

RESISTENZA ALLA PROPAGAZIONE DELLA CRICCA DI FATICA NEGLI ACCIAI INOSSIDABILI AUSTENO-FERRITICI 22 CR 5 NI E 25 CR 7 NI

F.Iacoviello

Di.M.S.A.T., Università di Cassino via G.di Biasio 43, 03043 Cassino (FR)

Sommario

Lo scopo di questo lavoro è stato quello di confrontare la resistenza alla propagazione della cricca di fatica in due acciaio inossidabile austeno ferritico: 22 Cr 5 Ni (duplex) ed un 25 Cr 7 Ni (superduplex). Negli acciai inossidabili austeno-ferritici tale resistenza è influenzata sia da parametri metallurgici (ad esempio il rapporto ferrite-austenite, la morfologia delle fasi, la dimensione dei grani etc.), sia da parametri meccanici (rapporto di carico, forma d'onda, direzione di applicazione del carico, etc.). I risultati ottenuti dalle prove di propagazione di cricca di fatica nel diagramma da/dN- ΔK sono stati interpolati mediante la relazione di Paris-Erdogan ed i micromeccanismi di avanzamento sono stati analizzati mediante l'impiego di un microscopio elettronico a scansione. I risultati ottenuti hanno mostrato una sostanziale indipendenza della resistenza alla propagazione delle cricche di fatica dalla composizione chimica.

Abstract

The aim of this work has been the analysis of fatigue crack propagation resistance in two different austeno-ferritic stainless steels: a 22 Cr 5 Ni stainless steel (duplex) and a 25 Cr 7 Ni stainless steel (superduplex). Fatigue crack propagation in austeno-ferritic stainless steels is a function of metallurgical parameters (e.g. austenite-ferrite volume ratio, phases morphology, grains dimension) and of mechanical parameters (e.g. stress ratio, waveform, loading direction). Fatigue crack propagation experimental results have been interpolated using Paris-Erdogan relationship and crack growing micromechanisms have been investigated by means of a scanning electron microscope (SEM). Experimental results showed that crack propagation resistance is substantially not dependent on the chemical composition

1. Introduzione

Gli acciai inossidabili trovano applicazione nell'industria chimica, petrolchimica, nucleare, alimentare, grazie alla loro elevata resistenza alla corrosione, in particolare alla vaiolatura ed alla corrosione sotto sforzo, ed alle loro notevoli proprietà meccaniche (elevato carico di snervamento, elevata duttilità, notevole tenacità). Inoltre, grazie al ridotto tenore di elementi pregiati (ad esempio il Ni), essi sono caratterizzati da un costo conveniente rispetto ad acciai inossidabili austenitici caratterizzati da prestazioni analoghe [1, 2].

Lo sviluppo di questi acciai ha visto l'affermazione commerciale dell'acciaio inossidabile austeno-ferritico 22 Cr 5 Ni, e l'incremento graduale del tenore di azoto che stabilizza la fase austenitica e migliora la resistenza alla corrosione. Grazie al più elevato tenore di azoto, l'acciaio inossidabile austeno-ferritico 25 Cr 7 Ni mostra una stabilità della fase austenitica decisamente superiore a quella del 22 Cr 5 Ni.

L'impiego degli acciai inossidabili austeno ferritici è limitato dalla presenza di intervalli di temperature critici.

Il primo presenta un tempo minimo di incubazione per una temperatura di 475°C [3], ove si assiste contemporaneamente alla decomposizione spinodale della ferrite (in lamelle di ferrite α , più ricca in Cr, e di ferrite α' , più ricca in Fe) ed alla precipitazione, in corrispondenza dei bordi grano α/α e α/γ , all'interno dei grani ferritici, di una fase G, caratterizzata da un reticolo CFC, da una distribuzione delle particelle estremamente fine e da una cinetica di precipitazione molto lenta, caratterizzata da una evoluzione nel tempo della composizione chimica. Queste modifiche microstrutturali comportano una evoluzione della tenacità e della resistenza a fatica. Conseguentemente, la temperatura di 280°C risulta essere quella di massima utilizzazione per questa classe di acciai (scambiatori di calore).

Il secondo intervallo critico presenta un tempo di incubazione minimo in corrispondenza di una temperatura di circa 800°C [4]. In questo intervallo si ha la precipitazione di carburi, nitruri, fase σ , che, per tempi di permanenza anche piuttosto brevi, comportano un forte aumento della resistenza a rottura, con una diminuzione a valori bassissimi della duttilità ed un forte decremento della tenacità e della resistenza a fatica [5, 6]. Nel caso di componenti meccanici che presentino giunzioni ottenute mediante saldatura, questi fenomeni possono essere decisamente pericolosi e richiedere, ad esempio, una solubilizzazione. Si deve comunque ricordare che riscaldamenti effettuati a temperature superiori a 1000°C possono implicare un aumento della frazione volumetrica della ferrite, con conseguente modifica delle proprietà meccaniche e della resistenza alla corrosione [1].

2. Materiale e procedure sperimentali

Sono stati considerati due acciai inossidabili austeno ferritici: un acciaio duplex 22 Cr 5 Ni ed un acciaio superduplex 25 Cr 7 Ni. Entrambi gli acciai sono stati forniti sotto forma di lastre da 11 mm di spessore, rinvenute a 1050°C e raffreddate in acqua. Nelle tabelle 1 e 2 sono mostrate le rispettive composizioni chimiche e le loro proprietà tensili.

Tabella 1: Composizione chimica e proprietà tensili (T) per l'acciaio inossidabile austeno ferritico 22 Cr 5 Ni.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
0.019	0.39	1.51	0.022	0.002	22.45	5.50	3.12	0.169
R _{p0.2} [MPa]		R _m [MPa]		A%				
565		827		35				

Entrambi gli acciai considerati sono caratterizzati da frazioni volumetriche di austenite e di ferrite pari al 50% ciascuna e da una distribuzione delle due fasi che risulta essere molto simile. In figura 1 è mostrata, ad esempio, la microstruttura corrispondente all'acciaio duplex 22 Cr 5 Ni ottenuta al microscopio elettronico a scansione (SEM), dopo un attacco elettrolitico in una soluzione di acido ossalico -10% (COOH)₂, effettuato ad un potenziale di 3V per 60s [7].

Tabella 2: Composizione chimica e proprietà tensili (T) per l'acciaio inossidabile austeno ferritico 25 Cr 7 Ni.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
0.019	0.33	0.80	0.020	0.001	24.80	6.80	3.90	0.30
R _{p0.2} [MPa]		R _m [MPa]		A%				
556		814		31				

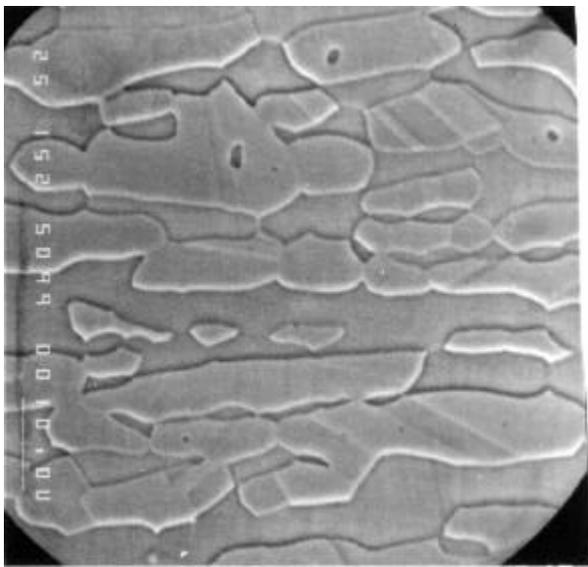


Figura 1: Distribuzione della austenite e della ferrite nell'acciaio duplex 22 Cr 5.

Entrambi gli acciai considerati sono caratterizzati da frazioni volumetriche di austenite e di ferrite pari al 50% ciascuna e da una distribuzione delle due fasi che risulta essere molto simile. In figura 1 è mostrata, ad esempio, la microstruttura corrispondente all'acciaio duplex 22 Cr 5 Ni ottenuta al microscopio elettronico a scansione (SEM), dopo un attacco elettrolitico in una soluzione di acido ossalico -10% (COOH)₂, effettuato ad un potenziale di 3V per 60s [7]. Le prove di propagazione di cricche di fatica sono state effettuate utilizzando dei provini CT (Compact Type) ricavati secondo la direzione di propagazione LT, e sono state eseguite secondo la normativa ASTM E647

[8], utilizzando una macchina per prove meccaniche INSTRON 8501 da 10 t, controllata mediante computer. La misurazione della lunghezza della cricca è stata effettuata mediante controllo estensimetrico. Le prove sono state svolte in aria, nelle condizioni di temperatura e di umidità del laboratorio, in condizioni di ampiezza di carico costante, considerando una forma d'onda sinusoidale, alla frequenza di 30 Hz. Sono stati considerati tre rapporti di carico $R (=P_{\min}/P_{\max})$: 0.1, 0.5, 0.75. Le superfici di frattura sono state analizzate per mezzo del microscopio elettronico a scansione (SEM) Philips XL30 ESEM-FEG dotato di EDX.

3. Risultati sperimentali

I risultati delle prove di fatica effettuate sull'acciaio inossidabile austeno-ferritico 22 Cr 5 Ni (duplex) sono mostrati nella figura 2.

E' possibile evidenziare una certa influenza del rapporto di carico sulle curve di propagazione $da/dN-\Delta K$, con un evidente aumento della velocità di propagazione da/dN con l'aumentare del

rapporto di carico R , per lo stesso valore dell'ampiezza del fattore di intensificazione degli sforzi ΔK . Inoltre, con l'aumentare del valore di R , si ha una diminuzione del valore di soglia ΔK_{th} . Questa evoluzione delle curve di propagazione della cricca di fatica è da associare all'influenza dell'effetto di chiusura della cricca di fatica, principalmente dovuto all'elevata plasticizzazione dell'apice della cricca [9, 10].

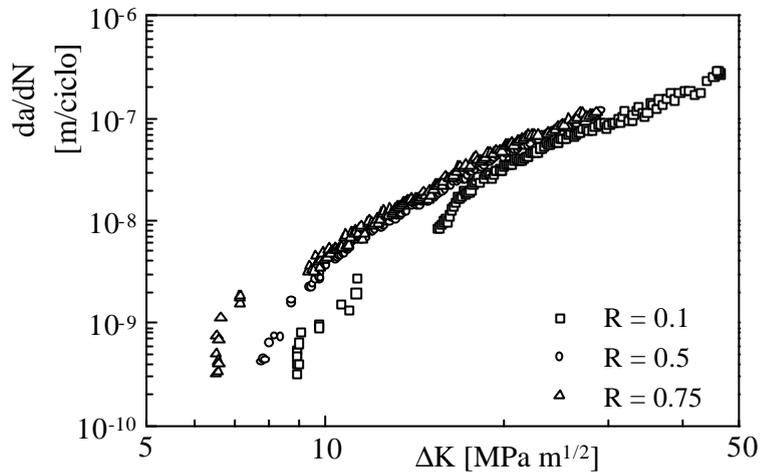


Figura 2: Propagazione della cricca di fatica per l'acciaio inossidabile austeno-ferritico 22 Cr 5 Ni.

Nella figura 3 si può osservare l'avanzamento della cricca di fatica, con la formazione di striature fragili in corrispondenza della ferrite e la formazione di una cricca secondaria intergranulare all'interfaccia fra un grano ferritico ed un grano austenitico. I grani austenitici presentano solitamente una morfologia di frattura più duttile che i grani ferritici.

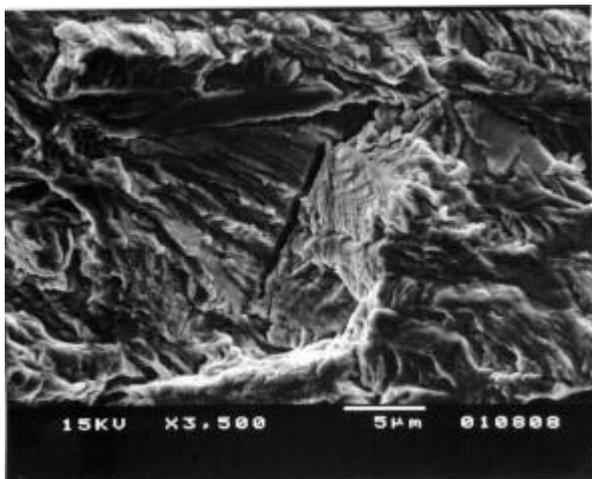


Figura 3: Superficie di frattura a fatica per l'acciaio inossidabile duplex 22 Cr 5 Ni (SEM, $R = 0.5$, $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$; la cricca avanza verso destra)

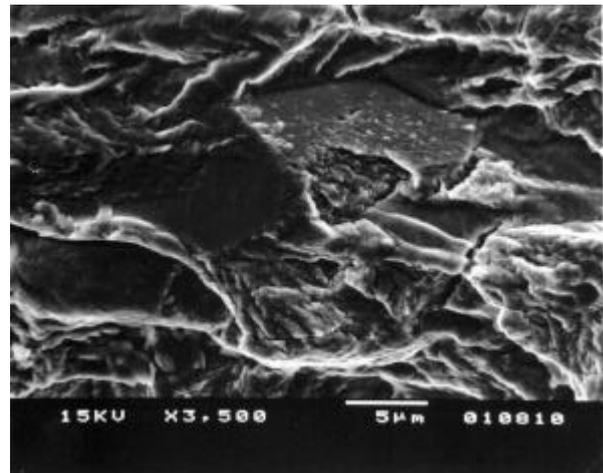


Figura 4: Superficie di frattura a fatica per l'acciaio inossidabile duplex 22 Cr 5 Ni (SEM, $R = 0.5$, $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$; la cricca avanza verso destra)

L'analisi al SEM delle superfici di frattura mostra una sostanziale indipendenza della morfologia della superficie di frattura dal rapporto di carico. Le superfici di frattura risultano invece maggiormente influenzate dal ΔK applicato. Per valori del ΔK non troppo elevati (zona di soglia e zona di Paris), la morfologia di frattura presenta delle striature sia nella ferrite che nella

In corrispondenza di valori più elevati del ΔK applicato, si osserva con maggiore frequenza una rottura per clivaggio dei grani ferritici, mentre i grani austenitici continuano a mostrare una morfologia di frattura duttile (figura 4).

Per quanto riguarda la resistenza alla propagazione della cricca di fatica nell'acciaio inossidabile superduplex 25 Cr 07 Ni, si può osservare una bassissima influenza del rapporto di carico, in tutte gli stadi della propagazione, dalla soglia alla rottura di schianto. Per tale acciaio è presumibile una bassa influenza dell'effetto di chiusura della cricca di fatica.

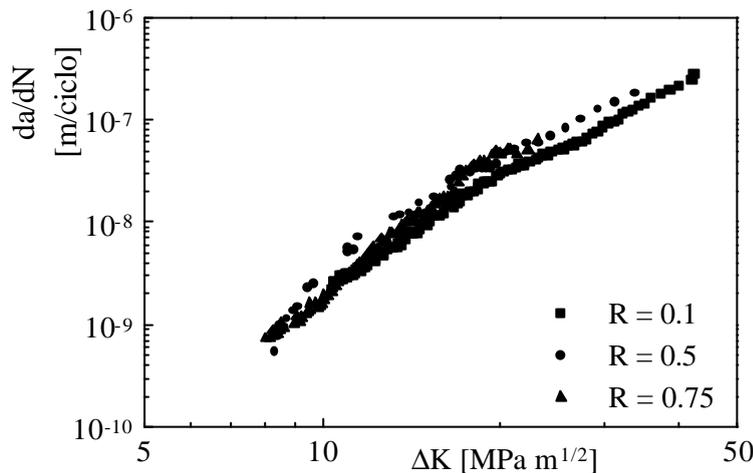


Figura 5: Propagazione della cricca di fatica per l'acciaio inossidabile austeno-ferritico 25 Cr 7 Ni.

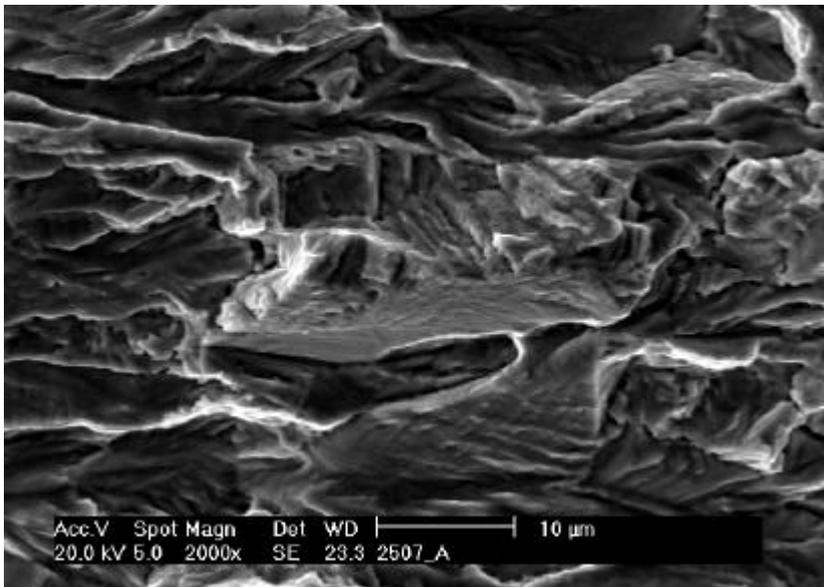


Figura 6: Superficie di frattura a fatica per l'acciaio inossidabile duplex 25 Cr 7 Ni (SEM, $R = 0.5$, $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$; la cricca avanza verso destra).

Anche in questo caso, i meccanismi di propagazione sono sostanzialmente indipendenti dal rapporto di carico applicato, ma, piuttosto, dipendono dal ΔK applicato. L'analisi al SEM delle superfici di frattura mostra una morfologia complessivamente più duttile rispetto all'acciaio duplex 2205, con una assenza pressoché completa di cricche secondaria, sia intergranulari che transgranulari, ed una diminuzione notevole della zone di rottura per clivaggio, anche per elevati valori del ΔK applicato (figura 6).

I risultati delle prove di propagazione della cricca di fatica nei due acciai austeno-ferritici considerati sono confrontati nella figura 7, ove è evidente, per l'acciaio superduplex 2507, la minore influenza del rapporto di carico. Per tale acciaio, al

crescere del rapporto di carico lo spostamento delle curve $da/dN-\Delta K$ è trascurabile.

Le curve di propagazione sono state interpolate nella zona II di III (zona di Paris) mediante la relazione interpolante di Paris –Erdogan [11]:

$$da/dN = C \Delta K^m$$

I parametri C ed m, rappresentati in figura 8, risultano interpolabili, con un ottimo coefficiente di correlazione, mediante una relazione di tipo lineare (figura 8):

$$\log C = - 7.701 - 1.214 m \quad (r = -0.994)$$

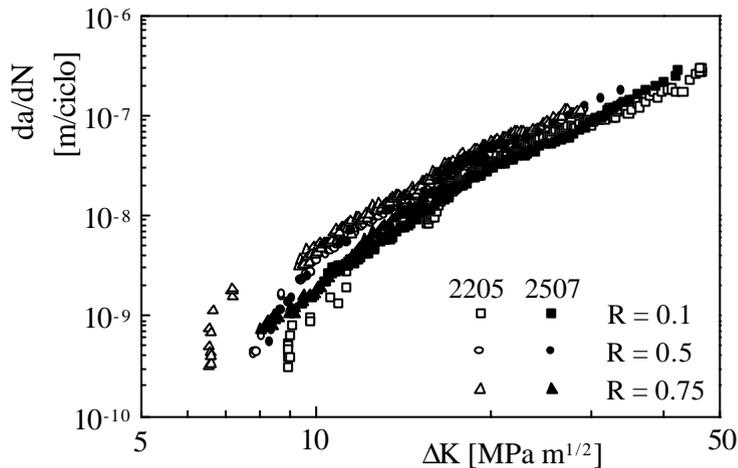


Figura 7: Propagazione della cricca di fatica per l'acciaio inossidabile austeno-ferritico 22 Cr 5 Ni e nell'acciaio inossidabile austeno-ferritico 25 Cr 7 Ni.

Questa relazione interpola i parametri rappresentativi delle curve di propagazione sia dell'acciaio 2205 sia del 2507, indipendentemente dalla composizione chimica [13], permettendo di definire un punto comune (chiamato "pivot point", o PP) con le seguenti coordinate:

$$\begin{aligned} \log (da/dN)_{pp} &= -A \\ \log \Delta K_{pp} &= B \end{aligned}$$

che nel caso della coppia di acciai inossidabili considerati ha le seguenti coordinate:

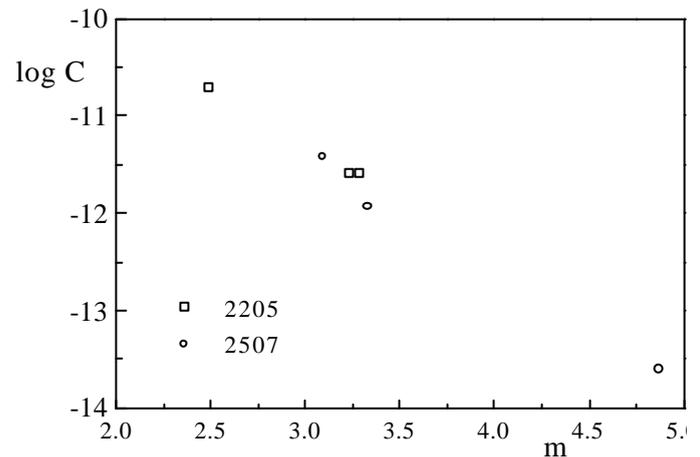


Figura 8: Parametri C ed m della relazione di Paris Erdogan per gli acciai inossidabili austeno-ferritici 22 e 2507.

$$\begin{aligned} (da/dN)_{pp} &= 1.99 \cdot 10^{-8} \text{ m/ciclo} \\ \Delta K_{pp} &= 16.36 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \end{aligned}$$

Per i due acciai inossidabili austeno ferritici 2205 e 2507 considerati, il PP si trova all'interno della zona di propagazione lineare (stadio di Paris).

4. Conclusioni

In questo lavoro è stata analizzata l'influenza della composizione chimica sulla propagazione della cricca di fatica negli acciai inossidabili austeno-ferritici. Sono stati considerati due acciai austeno ferritici caratterizzati da una identica frazione volumetrica di austenite e di ferrite: il duplex 2205 ed il superduplex 2507.

L'acciaio inossidabile 2205 mostra una evidente influenza dell'effetto di chiusura sulla propagazione della cricca di fatica, con una morfologia delle superfici di frattura che, seppure evidentemente duttile con formazione di striature, per valori del ΔK corrispondenti alla zona II (zona di Paris) ed alla zona III, mostra la formazione di cricche secondarie e di rotture per clivaggio. Tali rotture hanno luogo in corrispondenza dei grani ferritici.

L'acciaio inossidabile 2507 mostra una influenza dell'effetto di chiusura praticamente trascurabile: le curve di propagazione sono praticamente indipendenti dal rapporto di carico. Le superficie di frattura non presentano cricche secondarie e sono caratterizzate da una ridottissima presenza di grani ferritici rotti per clivaggio.

I parametri C ed m della relazione di Paris-Erdogan possono essere interpolati con una relazione del tipo " $\log C = A + B m$ ", indipendentemente dalla composizione chimica. Questa relazione permette di individuare nel diagramma $da/dN-\Delta K$ un PP che risulta comune ad entrambi gli acciai.

Bibliografia

- [1] J. Charles "Super duplex stainless steels: structures and properties", *Duplex Stainless Steels 91*, Beune, Francia, Les éditions de Physique, vol.1, p.3.
- [2] J. Foct "High nitrogen steels: principles and properties", *1st European Stainless Steel Conference*, Firenze, 1993, AIM ed, vol.2, p.391.
- [3] M. Guttman "Intermediate temperature ageing of D.S.S.. A review", *Duplex Stainless Steels 91*, Beune, Francia, Les éditions de Physique, vol.1, p.177.
- [4] B. Josefsson, J.O. Nilsson, A. Wilson "Phase transformation in duplex steels and the relation between continuous cooling and isothermal heat treatment", *Duplex Stainless Steels 91*, Beune, Francia, Les éditions de Physique, vol.1, p.67.
- [5] F. Iacoviello, M. Habashi, M. Cavallini "Hydrogen embrittlement in the duplex stainless steel Z2CND2205 hydrogen-charged at 200°C", *Materials Science and Engineering A 224*, 1997, p.116.
- [6] F. Iacoviello, M. Boniardi, G.M. La Vecchia "Fatigue crack propagation in austeno-ferritic duplex stainless steel 22 Cr 5 Ni", *Int. J. of Fatigue*, 1999, vol 21, n.9, p.957
- [7] M. Sozanska, tesi di dottorato, Ecole Centrale Paris, (Francia), 1997.
- [8] Norma ASTM E 647-93 "Standard test method for measurements of fatigue crack growth rates" 1993.
- [9] W. Elber *ASTM STP 486*, 280 (1971).
- [10] R.O. Ritchie, S. Suresh, *Metall. Trans. A*, vol.13A, 937 (1981).
- [12] P.C. Paris, F. Erdogan, *Trans ASME, J. Basic eng.*, 85n, 528 (1963).

- [13] A. Iost, J. Lesage “On the existence of a pivot for stage II fatigue crack growth” Eng. Fract. Mech., 1990, 36, p.585.