



# Meccanismi di danneggiamento in un acciaio inossidabile austeno-ferritico 2101

Mariaelena Di Lucia

*DiMSAT – Università degli studi di Cassino, Via G. Di Biasio 43 – 03043 Cassino (FR), Italia*

**RIASSUNTO.** In questo lavoro sono stati analizzati i meccanismi di danneggiamento in un acciaio inossidabile austeno-ferritico 22 Cr 1 Ni sollecitato a trazione. Tale analisi è stata effettuata step by step utilizzando una micromacchina di trazione posta all'interno di un microscopio elettronico a scansione (SEM). È stata analizzata la deformazione microscopica del materiale in esame mediante analisi di immagine, valutando in particolare la deformazione longitudinale dei grani austenitici e la deformazione trasversale sia dei grani ferritici che degli austenitici al fine di tentare una valutazione della differente influenza delle fasi sul comportamento macroscopico dell'acciaio bifasico analizzato e sui micromeccanismi di danneggiamento. Dai risultati ottenuti si è potuto constatare che i grani ferritici sono caratterizzati da deformazioni trasversali maggiori rispetto ai grani austenitici.

**ABSTRACT.** In this work, damaging mechanisms were analysed considering stressed a 22 Cr 1 Ni ferritic-austenitic stainless steel. This analysis was carried out step by step by means of a tensile testing micromachine placed inside a scanning electron microscope (SEM). Microscopic deformation of stainless steel was analyzed by means of image analysis; longitudinal deformation of austenitic grains and transverse deformation both ferritic grains and austenitic grains were analysed in order to evaluate the influence of different phases on macroscopic behaviour and damaging micromechanisms of 22 Cr 1 Ni ferritic-austenitic stainless steel. According to experimental results, ferritic grains are characterized by greater transverse deformation of austenitic grains.

**PAROLE CHIAVE :** acciaio inossidabile, micromacchina di trazione, microscopia elettronica, analisi di immagine

## 1 INTRODUZIONE

Gli acciai inossidabili austeno-ferritici hanno una notevole importanza industriale nel settore chimico, petrolchimico, nucleare, e sono caratterizzati da un rapporto qualità/costo molto interessante grazie alle elevate proprietà meccaniche, alla loro elevata resistenza alla corrosione sotto sforzo, per vaiolatura ed al loro costo di produzione ragionevole [1].

Questi acciai sono stati oggetto di uno sviluppo relativamente recente: i primi impieghi si hanno a partire dagli anni '60, quando vengono risolti i problemi di saldatura e duttilità a caldo di questo materiale. Ulteriori affinamenti dei processi d'acciaieria hanno permesso di ottenere elevate proprietà meccaniche e una eccellente resistenza alla corrosione. A partire dagli anni '90 la loro diffusione si estende dalle applicazioni specialistiche, in particolare nel settore chimico, alla realizzazione d'infrastrutture [2].

Gli acciai inossidabili duplex (DSS) sono caratterizzati da una microstruttura bifasica austeno-ferritica, con frazioni volumetriche delle due fasi approssimativamente

equivalenti.

La struttura bifasica di questa famiglia di acciai ne è da un lato la chiave del successo, ma al tempo stesso li rende sensibili alle trasformazioni di fase con formazione di numerose fasi secondarie, carburi e nitruri, con una possibile diminuzione della tenacità e/o della resistenza alla corrosione [3, 4].

Ne conseguono una serie di limitazioni agli impieghi e alle stesse condizioni di lavorazione di questi acciai [5].

In particolare:

- la decomposizione spinodale  $\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$  per mantenimenti prolungati a temperature non particolarmente elevate (intorno a 45°C, ma con i rischi evidenti già sopra i 300°C circa), di fatto ne determina la temperatura massima di esercizio;
- la formazione delle fasi  $\chi$  e  $\sigma$ , a causa degli effetti infragilenti sia ad alta sia a bassa temperatura, condiziona invece la temperatura minima per le lavorazioni per deformazione plastica a caldo e naturalmente per i trattamenti di solubilizzazione (980-1050°C);
- $\sigma$  e  $\chi$  provocano sensibili riduzioni delle caratteristiche meccaniche a temperatura, con una notevole diminuzio-

ne dell'allungamento a rottura della resistenza e della tenacità [6].

Per quanto riguarda le proprietà meccaniche, i DSS sono caratterizzati da valori più alti di resistenza meccanica di quelli degli acciai inossidabili austenitici: in particolare essi hanno una tensione di snervamento apprezzabilmente più alta di quella degli acciai ferritici e, addirittura, doppia rispetto agli austenitici (Fig. 1) [7]:

La composizione chimica degli acciai duplex attualmente in produzione è riportata nella Tab. 1, insieme al valore della tensione di snervamento.

A questo proposito va rilevato che la curva tensione-deformazione ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) di un acciaio Duplex differisce considerevolmente da quella di un acciaio al carbonio, in particolare il punto di snervamento non è nettamente identificabile [8, 9]. Tra i duplex riportati in tabella, quello più conosciuto e diffuso è quello di tipo EN 1.4462 (22Cr5Ni3MoN); il tipo EN 1.4362 (23Cr4NiN) si colloca come prestazioni tra gli austenitici AISI 304 (18Cr10Ni) e AISI 318 (17Cr10Ni2Mo); il tipo EN 1.4410 è noto come superduplex e trova applicazione in ambito chimico e petrolchimico, ma ha costi eccessivi per un impiego in ambito strutturale. Il tipo EN 1.4162, di cui ci siamo occupati in questo lavoro, prevede una so-

stituzione di una parte del nichel con manganese e azoto al fine di ridurre i costi di carica e si propone come un'alternativa all'acciaio tradizionale AISI 304. Il 2101 è un acciaio con bassi tenori di elementi in lega, caratterizzato da un'alta resistenza meccanica e da una buona resistenza alla corrosione, paragonabile alla maggior parte dei comuni acciai inossidabili. La combinazione di queste proprietà, è utilizzata per ottimizzare la realizzazione dei prodotti rispetto alla tenacità, alla durabilità e ai costi [10, 11].

In questo lavoro è stato analizzato il comportamento della microstruttura di un acciaio inossidabile duplex 2101, e nello specifico di un prodotto ottenuto per laminazione, considerando diversi valori di deformazione applicata. La caratterizzazione del comportamento microstrutturale a trazione del materiale in studio è stata effettuata mediante l'utilizzo di una micromacchina di trazione alloggiata all'interno della camera di osservazione del microscopio elettronico a scansione. La determinazione quantitativa delle deformazioni microscopiche della fase austenitica e ferritica, che costituiscono il materiale in esame, è stata valutata avvalendosi di un programma di analisi di immagine quantitativa.

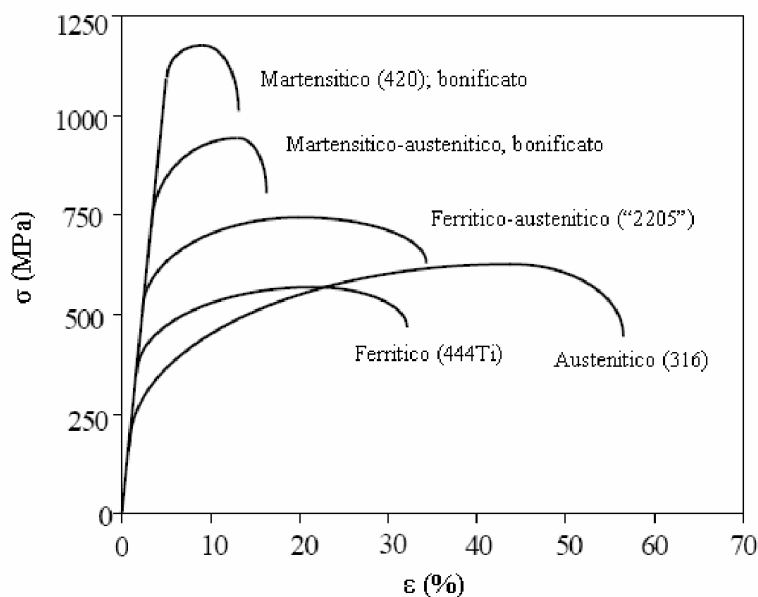


Figura 1 - Curve di tensione-deformazione per diverse categorie di acciai inossidabili.

Acciaio	Composizione chimica [Wt%]						$R_p(0.2)$ [MPa]
	C	N	Cr	Ni	Mo	Altri	
EN 1.4162	0.03	0.22	21.5	1.5	0.3	5Mn	480
EN 1.4501	0.02	0.27	25	7	3.8	WCu	450
EN 1.4362	0.02	0.10	23	4.8	0.3		510
EN 1.4462	0.02	0.17	22	5.7	3.1		507
EN 1.4410	0.02	0.27	25	7	4		590

Tabella 1 – Composizione chimica degli acciai Duplex presenti sul mercato

## 2 MATERIALE E PROCEDURE SPERIMENTALI

La composizione chimica dell'acciaio investigato è riportata in Tab. 2. Tale acciaio, denominato EN 1.4162, è caratterizzato da una microstruttura che risulta costituita, approssimativamente, da eguali frazioni volumetriche di austenite e di ferrite ed è ottenuta, dopo laminazione, da un trattamento di solubilizzazione (Fig. 2). La metallografia mostra le due fasi costituenti l'acciaio duplex: quella ferritica (evidenziata in grigio scuro) e quella austenitica (evidenziata in grigio chiaro). La distribuzione delle stesse presenta una buona omogeneità. I provini utilizzati nella prova di microtrazione sono caratterizzati dalla geometria riportata in figura 3, con dimensioni della lunghezza e della larghezza del tratto utile rispettivamente di 16 mm e di 2 mm. Lo spessore è di 0,8 mm. I provini sono stati ottenuti mediante stampaggio di fogli laminati di acciaio inossidabile duplex 2101 (provino di trazione ottenuto in direzione L). Dopo preparazione metallografica i provini sono stati sottoposti ad attacco elettrochimico, al fine di evidenziare la microstruttura durante la prova di trazione mediante le osservazioni al SEM (10 grammi di acido ossalico in 100 ml di acqua; 6 Volt per circa 60 secondi). Successivamente è stata effettuata la prova di microtrazione mediante una micromacchina di trazione (Fig. 4).

Le prove di trazione sono state svolte in controllo di deformazione, misurando l'allungamento del provino mediante LVDT (Linear Variable Differential Transformer) solidale al posaggio della macchina ed il carico me-

dante due celle di carico miniaturizzate da 10 kN ciascuna. L'analisi al SEM è stata effettuata con i provini preparati metallograficamente, in condizioni di carico applicato, in modo da poter verificare e quantificare la differente risposta meccanica delle fasi coinvolte.

## 3 RISULTATI E DISCUSSIONE

L'analisi al SEM della superficie dei provini di trazione durante l'esecuzione della prova ha permesso di identificare il differente comportamento meccanico dell'austenite e della ferrite ed alcuni micromeccanismi di danneggiamento come la formazione di slip band nella fase austenitica e di alcune distorsioni dei grani di ferrite (Fig. 5).

Attraverso l'analisi di immagine, effettuata con l'ausilio del computer, è stato possibile valutare le deformazioni sia trasversali che longitudinali di alcuni grani di ferrite e di austenite al variare dello stato di tensione. In Fig. 6 vengono riportate alcune fasi del calcolo delle deformazioni longitudinali e trasversali relative alla fase ferritica ed alla fase austenitica.

I grafici riportati in Fig. 7 mostrano l'andamento della deformazione trasversale microscopica della fase austenitica e ferritica in funzione dei valori della deformazione relativi alla prova di microtrazione per tre diverse zone di misura.

Si osserva come la fase ferritica subisca una deformazione trasversale maggiore, anche se abbastanza confronta-

<b>C</b>	<b>N</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>Mn</b>
0.03	0.22	21.5	1.5	0.3	5.0

Tabella 2 - Composizione chimica dell'acciaio inossidabile duplex 2101

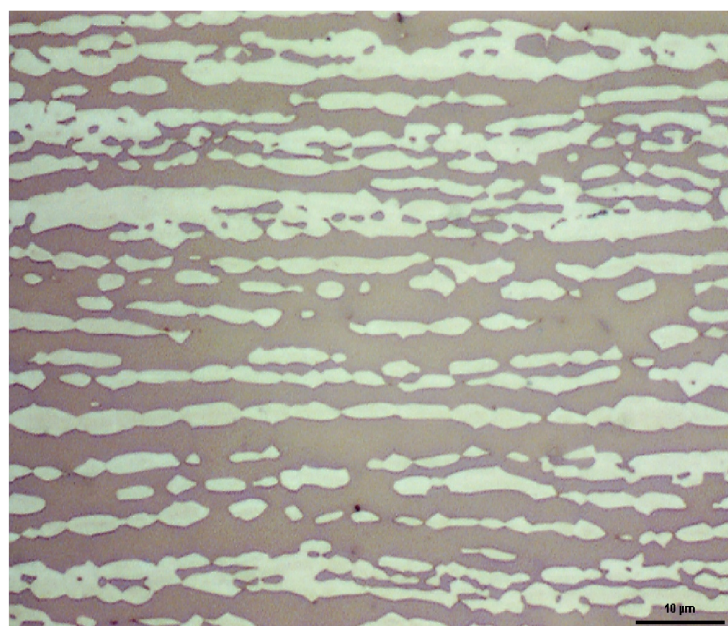


Figura 2 – Acciaio inossidabile duplex 2101

bile con quella della fase austenitica. La differenza percentuale tra le due fasi è maggiormente apprezzabile nella zona 2 in prossimità della superficie di frattura del materiale. Tale risultato è giustificato dalla particolare microstruttura del materiale che, come precedentemente evidenziato, è caratterizzata da isole di austenite immerse in una matrice di ferrite; ciò significa che, pur essendo la ferrite meno duttile dell'austenite, a mano a mano che la sollecitazione applicata aumenta la matrice ferritica risente di più degli sforzi interni che si generano rispetto ai grani di austenite che sono immersi in essa: quest'ultima costituisce infatti una sorta di barriera.

I grafici riportati in Fig. 8 mettono a confronto l'andamento della deformazione trasversale microscopica della fase ferritica e della fase austenitica nelle tre diverse zone di misura: è evidente che entrambe risentono maggiormente dello sforzo di trazione applicato, e quindi si contraggono di più, in corrispondenza della zona 1 nella quale viene applicata la sollecitazione.

La Fig. 9 mostra i risultati ottenuti attraverso la valutazione della deformazione longitudinale della sola fase austenitica. Poiché la ferrite è una matrice, non è stato

possibile misurarne l'allungamento microscopico totale ma solo quello parziale coincidente con quello totale dell'austenite. Questi ultimi risultati sono coerenti con quelli di Fig. 8b: anche nel caso dell'allungamento l'austenite si deforma maggiormente in corrispondenza della zona 1. Inoltre, confrontando i due grafici, risulta evidente che dal punto di vista microscopico l'allungamento è maggiore della deformazione trasversale, così come avviene a livello macroscopico.

Nella Fig. 10 vengono riportate altre foto del provino esaminato, ottenute al SEM ad un ingrandimento maggiore, che evidenziano alcuni fenomeni caratteristici della deformazione plastica subita dal materiale durante l'esecuzione della prova di microtrazione.

Sono ben evidenti le striature duttili, fitte e parallele, raggruppate in bande che interessano la fase ferritica e austenitica. Queste linee si presentano inclinate di circa 50° rispetto alla direzione d'azione della tensione di trazione e costituiscono l'aspetto macroscopico di scorrimenti plastici di migliaia di cristalli costituenti il materiale che su scala microscopica avvengono in maniera non omogenea, come si osserva in Fig. 10e.

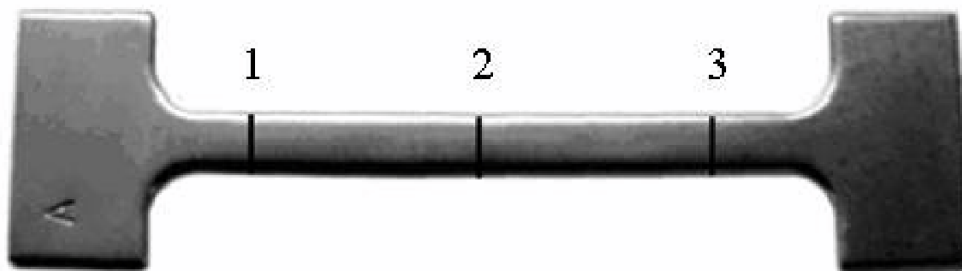


Figura 3 – Geometria del provino di acciaio inossidabile duplex 2101 utilizzato nelle prove di trazione in aria con le tre zone del tratto utile investigate.

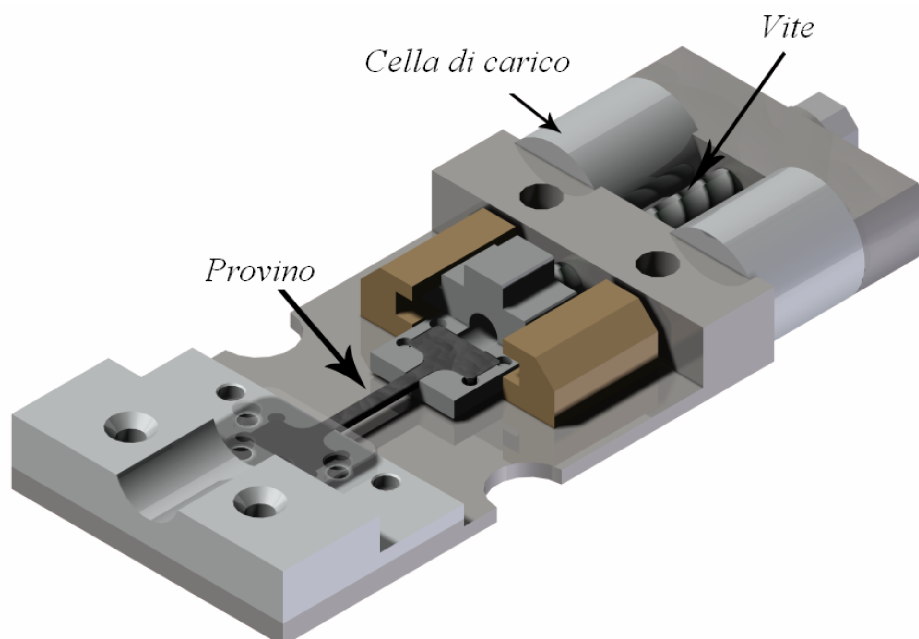


Figura 4 – Micromacchina di trazione con provino montato



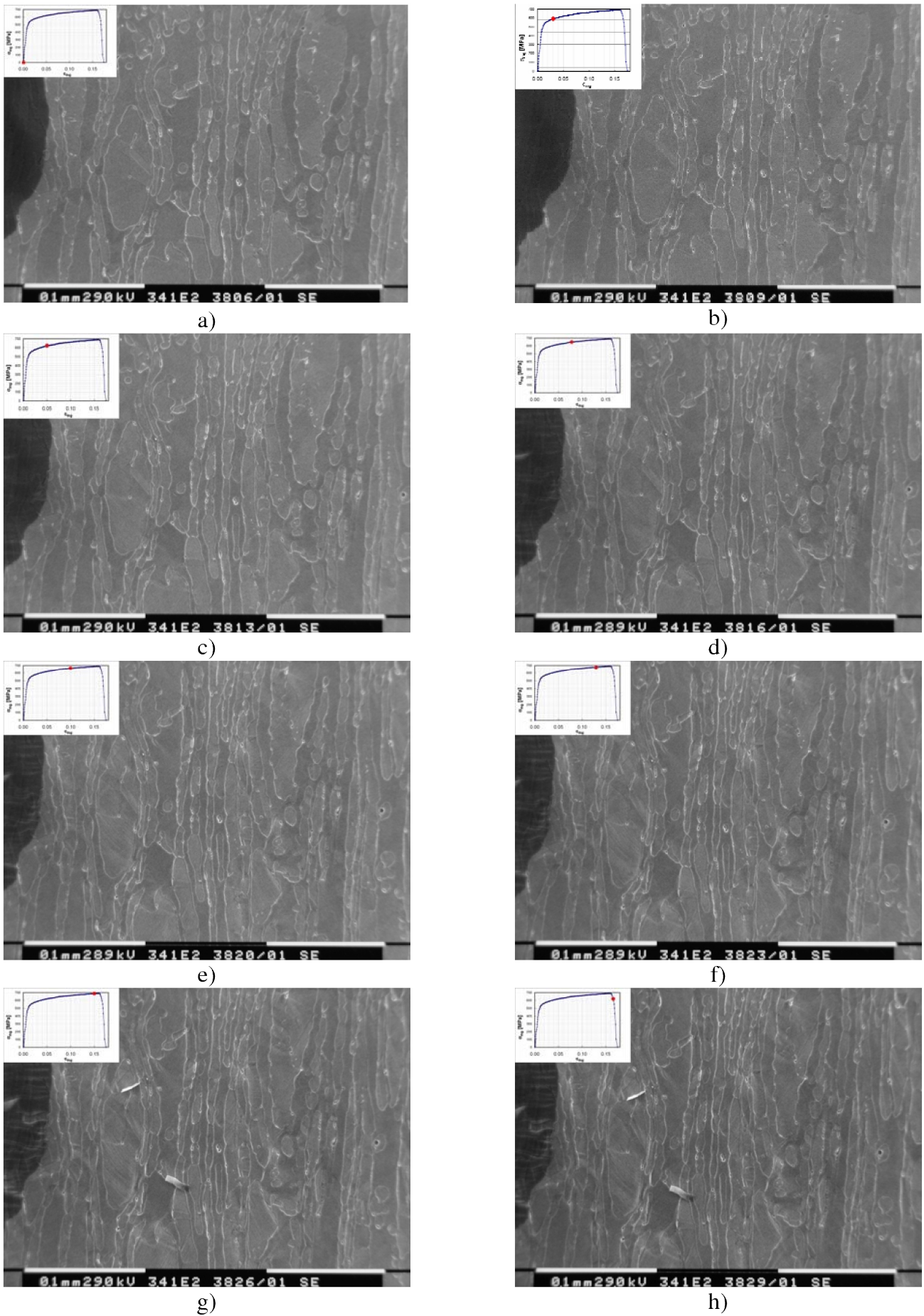


Figura 5: Microstruttura dell'acciaio nella zona 2 a diversi valori di tensione: a)  $\sigma_{ing}=0\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=0\%$ ; b)  $\sigma_{ing}=580\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=2,5\%$ ; c)  $\sigma_{ing}=620\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=5\%$ ; d)  $\sigma_{ing}=640\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=7,5\%$ ; e)  $\sigma_{ing}=660\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=10\%$ ; f)  $\sigma_{ing}=680\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=12,5\%$ ; g)  $\sigma_{ing}=690\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=15\%$ ; h)  $\sigma_{ing}=620\text{MPa}$  -  $\epsilon_{ing}=16,5\%$ .

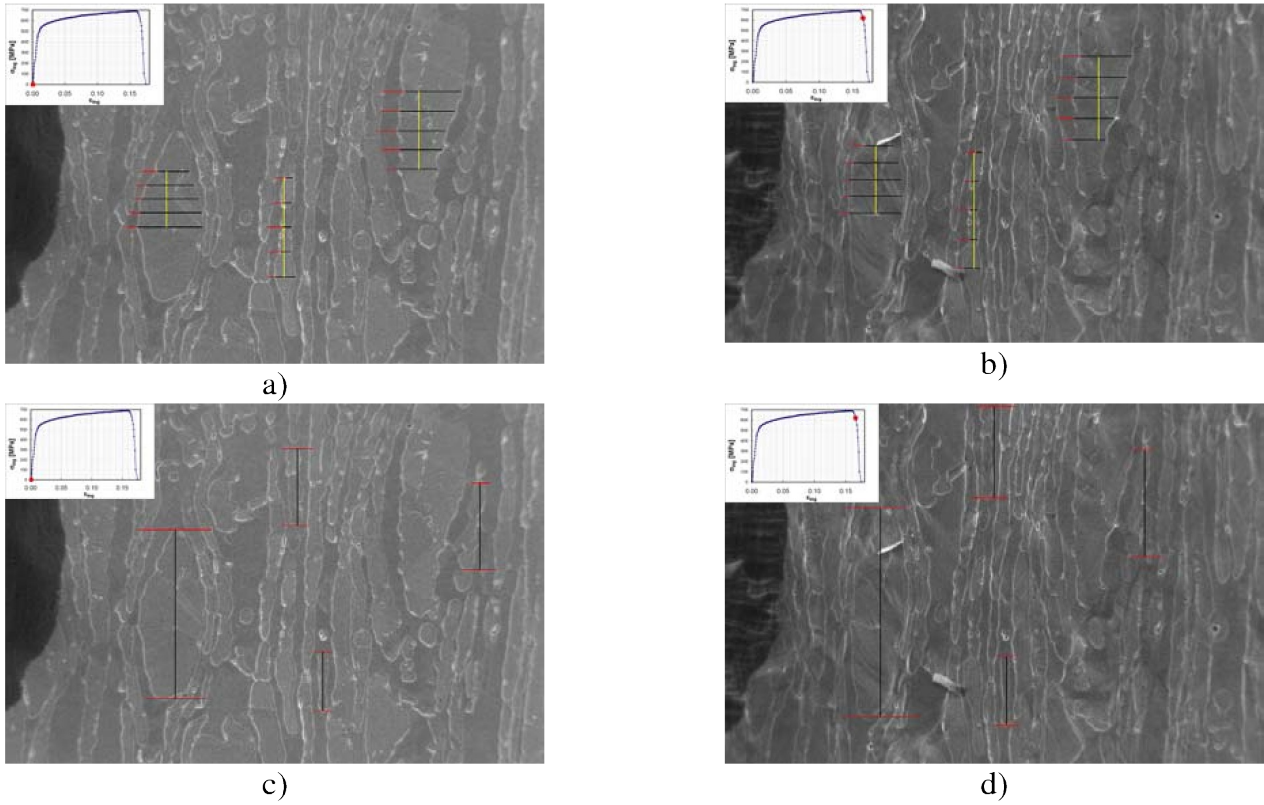


Figura 6: Esempio di metodologia di misurazione delle fasi per il calcolo delle deformazioni: a) misurazione delle caratteristiche di larghezza delle fasi a deformazione nulla, b) misurazione delle caratteristiche di larghezza delle fasi a deformazione longitudinale pari a 16,5%, c) misurazione delle caratteristiche di lunghezza delle fasi a deformazione nulla, d) misurazione delle caratteristiche di lunghezza delle fasi a deformazione longitudinale pari a 16,5%.

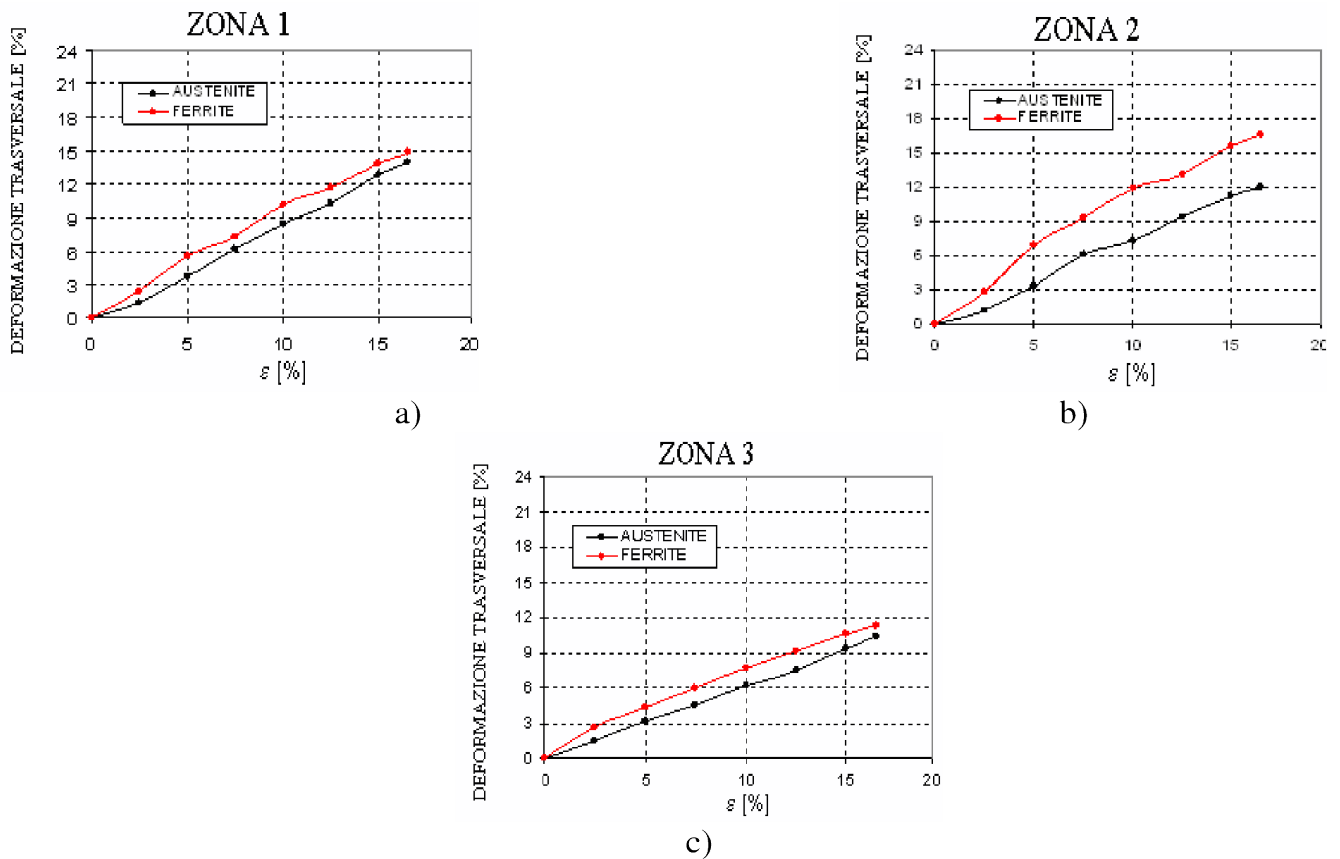


Figura 7: Andamento della deformazione trasversale della fase ferritica e della fase austenitica in funzione dell'allungamento: a) zona di osservazione 1, b) zona di osservazione 2, c) zona di osservazione 3.

Si nota inoltre, in alcune zone, il fenomeno di distacco delle due fasi (Fig. 10d): si tratta di un vero e proprio “scollamento” dei grani legato al fatto che, superato un certo valore di sforzo di taglio, la fase ferritica e quella austenitica reagiscono in maniera diversa.

L’analisi della superficie di frattura del provino di acciaio inossidabile duplex 2101 mediante microscopio elettronico a scansione è riportata nella Fig. 11.

Dall’osservazione delle frattografie si evince che l’acciaio inossidabile duplex 2101 presenta caratteristiche di rottura duttile, testimoniate dalla formazione di tipici “microdimples”.

Anche l’osservazione macrografica del campione portato a rottura in seguito alla prova di trazione in aria testimonia il suo comportamento essenzialmente duttile.

Il materiale si è rivelato abbastanza plasticizzato: sono ben evidenti le bande di scorrimento sulla superficie metallica. I segni della plasticizzazione risultano visibili anche lontano dalla sezione di rottura. Le bande plastiche si presentano con un andamento a “V” e una inclinazione, rispetto alla sezione ortogonale, di una ventina di gradi. In una di queste si è innescato, per fenomeni aleato-

ri, il meccanismo che ha condotto alla rottura il provino.

#### 4 CONCLUSIONI

Il lavoro svolto ha permesso di analizzare i micromeccanismi di deformazione dell’acciaio inossidabile duplex 2101 conseguenti ad una sollecitazione di trazione.

Dopo aver realizzato mediante stampaggio provini del materiale oggetto di studio, è stato possibile indagare il comportamento della microstruttura a diversi valori di deformazione applicata, utilizzando una micromacchina di trazione. Per effettuare tale analisi la micromacchina è stata alloggiata all’interno della camera del microscopio elettronico a scansione (SEM) per poter osservare, in tempo reale, la deformazione microscopica del provino.

Dall’analisi delle foto ottenute al SEM è emerso che la microstruttura dell’acciaio inossidabile duplex è costituita da una matrice ferritica in cui sono presenti diverse isole di austenite. In particolar modo le immagini hanno evidenziato come i grani di austenite si allungino nella

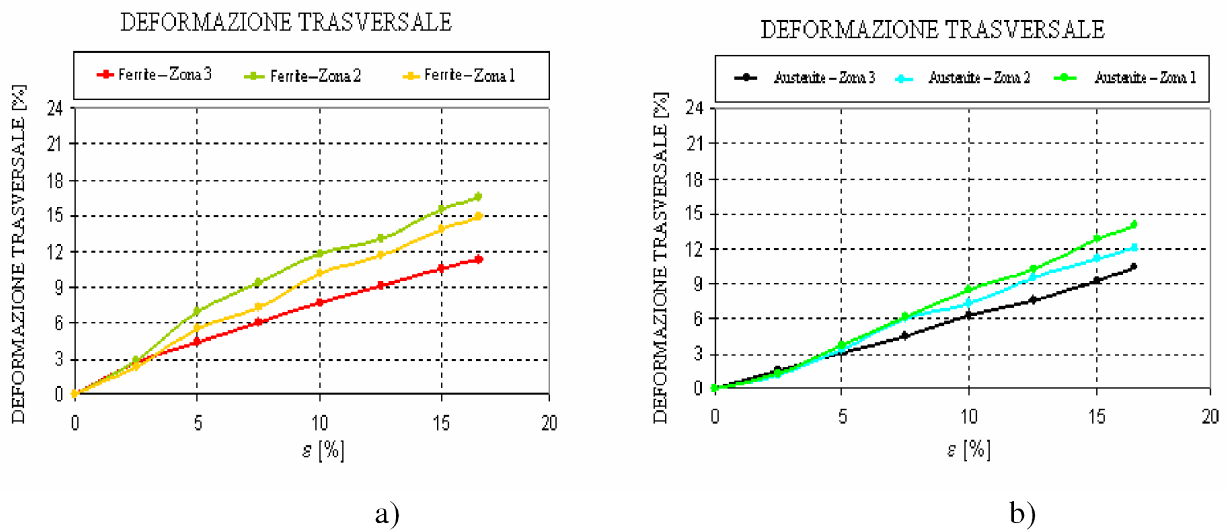


Figura 8: Deformazione trasversale nelle tre zone di misura: a) nella ferrite, b) nell’austenite.

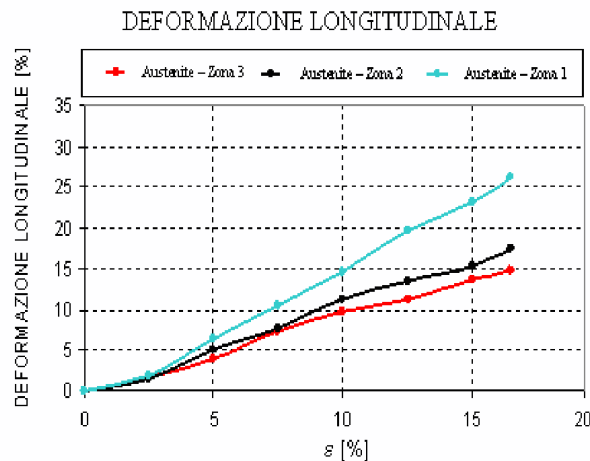


Figura 9: Deformazione longitudinale nelle tre zone di misura.



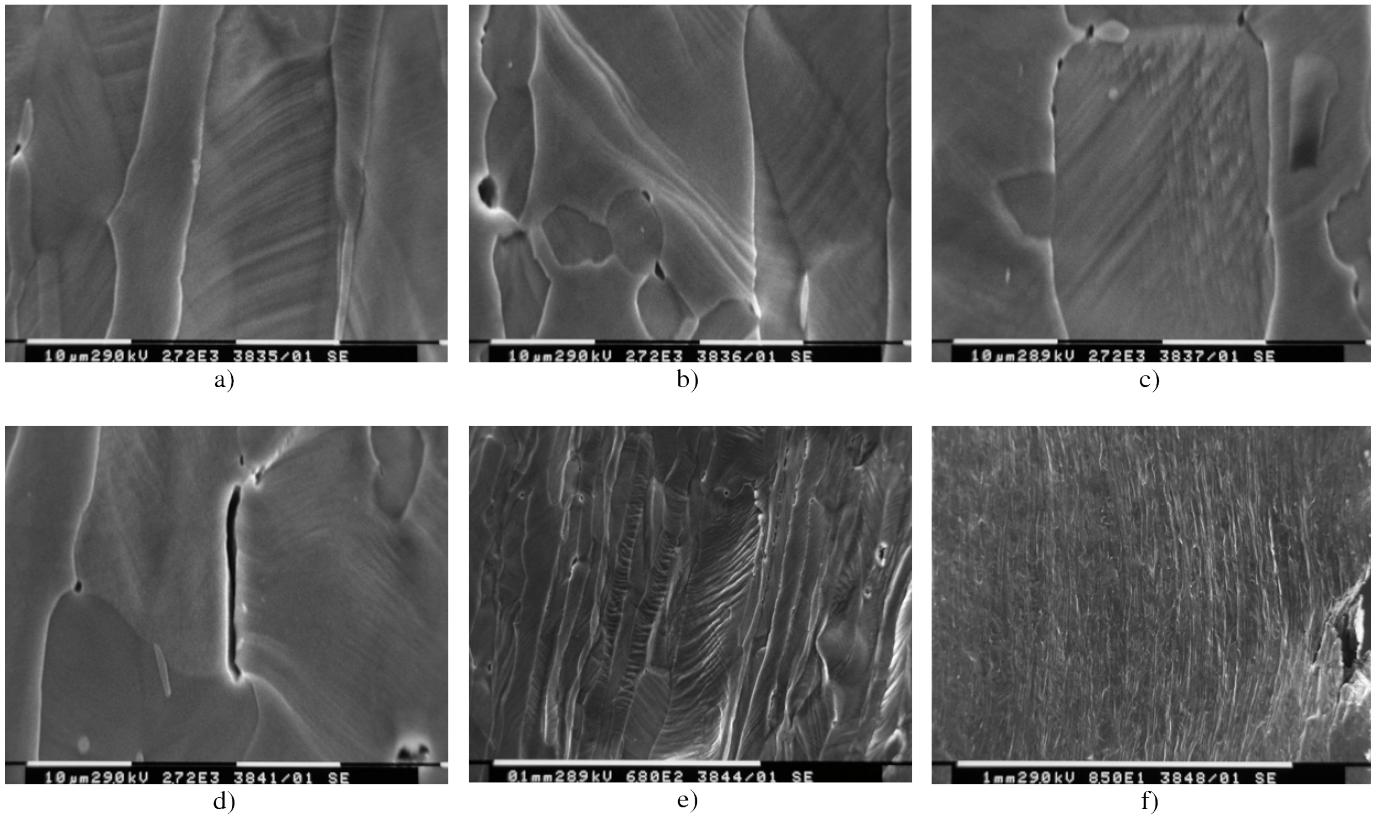


Figura 10: Alcune osservazioni della microstruttura al SEM: a) evidenti bande di scorrimento nella fase austenitica, b) bande di scorrimento nella fase ferritica ed austenitica, c) evidenti linee di plasticizzazione a circa 50° rispetto all'asse di trazione nella fase austenitica, d) distacco delle due fasi, e) plasticizzazione spinta del provino, f) aspetto della zona prossima alla propagazione della cricca.

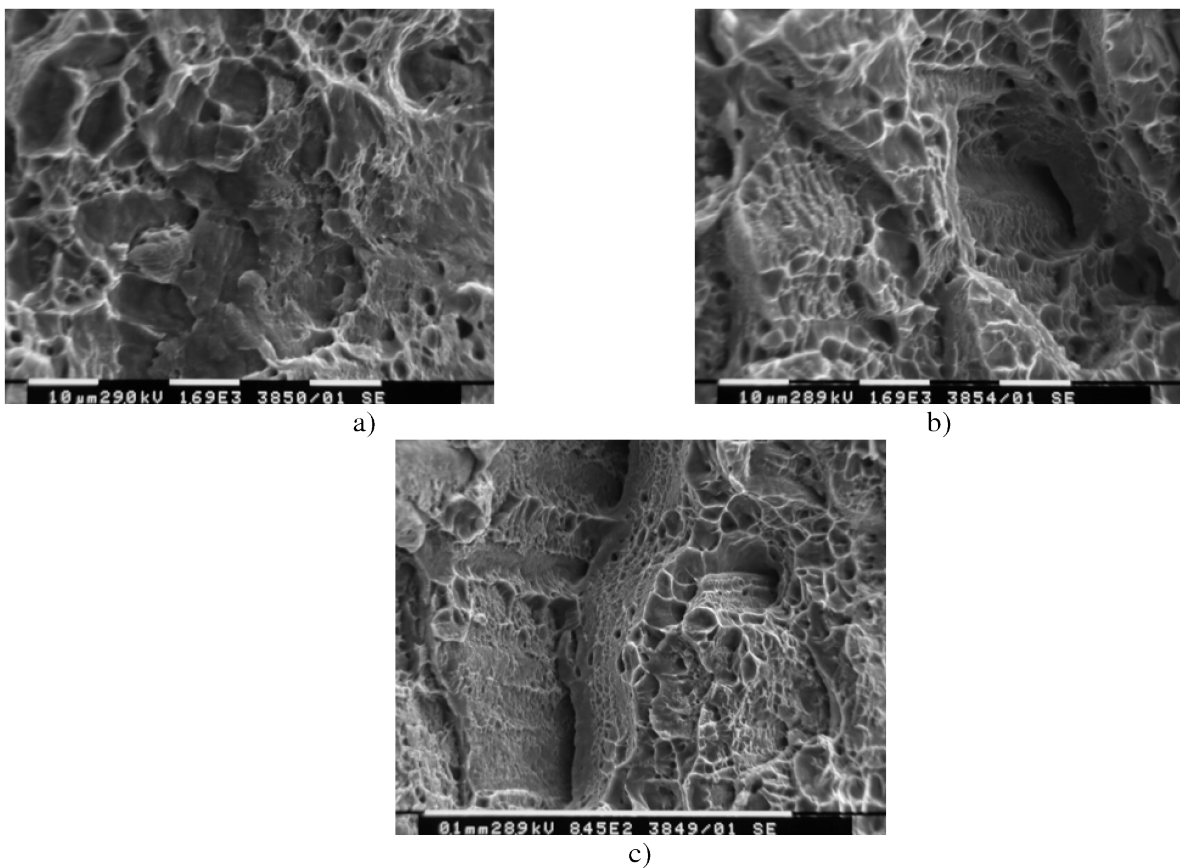


Figura 11: Analisi della superficie di frattura al SEM: a) e b) presenza di microdimples, c) distacco delle fasi ai loro bordi.



direzione di applicazione del carico a mano a mano che esso aumenta fino ad arrivare alla rottura del provino, e come le bande di scorrimento appaiano, si propaghino e si moltiplichino con l'aumentare del carico applicato.

Lo studio ha inoltre permesso di valutare la deformazione trasversale microscopica della fase austenitica e ferritica in funzione dei valori della deformazione relativi alla prova di microtrazione: si è osservato che la fase ferritica subisce una deformazione trasversale maggiore, anche se abbastanza confrontabile con quella della fase austenitica. Tale risultato è giustificato dalla particolare microstruttura del materiale che è caratterizzata da isole di austenite immerse in una matrice di ferrite; ciò significa che, pur essendo la ferrite meno duttile dell'austenite, all'aumentare della sollecitazione applicata, la matrice ferritica risente di più degli sforzi interni che si generano rispetto ai grani di austenite che sono immersi in essa: quest'ultima costituisce infatti una sorta di barriera.

Dalle frattografie realizzate al microscopio elettronico a scansione è apparso evidente che l'acciaio inossidabile duplex 2101 presenta caratteristiche di rottura duttile, testimoniate dalla formazione di tipici "microdimples". Sono ben evidenti striature duttili, fitte e parallele, raggruppate in bande che interessano la fase ferritica e austenitica. Queste linee si presentano inclinate di circa 50° rispetto alla direzione d'azione della tensione di trazione e costituiscono l'aspetto macroscopico di scorrimenti plastici di migliaia di cristalli costituenti il materiale che su scala microscopica avvengono in maniera non omogenea. Si è osservato infine, in alcune zone, il fenomeno di distacco delle due fasi: si tratta di un vero e proprio "scollamento" dei grani legato al fatto che, su-

perato un certo valore di sforzo di taglio, la fase ferritica e quella austenitica reagiscono in maniera diversa.

## 5 BIBLIOGRAFIA

- [1] P. Lacombe, B. Baroux, G. Berauger, *Les aciers inoxydables*, Les éditions de physique (1990).
- [2] M. Liljas, G. Gemmel, *Duplex America 2000 conference*, KCI publishing. Houston, Texas. (2000) 199-210
- [3] F. Iacoviello, *Giornata di studio AIM: Acciai inossidabili duplex*, AIM, Milano (2003).
- [4] Avesta Sheffield, *Corrosion handbook for stainless steels*, ISBN 91 – 630 – 2122 – 6, 1994.
- [5] S. Bernhardsson, *Duplex stainless steel 91*, Beune, Francia, Les édition de physique, (1991)185.
- [6] J. S. Ahn, C. S. Lee, K. T. Kim, K.Y.Kim, *6<sup>th</sup> World duplex 2000*. (2000) 785-790.
- [7] J. Charles, *Duplex stainless steel 91*, Beune, Francia, Les édition de physique, (1991) 3.
- [8] R. N. Gunn, *Duplex stainless steels - Microstructure, properties and applications*, Abington Publishing, Cambridge, England (1997).
- [9] H. Nordberg, *Stainless steel 93*, Firenze, Italia (1993).
- [10] A. Redjamia, G. Metauer, M. Gantois, *Duplex stainless steel 91*, Beune, Francia, Les édition de physique,(1991) 119.
- [11] B. Josefsson, J. O. Nilsson, A. Wilson, *Duplex stainless steel 91*, Beune, Francia, Les édition de physique, (1991) 68.