

**COMPORTAMENTO A FATICA AD ALTI CICLI DI AISI 4340:
EFFETTO DELLA TEMPERATURA DI RINVENIMENTO SULLA MORFOLOGIA
DELLE SUPERFICI DI FRATTURA**

A. Casagrande^o, L. Felloni*, R. Fratesi*, A. Gatto* e O. Ruggeri^o

- * Dipartimento di Scienze dei Materiali e della Terra - Facoltà di Ingegneria, Università degli Studi, Ancona
- ^o Istituto di Metallurgia - Facoltà di Chimica Industriale, Università degli Studi, Bologna

SOMMARIO

E' stata compiuta una attenta analisi metallografica di AISI 4340 tipo DVM dopo tempra da 1113 K e rinvenimento a 463, 553 e 743 K.

Le prove di fatica sono state condotte su provette CT (direzione C-L e L-R, $B = 5 \cdot 10^{-3}$ m, $W = 25 \cdot 10^{-3}$ m) in aria (RH = 45-50%) ad ampiezza costante di carico con sollecitazione sinusoidale (3 Hz), $R = 0.2$ e $P_{max} = 2.5$ kN.

Le superfici di frattura, osservate al SEM, a valori di ΔK maggiori di 11 MPa $m^{1/2}$, hanno mostrato striature fragili con percentuali di zone di clivaggio crescenti al diminuire della temperatura di rinvenimento ed all'aumentare di ΔK .

Valori di ΔK_{th} e di K_{IC} sono stati ricavati da dati di velocità di propagazione della cricca per fatica in funzione di ΔK applicando l'equazione di Colli Priest. Questi valori sono significativamente in relazione alla morfologia delle superfici di frattura.

Introduzione

Acciai basso legati altoresistenziali trovano largo impiego in costruzioni aeronautiche, specie elicotteristiche. In questo campo di applicazione è di fondamentale importanza, per l'analisi di tolleranza di danneggiamento e per i requisiti di durabilità o previsioni di vita, conoscere il comportamento a fatica ad alti cicli degli acciai usati soprattutto in dipendenza del trattamento di bonifica da essi subito⁽¹⁾. L'acciaio AISI 4340, essendo uno dei più impiegati, è da tempo oggetto di ricerca per quanto riguarda sia la dipendenza dell'infragilimento da martensite dalla temperatura di rinvenimento e del contenuto di metalloidi (P, S, Si)^(2,3) sia l'influenza della microstruttura e dell'idrogeno sul valore della tenacità alla frattura,

K_{IC} ^(4,5). Pur riconoscendo l'importanza di quest'ultima grandezza, che indica la condizione in cui la propagazione della cricca diviene incontrollabile, più recentemente si avverte la necessità di indagare sulla dipendenza dai fattori metallurgici ed ambientali del comportamento a fatica sotto situazioni di bassi ΔK o, addirittura, di individuare il ΔK_{th} che è l'ampiezza del fattore di intensità di soglia a cui l'avanzamento di una cricca acuta o non è accertabile sperimentalmente o la sua velocità di propagazione è al di sotto di 10^{-9} m/ciclo^(1,6). I lavori più pertinenti in questo campo, tuttavia, presentano valori discordanti sia per K_{IC} sia per ΔK_{th} , nonché diversità della morfologia della superficie di frattura descritta a striature duttili⁽⁴⁾ o intergranulare⁽⁵⁾. Ciò può essere dovuto a varie cause: i) differenti trattamenti di bonifica, ii) diversità di grandezza dei grani di austenite primaria e di percentuali di austenite residua, iii) condizioni di sollecitazione nel precriccaggio. L'influenza della temperatura di rinvenimento sulla trasformazione dell'austenite residua è stata con successo studiata per mezzo di analisi spettroscopica Mössbauer⁽⁷⁾, ma la correlazione fra microstruttura di un acciaio "pulito" e la morfologia delle superfici di frattura ai vari valori di ΔK ha ricevuto relativamente scarsa attenzione. Benchè sia riconosciuta la difficoltà nell'analisi metallografica di interpretare fasi metastabili è apparso, nel presente studio, importante individuare quanto le variazioni microstrutturali, derivanti da diverse temperature di rinvenimento, influiscono sia sulla velocità di propagazione di una cricca di fatica a bassi valori di sollecitazione sinusoidale, sia sulla morfologia delle superfici di frattura. È stato così preso in considerazione un AISI 4340 di tipo DVM (double vacuum melting) con bassi contenuti di P, S, Si e N, austenizzato e successivamente rinvenuto a temperature in cui oltre al rilascio delle tensioni interne iniziano trasformazioni microstrutturali.

Materiali e tecnica sperimentale

Il materiale di base, AISI 4340 DVM, da cui sono stati ricavati i provini CT, per prove di fatica ad alti cicli, era un lingotto normalizzato, ricavato per laminazione a caldo, di diametro $120 \cdot 10^{-3}$ m. La composizione chimica (in % peso) è data in Tab. 1.

Tabella 1 - Composizione chimica (% in peso) di AISI 4340 DVM.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	N	O
0.40	0.76	0.32	0.009	0.002	0.80	1.81	0.25	0.04	0.0008	0.03

Le microstrutture del trasverso e del lungo non presentavano rilevabili differenze sia per la grandezza dei grani sia per la lieve bandatura.

Dalla Fig. 1 è evidente che la microstruttura del normalizzato è ferrite con cementite globulare finemente dispersa.

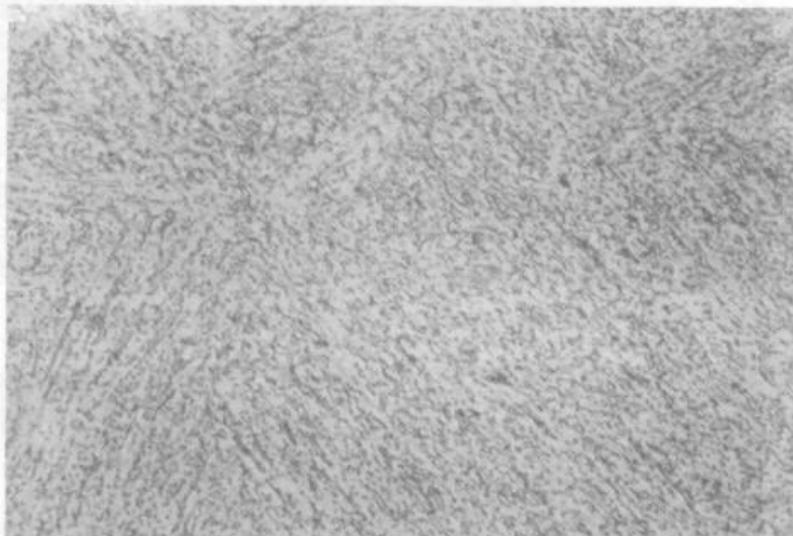


Fig. 1 - Microstruttura del 4340 allo stato normalizzato. x750.

La grandezza media dei grani, valutata secondo la norma ASTM E112-82, era trovata del tipo 5-6 ($45-65 \mu\text{m}$).

L'analisi dello stato inclusionale ha indicato bassa percentuale di inclusioni con massima dimensione di $8 \mu\text{m}$ in posizioni del tutto occasionali.

Le provette CT (direzione C-L e L-R) erano ottenute con lavorazione meccanica del normalizzato e successivamente sottoposte ai trattamenti di bonifica specificati in Tabella 2, in cui sono riportate anche le proprietà meccaniche dell'acciaio nelle varie condizioni di rinvenimento. Allo stato finito, le provette, con $B = 5 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ e $W = 25 \cdot 10^{-3} \text{ m}$, erano controllate con radiografia X e con tecnica agli ultrasuoni per l'accertamento di assenza di microcricche.

Le microfotografie mostrate nelle Figg. 2, 3 e 4 sono rappresentative delle microstrutture dell'acciaio alle tre temperature di rinvenimento.

A 463 K, la microstruttura è tipicamente martensitica con disposizione molto irregolare delle stecchette che presentano diverso sviluppo volumetrico (Fig. 2).

A 553 K, i grani mostrano già una evoluzione microstrutturale in cui le stecchette della martensite si presentano segmentate (Fig. 3).

A 743 K, la microstruttura appare prevalentemente sorbitica (Fig. 4).

La presenza di austenite residua al bordo dei grani di austenite primaria è stata osservata microscopicamente nel materiale rinvenuto a 553 K, dopo attacco

metallografico comportante una esposizione della superficie, lucidata al panno, ad una soluzione di 16 g. di CrO_3 , 80 g. di NaOH in 145 cm^3 di acqua distillata a 120°C per 20-60 min. Questo modello è qualitativo e da esso, quindi, non può essere ottenuta una valutazione come da una analisi di uno spettro Mössbauer. Dalla Fig. 5 è evidente, però, che l'austenite residua era in quantità relativamente limitata probabilmente a causa della grossezza dei grani del normalizzato dai quali era derivata l'austenite primaria.

Le prove di fatica erano condotte secondo le norme ASTM E399-81 e E647-81 in aria di laboratorio con RH 45-50% a temperatura di $261 \pm 1 \text{ K}$ con macchina servoidraulica FPF 20 kN dell'Italsigma con sollecitazione sinusoidale (3Hz) e ad ampiezza

Tab. 2 - Proprietà meccaniche (a temperatura ambiente), dell'acciaio AISI 4340 (1).

TEMPERATURA DI RINVENIMENTO (2) K	R m MPa	σ_s (0.2%) MPa	A %	DUREZZA HRC
463	1894	1610	10.5	51
553	1720	1510	9.5	48.9
743	1325	1175	10.6	40.4

(1) Austenizzazione: a 840°C per 45' sotto vuoto ($1+2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$). A questa temperatura e tempo di trattamento non si ha ingrossamento del grano austenitico.

Tempra: in olio agitato a temperatura ambiente sotto vuoto (10^{-1} mbar).

(2) Rinvenimento alle varie temperature per 3 h in aria.

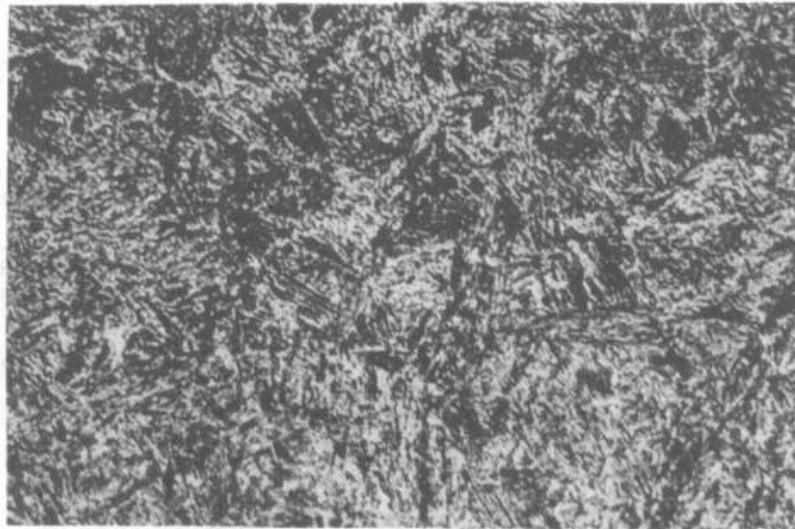


Fig. 2 - Microstruttura del 4340 temprato e rinvenuto a 463 K per 3h. x750.

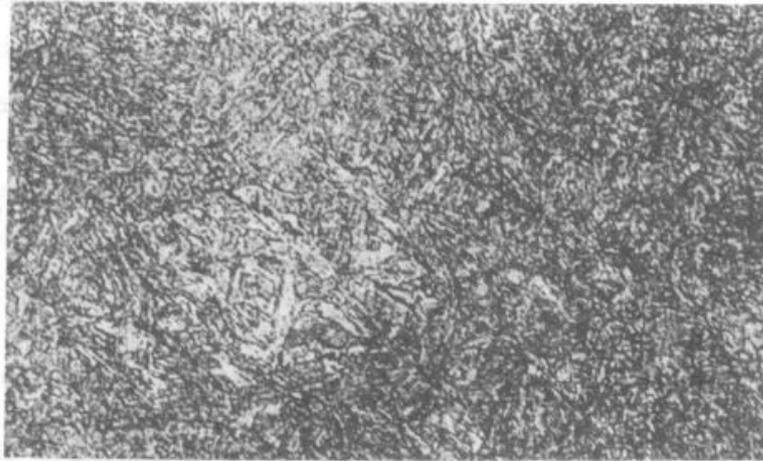


Fig. 3 - Microstruttura del 4340 temprato e rinvenuto a 553 K. x750.

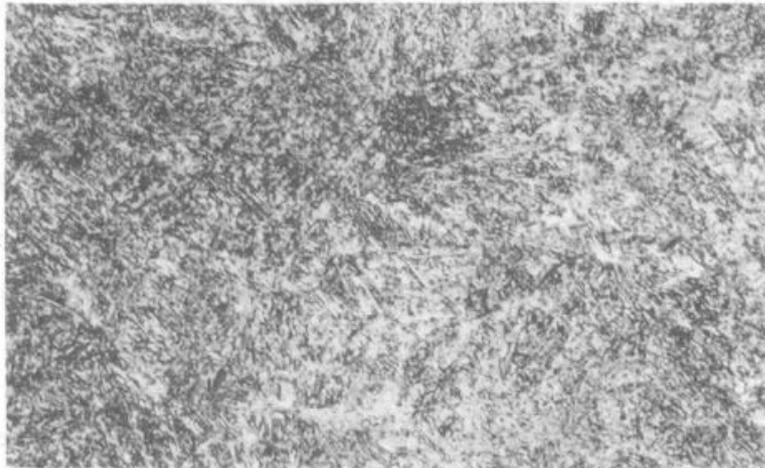


Fig. 4 - Microstruttura del 4340 temprato e rinvenuto a 743 K. x750.

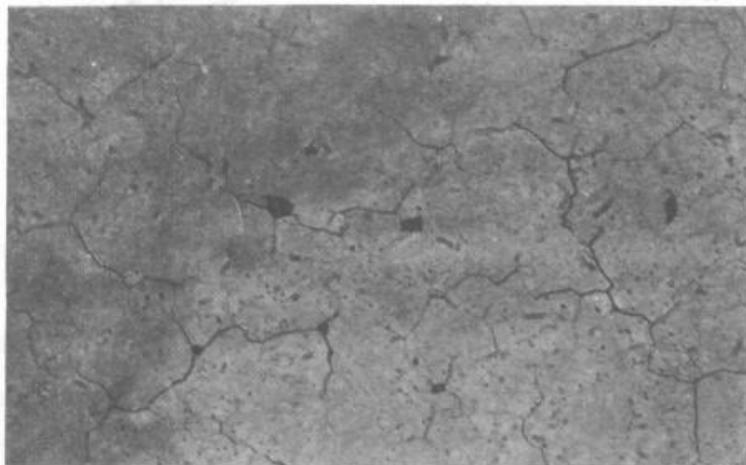


Fig. 5 - Microfotografia dopo attacco metallografico per rilevare l'austenite residua. x300.

di carico costante ($R = 0.2$ e $P_{\max} = 2.5 \text{ kN}$) per ΔK crescenti.

Il precriccaggio era effettuato sotto uguali condizioni fino ad avere un valore massimo di ΔK di circa $11 \text{ MPa m}^{1/2}$.

L'avanzamento della cricca di fatica era misurato, da ambo i lati della provetta, con una accuratezza di $10 \mu\text{m}$, senza interruzione della prova, con osservazione microscopica.

Risultati sperimentali e discussione

Le curve di da/dN vs ΔK si riferiscono essenzialmente al 2° stadio di avanzamento della cricca di fatica per il rapporto W/B scelto e consigliato dalla normativa ASTM E 647-81. A questo stadio viene normalmente applicata la formulazione di Paris, ma è evidente che non può essere valida alcuna estrapolazione grafica delle curve.

L'elaborazione con metodo iterativo dei dati sperimentali compresi nello stadio 2 con la formulazione di Collipriest⁽⁸⁾, che interpreta il totale andamento sigmoide della propagazione di una cricca di fatica tenendo conto anche dell'effetto di R , può essere adottata limitando l'incertezza nei valori calcolati di ΔK_{th} e K_{IC} quando viene scartata ogni curva calcolata i cui da/dN abbiano una deviazione rispetto ai misurati superiore ad un valore massimo prefissato.

Andamenti tipici della velocità di avanzamento della cricca di fatica rispetto a ΔK per provette L-R (in cui la propagazione della cricca è in direzione trasversale) sottoposte alle tre temperature di rinvenimento considerate sono illustrati in Fig. 6.

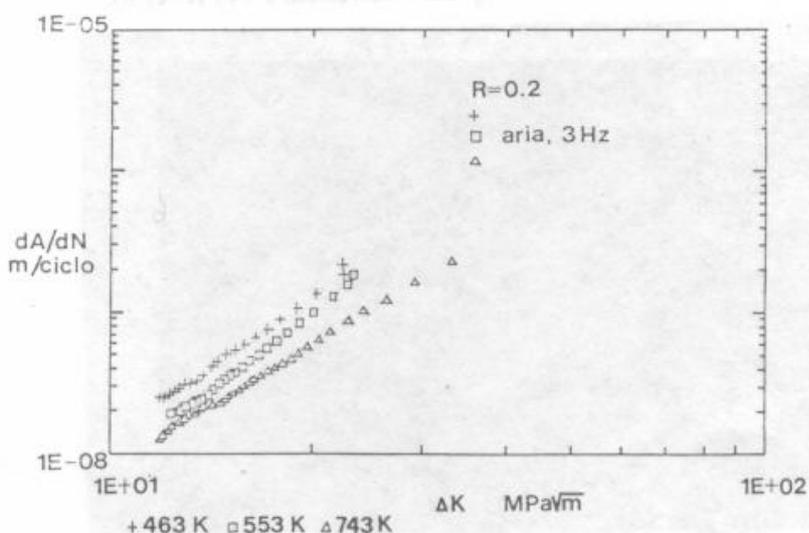


Fig. 6 - Influenza della temperatura di rinvenimento sulla velocità di propagazione della cricca in provette L-R di AISI 4340 DVM.

La Fig. 7 mostra l'andamento delle curve analoghe ottenute da provette C-L con propagazione della cricca in direzione longitudinale. L'andamento di da/dN vs ΔK , delle provette C-L e L-R, è praticamente uguale indicando perciò che il processo primario metallurgico (DVM) ha dato origine a materiale omogeneo con minima diversità tra il lungo ed il traverso.

Le differenze nella giacitura delle curve, date in Fig. 6 e 7, per l'acciaio rinvenuto alle tre temperature considerate, erano superiori alle bande di dispersione delle tre serie di prove. Esse, quindi, dimostrano una reale diversità di comportamento a fatica che può essere messo in relazione alle modificazioni microstrutturali riscontrate all'analisi metallografica.

Nella Tabella 3 sono riportati i dati più significativi derivati dall'elaborazione della lunghezza della cricca, a , in funzione del numero di cicli.

E' evidente dalle Fig. 6 e 7 e dalla Tabella 3 che la velocità di propagazione della cricca al ciclo va sensibilmente diminuendo all'aumentare della temperatura di rinvenimento. Questo fatto determina ovviamente un corrispettivo aumento della tenacità a frattura K_{IC} .

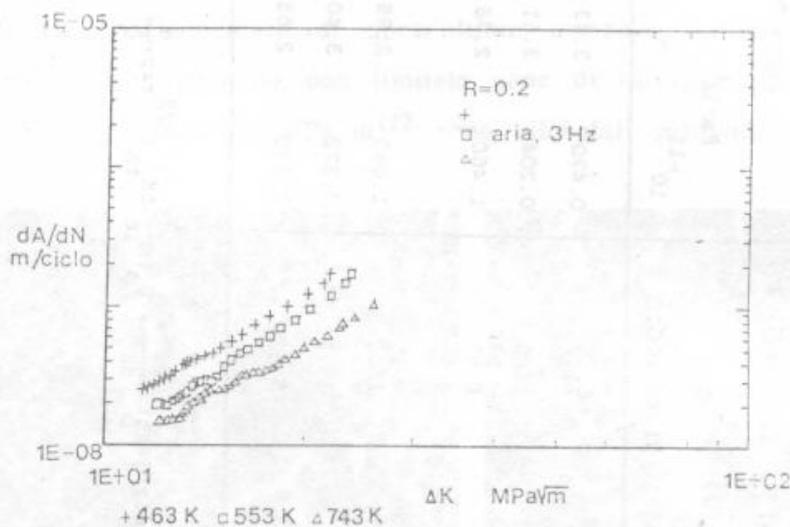


Fig. 7 - Influenza della temperatura di rinvenimento sulla velocità di propagazione della cricca in provette C-L di AISI 4340 DVM.

E' possibile che il valore di K_{IC} di $90 MPa m^{1/2}$ ottenuto per l'acciaio rinvenuto a 743 K sia stato stimato alquanto in eccesso essendo lo spessore B della provetta minore di quanto richiesto dalla MLEF.

Valori simili, tuttavia, ed anche maggiori sono riportati da altri autori per AISI 4340 di vario grado: con un contenuto di Si (1.52%) superiore alla specifica(4) e con alti tenori in P e S(1).

Un valore di circa $87 MPa m^{1/2}$ è dato da ASTM nelle modalità E 399-81 per un

Tabella 3 - Parametri caratteristici riguardanti l'avanzamento di una cricca per fatica dell'acciaio AISI 4340 alle varie temperature di rinvenimento, in aria (RH = 45-50%), temperatura ambiente.

ARIA 3 Hz	da/dN (10 ⁻⁸ m/ciclo)		ΔK (MPa√m) e		Curve Parametriche			ΔK _{th} (MPa√m)	K _{IC}	Coeff. di correl.
	0.30 13.3 ≤ ΔK ≤ 14.3	α _w (a/W) 0.49 21.4 ≤ ΔK ≤ 23	Paris ^f C 10 ⁻¹¹	n	Collipriest ^f C 10 ⁻¹¹	Collipriest ^f n				
PROVETTE										
A18T190	4.13		21.2		0.470	3.43	2.200	2.67	50	0.996
A22T260	2.86		15.6		0.204	3.61	0.582	3.05	65	0.995
A3T470	2.30		8.95		1.460	2.78	3.260	2.42	90	0.999
A47L190	3.92		15.3		1.690	2.98	6.067	2.35	50	0.995
A34L260	2.95		15.1		0.372	3.40	1.005	2.86	65	0.995
A41L470	2.22		7.91		1.950	2.65	3.018	2.37	90	0.991

$$^f \text{Paris: } \frac{da}{dN} = C \Delta K^n \quad \text{Collipriest: } \frac{da}{dN} = C_0 (K_{IC} \Delta K_{th})^{n/2} \exp \frac{n}{2} \ln \frac{K_{IC}}{\Delta K_{th}} \quad \text{arctgh} \frac{\ln \Delta K^2 / (1-R) K_{IC} \Delta K_{th}}{\ln (1-R) K_{IC} \Delta K_{th}}$$

4340 di cui è riferito solo σ_s (1419 MPa).

Per quanto riguarda i valori ricavati per il ΔK_{th} nelle varie condizioni di rinvenimento, essi sembrano indipendenti dalla microstruttura eccetto nel caso delle provette L-R. Ciò può essere dovuto al fatto che il meccanismo dominante di avanzamento della cricca, ai più bassi valori di ΔK , è quello di clivaggio in famiglie di piani cristallini all'interfaccia delle stecchette di martensite che non scompaiono completamente nel rinvenimento per 3h a 743 K. In questo caso la trasformazione sorbitica non è completa e ciò sembra influenzare maggiormente l'avanzamento della cricca per il lungo (provette C-L), direzione questa della lieve bandatura riscontrata.

In letteratura sono riportati valori di ΔK_{th} alquanto superiori di quelli presentemente calcolati, ma è necessario notare che le temperature di rinvenimento corrispondenti sono anche superiori e precisamente nell'intervallo da 783 a 923 K.

Nelle microfrattografie 8, 10 e 11 sono mostrate le superfici di frattura osservate al SEM.

Nella Fig. 8, che riguarda provette rinvenute a 743 K, la frattura è prevalentemente a striature fragili (tear ridges) con assai limitate zone di clivaggio ai più bassi valori di ΔK . All'aumentare di quest'ultimo compare frattura intergranulare lungo i grani dell'austenite primaria con limitate zone di clivaggio.

A ΔK maggiori di 20 MPa m^{1/2} sono rilevabili profonde cricche intergranulari.

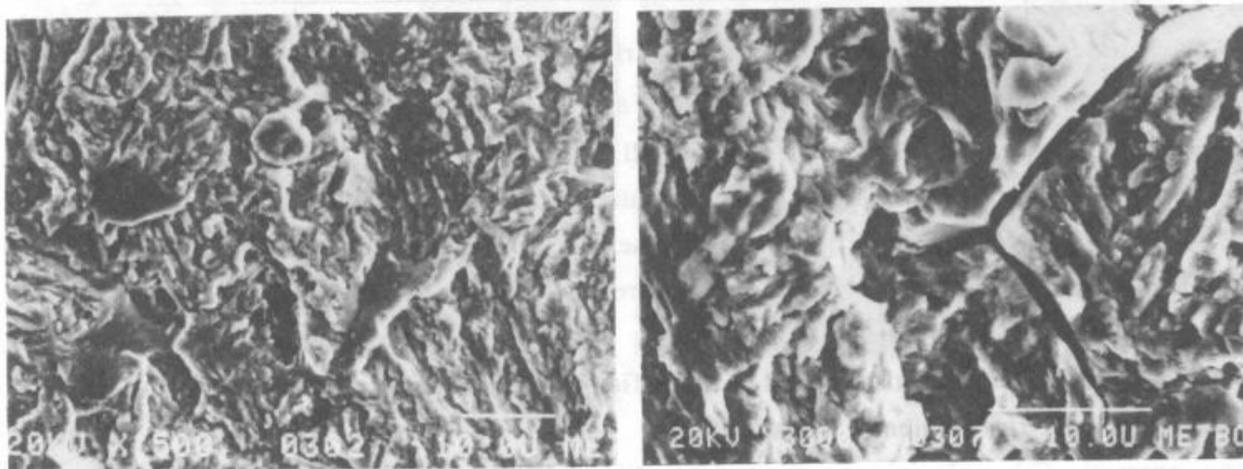


Fig. 8 - Microfrattografie dell'acciaio AISI 4340 rinvenuto a 743 K, provato in aria (RU = 45-50%), 3Hz, R = 0,2, P_{max} = 2,5 kN.

a) $\Delta a = 1 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 11,72$ MPa m^{1/2}; frattura con striature fragili e zone limitate di clivaggio.

b) $\Delta a = 6 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 19,75$ MPa m^{1/2}; particolare di una cricca intergranulare.

La direzione di propagazione è dal basso in alto.

L'osservazione microscopica della superficie di rottura per sovraccarico del legamento di provette rinvenute a 743 K (Fig. 9) rivela un cedimento per coalescenza di microvuoti, comprovando caratteristiche di duttilità del materiale. Dal confronto con le frattografie di fatica è da dedurre che la sollecitazione ciclica induce un incrudimento nella zona plasticizzata all'apice della cricca, producendo meccanismi di frattura di tipo fragile.

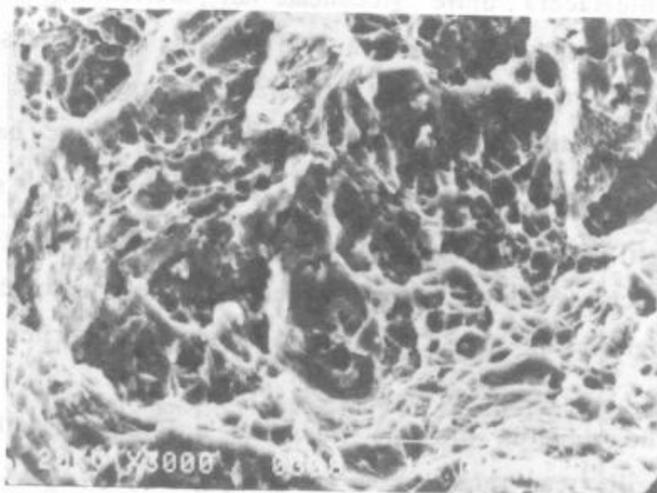
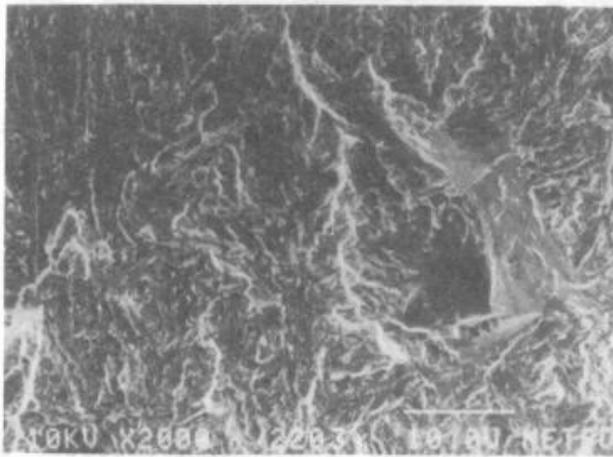


Fig. 9 - Frattografia della superficie di rottura, per sovraccarico, del legamento di provette rinvenute a 743 K. Evidenza di coalescenza dei microvuoti.

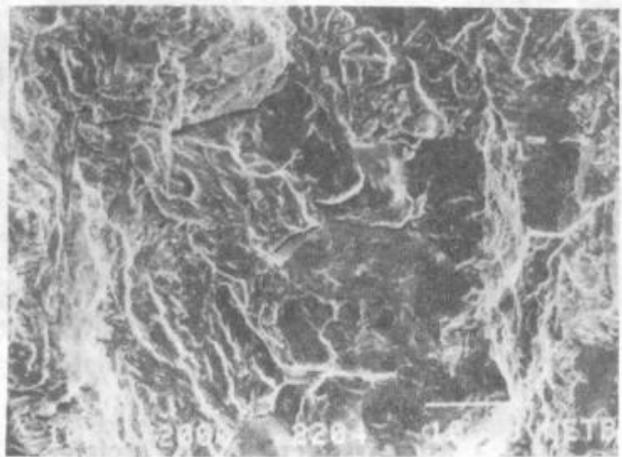
Nei provini rinvenuti a 553 K le superfici di frattura presentano striature fragili (Fig. 10) con zone di clivaggio e a più alti ΔK , cricche secondarie intergranulari in percentuale maggiore rispetto alle superfici di frattura di provini temprati a 743 K.

Nella Fig. 11 sono mostrate le microfrottografie di provini rinvenuti a 463 K: si nota come la morfologia della frattura, che ha una certa similitudine a quella di provini rinvenuti a più alte temperature, è caratterizzata da una maggiore percentuale di frattura intergranulare e di cricche secondarie intergranulari.

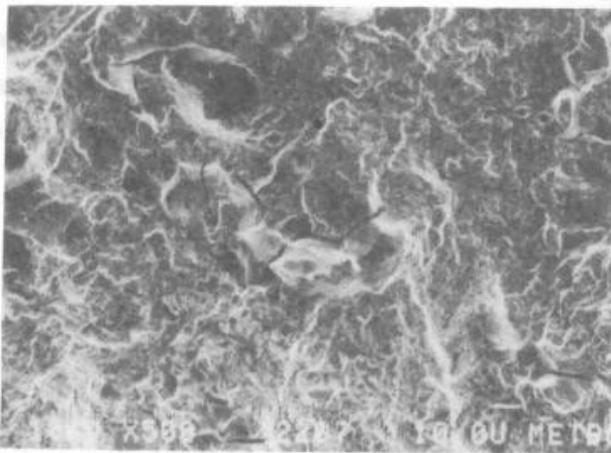
Dall'analisi frattografica delle superfici delle cricche dell'acciaio alle tre temperature di rinvenimento considerate è palese che più meccanismi di frattura sono operanti. Ciò può spiegare lo scostamento dal valore teorico di 2 dei coefficienti esponenziali ottenuti nella elaborazione dei dati sperimentali sia con l'equazione di Paris, che rimane valida nel rappresentare la curva da/dN in funzione di ΔK nel 2° stadio di propagazione della cricca di fatica, sia quella di Collipriest. Dalla Tabella 3 si può vedere, inoltre, che lo scostamento è maggiore per le provette rinvenute a 553 K, temperatura alla quale si manifesta l'infragilimento da martensite.



a)



b)



c)



d)

Fig. 10 - Microfrattografie dell'acciaio AISI 4340 rinvenuto a 553 K (condizioni di prova analoghe a quelle di Fig. 8).

a) $\Delta a = 1 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 11,98$ MPa $m^{1/2}$; frattura con striature fragili e zone di clivaggio.

b) $\Delta a = 5 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 18,13$ MPa $m^{1/2}$; frattura come in a) e presenza di cricche secondarie.

c) $\Delta a = 10 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 33,6$ MPa $m^{1/2}$; presenza di numerose cricche secondarie intergranulari di vistose dimensioni e zone di clivaggio.

d) particolare della microfrattografia c).

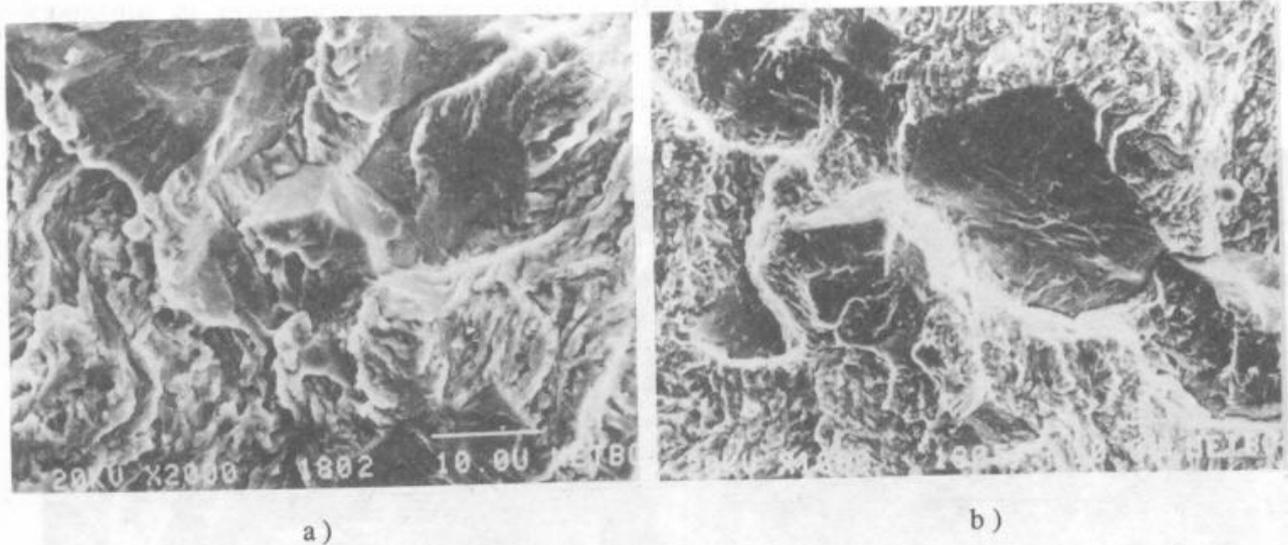


Fig. 11 - Microfrattografie dell'acciaio AISI 4340 rinvenuto a 463 K (condizioni di prova analoga a quella di Fig. 8).

- a) $\Delta a = 1 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 11,57$ MPa m^{1/2}; facette di clivaggio in stecchette di martensite contenenti tracciati a fiume (river patterns) e separate da striature fragili, zone di frattura intergranulare.
- b) $\Delta a = 5 \cdot 10^{-3}$ m, $\Delta K = 17,43$ MPa m^{1/2}; morfologia simile ad a) con larga frattura intergranulare.

E' interessante, quindi, notare che un sistematico studio del comportamento a fatica ad alti cicli, coadiuvato da analisi metallografica e frattografica, può condurre ad una esauriente caratterizzazione di acciai da bonifica che soffrono fragilità in condizioni critiche di rinvenimento.

Gli autori ringraziano la "Costruzioni Aeronautiche G. Augusta" di Gallarate per la fornitura e per l'approntamento del processo di bonifica dell'acciaio AISI 4340 DVM.

Questa ricerca è stata effettuata con contributo del C.N.R.

Bibliografia

- 1) T.L. MACKAY, B.J. ALPERIN, D.D. BMATT: "Near-threshold Fatigue Crack Propagation of Several High Strength Steels". Eng. Fract. Mech. **18**, 403-416 (1983).
- 2) S.K. BANERJI, C.J. McMANON Jr., M.C. FEG: "Intergranular Fracture in 4340 - Type Steels: Effects of Impurities and Hydrogen". Metall. Trans **9A**, 237-247 (1978).

- 3) M. CAVALLINI, M. BALLARIN, V. WAGNER: "An Appraisal of the Energy Crack Zero (EC_0) Test in the Evaluation of Tempered Martensite Embrittlement (TME)". Metall. Science and Technology **2**, (1) 8-14 (1984).
- 4) R.O. RITCHIE: "Influence of Microstructure on Near-Threshold Fatigue - Crack Propagation in Ultra-high Strength Steel". Metall. Sci. **11**, 368-381 (1977).
- 5) R.J. COOKE, P.E. IRVING, G.S. BOOTH and C.J. BEEVERS: "The Slow Fatigue Crack Growth and Threshold Behaviour of a Medium Carbon Alloy Steel in Air and Vacuum". Eng. Fract. Mech., **7**, 69-77 (1975).
- 6) R.O. RITCHIE: "Near-Threshold Fatigue - Crack Propagation in Steels". Inter. Met. Reviews (5,6), 205-230 (1979).
- 7) D.L. WILLIAMSON, R.G. SCHUPMANN, J.P. MATERKOWSKI, G. KRAUSS: "Determination of Small Amounts of Austenite and Carbide in Hardened Medium Carbon Steels by Mössbauer Spectroscopy". Metall. Trans. **10A**, 379- (1979).
- 8) J.E. COLLIPRIEST: "An Experimentalist View of the Surface Flaw Problem". ASME (1972), 43-62.
- 9) D. TAYLOR: "A Compendium of Fatigue Threshold and Growth rates". EMAS (1985), p. 115.