

IGF 11 - XI Convegno Nazionale  
Gruppo Italiano Frattura  
Brescia, 4-6 luglio 1995

LE CARATTERISTICHE TENSILI DEGLI ACCIAI INOSSIDABILI AUSTENITICI  
A TEMPERATURE CRIOGENICHE: IL SERRATION EFFECT

C. Ferrero, C. Marinari, E. Martino, R. Monforte\*

Istituto di Metrologia «G. Colonnetti», Strada delle Cacce, 73 - 10135 Torino

\* Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi, 24 - 10129 Torino

### Sommario

Nella presente memoria viene presentata la caratterizzazione metrologica del sistema di prova del "Laboratorio per la Caratterizzazione Strutturale dei Materiali in Ambiente Ostile" (LCSMAO) operativo presso l'IMGC di Torino. Il sistema è composto da una Macchina Prova Materiali accoppiata ad un criostato a flusso e da un estensometro criogenico. Sono quindi esposti i principi seguiti per l'ottimizzazione della metodologia di prova (in particolare la scelta della velocità di deformazione del provino). Vengono esposti i risultati delle prove di trazione a 293 K, 77 K e 4,2 K eseguite su un acciaio inossidabile tipo AISI 316LN che verrà impiegato per la realizzazione di un cavo superconduttore in condotto. Viene in particolare evidenziata la presenza del fenomeno del "serration effect", mostrato da numerosi acciai inossidabili austenitici nelle prove di trazione a 4,2 K.

### 1. Introduzione

Il crescente interesse per le possibili applicazioni pesanti della superconduttività, quali la generazione e l'immagazzinamento dell'energia elettrica, i trasporti ferroviari ad altissima velocità con levitazione magnetica, le ricerche in fisica delle particelle, e la necessità di impiegare materiali strutturali capaci di operare a temperature prossime allo zero

assoluto, rendono importante lo studio del comportamento di questi materiali in strutture meccaniche che debbono operare a temperature criogeniche.

La scelta fra i diversi materiali deve essere fatta in base a criteri termici oltre che strutturali: si richiedono quindi materiali aventi valori elevati di modulo elastico e rigidità insieme a valori ridotti delle conducibilità elettrica ( $\lambda$ ) e termica e dilatazione termica. Mettendo a confronto i diversi materiali sulla base dei parametri  $\lambda/E$  e  $\lambda/R_{adm}$ , gli acciai inossidabili e le leghe di titanio prevalgono fra i materiali metallici; quando anche la densità deve essere presa in considerazione (esigenza di avere una ridotta massa al fine di ridurre le spese di raffreddamento delle installazioni e del loro mantenimento a bassa temperatura), la scelta in base ai parametri  $E/\rho$  e  $R_{adm}/\rho$  vede prevalere per particolari applicazioni i materiali compositi su quelli metallici.

Le caratteristiche ricercate nei materiali utilizzati in applicazioni a temperature criogeniche sono: elevate rigidità e resistenza, bassa conducibilità termica tra le regioni criogeniche e l'ambiente, modi di rottura non catastrofici, bassa densità e speciali proprietà elettriche o magnetiche.

Nell'ambito dei Progetti Finalizzato "Tecnologie Superconduttive e Criogeniche" e strategico "Materiali per l'Elettronica dello Stato Solido" del CNR è stato attivato pertanto presso il "Laboratorio per l'analisi delle sollecitazioni in ambiente ostile" dell'Istituto di Metrologia «G. Colonnetti» di Torino (IMGC) un sistema per la caratterizzazione strutturale dei materiali da  $T_{amb}$  fino a 4,2 K ( $T_{LHe}$ ).

Nella presente memoria sono descritte le varie fasi di caratterizzazione metrologica del sistema macchina-criostato. Vengono presentati i risultati relativi alle prove per la rilevazione delle caratteristiche tensili di un acciaio tipo AISI 316 LN (a 293 K, 77 K e 4,2 K) che verrà impiegato per la realizzazione di un cavo superconduttore in condotto. Sono discussi quindi alcuni interessanti risultati della ricerca svolta sul fenomeno del *serration effect* messo in evidenza da molti acciai inossidabili austenitici nelle prove di trazione a 4,2 K. Viene proposto un modello che lega *serration effect* a transizione di fase (da austenitica a martensitica) e dà ragione di gran parte dei fenomeni ad esso collegati (aumento localizzato di temperatura e magnetizzazione dei provini).

## 2. Attrezzature e metodologie di prova

Il Sistema Prova Materiali installato presso l'IMGC, costituito da una Macchina Prova Materiali (MPM) della *INSTRON* e da un criostato a flusso della *OXFORD Instruments*, è stato ampiamente descritto in una precedente memoria.

Il criostato a flusso permette la realizzazione di punti fissi (77 K, 4,2 K, ecc.) nonché il mantenimento di ogni temperatura (da 4,2 K alla temperatura ambiente) in un volume  $\Phi = 160$  mm,  $L = 240$  mm garantendo una regione isoterma con stabilità di temperatura entro  $\pm 0,1$  K.

Le particolari dimensioni dei provini hanno imposto l'introduzione di alcune modifiche al sistema di prova e la realizzazione di attrezzature particolari. Il sistema di afferraggio dei provini (secondo la norma ASTM E 8-91) è stato integrato con una doppia spina concentrica che ha permesso di risolvere i problemi di allineamento dei medesimi all'interno del criostato riducendo al massimo gli effetti del momento flettente. Si è resa

necessaria la realizzazione di un cestello a doppio piatto montato tra le estremità del provino in modo da permettere il recupero della parte di provino rimasta ancorata alla base del criostato dopo la rottura.

I provini esaminati appartengono a due distinte serie ricavate da un medesimo settore di tubo di AISI 316 LN avente  $\Phi_e = 21$  mm e spessore 2 mm.

La prima serie di cinque provini ha permesso di effettuare alcune prove preliminari a 293 K, a 77 K ed a 4,2 K per la messa a punto del sistema e delle procedure.

Le prove definitive sono state effettuate sulla seconda serie di nove provini, in cui il tratto centrale di misura del provino conservava la curvatura del tubo di provenienza.

Sui provini è stato applicato l'estensometro criogenico *INSTRON* mediante il sistema di ancoraggi a molla. Il modulo di carico composto da provino, afferraggi e barra di trasmissione del carico (questi ultimi realizzati in titanio) è stato introdotto nel primo dei due stadi del criostato. Il primo stadio è stato a sua volta inserito nel *dewar* esterno e l'intero criostato alloggiato nella *MPM* e fissato alla traversa inferiore.

Quando la temperatura di prova (77 K o 4,2 K) viene raggiunta e mantenuta stabile la barra di trasmissione del carico viene collegata al martinetto attuatore della *MPM*.

### 3. Caratterizzazione metrologica ed ottimizzazione delle procedure di prova

#### 3.1 Determinazione della rigidità del sistema di prova

Per determinare la rigidità del sistema di prova, costituito dalla macchina prova materiali (*MPM*) *INSTRON 8562* e dal criostato a flusso della *OXFORD Instruments*, si è letto il segnale fornito dal *LVDT* (*Linear Voltage Differential Transformer*) per diversi valori del carico sottoponendo a trazione un provino di acciaio tipo AISI 304L di sezione quadra 800 mm<sup>2</sup>. Una prima serie di prove è stata eseguita sulla *MPM* senza il criostato a flusso, utilizzando al suo posto la barra cava lunga 1125 mm. Nella seconda serie di prove il provino tozzo è stato inserito nel criostato a flusso. Si sono calcolate le rigidità del provino e della barra schematizzandoli come serie di travi:

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{EA} \left( \frac{\text{mm}}{\text{N}} \right) \quad \Leftrightarrow \quad K_{\text{provino}} = 940 \frac{\text{kN}}{\text{mm}}; \quad K_{\text{barra}} = 525 \frac{\text{kN}}{\text{mm}}$$

Dalla differenza dei segnali ottenuti a due diversi livelli di carico nella prima serie di prove si è determinata la rigidità della *MPM* sottraendo le deformazioni calcolate per il provino e per la barra cava:

carico [kN]	<i>LVDT</i> [mm]
15,08	0,212
19,42	0,295

$$K = \frac{4,34}{0,083} = 63 \frac{\text{kN}}{\text{mm}}$$

Dalla seconda serie di prove si è potuta quindi ricavare la rigidità del criostato:

$$K_{crio} = 28 \frac{kN}{mm}$$

Le prove hanno permesso di mettere in evidenza le non linearità della risposta del sistema alle sollecitazioni, imputabili alle giunzioni filettate, ai perni morse-provino e attuatore MPM-barra del criostato ed al fatto che, data la struttura del criostato, alcune parti di questo si trovano a lavorare in tenso-flessione.

### 3.2 Caratterizzazione estensometro

L'estensometro (ER) a resistenza criogenico è stato dapprima controllato mediante un banchetto *Huggenberger* a temperatura ambiente. Dal momento che l'ER sarebbe stato utilizzato per prove su acciai tipo AISI 300, che presentano un allungamento a rottura del 50 % circa, è stata verificata soltanto la prima metà della corsa dell'ER (0 ÷ 11 mm). Il coefficiente di correzione a  $T_{amb}$  ricavato mediante l'interpolazione della curva è 0,9934. L'estensometro è stato quindi controllato con un banco di taratura realizzato presso l'officina del Reparto Dinamometrico dell'IMGC. Il banco di taratura permette di realizzare spostamenti relativi tra due barrette allineate verticalmente sulle quali sono montate le estremità dell'estensometro in taratura. Il banco, costruito in acciaio tipo AISI 304, è composto dal sistema di applicazione degli spostamenti (volano accoppiato ad una vite piana) dal quale scendono due bracci coassiali: il primo è collegato alla posizione fissa del sistema di misura, il secondo impone gli spostamenti verticali all'estensometro in taratura. Un cestello a tre colonne fissa il piatto inferiore del banco. Gli spostamenti sono misurati con un sistema interferometrico HP. Sulla parte superiore del braccio fisso è collocato il *corner cube*, che segue dunque gli spostamenti imposti con il volano di comando, mentre all'estremità superiore del braccio fisso è collegato il *beam splitter*. Il banco è stato progettato in modo da permettere la taratura di estensometri da 293 K a 77 K senza dover modificare le condizioni di prova. Infatti è possibile passare da una condizione di prova alla successiva inserendo l'intero sistema in un *dewar* contenente azoto liquido senza dover intervenire con operazioni di spostamento e fissaggio del trasduttore. Ciò consente di semplificare le operazioni di taratura e migliorare sensibilmente la ripetibilità delle misure eseguite sullo stesso trasduttore alle diverse temperature. Il fattore di taratura dell'estensometro viene calcolato confrontando gli spostamenti misurati mediante l'interferometro con il segnale dato dall'estensometro, sia a temperatura ambiente, sia nell'azoto liquido.

Un'analisi più approfondita ha permesso di stabilire alcuni punti "fissi" lungo la scala di deformazione. Attraverso questa misurazione è possibile stimare il cosiddetto *Thermal Output* (TO), anche detto *Apparent Strain* (AS), cioè il segnale che l'estensometro dà per effetto della sola variazione di temperatura. Per misurare il TO dell'estensometro *INSTRON* si è utilizzata una barretta di *Zerodur®*, un materiale ceramico vetroso prodotto dalla tedesca *SCHOTT*,<sup>1</sup> le cui caratteristiche sono riportate in Tabella I.

<sup>1</sup> Jenaer Glaswerk Schott & Gen., Mainz, Germania

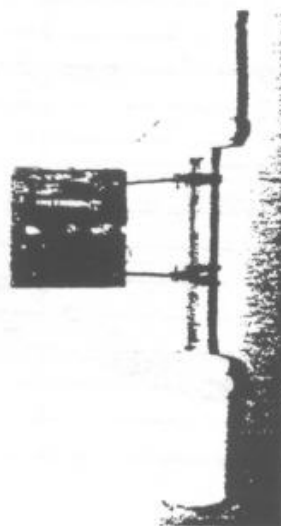
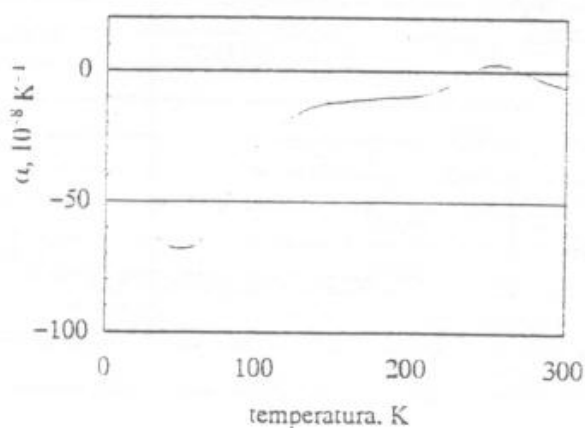
**Tab. I** Principali caratteristiche dello *Zerodur*®

modulo di elasticità $E$ a 20 °C	90,6 GPa
modulo di rigidezza $G$	36,6 GPa
coefficiente di <i>Poisson</i>	0,243
densità $\rho$	2,53 g/cm <sup>3</sup>

La principale caratteristica di questo materiale è il bassissimo coefficiente di espansione termica, ottenuto attraverso una attenta miscela dei componenti ed un trattamento termico che devetrifica parzialmente la fase vetrosa (avente un coefficiente di espansione positivo) e produce una fase cristallina (70÷78% in peso) costituita da una soluzione solida di  $\beta$ -eucryptite con alcuni componenti aventi un coefficiente di espansione negativo ( $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ ).

La contrazione termica di una barretta di *Zerodur*® dovuta al raffreddamento a 77 K è stata calcolata integrando graficamente tra 293 e 77 K la curva del coefficiente di espansione termica lineare ricavata presso il Centro di Scienze Ottiche dell'Università dell'Arizona (Fig. 1): il valore ottenuto è di  $\Delta l = 0,5 \mu\text{m}$  per 25 mm.

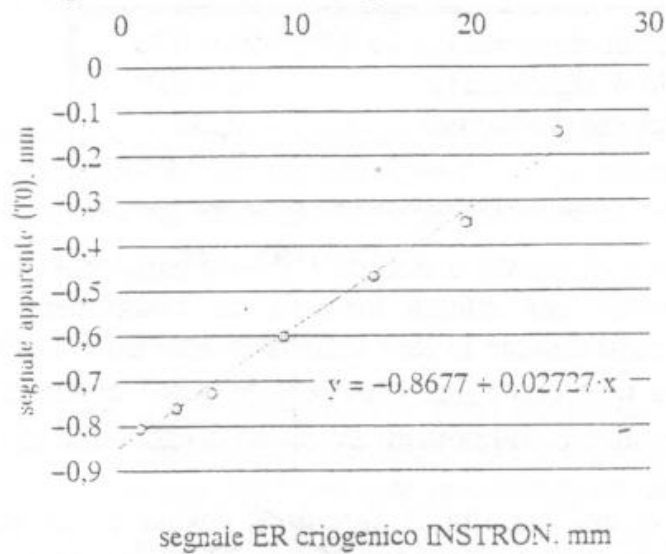
La barretta è stata segnata con tacche a 25, 27, 29, 31, 33, 35, 40, 45, 50 mm. Si è calcolata la deformazione della barretta dovuta al raffreddamento a 77 K integrando il grafico del coefficiente di contrazione termica in funzione della temperatura reperito in letteratura (contrazione a 77 K -  $1 \mu\text{m}$  per 50 mm).



**Fig. 1** Coefficiente di espansione termica lineare della barretta di *Zerodur*® sulla quale è stato montato l'ER criogenico per la misura del TO

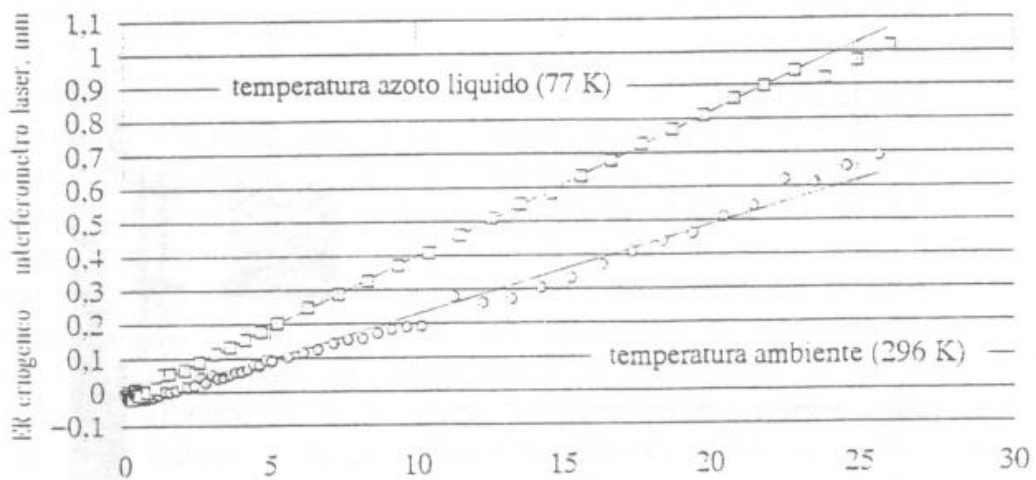
Per la taratura si fissa l'estensometro su ogni tacca riportando il segnale dato a temperatura ambiente. Immersa poi la barretta in azoto liquido si riporta il segnale dato dall'estensometro una volta che esso si sia stabilizzato. Estratta la barretta con l'estensometro fuori dal *dewar* ed atteso il tempo perché essa ritorni a temperatura ambiente, si verifica che il segnale torni al valore originario.

Confrontando i valori di allungamento dati dall'estensometro per distanze note, si determina il TO a 77 K per diversi valori di spostamento.



**Fig. 2** Thermal Output dell'ER criogenico a 77 K

Il TO, differenza tra il segnale dato a temperatura ambiente e a 77 K, è riportato in Fig. 2. Si è potuto osservare che il TO diminuisce in modo pressoché lineare al crescere dell'allungamento, andando quasi ad annullarsi verso il fondo scala dell'estensometro ( $\Delta l = 100\%$ ). I risultati della taratura a 293 K ed a 77 K sono riportati in Fig. 2-a.



**Fig. 2-a** Taratura dell'ER a 293 K ed a 77 K mediante interferometro laser HP

Si ha una variazione del coefficiente di taratura dell'estensometro di  $\approx 2\%$  da  $T_{amb}$  a 77 K.

### 3.3 Ottimizzazione della metodologia di prova

La normativa sulle prove di trazione a temperature criogeniche sta rapidamente aggiornandosi e, in ambito europeo, occorre per ora fare riferimento alle norme per prove

a temperatura ambiente. L'unica norma attualmente in vigore in materia di prove a 4,2 K è la ASTM E 1450-92, "Standard Test Method for Tension Testing of Structural Alloys in Liquid Helium" del 1992. Esiste anche una proposta di norma giapponese JIS Z 2277-90, "Tensile Testing Method for Metallic Materials in Liquid Helium" del 1990.

Le norme prescrivono in generale che in campo elastico, e fino al raggiungimento del carico unitario di snervamento superiore, la velocità di allontanamento delle teste della macchina sia la più costante possibile. La velocità può essere aumentata quando il provino entra nel campo plastico ma non oltre un certo valore.

Entrambe prescrivono di governare la macchina di trazione in velocità di spostamento della traversa mobile essendo la velocità di deformazione del provino uno dei parametri che più influenzano la prova.

In Tabella II sono messi a confronto i limiti delle velocità di deformazione del provino dati da alcune norme. Per la scelta del valore della velocità di deformazione del provino occorre considerare alcuni aspetti caratteristici del comportamento degli acciai inossidabili austenitici nelle prove a 4,2 K. In particolare si osserva talvolta il caratteristico fenomeno del *serration effect*, che scompare per valori elevati della velocità di deformazione.

Tab. II Confronto fra i limiti delle velocità di deformazione del provino dati da alcune delle norme per prove di trazione sui materiali metallici

	$0 \div \frac{1}{2} R_{p(0,2)}$	$\frac{1}{2} R_{p(0,2)} \div R_{p(0,2)}$	$R_{p(0,2)} \div R_m$	note	temperatura
ASTM E 1450 <sup>2</sup>	$0,036 \div 3,6 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$			-	4,2 K
JIS Z 2277 <sup>3</sup>	qualsiasi	$< 3,6 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$		-	"
ASTM A 370 <sup>4</sup>	-	$< 3,75 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$	$< 30 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$	$vel_{\min} > \frac{1}{10} vel_{\max}$	293 K
ISO 6892-84 <sup>5</sup>	$0,9 \div 9 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$		$< 30 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$	-	"
UNI EN 10002/1 <sup>6</sup>	$0,11 \div 0,55 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$			-	"

Una prima serie di prove preliminari ha permesso di effettuare la messa a punto del sistema e delle procedure a  $T_{\text{amb}}$ , a 77 K ed a 4,2 K. È stata studiata l'influenza di alcuni parametri (quali velocità di applicazione del carico, energia dissipata nel provino, ecc.)

<sup>2</sup> ASTM E 1450-92, "Standard Test Method for Tension Testing of Structural Alloys in Liquid Helium"

<sup>3</sup> JIS Z 2277-90, "Tensile Testing Method for Metallic Materials in Liquid Helium"

<sup>4</sup> ASTM A 370-92, "Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products"

<sup>5</sup> ISO 6892-74, "Métériaux métalliques - Essai de traction"

<sup>6</sup> UNI EN 10002/1, "Materiali Metallici. Prova di Trazione. Metodo di Prova (a temperatura ambiente)"

sul fenomeno del *serration effect* negli acciai a temperature criogeniche in modo da ridurre l'incertezza sui risultati ottenibili nelle prove tensili su acciai, in particolare per quanto riguarda la determinazione della tensione di snervamento  $R_{p0,2}$ . Si sono così potuti scegliere i valori di velocità di deformazione e precarico più adatti allo studio delle caratteristiche tensili in esame. In particolare è stato possibile escludere la presenza di eventuali effetti sistematici dovuti alla procedura di lavorazione dei provini e procedere all'ottimizzazione della metodologia di prova anche in funzione della rilevazione del *serration effect* a 4,2 K, che risulta fortemente dipendente da questi parametri.

Un acciaio quasi stabile quale l'AISI 316LN presenta infatti il fenomeno del *serration effect* solo se la prova di trazione viene eseguita con velocità di deformazione del provino sufficientemente basse (la citata norma ASTM prescrive l'adozione di  $v > 0,001 \text{ s}^{-1}$ ): in corrispondenza dei tratti seghettati della curva  $\sigma$ - $\epsilon$  vengono rilevati picchi di temperatura. Se la velocità di deformazione è troppo elevata, il riscaldamento dovuto alla deformazione può causare un innalzamento della temperatura media del provino al di sopra del valore caratteristico dell'insorgere del fenomeno per il materiale in prova.

La presenza del *serration effect* rende meno significativo dal punto di vista della progettazione allo stato limite ultimo il carico di rottura, che può essere sostituito dal valore del carico al quale il fenomeno del *serration effect* inizia.

### 3. Risultati sperimentali e discussione

Sono state effettuate tre serie di misure su provini di acciaio inossidabile tipo AISI 316LN. Due di queste su provini ricavati da un medesimo settore di tubo avente diametro esterno 21 mm e spessore 2 mm: la prima su provini ricavati di macchina dal tubo (nel seguito AISI Ia) e che conservano quindi la curvatura originale; la seconda su provini laminati quadri e saldati (nel seguito AISI Ib) al fine di valutare l'influenza dell'incrudimento e delle saldature sulle caratteristiche tensili e sul *serration effect*. La terza serie di prove è stata effettuata su provini di acciaio inossidabile di diversa composizione (nel seguito AISI I).

In Fig. 3 sono riportati i diagrammi  $\sigma$ - $\epsilon$  di prove di trazione eseguite su provini di acciaio inossidabile austenitico tipo AISI 316LN (tipo AISI I) a 293 K, 77 K e 4,2 K.

In Fig. 4 sono riportate le curve  $\sigma$ - $\epsilon$  a 4,2 K per i due acciai di diversa composizione (tipi AISI I e II). I valori di  $R_{p0,2}$ , di  $R_m$  e dell'allungamento percentuale dopo la rottura (A) rilevati alle temperature di 293 K, 77 K e 4,2 K sono riportati in Fig. 5 e in Tabella III.



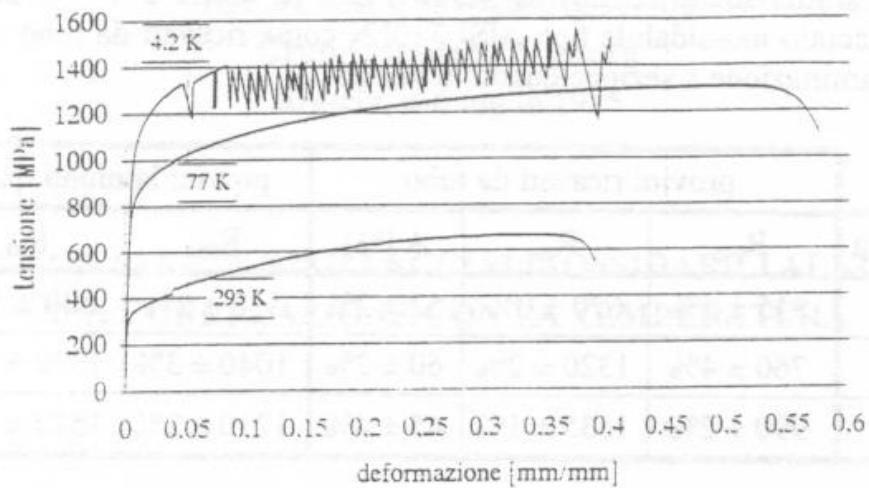


Fig. 3 Prove di trazione su AISI 316LN a 293 K, 77 K e 4,2 K

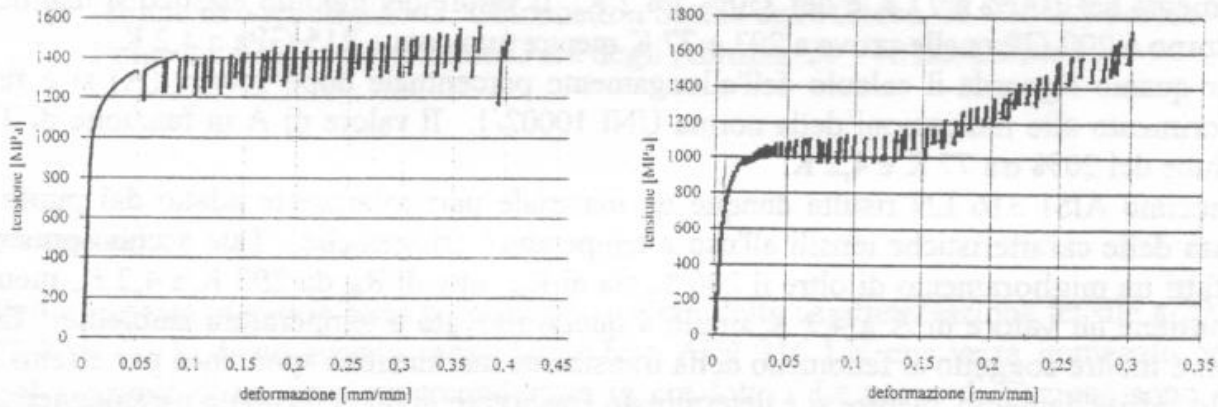


Fig. 4 Prove di trazione a 4,2 K su AISI 316LN di due diverse composizioni

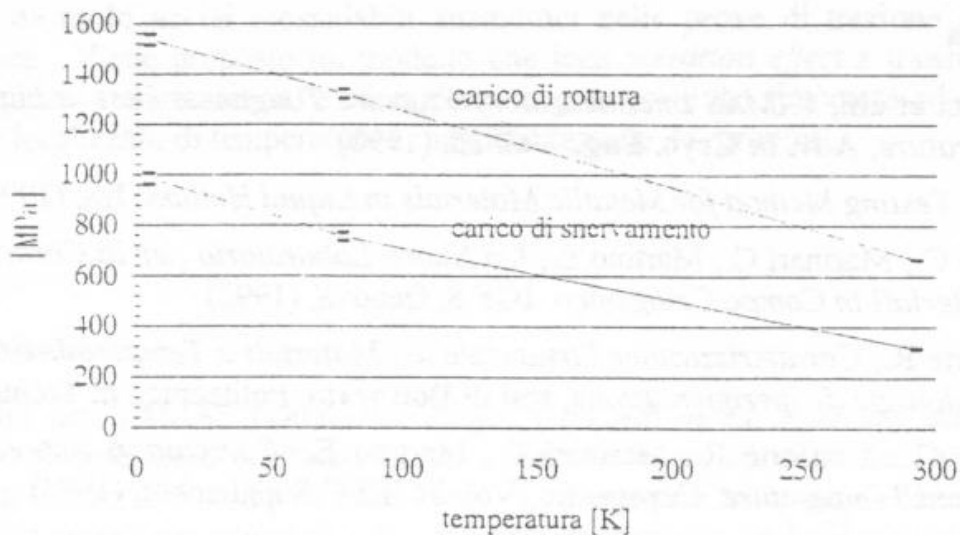


Fig. 5 Andamento del carico di rottura e del carico unitario di scostamento dello 0,2 % dalla proporzionalità per l'acciaio AISI 316 LN in funzione della temperatura

**Tab. III** Caratteristiche tensili (in MPa) a 293 K, 77 K e 4,2 K dei provini di acciaio inossidabile tipo AISI 316LN come ricavati da tubo e sottoposti a laminazione a sezione quadra e saldati

Temperatura	provini ricavati da tubo			provini laminati quadri e saldati		
	$R_{p0,2}$	$R_m$	A [%]	$R_{p0,2}$	$R_m$	A [%]
293	$315 \pm 1\%$	$670 \pm 0\%$	$52 \pm 2\%$	$530 \pm 2\%$	$680 \pm 1\%$	$20 \pm 2\%$
77	$760 \pm 4\%$	$1320 \pm 2\%$	$60 \pm 2\%$	$1040 \pm 3\%$	$1370 \pm 1\%$	$37 \pm 2\%$
4,2	$990 \pm 2\%$	$1535 \pm 1\%$	$45 \pm 4\%$	$1210 \pm 2\%$	$1525 \pm 1\%$	$21 \pm 5\%$

Per il materiale dei provini ricavati da tubo il carico di scostamento dello 0,2% dalla proporzionalità aumenta del 140% a 77 K e del 210% a 4,2 K, mentre il carico di rottura aumenta del 100% a 77 K e del 130% a 4,2 K. Il valore del modulo elastico si mantiene intorno a 200 GPa nelle prove a 293 e 77 K mentre aumenta a 215 GPa a 4,2 K.

Per quanto riguarda il calcolo dell'allungamento percentuale dopo rottura (A) si è fatto riferimento alle indicazioni della norma UNI 10002/1. Il valore di A in funzione di T si riduce del 20% tra 77 K e 4,2 K.

L'acciaio AISI 316 LN risulta dunque un materiale particolarmente adatto dal punto di vista delle caratteristiche tensili all'uso a temperature criogeniche. Tale acciaio presenta infatti un miglioramento di oltre il 200 % sia di  $R_{p0,2}$  che di  $R_m$  da 293 K a 4,2 K, mentre mantiene un valore di A a 4,2 K simile a quello rilevato a temperatura ambiente. Esso non è inoltre soggetto al fenomeno della transizione martensitica spontanea per effetto del solo raffreddamento, mentre si è determinato l'insorgere di un persistente paramagnetismo a 4,2 K in regime di deformazione plastica, fenomeno che non compare in seguito a prove a temperature superiori o uguali a 77 K.

## Bibliografia

- [1] T. Ogata et alii, *VAMAS Interlaboratory Fracture Toughness Test at Liquid Helium Temperature*, **Adv. in Cryo. Eng.**, Vol. 36, (1990)
- [2] *Tensile Testing Method for Metallic Materials in Liquid Helium*, JIS, (1990)
- [3] Ferrero C., Marinari C., Martino E., *Un Nuovo Laboratorio per la Caratterizzazione dei Materiali in Campo Criogenico*, **IGF 8**, Genova, (1992)
- [4] Monforte R., *Caratterizzazione Strutturale dei Materiali a Temperature Criogeniche e Metodologie di Sperimentazione*, **tesi di Dottorato**, Politecnico di Torino, (1994)
- [5] Ferrero C., Monforte R., Marinari C., Martino E., *Correlation Between Serration Effect and Temperature*, **Cryogenics**, Vol. 34 ICEC Supplement, (1994)
- [6] Ferrero C., Marinari C., Martino E., Monforte R., *La Caratterizzazione Strutturale dei Materiali a Temperature Criogeniche*, **XXII Convegno AIAS**, Forlì, (1993)