

# Effect of microstructure and hot deformation parameter on cavitation of Al-Zn-Mg/Zr alloys

# Effetto della microstruttura e dei parametri di deformazione a caldo sulla cavitazione di leghe Al-Zn-Mg/Zr

Paola Leo

Università del Salento, Facoltà di Ingegneria, Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione Via per Arnesano 73100, Lecce

# Emanuela Cerri

Università del Salento, Facoltà di Ingegneria, Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione Via per Arnesano 73100, Lecce

**ABSTRACT.** This paper studies cavitation in Al-Zn-Mg/Zr experimental alloy deformed by hot tensile tests (HW, Hot Working) at different temperatures (T) and strain rate (È). Controlling and understanding of the mechanisms that determine cavitation is very important because cavitation reduces the hot workability of materials. Moreover it can cause premature fracture and serious problems on the mechanical properties of the finished workpieces. In this study, the metallographic analysis assisted by image analysis software has allowed to verify the influence of different microstructure (due to changing in chemical composition of alloys or to different heat treatments before the hot deformation) on the cavitation. It has been also analyzed the relationship between the hot deformation parameters (È and T) and cavitation

**SOMMARIO.** Questo lavoro analizza la cavitazione su campioni in lega Al-Zn-Mg/Zr sperimentale deformati a caldo trazione (HW, Hot Working) a differenti temperature (T) e velocità di deformazione (strain rate é). Il controllo e la comprensione dei meccanismi che determinano la cavitazione è infatti di fondamentale importanza poiché essa limita la lavorabilità a caldo dei materiali, può determinare frattura prematura e comportare seri problemi sulle proprietà meccaniche dei pezzi finiti. Per i campioni oggetto di questo studio, l'analisi metallografica assistita da software per l'analisi dell'immagine ha consentito di verificare l'influenza della microstruttura indotta da modifiche composizionali o da trattamenti termici diversi prima della deformazione a caldo (é e T) e cavitazione.

KEYWORDS. Al-Zn-Mg/Zr; Cavitation; Hot Working (HW); Creep.

## INTRODUZIONE

e leghe di alluminio della serie 7000 senza aggiunta dell'elemento rame (Cu) sono ampiamente impiegate sotto forma di prodotti estrusi in molte applicazioni strutturali e nel campo dei trasporti in virtù della loro buona estrudibilità. Queste leghe, rafforzate per precipitazione dalla fase MgZn<sub>2</sub> o T (Al<sub>2</sub>Zn<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>), a seconda del rapporto tra Zn e Mg, sono caratterizzate da buona saldabilità e bassa sensibilità alla tempra e possono quindi essere raffreddate ad



aria dopo estrusione [1]. Hanno estrudibilità superiore a quella di alcune leghe della serie 6000 e se correttamente invecchiate esibiscono resistenza superiore e buona resistenza alla corrosione [1-3].. Di solito la composizione delle leghe 7000 contiene lo 3-7% Zn e 0,8-3% Mg insieme a piccole quantità (0,1-3%) di uno o più elementi quali Cr, Mn e Zr. Questi elementi si aggiungono soprattutto per il controllo della dimensione dei grani durante le operazioni di deformazione a caldo. Si ritiene che lo Zr migliori anche la saldabilità [4].

Questo lavoro analizza la cavitazione su campioni in lega Al-Zn-Mg/Zr sperimentale deformati a caldo a trazione (HW, Hot Working) a differenti temperature (T) e velocità di deformazione (strain rate é). Il controllo e la comprensione dei meccanismi che determinano la cavitazione è infatti di fondamentale importanza poiché essa limita la lavorabilità a caldo dei materiali, può determinare frattura prematura e comportare seri problemi sulle proprietà meccaniche dei pezzi finiti. Le principali cause di cedimento ad alte temperature sono la crescita di wedge crack alle triple giunzioni derivanti da concentrazioni di stress in genere su particelle di seconda fase o grain boundary sliding ad elevati stress e la formazione di pori sui confini di grano che "scivolano" per diffusione di vacanze a stress inferiori ed Temperature (T) più alte. Queste cause di cedimento, sebbene storicamente studiate nel creep continuano ad operare nell' hot working sebbene il loro effetto sia notevolmente ridotto per il ridotto contributo dello scorrimento dei bordi di grano. Nell' HW, il recupero dinamico (DRV) assistito per alcune leghe dalla ricristallizzazione dinamica (DRX), sviluppa una sottostruttura che mitiga la concentrazione di stress, isolando le fessure così da impedirne la rapida propagazione. Atomi di soluto e precipitati fini invece aumentano la resistenza della matrice e riducendo il recupero favoriscono la concentrazione di stress, la formazione di cricche e la rapida propagazione delle stesse, conseguentemente la duttilità ne risulta ridotta. Particelle di grandi dimensioni, soprattutto a bordo grano, introducono nuove fonti di nucleazione di fessure [5]. Solitamente il processo di cavitazione (fessurazione, criccatura) comprende tre stadi: nucleazione, crescita e coalescenza. Come ricordato sopra la nucleazione avviene preferenzialmente a bordo grano, punti tripli e particelle di seconda fase, la crescita invece può essere dovuta a meccanismi legati a scorrimento di dislocazioni o a moti diffusivi o ad una combinazione di entrambi. Per ogni dato materiale le fasi suddette sono controllate oltre che dalla microstruttura anche dalle condizione di deformazione (T, έ). La coalescenza (cioè l'unione di più cavità a generarne una di dimensione superiore) si sviluppa durante gli ultimi stadi della deformazione generando un grande volume di cavità . [6,7,8,9,10].

#### **TECNICHE SPERIMENTALI**

e composizioni delle leghe studiate in questa indagine sono riportate in Tab. 1. Al fine di distinguere facilmente i due materiali per quanto riguarda il contenuto di Zr le leghe sono state denominate rispettivamente A e AZr. Esse sono state fornite sotto forma di billette DC cast di 20 cm di diametro e 40 cm di lunghezza. Campioni cilindrici per le prove di trazione di 5 mm di diametro e 13 millimetri di lunghezza sono stati tagliati parallelamente all'asse longitudinale della billetta. Le prove di trazione sono state effettuate a temperature di 350°C e 400°C e strain rate 10<sup>-5</sup>-10<sup>-</sup>3s<sup>-1</sup>. sulle leghe in Tab. 1 nello stato as cast. Inoltre sono state effettuate anche prove di trazione a 350°C e strain rate 10<sup>-5</sup>-10<sup>-</sup>3s<sup>-1</sup> su campioni della lega A sia solubilizzati a 490°C-2h che invecchiati T6 (490°C-2h + 160°C-24h). Le temperature di prova sono state misurate da termocoppie indipendenti poste vicino al campione. Ciascuna metà di ogni campione sottoposto a trazione a caldo è stata lappata lungo la direzione longitudinale fino al piano mediano ed è stata analizzata sia al microscopio ottico con e senza attacco chinico (Nikon Epiphot 200) che a quello elettronico (JEOL JSM-6480 LV, SEM FIB ZEISS 1540, and IXRF System SphinX 130). Per le osservazioni in luce polarizzata i campioni sono stati sottoposti ad elettropolishing (80ml perclorico acido, 120ml acqua distillat, 800ml etanolo, 20V) ed anodizzazione (reagente Barker). La cavitazione è stata valutata con l'ausilio di un software per l'analisi dell'immagine NIS element ed espressa come area cavitata/ area totale esaminata.

	Zn	Mg	Fe	Si	Ti	Zr
А	5.5	1.2	0.07	0.03	0.01	
AZr	5.6	1.2	0.07	0.03	0.01	0.16

Tabella 1: Composizione delle leghe analizzate [wt%].



## **RISULTATI E DISCUSSIONE DEI RISULTATI**

E leghe oggetto di studio differiscono essenzialmente per il contenuto di Zr (Tab.1). Lo Zr,in genere viene aggiunto come affinante dal grano ma in questo caso legandosi con composti a base di Ti riduce l'effetto affinante di entrambi come è stato ampiamente discusso in altri studi [12-17] per cui la leggera differenza composizionale determina dal punto di vista microstrutturale una differenza nella dimensione del grano il cui valore medio è di 210  $\pm$  60 µm per AZr vs 145  $\pm$  40 µm per la lega A. Dal punto di vista della presenza di seconde fasi ed inclusioni in entrambe le leghe nello stato as cast sono state individuate sia precipitati grossolani Zn-Mg a bordo e all'interno del grano, sia particelle costituenti di tipo Al(3,6)Fe. Non si sono osservate differenze nella distribuzione e densità di queste fasi in entrambe le leghe[12-17]. I valori di durezza HRF delle leghe sono confrontabili 95±1 per AZr Versus 92 ±1per A come pure la resistenza a trazione a Tambiente sono confrontabili anche se leggermente superiori per la lega AZr.

La Tab. 2 riporta le condizioni in cui sono state eseguite le prove di trazione, i valori di stress e gli allungamenti rilevati dalle prove di trazione effettuate. Si osserva che la lega A deformata nello stato As-cast esibisce una resistenza che decresce all'aumentare della temperatura (T) e una duttilità che aumenta con la temperatura e a parità di temperatura aumenta al diminuire della strain rate (È). Incrementi di T e decrementi di strain rate infatti migliorano il DRV riducendo la concentrazioni si stress e favorendo l'allungamento della lega. Nella Fig. 1 sono riportate la percentuale di cavitazione (Fig. 1a) e gli allungamenti (Fig.1b) rilevati nella lega A a 350°C e 400°C e diagrammati in funzione della strain rate. Sono evidenti due aspetti:

- La cavitazione aumenta al diminuire della strain rate:infatti quanto più la prova è lenta tanto più aumenta la duttilità del materiale per il migliorato recupero. Conseguentemente le porosità possono crescere e coalescere prima che il materiale ceda (cioè prima che le cricche si uniscano in direzione perpendicolare all'applicazione dello sforzo);
- 2) La cavitazione aumenta all'aumentare della T: anche in questo caso la temperatura più elevata, a parità di strain rate comporta un migliorato recupero, ridotte concentrazione di stress maggiore duttilità e quindi crescita e coalescenza favorita prima che il materiale ceda. Inoltre a 400°C è possibile anche ipotizzare un contributo di GBS che comporterebbe anch'esso un incremento di porosità.

Prove di trazione													
	Lega AZr As-cast				Lega A As cast								
	T[°C]	έ[s-1]	σ[MPa]	Δl/l (%)	T[°C]	έ[s-1]	σ[MPa]	Δl/l (%)					
					350	10-5	17	91					
					350	10-4	33	82					
					350	10-3	45	65					
	400°C	10-4	19	78	400°C	10-4	16	120					
	400°C	10-3	28,9	127	400°C	10-3	20	105					
Lega A T6(490°C-2h+160°C-24h)				Lega A solubilizzata (490°C-2h)									
	T[°C]	ἑ[s-1]	σ[MPa]	Δl/l (%)	T[°C]	έ[s-1]	σ[MPa]	Δl/l (%)					
	350	10-5	44,6	24,6	350	10-5	44,6	24,6					
	350	10-4	65,1	23,3	350	10-4	65,1	23,3					
	350	10-3	108,5	20,9	350	10-3	108,5	20,9					

Tabella2: Parametri delle prove di trazione (T, ¿) per i campioni in lega A e Azr e valori dello stress di picco e dell'allungamento finale.



Figura 1: porosità percentuale Versus Strain rate (a) e allungamento percentuale Versus strain rate (b) per la lega A deformata a trazione a 350°C e 400°C.

L'andamento della cavitazione con la duttilità e temperatura trova ulteriore verifica nell'analisi della morfologia delle cavità e della testa di frattura (Fig.2). I campioni deformati più lentamente o a più alta temperatura evidenziano la presenza di cavità più allungate nella direzione di applicazione del carico che in quella perpendicolare ad esso. Inoltre la maggiore presenza di dimples nelle teste di frattura dei campioni deformati a più elevata temperatura conferma una più lenta propagazione delle cricche (in direzione perpendicolare all'applicazione del carico) ad opera del migliorato recupero prima del cedimento. Dall'analisi della distribuzione delle cricche lungo la sezione longitudinale si è inoltre osservato che all'aumentare della T e al diminuire della strain rate i pori si distribuiscono più uniformemente lungo tutta la sezione analizzata (Fig.2 c,d) mentre alla minima temperatura e massima strain rate (Fig. 2b) le cavità sono maggiormente concentrate in prossimità della testa di frattura.

I punti di innesco delle cricche sono punti di concentrazioni di stress: punti tripli (W crack), punti con particelle essenzialmente al bordo grano e all'interno o nei punti tripli, zone di segregazione. Nel nostro caso sono stati individuati alcuni punti di innesco in prossimità di particelle (Fig.3 a,b) e nei punti tripli (Fig.3c).



Figura 2: Micrografie ottiche senza attacco chimico delle superfici longitudinali dei campioni trazionati a  $350^{\circ}$ C  $10^{-5}$ s<sup>-1</sup>(a),  $350^{\circ}$ C- $10^{-4}$ s<sup>-1</sup>(b),  $400^{\circ}$ C- $10^{-4}$ s<sup>-1</sup> (c) e  $400^{\circ}$ C- $10^{-3}$ s<sup>-1</sup>(d).



Figura 3: Micrografie ottiche senza attacco chimico (a) in luce polarizzata (c) e SEM (b) del campione as-cast trazionato a  $350^{\circ}$ C- $10^{-4}$  s<sup>-1</sup> in cui si evidenzia la presenza di cricche sia in prossimità di particelle costituenti (a,b) che nei punti tripli (c).

In Fig. 4 si sono riportati i valori di resistenza e della duttilità in funzione della T per i campioni deformati a trazione a 350°C nello stato As cast, invecchiato al picco a 160°C e solubilizzato a 490°C-2h. Dall'analisi dei dati di resistenza al picco (Fig.4a) è evidente per questa lega che, per ogni strain rate, il rafforzamento per soluzione solida è più efficace del T6. Ciò è dovuto al fatto che la permanenza a 350°C del materiale trattato induce DPN (precipitazione dinamica) nel materiale solubilizzato e essenzialmente coarsening dei precipitati in quello invecchiato T6. Come conseguenza si riduce la resistenza della lega T6. Come evidente sia dall'andamento delle curve di invecchiamento studiate da P.Leo et altri [12-17] che dall'andamento delle stesse curve di trazione[12-17]. A conferma di quanto detto è opportuno osservare che la differenza nei valori di resistenza del SS e del T6 si riduce al diminuire della strain rate che comporta un più efficiente coarsening anche per i campioni solubilizzati e i valori di resistenza delle leghe trattate si approssimano anche a quello dell'as cast nella cui microstruttura sono stati rilevati in altri studi [12-17] precipitati grossolani basati su composti di Zn e Mg. Come conseguenza, per ogni strain rate la duttilità della lega As cast è superiore a quella del T6 che è a sua volta è superiore a quella del solubilizzato (Fig.4b).



Figura 4: stress di picco Versus strain rate (a) e deformazione a rottura Versus strain rate (b) per i campioni in lega Al-Zn-Mg trazionati a 350°C nello stato As-cast, solubilizzato e invecchiato al picco.a 160°C.

La Fig. 5 confronta i valori di porosità percentuale rilevati nei campioni as-cast, in quello solubilizzato ed in quello invecchiato al picco T6.

Anche per i campioni trattati termicamente al diminuire della strain rate e quindi all'aumentare del recupero la porosità aumenta. Per ogni strain rate è massima la porosità esibita dall'as cast seguita da quella del campione trattato T6 e dal campione solubilizzato. Il trend delle curve di porosità (Fig. 5) è confrontabile con quello delle curve di duttilità (Fig. 4b) cioè la porosità (come anche la duttilità) nel campione As-cast è, per ogni strain rate, molto superiore a quella del T6 e del

#### P. Leo et alii, Convegno Nazionale IGF XXI, Cassino (FR), Italia, 13-15 Giugno 2011, 201 - 208



solubilizzato che invece sono prossime essendo simili per questi stati di trattamento anche le duttilità. Infatti, atomi in SS e precipitati piccoli riducono il recupero favorendo quindi concentrazioni di stress e innesco di cricche (vedi Fig.4a) ma la frattura, proprio per i valori di indurimento imposto dal TT propaga molto velocemente, quindi è favorito l'innesco ma non la loro crescita e coalescenza. Conseguentemente i valori di porosità rilevati sulla superficie longitudinale sono più bassi per i campioni trattati. Al diminuire della strain rate poi, migliora il recupero che, insieme alla coalescenza dei precipitati nel solubilizzato e nell'invecchiato al picco comporta una duttilità superiore e conseguentemente una porosità superiore ma comunque inferiore a quella dell'as cast. Occorre inoltre considerare che lo stesso ingrossamento dei precipitati, sebbene poco efficace in termini di indurimento, può favorire innesco di cricche.



Figura 5: porosità (%) Versus log strain rate per i campioni trazionati a 350°C nello stato As-cast, solubilizzato e T6.



Figura 6: micrografie ottiche senza attacco chimico delle superfici longitudinali dei campioni invecchiati al picco e trazionati a 350°C  $10^{-4}s^{-1}(a)$ , 350°C  $10^{-5}s^{-1}(b)$ , e solubilizzati e trazionati a 350°C  $10^{-3}s^{-1}$  (c)e 350°C  $10^{-5}s^{-1}$  (d).



L'analisi delle sezioni longitudinali dei campioni trattati alla massima strain rate (minor effetto sulla microstruttura della temperatura di prova) evidenzia nel T6 una maggiore crescita/coalescenza delle cricche ed una distribuzione più uniforme delle stesse lungo tutta la superficie a differenza del solubilizzato dove le cricche si concentrano in prossimità della testa di frattura che appare anche caratterizzata da una superficie di frattura piuttosto piatta in relazione alla minore duttilità e alla più rapida propagazione della cricca per i maggiori stress.

La Fig. 7a riporta un grafico di confronto tra la porosità esibita dopo trazione a 400°C dalle leghe as cast A e AZr La lega alligata con Zr esibisce una percentuale di cavitazione inferiore a quella della lega senza Zr. Per entrambe le leghe la cavitazione si innesca principalmente su particelle a bordo grano e nei punti tripli. La più bassa densità di cavitazione nella lega con Zr potrebbe essere attribuita a:

- Minor numero di giunzioni triple a causa della maggior dimensione del grano: in fatti non sono state osservate differenze microstrutturali tra la lega A e la AZr in termini di densità e distribuzione delle particelle che possono agire come punti di concentrazione di stress (cioè MgZn<sub>2</sub> o tipo Al3/6Fe);
- Più rapida propagazione della cricca imputabile alla maggiore dimensione del grano: potrebbe determinare una riduzione delle fasi di crescita della stessa;
- Differente duttilità a 400°C e 10-3 e 10-4 (Fig.7b):le deformazioni a rottura delle due leghe sono prossime a 10-3 mentre la duttilità della lega AZr è inferiore a 10-4
- A 400°C è ipotizzabile un contributo di deformazione per GBS, superiore nella lega A per la maggiore dimensione dei grani.



Figura 7: porosità percentuale Versus Strain rate (a) e deformazione a rottura Versus strain rate (b) per la lega A e Azr deformate a trazione a 400°C.

### CONCLUSIONI

n questo lavoro la cavitazione esibita dalle leghe Al-Zn-Mg trazionate a caldo è stata studiata in relazione ai seguenti aspetti:

- 1) Parametri di deformazione T ed \u00e5;
- 2) Microstruttura (confronto tra lega As-cast, solubilizzata e invecchiata T6)
- 3) Composizione e dimensione del grano.

Si riassumono di seguito le principali conclusion raggiunte relativamente ai punti precedenti:

 Effetto dei parametri di deformazione: la cavitazione aumenta al diminuire della strain rate e all'aumentare della temperatura che comportano un migliorato recupero, ridotte concentrazione di stress, maggiore duttilità e quindi crescita e coalescenza della cricca favorita prima che il materiale ceda. Inoltre a 400°C è possibile anche ipotizzare un contributo di GBS che contribuirebbe anch'esso a incrementare la porosità con T. La maggiore presenza di dimples nelle teste di frattura dei campioni deformati a più elevata temperatura conferma una più lenta propagazione delle cricche (in direzione perpendicolare all'applicazione del carico) ad opera del migliorato recupero prima del cedimento.



- 2) Effetto della microstruttura (confronto tra lega As-cast, solubilizzata e invecchiata T6): Per ogni strain rate è massima la porosità esibita dall'as cast seguita da quella del campione trattato T6 e dal campione solubilizzato. Infatti, atomi in SS e precipitati di picco riducono il recupero favorendo quindi concentrazioni di stress e innesco di cricche ma la frattura, proprio per i valori di indurimento imposto dal TT propaga molto velocemente, quindi è favorito l'innesco ma non la loro crescita e coalescenza. Conseguentemente i valori di porosità rilevati sulla superficie longitudinale sono più bassi per i campioni trattati. Nel solubilizzato inoltre le cricche si concentrano solo in prossimità della testa di frattura che appare anche caratterizzata da una superficie di frattura piuttosto piatta in relazione alla minore duttilità e alla più rapida propagazione della cricca per i maggiori stress.
- 3) Effetto della composizione e dimensione del grano: l'introduzione dello Zr comporta una superiore dimensione del grano rispetto alla lega A [12-17] che si traduce in una duttilità inferiore, un minor contributo di scorrimento dei bordi di grano e più rapida propagazione della cricca, conseguentemente la lega A Zr esibisce porosità inferiore.

### **BIBLIOGRAFIA**

- [1] H.J.McQueen and O.C. Celliers, Canadian Metal. Quart., 36 (1997) 73-86.
- [2] K.Laue and H.Stenger, Estrusion: Process Machinery, Tooling, American Society for Metals, Metals Park, OH, (1981) 1, 124.
- [3] Y. Baba and H. Yoshido, In: 2<sup>nd</sup> Intnl. Al. Extrusio Tech. Sem. Aluminum Association, Washington, 1 (1977) 301.
- [4] J. Polmear, Light alloys Metallurgy of light metals, Butterworth Heinemann, (1995) 115.
- [5] Hugh, H.J. McQueen, Materials Science Forum, 604-605 (2009) 285.
- [6] D. Nicolau, S.L. Semiantin, Acta Mat. 51 (2003) 613.
- [7] B. P. Kashyap, A. K. Mukherjee, Res. Mechanica, 17 (1986) 17.
- [8] Pilling, J. Mat.Sci. Tecnol., 1 (1985) 461.
- [9] J. R. Rice, D. M. Tracey, J. Mech. Phys. Solids, 17 (1969) 201.
- [10] D. J. Zhou, J. Lian, M. Suery, Mater. Scien. Techn, 4 (1988) 348.
- [11] George E. Dieter, Mechanical Metallurgy, SI Metric Edition, (2001) 290.
- [12] P. Leo, E. Cerri1, H.J. McQueen, S. Chiozzi, Materials Science Forum, 604-605 (2009) 67.
- [13] P. Leo, E. Cerri, H. McQueen, In: TMS 2011 Annual Meeting and Exhibition Proceedings: Aluminum Alloys: Fabrication, Characterization and Applications in Press TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), San Diego, (2011) 157.
- [14] P. Leo, E. Cerri, H. McQueen, In: TMS 2010 Annual Meeting and Exhibition Proceedings: Aluminum Alloys: Fabrication, Characterization and Applications in Press TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), San Diego (2011) 339.
- [15] P. Leo, E. Cerri, In: 33°Convegno Nazionale AIM, Brescia, (2010).
- [16] P.Leo, E.Cerri, In: 33°Convegno Nazionale AIM, Brescia (2010).
- [17] P. Leo, E. Cerri, R. Nobile, In: I°Convegno Nazionale Coordinamento della Meccanica Italiana, Palermo (2010).