

Studio dell'effetto di trattamento criogenico su una lega AA6012 sottoposta a ECAP mediante nanoindentazione

C. Paoletti, E. Santecchia, V. Di Pompeo, S. Spigarelli, M. Cabibbo

Il presente lavoro illustra uno studio sull'evoluzione della nano durezza e del modulo elastico ridotto, misurati mediante nanoindentazione, su campioni di lega AA6012 sottoposti a severa deformazione plastica (SPD) mediante progressive passate di Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) utilizzando la route Bc. In particolare tale studio è focalizzato sul ruolo del trattamento criogenico, effettuato immediatamente prima di ogni passata ECAP, sulle proprietà meccaniche della lega AA6012 dopo solubilizzazione e deformazione plastica.

Grazie alle analisi condotte è stato possibile definire il ruolo del trattamento criogenico durante la precipitazione secondaria, confrontando il comportamento della lega quando questa è sottoposta ad ECAP. Risulta evidente, dall'osservazione dei campioni trattati criogenicamente, come il brusco raffreddamento inibisca il moto delle dislocazioni e, di conseguenza, porti a migliori prestazioni meccaniche.

KEYWORDS: TRATTAMENTO CRIOGENICO, ECAP, NANOINDENTAZIONE, LEGA AL-MG-SI-PB, TEM

INTRODUZIONE

Particolare attenzione, negli ultimi decenni, è stata rivolta allo sviluppo di tecniche di deformazione plastica severa (SPD) per la produzione di leghe metalliche a struttura ultrafine o nano-strutturate (UFG). Le tecniche di deformazione severa si fondano sull'ipotesi di imporre grandi deformazioni plastiche a campioni di metallo massivi, senza variarne la forma, ed ottenere la riduzione delle dimensioni dei grani senza inficiare il livello di compattazione del metallo, come invece accade per tecniche maggiormente diffuse quali quelle che prevedono la compattazione di nanopolveri metalliche. Gli UFG, ovvero i metalli con dimensione del grano sub-micrometrica, suscitano molto interesse in quanto sono caratterizzati da un'elevata resistenza meccanica, buona tenacità e proprietà superplastiche a temperature moderate e velocità di deformazione maggiori [1]

L'equal-channel angular pressing (ECAP) è una tecnica di SPD introdotta nel 1977 da Segal, che ha suscitato largo interesse in ambito scientifico in quanto non risente degli effetti di scala [2], ovvero non ha limiti teorici nella dimensione delle billette. E' una tecnica adatta alla lavorazione in continuo, caratteristica fondamentale per una promozione in scala industriale di tale tecnica [3]. Numerosi sono gli

**Chiara Paoletti, Eleonora Santecchia,
Valerio Di Pompeo, Stefano Spigarelli,
Marcello Cabibbo**

DIISM, Università Politecnica delle Marche, Ancona.
corresponding author (Chiara Paoletti, E-mail: c.paoletti@pm.univpm.it)

studi che hanno evidenziato come l'ECAP sia una tecnica che conferisce un affinamento microstrutturale, e nelle proprietà meccaniche, omogeneo di gran lunga superiore alle altre tecniche SPD [4–7].

A supporto dell'interesse industriale sull'ECAP vi sono numerosi studi [8–11], che approfondiscono i fenomeni microstrutturali conseguenti alla SPD indotta sul materiale, incentrati sui fenomeni di generazione ed evoluzione dei bordi ad alto angolo, i.e. bordi di grano, e basso angolo, i.e. celle all'interno dei grani.

La generazione dei bordi e la loro evoluzione con l'aumentare della deformazione è legata al principio di minima energia di configurazione per le dislocazioni; una volta introdotte, le dislocazioni possono assumere diverse configurazioni e sono indotte a muoversi dalle successive deformazioni per equilibrare la forza esterna che agisce sul materiale, generando uno stato interno di deformazione in grado di bilanciare la deformazione esterna.

Studi precedenti hanno mostrato che le leghe di Alluminio trattabili termicamente, come la AA6012 oggetto del presente studio, se sottoposte a SPD presentano un significativo incremento di resistenza e duttilità rispetto al convenzionale trattamento termico T6. Si è visto come il picco di resistenza viene raggiunto con una combinazione di ECAP, a temperatura ambiente (o criogenica), e trattamento termico post-SPD a temperature comprese nel range 80–120°C [12]. Ciò deriva dal fatto che, mantenendo basse le temperature durante la SPD, il rafforzamento indotto da precipitazione è fortemente inibito ed ostacolato, in quanto si mantengono alte le quantità di soluti presenti in soluzione solida. Al contrario, il trattamento T6 post-ECAP agevola la distensione delle tensioni residue al fine di ottenere un guadagno in termini di duttilità, accompagnato da una lieve diminuzione della resistenza, per avere poi in seguito il rafforzamento per precipitazione secondaria durante l'invecchiamento artificiale [13].

Le leghe della serie AA6000 sono leghe da deformazione trattabili termicamente, che presentano un ottimo compromesso tra peso, resistenza e lavorabilità, nelle quali tutti gli elementi presenti in lega, e le impurità, contribuiscono al rafforzamento, seppur modesto, della matrice di Alluminio [14]. Il rafforzamento avviene principalmente per precipitazione delle seconde fasi indurenti Mg_2Si e, in forma minore, di particelle globulari di Si. La sequenza di precipitazione della fase Mg_2Si può essere sintetizzata nel seguente modo [15–17]:

- Soluzione sovrassatura di alluminio (SSS);

- Agglomerati indipendenti di atomi di Si e Mg;
- Dissoluzione degli agglomerati di Mg e Si e formazione di co-agglomerati di Mg-Si (zone I di Guinier-Preston: GP-I);
- Formazione di bacchette allungate e fini di β'' (GP-II), piccoli precipitati coerenti con la matrice, di struttura incognita;
- Precipitati semi-coerenti sempre in forma di bacchette (β');
- Formazione della fase stabile $\beta - Mg_{17}Si_8$, costituita da precipitati di forma allungata del tutto incoerenti con la matrice.

I precipitati e gli atomi di soluto rappresentano degli ostacoli al moto delle dislocazioni, influenzano la distribuzione delle dislocazioni ed il tasso di addolcimento.

I precipitati coerenti con la matrice, zone GP-I e GP-II, possono essere attraversati dalle dislocazioni e nell'ostacolare lo scorrimento producono grandi incrementi di resistenza a snervamento. I precipitati incoerenti, invece, per la teoria di Orowan non vengono agevolmente attraversati dalle dislocazioni, che tendono a curvarsi fra le particelle di precipitati incoerenti e, dopo averle superate, la dislocazione lascia intorno ad esse degli anelli di dislocazione che inducono un campo di tensione sulle particelle [13]. Il rafforzamento per precipitazione, però, non è l'unico attivo per queste leghe e per questo tipo di deformazione plastica severa. Un ulteriore incremento di resistenza, della lega sottoposta ad ECAP, consiste nell'introduzione di nuove dislocazioni di taglio e a vite, che interagiscono con quelle già presenti e che evolvono a seguito delle successive passate ECAP. Si tratta di un meccanismo dinamico di accumulo e riarrangiamento dislocativo a formare bordi di sottogranulo (celle). Queste ultime sono indotte ad evolvere verso bordi ad alto angolo con l'aumentare della deformazione, derivante dallo sforzo di taglio imposto, che riesce progressivamente a promuoverle in bordi ad alto angolo, formando così nuovi bordi di grano. Si tratta pertanto, di un efficace meccanismo rafforzativo di tipo dislocativo, prima, e di carattere più esteso, successivamente, coinvolgendo progressivamente meccanismi di tipo di Orowan (bordi ad alto angolo). In aggiunta, il processo ECAP è anche in grado di favorire rafforzamento di tipo atomico e nanometrico, quale il rafforzamento per soluzione solida indotto principalmente dal calore adiabatico sviluppato durante l'introduzione della deformazione di taglio. Si tratta di un meccanismo locale, governato da locali innalzamenti termici, che nelle leghe della serie 6000

si aggirano intorno agli 80°C. Tutti questi fattori di rafforzamento concorrono in modo costruttivo e sinergico al rafforzamento generale della lega sottoposta ad ECAP. Infine, il processo ECAP ha eccellenti attitudini a generare grani ultrafini e sub-micrometrici [18].

La lega Al-Mg-Si-Pb oggetto di questo studio è stata appositamente studiata per le lavorazioni meccaniche; infatti è una lega rinomata per le buone caratteristiche di lavorabilità, un'eccellente risposta all'anodizzazione e, al contempo, caratterizzata da buona saldabilità ed ottima resistenza alla corrosione.

Una peculiarità della lega 6012 è la presenza di Pb, che ne migliora la lavorabilità alle macchine utensili. Le particelle insolubili di Pb, infatti, hanno un effetto lubrificante all'interfaccia metallo-utensile e riducono la dimensione del truciolo. Nel caso di trattamenti di deformazione plastica severa come l'ECAP la presenza delle isole di Pb, di forma sferoidale, agevola lo scorrimento relativo dei bordi di grano [19].

In letteratura molto spazio è stato dedicato alla valutazione del ruolo delle temperature criogeniche durante le SPD delle leghe di alluminio, in particolare riguardante il cryo-rolling (e.g. [20–26]). Come per tutte le deformazioni plastiche severe, anche in quest'ultimo il trattamento criogenico riduce l'entità del ripristino dinamico, dando luogo ad un significativo guadagno in termini di resistenza e duttilità.

Il trattamento criogenico può essere un'efficiente tecnica per ottenere UFG con una struttura ad elevata densità di dislocazioni nella lega, in quanto la bassa temperatura limita la mobilità delle dislocazioni ed ostacola il ripristino dinamico mantenendo, così, alta la densità dei difetti, che potrebbero rappresentare nuclei di ricristallizzazione; con il trattamento criogenico dunque migliora notevolmente l'incrudimento ottenibile mediante ECAP [27,28].

MATERIALE E PROCEDURE SPERIMENTALI

La composizione della lega AA6012 studiata è riportata in Tab. 1;

Tab.1 - Composizione chimica della lega AA6012 / Chemical composition of the AA6012 alloy

Lega	Si	Mn	Mg	Pb	Altro (Fe+Cu+Cr+Zn+Ti)
AA6012	0,8	0,50	1,0	0,8	Max 1,0

Questa lega è stata sottoposta a 4 passate di ECAP con route Bc; nel complesso si sono preparati due lotti di campioni da analizzare:

- Il primo lotto composto da 4 campioni, ognuno dei quali corrisponde ad una delle 4 passate ECAP effettuate senza trattamento criogenico (di seguito nominati per comodità Bc1, Bc2, Bc3, Bc4)
- il secondo lotto composto da 4 campioni corrispondenti alle 4 progressive passate di ECAP per i quali è stato effettuato il trattamento criogenico ad ogni passata prima di entrare nello stampo ECAP (di seguito indicati con CryoBc1, CryoBc2, CryoBc3, CryoBc4).

La route Bc consiste nella rotazione del campione lungo il suo asse longitudinale di +90° ad ogni passata; si è scelta la route Bc in quanto è quella che, a parità di deformazione, induce un affinamento microstrutturale più omogeneo. Omogeneità di deformazione di taglio, che per la natura stessa della route Bc, risulta essere raggiunta già dopo 4 passate. Ciò è una conseguenza del processo di ricostruzione di grani quasi-equiasici che mantiene alta la frazione, generata dalla deformazione, di bordi ad alto angolo ogni due passate nello stampo (piani di scorrimento orientati a

180° l'un l'altro) [29]. Il trattamento criogenico sopra citato è stato effettuato ad ogni passata mediante immersione completa del campione in azoto liquido per 60 secondi, immediatamente prima di inserire questo nello stampo, in modo tale che la deformazione nello stampo ECAP avvenisse sempre a temperature inferiori a quella ambiente.

Per valutare gli effetti del trattamento criogenico sono state effettuate analisi sistematiche di nanoindentazione. Si è analizzata l'evoluzione nelle 4 passate della nano durezza e del modulo elastico locale nelle sezioni X, Y e Z, campionando l'intera superficie di ogni campione con una griglia di misurazioni che discretizza bene l'area del piano oggetto di studio; nello specifico si sono utilizzati due serie di campioni: 1. Provini estrusi, solubilizzati a 550°C per 6 ore; 2. Provini estrusi, solubilizzati a 550°C per 6 ore e sottoposti a trattamento criogenico prima di ogni passata ECAP.

Per l'esecuzione della prova ECAP si è utilizzato uno stampo chiuso costituito da un blocco di acciaio nitrurato, rappresentato in sezione in Fig. 1, di dimensioni 80x100x150mm, al cui interno sono presenti due canali, anch'essi nitrurati, che si incontrano a formare una L con angolo $\phi=90^\circ$ e ango-

lo di curvatura esterna $\phi=20^\circ$; tale configurazione garantisce una deformazione vera per passata di 1,08 [30]. Il canale di uscita ha il diametro leggermente superiore a quello di in-

gresso per agevolare la fuoriuscita del provino dallo stampo al termine della deformazione.

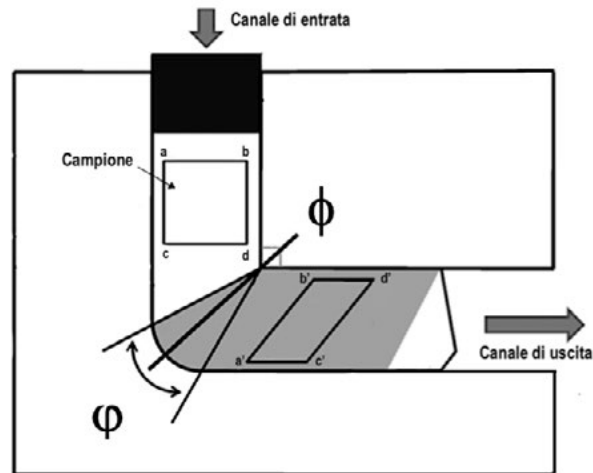


Fig.1 - Rappresentazione schematica del canale ECAP / Significant scheme of the ECAP channel.

I campioni cilindrici di AA6012, con sezione trasversale di 10mm di diametro e lunghezza pari a 100mm, vengono spinti nello stampo ECAP attraverso una pressa idraulica con una forza di circa 40-80 kN ad una velocità di 100 mm/min. Le due serie di campioni sopracitate sono state sotto-

poste ad un numero progressivo di passate di ECAP, con o senza il trattamento criogenico, e ad ogni passata si è analizzato un campione in modo tale da valutare l'evoluzione delle proprietà meccaniche dovuta alla singola passata di ECAP effettuata.

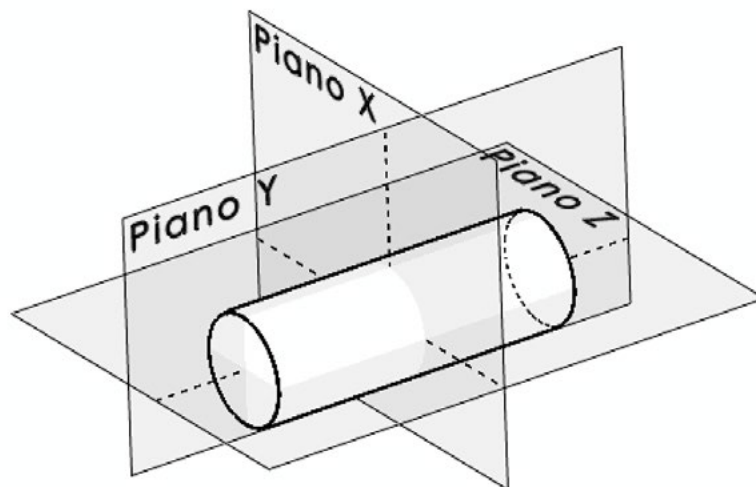


Fig.2 - - Schema identificativo dei piani studiati in ogni campione / Significant scheme of the three mutually orthogonal planes here studied.

Da ogni billetta deformata da ECAP si sono ricavati 3 piani di osservazione, X, Y, Z (secondo la nomenclatura diffusa in letteratura e rappresentati in Fig. 2); ciascun campione è poi stato inglobato in resina fenolica, e successivamente lucidato meccanicamente fino al panno da $0,25 \mu\text{m}$.

Su ogni campione così ottenuto, ovvero sui tre piani X, Y e Z dei campioni Bc1, Bc2, Bc3, Bc4 e CryoBc1, CryoBc2, CryoBc3, CryoBc4, si sono effettuate le prove di nanoin-

dentazione per valutare l'incidenza, sulle proprietà meccaniche, del trattamento criogenico prima di ECAP.

Le tecniche di nanoindentazione sono tecniche a registrazione continua largamente utilizzate, in range sub-micrometrici, per valutare le proprietà meccaniche dei materiali metallici. Tale tecnica fornisce misure accurate delle continue variazioni del carico di indentazione, P (dell'ordine di μN), come una funzione della profondità di indentazione,

h (dell'ordine di decimi di nm). La risposta del materiale alla deformazione si evince dalle letture di carico e spostamento, da cui si determinano il modulo di Young locale, E_r (GPa), e la durezza, H (GPa). A differenza delle comuni prove di indentazione, macro o micro che siano, dove il

valore della durezza si ottiene misurando con strumentazioni ottiche l'impronta residua dall'imposizione del carico, con lo sviluppo delle tecniche di nanoindentazione si è svincolata la stima della durezza da tecniche ottiche di rilevamento dell'impronta [31].

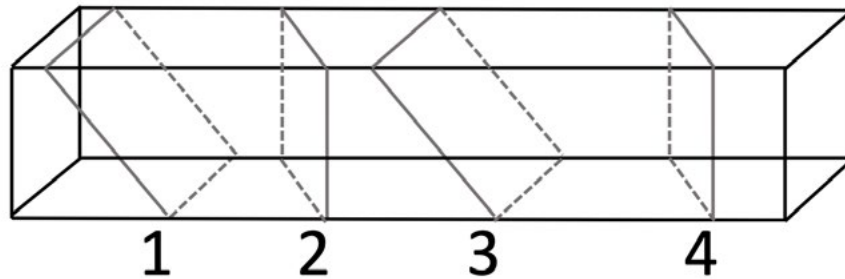


Fig.3 - Piani di scorrimento coinvolti nelle 4 passate di ECAP con route Bc / Shear plans involved in 4 ECAP passes with route Bc.

Per le misure di E_r e H , Doerner e Nix hanno formulato la procedura di lettura attraverso la curva di scarico, insieme alla misura dell'area di contatto residua al termine dell'indentazione [32]. Il loro metodo è stato poi ottimizzato da Oliver e Pharr, ed in seguito da Fisher-Cripps; Oliver e Pharr proposero di misurare l'area di contatto dell'indentatore, valutata direttamente dalla curva di carico-spostamento, per non essere legati ad effettuare l'imaging dell'impronta ad ogni misurazione [33]. L'analisi di Oliver e Pharr dipende dall'accurata valutazione dello scarico elastico della curva di carico-spostamento, da cui si ricava il carico massimo, P_{max} , il relativo spostamento, h_{max} e la pendenza iniziale della curva nel punto di scarico (ovvero la pendenza della prima parte della curva di scarico), $S=dh/dP$.

Per tali prove è stato utilizzato un nanoindentatore Hysitron™UBI-1®, con una punta di diamante Berkovich con raggio di curvatura di circa 150nm. Prima di effettuare le prove lo strumento è stato calibrato con quarzo fuso. Per valutare H ed E_r dei campioni l'analisi della curva di scarico è stata eseguita in accordo al metodo di Oliver e Pharr con una funzione di carico trapezoidale, costituita da 10s di carico-5s di permanenza-10s di scarico con valori di picco di 8000 μ N identica per ogni test (Fig. 4) (sulla base di uno studio di calibrazione pubblicato [34]). Al fine di studiare la distribuzione di H ed E_r nell'intera superficie di ogni piano si sono impostate le misure con una griglia di indentazioni specificatamente studiata, rettangolare di 20x8 misurazioni nel caso di campioni Y o Z e circolare costituita da 8 anelli

concentrici campionando 12 settori circolari in ogni anello nel caso dei campioni X. I punti di misurazione sono stati distanziati equamente in modo tale da coprire l'intera superficie ed ottenere una copertura discreta ma ottimale della superficie scansionata. In output dalle griglie di misurazioni impostate si sono ottenute una serie di curve carico-profondità di penetrazione, riportate in Fig. 5; ognuna di queste curve è rappresentativa di una singola indentazione, che costituisce la matrice di punti stabiliti con le griglie sopra citate, da cui si sono determinati i valori di H ed E_r .

In una tipica curva carico-profondità di penetrazione, rappresentata in Fig. 6, è possibile evidenziare le fasi di carico e scarico [35]. Durante la fase di carico, tratto ABC in figura, la profondità di penetrazione h è costituita da una componente elastica ed una plastica; la penetrazione massima, detta penetrazione totale h_c , corrisponde in figura al punto C, che è il punto con carico massimo P_{max} ; nel tratto CDE, fase di scarico, si ha il ritorno elastico del materiale perturbato dall'indentazione e la profondità residua è pari ad h_r . L'area sottesa alla curva di carico, ABCF, rappresenta il lavoro, W_t , delle forze esterne durante la fase di carico, e quella sottesa alla curva di scarico, EDCF, rappresenta il lavoro, W_e , dato dal ritorno elastico del materiale deformato; quindi l'area ABCDE, ottenuta per differenza delle curve di carico e scarico, corrisponde al lavoro irreversibile W_f responsabile della deformazione permanente del provino. Per descrivere il comportamento elasto-plastico del materiale durante l'indentazione si utilizzano i rapporti $\frac{W_r}{W_t}$ e $\frac{h_r}{h_t}$.



Fig.4 - Funzione di carico utilizzata per le prove di nanoindentazione / Load function used for the nanoindentation tests.

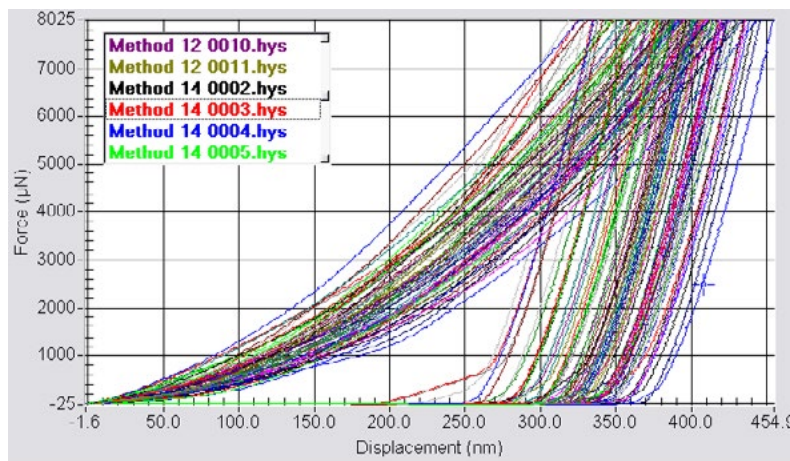


Fig.5 - Tipiche curve ottenute da una matrice di misurazioni / Curves obtained from a matrix of measurements.

Il software del nanoindentatore, opportunamente calibrato, fornisce i valori di durezza, H , e modulo elastico ridotto, E_r , confrontando le curve ottenute ad ogni indentazione con la curva di riferimento di calibrazione dello strumento, ricavata durante la procedura di calibrazione da campioni standard di quarzo fuso.

Per ogni campione si sono individuati sia i valori medi di durezza e modulo elastico, che i valori puntuali di ogni singola indentazione in modo tale da creare delle mappe di distribuzione dei valori di H ed E_r .

RISULTATI E DISCUSSIONE

Durante l'analisi dei dati puntuali di indentazione sulle se-

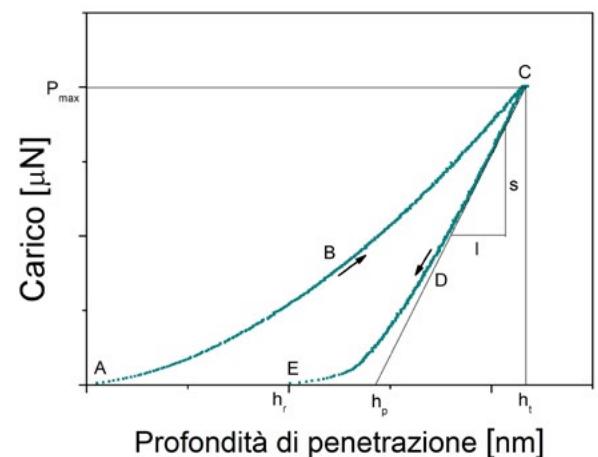


Fig.6 - Tipica curva carico-profondità di penetrazione ottenuta da una prova di nanoindentazione / Typical load-depth penetration curve obtained from a nanoindentation test.

zioni Y e Z si è evidenziata, nelle zone coinvolte dal taglio durante la preparazione dei campioni, una leggera diminuzione dei valori di durezza imputabile all'azione della troncatrice di precisione, ed i dati sono stati rielaborati per tener conto di tale aspetto.

Osservando le mappe di durezza di entrambe le serie di campioni si nota come i piani che risentono maggiormente delle sollecitazioni di taglio, dovute alle passate di ECAP, siano il piano Y e, in particolar modo, il piano Z (Fig. 7, 8) mentre nei piani X è meno evidente l'effetto della sollecitazione (Fig. 9); nel piano Y l'aumento di durezza misurato è più spiccato rispetto al piano Z, nel quale alla quarta passata è possibile visualizzare un andamento di H a bande.

Ciò conferma quanto descritto in Fig. 3, nella quale si riportano i piani ideali di scorrimento coinvolti dalla route Bc: le deformazioni di taglio generano una considerevole quantità di dislocazioni lungo il piano Y principalmente a seguito delle passate 1 e 3, e per il piano Z in corrispondenza delle passate 2 e 4. Si può pertanto individuare un processo sequenziale delle deformazioni di taglio tale che all'accumulo di dislocazioni nel piano Y a seguito della passata 1 segua un accumulo di dislocazioni nel piano Z nella successiva passata 2. Il processo si ripete alla passata 3 per il quale il piano di maggior accumulo di deformazione è il piano Y e ancora una volta lungo il piano Z alla successiva passata 4. Di fatto, così come schematizzato in Fig. 3, le passate 1 e 3 coinvol-

gono direzioni opposte di deformazione di taglio lungo il piano Y così come le passate 2 e 4 per il piano Z. I risultati qui ottenuti e descritti sono pertanto in grado di dimostrare che l'accumulo dislocativo operato dalla route Bc è ciclico con una sequenza ben precisa che risulta molto evidente dalle misure di nanoindentazione eseguite in tale lavoro. E' evidente, dalle mappe sopra discusse e dai grafici di Fig. 10, come il trattamento criogenico incrementi notevolmente i valori di durezza ottenuti in seguito a deformazione plastica severa; in tutti i campioni si nota un discreto incremento di durezza tra la passata 1 e 4, ma il trattamento criogenico accentua di molto il guadagno, in termini di durezza, dato dalla SPD.

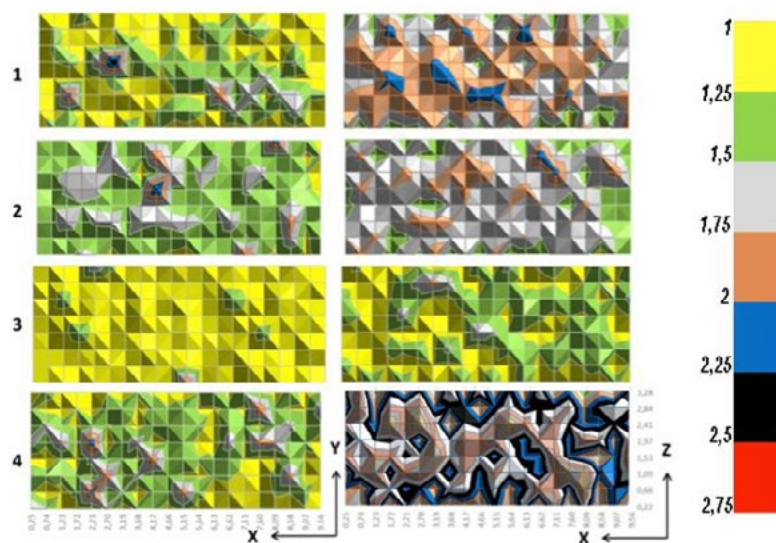


Fig.7 - Andamento nelle quattro passate ECAP della durezza, H [GPa], nei piani Z, a sinistra, e Y, a destra, nei campioni non sottoposti a trattamento criogenico / Trend in four ECAP passages of the hardness, H [GPa], in the Z planes, on the left hand side, and Y, on the right hand side, in the samples not subjected to cryogenic treatment.

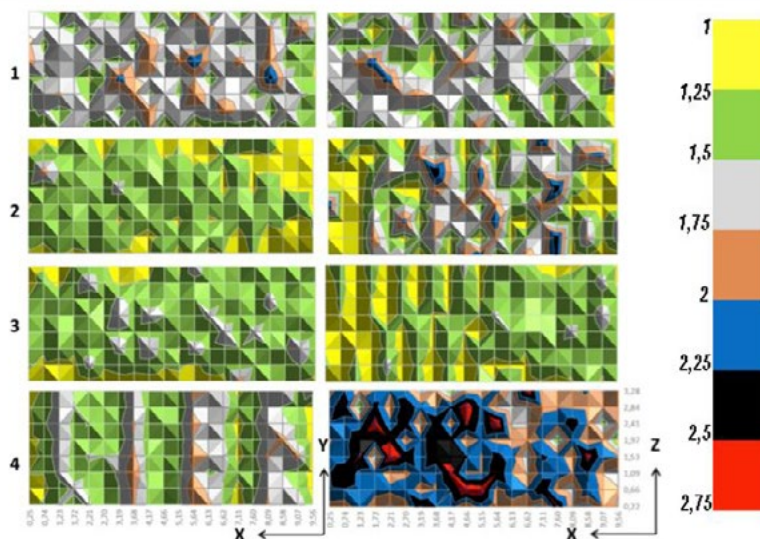


Fig.8 - Andamento nelle quattro passate ECAP della durezza, H [GPa], nei piani Z, a sinistra, e Y, a destra, nei campioni sottoposti a trattamento criogenico / Trend in four ECAP passages of the hardness, H [GPa], in the Z planes, on the left hand side, and Y, on the right hand side, in the samples subjected to cryogenic treatment.

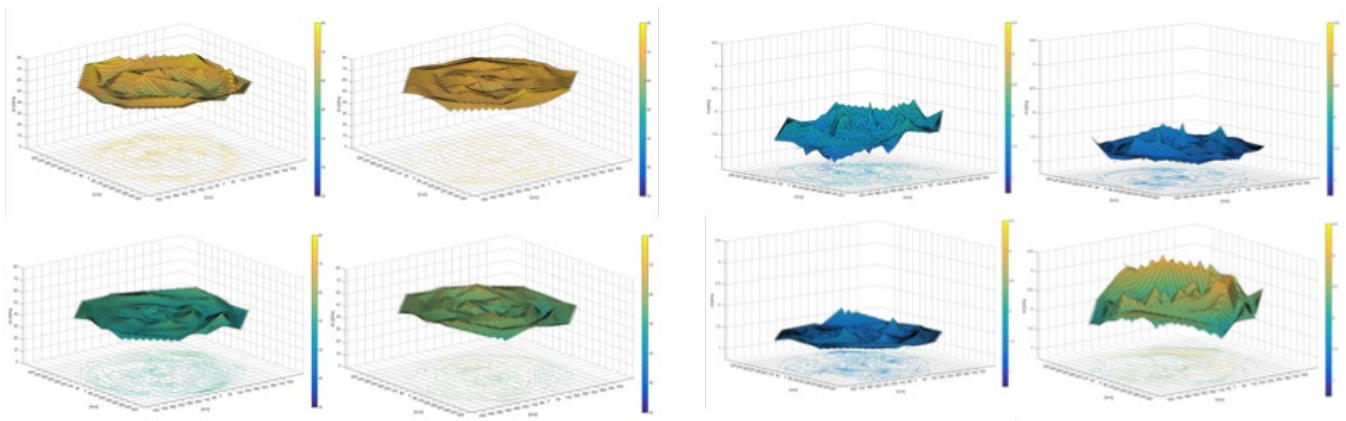


Fig.9 - Andamento nelle 4 passate di ECAP della durezza, H [GPa], nel piano X nei campioni non sottoposti a trattamento criogenico, a), ed in quelli trattati criogenicamente, b) / Trend in four ECAP passages of the hardness, H [GPa], in the X plane in the samples not subjected to cryogenic treatment, a), and in those cryogenically treated, b).

Questa è una diretta conseguenza del ripristino dinamico, in quanto le dislocazioni all'interno dei grani dei campioni non trattati criogenicamente mantengono una buona mobilità e possono scorrere sotto l'azione dello sforzo di taglio. Invece nei campioni sottoposti a trattamento criogenico, CryoBc, i valori di durezza sono ad ogni passata maggiori di quelli riscontrati nei campioni Bc. Tali valori aumentano all'aumen-

tare della deformazione imposta, in quanto le dislocazioni hanno una mobilità sensibilmente ridotta e non possono scorrere agilmente per formare le celle di dislocazioni o per annullarsi a vicenda, come mostra la micrografia TEM rappresentativa del campione sottoposto a quattro passate di ECAP combinato a trattamento criogenico nei tre piani (X, Y, Z) di Fig. 11.

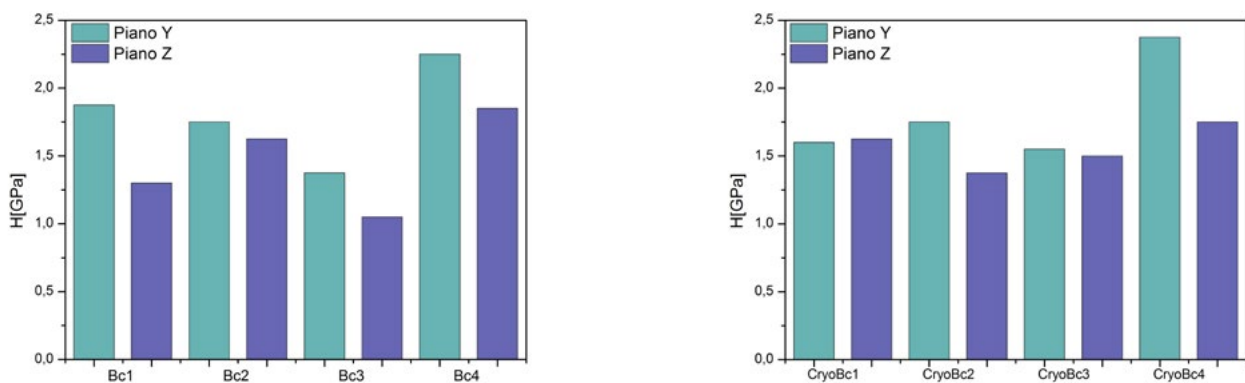


Fig.10 - Andamento della durezza media in seguito all'accumulo di deformazione da ECAP, confronto tra campioni trattati criogenicamente, b), e non, a) / Trend of mean hardness following ECAP strain accumulation, comparison between cryogenically, a), and non-cryogenically, b), treated samples.

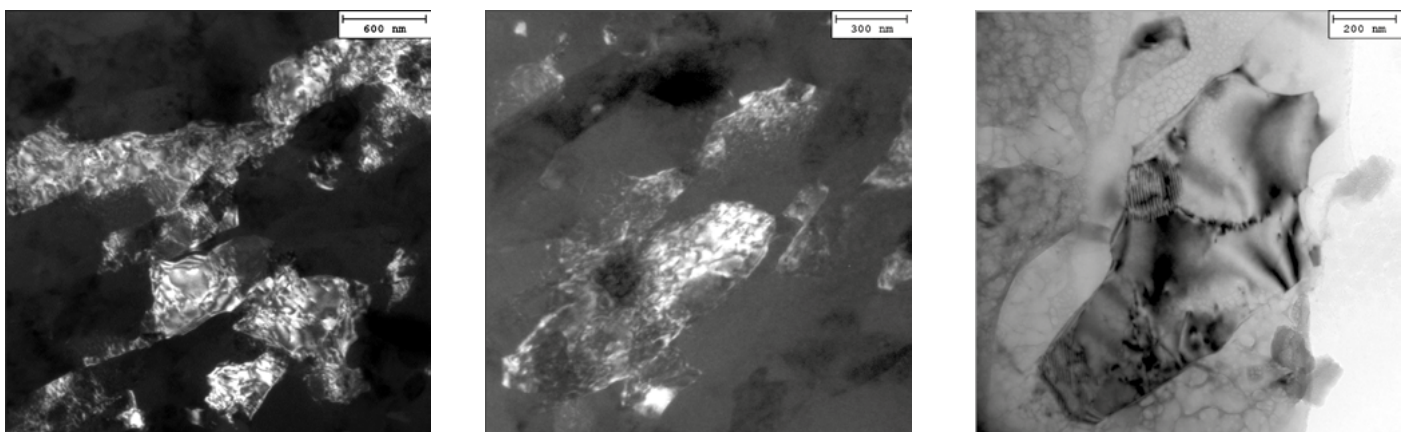


Fig.11 - Micrografie TEM rispettivamente acquisite lungo i piani X (a) Y (b) Z (c) del campione sottoposto a 4 passaggi di ECAP e raffreddato criogenicamente. In (a) e (b) campo scuro (piano (200)) / TEM micrographs respectively acquired along the X (a) Y (b) Z (c) planes of the sample after 4 ECAP passes and cryogenic cooling. In (a) and (b) darkfield (plane (200)).

Le micrografie TEM di Fig. 12 sono riportate per documentare la differente natura dinamica delle dislocazioni introdotte con quattro passate di ECAP tra la lega che ha subito un trattamento di raffreddamento convenzionale e quella che ha subito il raffreddamento criogenico. Infatti la Fig. 12 a) mostra la morfologia dei sottograni, nei quali le dislocazioni libere sono in numero modesto; la Fig. 12 b) d'altro canto mostra chiaramente una struttura di sottograni al cui interno sono presenti molte dislocazioni libere.

La differente morfologia di questa sottostruttura rispecchia in modo chiaro la diversa mobilità delle dislocazioni nelle

due differenti condizioni sperimentali. Nel caso del trattamento criogenico le dislocazioni sono presenti all'interno delle sottostrutture in quanto inibite nel loro movimento di scorrimento, che le avrebbe portate a formare ulteriori sottostrutture o contribuire all'accumulo di dislocazioni ai bordi di sottostrutture che altrimenti sarebbero diventate (sarebbero state promosse) ad assumere il comportamento di bordo ad alto angolo, ovvero grani. Il materiale che ha subito T6 convenzionale mostra una mobilità dislocativa di questo tipo ovvero tale da prevedere un assorbimento pressoché totale delle dislocazioni libere da parte dei sottograni e dei grani.

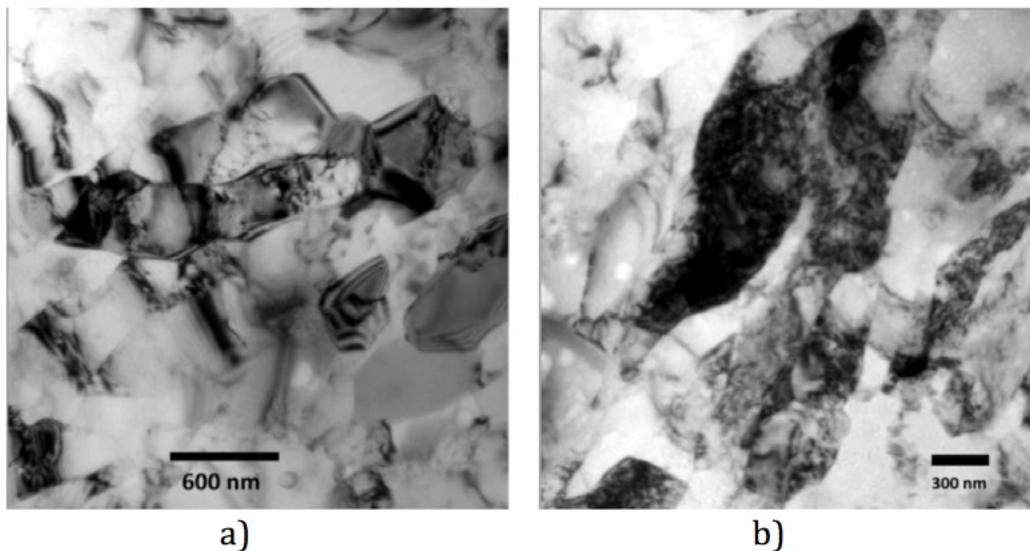


Fig.12 - Micrografie TEM nei piani Y del campione raffreddato convenzionalmente, a), e raffreddato criogenicamente, b) / TEM micrographs in the Y planes of the conventionally cooled sample, a), and cryogenically cooled, b).

CONSIDERAZIONI CONCLUSIVE

Dai dati di durezza ottenuti mediante le prove di nanoindentazione, supportati dalle micrografie TEM riportate, si può dedurre che la permanenza dei campioni a temperature criogeniche, per breve tempo, immediatamente prima di eseguire la deformazione plastica severa (ECAP) incrementi

notevolmente le proprietà meccaniche della lega, in particolare durezza e modulo elastico. Tali miglioramenti sono ragionevolmente attribuibili all'effetto inibitorio nella successiva mobilità delle dislocazioni, indotte dalla deformazione plastica, eseguite a seguito del trattamento criogenico.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T.G. Langdon, Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing, *J. Mater. Process. Technol.* 117 (2001) 288–292. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(01\)00783-X](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(01)00783-X).
- [2] S. Frint, M. Hockauf, P. Frint, M.F.X. Wagner, Scaling up Segal's principle of Equal-Channel Angular Pressing, *Mater. Des.* 97 (2016) 502–511. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.02.067>.
- [3] T.G. Langdon, M. Furukawa, M. Nemoto, Z. Horita, Using equal-channel angular pressing for refining grain size, *JOM.* (2000). <https://doi.org/10.1007/s11837-000-0128-7>.
- [4] M. Cabibbo, M. El-Mehtedi, C. Scalabroni, L. Balloni, E. Evangelista, Studio comparativo dell'Affinamento microstrutturale durante torsione-compressione e dopo equal-channel angular pressing, *Metall. Ital.* 99 (2007) 9–14.
- [5] M. Vedani, P. Bassani, A. Tuissi, G. Angella, Ultrafine grained alloys produced by severe plastic deformation: issues on microstructural control and mechanical behaviour, *Metall. Sci. Technol.* 22 (2004) 21–30. <http://www.fracturae.com/index.php/MST/article/view/1108/1060>.
- [6] M. Prell, C. Xu, T.G. Langdon, The evolution of homogeneity on longitudinal sections during processing by ECAP, *Mater. Sci. Eng. A.* 480 (2008) 449–455. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.08.011>.
- [7] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP, *Mater. Sci. Eng. A.* 398 (2005) 66–76. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.083>.
- [8] M. Cabibbo, E. Evangelista, Deformation Mechanisms Inducing Microstructure Refinement in Commercially Pure Aluminium Processed via ECAP: Comparison to Cold-Rolling and Hot-Torsion, in: *Nanostructured Mater. by High-Pressure Sev. Plast. Deform.*, 2006. https://doi.org/10.1007/1-4020-3923-9_27.
- [9] M. Cabibbo, A TEM Kikuchi pattern study of ECAP AA1200 via routes A, C, BC, *Mater. Charact.* (2010). <https://doi.org/10.1016/j.materchar.2010.03.007>.
- [10] M. Cabibbo, Mechanical Properties and Dislocation Boundary Mechanisms during Equal-Channel Angular Pressing (ECAP), in: *Handb. Mech. Nanostructuring*, 2015. <https://doi.org/10.1002/9783527674947.ch7>.
- [11] M. Cabibbo, W. Blum, E. Evangelista, M.E. Kassner, M.A. Meyers, Transmission electron microscopy study of strain-induced low- and high-angle boundary development in equal-channel angular-pressed commercially pure aluminum, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 39 (2008) 181–189. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9350-z>.
- [12] J.K. Kim, H.K. Kim, J.W. Park, W.J. Kim, Large enhancement in mechanical properties of the 6061 Al alloys after a single pressing by ECAP, *Scr. Mater.* 53 (2005) 1207–1211. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.06.014>.
- [13] S. Spigarelli, *Metallurgia meccanica*, Società editrice Esculapio, 2013.
- [14] M. Cabibbo, *Leghe e metalli non ferrosi*, 1st ed., Società editrice Esculapio, 2016.
- [15] M. Cabibbo, E. Evangelista, Effetto combinato di una deformazione plastica severa e dispersoidi di Zr e Sc+Zr sul processo di affinamento micro-strutturale di una lega Al-Mg-Si, *Metall. Ital.* 99 (2007) 33–42.
- [16] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si Alloys, 46 (1998) 3893–3904.
- [17] V. Fallah, B. Langelier, N. Ofori-opoku, B. Raeisnia, Cluster evolution mechanisms during aging in Al–Mg–Si alloys, *Acta Mater.* 103 (2016) 290–300. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.09.027>.
- [18] M. Cabibbo, Microstructure strengthening mechanisms in different equal channel angular pressed aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 560 (2013) 413–432. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.086>.
- [19] M.-J. Haas, Grain boundary phenomena and failure of aluminium alloys, Groningen. (2001) 159.
- [20] S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan, Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy, *J. Alloys Compd.* 509 (2011) 9609–9616. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.07.028>.
- [21] N. Rangaraju, T. Raghuram, B.V. Krishna, K.P. Rao, P. Venugopal, Effect of cryo-rolling and annealing on microstructure and properties of commercially pure aluminium, *Mater. Sci. Eng. A.* 398 (2005) 246–251. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.026>.
- [22] Y.B. Lee, D.H. Shin, K.-T. Park, W.J. Nam, Effect of annealing temperature on microstructures and mechanical properties of a 5083 Al alloy deformed at cryogenic temperature, *Scr. Mater.* 51 (2004) 355–359. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.02.037>.

- [23] M. Weiss, A.S. Taylor, P.D. Hodgson, N. Stanford, Strength and biaxial formability of cryo-rolled 2024 aluminium subject to concurrent recovery and precipitation, *Acta Mater.* 61 (2013) 5278–5289. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.05.019>.
- [24] T. Shanmugasundaram, B.S. Murty, V. Subramanya Sarma, Development of ultrafine grained high strength Al-Cu alloy by cryorolling, *Scr. Mater.* 54 (2006) 2013–2017. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.03.012>.
- [25] V.S. Sarma, J. Wang, W.W. Jian, A. Kauffmann, H. Conrad, J. Freudenberger, Y.T. Zhu, Role of stacking fault energy in strengthening due to cryo-deformation of FCC metals, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 7624–7630. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.08.015>.
- [26] S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan, Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 492 (2008) 300–305. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.029>.
- [27] A. Chatterjee, G. Sharma, A. Sarkar, J.B. Singh, J.K. Chakravarty, A study on cryogenic temperature ECAP on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 556 (2012) 653–657. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.07.043>.
- [28] C. Paoletti, Valutazione meccanica e microstrutturale del processo ECAP, con e senza trattamento criogenico, in *leghe di Alluminio*, Tesi di laurea magistrale in Ingegneria Meccanica, Università Politecnica delle Marche, n.d.
- [29] L.B. Tong, M.Y. Zheng, X.S. Hu, K. Wu, S.W. Xu, S. Kamado, Y. Kojima, Influence of ECAP routes on microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Ca alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 4250–4256. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.03.062>.
- [30] M. Cabibbo, E. Santecchia, P. Mengucci, T. Bellezze, A. Viceré, The role of cryogenic dipping prior to ECAP in the microstructure, secondary-phase precipitation, mechanical properties and corrosion resistance of AA6012 (Al-Mg-Si-Pb), *Mater. Sci. Eng. A.* 716 (2018) 107–119. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.037>.
- [31] P. Ricci, M. Cabibbo, Caratterizzazione materiali La nanoindentazione applicata a materiali metallici massivi: limiti e suggerimenti, (2012).
- [32] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments., (1986) 601–609.
- [33] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564–1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>.
- [34] M. Cabibbo, P. Ricci, R. Cecchini, Z. Rymuza, J. Sullivan, S. Dub, S. Cohen, An international round-robin calibration protocol for nanoindentation measurements, *Micron.* 43 (2012) 215–222. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2011.07.016>.
- [35] L. De Fazio, F.M. Fruguele, Caratterizzazione di rivestimenti di diamante CVD mediante prove di nanoindentazione., in: *Atti Del Convegno Naz. Del Grup. Ital. Frat.*, 2000: pp. 66–72.

Nanoindentation study of the effect of cryogenic treatment on a AA6012 alloy subjected to ECAP.

The present work describes a study on the evolution of nano hardness and reduced elastic modulus, measured by nanoindentation techniques, on samples of AA6012 Aluminum Alloy subjected to severe plastic deformation (SPD) by progressive passes of Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) using the route Bc. In particular, this study is focused on the role of the cryogenic treatment, carried out immediately before each pass of ECAP, on the mechanical properties of the AA6012 alloy after solutioning and plastic deformation. On the basis of the obtained results, it was possible to define the role of cryogenic treatment during secondary precipitation, comparing the behavior of the alloy when it is subjected to ECAP. It is evident, from the observation of cryogenically treated samples, as the abrupt cooling inhibits the motion of dislocations and, consequently, leads to better mechanical performance.

KEYWORDS: CRYGENIC TREATMENT, ECAP, NANOINDENTATION HARDNESS, AL-MG-SI-PB ALLOY, TEM