

IGF6 - VI Convegno Nazionale
GRUPPO ITALIANO FRATTURA
Ancona, 7 - 8 giugno 1990

MICROMECCANISMI DI FRATTURA NELLA PROPAGAZIONE
DI CRICCHE PER CREEP NELL'ACCIAIO AISI 316

D. D'Angelo, P. Bianchi, A. Olchini, V. Regis

ENEL - Centro Ricerca Termica e Nucleare
Milano, Via Rubattino 54, 20134 (I)

SOMMARIO

La crescita sottocritica di cricche per creep è controllata essenzialmente da micromeccanismi attivati dalla deformazione e dalla diffusione, che inducono diversi processi di danno nel materiale.

Dopo aver esaurientemente caratterizzato in metallografia e con prove meccaniche una lastra in acciaio AISI 316 L mod., sono state condotte prove di crescita di cricche per creep - CCC - al fine di ricavare le leggi ingegneristiche di accrescimento dei difetti ad alta temperatura; nel contempo, sono stati sviluppati modelli teorici per la previsione del comportamento in esercizio di componenti difettati.

Ma i parametri della Meccanica della Frattura (K_I , J_{int} , C^*) di correlazione con la velocità di CCC soffrono di limitazioni nella loro validità ed applicabilità: un modo per definire la loro idoneità consiste nello stabilire quale sia l'effettivo meccanismo fisico di danno agente.

A tal fine, con tecniche di microscopia ottica, elettronica a scansione ed elettronica a trasmissione, sono stati esaminati alcuni campioni, assoggettati a prove di CCC a 550°C, in acciaio inossidabile austenitico tipo 316 L modificato.

In funzione dell'accrescimento della cricca e della distanza dalla superficie di frattura sono state determinate le mappe di specifici parametri microstrutturali che si correlano con il danno da creep e quindi con i meccanismi di CCC agenti: microdurezza, deformazione dei grani, cavitazione intergranulare, evoluzione dei precipitati, densità di dislocazioni e tipo di frattura.

Dall'analisi dei risultati ottenuti si evince che nell'acciaio in esame, alle condizioni di prova adottate, è principalmente un meccanismo controllato dalla deformazione a favorire il danno all'apice della cricca e quindi ad indurre la propagazione per creep.

1. INTRODUZIONE

L'attività ivi descritta è stata condotta all'interno di un programma di ricerca coordinato e finanziato dal Comitato della CEE - Working Group for Codes and Standards, Activity Group 3 "Materials": il contratto ha visto come primo contraente l'INTERATOM (GF) e come sub-committenti il CEA (F) , L'UKAEA (GB) e l'ENEL-CRTN.

Obiettivo della ricerca era quello di determinare, a mezzo di tecniche metallografiche, i meccanismi che governano la propagazione di cricche per creep - CCC - nell'acciaio tipo AISI 316 L modificato.

La valutazione dell'integrità di componenti difettati, operanti in regime di creep, viene condotta parallelamente con tre metodologie. Con l'approccio ingegneristico si ricavano in laboratorio, a mezzo delle prove di CCC, le correlazioni tra la velocità di propagazione della cricca ed uno specifico parametro della Meccanica della Frattura /1/. Con l'analisi numerica è possibile sviluppare i modelli teorici per la previsione del comportamento del componente in esercizio /2/. Con lo studio fisico-metallografico si possono infine determinare i micromeccanismi che regolano la frattura all'apice della cricca che si propaga per creep, poichè è da essi che dipende l'applicabilità dei parametri della Meccanica della Frattura.

E' noto infatti che la crescita stabile dei difetti per creep è governata da micromeccanismi controllati dalla deformazione e dalla diffusione, che portano a differenti tipi di danno nell'acciaio /3/.

Il fattore di intensificazione degli sforzi K_I , della Meccanica della Frattura Lineare Elastica si presta a descrivere il campo di sforzo-deformazione all'apice della cricca in materiali fragili o in zone ad alta triassialità degli sforzi, mentre, per materiali duttili soggetti ad uno stato di creep stazionario è stato adottato il parametro C^* . Comunque, ambedue tali parametri soffrono di limitazioni nella correlazione con la velocità di CCC: l'uno, K_I , per l'estensione della zona plastica all'apice della cricca, l'altro, C^* , per l'effettiva stabilizzazione nella zona di processo delle condizioni di creep stazionario con velocità di deformazione costante. Così, in dipendenza del tipico meccanismo di frattura che danneggia il materiale all'apice della cricca, avremo uno specifico parametro /4/ che descrive validamente il fenomeno di CCC.

Il metodo più immediato per evidenziare quale meccanismo agisca a livello microstrutturale all'apice di una cricca che propaga per creep è condurre un esame metallografico su provini preventivamente assoggettati a prove di CCC.

Scopo di questo rapporto è riassumere i risultati dell'analisi microstrutturale condotta dall'ENEL-CRTN su sei campioni in acciaio AISI 316 L mod. provati a CCC, per mezzo di tecniche di microscopia ottica ed elettronica a scansione e trasmissione.

2. CARATTERISTICHE DELL'ACCIAIO E DATI DI CCC

L'acciaio inossidabile austenitico AISI 316 L mod. è stato fornito da INTERATOM in forma di lastra da 60 mm di spessore, realizzata da Krupp AG (GF). In **Tab. 1** è riportata l'analisi chimica; le caratteristiche meccaniche ed i risultati delle prove di CCC sono stati ampiamente dettagliati in /5/. Specificatamente per le sei prove di CCC condotte presso i laboratori dell'ENEL-CRTN, sono riportati in **Tab. 2** le condizioni sperimentali ed i valori di alcuni parametri ingegneristici, quali il raggio della zona di creep, il tempo di innesco della cricca ed il raggio di arrotondamento all'apice della cricca: quest'ultimo calcolato usando l'equazione proposta in /6/ da alcuni autori di questo articolo.

Le prove di CCC sono state condotte a 550 °C su provini CT spessi 1 pollice e precriccati a fatica. La cricca nel corso della prova è monitorata col metodo della Caduta di Potenziale in Corrente Continua. E' stato anche misurato con appositi estensometri lo Spostamento dei Punti di Applicazione del Carico, necessario per il calcolo di C^* : maggiori dettagli sperimentali possono essere trovati nella già citata relazione /5/. Qui preme solo evidenziare che la prova siglata X04 è stata interrotta dopo 2843 ore e quindi ricaricata per altre 11.360 ore, mentre la prova X05, a causa della rottura degli afferraggi dopo 1293 ore, ha subito una interruzione ed è poi continuata per altre 2679 ore.

Per quanto riguarda il parametro della Meccanica della Frattura che meglio caratterizza il processo di CCC per il nostro acciaio, paragonando il tempo di innesco della cricca per creep, preso nel punto di flesso della curva dello spostamento della linea di carico in funzione del tempo, con il tempo di transizione tra un regime elasto-plastico ad uno stato di creep stazionario, calcolato come in /7/, si evince in maniera teorica che è C^* il parametro di carico più adatto, infatti i tempi di innesco sono notevolmente più alti dei tempi di transizione. Inoltre le velocità di CCC sono state correlate con i diversi parametri della Meccanica della Frattura ed anche in questo caso la correlazione con C^* ha mostrato la più bassa dispersione, come mostrato in **Fig. 1**. Dall'interpolazione dei dati di velocità di CCC in funzione di C^* si è ottenuta la legge:

$$da/dt = 10^{-5} \cdot C^* 0,76$$

dove da/dt è espresso in mm/s e C^* in N/m^{3/2}·s.

3. RISULTATI DEGLI ESAMI METALLOGRAFICI SUI PROVINI DI CCC

Sui sei provini CT sottoposti a prove di CCC a 550 °C in AISI 316 L mod., a mezzo dell'analisi metallografica sono stati determinati i seguenti parametri microstrutturali:

- microdurezza Vickers a 50 gr a diverse lunghezze della cricca ed a varie distanze dalla superficie di frattura;
- deformazione dei grani in prossimità dell'apice della cricca con microscopia ottica;

- livello di cavitazione intergranulare per microscopia elettronica a scansione;
- precipitazione inter e trans-granulare con microscopia elettronica a trasmissione;
- densità di dislocazioni per microscopia elettronica a trasmissione;
- tipologia di frattura con microscopia elettronica a scansione.

Le grandezze sopra citate ricavate mediante microscopia ottica ed elettronica a scansione ed in aggiunta le misure del raggio di arrotondamento dell'apice della cricca sono state determinate sulla superficie ortogonale al piano di CCC sulla sezione mediana del provino; lo studio frattografico sulla superficie di frattura è stato condotto dopo opportuno trattamento di desossidazione chimica. I campioni analizzati in microscopia elettronica a trasmissione sono stati ricavati secondo un apposito piano di taglio.

Microdurezze

Il valore medio di microdurezza Vickers 50 gr nelle zone scariche dei provini CT è di $175 \text{ gr}/\mu\text{m}^2$.

Nei provini X02, X03 e X06, dove è stata notata un'apprezzabile deformazione dei grani localizzata all'apice della cricca, unitamente alla propagazione della medesima, la microdurezza ha un valore molto alto, fino a $280 \text{ gr}/\mu\text{m}^2$, in prossimità della superficie di frattura, e decresce asintoticamente allontanandosi dal piano della cricca sino al valore di $175 \text{ gr}/\mu\text{m}^2$, uguale a quello della zona scarica, a circa 8-10 mm di distanza perpendicolare al piano di frattura, Fig. 2. Questo andamento rimane simile lungo il cammino della cricca a diverse lunghezze di accrescimento e non è possibile osservare nessun incremento di microdurezza legato alla lunghezza della cricca, Fig. 3.

La microdurezza sul provino X05, l'altro che ha dato propagazione, ha un valore medio di $210 \text{ gr}/\mu\text{m}^2$ e non mostra un chiaro andamento decrescente allontanandosi dalla superficie di frattura: forse a causa del ricarico avvenuto nel corso della prova e dell'assenza di una zona a grani deformati all'apice della cricca.

Esami microstrutturali

Nei provini dove la propagazione è elevata (X03, X05 e X06), il piano di crescita della cricca è a 45° rispetto al piano di pre-criccatura ed è sempre presente un innesco di cricca simmetrico a quella propagata. Per questa ragione, nella determinazione metallografica del raggio di arrotondamento dell'apice della cricca all'innesco, è bene fare la misura sulle due superfici di frattura riaccostate. I valori misurati sono dati anch'essi in Tab. 2.

Negli stessi provini si evidenzia un elevato distacco dei bordi di grano dovuto ad un esteso processo di cavitazione del tipo a cuneo, Fig. 4, che coinvolge una profondità dalla superficie della cricca variabile da 1 a 20 grani e correlabile con la solleci-

tazione netta applicata al provino ad inizio prova, **Tab. 3**. Dove c'è una deformazione dei grani (X02, X03 e X06), questa è localizzata all'apice della cricca ed i grani sono allungati in direzione di 125° rispetto al piano di precriccatura. Le zone deformate dei tre provini hanno dimensioni da 1 a 2 mm correlabili anch'esse con la sollecitazione netta inizialmente applicata, come già evidenziato in **Tab. 3**.

Una precipitazione dei carburi, di tipo intergranulare, è stata osservata solo nel provino X04 che ha più di 14.000 ore di tempo di prova a 550°C , **Fig. 5**.

Osservazioni frattografiche

I provini X02, X05 e X06 mostrano uno stesso tipo di frattura quasi completamente intergranulare nel corso della propagazione della cricca: solo il primo grano nella zona all'apice della precriccatura per fatica è rotto transgranularmente per clivaggio.

Il provino X03, che ricordiamo ha la più lunga propagazione (circa 7 mm) e la maggiore sollecitazione iniziale applicata (517 MPa) tra quelli che hanno dato propagazione, ha una frattura che appare alternativamente intergranulare e transgranulare-duttile nel corso dell'accrescimento della cricca, come mostrato in **Fig. 6**. Questo andamento di frattura può essere stato causato dal fatto che, come già anticipato, la cricca propaga da uno dei due inneschi nucleatisi a 45° gradi dopo l'arrotondamento dell'apice nel corso dell'incubazione del difetto: l'accrescimento avviene dunque su un piano a 45° gradi anche rispetto alla direzione del carico applicato e, quando la cricca si è eccessivamente allontanata dal piano orizzontale nel corso della sua propagazione, essa è costretta a tornare alla sua giacitura iniziale creando al suo apice un notevole accumulo di deformazione plastica da taglio a 45° gradi: favorendo delle due corte cricche d'innesco quella che la riporta sul piano orizzontale passando attraverso una fase di frattura duttile-transgranulare.

Misura della densità di dislocazioni

E' generalmente noto che la densità di dislocazioni è in stretta relazione con l'entità della deformazione plastica cumulata dal materiale nel corso del creep. Una opportuna correlazione, quindi, tra la densità delle dislocazioni e la deformazione plastica darebbe una definizione quantitativa dell'estensione delle zone a deformazione simile e si potrebbe dedurre, in una maniera relativamente semplice, l'applicabilità dei diversi parametri proposti dalla Meccanica della Frattura.

Per verificare la sensibilità della misura sono state osservate per Microscopia Elettronica a Trasmissione alcune lamine sottili preparate da campioni prelevati dal provino X03 a diverse distanze dalla superficie di frattura.

Le misure sono state fatte contando il numero di intersezioni tra le linee di dislocazioni ed un reticolo di circonferenze posizionato sulle micrografie d'interesse, secondo una metodologia am-

pliamente consolidata /8/.

La tipica morfologia delle dislocazioni, nelle zone a più bassa ed a più alta densità, è mostrata rispettivamente in Fig.7 ed in Fig.8. E' stato evidenziato un tipo misto di dislocazioni ad angolo ed a vite.

I risultati delle misure fatte in quattro posizioni, a distanza decrescente dalla superficie della cricca propagata, sono sintetizzati nella tabella seguente:

Distanza dalla cricca (mm):	zona scarica	30	18	3	
Densità di disloc. (cm^{-2}):		$4 \cdot 10^9$	$8 \cdot 10^9$	10^{10}	$2 \cdot 10^{10}$

Si osserva dunque che la densità di dislocazioni aumenta avvicinandosi alla superficie di frattura e si ha una crescita di un ordine di grandezza, ben apprezzabile e superiore all'errore del 10 % commesso nella misura quantitativa: tale parametro si presta dunque, in maniera sufficientemente precisa, ad evidenziare la deformazione plastica all'apice della cricca che propaga e che quindi lascia alle sue spalle una situazione di deformazione congelata, salvi lievi recuperi legati al rilassamento degli sforzi.

4. DISCUSSIONE E CONCLUSIONI

Dai valori calcolati dei parametri ingegneristici del CCC, quali il tempo d'innescò, il tempo di transizione, il raggio dell'arrotondamento di fondo intaglio e le dimensioni della zona di creep, C^* è stato discriminato come il parametro della Meccanica della Frattura che meglio descrive il campo di sforzo-deformazione all'apice della cricca e che con minore dispersione si correla con la velocità di CCC nell'acciaio AISI 316 L mod a 550°C.

L'analisi metallografica, condotta presso l'ENEL-CRTN sui provini assoggettati ad un programma sperimentale di CCC, permette di confermare, dal punto di vista fisico-microstrutturale, tale approccio ingegneristico.

Peraltro, è stato evidenziato che i meccanismi che danneggiano il materiale all'apice della cricca introducono specifiche limitazioni nella validità di C^* , dedotto dalla teoria dello stato stazionario di creep nell'intorno della cricca. Infatti, mentre la cavitazione intergranulare e la deformazione macroscopica dei grani sono localizzate all'apice della cricca che propaga, e quindi in prossimità della superficie di frattura, i valori di microdurezza e di densità di dislocazioni, anche se decrescenti quando ci si allontana dal piano di propagazione,

rimangono elevati testimoniando un'alta e diffusa deformazione da creep in tutto il provino assoggettato a CCC.

Nel contempo, la localmente elevata deformazione dei grani sembra essere attribuibile agli sforzi di taglio agenti all'apice della cricca. E la cavitazione intergranulare, sempre di tipo a cuneo, appare essere principalmente controllata dalla deformazione a creep della matrice del grano e dallo slittamento dei bordi di grano.

La precipitazione di carburi, principalmente intergranulare, è presente solo nell'acciaio dopo la prova di più lunga durata a 550 C, evidenziando che i processi d'invecchiamento legati alla diffusione si realizzano in tempi superiori alle 10.000 ore.

Solamente in un caso si sono viste aree di frattura transgranulare-duttile, e l'alternanza di queste zone localizzate con quelle intergranulari, lungo il cammino della cricca, è stata spiegata con la tendenza della cricca a tornare, a mezzo di grosse deformazioni da taglio a 45° gradi sull'apice delle cricche, al piano di propagazione originario orizzontale.

E' stata anche verificata la corrispondenza tra i valori del raggio di arrotondamento dell'apice dell'intaglio calcolato e di quello misurato metallograficamente, confermando sia la bontà della equazione a suo tempo proposta sia l'ipotesi che la cricca si inneschi nel punto di flesso della curva dello spostamento della linea di carico in funzione del tempo.

In conclusione si può dunque affermare che i meccanismi che agiscono nel corso della propagazione per creep sono principalmente governati dalla deformazione della matrice del grano e dallo slittamento dei bordi di grano; inoltre, gli alti valori di deformazione plastica accumulati all'apice della cricca durante il tempo di incubazione sono indicativi di un tipo di creep essenzialmente transitorio.

Così, anche se una più estesa valutazione quantitativa è tuttora in corso, si può affermare al momento che K_I non è sicuramente applicabile e che C^* , per una migliore rappresentazione dei micromeccanismi che agiscono all'apice della cricca che si propaga per CCC nell'acciaio AISI 316 L mod. a 550 C, dovrebbe essere calcolato includendo anche il creep transitorio primario.

5. BIBLIOGRAFIA

- 1/ H. Huthmann, M. Aubert, I. Curbishley, D. D'Angelo
Round Robin Tests on Creep Crack Growth Behaviour of 316 L
Modified Stainless Steel
INTERATOM Report, W.G., October 1986.
- 2/ D. D'angelo, A. Garzillo
Simulazione con codici di calcolo della crescita di cricche
per creep
XV Convegno Nazionale AIAS, Pia 15 - 19 Settembre 1987.
- 3/ M.F. Ashby, R.J. Fields, T. Weerasooriya
Fracture Mechanics in two Austenitic and one Ferritic Steels
University of Cambridge, Departement of Engineering, U.K.
Report n. CUED/C/MATS/Tr.47.
- 4/ H. Riedel
Creep Crack Growth
ASTM 20th Symposium, N.Y., USA, 1987.
- 5/ D. D'Angelo
Round Robin Tests on the Creep Crack Growth Behaviour of the
316 L mod. Steel: ENEL - CRTN Results
Relazione ENEL - DSR - CRTN n. 16/86, Marzo 1986.
- 6/ D. D'Angelo, V. Regis
Creep Crack Initiation and Propagation on Type 316 ss
Structural Mechanics in Reactor Technology 9th Int. Conf.
Losanna, Svizzera, Agosto 1987.
- 7/ H. Riedel, V. Detampel
Creep Crack Growth in Ductile Creep Resistant Steels
Int. Journal of Fracture, 33, 239-272, 1987.
- 8/ P.B.Hirsch, A.Howie, R.B.Nicholson, D.W.Pashley, M.J.Whelan
Electron Microscopy of Thin Crystals
Buttersworth, London, 1967.

Tabella 1. - Analisi chimica del materiale.

C	Si	Mn	P	Cr	Mo	Ni	Cu	Co	Nb	N	Ti	B
.02	.23	2.05	.02	17.5	2.4	12.5	.05	.05	.01	.07	.01	.0004

Tabella 2. - Condizioni sperimentali delle prove di CCC.

Spec.	σ_{net} MPa	K_1 MPa $\cdot\sqrt{a}$	a_{irdt} mm	a_{fin} mm	Testtime hours	$V_{LL,fin.}$ mm	Propag.	$V_{LL,0}$ mm	$V_{LL,i}$ mm	Δr_{tot} mm	r_{creep} mm	t_i hours	Δr_{met} mm
X01	295.4	33	26.08	-	642	0.94	NO	0.88	0.94	0.0604	6.42	642	0.12
X02	525.6	57.2	25.18	26.75	176	1.48	YES	4.62	0.53	0.1241	10.65	80	0.6-1
X03	517	57	25.56	32.06	308	4.62	YES	5.07	0.86	0.1880	10.65	75	0.2
X04	350	38.5	24.80	-	2843	0.28	NO	1.08	0.28	0.0460	13.38	2843	0.06
	"	"	"	"	11360	0.20	NO	0.52	0.21	-	19.87	11360	
X05	396	49	23.55	27.72	2579 (1245)	2.56	YES	1.63	0.155 0.350	0.0392 0.0682	13.19	500 1000	
X06	472.5	52.7	24.33	26.39	583	1.85	YES	2.33	0.385	0.0858	9.43	93	0.35

- $V_{LL,0}$ - valore iniziale dello spostamento dei punti di applicazione del carico dopo caricamento e prima dell'azzeramento;
- $V_{LL,i}$ - valore di V_{LL} al punto di flesso della curva V_{LL} in funzione del tempo, cioè al momento di innesco della cricca;
- Δr_{tot} - arrotondamento totale del fondo dell'intaglio calcolato teoricamente;
- r_{creep} - raggio della zona di creep all'apice della cricca;
- t_i - valore del tempo di innesco al punto di flusso di V_{LL} in funzione del tempo;
- Δr_{met} - arrotondamento totale del fondo intaglio misurato con metodi metallografici.

Tabella 3. - Correlazione tra la sollecitazione applicata (σ_{net}) e l'estensione dei fenomeni osservati

Provino	Tempo di incubaz. (ore)	σ_{net} (MPa)	Raggio della zona a grani deform. (mm)	Profondità della zona cavitata	Note
X01	-	295.4	-	-	Non propag.
X04	-	350	-	-	Non propag.
X05	500	396	-	2 grani	Ricaricato
X06	93	472.5	1	5-10 grani	Propagato
X03	75	517	1.2	10-20 grani	Propagato
X02	80	525.6	2	-	Interrotto

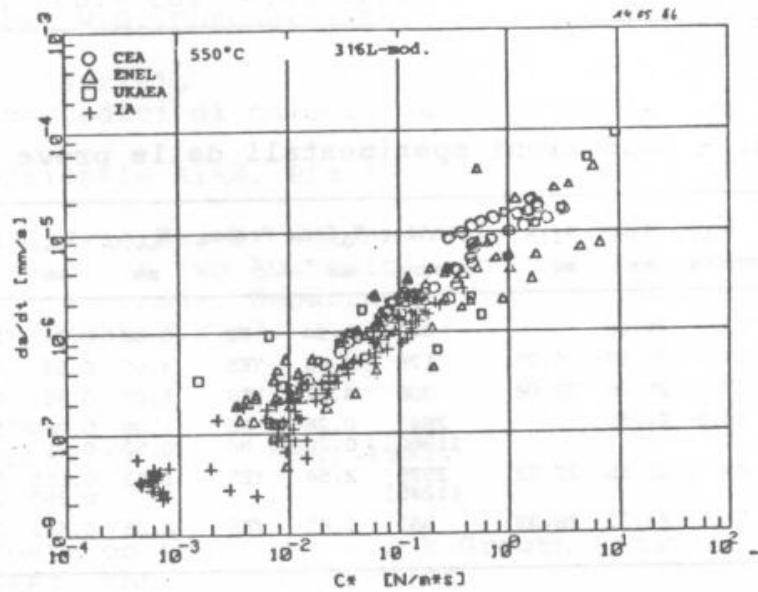


Fig. 1 - Velocità di CCC in funzione di C^* da prove in AISI 316L mod a 550°C.

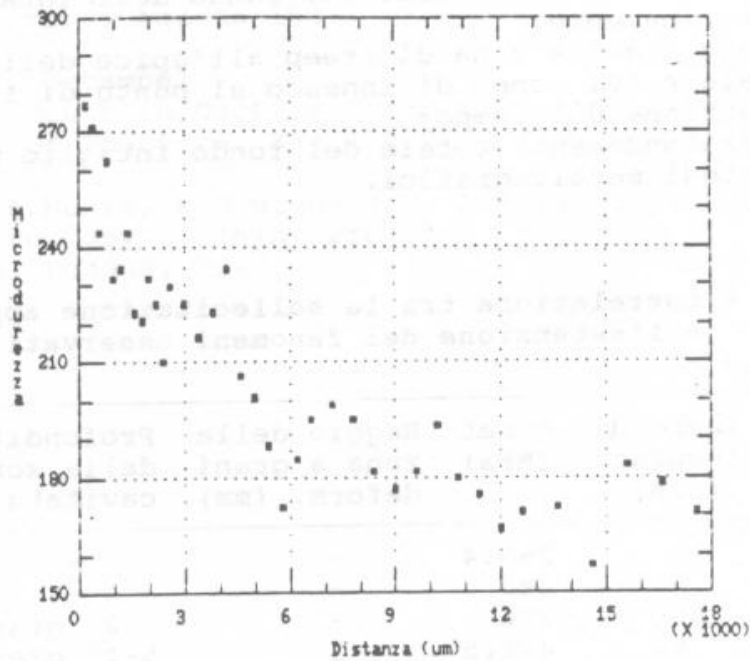


Fig. 2 - Valori della microdurezza Vickers in funzione della distanza dalla superficie di frattura della cricca.

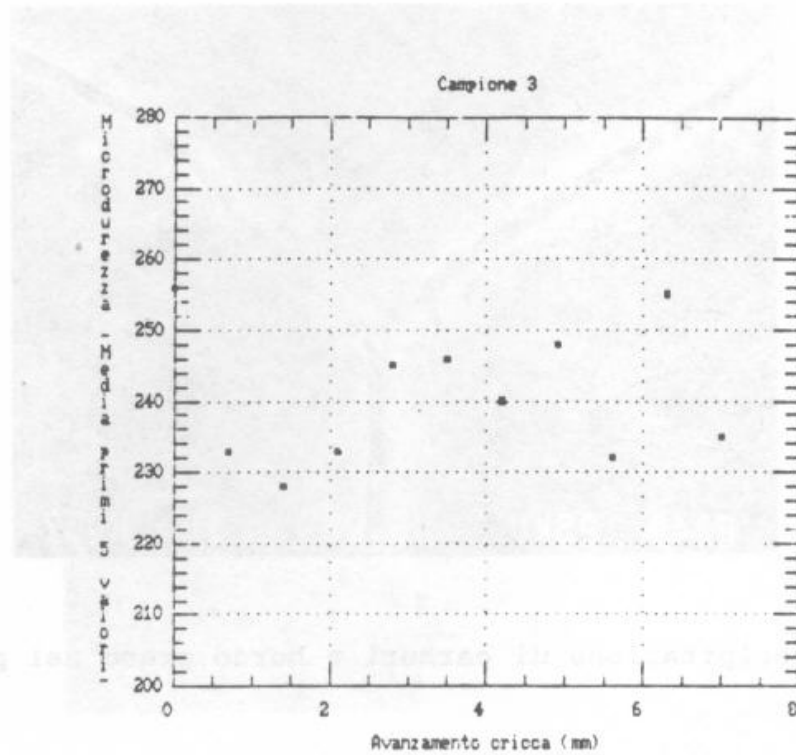


Fig. 3 - Valori della microdurezza in funzione della lunghezza di accrescimento della cricca.

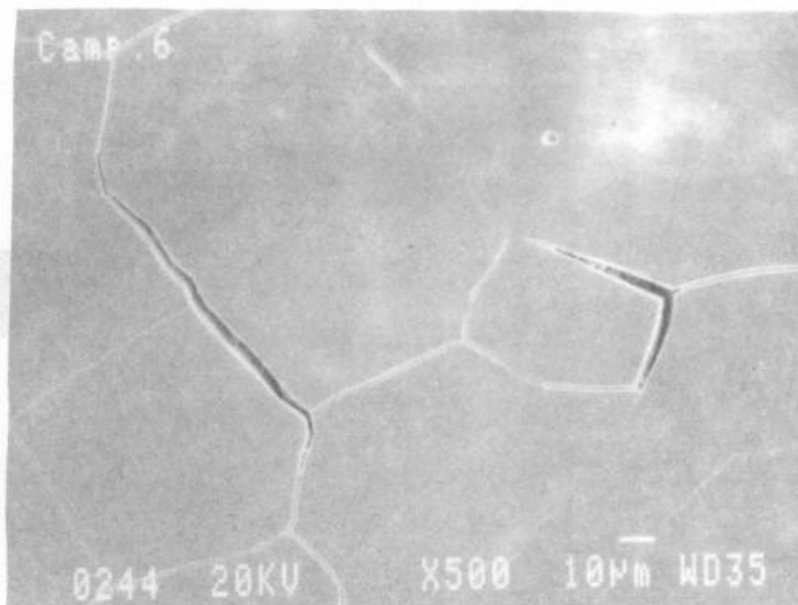


Fig. 4 - Esempio di cavità intergranulari a cuneo ai tripli giunti.

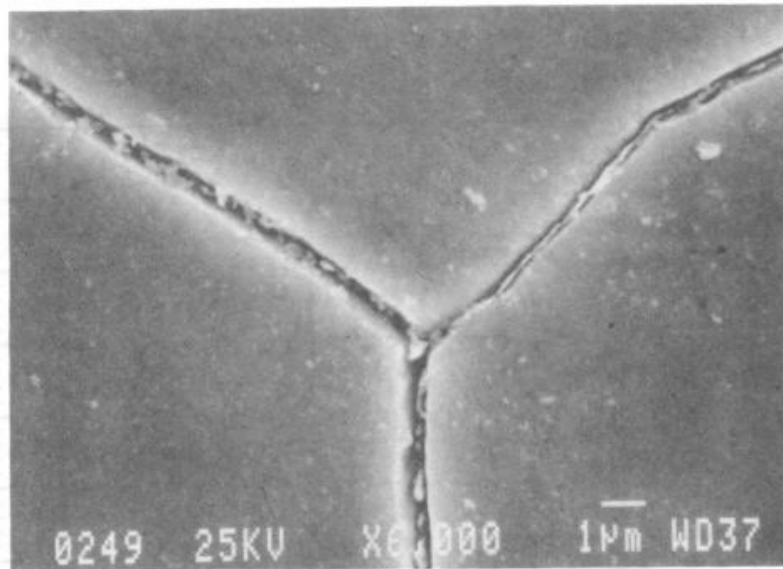


Fig. 5 - Precipitazione di carburi a bordo grano nel provino X04.

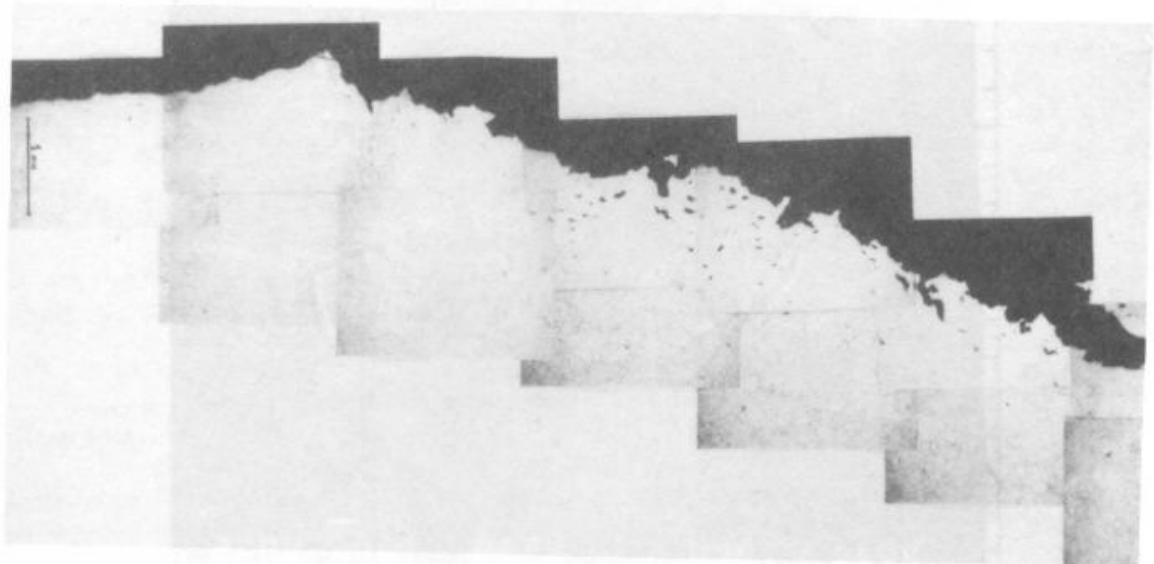


Fig. 6 - Sezione trasversale della propagazione della cricca del provino X03.

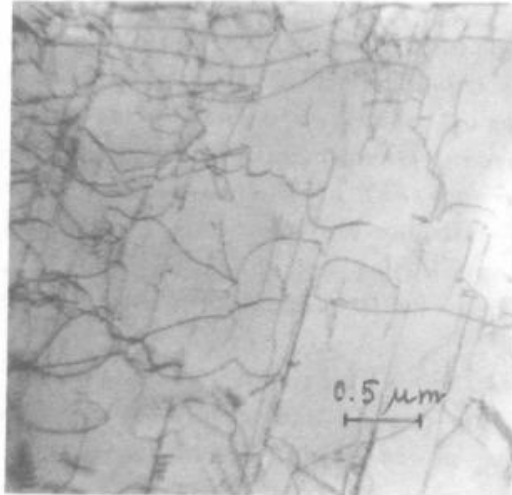


Fig. 7 - Dislocazioni nella zona scarica del provino.

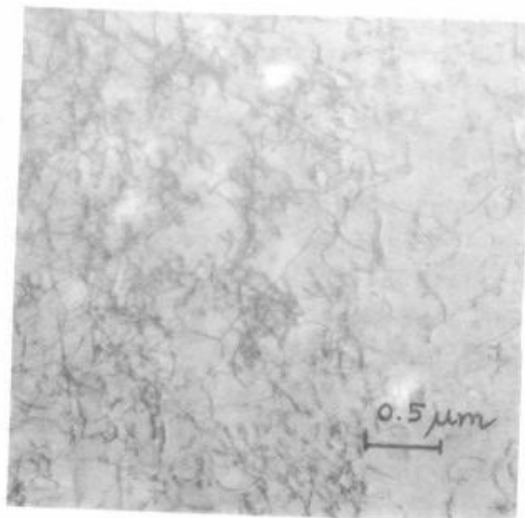


Fig. 8 - Dislocazioni in prossimità della superficie di frattura della cricca.