



Problematiche di fatica e frattura in metalli con grano ultrafine e nanometrico

Pasquale Cavaliere

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

RIASSUNTO. E' ben noto che le proprietà di resistenza a fatica dei materiali metallici sono fortemente influenzate dalle dimensioni medie dei grani. Così come il limite di snervamento, anche il limite di fatica aumenta al diminuire delle dimensioni medie dei grani in un intervallo micrometrico. I risultati sperimentali riportati nel presente lavoro dimostrano che tale legame varia in maniera differente andando ad analizzare il comportamento di materiali con grano ultrafine ($<1 \mu\text{m}$) o nanometrico ($<100 \text{nm}$). In particolare, con l'affinamento del grano si nota un'inversione di comportamento in termini di carico di snervamento e nucleazione e crescita di cricche. L'analisi dei risultati sperimentali è stata effettuata su metalli puri prodotti per deformazione plastica severa e confrontati con dati differenti per alcune leghe di alluminio. I risultati relativi a strutture metalliche nano cristalline sono relativi a materiali elettrodeposti a base di Co e Ni in un intervallo di dimensioni medie dei grani 10-300 nm. In generale l'affinamento del grano produce un ritardo di nucleazione e un'accelerazione nella crescita delle cricche, la discussione è supportata da dati numerici effettuati su strutture metalliche in cui si è indotta la variazione delle dimensioni medie dei grani lungo il percorso di propagazione delle cricche.

PAROLE CHIAVE. Materiali a grano ultrafine; Materiali nano cristallini; Fatica; Frattura.

INTRODUZIONE

I materiali metallici a grano ultrafine o nanocristallino hanno un'importanza scientifica estremamente notevole confortata dalla ingente mole di pubblicazioni disponibili da dieci anni a questa parte [1, 2]. Se confrontati con i tradizionali metalli a struttura micrometrica, i suddetti materiali mostrano un notevole aumento del carico di snervamento, resistenza a frattura e all'usura, proprietà superplastiche a bassa temperatura ed elevata velocità di deformazione [3-7]. Solitamente metalli e leghe metalliche a grano ultrafine vengono realizzate mediante deformazione plastica severa (equal-channel-angular-pressing, High- Pressure-Torsion, macinazione criogenica di polveri e successiva compattazione, accumulative roll bonding) conducendo alla realizzazione di blocchi massivi di ingenti dimensioni per la realizzazione di provini di laboratorio o semilavorati per successive trasformazioni termo meccaniche [8-13]. Diversi sono i metodi per la produzione di materiali nano cristallini, l'affinamento micro strutturale risulta notevolmente ingente in quei materiali prodotti per elettrodeposizione anche se le dimensioni realizzate conducono alla produzione di provini di poche centinaia di micron di spessore [14]. Con una tecnica di deposizione innovativa [15] si è riusciti a produrre leghe metalliche con dimensioni dei grani variabili continuamente durante la deposizione giungendo ad ottenere un metallo con proprietà meccaniche linearmente variabili lungo lo stesso spessore. Tale tecnologia consente un attento controllo delle potenzialità di ostacolo alla propagazione di cricche mediante la corretta definizione della microstruttura di propagazione [16]. Diverse pubblicazioni riportate in letteratura mostrano come al variare delle dimensioni medie dei grani, passando da un livello micrometrico ad un livello nanometrico, oltre ad influenzare fortemente le proprietà meccaniche in trazione si induce una forte variazione della resistenza a fatica in controllo di sollecitazione e in controllo di deformazione osservando una differente modalità nei meccanismi di frattura [17-19]. Nel presente lavoro si intendono presentare delle conclusioni relative agli studi effettuati dall'autore sulle problematiche di fatica e frattura di metalli e leghe metalliche a grano ultrafine e nanocristallino pubblicate nel recentissimo passato in riviste internazionali.

PROCEDURA SPERIMENTALE

I materiali metallici di cui si mostreranno le proprietà meccaniche e microscopiche nel presente lavoro sono stati ottenuti per deformazione plastica severa attraverso equal-channel-angular-pressing per l'ottenimento di strutture caratterizzate da dimensioni medie dei grani ultrafini [18, 19], tecnologie di elettrodeposizione sono invece state utilizzate per la produzione di materiali caratterizzati da grani nano cristallini [14-16, 19]. La microstruttura dei materiali prodotti è stata caratterizzata attraverso tecniche di microscopia elettronica in trasmissione utilizzando un microscopio JEOL 2011FX. Le proprietà meccaniche sono state ottenute mediante prove di trazione utilizzando una macchina di prova universale MTS 810 e tecniche di nano indentazione con una macchina MICROMATERIALTM. Le prove di fatica sono state effettuate utilizzando la stessa macchina di prova con cui si sono effettuate le prove di trazione monitorando con un telecamera CCD Watek 505EX l'evoluzione del comportamento in provini precriccati. Le superfici di frattura dei materiali testati sono state analizzate mediante microscopia elettronica in scansione utilizzando un microscopio JEOL-JSM 6500 F. Si sono infine valutate le caratteristiche di nucleazione e crescita di cricche nei materiali plasticamente disomogenei attraverso simulazioni agli elementi finiti utilizzando un software commerciale (ABACUS).

RISULTATI E DISCUSSIONE

Generalmente la deformazione plastica severa applicando la tecnica di equal-channel-angular-pressing conduce all'ottenimento di strutture caratterizzate da grani ultrafini con dimensioni medie nell'intervallo 300-500 nm a seconda del tipo di lega, della tipologia di seconde fasi disperse e della deformazione totale imposta. Alcuni esempi relativi al Ti puro e ad una lega di alluminio 6106 addizionata con Sc e Zr sono mostrati in Fig. 1.

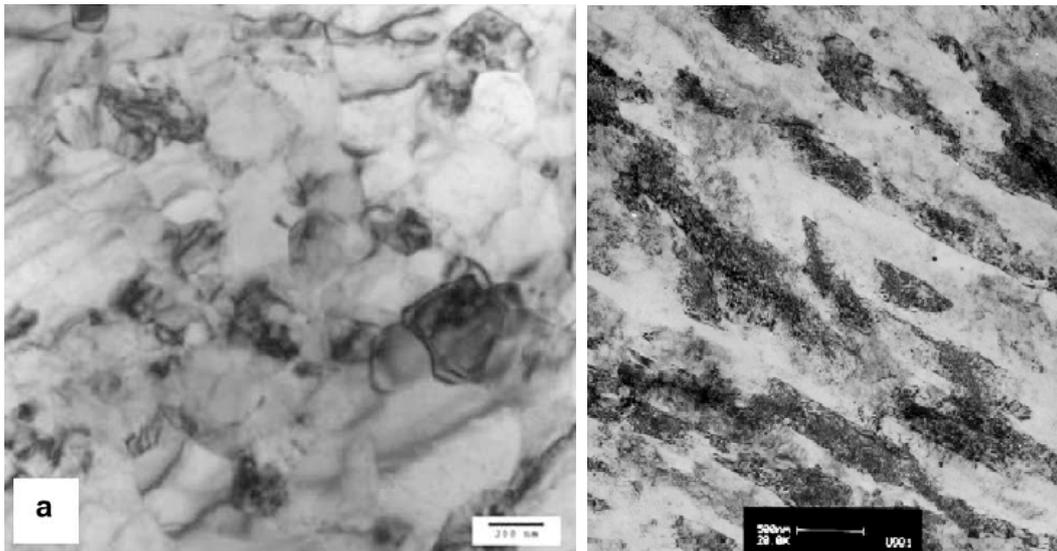


Figura 1: Micrografia TEM del Ti puro (sinistra [19]) e della lega 6106ScZr (destra [18]) sottoposte a deformazione plastica severa.

In entrambi i casi la deformazione imposta è stata della stessa entità producendo nel primo caso una struttura con dimensioni medie dei grani di 300 nm mentre di 500 nm nel secondo pur partendo in questo caso da dimensioni medie notevolmente inferiori, tale comportamento è legato all'interazione tra dislocazioni e seconde fasi, assenti nel metallo puro, che riduce l'effetto deformativo sull'affinamento micro strutturale legato al processo.

Strutture con grano notevolmente più fine si ottengono mediante elettrodeposizione giungendo a lavorare con materiali metallici con strutture in un regime nanometrico. Alcuni esempi relativi al Ni puro e al Co puro sono mostrati in Fig. 2.

In generale, l'effetto che i materiali metallici mostrano al diminuire delle dimensioni medie dei grani è l'aumento del carico di snervamento e della sensibilità alla velocità di deformazione a temperatura ambiente. Esempi della variazione di tali parametri per alcuni dei materiali considerati è mostrato in Fig. 3.

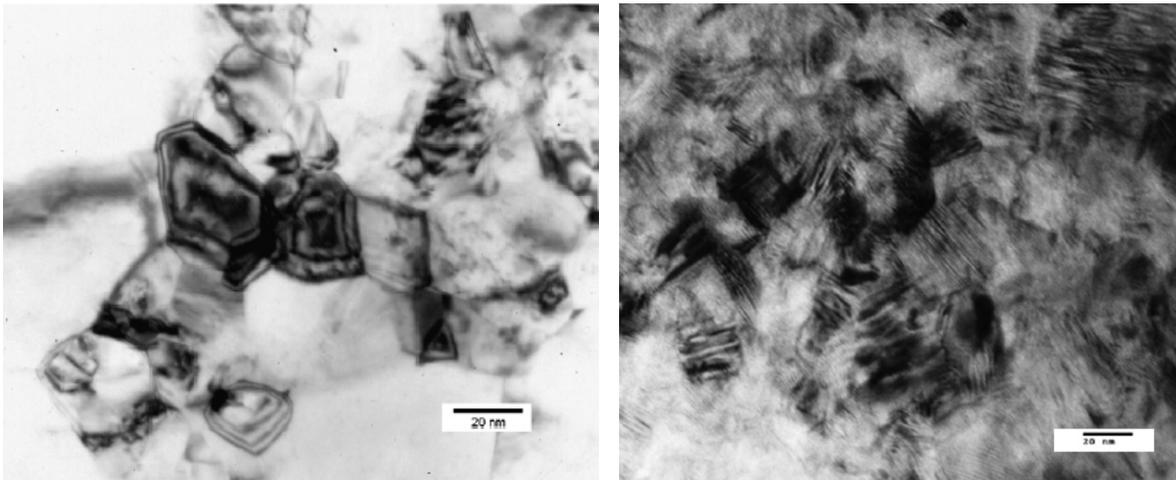


Figura 2: Microstrutture TEM del Ni (sinistra) e del Co (destra) puri [7], il Ni mostra dimensioni medie dei grani di 20 nm, il Co di 15 nm.

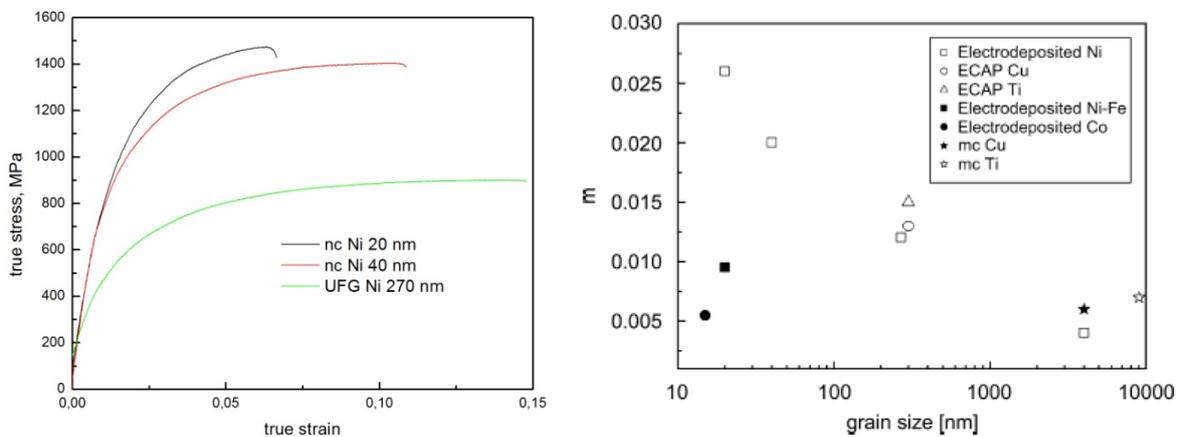


Figura 3: Curve di trazione per il Ni puro elettrodeposto con differenti dimensioni medie dei grani (sinistra), variazione della sensibilità alla velocità di deformazione per diversi materiali a grano ultrafine e nanocristallino.

Contemporaneamente a tali parametri anche le caratteristiche di fatica dei materiali metallici mostrano un incremento inversamente proporzionale alle dimensioni medie dei grani. L'effetto dell'affinamento sulla vita a fatica in controllo di sollecitazione per alcuni dei metalli analizzati è mostrato in Fig. 4.

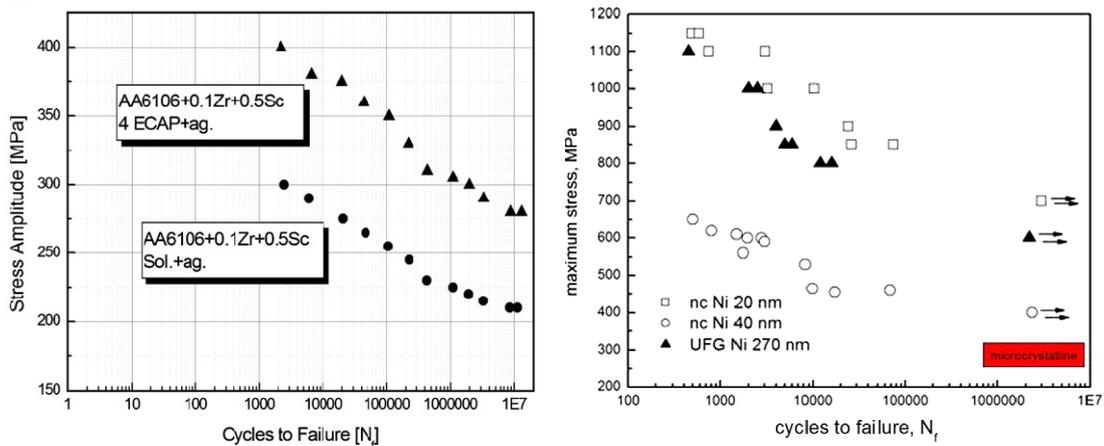


Figura 4: Effetto della deformazione plastica severa sulle proprietà a fatica della lega 6106ScZr [18], e delle differenti dimensioni di grano per il Ni puro elettrodeposto [19].



Accanto alle prove di fatica in controllo di sollecitazione si sono effettuate diverse prove in controllo di deformazione per ottenere la curva Coffin-Manson per il Ni elettrodeposto. La prima osservazione derivante da diversi livelli di deformazione ciclica sperimentati su tali materiali è che il Ni elettrodeposto incrudisce ciclicamente e che la velocità d'incrudimento aumenta al diminuire delle dimensioni medie dei grani. La curva di fatica ottenuta da prove in controllo di deformazione è mostrata in Fig. 5:

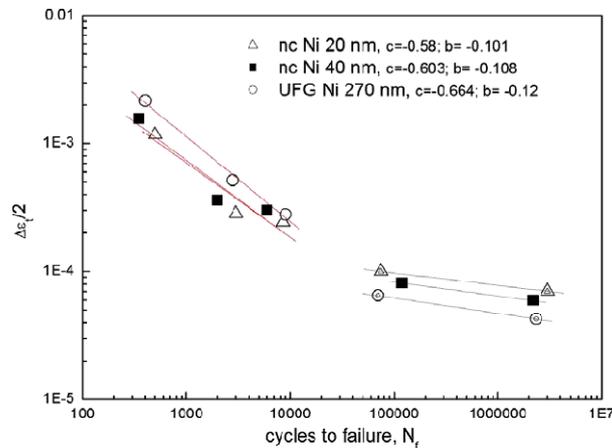


Figura 5: Curva Coffin-Manson per il Ni elettrodeposto con differenti dimensioni medie dei grani [19].

Andando a valutare la resistenza di tali materiali alla nucleazione e propagazione di cricche in maniera quasi statica e dinamica si nota per tali materiali un aumento di resistenza alla nucleazione accanto ad una maggiore suscettibilità alla loro propagazione. Alcuni esempi relativi a materiali a grano ultrafine e nanocristallino sono mostrati in Fig. 6.

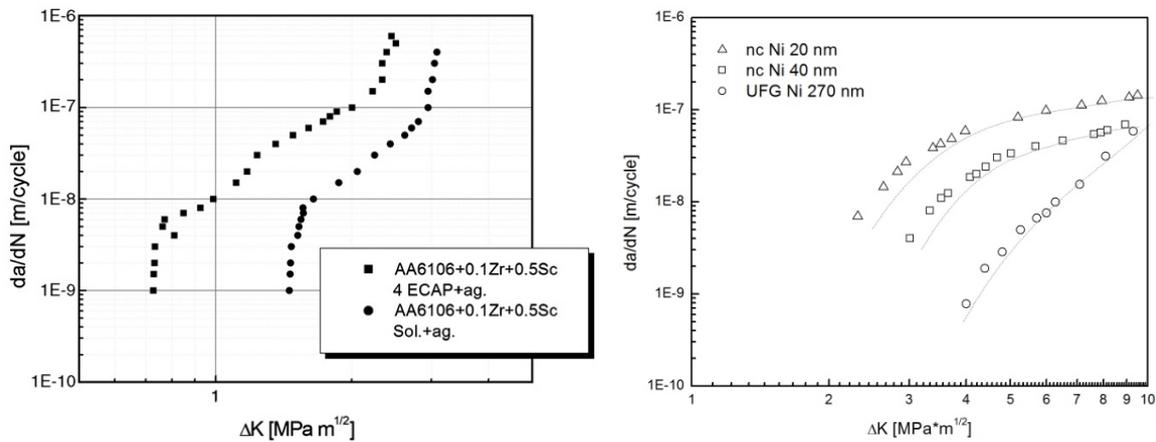


Figura 6: Curve ΔK - da/dN per diversi materiali con grano ultrafine e nanocristallino, si può notare come l'affinamento dimostri un aumento di resistenza alla nucleazione e una diminuzione di resistenza alla propagazione delle cricche di fatica.

Tale comportamento è implicabile a due principali fattori, il primo è l'appiattimento del percorso di propagazione man mano che le dimensioni medie dei grani diminuiscono (Fig. 7).

Altro fattore è la coalescenza di micro vuoti all'apice della cricca che si è osservato aumentare con la velocità d'incrudimento di tali materiali che come osservato precedentemente aumenta al diminuire delle dimensioni medie dei grani.

Tale fenomeno è dimostrabile anche dalle osservazioni delle superfici di frattura che mostrano dimensioni medie dei "dimples" di un ordine di grandezza superiore rispetto alle dimensioni medie dei grani dei diversi materiali conducendo alla conclusione che la propagazione di cricche in tali materiali diviene trans granulare man mano che la struttura di partenza ha dimensioni sempre più ridotte (Fig. 8).

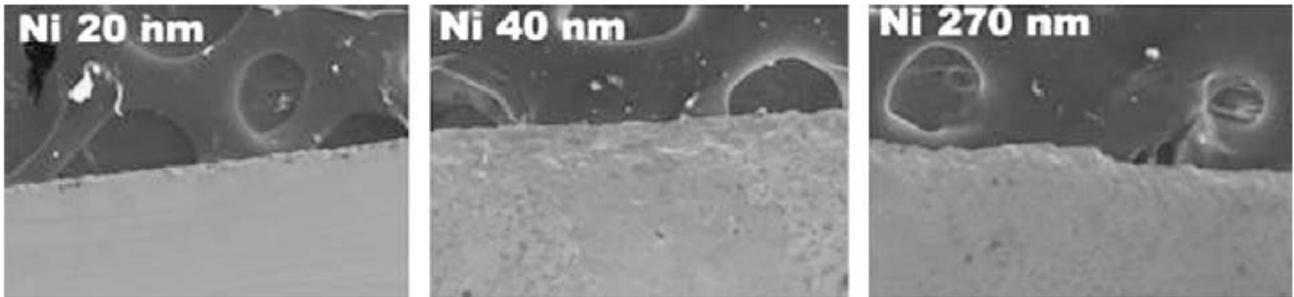


Figura 7: Differenti percorsi di propagazione osservati nel Ni puro elettrodeposto con differenti dimensioni medie dei grani.

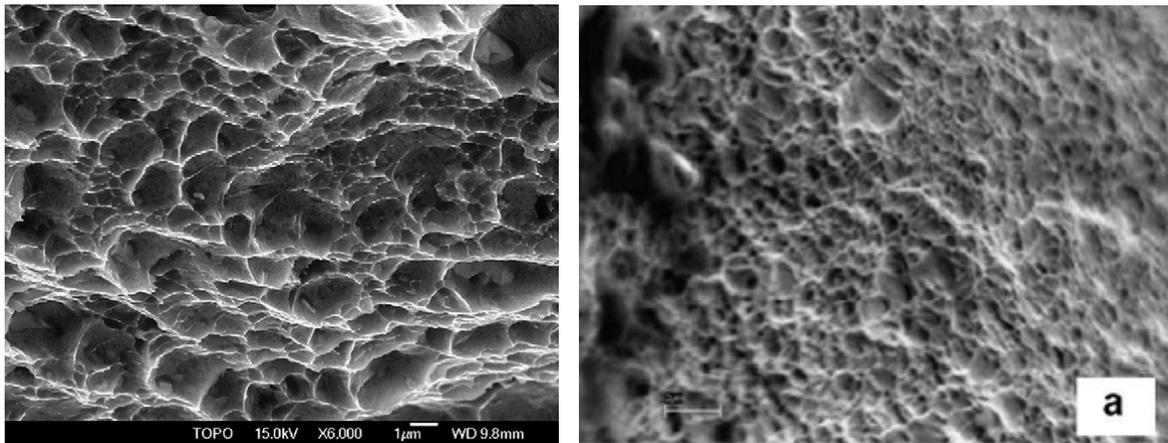


Figura 8: Superfici di frattura osservate nella lega 6106ScZr e nel Ni nanocristallino 20 nm.

In definitiva possiamo affermare che man mano che le dimensioni medie dei grani diminuiscono il metallo resiste meglio alla nucleazione ma da vita a cricche che si propagano in maniera sempre più instabile limitando le potenziali applicabilità di tali materiali. E' in tale ottica che si sono tentate di realizzare strutture in cui le dimensioni medie dei grani fosse variabile linearmente lungo il percorso di propagazione in maniera tale da poter valutare un possibile controllo micro strutturale che consentisse di controllare la stabilità di propagazione delle cricche. Con la procedura descritta in [15] tali materiali sono stati prodotti attraverso il controllo delle condizioni di elettrodeposizione di leghe Ni-W che hanno consentito di ottenere strutture caratterizzate da dimensioni medie dei grani variabili in differenti configurazioni. Inizialmente sono state prodotte leghe Ni-W elettrodeposte con dimensioni dei grani costanti in un intervallo tra 10 e 100 nm e si sono valutate le proprietà meccaniche attraverso prove di trazione e di nano indentazione strumentata, come era prevedibile si è osservato un aumento della durezza e del carico di snervamento al diminuire delle dimensioni medie dei grani (Fig. 9).

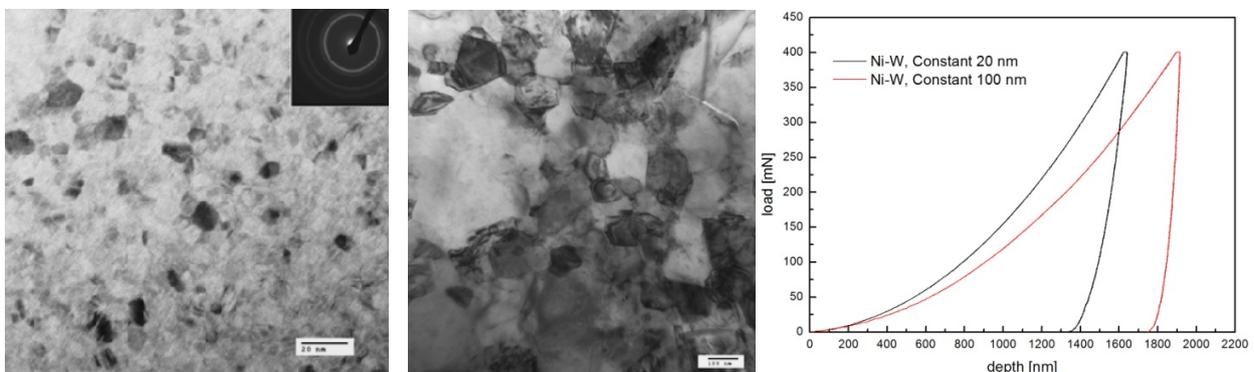


Figura 9: Leghe Ni-W con grano di 20 e 100 nm e relative curve di nano indentazione.



Seguendo le osservazioni derivate dall'ampia campagna sperimentale effettuata su metalli a grano ultrafine e nanocristallino si è ritenuto che la via più promettente alla soluzione della problematica relativa all'aumento di instabilità nella propagazione al diminuire delle dimensioni medie dei grani fosse la produzione di tali leghe con dimensioni medie dei grani che andassero ad aumentare linearmente lungo il percorso di propagazione in maniera tale da ottenere un materiale che resistesse ingentemente alla nucleazione delle cricche e che rappresentasse un ostacolo alla propagazione attraverso una migliore dissipazione energetica fornita dalla sollecitazione.

Tali considerazioni sono state supportate dai calcoli effettuati agli elementi finiti in cui le mesh di calcolo sono state realizzate indicando in ogni singolo strato ortogonale al percorso di propagazione le differenti caratteristiche meccaniche ottenute dalle prove di trazione e di nano indentazione strumentata, le mesh utilizzate e i risultati ottenuti per la configurazione a grano variabile individuata come promettente sono mostrati in Fig. 10.

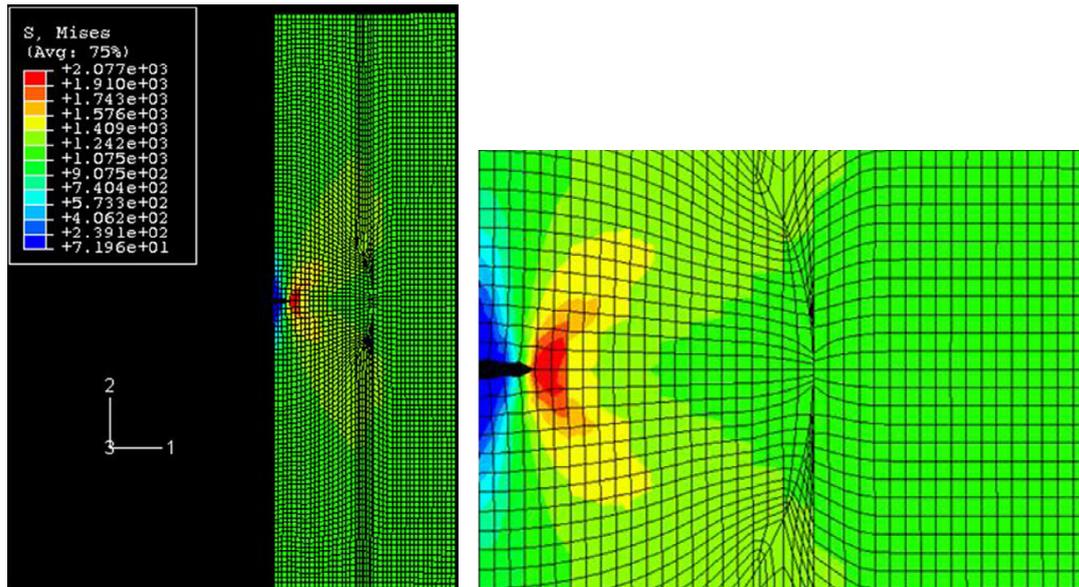


Figura 10: Risultati relativi alle simulazioni effettuate sulla lega Ni-W con dimensioni dei grani crescenti lungo il percorso di propagazione.

In tali simulazioni si è valutata la variazione dell'integrale J lungo il percorso di propagazione giungendo ai risultati mostrati in Fig. 11.

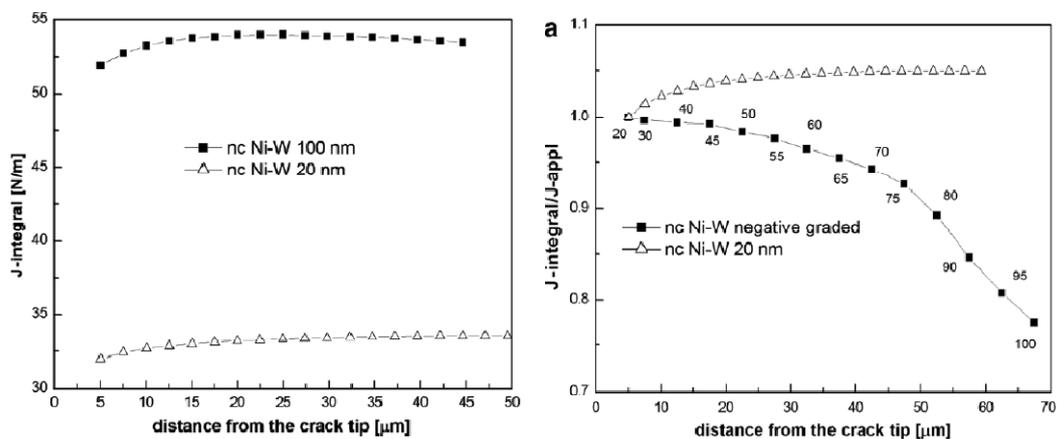


Figura 11: Variazione dell'integrale J nelle differenti configurazioni studiate.

I risultati fondamentali sono che l'integrale J è costante lungo il percorso di propagazione per leghe Ni-W con dimensioni medie del grano costanti mentre diminuisce lungo il percorso in cui le dimensioni medie dei grani crescono, tale comportamento energetico riduce la suscettibilità alla propagazione di cricche in metalli con grano nanocristallino.



La microstruttura della lega Ni-W con tale configurazione ottimale è mostrata in Fig. 12, come si nota il metallo presenta dimensioni medie dei grani di circa 20 nm sulla superficie, dimensioni che crescono linearmente man mano che ci si sposta verso l'interno dello strato elettrodeposto.

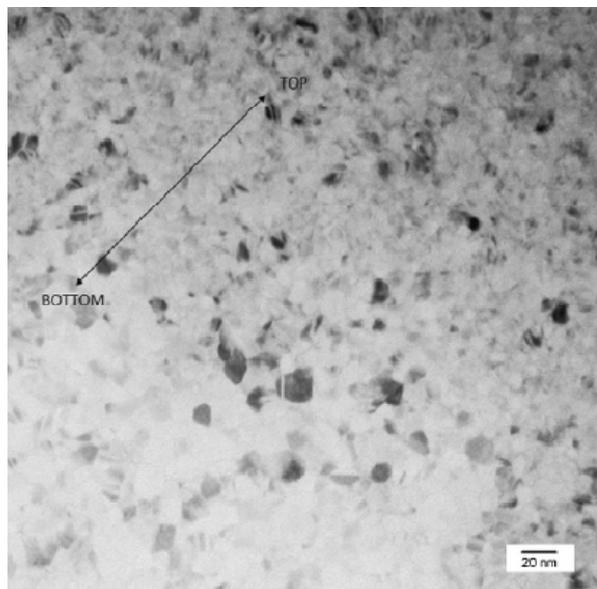


Figura 12: Microstruttura ottenuta al TEM di una lega Ni-W con dimensioni medie dei grani variabili lungo lo spessore.

CONCLUSIONI

Le dimensioni medie dei grani influenzano le proprietà meccaniche dei materiali metallici, in particolare al diminuire delle dimensioni medie si nota un aumento di durezza e del carico di snervamento in metalli con grano ultrafine e in metalli con grano nanometrico. In aggiunta si osserva sperimentalmente un incremento della vita a fatica in controllo di sollecitazione per tutti i metalli man mano che si spinge l'affinamento micro strutturale verso livelli sempre più piccoli. La diminuzione delle dimensioni medie dei grani ha inoltre condotto alla conclusione che la velocità di incrudimento ciclico aumenta in maniera inversamente proporzionale alle dimensioni medie dei grani. Dalle misure relative alla suscettibilità alla nucleazione e alla propagazione di cricche di fatica si è concluso che man mano che le dimensioni medie dei grani passano da un regime micrometrico ad un regime nanometrico si nota un aumento di resistenza alla nucleazione ed una maggiore suscettibilità alla propagazione, in tale ottica si è valutato l'effetto della possibilità di ottenere materiali con grano linearmente crescente lungo il percorso di propagazione delle cricche. Una valutazione energetica supportata da calcoli agli elementi finiti ha permesso di concludere che una tale configurazione è la più promettente in quanto permette di avere un materiale con bassa suscettibilità alla formazione di cricche e che contemporaneamente oppone una maggiore resistenza alla propagazione di cricche preesistenti o precedentemente formatesi.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh, *Acta Mater.*, 51 (2003) 5743.
- [2] H. Gleiter, *Acta Mater.*, 48 (2000) 1.
- [3] R.A. Masumura, P.M. Hazzledine, C.S. Pande, *Acta Mater.*, 46 (1998) 4527.
- [4] D.H. Jeong, F. Gonzalez, G. Palombo, K.T. Aust, U. Erb, *Scr. Mater.*, 44 (2001) 493.
- [5] R.W. Hayes, D. Witkin, F. Zhou, E.J. Lavernia, *Acta Mater.*, 52 (2004) 4259.
- [6] D. Jia, K.T. Ramesh, E. Ma, *Acta Mater.*, 51 (2003) 3495.
- [7] P. Cavaliere, *Physica B* 403, (2008) 569.
- [8] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.*, 45 (2000) 103.



- [9] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Scr. Mater.*, 35 (1996) 143.
- [10] X. Cheng, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, *Acta. Mater.*, 53 (2005) 749.
- [11] Z. Horita, T. Fujinami, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A*, 318 (2001) 34.
- [12] S. Libardi, M. Zadra, F. Casari, A. Molinari, *Mater. Sci. Eng. A*, 478 (2008) 243.
- [13] C. Menapace, I. Lonardelli, M. Tait, A. Molinari, *Mater. Sci. Eng. A*, 517 (2009) 1.
- [14] P. Cavaliere, *Mater. Sci. Eng. A*, 512 (2009) 1.
- [15] A.J. Detor, C.A. Schuh, *Acta Mater.*, 55 (2007) 371.
- [16] P. Cavaliere, *Comp. Mater. Sci.*, 41 (2008) 440.
- [17] T. Hanlon, E. Tabachnikova, S. Suresh, *Int. J. Fatigue*, 27 (2005) 1147.
- [18] P. Cavaliere, M. Cabibbo, *Mater. Charact.*, 59 (2008) 197.
- [19] P. Cavaliere, *Int. J. Fatigue*, 31 (2009) 1476.