

ANALISI DEL COMPORTAMENTO PLASTICO DI UN ACCIAIO AUSTENITICO DEFORMATO IN TORSIONE AD ALTA TEMPERATURA

G. Angella, B.P. Wynne, W.M. Rainforth, J.H. Beynon

Il comportamento meccanico dell'acciaio austenitico AISI 316L deformato in torsione nell'intervallo di temperature 850-1100°C con velocità di deformazione equivalente 0,0001-0,006 s⁻¹ è stato analizzato ed un modello che lega il comportamento meccanico con l'evoluzione microstrutturale è proposto. Il materiale a temperature superiori a 900°C ha presentato un comportamento meccanico anomalo, mostrando una significativa riduzione dello sforzo di flusso plastico fino a circa 40 % in seguito alla riduzione della dimensione media del grano da 100 a 30 µm. Congiuntamente all'anomalo comportamento meccanico, il materiale ha esibito un'evoluzione della struttura del grano inusuale durante la deformazione: la forma dei grani è evoluta da quella equiassica precedente alla deformazione a quella romboidale (con bordi di grano allineati con le direzioni degli sforzi principali di taglio in torsione), formando bordi di grano con punti tripli aventi angoli di 90° e 180°, e bordi di grano con gomiti di 90°, configurazioni che sono in disaccordo con la minimizzazione dell'energia superficiale dei bordi di grano. Le evidenze sperimentali dell'evoluzione microstrutturale, razionalizzata in [1], hanno portato a concludere che la formazione della struttura romboidale è avvenuta in seguito alla migrazione dei bordi di grano indotta dalla deformazione in accordo con la configurazione degli sforzi principali per la torsione. Secondo il modello qualitativo proposto nella presente memoria, il flusso plastico è stato affetto dalla migrazione dei bordi di grano, la quale, avvenendo, ha causato la riduzione della densità dislocativa. Tale riduzione ha determinato per la lega con dimensione media del grano di 30 µm una diminuzione significativa dello sforzo di flusso plastico rispetto alla lega con grano dalla dimensione media di 100 µm, dove la diminuzione non si è manifestata a causa dell'inferiore valore del rapporto fra la superficie dei bordi di grano ed il volume del materiale.

PAROLE CHIAVE: acciaio inossidabile, prove meccaniche, deformazioni plastiche, metallurgia fisica, microscopia elettronica in trasmissione

INTRODUZIONE

I materiali metallici deformati alle alte temperature presentano comportamenti di deformazione plastica che non sempre sono facilmente attribuibili ai possibili meccanismi microscopici di deformazione. In condizioni di elevata temperatura e diffusa attività dislocativa di volume, è stata riportata in lette-

ratura [2-4] il meccanismo di migrazione dei bordi di grano indotta dalla deformazione. La migrazione è guidata da gradienti di energia di deformazione (densità dislocativa), che si presentano passando da un grano ad uno adiacente. I bordi di grano, infatti, sono regioni di deformazione disomogenea dovuta all'incompatibilità nella deformazione di grani vicini. Tali fenomeni di migrazione sono stati investigati soprattutto in condizioni statiche [5-8], mentre recentemente particolare rilievo è stato dato alla migrazione dei bordi di grano nello studio della ricristallizzazione dinamica [9, 10], dove si è evidenziato che le migrazioni locali dei bordi di grano rappresentano i primi nuclei della ricristallizzazione dinamica. Sebbene i bordi di grano dopo la migrazione diano luogo ad una significativa attività dislocativa localizzata nella regione migrata, il che è testimoniato in lavori su bicristalli [3, 10], non è mai stato riportato un effetto significativo di tale meccanismo sul com-

G. Angella

Istituto IENI - CNR, Milano, Italy

B.P. Wynne, W.M. Rainforth

IMMPETUS, Department of Engineering Materials

The University of Sheffield, UK

J.H. Beynon

Present address: Faculty of Engineering and Industrial Sciences,
Swinburne University of Technology, Hawthorn, AUSTRALIA

| C | Cr | Ni | Si | Mn | P | S | Mo | Fe |
|-------|------|------|------|------|-------|-------|------|------|
| 0,021 | 17,1 | 11,1 | 0,36 | 1,78 | 0,050 | 0,009 | 2,09 | 67,5 |

▲
Tab. 1

Composizione chimica % in peso della lega AISI 316L.
AISI 316L chemical composition (wt.%).

portamento macroscopico plastico di materiali deformati ad alte temperature. Il presente lavoro mira a mettere in relazione l'anomalo comportamento plastico ad elevate temperature della lega AISI 316L avente grano dalla dimensione media di circa 30 μm con la sua anomala evoluzione microstrutturale, che è stata razionalizzata in termini di migrazione del grano indotta dalla deformazione in combinazione con la configurazione degli sforzi principali in torsione [1].

PROCEDURA SPERIMENTALE

L'acciaio inossidabile austenitico AISI 316L è stato deformato in torsione utilizzando una macchina di deformazione biassiale in grado di compiere complessi percorsi di deformazione alle alte temperature [11]. Nella Tab. 1 è riportata la composizione chimica percentuale in peso del materiale utilizzato. Il materiale è stato selezionato, in quanto è monofasico, stabile ad elevate temperature ed ha un basso contenuto di C, cosicché una congiunta indagine del comportamento plastico e dell'evoluzione della microstruttura durante deformazione è stata realizzabile, evitando la possibile precipitazione di carburi indotta dalla deformazione. Il materiale ha presentato una dimensione media del grano calcolata secondo il metodo dell'intercetta lineare pari a $29,2 \pm 1,6 \mu\text{m}$. Il materiale nelle condizioni precedenti alle prove non ha presentato alcuna tessitura cristallografica e nessun risultato significativo nell'evoluzione cristallografica della lega durante le diverse condizioni di deformazione è stato individuato.

Il materiale è stato deformato in torsione mediante campioni tubolari aventi alla temperatura ambiente raggio interno $R_i' = 8 \text{ mm}$ e raggio esterno $R_o' = 11 \text{ mm}$ e tratto utile pari a $L' = 11 \text{ mm}$. I dati sperimentali del momento torcente T e dell'angolo di torsione θ sono stati trasformati in sforzi di taglio T e deformazioni di taglio γ secondo il metodo del raggio critico [12]. Secondo tale metodo lo sforzo di taglio T_{R^*} in corrispondenza di un particolare raggio R^* , detto raggio critico, è espressa dall'equazione

$$(1) \quad \tau_{R^*} = \frac{3 \cdot T}{2\pi \cdot (R_o^3 - R_i^3)}$$

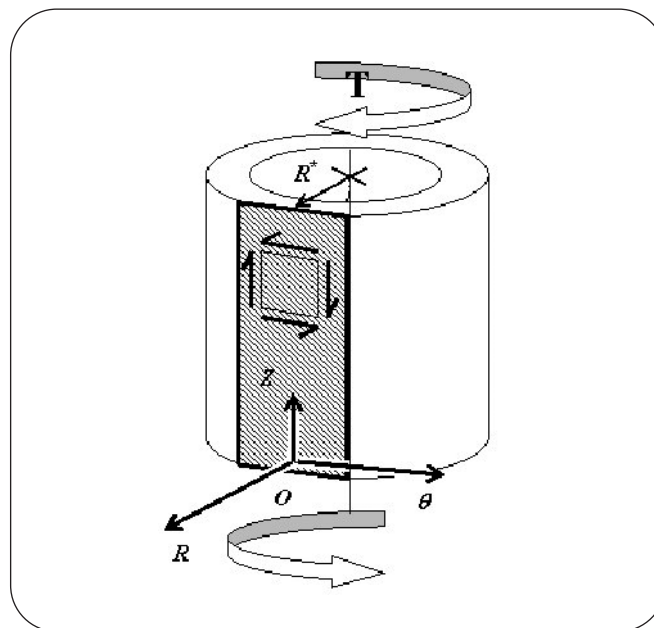
dove R_o e R_i sono il raggio esterno ed il raggio interno del campione tubolare alla temperatura di prova. Per la geometria del campione adottata nel presente studio il raggio critico è approssimato a 0,99 mm [12, 13]. La deformazione di taglio al raggio critico R^* è stata calcolata secondo l'espressione

$$(2) \quad \gamma_{R^*} = \frac{R^*}{L} \cdot \theta$$

dove L è la lunghezza del tratto utile del campione tubolare alla temperatura di prova. In ultimo, gli sforzi e le deformazioni di taglio sono stati trasformati in sforzi e deformazioni equivalenti secondo il criterio di von Mises:

$$(3) \quad \sigma_{Eq} = \sqrt{3} \cdot \tau_{R^*} \quad \text{and} \quad \epsilon_{Eq} = \frac{\gamma_{R^*}}{\sqrt{3}}$$

Il metodo del raggio critico è vantaggioso in quanto riduce la



▲
Fig. 1

Rappresentazione del campione tubolare e del piano di osservazione (θ, Z) distante dal centro del campione il raggio critico $R^* = 0,99 \text{ mm}$, pari a $0,90 \times R_o$, dove R_o è il raggio esterno del campione.

Representation of a tubular specimen and the observation plane (θ, Z) at the critical radius R^* , i.e. $0.90 \times R_o$, with R_o equal to the tube external radius.

complessità del calcolo di T e γ e permette un diretto confronto fra il comportamento plastico del materiale e la concomitante evoluzione microstrutturale. La microstruttura è stata, infatti, osservata su di un piano tangente al tratto utile del campione tubolare (piano (θ, Z) in coordinate cilindriche) distante dal centro dell'asse del campione il raggio critico R^* , come evidenziato in Fig. 1. Ogni dato sperimentale ed osservazione microstrutturale nella presente memoria sono riferiti a tale piano.

I campioni tubolari sono stati riscaldati alla temperatura di prova utilizzando un sistema a radiofrequenze, impiegando una termocoppia saldata sulla superficie esterna del campione e posta nel centro del tratto utile, per controllare la temperatura di prova. Al termine di ogni prova i campioni sono stati raffreddati con acqua con una velocità di raffreddamento di circa 85°C/s per fissare la microstruttura evoluta durante la deformazione ed analizzarla. La microstruttura del materiale è stata osservata in microscopia ottica convenzionale ed in microscopia elettronica in trasmissione mediante il microscopio JEM 2000FXII della Jeol con 200 kV di tensione d'accelerazione.

RISULTATI

1 - Curve di flusso plastico

In Fig. 2 sono riportate le curve sforzi-deformazioni equivalenti per l'acciaio austenitico avente una dimensione media del grano di 30 μm a diverse condizioni di deformazione. In

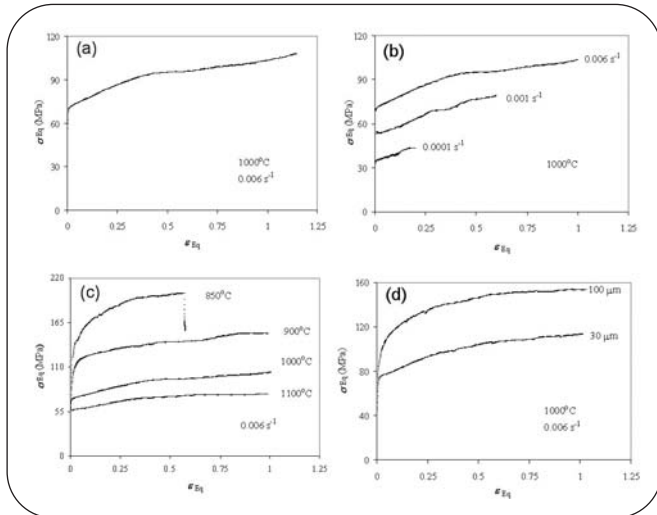


Fig. 2
Curve sforzi-deformazioni equivalenti della lega AISI 316L con una dimensione media del grano di 30 μm deformata a: (a) 1000°C con una velocità di deformazione equivalente al raggio critico pari a 0,006 s⁻¹; (b) 1000°C con diverse velocità di deformazioni equivalenti; (c) diverse temperature con velocità di deformazione equivalente pari a 0,006 s⁻¹. (d) Confronto fra le curve ottenute dalla lega con dimensione media del grano di 100 μm e 30 μm a 1000°C con velocità di deformazione equivalente pari a 0,006 s⁻¹.
 Equivalent stress-strain curves of 30 μm AISI 316L deformed at: (a) 1000°C with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹; (b) 1000°C with different equivalent strain rates at the critical radius; (c) different temperatures with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹. (d) Comparison between 30 μm and 100 μm grained material curves at 1000°C with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹.

figura 2(a) il materiale è stato deformato ad una temperatura di 1000°C con una velocità di deformazione equivalente di 0,006 s⁻¹. La curva presenta un andamento anomalo con alcune regioni ben distinte: una prima regione a piccole deformazioni (subito dopo lo snervamento) dove un netto ginocchio può essere individuato (fino a 0,05 in figura 2(a)). Questo ginocchio è seguito da una regione pressoché lineare della curva, oltre la quale la velocità d'incrudimento, definita come $\Theta_{Eq} = d\sigma_{Eq}/d\epsilon_{Eq}$, decresce fino a raggiungere una condizione di sforzo costante per un breve plateau. Oltre il plateau la curva risale, ma poiché in questo tratto le instabilità nella geometria del campione hanno avuto luogo, la curva non è più rappresentativa del comportamento del materiale. In Fig. 2(b) sono riportate le curve per il materiale deformato a 1000°C con diverse velocità di deformazione. Le caratteristiche regioni individuate per la velocità di deformazione 0,006 s⁻¹ persistono con la riduzione della velocità a 0,001 e 0,0001 s⁻¹, mentre il plateau si è verificato anticipatamente all'aumentare della temperatura, ossia per valori di deformazione inferiori. In figura 2(c) sono riportate le curve per deformazioni a diverse temperature con una velocità di deformazione costante di 0,006 s⁻¹. È possibile individuare una tendenza nel comportamento plastico al variare della temperatura: per temperature superiori a 1000°C le curve presentano le medesime regioni individuate nella curva di figura 2(a), mentre al diminuire della temperatura le curve divergono da tale comportamento.

A 900°C il ginocchio a basse deformazioni diviene meno accentuato per sparire a 850°C, dove la linearità fra sforzo e deformazione è completamente svanito e la curva appare parabolica, la forma comunemente trovata per i materiali metallici policristallini deformati plasticamente. In Fig. 2(d) le curve di flusso per la lega AISI 316L con una dimensione media del grano misurata con il metodo dell'intercetta pari a $97,4 \pm 4,6 \mu\text{m}$ è riportata e confrontata con la curva della lega con la dimensione media del grano di 30 μm: la curva appare parabolica nella forma e decisamente più alta, individuando un incremento del 40 % dello sforzo di flusso alla medesima deformazione equivalente di 0,5.

2 - Analisi delle curve di flusso

Le curve sforzi-deformazioni equivalenti della lega con dimensione media del grano di 30 μm sono state analizzate esaminando la velocità d'incrudimento Θ_{Eq} in funzione dello sforzo σ_{Eq} , come riportato nella Fig. 3(a). A 850°C, la temperatura per la quale la curva sforzi-deformazioni ha un andamento parabolico, una buona parte dei dati sperimentali (nella regione centrale) è approssimabile ad una retta, che può essere, quindi, interpolata con l'equazione $\Theta_{Eq} = \Theta_0 \cdot (1 - \sigma_{Eq}/\sigma_v)$, dove σ_v è il valore dello sforzo intercettato dalla retta per Θ_{Eq} uguale a zero. L'interpolazione della retta ha dato un valore di Θ_0 pari a E/N con $N = 54,8 \pm 2,0$, dove E rappresenta il modulo di Young alla temperatura di prova, ossia 850°C. Il valore di Θ_0 è in ottimo accordo con i risultati riportati in letteratura [14], dove Θ_0 è pari a circa $E/50$. Il tratto lineare rappresenta quello che convenzionalmente è definito come Stadio III dell'incrudimento. In questa regione la curva $\sigma_{Eq}-\epsilon_{Eq}$ è ben interpolata dall'equazione di Voce, ossia

$$(4) \quad \sigma_{Eq} = \sigma_v + (\sigma_0 - \sigma_v) \cdot e^{-\alpha \cdot \epsilon_{Eq}}$$

dove σ_0 è lo sforzo estrapolato per il valore di deformazione $\epsilon_{Eq} = 0$ ed α è il parametro che controlla la velocità con cui σ tende a σ_v . L'equazione (4) nel grafico Θ_{Eq} in funzione di σ_{Eq} si presenta, per l'appunto, nella forma di una retta. La deviazio-

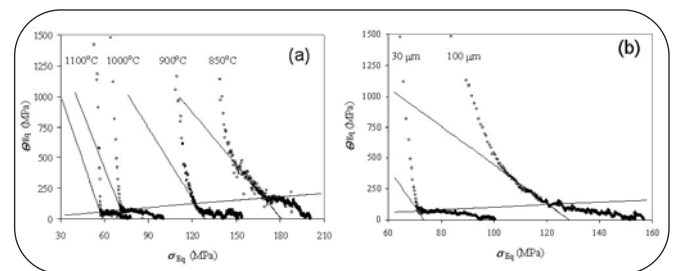


Fig. 3
(a) Velocità d'incrudimento Θ_{Eq} in funzione dello sforzo σ_{Eq} per la lega AISI 316L con grano dalla dimensione media di 30 μm a diverse temperature con una velocità di deformazione equivalente pari a 0,006 s⁻¹; (b) velocità d'incrudimento Θ_{Eq} in funzione dello sforzo σ_{Eq} per la lega AISI 316L con grano dalle dimensioni medie di 30 μm e 100 μm alla temperatura di 1000°C con una velocità di deformazione equivalente di 0,006 s⁻¹.
 (a) Work hardening Θ_{Eq} vs. σ_{Eq} of 30 μm grained AISI 316L deformed at different temperatures with equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹; (b) work hardening Θ_{Eq} vs. σ_{Eq} of 30 μm and 100 μm grained materials deformed at 1000°C with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹.

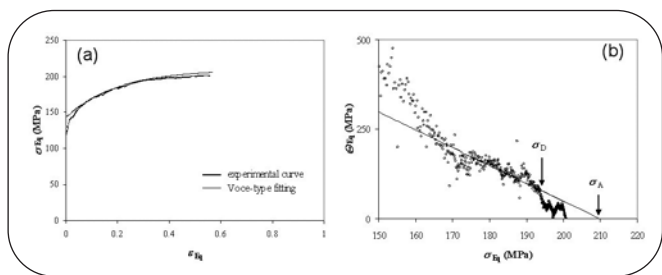


Fig. 4

(a) Curva sforzi-deformazioni equivalenti della lega AISI 316L con grano di 30 μm deformata a 850°C con una velocità di deformazione equivalente pari a 0,006 s⁻¹ con la relativa curva d'interpolazione; (b) velocità d'incrudimento Θ_{Eq} in funzione dello sforzo σ_{Eq} per i risultati in Fig. 4(a) e la relativa retta d'interpolazione. σ_A è pari a 210,0 MPa, mentre σ_D è pari a 194,5 MPa.

(a) Experimental equivalent stress-strain curve and the best Voce-type equation fitting at 850°C with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹ for the 30 μm grained alloy; (b) Θ_{Eq} vs. σ_{Eq} plot of the experimental equivalent stress-strain curve in (a). The negative slope line is the best Voce-type fitting to the experimental data. σ_A is 210.0 MPa and σ_D is 194.5 MPa.

ne dei dati sperimentali alle basse deformazioni è dovuta all'accumulo dislocativo ai bordi del grano, mentre la deviazione agli alti sforzi è detto convenzionalmente Stadio IV dell'incrudimento e precede la ricristallizzazione, detto convenzionalmente da alcuni autori Stadio V dell'incrudimento [14-16].

A ciascuna delle curve sperimentali a temperatura superiore a 850°C, per le quali si presenta l'anomalo andamento nelle curve sforzi-deformazioni, è stata associata una retta con pendenza negativa ed intercette con l'asse delle ordinate pari a E/54,8, dove E è il modulo di Young alla temperatura della prova, ma nessuna di tali rette è stata in grado di interpolare correttamente alcuna porzione delle curve sperimentali. La lega con dimensione del grano medio pari a 100 μm deformata a 1000°C, avente curva di flusso con andamento parabolico, è risultata invece essere ottimamente interpolata con la retta di Voce utilizzando Θ₀ = E/54,8, presentando un chiaro Stadio III dell'incrudimento. Come atteso, ad un andamento parabolico della curva sforzi-deformazioni è stato possibile associare uno Stadio III dell'incrudimento.

La fine degli Stadi III nelle curve dove tali stadi sono stati univocamente individuati è coinciso con un valore costante nel rapporto Θ_{Eq}/σ_{Eq} ~ 1,0: questo valore è in accordo con i risultati riportati in letteratura [15, 16] sullo studio dello Stadio IV in acciai austenitici deformati in torsione in condizioni di deformazione simili a quelle del presente lavoro. Tracciando nei grafici Θ_{Eq} in funzione di σ_{Eq} la retta Θ_{Eq} = m · σ_{Eq}, con m = 1,0, si nota di come per i dati sperimentali dalle curve di flusso dall'andamento anomalo l'inizio del tratto a basse velocità d'incrudimento è anch'esso individuato dal rapporto Θ_{Eq}/σ_{Eq} ~ 1,0, tranne che per la temperatura di 900°C.

3 - Ricristallizzazione dinamica: Stadio V dell'incrudimento

Al momento non esiste alcuna teoria condivisa sulla natura dello Stadio IV e, quindi, sulla migliore funzione d'interpolazione di tale Stadio [14]. Nonostante ciò, in alcuni lavori [15, 16] lo Stadio IV alle alte temperature è stato interpolato con

una retta nel grafico Θ_{Eq} in funzione di σ_{Eq}, ed anche nel presente lavoro si è assunto il medesimo andamento dei dati sperimentali. In realtà, piuttosto che interpolare le curve sperimentali Θ_{Eq} in funzione dello sforzo σ_{Eq}, dati che presentano un'elevata diffusione e valori ridotti della velocità d'incrudimento Θ_{Eq}, si è proceduto con l'interpolazione delle curve degli sforzi-deformazioni equivalenti con la corrispondente equazione di tipo Voce, ossia

$$(5) \quad \sigma_{Eq} = \sigma_A + (\sigma_o' - \sigma_A) \cdot e^{-\alpha' \cdot \epsilon_{Eq}}$$

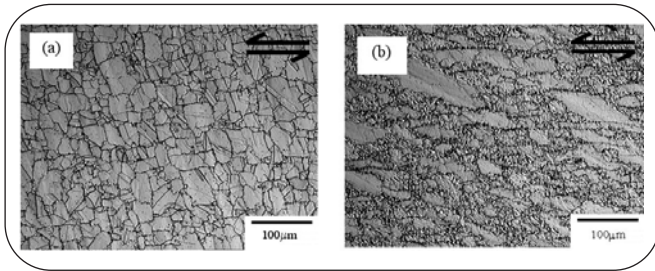
dove σ_{o'} è lo sforzo estrapolato per il valore di deformazione ε_{Eq} = 0, σ_A è lo sforzo asintotico per ε_{Eq} tendente ad infinito, ossia per Θ_{Eq} = 0, ed α' è il parametro che controlla la velocità con cui σ tende a σ_A. Nelle curve in cui uno Stadio III è stato individuato, la regione dei dati per l'interpolazione è stata univocamente individuata e definita dai valori di σ_{Eq} e ε_{Eq} per i quali i corrispondenti valori di Θ_{Eq}/σ_{Eq} fossero inferiori a 1,0 e che precedessero il plateau degli sforzi. In Fig. 4, a titolo di esempio, sono riportati i risultati dell'interpolazione per la lega con grano di 30 μm deformata a 850°C.

Si nota chiaramente in Fig. 4(a) e 4(b) la regione di buona interpolazione, corrispondente allo Stadio IV dell'incrudimento e la deviazione alle alte deformazioni della curva d'interpolazione dalla curva sperimentale. La stessa procedura d'interpolazione è stata implementata per la curva della lega con grani di 100 μm e deformata a 1000°C. Definito dagli autori σ_D come il valore sperimentale dello sforzo per il quale si verifica una deviazione superiore a 1% dalla curva d'interpolazione, è stato individuato il corrispondente valore della velocità d'incrudimento a σ_D, ossia Θ_D, ed è stato calcolato il rapporto T_D = Θ_D/σ_D. T_D è risultato essere pari a circa 0,20 per la lega con grano da 30 μm deformata a 850°C e 0,21 per la lega con grano da 100 μm deformata a 1000°C. Questi valori di T_D sono consistenti con i risultati riportati in letteratura [15, 16] per acciai inossidabili deformati in torsione alle alte temperature ed individuano univocamente il verificarsi della ricristallizzazione dinamica, ossia lo Stadio V. Nelle curve sforzi-deformazioni riportate in Fig. 2, i plateau avvengono immediatamente dopo i valori σ_D individuati sopra e testimoniano, dunque, l'avvenuta ricristallizzazione dinamica. La stessa procedura utilizzata per le curve di flusso con andamento parabolico è stato adottato per le curve con andamento anomalo. Sono stati individuati valori di T_D consistenti con i comportamenti parabolici: 0,20 a 900°C, 0,18 a 1000°C e 1100°C. Anche in questo caso i plateau osservati in ciascuna curva sforzi-deformazioni indicano l'avvenuta ricristallizzazione dinamica.

Sebbene alla deformazione equivalente di 0,1 nessun stato stazionario sia stato raggiunto, la minima differenza nella velocità di incrudimento a 0,1 per le curve delle prove con temperature comprese fra 1000 e 1100°C, per le quali il comportamento anomalo è stato ottenuto, ha permesso d'individuare l'esponente dello sforzo di deformazione, avendo assunto una relazione con potenza pari a n (detto esponente alla Norton) fra velocità di deformazione e sforzo di flusso. L'esponente alla Norton è risultato essere compreso fra 6,6 e 6,9. Assumendo una relazione all'Arrhenius fra velocità di deformazione e temperatura, alla deformazione equivalente di 0,1 è stata individuata un'energia apparente di attivazione pari a 350 kJ·mol⁻¹.

4 - Microstruttura

In alcune delle condizioni di deformazione presentate, l'evoluzione dei bordi di grano è stata anomala in quanto la struttura dei grani da equiassica è divenuta romboidale; tale trasfor-



▲
Fig. 5

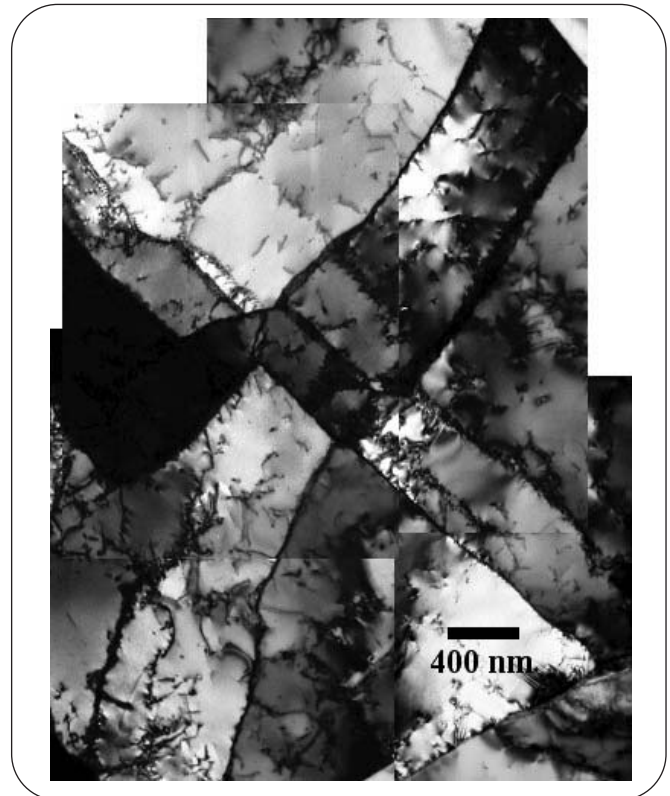
Microstruttura della lega AISI 316L sul piano (Θ, Z) deformata a 1000°C con una velocità di deformazione equivalente di $0,006\text{ s}^{-1}$, evoluta dopo (a) una deformazione equivalente di $0,18$; (b) una deformazione equivalente di $1,10$. La direzione di massimo sforzo di taglio orizzontale è riportata in figura.

Grain structure of AISI 316L deformed at 1000°C with equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s^{-1} , evolved to (a) a final equivalent strain at the critical radius of 0.18 ; (b) a final equivalent strain at the critical radius of 1.10 . The horizontal direction of maximum shear is reported in the figure.

mazione si è conclusa già dai primi valori iniziali della deformazione. Nella configurazione romboidale riportata in Fig. 5(a) per la lega con grano di $30\text{ }\mu\text{m}$ deformata a 1000°C , i bordi di grano si presentano pressoché allineati con le direzioni di massimo sforzo di taglio in torsione. Le giunzioni triple dei bordi di grano appaiono formare angoli di 90° e 180° e bordi di grano con gomiti di 90° sono presenti. L'evoluzione è anomala, in quanto tale configurazione è in disaccordo con la minimizzazione dell'energia superficiale associata ai bordi di grano.

Tale evoluzione si è presentata solo nel piano (Θ, Z) , mentre sui piani (R, Z) e (R, Θ) non c'è stata alcuna evoluzione, rimanendo su tali piani i grani equiassici. La dettagliata descrizione e razionalizzazione dell'evoluzione della struttura è riportata in [1], dove si è giunti alla conclusione che l'evoluzione è stata causata dalla migrazione dei bordi di grano indotta dalla deformazione in combinazione con il campo degli sforzi della torsione. A partire dalle deformazioni proprie del plateau degli sforzi, la struttura regolare è stata consumata e sostituita da una struttura con grani fini, come riportato in Fig. 5(b), dove i grani di forma romboidale non sono più visibili. Questa evoluzione microstrutturale è tipica della ricristallizzazione dinamica, ed è in accordo con quanto individuato dall'analisi delle curve degli sforzi-deformazioni.

Per tutte le temperature superiori a 900°C l'evoluzione microstrutturale sopraesposta è stata osservata, mentre alla temperatura di 850°C nessun segno di evoluzione microstrutturale anomala è stato rilevato. È stato possibile mettere in relazione l'evoluzione dei bordi di grano con il flusso plastico: per la temperatura di 850°C non si ha avuto alcuna evoluzione microstrutturale anomala e la curva sforzi-deformazioni è apparsa parabolica. A temperature superiori l'anomala evoluzione microstrutturale è avvenuta e la curva sforzi-deformazioni ha evidenziato una velocità d'incrudimento pressoché costante alle basse deformazioni. Anche per la lega con $100\text{ }\mu\text{m}$ si è verificata la medesima evoluzione strutturale a 1000°C , ma la curva di flusso è risultata parabolica e decisamente più elevata rispetto alla curva della lega con $30\text{ }\mu\text{m}$ deformata nelle medesime condizioni. L'evoluzione micro-



▲
Fig. 6

Celle dislocative nell'interno del grano della lega AISI 316L deformata a 1000°C con una velocità di deformazione pari a $0,006\text{ s}^{-1}$ alla deformazione equivalente di $0,09$.

Dislocation cell structure of AISI 316L deformed at 1000°C with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s^{-1} to a final equivalent strain of 0.09 .

strutturale, dunque, è legata alle condizioni di deformazione, ossia alla torsione, alla temperatura ed alla velocità di deformazione, a prescindere dalla dimensione del grano, ma la riduzione della dimensione media del grano ha indebolito la lega ed ha conferito alle curve sforzi-deformazioni una forma anomala.

5 - Osservazioni in microscopia elettronica in trasmissione

La microstruttura dislocativa all'interno del grano della lega con dimensione del grano di $30\text{ }\mu\text{m}$ deformata a 1000°C è riportata in Fig. 6, dove è possibile individuare celle dislocative regolari nella forma, tipiche della torsione alle alte deformazioni. L'interno delle celle dislocative presenta una bassa densità di dislocazioni e le pareti sono nette e bidimensionali; inoltre, le variazioni dell'orientazione cristallografica fra le celle che sono alternate e ruotate, sono state quantificate con l'analisi della figura di diffrazione con diaframma di selezione d'area dell'ordine di 2° . Tale struttura è tipica dello Stadio IV dell'incrudimento [14, 17] e conferma l'analisi delle curve di flusso riportate nel paragrafo 3.

La struttura dislocativa in prossimità dei bordi di grano si è rivelata diversa da quella individuata nel centro dei grani. In Fig. 7(a) è riportata la struttura dislocativa in prossimità del bordo di grano per la lega deformata nelle medesime condizioni di Fig. 6. Si sono evidenziate strutture dislocative a basso angolo, inferiori a 2° rispetto al grano di appartenenza,

ma allungate secondo la direzione del bordo di grano. Esse appaiono come il risultato di migrazioni del bordo, dove la struttura dislocativa indica la posizione del bordo di grano precedente alla migrazione. In Fig. 7(b) è riportata la struttura dislocativa in prossimità del bordo ad una deformazione equivalente finale di 0,18. Il tratto di bordo di grano forma un gomito con un angolo di 90° in accordo con la struttura del bordo di grano osservata in microscopia ottica convenzionale (Fig. 5(a)) e la cui formazione è stata attribuita alla migrazione dei bordi di grano indotta dalla deformazione. Le strutture dislocative in prossimità del gomito (punto C in figura) sono pressoché quadrate, in accordo con la geometria del gomito stesso. Procedendo verso l'interno del grano le strutture dislocative divengono allungate (punto B), simili a quelle individuate a basse deformazioni e riportate in Fig. 7(a). Verso il centro del grano (punto A) la struttura dislocativa è come quella evidenziata in figura 6. La variazione dell'orientazione cristallografica dal punto A al punto B ed in fine al punto C è stato quantificato attraverso l'analisi degli spettri di diffrazione alla Kikuchi con fascio elettronico convergente ed ha portato all'individuazione di un valore di 1,5° fra A e B ed un valore di 0,5° fra B e C: la variazione cristallografica è incrementale, procedendo dal centro verso le regioni più esterne del gomito, e non ruotata ed alternata come nella struttura dislocativa interna al grano.

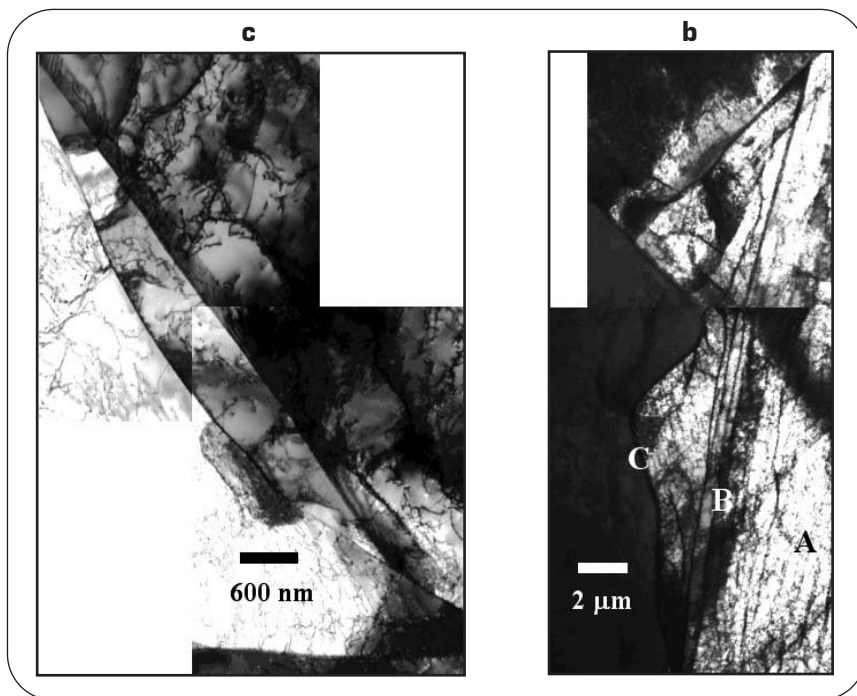
DISCUSSIONE

L'analisi delle curve di flusso e le immagini TEM rivelano che nelle condizioni di deformazione che hanno presentato curve sforzi-deformazioni dall'andamento anomalo, la deformazione è stata dominata dallo stadio IV dell'incrudimento. Laddove siano individuabili gli stadi d'incrudimento, lo sforzo di flusso è dovuto esclusivamente all'interazione dislocazioni-dislocazioni e la deformazione è, dunque, dovuta al moto dislocativo di volume. Gli stessi valori dell'esponente di Norton e dell'energia apparente di deformazione sono tipici della deformazione dislocativa di volume [18, 19]. In tali condizioni lo sforzo di flusso è dato dalla relazione di Taylor [14]

$$(6) \quad \sigma = M\alpha\mu b\sqrt{\rho}$$

dove M è il fattore di Taylor e tiene conto della tessitura cristallografica, α è un fattore moltiplicativo dell'ordine di 0,5, μ il modulo elastico di taglio, b il vettore di Burgers del materiale, e ρ la densità dislocativa.

La mancata manifestazione dello stadio III ha avuto luogo con la riduzione del grano. In concomitanza con tale evento, il materiale ha presentato una evoluzione del bordo di grano alle alte temperature che ha portato la formazione di una struttura romboidale, struttura che si è completata già nelle prime fasi della deformazione prima che si instaurasse lo stadio IV dell'incrudimento, ossia nelle fasi in cui lo stadio III avrebbe dovuto manifestarsi. L'evoluzione di tale struttura è stata razionalizzata in termini di migrazione del bordo di grano indotta dalla deformazione in combinazione al campo degli



▲ Fig. 7

Struttura dislocativa al bordo di grano della lega AISI 316L deformata a 1000°C con una velocità di deformazione pari a 0,006 s⁻¹: (a) alla deformazione equivalente di 0,09; (b) alla deformazione equivalente finale di 0,18. La variazione dell'orientazione cristallografica fra il punto A (interno del grano originario) ed il punto B è di 1,5° ed è di 2° fra A e C.

Dislocation structure at grain boundaries in AISI 316L deformed at 1000°C with an equivalent strain rate at the critical radius of 0.006 s⁻¹ (a) to a final equivalent strain of 0.09: dislocation structures elongated consistently to the grain boundary with crystallographic misorientation with respect to the parent grain of about 1.5°; and (b) to a final equivalent strain of 0.18: the crystallographic misorientation from the core of the parent grain to the elbows increased from 1.5° between point A and B, to 2° between A and C.

sforzi della torsione [1]. La forza motrice della migrazione è stata la presenza di gradienti di energia di deformazione (dislocazioni accumulate) che si sono presentati passando da un grano a quello adiacente. I bordi di grano, infatti, sono regioni di deformazione disomogenea dovuta all'incompatibilità nella deformazione di grani vicini, dove si accumulano di conseguenza dislocazioni. La migrazione, avvenendo, riduce l'energia di deformazione in uno dei due lati del bordo di grano; in altri termini, riduce la densità di dislocazione accumulata ai bordi di grano per effetto della deformazione [2, 4]. L'evoluzione della struttura dei bordi di grano per effetto delle migrazioni degli stessi si è verificata subito dopo lo snervamento, cosicché si è manifestata una significativa riduzione della velocità di accumulo della densità dislocativa. Utilizzando la descrizione dello stadio III attraverso l'equazione di Voce razionalizzata da Kocks e Mecking [14, 20], la velocità d'incrudimento è data da

$$(7) \quad \dot{\theta} = \theta_0 - D(T, \dot{\epsilon}) \cdot \sigma$$

dove θ_0 è la velocità d'incrudimento atermica e $D(T, \dot{\epsilon})$ è il termine dovuto al recupero dinamico che determina la riduzione della densità dislocativa accumulata. Per effetto della migra-

zione dei bordi di grano (MBG) l'equazione (7) si modifica in

$$(8) \quad \vartheta = \vartheta_0 - (D(T; \dot{\epsilon}) \cdot \sigma + S_{MBG})$$

Il termine S_{MBG} indica la riduzione della densità dislocativa per effetto della migrazione. La presenza dell'ulteriore termine S_{MBG} fa sì che lo Stadio III non riesca a manifestarsi nella lega con dimensione media del grano di $30 \mu\text{m}$, dove il rapporto fra superficie dei bordi di grano e volume è elevato. Nella lega con grano medio da $100 \mu\text{m}$ il rapporto fra la superficie dei bordi di grano ed il volume è inferiore e tale che la riduzione della densità dislocativa per effetto delle migrazioni non sia stata significativa.

Il perché lo Stadio IV sia riuscito a manifestarsi, altresì, potrebbe risiedere nella natura della microstruttura dello Stadio stesso. Lo Stadio IV della deformazione è stato spesso descritto come una deviazione dallo Stadio III per effetto di un rinnovato aumento della componente atermica dell'incrudimento [9, 14, 21-23] in quanto la struttura dislocativa tipica dello Stadio III, che si presenta nella forma di celle con pareti poco definite e dalla piccola variazione nell'orientazione cristallografica ($< 1^\circ$), si trasforma, dando origine nello Stadio IV a celle dalle pareti nette e dalla variazione dell'orientazione cristallografica maggiore, di circa 2° , il che rende il moto dislocativo da una cella a quella successiva più difficile. Alcuni ricercatori [21-23] hanno proposto una legge di Hall-Petch modificata per descrivere lo Stadio IV dell'incrudimento, presentando l'equazione

$$(9) \quad \sigma = \sigma^* + k \cdot d^{-1}$$

dove σ^* è lo sforzo per deformare il cristallo in assenza delle pareti delle celle dislocative e coincidente, dunque, con l'equazione (6), k è il parametro di arresto che quantifica l'efficacia delle pareti nel bloccare le dislocazioni mobili e d è la dimensione media delle celle dislocative (elevata a -1 e non a $-1/2$ come nella tradizionale legge di Hall-Petch). La struttura è tale, dunque, da bloccare efficacemente le dislocazioni mobili all'interno del grano, riducendo la velocità di accumulo delle stesse ai bordi di grano: nell'equazione (9), infatti, la dimensione media del grano è stata sostituita con la dimensione media delle celle dislocative. In questo modo, la deformazione di volume con lo Stadio IV si manifesta pienamente e l'effetto delle migrazioni dei bordi di grano sulla densità dislocativa ρ e, dunque, su σ è divenuta trascurabile. Inevitabilmente, con il procedere dello Stadio IV, la ricristallizzazione dinamica è avvenuta secondo le condizioni attese.

CONCLUSIONI

La lega AISI 316L deformata in torsione a temperature comprese fra 850 e 1100°C ha presentato un comportamento di flusso plastico anomalo alle alte temperature, superiori a 900°C , mostrando una significativa riduzione dello sforzo di flusso al diminuire della dimensione del grano. La lega nelle medesime condizioni di deformazione ha presentato un'evoluzione nella struttura dei grani anomala, con l'allineamento dei bordi di grano lungo le direzioni dei massimi sforzi di taglio, triple giunzioni ad angoli di 90° e 180° e bordi di grano con gomiti di 90° , evoluzione che è stata razionalizzata sulla base della migrazione dei bordi di grano indotta dalla deformazione. L'analisi delle curve di flusso ha portato alla conclusione che nelle curve dal comportamento anomalo lo Stadio III dell'incrudimento non si è manifestato, mentre lo Stadio IV è avvenuto propriamente, seguito dallo Stadio V. La presenza

dello Stadio IV dell'incrudimento testimonia il fatto che la deformazione plastica è stata dominata dalla deformazione dislocativa di volume, come confermato dai valori dell'esponente di Norton e dell'energia apparente di attivazione della deformazione individuate nelle curve anomale.

Gli autori hanno proposto un modello qualitativo in grado di descrivere il comportamento di flusso sulla base della migrazione dei bordi di grano indotta dalla deformazione:

- la significativa migrazione dei bordi di grano, che ha originato nelle prime fasi della deformazione l'anomala struttura romboidale, ha causato una riduzione della velocità di accumulo della densità dislocativa. Nel materiale con grano di $30 \mu\text{m}$, tale evoluzione ha causato una conseguente riduzione della velocità d'incrudimento e dello sforzo di flusso, il che ha impedito il manifestarsi dello Stadio III dell'incrudimento. Nella lega con grano di $100 \mu\text{m}$ il rapporto della superficie dei bordi di grano ed il volume è inferiore ed è tale che la riduzione della densità dislocativa non sia stata significativa, cosicché la curva ha presentato un classico Stadio III e la lega è apparsa più resistente alla deformazione;
- nello Stadio IV dell'incrudimento la microstruttura dislocativa all'interno del grano è tale da rendere meno efficace l'accumulo dislocativo ai bordi di grano. Di conseguenza, lo Stadio IV si è manifestato propriamente anche laddove lo Stadio III non si era presentato;
- la ricristallizzazione dinamica, convenzionalmente definita Stadio V dell'incrudimento, si è manifestata dopo lo Stadio IV consumando la microstruttura romboidale.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Angella G., Wynne B.P., Rainforth W.M., Beynon J.H., Microstructure evolution of AISI 316L in torsion at high temperature. *Acta Mater.* 2005;53:1263.
- [2] Bell R.L., Thompson N.B.W., Turner P.A., Grain-boundary slide-hardening in Zinc bicrystals. *J. of Mat.Sci.* 1968;3:524.
- [3] Hashimoto S., Baudelet B., On the migration of grain boundaries during sliding. *Scripta Metall.* 1989;23:1855.
- [4] Miura H., Ozama M., Mogawa R., Sakai T., Strain-rate effect on dynamic recrystallisation at grain boundary in Cu alloy bicrystal. *Scripta Mater.* 2003;48:1501.
- [5] Beck P.A., Sperry P.R., Strain induced grain boundary migration in high purity Aluminium. *J. of Appl.Phys.* 1950;21:150.
- [6] Bailey J.E., Hirsch P.B., The recrystallisation process in some polycrystalline metals. *Proc.R.Soc.Lond.A* 1961;267:11.
- [7] Humphreys F.J., Hatherley M., Recrystallisation and related phenomena. Oxford, UK: Pergamon Press, 1996.
- [8] Escher C., Gottstein G., Nucleation of recrystallisation in Boron doped Ni3Al. *Acta Mater.* 1998;46:525.
- [9] Gottstein G., Brünger E., Frommert M., Goerdeler M., Zeng M., Prediction of the critical conditions for dynamic recrystallisation in metals. *Z.Metallkd.* 2003;94:628.
- [10] Miura H., Sakai T., Mogawa R., Gottstein G., Nucleation of dynamic recrystallisation at grain boundaries in copper bicrystals. *Scripta Mater.* 2004;51:671.
- [11] Angella G., Strain path, flow stress and microstructure evolution of an austenitic stainless steel at high temperature. Philosophical Doctor Thesis. Sheffield, UK: Department of Mechanical Engineering, The University of Sheffield, 2002.
- [12] Barraclough D.R., Whittaker H.J., Nair K.D., Sellars C.M., Effect of specimen geometry on hot torsion test results for solid and tubular specimens. *J. of Test. and Eval.*

- 1973;1:220.
- [13] Pöhlant K., Tekkaya A.E., Lach E., Torsion test on solid and tubular specimens for testing the plastic behaviour of metals. Arch.Eisenhüttenwes. 1984;55:149.
- [14] Kocks U.F., Mecking H., Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. Prog.Mater.Sci. 2003;48:171.
- [15] Ryan N.D., McQueen H.J., Dynamic softening mechanisms in 304 austenitic stainless steel. Can.Metall.Quart. 1990;29:147.
- [16] Poliak E.I., Jonas J.J., A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization. Acta Mater. 1996;44:127.
- [17] Sevillano J.G., Aernoudt A.E., Low energy dislocation structure in highly deformed materials. Mater.Sci. and Eng. 1987;86:35.
- [18] Frost H.J., Ashby M.F., Deformation mechanism maps. Oxford, UK: Pergamon Press, 1982.
- [19] Morris D.G., Harries D.R., Creep and rupture in type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C - Part I: creep rate. Metal Sci.J. 1978:525.
- [20] Mecking H., Kocks U.F., Kinetics of flow and strain hardening. Acta Metall.Mater. 1981;29:1865.
- [21] Sevillano J.G., Van Houtte P., Aernoudt E., Structural background of yield and flow. Prog.Mater.Sci. 1981;25:69.
- [22] Argon A.S., Haasen P., A new mechanism of work hardening in the late Stages of large strain plastic flow in F.C.C and diamond cubic structure. Acta Metall.Mater. 1993;41:3289.
- [23] Ungár T., Zehetbauer M., Stage IV work hardening in cell forming materials - Part II: a new mechanism. Scripta Mater. 1996;35:1467.

ABSTRACT

ANALYSIS OF THE PLASTIC BEHAVIOUR OF AN AUSTENITIC STAINLESS STEEL TORSIONALLY DEFORMED AT HIGH TEMPERATURE

Keywords: stainless steel, mechanical testing, plastic deformations, physical metallurgy, transmission electron microscopy

Flow behaviour of a torsionally deformed AISI 316L was investigated in the range of temperatures 850–1100°C with equivalent strain rates 0.0001–0.006 s⁻¹. For temperatures higher than 900°C the 30 µm grained material presented an unusual linear relationship at low strains between equivalent stress, $\sigma_{E\dot{\epsilon}}$, and equivalent strain, $\epsilon_{E\dot{\epsilon}}$, whilst at 850°C a parabolic $\sigma_{E\dot{\epsilon}}-\epsilon_{E\dot{\epsilon}}$ relationship was observed. The flow behaviour of a 100 µm grained stainless steel torsionally deformed at 1000°C with equivalent strain rate of 0.006 s⁻¹ was also reported to follow the expected parabolic $\sigma_{E\dot{\epsilon}}-\epsilon_{E\dot{\epsilon}}$ relationship and produced a significantly higher flow stress than the 30 µm grained material, about 40 % higher at 0.5 equivalent strain.

The strain hardening behaviour of the alloy was investigated through plotting strain hardening rate $\Theta_{E\dot{\epsilon}} = d\sigma_{E\dot{\epsilon}}/d\epsilon_{E\dot{\epsilon}}$ vs. $\sigma_{E\dot{\epsilon}}$. The data curves for the material having the parabolic $\sigma_{E\dot{\epsilon}}-\epsilon_{E\dot{\epsilon}}$ relationships, i.e. 30 µm grains at 850°C and 100 µm grains at 1000°C, resulted to have the expected trend, since a wide region of the curves at intermediate stresses could be fitted with the linear equation $\Theta_{E\dot{\epsilon}} = \Theta_0 \cdot (1 - \sigma_{E\dot{\epsilon}}/\sigma_0)$, resulting in a value of Θ_0 equal to E_T/N with $N = 54.8 \pm 2.0$, where E_T is the Young modulus at the test temperature. At higher temperatures and 30 µm grains, where linear $\sigma_{E\dot{\epsilon}}-\epsilon_{E\dot{\epsilon}}$ curves were found, no linear fitting was possible in the $\Theta_{E\dot{\epsilon}}$ vs. $\sigma_{E\dot{\epsilon}}$ plot, i.e. Stage III could not be detected. In the $\Theta_{E\dot{\epsilon}}$ vs. $\sigma_{E\dot{\epsilon}}$ plot the deviation at high stresses from the linear behaviour, conventionally called Stage IV of strain hardening, occurred at the distinctive value of the ratio of $\Theta_{E\dot{\epsilon}}/\sigma_{E\dot{\epsilon}} = 1.0$. Through linear fitting method, Stage IV was found to finish with an abrupt deviation to a null strain hardening rate at the distinctive value of the ratio $T_D = \Theta_{E\dot{\epsilon}}/\sigma_{E\dot{\epsilon}} \sim 0.2$. Both values were consistent with values reported in literature for similar austenitic stainless steel deformed in similar conditions. Beyond T_D dynamic recrystallisation takes place, i.e. Stage V of hardening. The flat regions of the data curves $\Theta_{E\dot{\epsilon}}$ vs. $\sigma_{E\dot{\epsilon}}$ of the 30 µm grained AISI 316L, i.e. the material presenting anomalous flow behaviour, were found also to begin at the distinctive value of the ratio of $\Theta_{E\dot{\epsilon}}/\sigma_{E\dot{\epsilon}} = 1.0$ and to finish to the similar distinctive value of the ratio $T_D \sim 0.2$. Microstructure investigations reported that beyond T_D the grain structure of the small grained alloy was consumed and replaced by new finer structure, which is typical of

dynamic recrystallisation. Since the values of the beginning and the end of the flat regions were consistent with the distinctive values of Stage IV for the normal flow behaviour material, it was concluded that the flat regions in the anomalous flow behaviour material were Stages IV of strain hardening. Also TEM results were further confirmations of such plastic flow analysis, since the observed dislocation structure was typical of Stage IV of strain hardening: the material presented dislocation cells clear of dislocations with cell walls sharp and bi-dimensional and the crystallographic misorientation among different cells was quantified through the analysis of the selected area diffraction patterns to be about 2°.

In the small and big grained materials an unusual grain shape evolution from pre-deformation equiaxed to rhomboidal was observed during torsion, which was rationalised in (Angella G. et al, Acta Mater 53 (2005) 1263) in terms of strain induced grain boundary migration (SIGBM) combined with the torsion stress field. Such unusual rhomboidal grain microstructure was reported at temperatures higher than 900°C regardless the grain size, and was concluded that SIGBM in conjunction with small grain size caused the anomalous behaviour of the 30 µm grained AISI 316L at high temperature. A qualitative model was proposed to describe the flow behaviour of the AISI 316L stainless steel based on the unusual grain structure evolution and, in turn, on SIGBM. The SIGBM events at the grain boundaries were triggered by gradients of stored energy and occurred to minimise dislocation accumulation at the grain boundaries. At small deformation after yielding, the dislocation density increased slowly because of local reduction near the grain boundaries due to the SIGBM events that transformed the pre-test equiaxed grain structure into the rhomboidal structure. In this way in the 30 µm grained material the work hardening rate was abruptly reduced and the material was prevented from entering Stage III. In the 100 µm grained material the ratio of grain boundary area to volume decreased with respect to the 30 µm grain size material in such a way that the dislocation reduction through SIGBM events was no longer significant and the material exhibited the expected Stage III and the common parabolic flow curve.

Stage IV was observed also in the 30 µm grained material because of the typical Stage IV dislocation microstructure. The dislocation cells of such Stage were effective obstacles to the dislocation motion such that the dislocations were retained in the grain cores, and the effectiveness of the dislocation accumulation at the grain boundaries was reduced: in this way SIGBM effects on ρ also became insignificant in the 30 µm grain size material. When the work hardening and stress conditions for Stage V occurred, dynamic recrystallisation took place, consuming the original deformation grain structure.