

Metalli a struttura ultrafine ottenuti mediante deformazione plastica severa

M. Vedani, G. Angella, P. Bassani, A. Tuissi

Nella memoria viene presentata una breve rassegna sull'evoluzione microstrutturale, le proprietà e le tecniche di produzione di metalli massivi a struttura ultrafine o nanostrutturati. Alcune caratteristiche vengono espone con il supporto di dati sperimentali ottenuti su leghe di alluminio e su acciai deformati mediante tecnica "Equal Channel Angular Pressing" o mediante laminazione a temperature poco superiori a quella ambiente. Si mette in evidenza come l'evoluzione della microstruttura con la deformazione plastica severa a basse temperature segua dei principi comuni per i diversi metalli, schematizzabili secondo la teoria della ricristallizzazione continua. Esistono alcuni processi adottabili in laboratorio ormai maturi per la sintesi di metalli ultrafini o nanostrutturati in forma massiva mentre sono ancora in fase di valutazione e sviluppo analoghe tecnologie che si possano inserire nelle linee di produzione industriale dei metalli. Infine, i metalli ultrafini si caratterizzano per una struttura a grani submicroscopici in uno stato molto lontano dall'equilibrio, specialmente per quanto concerne la condizione dei bordi grano. La conseguente elevata reattività modifica profondamente le cinetiche di diffusione, di ingrossamento del grano e trasformazione di fase.

Parole chiave: lavorazioni plastiche a freddo, alluminio e leghe, acciaio

INTRODUZIONE

Nel campo della ricerca sui metalli ultrafini e nanostrutturati, le tecniche di deformazione plastica ad elevatissime riduzioni (deformazione plastica profonda o severa) stanno suscitando un ampio interesse per merito della possibilità di affinare la struttura di metalli puri e leghe massive fino a livelli irraggiungibili con gli usuali trattamenti termomeccanici basati sull'incrudimento e la ricristallizzazione. L'attrattiva dei metalli ultrafini, generalmente definiti tali se con grano cristallino di dimensione al di sotto del micron, risiede nell'elevata resistenza meccanica ottenibile, abbinata ad una buona tenacità oltre che a proprietà superplastiche a temperature moderate ed a velocità di deformazione più elevate [1-6].

I lavori di ricerca pubblicati in letteratura ed i numerosi congressi organizzati in questi recenti anni sul tema consentono di delineare in modo sufficientemente esaustivo alcuni principi sui quali si basa il processo di affinamento di un metallo soggetto a deformazione plastica severa.

Tali considerazioni generali si applicano soprattutto a metalli policristallini con struttura fcc oppure bcc aventi energia dei difetti di impilamento (stacking fault energy) media o elevata quali Al, Ni, Fe deformati a temperatura ambiente o moderatamente elevata.

È noto che in tali condizioni, per bassi livelli di deformazione plastica imposta, la struttura del metallo può inizialmente evolvere attraverso la formazione di celle aventi basso angolo di disallineamento relativo e raggruppate in blocchi separati tra loro da bordi con angolo di disallineamento maggiore. L'orientazione dei blocchi di celle segue inizialmente specifici piani cristallografici della originale struttura ma, al crescere della deformazione imposta, assume un orienta-

mento secondo definite direzioni macroscopiche, regolato dal flusso plastico imposto.

Ad elevati tassi di deformazione, generalmente dell'ordine di diverse unità, la struttura subisce un'ulteriore evoluzione che consente di ottenere il desiderato affinamento.

La spaziatura dei blocchi di celle decresce progressivamente e al contempo gli angoli di disallineamento tra i bordi dei blocchi e tra le singole celle aumenta progressivamente. Questo cosiddetto processo di "suddivisione" o "frammentazione" dei grani è tale per cui i blocchi di celle o le singole celle subiscono una progressiva rotazione con la deformazione imposta, fino a creare una serie di nuovi grani equiasici estremamente fini (corrispondenti a piccole porzioni degli originali grani) separati tra loro da bordi ad alto angolo di disallineamento.

È stato inoltre stabilito che il processo di frammentazione dei grani risulta fortemente accelerato quando si agevolano le condizioni di migrazione dei grani per esempio con temperature moderatamente elevate oppure quando si introducono variazioni nel flusso di deformazione imposto, ad esempio mediante la rotazione del prodotto in laminazione. Ugualmente efficace è la presenza di seconde fasi disperse nella struttura per agevolare condizioni di deformazione disuniformi e quindi anticipare la frammentazione dei grani cristallini [7,8].

La figura 1, tratta da una recente monografia di Humphreys e Hatherly [9] riassume in modo schematico il meccanismo di affinamento descritto.

Tale meccanismo si basa quindi su una progressiva riduzione della dimensione dei blocchi e su un aumento del loro angolo di disallineamento relativo, fino ad arrivare alla frammentazione dei grani in piccole porzioni corrispondenti a nuovi cristalli equiasici di dimensioni spesso submicrometriche.

Per queste sue caratteristiche il processo è stato definito come una ricristallizzazione continua, vista la graduale evoluzione della struttura che avviene in modo uniforme su tutto il volume del metallo deformato, in contrapposizione alla ben nota ricristallizzazione (discontinua), caratterizzata dalla nucleazione e crescita di nuovi grani in posizioni discrete e ben localizzabili della struttura, che rimpiazzano i pre-esistenti grani deformati [9].

M. Vedani

Politecnico di Milano - Dipartimento di Meccanica, Via G. La Masa 34, 20156 Milano

G. Angella

CNR - Istituto per L'Energetica e le Interfasi, Via R. Cozzi 53, 20125 Milano

P. Bassani, A. Tuissi

CNR - Istituto per L'Energetica e le Interfasi, Corso Promessi Sposi 29, 23900 Lecco

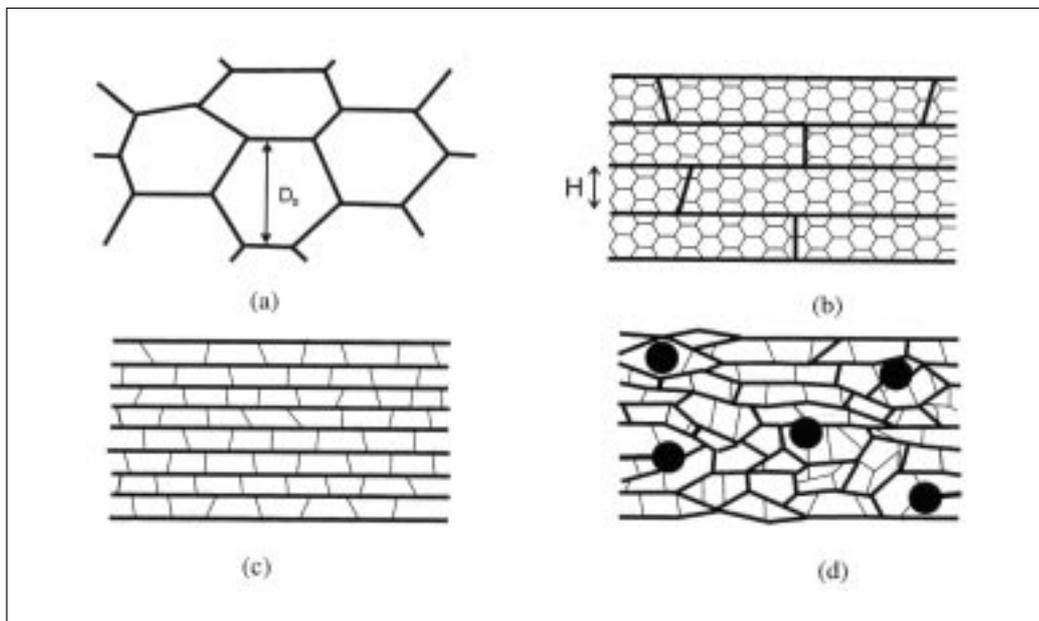


Fig. 1 – Schema dell'evoluzione della struttura in un metallo soggetto a deformazione plastica severa; (a) struttura iniziale dei grani, (b) struttura in condizioni di deformazione moderate, (c) struttura per elevati tassi di deformazione, (d) frammentazione dei grani assistita dalla presenza di particelle di seconde fasi [9].

Fig. 1 – Evolution of polycrystalline microstructure under severe plastic deformation. (a) starting grains structure; (b) after soft deformation; (c) after severe deformation; (d) second phases assisted grain refining.

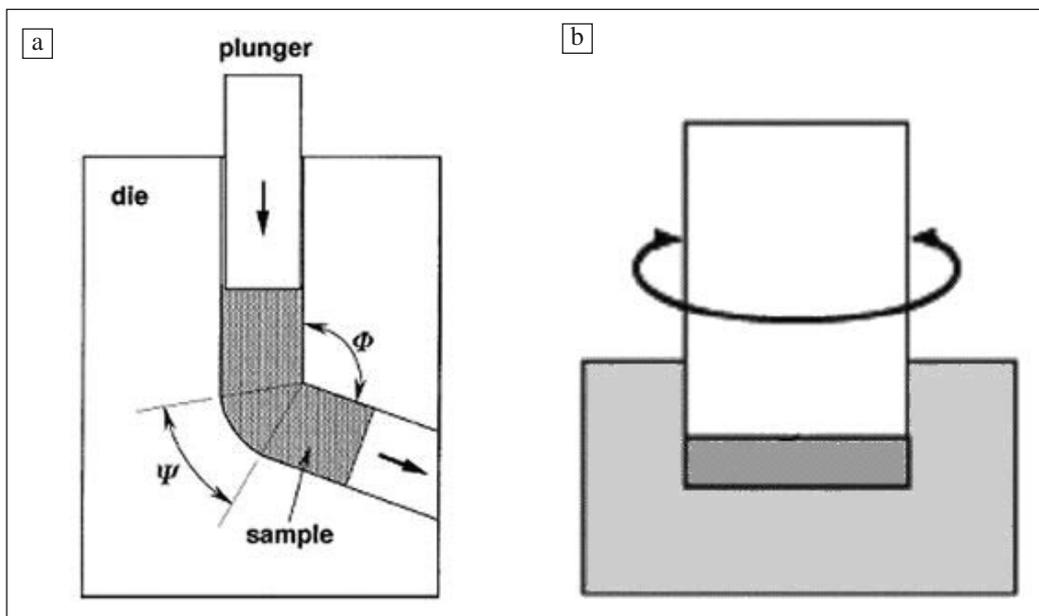


Fig. 2 – Principi del procedimento ECAP (a) e del procedimento HPTS (b) per l'ottenimento di strutture ultrafini nei metalli.

Fig. 2 – Schematic view of ECAP (a) and HPTS (b) processes for metallic ultrafine structures.

PROCESSI TECNOLOGICI PER OTTENERE CONDIZIONI DI DEFORMAZIONE PLASTICA SEVERA

Lo studio dell'evoluzione microstrutturale, delle caratteristiche fisiche e meccaniche di metalli e leghe assoggettati a deformazione plastica severa rappresenta un tema di ricerca molto seguito in ambito internazionale. Viene inoltre dedicata molta attenzione alle tecniche che consentono di ricreare le condizioni di ricristallizzazione continua in prodotti deformati con processi convenzionali quali la laminazione o la trafilatura, con lo scopo di ottenere un sostanziale affinamento delle leghe con metodologie facilmente inseribili nella normale catena di trasformazione dei metalli [10-12].

Attualmente i metodi sperimentali più efficaci e consolidati per imporre deformazioni a freddo dell'ordine di diverse unità e sintetizzare quindi metalli a struttura ultrafine sono ancora confinati alla scala dei processi di laboratorio; essi si basano su tecniche in grado di impartire ad un campione di metallo sufficientemente duttile una quantità teoricamente illimitata di deformazione plastica senza significativi cambiamenti della sua geometria macroscopica.

Due tra i procedimenti da laboratorio più noti, facendo uso della terminologia inglese per non tentare improbabili tradu-

zioni in italiano, sono l'Equal Channel Angular Pressing (ECAP) e l'High Pressure Torsion Straining (HPTS), con le configurazioni schematizzate in figura 2 [1,13,14]. La tecnica ECAP appare come la più diffusa per merito della possibilità di processare billette anche di elevate dimensioni che possono assumere struttura ultrafine in tutto il loro volume. La configurazione comunemente utilizzata consiste in uno stampo contenente due canali a sezione costante che si intersecano secondo un angolo di ampiezza nell'intorno dei 90°. I campioni hanno una sezione esattamente corrispondente a quella dei canali; questi vengono pressati mediante un punzone e forzati a passare attraverso lo stampo per un numero di volte dipendente dalla quantità di deformazione desiderata. Nel caso della tecnica HPTS i campioni hanno la geometria di piccoli dischetti che vengono sottoposti all'azione di un punzone in grado di comprimerli entro una forma e di assoggettarli ad uno stato di torsione con deformazione tangenziale anche molto elevata, corrispondente a diverse rotazioni di una base del campione rispetto all'altra.

Anche se questi metodi soddisfano pienamente le esigenze necessarie per ottenere un significativo affinamento dei metalli mediante deformazione plastica severa, si hanno evidenti limiti legati alle dimensioni dei campioni per il metodo HPTS

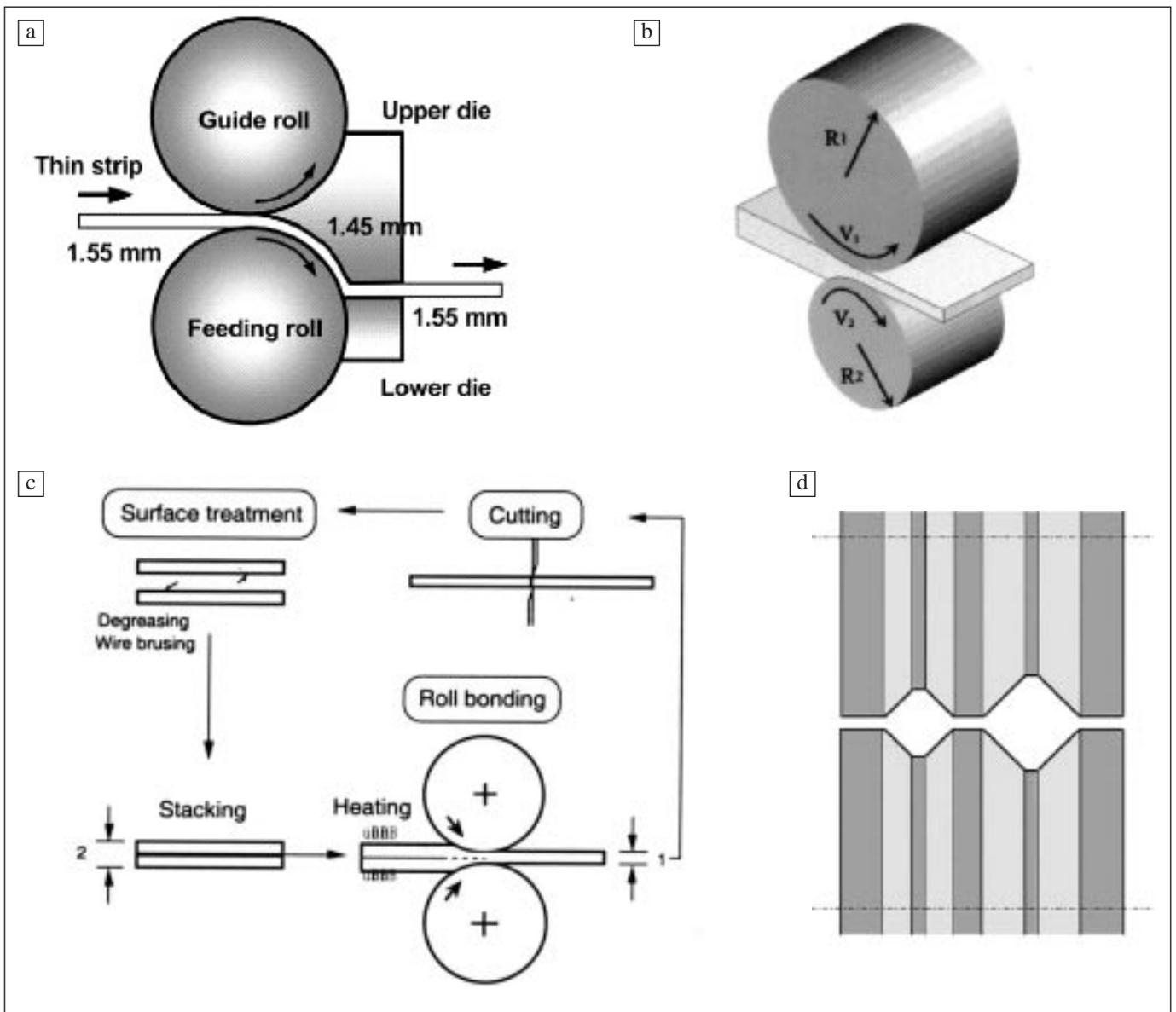


Fig. 3 – Principi del procedimento “continuous ECAP” (a), Asymmetric rolling (b), Accumulative roll bonding (c) e caliber rolling (d).

Fig. 3 – Schematic view of continuous ECAP (a); Asymmetric rolling (b); Accumulative roll bonding (c) and caliber rolling (d).

o per il fatto di avere un processo discontinuo per l’ECAP, che spingono i ricercatori ad approfondire lo sviluppo di processi meglio inseribili nelle linee di produzione industriale dei metalli, sia basati sulla stessa tecnica ECAP con processo in continuo [15-17], sia su metodi alternativi quali l’Accumulative Roll Bonding (ARB) [1,18], la laminazione asimmetrica (Asymmetric Rolling - AR) [19-22] o semplicemente la laminazione con sagoma a losanga o “falso quadro” (caliber rolling) spinta a livelli di deformazione molto elevati [23-24], come illustrato nelle rappresentazioni schematiche di figura 3.

I processi di deformazione plastica severa elencati sono stati descritti ed applicati in letteratura ad un’ampia gamma di metalli e leghe, come per esempio acciai [25-29], alluminio [2,3,5,30-35], rame [36-38] e titanio [25,39-40]. Nel seguito della presente memoria verranno commentate alcune caratteristiche dei metalli ultrafini prendendo spunto da recenti risultati ottenuti su leghe di alluminio e su acciai dagli autori [41-46].

PROPRIETÀ DI LEGHE DI ALLUMINIO ULTRAFINI

Un primo esempio dell’evoluzione della microstruttura con l’accumulo della deformazione plastica severa viene tratto

da indagini svolte su una lega commerciale di Al-Mg-Si 6082. Billette di diametro 10 mm e lunghezza iniziale 100 mm ricavate da barre estruse sono state deformate mediante tecnica ECAP a temperatura ambiente. I campioni sono stati affinati partendo da due diversi stati di trattamento termico iniziale: una prima serie era stata solubilizzata a 530°C e temprata in acqua mentre una seconda serie era stata deformata nello stato completamente ricotto, ottenuto con un trattamento a 530°C e raffreddamento molto lento in forno. Le due serie di campioni erano poi state processate mediante uno stampo ECAP con configurazione tale da impartire una deformazione equivalente teorica di 105% ad ogni passaggio della billetta.

La figura 4 riassume l’evoluzione della struttura della lega al variare del numero di passaggi ECAP subiti [43]. Indipendentemente dalla condizione di trattamento termico, l’originale struttura della lega era costituita da grani cristallini della dimensione di circa 10 μm dopo il primo passo ECAP si rendeva evidente nella struttura una serie di bande parallele della larghezza di circa 300 nm. Al crescere del numero di passaggi accumulati, si notava un aumento del disallineamento tra bande e tra celle all’interno delle bande stesse, documentabile dalle figure di diffrazione (qui non riportate), e

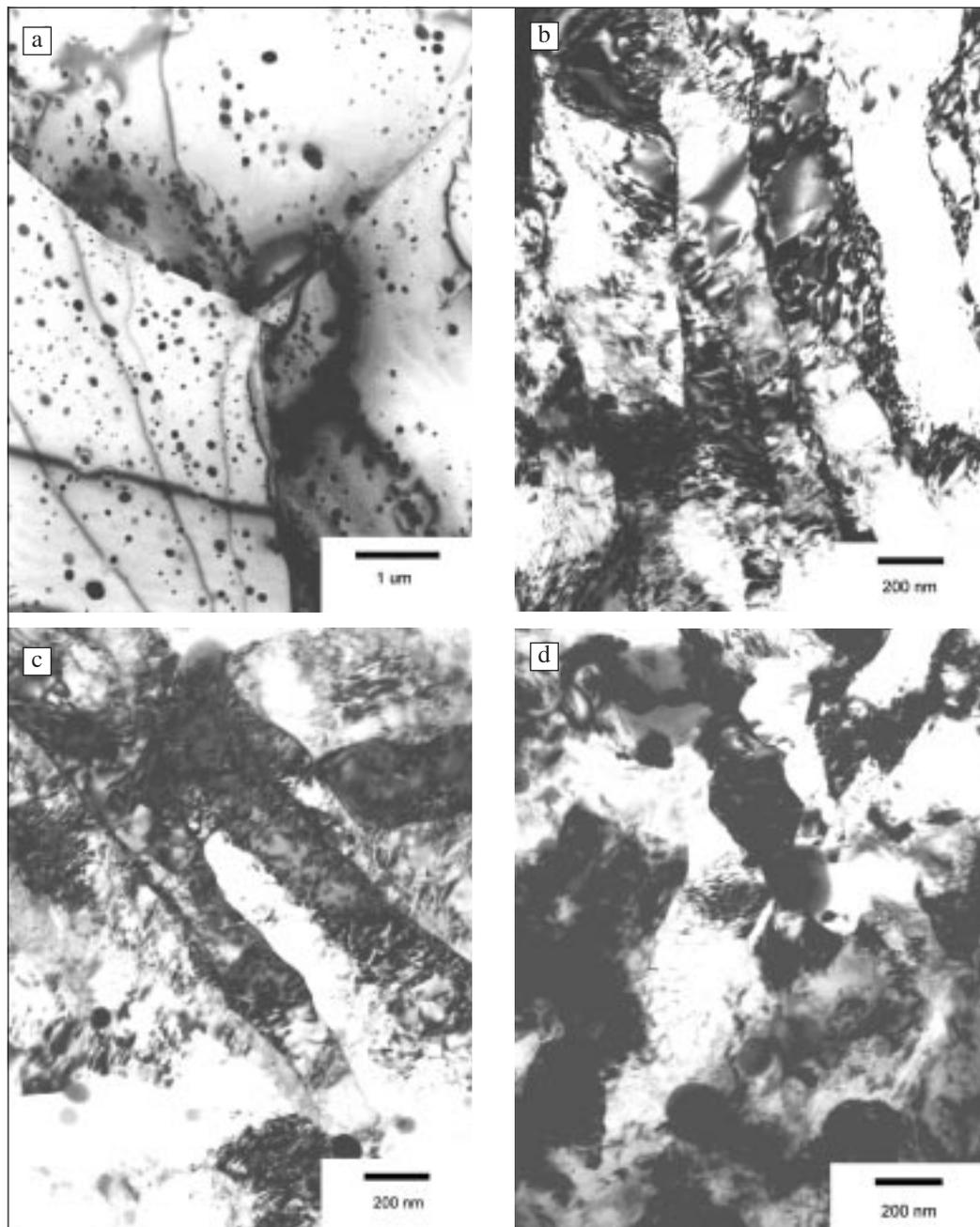


Fig. 4 – Evoluzione della struttura di una lega di alluminio 6082 in funzione del numero di passaggi ECAP: (a) campione solubilizzato, (b) dopo 1 passaggio, (c) dopo 2 passaggi, (d) dopo 6 passaggi.

Fig. 4 – Grain structure evolution of the severely deformed 6082 alloy as a function of ECAP passes: (a) solution treated sample; (b) 1 pass; (c) 2 passes; (d) 6 passes.

dopo 4-6 passaggi si arrivava ad una struttura composta da grani fini equiassici di dimensione pari a 300 nm, con bordo grano ad alto angolo di disallineamento.

Un ulteriore aspetto studiato dei metalli ultrafini ha riguardato l'invecchiamento delle leghe precedentemente processate ECAP dopo tempra di soluzione [43,45]. I tracciati DSC illustrati in figura 5, ottenuti a partire da campioni a diverso numero di passaggi ECAP subiti, mostrano come la deformazione plastica severa dopo solubilizzazione sia in grado di apportare profonde modificazioni al successivo processo di invecchiamento. Rispetto alla posizione della lega in condizioni standard (curva a 0 passi) i due picchi esotermici parzialmente sovrapposti risultanti in un unico ampio picco a circa 280°C e corrispondenti alla formazione dei precipitati β'' e β' , risultano significativamente anticipati e la formazione del composto stabile β Mg₂Si a 420°C risulta parzialmente soppressa (decrecente ampiezza del picco che risulta comunque anticipato). Va infine segnalato che il picco identificato in figura 5 con le frecce indica l'instaurarsi della ricristallizzazione della lega deformata che, come era lecito attendersi, avviene a temperature via via decrescenti al crescere della deformazione subita.

Le considerazioni precedenti introducono ad alcune osservazioni sulla stabilità termica dei metalli ultrafini ottenuti da deformazione plastica severa. Una volta ottenuta la microstruttura a grani submicrometrici è infatti necessario che questa si possa mantenere nel tempo, alle temperature di processo e di impiego dei componenti. A causa infatti dell'elevata energia di deformazione accumulata, queste strutture sono spesso soggette ad un rapido ingrossamento del grano, che evolve in alcune condizioni con meccanismi di crescita anormale. Informazioni più dettagliate sulla stabilità del grano cristallino e le sue leggi di crescita sono reperibili in letteratura ad esempio ai riferimenti [47,48]. È dimostrato che le usuali leggi di crescita del grano valide per i metalli a struttura convenzionale valgono anche nel campo submicrometrico e si è verificato che la fase di crescita del grano cristallino è riscontrabile, seppure in forma molto lenta, anche a temperature relativamente basse. La spinta per la crescita del grano deriva dal forte stato di non-equilibrio della struttura, specialmente dei bordi grano, che consente un'elevata mobilità atomica e giustifica la minore energia di attivazione per il processo di crescita. Per migliorare la stabilità termica della struttura sono applicabili i meccanismi noti per le leghe con-

venzionali che sfruttano dispersioni di fasi stabili con adeguate dimensioni e caratteristiche, sia per ancorare il bordo grano, sia per inibire i meccanismi di ricristallizzazione. La figura 5 illustra ad esempio come una lega 6082 modificata con aggiunte di Sc-Zr sia in grado di ritardare notevolmente il punto di ricristallizzazione, come dimostrato dall'assenza del picco identificato con le frecce, corrispondente all'instaurarsi della ricristallizzazione per la lega standard.

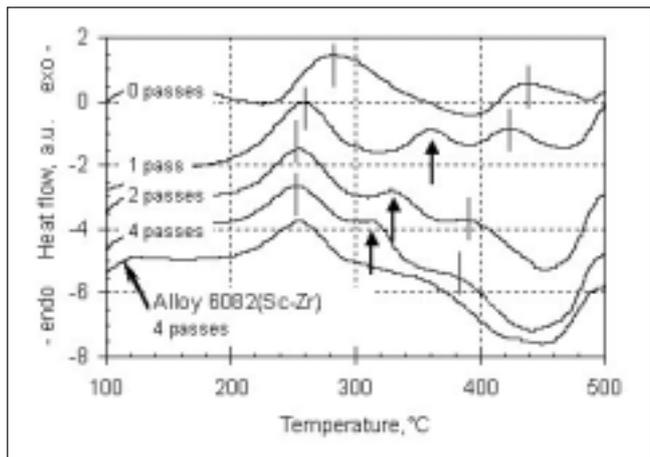


Fig. 5 – Tracciati DSC (rampe di riscaldamento a 20 k/min) della lega 6082 in funzione del numero di passaggi ECAP subiti.

Fig. 5 – DSC curves of 6082 alloy processed to an increasing number of ECAP passes (heating ramps at 20 k/min).

È inoltre interessante notare che, come diretta conseguenza alle osservazioni sulla diversa posizione dei picchi di trasformazione, anche il comportamento durante i trattamenti isotermi risulta modificato nelle leghe ultrafini. In figura 6 sono riportate le curve di invecchiamento della lega 6082 a 130, 160 e 180°C al variare del numero di passaggi ECAP subiti. Si constata come anche un solo passaggio ECAP sia in grado di modificare significativamente la cinetica delle trasformazioni. L'invecchiamento a 130°C, normalmente non considerato per le leghe convenzionali a causa della cinetica molto lenta, diventa qui molto conveniente alla luce del contenuto effetto di iper-invecchiamento che la lega subisce rispetto alle maggiori temperature e dei limitati tempi necessari per raggiungere la condizione di massimo indurimento. Inoltre, dall'analisi delle curve, si può desumere come l'effetto di indurimento legato all'invecchiamento post-ECAP (differenza di durezza tra il campione invecchiato per tempi nulli rispetto a quella corrispondente al picco della curva di invecchiamento) diventi sempre meno importante al crescere del numero di passaggi ECAP.

PROPRIETÀ DI ACCIAI ULTRAFINI

In letteratura esistono diversi lavori scientifici dedicati all'affinamento microstrutturale di acciai mediante tecniche di deformazione plastica severa [27-29,42,49-51]. La tecnica ECAP è di gran lunga la più utilizzata anche se non mancano citazioni e risultati promettenti riguardanti l'accumulati-ve roll bonding o la laminazione asimmetrica. Mediante

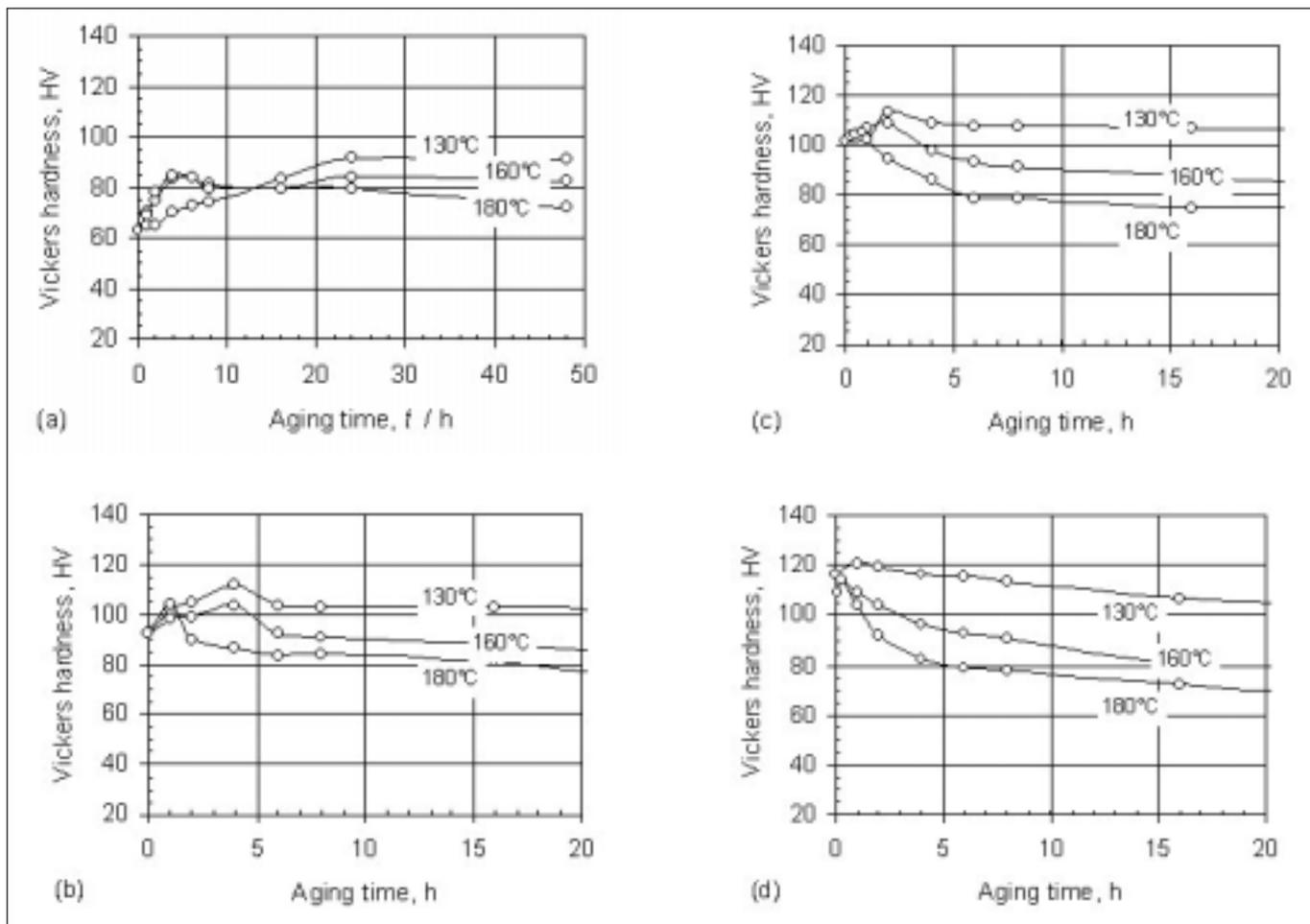


Fig. 6 – Curve di invecchiamento della lega 6082 nello stato solubilizzato e temprato (a), dopo 1 passo ECAP (b), dopo 2 passi (c) dopo 6 passi (d).

Fig. 6 – Aging curves of the solution treated and ECAP processed 6082 alloy. (a) as solution treated; (b) 1 pass; (c) 2 passes; (d) 6 passes.

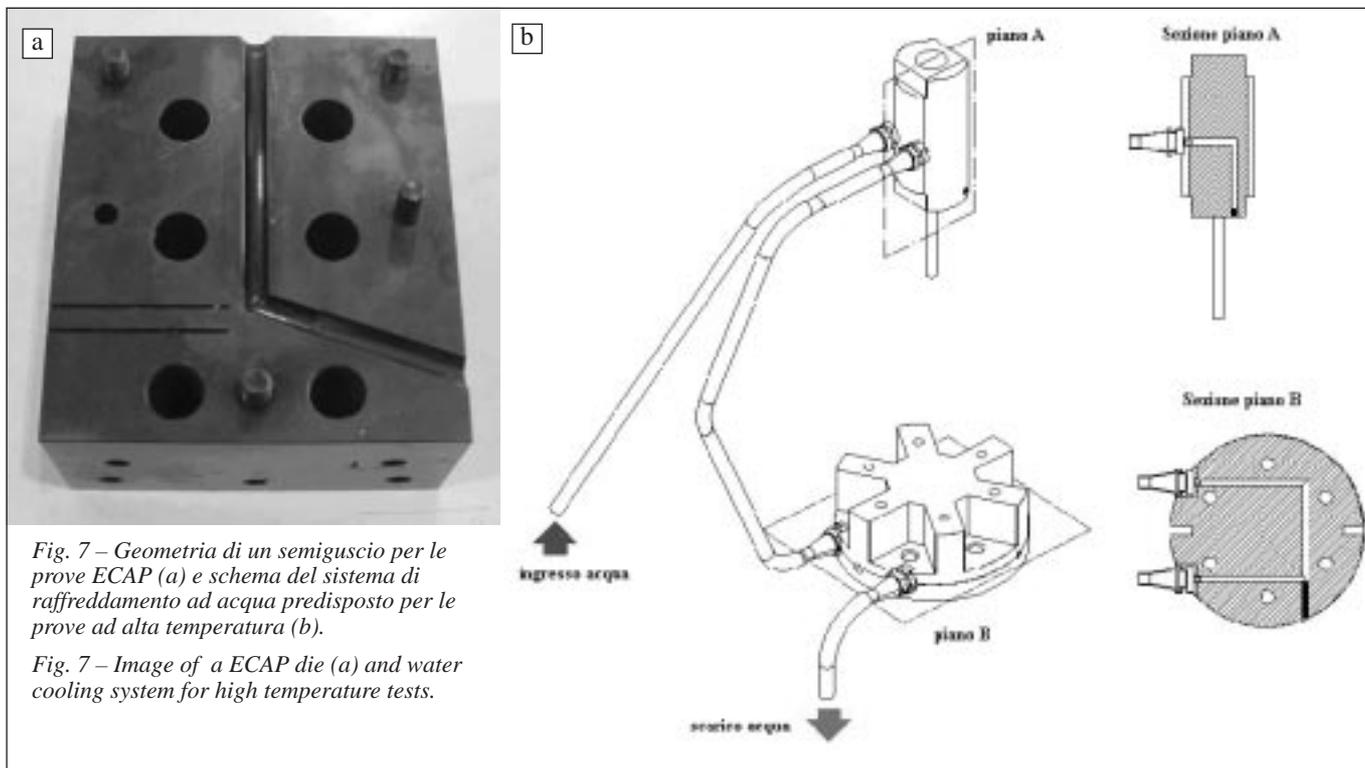


Fig. 7 – Geometria di un semiguscio per le prove ECAP (a) e schema del sistema di raffreddamento ad acqua predisposto per le prove ad alta temperatura (b).

Fig. 7 – Image of a ECAP die (a) and water cooling system for high temperature tests.

quest'ultimo metodo, combinando la deformazione di compressione principale indotta dalla laminazione con l'azione di deformazione tangenziale risultante dal fatto che i cilindri di laminazione vengono fatti ruotare con velocità periferiche diverse, si ottiene un affinamento del grano cristallino in modo efficace e rapido. Si cita inoltre che proprio su questa tecnica sono basati i primi tentativi di implementazione su una linea di laminazione industriale per l'acciaio [22,52].

Gli acciai solitamente considerati per gli studi sull'affinamento strutturale sono qualità al C-Mn, eventualmente con aggiunte di elementi microalliganti quali Nb, V e Ti. La deformazione plastica profonda viene generalmente eseguita a temperature nell'intervallo 350-600°C che rappresenta un compromesso tra la necessaria formabilità e la stabilità del grano cristallino richiesta all'acciaio. In condizioni appropriate si riporta da più fonti che è possibile raggiungere affinamenti ad una dimensione del grano tra 0,3 e 1 micron. Le indagini sperimentali qui presentate a titolo di esempio per illustrare le proprietà ottenibili dagli acciai ultrafini si riferiscono ad un acciaio con tenore C10 commerciale, utilizzato per delle prove preliminari, ed in seguito ad una serie di acciai con composizione 0,14%C, 1,25%Mn microlegati con Nb,V. Tutti gli acciai sono stati sottoposti a deformazione plastica severa dopo ricottura, mediante tecnica ECAP a 300°C nel caso del primo acciaio, attraverso laminazione con sagoma a losanga ed a 500°C per gli acciai microlegati. Le prove ECAP sono state eseguite utilizzando uno stampo con angolo tra i canali di 110°, nel quale erano stati inseriti dei riscaldatori a resistenza per potere deformare a temperatura maggiore di quella ambiente. La potenza erogata ai riscaldatori veniva modulata in base al controllo fornito da una termocoppia inserita in un'apposita cavità vicina al ginocchio tra i due canali, come illustrato in figura 7(a). Lo stampo completo dei riscaldatori è stato installato su un telaio di prova universale in grado di imprimere un'adeguata compressione al provino attraverso un punzone. Per evitare riscaldamento della cella di carico e la trasmissione del calore verso il telaio della macchina di prova, si è predisposto un sistema di raffreddamento ad acqua, secondo quanto illustrato in figura 7(b).

La serie di micrografie ottiche riportata in figura 8 riassume

l'evoluzione della microstruttura dell'acciaio C10 all'aumentare del numero di passate ECAP a 300°C. Si nota come, dopo il primo passaggio attraverso i canali, i grani cristallini subiscono un marcato allungamento secondo la direzione di taglio, idealmente orientata a 55° rispetto all'asse del provino. All'interno dei grani sono inoltre visibili delle bande di scorrimento, indice di una tendenza alla localizzazione della deformazione. Con il secondo passaggio attraverso la matrice (Fig. 8c), i grani tornano ad assumere una configurazione approssimativamente equiassica per effetto dell'inversione della direzione della deformazione imposta, legata alla rotazione di 180° data ai provini prima di ogni successivo passaggio. Dalle micrografie appaiono chiaramente diverse bande di scorrimento che si intersecano, mentre la struttura generale, ed in particolare gli originali bordi grano risultano non sempre ben definiti. Al termine del quarto passaggio (Fig. 8d) anche in microscopia elettronica a scansione si perde la possibilità di risolvere la struttura dell'acciaio non risultando più distinguibili i contorni dei grani.

Indagini della struttura tramite SEM hanno inoltre dimostrato come i costituenti fragili presenti nell'acciaio siano soggetti a fenomeni di fessurazione per l'elevato tasso di deformazione imposto. In figura 9 si riportano due micrografie che illustrano la tendenza alla formazione di cricche nella cementite terziaria disposta al bordo dei grani di ferrite e all'interno di una colonia di perlite. Durante i primi passaggi, questi fenomeni risultano contenuti dal forte effetto di compressione idrostatica che tende a prevenire i fenomeni di propagazione dei difetti. Tuttavia, è risultato ben evidente che, superata una soglia critica pari a 4 passaggi nel presente caso, la propagazione dei difetti porta al cedimento macroscopico della billetta.

In una seguente serie di indagini sono stati prodotti acciai ultrafini per deformazione plastica a 500°C mediante laminazione con sagoma a losanga, imponendo elevati tassi di deformazione per portare una barra di sezione quadra 12,5x12,5 mm a dimensione 1,8x1,8 mm. In queste condizioni, sia per la temperatura maggiore che per il diverso stato di deformazione imposto, la struttura è stata deformata con successo fino a valori di riduzione superiori al 98%, co-

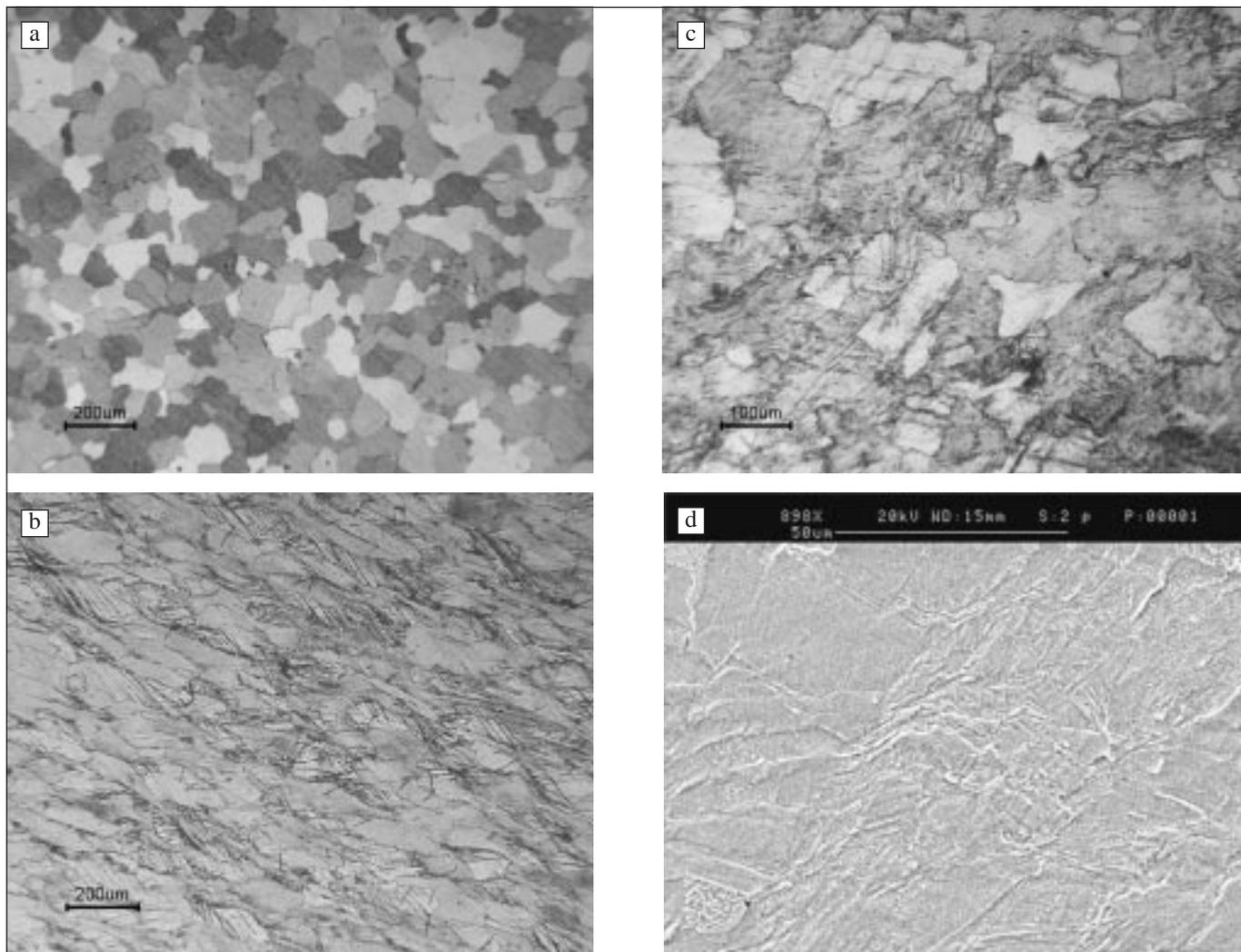


Fig. 8 – Micrografie ottiche dell'acciaio C10 deformato a 300°C al variare del numero di passate. (a) struttura iniziale ricotta; (b) 1 passata; (c) 2 passate; (d) 4 passate.

Fig. 8 – Microstructure of C10 steel deformed at 300°C as a function of ECAP passes: (a) starting structure; (b) 1 pass; (c) 2 passes; (d) 4 passes.

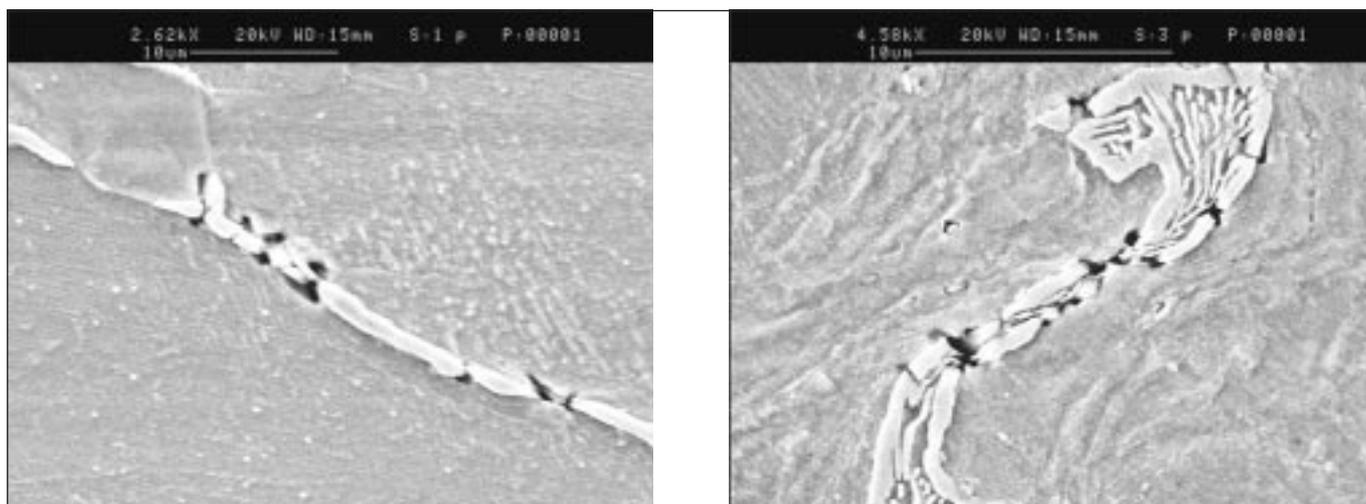


Fig. 9 – Cedimento della fase Fe_3C nell'acciaio C10 deformato a 300°C dopo 3 passaggi ECAP. (a) cricche nella cementite terziaria ai bordi dei grani ferritici; (b) fessurazione in una colonia di perlite.

Fig. 9 – Failure of Fe_3C phase in deformed C10 steel after 3 ECAP passes at 300°C. (a) cracked grain boundary cementite (b) fractured perlite island.

me illustrato in figura 10. Le micrografie ottiche mostrano che la struttura dell'acciaio assume una configurazione a fibre molto sottili con l'accumulo della deformazione. In ag-

giunta la perlite, presente in frazioni non trascurabili nella struttura originaria, subisce un effetto di decomposizione per generare una fine dispersione di fase Fe_3C globulare.

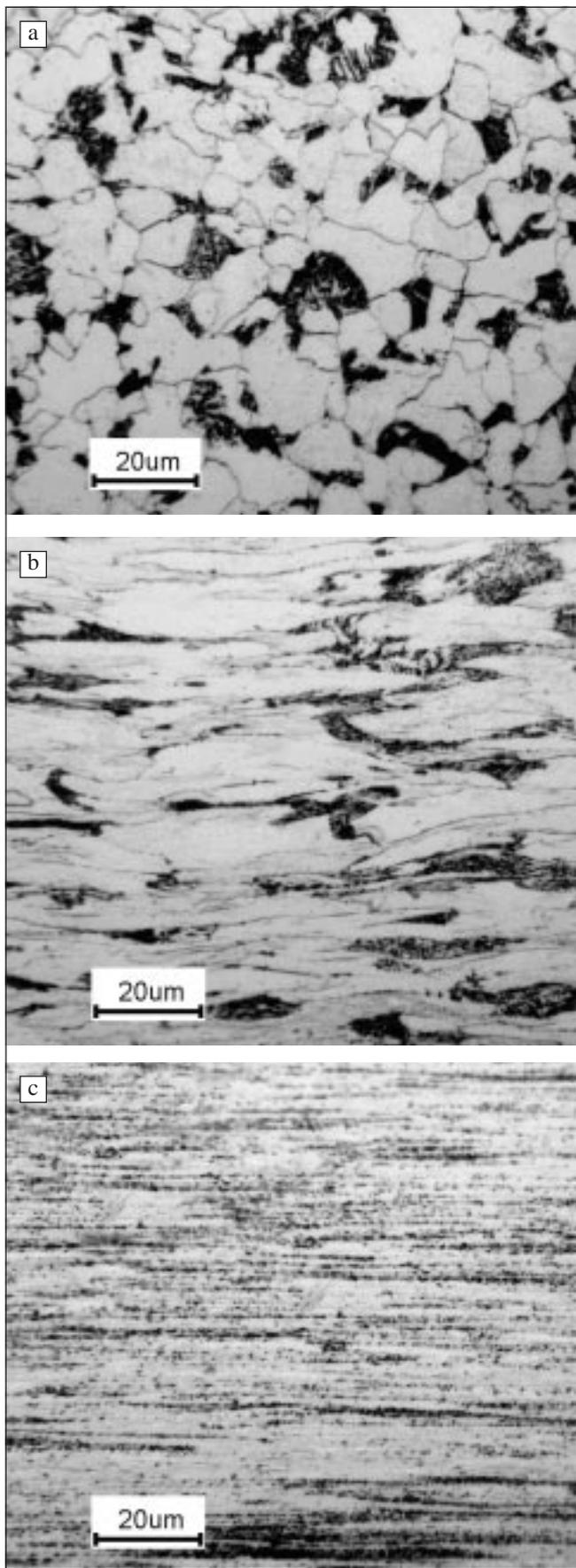


Fig. 10 – Micrografie ottiche di un acciaio al C-Mn deformato in modo severo; (a) struttura di partenza, (b) riduzione del 71,7% a 500°C, (c) riduzione del 84,5% a 500°C.

Fig. 10 – Optical micrographs of severely deformed C-Mn steel; (a) starting microstructure; (b) 71.7% deformed at 500°C; (c) 84.5% deformed at 500°C.

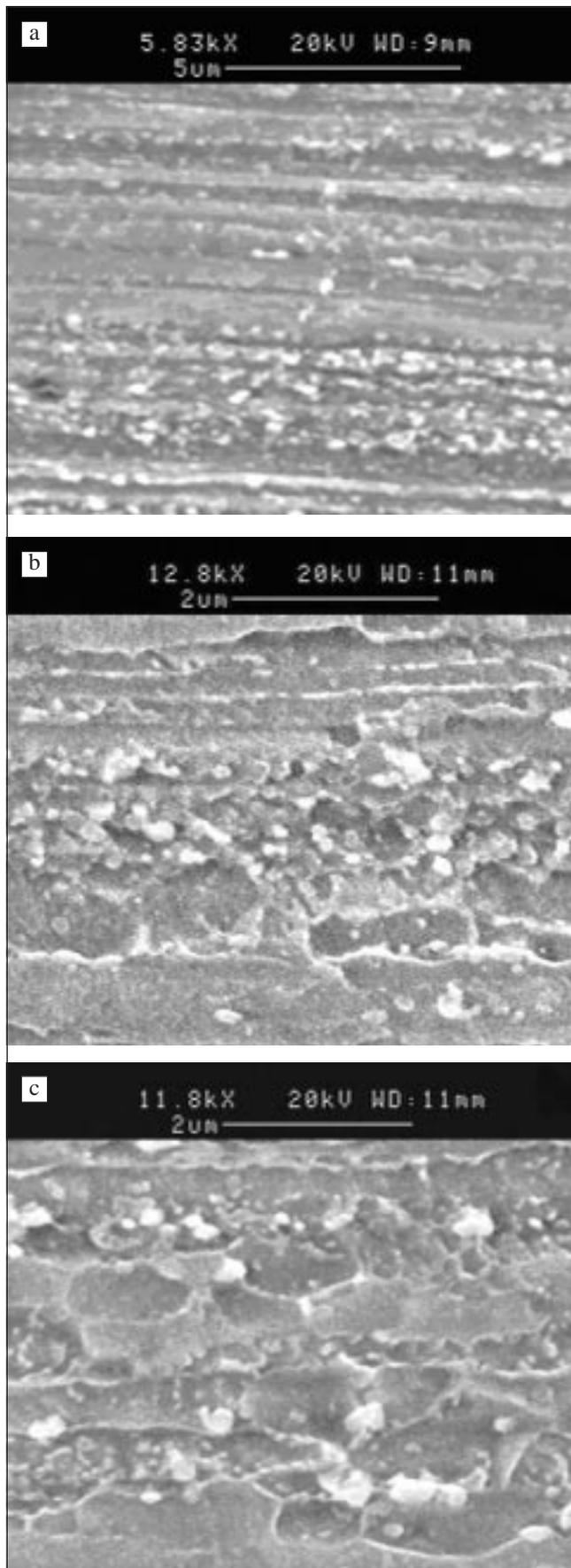


Fig. 11 – Microstruttura di un acciaio al C-Mn deformato in modo severo al 98% di riduzione e ricotto a 600°C; (a) struttura di partenza, (b) ricottura per 5 minuti, (c) ricottura per 30 minuti.

Fig. 11 – Effect of annealing on the microstructure of severely deformed C-Mn steel up to 98% reduction; (a) starting microstructure; (b) after 5 min at 600°C; (c) after 30 min at 600°C.

La figura 11 riporta alcune informazioni sulla trasformazione che la lega subisce con un successivo rinvenimento a 600°C in funzione del tempo. È ben evidente come la struttura fibrosa, all'interno della quale i grani cristallini non sono ben distinguibili al microscopio elettronico a scansione, evolva rendendo evidenti dei grani equiassici con dimensioni dell'ordine del micron che risultano stabili per periodi di permanenza a 600°C fino a 60 minuti.

Per commentare le proprietà meccaniche ottenibili negli acciai ultrafini, si dispone di una ampia serie di lavori in letteratura, generalmente dedicati alle sole caratteristiche tensili statiche [27,28,49,51, 53,54]. Le curve di trazione degli acciai ultrafini ottenuti da deformazione plastica severa evidenziano in genere un consistente incremento dei valori di resistenza, a livelli che superano il doppio di un corrispondente materiale a struttura convenzionale. Corrispondentemente, l'allungamento a rottura subisce un certo calo, principalmente causato dall'anticipata strizione dovuta alla sostanziale assenza di incrudimento residuo, tipica dei metalli ultrafini.

La capacità di incrudimento rappresenta in effetti un'importante caratteristica, soprattutto per le applicazioni strutturali degli acciai, per le quali si accetta che il rapporto tra il carico unitario di snervamento e quello di rottura non superi in genere il valore di 0,8 per avere un sufficiente margine di sicurezza con il manifestarsi della deformazione plastica prima della rottura. Dai dati disponibili si constata però che gli acciai a struttura ultrafine arrivano a valori del citato rapporto spesso superiori anche a 0,9 [55]. La necessità di migliorare questo aspetto rappresenta quindi una delle maggiori sfide per lo sviluppo degli acciai ultrafini, che ne determinerà le prospettive per applicazioni su grande scala nel prossimo futuro. Alcuni lavori in letteratura forniscono fin d'ora interessanti spunti di miglioramento. È stato ad esempio dimostrato che negli acciai ultrafini si possono sfruttare fenomeni di riprecipitazione di fasi secondarie acquisendo interessanti proprietà per merito della elevata reattività legata alla struttura fortemente di non equilibrio. Concordemente con i risultati sperimentali precedentemente illustrati, è stato appurato che l'elevata deformazione subita dall'acciaio durante il processo di affinamento tende anche a modificare ed a riportare parzialmente in soluzione solida rilevanti quantità di carbonio per dissoluzione della fase Fe₃C della perlite. Si ottiene quindi un acciaio con ferrite avente un tenore medio di carbonio molto superiore a quello massimo di equilibrio, che a sua volta agisce come un freno alla cinetica dei processi di riassetto, ricristallizzazione e crescita del grano cristallino [27,49,53,56,57]. La maggiore diffusività del carbonio nella struttura deformata crea inoltre i presupposti per generare una riprecipitazione omogenea durante la ricottura, o attraverso un processo dinamico durante la deformazione plastica profonda, per formare una dispersione uniforme di cementite sferoidale con dimensioni nanometriche, adatta a modificare in modo voluto le proprietà meccaniche del materiale. Va inoltre citato che un'ulteriore possibilità di modulare le proprietà dell'acciaio è stata perseguita con successo combinando gli effetti esposti con l'adozione di acciai microlegati in cui si favoriva la precipitazione di carburi e carbonitrucci prima del processo di deformazione plastica severa [27,49,53,58-60].

CONCLUSIONI

La breve rassegna di risultati su alcune leghe ultrafini ottenute mediante deformazione plastica severa mette in evidenza alcuni aspetti generali qui riassunti:

- L'evoluzione della microstruttura con la deformazione plastica severa a basse temperature segue dei principi comuni per i diversi metalli, schematizzabili secondo la teoria della ricristallizzazione continua.

- Esistono alcuni processi adottabili in laboratorio ormai maturi per la sintesi di metalli ultrafini o nanostrutturati in forma massiva quali il metodo ECAP o il metodo HPTS. Sono ancora in fase di valutazione e sviluppo analoghe tecnologie che si possano inserire convenientemente nelle linee di produzione industriali dei metalli.
- I metalli ultrafini si caratterizzano per una struttura a grani submicroscopici in uno stato molto lontano dall'equilibrio, specialmente per quanto concerne la condizione dei bordi grano. La conseguente elevata reattività modifica profondamente le cinetiche di diffusione, ingrossamento del grano e riprecipitazione.
- Per le leghe di alluminio da trattamento termico dovranno venire valutate le possibilità di trattamento e, nel caso, ricalibrati i parametri tempo e temperatura in virtù della diversa cinetica di invecchiamento delle leghe e delle possibili modificazioni della sequenza di invecchiamento.
- Nel campo delle leghe ferrose, le possibilità di un più vasto interesse ed impiego richiedono ancora il miglioramento delle capacità di incrudimento degli acciai ultrafini. Promettenti studi indicano come questi aspetti possano venire affrontati sfruttando dispersioni di carburi generate dalla decomposizione della perlite e la sovrassaturazione del carbonio nella ferrite per la deformazione plastica severa.

RINGRAZIAMENTI

La presente ricerca è stata parzialmente finanziata attraverso il progetto PRIN 2005 "Ottimizzazione della microstruttura di leghe ferrose nanostrutturate". Si ringraziano inoltre S. Arnaboldi, P. Pellin, M. Pini, D. Ripamonti, G.M. Vimercati per la preziosa collaborazione.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov: Prog. Mater. Sci. 45 (2000) 103-189.
- [2] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, T.G. Langdon: Acta Mater. 45 (1997) 4751-4757
- [3] R.Z. Valiev: Mater. Sci. Engng. A234-236 (1997) 59-66
- [4] W.J. Kim, J.K. Kim, T.Y. Park, S.I. Hong, D.I. Kim, J.D. Lee: Metall. Mater. Trans. 33A (2002) 3155-3164
- [5] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon: J. Mater. Proc. Techn. 117 (2001) 288-292
- [6] C.S. Chung, J.K. Kim, H.K. Kim, W.J. Kim: Mater. Sci. Engng. A337 (2002) 39-44
- [7] N. Hanssen: Metall. Mater. Trans. 32A (2001) 2917-2935
- [8] A. Gholinia, F.J. Humphreys, P.B. Prangnell: Acta Mater. 50 (2002) 4461-4476
- [9] F.J. Humphreys, M. Hatherly, "Recrystallization and related annealing phenomena". Second edition, Elsevier Publisher (2004)
- [10] A.A. Howe: Mater. Sci. Techn. 16 (2000) 1264-1266
- [11] J.R. Browen, P.B. Prangnell, F.J. Humphreys: Mater. Sci. Techn. 16 (2000) 1246-1250
- [12] V. M. Segal: Mater. Sci. Engng. A338 (2002) 331-344
- [13] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon: Acta Mater. 46 (1998) 3317-3331
- [14] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon: J. Mater. Sci. (2001) 2835-2843
- [15] G.J. Raab, R.Z. Valiev, T.C. Lowe, Y.T. Zhu: Mater. Sci. Engng., Vol. A382 (2004) 30-34
- [16] J.-C. Lee, H.-K. Seok, J.-K. Suh: Acta Mater., Vol. 50 (2002) 4005-4019
- [17] J.-C. Lee, H.-K. Seok, J.-K. Suh, J.-H. Han, Y.-H.

- Chung: Metall. Mater. Trans. Vol. 33A (2002) 665-673
- [18] I. Salvatori: Mater. Sci. Forum, Vol. 503-504 (2006) 311-316
- [19] Q. Cui, K. Ohori: Mater. Sci. Techn., Vol. 16 (2000) 1095-1101
- [20] S.H. Lee, D.N. Lee: Int. J. Mech. Sci., Vol. 43 (2001) 1997-2015
- [21] S.-H. Kim, J.-H. Ryu, K.-H. Kim, D.N. Lee: Mater. Sci. Res. Int., Vol. 8 (2002) 20-25
- [22] K.-M. Lee, Y.-H. Kang, H.-C. Lee: Proc. 2nd Int. Conf. on Advanced Structural Steels-ICASS 2004, Chinese Society for Metals, Shanghai (2004) 187-190
- [23] F. Yin, T. Hanamura, T. Inoue, K. Nagai: Metall. Mater. Trans., Vol. 35A (2004) 665-677
- [24] S. Torizuka, A. Ohmori, S.V.S Narayana Murty, K. Nagai: Mater. Sci. Forum, Vol. 503-504 (2006) 329-334
- [25] S.L. Semiatin, D.P. Delo: Materials and Design, Vol. 21 (2000) 311-322
- [26] D.H. Shin, Y.-S. Kim, E.J. Lavernia: Acta Mater., Vol. 49 (2001) 2387-2393
- [27] D.H. Shin, J.-J. Pak, Y.K. Kim, K.-T. Park, Y.-S. Kim: Mater. Sci. Engng., Vol. A325 (2002) 31-37
- [28] D.H. Shin, W.S. Jeong, J. Kim, Y.-N. Paik: Steel Res., Vol. 72 (2001) 106-110
- [29] B.Q. Han, E.J. Lavernia, F.A. Mohamed: Metall. Mater. Trans., Vol. 35A (2004) 1343-1350
- [30] P.J. Apps, J.R. Bowen, P.B. Prangnell: Acta Mater., Vol. 51 (2003) 2811-2822
- [31] H. Jin, S. Saimoto: Mater. Sci. Techn., Vol. 19 (2003) 1197-1206
- [32] P.-L. Sun, P.-W. Kao, C.-P. Chang: Metall. Mater. Trans., Vol. 35A (2004) 1359-1368
- [33] V.V. Stoyarov, R. Lapokov, I.G. Brodova, P.F. Thomson: Mater. Sci. Engng., Vol. A357 (2003) 159-167
- [34] A. Gholinia P.B. Prangnell, M.V. Markushev: Acta Mater. 48 (2000) 1115-1130
- [35] M. Vedani, P. Bassani, M. Cabibbo, E. Evangelista: Metall. Sci. Techn. 21 (2003) 3-9.
- [36] Z.Y. Liu, G.X. Liang, E.D. Wang, Z.R. Wang: Mater. Sci. Engng., Vol. A242 (1998) 137-140
- [37] R.Z. Valiev, E.V. Kozlov, Y.U. Ivanov, J. Lian, A.A. Nazarov, B. Baudelet: Acta Metall. Mater., Vol. 42 (1994) 247-2475
- [38] A. Vinogradov, V. Patlan, Y. Suzuki, K. Kitagawa, V.I. Kopylov: Acta Mater., Vol. 50 (2002) 1639-1651
- [39] A.V. Sergueeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, A.K. Mukherjee: Scripta Mater., Vol. 45 (2001) 747-752
- [40] I. Kim, J.-Y Kim, D.H. Shin, K.-T. Park: Metall. Mater. Trans., Vol. 34A (2003) 1555-1558
- [41] M. Vedani, P. Bassani, A. Tuissi, G. Angella: Proc. 2nd Int. Conf. on Development in Metallurgical Process Technology. AIM
- [42] P. Bassani, M. Vedani: Atti Convegno Nazionale AIM, Vicenza (2004)
- [43] G. Angella, P. Bassani, A. Tuissi, M. Vedani: Mater. Trans., Special issue on Ultrafine Grained Structures, Vol. 45, No. 7 (2004) 2282-2287
- [44] G. Angella, P. Bassani, A. Tuissi, M. Vedani: Mater. Trans., Special issue on Ultrafine Grained Structures, Vol. 45, No. 7 (2004) 2182-2186
- [45] G. Angella, P. Bassani, A. Tuissi, D. Ripamonti, M. Vedani: Mater. Sci. Forum, Vol. 503-504 (2006) 493-498
- [46] M. Cabibbo, E. Evangelista, M. Vedani: Metall. Mater. Trans., Vol. 36A (2005) 1353-1364
- [47] R.A. Andrievski: J. Mater. Sci. Vol. 38 (2003) 1367-1375
- [48] J. Lian, R.Z. Valiev, B. Baudelet: Acta Metall. Mater. Vol. 43 (1995) 4165-4170
- [49] D.H. Shin, J.-J. Park, S.J. Chang, Y.-K. Lee, K.-T. Park: ISIJ Int., Vol. 42 (2002) 1490-1496
- [50] D.H. Shin, I. Kim, J. Kim, K.-T. Park: Acta Mater., Vol. 49 (2001) 1285-1292
- [51] B.Q. Han, S. Yue: J. Mater. Proc. Techn., Vol. 136 (2003) 100-104
- [52] K. Nagai: Proc. Int. Conf. Met Soc - Ultra-fine Structured Steels. Ed. E. Essadiqi, J. Thomson, Hamilton-Canada (2004) 3-17
- [53] D.H. Shin, Y.-S. Kim, E.J. Lavernia: Acta Mater., Vol. 49 (2001) 2387-2393
- [54] K.-T. Park, Y.-S. Kim, J.G. Lee, D.H. Shin: Mater. Sci. Engng., Vol. A293 (2000) 165-172
- [55] W.J. Kim, J.K. Kim, W.J. Choo, S.I. Hong, J.D. Lee: Mater. Letters, Vol. 51 (2001) 117-182
- [56] D.H. Shin, B.C. Kim, K.-T. Park, W.Y. Choo: Acta Mater. Vol. 48 (2000) 3245-3252
- [57] K.T. Park, D.H. Shin: Mater. Sci. Engng., Vol. A334 (2002) 79-86
- [58] R. Priestner, A.K. Ibraheem: Mater. Sci. Techn. Vol. 16 (2000) 1267-1272
- [59] S. Torizuka, K. Nagai, A. Ohmori: Proc. Int. Conf. Met Soc - Ultra-fine Structured Steels. Ed. E. Essadiqi, J. Thomson, Hamilton-Canada (2004) 171-178
- [60] K.-T. Park, Y.-S. Kim, D.H. Shin: Metall. Mater. Trans., Vol. 32A (2001) 2373-2381

ABSTRACT

ON ULTRAFINE STRUCTURES OF METALS PROMOTED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION

Keywords:
cold working, severe plastic deformation, aluminium alloys, steels

A review is presented about microstructural evolution, properties and fabrication processes of ultrafine grained or nanostructured alloys and pure metals by severe plastic deformation. Some of these properties are introduced with experimental results obtained by the authors on aluminium alloys

and on carbon steels processed by Equal Channel Angular Pressing or by caliber rolling at moderate temperatures. It is highlighted that common principles exist for microstructural evolution of alloys strained in the severe plastic deformation regime. Laboratory techniques for the synthesis of bulk nanostructured metals are currently well developed while further work is still required to develop suitable processes that can be inserted in industrial production lines. Finally, ultrafine metals feature a highly non-equilibrium structure, especially in their grain boundary regions. The resulting high reactivity accounts for the rapid diffusion, grain growth and phase transformation.