

■ A C C I A I O ■

# Resistenza alla propagazione di cricche di fatica in acciai inossidabili sinterizzati ottenuti da polveri monofasiche di AISI 316L e 434L e da polveri prelegate duplex

V. Di Cocco, F. Iacoviello, A. Molinari, S. Turchetta

*In questo lavoro è stata analizzata la resistenza alla propagazione della cricca di fatica di alcuni acciai inossidabili sinterizzati caratterizzati da differenti microstrutture, identificando i differenti micromeccanismi di avanzamento e determinando quantitativamente il contributo dell'effetto di chiusura legato alla rugosità della superficie di frattura. Sono stati infatti considerati due acciai inossidabili austenitici, un acciaio inossidabile ferritico, tre acciai inossidabili ottenuti da miscele di polveri austenitiche e ferritiche con differenti frazioni volumetriche e differenti densità e, infine, un acciaio inossidabile sinterizzato ottenuto da polveri duplex prelegate. Le prove sono state effettuate in aria, alla frequenza di 30 Hz, considerando un rapporto di carico di 0,1, in modo da evidenziare maggiormente l'influenza dell'effetto di chiusura. Le superfici di frattura sono state analizzate mediante un microscopio elettronico a scansione (SEM), mediante un rugosimetro. Inoltre sono state effettuate delle sezioni longitudinali delle cricche, in modo da poterne seguire il profilo e l'evoluzione.*

Parole chiave: acciaio inox, fatica, metallurgia delle polveri

## INTRODUZIONE

Gli acciai inossidabili duplex sono ampiamente utilizzati nell'industria chimica, petrolchimica, nucleare ed alimentare, grazie alla loro ottima combinazione di proprietà meccaniche elevate [1, 2] e di buona resistenza alla corrosione generalizzata e localizzata in differenti ambienti [3, 4]. Il loro basso tenore di Ni rende inoltre il loro costo competitivo rispetto ad altri acciai inossidabili austenitici di analoga resistenza alla corrosione [5]. Essi però sono caratterizzati da una certa difficoltà di lavorazione [6] e la metallurgia delle polveri può fornire una valida alternativa alle metodologie di produzione tradizionali. Sono stati fatti vari tentativi di produzione di duplex sinterizzati, ad esempio mediante introduzione di polvere di silicio in acciai inossidabili austenitici [7, 8], oppure direttamente da polveri di acciai inossidabili opportunamente premiscelate oppure prelegate [6, 9]. Fra le differenti proprietà meccaniche che caratterizzano il comportamento di una determinata lega, sicuramente la resistenza alla propagazione della cricca di fatica risulta avere una notevole importanza in tutte quelle applicazioni in cui la presenza di carichi variabili nel tempo o di vibrazioni si unisce all'esigenza di esercire il manufatto con un grado di sicurezza sufficientemente elevato. Gli acciai inossidabili duplex ottenuti mediante modalità di produzione "tradizionali" sono caratterizzati da una buona resistenza alla propagazione della cricca di fatica [10], sostanzialmente indipendente dalla composizione chimica ma, piuttosto, influenzata dalle frazioni volumetriche di ferrite e di austenite presenti e dalla

eventuale precipitazione di carburi, nitruri, fasi intermetalliche che, al di sotto di 1050°C, trovano due intervalli critici [1, 11, 12]. Infatti tali acciai sono caratterizzati dalla presenza di un intervallo critico a più elevata temperatura (fra circa 600°C e circa 1050°C) in cui si può avere la precipitazione di carburi (ad esempio  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$ ), nitruri (ad esempio  $Cr_2N$ ,  $CrN$ ) oppure di varie fasi intermetalliche (fra cui ad esempio la fase s), e da un intervallo critico a temperatura inferiore compreso fra circa 350°C e 600°C) in cui, unitamente alla decomposizione sinodale della ferrite, si può verificare, sempre nella ferrite oppure alle interfacce  $\alpha/\gamma$ , la precipitazione di altre fasi intermetalliche, fra cui ad esempio la fase G, caratterizzata da una cinetica estremamente lenta.

Nel caso degli acciai inossidabili ottenuti mediante la metallurgia delle polveri, la presenza di difetti "intrinseci" quali possono appunto essere considerate le microporosità, ed il loro eventuale effetto sulla propagazione della cricca di fatica, impone un'attenta analisi dei micromeccanismi di avanzamento, in modo da minimizzare gli effetti del danneggiamento dovuto alla presenza dei micropori.

Fra i micromeccanismi di avanzamento, specialmente ma non esclusivamente per le cosiddette cricche corte, l'importanza dell'effetto di chiusura [13-15] è stato ormai largamente accettato [16, 17]. La sua importanza è sicuramente più evidente nel caso delle cricche corte oppure, nel caso di cricche lunghe, per bassi valori del rapporto di carico R. Il meccanismo considerato come principale è certamente quello legato alla plasticizzazione dell'apice della cricca. Questo meccanismo è prevalente nel caso di condizioni di sforzo piano, oppure nel caso di velocità di propagazione molto basse (inferiori a  $10^{-9}$  mm/ciclo) ovvero in condizioni prossime a quelle di soglia [18, 19]. Oltre a questo meccanismo di chiusura ne sono stati proposti altri.

Nel caso di ambienti non neutri il cosiddetto meccanismo di chiusura per formazione di ossidi può avere una importanza anche notevole. Gli ossidi si vengono a formare all'interno della cricca con uno spessore che arriva ad essere anche

V. Di Cocco, F. Iacoviello

Università di Cassino, DiMSAT, Cassino (FR)

A. Molinari

Università di Trento, Dip. Ing. dei Materiali, Trento

S. Turchetta

Università di Cassino, DII, Cassino (FR)

Memoria pervenuta il 2 settembre 2003

venti volte superiore a quello dell'ossido ottenuto da campioni preparati metallograficamente e posti nel medesimo ambiente utilizzato per la prova di fatica [20]. Ne consegue un consistente "effetto cuneo" con l'introduzione di un modo di sollecitazione locale misto in cui la componente di modo II può anche essere importante. Per estensione, tale "effetto cuneo" può essere legato a tutti quei casi in cui si ha la presenza, nella cricca, di particelle legate alla formazione di "detrimenti" rilasciati dalle superfici di frattura durante l'avanzamento della cricca (ad esempio particelle di grafite nel caso di ghise sferoidali [21]).

Un altro meccanismo di chiusura è quello legato alla rugosità della superficie di frattura. Nel caso in cui la rugosità della superficie di frattura sia comparabile con l'apertura dell'apice della cricca [14, 22], ed in particolare, ma non unicamente, nel caso in cui si abbiano delle componenti di sollecitazione in modo II (ad esempio nel caso di valori del  $\Delta K$  prossimi alla soglia, per bassi valori del rapporto di carico R), durante la fase di chiusura della cricca si può avere in alcuni punti un contatto anticipato delle superfici di frattura, con conseguente diminuzione del  $\Delta K$  effettivamente applicato.

In questo lavoro è stata analizzata la resistenza alla propagazione della cricca di fatica di sette differenti acciai inossidabili sinterizzati, ottenuti a partire da polveri differenti. È stata effettuata una estesa analisi delle superfici di frattura e del profilo seguito dalla frattura nel suo avanzamento in modo da poter identificare eventuali percorsi di avanzamento preferenziali e da determinare il contributo offerto dall'effetto di chiusura nel rallentare tale avanzamento ed identificare il principale meccanismo di chiusura.

MATERIALI E METODOLOGIA SPERIMENTALE

Sono stati considerati sette differenti acciai inossidabili sinterizzati. I primi sei acciai sono stati ottenuti miscelando polveri di acciaio inossidabile austenitico (AISI 316L) e ferritico (AISI 434L), caratterizzate dalle composizioni chimiche rispettivamente in tabella 1 e 2.

C	Mo	Ni	Mn	Cr	Si
0,019	2,28	12,75	0,17	16,3	0,87

Tabella 1 – Composizione chimica della polvere di acciaio inossidabile austenitico AISI 316L.

Table 1 – AISI 316L austenitic stainless steel powder chemical composition.

C	Mo	Mn	Cr	Si
0,016	1,03	0,18	16,57	0,70

Tabella 2 – Composizione chimica della polvere di acciaio inossidabile ferritico AISI 434L.

Table 2 – AISI 434L ferritic stainless steel powder chemical composition.

Le miscele utilizzate sono state le seguenti (sinterizzazione effettuata a 1250°C, sotto vuoto, per un'ora):

- Acciaio inossidabile austenitico AISI 316LHC ( $\rho = 7,08 \text{ g/cm}^3$ )
- Acciaio inossidabile austenitico AISI 316LHD ( $\rho = 7,04 \text{ g/cm}^3$ )
- Acciaio inossidabile ferritico AISI 434LHC ( $\rho = 7,16 \text{ g/cm}^3$ )
- Acciaio inossidabile 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434LHC ( $\rho = 7,14 \text{ g/cm}^3$ )

- Acciaio inossidabile 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434LHC ( $\rho = 6,89 \text{ g/cm}^3$ )
- Acciaio inossidabile 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434LHC ( $\rho = 7,12 \text{ g/cm}^3$ ).

Inoltre, è stato considerato un acciaio inossidabile sinterizzato a partire da polvere duplex prelegata OSPRAY (25% Cr, 5% Ni, 2% Mo), effettuando il trattamento a 1215°C per 15 minuti ed ottenendo una densità di 7,37 g/cm<sup>3</sup>.

Nel caso delle miscele di polveri ferritiche ed austenitiche, la durata della sinterizzazione non è stata sufficientemente lunga da poter assicurare una completa omogenizzazione del materiale [6]. Di conseguenza, nel caso degli acciai ottenuti da miscele di polveri austenitiche e ferritiche, si sono formate fra i due costituenti una zona di diffusione caratterizzata da un contenuto di Ni intermedio, compreso fra il 3 ed il 9%. Per questi acciai, ne consegue al termine del raffreddamento la presenza di tre fasi (austenite 140 HV<sub>0,1</sub>; ferrite 180 HV<sub>0,1</sub>; martensite 230 HV<sub>0,1</sub>), caratterizzate da una frazione volumetrica dipendente dalla frazione volumetrica delle polveri. Infatti, l'analisi di immagine quantitativa effettuata al microscopio ottico su campioni metallografici attaccati mediante reagente Beraha (0,7 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 20% HCl), ha permesso di ottenere, per gli acciai ottenuti da una miscela di polveri austenitiche e ferritiche, le seguenti frazioni volumetriche delle fasi:

- Per l'acciaio inossidabile 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434LHC (figura 1):  
 % Austenite = 31,0 %  
 % Ferrite = 7,5 %  
 % Martensite = 61,5 %
- Per l'acciaio inossidabile 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434LHC (figura 2):  
 % Austenite = 48,9 %  
 % Ferrite = 11,6 %  
 % Martensite = 39,5 %.

Le prove di propagazione di cricche di fatica sono state effettuate secondo la normativa ASTM E647 [23], utilizzando dei provini CT (Compact Type) di 10 mm di spessore. L'intaglio è stato ottenuto mediante elettroerosione a filo (diametro pari a 0,2 mm). Le prove sono state effettuate utilizzando una macchina per prove oleodinamica Instron 8501 (100 kN), controllata mediante computer, in condizioni di ampiezza di carico costante, ad una frequenza di 30 Hz, con una forma d'onda sinusoidale, nelle condizioni di laboratorio. È stato considerato il rapporto di carico R (= P<sub>min</sub>/P<sub>max</sub>) pari a 0,1, in quanto per i rapporti di carico più bassi si ottiene una maggiore evidenza del fenomeno della chiusura del-

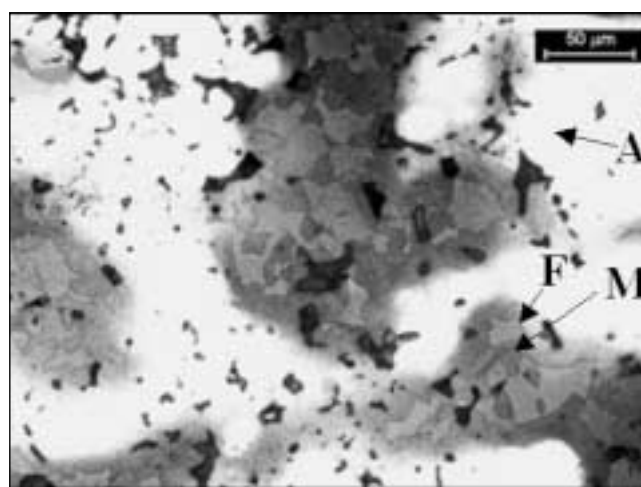


Fig. 1 – Microstruttura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 60% AISI 316L + 40% 434 L.

Fig. 1 – 60% AISI 316L + 40% 434 L sintered stainless steel microstructure.

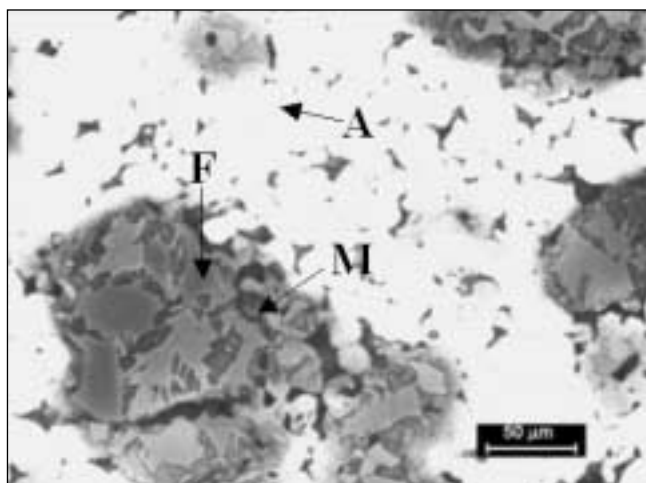


Fig. 2 – Microstruttura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 70% AISI 316L + 30% 434L.

Fig. 2 – 70% AISI 316L + 30% 434L sintered stainless steel microstructure.

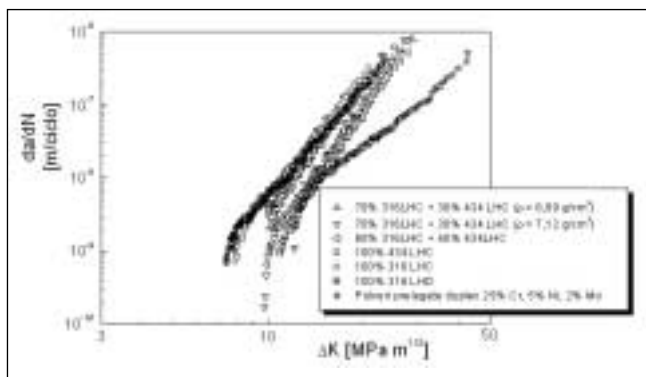


Fig. 3 – Risultati delle prove di propagazione di cricca di fatica per i sette acciai investigati ( $R = 0,1$ ).

Fig. 3 – Fatigue crack propagation results for the seven investigated stainless steels ( $R = 0,1$ ).

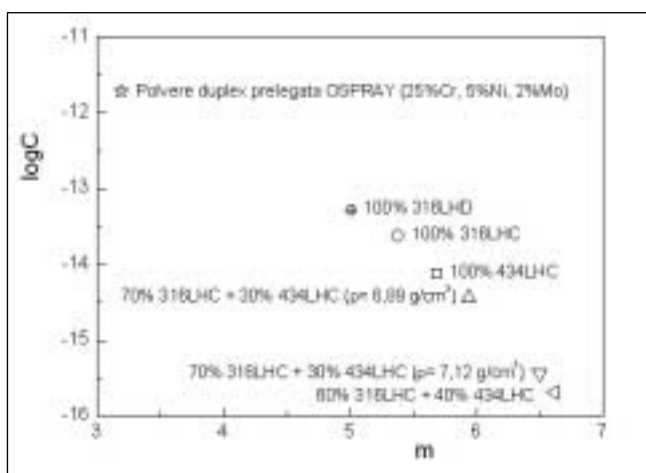


Fig. 4 – Andamento dei coefficienti “C” ed “m” della relazione di Paris-Erdogan per gli acciai investigati ( $R = 0,1$ ).

Fig. 4 – “C” and “m” Paris-Erdogan relationship coefficients behavior for the investigated stainless steels ( $R = 0,1$ ).

l’apice della cricca. Per ognuna delle condizioni investigate è stata considerata come sufficientemente rappresentativo il risultato di una singola prova, dato che la dispersione dei risultati è risultata essere contenuta [24] e, comunque, confrontabile con quella già ottenuta con leghe ottenute mediante processi di produzione tradizionali.

L’andamento della superficie di frattura è stato investigato utilizzando tre differenti metodologie. Anzitutto è stata effettuata una osservazione al microscopio elettronico a scansione (SEM Philips XL 30 ESEM-FEG, dotato di EDX) delle superfici di frattura, focalizzando l’attenzione sull’evoluzione dei micromeccanismi di frattura sia in funzione della composizione dell’acciaio che del valore di  $\Delta K$  applicato.

E’ stata quindi effettuata una analisi della evoluzione della rugosità della superficie di frattura effettuando, a differenti distanze dall’apice dell’intaglio fino alla distanza corrispondente alla rottura di schianto, una analisi della evoluzione della rugosità su tutto lo spessore del provino mediante un rugosimetro Form Talysurf Plus, equipaggiato con un tastatore senza pattino il cui campo di misura è pari a  $\pm 0,5$  mm e la cui risoluzione è pari a 16 nm. Per ognuna delle rilevazioni effettuate, è stato valutato il parametro di rugosità  $R_a$  [ $\mu\text{m}$ ] seguendo la normativa ISO 4287.

Infine, dopo una nichelatura chimica effettuata per proteggere la superficie di frattura, è stata effettuata una sezione mediante troncatura diamantata nella direzione di propagazione della cricca di fatica, in corrispondenza della metà dello spessore del provino CT. Lo spezzone così ottenuto è stato quindi inglobato e, dopo preparazione metallografica, è stato attaccato utilizzando una soluzione di  $\text{CuCl}_2$  (2g) +  $\text{HCl}$  (40 ml) + etanolo (40 ml) per 15-30 secondi. In tal modo sono stati messi in evidenza i grani di ferrite e di martensite lungo il percorso di avanzamento della cricca di fatica. E’ stata quindi effettuata l’osservazione al microscopio ottico della superficie così attaccata in modo da seguire il percorso seguito dalla cricca, l’eventuale presenza di percorsi di avanzamento preferenziali e l’influenza delle fasi presenti.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

I risultati delle prove di propagazione della cricca di fatica per i sette acciai inossidabili sinterizzati sono mostrati nella figura 3.

Si può anzitutto osservare la netta differenza fra le curve relative agli acciai sinterizzate a partire da polveri monofasiche e la curva relativa all’acciaio sinterizzato a partire da polvere duplex prelegata OSPRAY (25% Cr, 5% Ni, 2% Mo). In questo caso il comportamento della lega risulta essere nettamente differente rispetto a tutti gli altri acciai considerati: si osserva una pendenza della zona di Paris meno accentuata ed un valore della rottura di schianto più elevato. Inoltre, nonostante non siano state effettuate prove di propagazione a bassa velocità, estrapolando i valori ottenuti dalle prove di propagazione, si può affermare che il valore di soglia  $\Delta K_{th}$  relativo all’acciaio sinterizzato a partire da polveri duplex risulta più elevato che negli altri casi (la differenza può superare i 3  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ). L’analisi della pendenza della zona lineare (zona di Paris) può essere approfondita considerando la relazione di Paris-Erdogan [25] valida nello stadio II di III di propagazione:

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

e calcolando i coefficienti di interpolazione “C” ed “m” (figura 4).

I risultati ottenuti confermano le considerazioni solo qualitative effettuate con l’analisi del diagramma di figura 3, mostrando un valore di “m” decisamente inferiore rispetto a quello ottenuto per gli altri acciai investigati. Valori bassi del parametro “m” non implicano automaticamente una migliore resistenza alla propagazione della cricca di fatica della lega in esame [26]. Per poter far ciò è necessaria un’analisi complessiva dei parametri m, C,  $\Delta K_{th}$ ,  $K_{IC}$ , corredata da una analisi statistica ottenuta con un congruo numero di prove in modo da definire, con una determinata probabilità, la migliore combinazione dei suddetti valori. Nel caso degli acciai in-

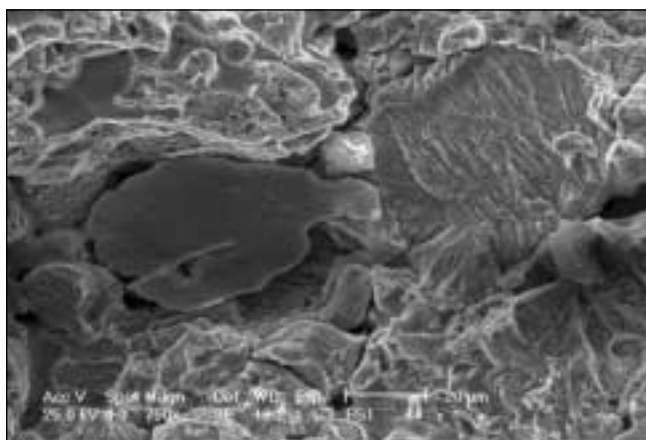


Fig. 5 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 100% AISI 434LHC ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 5 – 100% AISI 434LHC sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0.1$ ).

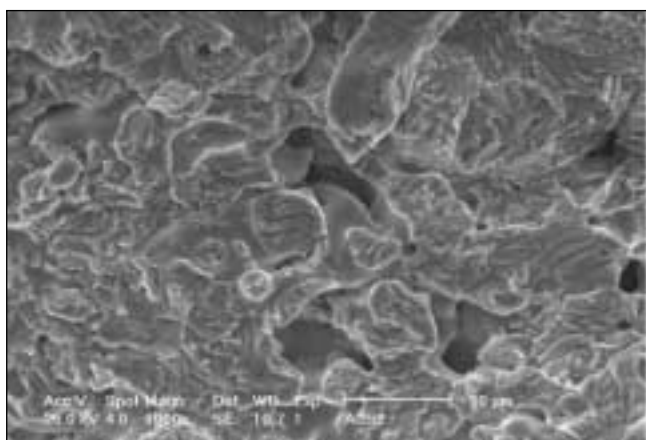


Fig. 6 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 100% AISI 316LHC ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 6 – 100% AISI 316LHC sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0.1$ ).

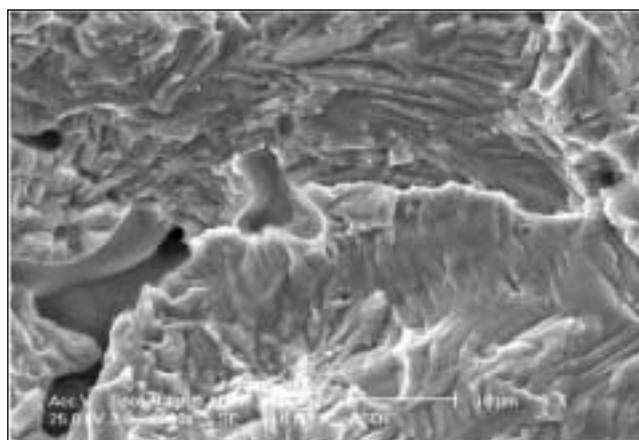


Fig. 7 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 100% AISI 316LHD ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 7 – 100% AISI 316LHD sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0.1$ ).

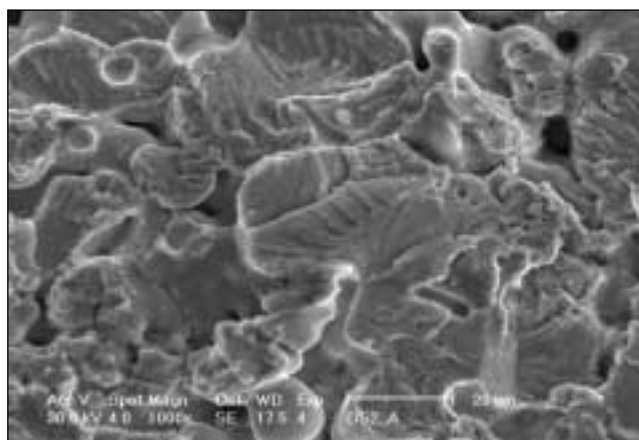


Fig. 8 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434 LHC ( $\rho = 6,89 \text{ g/cm}^3$ ;  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 8 – 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434 LHC sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\rho = 6,89 \text{ g/cm}^3$ ;  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0.1$ ).

vestigati in questo lavoro, è possibile identificare nell'acciaio ottenuto da polveri prelegate OSPRAY quello caratterizzato dalla migliore resistenza alla propagazione della cricca di fatica. Meno evidente è l'identificazione di un comportamento migliore fra gli altri acciai inossidabili sinterizzati, in quanto le differenze fra i coefficienti C ed m sono meno evidenti ed, inoltre, in alcuni casi, valori di "m" più elevati si associano a più alti valori della soglia  $\Delta K_{th}$ . I valori di  $K_{IC}$ , ottenuti per estrapolazione considerando che la rottura di schianto avviene per un valore di  $\Delta K_{max}$  pari a  $(1-R)K_{IC}$ , non sembrano differire per tutti gli acciai ottenuti da polveri monofasiche. L'analisi dei risultati esposti nelle figure 3 e 4 mostra, inoltre, che la densità del manufatto non svolge un ruolo fondamentale nell'ottimizzazione della resistenza alla propagazione della cricca di fatica. Certamente l'acciaio sinterizzato a partire da polveri duplex prelegate è anche quello caratterizzato dalla densità più elevata, ma, nel caso degli acciai sinterizzati a partire da polveri monofasiche, la densità non sembra svolgere un ruolo decisivo, almeno nell'intervallo considerato, compreso fra  $6,89$  e  $7,16 \text{ g/cm}^3$ .

L'analisi SEM delle superfici di frattura mostra differenti morfologie di frattura in funzione, principalmente, della microstruttura dell'acciaio, piuttosto che del  $\Delta K$  applicato (figure 5-11, la cricca avanza da sinistra verso destra).

L'acciaio inossidabile sinterizzato ferritico mostra una superficie di frattura che presenta sia zone di avanzamento mediante formazione di striature, sia microfratture per clivaggio, sia microduttilità, in alcune zone anche piuttosto estesa (figura 5). Nel caso delle zone rotte per clivaggio, si possono osservare anche delle cricche secondarie non estese. I due acciai inossidabili completamente austenitici mostrano una morfologia di frattura fondamentale legata alla formazione di striature duttili (figure 6 e 7). Non si osserva la formazione di cricche secondarie.

Nel caso degli acciai inossidabili sinterizzati ottenuti da miscele di polveri austenitiche e ferritiche, si osservano i medesimi micromeccanismi di avanzamento per tutti e tre gli acciai investigati (figure 8-10), sebbene, probabilmente, l'importanza relativa di ciascuno dei micromeccanismi è influenzata dalla frazione volumetrica delle fasi presenti e dalla densità. Si osserva la formazione di striature sia duttili che fragili, presumibilmente in corrispondenza, rispettivamente, di zone austenitiche e ferritiche. Cricche secondarie e rotture per clivaggio si possono innescare in corrispondenza dei micropori. Inoltre, si evidenzia la formazione di microdimples con una morfologia simile a quella già osservata nel caso dell'acciaio ottenuto da polvere completamente ferritica.

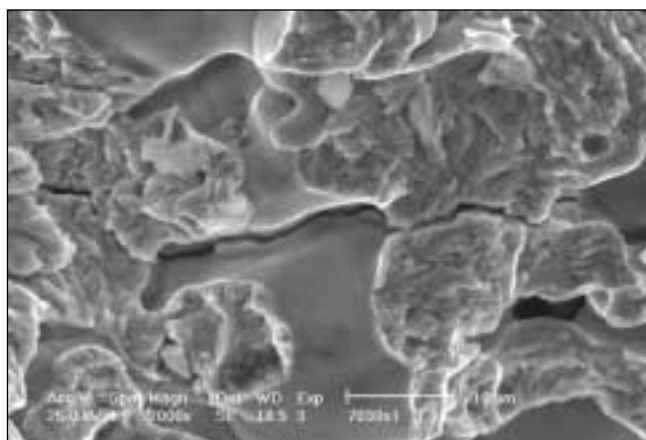


Fig. 9 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434 LHC ( $\rho = 7,12 \text{ g/cm}^3$ ;  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 9 – 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434 LHC sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\rho = 7,12 \text{ g/cm}^3$ ;  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

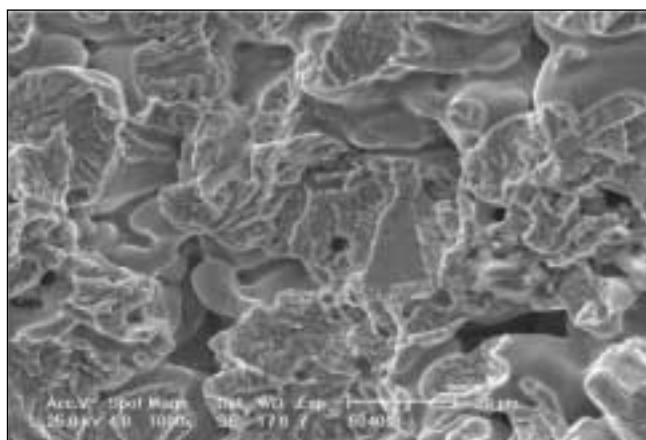


Fig. 10 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 10 – 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Nel caso dell'acciaio inossidabile ottenuto da polveri prelegate duplex, la morfologia di frattura non presenta cricche secondarie e solo in alcuni casi mostra la presenza di rotture per clivaggio (figura 11). Il resto della superficie di frattura risulta caratterizzata da un avanzamento mediante striature non estese e rotture mediante formazione di microdimple. L'analisi della evoluzione della rugosità della superficie di frattura con il  $\Delta K$  applicato è stata effettuata per determinare il contributo dell'effetto di chiusura indotto dalla rugosità della superficie e viene mostrata nella figura 12.

Si può osservare anzitutto l'evidente differenza fra i valori relativi all'acciaio ottenuto da polveri prelegate ed i valori ottenuti mescolando polveri monofasiche. Considerando, ad esempio, il valore di  $\Delta K$  di  $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (identico a quello utilizzato per le frattografie ottenute al SEM), si osserva che, a fronte di un valore di  $R_a$  relativo all'acciaio ottenuto da polveri prelegate di circa  $5 \mu\text{m}$ , gli altri acciai mostrano valori anche di tre volte superiori. Questa differenza resta evidente per tutta la superficie di frattura. Considerando che proprio l'acciaio inossidabile sinterizzato ottenuto da polveri duplex prelegate per il medesimo valore di  $\Delta K$  mostra una velocità di avanzamento di quasi un ordine di grandezza inferiore, e che, all'aumentare del  $\Delta K$  applicato, tale differenza aumenta, ne consegue che il meccanismo di chiusura do-

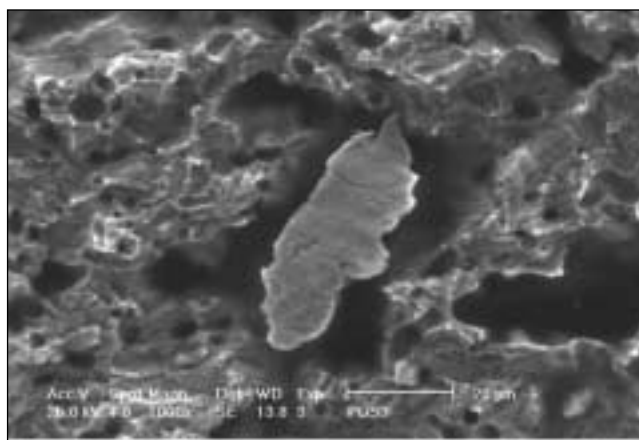


Fig. 11 – Analisi SEM della superficie di frattura dell'acciaio inossidabile sinterizzato ottenuto da polveri duplex prelegate OSPRAY ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

Fig. 11 – OSPRAY duplex powder sintered stainless steel SEM fracture surface analysis ( $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ;  $R = 0,1$ ).

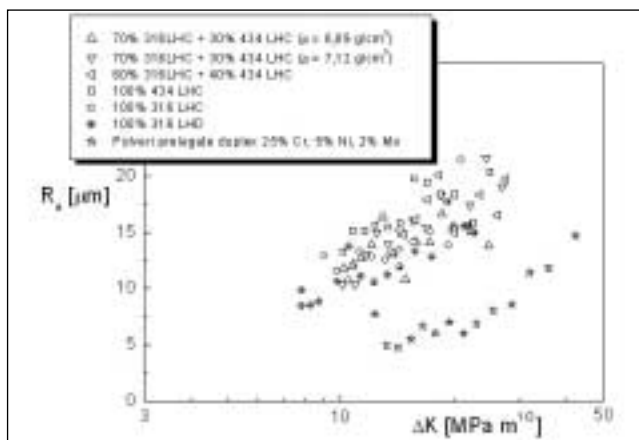


Fig. 12 – Evoluzione del parametro di rugosità  $R_a$  rugosità in funzione del  $\Delta K$  applicato per gli acciai investigati.

Fig. 12 –  $R_a$  roughness parameter behaviour as a function of the applied  $\Delta K$  for the investigated stainless steels.

vuto alla rugosità della superficie di frattura ha una influenza non svolge un ruolo importante. Tale influenza ha in ogni modo la sua importanza. Ciò è confermato dalla coincidenza evidente fra alcune fluttuazioni dei risultati sperimentali nel diagramma  $da/dN-\Delta K$  ed oscillazioni del valore di rugosità ottenuto per il medesimo valore dell'ampiezza del fattore d'intensificazione degli sforzi. Ad esempio, considerando acciaio inossidabile sinterizzato 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC (figura 13), si osserva che, in corrispondenza di un valore di  $\Delta K$  applicato pari a circa  $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , una diminuzione repentina del parametro di rugosità  $R_a$  da circa  $20$  a circa  $15 \mu\text{m}$ , corrisponde ad una interruzione, seppure breve, dell'incremento della velocità ed ad un avanzamento a velocità pressochè costante.

L'analisi dell'effetto di chiusura indotto dalla rugosità della superficie di frattura è quindi utile per analizzare il comportamento del singolo provino, ma non risulta essere il meccanismo principale alla base delle differenze di velocità d'avanzamento fra i differenti acciai. Considerando inoltre che le prove sono state svolte in aria, che il livello d'ossidazione della superficie di frattura è decisamente modesto e, presumibilmente, indipendente dall'acciaio inossidabile considerato, si può ritenere trascurabile il contributo dell'effetto di chiusura indotto dalla presenza di ossidi sulla superficie di frattura.

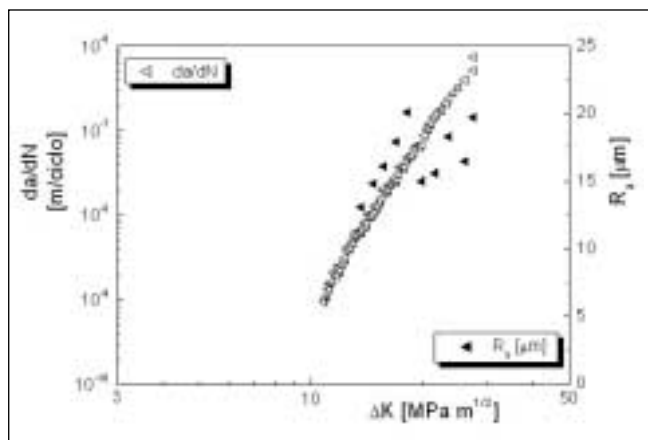


Fig. 13 – Rugosità  $R_a$  e velocità di avanzamento  $da/dN$  in funzione del  $\Delta K$  applicato (acciaio inossidabile sinterizzato 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC).

Fig. 13 –  $R_a$  roughness parameter and  $da/dN$  crack growth rate behaviour as a function of the applied  $\Delta K$  (60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC sintered stainless steel).

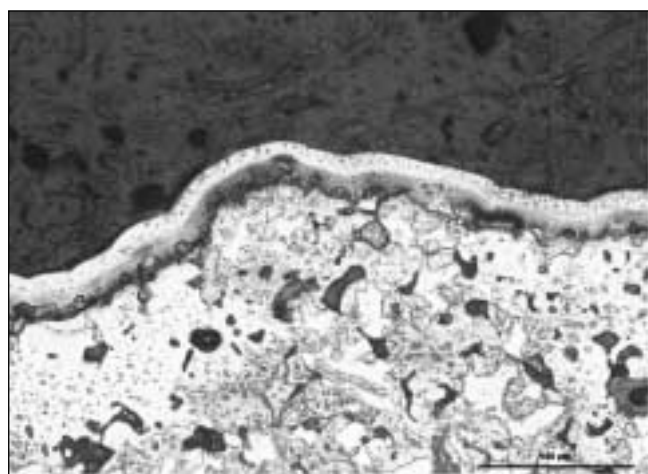


Fig. 14 – Profilo di avanzamento della cricca di fatica per l'acciaio inossidabile sinterizzato ottenuto dalla miscela di polveri monofasiche 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC ( $\rho = 7,14 \text{ g/cm}^3$ ;  $R = 0,1$ ;  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ; la cricca avanza verso destra).

Fig. 14 – 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434 LHC ( $\rho = 7,14 \text{ g/cm}^3$ ) sintered stainless steel fatigue crack profile ( $R = 0,1$ ;  $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ; crack growth from left to right).

Dei tre principali meccanismi di chiusura resta quindi da analizzare il contributo di quello legato alla plasticizzazione dell'apice della cricca. Considerando che le prove di propagazione della cricca di fatica sono state svolte in controllo di carico ( $\Delta P$  costante), e che la dimensione della zona plasticizzata può essere espressa, almeno approssimativamente, dalla relazione di Irwin:

$$r_p = 1/2\pi (K_{\max}/\sigma_y)^2 \quad (2)$$

$$K_{\max} = \Delta K/(1-R) \quad (3)$$

ne consegue che il raggio di plasticizzazione aumenta con l'avanzare della cricca, secondo il quadrato dell'ampiezza del fattore di intensificazione degli sforzi applicato. L'importanza dell'effetto di chiusura dovuto alla plasticizzazione dell'apice della cricca aumenta quindi sempre più con l'aumentare del  $\Delta K$  applicato. Questo è quello che si ottiene nel caso dell'acciaio inossidabile ottenuto da polveri prelegate duplex. Esso mostra un'evoluzione della velocità di avanzamento della cricca completamente differente rispetto a quella degli altri acciai sinterizzati investigati (figura 3): all'aumentare del  $\Delta K$  applicato, la sua velocità di avanzamento

arriva anche essere di un ordine di grandezza inferiore a quello degli altri acciai sinterizzati investigati. Fra questi si osserva un'evoluzione delle curve di avanzamento della cricca che, partendo da velocità di avanzamento che arrivano che possono differire anche di un ordine di grandezza (per  $\Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), divengono sempre più simili, fino praticamente a sovrapporsi per elevati  $\Delta K$ , prossimi alla rottura di schianto.

La minore plasticizzazione dell'apice della cricca, ed i più elevati valori di rugosità superficiale ottenuti nel caso degli acciai sinterizzati ottenuti da miscele di polveri monofasiche rispetto all'acciaio ottenuto da una polvere duplex prelegata, è dovuta alla presenza di percorsi di avanzamento della cricca di fatica a minor resistenza. Analizzando infatti il percorso della cricca mediante delle sezioni longitudinali, si osservano, nel caso degli acciai ottenuti da polveri monofasiche, indipendentemente dalla frazione volumetrica delle medesime o dalla densità finale dell'acciaio, delle evidenti deviazioni da un avanzamento in puro modo I. In corrispondenza delle zone di interfaccia fra l'austenite e la ferrite, ovvero là dove vengono a formarsi frazioni volumetriche di martensite anche importanti (figura 14), la cricca tende ad avanzare secondo dei percorsi di più facile avanzamento. La martensite tende, infatti, a far diminuire il valore di  $\epsilon\%$  (allungamento percentuale a rottura per sollecitazione di trazione) e, complessivamente, la capacità del materiale di deformarsi plasticamente [27]. Nonostante tali deviazioni trasformino localmente la modalità di avanzamento da un puro modo I in un modo misto I + II (meno critico per la cricca), e comportino un incremento anche notevole della rugosità della superficie di frattura (con il conseguente effetto di chiusura), la velocità di avanzamento della cricca risulta incrementata appunto dalla minore tenacità della zona che la cricca viene ad incontrare nel suo cammino e dalla forte diminuzione dell'importanza dell'effetto di chiusura dovuto alla plasticizzazione dell'apice della cricca.

## CONCLUSIONI

In questo lavoro è stata analizzata la resistenza alla propagazione della cricca di fatica in sette differenti acciai inossidabili sinterizzati ottenuti da differenti miscele di polveri monofasiche austenitiche (AISI 316LHC e 316LHD) e ferritiche (AISI 434LHC), oppure ottenuti dalla sinterizzazione di una polvere duplex prelegata OSPRAY 25% Cr, 5% Ni, 2% Mo.

Differenti procedure sperimentali sono state adottate per poter analizzare i micromeccanismi di avanzamento della cricca di fatica e per poter valutare il contributo delle differenti modalità con cui l'effetto di chiusura può influenzare l'avanzamento della cricca medesima.

I risultati ottenuti hanno mostrato che l'acciaio ottenuto dalla sinterizzazione di una polvere duplex prelegata OSPRAY 25% Cr, 5% Ni, 2% Mo offre la migliore resistenza alla propagazione della cricca di fatica e, nonostante tale resistenza non raggiunga ancora gli elevati valori caratteristici degli acciai inossidabili duplex ottenuti mediante tecnologie tradizionali, le possibilità che vengono ad offrirsi sono decisamente promettenti.

Il contributo dell'effetto di chiusura dovuto alla plasticizzazione dell'apice della cricca risulta essere preponderante rispetto a quello legato alla rugosità della superficie oppure a quello legato alla ossidazione della superficie di frattura. Gli acciai ottenuti dalla miscela di polveri monofasiche non riescono ad offrire un incremento della resistenza alla propagazione della cricca di fatica rispetto agli acciai monofasici in quanto la presenza di elevate frazioni volumetriche di martensite implica la possibilità per la cricca di trovare piuttosto facilmente dei percorsi di avanzamento a minor resistenza.

BIBLOGRAFIA

- [1] J. Charles, Duplex stainless steels 91, Ed. Physique, 1991, 1, 3.
- [2] S. Bernhardsson, Duplex stainless steels 91, Ed. Physique, 1991, 1, 185.
- [3] R. N. Gunn, Duplex stainless steels – Microstructure, properties and applications, Abington Publishing, Cambridge, England, 1997.
- [4] P. R. Roberge, Handbook of corrosion engineering, MacGraw-Hill, USA, 2000, 731.
- [5] S.S.M. Tavares, M.R. da Silva, J.M. Neto, J. Of alloys and compounds, 2000, 313, 168
- [6] P. Datta, G.S. Updhyaya, Materials chemistry and physics, 2001, 67, 234.
- [7] W.F. Wang, Y.L. Su, Powder Metall., 1986, 29, 177.
- [8] W.F. Wang, Y.L. Su, D.C.C. Ho, Powder Metall. Int., 1987, 19, 15.
- [9] J.M. Ruiz-Prieto, W. Moriera, J.M. Torralba, L.E.G. Cambrono, Powder Metall., 1994, 37, 57.
- [10] F. Iacoviello, M. Boniardi, G.M. La Vecchia, Int. J. of Fatigue, 1999, 21, 957.
- [11] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, Les aciers inoxydables, Les editions de physique, 1990.
- [12] M. Guttman Duplex stainless steels 91, Ed. Physique, 1991, 1, 3.
- [13] W. Elber, Engng. Fract. Mech., 1970, 2, 37.
- [14] R.O. Ritchie, S. Suresh, Metall. Trans. A , 1982, 13A, 937.
- [15] S. Suresh, R.O. Ritchie, Metall. Trans. A, 1982, 13A, 1627.
- [16] J.H. Kim, S.B. Lee, Int. J. of Fatigue, 2001, 23, 247.
- [17] X.P. Zhang, J.C. Li, C.H. Wang, L.Ye, Y.M. Mai, Int. J. of Fatigue, 2002, 24, 529.
- [18] S. Suresh, C.M. Moss, R.O. Ritchie, J. Eng. Mat. Tech., Trans ASME Serie H, 1980, 102, 293.
- [19] W. Elber, ASTM STP 486, 1971, 280.
- [20] S. Suresh, G. F. Zaminski, R. O. Ritchie, Metall. Trans. A, 1981, 12A, 1435.
- [21] F. Iacoviello, V. Di Cocco, Fatigue Crack Path 2003, 18-20 settembre 2003, Parma, in corso di presentazione.
- [22] K. Minakawa, A.J. McEvily, Scripta Met., 1981, 15, 633.
- [23] ASTM Standard test Method for Measurements of fatigue crack growth rates (E647-93), Annual Book of ASTM Standards (1993), vol. 0301, American Society for Testing and Materials.
- [24] F. Iacoviello, V. Di Cocco, M. Cavallini, A. Molinari, XXIX Convegno AIM, 13-15 novembre 2002, Modena, 153.
- [25] Paris P.C., The trend of Engineering at the University of Washington, 1961, 13(1), 9.
- [26] F. Iacoviello, Int. Journal of Fatigue, 2000, 22, 657.
- [27] T. Marcu Puscas, A. Molinari, La Metallurgia Italiana, 2003, 6, 21.

*Questo studio è stato condotto nell'ambito del programma "COFIN 2000" prot. MM09627282.*

A B S T R A C T

**FATIGUE CRACK PROPAGATION RESISTANCE OF SINTERED OBTAINED FROM PREMIXES OF 316 AND 434 POWDERS AND FROM A PREALLOYED DUPLEX POWDER**

**KEYWORDS**

**stainless steel, fatigue, powder metallurgy**

Duplex stainless steels are widely used in chemical, petrochemical, nuclear and food industries: this is due to their combination of good mechanical properties and high corrosion resistance in many different environments. Because of their low Ni content, their cost is absolutely competitive if compared to austenitic stainless steels with an analogous corrosion resistance.

However, duplex stainless steels are characterized by considerable difficulties from the manufacturing point of view, and powder metallurgy offers an excellent alternative to produce these steels. Attempts have been made to introduce ferrite phase in austenitic stainless steels either through the introduction of silicon powder, or directly using premixed or prealloyed stainless steels powders.

Duplex stainless steel obtained by means of the "traditional" metallurgy are characterized by a good fatigue crack

propagation resistance that is substantially chemical composition independent: it is influenced by the austenite and ferrite volume fractions and by the possible presence of carbides, nitrides and many intermetallic phases that could precipitate. In fact, these steels are characterized by the presence of two critical temperature ranges. The higher critical temperature range (between about 600°C and 1050°C) is characterized by the precipitation of carbides ( $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$ ), nitrides ( $Cr_2N$ ,  $CrN$ ) or different intermetallic phases (among them, the most dangerous is the  $s$  phase). The lower critical range (between about 350°C and 600°C) is characterized by the ferrite spinodal decomposition and by the precipitation of different intermetallic phases (e.g. the  $G$  phase) in ferrite grains, usually corresponding to dislocations or to  $\alpha/\gamma$  interfaces. Furthermore, sintered stainless steel fatigue crack propagation resistance is also influenced by the presence of micropores. Their dimension, density and distribution depend on the sintering conditions. Among the main fatigue crack propagation micromechanisms, the importance of the crack closure effect is widely accepted: this mechanism, which results from interferences between mating fracture surface, implies the reduction of the local "crack driving force" from nominal levels (based

on global measurements of applied load and crack length; e.g.  $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ ) to some lower effective near tip level (e.g.  $\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{cl}$ , where  $K_{cl}$  is the minimal  $K$  value that corresponds to the first contact between fracture surfaces). This effect is more evident for short cracks or, considering long crack, for lower stress ratio values. Usually, the main crack closure mechanism is due to the crack tip plasticization (crack tip plasticity induced): this is more evident in plane stress conditions or considering very low crack growth rates (e.g. threshold conditions [18, 19]). This crack closure mechanism is not unique: others mechanisms were identified, depending on the loading conditions (e.g. environmental conditions) or the alloy specificity. Crack surface corrosion product formation, fracture surface roughness, fluid pressure within the crack, metallurgical transformation, or non metallic particles presence could influence the effective crack tip driving force, strongly modifying the macroscopic crack behavior.

In this work seven different sintered stainless steels were considered. Six stainless steels were obtained considering premixes of AISI 316 LHC and AISI 434 LHC stainless steels powders, with different volume fractions or final densities (sintering was performed at 1250°C under vacuum for 1 hour):

- 100% AISI 316LHC ( $\rho = 7.08 \text{ g/cm}^3$ )
- 100% AISI 316LHD ( $\rho = 7.04 \text{ g/cm}^3$ )
- 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434 LHC ( $\rho = 6.89 \text{ g/cm}^3$ )
- 70% AISI 316LHC + 30% AISI 434 LHC ( $\rho = 7.12 \text{ g/cm}^3$ )
- 60% AISI 316LHC + 40% AISI 434LHC ( $\rho = 7.14 \text{ g/cm}^3$ )
- 100% AISI 434LHC ( $\rho = 7.16 \text{ g/cm}^3$ )

Furthermore, a prealloyed sintered OSPRAY (25% Cr, 5% Ni, 2% Mo) powder was considered: sintering was performed at 1215°C for 15 minutes obtaining a duplex stainless steel with a density of 7.37 g/cm<sup>3</sup>.

All the investigated stainless steels are characterised by an interesting fatigue crack propagation resistance. Sintered stainless steels obtained from premixed powders do not improve their fatigue crack propagation resistance with respect to monophasic sintered steels: the presence of high martensite volume fractions implies the possibility for the crack to find crack path characterised by lower resistance. The most interesting behaviour is connected to the sintered stainless steel obtained from the prealloyed 25% Cr, 5% Ni, 2% Mo OSPRAY duplex powder. Although this steel does not offer the same properties of duplex stainless steel obtained via traditional manufacturing, the possibilities of further improvements are really interesting.