

Analisi del comportamento a creep della superlega Nimonic 263

M. Maldini, G. Angella, R. Donnini, V. Lupinc, D. Ripamonti

Il comportamento a creep della superlega Nimonic 263 è stato studiato a carico e temperatura costante nell'intervallo 750-30MPa/600-950°C. I risultati sperimentali hanno mostrato che la forma della curva di creep dipende fortemente dalle sollecitazioni applicate. Nelle prove eseguite a sollecitazioni superiori al carico di snervamento, le curve di creep consistono essenzialmente nel solo stadio primario/decelerante, mentre per sollecitazioni inferiori, ed in particolare ai più bassi carichi ed elevate temperature qui studiati, lo stadio primario diventa molto piccolo e breve, ed altri stadi di deformazione dominano le curve di creep.

In questo lavoro si dimostra che un'unica e semplice equazione costitutiva, basata sulla moltiplicazione e annichilazione delle dislocazioni mobili, è in grado di descrivere e interpolare correttamente le curve di creep in tutto l'intervallo di sollecitazioni/temperature esplorato.

Parole chiave:

Equazioni costitutive, creep, superleghe di nichel

INTRODUZIONE

Le curve di creep di leghe di interesse ingegneristico spesso esibiscono caratteristiche comuni a prescindere dalla durata delle prove. Per esempio, la forma della curva di creep di superleghe a base nichel rinforzate dalla precipitazione della fase indurente γ' è frequentemente caratterizzata da un piccolo stadio primario/decelerante e tutta la curva di creep è dominata dallo stadio terziario/accelerante dove la velocità di deformazione, $\dot{\epsilon}$, cresce linearmente con la deformazione:

$$\dot{\epsilon} \propto (1 + C\epsilon) \quad (1)$$

dove C è un parametro che controlla la forma della curva di creep [1-3]. Generalmente non si osserva alcuno stadio stazionario, ma solo un flesso in corrispondenza della velocità minima di creep fra lo stadio primario e lo stadio terziario. L'Eq. (1) è basata su lavori di Dyson e Mclean (p.e. [2]). In particolare essi arguiscono che la coalescenza delle particelle di fase γ' non è la prima causa dello stadio accelerante, che può essere invece attribuito ad un aumento delle dislocazioni mobili con la deformazione [2,4].

L'Eq. (1) ha dimostrato buone capacità d'interpolazione delle curve sperimentali, ma occorre cautela nell'estrapolazione in campi di temperature e sollecitazioni non sperimentati dato che nuove caratteristiche qualitative e quantitative possono apparire nel comportamento a creep del materiale. Lo scopo del presente lavoro consiste nel modificare/estendere l'Eq. (1) in modo da descrivere correttamente il comportamento a creep della superlega Nimonic 263, una superlega policristallina utilizzata in un ampio campo di sollecitazioni/temperature nelle camere di combustione di turbine aeronautiche.

Particolare enfasi è stata riposta nel razionalizzare la forma delle curve di creep ottenute a temperature superiori alla tempera-

tura di solvus della fase indurente γ' , $T_{\text{solvus}} = 920^\circ\text{C}$, e nelle prove eseguite a 600°C per sollecitazioni superiori allo sforzo di snervamento. In entrambe queste situazioni estreme l'Eq. (1) non riesce a descrivere in modo adeguato le curve sperimentali. Dopo aver presentato i risultati sperimentali, si mostra che una semplice modifica in un modello recentemente sviluppato [5], permette di ottenere un sistema di equazioni costitutive in grado di descrivere le curve sperimentali qui riportate.

Le prove sono state analizzate prima che i meccanismi di frattura, quali propagazione di cricche e strizione localizzata, diventino operativi e influenzino fortemente gli ultimi per cento delle curve di creep.

MATERIALE E PROCEDURA SPERIMENTALE

Nimonic 263 è una superlega di nichel policristallina utilizzata nelle camere di combustione di turbine a gas. La composizione chimica nominale è mostrata in Tab. 1. Il trattamento termico consiste in: 2h/1150°C seguito da raffreddamento in acqua + 8h/800°C con raffreddamento in aria. Dopo il trattamento termico, la dimensione media delle particelle sferoidali di γ' è $\approx 20\text{nm}$. I grani hanno una dimensione media di 0,1mm.

La dipendenza dalla temperatura della frazione volumetrica della fase γ' è stata studiata in [5]: essa si può considerare costante, pari a 10%, fino a 800°C , mentre si riduce a 3% a 900°C per annullarsi alla temperatura di solvus (circa 920°C) quando la lega diventa una soluzione solida.

Le prove di creep sono state eseguite su campioni cilindrici nell'intervallo di sforzi e temperature 750-36MPa/600-950°C, con tempi a rottura nell'intervallo 10-1250h. I campioni di creep, con tratto utile di 28mm e diametro 5,6 mm, sono stati ottenuti da barrette cilindriche di diametro 14 mm. L'allungamento dei campioni è stato registrato tramite trasduttori di tipo capacitivo con-

M. Maldini, G. Angella, R. Donnini,
V. Lupinc, D. Ripamonti
CNR - IENI
Via Cozzi 53, 20125 Milano, Italy

Ni	Co	Cr	Mo	Ti	Fe	Mn	Al	Si	C
Bal.	20	20	5.8	2.1	0.7	0.6	0.45	0.4	0.06

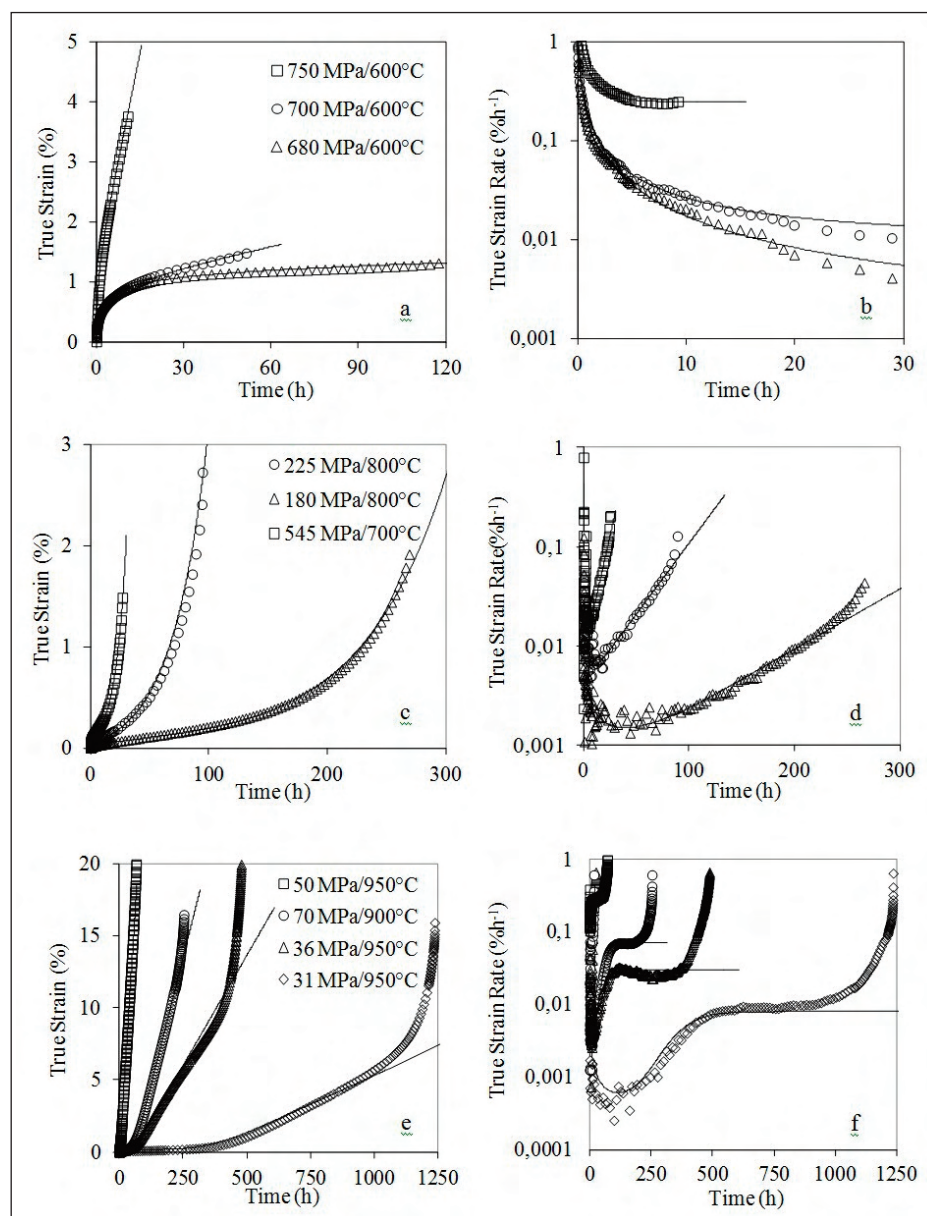
TAB. 1 Composizione nominale della superlega Nimonic 263 (% in peso).

Nominal chemical composition (wt%) of Nimonic 263 superalloy.

FIG. 1

Selezione di significative curve di creep con i relativi grafici della velocità di deformazione in funzione del tempo. Le curve di creep sono interpolate usando le equazioni costitutive qui presentate. Le prove a 600°C presentano un solo stadio primario/decelerante; le prove a 700/800°C mostrano una velocità di deformazione che cresce linearmente con la deformazione stessa; nelle prove a 900/950°C, il creep accelerante è seguito da uno stadio stazionario.
L'accelerazione finale, poco prima della frattura finale, è dovuta alla strizione localizzata e alla propagazione di cricche. Questi meccanismi non sono stati presi in esame in questo lavoro.

Selection of significant creep curves performed. The same creep curves are plotted as strain rate vs. time. The creep curves are fitted using the proposed constitutive equations. The tests at 600°C exhibit the only primary/decelerating stage. The tests at 700/800°C show that the strain rate increases linearly with strain. In the tests at 900/950°C, the accelerating creep is followed by a steady state. The final acceleration, just before the fracture, is due to localised necking and crack propagation. These mechanisms are not taken into account in the present work.



nessi a estensometri collegati ai collarini che delimitano il tratto utile delle provette. Tre termocoppie, disposte lungo il tratto utile, hanno permesso il controllo della temperatura.

ANALISI DELLE CURVE SPERIMENTALI

La forma della curva di creep ha mostrato una forte dipendenza dalle condizioni di prova come evidenziato nelle Figg. 1. Le caratteristiche delle curve di creep, in funzione delle sollecitazioni applicate, possono essere riassunte nei seguenti punti:

- A 600°C gli sforzi applicati sono superiori al carico di snervamento e quindi hanno prodotto, durante il caricamento iniziale, una deformazione plastica istantanea crescente all'aumentare dello sforzo applicato. Le curve di creep in genere consistono nel solo stadio primario, in quanto la repentina rottura dei campioni ha interrotto le prove prima di raggiungere lo stadio stazionario e/o terziario (Fig. 1a). La deformazione dovuta allo stadio primario, ϵ_{pr} , è risultata maggiore della deformazione elastica ottenuta durante il caricamento: $\epsilon_{pr} > \sigma/E$ (E modulo di Young alla temperatura di prova).
- Nell'intervallo 700-800°C, una piccola deformazione plastica istantanea, durante l'applicazione del carico, avviene solo nelle prove ai più alti sforzi applicati (545-600MPa/700°C).

Le dimensioni dello stadio primario sono piccole se confrontate con quelle registrate a 600°C, normalmente risulta $\epsilon_{pr} < \sigma/E$. Decrescendo lo sforzo applicato, lo stadio primario perde importanza a favore dello stadio terziario che diventa lo stadio dominante nelle prove a 800°C. Lo stadio terziario mostra una relazione lineare fra la velocità di deformazione e la deformazione (Fig. 1d). Lo stadio secondario è assente. Questo comportamento è tipico delle superleghe di nichel rinforzate dalla precipitazione della fase γ' [1-3,5].

- Nelle prove a 900-950°C dopo lo stadio primario, piccolo e trascurabile, sono osservati differenti regimi di accumulazione della deformazione. In particolare, alle più basse sollecitazioni applicate lo stadio primario è seguito da uno stadio accelerante e da un lungo stadio stazionario (Fig. 1f). Alla fine, un successivo ed ulteriore stadio accelerante conduce il campione alla frattura finale.

ASPETTI DEL CREEP NELLA SUPERLEGA NIMONIC 263: BACKGROUND

Recentemente il comportamento a creep della superlega Nimonic 263 è stato studiato in dettaglio [5] e molti sforzi sono stati dedicati nell'identificazione dei meccanismi di deformazione

operanti durante il creep sotto varie condizioni di sollecitazione, sempre inferiori allo snervamento, e in un intervallo di temperature ($700^{\circ}\text{C} \leq T \leq 950^{\circ}\text{C}$), che include la temperatura di solvus della fase γ' .

Essenzialmente la deformazione da creep è il risultato del moto di dislocazioni che avviene a scatti, in una sequenza di lenti processi di "arrampicamento", climb, oppure "taglio" delle particelle di γ' per le prove eseguite a $700\text{--}750^{\circ}\text{C}$ per superare ostacoli, seguiti da rapidi scorrimenti, glide. Sulla base di risultati sperimentali e con il background di lavori precedenti di Gibbs [6, 7] e Dyson [8], è stata proposta [5] la seguente equazione per descrivere la velocità di deformazione della superlega Nimonic 263:

$$\dot{\epsilon} = A \rho \cdot v_0 \sinh\left(\frac{\sigma \lambda b^2}{MkT}\right) \quad (2)$$

A è un parametro che dipende dalla forma, distribuzione e frazione volumetrica dei precipitati, ma non dalla loro dimensione. La complessità nel definire la dipendenza del parametro A dalla microstruttura della lega [5, 9] e la difficoltà di identificare il meccanismo con cui le dislocazioni superano le particelle (climb, cutting), suggeriscono al momento di considerare A come un parametro aggiustabile ricavato dall'interpolazione delle curve. Le dislocazioni mobili, ρ , sono le dislocazioni potenzialmente in grado di scorrere (per esempio, in una matrice cubica a facce centrate, ρ sarà la densità delle dislocazioni sui sistemi di scorrimento $\{111\} \langle 110 \rangle$ [10]). v_0 è una costante legata alla temperatura secondo una relazione di tipo Arrhenius. M è il fattore di Taylor che correla la sollecitazione uniassiale con lo sforzo di taglio: $\sigma = M\tau$. $\lambda b^2 = \Delta V$ è il volume di attivazione per il creep e dipende, attraverso il modulo del vettore di Burgers b , dalla distanza, λ , degli ostacoli che rallentano il moto delle dislocazioni. Per esempio, quando il creep è il risultato di un susseguirsi di climb/glide attorno alle particelle di fase γ' , risulta $\Delta V = \lambda_p b^2$ dove λ_p è la distanza fra le particelle. Nelle prove di creep eseguite a 950°C , vale a dire sopra la temperatura di solvus della γ' , $\Delta V = \lambda_d b^2$ dove λ_d è la dimensione media dei segmenti di dislocazione [5] nel reticolo.

Accoppiando l'Eq. (2) con un sistema di equazioni descrittive:

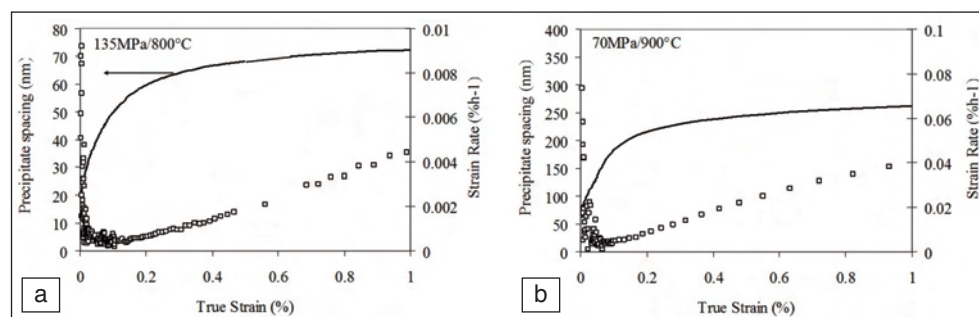
- i) l'evoluzione della densità delle dislocazioni mobili, ρ ;
- ii) l'evoluzione della fase rinforzante γ' , e quindi, del parametro λ_p ;
- iii) la cavitazione ai bordi di grano, e quindi, lo sforzo effettivo sulla sezione resistente,

è stato possibile in [5] modellare la velocità minima di creep e il seguente stadio accelerante/terziario, ma non lo stadio primario nelle prove eseguite con sollecitazioni superiori allo snervamento, né il comportamento complesso esibito dalle prove a 950°C .

FIG. 2

Distanza media fra le particelle, λ , e la velocità di deformazione da creep in funzione della deformazione per due prove di creep eseguite a 800 e 900°C . La distanza fra i precipitati cresce notevolmente durante il piccolo stadio primario, ma resta pressoché costante durante il terziario, quando invece aumenta considerevolmente la deformazione.

Mean γ' particle interdistance, λ , and creep strain rate vs. the creep strain for two creep tests performed at 800 and 900°C . Large variations of λ occur during the first decelerating/primary creep while small creep strain, ϵ , is accumulated. In the other way round, during the following accelerating stage large strains are accumulated while λ only slightly increases, remaining nearly constant.



I nostri dati sperimentali sono compatibili con le equazioni utilizzate in [5] per descrivere il danno ii) e iii), per questa ragione verranno qui fatte solo alcune considerazioni dell'influenza di tali danni sulla forma della curva di creep mentre l'analisi dell'evoluzione delle dislocazioni mobili durante il creep è stata affrontata più approfonditamente.

EFFETTO DELL'INVECCHIAMENTO DELLE PARTICELLE DI γ' SULLA FORMA DELLA CURVA DI CREEP

Nelle Figg. 2 è riportata la distanza media fra le particelle, λ , e la velocità di deformazione da creep, in funzione della deformazione per due prove di creep eseguite a 800 e 900°C . I valori di λ in funzione del tempo/temperatura, sono stati ottenuti da [5]. Durante il piccolo stadio primario, il parametro λ cresce notevolmente mentre la deformazione accumulata è estremamente ridotta. Viceversa, durante il successivo stadio terziario è accumulata una elevata deformazione, mentre il valore di λ cresce poco o resta praticamente invariato. Questi risultati suggeriscono che l'invecchiamento della fase γ' durante il creep può influenzare principalmente il primo stadio del creep e la velocità minima di creep, ma non è il principale responsabile dello stadio accelerante, che sembra essere dovuto ad un danno correlato con la deformazione, come l'aumento delle dislocazioni mobili o la cavitazione ai bordi di grano.

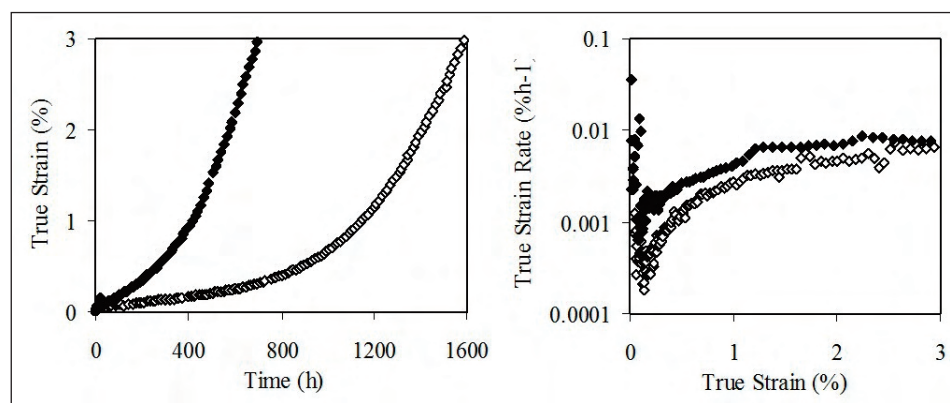
Va precisato che se l'accrescimento delle particelle di fase γ' durante il creep non influenza in modo consistente la forma delle curve dominate dallo stadio terziario, un invecchiamento preventivo della lega influenza notevolmente lo stadio primario ed in particolare la velocità minima di creep ed il tempo a rottura. Un esempio dell'effetto dell'invecchiamento è presentato in Fig. 3: l'invecchiamento causa un considerevole aumento della velocità di deformazione e, quindi, una riduzione della vita a creep, ma la congruità dello stadio terziario nelle due curve del grafico $\log \dot{\epsilon}$ vs ϵ evidenzia che l'invecchiamento non ha modificato i meccanismi che causano lo stadio accelerante e che, quindi, sembrano dipendere dalla deformazione accumulata piuttosto che dal tempo trascorso ad alta temperatura.

EFFETTO DELLA CAVITAZIONE AI BORDI DI GRANO SULLA FORMA DELLA CURVA DI CREEP

La Fig. 3 evidenzia una ulteriore caratteristica comune di tutte le prove eseguite nell'intervallo $700\text{--}950^{\circ}\text{C}$: durante la prima parte del creep accelerante si ha un notevole aumento percentuale della velocità di deformazione con piccole deformazioni accumulate. Tale accelerazione tende a diminuire con il crescere della deformazione stessa, fino a raggiungere, per le prove a 900 e 950°C uno stadio stazionario.

Osservazioni al SEM su sezioni di campioni dopo prove di creep

FIG. 3
Confronto fra due curve di creep ottenute a 800°C/135MPa rispettivamente su materiale vergine (□) e su materiale precedentemente invecchiato 815 h a 800°C (■).
L'invecchiamento ha ridotto notevolmente la vita a creep della lega, ma non ha influenzato la forma delle curve.



Comparison between two creep curves at 800°C/135MPa in as received (□) and overage condition (815h/800°C) (■). The overaging strongly reduced the alloy creep life, but it has not influence on the curve shape.

interrotte eseguite a 800°C [11] alla fine dello stadio primario/inizio dello stadio accelerante non mostrano alcuna chiara evidenza di cavitazione al bordo di grano. Questo dato sperimentale suggerisce che le cavità non sono prenucleate nel materiale vergine, ma piuttosto si formano gradualmente durante il creep dopo un lungo periodo d'incubazione. La nucleazione e crescita delle cavità non possono sostanzialmente influenzare la prima parte del creep accelerato, dove maggiormente cresce la velocità di deformazione, dato che la forte accelerazione avviene con piccole deformazioni accumulate e senza o pochi grani cavitati.

A maggior ragione, nelle prove eseguite a 900-950°C, la cavitazione al bordo di grano non può spiegare i differenti regimi di accelerazione che abbiamo riscontrato sperimentalmente. In particolare non può essere responsabile del primo stadio fortemente accelerante che segue il raggiungimento della velocità minima di creep. La cavitazione ai bordi di grano è responsabile della duttilità a creep della lega ed, assieme ad altri meccanismi quali la propagazione di cricche e alla riduzione localizzata della sezione resistente (necking), può contribuire all'accelerazione finale che avviene negli ultimi per cento della vita a creep dei campioni.

EVOLUZIONE DELLA DENSITÀ DELLE DISLOCAZIONI MOBILI DURANTE IL CREEP

Per descrivere il creep accelerante nel Nimonic 263 indotto dall'incremento delle dislocazioni mobili con la deformazione, la classica equazione di Orowan, Eq. (3), è stata combinata con la seguente Eq. (4) [5]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{M} b \rho v \quad (3)$$

$$\dot{\rho} = \delta \rho v \quad (4)$$

dove δ è una costante del materiale generalmente dipendente dallo sforzo e della temperatura. Tale sistema di equazioni, spesso utilizzato per descrivere le curve di creep di superleghe a base nichel [2, 9, 10, 12], può essere integrato ottenendo la Eq. 1.

L'Eq. (4) non considera l'interazione dislocazione-dislocazione che riduce la densità delle dislocazioni in grado di scorrere. Questa semplificazione può essere accettabile nelle prove eseguite a 700 e 800°C caratterizzate da basse deformazioni a rottura dato che tale densità, inizialmente molto bassa, e si mantiene limitata durante il creep. La semplificazione è invece eccessiva per le prove eseguite a 900 e 950°C, quando le elevate deformazioni a frattura permettono alla densità delle dislocazioni di crescere durante il creep fino a densità tali da non poter trascurare l'interazione fra dislocazioni. Questa semplificazione non è accet-

tabile anche per le prove eseguite a 600°C, con sollecitazioni al di sopra dello sforzo di snervamento, dato che la deformazione plastica durante il caricamento iniziale aumenta la densità delle dislocazioni all'inizio della prova di creep.

Per tenere in considerazione l'interazione fra le dislocazioni abbiamo utilizzato la seguente equazione, inizialmente proposta da Johnston e Gilman [13], per descrivere la variazione della densità delle dislocazioni mobili durante il creep:

$$\dot{\rho} = \delta \rho v - h \rho^2 \quad (5)$$

Dove δ e h sono costanti. La dipendenza quadratica di ρ nell'Eq. (5) può descrivere la riduzione della densità delle dislocazioni mobili dovuta a differenti meccanismi di recovery [14, 15].

L'Eq. (5), descrive l'evoluzione della densità delle dislocazioni mobili da un valore iniziale ρ^0 , all'inizio della prova di creep ad un valore d'equilibrio, allo stato stazionario, $\rho_{ss} = \delta v / h$ quando $\dot{\rho} = 0$ e può rappresentare due differenti regimi secondo il valore iniziale della densità delle dislocazioni, ρ^0 : i) $\rho^0 > \rho_{ss}$ e ii) $\rho^0 < \rho_{ss}$.

Il primo caso, $\rho^0 > \delta v / h$, si presenta nelle prove eseguite a 600°C, quando per effetto degli alti sforzi applicati, la deformazione plastica accumulata durante il caricamento iniziale produce nel materiale una grande quantità di dislocazioni. Seguendo Eq. (5), la velocità con cui le dislocazioni sono immobilizzate è superiore alla velocità con cui sono prodotte: la densità delle dislocazioni mobili, insieme alla velocità di deformazione, decresce verso uno stadio stazionario, i.e. $\dot{\rho} < 0$ e $\rho_{ss} < \rho^0$. Li ha utilizzato questa equazione per descrivere lo stadio primario in acciai inossidabili [16].

Il secondo caso, $\rho^0 < \rho_{ss}$, si adatta ai risultati sperimentali ottenuti nelle prove ad alte temperature/bassi sforzi, quando la densità delle dislocazioni è inizialmente bassa e cresce con la velocità di deformazione fino a uno stato stazionario i.e. $\dot{\rho} > 0$ e $\rho_{ss} > \rho^0$.

In entrambi i casi, la densità delle dislocazioni mobili e la velocità di deformazione, tendono a raggiungere un valore costante, rispettivamente ρ_{ss} e $\dot{\epsilon}_{ss}$, ovviamente se processi di frattura non intervengono prima a modificare la velocità di deformazione. Sperimentalmente lo stato stazionario è stato raggiunto solo nelle prove eseguite a 900-950°C.

L'evoluzione della densità delle dislocazioni, descritta dall'Eq. 5, può quindi rappresentare gli stadi dominanti delle curve di creep a ogni sollecitazione qui provata; la diminuzione della velocità di deformazione durante lo stadio primario delle prove a 600°C con sollecitazioni al di sopra dello snervamento, e lo stadio accelerante, eventualmente seguito dallo stadio stazionario, nelle prove eseguite al di sotto dello sforzo di snervamento della lega.

Supponendo costante la velocità media delle dislocazioni, il sistema di Eqq. (3 e 5) può essere integrato per ottenere una relazione ϵ in funzione del tempo [16] o velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$ in funzione della deformazione ϵ , Eq. (6) o tempo t , Eq. (7) [16]:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{ss} \left(1 - \frac{\rho_{ss} - \rho^0}{\rho_{ss}} \exp\left(-\frac{\delta v}{\dot{\epsilon}_{ss}} \epsilon\right) \right) \quad (6)$$

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{ss} \left(1 - \frac{\rho^0 - \rho_{ss}}{\rho^0} \exp(-\delta v t) \right)^{-1} \quad (7)$$

dove

$$\dot{\epsilon}_{ss} = \frac{1}{M} b v \rho_{ss}$$

Benché le equazioni proposte possano ben rappresentare i risultati sperimentali per sollecitazioni al di sopra e al di sotto del carico di snervamento, gli autori sono ben consci che l'interazione fra le dislocazioni prodotte durante il creep o atermicamente durante il caricamento iniziale, quando la sollecitazione è al di sopra dello snervamento, dovrebbe essere meglio analizzata. In particolare, allo stato attuale di conoscenza, non è possibile predire il comportamento a creep al di sopra dello snervamento utilizzando dati ottenuti al di sotto dello snervamento e viceversa.

EVOLUZIONE DELLA VELOCITÀ MEDIA DELLE DISLOCAZIONI DURANTE IL CREEP

La velocità delle dislocazioni è guidata da uno sforzo effettivo, vale a dire lo sforzo applicato depurato da uno sforzo interno, σ_{in} . Una deformazione plastica, accumulata durante il caricamento iniziale, influenza fortemente l'evoluzione dello sforzo interno durante il creep.

Prove ad alti sforzi/basse temperature

Nelle prove ad alti sforzi, superiori allo snervamento, lo sforzo interno si crea in massima parte prima dell'inizio della prova di creep, durante la deformazione plastica che avviene nel caricamento iniziale. Seguendo Li [16], abbiamo considerato costante lo sforzo interno, e di conseguenza la velocità delle dislocazioni, durante l'intera prova di creep.

Prove a bassi sforzi/alte temperature

Nelle prove a bassi sforzi/alte temperature, durante il caricamento iniziale non è stata accumulata nessuna deformazione plastica istantanea e la curva di creep è dominata dallo stadio terziario. In questo caso, lo sforzo interno si sviluppa durante la prova di creep producendo una diminuzione della velocità delle dislocazioni mobili e quindi una decelerazione che si rivela nel piccolo stadio primario. In queste prove, la piccola dimensione dello stadio primario ($\epsilon_{pr} < \sigma/E$), suggerisce che lo sforzo interno sia dovuto ad una redistribuzione di sforzi fra regioni del materiale caratterizzate da differenti resistenze al creep [10], per esempio fra grani con differenti fattori di Schmidt rispetto allo sforzo esterno applicato.

Alla fine dello stadio primario si può considerare, in prima approssimazione, completata la redistribuzione degli sforzi e costante sia lo sforzo interno che la velocità delle dislocazioni. Questa può essere una accettabile semplificazione soprattutto se durante lo stadio terziario non nascono ulteriori sforzi interni a lungo raggio dovuti, per esempio, allo sviluppo di sotto grani dislocativi (subgrains).

Le seguenti equazioni sono state proposte per descrivere questo tipo di primario [10]:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_1 \sinh\left(\frac{\sigma - \sigma_{in}}{\sigma^0}\right) \quad (8)$$

$$\dot{\sigma}_{in} = H \dot{\epsilon} \left(1 - \frac{\sigma_{in}}{\sigma^*} \right) \quad (9)$$

dove H è un coefficiente di incrudimento, σ_{in}^* il valore alla saturazione dello sforzo interno, σ^0 un parametro di normalizzazione, ed $\dot{\epsilon}_1$ una costante.

E' evidente, dalla Eq. (3), che il valore della velocità delle dislocazioni giochi un ruolo primario nel determinare la velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$, e quindi, il tempo a rottura nelle prove di creep, ma sembra avere un ruolo meno importante rispetto alla densità delle dislocazioni nell'influenzare la forma delle curve di creep: in pratica la variazione della velocità delle dislocazioni sembra causare il piccolo primario che si registra nelle prove dominate dallo stadio terziario.

La crescita delle particelle e la cavitazione dei bordi di grano durante il creep possono influenzare la velocità delle dislocazioni, accelerando il creep, ma, come mostrato nelle sezioni precedenti, non sono i meccanismi principali [2, 10] e, dunque, non sono stati considerati per mantenere quanto più semplice possibile la formulazione matematica del modello.

EQUAZIONE COSTITUTIVA

Con lo scopo di ottenere un'equazione costitutiva semplice, ma in grado di descrivere la forma delle curve di creep abbiamo considerato la sola evoluzione della densità delle dislocazioni mobili come processo dominante, e costante la velocità delle dislocazioni dopo lo stadio primario nelle prove eseguite ad alta temperatura/basso sforzo.

In generale, abbiamo descritto la variazione della velocità di deformazione da creep attraverso l'evoluzione di $\dot{\epsilon}$ combinando le Eqq. (3, 5, 8 e 9) nel seguente sistema:

$$\dot{\epsilon} = b \rho v = A \rho v \left(\frac{\sigma - \sigma_{in}}{\sigma^0} \right) \quad (10a)$$

$$\dot{\sigma}_{back} = H \dot{\epsilon} \left(1 - \frac{\sigma_{in}}{\sigma^*} \right) \quad (10b)$$

$$\dot{\rho} = \delta v \rho - h \rho^2 \quad (10c)$$

La densità delle dislocazioni e la loro velocità non sono parametri facilmente maneggiabili. Da un punto di vista ingegneristico, è preferibile utilizzare una metodologia simile a quella introdotta da Kachanov, vale a dire descrivere la curva di creep in funzione di parametri aventi valori 0 all'inizio della prova e crescenti verso un valore costante alla fine del test.

Definendo, come in [10] i seguenti due parametri:

$$w = 1 - (\rho_0/\rho) \text{ e } S = \sigma_{back}/\sigma$$

Il sistema di equazioni (10) diventa:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{\rho^0}{(1-w)} \sinh\left(\frac{\sigma(1-S)}{\sigma^0}\right) \quad (11a)$$

$$\dot{S} = \frac{H}{\sigma} \dot{\epsilon} \left(1 - \frac{S}{S^*} \right) - \frac{S}{\sigma} \dot{\sigma} \quad (11b)$$

$$\dot{w} = \delta v (w^* - w) \quad (11c)$$

con A , H , δv , ρ^0 , S^* e w^* parametri dipendenti dallo sforzo e temperatura. ρ^0 rappresenta la densità delle dislocazioni all'inizio della prova di creep, mentre $S^* = \sigma_{in}/\sigma_{in}^*$ e $w^* = 1 - \rho^0/\rho_{ss}$ rappresentano, rispettivamente, i valori asintotici o stazionari, alla saturazione, dei parametri S e w .

Dyson e McLean hanno sviluppato un sistema di equazioni simile al sistema (10) senza il termine di recovery $h \rho^2$ [9].

Le Eqq. 11 rappresentano le equazioni costitutive generali in

General Constitutive Equations		Constitutive Equations as functions of w and S		
$\dot{\epsilon} = A \rho \sinh[(\sigma - \sigma_{in})/\sigma_0]$ $\dot{\sigma}_{in} = H \dot{\epsilon} (1 - \sigma_{in}/\sigma_{in}^*)$ $\dot{\rho} = \delta v \rho - h \rho^2$		$\dot{\epsilon} = [A \rho^*/(1 - w)] \sinh[\sigma(1 - S)/\sigma_0]$ $\dot{S} = (H/\sigma) \dot{\epsilon} (1 - S/S^*)$ $\dot{w} = \delta v (w^* - w)$		
Creep tests performed at	Simplified equations	Simplified equations as functions of w and S	Graphic verification	Comments
600°C	$\dot{\epsilon} = A \rho \sinh[(\sigma - \sigma_{in})/\sigma_0]$ $\dot{\rho} = \delta v \rho - h \rho^2$	$\dot{\epsilon} = [A \rho^*/(1 - w)] \sinh[\sigma(1 - S)/\sigma_0]$ $\dot{w} = \delta v (w^* - w)$	Linear relation of primary in $\text{Log}[(\dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_{ss})/\dot{\epsilon}_{ss}]$ vs ϵ graphs	Large primary and no accelerating stages. $w = 1 - \rho_0/\rho$
700-800°C	$\dot{\epsilon} = A \rho \sinh[(\sigma - \sigma_{in})/\sigma_0]$ $\dot{\sigma}_{in} = H \dot{\epsilon} (1 - \sigma_{in}/\sigma_{in}^*)$ $\dot{\rho} = \delta v \rho - h \rho^2$	$\dot{\epsilon} = [A \rho^*/(1 - w)] \sinh[\sigma(1 - S)/\sigma_0]$ $\dot{S} = (H/\sigma) \dot{\epsilon} (1 - S/S^*)$ $\dot{w} = \delta v (1 - w)$	Linear relation of tertiary in $\dot{\epsilon}$ vs ϵ graphs.	Small primary and large accelerating stages $S = \sigma_{in}/\sigma$
900-950°C	$\dot{\epsilon} = A \rho \sinh[(\sigma - \sigma_{in})/\sigma_0]$ $\dot{\sigma}_{in} = H \dot{\epsilon} (1 - \sigma_{in}/\sigma_{in}^*)$ $\dot{\rho} = \delta v \rho - h \rho^2$	$\dot{\epsilon} = [A \rho^*/(1 - w)] \sinh[\sigma(1 - S)/\sigma_0]$ $\dot{S} = (H/\sigma) \dot{\epsilon} (1 - S/S^*)$ $\dot{w} = \delta v (w^* - w)$	Linear relation of tertiary in $\text{Log}[(\dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_{ss})/\dot{\epsilon}_{ss}]$ vs ϵ graphs	Small primary stage, large accelerating stage leading to steady state

TAB. 2 *Semplificazioni del sistema di equazioni costitutive in funzione del comportamento a creep nei vari intervalli di temperatura esplorati. Relazioni fra la velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$ e la deformazione ϵ o il tempo t che possono essere utilizzati per controllare graficamente la validità delle equazioni proposte per descrivere i risultati sperimentali e per ottenere valori approssimati dei parametri.*

Simplifications of the constitutive equations set referring to specific creep behaviours typical of the various explored temperature ranges. Relationship between strain rate and strain or time to be utilised to graphically check the proposed equations and to determine the values of the model parameters.

grado di descrivere il comportamento del Nimonic 263 in tutto l'intervallo di sforzi e temperature esplorati. Nel caso le curve di creep da analizzare siano state eseguite in un campo di sollecitazioni più ristretto, le Eqq. 11 possono essere semplificate. In particolare l'Eq. (11b) può essere trascurata per interpolare curve di creep a 600°C, caratterizzate da un grande primario ed assenza dello stadio terziario. Le prove eseguite a 700 e 800°C, dove la velocità di deformazione cresce linearmente con la deformazione senza saturarsi in uno stadio stazionario, possono essere rappresentate dal sistema (11) con il parametro $w^* = 1$. In Tab. 2 sono riportate le varie semplificazioni delle equazioni riferendoci al tipico comportamento nei vari intervalli di temperatura esplorati. Nella tabella sono anche riportate le differenti relazioni fra la velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$ e la deformazione ϵ o il tempo t che possono essere utilizzati per controllare graficamente la validità delle equazioni proposte per descrivere i risultati sperimentali e per ottenere valori approssimati dei parametri.

ANALISI DELLE CURVE DI CREEP TRAMITE L'EQUAZIONE COSTITUTIVA PROPOSTA

Determinare i valori dei parametri dalle equazioni differenziali tramite metodi ai minimi quadrati può presentare problemi. Comunque, in molte circostanze, si commette un errore trascurabile nel correlare i parametri del modello con altri parametri macroscopici facilmente misurabili. La Fig. 4 mostra, in un grafico log $\dot{\epsilon}$ in funzione del tempo, la più generale curva di creep ottenuta nelle prove sul Nimonic 263. Quattro parametri possono essere facilmente misurati dalla curva di creep che permettono di ricostruire la curva di creep con considerevole precisione:

$\dot{\epsilon}_i = A \rho^0 \sinh(\beta \sigma)$ velocità iniziale di creep nelle prove ad alta temperatura basso sforzo, Eq. (10a) con $\sigma_{in}=0$;

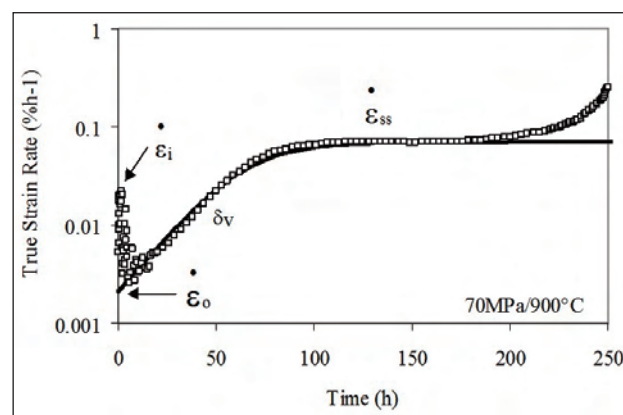


FIG. 4 *Interpolazione della curva di creep tramite Eq. 7 ($\sigma = 70 \text{ MPa}$, $T = 900^\circ \text{C}$). Interpolazione grafica dei parametri $\dot{\epsilon}_i$, $\dot{\epsilon}_0$, $\dot{\epsilon}_{ss}$. δv controlla l'accelerazione della deformazione durante il primo stadio terziario. Un ulteriore parametro, H , controlla la decelerazione durante il creep primario.*

Interpolation of the creep curve by Eq. 7 ($\sigma = 70 \text{ MPa}$, $T = 900^\circ \text{C}$). Graphical interpretation of the parameters $\dot{\epsilon}_i$, $\dot{\epsilon}_0$, $\dot{\epsilon}_{ss}$. δv controls the acceleration during the first tertiary creep. A further parameter, H , controls the deceleration during the primary creep.

$\dot{\epsilon}^0 = A \rho^0 \sinh(\beta \sigma(1 - S^*))$ velocità iniziale di creep estrapolata dallo stadio terziario; nelle prove eseguite con sollecitazioni superiori allo snervamento, $\dot{\epsilon}^0$ rappresenta la velocità di deformazione all'inizio della prova di creep,

δv	parametro che controlla l'accelerazione della deformazione durante lo stadio terziario;
$\dot{\epsilon}_{ss}$	velocità di deformazione durante lo stadio stazionario.

I valori di $\Delta\rho^\circ$ e σ° dell'Eq. 11a possono essere facilmente ottenuti interpolando i valori sperimentali del parametro $\dot{\epsilon}_i$ ottenuti in prove di creep a differenti sollecitazioni. Dai valori di $\dot{\epsilon}_i$ e $\dot{\epsilon}^\circ$ è possibile ricavare il parametro S^* , mentre da $\dot{\epsilon}^\circ$ ed $\dot{\epsilon}_{ss}$ si ottiene il parametro w^* .

Un altro parametro, H , è necessario per descrivere la cinetica della decelerazione durante il primario nelle prove a bassi sforzi/alte temperature. Dato che queste curve hanno sempre mostrato un piccolo primario, è inevitabile che i valori dei parametri associati a tale stadio siano affetti da una grande dispersione. Per questo motivo è stato utilizzato, per interpolare le curve di creep, un valore costante di $H = 15$, indipendente dalle condizioni di prova.

Le Figg. 1 confrontano una selezione di curve sperimentali con le interpolazioni ottenute con le equazioni proposte. L'ottima interpolazione dei dati sperimentali mostra che il sistema di Eqq. (10) può descrivere le differenti forme della curva di creep sperimentalmente riscontrate nella superlega Nimonic 263.

CONCLUSIONE

Le curve di creep del Nimonic 263 sono dominate dallo stadio primario decelerante nelle prove eseguite a $T = 600^\circ\text{C}$ e sollecitazioni superiori allo snervamento.

A temperature più elevate, quando lo sforzo applicato è generalmente al di sotto del carico di snervamento, le curve di creep consistono principalmente in un lungo stadio accelerante. Nelle prove a $700-950^\circ\text{C}$ la velocità minima di creep, raggiunta dopo che si esaurisce lo stadio primario, non deve essere confusa con lo stadio stazionario. Lo stadio stazionario avviene solo nelle prove a $900-950^\circ\text{C}$ dopo un rapido stadio accelerante. Nelle prove a $700-800^\circ\text{C}$, meccanismi di frattura precoce interrompono la curva di creep prima che lo stadio stazionario sia raggiunto. A queste temperature lo stadio accelerante mostra una relazione lineare fra la velocità di deformazione e la deformazione stessa. Lo stadio accelerante che si registra sperimentalmente nelle prove a 950°C , quando le particelle di fase γ' sono dissolte nella matrice, fortemente conferma l'assunzione [2] che lo stadio accelerato in questa classe di leghe non sia dovuto all'ingrossamento delle particelle di fase γ' , ma sia dovuta alla moltiplicazione dislocativa.

L'equazione costitutiva basata sull'evoluzione della densità delle dislocazioni mobili, inizialmente proposta da Li [16] per descrivere lo stadio primario di acciai, ha mostrato di essere in grado di descrivere sia lo stadio primario a 600°C che il creep accelerato, dopo la velocità minima di creep, della lega qui studiata. Si è sviluppata una semplice procedura per ottenere i valori dei parametri dell'equazione costitutiva.

Per estrapolare il comportamento a creep bisogna ottenere la dipendenza dei parametri in funzione dello sforzo e temperatura ed è oggetto di un lavoro in corso. Si fa notare che è un compito particolarmente difficile, soprattutto nell'intervallo $900-950^\circ\text{C}$, dove la frazione volumetrica della fase rinforzante γ' decresce in modo significativo, attorno a 900°C fino ad essere completamente in soluzione nelle prove a 950°C .

RINGRAZIAMENTI

Questo lavoro è stato eseguito nell'ambito del Brite Eu-Ram III CPLIFE progetto BRPR-4034 (1997-2001) parzialmente finanziato dall'EC Bruxelles. Gli autori sono grati a E. Signorelli per il considerevole lavoro sperimentale.

BIBLIOGRAFIA

- [1] M. Maldini, V. Lupinc, Scripta Metall., 22 (1988), 1737-1741.
- [2] B.F. Dyson, M. McLean, Acta Metall., 31 (1983), 17-27.
- [3] P.J. Henderson, J. Lindblom, Scripta Mater., 37 (1997), 491-497.
- [4] B.F. Dyson, Rev. Phys. Appl., 23 (1988), 605-613.
- [5] Manonukul, F.P.E. Dunne, D. Knowles, Acta Mater., 50 (2002), 2917-2931.
- [6] G.B. Gibbs, Phil. Mag., 23 (1971), 771-780.
- [7] G.B. Gibbs, Mater. Sci. Eng., 4 (1969), 313-328.
- [8] B.F. Dyson, in R.S. Mishra et al. (Eds.), Creep Behaviour of Advanced Materials for the 21st Century, TMS, Warrendale, Pennsylvania, 1999, pp. 3-12.
- [9] B.F. Dyson, M. McLean, in A. Strang, J. Cawley, G.W. Greenwood (Eds.), Microstructural Stability of Creep Resistant Alloys for High Temperature Plant Applications, The Institute of Materials, Part 2, London, 1998, pp. 371-393.
- [10] B.F. Dyson, M. McLean, in S. Murakami, N. Ohno (Eds.), Creep in Structures, Kluwer Academic Publishers, The Netherlands, 2000, pp. 3-16.
- [11] Y.H. Zhang, D. Knowles, Mats. Sci. and Tech., 18 (2002), 917-923.
- [12] J.J. Gilman, Micromechanics of Flow in Solid, McGraw-Hill, New York, 1969.
- [13] W.G. Johnston, J.J. Gilman, J. Appl. Phys., 30 (1959), 129.
- [14] F. Roters, D. Raabe, G. Gottstein, Acta Mater., 48 (2000), 4181-4189.
- [15] W. Blum, P. Eisenlohr, F. Breutinger, Metall. Mater. Trans. A, 33 (2002), 291-303.
- [16] JCM Li, Acta Metall., 11 (1963), 1269.
- [17] BF Dyson, Mater. Sc. Tech., 25 (2009), 291-303.
- [18] H. Alexander, P. Haasen, in F. Seitz, D. Turnbull, H. Ehrenreich (Eds.), Solid State Physics, Advanced in Research and Applications, Academic Press, New York, 1968, pp. 28-158.

APPENDICE:

Considerare costante la velocità media delle dislocazioni mobili dopo lo stadio primario può essere un'accettabile semplificazione nelle prove eseguite a 700 e 800°C . Infatti, durante il seguente stadio accelerante non si sviluppano subgrani e lo sforzo interno a lungo raggio resta costante. Inoltre, nonostante l'incremento della densità delle dislocazioni durante lo stadio accelerato, l'area spazzata dalle dislocazioni durante il rapido scorrimento che avviene dopo il superamento di un ostacolo, è sempre controllata dalla distanza fra le particelle e non dalla lunghezza dei segmenti delle dislocazioni.

Alle alte temperature, 900 e 950°C , quando poche o nessuna particella di fase γ' rinforza la lega, considerare costante la velocità media delle dislocazioni dopo il piccolo stadio stazionario può essere una semplificazione eccessiva. Osservazioni al TEM su prove interrotte a 950°C mostrano che il reticolo di dislocazioni non è in equilibrio dopo lo stadio primario: durante il primo creep accelerante, la lunghezza media dei segmenti di dislocazione, λ_d , decresce producendo un addensamento del reticolo di dislocazioni.

A questo stadio i segmenti di dislocazione possono facilmente liberarsi dal reticolo di dislocazione, (il tempo di glide non può essere considerato trascurabile rispetto al tempo per attivare una dislocazione dal reticolo). Il movimento delle dislocazioni potrebbe essere di tipo viscoso, non a scatti (jerky) e quindi non controllato dalla lunghezza dei segmenti, ma per esempio dallo spazio fra i jog, λ_v , sulle dislocazioni [6, 17].

La generica Eq. 3 continua a valere per descrivere la velocità di deformazione durante il creep viscoso con un volume di attivazione: $\Delta V = \lambda_v b^2$ [5] con $\lambda_v < \lambda_d$.

Durante questo stadio la velocità delle dislocazioni può essere considerata costante [6]. Accumulando deformazione da creep, il progressivo aumento delle dislocazioni mobili causa un restringimento delle maglie del reticolo di dislocazioni e quindi una riduzione del parametro λ_d . Quando risulta $\lambda_d < \lambda_v$, la misura media dei segmenti di dislocazioni prende il controllo della

velocità di deformazione, ed un ulteriore aumento della densità delle dislocazioni produce una riduzione del volume di attivazione nell'Eq. 2 e quindi una diminuzione della velocità delle dislocazioni. In sostanza, quando ρ è sufficientemente elevato, la diminuzione della velocità delle dislocazioni v con il crescere di ρ diventa dominante, producendo quindi una diminuzione della velocità di deformazione. Teorie per descrivere il creep sigmoideale come una conseguenza dell'interazione fra la densità delle dislocazioni e la loro velocità, lungo le linee presentate qui, sono

già state presentate in letteratura, per esempio [18] o più recentemente per le superleghe [4].

Le prove eseguite a 900 e 950°C (Figg. 1), dopo lo stadio fortemente accelerante dovuto all'aumento della densità delle dislocazioni, apparentemente non mostrano una decelerazione, ma uno stadio pressoché stazionario. E' importante notare che le prove sono state eseguite a carico costante. Prove a sforzo costante non avrebbero prodotto uno stadio stazionario, ma una riduzione della velocità di deformazione.

Abstract

Analysis of Nimonic 263 creep behaviour

Keywords: Superalloys - Creep - Modeling - Materials for high temperature applications

An adequate understanding of the complex mechanisms operating during creep is still lacking. Discrimination among rival theories is often impossible because the experimental data cover only a limited stress/temperature field. In this work the creep behaviour of the nickel base superalloy C263 has been studied at constant load and temperature at 750-30MPa/600-950°C.

The experimental results have shown a very strong dependence of the creep curve shape with the applied stress/temperature, particularly:

- At 600°C, during the initial loading, an instantaneous plastic strain, increasing with the applied stress, occurs. The creep curve is characterised by a long and large decelerating primary creep stage. The creep strain due to the primary stage, ϵ_{pr} , is always larger than the calculated elastic strain, σ/E , obtained during the initial loading. The long primary creep is interrupted by the fracture, before significant secondary and tertiary stages appear.
- At 700 and 800°C, the size of the primary creep is definitely smaller compared to the tests at 600°C. It generally results $\epsilon_{pr} < \sigma/E$. After the decelerating primary stage, a clear accelerating creep phase appears. Its contribution to the creep curve increases with the decrement of the applied stress up to dominate the whole creep curve. The accelerated stage exhibits a linear relationship between strain rate and strain.
- In the 900-950°C temperature range, the negligible decelerating primary creep ends in a minimum creep rate followed by an accelerated strain stage. At the lowest applied stresses, the rapidly accelerating stage is followed by a long steady state. Then, a further accelerating stage leads to fracture through necking and loss of section.

The creep results have been modelled using coupled differential equations of the Kachanov form, that are consistent with physical deformation mechanisms of the studied alloy.

The parameters of the proposed constitutive equation are functions of microscopic parameters like the density of mobile dislocations, but they are also related to easily measurable characteristics of the creep curves, so that they can be determined using macroscopic creep data only.

The use of differential formalism of the equations allows to describe the creep behaviour also at variable stress and temperature, and to cope also with more complex load/temperature histories as, for example, variable loading creep, constant strain rate and stress relaxation tests without appealing to arbitrary strain or time hardening rules.