

USO DELLA TECNICA SLOW STRAIN RATE CON PROVINI PRECRICCATI

Alberto CIGADA<sup>^</sup>, Tommaso PASTORE<sup>^</sup>, Giorgio RE<sup>^^</sup>  
Gianni RONDELLI<sup>^^^</sup>, Bruno VICENTINI<sup>^^^</sup>

<sup>^</sup> Dipartimento di Chimica Fisica Applicata  
Politecnico di Milano  
<sup>^^</sup> SNAM S.p.A. - S. Donato Milanese  
<sup>^^^</sup> Istituto per la Tecnologia dei Materiali Metallici non  
Tradizionali del C.N.R. - Cinisello Balsamo

RIASSUNTO

Scopo del presente lavoro e' stato valutare come la tecnica Slow Strain Rate possa essere utilizzata con provini precriccati per la realizzazione di prove di corrosione sotto sforzo. Le prove sono state realizzate su un acciaio per tubazioni API 5L X65, sottoponendo provini CT da 1/2" ad una deformazione monotonicamente crescente in varie condizioni ambientali (aria ed acqua di mare sintetica in condizioni di sovraprotezione catodica) a diverse velocita' di spostamento degli afferaggi. Le prove hanno permesso di evidenziare un rilevante effetto dei fenomeni di corrosione sotto sforzo per infragilimento da idrogeno sul comportamento dei provini alla sollecitazione. Nel lavoro vengono discussi alcuni parametri ottenibili da tali prove.

## 1. INTRODUZIONE

Per molti accoppiamenti materiale-ambiente, le tradizionali prove a carico costante non sono in grado di evidenziare l'insorgenza di fenomeni di corrosione sotto sforzo, mentre il comportamento in esercizio dei materiali mostra che tali fenomeni possono verificarsi (1-2). Ciò può avvenire quando l'insorgenza dei fenomeni citati è favorita dalla presenza di uno stato di continua e lenta deformazione.

Casi di questo tipo si possono verificare sia quando il meccanismo di insorgenza della corrosione sotto sforzo è quello di scorrimento-dissoluzione, sia quando è quello di infragilimento da idrogeno. Nel primo caso la deformazione è in grado di formare continuamente aree attive all'apice della cricca; nel secondo caso la deformazione, ed il conseguente movimento delle dislocazioni, favoriscono la penetrazione e la diffusione dell'idrogeno all'interno del metallo.

In entrambi i casi l'uso della tecnica Slow Strain Rate su provini lisci si è mostrata adatta per lo studio di tali fenomeni (3). Tale tecnica consiste nel sottoporre un provino liscio di trazione ad una deformazione lenta monotonicamente crescente fino alla rottura del provino; al termine della prova viene misurata la strizione percentuale, il rapporto tra il valore ottenuto in ambiente aggressivo ed il valore ottenuto in aria è un indice della suscettibilità del materiale alla corrosione sotto sforzo in condizioni dinamiche.

Quando il meccanismo che promuove la corrosione sotto sforzo è quello di scorrimento-dissoluzione l'effetto ambientale è massimo in un ristretto intervallo di velocità di deformazione; quando è invece quello di infragilimento da idrogeno l'effetto aumenta con il diminuire della velocità di deformazione, almeno fino a velocità dell'ordine dell' $1 \cdot 10^{-7}$  mm/sec.

Scopo del presente lavoro è stato valutare se la tecnica Slow Strain Rate possa essere utilizzata con provini precriccati, e quali siano i parametri più significativi che possono essere ricavati da tali prove utilizzando metodologie di misura semplici che richiedono, oltre alla conoscenza dello spostamento degli afferraggi, solo l'uso di una cella di carico.

Sono in corso ulteriori prove strumentate mediante il metodo della caduta di potenziale con corrente alternata di basso amperaggio; con esse si intende valutare con precisione sia il momento di innesco della propagazione della cricca, sia la sua lunghezza nel corso della prova. Tali prove, pur se più rigorose e complete, rendono tuttavia le metodologie di prova di minor semplicità applicativa.

## 2. PARTE SPERIMENTALE

Come materiale di prova e' stato scelto un acciaio per tubazioni API 5L X65, la cui composizione chimica e caratteristiche meccaniche sono riportate in Tab. 1.

Tab. 1 - Composizione chimica e caratteristiche meccaniche in direzione longitudinale dell'acciaio studiato

C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	Cu
0,07	1,57	0,28	0,019	0,011	0,027	0,05	0,012
E(GPa)	R(MPa)	Rs(MPa)	A(%)	Z(%)	HBN	Transiz. 28J	
198	570	447	31	81	180	-80°C	

Le prove sono state realizzate in aria ed in acqua di mare sintetica (4) ad un potenziale di - 1050 mV rispetto all'elettrodo di riferimento al calomelano. Tale valore di potenziale, ottenuto mediante anodi sacrificali di zinco connessi elettricamente ai provini, corrisponde ad un potenziale di sovraprotezione catodica; esso e' stato scelto in quanto in tale condizione l'idrogeno disponibile sulla superficie del metallo e' superiore a quella presente in condizioni di normale protezione catodica.

L'accoppiamento materiale-ambiente e' stato scelto in quanto precedenti prove (5) hanno mostrato che in esso fenomeni di corrosione sotto sforzo per infragilimento da idrogeno si manifestano solo in condizioni dinamiche.

Per la realizzazione delle prove e' stata utilizzata una macchina di trazione lenta a quattro posizioni di prova messa a punto presso il laboratorio metallurgico della SNAM S.p.A. (6). Le caratteristiche principali di tale macchina sono le seguenti: carico massimo 30 KN, velocita' di spostamento degli afferraggi (indipendente per ogni posizione di prova) compresa tra  $2 \cdot 10^{-3}$  e  $2 \cdot 10^{-7}$  mm/sec.

Sono stati utilizzati provini precriccati di tipo Compact Tension di spessore 1/2" (7) sottoposti a varie velocita' di spostamento degli afferraggi comprese nell'intervallo tra  $1.2 \cdot 10^{-4}$  e  $5 \cdot 10^{-7}$  mm/sec. La precricatura e' stata eseguita ad un valore finale massimo del fattore di intensità degli sforzi pari a circa 17 MPaVm. I risultati sperimentali sono stati corretti in modo da eliminare l'effetto dei contributi elastici del sistema di carico.

### 3. RISULTATI E DISCUSSIONE

In Tab. 2 sono riportate per ogni prova la lunghezza iniziale e finale della cricca, il carico massimo ed il carico finale, lo spostamento degli afferraggi dopo il quale e' stato raggiunto il carico massimo e lo spostamento finale, ed infine lo spessore minimo del provino prima e dopo la prova.

Tab. 2 - Principali risultati della prove

Ambiente	aria	acqua di mare	-1050mVvsSCE	
Veloc. spost. aff. (mm/sec)	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$5,0 \cdot 10^{-7}$
Cricca iniziale (mm)	12,56	10,83	12,92	11,93
Cricca finale (mm)	20,33	21,25	23,48	19,40
Carico massimo (KN)	19,80	18,90	18,10	17,70
Carico finale (KN)	8,38	4,36	1,65	5,24
Spostamento a carico max (mm)	1,50	0,71	0,45	0,45
Spostamento finale (mm)	12,37	9,86	7,30	3,00
Spessore min. iniziale (mm)	12,70	12,70	12,70	12,70
Spessore min. finale (mm)	9,02	11,18	11,68	11,94

Le curve carico applicato - spostamento degli afferraggi sono riportate in Fig. 1; nella figura e' anche riportata la lunghezza della cricca nel corso di ogni prova, normalizzata rispetto alla lunghezza iniziale; tali curve sono state calcolate mediante una correlazione tra carico applicato, spostamento degli afferraggi e lunghezza della cricca recentemente proposta (8); con un asterisco sono infine indicate le lunghezze finali delle cricche misurate al termine delle prove.

Dall'esame dei risultati si evidenzia come le prove di tipo Slow Strain Rate con provini precriccati ben si prestino per lo studio dei fenomeni di corrosione sotto sforzo in condizioni dinamiche; le curve carico applicato - spostamento degli afferraggi vengono infatti notevolmente modificate dalla presenza di un ambiente aggressivo promotore di corrosione sotto sforzo, anche piu' di quanto vengano modificate le curve ottenute su provini lisci.

Vari sono i parametri che possono essere ricavati dalle prove Slow Strain Rate su provini precriccati; quelli piu' significativi sono discussi nel seguito.

Per quanto riguarda l'innesco della propagazione delle cricche possono essere fatte alcune osservazioni. In primo luogo si puo' notare come la presenza di un ambiente aggressivo modifichi le curve carico applicato - spostamento degli afferraggi anticipan-

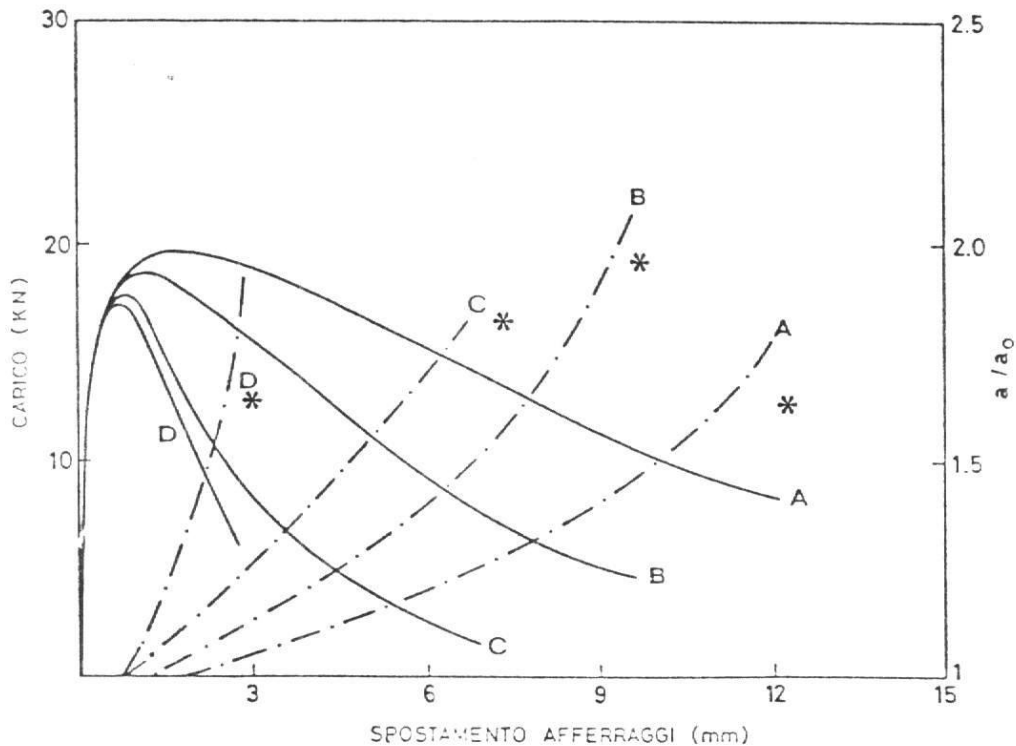


Fig. 1 - Curve carico applicato - spostamento degli afferraggi (linee continue) e lunghezza della cricca/lunghezza iniziale - spostamento degli afferraggi (linee tratteggiate):  
 A: aria; veloc.  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mm/sec;  
 B: acqua di mare -1050mVvsSCE; veloc.  $1,2 \cdot 10^{-4}$  mm/sec;  
 C: acqua di mare -1050mVvsSCE; veloc.  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mm/sec;  
 D: acqua di mare -1050mVvsSCE; veloc.  $5,0 \cdot 10^{-7}$  mm/sec.

do, rispetto al comportamento in aria, il raggiungimento del carico massimo piuttosto che non diminuendo tale valore. D'altra parte, precedenti studi (9) hanno evidenziato che in aria, per l'acciaio in esame, l'innesco della propagazione avviene solo dopo una rilevante deformazione. Di conseguenza risulterebbe maggiormente modificato il valore di un parametro di innesco misurato in termini di energia assorbita piuttosto che non uno misurato in termini di fattore di intensita' degli sforzi.

A titolo indicativo in Tab. 3 un parametro legato all'energia assorbita e' stato valutato considerando come punto di innesco quello corrispondente al carico massimo. Un altro parametro di innesco potrebbe comunque essere dato dal corrispondente valore del fattore di intensita' degli sforzi calcolato secondo le normali procedure (7); tuttavia l'apparato semplificato adottato durante le prove eseguite, che non prevedono l'uso di un clip-gauge, si riflette in un errore nella determinazione del K di innesco che sembra paragonabile alla variazione dello stesso indotta dall'ambiente.

Tab. 3 - Parametri di innesco della propagazione della cricca

Ambiente	aria	acqua di mare	-1050mVvsSCE	
Veloc. spost. aff. (mm/sec)	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$5,0 \cdot 10^{-7}$
Energia assorb. a carico max (J)	27	13	6	6

Per giungere ad una definizione rigorosa del parametro di innesco in termini di energia assorbita e' tuttavia necessario utilizzare metodologie di prova piu' complesse di quelle impiegate. Tali prove sono in corso. Al momento si sottolinea come il parametro convenzionale utilizzato sembra poter fornire una indicazione di massima mediante una prova estremamente semplice dal punto di vista sperimentale.

In Tab. 4 sono riportati alcuni parametri legati alla propagazione della cricca. In prima approssimazione si e' considerato lineare con lo spostamento degli afferraggi sia la diminuzione del carico applicato che l'aumento della lunghezza della cricca.

Tab. 4 - Parametri di propagazione della cricca

Ambiente	aria	acqua di mare	-1050mVvsSCE	
Veloc. spost. aff. (mm/sec)	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$5,0 \cdot 10^{-7}$
Energia totale assorbita (J)	187	120	88	36
Energia assorb. in propag. (J)	160	107	82	30
Energ. ass./avanz. tot. (J/mm)	21	10	8	4
A=Avanz. tot./spost. aff. (mm/mm)	0,71	1,14	1,54	2,93
Velocita' avanz. tot. (mm/sec)	$1,1 \cdot 10^{-5}$	$1,4 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$
A/Aaria (mm/mm)	1	1,6	2,2	4,1

Fra i vari parametri calcolati e' significativa l'energia necessaria per un avanzamento unitario della cricca, che diminuisce sensibilmente in acqua di mare con la diminuzione delle velocita' di spostamento degli afferraggi, cioe' con l'intensificarsi dei fenomeni di corrosione sotto sforzo.

Un altro parametro significativo e' il rapporto tra l'avanzamento della cricca per unita' di spostamento degli afferraggi (A) ed il corrispondente valore in aria (Aaria). Tale rapporto e' una stima dell'effetto accelerante dell'ambiente sulla velocita' di propagazione di una cricca ed aumenta, in acqua di mare, al diminuire

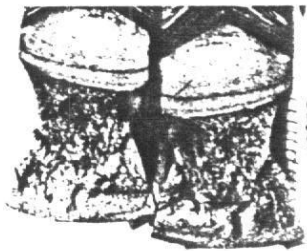


della velocita' di spostamento degli afferraggi.

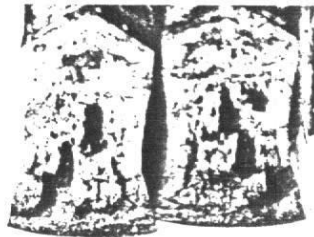
In Tab. 5 e' riportato infine il valore della contrazione laterale percentuale del provino (valutata come rapporto tra la diminuzione di spessore nel corso della prova ed il valore iniziale di tale spessore) per ogni velocita' di spostamento degli afferraggi. L'effetto, che puo' essere osservato anche nella macrografia di Fig. 2, e' notevole.

Tab. 5 - Contrazione laterale dei provini

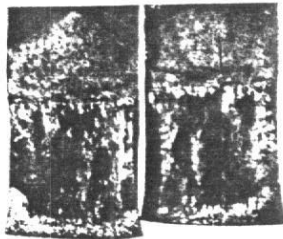
Ambiente	aria	acqua di mare	-1050mVvsSCE
Veloc. spost. aff. (mm/sec)	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$5,0 \cdot 10^{-7}$
(Sfin-Siniz)/Siniz (%)	29	12	6



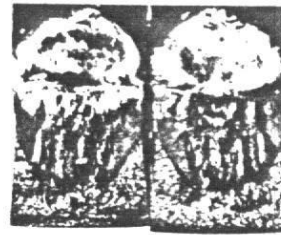
Aria  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mm/s



Ac.mare  $1,2 \cdot 10^{-4}$  mm/s



Ac.mare  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mm/s



Ac.mare  $5 \cdot 10^{-7}$  mm/s

Fig. 2 - Macrografia dei provini al termine delle prove

La contrazione laterale del provino, data la facilita' di misura (non e' richiesta neppure la conoscenza del carico applicato) e la non dipendenza da eventuali cedimenti elastici o plastici del sistema di prova, sembra essere il parametro piu' facilmente utilizzabile come indice della suscettibilita' alla corrosione sotto sforzo in condizioni dinamiche di un materiale in un dato ambiente di prova.

## BIBLIOGRAFIA

- (1) Carter C.S., Hyatt M.V., "Review of Stress Corrosion Cracking in Low Alloy Steels with Yield Strengths below 150 ksi", "Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys", NACE-5, NACE, Houston, 1977, pp. 524-600.
- (2) Procter R.P.M., "Detrimental Effects of Cathodic Protection: Emrittlement and Cracking Phenomena", Cathodic Protection Theory and Practice: the Present Status, Coventry, April 28-30, 1982.
- (3) Payer J.N., Berry W.E., Boyd W.K., "Constant Strain Rate Technique for Assessing Stress-Corrosion Susceptibility", "Stress Corrosion - New Approaches" ASTM-STP 610, ASTM, Philadelphia, 1976, pp. 82-93.
- (4) American Society for Testing and Materials, ASTM D1141-75, "Specifications for Substitute Ocean Water".
- (5) Cigada A., Pastore T., Re G., Rondelli G., Vicentini B., "Stress Corrosion Cracking in Seawater of a HSLA Steel Type 5L X65", HSLA Steels '85 Conference, ASM, Beijing, November 4-8, 1985.
- (6) SNAM SpA, "Macchina multipla per prove Slow Strain Rate", Rapporto interno n. 15/83, San Donato Milanese 21/11/1983.
- (7) American Society for Testing and Materials, ASTM 399-83, "Test Methods for Plain-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials".
- (8) Martinelli A., Monti E., Venzi S., 211th Plenary Meeting of European Group of Fracture, Milano, May 30-31, 1985.
- (9) Cigada A., Pastore T., Pedferri P., Mazza B., Pozzi D., "Resistenza alla corrosione-fatica di acciai ALS in acqua di mare sotto protezione catodica", Seconda Relazione Finale Progetto Finalizzato Metallurgia, Milano 1983.