 W, dimensione spot 80 μm, velocità di scansione 1,15 m/s, *hatch spacing* 170 μm, *layer thickness* 50 μm. Le prove di creep a trazione a carico costante sono state condotte in aria a 150, 175, 205 e 225 °C.

7.4. Risultati sperimentali

7.4.1. Microstruttura dei campioni allo stato *as-built*

Una prima osservazione della microstruttura dei campioni è stata effettuata mediante microscopia ottica, dalle micrografie riportate in *Fig. 7.4* è possibile osservare la tipica conformazione microstrutturale, detta "*fish scale*", di una lega prodotta per LPBF. Informazioni più dettagliate sulla microstruttura sono state ottenute mediante osservazione al microscopio elettronico a scansione.



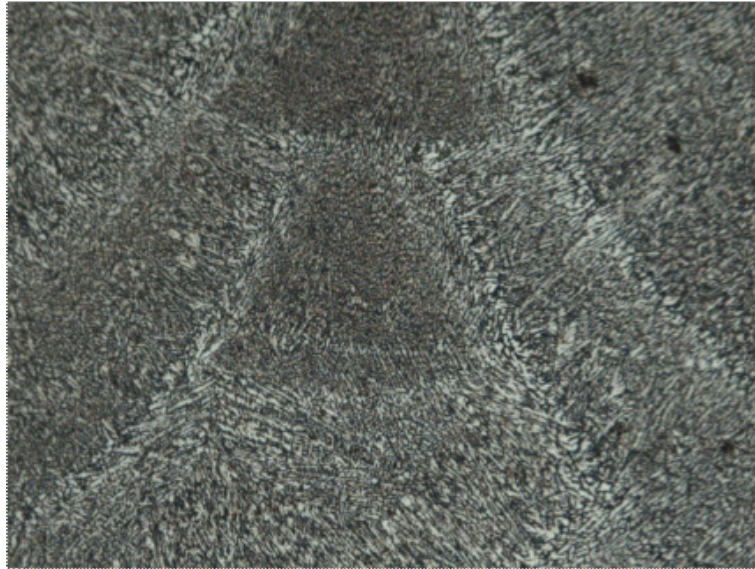


Fig. 7. 3: Microstruttura rappresentativa del campione prodotto da AM allo stato as-built osservata mediante OLM, si noti la lampante differenza morfologica tra bordo ed interno del campione che scaturisce dalla metodologia di scansione utilizzata per la stampa. [172]

La Fig. 7. 4 mostra un esempio rappresentativo della microstruttura, osservata al SEM, della lega *as built* oggetto del presente studio dopo essere stata testata a creep. La Fig. 7. 5 mostra la stessa microstruttura a un ingrandimento maggiore su cui è stata effettuata la microanalisi puntuale EDS in una regione ricca di Si, riconoscibile per la presenza di particelle arrotondate di colore grigio scuro (indicata in figura con il punto rosso), e nella matrice Al (punto blu nella figura). Poiché l'EDS nella misura ha risentito della composizione del metallo in una regione più grande di quella indicata con i punti in Fig. 7. 5, in entrambi i casi l'analisi ha incluso una porzione della matrice e un determinato numero di particelle, ma già con questa semplice analisi si è avuta la conferma che le regioni eutettiche sono molto più ricche di Si, come attesta la presenza di un maggior numero di particelle.

Come previsto, la microstruttura osservata presenta tutte le caratteristiche tipiche dei materiali processati da AM, che sono chiaramente delineate in [149]. Su scala più fine, la microstruttura è formata principalmente da cellule di poche centinaia di nm circondate da regioni eutettiche.

Una grande differenza tra il materiale esaminato in questo studio e la lega di composizione simile descritta in [149] è data dalla dimensione delle particelle di Si presenti. La lega studiata da Wu et al. era caratterizzata da particelle di dimensioni estremamente fini, mentre la lega studiata nel presente studio è più simile ai materiali indagati in [153], dove le particelle di Si sono più grandi.

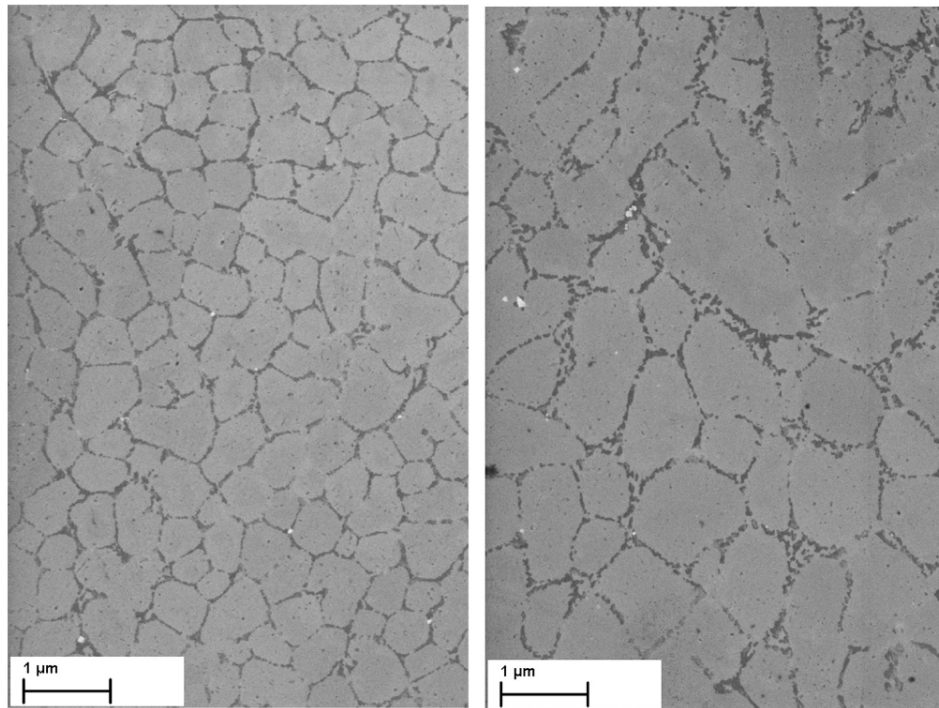


Fig. 7. 4: Micrografie rappresentative della tipica microstruttura del campione su scala sub-micrometrica. Sebbene complessivamente la morfologia rimane simile, la dimensione delle celle in qualche modo varia da zona a zona all'interno dello stesso campione (si noti la differenza tra la prima e la seconda micrografia, dove quest'ultima è stata presa in una zona termicamente alterata). [171]

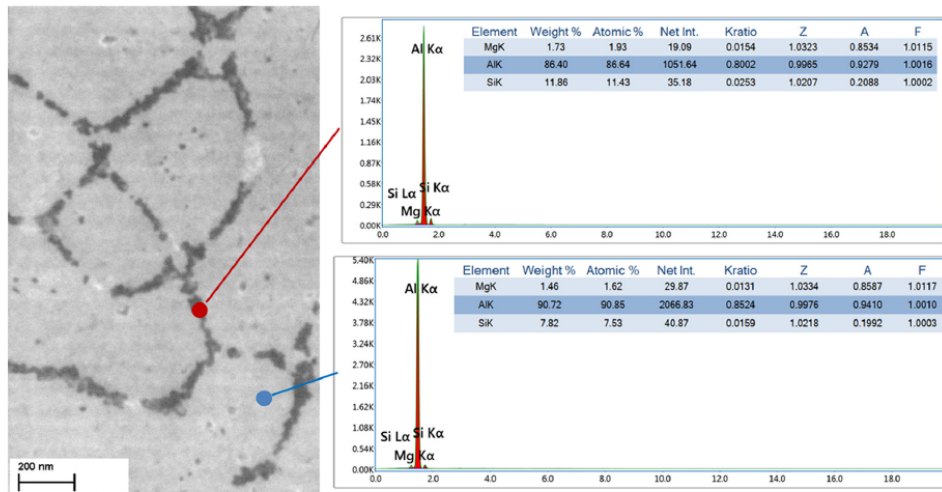


Fig. 7. 5: Una micrografia a maggior ingrandimento, dove è stata effettuata la microanalisi EDS su particelle arrotondate di colore grigio scuro (indicate in figura con il punto rosso) e sulla matrice di Al (punto blu in figura). [171]

7.4.2. Risultati delle prove meccaniche

Le Fig. 7. 6 e Fig. 7. 7 mostrano l'andamento tipico dei dati ottenuti dalle prove di creep. La forma della curva è completamente convenzionale, con una regione primaria ben definita, un intervallo di velocità di scorrimento minimo e uno stadio terziario che porta rapidamente alla frattura (Fig. 7. 7). Come normalmente accade quando la lega testata è allo stato *as-built*, l'allungamento a rottura è limitato, raramente supera $\epsilon = 0,06$.

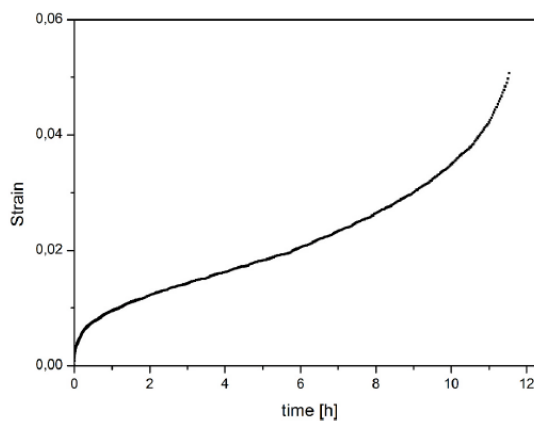


Fig. 7. 6: Esempio rappresentativo dell'andamento delle curve di creep, nello specifico è stata riportata la curva ottenuta a 175 °C e 200 MPa. [171]

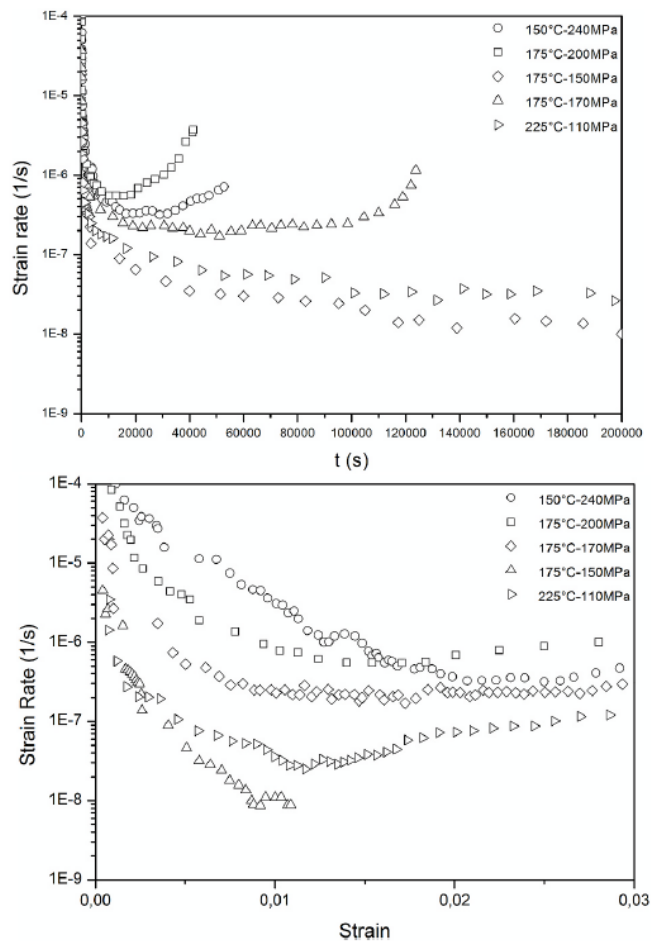


Fig. 7. 7: Tipica forma delle curve di creep, nel primo grafico si riporta la velocità di deformazione in funzione del tempo, nel secondo la velocità di deformazione in funzione della deformazione. [171]

La Fig. 7. 8 mostra la velocità minima di creep ($\dot{\epsilon}_m$) in funzione della sollecitazione applicata all'inizio della prova (per i campioni testati sopra la tensione di snervamento, nella stima della tensione reale all'inizio della prova sono stati considerati l'allungamento plastico istantaneo e la conseguente riduzione di sezione resistente). La figura traccia le linee rette rappresentative dell'equazione fenomenologica convenzionale della legge di potenza (Eq. 1.5)

$$\dot{\epsilon}_m = A(T)\sigma^n$$

mediante la quale si è ricavato l'esponente di sollecitazione n , che aumenta al diminuire della temperatura da 15 a 22. Questi valori molto elevati

dell'esponente della sollecitazione sono tipici di queste leghe e possono essere ricondotti all'effetto rinforzante dell'interazione particella-dislocazione che agisce su scala submicrometrica [158]. Si osserva una notevole dispersione, che diventa particolarmente evidente nel caso del dataset più numeroso, quello ottenuto alla temperatura più bassa; questa dispersione può essere attribuita alle eterogeneità della mesostruttura tipica dei campioni AM, che potrebbero accelerare i meccanismi di danneggiamento portando alla frattura precoce.

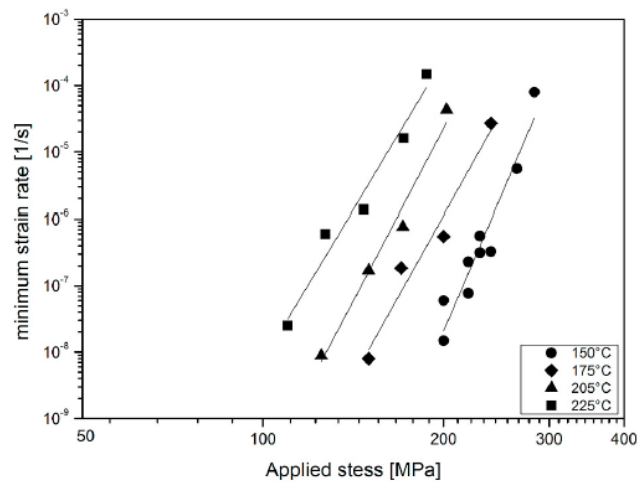


Fig. 7. 8: Dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato. [171]

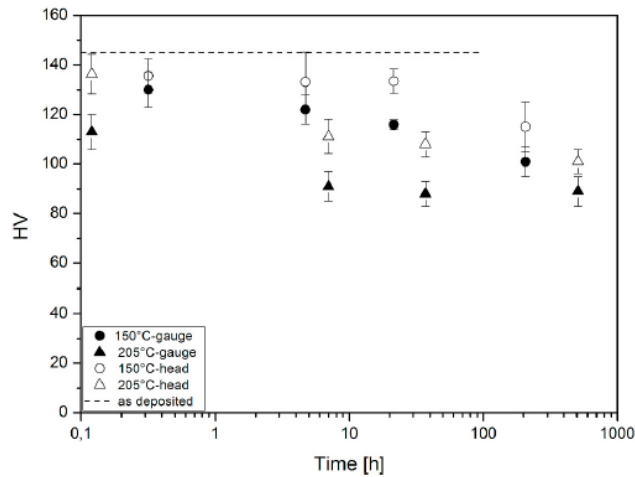


Fig. 7. 9: Variazione della durezza in funzione del tempo di esposizione a 150 e 205 °C, misurata sulle teste dei campioni e sul tratto utile dopo la prova di creep a differenti carichi. La durata del test riportata nel grafico non comprende la fase di riscaldamento e permanenza alla temperatura di test, che ammonta complessivamente per ogni prova a circa 3 ore. Per completezza in figura è stato riportato il valore di durezza del campione allo stato as-built per poterlo confrontare (145±7HV). [171]

La *Fig. 7. 9* mostra la variazione della durezza con il tempo di esposizione ad alte temperature (150 e 205 °C) misurata sulle teste dei campioni e lungo il tratto utile. Come si può ragionevolmente prevedere, sia sulle teste che sul tratto utile, la durezza diminuisce con l'aumentare del tempo di esposizione; tuttavia, la durezza nel tratto utile rimane invariabilmente molto inferiore a quella sulle teste, nonostante lo stress abbia introdotto un'elevata densità di dislocazioni nel campione, in particolare nel provino testato ad alti carichi (breve durata della prova). Questo comportamento è tipico di molti materiali in cui la presenza di una sollecitazione applicata ad alta temperatura, e la conseguente deformazione, provoca rapido degrado della microstruttura, e, in particolare, una pronunciata accelerazione del ripening e/o accrescimento delle particelle [162,165,167–170]. Pertanto, la *Fig. 7. 9* rappresenta un'indicazione inequivocabile che il materiale analizzato ha subito una degradazione microstrutturale accelerata da stress (o deformazione) durante il creep.

7.5. Analisi dei dati ottenuti

7.5.1. Il creep della lega *as-built*

L'insieme delle equazioni costitutive del modello, illustrate nella Sezione 7.2, fornisce un valido strumento per prevedere il comportamento del MM che, in primo luogo, si ritiene che si avvicini bene alla descrizione della lega AM reale, una volta valutata opportunamente la legge di accrescimento/maturazione delle particelle rafforzanti. Nel momento di minima velocità di deformazione, l'Eq. 7. 8 può essere riscritta come

$$\text{Eq. 7. 10} \quad d^3 = d_0^3 + K_g D_{pL0} t_m \exp\left(\frac{Q_{Ls}}{RT}\right) \left[1 + \exp\left(\frac{Q_{Ls}-Q_{ps}}{RT}\right) B \dot{\epsilon}_{av}\right]$$

dove $\dot{\epsilon}_{av}$ è la velocità media di creep mostrata dal campione fino al raggiungimento del valore minimo (ovviamente, il tempo t_m non include il tempo di riscaldamento e di mantenimento prima del caricamento, nell'ipotesi che queste durate siano troppo brevi per causare un aumento di dimensione importante delle particelle). Nel caso della curva illustrata in *Fig. 7. 6*, risulta che $\dot{\epsilon}_{av} \cong 10\dot{\epsilon}_m$, questo valore è stato usato per tutti gli esperimenti, ottenendo

$$\text{Eq. 7. 11} \quad d^3 = d_0^3 + K_g D_{pL0} t_m \exp\left(\frac{Q_{Ls}}{RT}\right) \left[1 + 10 \exp\left(\frac{Q_{Ls}-Q_{ps}}{RT}\right) B \dot{\epsilon}_m\right]$$

Per una condizione sperimentale che si traduce in una determinata velocità di deformazione, il tempo corrispondente alla velocità minima di creep può essere approssimativamente ricavato da un'equazione nella forma

$$\dot{\epsilon}_m t_m = c_m$$

con $c_m = 5.94 \times 10^{-3}$ (tempo in s). Questa stima, ottenuta dal singolo test di *Fig. 7. 6*, si è rivelata sostanzialmente corretta per tutte le curve ottenute a diversi carichi e temperature.

L'ultimo parametro da determinare è la costante B. La dimensione e distribuzione delle particelle nei campioni dopo creep non sono state analizzate quantitativamente, poiché ciò andava ben oltre lo scopo dello studio, ed il valore B è stato stimato dal valore della minima velocità di creep di *Fig. 7. 6*, in modo che il modello fornisse un valore confrontabile con quello sperimentale. Un risultato eccellente si ottiene con $B = 10s^{-1}$. Una volta determinato B, si può facilmente ricavare la dimensione della particella, quindi la distanza

interparticellare L, in corrispondenza di una data velocità minima di creep, e quindi lo stress corrispondente nel MM.

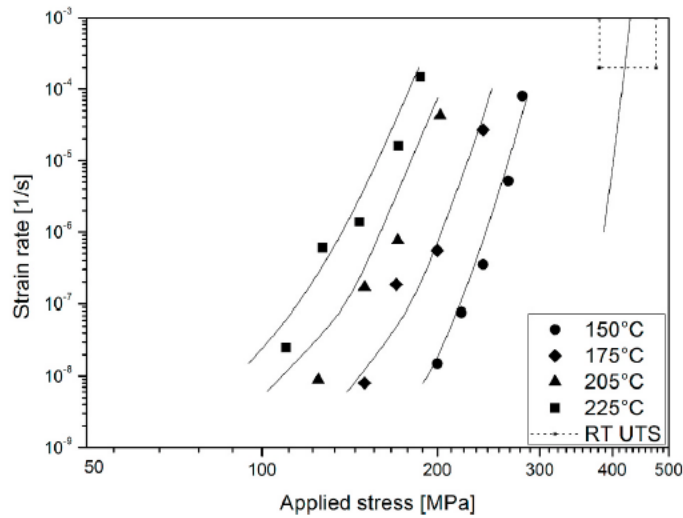


Fig. 7. 10: Dipendenza della velocità minima di creep dallo stress applicato, confronto tra le curve ottenute dal modello per il MM ed i dati sperimentali ottenuti. In figura inoltre è stata rappresentata la curva che descrive la massima resistenza per una data velocità di deformazione, ed un intervallo di sollecitazioni a rottura di prove riportate in letteratura (linea tratteggiata) [149,150,152,154,155]. [171]

In *Fig. 7. 10* sono riportate le curve del modello; per ricavarle non è stato eseguito nessun adattamento dei dati sperimentali, ad eccezione del calcolo di B dall'esperimento a 175 °C-200 MPa descritto nel precedente paragrafo. La concordanza tra le curve per il MM ed i dati sperimentali è eccellente, con deviazioni significative osservate solo a 205 °C ed a 225 °C in regime di basse sollecitazioni.

Sebbene il modello fosse finalizzato a descrivere la risposta a creep, in linea di principio potrebbe essere utilizzato – seppure con molta cautela- per estrapolare il comportamento a temperatura ambiente della lega sotto forma di sollecitazione massima per una data velocità di deformazione, cioè come sollecitazione a rottura ottenuta mediante prove di trazione, da confrontare con la condizione di massima resistenza durante il creep, cioè con la minima velocità di creep a una data sollecitazione. In questo caso, non è prevista l'accrescimento delle particelle. Pertanto, in *Fig. 7. 10* è stata presentata anche

la curva del modello a temperatura ambiente, che rileva anche gli intervalli tipici di resistenza a trazione riportati in letteratura; una lega con una microstruttura simile al modello qui presentato dovrebbe mostrare uno sforzo di trazione massimo vicino a 400 MPa, che sembra essere una stima abbastanza affidabile ma conservativa.

7.5.2. Il creep della lega dopo ricottura

Un modello completo dovrebbe essere in grado di prevedere il comportamento del materiale anche in diversi stati iniziali, ad esempio dopo la ricottura di distensione. Se si suppone che il MM descritto nella sezione 2 sia sottoposto a ricottura a 300 °C per 2h, come nel caso della lega testata da Elan Uzan et al [157], allora, secondo l'Eq. 7. 8, dopo la ricottura, la popolazione iniziale di particelle da 50nm si accresce fino a 128nm. Prendendo $d_0 = 128$ nm si possono facilmente ottenere le curve del modello per i test effettuati a 225 °C e a temperatura ambiente. Le curve del modello sono presentate in Fig. 7. 11 e confrontate con i dati sperimentali a 225 °C [157] e a temperatura ambiente [173].

Non è stato richiesto alcun adattamento, poiché sono stati utilizzati lo stesso modello e gli stessi parametri della sezione precedente. L'accordo tra esperimenti e curve è notevolmente accurato, in particolare se si tiene conto del fatto che la microstruttura *as-deposited* della lega testata in [157] era leggermente diversa da quella del MM, e che si è utilizzato lo stesso valore di c_m , assunzione non necessariamente corretta . In ogni caso, la scala ingrandita in figura non rende giustizia della precisione relativa del modello anche a temperatura ambiente, poiché la differenza tra il valore stimato e misurato della condizione di massima resistenza è semplicemente compresa tra il 5 e il 7%.

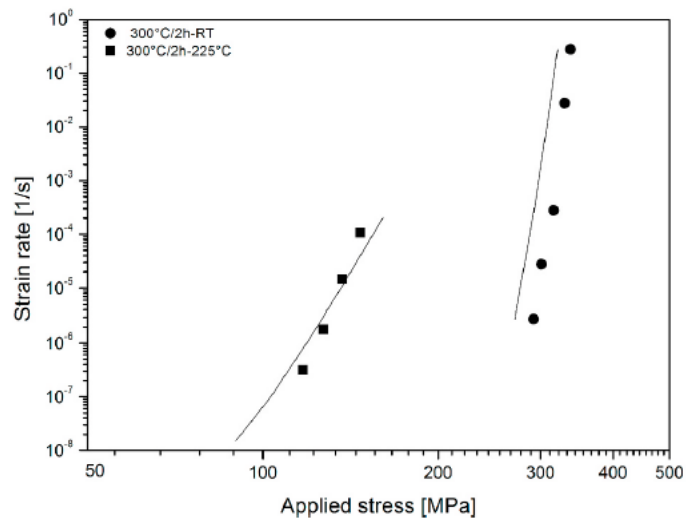


Fig. 7. 11: Velocità minima di creep a 225 °C [157] e resistenza a trazione a diverse velocità di deformazione a temperatura ambiente [173] per una lega ricotta a 300 °C per 2 h. La figura inoltre riporta le curve calcolate mediante le equazioni costitutive del modello qui discusso. [171]

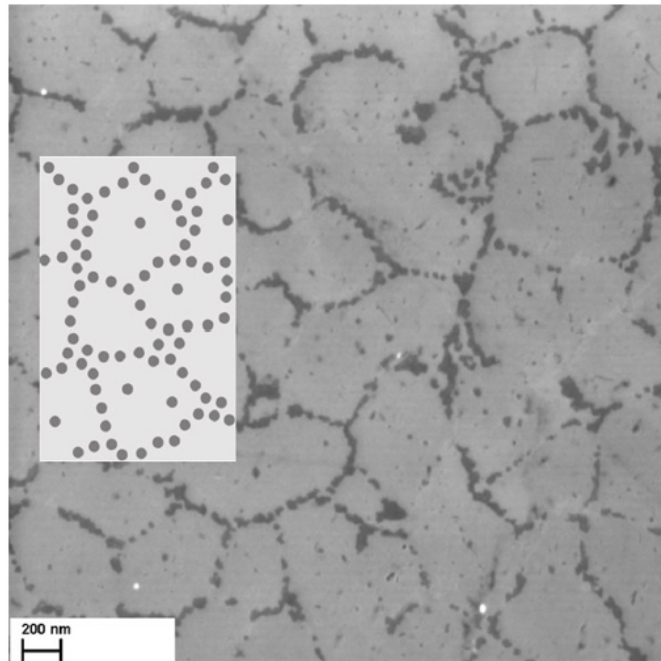


Fig. 7. 12: Comparazione qualitativa tra la microstruttura del campione *as-built* (Fig. 7. 4) e la rappresentazione schematica della microstruttura del MM (Fig. 7. 1). [171]

7.5.3. Considerazioni sul MM

Il modello qui presentato potrebbe rappresentare un potente strumento per prevedere il comportamento del materiale, una volta disponibili alcuni dati preliminari.

La *Fig. 7. 12* sovrappone un esempio della microstruttura della lega reale (*Fig. 7. 4*) e un riquadro con lo schema del MM di *Fig. 7. 1*. La figura mostra chiaramente che la rete continua di particelle di Si della *Fig. 7. 4* è relativamente diversa dalla dispersione di particelle equiassiche da 50 nm nelle regioni eutettiche di *Fig. 7. 1*. Tuttavia, nel metallo reale molte particelle sono agglomerate o disposte a formare brevi catene continue, per cui se si considera l'insieme di queste particelle molto fini contigue come un'unica particella più grande, la differenza tende a sfumare, anche se permane una differenza morfologica fra la configurazione reale e le sfere del MM. D'altra parte è assodato che l'esposizione ad alta temperatura provoca la sferoidizzazione del Si [157], pertanto la microstruttura effettiva del campione dopo creep diventa ancora via via più simile a quella riportata nella seconda immagine di *Fig. 7. 1*. Questa osservazione implica che il modello fornisce una descrizione migliore della microstruttura effettiva di quanto ci si possa aspettare confrontando semplicemente la prima immagine di *Fig. 7. 1* e la *Fig. 7. 4*.

Una doverosa considerazione da fare che, come accennato in precedenza, il modello non tiene conto delle eterogeneità della mesostruttura tipica dei prodotti da AM (dimensione dei grani colonnari, effetto di melt-pool sovrapposti, ecc.). D'altra parte, le previsioni del modello sono sufficientemente accurate da confermare che i principali meccanismi che governano la velocità di creep sono legati all'interazione tra particelle e dislocazioni, mentre le altre questioni microstrutturali potrebbero giocare un ruolo significativo solo influenzando i meccanismi di danneggiamento, portando a rottura precoce e ad una relativamente ampia dispersione dei dati.

8. Considerazioni conclusive

Il presente studio costituisce un tentativo di mettere a punto un modello costitutivo basato sulla fisica delle leghe, in grado di descrivere il comportamento a creep di leghe di alluminio.

A questo scopo, un modello precedentemente sviluppato per il rame puro da un gruppo di ricerca svedese, e successivamente esteso a descrivere l'alluminio puro, è stato implementato per gradi in modo da poter interpretare e prevedere la risposta a creep, in termini di dipendenza della velocità minima di creep da tensione e temperatura) di materiali via via più complessi. Nella prima fase dello studio sono stati considerati dati sperimentali di comprovata validità, ottenendo eccellenti descrizioni. In particolare, sono stati analizzati nella prima fase:

- i. la risposta a creep delle leghe Al-Mg. In questo caso è stato necessario proporre una formulazione che tenesse conto dell'effetto degli atomi di Mg (meccanismo del *viscous glide*); a questo scopo la trattazione dell'effetto del P nel Cu puro, originariamente proposta da Sandström e coautori, è stata utilizzata anche per il Mg nell'Al. Il risultato è stato una eccellente descrizione dei dati di letteratura, per queste leghe monofasiche;
- ii. la risposta a creep dei compositi in matrice di Al puro o lega Al-Mg rinforzati da particelle fini di ossido; lo step successivo è consistito nel considerare l'effetto di particelle stabili e molto fini. In questo caso si è dimostrato come le particelle esercitassero un effetto di rafforzamento largamente più efficace degli altri meccanismi di indurimento. La nuova versione del modello teneva conto del fatto che il cammino libero medio della dislocazione, in questi materiali, diventa equivalente alla distanza tra particelle nanometriche. La nuova equazione costitutiva forniva un'eccellente descrizione della

dipendenza dalla velocità di deformazione minima della sollecitazione e della temperatura applicate e spiega la ridotta velocità di creep osservata in questi materiali rispetto alle leghe convenzionali. La frazione volumetrica e la dimensione del particolato fine assumono quindi un ruolo chiave nel determinare la risposta a creep di questi materiali, in combinazione con l'interazione tra particelle e dislocazioni. Questo meccanismo è stato descritto, come di consueto nelle leghe rinforzate con particelle, introducendo un back stress, che in generale è proporzionale allo stress di Orowan e ha la natura di un *threshold stress* reale. Nonostante la natura fenomenologica della dipendenza del *threshold stress* dalla temperatura, il modello proposto risulta pienamente adatto a descrivere la risposta a creep di materiali a base di alluminio rinforzati con particelle. Il parametro discriminante risultava quindi la spaziatura interparticellare, dipendente da dimensione delle particelle e loro frazione in volume. Anche in questo caso, dunque, il modello, opportunamente implementato, forniva una descrizione eccellente e versatile dei dati in letteratura, mostrando eccellenti capacità predittive.

In entrambi i casi sopra citati, il modello richiedeva la conoscenza di pochi parametri, per essere in grado di descrivere efficacemente i dati sperimentali, senza richiedere estese azioni di best-fitting dei dati sperimentali.

Una volta mostrate le potenzialità del modello, si è passati alla seconda fase, partendo dall'effettuazione di prove sperimentali su materiali reali di interesse ingegneristico e con microstrutture complesse ed instabili. Nella seconda fase dello studio si sono quindi considerati:

- iii. una lega 2024-T3 sottoposta a Friction Stir Processing; sono state condotte prove di creep e studi microstrutturali, dimostrando l'importanza di parametri come la natura e la spaziatura delle fasi indurenti, che, a differenza dei materiali considerati nelle fasi

precedenti, non rimangono costanti durante l'esposizione a creep. L'effetto di degradazione delle proprietà resistenziali è stato opportunamente descritto, in modo da essere in grado di prevedere la spaziatura interparticellare al momento in cui si registrava il minimo della velocità di deformazione. La complessità del modello naturalmente si accresceva notevolmente, a causa della necessità di tener conto dei fenomeni di Ostwald ripening, notevolmente accelerati dall'applicazione del carico. Inoltre, si rendeva anche necessario stimare l'effetto di rafforzamento dei grani fini (meccanismo di Hall-Petch), e la sua dipendenza dalla temperatura. Nonostante la complessità, che però risiedeva esclusivamente nella difficoltà di stimare a-priori l'effetto di rafforzamento dopo una certa esposizione ad una data temperatura e sotto un certo carico di prova, il modello costitutivo rimaneva sostanzialmente invariato, e manteneva le sue notevoli capacità descrittive e predittive.

- iv. nell'ultima fase si è presa in considerazione una lega AlSi10Mg prodotta per additive manufacturing, effettuando prove a breve termine a diverse temperature. In questo caso la complessità della microstruttura si accresceva ancora. Oltre ad avere zone in cui una soluzione solida diluita era rinforzata da particelle instabili (il Si), il materiale era anche costituito da zone in cui la densità delle particelle era molto più elevata (zone dell'eutettico). E' stato necessario quindi il modello del composito, attraverso la "*rule of mixtures*". Si è quindi concepito un "materiale modello", costituito da zone dolci e da zone molto più dure, ad ognuna delle quali, nell'ipotesi che entrambe si deformassero alla stessa velocità, si applicavano i modelli costitutivi sviluppati negli step i-iii. Le tensioni necessarie a deformare le due zone venivano poi combinate con la σ , per ottenere la resistenza complessiva del materiale. Ancora una volta si otteneva una eccellente descrizione dei dati, in grado anche

di tener conto, seppure in maniera semplificata, dei fenomeni di *Ostwald ripening*. Il modello, ancora una volta, richiede un metodo di stima del tempo di esposizione che corrisponda ad una certa velocità minima di creep.

Si può quindi ragionevolmente concludere come il modello proposto in questo studio costituisca, possibilmente in combinazione con altri metodi predittivi che consentono di analizzare l'effetto dell'esposizione ad alta temperatura sulla microstruttura, un metodo estremamente efficace per poter prevedere il comportamento a creep delle leghe di alluminio, senza dover ricorrere a modelli di natura fenomenologica.

Bibliografia

- [1] S. Spigarelli, *Metallurgia meccanica*, Società editrice Esculapio, 2013.
- [2] H.J. McQueen, S. Spigarelli, M.E. Kassner, E. Evangelista, *Hot deformation and processing of aluminum alloys*, 2016. <https://doi.org/10.1201/b11227>.
- [3] S. Spigarelli, *Il comportamento dei metalli ad alta temperatura*, Metall. Ital. (2004).
- [4] R. Sandström, J. Hallgren, *The role of creep in stress strain curves for copper*, *J. Nucl. Mater.* (2012). <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.12.012>.
- [5] S.R. Holdsworth, M. Askins, A. Baker, E. Gariboldi, S. Holmström, A. Klenk, M. Ringel, G. Merckling, R. Sandstrom, M. Schwienheer, S. Spigarelli, *Factors influencing creep model equation selection*, *Int. J. Press. Vessel. Pip.* (2008). <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2007.06.009>.
- [6] H. SR, F. Abe, T.-U. Kern, R. Viswanathan, *Creep-resistant steels*, in: Elsevier, 2008: p. 403.
- [7] R.W. Evans, B. Wilshire, *Creep of metals and alloys*, (n.d.).
- [8] P.G. McVetty, *Factors affecting the choice of working stresses for high temperature service*, *Trans ASME.* 55 (1933) 99–109.
- [9] D. McHenry, *A new aspect of creep in concrete and its application to design*, in: *Proc. ASTM*, 1943: pp. 1069–1084.
- [10] R. Wu, R. Sandström, F. Seitisleam, *Influence of Extra Coarse Grains on the Creep Properties of 9 Percent CrMoV (P91) Steel Weldment*, *J. Eng. Mater. Technol.* 126 (2004) 87–94. <https://doi.org/10.1115/1.1631025>.
- [11] A. Graham, K.F.A. Wallis, *Relationships between long and short time creep and tensile properties of a commercial alloy*, *J. Iron Steel Inst.* 179 (1955) 104–121.
- [12] R. Sandström, A. Kondyr, *Model for tertiary-creep in Mo- and CrMo-steels*, Pergamon, United Kingdom, 1980. http://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:11569365.
- [13] R. Sandström, A. Kondyr, *Creep Deformation, Accumulation of Creep Rupture Damage and Forecasting of Residual Life for Three Mo- and CrMo-Steels*, *VGB Kraftwerkstechnik.* 62 (1982) 802–813.
- [14] M. Prager, *Development of the MPC Omega Method for Life Assessment in the Creep Range*, *J. Press. Vessel Technol.* 117 (1995) 95–103. <https://doi.org/10.1115/1.2842111>.
- [15] R. Wu, R. Sandström, J. Storesund, *Creep strain behaviour in a 12%CrMoV steel*, *Mater. High Temp.* 12 (1994) 277–283. <https://doi.org/10.1080/09603409.1994.11752531>.

- [16] R. Sandström, Basic model for primary and secondary creep in copper, *Acta Mater.* 60 (2012) 314–322. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.09.052>.
- [17] S. Holmström, P. Auerkari, Robust prediction of full creep curves from minimal data and time to rupture model, *Energy Mater.* (2006). <https://doi.org/10.1179/174892406x173594>.
- [18] J. Bolton, Analysis of structures based on a characteristic-strain model of creep, *Int. J. Press. Vessel. Pip.* (2008). <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2007.06.013>.
- [19] F. Larson, J. Miller, A time-temperature relationship for rupture and creep stresses, *Trans. ASME.* 74 (1952) 765.
- [20] B.S.S. Manson, A.M. Haferd, L. Flight, A linear time-temperature relation for extrapolation of creep and stress rupture data, *J. Appl. Phys.* (1943).
- [21] R. Sandström, Extrapolation of Creep Strain Data for Pure Copper, *J. Test. Eval.* 27 (1999) 31–35. <https://doi.org/10.1520/JTE12037J>.
- [22] S.R. Holdsworth, ECCC- Generic recommendations and guidance for the assessment of full size creep rupture datasets, 5, part.1a (2003).
- [23] R. Sandström, H.C.M. Andersson, Creep in phosphorus alloyed copper during power-law breakdown, *J. Nucl. Mater.* 372 (2008) 76–88. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.02.005>.
- [24] U.F. KOCKS, A.S. ARGON, M.F. ASHBY, Thermodynamics and kinetics of slip, in: *Prog. Mater. Sci.* Vol. 19, 1975.
- [25] F. Roters, D. Raabe, G. Gottstein, Work hardening in heterogeneous alloys - a microstructural approach based on three internal state variables, *Acta Mater.* (2000). [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00289-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00289-5).
- [26] U.F. Kocks, H. Mecking, Physics and phenomenology of strain hardening: The FCC case, *Prog. Mater. Sci.* 48 (2003) 171–273. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8).
- [27] H.C.M. Andersson, F. Seitisleam, R. Sandstroem, Creep testing and creep loading experiments on friction stir welds in copper at 75 deg C, Sweden, 2007. <http://www.skb.se/upload/publications/pdf/TR-07-08webb.pdf>.
- [28] I.S. Servi, N.J. Grant, Creep and Stress Rupture Behavior of Aluminum As a Function of Purity, *JOM.* (1951). <https://doi.org/10.1007/bf03397400>.
- [29] W. Blum, J. Hausselt, G. König, Transient creep and recovery after stress reduction during steady state creep of AlZn, *Acta Metall.* (1976). [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(76\)90003-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(76)90003-1).
- [30] F.R.N. Nabarro, Do we have an acceptable model of power-law creep?, *Mater. Sci. Eng. A.* (2004). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.09.118>.

- [31] F.R.N. Nabarro, Creep in commercially pure metals, *Acta Mater.* (2006).
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.08.021>.
- [32] A.A. Khamei, K. Dehghani, Effects of strain rate and temperature on hot tensile deformation of severe plastic deformed 6061 aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* (2015). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.081>.
- [33] X. Jiang, Y. Zhang, D. Yi, H. Wang, X. Deng, B. Wang, Low-temperature creep behavior and microstructural evolution of 8030 aluminum cables, *Mater. Charact.* (2017).
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.05.040>.
- [34] Q. Zhang, W. Zhang, Y. Liu, Evaluation and mathematical modeling of asymmetric tensile and compressive creep in aluminum alloy ZL109, *Mater. Sci. Eng. A.* (2015).
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.032>.
- [35] P.S. Phani, W.C. Oliver, A direct comparison of high temperature nanoindentation creep and uniaxial creep measurements for commercial purity aluminum, *Acta Mater.* (2016). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.032>.
- [36] Y. Li, Z. Shi, J. Lin, Y.L. Yang, Q. Rong, Extended application of a unified creep-ageing constitutive model to multistep heat treatment of aluminium alloys, *Mater. Des.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.03.023>.
- [37] T. Subroto, A. Miroux, D.G. Eskin, L. Katgerman, Tensile mechanical properties, constitutive parameters and fracture characteristics of an as-cast AA7050 alloy in the near-solidus temperature regime, *Mater. Sci. Eng. A.* (2017) 28–35.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.021>.
- [38] Y. Xu, L. Zhan, L. Xu, M. Huang, Experimental research on creep aging behavior of Al-Cu-Mg alloy with tensile and compressive stresses, *Mater. Sci. Eng. A.* (2017).
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.043>.
- [39] L. Zuo, B. Ye, J. Feng, X. Kong, H. Jiang, W. Ding, Effect of Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆ phase on mechanical properties of Al-Si-Cu-Mg alloy at elevated temperature, *Mater. Sci. Eng. A.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.087>.
- [40] C. Li, M. Wan, X.D. Wu, L. Huang, Constitutive equations in creep of 7B04 aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* (2010). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.047>.
- [41] S. Vujic, R. Sandström, C. Sommitsch, Precipitation evolution and creep strength modelling of 25Cr20NiNbN austenitic steel, *Mater. High Temp.* (2015).
<https://doi.org/10.1179/1878641315Y.0000000007>.
- [42] R. Sandström, Fundamental Models for Creep Properties of Steels and Copper, *Trans. Indian Inst. Met.* (2016). <https://doi.org/10.1007/s12666-015-0762-y>.
- [43] R. Sandström, Influence of phosphorus on the tensile stress strain curves in copper, *J. Nucl. Mater.* 470 (2016) 290–296. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.12.024>.

- [44] S. Spigarelli, R. Sandström, Basic creep modelling of Aluminium, *Mater. Sci. Eng. A.* 711 (2018) 343–349. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.053>.
- [45] T.G. Langdon, A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity, *Acta Metall. Mater.* (1994). [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90322-0](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90322-0).
- [46] F.A. Mohamed, H. Yang, Deformation mechanisms in nanocrystalline materials, in: *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, 2010. <https://doi.org/10.1007/s11661-009-0103-z>.
- [47] F.A. Mohamed, On the creep transition from superplastic behavior to nanocrystalline behavior, *Mater. Sci. Eng. A.* (2016). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.095>.
- [48] F.A. Mohamed, Correlation between the deformation of nanostructured materials and the model of dislocation accommodated boundary sliding, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* (2008). <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9416-y>.
- [49] Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Influence of grain size on deformation mechanisms: An extension to nanocrystalline materials, *Mater. Sci. Eng. A.* (2005). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.05.111>.
- [50] R. Sandström, The role of cell structure during creep of cold worked copper, *Mater. Sci. Eng. A.* 674 (2016) 318–327. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.08.004>.
- [51] J.P. Hirth, J. Lothe, T. Mura, *Theory of Dislocations* (2nd ed.), *J. Appl. Mech.* (1983). <https://doi.org/10.1115/1.3167075>.
- [52] E. Nes, K. Marthinsen, Modeling the evolution in microstructure and properties during plastic deformation of f.c.c.-metals and alloys - An approach towards a unified model, *Mater. Sci. Eng. A.* (2002). [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01130-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01130-3).
- [53] R. Sandström, Formation of a dislocation back stress during creep of copper at low temperatures, *Mater. Sci. Eng. A.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.042>.
- [54] M.E. Kassner, Taylor hardening in five-power-law creep of metals and Class M alloys, *Acta Mater.* 52 (2004) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.08.019>.
- [55] H. Mecking, Y. Estrin, The effect of vacancy generation on plastic deformation, *Scr. Metall.* (1980). [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(80\)90295-1](https://doi.org/10.1016/0036-9748(80)90295-1).
- [56] H. Oikawa, K. Honda, S. Ito, Experimental study on the stress range of class I behaviour in the creep of AlMg alloys, *Mater. Sci. Eng.* 64 (1984) 237–245. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(84\)90107-1](https://doi.org/10.1016/0025-5416(84)90107-1).
- [57] H. Sato, K. Maruyama, H. Oikawa, Effects of the third element on creep behavior of Al-Mg and α Fe-Be solid solution alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* (1997) 1067–1070. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00325-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00325-0).

- [58] Z. Horita, T.G. Langdon, High temperature creep of Al-Mg alloys., in: *Strength Met. Alloy. Proc. ICSMA7*, 1986: pp. 797–802.
- [59] R. Fernández, G. González-Doncel, A unified description of solid solution creep strengthening in Al-Mg alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* (2012).
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.04.080>.
- [60] P.A. Korzhavyi, R. Sandström, First-principles evaluation of the effect of alloying elements on the lattice parameter of a 23Cr25NiWCuCo austenitic stainless steel to model solid solution hardening contribution to the creep strength, *Mater. Sci. Eng. A.* 626 (2015) 213–219. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.057>.
- [61] S. Spigarelli, C. Paoletti, A unified physical model for creep and hot working of Al-Mg solid solution alloys, *Metals (Basel)*. 8 (2018) 1–14.
<https://doi.org/10.3390/met8010009>.
- [62] R. Horiuchi, M. Otsuka, Mechanism of high temperature creep of Aluminum-Magnesium solid solution alloys, *Trans Jap Inst Met.* 13 (1972) 284–293.
<https://doi.org/10.2320/matertrans1960.13.284>.
- [63] H. Hayakawa, H. Nakashima, H. Yoshinaga, Dislocation density and interaction between dislocations in Al-Mg solution hardened alloys deformed at high temperatures, *Trans Jap. Inst. Met.* 53 (1989) 1113–1122.
https://doi.org/10.2320/jinstmet1952.53.11_1113.
- [64] W. Blum, Q. Zhu, R. Merkel, H.J. McQueen, Geometric dynamic recrystallization in hot torsion of Al-5Mg-0.6Mn (AA5083), *Mater. Sci. Eng. A.* 205 (1996) 23–30.
[https://doi.org/10.1016/0921-5093\(95\)09990-5](https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)09990-5).
- [65] H. Mecking, A. Styczynski, Y. Estrin, Steady State and Transient Plastic Flow of Aluminium and Aluminium Alloys, in: *Strength Met. Alloy. (ICSMA 8)*, Pergamon Press, 1989: pp. 989–994. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-034804-9.50156-x>.
- [66] J. Friedel, *Dislocations*, Oxford, Pergamon Press. (1964).
- [67] P. Yavari, T.G. Langdon, An examination of the breakdown in creep by viscous glide in solid solution alloys at high stress levels, *Acta Metall.* 30 (1982) 2181–2196.
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90139-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90139-0).
- [68] T. Endo, T. Shimada, T.G. Langdon, The deviation from creep by viscous glide in solid solution alloys at high stresses-I. Characteristics of the dragging stress, *Acta Metall.* 32 (1984) 1991–1999. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(84\)90179-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90179-2).
- [69] D.O. Northwood, L. Moerner, I.O. Smith, The Breakdown in Creep by Viscous Glide in Al-Mg Solid Solution Alloys at High Stress Levels, *Phys. Status Solidi.* 84 (1984) 509–515. <https://doi.org/10.1002/pssa.2210840221>.
- [70] H.K. Kim, Low-temperature creep behavior of ultrafine-grained 5083 Al alloy

processed by equal-channel angular pressing, *J. Mech. Sci. Technol.* 24 (2010) 2075–2081. <https://doi.org/10.1007/s12206-010-0703-z>.

- [71] ASM International Edited by Y.V.R.K. Prasad; K.P. Rao; S. Sasidhar, *Hot Working Guide: A Compendium of Processing Maps*, Second Edition, 2015.
- [72] H. Oikawa, K. Sugawara, S. Karashima, Creep behavior of Al-2. 2 at%Mg alloy at 573K., *Trans Jpn Inst Met.* 19 (1978) 611–616. <https://doi.org/10.2320/matertrans1960.19.611>.
- [73] M. Pahutová, J. Čadek, On two types of creep behaviour of F.C.C. solid solution alloys, *Phys. Status Solidi.* 56 (1979) 305–313. <https://doi.org/10.1002/pssa.2210560133>.
- [74] R.S. Mishra, A.B. Pandey, Some observations on the high-temperature creep behavior of 6061 Al-SiC composites, *Metall. Trans. A.* 21 (1990) 2089–90. <https://doi.org/10.1007/BF02647258>.
- [75] T.L. Dragone, W.D. Nix, Steady state and transient creep properties of an aluminum alloy reinforced with alumina fibers, *Acta Metall. Mater.* 40 (1992) 2781–2791. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90348-l](https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90348-l).
- [76] Y. Li, T.G. Langdon, A unified interpretation of threshold stresses in the creep and high strain rate superplasticity of metal matrix composites, *Acta Mater.* 47 (1999) 3395–3403. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00219-0](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00219-0).
- [77] S.J. Zhu, L.M. Peng, Q. Zhou, Z.Y. Ma, K. Kuchařová, J. Čadek, Creep behaviour of aluminium strengthened by fine aluminium carbide particles and reinforced by silicon carbide particulates — DS Al-SiC/Al₄C₃ composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 282 (2000) 273–284. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00757-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00757-7).
- [78] N. Matsuda, H. Tazawa, S. Ishikawa, M. Saitoh, Effect of matrix and atmosphere on the creep deformation of aluminum alloy matrix composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 319–321 (2001) 726–729. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01097-8](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01097-8).
- [79] B.Q. Han, T.G. Langdon, Factors contributing to creep strengthening in discontinuously-reinforced materials, *Mater. Sci. Eng. A.* 322 (2002) 73–78. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01119-4](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01119-4).
- [80] Z.Y. Ma, S.C. Tjong, Creep deformation characteristics of discontinuously reinforced aluminium-matrix composites, *Compos. Sci. Technol.* 61 (2001) 771–786. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(01\)00018-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0266-3538(01)00018-5).
- [81] N. Matsuda, K. Kikuchi, S. Ishikawa, M. Saitoh, The effect of atmosphere on the creep deformation of a particle reinforced aluminum alloy matrix composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 387–389 (2004) 643–646. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.094>.

- [82] F.A. Mohamed, K.-T. Park, E.J. Lavernia, Creep behavior of discontinuous SiC-Al composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 150 (1992) 21–35. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(90\)90004-M](https://doi.org/10.1016/0921-5093(90)90004-M).
- [83] G. González-Doncel, O.D. Sherby, High temperature creep behavior of metal matrix Aluminum-SiC composites, *Acta Metall. Mater.* 41 (1993) 2797–2805. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90094-9](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90094-9).
- [84] K.T. Park, F.A. Mohamed, Reply to “comment on creep behavior of discontinuous SiCAl composites,” *Scr. Metall. Mater.* 30 (1994) 957–962. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(94\)90422-7](https://doi.org/10.1016/0956-716X(94)90422-7).
- [85] Y. Li, T.G. Langdon, Creep behavior of an Al-6061 metal matrix composite reinforced with alumina particulates, *Acta Mater.* 45 (1997) 4797–4806. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00132-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00132-8).
- [86] Y. Li, T.G. Langdon, Creep behavior of a reinforced Al-7005 alloy: Implications for the creep processes in metal matrix composites, *Acta Mater.* 46 (1998) 1143–1155. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00320-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00320-0).
- [87] Y. Li, T.G. Langdon, An examination of the effect of processing procedure on the creep of metal matrix composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 245 (1998) 1–9. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00712-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00712-0).
- [88] N. Matsuda, J. Akaïke, K. Hongo, K. Matsuura, The effect of second phase on the creep deformation of 6061Al matrix composites, *Mater. Sci. Eng. A.* 234–236 (1997) 751–754. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00255-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00255-4).
- [89] S.C. Tjong, Z.Y. Ma, High-temperature creep behaviour of powder-metallurgy aluminium composites reinforced with SiC particles of various sizes, *Compos. Sci. Technol.* 59 (1999) 1117–1125. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(98\)00151-1](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0266-3538(98)00151-1).
- [90] J. Čadek, S.J. Zhu, K. Milicka, Threshold creep behaviour of aluminium dispersion strengthened by fine alumina particles, *Mater. Sci. Eng. A.* 252 (1998) 1–5. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00672-8](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00672-8).
- [91] J. Čadek, S.J. Zhu, K. Milička, Creep behaviour of ODS aluminium reinforced by silicon carbide particulates: ODS Al–30SiCp composite, *Mater. Sci. Eng. A.* 248 (1998) 65–72. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00518-8](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00518-8).
- [92] J. Čadek, K. Kuchařová, S.J. Zhu, Disappearance of the true threshold creep behaviour of an ODS Al–30SiCp composite at high temperatures, *Mater. Sci. Eng. A.* 281 (2000) 162–168. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00742-X](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00742-X).
- [93] J. Čadek, K. Kuchařová, S.J. Zhu, Creep behaviour of an oxide dispersion strengthened Al-5Mg alloy reinforced by silicon carbide particulates - An oxide dispersion

strengthened Al-5Mg-30SiCp composite, *Mater. Sci. Eng. A.* 272 (1999) 45–56.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00452-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00452-9).

- [94] S. Spigarelli, C. Paoletti, A new model for the description of creep behaviour of aluminium-based composites reinforced with nanosized particles, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 112 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.06.021>.
- [95] K.-T. Park, F.A. Mohamed, Creep strengthening in a discontinuous SiC-Al composite, *Metall. Mater. Trans. A.* 26 (1995) 3119–3129. <https://doi.org/10.1007/BF02669441>.
- [96] J. Čadek, H. Oikawa, V. Šustek, Threshold creep behaviour of discontinuous aluminium and aluminium alloy matrix composites: An overview, *Mater. Sci. Eng. A.* 190 (1995) 9–23. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)09605-V](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)09605-V).
- [97] P.P. Bansal, A.J. Ardell, Average nearest-neighbor distances between uniformly distributed finite particles, *Metallography.* 5 (1972) 97–111.
[https://doi.org/10.1016/0026-0800\(72\)90048-1](https://doi.org/10.1016/0026-0800(72)90048-1).
- [98] J. Rösler, E. Arzt, A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials, *Acta Metall. Mater.* 38 (1990) 671–683. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(90\)90223-4](https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90223-4).
- [99] J. Rösler, R. Joos, E. Arzt, Microstructure and creep properties of dispersion-strengthened aluminum alloys, *Metall. Trans. A.* 23 (1992) 1393–1521.
<https://doi.org/10.1007/BF02647335>.
- [100] A. Orlová, J. Čadek, On Rösler and Arzt's new model of creep in dispersion strengthened alloys, *Acta Metall. Mater.* 40 (1992) 1865–1871.
[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90173-C](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90173-C).
- [101] J. Čadek, K. Kuchařová, K. Milička, S. Zhu, Creep of discontinuous aluminium alloy matrix composites produced by powder metallurgy route, *Kov. Mater.* 37 (1999) 213–245. <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0039107840&partnerID=40&md5=721366e2ad763e9054721493a5a9dd37>.
- [102] N. Hansen, Effect of grain size on the mechanical properties of dispersion-strengthened aluminium-aluminium-oxide products, *Trans. Metall. Soc. AIME.* 245 (1969) 1305–1312.
- [103] S. Spigarelli, C. Paoletti, A unified physical model for creep and hot working of Al-Mg solid solution alloys, *Metals (Basel).* 8 (2018). <https://doi.org/10.3390/met8010009>.
- [104] L. Wang, F. Qiu, Q. Zhao, M. Zha, Q. Jiang, Superior high creep resistance of in situ nano-sized TiC_x/Al-Cu-Mg composite, *Sci. Rep.* 7 (2017) 1–10.
- [105] S.M. Roberts, J. Kusiak, Y.L. Liu, A. Forcellese, P.J. Withers, Prediction of damage evolution in forged aluminium metal matrix composites using a neural network approach, *J. Mater. Process. Technol.* 80–81 (1998) 507–512.

[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(98\)00153-8](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0924-0136(98)00153-8).

- [106] A.M. De Sanctis, E. Evangelista, A. Forcellese, Y.Z. Wang, Hot formability studies on 359/SiC/20p and their application in forging optimisation, *Appl. Compos. Mater.* 3 (1996) 179–198. <https://doi.org/10.1007/BF00135055>.
- [107] F. Mokdad, D.L. Chen, Z.Y. Liu, D.R. Ni, B.L. Xiao, Z.Y. Ma, Hot deformation and activation energy of a CNT-reinforced aluminum matrix nanocomposite, *Mater. Sci. Eng. A.* 695 (2017) 322–331. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.006>.
- [108] W.J. Kim, S.H. Lee, High-temperature deformation behavior of carbon nanotube (CNT)-reinforced aluminum composites and prediction of their high-temperature strength, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 67 (2014) 308–315. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.09.008>.
- [109] M. Nakai, T. Eto, New aspect of development of high strength aluminum alloys for aerospace applications, *Mater. Sci. Eng. A.* 258 (2000) 62–68. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00667-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00667-5).
- [110] Z. Huda, P. Edi, Materials selection in design of structures and engines of supersonic aircrafts: A review, *Mater. Des.* 46 (2013) 552–560. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.10.001>.
- [111] T. Dursun, C. Soutis, Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys, *Mater. Des.* 56 (2014) 862–871. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.002>.
- [112] R.N. Lumley, A.J. Morton, I.J. Polmear, Enhanced creep performance in an Al-Cu-Mg-Ag alloy through underageing, *Acta Mater.* 50 (2002) 3597–3608. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00164-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00164-7).
- [113] R.N. Lumley, I.J. Polmear, The effect of long term creep exposure on the microstructure and properties of an underaged Al-Cu-Mg-Ag alloy, *Scr. Mater.* 50 (2004) 1227–1231. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.02.001>.
- [114] G.J. Heimerl, J. Farquhar, Compressive and tensile creep of 7075-T6 and 2024-T3 aluminium alloy sheet, (1959).
- [115] L. Kloc, E. Cerri, S. Spigarelli, E. Evangelista, T.G. Langdon, Significance of continuous precipitation during creep of a powder metallurgy aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 216 (1996) 161–168. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(96\)10404-4](https://doi.org/10.1016/0921-5093(96)10404-4).
- [116] L. Kloc, S. Spigarelli, E. Cerri, E. Evangelista, T.G. Langdon, Creep behavior of an aluminum 2024 alloy produced by powder metallurgy, *Acta Mater.* 45 (1997) 529–540. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00190-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00190-5).
- [117] S. Spigarelli, M. Cabibbo, E. Evangelista, T.G. Langdon, Creep properties of an Al-2024 composite reinforced with SiC particulates, *Mater. Sci. Eng. A.* 328 (2002) 39–47.

[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01698-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01698-7).

- [118] Y.C. Lin, Y.C. Xia, Y.Q. Jiang, L.T. Li, Precipitation in Al-Cu-Mg alloy during creep exposure, *Mater. Sci. Eng. A*. 556 (2012) 796–800.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.07.069>.
- [119] Y.C. Lin, Y.C. Xia, Y.Q. Jiang, H.M. Zhou, L.T. Li, Precipitation hardening of 2024-T3 aluminum alloy during creep aging, *Mater. Sci. Eng. A*. 565 (2013) 420–429.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.12.058>.
- [120] M. Härtel, P. Frint, K.G. Abstoss, M.F.X. Wagner, Effect of Creep and Aging on the Precipitation Kinetics of an Al–Cu Alloy after One Pass of ECAP, *Adv. Eng. Mater.* 20 (2018) 1700307. <https://doi.org/10.1002/adem.201700307>.
- [121] J.T. Maximov, G. V. Duncheva, A.P. Anchev, M.D. Ichkova, Modeling of strain hardening and creep behaviour of 2024T3 aluminium alloy at room and high temperatures, *Comput. Mater. Sci.* 83 (2014) 381–393.
<https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2013.11.057>.
- [122] M. Regev, T. Rashkovsky, M. Cabibbo, S. Spigarelli, Microstructure Stability During Creep of Friction Stir Welded AA2024-T3 Alloy, *J. Mater. Eng. Perform.* (2018).
<https://doi.org/10.1007/s11665-017-3122-8>.
- [123] R.G. Buchheit, R.P. Grant, P.F. Hiava, B. Mckenzie, G. Zender, Local Dissolution Phenomena Associated with S Phase (Al₂CuMg) Particles in Aluminum Alloy 2024-13, *J. Electrochem. Soc.* 144 (1997) 2621–2628.
- [124] A. Boag, A.E. Hughes, N.C. Wilson, A. Torpy, C.M. MacRae, A.M. Glenn, T.H. Muster, How complex is the microstructure of AA2024-T3?, *Corros. Sci.* 51 (2009) 1565–1568.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.05.001>.
- [125] H.C. Shih, N.J. Ho, J.C. Huang, Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 27 (1996) 2479–2494.
<https://doi.org/10.1007/BF02652342>.
- [126] M.E. Kassner, M.-T. Pérez-Prado, Five-power-law creep in single phase metals and alloys., *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 1–102.
- [127] T. Morishige, T. Hirata, T. Uesugi, Y. Takigawa, M. Tsujikawa, K. Higashi, Effect of Mg content on the minimum grain size of Al-Mg alloys obtained by friction stir processing, *Scr. Mater.* 64 (2011) 355–358. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.10.033>.
- [128] B.H. Lee, S.H. Kim, J.H. Park, H.W. Kim, J.C. Lee, Role of Mg in simultaneously improving the strength and ductility of Al-Mg alloys, *Mater. Sci. Eng. A*. 657 (2016) 115–122. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.089>.
- [129] D. Zhao, O.M. Løvvik, K. Marthinsen, Y. Li, Impurity effect of Mg on the generalized planar fault energy of Al, *J. Mater. Sci.* 51 (2016) 6552–6568.

<https://doi.org/10.1007/s10853-016-9834-6>.

- [130] M.E. Kassner, X. Li, The effect of grain size on the elevated temperature yield strength of polycrystalline aluminum, *Scr. Metall. Mater.* 25 (1991) 2833–2838.
[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0956-716X\(91\)90165-W](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90165-W).
- [131] V.E. Panin, R.W. Armstrong, Hall-Petch analysis for temperature and strain rate dependent deformation of polycrystalline lead, *Phys. Mesomech.* 19 (2016) 35–40.
<https://doi.org/10.1134/S1029959916010045>.
- [132] I.N. Khan, M.J. Starink, J.L. Yan, A model for precipitation kinetics and strengthening in Al-Cu-Mg alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 472 (2008) 66–74.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.03.033>.
- [133] W. Blum, B. Reppich, Creep of particle-strengthened alloys, *Creep Behav. Cryst. Solids.* (1985) 83–135.
- [134] M. Heilmaier, B. Reppich, Particle Threshold Stresses in High Temperature Yielding and Creep : a Critical Review, *Creep Behav. Adv. Mater. 21st Century.* (1999) 267–281.
- [135] C. Paoletti, M. Regev, S. Spigarelli, Modelling of creep in alloys strengthened by rod-shaped particles: Al-Cu-Mg age-hardenable alloys, *Metals (Basel).* 8 (2018).
<https://doi.org/10.3390/met8110930>.
- [136] R. Lagneborg, B. Bergman, The stress/creep rate behaviour of precipitation-hardened alloys., *Met. Sci.* 10 (1976) 20–28.
- [137] J. Rösler, Back-stress calculation for dislocation climb past non-interacting particles, *Mater. Sci. Eng. A.* 339 (2003) 334–339. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00129-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00129-6).
- [138] J.G. Kaufman, *Properties of Aluminium Alloys: Tensile, Creep, and Fatigue Data at High and Low Temperatures.*, Materials, ASM international, USA, 1999.
- [139] F. Zhang, L.E. Levine, A.J. Allen, C.E. Campbell, A.A. Creuziger, N. Kazantseva, J. Ilavsky, In situ structural characterization of ageing kinetics in aluminum alloy 2024 across angstrom-to-micrometer length scales, *Acta Mater.* 111 (2016) 385–398.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.058>.
- [140] C. Rockenhäuser, S. Schrieffer, P. von Hartrott, B. Piesker, B. Skrotzki, Comparison of long-term radii evolution of the S-phase in aluminum alloy 2618A during ageing and creep, *Mater. Sci. Eng. A.* 716 (2018) 78–86.
<https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2018.01.033>.
- [141] I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov, The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions, *J. Phys. Chem. Solids.* 19 (1961) 35–50. [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(61\)90054-3](https://doi.org/10.1016/0022-3697(61)90054-3).
- [142] C. Wagner, *Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald-*

- Reifung), *Zeitschrift Für Elektrochemie, Berichte Der Bunsengesellschaft Für Phys. Chemie.* 65 (1961) 581–591. <https://doi.org/10.1002/bbpc.19610650704>.
- [143] D. Liu, L. Zhang, Y. Du, H. Xu, S. Liu, L. Liu, Assessment of atomic mobilities of Al and Cu in fcc Al–Cu alloys, *Calphad.* 33 (2009) 761–768. <https://doi.org/10.1016/J.CALPHAD.2009.10.004>.
- [144] N.T. Aboulkhair, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, R. Hague, 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting, *Prog. Mater. Sci.* (2019). <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>.
- [145] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, C. Emmelmann, Additive manufacturing of metals, *Acta Mater.* (2016). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>.
- [146] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties, *Prog. Mater. Sci.* (2018). <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
- [147] U. Scipioni Bertoli, G. Guss, S. Wu, M.J. Matthews, J.M. Schoenung, In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing, *Mater. Des.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.09.044>.
- [148] R.J. Hebert, Viewpoint: metallurgical aspects of powder bed metal additive manufacturing, *J. Mater. Sci.* (2016). <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9479-x>.
- [149] J. Wu, X.Q. Wang, W. Wang, M.M. Attallah, M.H. Loretto, Microstructure and strength of selectively laser melted AlSi10Mg, *Acta Mater.* (2016). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.012>.
- [150] M. Fousová, D. Dvorský, A. Michalcová, D. Vojtěch, Changes in the microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg alloy after exposure to elevated temperatures, *Mater. Charact.* (2018). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.01.028>.
- [151] A. Iturrioz, E. Gil, M.M. Petite, F. Garciandia, A.M. Mancisidor, M. San Sebastian, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: influence of heat treatment condition on mechanical properties and microstructure, *Weld. World.* (2018). <https://doi.org/10.1007/s40194-018-0592-8>.
- [152] N.E. Uzan, R. Shneck, O. Yeheskel, N. Frage, Fatigue of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing selective laser melting (AM-SLM), *Mater. Sci. Eng. A.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.027>.
- [153] N. Takata, H. Kodaira, A. Suzuki, M. Kobashi, Size dependence of microstructure of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting, *Mater. Charact.* (2018).

<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.11.052>.

- [154] N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attallah, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development, *Mater. Des.* (2015). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.044>.
- [155] I. Rosenthal, R. Shneck, A. Stern, Heat treatment effect on the mechanical properties and fracture mechanism in AlSi10Mg fabricated by additive manufacturing selective laser melting process, *Mater. Sci. Eng. A.* (2018). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.074>.
- [156] K.G. Prashanth, S. Scudino, H.J. Klauss, K.B. Surreddi, L. Löber, Z. Wang, A.K. Chaubey, U. Kühn, J. Eckert, Microstructure and mechanical properties of Al-12Si produced by selective laser melting: Effect of heat treatment, *Mater. Sci. Eng. A.* (2014). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.023>.
- [157] N.E. Uzan, R. Shneck, O. Yeheskel, N. Frage, High-temperature mechanical properties of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting technologies (AM-SLM), *Addit. Manuf.* (2018). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.09.033>.
- [158] S. Spigarelli, M. Cabibbo, E. Evangelista, S. Cucchieri, Evaluation of the creep properties of an Al-17Si-1Mg-0.7Cu alloy, *Mater. Lett.* (2002). [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)00677-8](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)00677-8).
- [159] S. Spigarelli, E. Evangelista, S. Cucchieri, Analysis of the creep response of an Al-17Si-4Cu-0.55Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* (2004). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.06.043>.
- [160] S. Spigarelli, Constitutive equations in creep of Mg-Al alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* (2008). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.007>.
- [161] E. Orowan, Dislocations in metals, ed. Cohen, M. The Institute of Metals Division, the American Institute of Mining and metallurgical engineers, New York (NY), 1954.
- [162] M. Taneike, M. Kondo, T. Morimoto, Accelerated Coarsening of MX Carbonitrides in 12%Cr Steels during Creep Deformation, *ISIJ Int.* (2001). https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.Suppl_S111.
- [163] S. Mrowec, *Defects and Diffusion in Solids*, Elsevier. (1980) Amsterdam.
- [164] M. Legros, B. Kaouache, P. Gergaud, O. Thomas, G. Dehm, T.J. Balk, E. Arzt, Pipe-diffusion ripening of Si precipitates in Al-0.5%Cu-1%Si thin films, *Philos. Mag.* (2005). <https://doi.org/10.1080/14786430500228374>.
- [165] T. Nakajima, M. Takeda, T. Endo, Accelerated coarsening of precipitates in crept Al-Cu alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* (2004). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.131>.
- [166] F.S. Buffington, M. Cohen, Self-Diffusion in Alpha Iron Under Uniaxial Compressive

Stress, JOM. (1952). <https://doi.org/10.1007/bf03398152>.

- [167] S. Spigarelli, Microstructure-based assessment of creep rupture strength in 9Cr steels, *Int. J. Press. Vessel. Pip.* (2013). <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2012.10.005>.
- [168] S. Spigarelli, Quantification of the effect of early microstructural degradation during creep of 9Cr-1Mo-NbV steels at 600°C, *Mater. Sci. Eng. A.* (2013). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.12.056>.
- [169] T. Nakajima, S. Spigarelli, E. Evangelista, T. Endo, Strain Enhanced Growth of Precipitates during Creep of T91, *Mater. Trans.* (2003). <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.1802>.
- [170] T. Nakajima, M. Takeda, T. Endo, Strain enhanced precipitate coarsening during creep of a commercial magnesium alloy AZ80, *Mater. Trans.* (2006). <https://doi.org/10.2320/matertrans.47.1098>.
- [171] C. Paoletti, E. Santecchia, M. Cabibbo, E. Cerri, S. Spigarelli, Modelling the creep behavior of an AlSi10Mg alloy produced by additive manufacturing, *Mater. Sci. Eng. A.* 799 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140138>.
- [172] C. Paoletti, S. Spigarelli, M. Cabibbo, E. Cerri, Creep Behavior of a AlSiMg Alloy Produced by Additive Manufacturing, 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-030-36296-6_17.
- [173] I. Rosenthal, A. Stern, N. Frage, Strain rate sensitivity and fracture mechanism of AlSi10Mg parts produced by Selective Laser Melting, *Mater. Sci. Eng. A.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.070>.

Appendice A

Procedure sperimentali

Per le prove di creep effettuate a validazione delle diverse applicazioni del modello, per entrambi i materiali investigati sperimentalmente in questo studio (la lega 2024-T3 e la lega AlSi10Mg prodotta per additive manufacturing) sono stati utilizzati campioni a forma di *dog-bone*, rappresentati in *Fig. A 1*, con una lunghezza del tratto utile di 25 mm e una sezione trasversale quadrata di 3 mm x 3,2 mm, con test di creep a trazione a carico costante condotti in aria a diverse temperature.

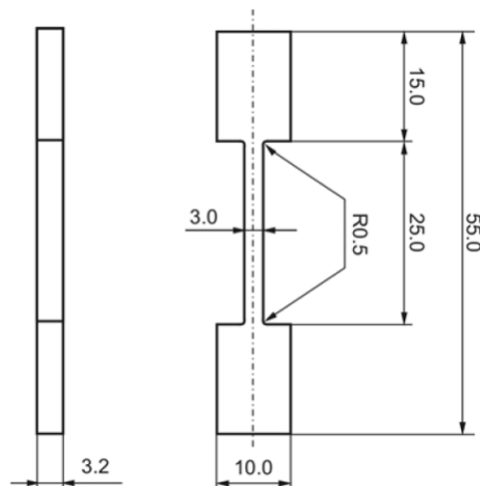


Fig. A 1: Dimensioni e geometria dei campioni di creep utilizzati nelle prove.

I provini sono stati per lo più portati fino alla rottura, anche se, in alcuni casi, i test sono stati interrotti all'inizio della regione terziaria; in alcune prove, condotte a carico variabile il carico è stato variato solo nel momento in cui si è avuta la certezza che il materiale con la prima sollecitazione fosse ampiamente nella regione del secondario in modo tale da ottenere da un singolo campione più di un valore di velocità minima di deformazione in funzione di carico e temperatura. L'esecuzione di prove a carico variabile si è resa necessaria per

confrontare le proprietà di campioni sottoposti allo stesso carico ma con storia pregressa differente (permanenza allo stesso carico per tutta la prova, o permanenza ad un carico più basso per tempi molto più lunghi, prima che il carico stesso venisse innalzato). In questo modo era possibile valutare l'effetto di degradazione della microstruttura dovuta ad esposizioni per tempi lunghi, aspetto evidentemente importante per gli impieghi sperimentali.

I campioni sono stati riscaldati in un forno a tre zone e durante la prova sono stati registrati continuamente sia l'allungamento, misurato da un sensore di spostamento LVDT di ± 20 mm a fondo scala, sia la temperatura; la temperatura è stata misurata mediante 4 termocoppie (di cui una è posizionata nella zona alta del forno, una nella zona bassa e due in prossimità del campione), per garantire che la deviazione dal valore impostato non superasse 1 °C.

La degradazione delle proprietà meccaniche dovuta all'esposizione alle alte temperature, e l'effetto della deformazione imposta dalla prova, è stata quantificata da misurazioni della durezza Vickers lungo la lunghezza del tratto utile e sulle teste dei campioni, effettuate prima e dopo il test.

Le superfici per le ispezioni al FEGSEM sono state lucidate meccanicamente e quindi sottoposte ad attacco chimico con il reagente di Keller a temperatura ambiente tamponato sulla superficie per alcuni secondi. Le ispezioni della microstruttura sono state eseguite mediante microscopia ottica ed elettronica, quest'ultima utilizzando un microscopio elettronico a scansione a emissione di campo ZeissTM ULTRA-55[®] (FEGSEM). Le analisi dei punti degli elementi sono state ottenute utilizzando la spettroscopia a raggi X a dispersione di energia (EDS), operata a una tensione di accelerazione di 20 kV, un fascio con dimensioni del punto entro 2 μ m e utilizzando una distanza di lavoro di 16 mm.

Elenco delle pubblicazioni

Cabibbo, M; Paoletti, C.*. *High-Temperature Equal-Channel Angular Pressing of a T6-Al-Cu-Li-Mg-Ag-Zr-Sc Alloy*. J. Manuf. Mater. Process. 2021, 5(1), 6.

Paoletti, C.*; Cerri, E.; Ghio, E.; Santecchia, E; Cabibbo, M.; Spigarelli, S. *Effect of Low-Temperature Annealing on Creep Properties of AlSi10Mg Alloy Produced by Additive Manufacturing: Experiments and Modeling*. Metals 2021, 11(2), 179.

Cabibbo, M; Knaislová, A.; Novák, P.; Průša, F.; Paoletti, C.; *Role of Si on lamellar formation and mechanical response of two SPS Ti–15Al–15Si and Ti–10Al–20Si intermetallic alloys*. Intermetallics, 2021.

Paoletti, C.*; Santecchia, E.; Cabibbo, M; Cerri, E.; Spigarelli, S. *Modelling the creep behavior of an AlSi10Mg alloy produced by additive manufacturing*. Material Science and Engineering; 2021, 799, 140138.

Paoletti, C.*; Santecchia, E.; Di Pompeo, V.; Spigarelli, S.; Cabibbo, M. *Nanoindentation study of the effect of cryogenic treatment on a AA6012 alloy subjected to ECAP*. La Metallurgia Italiana; 2020, 112(6), pp. 31-41.

Catania Bortolan, C.; Paternoster, C.; Turgeon, S.; Paoletti, C.; Cabibbo, M.; Lecis, N.; Mantovani, D. *Plasma-immersion ion implantation surface oxidation on a cobalt-chromium alloy for biomedical applications*. Biointerphases 2020, 15, 041004.

Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Ghat, M.; Forcellese, A.; Simoncini, M. *New Approaches to the Friction Stir Welding of Aluminum Alloys*. In Joining Technologies; 2016.

Paoletti, C.*; Spigarelli, S.; Cabibbo, M.; Cerri, E. *Creep Behavior of a AlSiMg Alloy Produced by Additive Manufacturing*; 2020; ISBN 9783030362959.

Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Simoncini, M.; Forcellese, A. *Formability and Grained Structure Refinement of Cold-Rolled Friction Stir Welded AA5754 Sheet*. In Proceedings of the IOP Conference Series: Materials Science and Engineering; 2019; Vol. 611.

Mancini, E.; Farotti, E.; Paoletti, C.; Sasso, M. *Shear bands formation in different engineering materials subjected to dynamic compression.*; 2019; p. 180007.

Viceré, A.; Roventi, G.; Paoletti, C.; Cabibbo, M.; Bellezze, T. *Corrosion behavior of aa6012 aluminum alloy processed by ecap and cryogenic treatment*. Metals (Basel). 2019, 9.

Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Minárik, P.; Král, R.; Zemková, M. *Secondary phase precipitation and thermally stable microstructure refinement induced by ECAP on Mg-Y-Nd (WN43) alloy*. Mater. Lett. 2019, 237, 5–8.

Ghat, M.; El Mehtedi, M.; Ciccarelli, D.; Paoletti, C.; Spigarelli, S. *High temperature deformation of IN718 superalloy: use of basic creep modelling in the study of Nickel and single-phase Ni-based superalloys*. Mater. High Temp. 2018.

Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Ghat, M.; Forcellese, A.; Simoncini, M. *Post-FSW cold-rolling simulation of ECAP shear deformation and its microstructure role combined to annealing in a FSWed AA5754 plate joint*. Materials (Basel). 2019, 12, 1–14.

Paoletti, C.; Regev, M.; Spigarelli, S. *Modelling of creep in alloys strengthened by rod-shaped particles: Al-Cu-Mg age-hardenable alloys*. Metals (Basel). 2018, 8, 1–18.

Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Lasio, B.; Orrù, R.; Delogu, F. *Indentation strain rate sensitivity of ball-milled spark-plasma sintered Cu-C metal matrix composite*. J. Alloys Compd. 2018.

Spigarelli, S.; Paoletti, C. *A new model for the description of creep behaviour of aluminium-based composites reinforced with nanosized particles*. Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 2018.

Knaislová, A.; Novák, P.; Cabibbo, M.; Průša, F.; Paoletti, C.; Jaworska, L.; Vojtěch, D. *Combination of reaction synthesis and Spark Plasma Sintering in production of Ti-Al-Si alloys*. J. Alloys Compd. 2018, 752.

Viceré, A.; Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Roventi, G.; Bellezze, T. *Analysis of corrosion behaviour of aluminium alloy AA6012 samples processed by ECAP and cryogenic treatment*. Metall. Ital. 2018, 110.

Spigarelli, S.; Paoletti, C. *A unified physical model for creep and hot working of Al-Mg solid solution alloys*. Metals (Basel). 2018, 8, 1–14.

Viceré, A.; Cabibbo, M.; Paoletti, C.; Roventi, G.; Bellezze, T. *Analisi del comportamento a corrosione di campioni di alluminio AA6012 sottoposti a ECAP e trattamento criogenico*. La Metall. Ital. 2018, 2, 25–33.

Bruni, C.; Cabibbo, M.; Ciccarelli, D.; Paoletti, C. *Characterization of double aluminium alloy specimens after ECAP*. Procedia Manuf. 2018, 15, 1517–1521.

(*corresponding author)