

Sulla relazione tra creep, rilassamento e anelasticità in leghe per alta temperatura

D. Ripamonti, D. Della Torre, R. Donnini, M. Maldini

L'impiego di un materiale strutturale a temperatura elevata richiede la caratterizzazione delle sue proprietà meccaniche. Due tra le proprietà più comunemente indagate per tale scopo sono la capacità di resistere alla deformazione da creep e di resistere al rilassamento degli sforzi. Le relative prove, eseguite a temperatura costante, consistono rispettivamente nell'applicazione di un carico costante e nella conseguente registrazione della deformazione nel tempo, e nell'imposizione di una deformazione totale e nella registrazione della diminuzione dello sforzo applicato nel tempo. I meccanismi fisici che danno luogo al creep e al rilassamento sono sostanzialmente gli stessi, e questo costituisce un potente incentivo a trovare relazioni che permettano di correlare i risultati delle prove, tanto più se si considera che le due prove hanno vantaggi e svantaggi complementari: la prova di creep ha solitamente maggior durata e minor costo, la prova di rilassamento minor durata e maggior costo. Approcci semplici, come l'ipotizzare una legge di potenza tra sollecitazione e velocità di deformazione plastica, non sono in grado di descrivere adeguatamente i risultati sperimentali, e non necessariamente solo per eccesso di semplificazione nella modellizzazione. La tecnica sperimentale di ripetere prove di rilassamento degli sforzi sul medesimo campione ha mostrato risultati promettenti nel correlare prove di creep di rilassamento che possono essere descritte da equazioni basate sul classico formalismo della meccanica del danneggiamento (Continuum Damage Mechanics, CDM).

Si tenterà inoltre di chiarire il ruolo della deformazione anelastica (deformazione reversibile, come quella elastica, ma dipendente dal tempo), che assume importanza nelle fasi iniziali delle prove di creep e di rilassamento.

PAROLE CHIAVE: CREEP, RILASSAMENTO, ANELASTICITÀ, ALTA TEMPERATURA

INTRODUZIONE

Il presente lavoro si propone di chiarire le relazioni tra creep, rilassamento degli sforzi e anelasticità, fenomeni che si possono presentare contemporaneamente rendendo difficile discriminarli. È opportuno partire da una definizione dei tipi di comportamento meccanico, sulla base delle relazioni costitutive che legano sforzo e deformazione. Facendo riferimento a un testo classico di Nowick e Berry [1], un materiale ideale elastico soddisfa contemporaneamente tre condizioni:

1. la relazione sforzo-deformazione è biunivoca (a uno sforzo corrisponde una sola deformazione, e viceversa). La completa recuperabilità della deformazione elastica è un corollario di questa condizione;
2. l'equilibrio viene raggiunto istantaneamente;
3. la risposta è lineare.

Dario Ripamonti, Davide Della Torre,
Riccardo Donnini, Maurizio Maldini

Consiglio Nazionale delle Ricerche, Istituto ICMATE

Se una o più di queste condizioni non sono rispettate, si presentano altri casi: ad esempio, se cade la condizione numero 3 si ha la cosiddetta elasticità non lineare, se cadono la numero 1 e la numero 3 si ha plasticità ideale. Anche la superelasticità, ad esempio esibita dai materiali a memoria di forma, ricade in quest'ultimo caso. Se cade invece la condizione numero 2, si parla di comportamento anelastico. La deformazione anelastica, quindi, è una deformazione per cui si ha un unico valore di deformazione di equilibrio in risposta a una sollecitazione e viceversa. Questo comporta, come corollario, che la deformazione anelastica è una deformazione recuperabile, purché sia concesso sufficiente tempo. La deformazione anelastica inoltre è lineare, ma in termini che vanno tuttavia meglio precisati: immaginiamo che sotto l'azione di uno sforzo $\sigma_1(t)$ si produca una deformazione $\epsilon_1(t)$, e che sotto l'azione di uno sforzo $\sigma_2(t)$ si produca una deformazione $\epsilon_2(t)$. Il comportamento del materiale si definirà lineare se applicando uno sforzo $\sigma_1(t) + \sigma_2(t)$ si osserva una deformazione $\epsilon_1(t) + \epsilon_2(t)$.

I materiali metallici sottoposti a sollecitazione meccanica reagiscono deformandosi con meccanismi che possono essere indipendenti o dipendenti dal tempo. Di conseguenza, diversi tipi di deformazione possono presentarsi insieme, in particolare ad alta temperatura quando la diffusione può assumere maggiore rilevanza.

Il problema di discriminare tra le varie deformazioni presenti si pone in alcuni casi di importanza pratica, ad esempio quando si vuole desumere il rilassamento degli sfor-

zi a partire da dati di prove di creep (come ad esempio in [2-3]), o viceversa [4] o ancora quando si indagano le condizioni per cui il creep provochi deformazioni sufficientemente ridotte da essere considerate trascurabili durante la vita di progetto di un componente (ovverosia le condizioni di negligible creep [5]). In questi casi, infatti, assume grande importanza la descrizione accurata del comportamento alle piccole deformazioni, una situazione in cui la deformazione anelastica gioca un ruolo rilevante. Si consideri ad esempio, un campione sottoposto a trazione uniassiale che subisce una deformazione longitudinale, la quale è somma di diversi contributi, che a loro volta si possono distinguere in elastici e non elastici (o "inelastici"). Il contributo elastico nel generico istante t (ϵ_{el}), tralasciando il caso della elasticità non lineare, è notoriamente dato dal rapporto tra la sollecitazione applicata in quell'istante (σ) e il modulo di Young (E). Il contributo non elastico è dato dall'eventuale deformazione plastica istantanea al caricamento (ϵ_{pl}) (qualora lo sforzo agente fosse superiore allo sforzo di snervamento alla temperatura di prova e per quella velocità di deformazione) e da un contributo dipendente dal tempo. Quest'ultimo, a sua volta, è composto di una deformazione permanente (ϵ_{per}) e di una deformazione anelastica (o deformazione elastica ritardata, ϵ_{an}), eventualmente recuperabile nel tempo qualora fosse rimosso il carico. In generale quindi, detta $\epsilon_{tot}(t)$ l'evoluzione della deformazione longitudinale nel tempo di un provino sottoposto a una sollecitazione σ costante, essa si può esprimere come

$$\epsilon_{tot}(t) = \epsilon_{el}(t) + \epsilon_{in}(t) = \sigma(t)/E + \epsilon_{pl} + \epsilon_{per}(t) + \epsilon_{an}(t) \quad \text{Eq.1}$$

Qualora il provino fosse sottoposto a una sollecitazione costante (come in una prova di creep), l'evoluzione della deformazione nel tempo risultante sarebbe la somma degli ultimi due contributi e il contributo elastico e plastico istantaneo sarebbero costanti. Qualora invece lo sforzo variesse, la deformazione elastica sarebbe dipendente dal tempo e potrebbe eventualmente anche variare la ϵ_{pl} . Nel caso ad esempio di una prova di rilassamento, la deformazione totale è costante mentre la deformazione elastica dipende dal tempo.

In una prova di creep su materiali per applicazioni ad ele-

vate temperature, il contributo della deformazione anelastica è in genere minore, quando non molto minore, della deformazione elastica accumulata durante il caricamento e il suo effetto sulla velocità di creep tende ad esaurirsi nei primi stadi della curva. Nell'analisi delle curve di rilassamento invece questo effetto è molto visibile, soprattutto nella rapida riduzione iniziale dello sforzo che si osserva all'inizio della prova [6]. Nel seguito verranno mostrati alcuni esempi che mettono in evidenza l'effetto e l'importanza dell'anelasticità in questo tipo di prove.

MATERIALI E METODI SPERIMENTALI

I materiali considerati in questo lavoro sono acciai alto-legati martensitici e superleghe a base nichel, quindi materiali per applicazioni a caldo. I dettagli delle leghe utilizzate non sono comunque rilevanti ai fini del discorso generale che si desidera affrontare in questa sede.

Su questi materiali sono state effettuate prove di rilassamento e di creep. In entrambi i casi le prove sono state condotte su campioni cilindrici con tratto utile di 28 mm e diametro di 5,6 mm, delimitato da alette a cui sono stati agganciati rinvii estensimetrici. Tali rinvii, equipaggiati con trasduttori capacitivi o induttivi posti al di fuori del forno, permettono la misura continua dell'allungamento. Nelle prove di creep, condotte su macchine a leva, il campione viene solitamente caricato manualmente, con l'applicazione a gradini del carico fino al raggiungimento della sollecitazione desiderata. I valori di sforzo e deformazione durante il caricamento sono acquisiti in modo da poter stimare il modulo elastico e verificare l'allineamento del treno di carico. Le prove sono state generalmente interrotte prima della rottura, e comunque dopo il raggiungimento della velocità minima di deformazione. In alcuni di questi casi, il campione è stato mantenuto alla temperatura di prova ma scaricato fino a un carico residuo virtualmente nullo, in grado di mantenere comunque allineata la catena di carico (il carico residuo indicativamente comporta una sollecitazione attorno ai 5 MPa, mentre il carico di prova è indicativamente nell'ordine delle centinaia di MPa).

Il riscaldamento dei campioni è garantito da forni a tre zone regolabili separatamente e la temperatura è stata controllata grazie a tre termocoppie di tipo R poste lungo il tratto utile del campione, che hanno permesso di mantenere la temperatura media e il gradiente lungo il campione entro i limiti stabiliti dalle norme.

Ove non specificato diversamente, le deformazioni indicate in questo lavoro sono da intendersi come deformazioni ingegneristiche ($=\Delta l/l_0$, con l_0 e $\Delta l=l-l_0$ ad indicare rispettivamente la lunghezza iniziale del tratto utile ed il suo allungamento). Si sottolinea come la differenza tra deformazioni ingegneristiche e deformazioni vere sia comunque piccola quando si parla di deformazioni ridotte.

Le prove di rilassamento sono state invece eseguite su una macchina di prova elettromeccanica servoassistita. Il

caricamento dei campioni è avvenuto in controllo di deformazione, fino al raggiungimento della sollecitazione di prova iniziale desiderata. La prova di rilassamento può essere ripetuta, riportando il carico al suo valore iniziale. In taluni casi, il carico è stato mantenuto costante per un certo periodo al fine di accumulare deformazione da creep prima di fissare la deformazione e cominciare una nuova prova di rilassamento.

RISULTATI E DISCUSSIONE

CREEP

Come è noto i risultati di una prova di creep vengono generalmente presentati tramite curve che descrivono la deformazione longitudinale nel tempo di un provino. In questo genere di prova, una volta applicato il carico le deformazioni che variano nel tempo sono (si veda l'Eq. 1) $\epsilon_{per}(t)$ ed $\epsilon_{an}(t)$. Quest'ultima raggiunge, per le leghe qui studiate, un valore massimo che è una frazione della deformazione elastica al caricamento, quindi in una curva di creep che può raggiungere deformazioni anche superiori al 10% il suo contributo può essere considerato trascurabile una volta esauriti i primissimi stadi di deformazione (quindi, ben prima che si sia instaurato lo stato stazionario).

In Fig. 1 è mostrato il risultato di una prova di creep condotta a 500°C applicando una sollecitazione di 270 MPa a un provino di acciaio martensitico ad alto Cr (X20Cr13). La deformazione al caricamento è stata pari a circa lo 0,1%, con un modulo elastico stimato di 183 GPa. Si osserva la tipica forma di una curva di creep, a velocità di deformazione inizialmente decrescente, fino a raggiungere un valore stazionario pari a circa $2,1 \cdot 10^{-3}$ %/h per una deformazione accumulata nello stadio primario di circa lo 0,46% (valore dato dall'intercetta per $t = 0$ della retta interpolante la regione di deformazione a velocità minima).

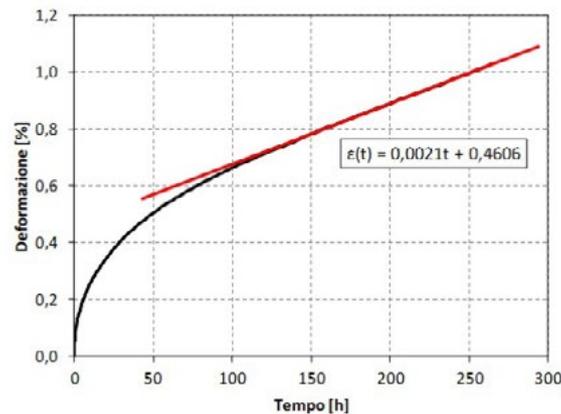


Fig.1 - Deformazione in funzione del tempo (curva nera) di un provino in acciaio martensitico X20Cr13 sottoposto a prova di creep alla temperatura di 500°C con una sollecitazione di 270 MPa. La pendenza della linea rossa individua la velocità di deformazione nello stato stazionario, mentre la sua intercetta individua la deformazione accumulata dovuta allo stato stadio primario. / Strain as a function of time (black curve) of a martensitic steel X20Cr13 sample crept at 500°C under a 270 MPa stress. The slope of the red line identifies the steady state creep rate, while its intercept identifies the creep strain due to the primary creep stage.

Per mettere in evidenza il contributo della deformazione anelastica nella curva di creep sperimentale, raggiunta una deformazione pari a circa l'1% il provino è stato scaricato. La deformazione elastica in questo caso viene istantaneamente recuperata, ma il provino continua a contrarsi nel tempo per effetto del recupero della deformazione anelastica (Fig. 2a), che in circa 50 ore è pari a circa lo 0,06-0,07%. Ricaricando la prova, si osserva come la velocità di deformazione torni, entro poche ore, ad assumere un valore molto vicino a quello che si era instaurato prima dell'interruzione ($2,8 \cdot 10^{-3} \text{ %/h}$) e che la deformazione ne-

cessaria affinché ciò avvenga, data dall'intercetta all'origine della retta rossa in Fig. 2b, sia circa 0,06-0,07%, praticamente lo stesso valore di contrazione osservato. Occorre sottolineare che la configurazione delle macchine di creep non è pensata per questo genere di misure, tuttavia ciò che si vuole evidenziare è come una parte della deformazione accumulata sia in realtà reversibile e come questa parte sia nell'ordine di grandezza della deformazione elastica esibita al caricamento (in particolare, alcuni modelli [7] stimano che essa sia una frazione compresa tra 1/6 e 1/3 della deformazione elastica).

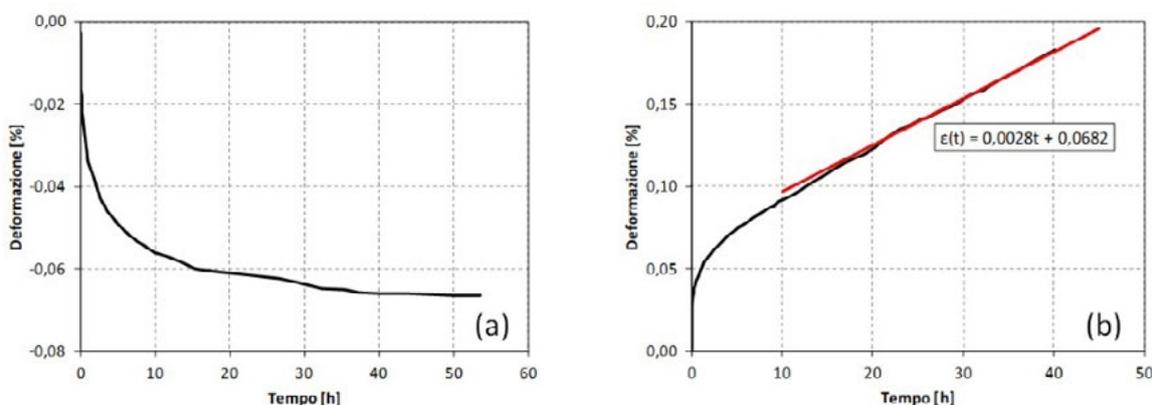


Fig.2 - (a) Contrazione del provino mostrato in Fig. 1 dopo aver scaricato fino a una sollecitazione virtualmente nulla e (b) andamento della deformazione nel tempo dopo aver applicato nuovamente la sollecitazione di 270 MPa. / (a) Contraction of the same sample in Fig. 1 after unloading to a virtually zero stress and (b) Strain as a function of time after applying again a 270 MPa stress.

Da questi risultati, si può supporre che il primario propriamente detto, mostrato in Fig. 1, sia un processo che richiede più tempo e una deformazione maggiore prima di potersi esaurire e dare luogo alla microstruttura stazionaria che si deformerà a velocità costante durante il secondario. Questo fenomeno, dovuto al creep, si somma a un fenomeno anelastico, più rapido e di entità più ridotta: la curva sperimentale deformazione-tempo quindi è, almeno nelle sue fasi iniziali, una rappresentazione unica di due fenomeni diversi, il creep vero e proprio e la deformazione anelastica. Come si è anticipato, per quanto riguarda le prove di creep che si effettuano comunemente

questo non è un grande ostacolo, dal momento che l'effetto dell'anelasticità tende ad esaurirsi rapidamente (ad esempio, non ha influenza sulla velocità minima di deformazione), ma in alcuni casi è un fenomeno che potrebbe essere rilevante.

RILASSAMENTO

Quando si effettua una prova di rilassamento, si impone una deformazione totale $\epsilon_{tot}(t)$ che rimane costante nel corso della prova. Differenziando quindi l'Eq. 1 rispetto al tempo si ha

$$d\epsilon_{el}(t)/dt = -d\epsilon_{in}(t)/dt \tag{Eq.2}$$

Se si trascura la deformazione anelastica, e quindi $\epsilon_{in}(t) = \epsilon_{per}(t)$, il secondo membro dell'Eq. 2 rappresenta la deformazione da creep, che risulta dunque pari alla velocità di rilassamento (quindi la derivata dello sforzo nel tempo) divisa per il modulo elastico e cambiata di segno. Se si effettuano queste operazioni sulla curva di rilassamento mostrata in Fig. 3a e si diagrammano i risultati in funzione dello sforzo agente nel materiale si ottiene il grafico di Fig. 3b. Tale grafico è di fatto un diagramma di Norton,

che mostra la relazione tra la velocità di deformazione e lo sforzo applicato, ed è quindi utile per confrontare le proprietà dedotte dalle prove di creep con quelle dedotte dalle prove di rilassamento. In questo caso, il materiale preso in considerazione è il Nimonic 263, una superlega policristallina a base nichel. La prova è condotta a 800°C a partire da una sollecitazione iniziale pari a 250 MPa, valore al di sotto dello sforzo di snervamento del materiale.

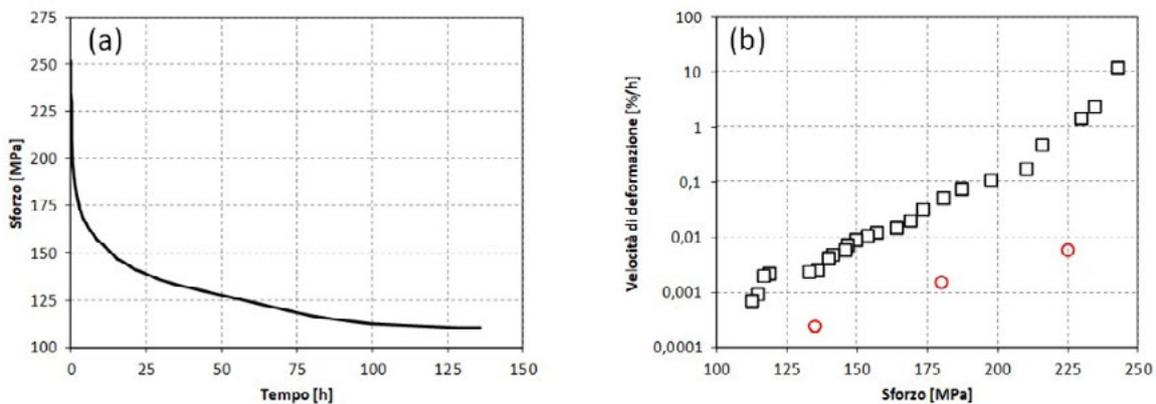


Fig.3 - (a) Curva di rilassamento di un provino di Nimonic 263 a 800°C, inizialmente sollecitato a 250 MPa (b) (□) velocità di deformazione durante la prova di rilassamento (○) velocità minima di deformazione ottenuta in prove di creep convenzionali [8]. / (a) Stress relaxation curve of a Nimonic 263 sample at 800°C, with an initial stress of 250 MPa (b) (□) strain rate during stress relaxation test (○) minimum creep rate from conventional creep tests [8].

Nello stesso grafico sono riportati anche i valori di velocità minima di deformazione ottenuti da prove di creep convenzionali [8]. Il punto rilevante del grafico di Fig. 3 è come questi valori differiscano in maniera sensibile (sarebbe troppo conservativo usare i dati rilassamento per stimare i valori di creep, e viceversa si sottostimerebbe grandemente la velocità del rilassamento se si usassero i dati di creep).

Si possono ipotizzare almeno tre motivi per spiegare questa differenza, che verranno elencati senza pretesa di quantificare il loro contributo:

1. Diversa evoluzione microstrutturale: come mostrato in [8], la permanenza a 800°C causa nel Nimonic 263 la coalescenza delle particelle rinforzanti di fase γ' . I tempi più lunghi delle prove di creep rispetto alla prova di rilassamento fanno sì che i materiali esibiscano condizioni microstrutturali diverse, il che porta ad esprimere relazioni diverse tra lo sforzo e la velocità di deformazione.

2. Diversa deformazione accumulata: in una prova di creep il materiale subisce una deformazione molto maggiore rispetto al materiale sottoposto a prova di rilassamento, per il quale essa è nell'ordine della variazione dello sforzo diviso per il modulo elastico (quindi una quantità nell'ordine di $10^{-2} - 10^{-1}$ %). In corrispondenza di deformazioni molto basse, come nella prova di rilassamento, la velocità di deformazione mostrata in una prova di creep è superiore alla velocità minima.

3. Presenza di deformazioni anelastiche: all'inizio della prova di rilassamento, quando il campione viene caricato, si ha una componente di deformazione anelastica che viene recuperata in maniera rapida, con meccanismi diversi da quelli attivi nel creep. Questo effetto può essere anche molto visibile in una prova come quella mostrata in Fig. 3 in cui la sollecitazione di partenza è inferiore allo sforzo di snervamento.

RILASSAMENTI RIPETUTI

In base a quanto appena osservato, è ragionevole attendersi correlazioni migliori su materiali microstrutturalmente stabili nelle condizioni di prova, che abbiano subito deformazioni comparabili e nei quali l'effetto della deformazione anelastica sia ridotto. Ad esempio, lo stesso acciaio X20Cr13 visto in precedenza esposto a 350°C si può ritenere in prima approssimazione microstrutturalmente

stabile. Questa temperatura è relativamente ridotta (inferiore a $0,4T_m$, dove T_m rappresenta la temperatura omologa, data dal rapporto tra la temperatura e la temperatura di fusione) ma ha importanza applicativa qualora ad esempio si volessero indagare le condizioni di negligible creep. Se si assume che la deformazione accumulata durante una prova di rilassamento sia pari alla variazione di sforzo divisa per il modulo elastico, ripetendo la prova di rilassamento, cioè riportando il carico al valore iniziale, è possibile valutare il comportamento in condizioni di rilassamento per diverse deformazioni. Infine, se la prova di rilassamento viene preceduta da un periodo a sollecitazione costante, che causi una deformazione da creep nell'ordine della deformazione elastica impartita al caricamento, è possibile anche limitare gli effetti dei meccanismi anelastici, che sono stati già "assorbiti" dal materiale. Il risultato è mostrato in Fig. 4, ove è possibile osservare la sensibile differenza tra i valori di velocità minima ottenuti nella prima prova di rilassamento (a 350°C e partendo da uno sforzo di 500 MPa) e i valori misurati in prove di creep convenzionali alla stessa temperatura. Agli sforzi più alti, le differenze sono anche di tre-quattro ordini di grandezza. Ricaricando il campione, e procedendo a ulteriori prove di rilassamento si osservano velocità via via ridotte. L'ultimo rilassamento, preceduto da un periodo di creep durante il quale il campione ha accumulato circa l'1% di deformazione, è ancora più lento e le velocità sono soddisfacentemente in accordo con le velocità minime di deformazione ottenute da prove di creep convenzionali. Si osserva inoltre come, imponendo una sollecitazione costante per un certo periodo prima di lasciare che il campione rilassi, anche allo sforzo iniziale di 500 MPa la velocità di deformazione sia molto vicina a quella minima osservata in una prova di creep convenzionale.

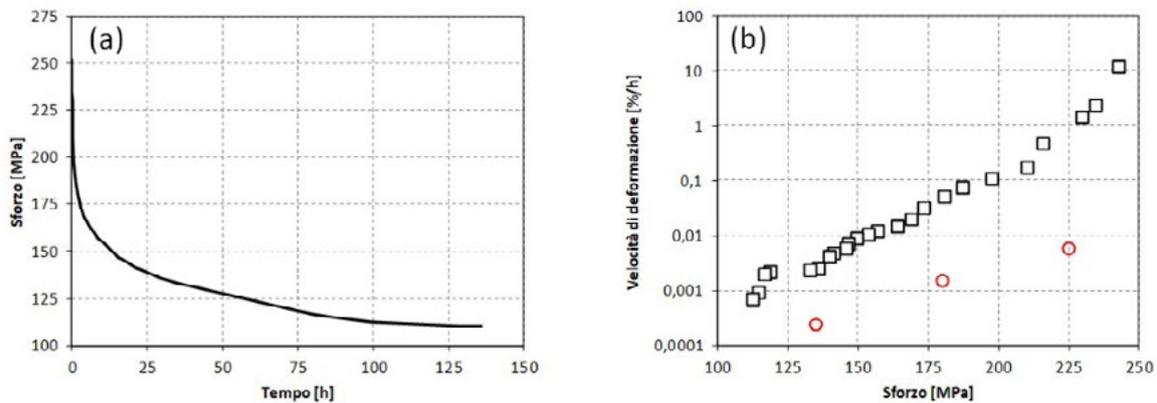


Fig.4 - (a) Curve di rilassamento a 350°C su provini di acciaio martensitico X20Cr13 con una sollecitazione iniziale applicata di 500 MPa ottenute da prove ripetute (SRT: Stress Relaxation Test). Il settimo rilassamento è stato preceduto da una deformazione di creep pari a circa l'1% e (b) velocità di deformazione relative, confrontate con le velocità minime di deformazione ottenute in prove di creep convenzionali. / (a) Stress relaxation curves of a martensitic steel X20Cr13 sample at 350°C, with an initial stress of 500 MPa from repeated test (SRT: Stress Relaxation Test). Before the seventh relaxation, the sample was given a creep strain of about 1% (b) strain rate during stress relaxation test compared with the minimum strain rate from conventional creep tests.

Questa procedura è stata applicata sullo stesso materiale per diverse sollecitazioni di partenza e i risultati sono stati descritti tramite il formalismo della meccanica del danneggiamento [6, 9]. In questa sede si ritiene opportuno evidenziare come le velocità minime alle sollecitazioni più basse siano state ottenute da prove di durata anche superiore alle diecimila ore, mentre l'intera procedura dei rilassamenti ripetuti ha richiesto complessivamente qualche centinaio di ore.

OSSERVAZIONI

Quando si indaga il comportamento dei materiali per deformazioni ridotte (nell'ordine del 10^{-1} %) occorre prestare attenzione ai vari meccanismi che contribuiscono alla deformazione totale. In particolare ad alta temperatura, meccanismi di deformazione da creep possono sommarsi a meccanismi anelastici, e i loro contributi sono difficili da distinguere. I risultati menzionati in questo intervento permettono di indicare almeno approssimativamente l'entità delle deformazioni anelastiche ed evidenziano la natura reversibile della deformazione anelastica, che viene effettivamente recuperata una volta rimosso il carico. È stato presentato il problema di correlare i dati provenienti da prove di rilassamento con i dati di creep. I risultati mostrano come tale correlazione sia assai difficoltosa. In condizioni normali, una prova di rilassamento ha una

durata qualitativamente diversa, e questo comporta l'oggettiva difficoltà di confrontare materiali in condizioni metallurgiche diverse, e inoltre le deformazioni imposte sono molto ridotte, soprattutto se le si confronta con la deformazione necessaria per esaurire il primario in una prova di creep. Si è proposta una procedura di rilassamenti ripetuti, che ha fornito risultati incoraggianti per un acciaio martensitico a 350°C.

Un'altra difficoltà che ostacola la correlazione tra dati provenienti da prove diverse nasce dalla deformazione anelastica che si manifesta nelle prove di rilassamento al termine del caricamento. Tale deformazione è responsabile del repentino rilassamento dello sforzo che avviene nei primi istanti delle prove di rilassamento ed è di fatto ineliminabile qualora si volesse caricare il provino con una velocità di caricamento finita. Se invece il provino viene deformato a creep sotto una sollecitazione costante prima di lasciare che possa rilassare gli sforzi, non si osserva la brusca diminuzione di carico all'inizio della prova. Con riferimento alle Fig. 4a-b, ad esempio, si confronti il comportamento del materiale al primo rilassamento rispetto a quello che si osserva al settimo rilassamento, dopo deformazione da creep.

I risultati qui mostrati suggeriscono che questo tipo di procedura possa fornire buoni frutti nel caso in cui le temperature omologhe in gioco siano basse, come accade ad

esempio quando si vogliono indagare le condizioni di negligibile creep, ovvero sia quelle condizioni per cui è lecito trascurare la deformazione da creep nella progettazione di elementi operanti a caldo. In questo caso, tramite prove di rilassamento di durata relativamente breve è ipotizzabile pensare di poter stimare velocità di deformazione anche molto ridotte, che richiederebbero tempi molto lunghi qualora si effettuassero prove di creep. Esplorare questa

possibilità richiede tuttavia cautela nel trattare i dati per evitare che nascano potenziali rischi in termini di sicurezza degli elementi progettati. In linea di principio, tuttavia, non si può escludere che l'operazione di far precedere da un periodo di creep una prova di rilassamento possa essere efficace anche per temperature omologhe più elevate.

BIBLIOGRAFIA

- [1] S. Nowick, B. S. Barry, "Anelastic Relaxation in Crystalline Solids", New York, Academic Press, Inc., 1972.
- [2] J. Guo, W. Meng, X., L. Tian, H. Shi, "Prediction of stress relaxation from creep data in terms of average creep rate", *Journal of Strain Analysis*, 50(1), 2015, 15-24
- [3] Y.Q. Wang, M.W. Spindler, C.E. Truman, D.J. Smith, "Critical analysis of the prediction of stress relaxation from forward creep of Type 316H austenitic stainless steel", *Materials & Design*, 95, 2016, 656-668
- [4] D. A. Woodford, "Test methods for accelerated development, design and life assessment of high-temperature materials", *Materials & Design*, 14(4), 1993, 231-242
- [5] S. Holmström, "Defining a negligibile creep temperature curve for Gr. 91 steel", *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 146, 2016, 198-202
- [6] M. Maldini, R. Donnini, D. Ripamonti, A. Riva, "Primary creep and stress relaxation behavior modeling of a steel for turbine applications", *Joint EPRI-123HiMAT International Conference on Advances in High-Temperature Materials*, 2019, Eds. J. Shingledecker, M. Takeyama, 1457-1468
- [7] D. McLean, "Mechanical Properties of Metals", New York, John Wiley & Sons, Inc., 1962
- [8] G. Angella, R. Donnini, D. Ripamonti, M. Maldini, "The role of particle ripening on the creep acceleration of Nimonic 263 superalloy", *MATEC Web of Conferences*, 14, 2014, 14001(6)
- [9] R. Donnini, M. Maldini, E. Poggio, D. Ripamonti, A. Riva, "A Continuum Damage Mechanics approach to model stress relaxation and its relationship with primary creep and anelastic recovery" *International ECCC Creep & Fracture Conference*, 19-20 October 2021

On the relationship among creep, stress relaxation and anelasticity in high temperature alloys

KEYWORDS: CREEP, STRESS RELAXATION, ANELASTICITY, HIGH TEMPERATURE

INTRODUCTION

High temperature applications of structural materials requires an accurate characterization of its mechanical properties. Among them, creep strength and stress relaxation behavior are of great importance. They are both due to similar microstructural mechanisms, so there is a great motivation to find a way to correlate the results, especially if we take into account that the tests used for

describing these phenomena feature reciprocal pros and cons: a creep test usually requires longer time, but it is relatively cheap, while a stress relaxation test is more expensive but it can be performed faster.

Simple approaches, such as assuming a power law relationship between applied stress and plastic strain rate, are usually ineffective, and serious doubts arise about the possibility to obtain comparable results in a creep test

and in a single stress relaxation test (SRT). A "multi-SRT" technique is proposed in this work and some considerations about the time-dependent reversible anelastic deformation are suggested, since it can be relevant in the first stages of creep and stress relaxation tests.

According to Nowick and Berry [1], an ideal elastic material must fulfill three conditions: (1) the stress-strain relationship is bijective (complete recoverability is then a corollary), (2) the equilibrium is achieved instantaneously, (3) the response is linear (i.e. if a stress history $\sigma_1(t)$ produces the strain $\epsilon_1(t)$, and if a stress history $\sigma_2(t)$ produces a strain $\epsilon_2(t)$, then the stress $\sigma_1(t) + \sigma_2(t)$ will give rise to a strain $\epsilon_1(t) + \epsilon_2(t)$). When anelastic deformations occur, only conditions

(1) and (3) are fulfilled. The equilibrium, instead, is achieved only after a sufficient time.

Metallic materials under stress deform because of different mechanisms, either time-dependent or time-independent, acting together. It is sometimes relevant to discriminate them, for example when there is the need to estimate the stress relaxation behavior from creep tests data [2-3] or viceversa [4], or when negligible creep [5] conditions are investigated: in these cases, the behavior at small strains plays a relevant role and so it must be taken into account. If a stress is applied to a tensile sample at high temperature, its deformation is the sum of different terms, either elastic or inelastic:

$$\epsilon_{\text{tot}}(t) = \epsilon_{\text{el}}(t) + \epsilon_{\text{in}}(t) = \sigma(t)/E + \epsilon_{\text{pl}} + \epsilon_{\text{per}}(t) + \epsilon_{\text{an}}(t) \quad \text{Eq.1}$$

Inelastic deformation, in turn, is the sum of other terms, which account for plastic deformation (ϵ_{pl}) if the applied stress is higher than the yielding stress, permanent deformation (ϵ_{per}) if the material creeps, and anelastic deformation (ϵ_{an}), than can be recovered if the stress is removed. Usually, the anelastic terms can be neglected for high temperature applications, since it is much smaller than the other terms, and in a creep curve its contribution is largely negligible. On the other hand, it is relevant in SRTs analysis, especially in the abrupt stress drop that occurs at the beginning of the test [6].

CREEP

Fig. 1 shows the results of a creep test (500°C/270 MPa) on a

martensitic high Cr steel (X20Cr13), crept up to a 1% strain. The minimum creep rate is $2,1 \cdot 10^{-3}$ %/h and the creep strain due to the primary stage (the intercept of the interpolating line) is about 0,46%. The sample was then unloaded and its deformation recorded (Fig. 2a): a 0.06-0.07% contraction, occurring in about 50 hours, was observed. After loading once again the sample, the strain rate rapidly decreases close to the minimum creep rate ($2,8 \cdot 10^{-3}$ %/h, Fig. 2b). These results suggest that a recoverable anelastic deformation is present in the sample, even if it has basically no effect on the minimum creep rate.

STRESS RELAXATION

during a SRT, the total deformation is kept constant, so that

$$d\epsilon_{\text{el}}(t)/dt = -d\epsilon_{\text{in}}(t)/dt \quad \text{Eq.2}$$

Thus, if the anelastic term is neglected (then $\epsilon_{\text{in}}(t) = \epsilon_{\text{per}}(t)$) the creep strain rate can be calculated dividing the stress drop rate by the Young modulus. Such calculations were performed on the stress relaxation curve in Fig. 3a, in order to obtain the Norton plot (strain rate versus stress) in Fig. 3b. The results of this test, carried out on a polycrystalline nickel base superalloy (Nimonic 263) sample at 800°C are compared with the minimum creep rates observed in conventional creep stress, which are much lower. At least three reason can be mentioned to justify this huge

difference between creep and stress relaxation test: (1) a different microstructural evolution [8], since SRT are much shorter than creep tests, (2) a different accumulated strain (3) effect anelastic deformations, which is rapidly relaxed.

REPEATED RELAXATIONS

The same high Cr martensitic steels in Fig. 1 and 2 was repeatedly relaxed at 350°C, a temperature low enough to prevent significant microstructural evolution. Moreover, by repeating over and over stress relaxation, the sample

accumulates deformation, so the differences between creep test and SRT are reduced. Fig. 4a and 4b show that the strain rates estimated on the basis of the stress relaxation curve gradually approach the minimum creep rates measured in conventional in creep test. Finally, if the sample is crept for a few hours at 500°C (about 1% deformation) before relaxation, the rapid initial stress drop is avoided. The results of these repeated SRTs were successfully described through the Continuous Damage Mechanics formalism [6, 9]. It is noteworthy to point out that minimum creep rates at the lowest stresses required tests longer than ten thousand hours, while the whole procedure of repeated SRTs required a few hundreds hour.

CONCLUDING REMARKS

Investigations on materials behavior at small strains (about 10^{-1} %) require to discriminate among the different

mechanisms responsible for deformation. Especially at high temperature, creep mechanisms may superimpose to anelastic mechanisms. The results described in this work allow to estimate the amount of the anelastic deformation, and highlight its reversibility.

It was pointed out that a number of issues arise when trying to correlate creep and stress relaxation data, and a "repeated SRTs" technique was suggested. Results on a martensitic high Cr steels are encouraging, but it has still to be investigated if this procedure can be valid at temperatures higher than 350°C. At any rate, creep at low temperature is an interesting feature, since the determination of the negligible creep conditions – for example – is an open issue.

[TORNA ALL'INDICE >](#)