

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

IL SERRATION EFFECT NEGLI ACCIAI INOSSIDABILI AUSTENITICI E  
SUA CORRELAZIONE CON LA TEMPERATURA

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

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 sono presentati i risultati della caratterizzazione tensile a 293 K, 77 K e 4,2 K di un acciaio inossidabile tipo AISI 316 LN che verrà impiegato per la realizzazione di un cavo superconduttore in condotto. Le prove di trazione sono state condotte presso il "Laboratorio per la Caratterizzazione Strutturale dei Materiali in Ambiente Ostile" (LCSMAO) operativo presso l'IMGC di Torino. Sono discussi alcuni risultati della ricerca sulla correlazione fra il fenomeno del *serration effect* messo in evidenza da molti acciai inossidabili austenitici nelle prove di trazione a 4,2 K e la temperatura. 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).

### 1. Introduzione

Nell'ambito del VAMAS (*Versailles Projects on Advanced Materials and Standards*) sono stati recentemente effettuati alcuni confronti internazionali che hanno coinvolto circa venti Istituti di Ricerca di sette paesi. Essi avevano lo scopo di determinare sia le proprietà strutturali dei materiali a temperature criogeniche sia l'affidabilità dei sensori e trasduttori utilizzati dai vari laboratori, nonché l'influenza delle condizioni di prova adottate. [1]

La dispersione dei risultati ottenuti, superiore a quella che ci si sarebbe potuti aspettare sulla base delle incertezze dichiarate dai singoli, ha sollecitato la stesura di una normativa per la caratterizzazione dei materiali metallici e per l'impiego degli estensometri elettrici a resistenza (ER) alla temperatura dell'elio liquido (4,2 K) e l'approfondimento di fenomeni specifici a tali temperature quali la risalita della resistenza per gli ER al di sotto di 20 K (effetto Kondo) e l'instabilità della curva  $\sigma$ - $\epsilon$  per gli acciai inossidabili austenitici (*serration*). [2]

Uno studio sistematico del fenomeno del *serration* iniziato presso l'IMGC ha permesso di mettere in evidenza il ruolo primario della temperatura, correlando l'influenza della velocità di deformazione del provino ad un innalzamento adiabatico della temperatura dello stesso. [3, 4]

Nella presente memoria vengono forniti i risultati sperimentali più significativi ottenuti su un acciaio austenitico tipo AISI 316LN. Viene proposto un modello che collega il *serration effect* alle transizioni che porzioni del provino di acciaio inossidabile austenitico compiono dalla fase austenitica a quella martensitica per effetto della deformazione plastica a 4,2 K e che fornisce una spiegazione ai fenomeni associati con il *serration effect*, quali l'aumento localizzato di temperatura del provino in corrispondenza di ciascun tratto del *serration* e la magnetizzazione del provino in seguito alla prova, correlando la temperatura di Néel con il fenomeno del *serration*.

## 2. Considerazioni generali

Prove di trazione, effettuate su un acciaio inossidabile tipo AISI 316LN, hanno mostrato come la struttura austenitica di questo acciaio inossidabile rimanga stabile soltanto se la prova viene condotta ad una temperatura superiore a 35 K. Al di sotto di tale temperatura l'acciaio mostra, nelle prove di trazione, il fenomeno del *serration effect*, che si ipotizza essere la manifestazione di transizioni localizzate allo stato martensitico.

Tale trasformazione austenitico-martensitica localizzata può far insorgere:

- \* un decadimento delle proprietà meccaniche a causa della formazione di zone dure e fragili,
- \* il pericolo di fenomeni di corrosione di tipo galvanico, interstiziale, per vaiolatura e intergranulare,
- \* una variazione nella distribuzione delle linee del campo magnetico,
- \* stati di sollecitazione aggiuntivi dovuti alla differenza di volume specifico e coefficiente di dilatazione termica fra struttura austenitica e martensitica.

Il fenomeno riveste pertanto un notevole interesse per il CERN di Ginevra (Laboratorio Europeo per la Ricerca nella Fisica delle Particelle) poiché l'acceleratore di adroni LHC, la cui realizzazione è stata recentemente approvata, prevede l'utilizzo di alcune migliaia di tonnellate di acciaio inossidabile del tipo suddetto che, a temperature comprese fra 2 e 20 K, devono essere immuni da precipitati che inducano fragilità e, almeno per quanto riguarda le 40 tonnellate che costituiranno il tubo del fascio, presentare una suscettibilità magnetica inferiore a  $5 \cdot 10^{-3}$ .

Da un punto di vista dell'ingegneria criogenica viene quindi richiesto che una specifica lega sia stabile alla fase austenitica (fase  $\gamma$ , cubica a facce centrate) rispetto alla possibile trasformazione nella fase ferromagnetica martensitica (fase  $\alpha$ , cubica a corpo centrato) quando venga raffreddata alla temperatura dell'elio liquido. Stanno emergendo sempre più numerose le richieste, non ultima quella legata alla realizzazione del nuovo acceleratore LHC o per le applicazioni aerospaziali, per leghe che si mantengano stabili anche alla temperatura dell'elio superfluido ( $T_\lambda = 2,17$  K).

### 3. Attrezzature e metodologie di prova

Il sistema per la caratterizzazione strutturale dei materiali installato presso l'IMGC è stato già descritto in precedenti memorie. [5, 6]

La *Macchina Prova Materiali (MPM)* utilizzata per le prove è stata modificata per poter essere collegata ad un criostato a flusso che permette di realizzare e mantenere ogni temperatura di prova da 4,2 K alla temperatura ambiente. Per la misura della deformazione dei provini è stato utilizzato un estensometro resistivo in grado di operare a 4,2 K. L'estensometro è stato controllato per mezzo di un sistema di calibrazione interferometrico progettato e costruito presso l'IMGC. Le prove di trazione sono state condotte con una velocità di spostamento della traversa mobile della *MPM* di 0,5 mm/min fino al limite di snervamento aumentandone il valore a 2 mm/min fino a rottura. Il valore scelto è inferiore a quello raccomandato dalla norma ASTM E1450-92 (3,6 mm/min).

### 4. Risultati sperimentali ed analisi

#### 4.1 Prove di trazione

In Tabella I sono riportati i valori delle proprietà tensili ottenuti con provini di acciaio inossidabile tipo AISI 316LN di due differenti composizioni soggetti a prove di trazione a 293 K, 77 K e 4,2 K. L'acciaio in oggetto non è affetto da transizione martensitica per effetto del solo raffreddamento mentre è stato osservato un persistente paramagnetismo nelle zone di deformazione plastica dei provini soggetti provati a 4,2 K, fenomeno che non è stato riscontrato dopo prove condotte a temperature maggiori o uguali a 77 K.

**Tab. I** Caratteristiche tensili (in MPa) a 293 K, 77 K e 4,2 K dei provini di acciaio inossidabile tipo AISI 316LN di due diverse composizioni

Temperatura	acciaio inossidabile AISI I			acciaio inossidabile AISI II		
	$R_{p0.2}$	$R_m$	A [%]	$R_{p0.2}$	$R_m$	A [%]
293	315 ± 1%	670 ± 0%	52 ± 2%	640 ± 2%	840 ± 2%	37 ± 2%
77	760 ± 4%	1320 ± 2%	60 ± 2%	660 ± 3%	1550 ± 1%	28 ± 3%
4,2	990 ± 2%	1535 ± 1%	45 ± 4%	740 ± 1%	1650 ± 1%	27 ± 4%

## 4.2 Serration effect

È stato osservato l'insorgere del fenomeno del *serration effect* (Fig. 1) alla temperatura di 4,2 K sui vari acciai austenitici per valori di deformazione plastica della porzione centrale del provino superiori al 7%.

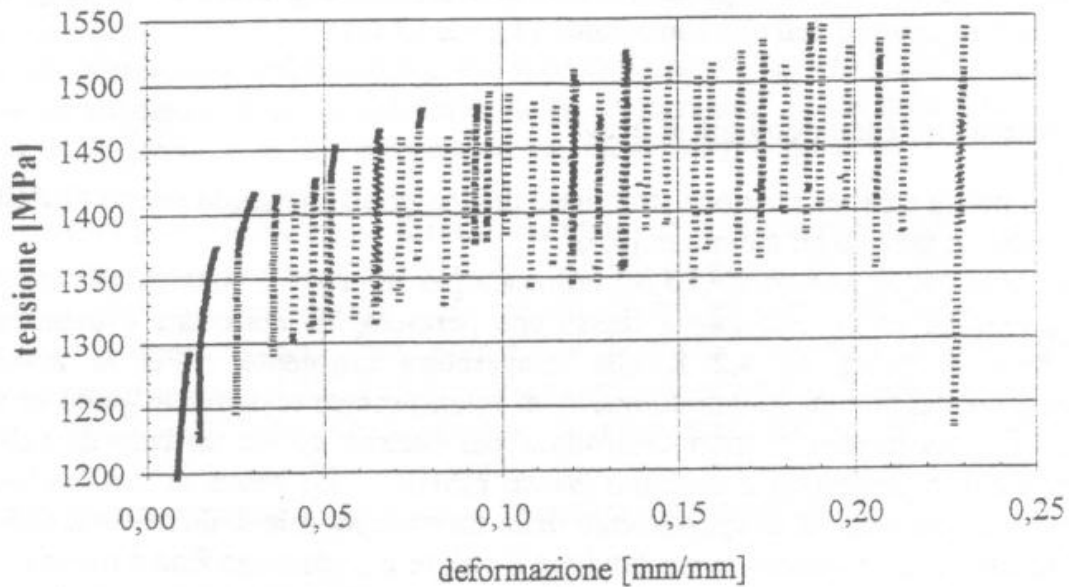


Fig. 1 *Serration effect* su provini di acciaio inossidabile tipo AISI 316LN a 4,2 K

L'analisi del tratto della curva soggetto a questo fenomeno mostra un seghettamento in cui si succedono un centinaio di tratti di deformazione elastica. Come si può osservare dal diagramma di Fig. 1 relativo alla prova a 4,2 K, anche dopo che il *serration effect* ha avuto inizio, il materiale presenta tratti di deformazione plastica, che si manifestano quando il più alto valore di tensione già raggiunto viene superato. Il rilevamento per punti delle curve  $\sigma$ - $\epsilon$  permette di quantificare i salti di allungamento e di tensione (Fig. 2) che si hanno fra due tratti contigui di deformazione elastica.

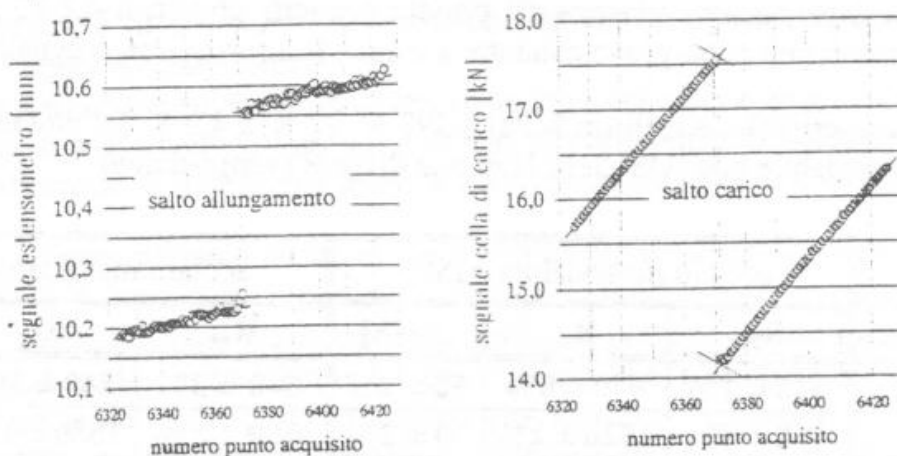


Fig. 2 Esempi di un salto di allungamento e salto di tensione corrispondente

Già nella norma ASTM era messa in evidenza l'influenza della temperatura. In seguito all'approfondimento sperimentale fin qui svolto si ritiene invece che, per deformazioni superiori al 7 %, nel tratto di sezione ridotta del provino (60 mm) avvengano trasformazioni martensitiche localizzate che causano un aumento di volume delle porzioni di provino interessate. Questa interpretazione spiegherebbe però in apparenza soltanto i salti di allungamento positivi. A questi si alternano infatti dei salti di allungamento negativi. Osservando tuttavia che i salti di tensione sono tutti negativi (la misura dei salti di tensione sui provini dà un valore medio  $\Delta\sigma = -162$  MPa,  $rms = 48$  MPa), si giunge alla conclusione che i salti di allungamento sono tutti rappresentativi dello stesso fenomeno e che i salti di allungamento negativi sono causati dalle scosse provocate dal salto di tensione di transizioni martensitiche avvenute al di fuori della porzione del provino su cui è montato l'estensometro (Fig. 3).

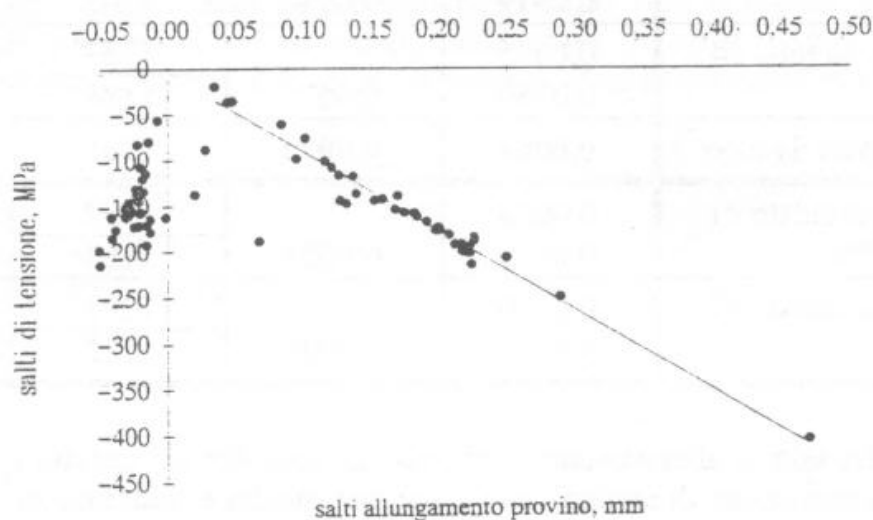


Fig. 3 Correlazione fra salti di allungamento e salti di tensione corrispondenti

Questa ipotesi è confermata da due considerazioni: l'allungamento dopo rottura misurato sul provino è maggiore di quello che si può ricavare dal diagramma  $\sigma$ - $\epsilon$  e il numero di transizioni martensitiche accompagnate da un segnale  $\Delta l$  positivo sta al numero totale come la lunghezza della base di misura dell'estensometro (25 mm) sta alla lunghezza della porzione di sezione ridotta (60 mm). Il fatto che la varianza dei salti di tensione positivi sia così elevata può da un lato significare che le porzioni soggette alla transizione martensitica sono di dimensioni diverse, dall'altro può essere dovuto a transizioni avvenute in porzioni di provino a cavallo del punto di fissazione dell'estensometro.

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.<sup>1</sup> Questo valore è riportato in Tabella II per i diversi provini rotti in elio liquido.

<sup>1</sup> la norma giapponese JIS Z 2277 - 1990 definisce una tensione di inizio *serration* (*onset strength of serration*)



**Tab. II** Valori di deformazione e di tensione caratteristici all'insorgere del fenomeno del *serration effect* (per ogni provino vengono anche dati i corrispondenti valori di salto di deformazione e di tensione)

provino	$\epsilon$	$\Delta\epsilon$	$\sigma$	$\Delta\sigma$
ricavato da tubo #1	0,0787	0,0076	1378	-192
	0,0863		1186	
ricavato da tubo #2	0,0625	-0,0007	1377	-169
	0,0618		1208	
ricavato da tubo #3	0,0461	0,0058	1332	-130
	0,0519		1202	
ricavato da tubo #4	0,0675	0,0075	1357	-173
	0,0750		1184	
media ricavati da tubo <sup>(2)</sup>	<b>0,0064</b>	<b>0,0070</b>	<b>1361</b>	<b>-166</b>
laminato/saldato #1	0,0058	0,0021	1192	-39
	0,0079		1153	
laminato/saldato #2	0,0110	0,0025	1293	-61
	0,0135		1232	

I valori medi dei salti di allungamento e di tensione calcolati sui provini ricavati da tubo prima e dopo l'operazione di laminazione a sezione quadra e saldatura in mezzeria sono riportati in Tabella III.

Come si può osservare, lo scarto quadratico medio dei salti di tensione misurato per tutti i salti (corrispondenti sia ai salti di allungamento positivi sia a quelli negativi) è inferiore a quello misurato sui soli salti di allungamento positivi. Inoltre il *rms* del valore medio dei salti di tensione di tutte le prove è il più basso.

**Tab. III** Salti di allungamento e salti di tensione per i provini ricavati da tubo

provino		salti allungamento [mm]	salti tensione [MPa]
da tubo	solo salti positivi	0,174 ± 0,071	-163 ± 57
	tutti i salti	0,080 ± 0,115	-162 ± 48
da scatolato laminato	solo salti positivi	0,137 ± 0,049	-135 ± 39
	tutti i salti	0,074 ± 0,087	-132 ± 33

<sup>2</sup> media ottenuta escludendo il n. 2 (la prima transizione martensitica è avvenuta fuori dalla *gage length*)

### 4.3 Correlazione fra *serration effect* e temperatura

Per determinare la temperatura di innesco del fenomeno, caratteristica del materiale e dipendente dalla sua composizione, si è fatta variare lentamente la temperatura di prova nel tratto plastico in modo sia crescente che decrescente. Per queste prove è stata utilizzata una seconda serie di provini anch'essi ricavati da tubo di acciaio tipo AISI 316LN di diversa composizione (AISI II).

Una prima serie di prove è stata effettuata facendo variare lentamente la temperatura da  $T_{IHe}$  a  $T_{IN_2}$  (provino #01: 4,2 K  $\rightarrow$  77 K; provino #04: 77 K  $\rightarrow$  4,2 K) in modo da individuare l'intervallo di temperatura entro cui avveniva l'innesco *serration*. In una seconda serie di prove la temperatura è stata fatta variare in un intervallo più ristretto (provino #03: 26 K  $\rightarrow$  63 K; provino #05: 43 K  $\rightarrow$  25 K).

La temperatura è stata mantenuta pressoché costante fino al regime plastico e di poco superiore od inferiore al valore stimato nella prova precedente come caratteristico del materiale, facendola variare solo successivamente ed in modo molto graduale (Fig. 4a, b).

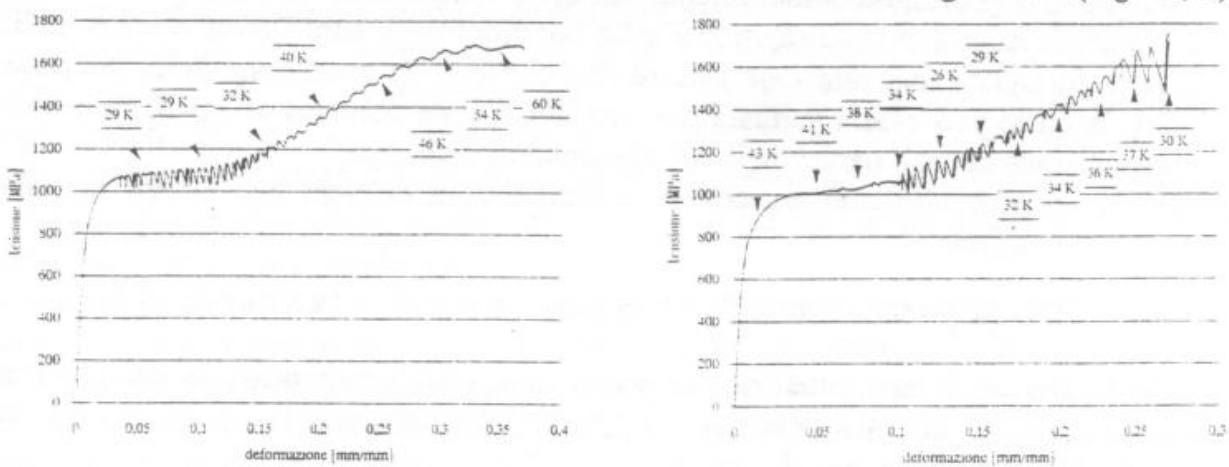


Fig. 4a, b L'insorgere del *serration effect* si manifesta in modo repentino quando la temperatura del provino raggiunge i 34 K per valori di temperatura decrescenti

I diagrammi riportati in Fig. 4a, b consentono di stabilire che il fenomeno insorge in modo repentino al diminuire della temperatura, mentre quando la prova viene effettuata facendo aumentare la temperatura il fenomeno tende a scomparire in modo più graduale. Le prove sono state effettuate sia a temperatura crescente che decrescente al fine di evidenziare eventuali effetti di isteresi del fenomeno. Non sembrano emergere differenze significative fra i valori delle temperature d'innesco così determinati.

La temperatura caratteristica del fenomeno del *serration effect* (o temperatura di Néel), determinata con la prova a temperatura decrescente, è  $T_s = 34$  K.

La differente composizione dell'acciaio provato a temperatura variabile rispetto a quello caratterizzato precedentemente ai punti fissi di temperatura permette un confronto solo di prima approssimazione fra il valore della temperatura caratteristica rilevato per via sperimentale e quello teorico calcolato con la formula di Warnes e King, dato che il valore della temperatura di Néel è fortemente influenzato dalla composizione dell'acciaio. Il valore teorico della temperatura caratteristica dell'insorgere del fenomeno del *serration effect* per l'acciaio inossidabile austenitico tipo AISI 316LN risulta infatti 26 K se

calcolato a partire dalla composizione relativa ai provini ricavati dal tubo utilizzato per la realizzazione dei cavi CICC per il magnete MHD del Progetto Finalizzato CNR (AISI tipo I), mentre il valore rilevato sperimentalmente sui provini di acciaio inossidabile AISI tipo II risulta 34 K. Tali valori possono comunque considerarsi sufficientemente vicini ( $\Delta T = 8$  K) e tali da fornire una prima conferma del modello teorico ipotizzato.

#### 4.4 Serration effect e temperatura di Néel

La temperatura di Néel è la temperatura al di sotto della quale una sostanza paramagnetica diventa ferrimagnetica.

L'eventuale instabilità della struttura austenitica e la sua conseguente trasformazione martensitica si rilevano con strumenti detti suscettometri: strumenti in grado di misurare l'effetto prodotto dalla variazione di permeabilità magnetica dovuta alla transizione martensitica della struttura dell'acciaio su un campo magnetico di prova.

Uno studio approfondito sulla dipendenza della temperatura di Néel dalla composizione dell'acciaio inossidabile austenitico è stato condotto negli anni '70 da Warnes e King. [7] È stata formulata una relazione lineare che consente la predizione della temperatura di Néel, la quale può essere valutata con una deviazione standard di 3,5 K sulla base della composizione in peso percentuale dei componenti della lega.

Per gli acciai inossidabili austenitici la temperatura di Néel può essere ricavata dalla seguente relazione:

$$T_N^* [K] = 90 - 1,25 \text{ Cr}\% - 2,75 \text{ Ni}\% - 5,5 \text{ Mo}\% - 14 \text{ Si}\% + 7,75 \text{ Mn}\%$$

Tale equazione è stata ottenuta per acciai inossidabili austenitici la cui composizione rientra nel range di: 16 ÷ 25% Cr; 6 ÷ 32% Ni; 0 ÷ 16% Mn; 0 ÷ 2,4% Si; 0 ÷ 3% Mo; 0 ÷ 0,14% C; 0 ÷ 0,3% N.

Al fine di ottenere una prima validazione sperimentale della formula di Warnes e King sono stati quindi scelti due acciai le cui temperature teoriche di Néel, calcolate con la formula di Warnes e King, fossero rispettivamente inferiore a 4,2 K (3 K) e superiore a 77 K (116 K). I risultati sperimentali riportati in Fig. 5 e 6 indicano per entrambi uno scostamento del comportamento previsto (nettamente più marcato quello a 77 K).

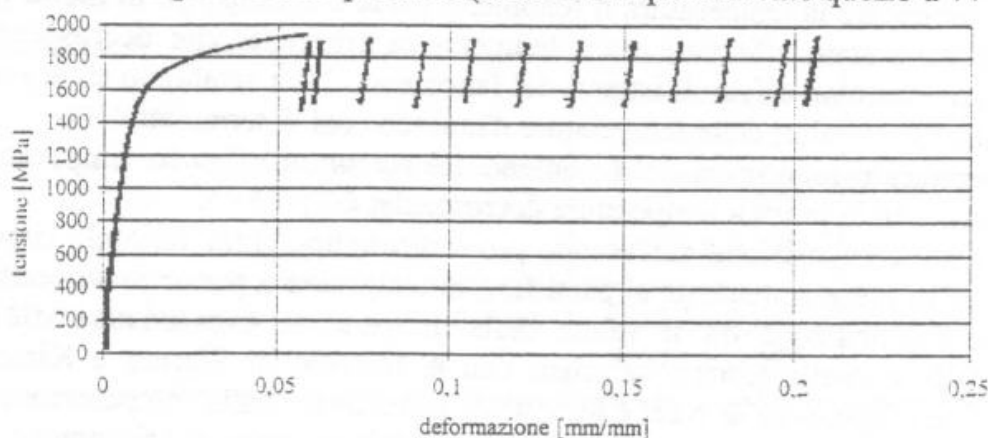


Fig. 5 Diagramma  $\sigma$ - $\epsilon$  della prova a 4,2 K



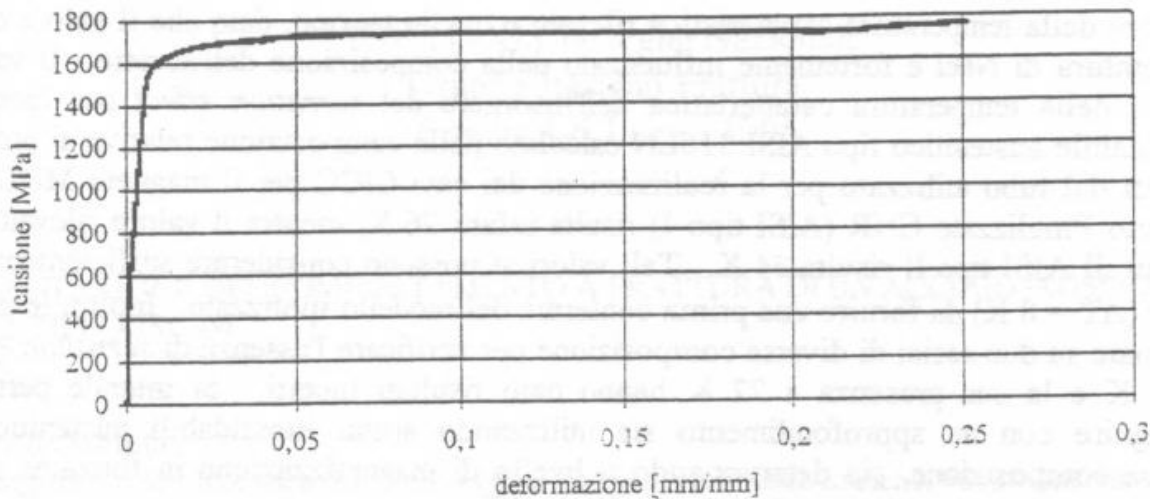


Fig. 6 Diagramma  $\sigma$ - $\epsilon$  della prova a 77 K

Mentre per il primo acciaio la deviazione standard  $rms = 3,5$  K fornita da Warnes e King come incertezza per la loro formula sul calcolo di  $T_{N^*}$  potrebbe spiegare il permanere del *serration effect* a 4,2 K (grafico di Fig. 5), nettamente più problematica risulta l'interpretazione del dato sperimentale per il secondo acciaio (Fig. 6), per il quale ci si sarebbe aspettato di rilevare il fenomeno del *serration effect* anche a 77 K. La differenza  $\Delta T = (T_{N^*} - T_N) = 39$  K risulta infatti, per tale tipo di acciaio, di un ordine di grandezza superiore alla deviazione standard teorica ( $\Delta T \gg rms$ ).

L'insieme di questi risultati sembra confermare la validità della formula di Warnes e King almeno per quanto riguarda la selezione preliminare fra vari acciai in funzione del tipo di applicazione criogenica, sottolineando nel contempo la necessità di un ulteriore approfondimento teorico-sperimentale del *cross-correlation* fra *serration effect*, temperatura di prova e composizione dell'acciaio, al fine di una validazione sperimentale della formula di Warnes e King con una migliore definizione dei suoi margini di applicabilità (intervallo di temperatura) e del  $rms$  in funzione sia della temperatura di prova che della composizione.

## 5. Conclusioni

Lo studio sistematico del fenomeno del *serration effect*, manifestato dagli acciai inossidabili austenitici nelle prove a 4,2 K, ha permesso di mettere in evidenza il ruolo primario della temperatura di prova in rapporto alla velocità di deformazione del provino. È stata studiata la relazione esistente fra temperatura e *serration effect* facendo variare lentamente la temperatura del provino mediante il dispositivo di regolazione del criostato a flusso. Si è potuto mettere in evidenza un valore di temperatura caratteristico dell'insorgere del fenomeno proprio di ciascun acciaio. Questo valore può essere correlato con il valore calcolato con la formula di Warnes e King che mette in relazione la stabilità della struttura austenitica con la composizione dell'acciaio inossidabile. La differente composizione dell'acciaio tipo AISI 316LN provato a temperatura variabile rispetto a quello provato ai punti fissi permette un confronto di prima approssimazione fra

il valore della temperatura caratteristica rilevato e quello teorico, dato che il valore della temperatura di Néel è fortemente influenzato dalla composizione dell'acciaio. Il valore teorico della temperatura caratteristica dell'insorgere del *serration effect* per l'acciaio inossidabile austenitico tipo AISI 316LN calcolato dalla composizione relativa ai provini ricavati dal tubo utilizzato per la realizzazione dei cavi CICC per il magnete MHD del Progetto Finalizzato CNR (AISI tipo I) risulta infatti 26 K, mentre il valore rilevato sui provini di AISI tipo II risulta 34 K. Tali valori si possono considerare sufficientemente vicini ( $\Delta T = 8$  K) da fornire una prima conferma del modello ipotizzato. Inoltre le prove effettuate su due acciai di diversa composizione per verificare l'assenza di *serration effect* a 4,2 K e la sua presenza a 77 K hanno dato risultati incerti. Si intende pertanto proseguire con un approfondimento sia utilizzando acciai inossidabili austenitici di diversa composizione, sia determinando il livello di magnetizzazione in funzione della temperatura di prova e la correlazione fra i valori di magnetizzazione e *serration effect*.

## Bibliografia

- [1] Ferrero C., *VAMAS International Round-Robin Test on Cryogenic Strain Gauges at Cryogenic Temperatures*, (1990)
- [2] T. Ogata et alii, *VAMAS Interlaboratory Fracture Toughness Test at Liquid Helium Temperature*, **Adv. in Cryo. Eng.**, Vol. 36, (1990)
- [3] Monforte R., *Caratterizzazione Strutturale dei Materiali a Temperature Criogeniche e Metodologie di Sperimentazione*, **tesi di Dottorato**, Politecnico di Torino, (1994)
- [4] Ferrero C., Monforte R., Marinari C., Martino E., *Correlation Between Serration Effect and Temperature*, **Cryogenics**, Vol. 34 ICEC Supplement, (1994)
- [5] Ferrero C., Marinari C., Martino E., *Un Nuovo Laboratorio per la Caratterizzazione dei Materiali in Campo Criogenico*, **IGF 8**, Genova, (1992)
- [6] Ferrero C., Marinari C., Martino E., Monforte R., *La Caratterizzazione Strutturale dei Materiali a Temperature Criogeniche*, **XXII Convegno AIAS**, Forlì, (1993)
- [7] Warnes L.A.A., King H.W., *The Low Temperatures Magnetic Properties of Austenitic Fe-Ni-Cr Alloys. The Prediction of Néel Temperatures and Maximum Susceptibilities*, **Cryogenics**, Vol. 16, (1976)