

Influenza della composizione chimica sulla resistenza alla propagazione della cricca di fatica in aria negli acciai inossidabili austeno-ferritici laminati

V. Di Cocco¹, E. Franzese², F. Iacoviello¹, S. Natali²

¹ *Università di Cassino, Di.M.S.A.T., via G. di Biasio 43, Cassino (FR) Italia.*

² *Università di Roma "La Sapienza", I.C.M.M.P.M., via Eudossiana 18, Roma, Italia*

SOMMARIO

In questo lavoro è stata confrontata la resistenza alla propagazione della cricca di fatica in tre differenti acciai inossidabile austeno ferritici: 21 Cr 1 Ni, 22 Cr 5 Ni, 25 Cr 7 Ni. In questi acciai 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 $da/dN-\Delta K$ 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 effettiva influenza della composizione chimica sulla resistenza alla propagazione della cricca di fatica.

1. INTRODUZIONE

Gli acciai inossidabili austeno-ferritici (duplex) sono caratterizzati da una elevata resistenza meccanica ed una buona resistenza alla corrosione generalizzata e localizzata [1-2] e per questo motivo sono sempre più largamente utilizzati. Inoltre sono caratterizzati da un costo competitivo se comparati ad acciai inossidabili austenitici di analoga resistenza alla corrosione. Scoperti negli anni trenta del secolo scorso in differenti laboratori ed acciaierie in maniera piuttosto fortuita, erano ottenuti originariamente (fra gli anni trenta e quaranta) mediate forni elettrici ad alta frequenza. Veniva utilizzato un vuoto parziale per assicurare la decarburazione e la disossidazione, proteggendo il bagno metallico dall'interazione con l'aria, evitando il conseguente arricchimento indesiderato del bagno di ossigeno ed azoto. Attualmente i metodi moderni di elaborazione al forno elettrico, seguiti da una affinazione (processi Vacuum oppure Argon Oxygen Decarburization, VOD o AOD, per un massimo di 200 tonnellate) permettono di ottenere delle colate caratterizzate contemporaneamente da una notevole riproducibilità della composizione chimica, specialmente N, e da bassi valori di C, S e O [3]. E' proprio grazie a tale controllo che è possibile ottenere le frazioni volumetriche di austenite e di ferrite desiderate e le conseguenti peculiari caratteristiche. Questa tipologia di acciai inossidabili austeno-ferritici caratterizzati dall'incremento controllato di N ha permesso di migliorare la stabilità strutturale e la resistenza alla corrosione.

La classificazione degli acciai inossidabili è solitamente effettuata in base alla composizione chimica, ed alla loro resistenza alla vaiolatura valutata secondo il valore del Pitting Resistance Equivalent (PRE), la cui più comune definizione è [4]:

$$PRE = \%Cr + 3,3 \%Mo + 16 \%N$$

Vengono usualmente distinti tre gruppi [5]:

- duplex "economici", caratterizzati da tenori molto bassi di Mo e Ni, con un valore di PRE intorno a 25, possono essere utilizzati in sostituzione dell'AISI 304;

- duplex "comuni", con un PRE intorno a 35, in cui lo standard di riferimento è costituito dal duplex di maggior diffusione, il 22 Cr 5 Ni.
- "superduplex", caratterizzati da una elevata resistenza alla corrosione, comparabile a quella dei super austenitici, e sono indicati per l'utilizzo in ambienti fortemente aggressivi, anche in presenza di importanti sollecitazioni meccaniche.

Gli acciai inossidabili austeno-ferritici sono caratterizzati da tre differenti intervalli di temperatura critici [6-8]:

- Al di sopra di 1050°C: gli acciai duplex, al termine della solidificazione, sono caratterizzati da una microstruttura completamente ferritica, che si trasforma parzialmente in austenite durante il raffreddamento; tale trasformazione è reversibile ed un riscaldamento al di sopra di 1050°C implica una diminuzione della frazione volumetrica di austenite ed una variazione dei coefficienti di ripartizione degli elementi.
- Fra 1050°C e 600°C: questo intervallo di temperatura è caratterizzato dalla precipitazione, con tempi di incubazione fortemente influenzati dalla composizione chimica, di nitruri (Cr_2N , π), carburi (M_7C_3 , $M_{23}C_6$), fasi σ , χ ed R, che modificano fortemente le proprietà meccaniche e la resistenza alla corrosione degli acciai inossidabili duplex.
- Fra 600°C e 300°C: questo intervallo è caratterizzato dalla decomposizione spinodale della ferrite e dalla precipitazione, nei grani ferritici, di una fase G ricca in Ni, Si e Mo sotto forma di particelle molto piccole (normalmente fra 1 e 10 nm, ma possono arrivare fino a 50 nm); le proprietà meccaniche e la resistenza alla corrosione localizzata possono essere influenzate da tali trasformazioni microstrutturali in maniera anche piuttosto evidente.

Fra i grani austenitici e ferritici si stabilisce una ripartizione degli elementi presenti in soluzione solida. Gli elementi detti alfageni si concentrano nella ferrite, mentre l'austenite si arricchisce in elementi gammageni secondo coefficienti di ripartizione (definiti come il rapporto del tenore di ciascuno elemento nelle due fasi in questione) che dipendono dalla temperatura di solubilizzazione e, in maniera più limitata, dalla composizione chimica dell'acciaio. In tabella 1 sono riportati alcuni coefficienti di ripartizione in funzione della composizione chimica e della temperatura di solubilizzazione [1].

Tabella 1: Coefficienti di ripartizione degli elementi tra le fasi α e γ ($\%El(\alpha)/\%El(\gamma)$).

Acciaio	Cr	Ni	Mn	Mo	T solubilizzazione [°C]
23 Cr 4 Ni	1,19	0,61	0,89	1,65	980
22 Cr 5 Ni	1,19	0,61	0,56	1,66	1040
25 Cr 7 Ni	1,15	0,65	0,87	1,60	1080
21 Cr 8 Ni	1,18	0,67	0,83	1,30	1100
22 Cr 5 Ni	1,20	0,66	0,81	1,63	1050

In questo lavoro è stata analizzata l'influenza della composizione chimica sulla resistenza alla propagazione della cricca di fatica in aria degli acciai inossidabili austeno-ferritici, considerando tre differenti rapporti di carico ed analizzando i micromeccanismi di avanzamento mediante l'analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM) delle superfici di frattura. Tale resistenza è sicuramente influenzata dalle frazioni volumetriche di ferrite ed austenite (comunque ormai ottimizzata intorno al 50%) e dal comportamento delle singole fasi presenti. In particolare, l'influenza della ferrite è particolarmente importante nello stadio II e III di propagazione (stadio lineare e rottura di schianto, figura 1), mentre l'austenite risulta avere una importanza più evidente nello stadio I (soglia) [9, 10].

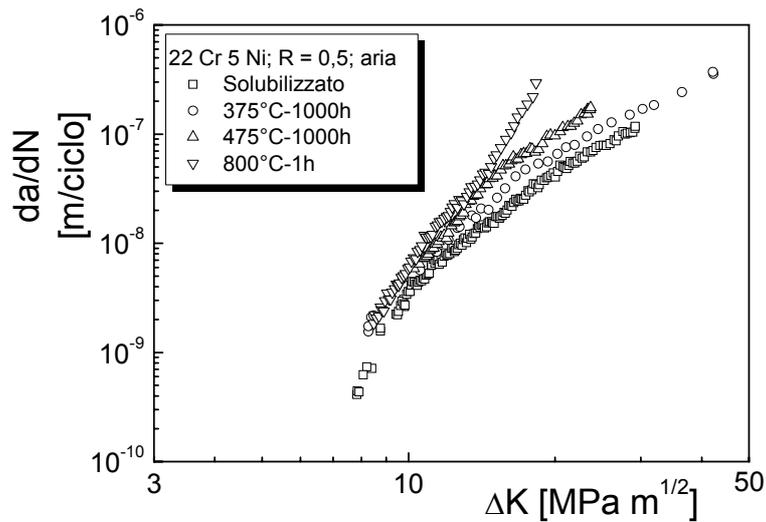


Figura 1: influenza dell'infragilimento della ferrite sulla resistenza alla propagazione della cricca di fatica nell'acciaio duplex 22 Cr 5 Ni [9].

2. MATERIALI E METODOLOGIE SPERIMENTALI

Sono stati considerati tre acciai inossidabili austeno-ferritici laminati caratterizzati da simili frazioni volumetriche di ferrite e di austenite ($\alpha/\gamma = 1$). Nelle tabelle 2-4 sono riportate le composizioni chimiche e le proprietà tensili degli acciai investigati.

Tabella 2: Composizione chimica e proprietà tensili per l'acciaio inossidabile austeno-ferritico 21 Cr 1 Ni (PRE = 26); EN 1.4162.

C	Mn	Cr	Ni	Mo	N
0,03	5,00	21,5	1,5	0,3	0,22
R_{p02} [MPa]	R_m [MPa]	A%			
483	700	38			

Tabella 3: Composizione chimica e proprietà tensili per l'acciaio inossidabile austeno ferritico 22 Cr 5 Ni (PRE = 35); EN 1.4462. La microstruttura è riportata nella Figura 2.

C	Mn	Cr	Ni	Mo	N
0,019	1,51	22,45	5,50	3,12	0,169
R_{p02} [MPa]	R_m [MPa]	A%			
565	827	35			

Tabella 4: Composizione chimica e proprietà tensili per l'acciaio inossidabile austeno ferritico 25 Cr 7 Ni (PRE = 42); EN 1.4410.

C	Mn	Cr	Ni	Mo	N
0,019	0,80	24,80	6,80	3,90	0,30
R_{p02} [MPa]	R_m [MPa]	A%			
556	814	31			

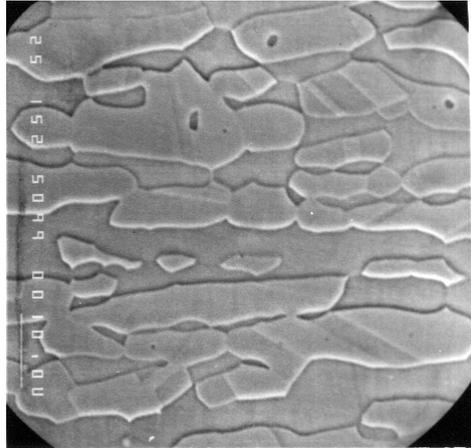


Figura 2: Micrografia SEM dell'acciaio inossidabile duplex 22 Cr 5 Ni (attacco elettrochimico effettuato in acido ossalico, 3V – 60 s).

Le prove di propagazione di cricca di fatica sono state effettuate utilizzando provini CT (Compact Type, LT), secondo la normativa ASTM E647 [11], utilizzando una macchina per prove meccaniche servoidraulica controllata mediante computer, in condizioni di ampiezza di carico costante, con forma d'onda sinusoidale. Le prove sono state effettuate in aria, con una frequenza di sollecitazione pari a 30 Hz, considerando tre valori del rapporto di carico ($R = P_{\min}/P_{\max} = 0,1; 0,5; 0,75$). L'avanzamento della cricca è stato misurato mediante estensimetro meccanico e controllato, a campione, mediante misurazioni ottiche effettuate con un ingrandimento pari a 40x. I risultati $da/dN-\Delta K$ sono stati interpolati nello stadio II di propagazione mediante la relazione di Paris [12]:

$$da/dN = C \Delta K^m \quad (1)$$

dove C ed m sono parametri di regressione dipendenti dal materiale, dalle condizioni di sollecitazione e dall'ambiente di prova [13]. I principali micromeccanismi di avanzamento sono stati investigati mediante l'utilizzo del microscopio elettronico a scansione (SEM).

3. RISULTATI E DISCUSSIONE

I risultati delle prove di propagazione della cricca di fatica per i tre rapporti di carico investigati sono riportati nelle figure 3-5, mentre nella figura 6 sono riportati i valori dei parametri della relazione di Paris m e C . Per $R = 0.1$ ed $R = 0.5$, gli acciai duplex maggiormente legati (2205 e 2507) sono caratterizzati da una resistenza alla propagazione della cricca praticamente identica, mentre per $R = 0.75$ si può osservare una sensibile differenza, con l'acciaio 2507 che risulta caratterizzato da velocità di avanzamento inferiori. Per tutti e tre i rapporti di carico investigati, l'acciaio 2101 risulta caratterizzato dalle velocità di avanzamento più elevate, per tutte e tre le zone di avanzamento (dalla soglia fino alla rottura di schianto). Considerando lo stadio II di propagazione (Paris, figura 6) si può osservare che fino ad un valore di R pari a 0,5 i valori di m e $\log C$ per gli acciai 2205 e 2507 sono molto simili, mentre in corrispondenza del valore di $R = 0.75$, il comportamento dell'acciaio 2205 diviene più simile a quello del 2101, come riportato nelle figure 5 e 6, in particolare in corrispondenza di bassi valori di ΔK (soglia e parte dello stadio di propagazione lineare).

L'analisi delle superfici di frattura al SEM permette di identificare alcune morfologie, sostanzialmente simili per tutti e tre gli acciai investigati. Per bassi valori del ΔK e/o di R , si ha la evidente formazione di striature sia nell'austenite che nella ferrite, mentre per valori elevati di ΔK e/o di R diviene sempre più importante la formazione di rotture per clivaggio in corrispondenza dei grani ferritici e, talvolta, la presenza di cricche secondarie.

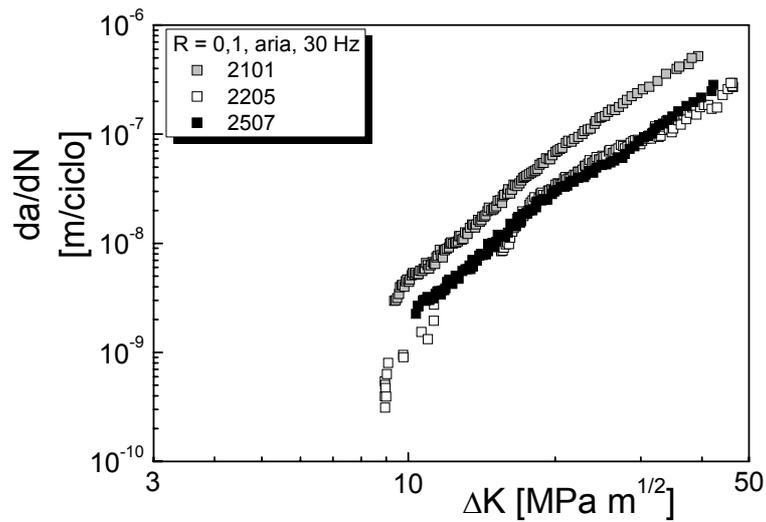


Figura 3: Resistenza alla propagazione della cricca di fatica per i tre acciai investigati ($R = 0.1$).

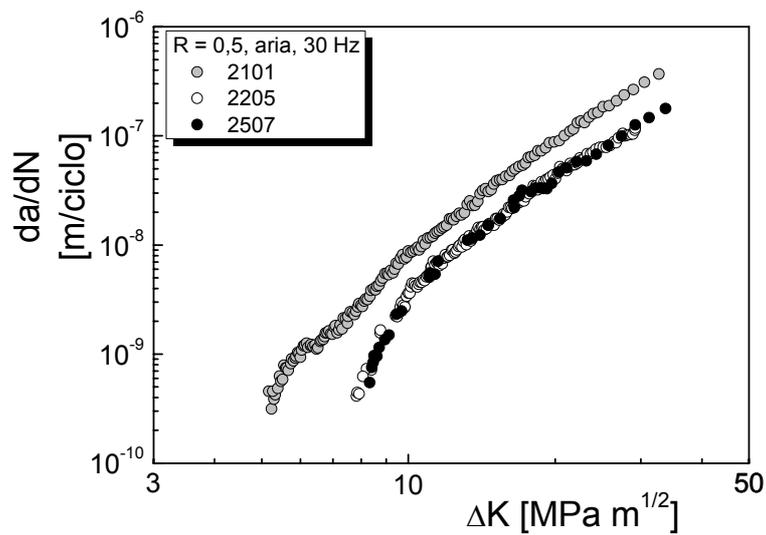


Figura 4: Resistenza alla propagazione della cricca di fatica per i tre acciai investigati ($R = 0.5$).

Considerando l'acciaio 2101, si può però osservare che già per bassi valori di R e ΔK (figura 6) la morfologia della superficie risulta, in corrispondenza dei grani ferritici, caratterizzata da una bassa deformazione plastica. I grani austenitici mostrano una maggiore deformazione plastica (zona centrale della figura 7) con formazione di striature duttili, mentre i grani ferritici presentano striature di tipo fragile. All'aumentare del ΔK applicato, l'importanza della frattura fragile dei grani ferritici aumenta, mostrando chiare evidenze di clivaggio (figura 8) e la presenza di cricche secondarie intergranulari.

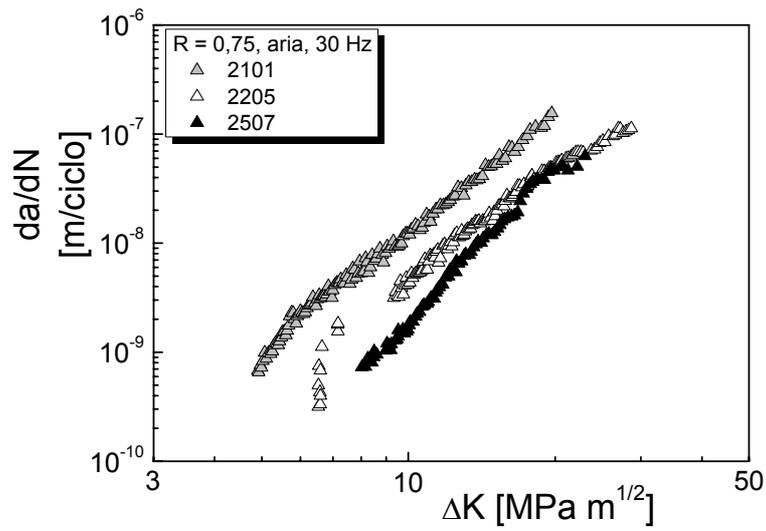


Figura 5: Resistenza alla propagazione della cricca di fatica per i tre acciai investigati ($R = 0.1$).

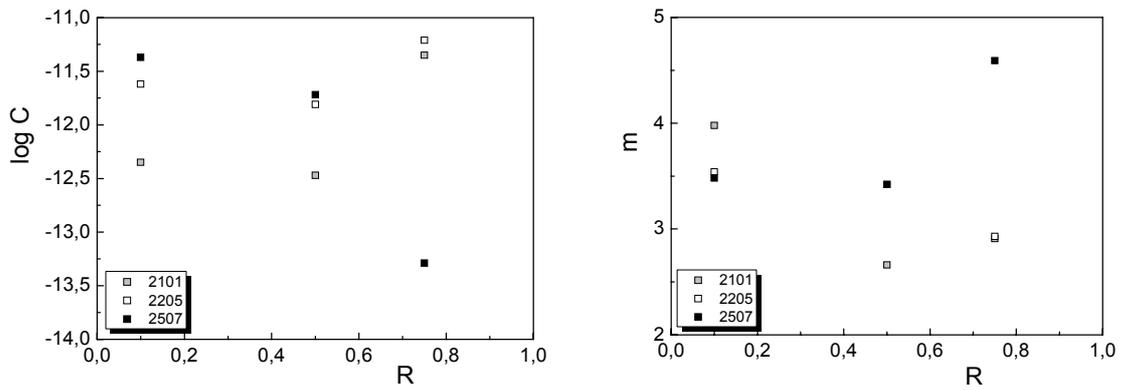


Figura 6: Parametri di interpolazione della relazione di Paris m - $\log C$ per i tre acciai investigati in funzione del rapporto di carico.

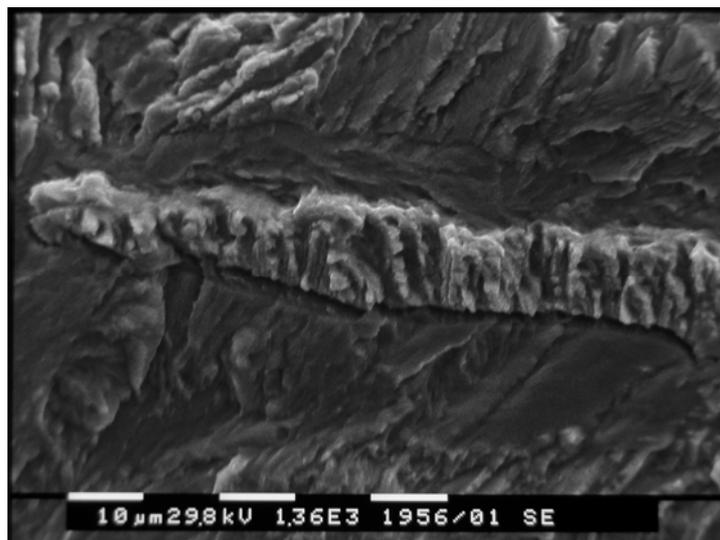


Figura 7: Acciaio 2101, $R = 0,1$, $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (la cricca avanza da sinistra verso destra).

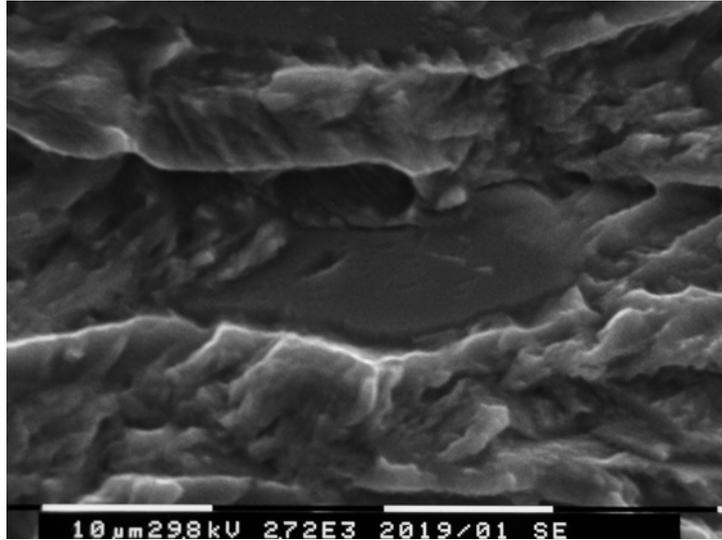


Figura 8: Acciaio 2101, $R = 0,1$, $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (la cricca avanza da sinistra verso destra).

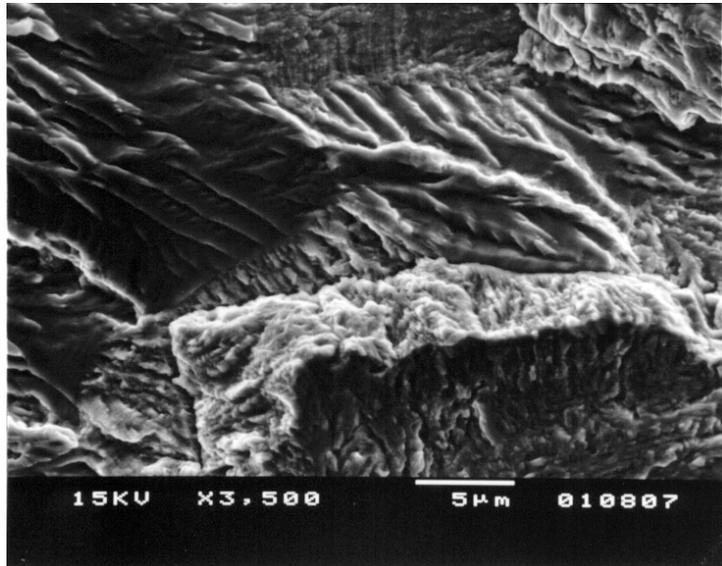


Figura 9: Acciaio 2205, $R = 0,1$, $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (la cricca avanza da sinistra verso destra).

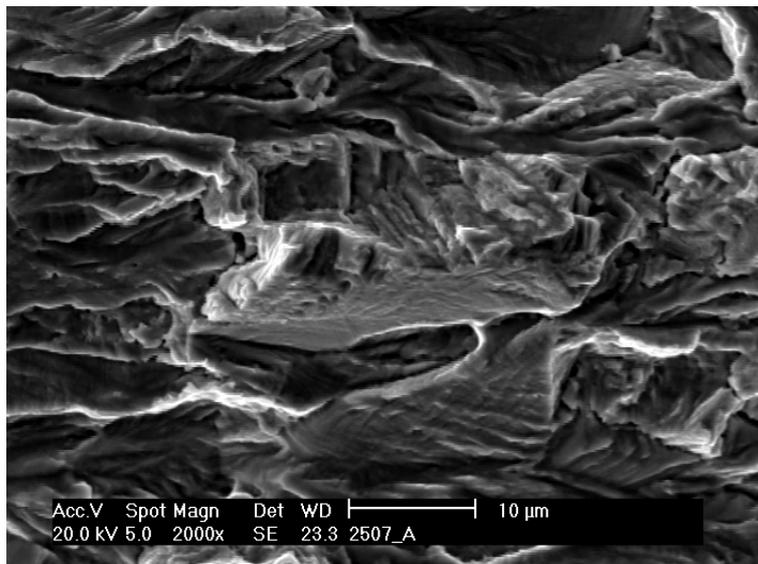


Figura 10: Acciaio 2507, $R = 0,5$, $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (la cricca avanza da sinistra verso destra).

Nel caso dell'acciaio 2205 (figura 9), la morfologia di frattura risulta evidentemente più duttile sia in corrispondenza dei grani ferritici, che di quelli austenitici, in entrambi i casi con formazione di striature duttili. Nel caso dell'acciaio 2507, il carattere maggiormente duttile della superficie di frattura risulta evidente anche per elevati valori di R e ΔK ; anche nel caso della presenza di clivaggio (figura 10) non si evidenzia la presenza di cricche secondarie, né transgranulari né intergranulari.

La differente composizione chimica, insieme alla ripartizione degli elementi nelle due fasi, implica una evidente influenza sul comportamento meccanico delle singole fasi. La valutazione di tali differenze è stata effettuata mediante prove di microdurezza Vickers [14] effettuate utilizzando un carico pari a 0,1 N. Si può osservare (figura 11) che l'acciaio 21 Cr 1 Ni, presenta i valori più bassi, specialmente in corrispondenza dei grani austenitici. Ne conseguono valori inferiori della soglia ΔK_{th} rispetto agli altri due acciai maggiormente legati. L'acciaio 22 Cr 5 Ni è caratterizzato da valori di microdurezza più vicini al 21 Cr 1 Ni per quanto riguarda i grani ferritici, ed al 25 Cr 7 Ni per quanto riguarda i grani austenitici. Ne consegue una resistenza alla propagazione della cricca di fatica più vicina al 25 Cr 7 Ni nel caso di bassi valori di ΔK ed R, ed un comportamento intermedio nel caso di condizioni di carico più severe (ad esempio valori elevati di R).

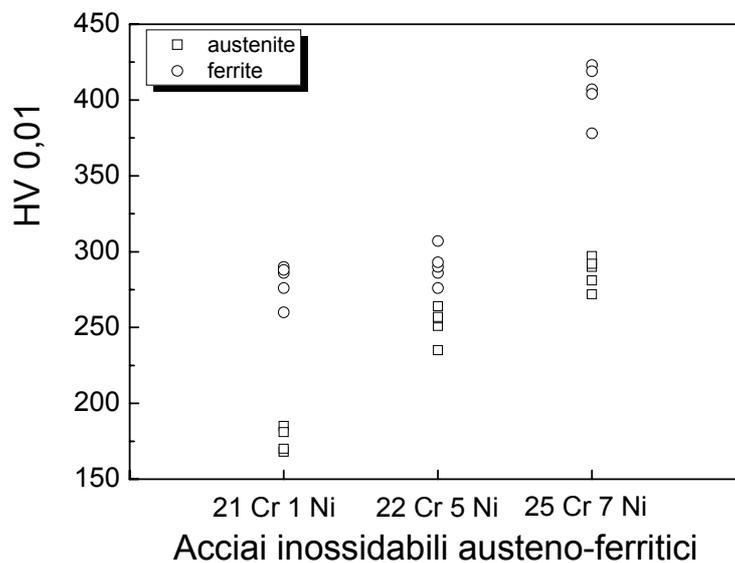


Figura 11: Influenza della composizione chimica sui valori della microdurezza Vickers nell'austenite e nella ferrite.

4. CONCLUSIONI

In questo lavoro è stata analizzata l'influenza della composizione chimica sulla resistenza alla propagazione della cricca di fatica in aria degli acciai inossidabili austeno-ferritici, considerando tre differenti rapporti di carico ed analizzando i micromeccanismi di avanzamento mediante l'analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM) delle superfici di frattura. Sono stati considerati tre acciai: un duplex "economico" (21 Cr 1 Ni), un duplex "comune" (22 Cr 5 Ni) ed un "superduplex" (25 Cr 7 Ni). I risultati ottenuti hanno consentito di riassumere le seguenti conclusioni:

- tutti gli acciai investigati sono risultati caratterizzati da una resistenza alla propagazione della cricca di fatica in aria sicuramente interessante;
- le curve di propagazione $da/dN-\Delta K$ mostrano una evidente influenza della composizione chimica sulla resistenza alla propagazione della cricca, penalizzando l'acciaio meno legato;
- l'analisi delle superfici di frattura al SEM, conferma le differenze nel comportamento macroscopico, evidenziando delle differenze nelle morfologie di frattura;
- l'austenite e la ferrite presenti nei tre acciai investigati risultano essere caratterizzate da un differente comportamento meccanico grazie alle differenze nella composizione chimica; l'austenite evidenzia l'importanza della sua influenza principalmente nello stadio I di avanzamento (soglia), mentre la ferrite risulta avere una maggiore influenza negli stadi II e III (propagazione lineare e rottura di schianto).

RINGRAZIAMENTI

Si ringrazia vivamente la Outokumpu S.p.A. per la fattiva collaborazione.

BIBLIOGRAFIA

- [1] J. Charles, *Duplex Stainless Steels 91*, Ed. Physique, 1 (1991), 3-41.
- [2] P.R. Roberge, *Handbook of corrosion engineering*, MacGraw-Hill, USA (2000), 731-742.
- [3] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, *Les aciers inoxydables*, Les éditions de physique, Francia, 1990, 633-678.
- [4] J.-O. Nilsson, *Materials Science and Technology*, (1992), 8, 685-700.
- [5] E. Ramous, *La Metallurgia Italiana*, (2004) 4, 37-42.
- [6] A.J. Strutt, G.N. Lorimer, C.V. Roscoe, K.J. Gradwell, *Duplex stainless steel '86*, The Hague, Nederland (1986), 310-324.
- [7] F. Iacoviello, M. Habashi, M. Cavallini, *Materials Science and Engineering A*, A224 (1997), 116-124.
- [8] F. Iacoviello, F. Casari, S. Gialanella, *Corrosion Science*, 47, 2005, 909-922.
- [9] F. Iacoviello, M. Boniardi, G.M. La Vecchia, *International Journal of Fatigue*, 21, 1999, 957-963.
- [10] F. Iacoviello, V. Di Cocco, *Giornate Nazionali sulla corrosione e protezione*, 6° edizione, Senigallia, 29 giugno – 1 luglio 2005, 3.
- [11] *ASTM Standard test Method for Measurements of fatigue crack growth rates (E647-93)*, Annual Book of ASTM Standards, 1993, American Society for Testing and Materials.
- [12] P.C. Paris, *The trend of Engineering at the University of Washington*, 13(1), 1961, p.9.
- [13] A. Iost, *Int. J. of Fatigue*, 13, 1991, p.25.
- [14] *ASTM Standard test Method for Microindentation hardness of materials (E384-99)*, Annual Book of ASTM Standards, 1999, American Society for Testing and Materials.

