

# Confronto tra prove in controllo di carico e prove in controllo di deformazione per lo studio della tensocorrosione su acciaio per condotte

S. Di Liberto\*, A. Bennardo\*, G. Gabetta\*

\* *Eniricerche SpA, Via Maritano 26, 20097 S. Donato Milanese (MI)*

## Sommario

Sono state svolte prove di trazione su campioni tipo C(T) intagliati, utilizzando due diverse metodologie: controllo di carico e controllo di deformazione. Il materiale prescelto è acciaio da pipeline con struttura ferritico-perlitica. Le prove sono state svolte in aria e in ambiente acquoso simulante quello a contatto con l'acciaio quando il rivestimento è staccato.

Il lavoro si propone di quantificare e di confrontare i valori delle velocità di propagazione delle cricche per tensocorrosione ottenuti con le due metodologie di indagine partendo dall'ipotesi che la propagazione delle cricche in ambiente è dovuta a meccanismi di assorbimento e infragilimento da idrogeno. I risultati delle prove meccaniche sono stati correlati con osservazioni metallografiche (LM) e frattografiche (SEM). Dal confronto dei dati ottenuti risulta che le prove a controllo di carico, rispetto a quelle SSR, permettono una più netta separazione degli effetti meccanici da quelli dell'ambiente; l'integrazione delle due metodologie è necessaria per una migliore comprensione del comportamento del materiale.

## Abstract

*Stress Corrosion Cracking (SCC) tests were carried out on C(T) notched specimens of pipeline steel, using two different methodologies: load control and slow strain rate. The tested material is a pipeline steel with perlitic-ferritic structure. Tests were carried out both in air and in aqueous environment, simulating the environment present under a disbanded coating.*

*The aim of the work is essentially to compare data of crack grow velocities obtained with the two methods above mentioned in order to obtain a better understanding of the material behavior. The effects of strain rate and loading methodology have been discussed under the hypothesis that crack propagation in the examined environment is due to hydrogen related mechanism. Results have been correlated with optical (LM) and electronic microscopy (SEM) examination of the fracture surface. Preliminary results do indicate that Load Control Methodology (in respect to Slow Strain Rate) offers a better separation between mechanical and environmental components both concurring to crack grow. Integration of the two techniques allows a better understanding of the material behavior.*

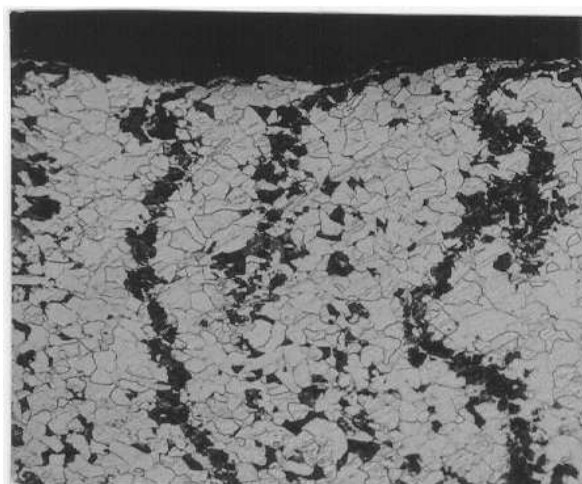
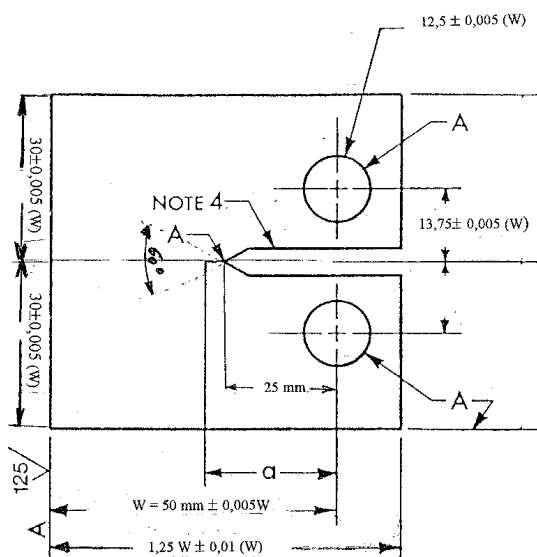
## 1. Introduzione

Le caratteristiche di resistenza alla tensocorrosione e alla corrosione-fatica dei materiali metallici possono essere determinate utilizzando prove meccaniche svolte in ambiente aggressivo. La presenza dell'ambiente provoca solitamente una diminuzione dei carichi di soglia ed un aumento della velocità di propagazione delle cricche. Le prove vengono svolte utilizzando campioni lisci e/o campioni intagliati, per i quali si applicano in genere le normative e i metodi di elaborazione dei dati tipici della meccanica della frattura lineare elastica.

E' ormai generalmente accettato che la tensocorrosione transgranulare sugli acciai basso legati si manifesta per l'azione sinergica dell'ambiente corrosivo e di carichi dinamici [1]. Le prove di laboratorio vengono condotte o con la tecnica Slow Strain Rate (SSR), o per fatica sotto controllo di carico con provini intagliati. In particolare lo studio del legame tra velocità di trazione e velocità di deformazione all'apice della cricca è importante [2] sia per mettere a punto i metodi di prova che per formulare modelli di previsione di vita di componenti industriali.

Con la SSR si impone al campione una lenta velocità di deformazione e si controlla la velocità di apertura (spostamento nel tempo della traversa della macchina) nella direzione del carico; questa tecnica permette di determinare la suscettibilità del materiale alla tensocorrosione ed il valore del carico di soglia. Superato il limite elastico, l'aumento di cedevolezza del provino (conseguente al propagare della cricca) tende ad opporsi alla crescita del carico; ciò può condizionare il processo di tensocorrosione in atto.

Nelle prove a controllo di carico si impone, invece, una rampa di carico a velocità di salita costante e si misura l'apertura del campione nella direzione del carico. In queste condizioni lo stato di tensione all'apice della cricca è sempre sostenuto dal carico imposto e la fase di propagazione sottocritica si riduce a piccoli incrementi iniziali. L'attività svolta e qui descritta si propone, da un lato, di mettere a confronto diretto e di integrare i risultati ottenuti con le due metodologie, e dall'altro di contribuire alla normalizzazione delle prove di meccanica della frattura in ambiente [3,4,5].



X 200

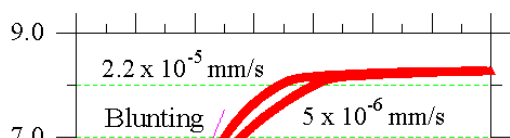
Fig.1:  
Disegno  
dei  
provini  
C(T) a  
spessore  
ridotto e

microstruttura del materiale

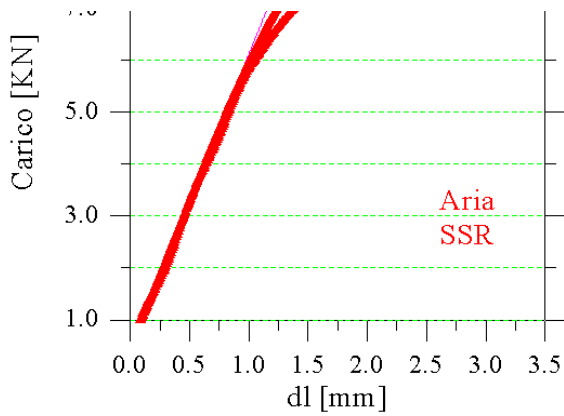
## 2. Attività sperimentale

Per questo programma di prove è stato utilizzato uno spezzone di condotta esercita di acciaio X52 messo a disposizione da SNAM dal quale sono stati ricavati una serie di campioni intagliati C(T) a spessore ridotto. Il materiale ha una struttura ferritico-perlitica con bande perlitiche orientate nel senso di laminazione e grani di dimensione media 13  $\mu\text{m}$  (norma ASTM E112). Forma, dimensione dei campioni e microstruttura del materiale sono mostrate in Fig.1. Per le prove in ambiente è stata utilizzata la soluzione NS4 mantenuta a temperatura ambiente e saturata in continuo con gorgogliamento di una miscela di  $\text{N}_2 / \text{CO}_2$  ( $\text{CO}_2$  5% in volume) così che il pH della soluzione risultava essere 6,8. A fine prova, le superfici di frattura dei campioni (aperti in azoto liquido) sono state osservate al SEM e/o al microscopio ottico, per ottenere una stima della profondità di propagazione della tensocorrosione

## 3. Risultati e discussione



Nelle figure 2 e 3 sono mostrati due tipici diagrammi carico spostamento (nel tempo) relativi alle prove svolte in aria. Per le prove SSR lo spostamento si riferisce alla traversa



della macchina mentre per le prove in controllo di carico lo spostamento è stato misurato da un trasduttore posizionato al di fuori della cella ambientale. In entrambi i casi i dati sono quindi influenzati dalla cedevolezza della macchina. e trattandosi di macchine diverse, le curve carico/deformazione possono essere confrontate solo in termini qualitativi.

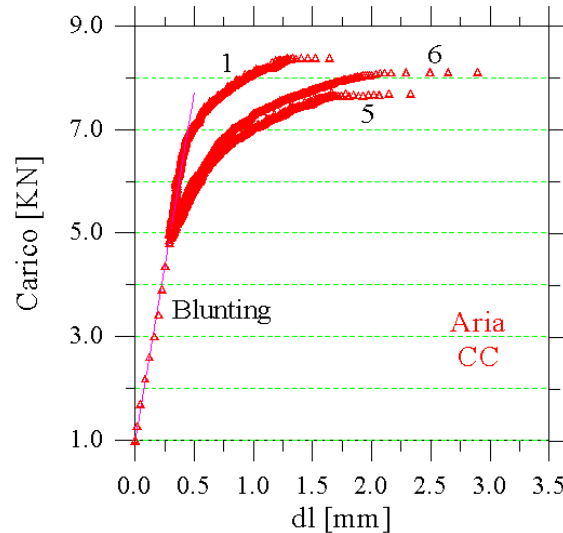


Fig.2: Prove SSR Fig.3: Prove in controllo di carico

Nelle curve,

indipendentemente dalle modalità di prova, si distinguono tre zone: la prima zona elastica (lineare), una zona di blunting e una zona di propagazione. Nelle prove SSR, il carico di blunting può essere stimato intorno ai 650 kg, mentre il carico massimo è pari a 828 kg. L'effetto della velocità di trazione è ipotizzabile solo nella zona di blunting. Nelle prove in controllo di carico il valore di blunting sembra influenzato dalla velocità di apertura (vedi tabella), e il carico massimo è compreso tra 780 e 840 kg. Anche in questo caso, si nota un effetto della velocità del carico nella zona di blunting.

Nelle Figg. 4 e 5 sono riportate le curve relative alle prove in ambiente, confrontate con L'andamento in aria. In ambiente l'effetto della velocità di trazione (SSR) o di applicazione del carico (controllo di carico) è molto più significativo che in aria; si possono infatti evidenziare alcuni punti importanti:

- entrambe le prove SSR più veloci ( $2.2 \times 10^{-5}$  mm/s e  $5 \times 10^{-6}$  mm/s) mostrano una diminuzione del carico (come uno scalino da 700 a 660-670 kg), verosimilmente legato all'azione dell'ambiente, che agisce per tutto il tempo in cui il carico scende; l'effetto ambientale cessa quindi, dopo una piccola propagazione, tanto che nella fase successiva, viene "recuperato" l'andamento delle prove in aria, raggiungendo lo stesso carico massimo.
- nella prova più lenta ( $2.7 \times 10^{-6}$  mm/s) l'inizio della propagazione avviene intorno a 600 kg, quando la curva assume un andamento diverso da quello delle prove in aria (indicate con tratteggio).

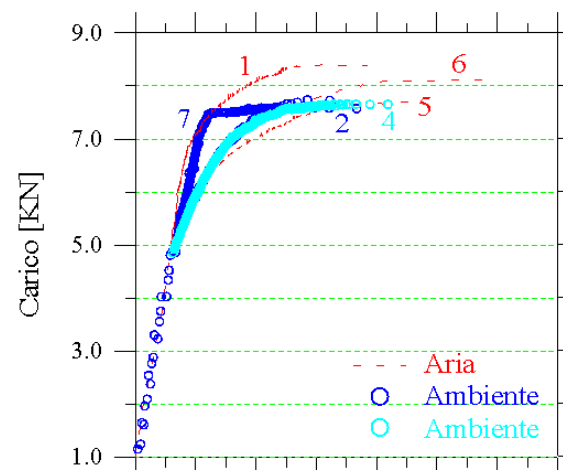
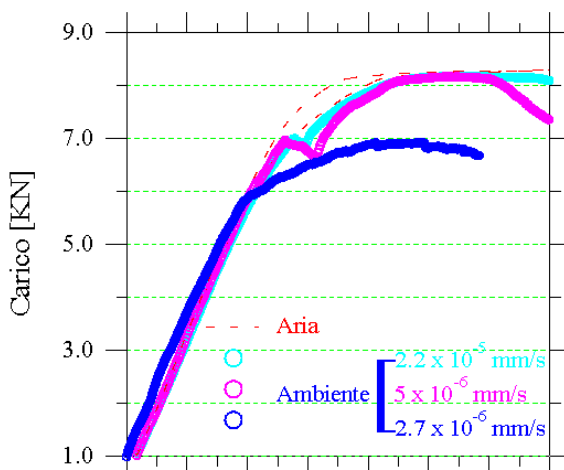


Fig.4: Prove SSR Fig.5: Prove in controllo di carico

Per quanto

0.0 0.5 1.0 1.5 2.0 2.5 3.0 3.5  
dl [mm]

0.0 0.5 1.0 1.5 2.0 2.5 3.0 3.5 riguarda le  
dl [mm] prove in

controllo di carico (Fig.5), la diminuzione di carico massimo in ambiente (rispetto all'aria) è significativa solo alla più bassa velocità di apertura; spesso le differenze tra curva e curva sono evidenti solo nella zona di propagazione sottocritica (al di sopra del carico di blunting).

Per una maggiore comprensione dei risultati occorre tener presente che per i campioni intagliati la velocità di apertura, pur essendo nominalmente costante nelle prove SSR, aumenta al crescere della cricca [2]. Per le prove in controllo di carico, la velocità di apertura anche aumenta, ma molto più rapidamente, al crescere della cricca. In entrambi i casi la velocità di deformazione è costante quindi solo fino al momento dell'innesco, poi aumenta, e in controllo di carico diverge dopo una piccola propagazione (propagazione sottocritica).

Dall'osservazione delle figure precedenti, e in particolare da Figg.4 e 5, è interessante notare inoltre che in ambiente può presentarsi (ed è abbastanza riproducibile) un aumento del carico di blunting rispetto al valore in aria: come se il campione diventasse in qualche modo più rigido, prima dell'innesco della cricca. Questo effetto è evidente soprattutto in controllo di carico ed è compatibile con il meccanismo della SCC transgranulare, in qualche modo legato all'infragilimento da idrogeno [8,9,10].

L'andamento delle curve dimostra inoltre che per le prove in controllo di carico la propagazione sottocritica è molto ridotta: l'esame delle superfici di frattura ha dimostrato che l'effetto ambientale è dominante solo per i primi 300-500  $\mu\text{m}$ ; d'altro canto, nelle prove SSR la componente meccanica (sostanzialmente duttile) è più evidente anche nella zona iniziale, a causa della diminuzione di carico. Per ragioni di spazio, è possibile riportare qui solo un esempio della superficie di frattura di due campioni, uno in controllo di carico (Fig.6) e uno in SSR (Fig.7). In entrambi i casi, si tratta della zona centrale all'inizio della propagazione.

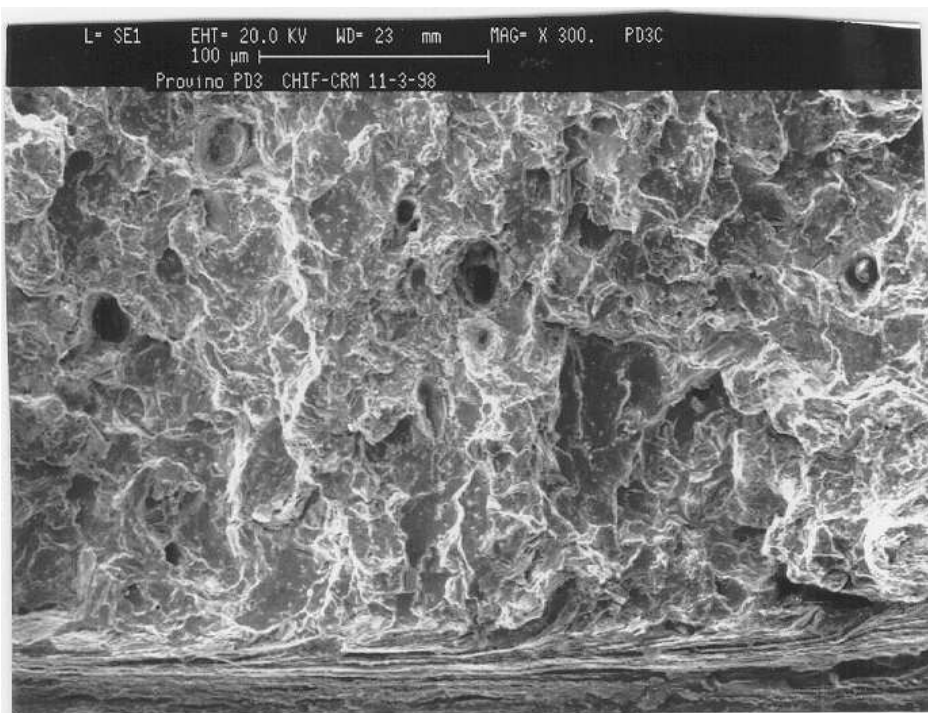


Fig.6: Campione in controllo di carico

Il campione in controllo di carico ha un aspetto decisamente più fragile, confermato anche a basso ingrandimento dal relativo minore sviluppo (osservabile anche in aria) delle labbra di taglio corrispondenti alla zona in Plane Stress, vicino ai bordi. Le prove in controllo di carico sembrano, a questo primo esame, mettere in maggiore evidenza gli effetti dovuti all'ambiente, anche quando

la velocità di applicazione del carico non è particolarmente lenta. Questo è indubbiamente utile sia per la comprensione dei meccanismi che provocano la tensocorrosione, sia per la possibilità di ottenere dati in tempi brevi.

Per ottenere un parametro quantitativo, è stata fatta una stima delle velocità di propagazione, con le seguenti modalità:

- per le prove SSR è stata calcolata la velocità media, intesa come rapporto tra il  $\Delta a$  totale (misurato sulla

superficie di frattura) e il tempo di prova a partire dal carico di blunting;

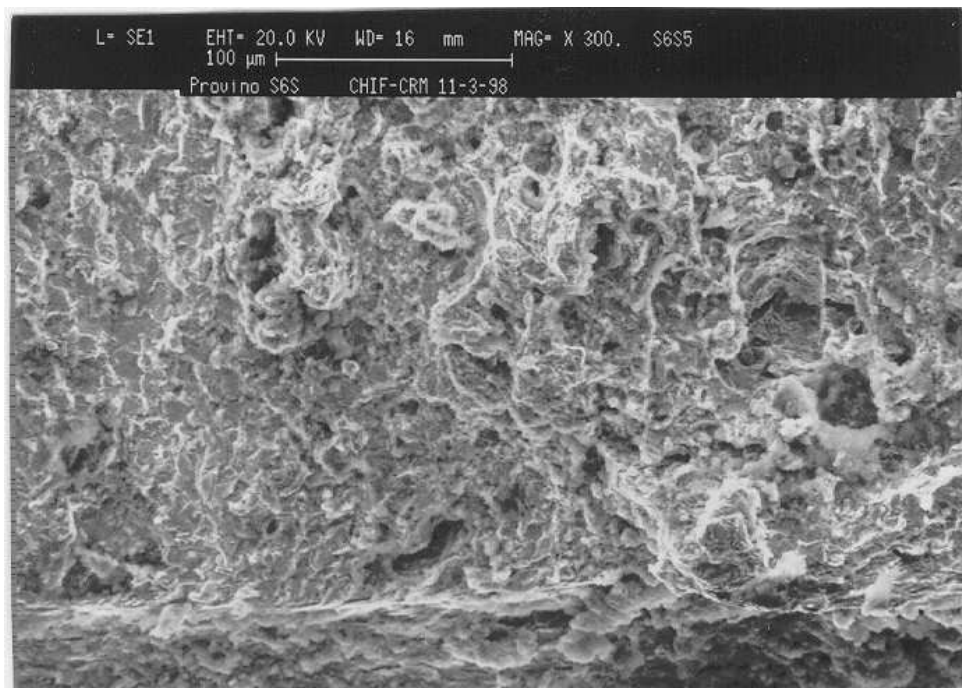


Fig.7: Campione SSR

- per le prove in controllo di carico è stato calcolato il rapporto tra l'estensione della zona di propagazione sottocritica (stimata sulla superficie di frattura) e il tempo a partire da quando l'apertura misurata dal trasduttore si discosta dalla linearità.

Nella tabelle 1 e 2 (prove in controllo di carico) oltre alle condizioni di prova sono riportati per ogni campione i valori della velocità media di

propagazione della cricca, così ottenuti.

Tabella 1 : Prove Slow Strain Rate

Prova n°	Campione n°	Ambiente di prova	Velocità della traversa (mm/s)	Velocità media di propagazione (mm/s)
1-10s	X52 - 34	NS4/CO <sub>2</sub>	$2.7 \times 10^{-6}$	$5 \times 10^{-6}$
2 -7s	X52 - 26	Aria	$5 \times 10^{-6}$	$7.2 \times 10^{-6}$
3-6sb	X52 - 24	NS4/CO <sub>2</sub>	$5 \times 10^{-6}$	$1.1 \times 10^{-5}$
4 - 9s	X52 - 31	Aria	$2.2 \times 10^{-5}$	$2.6 \times 10^{-5}$
5 -8s	X52 - 28	NS4/CO <sub>2</sub>	$2.2 \times 10^{-5}$	$3.8 \times 10^{-5}$

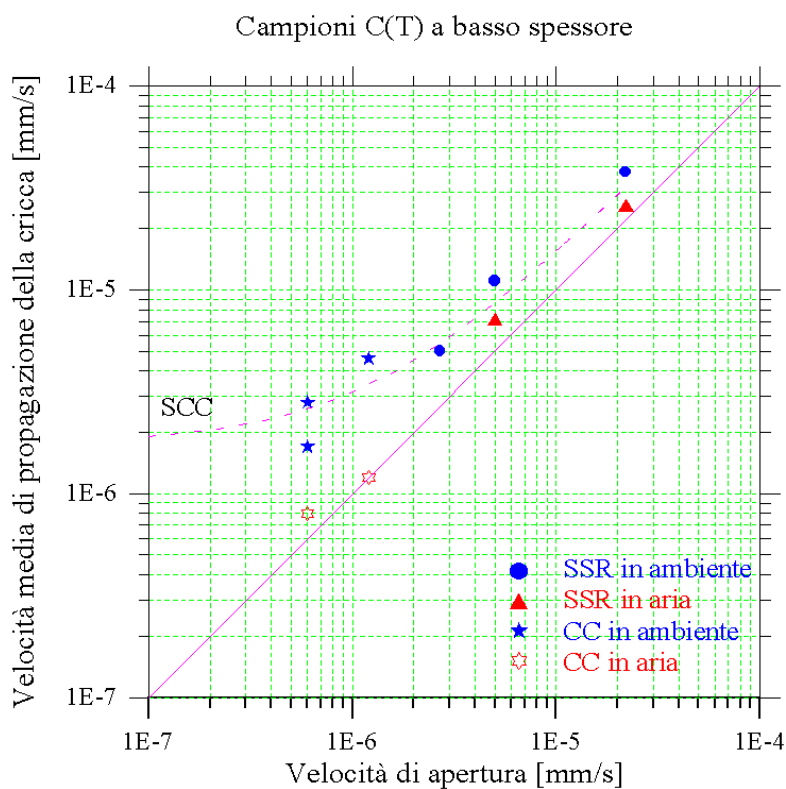
Tabella 2 : Prove in Controllo di Carico

Prova n°	Campione n°	Ambiente di prova	Velocità di apertura nominale* (mm/s)	Velocità di propagazione sottocritica (mm/s)
1	X52-1	ARIA	$1.2 \times 10^{-6}$	$1.3 \times 10^{-6}$

2	X52-2	NS4+CO <sub>2</sub>	$1.2 \times 10^{-6}$	$4.6 \times 10^{-6}$
4	X52-4	NS4+CO <sub>2</sub>	$6 \times 10^{-7}$	$1.7 \times 10^{-6}$
5	X52-5	ARIA	$6 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$
6	X52-6	ARIA	$6 \times 10^{-7}$	-
7	X52-7	NS4+CO <sub>2</sub>	$6 \times 10^{-7}$	$2.8 \times 10^{-6}$

\* Si intende prima dell'inizio della propagazione

In Fig. 8 i valori di velocità di propagazione sono stati riportati utilizzando la rappresentazione del modello di sovrapposizione [11]. I punti relativi alle prove in aria cadono sulla retta a 45°, indicando che la velocità di crescita è dello stesso ordine di grandezza della velocità con cui si apre il campione.



*Fig.8: Velocità di crescita della cricca con i due diversi metodi di prova*

Per le prove in ambiente, si nota un aumento della velocità con uno scostamento maggiore al diminuire della velocità di apertura. Trattandosi di una rappresentazione in scala logaritmica, in realtà al diminuire della velocità di trazione si assiste soltanto ad un aumento del peso relativo della componente SCC. L'extrapolazione (del tutto arbitraria ma basata sul modello di sovrapposizione) della velocità in ambiente per velocità di apertura tendenti a zero dà un valore di pianerottolo dell'ordine di  $10^{-6}$  mm/s, in accordo con osservazioni di letteratura [12].

Le velocità misurate con il metodo SSR sono tendenzialmente più basse di quelle misurate in controllo di carico, perchè con questo metodo man mano che la cricca cresce il carico tende ad abbassarsi e l'effetto ambientale a diminuire; in controllo di carico invece la velocità tende a divergere ed è difficile stabilire con certezza l'intervallo di tempo da utilizzare: per questo le velocità stimate sono tendenzialmente più elevate e mostrano maggiore dispersione. D'altro canto, in controllo di carico l'effetto ambientale risulta molto più evidente, come si nota dalle osservazioni frattografiche.

Le considerazioni sulla velocità di crescita permettono quindi di concludere che i due metodi di prova danno risultati che si integrano soprattutto quando permettono di ottenere informazioni quantitative. La scelta di una metodologia rispetto all'altra può essere dettata dalla necessità di risparmiare tempo, ma dovrà anche tener conto delle modalità di applicazione del carico riscontrate sul componente.

#### 4. Conclusioni

Le considerazioni di tipo qualitativo fatte in questo lavoro hanno permesso di evidenziare che nelle prove in controllo di carico, per quanto si raggiunga l'instabilità dopo una fase ridotta di propagazione sottocritica, sono utili perchè permettono una più netta separazione degli effetti meccanici da quelli dovuti all'ambiente, e perchè sono generalmente più veloci delle prove in controllo di deformazione. E' comunque necessaria un'ulteriore fase di approfondimento, soprattutto con lo scopo di ottenere un maggior numero di dati quantitativi.

#### Ringraziamenti

Gli autori ringraziano il F.I.Eni per aver sponsorizzato le attività svolte nella presente ricerca, e la SNAM per aver cortesemente messo a disposizione il materiale per le prove. Le prove sono state svolte con l'assistenza del Sig. P.Bruni per la parte sperimentale.

#### Bibliografia

- [1] R.N.Parkins, "Conceptual Understanding and Life prediction for SCC of Pipelines", Proceedings of Corrosion 96, NACE, Research Topical Symposia, Part I, 1996.
- [2] G.Gabetta, E.Sinigaglia, "Corrosion-deformation interaction during SCC of sensitized stainless steel", EFC Publications, N°21, The Institute of Materials, 1997
- [3] "Guidelines for Fracture Mechanics SCC Testing", W.Dietzel, GKSS March 1995.

- [4] W.Dietzel, "Information about the ESIS Technical Committee 10 - Environmentally Assisted Cracking", rapporto GKSS, 1994.
- [5] "Characterization of Susceptibility of Metallic Materials to EAC", BCR Contract n° MAT1 CT 930038.
- [6] TransCanada Pipelines Report on 1987 pipe integrity program, 1988.
- [7] Parkins,R N., Blanchard,W.K.Jr., and Delanty B.S. "Transgranular SCC of high-pressure pipelines in contact with solution of near neutral pH "; Corrosion-May 1994 pp. 394-408.
- [8] G.Gabetta, F.Bregani, "Some consideration on EAC mechanisms during crack propagation under monotonic loading', Hydrogen transport and cracking in metals, A. Turnbull Ed. HMSO, London, 1995
- [9] E.A. Charles and R.N. Parkins, "Generation of Stress Corrosion Cracking Environments at Pipeline Surfaces", Corrosion July 1995, pp.518 - 527.
- [10] S. Di Liberto G. Gabetta "Stress Corrosion Cracking by anodic dissolution and Hydrogen Permeation in Pipelines Steels", Physico-chemical Mechanics of Materials, Vol. 33 N° 4, pp.17-24,1997
- [11] G. Gabetta "Assessment of Residual Life of Components Subject to Environmentally Assisted Cracking" , proc. ECF10, 20-23 September 1994, Berlin, Volume 1, pp. 67-74.
- [12] R.B.Rebak, Z.Xia, R. Safruddin and Z. Szklarska-Smialowska "Electrochemical Process Controlling SCC of Underground Pipelines"; Nace Corrosion 1995 paper N° 184.

## Atti del convegno

[ [Precedente](#) ] [ [Successiva](#) ]

Versione HTML realizzata da

