

# Evoluzione microstrutturale di una lega di alluminio commercialmente puro sottoposta a severe deformazioni plastiche Parte II: Studio Tessiturale

M. Cabibbo, E. Evangelista, C. Scalabroni

**I**l presente lavoro riporta uno studio sull'evoluzione della microstruttura nella lega di alluminio AA1200 sottoposta a notevoli deformazioni plastiche a freddo mediante ECAP (equal channel angular pressing). Una deformazione vera di 8 è stata sufficiente a produrre grani di dimensioni sub-micrometriche la cui microstruttura è costituita da una significativa frazione in volume di celle e sottograni. In una memoria precedente (vedi Parte I: indagini microstrutturali) il processo di deformazione è stato studiato attraverso analisi al microscopio elettronico in trasmissione (TEM) e al microscopio elettronico in scansione (FEG-SEM) attraverso l'EBS (electron back-scattered diffraction). Nella presente memoria, l'evoluzione della microstruttura è stata studiata in termini di tessitura dei grani mediante tecniche di diffrazione a raggi X. Si è così, potuto stabilire che lo stato tessiturale della lega non deformata prevalentemente cubica,  $\{001\}\langle 100 \rangle$ , evolve a favore di quella del cubico ruotato nella direzione normale alla direzione di deformazione  $\{001\}\langle 120 \rangle$ , mentre l'intensità delle componenti Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$  e le direzioni  $\{111\}\langle 110 \rangle$ ,  $\{111\}\langle 112 \rangle$  risultano essere meno influenzate dalla deformazione.

Parole chiave: alluminio e leghe, lav. plastiche a freddo, diffrattometria

## INTRODUZIONE

I principali metodi per indurre SPD (severe plastic deformation) in un materiale metallico sono l'ECAP, la torsione in condizioni di alta pressione e le tecniche di co-laminazione successiva (CR) [1-15]. Tra queste, la metodologia che ha suscitato maggior interesse in ambito industriale è l'ECAP in quanto alcune ricerche hanno dimostrato la possibilità di una sua applicazione anche a billette di grandi dimensioni ottenendo strutture fini ed omogenee [8,9], in linea di principio non vi è alcun limite superiore nelle dimensioni della sezione delle billette. Il processo è ormai diffusamente applicato a differenti materiali, dall'Al al Cu, Mg, Ti e leghe ferrose [8-14]. Il processo genera un costante aumento della resistenza a trazione e della duttilità fino a raggiungere un livello di saturazione che si ha intorno a 10-15 passate, in funzione del materiale e dalla modalità seguita [16,17].

Fino ad oggi sono stati condotti diversi studi riguardo l'evoluzione strutturale, in termini di orientazioni cristallografiche, di leghe di alluminio dopo SPD [18-29]. In particolare, la tecnica ECAP, induce generalmente un'evoluzione tessiturale che è fortemente influenzata dalla particolare modalità impiegata per la deformazione. Come riportato da Cui e Otori [18], l'ECAP induce una spiccata evoluzione della componente cubica ruotata nella lega AA1050 che ha inizialmente una dominante componente cubica. D'altra parte, Saito ed altri [19] hanno riportato uno studio dettagliato su materiali soggetti ad ECAP ed aventi una tipica tessitura ini-

ziale da laminazioni con direzioni  $\langle 110 \rangle$  parallela alla direzione normale (ND) e  $\langle 311 \rangle$  parallela alla ND soggette a scorrimento, e ad una lieve rotazione verso  $\langle 111 \rangle$  parallela alla ND. Han e altri [20] hanno dimostrato come un materiale con tessitura iniziale  $\langle 110 \rangle$  parallela alla ND sviluppa, dopo ECAP, una tessitura  $\langle 111 \rangle$  parallela alla ND e  $\{001\}\langle 110 \rangle$  con intensità simili. Gli studi menzionati, così come altri [21-33], suggeriscono chiaramente che l'evoluzione tessiturale è fortemente influenzata dalla condizione iniziale del materiale.

## MATERIALI E PROCEDURE SPERIMENTALI

I campioni, di lunghezza pari a 6 cm, sono stati ottenuti da barre estruse del diametro di 10 mm. La lega AA1200 aveva composizione: 0.7% Si, 0.3% Fe, 0.1% Zn e 0.05% Cu e Mn.

Il materiale è stato sottoposto a severa deformazione secondo la procedura già descritta nella parte I.

I campioni sono stati prelevati longitudinalmente e lucidati in modo tale da ottenere una superficie utile per l'analisi al diffrattometro a raggi X. È stato utilizzato un Siemens D-5000, e le misure sono state eseguite mediante un tubo al rame (Cu,  $\lambda = 1.54.056 \text{ \AA}$ ) ad una potenza pari a 1200 W. Attraverso un software dedicato è stato possibile calcolare le funzioni di distribuzione delle orientazioni (ODFs). Le ODFs sono state calcolate sulla base delle notazioni angolari di Bunge ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ).

## Risultati e discussione

La Figura 1 (a) - (c) riporta le direzioni  $\{111\}$ ,  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  delle ODFs nelle sezioni  $\varphi_2 = 30^\circ$  e  $\varphi_2 = 90^\circ$ , e la figura polare  $\{110\}$  del materiale soggetto rispettivamente ad 1, 4, e 8 passate.

M. Cabibbo, E. Evangelista, C. Scalabroni

INFM / Dipartimento di Meccanica - Università Politecnica delle Marche, Ancona, Italy

Memoria pervenuta il 30 aprile 2004. La prima parte della memoria, dal titolo "Studio della microstruttura di una lega di alluminio commercialmente puro sottoposta a severe deformazioni plastiche Parte I: Indagini microstrutturali"

M. Cabibbo, E. Evangelista, C. Scalabroni

è stata pubblicata sul fascicolo n. 10/04 della rivista La Metallurgia Italiana, p. 47

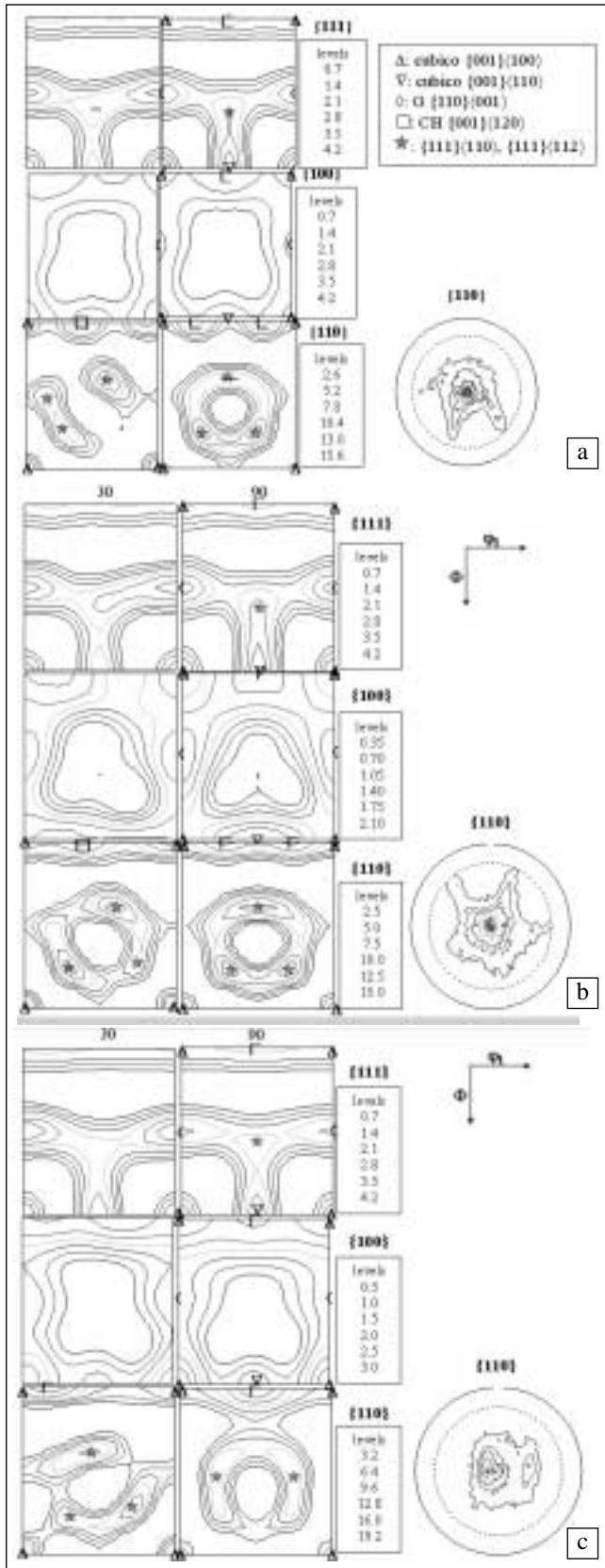


Fig. 1 – Evoluzione tessiturale in funzione delle passate ECAP. Sono riportate la figura polare  $\{110\}$  e le ODF  $\{100\}$   $\{110\}$   $\{111\}$  per il materiale soggetto ad 1 (a), 4 (b) e 8 (c) passate. Le seguenti componenti tessiturali sono presenti:  $\{001\}\langle 100\rangle$ ,  $\{001\}\langle 110\rangle$  cubico e  $\{001\}\langle 120\rangle$  cubico ruotato,  $\{110\}\langle 001\rangle$  Goss (G) e  $\{111\}\langle 110\rangle$ ,  $\{111\}\langle 112\rangle$ .

Per poter effettuare analisi quantitative dell'evoluzione delle tessiture, l'intensità delle ODFs è stata normalizzata al livello dell'orientazione "random", differente per ogni sezione dell'ODF. Lo stato iniziale delle tessiture (del materiale non deformato) è costituito principalmente dalle direzioni  $\{001\}\langle 100\rangle$  del cubico (C),  $\{001\}\langle 120\rangle$  del cubico ruotato (CH),  $\{110\}\langle 001\rangle$  Goss (G), e dalle direzioni  $\{111\}\langle 110\rangle$ ,  $\{111\}\langle 112\rangle$ . In particolare, l'intensità della tessitura cubica, all'aumentare delle passate ECAP, diminuisce e cede il passo al cubico ruotato e alle altre componenti che, sebbene in misura minore, si rafforzano all'aumentare della deformazione.

In letteratura sono presenti diversi studi sull'evoluzione tessiturale durante la deformazione introdotta mediante ECAP e CR. Come riportato da Delannay e altri [30], in un metallo fcc l'evoluzione a seguito di CR ha la  $\beta$ -fiber (componente composta dalle  $\{110\}\langle 112\rangle$  Brass,  $\{112\}\langle 111\rangle$  Copper e dalla intermedia  $\{123\}\langle 634\rangle$  S) quale direzione dominante.

L'interazione tra i grani genera un'eterogeneità di deformazione e un gradiente di orientazione all'interno di ogni grano e questo meccanismo influisce in modo predominante sulla componente cubica  $\{001\}\langle 100\rangle$ . Prima della laminazione, la componente cubica è quella maggiormente presente, dopo una moderata deformazione, le  $\beta$ -fiber iniziano a formarsi anche se alcune delle componenti cubiche originali continuano ad essere presenti. In ultimo, è anche presente l'orientazione cubica, ruotata lungo la direzione di estrusione (RD) e quella trasversale (TD), non è invece presente rotazione della componente cubica lungo la direzione normale (ND). Samajdar ed altri [31] hanno riportato la presenza delle seguenti tessitura a seguito del processo di CR su alluminio commercialmente puro:  $\{011\}\langle 211\rangle$  Brass,  $\{231\}\langle 346\rangle$  S,  $\{112\}\langle 111\rangle$  Copper,  $\{001\}\langle 100\rangle$  cubico,  $\{012\}\langle 100\rangle$  CG (cubico ruotato verso RD) e  $\{001\}\langle 210\rangle$  CH (cubico ruotato verso ND). Altri studi hanno riportato, in materiali sottoposti ad ECAP, una evidente evoluzione del cubico  $\{001\}\langle 100\rangle$  in cubico ruotato, specialmente nelle direzioni  $\{001\}\langle 210\rangle$  CH [54,55]. In [32] è stato osservato lo sviluppo della tessitura  $\langle 111\rangle$  parallela alla ND, a partire da una struttura mista di  $\beta$ -fiber e cubica  $\{001\}\langle 100\rangle$ , che scompare a seguito della deformazione plastica. L'evoluzione dei componenti delle tessiture dipende chiaramente dallo stato della tessitura iniziale e dalla particolare modalità seguita durante il processo ECAP, in particolare, la modalità C ha la particolarità di indurre un sensibile rallentamento nell'affinamento della microstruttura nel processo di evoluzione con la deformazione.

Come riportato nelle Figure 4 e 5 della Parte I, ad ogni passata si ha una pausa nell'incremento della frazione di HAGBs, nel processo di affinamento della microstruttura, nell'incremento della disorientazione media dei LABs e nell'evoluzione dei diversi componenti con l'aumentare della deformazione. Più in particolare, nella Figura 2 sono mostrate le diverse direzioni cristallografiche presenti inizialmente e quelle che si formano con la deformazione. Il consistente e continuo indebolimento dell'intensità del cubico  $\{001\}\langle 100\rangle$  è accompagnato dall'evoluzione delle altre componenti, già presenti nel non trattato, in particolare del cubico  $\{001\}\langle 110\rangle$  e del  $\{111\}\langle 110\rangle + \{111\}\langle 112\rangle$ , del cubico ruotato  $\{001\}\langle 120\rangle$ , (CH), e dalla permanenza stabile della componente  $\{110\}\langle 001\rangle$  Goss (G). Un ulteriore aspetto interessante di questa evoluzione è la tendenza oscillatoria praticamente di tutte le componenti, comportamento dovuto alle peculiarità indotte dalla modalità C, responsabile dell'andamento della deformazione. A tal proposito sono state scelte tre figure polari di riferimento, le figure polari inverse:  $\{111\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{100\}$  (Figura 1 (a), (b) e (c)). L'intensità delle tessiture è chiaramente determinata dalle SPD cui il materiale è stato sottoposto e nei tre poli l'orientazione  $\{110\}$  ha la densità di distribuzione più pronunciata. La Ta-

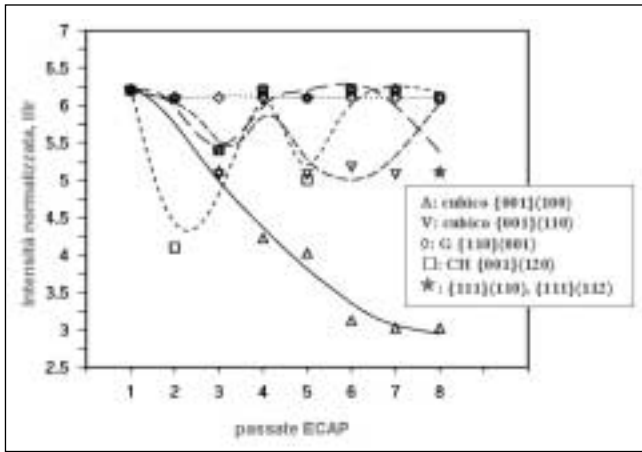


Fig. 2 – Intensità delle componenti tessiturali normalizzate in funzione della deformazione subita. Nella tabella è riportata l'evoluzione delle varie componenti dalla condizione non-deformata fino alle 8 passate.

Fig. 2 –

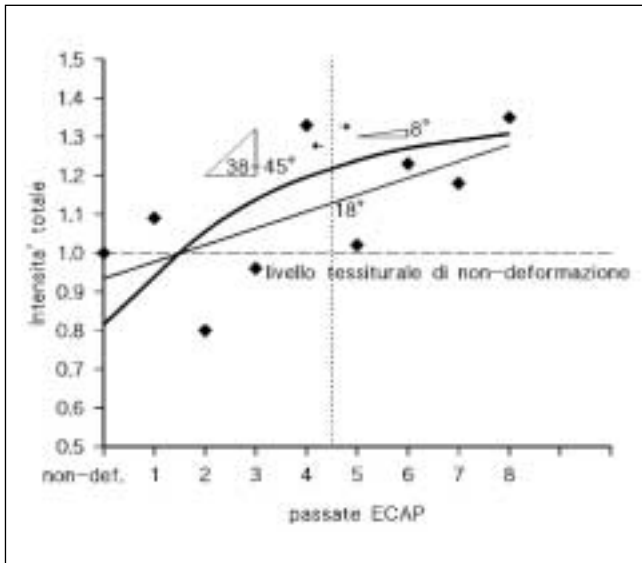


Fig. 3 – Curve di interpolazione delle varie componenti della tessitura. Intensità totale di tessitura in funzione delle passate ECAP. Due curve di interpolazione sono state sovrapposte ai punti sperimentali, una lineare (pendenza 38-45°) ed una cubica scomponibile in tre parti. Le due curve di interpolazione sono state discusse con l'obiettivo di commentare l'evoluzione tessiturale.

Fig. 3 –

Tabella 1 – Intensità delle componenti tessiturali in funzione delle passate ECAP (n-d indica il materiale non-deformato).

Table 1 –

I comp. \ n passate ECAP	n-d	1	2	3	4	5	6	7	8
{001}<100>, {001}<110>: C	2.05	5.48	2.14	3.00	4.48	3.07	3.23	2.99	3.08
{001}<120>: CH	6.15	4.11	2.14	3.00	4.48	3.07	3.23	4.06	4.11
{110}<001>: G	6.25	6.16	6.14	6.00	6.16	6.13	6.13	6.12	5.15
{111}<110>, {111}<112>	6.15	6.15	6.15	6.14	6.15	5.13	6.13	6.14	4.08

bella 1 riporta i valori delle intensità delle differenti componenti tessiturali che caratterizzano lo stato di orientazioni della microstruttura. Ancora una volta, risulta evidente l'evoluzione oscillante di tutte le componenti e la costante riduzione di intensità del cubico {001}<100> in favore delle altre componenti. La Figura 3 evidenzia l'andamento della somma delle intensità delle varie componenti in funzione del numero di passate. Due curve di interpolazione sono state calcolate e sovrapposte ai dati sperimentali di Figura 3. La prima, ottenuta per interpolazione lineare, ha una pendenza di 18°; in accordo con questo, la distribuzione delle orientazioni continuerebbe a cambiare con la stessa velocità fino a quando non si raggiunge un punto limite dopo il quale la struttura non può più evolvere e la distribuzione dei grani che compongono la microstruttura raggiungerebbe uno stato di equilibrio. Il punto limite sarà il punto di minima deformazione con il quale si raggiunge la saturazione del processo di affinamento del grano (corrispondente alla massima frazione di HAGB). Sembra tuttavia improbabile che il processo ammetta un limite netto, è più verosimile che si raggiunga un valore asintotico che indica la fine del processo in quanto giunto a saturazione. Alla luce di queste considerazioni è stata proposta una seconda curva di interpolazione, questa volta considerando una interpolante cubica. Questa curva è scomponibile in tre parti, la prima di queste è approssimabile con un andamento lineare la cui pendenza ammette un intervallo 38-45° e tale andamento può essere considerato un'ottima approssimazione dei dati sperimentali fino ad un valore di deformazione di circa 3-4. La seconda parte, deformazione 4-6, è caratterizzata da un continuo decremento della pendenza fino all'attivazione della terza parte che ha una pendenza media di 8°, a partire da una deformazione pari a 6. Questa seconda curva di interpolazione è in grado di tener conto di un processo di saturazione progressivo dovuto alla generazione di grani ad alto angolo con dimensioni ultrafini, con una prevalenza di tessiture CH e Goss. La maggior difficoltà incontrata per la determinazione della curva di interpolazione più adatta è la tendenza oscillatoria che caratterizza la deformazione secondo la modalità C. Tuttavia, la seconda soluzione (l'interpolazione cubica) sembra essere quella più adatta a spiegare i meccanismi di formazione ed evoluzione delle orientazioni dei grani e della rotazione sotto l'effetto della deformazione impartita dall'ECAP attraverso la modalità C.

CONCLUSIONI

L'analisi della tessitura ha mostrato una considerevole evoluzione della componente cubica {001}<100> in cubica ruotata {001}<120> parallela alla ND, mentre le direzioni {011}<100> Goss e {111}<110>, {111}<112> sembra che non siano influenzate in modo significativo dalla deformazione. Un aspetto interessante di questa evoluzione è la tendenza oscillatoria di tutte le componenti all'aumentare del numero delle passate, dalle pari, nelle quali si registra una repentina diminuzione di intensità, alle dispari, dove le intensità medie aumentano. Tale andamento è essenzialmente imputabile al carattere di deformazione indotta dalla moda-

lità C, che prevedendo la rotazione di 180° del materiale ad ogni step di deformazione, favorisce la generazione di una microstruttura a grani quasi-equiassici ad ogni passata pari. L'interpolazione delle intensità delle varie componenti tessiture mediante una curva cubica composta da tre parti a diverse pendenze, è stata proposta con successo e discussa., tale curva di interpolazione è in grado di descrivere l'evoluzione tessiturale del materiale in funzione delle passate fino al raggiungimento progressivo di un livello di saturazione del processo di affinamento microstrutturale.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori sono grati al MURST-Cofin2002 per il supporto finanziario fornito, e desiderano ringraziare la società Hydro Norsk per aver fornito il materiale.

BIBLIOGRAFIA

[1] Y.T. Zhu, T.C. Lowe, Mater. Sci. Eng. A291 (2000) 46.  
 [2] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy and V.I. Kopylov, Russian Metallurgy 1 (1981) 99.  
 [3] V.M. Segal, Mater. Sci. Eng. A197 (1995) 157.  
 [4] S.C. Baik, Y. Estrin, H.S. Kim, R.J. Hellmig, Mater. Sci. Eng. A351 (2003) 86.  
 [5] I.V. Alexandrov, R.Z. Valiev, Scripta Mater. 44 (2001) 1605.  
 [6] P.B. Berbon, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Metall. Mater. Trans. 29A (1998) 2237.  
 [7] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Acta Mater. 46 (1998) 3317.  
 [8] P.B. Prangnell, J.R. Bowen, in: Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, M.J. Saran, T.C. Lowe (Eds), Mechanisms of formation of submicron grain structures during severe deformation, Ultrafine Grained Materials-II, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2002, p. 89.  
 [9] A. Golina, P.B. Prangnell, M.V. Markushev, Acta Mater. 48 (2000) 1115.  
 [10] J. Y. Chang, J.S. Yoon, G.H. Kim, Scripta Mater. 45 (2001) 347.  
 [11] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon, Me-

tall. Mater. Trans. 31A (2000) 691.  
 [12] K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Acta Mater. 46 (1998) 1589.  
 [13] Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Metall. Mater. Trans. 29A (1998) 2245.  
 [14] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Acta Mater. 44 (1996) 4619.  
 [15] A. Shan, I.G. Moon, J.W. Park, J. Mater. Proc. Technology 122 (2002) 255.  
 [16] O.V. Mishin, D. Juul Jensen, N. Hansen, Mater. Sci. Eng. A342 (2003) 320.  
 [17] J.R. Bowen, O.V. Mishin, P.B. Prangnell, D. Juul Jensen, Scripta Mater. 47 (2002) 289.  
 [18] Q. Cui, K. Ohori, J. Jpn. Inst. Light Met. 49 (1999) 155.  
 [19] Y. Saito, H. Utsunomiya, H. Suzuki, T. Sakai, Scripta Mater 42 (2000) 1139.  
 [20] J.H. Han, H.K. Seok, Y.H. Chung, M.C. Shin, J.C. Lee, Metall. Mater. Trans. A323 (2002) 342.  
 [21] H. Utsunomiya, Y. Saito, T. Sakai, H. Suzuki, in: Pietrzyk et al. (Eds), Int'l Conf. on Metal Forming, Rotterdam, 2000, p.337.  
 [22] J. Hirsch, K. Lücke, Acta Metall. 36 (1998) 2863.  
 [23] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.U. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, Mater. Sci. Eng. A238, (1997) 219.  
 [24] I. Samajdar, R.D. Doherty, Acta Mater. 46 (1998) 3145.  
 [25] O. Dalland, E. Nes, Acta Mater. 44 (1996) 1389.  
 [26] D. Juul Jensen, Acta Metall. 27 (1992) 533.  
 [27] J. Hjelen, R. Ørsund, E. Nes, Acta Metall. 39 (1991) 1377.  
 [28] R.D. Doherty, L.C. Chen, I. Samajdar, Mater. Sci. Eng. A257 (1998) 18.  
 [29] C. Maurice, J.H. Driver, Acta Metall. Mater. 41 (1993) 1653.  
 [30] L. Delannay, S.R. Kalidindi, P. Van Houtte, Mater. Sci. Eng. A336 (2002) 233.  
 [31] I. Samajdar, P. Ratchev, B. Verlinden, E. Aernoudt, Acta Mater. 49 (2001) 1759.  
 [32] J.H. Han, H.K. Seok, Y.H. Chung, M.C. Shin, L.C. Lee, Mat. Sci. Eng. A323 (2002) 342.  
 [33] J.H. Han, K.H. Oh, L.C. Lee, Metal.Mater.Trans. A34 (2003) 1675.

A B S T R A C T

MICROSTRUCTURE EVOLUTION OF A COMMERCIAL PURE ALUMINIUM SUBJECTED TO SEVERE PLASTIC DEFORMATION. PART II: TEXTURE

Keywords: texture, X-ray diffraction, ECAP, 1200 aluminium alloy

Microstructure evolution with increasing severe deformation, via equal channel angular pressing (ECAP), was investigated in a commercially pure 1200 aluminum. A true strain of 8 was sufficient at producing sub-micrometer scale grains and very fine subgrains in the grain interior. In a first part of the study (Part I: Microstructure), the

deformation process was characterised by using microstructure inspection techniques such as TEM and FEG-SEM (EBSD: electron back-scattered diffraction). In the present manuscript the evolution of the microstructure induced by the ECAP has been characterized by using X-ray diffraction techniques. Texture analyses were performed as a function of the deformation. The material's texture evolved in a decreasing trend of cube {001}<100> intensities in favor of cube rotated toward the normal-to-pressing direction {001}<120>, whilst Goss {110}<001> and {111}<110>, {111}<112> directions slightly increased with strain.