

Effetto della velocità di deformazione sulla corrosione sotto sforzo di leghe di alluminio saldate tramite friction stir welding

S. Lorenzi, N. Galizzi, M. Cabrini, S. Bocchi, G. D'Urso, C. Giardini, C. Testa, T. Pastore

Il lavoro valuta il comportamento a corrosione sotto sforzo di giunti di leghe AA 2024-T3 e AA 7075-T6 saldate tramite tecnologia friction stir welding attraverso prove di deformazione lenta a temperatura e umidità controllate precedute da un periodo di pre-corrosione in soluzione NaCl 0,6 M. L'esecuzione della saldatura modifica la microstruttura delle leghe tramite l'azione meccanica di deformazione plastica e il calore generato per attrito; si osserva che il materiale base, il nugget e le zone termo-meccanicamente alterate sono caratterizzati da differenti durezza e, di conseguenza carico di snervamento e rottura. Durante la prova di trazione, queste zone subiscono una diversa deformazione e, conseguentemente, differente velocità di deformazione. Per valutarne la deformazione reale, si è ricorso alla "digital image correlation" durante la prova di trazione. Per entrambe le leghe la deformazione si concentra nelle zone termo-meccanicamente alterate mentre le prove di trazione lenta (slow strain rate - SSR) mostrano che le varie zone di saldatura presentano una diversa suscettibilità alla corrosione sotto sforzo (SCC).

PAROLE CHIAVE: AA 2024-T3; AA 7075-T6, FRICTION STIR WELDING (FSW),
CORROSIONE SOTTO SFORZO

INTRODUZIONE

Le leghe di alluminio alto resistenziali AA 2024-T3 e AA 7075-T6 possono manifestare fenomeni di corrosione sotto sforzo (SCC) in soluzione aerata di cloruri in presenza di un'opportuna sollecitazione meccanica [1]. Precedenti lavori [2] hanno dimostrato che la saldatura tramite friction stir welding (FSW) [3] modifica localmente la microstruttura delle due leghe [3] [4] [5] modificandone il comportamento a corrosione e, in particolare nei confronti della SCC [6] [7]. Tuttavia, le prove svolte in precedenti lavori non hanno permesso di evidenziare chiaramente il fenomeno. Lo scopo di questo lavoro è lo studio della correlazione tra lo stato di sollecitazione meccanica che si instaura nel giunto saldato durante la prova di trazione lenta con i fenomeni di SCC, attraverso l'impiego di tecniche di "digital image correlation".

Metodologia sperimentale

La sperimentazione è stata condotta sulle leghe AA2024-T3 e AA7075-T6 fornite da Aviometal S.p.a. sotto forma di lamiera 4 mm x 1000 mm x 2000 mm. La loro composizione chimica e le proprietà meccaniche allo stato di fornitura sono riportate in Tabella 1. Le saldature sono state eseguite su lamiera di dimensione 200 mm x 80 mm x 4 mm. I dettagli

**S. Lorenzi, N. Galizzi, M. Cabrini,
C. Testa, T. Pastore**

Università di Bergamo - Dipartimento di Ingegneria e Scienze
Applicate

S. Bocchi, G. D'Urso, C. Giardini

Università di Bergamo - Dipartimento di Ingegneria Gestionale,
Informazione della Produzione

della saldatura sono descritti in [2]. La saldatura è stata effettuata sia in direzione parallela sia perpendicolare a quella di laminazione, i provini di trazione sono stati ricavati con la saldatura al centro del tratto utile, secondo quanto riportato nella norma UNI EN ISO 6892-1. La linea del cordone di saldatura passa per il punto medio del tratto calibrato, in modo che siano presenti le tre zone di saldatura: la parte centrale, soggetta a completa ricristallizzazione (nugget), le zone termomeccanicamente e termicamente alterate, (rispetti-

vamente TMAZ e HAZ)) e il materiale base. Inoltre, dal momento che il giunto saldato è leggermente più sottile delle lamiere, i provini sono stati fresati fino a 3 mm, per ottenere uno spessore uniforme su tutto il tratto calibrato. Il tratto utile è stato infine lucidato con carte abrasive fino a 800 grit. Prima dell'esposizione dei provini in ambiente, si sono attese 48 ore in modo da permettere la formazione di uno strato di ossido stabile su tutta la superficie.

Tab.1 -Composizione chimica e proprietà meccaniche delle leghe studiate – Chemical composition and mechanical properties of the tested alloys

Lega	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Rm [MPa]	Rp _{0.2} [MPa]	A [%]
2024-T3	bulk	0.06	0.09	4.5	0.46	1.4	0.08	0.04	0.03	464	344	16
7075-T6	bulk	0.05	0.103	1.531	0.008	2.54	5.728	0.039	0.202	576	512	13.5

Le prove di corrosione sono state eseguite in base a quanto riportato da Holroyd et al. [8]; i provini sono stati immersi per 7 giorni in soluzione aerata di NaCl 0,6 M a 23 °C, in seguito sono stati sottoposti alla prova di trazione in aria con velocità di deformazione, valutata su tutta la lunghezza della parte calibrata del provino (L_c) pari a 0,002, $10^{-7} s^{-1}$ e $10^{-8} s^{-1}$. Le prove a velocità di deformazione lenta sono state eseguite controllando la temperatura e l'umidità relativa della stazione di prova, pari rispettivamente a 23° C e 60%. L'umidità relativa dell'ambiente di prova è stata mantenuta costante in modo da evidenziare eventuali fenomeni di environmental assisted cracking, come riportato in [8]. Al termine delle prove, le curve sforzo deformazione sono state linearizzate per tener conto della cedevolezza della macchina. La digital image correlation (DIC) è una tecnica di misura senza contatto che permette la valutazione degli spostamenti e delle deformazioni dell'oggetto da esaminare tramite l'elaborazione numerica di immagini digitali acquisite nelle diverse condizioni di sollecitazione o deformazione; in questo lavoro è stata utilizzata come video-estensimetro per la prova di trazione. Durante la prova sono state scattate delle fotografie ritraenti i provini in trazione con un frame rate prefissato. La conoscenza degli istanti temporali in cui ciascuna fotografia è stata acquisita ha permesso di valutare la velocità di deformazione. Le prove di trazione sono state eseguite con una velocità di deformazione media stimata sulla lunghezza della parte calibrata pari a $0.001 s^{-1}$. La superficie del provino è stata levigata con carta abrasiva 240 grit, quindi il tratto calibrato è stato verniciato con una vernice acrilica bianca

opaca, poi è stato realizzato manualmente un pattern stocastico di puntini di vernice nera, denominati speckles. È stato acquisito un fotogramma al secondo. Il software utilizzato per la correlazione delle immagini digitali è GOM Correlate 2019, che permette di misurare gli spostamenti e le deformazioni globali e locali dal tracciamento della posizione degli speckles. La risoluzione del campo di spostamenti delle facet sulla superficie in esame ha permesso di ricavare la distribuzione delle deformazioni ingegneristiche nella direzione di trazione. Inoltre, grazie alla conoscenza degli istanti temporali in cui ciascun fotogramma è stato acquisito, è stato possibile ricavare anche la distribuzione della velocità di deformazione lungo tutto il tratto calibrato del provino e ricostruire le curve sforzo deformazione delle singole zone della saldatura.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Il comportamento delle due leghe nelle prove SSR è stato analizzato sulla base della diversa deformabilità del tratto utile, evidenziata tramite visiodeformazione, confermando ciò che era stato osservato in precedenti lavori attraverso il profilo di durezza del giunto saldato [2] [6] [7]. La Fig. 1a-d mostra la mappa dei colori con la distribuzione della deformazione in direzione della sollecitazione sul tratto calibrato nell'istante precedente la rottura dei provini. Entrambe le zone termicamente alterate sono deformate plasticamente, ma una sola giunge a rottura. Per entrambe le leghe, la velocità di deformazione delle zone termicamente alterate è circa un ordine di grandezza superiore rispetto a quella

teorica, calcolata considerando la deformazione uniforme di tutto il tratto utile. Inoltre, le curve sforzo/deformazione, ricostruite sulla base dei risultati della visiodeformazione (Fig. 1 (e) e (f)) mostrano come il nugget di entrambe le leghe cessi di essere sollecitato quando inizia la deformazione significativa della zona termicamente alterata. I risultati delle prove SSR dopo pre-corrosione della lega AA 2024-T3 sono stati presentati in un precedente lavoro [9]. Le curve sforzo deformazione non hanno mostrato differenze sostanziali tra l'ambiente promotore di SCC e l'inerte; i provini giungono a rottura in corrispondenza della zona di confine tra nugget e TMAZ. L'esame della superficie di frattura non identifica zone di avanzamento di corrosione sotto sforzo, sono presenti delle cricche intergranulari che si arrestano dopo qualche decina di micron di propagazione [9]. Viceversa, è possibile osservare delle cricche intergranulari innescate

dagli attacchi di pre-corrosione nel nugget dove la lega risulta maggiormente suscettibile a SCC (Fig.2a). Nel nugget infatti, si ha ricristallizzazione, solubilizzazione dei precipitati indurenti e la loro precipitazione sul bordo di grano che ne aumentano la suscettibilità a SCC [10]. I precipitati di Al_2Cu -Mg favoriscono la rottura del film di passività e l'ingresso di idrogeno al bordo di grano [11], in questo modo, durante la trazione, si ha la propagazione delle cricche intergranulari. Tuttavia, queste cricche non riescono a propagare fino alla rottura del provino, poiché, una volta che si innesca la deformazione plastica delle zone termicamente alterate, (come dimostrato dalla visiodeformazione) la zona del nugget cessa di essere deformata. La suscettibilità a SCC del nugget è quindi mascherata dall'addolcimento delle zone termicamente alterate.

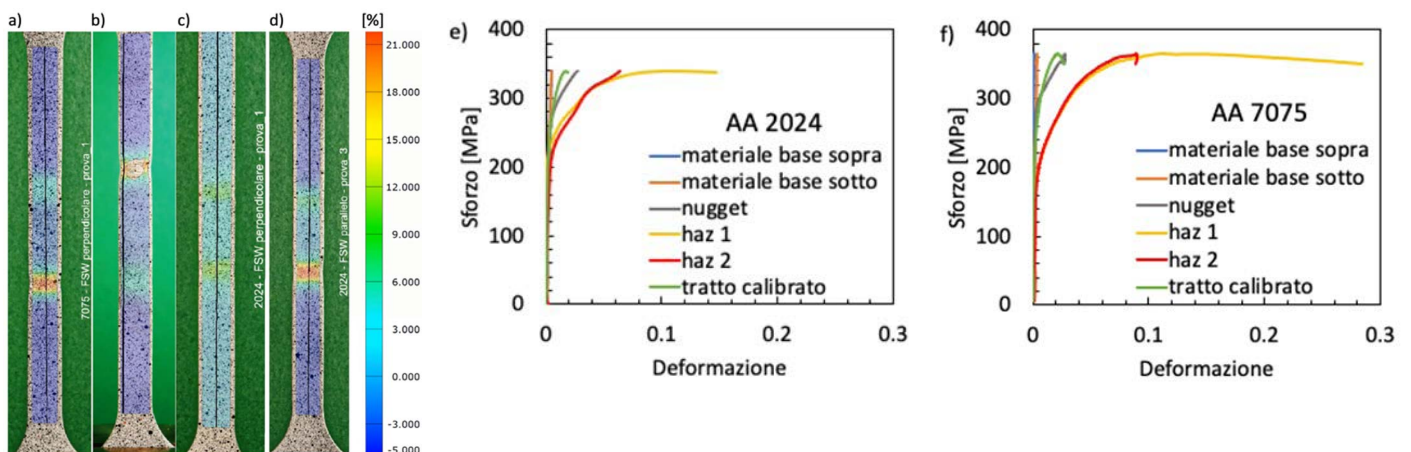


Fig.1 – (a, b, c, d) Distribuzione della deformazione nell'istante precedente la rottura dei provini: a) 2024 FSW perpendicolare; b) 2024 FSW parallela; c) 7075 FSW perpendicolare; d) 7075 FSW parallela. (e, f) Curve sforzo-deformazione delle zone del giunto saldato e del materiale base nel caso di provino (e) AA 2024 e (f) 7075 saldati FSW perpendicolarmente alla direzione di laminazione / (a, b, c, d) Strain distribution just before the failure of the specimens: a) 2024 FSW perpendicular; b) 2024 FSW parallel; c) 7075 FSW perpendicular; d) 7075 FSW parallel. (e, f) Stress vs strain curves of the different zones of the weld and base materials for the specimen (e) AA 2024 and (f) 7075 FSW perpendicularly to the rolling direction

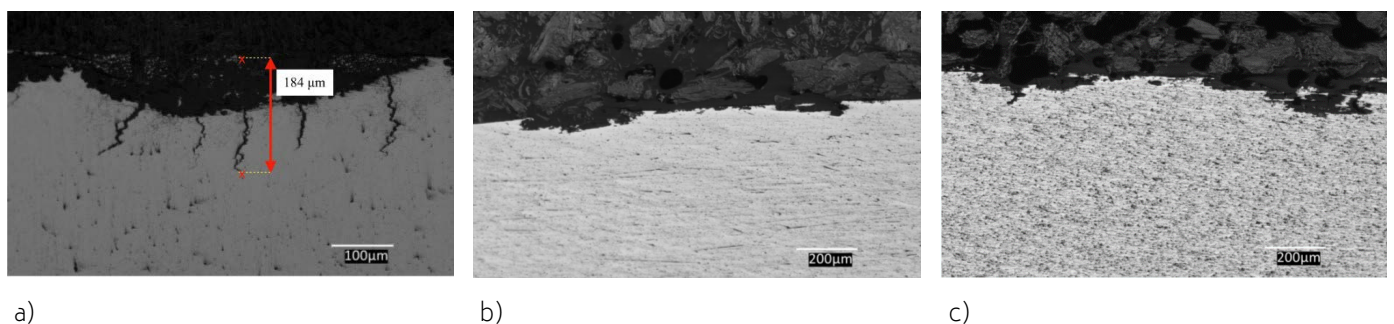


Fig.2 – (Sezioni metallografiche dei provini (a) AA 2024 FSW nugget; (b) e (c) AA 7075 FSW HAZ rispettivamente (b) perpendicolare e (c) parallela alla direzione di laminazione / Metallographic section of the specimens (a) AA 2024 FSW nugget; (b) and (c) AA 7075 FSW HAZ (b) perpendicular and (c) parallel to the rolling direction, respectively.

Viceversa, la lega AA7075 presenta rottura in corrispondenza delle zone termicamente alterate, dove si concentrano gli attacchi localizzati innescati dalla precorrosione. La superficie di frattura mostra numerosi inneschi (Fig. 3a) che propagano in modo fragile solo per poche decine di micron, non alterando in modo significativo l'andamento della curva sforzo deformazione rispetto all'inerte. Gli attacchi della precorrosione si allargano seguendo principalmente il bordo di grano allungato nella direzione di trazione, senza dar luogo a delle cricche (Fig. 2 b-c). Sembrerebbe pertanto che non siano presenti fenomeni di SCC. Tuttavia, la superficie di frattura dei provini dopo la pre-corrosione e la prova SSR appare completamente differente da quella del metallo base in aria senza pre-corrosione (Fig. 3b e c): nel primo caso si osserva una marcata separazione per taglio tra i grani, oltre a piccole faccette di quasi-clivaggio e sporadici dimples, mentre la superficie di frattura meccanica (Fig.3 c) appare mista con ampie

zone di clivaggio e strappi duttili. Inoltre, la deformazione a rottura del provino della lega 7075 aumenta al crescere della velocità di deformazione, indicando l'aumento della duttilità della lega. L'effetto termo-meccanico della FSW nella HAZ/TMAZ provoca la coalescenza al bordo di grano dei precipitati nanometrici di $MgZn_2$ formati dal trattamento T6 [12]. Questi precipitati sono anodici rispetto alla matrice e, corrodendosi preferenzialmente durante la pre-corrosione, alcalinizzano la superficie destabilizzando il film di passività. In questo modo la lega subisce un'intensa corrosione, che produce una notevole quantità di idrogeno. L'insorgenza di un meccanismo tipo di hydrogen enhanced local plasticity (HELP) sulle leghe Al-Zn [13] permetterebbe di interpretare sia l'effetto della velocità di deformazione osservato sui provini precorrosi sottoposti a trazione lenta al 60% di U.R., sia la morfologia di frattura. Tuttavia, tale ipotesi è in corso di conferma attraverso ulteriori prove sperimentali.

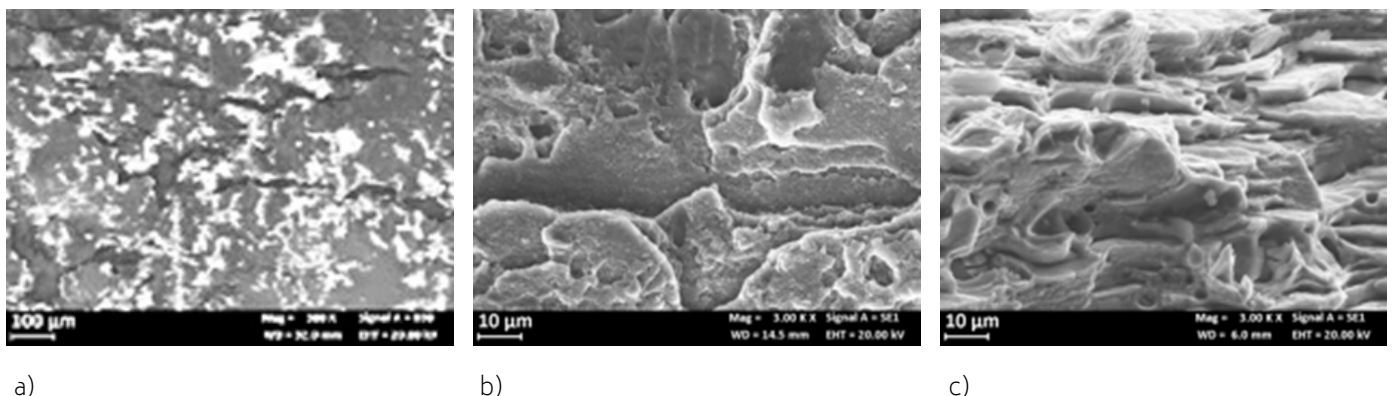


Fig.3 – (a) immagine macro della superficie laterale del provino di lega AA-7075 saldato in direzione perpendicolare dopo pre-corrosione e prova SSR a $10^{-8} s^{-1}$; (b) particolare della superficie di frattura del provino in (a); (c) particolare della superficie di frattura della lega AA 7075-T6 dopo la prova di trazione in aria senza pre-corrosione / (a) SEM image of the lateral surface of the AA7075 specimen welded perpendicularly to the rolling direction after the pre-corrosion and the SSR test at strain rate $10^{-8} s^{-1}$; (b) close-up of the fracture surface of (a); fracture surface of the AA 7075-T6 in air without pre-corrosion.

CONCLUSIONI

Nel presente lavoro la digital image correlation è stata impiegata per la caratterizzazione meccanica di giunti saldati per FSW delle leghe di alluminio AA 2024-T3 e AA-7075-T6, ottenendo la distribuzione della deformazione plastica e della velocità di deformazione nelle diverse zone del giunto saldato sottoposto a trazione. I risultati ottenuti hanno permesso di distinguere un diverso comportamento nei confronti della corrosione sotto sforzo delle due leghe considerate:

- la lega AA 2024 risulta suscettibile nel nugget, che tuttavia ha maggiori caratteristiche meccaniche ri-

spetto alla TMAZ/HAZ. Durante la prova di trazione il nugget cessa di essere deformato all'inizio della deformazione delle TMAZ/HAZ, pertanto le cricche innescatesi nella fase iniziale della curva cessano di propagare;

- la lega AA 7075 mostra la presenza di cricche laterali in corrispondenza degli attacchi localizzati in TMAZ/HAZ, tuttavia tali attacchi mostrano maggiore propensione a propagare lungo il bordo di grano piuttosto che in direzione perpendicolare alla direzione di trazione.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] Burleigh, T.D. Postulated mechanisms for stress corrosion cracking of aluminum alloys. A review of the literature 1980–1989. *Corrosion* 1991, 47, 89–98.
- [2] Bocchi S, Cabrini M, D'Urso G, et al. Stress enhanced intergranular corrosion of friction stir welded AA2024-T3. *Eng. Fail. Anal.* 2020; 111: 104483
- [3] Mishra R, Ma Z. Friction stir welding and processing. *Mat. Sci. Eng. R: Reports.* 2005; 50: 1-78.
- [4] Azimzadegan T, Serajzadeh S. An Investigation into Microstructures and Mechanical Properties of AA7075-T6 during Friction Stir Welding at Relatively High Rotational Speeds. *J. Mat. Eng. Perf.* 2010; 19: 1256–1263.
- [5] Sutton M, Yang B, Reynolds, Taylor R. Microstructural studies of friction stir welds in 2024-T3 aluminum. *Mat. Sci. Eng. A.* 2002; 323: 160–166.
- [6] Cabrini M, Bocchi S, D'Urso G et al. Stress Corrosion Cracking of Friction Stir-Welded AA-2024 T3 Alloy. *Materials.* 2020; 13: 2610.
- [7] Cabrini, M., Bocchi, S., D'Urso, et al. Effect of load on the corrosion behavior of friction stir welded AA 7075-T6 aluminum alloy. *Materials.* 2020; 13: 2600.
- [8] Holroyd N, Evans J, Scamans G, Pre-exposure embrittlement of an Al-Cu-Mg alloy, AA2024-T351, *Corr. Rev.*, 2015; 33: 361-372.
- [9] Cabrini M, Lorenzi S, Testa C, Pastore T, et al. Corrosione sotto sforzo di una lega alluminio-rame indurente per precipitazione saldata tramite friction stir welding. *Metallurgia Italiana.* 2021; 113: 6-14.
- [10] Wang W, Li T, Wang K et al. Effect of Travel Speed on the Stress Corrosion Behavior of Friction Stir Welded 2024-T4 Aluminum Alloy. *J. Mater. Eng. Perform.* 2018; 1820–1828.
- [11] Chao P, Karnesky R, Hydrogen isotope trapping in Al-Cu binary alloys,» *Mat. Sci. Eng. A* 2016; 658: 22-428.
- [12] Lumsden J, Mahoney M, Pollock G, Rhodes C, Intergranular Corrosion Following Friction Stir Welding of Aluminum Alloy 7075-T651. *Corrosion.* 1999; 55: 1127-1135.
- [13] Oger L, Malard B, Odemer G, Peguet L, Blanc C, Influence of dislocations on hydrogen diffusion and trapping in an Al-Zn-Mg aluminium alloy. *Mat. Des.* 2019; 180: 107901.

Effect of strain rate on stress corrosion cracking of aluminium alloys friction stir welded

The work is devoted to the study of the stress corrosion cracking behavior of AA 2024-T3 and AA 7075-T6 joints welded by friction stir welding technology. Stress corrosion cracking tests under controlled temperature and humidity were performed after exposure in 0.6 M NaCl solution. The FSW process modifies the microstructure of the alloys due to the occurrence of severe plastic strain at the welding and the heat generated by the friction. The hardness values measured at the bare material, the nugget and the thermo-mechanically affected zones are very different, thus confirming significant differences in terms of intrinsic tensile properties. During the tensile test, the distribution of the plastic deformation as well as the strain rate at these zones is strictly dependent upon the local tensile behavior of the material. Digital image correlation techniques were then applied during the tensile tests to quantify the local material behavior during the loading. For both the alloys, a significant increase in the local plastic deformation was noticed at the thermo-mechanically affected zones. Therefore, the susceptibility to stress corrosion cracking (SCC) evaluated by means of slow strain rate (SSR) tests showed a marked dependency upon the local material behavior after the FSW process.

KEYWORDS: AA 2024-T3; AA 7075-T6, FRICTION STIR WELDING (FSW), STRESS CORROSION CRACKING