# Comportamento superplastico di materiali compositi a matrice metallica

*L. Ceschini, A. Morri, L. Orazi*

*Studi recenti hanno mostrato la possibilità di osservare superplasticità ad elevata velocità di deformazione ($\dot{\varepsilon} > 10^{-2}$ $s^{-1}$) in materiali compositi a matrice di alluminio, purché caratterizzati da dimensioni molto fini (< 5 μm) sia dei grani della matrice che delle particelle di rinforzo. In questo lavoro è stata valutata la possibilità di indurre un comportamento superplastico nel composito AA6013/20SiC$_p$, ottenuto da metallurgia delle polveri e successivamente laminato a caldo. I risultati delle prove monoassiali di trazione hanno evidenziato un comportamento superplastico ottimale, con un valore massimo dell'allungamento a rottura pari al 370%, in condizioni di elevata velocità di deformazione ($1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$) ed alla temperatura di 560°C. Le superfici di frattura dei campioni deformati nelle condizioni ottimali, hanno evidenziato la presenza di filamenti, caratteristici di deformazione superplastica con fase liquida al bordo grano e in corrispondenza delle interfacce matrice/rinforzo. Ciò consente di ipotizzare un ruolo importante della fase liquida, come meccanismo di "accomodamento" dello scorrimento a bordo grano (GBS), nel corso della deformazione superplastica.*

**Parole chiave: materiali compositi, alluminio e leghe**

## INTRODUZIONE

La superplasticità è la capacità di un materiale policristallino (metallico, ceramico, intermetallico o composito) di mostrare elevati allungamenti a rottura con basse tensioni di flusso (Fig.1). Nei materiali superplastici, deformati in condizioni opportune di temperatura e velocità ($T \geq 0.4T_m$, con $T_m$ temperatura assoluta di fusione del materiale, $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \div 10^{-1}$ $s^{-1}$), sono comuni allungamenti superiori al 200% e recentemente sono stati ottenuti valori superiori all'8000% [1-5]. Un comportamento superplastico può essere indotto sia in materiali aventi una microstruttura a grano fine (d<10 μm) ed equiassico, stabile alla temperatura di deformazione, sia in materiali sottoposti a particolari condizioni ambientali (ad es. ciclaggio termico attraverso una temperatura di trasformazione di fase); nei due casi si parla, rispettivamente, di superplasticità strutturale e ciclica. La possibilità di ottenere deformazioni rilevanti, con basse tensioni di flusso, può essere utilizzata nel processo di formatura superplastica (SPF), analogo alla termoformatura di materie plastiche [6]. Rispetto ai metodi convenzionali, la formatura superplastica offre vantaggi diversi, legati soprattutto alla possibilità di realizzare strutture di forma complessa, monolitiche e più leggere, eliminando gran parte delle giunzioni tra subcomponenti. Qualsiasi riduzione nel numero dei pezzi di una struttura ne migliora in genere l'efficienza, riduce il costo, la massa e l'esigenza del controllo di qualità, migliora il ciclo di montaggio e infine le prestazioni del prodotto. La tecnologia SPF, in particolare se combinata con la saldatura per diffusione (SPF/DB), risulta particolarmente vantaggiosa per applicazioni in settori diversi (Fig.2) ed in particolare nel campo dei trasporti, consentendo una significativa riduzione dei pesi (~30%) e dei costi di produzione (~60%).
I materiali generalmente utilizzati, a livello industriale, per la realizzazione di componenti formati superplasticamente sono le leghe di Al e di Ti ed alcuni tipi di acciai. Studi recenti hanno evidenziato la possibilità di osservare un comportamento superplastico anche in materiali compositi a matrice metallica (CMM) costituiti, ad esempio, da una matrice in lega di Al o Ti, rinforzata con particelle o whiskers di SiC, $Al_2O_3$, $Si_3N_4$ o AlN [7-28]. La possibilità di utilizzare processi di formatura superplastica risulta, in tal caso, particolarmente interessante, poiché in questi materiali la presenza del rinforzo ceramico, se da un lato conduce ad un significativo incremento delle proprietà resistenziali, riduce tuttavia la duttilità e la lavorabilità alle macchine utensili. Altro

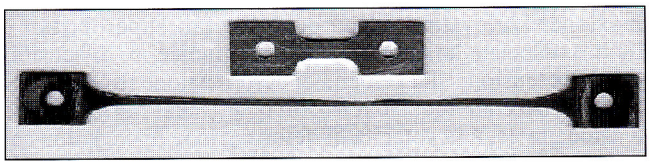


*Fig.1 - Provino in lega di alluminio prima e dopo deformazione superplastica.*

*Fig.1 - Aluminium alloy specimen before and after superplastic deformation.*

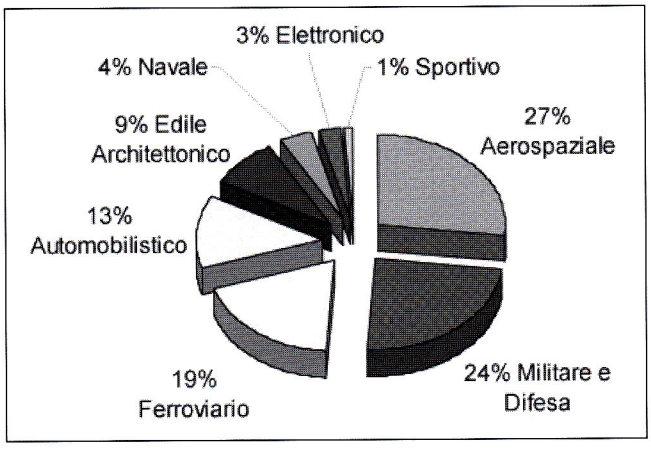



*Fig.2 - Settori di applicazione della tecnologia di formatura superplastica (SPF).*

*Fig.2 - Application fields of the superplastic forming technology (SPF).*

**L. Ceschini, A. Morri**, *Institute of Metallurgy, University of Bologna*

**L. Orazi**, *DIEM, University of Bologna*

Memoria pervenuta il 5 novembre 2001

aspetto di particolare rilievo è che molti materiali compositi presentano superplasticità ad alta velocità di deformazione (High Strain Rate Superplasticity, HSRS), ossia a velocità superiori a $10^{-2}$ $s^{-1}$, valori molto vicini a quelli comunemente usati nei processi di deformazione a caldo, con conseguente incremento della produttività rispetto alla formatura superplastica convenzionale.
I dati inerenti al comportamento superplastico dei compositi a matrice metallica sono, tuttavia, relativamente pochi e risulta quindi necessario effettuare ulteriori studi nel tentativo, sia di indurre un comportamento superplastico in nuove categorie di CMM, sia di approfondire lo studio dei meccanismi della deformazione superplastica attivi in questa categoria di materiali.
L'obiettivo di questo lavoro è stato quello di valutare la possibilità di indurre un comportamento superplastico in un composito, prodotto mediante metallurgia delle polveri, avente una matrice in lega di alluminio AA6013 (Al-Mg-Si-Cu) rinforzata con il 20% in vol. di particelle di SiC.

## SUPERPLASTICITÀ DI MATERIALI COMPOSITI A MATRICE METALLICA

Il comportamento superplastico dipende sia da requisiti microstrutturali (dimensione e forma dei grani; natura, dimensioni e distribuzione di eventuali fasi disperse), sia da variabili di deformazione, quali temperatura e velocità di deformazione. L'elevata duttilità dei materiali superplastici è inoltre associata ad un alto valore dell'indice m, di sensibilità della tensione alla velocità di deformazione (m>0.3), definito in base all'equazione costitutiva: $\sigma=k\dot{\varepsilon}^m$, in cui $\sigma$ è la tensione reale, $\dot{\varepsilon}$ la velocità di deformazione reale, k una caratteristica del materiale e della temperatura di prova.
L'indice m è la pendenza della curva $\log\sigma - \log\dot{\varepsilon}$ (Fig.3) e, come evidenziato dalla curva in Fig.3-b, esso raggiunge il valore massimo nella regione II, che individua l'intervallo di velocità di deformazione ottimali in cui si può avere un comportamento superplastico, generalmente comprese tra $10^{-5}$ e $10^{-3}$ $s^{-1}$.
Altro parametro di fondamentale importanza è la temperatura; con il suo aumento si riscontra, in generale, una riduzione della tensione di flusso ed uno spostamento della velocità di deformazione ottimale verso valori più elevati.
Per quanto attiene, infine, ai requisiti microstrutturali, è necessario che il materiale abbia un grano fine (diametro medio < 10 μm), equiassico e stabile alla temperatura di deformazione, con bordi a grande angolo, in modo da favorire lo scorrimento a bordo grano (Grain Boundary Sliding, GBS), meccanismo di deformazione prevalente in regime di superplasticità.
Diversi studi hanno recentemente dimostrato che è possibile osservare un comportamento superplastico anche in materiali compositi a matrice metallica. In Tab.I sono riportate le proprietà superplastiche di diversi compositi a matrice di alluminio [7-28]. E' interessante evidenziare come molti di questi presentino superplasticità ad elevata velocità di deformazione ($\dot{\varepsilon}$ >$10^{-2}$ $s^{-1}$); questo costituisce un aspetto di particolare rilevanza tecnologica, per il fatto che un aumento della velocità di deformazione può condurre a significativi aumenti di produttività, superando il limite principale della formatura superplastica convenzionale, caratterizzata da velocità di deformazione molto basse (tipicamente comprese tra $10^{-5}$ e $10^{-3}$ $s^{-1}$).
La possibilità di osservare superplasticità ad elevata velocità di deformazione (HSRS), non solo in materiali compositi ma anche in altre categorie di materiali, sembra sia associata, in primo luogo, alla presenza di microstrutture a grani molto fini. In Fig.4 è riportata la variazione della velocità di deformazione superplastica in funzione dell'inverso della dimensione dei grani [29]. La dimensione dei grani è tipicamente di circa 10 μm nel caso di materiali metallici convenzionali, che presentano comportamento superplastico a velocità di deformazione comprese tra $10^{-5}$ e $10^{-3}$ $s^{-1}$. Si può invece notare co-

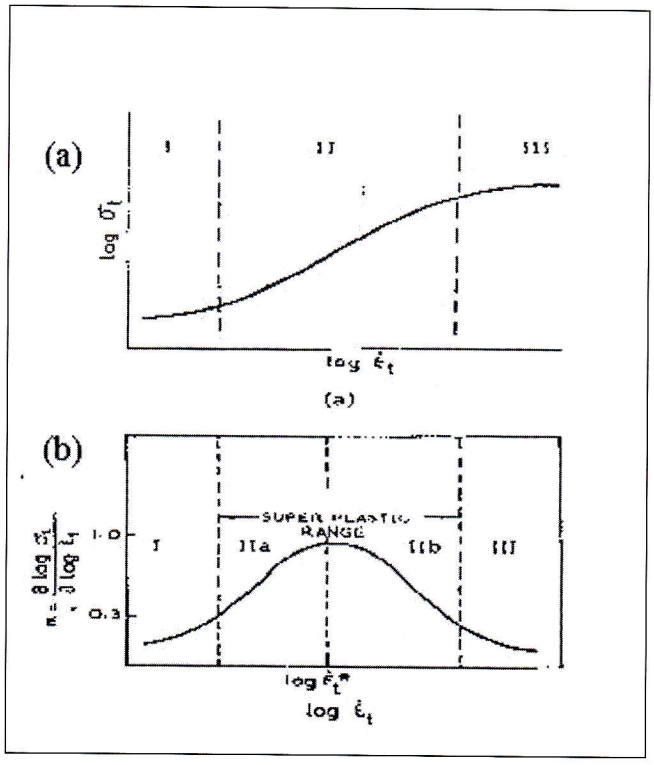



*Fig.3 - Grafici $\log\sigma - \log\dot{\varepsilon}$ (a) e m - $\log\dot{\varepsilon}$ (b) [3].*

*Fig.3 - Plots of the $\log\sigma - \log\dot{\varepsilon}$ (a) and m - $\log\dot{\varepsilon}$ (b) [3].*

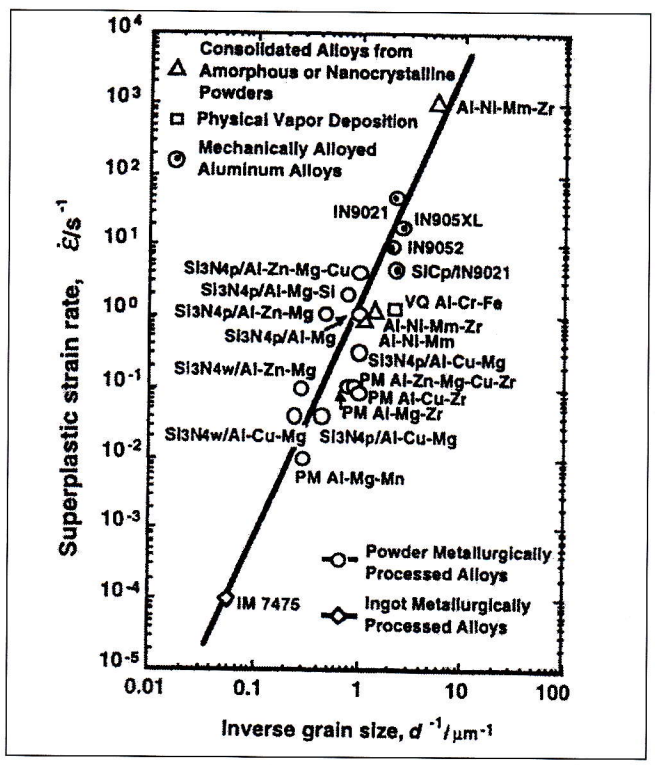



*Fig.4 - Variazione della velocità di deformazione superplastica in funzione dell'inverso della dimensione dei grani [29]*

*Fig.4 - Variation in superplastic strain rate as a function of inverse grain size [29].*

| MATERIALE | T K | $\dot{\varepsilon}$ $s^{-1}$ | m | A % | d grano µm | Rif. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **SUPERPLASTICITÀ STRUTTURALE** | | | | | | |
| **Compositi SiC/Al** | | | | | | |
| Al-Cu-Mg(2124)/20% $SiC_w$ | 798 | $3*10^{-1}$ | 0,3 | 300 | | 7 |
| Al-Cu-Mg(2014)/15% $SiC_{p(p=6-10\mu m)}$ | 753 | $2*10^{-4}$ | 0,4 | 349 | 14 | 8 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $SiC_w$ | 823 | $2*10^{-1}$ | 0,3 | 300 | | 9 |
| Al-Zn-Mg-Cu(7475)/10-15% $SiC_w$ | 793 | $2*10^{-4}$ | >0,5 | 350 | 6-8 | 10 |
| Al-Zn-Mg-Cu(PM64)/10-15% $SiC_{p(p=5\mu m)}$ | 773 | $2*10^{-4}$ | 0,3 | 450 | 6 | 11 |
| Al-Zn-Mg-Cu(7475)/15% $SiC_{p(p=6-10\mu m)}$ | 788 | $2*10^{-4}$ | 0,4 | 310 | 7 | 9 |
| Al-Cu-Mg-C-O(IN9021)/15 %SiCp | 823 | 5 | >0,5 | 600 | 0,5 | 12 |
| Al-Zn-Mg-Cu(7075)/10% $SiC_{p(p=2\mu m)}$ | 793 | 5 | 0,5 | 300 | | 13 |
| **Compositi Si3N4/Al** | | | | | | |
| Al-Cu-Mg(2124)/20 %$Si_3N_{4p(p=0,2\mu m)}$ | 773 | $3*10^{-1}$ | 0,3-0,5 | 280 | 1 | 14 |
| Cu-Mg(2124)/20 %$Si_3N_{4p(p=1\mu m)}$ | 788 | $4*10^{-2}$ | 0,3-0,5 | 840 | 2 | 14-15 |
| Al-Cu-Mg(2124)/20 %$\beta Si_3N_{4w}$ | 798 | $2*10^{-1}$ | 0,5 | 200-250 | | 16 |
| Al-Cu-Mg(2124)/20 %$\beta Si_3N_{4w}$ | 818 | $4*10^{-2}$ | 0,3-0,5 | 280 | 4 | 14 |
| Al-Mg(5052)/20% $Si_3N_{4p(p=0,2\mu m)}$ | 818 | 1 | 0,3-0,5 | 700 | 1 | 17 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $Si_3N_{4p(p=0,2\mu m)}$ | 833 | 2 | 0,3-0,5 | 620 | 1 | 18-19 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $Si_3N_{4p(p=0,2\mu m)}$ | 833 | 1 | 0,3-0,5 | 350 | 2 | 19 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $Si_3N_{4p(p=1\mu m)}$ | 818 | $1*10^{-1}$ | 0,3-0,5 | 450 | 3 | 19-20 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $\alpha Si_3N_{4w}$ | 818 | $3*10^{-1}$ | 0,3 | 150 | 3 | 21 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $\beta Si_3N_{4w}$ | 818 | $2*10^{-1}$ | 0,5 | 260 | 3 | 21 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $\beta Si_3N_{4w}$ | 818 | $2*10^{-1}$ | 0,5 | 600 | 3 | 22 |
| Al-Mg-Si(6061)/20% $\beta Si_3N_{4w}$ | 833 | $1*10^{-1}$ | 0,3-0,5 | 480 | 3 | 19 |
| Al-Zn-Mg(7xxx)/20% $Si_3N_{4p(p=1\mu m)}$ | 818 | 1 | 0,3-0,5 | 330 | 2 | 23 |
| Al-Zn-Mg(7xxx)/20% $\alpha Si_3N_{4w}$ | 798 | $8*10^{-1}$ | 0,4 | 160 | >4 | 24 |
| Al-Zn-Mg(7xxx)/20% $\beta Si_3N_{4w}$ | 818 | $2*10^{-1}$ | 0,4 | 230 | 4 | 24 |
| Al-Zn-Mg(7xxx)/20% $\beta Si_3N_{4w}$ | 818 | $5*10^{-1}$ | 0,5 | 240 | >4 | 25 |
| Al-Zn-Mg(7xxx)/20% $\beta Si_3N_{4w}$ | 833 | $1*10^{-1}$ | 0,3-0,5 | 380 | 4 | |
| Al-Zn-Mg-Cu-0,7%Zr(7475)/20%$Si_3N_{4p(p=0,2\mu m)}$ | 798 | 4 | 0,3-0,5 | 220 | 1 | |
| **Compositi AlN/Al** | | | | | | |
| Al-Mg-Si(6061)/15% $AlN_{p(p=0,7\mu m)}$ | 873 | 1 | 0,5 | 200 | | 26 |
| Al-Zn-Mg(7xxx)/20% $AlN_{p(p=0,7\mu m)}$ | 788 | 1,5 | 0,4 | 200 | | 26 |
| **SUPERPLASTICITÀ CICLICA** | | | | | | |
| Al-Cu-Mg(2024)+20% $SiC_w$ | 373/748 | $1*10^{-4}$ | 1,0 | 300 | | 27 |
| Al-Mg-Si(6061)+20% $SiC_w$ | 373/723 | $3*10^{-6}$ | 1,0 | 1400 | | 28 |

(p: rinforzo in particelle, w: rinforzo in whiskers)

*Tabella I. - Proprietà superplastiche in alcuni compositi a matrice di alluminio.*

*Table I. - Superplastic properties in aluminum matrix composites.*

me la HSRS ($\dot{\varepsilon} > 10^{-2}$ $s^{-1}$) sia associata a dimensione dei grani più fini (<5 µm). Tecnologie di processo avanzate, che comportano affinamenti del grano attraverso processi di ricristallizzazione dinamica, trattamenti termomeccanici, consolidamento di polveri amorfe o nanocristalline, alligazione meccanica, o a seguito di intense deformazioni plastiche (ECAP, ECAE), hanno quindi aperto nuove frontiere alla superplasticità ad elevata velocità di deformazione.

E' stato tuttavia osservato che la presenza di una microstruttura a grani molto fini può costituire un requisito necessario, ma non sufficiente, per avere HSRS e questo in relazione ai meccanismi di deformazione. Risulta, in particolare, generalmente accettato che il meccanismo dominante nella superplasticità ad elevata velocità di deformazione, così come in quella convenzionale, sia lo scorrimento al bordo grano (GBS). Tuttavia, nei compositi a matrice metallica lo scorrimento all'interfaccia matrice-rinforzo gioca un ruolo fondamentale nel processo di flusso superplastico, poiché la presenza del rinforzo costituisce un ostacolo al GBS [30]. Le particelle di rinforzo, generalmente presenti in tenori compresi tra il 5 ed il 30% in vol., a causa della loro stabilità termica e della loro indeformabilità, non partecipano infatti al flusso plastico ed agiscono da inibitori del fenomeno di GBS, causando un'intensificazione delle tensioni. Se il processo di GBS non risulta "accomodato" da processi diffusivi o per movimento delle dislocazioni, si può arrivare ad un'intensificazione degli sforzi tale da causare la nucleazione, l'accrescimento e la coalescenza di cavità in prossimità dell'interfaccia matrice-rinforzo o ai punti tripli, con conseguente frattura prematura [30] (Fig.5-a).

Nieth [31] ha evidenziato che, nei compositi a matrice metallica, il rilassamento delle tensioni può avvenire grazie alla

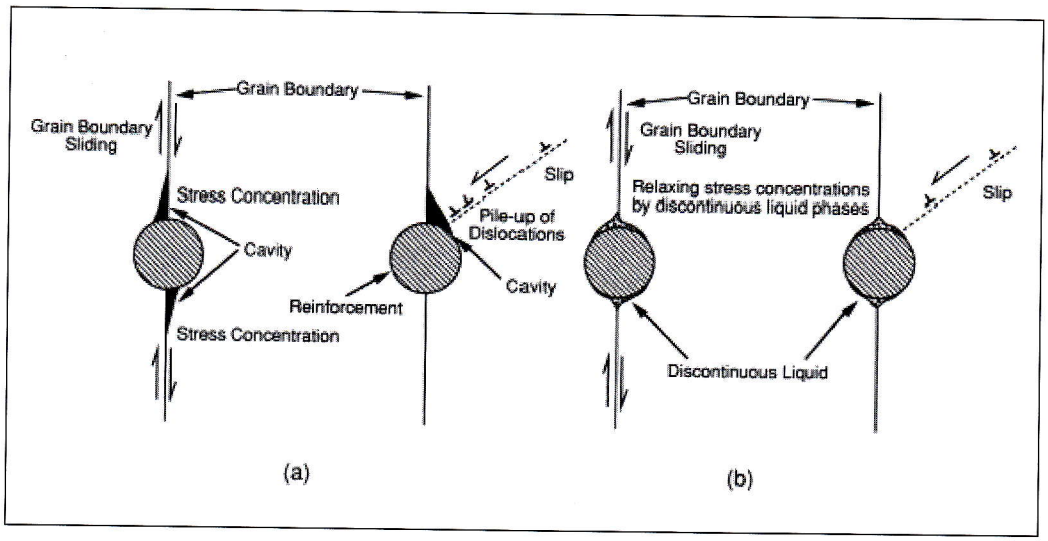



*Fig.5 - Illustrazione del processo di formazione di cavità alle interfacce matrice-rinforzo dovuto ad un'intensificazione delle tensioni (a) e rilassamento delle tensioni grazie alla presenza di una fase liquida (b) in compositi a matrice metallica rinforzati con particelle [30].*

*Fig.5 - Schematic illustration of (a) cavity formation due to high stress concentrations at the interfaces and (b) relaxation of the stress concentrations by a liquid phase for metal matrix composites reinforced with particles [30].*

| Materiale | Temperatura (K) | | | Allungamento massimo (%) | Velocità di deformazione ($s^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|
| | Superplasticità | Fusione Parziale | Solidus | | |
| **$Si_3N_4$/Al Composites** | | | | | |
| $Si_3N_{4p}$ (0.2μm)/Al-Cu-Mg (2124) | 773 | - | 775 | 280 | $3x10^{-1}$ |
| $Si_3N_{4p}$ (1μm)/Al-Cu-Mg (2124) | 788 | 784 | 775 | 840 | $4x10^{-2}$ |
| $Si_3N_{4w}$ /Al-Cu-Mg (2124) | 818 | - | 775 | 280 | $4x10^{-2}$ |
| $Si_3N_{4p}$ (0.2μm)/Al-Mg (5052) | 818 | 821 | 866 | 700 | 1 |
| $Si_3N_{4p}$ (0.2μm)/Al-Mg-Si (6061) | 833 | 830 | 855 | 620 | 2 |
| $Si_3N_{4p}$ (0.5μm)/Al-Mg-Si (6061) | 833 | 829 | 855 | 350 | 1 |
| $Si_3N_{4p}$ (1μm)/Al-Mg-Si (6061) | 818 | 822 | 855 | 450 | $1x10^{-1}$ |
| $Si_3N_{4w}$ /Al-Mg-Si (6061) | 833 | 843 | 855 | 480 | $1x10^{-1}$ |
| $Si_3N_{4p}$ (1μm)/Al-Zn-Mg | 818 | 814 | - | 330 | 1 |
| $Si_3N_{4w}$ /Al-Zn-Mg | 833 | 830 | - | 380 | $1x10^{-1}$ |
| **SiC/Al Composites** | | | | | |
| $SiC_w$/Al-Cu-Mg (2124) | 798 | 776 | 775 | 300 | $3x10^{-1}$ |
| $SiC_p$/Al-Cu-Mg (2014) | 753 | - | 780 | 349 | $2x10^{-4}$ |
| $SiC_w$/Al-Mg-Si (6061) | 823 | - | 855 | 300 | $2x10^{-1}$ |
| $SiC_p$/Al-Zn-Mg-Cu (PM64) | 773 | 793 | - | 450 | $2x10^{-4}$ |
| $SiC_p$/Al-Zn-Mg-Cu (7475) | 788 | - | - | 310 | $2x10^{-4}$ |
| $SiC_p$/Al-Zn-Mg-Cu (7075) | 793 | - | 749 | 300 | 5 |
| $SiC_p$/Al-Cu-Mg-C-O (IN9021) | 823 | - | - | 600 | 5 |

*Tabella II. Temperatura di fusione parziale e temperatura superplastica ottimale per alcuni compositi a matrice di alluminio che presentano superplasticità ad elevata velocità di deformazione [33].*

*Table II. Partial melting temperature and optimum superplastic temperature for high strain rate superplastic aluminium matrix composites [33].*

| Al | Cr | Cu | Fe | Mg | Mn | Si | Ti | Zn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 97 | max 0.1 | 0.6 – 1.1 | max 0.5 | 0.8 – 1.2 | 0.2 – 0.8 | 0.6 – 1.0 | max 0.1 | max 0.25 |

*Tabella III - Composizione chimica nominale della matrice in lega di alluminio AA6013 (% in peso)*

*Table III - Nominal composition of the 6013 aluminium alloy matrix (wt%).*

presenza di una fase liquida all'interfaccia matrice-rinforzo, con conseguente riduzione del fenomeno della cavitazione (Fig.5-b). Mediante osservazioni TEM e HREM in-situ è stata sperimentalmente confermata la presenza della fase liquida lungo le interfacce alle temperature della deformazione superplastica. In particolare, nel caso di compositi Al-Mg-Si/$Si_3N_4$, la formazione della fase liquida sarebbe connessa alla segregazione di Mg, Cu e Si in corrispondenza delle interfacce matrice-rinforzo, con conseguente abbassamento locale della temperatura di fusione [32]. In Fig.6 è riportato un grafico dell'allungamento a rottura in funzione della temperatura, alle velocità di deformazione ottimali, per compositi Al-Mg-Si/ $Si_3N_4$ [33]. E' possibile notare come i maggiori allungamenti siano ottenuti a temperature vicine a quelle di fu-

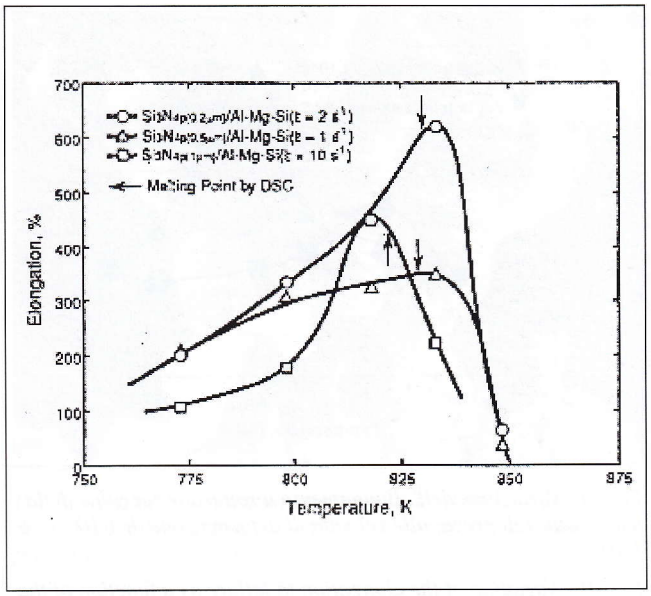



*Fig.6 - Curve dell'allungamento a rottura in funzione della temperatura di deformazione superplastica per alcuni compositi Al-Mg-Si/$Si_3N_4$; le frecce indicano la temperatura di fusione parziale [33].*

*Fig.6 - Curves of the elongation to failure as a function of superplastic temperature for Al-Mg-Si/$Si_3N_4$ composites; the partial melting temperatures are shown by the arrows [33].*

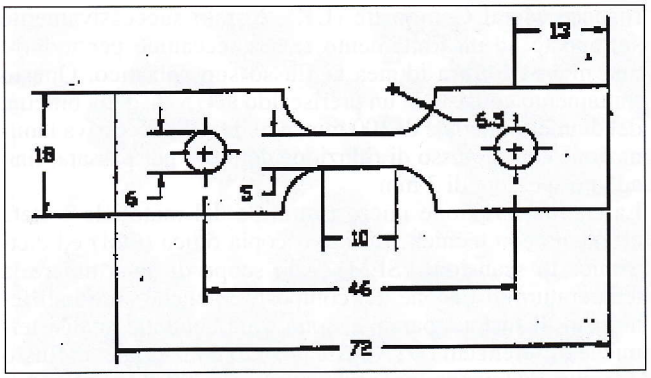



*Fig.7 - Geometria dei provini utilizzati nelle prove di trazione superplastica (dimensioni in mm).*

*Fig.7 – Shape of the specimens used for the superplastic tensile tests (dimensions in mm).*

| Rm MPa | Rs MPa | A % | E GPA |
|---|---|---|---|
| 420 | 350 | 7 | 100 |

*Tabella IV - Proprietà meccaniche del composito AA6013+20vol.%$SiC_p$*

*Table IV - Mechanical properties of the AA6013+20vol.%$SiC_p$ composite*

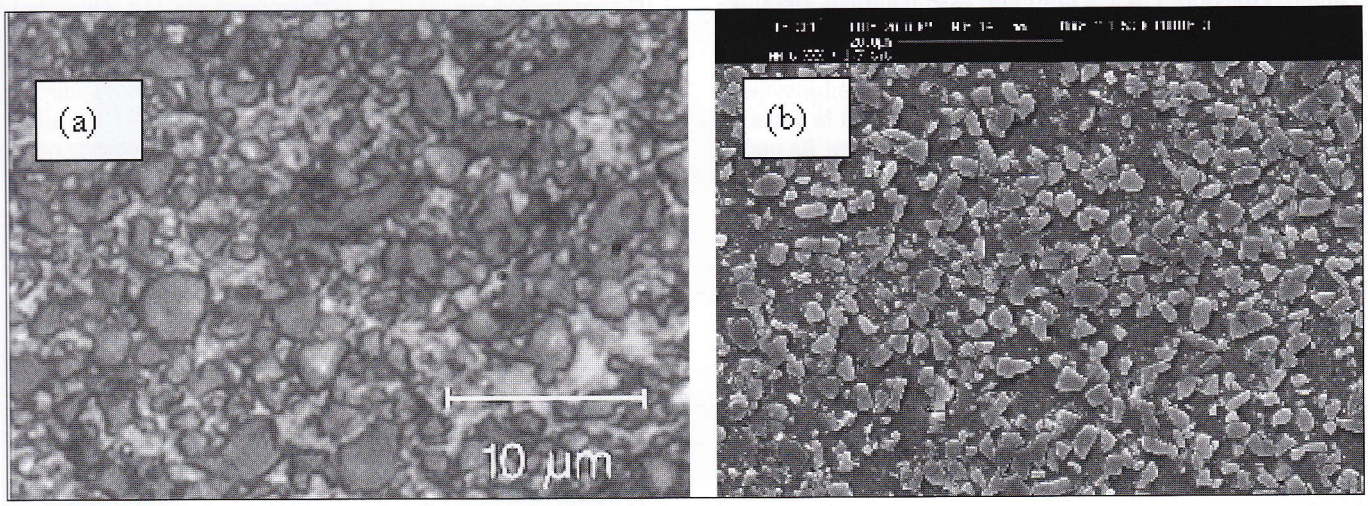



*Fig.8- Micrografie OM (a) e SEM (b) del composito AA6013+20vol.% $SiC_p$.*

*Fig.8 – OM (a) and SEM (b) micrographs of the AA6013+20vol.% $SiC_p$ composite.*

sione parziale (indicate nel grafico da una freccia).
Numerosi altri studi hanno confermato che i maggiori allungamenti superplastici, nei compositi a matrice metallica, sono generalmente ottenuti alle temperature cui si verifica una fusione parziale alle interfacce e in alcune porzioni dei bordi di grano e questo conferma il ruolo fondamentale della fase liquida come processo di accomodamento del GBS in tali materiali. In Tab.II sono riportate le temperature di fusione parziale e le temperature ottimali per la superplasticità osservate in molti compositi che presentano HSRS [33].
Occorre tuttavia evidenziare che esiste una quantità ottimale di fase liquida, che può dipendere dalla composizione del materiale e dalla natura dell'interfaccia o del bordo di grano. Osservazioni HREM in-situ hanno mostrato che la quantità di fase liquida alla temperatura superplastica ottimale è dell'ordine dell'1% in vol. e lo spessore è pari a circa 30 nm [34]. Maggiori quantità di fase liquida provocherebbero decoesione ai bordi di grano e conseguentemente frattura prematura, con modesti allungamenti a rottura.
E' bene, in ogni caso, ricordare che non è sempre necessaria la presenza di fase liquida per l'osservazione di HSRS, ad esempio quando il rilassamento delle tensioni alle interfacce o ai punti tripli avviene attraverso meccanismi diffusivi o per movimento delle dislocazioni. In alcuni compositi $SiC_p$/Mg-Zn-Zr, $Mg_2Si_p$/Mg-Zn e $SiC_p$/Mg-Zn-Zr è stata infatti osservata HSRS in assenza di fase liquida [35,36].

## MATERIALE E PROCEDURA SPERIMENTALE

Il composito studiato consiste di una matrice in lega di alluminio AA6013 (Al–Mg–Si-Cu), la cui composizione chimica nominale è riportata in Tab. III, rinforzata con il 20% in volume di particelle di α-SiC. Le proprietà meccaniche di tale composito sono riportate in Tab.IV.
Il composito, prodotto con metallurgia delle polveri da Ae-

rospace Metal Composite (UK), è stato successivamente sottoposto ad un trattamento termomeccanico per indurre una microstruttura idonea al flusso superplastico. Questo trattamento consiste in un preriscaldo a 475 °C della billetta, del diametro iniziale di 100 mm, e nella sua successiva laminazione con un tasso di riduzione del 10% per passata, fino ad uno spessore di 3 mm.

La caratterizzazione microstrutturale del materiale è stata effettuata con tecniche di microscopia ottica (OM) ed elettronica in scansione (SEM). Allo scopo di determinare la temperatura di fusione del composito, nonché eventuali fenomeni di fusione parziale, sono state condotte analisi termiche differenziali (DTA), riscaldando il materiale, in flusso di argon, da temperatura ambiente fino a 700 °C con una velocità di 10 °C/min.

La caratterizzazione del materiale in regime di superplasticità è stata effettuata mediante prove di trazione monoassiale, svolte in aria, a temperature comprese tra 520 e 590 °C, con velocità di deformazione iniziali comprese tra $10^{-4}$ e $10^{-1}$ $s^{-1}$ dopo una permanenza di 15 minuti alla temperatura di prova. Tali prove sono state effettuate a velocità costante della traversa, con una macchina in grado di operare a velocità di deformazione comprese tra $10^{-5}$ e $10^{-1}$ $s^{-1}$, e dotata di un forno a resistenze elettriche a tre zone,che garantisce un profilo di temperatura uniforme (± 5 °C) per un tratto di 120 mm. La temperatura di prova dei campioni è stata monitorata da tre termocoppie Cromel – Alumel, disposte all'inizio, al centro e alla fine del tratto utile del provino. I provini, la cui geometria è mostrata in Fig.7, sono stati ricavati dalle lamiere (spessore circa 3 mm) con asse parallelo alla direzione di deformazione plastica. Al termine delle prove di trazione superplastiche, sono state effettuate analisi al SEM delle superfici di frattura, allo scopo di studiare i meccanismi di deformazione.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

### Caratterizzazione microstrutturale

Le osservazioni microstrutturali, effettuate mediante OM e SEM, hanno evidenziato un diametro medio dei grani della matrice compreso tra 1 e 3 µm ed un diametro medio delle particelle di rinforzo di circa 3 µm. Le particelle risultano

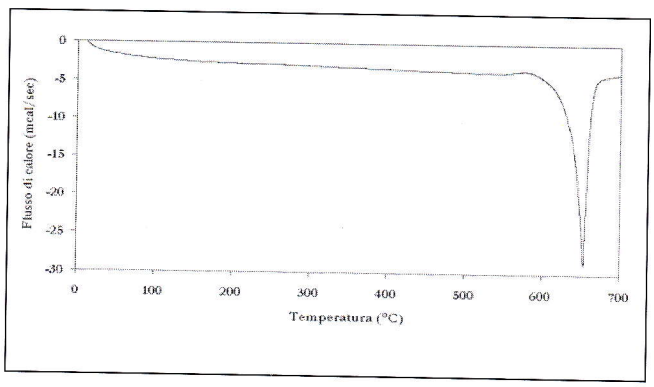



*Fig.9 - Termogramma del composito AA6013+20vol.% $SiC_p$ nel quale è presente solamente il picco endotermico di fusione della matrice.*

*Fig.9 – DTA curve of the AA6013+20vol.% $SiC_p$ composite showing only the endothermic peak due to melting of the matrix.*

*Fig.11 - Provini di composito AA6013+20%SiCp deformati superplasticamente a diverse temperature, con velocità di deformazione iniziale di $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$.*

*Fig.11 - Fig. 11 - Samples of the AA6013+20%vol SiCp superplastically deformed at different temperatures, with initial strain rates of $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$.*

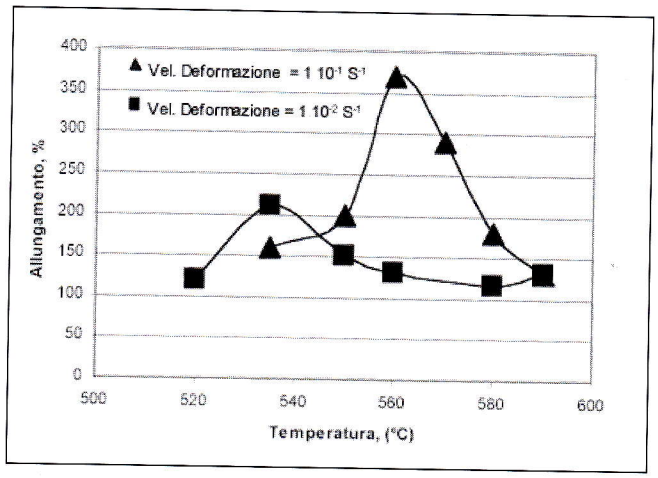
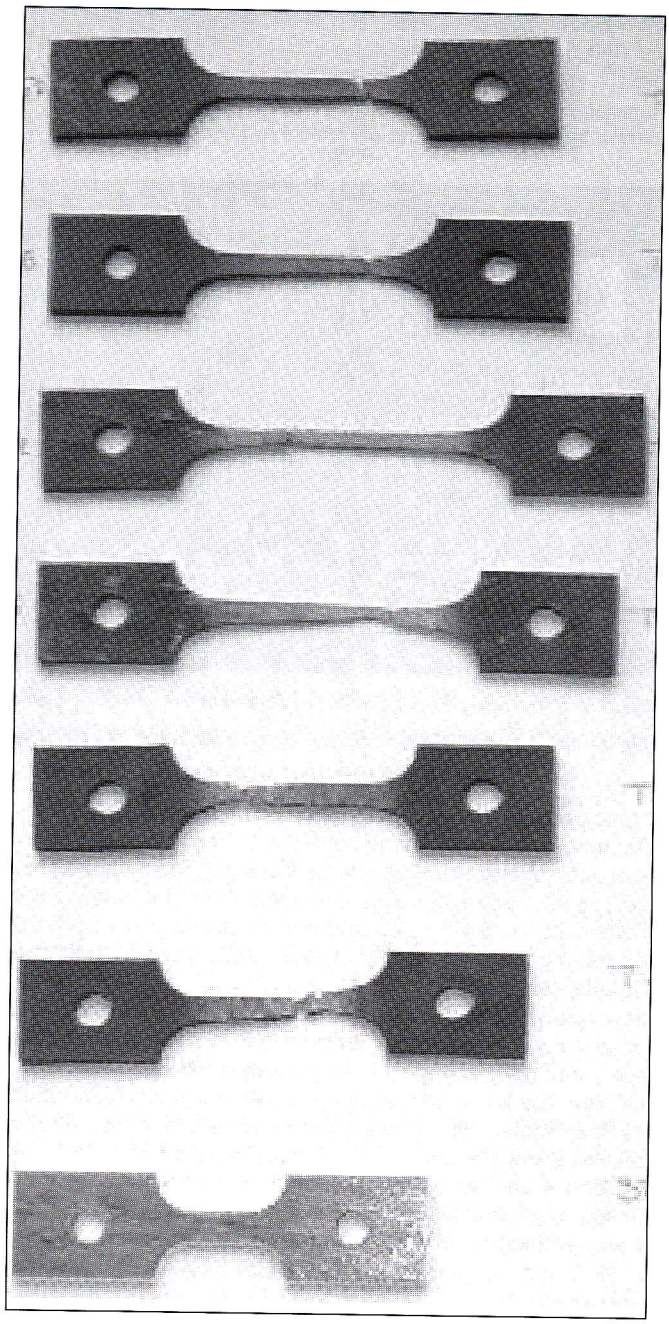



*Fig.10 - Variazione dell'allungamento a rottura in funzione della temperatura di prova, alle velocità di deformazione di $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ e $1 \cdot 10^{-2}$ $s^{-1}$.*

*Fig.10 – Variation of the elongation to failure as a function of the testing temperature, under strain rates of $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ and $1 \cdot 10^{-2}$ $s^{-1}$.*



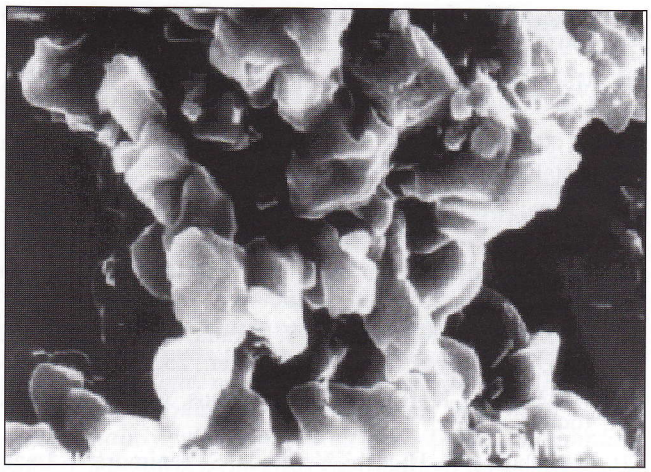


*Fig.12 – Superficie di frattura del composito AA6013+20vol.% $SiC_p$, dopo deformazione superplastica, caratterizzata dalla presenza di grani equiassici.*

*Fig.12 - Fracture surface of the AA6013+20vol.% $SiC_p$ composite after superplastic deformation, showing equiaxed grains.*

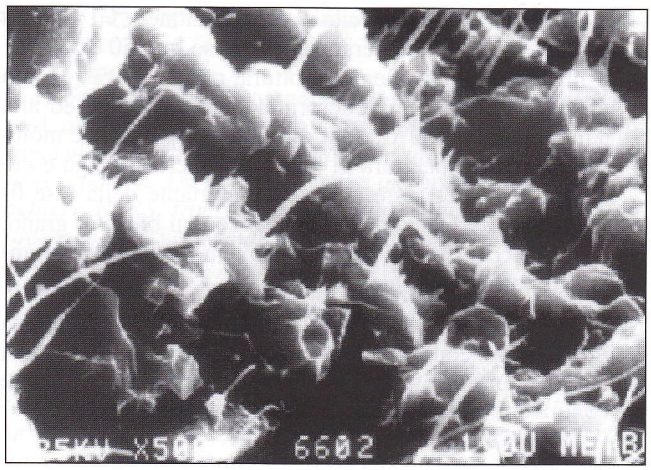


*Fig.13 – Micrografia SEM della superficie di frattura del composito AA6013+20vol.% $SiC_p$ deformato a 560 °C e con velocità di deformazione iniziale di $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ in cui si evidenzia la presenza di filamenti.*

*Fig.13 - SEM micrograph of the fracture surface of the AA6013+20vol.% $SiC_p$ composite composite tested at 560 °C with an initial strain rate of $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$, showing filaments.*

inoltre caratterizzate da una distribuzione uniforme all'interno della matrice, come visibile in Fig.8 (a-b). Le micrografie sembrano suggerire la presenza di una quantità di rinforzo superiore a quella garantita dal produttore; si è quindi determinata, per via sperimentale, la frazione volumetrica di SiC (dissolvendo in NaOH la matrice di un volume noto del materiale e, successivamente, in HCl gli idrossidi formatisi; filtrando la soluzione rimasta e determinando quindi il peso delle particelle di SiC presenti; il rapporto fra questo ed il peso specifico del SiC ha fornito la frazione volumetrica del rinforzo) e questa è risultata pari al 19.4% in vol., in linea con i dati forniti dalla AMC.
I risultati delle analisi termiche differenziali, riportati nel termogramma di Fig.9, mostrano un unico picco endotermico a circa 653 °C, corrispondente alla fusione della matrice. Non sono stati evidenziati altri picchi prima di questo, che possano essere attribuiti ad una fusione parziale a bordo grano e/o all'interfaccia matrice-rinforzo, come invece riportato da altri lavori relativi a compositi con matrice in lega d'alluminio. L'assenza nel termogramma di questo picco di fusione parziale potrebbe anche essere imputata ad una modesta quantità di fase liquida dovuta a fenomeni di fusione parziale, quindi non evidenziabile con tecniche calorimetriche. Altri studi effettuati su compositi aventi matrice in lega d'alluminio 6061 rinforzata con $SiC_p$ [37] e sulla lega non rinforzata [38], hanno infatti mostrato come non fosse presente, in curve ottenute tramite analisi termiche differenziali, il picco endotermico associato a fenomeni di fusione parziale, pur avendosi egualmente un comportamento superplastico.

### Prove di superplasticità

In Fig.10 sono riportati i valori degli allungamenti a rottura, in funzione della temperatura di prova, alle velocità di deformazione che hanno dato i migliori risultati ($\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-1}$ e $1 \cdot 10^{-2}$ $s^{-1}$). E' interessante notare che tali velocità sono sensibilmente più elevate di quelle tipiche dei materiali superplastici tradizionali, generalmente comprese tra $10^{-5}$ e $10^{-3}$ $s^{1}$. Questo indica che il composito in oggetto presenta superplasticità ad elevata velocità di deformazione, un risultato estremamente interessante per le potenzialità di applicazione commerciale del processo SPF. I risultati delle prove evidenziano inoltre un comportamento superplastico, con valori degli allungamenti a rottura sempre superiori al 200%, nell'intero intervallo di temperature comprese tra 550 e 580 °C, alla velocità di $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$.

Il massimo allungamento a rottura, pari al 370%, è stato ottenuto alla velocità di deformazione di $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ e alla temperatura di 560 °C (Figg. 10-11). E' importante notare come questa temperatura sia molto vicina al valore di inizio fusione della matrice in lega di alluminio; questo consente di ipotizzare che la formazione di una piccola quantità di fase liquida, nel corso della deformazione, possa avere un ruolo importante quale processo di accomodamento del GBS, nonché al fine di ridurre eventuali stati tensionali che insorgono all'interfaccia matrice-rinforzo durante il flusso plastico, conducendo ad elevati allungamenti a rottura.
Le micrografie SEM delle superfici di frattura mostrano una microstruttura caratterizzata da grani equiassici (Fig.12), requisito fondamentale per la condizione di superplasticità. Nel provino che ha fornito il maggior allungamento a rottura (A=370%, con $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ e T=560 °C) è stata inoltre osservata la presenza di "filamenti" o "whiskers", aventi spessore di circa 1 μm e lunghezza fino a 20 μm (Fig.13), considerati evidenza sperimentale del fenomeno di fusione a bordo grano [39,40]. La morfologia di questi filamenti fa supporre che il meccanismo che conduce alla loro formazione sia un flusso viscoso di materiale allo stato liquido, presente ai bordi del grano.
A temperature superiori a 560 °C sono invece risultati più evidenti fenomeni di fusione della matrice, con conseguente incremento della decoesione intergranulare, che favorisce l'insorgere di rotture premature, con conseguenti modesti allungamenti a rottura.

## CONCLUSIONI

1. Sono state esaminate le caratteristiche microstrutturali e le proprietà superplastiche del composito AA6013+20%$SiC_p$, prodotto mediante metallurgia delle polveri e quindi sottoposto a trattamento termomeccanico di laminazione a caldo. E' stato evidenziato che tale trattamento è efficace nel produrre una microstruttura a grani molto fini, idonea al flusso superplastico.
2. La caratterizzazione superplastica è stata effettuata mediante prove monoassiali di trazione condotte a diverse temperature (520÷590°C) e velocità di deformazione ($10^{-4}$ ÷ $10^{-1}$ $s^{-1}$). Il composito studiato ha presentato comportamento superplastico, con allungamenti a rottura superiori

al 200%, ad elevata velocità di deformazione ($\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-1}\ s^{-1}$) nell'intervallo di temperature comprese fra 550 e 580 °C. Il massimo allungamento a rottura, pari al 370%, è stato misurato sul campione deformato a $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-1}\ s^{-1}$ ed alla temperatura di 560°C. Tale valore di temperatura è molto vicino alla temperatura di inizio fusione della lega e ciò consente di ipotizzare un ruolo importante della fase liquida all'interfaccia matrice/rinforzo e ai bordi di grano, come meccanismo di "accomodamento" del GBS durante la deformazione superplastica.

3. Le analisi delle superfici di frattura, effettuate mediante SEM, hanno confermato la presenza di una fase liquida al bordo grano e in corrispondenza delle interfacce, nelle condizioni di deformazione superplastica ottimale.

## RINGRAZIAMENTI

Questa ricerca è stata condotta con il contributo finanziario del MURST, nell'ambito del Programma di Ricerca Scientifica COFIN99 "Aspetti metallurgici e meccanici nella formatura net-shape di compositi a matrice in lega di alluminio".

## BIBLIOGRAFIA


1. N. Ridley, J. Pilling, Superplasticity, Ed. B.Baudelet and M.Suery, CNRS, Paris (1985).
2. N.E. Paton, C.H. Hamilton, Proc. Superpl. Forming of Struct. Alloys, AIME, San Diego,(1982), Pittsburgh, Pennsylvania (1982).
3. K.A. Padmanabhan, G.J. Davies, Superplasticity, Springer-Verlag, Berlin (1980).
4. J. J. Jonas, Superplastic Forming of Structural Alloys, Ed. N. E. Paton, C. H. Hamilton, TMS-AIME, Warrendale, (1982).
5. T.G. Nieth, R. Kaibishev, F. Musin, D. R. Lesuer, Superplasticity and Superplastic Forming, Ed. A. K. Ghosh, T. R. Bieler, (1998).
6. L. Ceschini, A. Afrikantov, Metall. Science and Technology, Vol.10 N.3, (1992), 41.
7. T. G. Nieth, C. A. Hensall, J. Wadsworth, Scripta Metall.,18 (1984), 1405.
8. J. Pilling, Scripta Metall., 23, (1989), 1375.
9. H. Xiaoxu, L. Qing, C. K. Yao, Y. Mei, J. Mater. Sci. Lett., 10, (1991), 964.
10. M. W. Mahoney, A. K. Ghosh, C. C. Bampton, in 6th Int. Conf. On Composite Materials and 2nd Eur. Conf. On Composite Materals, edito da F. L. Mattews, N. C. R. Buskell, J. M. Hodgkinson e J. Monton (Elsevier Applied Science, Londra 1986), 2, 372.
11. M. W. Mahoney, A. K. Ghosh, Metall. Trans. 18A, (1987), 653.
12. K. Higashi, T. Okada, T. Mukai, S. Tanimura, T. G. Nieth, J. Wadsworth, Scripta Metall. 26, Mater., (1992), 185.
13. K. Matsuki, H. Matsumoto, M. Tokizawa, Ntakatsuji, M. Isogai, S. Murakami, Y. Murakami, in Science and Engineering of Light Metal, Ed. Hirano, H. Oikawa e K. Ikeda (The Japan Institute of Light Metals, Tokyo 1991), 205.
14. M. Mabuchi , K. Higashi, Philos. Mag. Lett. 70, (1994), 1.
15. M. Mabuchi, K. Higashi, Wada, S. Tanimura, Scripta Metall. Mater., 26, (1992), 1269.
16. T. Imai, M. Mabuchi, Y. Tozawa, M. Yamada, J. Mater. Sci. Lett., 9, (1990), 255.
17. M. Mabuchi, K. Higashi, K. Inoue, S. Tanimura, Scripta Metall Mater.,26, (1992), 1839.
18. M. Mabuchi, K. Higashi, Y. Okada, S. Tanimura, T. Imai, K. Kubo, Scripta Metall Mater., 25, (1991), 2517.
19. M. Mabuchi, K. Higashi, Mater. Trans. JIM, 35, (1994), 399.
20. M Mabuchi, K. Higashi, Y. Okada, S. Tanimura, T. Imai, K. Kubo, Scripta Metall. Mater., 25, (1991), 2003.
21. M. Mabuchi, T. Imai, K. Kubo, K. Higashi, S. Tanimura, Mater. Lett., 12, (1991), 276.
22. M. Mabuchi, T. Imai, K. Kubo, K. Higashi, Y. Okada, S. Tanimura, Mater. Lett., 11, (1991), 339.
23. M. Mabuchi, K. Higashi, K. Inoue, S. Tanimura, T. Imai, K. Kubo, Mater. Sci. Eng., A156, (1992), L9.
24. M. Mabuchi, K. Higashi, S. Tanimura, T. Imai, K. Kubo, Scripta Metall. Mater. 25, (1991), 1675.
25. M. Mabuchi, T. Imai, K. Kubo, K. Higashi, S. Tanimura, Mater. Lett., 12, (1991), 330.
26. T. Imai, G. L'Esperance, B. Hong, Y.Tozawa, M. Mabuchi, 1993 Powder Metallurgy World Congress, Ed. Y. Bando e K. Kosuge (Japan Society of Powder and Powder Metallurgy 1993), 634.
27. M. Y. Wu, O. D. Sherby, Scripta Metall. 18, (1984), 773.
28. G. Gonzales-Doncel, S. D. Karmakar, A. P. Divecha, O. D. Serby, Composites Sci. Tech., 35, (1989), 105.
29. K.Higashi, M.Mabuchi, Mat. Sci. Forum, Vols. 243-245 (1997), 267.
30. M.Mabuchi, K.Higashi, Acta Mater., Vol. 47, No. 6, (1999),.1915.
31. T. G. Nieth, J. Wadsworth, T. Imai, Scripta Metallurgica et Mat., vol.26, (1992), 703.
32. H.G. Jeong, K. Hiraga, M. Mabuchi, K. Higashi, Acta Mater., 46 (1998), 6009.
33. M.Mabuchi, K.Higashi, Key Eng. Mat. Vols. 104-107 (1995) .225.
34. K. Higashi, Mat. Sci. and Techn., 11-12 Vol.16 (2000), 1320.
35. T. Mukai, T.G. Nieh, H. Iwasaki, K. Higashi, Mater. Sci. Technol., 42 (1995), 758.
36. M. Mabuchi, K. Higashi, Phil. Mag. A, 74 (1996), 887.
37. W.J.Kim, Y.S.Lee, S.J.Moon, S.H.Hong, Mat. Sci. & Techn., Vol.16 (6) (2000), 675.
38. W.J.Kim, S.H.Hong, J.H.Lee, Mat. Sci. & Eng. A298 (2001), 166.
39. Y.Takayama, T.Tozawa, H.Kato, Acta Mat., Vol.47, No4, (1999), 1263.
40. W.D.Cao, X.P.Lu, H.Conrad, Acta Mat., Vol.44 (1996), 697.

## ABSTRACT



### SUPERPLASTIC BEHAVIOUR OF METAL MATRIX COMPOSITES

#### Introduction

*Superplasticity is the ability of some polycrystalline materials to exhibit very high tensile elongations prior to failure (Fig.1). This behaviour is generally observed in materials with a fine grain size (<10 μm), deformed at high temperature ($T \geq 0.4T_m$) and very low strain rates ($10^{-5}$-$10^{-3}$ $s^{-1}$) [1-5]. The possibility to obtain very large deformation, under low flow stress, permits to use the superplastic properties in a forming technique, named superplastic forming (SPF) similar to thermoforming of plastic materials [6]. The SPF technique, mainly when combined with Diffusion Bonding (SPF/DB), is advantageous for applications in different fields (Fig.2).*

*The materials generally used for the production of superplastically formed components are generally Al and Ti alloys and also some steels. Recently, several studies also demonstrated that metal matrix composites (MMCs) could exhibit superplasticity [7-28] at relatively high strain rates ($\geq 10^{-2}$ $s^{-1}$). These strain rates are considerably higher than the typical forming rates used for conventional superplastic materials, and rather close to commercial hot working rates. High strain rate superplasticity (HSRS) is therefore very attractive for commercial applications, because can lead to high productivity in fabrication of products with complicated shapes. In addition, in the case of materials difficult to shape or machine with conventional techniques (such as MMCs), HSRS will significantly reduce the production costs.*

*To date, however, a sufficient understanding of the mechanisms involved in HSRS of aluminium based composites has not been reached and therefore further studies are necessary.*

*The aim of this work was to study the possibility of achieving high strain rate superplasticity in a recently developed 6013/$SiC_p$ composite, produced by a special powder metallurgy route using a proprietary high-energy mixing process. Few data, in fact, are available on superplasticity of 6061/$SiC_p$ composites, while no data are reported for composites based on the 6013 Al alloy.*

#### Superplasticity in metal matrix composites

*The superplastic behaviour depends upon composition, microstructure, temperature and strain rate. The high ductility of superplastic materials, moreover, is related to a high value of the index m, strain rate sensitivity of flow stress (m>0.3), defined in the constitutive equation $\sigma = k\dot{\varepsilon}^m$, where $\sigma$ is the true stress, $\dot{\varepsilon}$ the true strain rate, k a characteristic of the material and testing temperature. The index m is the slope of the $\log\sigma - \log\dot{\varepsilon}$ curve (Fig.3) and, as shown in Fig.3-b, it reaches a maximum value in the region II, which therefore defines the range of strain rates for the observation of the superplastic behaviour (generally between $10^{-3}$ and $10^{-5}$ $s^{-1}$). Also the testing temperature is important: generally a temperature increase leads to a reduction of the flow stress and permits to use higher strain rates.*

*As regard to the microstructural requirements it is necessary to have a fine grain size (d< 10 μm), stable at the deformation conditions, in order to help the grain boundary sliding (GBS), the main deformation mechanism of superplastic flow.*

*To date, it has been demonstrated that many aluminium matrix composites exhibit superplasticity at high strain rates ($\dot{\varepsilon} > 10^{-2}$ $s^{-1}$), as shown by the data in Table I [7-28]. These strain rates are considerably higher than the typical forming rates used for conventional superplastic materials*

*It is recognized that high strain rate superplasticity (HSRS) is associated with a very small grain size (approximately ≤5 μm), as shown by the plot in Fig.4, in which the variation in superplastic strain rate as a function of the inverse grain size is reported. Therefore, the most important requirement to achieve HSRS, from a microstructural point of view, is the presence of a very small grain size, stable at the deformation temperature.*

*With regard to the deformation mechanisms, it is accepted that grain boundary sliding (GBS) is the dominant deformation process of HSRS, as well as conventional superplasticity. For metal matrix composites, interfacial sliding at matrix/reinforcement also plays an important role [30]. In these materials, in fact, the ceramic reinforcements generally hamper GBS and/or act as stress concentrators, causing excessive cavity formation, which leads to premature failure (Fig.5-a). Special accommodation mechanisms are, therefore, required to relax the high stress concentrations at the reinforcement/matrix interfaces. Recently, it has been noted [31] that in many superplastic aluminium matrix composites a maximum elongation to failure is attained at a temperature that is close to or slightly above the partial melting temperature, where melting occurs locally at the interfaces and/or grain boundaries (Fig.5-b). In-situ TEM and high resolution electron microscopy (HREM) has confirmed experimentally both the presence of partial melting along the interfaces at superplastic temperatures in aluminium alloy matrix composites and its significance to high strain rate superplasticity. In particular, for Al-Mg-Si/$Si_3N_4$ composites, the formation of liquid phase during superplastic deformation, was related to Mg, Cu and Si segregation at the interfaces, which lowered the melting point of these regions [32]. Figure 6 shows the elongation to failure as a function of temperature for the $Si_3N_{4p}$/AlMgSi composites: it should be noted that a maximum elongation to failure was attained at temperature close to the partial melting temperature (shown by an arrow) [33]. Superplastic temperature, partial melting temperature, solidus temperature and superplastic properties in several MMCs showing HSRS are listed in Table II [33].*

*However, several studies also showed that the presence of liquid phases not always lead to HSRS, because too much liquid causes intergranular decohesion at liquid grain boundaries, with following intergranular fracture and very limited elongations. HREM observations evidenced that, for attaining high strain rate superplasticity, the liquid phase should be less than 1% in volume fraction, less than 30 nm in thickness and discontinuously distributed [34]. Therefore, a liquid phase is required to be very thin, both in order to relax the stress concentrations and to limit decohesion at liquid boundaries. Some composites (such as $SiC_p$/Mg-Zn-Zr, $Mg_2Si$p/Mg-Zn e $SiC_p$/Mg-Zn-Zr) also exhibit high strain rate superplasticity in a solid state containing no liquid phases. For these composites, the local stress caused by sliding at interfaces is lower than the applied local stress at the interfaces. In this case no stress concentrations are caused at the interfaces, which, consequently, are not sites for cavity nucleation [35,36].*

#### Material and experimental procedure

*The composite used in this study consisted of a 6013 (Al–Mg–Si-Cu) Al alloy matrix, which nominal composition is reported in Table I, reinforced with about 20vol.% of SiC particles, supplied by Aerospace Metal Composite (UK). The mechanical properties of the composite are reported in Table IV. In order to develop a superplastic microstructure, the billet was hot-rolled and reduced from 100 mm diameter down to a final thickness of 3 mm (10% per pass); the*

*preheat of the sheet, prior to rolling, was 475 °C.*
*The microstructural characterization of the composite, before the superplastic tests, was carried out by means of optical and scanning electron microscopy (OM, SEM). A differential thermal analysis (DTA) was also carried out in order to find any evidence for partial melting. The DTA run started at room temperature, ended at 700 °C and was made with a constant heating rate of 10 °C/min, under Ar atmosphere.*
*Uniaxial tensile tests were carried out at constant crosshead velocity, with a testing machine equipped with a three–zone electric resistance furnace. The superplastic tests were carried out in air, at various temperatures, in a range between 520 and 590 °C, and with initial strain rates ranging from $1 \cdot 10^{-4}$ to $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$. Tensile specimens of 10 mm gauge length and 5 mm width were machined from the hot-rolled sheet (3 mm thickness) with the tensile axis parallel to the rolling direction (Fig.7). The fracture surfaces of the specimens, after the superplastic tensile tests, were analysed by SEM.*

## Results and discussion

### *Microstructural characterization*

*The microstructural analyses, carried out by OM and SEM, evidenced the presence of very fine (< 3 μm) and homogeneously distributed SiC particles. The average grain size of the aluminium alloy matrix ranged between 1 to 3 μm. OM and SEM micrographs of the composite are shown in Fig.8 (a-b). A DTA thermogram of the composite, from room temperature to 700 °C, is reported in Fig.9. As can be seen from this figure, there is only a large endothermic peak at a temperature of about 653 °C.*
*The absence of any small peak in our composite could attest either that partial melting did not occur at all, or that the amount of liquid phase formed by partial melting was too small to be detected by DTA recording.*

### *Superplastic tests*

*Fig.10 shows the effect of temperature on elongation-to-failure of the present material, at two different strain-rates of $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ and $1 \cdot 10^{-2}$ $s^{-1}$. The composite exhibited a maximum elongation to failure of 370% at a temperature equal to 560 °C, which is very close to the temperature value at which the melting of the composite starts (as shown by DTA), with a strain rate of $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$ (Fig.11). This strain rate value, significantly higher than those generally observed in superplastic materials (ranging from $10^{-3}$ to $10^{-4}$ $s^{-1}$), indicate that the studied composite exhibits high strain rate superplasticity.*
*This optimum superplastic strain rate may be attributed to the fine grain size of the composite.*
*Relatively small elongations, instead, were obtained at the lower strain rate of $1 \cdot 10^{-2}$ $s^{-1}$, with a maximum of about 200% at a temperature of 535 °C. The fracture surfaces were observed by SEM in order to explain the reason for which the peak elongation in the AA6013-20vol.%$SiC_p$ composite is obtained at 560 °C. A typical SEM micrograph of the fracture surface of specimen tested at 560 °C, under a strain rate of $1 \cdot 10^{-1} s^{-1}$, is shown in Fig.13. Typical filaments (that were also called "whiskers" or "fibers") can be clearly seen; they are, generally, as fine as 1 μm and more than 20 μm long. Their formation in superplastic materials is frequently reported and it is generally thought as the evidence of the existence of a liquid phase, present at the grain boundaries or at the matrix/reinforcement interfaces, during the deformation [39,40]. The morphology of these filaments suggested that the formation mechanism is more likely viscous-flow of a liquid-like substance originally at the grain boundaries, and moreover, that the mechanism of the grain boundary sliding could also be viscous flow of a liquid-like, grain boundary material.*

## Conclusions

1. *The microstructural characteristic of an AA6013+20vol.%$SiC_p$ composite, produced by powder metallurgy and hot-rolled have been sudied. The thermomechanical treatment led to a significative grain refinement of the aluminium alloy matrix.*
2. *The superplastic properties have been investigated by means of uniaxial tensile tests, carried out at different temperatures (520 ÷ 590°C) and strain rates ($1 \cdot 10^{-4}$ $s^{-1}$ ÷ $10^{-1}$ $s^{-1}$). A maximum elongation of 370 % was obtained at 560 °C, with a strain rate of $1 \cdot 10^{-1}$ $s^{-1}$, indicating that the composite is superplastic at high strain rate. This temperature value is very close to the temperature at which melting of the composite starts, and this suggests that, probably, also in this composite the presence of a liquid phase at the interfaces and grain boundaries could play an important role as an accommodation mechanism for the GBS, during the superplastic deformation.*
3. *Filaments were observed on the fracture surfaces of the composite tested at the optimum superplastic condition. Their formation is generally thought as the evidence of the existence, during the deformation, of a liquid phase at the grain boundaries and/or at the interfaces.*