

# Ruolo dell'instabilità microstrutturale nel creep: casi di studio

S. Spigarelli

*Il creep dei materiali metallici viene molto spesso studiato analizzando in maniera accurata i risultati delle prove meccaniche di laboratorio, senza però tener conto che in maniera molto qualitativa di quanto avviene durante l'esposizione ad alta temperatura. I risultati delle prove meccaniche, per esempio sotto forma di tempo a rottura in funzione della tensione applicata, sono spesso descritti attraverso relazioni del tutto empiriche, tipicamente equazioni polinomiali, che per la loro stessa natura presentano molti problemi in fase di estrapolazione. Un approccio più sistematico consiglierebbe invece un'approfondita analisi delle correlazioni fra evoluzione microstrutturale e risposta meccanica, con lo scopo di arrivare ad equazioni costitutive basate sulla fisica dei fenomeni. Nonostante tale approccio possa apparire complesso e dispendioso, e per tale motivo esso venga quasi costantemente accantonato, si può dimostrare come una sua applicazione garantirebbe sostanziali vantaggi rispetto ai modelli convenzionali più o meno empirici. A questo scopo il presente lavoro presenta due casi di studio apparentemente molto diversi, cioè il creep delle leghe di magnesio e quello degli acciai 9Cr. Si dimostrerà come, pur tenendo conto delle ovvie differenze, la stessa metodologia possa essere utilizzata ottenendo una qualità della descrizione dei risultati sperimentali che, persino per alcuni utilizzatori, potrebbe risultare addirittura sorprendente.*

**Keywords:** creep, microstructure, constitutive equations, long term creep resistance

## INQUADRAMENTO TEORICO

Il parametro maggiormente studiato quando si voglia interpretare e capire il fenomeno del creep, e non semplicemente analizzarne la fenomenologia, è senza dubbio la velocità minima di deformazione misurata nel corso della prova. Nel caso più frequente di deformazione controllata dal moto delle dislocazioni, la relazione che lega la velocità di deformazione ( $\dot{\epsilon}_c$ ) alle condizioni di prova (temperatura  $T$  e tensione  $\sigma$ ) assume la forma dell'equazione di Garofalo nella sua espressione più generale:

$$\dot{\epsilon}_c = A(M) \left\{ \sinh \left[ \alpha(M) \left( \sigma - \sigma_0(M) \right) / G \right]^n \right\} \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

in cui  $Q$  è l'energia di attivazione del fenomeno che controlla il creep,  $G$  è il modulo elastico in torsione (o eventualmente in trazione),  $R$  la costante dei gas,  $n$  è l'esponente della sollecitazione, e  $A(M)$ ,  $\alpha(M)$  e  $\sigma_0(M)$  sono dei parametri che dipendono dalla microstruttura ( $M$ ). L'ultimo termine, in particolare, esprime l'effetto di rafforzamento dovuto all'interazione fra precipitati e dislocazioni, ed ovviamente non compare nei materiali monofasici. L'equazione (1) può essere riscritta quindi nella forma

$$\dot{\epsilon}_c = A'(M) \left\{ \sinh \left[ \alpha(M) \sigma_c / G \right]^n \right\} \exp(-Q/RT) \quad (2)$$

in cui ovviamente la sollecitazione effettiva risulta essere

$$\sigma_c(M) = \sigma - \sigma_0(M) \quad (3)$$

Le relazioni (1) e (2) sono in grado di descrivere i risultati sperimentali in un regime molto ampio di velocità di deformazione, comprendo quindi sia l'intervallo che interessa lo studio delle operazioni di deformazione a caldo (alte  $\dot{\epsilon}_c$ ) che quello tipico del creep (basse sollecitazioni, quindi basse  $\dot{\epsilon}_c$ ). Per sollecitazioni sufficientemente basse, e quindi in regime di creep, la relazione (2) assume la classica forma dell'equazione (sostanzialmente analoga a quella di Mukherjee-Bird-Dorn)

$$\dot{\epsilon}_c = A''(M) \left( \sigma_c / G \right)^n \exp(-Q/RT) \quad (4)$$

essendo

$$A''(M) = A'(M) \alpha(M)^n \quad (5)$$

L'ultima equazione qui richiamata, universalmente nota ma raramente utilizzata nella pratica, è quella che permette di ricavare una stima del tempo a rottura ( $t_r$ ) dalla velocità di deformazione, e cioè l'equazione di Monkman-Grant:

$$\dot{\epsilon}_c t_r = C \quad (6)$$

in cui  $C$  è una costante. Le equazioni (1)-(6), come già accennato, sono tradizionalmente utilizzate, in una forma o

**Stefano Spigarelli**

DIISM, Università Politecnica delle Marche,  
via Brecce Bianche 60131 Ancona, Italia

nell'altra, da tutti i ricercatori che cercano di interpretare i micromeccanismi che governano la deformazione da creep. Sorprendentemente, però, le stesse relazioni sono generalmente ignorate, anche ove i valori dei vari parametri che vi compaiono siano già noti, quando si tratti di considerare le applicazioni del materiale. In questi casi si fa quasi esclusivamente uso di metodi parametrici, di natura prettamente semiempirica, come quello di Manson-Haferd, che assume la forma

$$P_{MH} = (\log t_s - \log t_r) / (T - T_r) = f(\sigma) \quad (7)$$

in cui  $T_r$  e  $t_r$  sono delle costanti, e la dipendenza dalla sollecitazione viene usualmente descritta da una polinomiale, per esempio nella forma

$$f(\sigma) = a_0 + a_1 \log \sigma + a_2 (\log \sigma)^2 + a_3 (\log \sigma)^3 + a_4 (\log \sigma)^4 \quad (8)$$

Ovviamente la relazione (8) non ha alcun fondamento fisico, per cui, al fine di evitare grossolani errori dovuti ad una incauta estrapolazione, è stato necessario mettere a punto un'accurata e dettagliata procedura basata sui PAT (Post Assessment Test) proposti dall'European Collaborative Community (ECCC) [1]. Pur senza entrare nel merito (si rimanda a tal fine ai lavori che descrivono in dettaglio il metodo dei PAT), in base a questa procedura i criteri che fissano l'accettabilità di una stima del tempo a rottura sono tre, ed in particolare:

1. PAT1: il realismo fisico delle curve isoterme (per esempio descritte dall'equazione 8);
2. PAT2: l'efficacia del modello nel descrivere i dati di input;
3. PAT3: la ripetibilità e la stabilità dell'estrapolazione.

Potrebbe essere interessante notare che la necessità stessa di ricorrere ai PAT verrebbe meno ove si fosse in grado di mettere a punto un modello di natura fisica, che tenga cioè conto dettagliatamente dell'evoluzione microstrutturale. Se ben costruito, infatti, tale modello produrrebbe curve intrinsecamente realistiche, essendo basate sulla fisica del fenomeno, efficace nel descrivere i dati di input, e ripetibile, in quanto legato alla previsione dell'evoluzione microstrutturale, che è naturalmente continua e sostanzialmente prevedibile.

## CASO DI STUDIO I:

### LO STUDIO DELLA LEGA DI MAGNESIO AZ31

Il primo caso di studio, apparentemente molto lontano da quello che comunemente si considera il campo di interesse della ricerca applicata dei materiali per le alte temperature, è quello della lega di magnesio AZ31. Si tratta sostanzialmente dell'unica lega di magnesio disponibile a costi ragionevoli sotto forma di lamiera. L'interesse per l'introduzione di materiali leggeri nell'industria automobilistica ha condotto ad approfondire la ricerca sulla lavorabilità a caldo di questi materiali e, come dimostrato in [2], esiste una continuità nella fisica dei fenomeni che fa sì che le stesse leggi utilizzate per lo studio della lavorabilità siano valide anche nel creep. Sintetizzando le conclusioni raggiunte in una serie di

studi [2-5], si può dunque affermare che il comportamento meccanico alle alte temperature della lega AZ31, un materiale sostanzialmente monofasico, costituito da una soluzione solida di Al in Mg, è analogo a quello delle leghe Al-Mg. Si osservano quindi tre diversi regimi:

- i un regime di alte velocità di deformazione, in cui il creep è controllato dal climb delle dislocazioni, e quindi, utilizzando la relazione (1), si ha  $n=5$  e  $Q=135$  kJ/mol (energia di autodiffusione nel magnesio). Inoltre, essendo il materiale monofasico,  $\sigma_0(M)=0$ , mentre

$$\dot{\epsilon}(M) = A_1 (b/d)^n \quad (9)$$

$$\dot{\epsilon}(M) = 69.6 / c_{Al}^{0.11} \quad (10)$$

in cui  $c_{Al}$  è la concentrazione dell'Al in soluzione solida,  $b$  è il vettore di Burgers,  $A_1$  è una costante e  $p=0.4-0.6$ . Questa equazione è in grado di descrivere sia i dati ottenuti ad alte velocità di deformazione (regime della deformazione a caldo), che quelli di creep (basse velocità di deformazione), almeno fino ad un valore di sollecitazione, in cui si ha il passaggio nel secondo regime;

- ii un regime di basse sollecitazioni, in cui la deformazione è controllata dallo scorrimento viscoso delle dislocazioni in una atmosfera di atomi di Al in soluzione solida (*viscous glide*; è per evitare confusione fra questo meccanismo e quello che viene definito in italiano scorrimento viscoso, che in questo lavoro si è scelto di fare uso del termine *creep*); in questo regime è preferibile utilizzare la relazione (4), con  $n=3$  e  $Q=143$  kJ/mol (energia di attivazione per la diffusione di atomi di Al nel Mg). Inoltre, è ancora  $\sigma_0(M)=0$ ,  $p=0$ , mentre

$$\dot{\epsilon}(M) = A_2 c_{Al}^{-1} \quad (11)$$

in cui  $A_2$  è una costante;

- iii un regime in cui la deformazione è controllata dallo slittamento dei confini di grano; la forte dipendenza dalle dimensioni del grano comporta la sovrapposizione con il regime ii. Anche in questo caso si utilizza la relazione (4), con  $n=2$ ,  $Q=92$  kJ/mol (energia di attivazione per la diffusione lungo i confini di grano), ovviamente  $\sigma_0(M)=0$ , e

$$\dot{\epsilon}(M) = A_3 (b/d)^2 \quad (12)$$

in cui  $A_3$  è una costante.

Sulla base delle precedenti osservazioni, si può quindi concludere che la dipendenza della velocità di deformazione dalle condizioni di prova può assumere la seguente forma

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{GB} + \dot{\epsilon}_d = A_3 (b/d)^2 (\sigma/G)^2 \exp(-92/RT) + \dot{\epsilon}_c \quad (13)$$

in cui  $\dot{\epsilon}_{GB}$  e  $\dot{\epsilon}_c$  sono rispettivamente i contributi dello scorrimento dei bordi di grano e del moto intragranulare delle dislocazioni. Il secondo termine potrà essere scritto come

$$\dot{\epsilon}_c = A_1 (b/d)^n \left[ \sinh(\sigma/G) \right]^m \exp(-135/RT) \quad (14a)$$

oppure

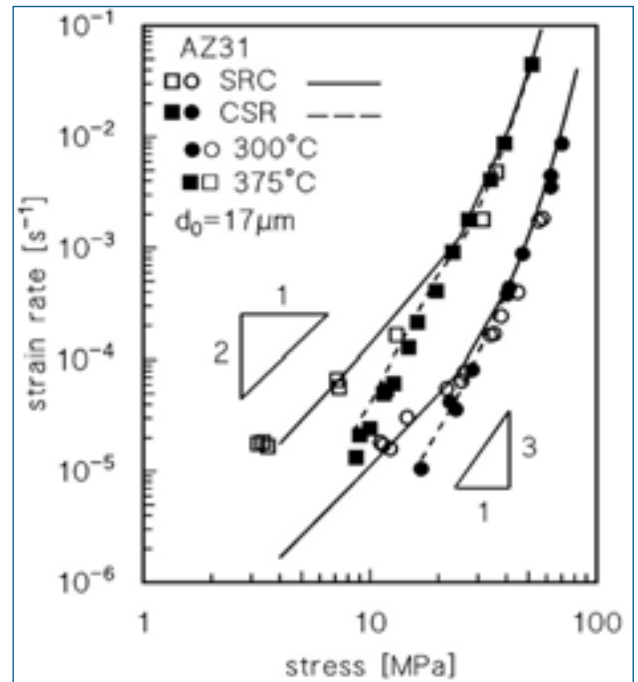
$$\dot{\epsilon}_{\text{cont}} = A_2 (c_{\text{Al}})^n (\sigma/G)^m \exp(-143/RT) \quad (14b)$$

a seconda del regime di velocità di deformazione in cui si trovi ad operare.

È bene precisare, a questo punto, che la dipendenza del comportamento del materiale dalla microstruttura, nel modello proposto, passa attraverso due parametri, e cioè la quantità di alluminio in soluzione solida, che non varia alle alte temperature, e la dimensione del grano, che invece subisce una notevole variazione, a causa dei fenomeni combinati di ricristallizzazione dinamica e soprattutto di crescita. È possibile ricavare una possibile stima della crescita del grano, trascurando peraltro i fenomeni di ricristallizzazione e la dipendenza della velocità di crescita dal carico e/o dalla velocità di deformazione, attraverso una legge di accrescimento statico (Static Grain Growth, SGG) del tipo

$$d^{n_g} = d_0^{n_g} + K_{SG} t \exp(-Q_{SG}/RT) \quad (15)$$

in cui  $d_0$  è la dimensione iniziale del grano. L'elaborazione di dati reperiti in bibliografia permette di porre  $n_g=4$ , e  $Q_{SG}=92$  kJ/mol. La legge (15) consente di stimare la dimensione del grano in corrispondenza del valore della velocità minima di deformazione (in caso di prove di creep) o del picco della tensione (nel caso di prove a velocità di deformazione costante). Tenendo conto del fatto che la dimensione del grano tende ad aumentare nel corso di una prova di trazione continua, in cui la velocità di deformazione non viene modificata, è stato dunque possibile razionalizzare le differenze osservate confrontando i dati di prove continue con quelli ricavati da prove a velocità di deformazione variabile (Figura 1) [6]. In questo caso la velocità di deformazione veniva fatta variare seguendo uno schema a gradini, ottenendo, da una stessa prova, diversi valori della tensione di picco, ciascuno corrispondente ad un valore della velocità di deformazione. La Figura 1 permette di apprezzare come i dati ricavati da prove a velocità di deformazione variabile (SRC) permettessero di identificare una regione in cui  $n=2$ , cioè una finestra di condizioni in cui il materiale esibiva comportamento superplastico. Questa informazione, che avrebbe importanti riflessi sulla lavorabilità del materiale, non si ricavava da prove condotte in maniera continua (CSR), cioè senza variare la velocità di deformazione. In questo caso, nello stesso regime di velocità di deformazione, si riscontravano pendenze più elevate, dell'ordine di 3-4. Questa apparente discrepanza dei risultati può essere facilmente superata tenendo conto, nelle equazioni costitutive, dell'instabilità microstrutturale. Si può infatti quantificare la dipendenza della dimensione del grano dal tempo di esposizione, molto più elevato nel caso delle prove continue, stimando  $d$  in corrispondenza del tempo in cui si è misurato il valore della tensione riportato in Figura 1. Combinando opportunamente le equazioni (13)-(14) con la (15), quindi, si ot-



**Figura 1. Andamento della velocità di deformazione in funzione della sollecitazione per l’AZ31; i dati sono stati ottenuti con prove in cui si è mantenuta costante la velocità di deformazione (CSR) o la si è variata seguendo uno schema a gradini (SRC) [6].**

Figure 1. Strain rate as a function of stress in AZ31 alloy; the data were obtained by continuous tests (CSR) and strain rate changes experiments (SRC) [6].

tengono le curve tratteggiate presentate in Figura. La descrizione ottenuta è eccellente, e, tenendo conto del ruolo dell’instabilità microstrutturale, è facile render ragione di comportamenti apparentemente molto diversi.

#### CASO DI STUDIO II. LA RESISTENZA A ROTTURA DEGLI ACCIAI CONTENENTI IL 9% DI CROMO

Il secondo caso di studio riguarda un argomento apparentemente del tutto diverso, e cioè la valutazione della resistenza a creep, definita come sollecitazione che porta alla rottura in un tempo determinato ad una temperatura fissata, degli acciai 9Cr. La procedura standard si basa sull’utilizzo di PAT per descrivere popolazioni molto numerose di dati del tempo a rottura in funzione della tensione, ottenuti da prove su molte colate diverse. Analisi dettagliate della procedura tipicamente utilizzata sono reperibili in [7], che considera l’acciaio T/P91, ed in [8], che invece prende in considerazione l’acciaio T/P911. Nel presente articolo si farà invece riferimento ad un modello presentato diversi anni fa, partendo dallo studio della risposta a creep di due colate di P/T91. Il modello, originariamente presentato in [9], ed in forma leggermente modificata in [10], si basava ancora una volta sull’equazione (4), nella forma

$$\dot{\epsilon}_c = A^*(M) \left[ \sigma - \sigma_0(M) \right]^n \exp(-Q/RT) \quad (16)$$

in cui  $Q$  era l'energia di attivazione per l'autodiffusione nella ferrite ed  $n=5$ . In questo caso, anche se l'equazione appariva piuttosto semplice, era necessario tener conto del sovrapporsi di differenti meccanismi di rafforzamento (rafforzamento per soluzione solida da parte di Mo e W, rafforzamento per precipitazione dovuto a  $M_{23}C_6$ , MX e Laves) e di degradazione della microstruttura (impoverimento del tenore di Mo e W per la precipitazione di Laves, accrescimento competitivo di tutte le varie famiglie di precipitati, con leggi differenti). La situazione era ulteriormente complicata dal verificarsi di una accelerazione nell'accrescimento competitivo dei precipitati con l'aumentare della tensione applicata. Per semplificare il più possibile la trattazione matematica, si supposeva quindi che il rafforzamento esercitato dalle varie famiglie di precipitati avesse effetto additivo, cioè

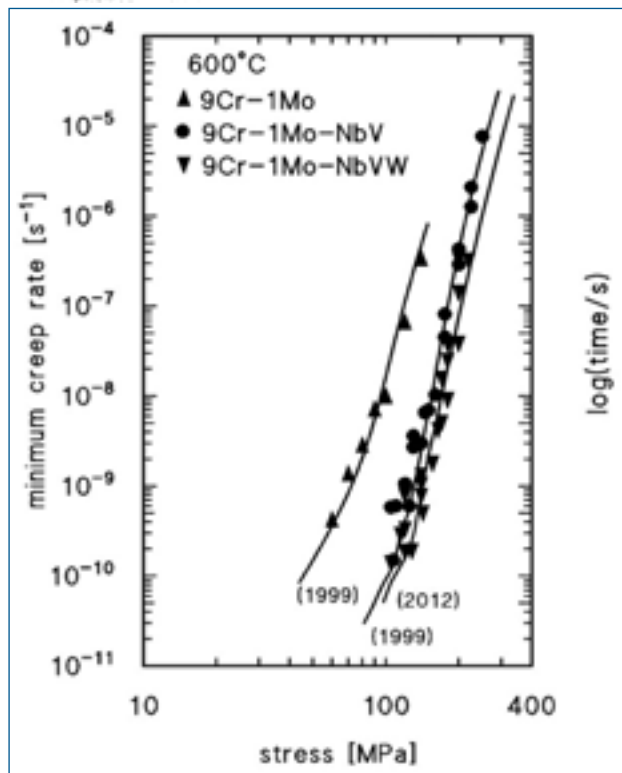
$$\sigma_y = \sum \sigma_{y_i} \quad (17)$$

in cui l'indice  $i$  si riferiva alla singola famiglia di particelle ( $M_{23}C_6$  e MX nel caso del P/T91), e

$$\sigma_{y_i} = \sigma_{y_0} \frac{2.5 \cdot E b}{4 \pi (1 + \nu) \lambda} \ln \left( \frac{\lambda}{b} \right) \quad (18)$$

dove  $\nu$  era il modulo di Poisson, e la spaziatura interparticellare era calcolata con la relazione

$$\lambda = \frac{0.5d}{\sqrt{16f_i/\pi}} = d_i \sqrt{\frac{\pi}{16f_i}} \quad (19)$$



essendo  $f_i$  e  $d_i$  la frazione in volume e la dimensione media della famiglia  $i$  di precipitati. La legge di crescita dei precipitati veniva inoltre espressa con la relazione

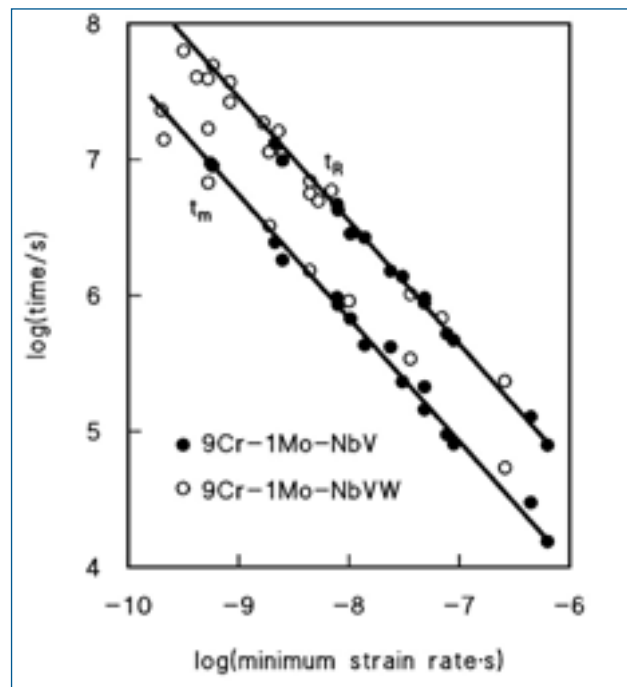
$$d_i^m = d_{i0}^m + K_{di} \exp \left[ k \left( \frac{\sigma}{E} \right)^n \right] t \quad (20)$$

essendo  $k_i$  ed  $m$  due costanti, e  $K_{di}$  un parametro dipendente dalla temperatura. Infine, l'effetto del tenore di elementi in soluzione solida veniva espresso con una relazione simile alla (11), cioè

$$d_i = d_i(c_{10i}, c_{20i}) \quad (21)$$

Combinando le equazioni (16)-(21), elaborate tenendo conto delle informazioni sull'evoluzione delle varie famiglie di precipitati allora disponibili, si ricavava la dipendenza della velocità minima di creep, misurata al tempo  $t_m$ , al quale si faceva riferimento per valutare la dimensione dei precipitati. La dipendenza di tale velocità minima dalla tensione di prova per gli acciai T/P9 ed il T/P91 assumeva la forma presentata in Figura 2a). La Figura 2b) mostra invece come esistesse una dipendenza diretta fra tempo a rottura e tempo  $t_m$  e la velocità minima di creep.

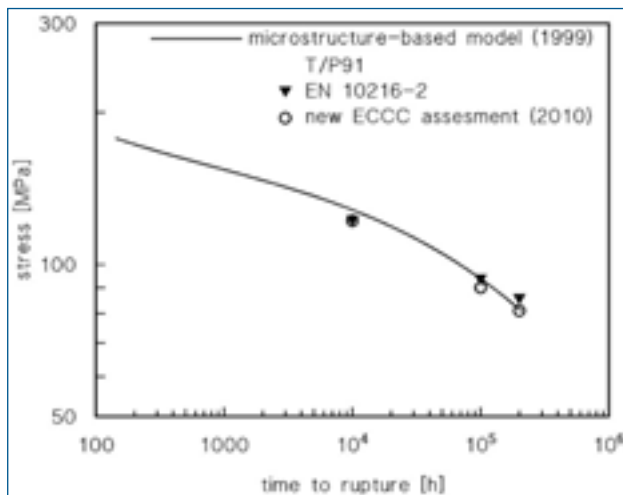
Si noti come la semplice combinazione della curva presentata in Figura 2a) e della relazione di Figura 2b) permettesse già nel 1999 di stimare una resistenza a 100.000h a 600°C di circa 93 MPa. Non è difficile infatti combinare la curva di Figura 2a) con l'equazione di Monkman-Grant, per ottenere l'isoterma relativa all'intero range di condi-



**Figura 2. Velocità minima di creep in funzione della tensione di prova per acciai della famiglia 9Cr (a); dipendenza del tempo a rottura e del tempo corrispondente al minimo della velocità di creep, dalla velocità minima di deformazione (b) [10].**

Figure 2. Minimum creep rate as a function of applied stress in 9Cr steels (a) and time to rupture as a function of minimum strain rate (b) [10].





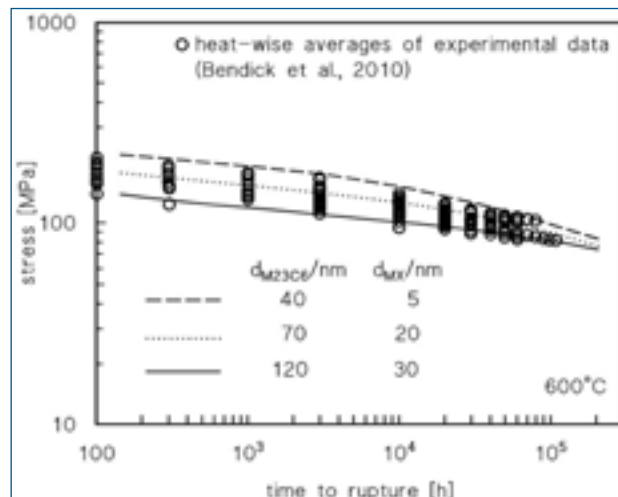
**Figura 3. Confronto fra la curva ottenuta combinando i dati in Figura 2, con i valori degli assessment attualmente considerati più affidabili.**

Figure 3. Comparison between the isothermal curve obtained from Figure 2 and two different assessments.

zioni sperimentali (Figura 3). Si osserva allora una previsione di resistenza a rottura a 200.000 h di 80.9 MPa. Può essere interessante constatare come la stima per la resistenza a 100.000 e 200.000 h fosse di 86 e 94 MPa rispettivamente in base alla norma EN 10216-2, mentre la stima più recente (2010) fornisce valori di 90 ed 81 MPa [7]. Si può legittimamente concludere che, pur essendo basato sui soli dati disponibili nel 1998-1999, ricavati per lo più da prove a breve termine, e sull'uso di strumenti per l'analisi microstrutturale che ormai risultano decisamente sorpassati, il metodo proposto forniva già dei risultati che, in base a quanto ora sappiamo, erano più vicini alla realtà delle varie estrapolazioni allora considerate attendibili.

Un ulteriore aspetto da considerare è che, mentre con la classica analisi basata sull'interpolazione dei risultati sperimentali con leggi polinomiali, non è possibile spiegare le differenze di comportamento osservate fra le varie colate, il metodo proposto nel 1999 avrebbe consentito di interpretare sicuramente meglio la dispersione dei dati. La Figura 4 ripropone l'isoterma ottenuta da Bendick e coautori [7] tenendo conto della differente numerosità dei dati sperimentali per diverse colate; per evitare che la disponibilità di un maggior numero di risultati su una singola colata influenzasse in maniera decisiva l'interpolazione, questi autori hanno effettuato una stima dei valori di resistenza per tempi diversi delle singole colate, con lo scopo ultimo di ricavare una "isoterma media". La Figura 4 mostra i dati così come presentati da Bendick e coautori [7], e le curve calcolate con il modello del 1999, semplicemente tenendo conto di diverse condizioni (dimensioni dei precipitati) iniziali.

Si osserva chiaramente come sia sufficiente considerare che il diverso stato iniziale, derivante dal trattamento termico, comporta microstrutture leggermente differenti, per avere una chiara spiegazione della dispersione dei dati



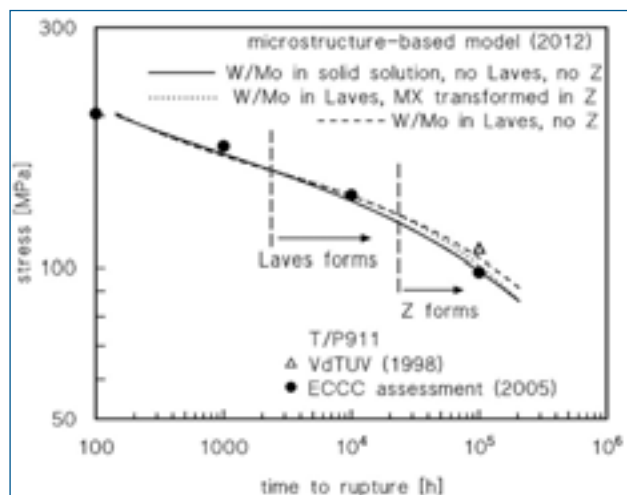
**Figura 4. Curve ottenute combinando le relazioni (16)-(21) con diversi valori del diametro iniziale dei precipitati, e i dati ricavati elaborando dati provenienti da diverse colate [7].**

Figure 4. Isothermal curves (obtained by combining Eqns. (16)-(21) and by considering different initial dimensions of the precipitates), and the multi-heat data reported in [7].

ottenuti confrontando colate diverse.

Una ulteriore attività di modellizzazione era stata svolta considerando il comportamento dell'acciaio T/P911 (E911) [10]; in questo caso, però, se pure si era grossolanamente tenuto conto della precipitazione di fase Laves, che impoverisce la matrice di Mo e W, ma causa un sia pur modesto effetto di rafforzamento per precipitazione, non si era considerato l'altro importante fenomeno di degradazione, cioè la precipitazione di fase Z, che determina una parziale scomparsa dei carbonitruri MX. Al fine di valutare se il modello del 1999 fosse in grado di descrivere anche questo fenomeno, si è effettuata una ulteriore elaborazione, apportando le seguenti modifiche:

1. revisione dei valori delle frazioni in volume delle varie fasi, basandosi sulle evidenze più recenti [11];
2. calcolo della legge di crescita delle particelle di fase Laves, partendo dai dati disponibili in bibliografia [12];
3. identificazione di tre casi limite; nel primo caso Mo e W rimangono completamente in soluzione solida; nel secondo caso si ha la precipitazione di fase Laves dopo circa 2000 h a 600°C; le particelle di fase Laves crescono piuttosto rapidamente, ma esercitano comunque un ruolo sostanzialmente simile a quello dei carburi  $M_{23}C_6$  (stesso valore di  $\alpha_f$ ), mentre la riduzione del tenore di W in soluzione comporta un aumento di  $A''$ , che assume lo stesso valore che si era calcolato nel T/P91 [10]; nel terzo caso, oltre alla precipitazione di fase Laves, dopo 20.000h si ha la precipitazione di fase Z, che comporta una drastica diminuzione della frazione in volume di MX (tale riduzione si è arbitrariamente supposta equivalere ai 2/3 del totale; la



**Figura 5. Capacità predittive del modello, aggiornato per tener conto della precipitazione di fase Z e del ruolo della fase Laves, confrontate con esempi di estrapolazione del comportamento a creep dell'acciai P911 [8,12].**

Figure 5. Isothermal curves obtained by the model here presented, modified to take into account the precipitation of Z and Laves phases, and comparison with examples of assessments on P911 steels [8,12].

frazione in volume di fase Z è stata ricavata da [11]). La legge di crescita delle particelle di fase Z non era disponibile, ma per semplicità si è supposto che non fosse molto diversa da quella dei  $M_{23}C_6$ , come pure che fosse equivalente il valore di  $\alpha_r$ .

Pur nella grossolanità delle esemplificazioni utilizzate, il modello fornisce delle curve isoterme (Figura 5) che ci consentono di fare delle interessanti considerazioni. Il massimo della resistenza si ottiene ove si consideri l'effetto di rafforzamento della fase Laves; in questo caso però si tende a sovrastimare la resistenza, visto che la stima fornita dalla modello era di 109 MPa. Se invece si tiene conto della formazione di fase Z si ricava una stima della resistenza a 100.000 ore sostanzialmente in linea con le previsioni fornite nel 2005 da ECCC.

Il modello basato sulle equazioni (16)-(21), naturalmente, non può essere considerato completamente soddisfacente, soprattutto per quanto riguarda la quantificazione dell'effetto di rafforzamento dei precipitati. L'equazione (18) non è del tutto idonea a descrivere l'effetto principale delle particelle di  $M_{23}C_6$ , fase Laves e fase Z, che è quello di stabilizzare i confini di sottogranò, rallentando i fenomeni di ripristino, piuttosto che interagire direttamente con le dislocazioni. Il modello è stato quindi recentemente aggiornato per tener conto di questo fatto, ottenendo risultati estremamente soddisfacenti [13].

## CONCLUSIONI

Il presente articolo ha illustrato due casi di studio in cui il comportamento a creep del materiale è stato studiato partendo dalla descrizione della dipendenza della velocità minima di deformazione dalle condizioni di prova. Al di là delle evidenti differenze e peculiarità dei materiali considerati, si può ragionevolmente concludere che lo stesso approccio ben si presta a ricavare le leggi fondamentali, basate sulla conoscenza dei fenomeni fisici. In particolare risulta essenziale saper interpretare i micromeccanismi di degradazione della microstruttura, tenendone opportunamente conto nel calcolo delle equazioni costitutive. Idee che trovano la loro applicazione nello studio di leghe leggere possono essere quindi utilmente impiegate anche nella descrizione della risposta a creep di materiali più complessi, come gli acciai e le superleghe, e viceversa. Una volta ricavate le leggi costitutive che ci consentono di prevedere la velocità minima di creep in condizioni determinate, non è difficile ottenere una stima del tempo a rottura, senza necessariamente far ricorso a complessi calcoli di natura statistica o a rigide procedure di validazione. Le curve che un modello basato sulla fisica dei fenomeni fornisce, se esso è stato ben costruito, sono infatti intrinsecamente più realistiche di qualsiasi equazione polinomiale. Va anche menzionato il fatto che molto spesso i dati sull'evoluzione microstrutturale, che costituirebbero la base fondamentale per lo sviluppo di modelli credibili, sono già disponibili, anche se sono stati precedentemente utilizzati soltanto per fornire indicazioni meramente qualitative sulla natura dei fenomeni di degradazione della microstruttura.

## RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- 1) Creep data validation and assessment procedures, ECCC Recommendation, 2001.
- 2) S. SPIGARELLI, M. EL MEHTEDI, Materials Science and Engineering A527 (2010) 5708-5714
- 3) S. SPIGARELLI, M. EL MEHTEDI, Scripta Materialia 61 (2009) 729-732 .
- 4) S. SPIGARELLI, M. EL MEHTEDI, Scripta Materialia 63 (2010) 704-709.
- 5) S. SPIGARELLI, M. EL MEHTEDI, D. CICCARELLI, M. REGEV, Materials Science and Engineering A528 (2011) 6919-6926.
- 6) J.A. DEL VALLE, M.T. PEREZ-PRADO, O.A. RUANO, Metall. Mater. Trans. 36A (2005) 1427-1438.
- 7) W. BENDICK, L.CIPOLLA, J. GABREL, J. HALD, Int. J. Pressure Vessels and Piping 87 (2010) 304-309.
- 8) W. BENDICK, J. GABREL, Assessment of creep rupture strength for the new martensitic 9% Cr steels E911 and T/P92, Atti del convegno Creep and Fracture in High Temperature Components - Design & Life assessment Issues, I.A. Shibli, S.R. Holdsworth, G. Mercling Ed., ECCC, Settembre 2005, pp.406-419.
- 9) S. SPIGARELLI, E. CERRI, P. BIANCHI, E. EVANGELISTA, Materials Science and Technology 15 (1999) 1433.

- 10) A. DIGIANFRANCESCO, O. TASSA, S. SPIGARELLI, "Correlation between microstructural evolution and creep response in 9Cr-1Mo and 9Cr-1Mo-NbW heat resistant steels", in "Modelling of microstructural evolution in creep-resistant materials", A. Strang and M. McLean Eds., Microstructure of High Temperature Materials Series, Nr.3, IOM Communications, 1999, 161.
- 11) B.S. SRINIVAS PRASAD, V.B. RAJKUMAR, K.C. HARI KUMAR, Calphad 38 (2012) 1-7.
- 12) L. CIPOLLA, A. DIGIANFRANCESCO, G. CUMINO, "Long term creep behaviour and microstructural evolution of E911 steel", Atti del convegno Creep and Fracture in High Temperature Components - Design & Life assessment Issues, I.A. Shibli, S.R. Holdsworth, G. Mercling Ed., ECCO, Settembre 2005, pp.288-299.
- 13) S. SPIGARELLI, Microstructure-based assessment of creep rupture strength in 9Cr steels, International Journal of Pressure Vessels and Piping (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpvp.2012.10.005>.

### Effect of microstructural instability on creep response: case studies

#### Keywords:

Steel, magnesium and alloys, creep, high temperature applications

The creep response of metallic materials is usually assessed by correlating mechanical data with testing conditions and by qualitatively investigating the microstructural evolution of the crept specimen. Yet, only minor attention is focused on obtaining a quantitative correlation between the mechanical data and the microstructural studies. As a result, the data obtained by creep testing are sometimes described by empirical relationships; a typical example are the polynomial equations which are frequently used to describe the dependence of the time to rupture on applied stress at a given temperature. The use of these equations presents an obvious disadvantage, i.e. the lack of any correlation with the physical mechanisms which control creep deformation and damage. Additional post-assessment analyses are thus essential to guarantee the assessment accuracy. On this basis, the present study aims at demonstrating that, at least in some cases, a more systematic approach, which integrates both mechanical and microstructural data in the same model, could give very interesting results. Two extremely different case studies are presented, namely the high temperature deformation of AZ31 magnesium alloy, and the assessment of creep resistance of 9Cr steels.

The first case study analyses the effect of grain growth on the strain rate dependence on applied stress and temperature. The notable difference observed when comparing experimental data obtained by testing the same alloy by continuous or strain rate change experiments, can be fully rationalised by taking into account the effect of grain growth. In the regime of strain rate where deformation is

controlled by grain boundary sliding, continuous testing results in longer times of exposure at high temperature, i.e. in a marked grain growth. The constitutive model, which takes into account all the different concurring creep mechanisms, once properly modified to incorporate the effects of grain growth, gives an excellent description of all the experimental data, irrespective of the testing technique.

The second case study describes the effects of microstructural instabilities on the creep response of 9Cr steels. These materials are characterised by a tempered-martensite microstructure with a complex population of precipitates ( $M_{23}C_6$ , MX, Laves and Z phases) which coarsen, grow or even dissolve during creep exposure. A model already developed to correlate the kinetics of particle coarsening and precipitation with the minimum strain rate dependence on applied stress at 600°C, has been thus here used to obtain isothermal time to rupture vs applied stress curves. The accuracy of the long-term creep resistance assessments which can be obtained by these curves is at least comparable, if not better, than that provided by the usual methods based on the interpolation of a large number of creep data by polynomial equation and post assessment tests. It is thus again plainly evident that a proper combination of the microstructural evidences with the constitutive analysis of mechanical data, is an excellent basis for obtaining a reliable quantitative estimate of the creep response of a given material.