

# Il test FIMEC per valutare la qualità di giunti saldati in acciaio duplex UNS S31803

R. Montanari, A. Varone, F. Bonollo, P. Ferro

Gli acciai inossidabili duplex (DSS) sono materiali dalla struttura bifasica (austenite e ferrite) ampiamente utilizzati in campo chimico e petrolchimico grazie alla buona combinazione tra proprietà meccaniche e di resistenza alla corrosione. Durante il processo di saldatura può verificarsi la precipitazione di carburi, nitruri e altre fasi secondarie che alterano e pregiudicano le caratteristiche di questi materiali.

In questo lavoro le proprietà meccaniche di un giunto saldato in acciaio UNS S31803 (1.4462), sottoposto a successivo trattamento di solubilizzazione a 1050 °C per 600 s, sono state valutate mediante test di indentazione strumentata FIMEC. I risultati ottenuti hanno confermato la possibilità di utilizzare il FIMEC come tecnica idonea a valutare la qualità dei giunti saldati e l'efficacia dei trattamenti termici successivi alla saldatura.

**PAROLE CHIAVE:** ACCIAI SUPER-DUPLEX, SALDATURA, TEST FIMEC

## INTRODUZIONE

Gli acciai inossidabili duplex (DSS) e superduplex (SDSS) possiedono una microstruttura, costituita in parti circa uguali di ferrite  $\alpha$  e austenite  $\gamma$ , che consente di ottenere ottime proprietà meccaniche e di resistenza alla corrosione [1], particolarmente vantaggiose per applicazioni industriali nei settori chimici e petrolchimici. Il loro impiego è strettamente legato alla possibilità di realizzare giunti saldati, ovvero riuscire a preservare il corretto bilanciamento tra le due fasi anche a seguito dei severi cicli termici indotti dal processo di saldatura.

Durante i processi di giunzione, nella zona fusa (ZF) e nella zona termicamente alterata (ZTA), avvengono importanti trasformazioni di fase che influenzano le proprietà finali del materiale [2]. In particolare, la precipitazione di fasi secondarie come la fase  $\sigma$  e  $\chi$ , risulta essere deleteria per le proprietà meccaniche e di resistenza alla corrosio-

**R. Montanari, A. Varone**

Dipartimento di Ingegneria Industriale, Università di Roma  
"Tor Vergata", Roma.

**F. Bonollo, P. Ferro**

Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali, Università  
degli Studi di Padova, Vicenza

ne dell'acciaio [3-13].

Per tale ragione si usano solitamente dei fili d'apporto arricchiti di elementi austenitizzanti [14] e si fa seguire al processo di saldatura un trattamento termico in modo da ripristinare il corretto bilanciamento tra ferrite e austenite [15-17].

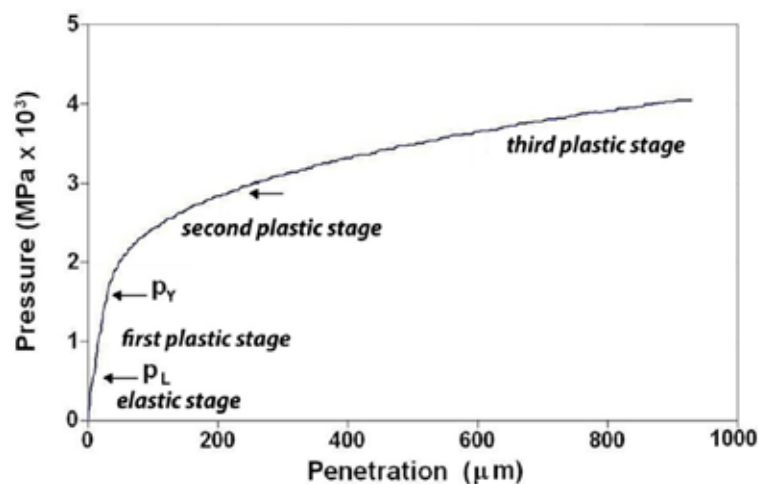
I giunti saldati vengono generalmente esaminati mediante test di piegatura al fine di valutarne la qualità e prevenire la rottura dei componenti in esercizio. Tuttavia, questi test non sempre consentono di rilevare strutture non adeguate in quanto le sollecitazioni massime sono localizzate nella zona fusa del cordone. Una tecnica come il FIMEC (Flat-top cylinder Indenter for MEchanical Characterisation) [18-19], che consente di determinare le proprietà meccaniche su scala locale, risulta essere una valida alternativa ai metodi classici in quanto permette di caratterizzare singolarmente le diverse zone del giunto, ZF, ZTA e metallo base (MB) [20]. La tecnica è così sensibile da evidenziare le variazioni della tensione di snervamento indotte sia dalla precipitazione di piccole quantità di fasi

secondarie (~1%) sia dalla diversa morfologia della fase  $\sigma$  [20]. Inoltre risulta un ottimo strumento per la calibrazione di modelli semi empirici di precipitazione e dissoluzione di fasi secondarie [21-23].

In questo lavoro, si è analizzato un giunto saldato in acciaio duplex S31803 (1.4462) solubilizzato dopo saldatura ad arco sommerso (SAW - Submerged Arc Welding), a 1050°C per 600 s, per valutare l'efficacia del test.

## IL TEST FIMEC

Il test FIMEC è una prova di indentazione strumentata che impiega una punta cilindrica con diametro di 1 mm [18-19]. La sostanziale differenza dalle altre tecniche di indentazione, che impiegano punte con geometrie diverse (piramide, sfera, cono ecc.), è che in questo caso l'area di contatto tra la punta e il materiale non varia in funzione della profondità di penetrazione ma resta costante. Durante il test FIMEC, il carico ( $L$ ) e la profondità di penetrazione ( $h$ ) vengono registrati ed è possibile ottenere curve pressione ( $p$ ) vs.  $h$  come quella mostrata in Fig. 1.



**Fig.1** - Tipica curva FIMEC pressione vs. penetrazione, presa da ref. [18] / Typical pressure-penetration FIMEC curve, taken from ref.[18].

La curva sperimentale può essere divisa in quattro stadi: un primo tratto elastico (fino a  $p_L$ ) e tre tratti plastici. Il primo tratto plastico termina quando la pressione è pari a  $p_Y$  e corrisponde alla comparsa di una deformazione permanente del materiale. Quando  $p > p_Y$ , la curva mostra una marcata diminuzione della pendenza e sulla superficie del campione, intorno all'impronta, sarà visibile la protrusione del materiale. Nell'ultimo stadio, corrispondente ad alti

valori di pressione, l'andamento è pressoché costante ed è caratterizzato da un importante flusso plastico del materiale.

Considerando una velocità di penetrazione della punta pari a 0.1 mm/min, è possibile determinare la tensione di snervamento ( $R_s$ ) di un materiale metallico mediante la seguente equazione:

$$R_s = \frac{p_Y}{3}$$

Se si opera con una punta standard (diametro 1 mm) e si penetra a una profondità massima di 1 mm mantenendo una distanza di sicurezza (5 mm) tale da non determinare la sovrapposizione dei campi di sforzo tra due prove FIMEC adiacenti, i risultati delle prove sono altamente riproducibili [19].

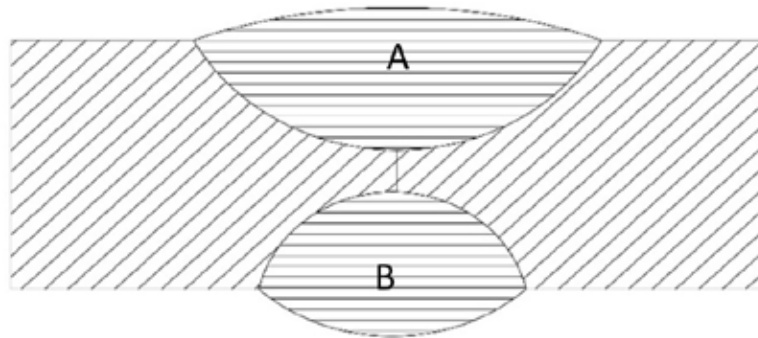
Inoltre se si effettua il test con una velocità pari a 0,1 mm/min, i dati della tensione di snervamento ottenuti dalla curva FIMEC possono essere confrontati con quelli ricavati dalle prove di trazione e la deviazione standard tra i dati ottenuti dalle prove di trazione e quelli ottenuti dal test FIMEC sono sempre inferiori al 7% [19], che è pari allo scarto osservabile in prove di trazione eseguite su diversi provini dello stesso materiale.

Inoltre, nonostante il carattere locale della prova, il FIMEC fornisce misure rappresentative del materiale in

quanto le impronte sono sufficientemente grandi da prendere in considerazione migliaia di grani. Particolarmente utile è il suo impiego nello studio di giunti saldati, consentendo di caratterizzare le diverse zone del giunto, MB, ZTA e ZF (vedi per esempio refs. 24-25).

#### MATERIALI E METODI

Il campione analizzato è un giunto saldato testa a testa in acciaio duplex S31803, precedentemente solubilizzato a 1050°C e poi temprato in acqua. La geometria del campione è riportata nel disegno di Fig. 2 e in Tab.1 vengono mostrate le composizioni chimiche nominali dell'acciaio e del materiale d'apporto. Con le lettere A e B vengono identificate le zone associate a quattro e a tre passate di saldatura, rispettivamente.



**Fig.2** - Schema del giunto saldato testa a testa con metallo d'apporto nelle zone A (quattro passate) e B (tre passate) / Schematic representation of butt welded joint with filler metal in the area A (four runs) and B (three runs)

**Tab.1** - Composizione chimica (% in peso) dell'acciaio duplex S31803 (1.4462) e del materiale d'apporto / Chemical composition (wt%) of the duplex steel S31803 (1.4462) and the filler material.

|                     | C     | Cr    | Cu   | Mn   | Mo      | N         | Ni      | Si   | P     | S      |
|---------------------|-------|-------|------|------|---------|-----------|---------|------|-------|--------|
| UNS 31803           | <0.03 | 21-23 | -    | <0.2 | 2.5-3.5 | 0.15-0.20 | 4.5-6.5 | <0.1 | <0.03 | <0.02  |
| Materiale d'apporto | 0.014 | 22.95 | 0.10 | 1.52 | 3.08    | 0.163     | 8.61    | 0.42 | 0.015 | 0.0008 |

Dopo il processo di saldatura, il materiale è stato sottoposto a un trattamento termico (1050 °C per 600 s), come richiesto dalla normativa per questa tipologia di giunti (ASTM A928/A928M [26] e NORSOK MDS D42 [27]). Successivamente è stato caratterizzato mediante test FIMEC, analisi al microscopio ottico e prove di microdurezza Vickers per valutare possibili variazioni nella microstruttura e delle proprietà meccaniche nelle diverse zone del giunto saldato.

Per l'osservazione metallografica il giunto saldato è stato preparato mediante carte abrasive, lucidato con pasta diamantata e successivamente attaccato chimicamente con una soluzione di 80 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30ml HCl e 1 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Dopo l'attacco chimico sono state effettuate 15 prove FIMEC in diverse zone del giunto saldato.

L'evoluzione microstrutturale, a seguito del processo di saldatura e del trattamento post-saldatura, è stata effettuata confrontando le prove FIMEC con le micrografie e

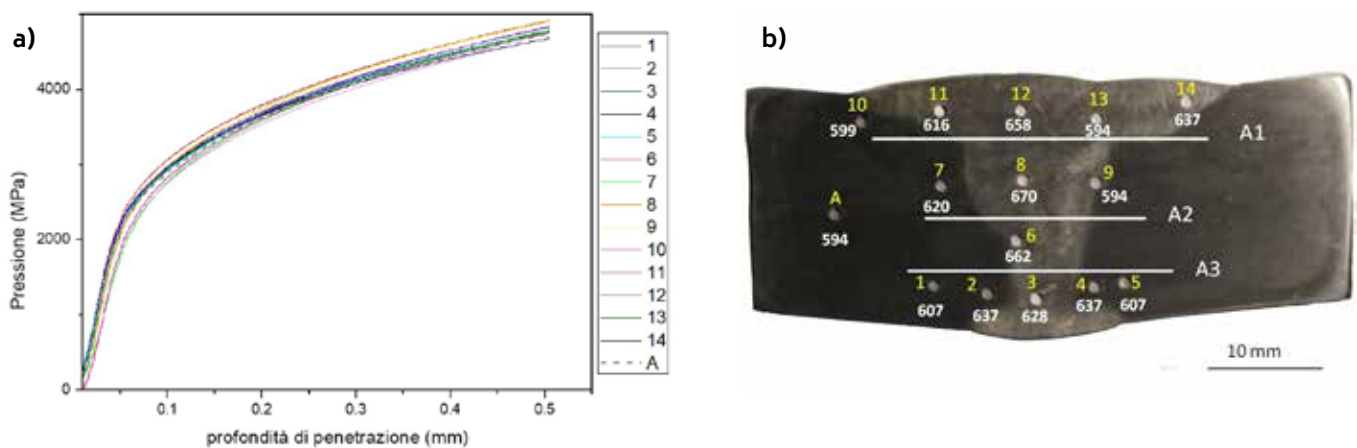
con tre profili di microdurezza Vickers, realizzati a tre diverse altezze (A1, A2, A3) attraverso il cordone, mostrate in Fig. 3b, con un carico di 300 g e un passo di 0.5 mm.

**RISULTATI FIMEC**

In Fig. 3a vengono riportate le curve FIMEC ottenute in diversi punti del cordone (Fig. 3b), identificati con numeri

da 1 a 14 (numeri gialli). L'impronta effettuata sul metallo base è identificata con la lettera A.

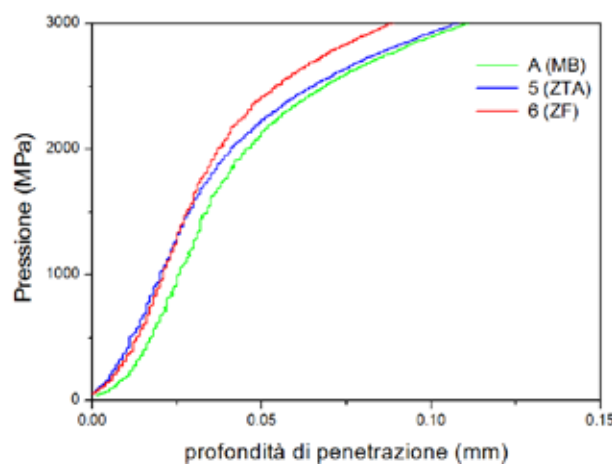
Utilizzando l'Eq. (1) è stata determinata la tensione di snervamento associata a ciascuna curva FIMEC. I valori ottenuti, espressi in MPa, sono riportati nella foto del campione (numeri bianchi in Fig. 3b) in prossimità delle rispettive impronte.



**Fig.3** - (a) Curve FIMEC ottenute nei punti identificati numericamente in (b). (b) Foto del giunto saldato dopo attacco chimico e test FIMEC. I numeri in bianco sono i valori della tensione di snervamento (MPa), ricavati dalle curve FIMEC / FIMEC curves obtained in the points numerically identified in (b). Photo of the welded joint after chemical etching and FIMEC test. The white numbers are the values of yield stress (MPa).

I valori massimi della tensione di snervamento  $R_s$  si raggiungono nella zona fusa (~ 660-670 MPa) e diminuiscono gradualmente spostandosi dal centro della saldatura alla zona termicamente alterata (~620 MPa) fino al metallo

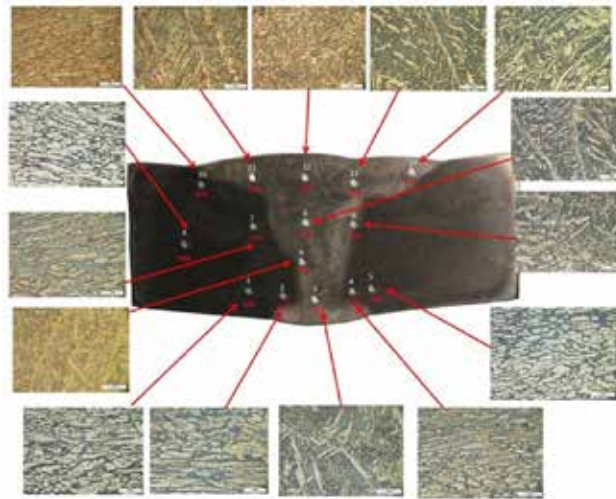
base (594 MPa). La figura 4 mostra il tratto utile ai fini del calcolo di  $R_s$ , di tre curve FIMEC ottenute in queste diverse zone del campione (MB, ZTA e ZF).



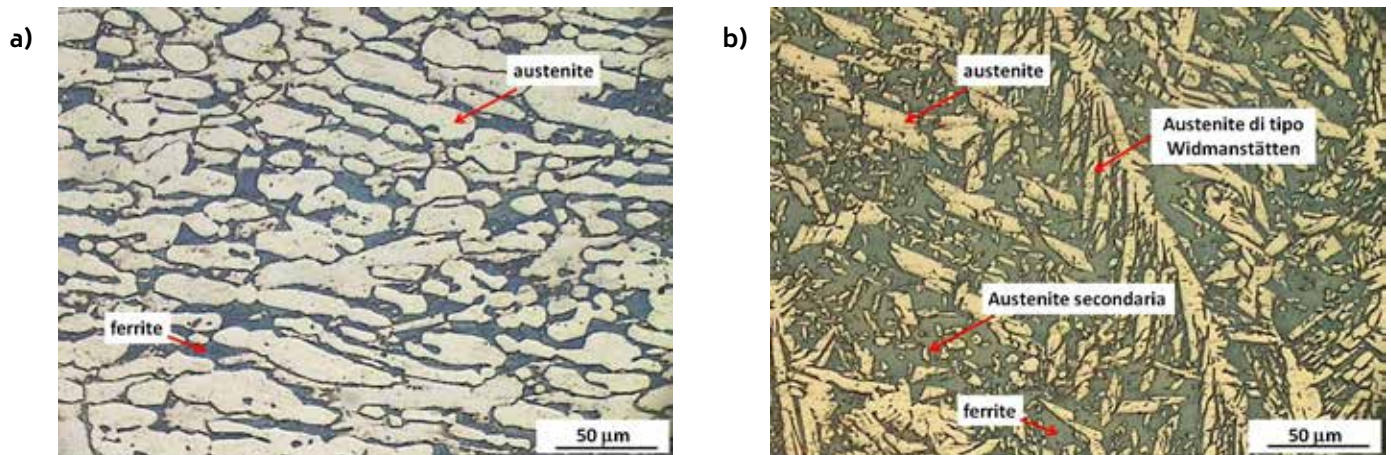
**Fig.4** - Tratto utile per il calcolo di  $R_s$  delle curve FIMEC ottenute in: MB (impronta A), ZTA (impronta 5) e ZF (impronta 6). / Initial stage of FIMEC curves used for measuring  $R_s$  in: MB (A imprint), ZTA (5 imprint) e ZF (6 imprint).

Al fine di associare i risultati sperimentali della tensione di snervamento alle microstrutture presenti nelle diverse zone del cordone di saldatura, sono state effettuate

diverse micrografie in prossimità delle impronte FIMEC (Fig. 5). La Fig. 6 mostra il metallo base e la ZF con maggior dettaglio.



**Fig.5** - Microstruttura dell'acciaio duplex S31803 (1.4462) nelle zone in cui sono state effettuate le prove di indentazione FIMEC / Microstructure of the duplex stainless steel S31803 (1.4462) in the areas where FIMEC indentation tests were performed.



**Fig.6** - Microstruttura dell'acciaio duplex S31803 (1.4462): metallo base (a) caratterizzato da grani di austenite e di ferrite; ZF (b) caratterizzata da grani di ferrite, austenite, austenite secondaria e austenite di tipo Widmanstätten / Micro-structure of the duplex stainless steel S31803 (1.4462): parent metal (a) constituted by austenite and ferrite grains; FZ (b) constituted by grains of ferrite, austenite, secondary austenite and Widmanstätten type austenite.

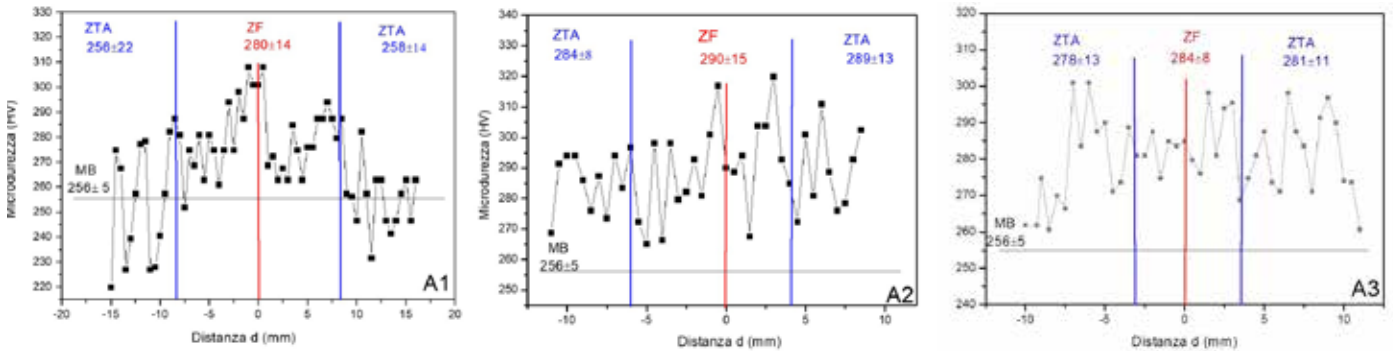
La microstruttura del metallo base (impronta A) è caratterizzata da grani di austenite, di colore chiaro, e grani di ferrite, di colore scuro, (Fig. 6a) mentre la microstruttura nella ZF risulta caratterizzata da grani di ferrite, grani di austenite, austenite secondaria e grani di austenite di tipo Widmanstätten (Fig. 6b). Non si osservano spiccate differenze microstrutturali lungo la zona fusa, muoven-

dosi della regione soggetta a quattro passate di saldatura a quella soggetta a tre passate.

Le microdurezze Vickers sono state effettuate lungo le tre linee (A1, A2 e A3) attraverso il cordone di saldatura. Ciascuna linea (A1, A2 e A3) è posta a una distanza ( $d$ ) pari a 5 mm, che risulta essere pari alla distanza minima di sicurezza, tra i centri di due impronte FIMEC adiacenti, al

fine di evitare la sovrapposizione dei campi di sforzo [28]. Gli andamenti dei profili di microdurezza sono mostrati in Fig. 7. In ciascun grafico sono identificate ZF e ZTA e riportato il valor medio di microdurezza in ciascuna zona

con la corrispondente deviazione standard. La linea orizzontale indica il valore di microdurezza Vickers ottenuto nel MB.



**Fig.7** - Profili di microdurezza Vickers attraverso il cordone lungo le linee A1, A2, A3 mostrate in Fig. 3 b / Vickers microhardness profiles across the bead along the A1, A2, A3 lines shown in Fig.3 b.

La Tab. 2 mette a confronto i valori di tensione di snervamento con i valori medi di microdurezza ottenuti in ZF, ZTA e MB, che ricadono in prossimità di alcune impronte FIMEC.

Le variazioni della tensione di snervamento sono correlate alle variazioni microstrutturali che si osservano muovendoci dal metallo base alla ZF attraverso la ZTA. Gli apporti termici a cui è sottoposto il cordone di saldatura determinano infatti variazioni microstrutturali nel rapporto tra ferrite e austenite rispetto a quello ottimale oltre che l'eventuale precipitazione di fasi secondarie.

Entrambe le grandezze misurate,  $R_s$  e HV, risentono di queste variazioni microstrutturali, e mostrano tra di loro una certa correlazione (vedi il rapporto  $HV / R_s$ ) anche se le zone su cui sono state rilevate non sono esattamente coincidenti. Inoltre, l'impronta di ciascuna microdurezza riguarda o la ferrite o l'austenite, come dimostrato dalla significativa dispersione dei dati, mentre l'impronta FIMEC comprende numerosi grani di ambo le fasi ed è meno influenzata dalla casualità. Questo aspetto sarà approfondito in futuro.

**Tab.2** - Tensione di snervamento  $R_s$  determinata con il test FIMEC e valore medio di microdurezza Vickers in prossimità delle impronte FIMEC (d=5 mm) / Yield stress  $R_s$  obtained through FIMEC test and the average value of Vickers microhardness near the FIMEC imprint (d=5 mm)

| Posizione indentazione | $R_s$ (MPa) | HV <sub>300</sub> | HV <sub>300</sub> / $R_s$ |
|------------------------|-------------|-------------------|---------------------------|
| A (metallo base)       | 594         | 256               | 0,43                      |
| 1 (ZTA)                | 607         | 278               | 0,46                      |
| 3 (ZF)                 | 628         | 284               | 0,45                      |
| 5 (ZTA)                | 607         | 289               | 0,48                      |
| 6 (ZF)                 | 662         | 290               | 0,44                      |
| 10 (ZTA)               | 599         | 256               | 0,43                      |
| 12 (ZF)                | 658         | 280               | 0,43                      |

## CONCLUSIONI

Le proprietà meccaniche di un giunto saldato in acciaio UNS S31803 (1.4462), sottoposto a successivo trattamento di solubilizzazione a 1050 °C per 600 s, sono state valutate mediante test di indentazione strumentata FIMEC. I risultati ottenuti indicano che il test FIMEC è uno strumento efficace per studiare giunti saldati in acciai duplex e superduplex a struttura bifasica, così come si è dimostrato in passato per altre tipologie di acciai a struttura monofasica. Infatti a differenza di altre prove meccaniche (trazione, fatica, resilienza) che forniscono valori medi non rappresentativi delle diverse zone interessate dal processo di saldatura, il FIMEC test consente di ottenere dati sperimentali relativi alle singole zone (ZF, ZTA e MB)

e data la sua elevata affidabilità è possibile il suo impiego in alternativa alla prova di trazione.

Inoltre, nonostante il carattere locale della prova, il FIMEC fornisce misure rappresentative del materiale in quanto le impronte sono sufficientemente grandi (diametro di 1 mm) da coinvolgere un numero elevato di grani e non risentire della presenza di una struttura bifasica come invece avviene per le prove di microdurezza.

## Ringraziamenti

Alessandra Varone ringrazia l'Associazione Italiana di Metallurgia per aver finanziato una borsa di studio annuale grazie alla quale è stato svolto questo lavoro.

## Bibliografia

- [1] Solomon HD, Devine TM. Duplex Stainless Steels-A tale of two phases. In Proceedings of the Conference on Duplex Stainless Steels, St. Louis, Missouri, 1982 23-28 October; 693-756.
- [2] Capello E, Chiarello P, Previtali B, Vedani M. Laser welding and surface treatment of a 22Cr-5Ni-3Mo duplex stainless steel. Mater. Sci. Eng. A 2003; 351:334-343.
- [3] Karlsson L, Bengtsson L, Rolander U, Pak S. The kinetics of intermetallic phase formation in duplex stainless weld metals and their influence on mechanical properties. In Proceeding of the Applications of Stainless Steels, Stockholm, Sweden, 1992 9-11 June; 335-344.
- [4] Fargas G, Anglada M, Mateo A. Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex stainless steel. J. Mater. Process. Technol. 2009;209:1770-1782.
- [5] Ahn YS, Kang JP. Effect of aging treatments on microstructure and impact properties of tungsten substituted 2205 duplex stainless steel. Mater. Sci. Technol. 2000;16:382-388.
- [6] Chen TH, Yang JR. Effects of solution treatment and continuous cooling on  $\sigma$ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. Mater. Sci. Eng. A 2001;311:28-41.
- [7] Chen TH, Weng KL, Yang JR. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. Mater. Sci. Eng. A 2002;338:259-270.
- [8] El Koussy MR, El Mahallawi IS, Khalifa W, Al Dawood MM; Bueckins M. Effect of thermal aging on microstructure and mechanical properties of duplex stainless steel weldments. Mater. Sci. Technol. 2004;20:375-381.
- [9] Nowacki J, Rybicki P. The influence of welding heat input on submerged arc welded duplex steel joints imperfections. J. Mater. Proc. Technol. 2005;164:1082-1088.
- [10] Badji R, Bouabdallah M, Bacroix B, Kahloun C, Belkessa B, Maza H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. Mater. Charact. 2008; 59:447-453.
- [11] Chan KW, Tjong SC. Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels. Materials 2014;7:5268-5304.
- [12] Calliari I, Pellizzari M, Zanellato M, Ramous E. The phase stability in Cr-Ni and Cr-Mn duplex stainless steels. J. Mater. Sci. 2011;46:6916-6924.
- [13] Muthupandi V, Bala Srinivasan P, Seshandri SK, Sundaresan S. Materials Science and Engineering A 2003;358:9.
- [14] Bonollo F, Ferro P, Cervo R, Vianello B, Durante M. Caratterizzazione metallurgica e meccanica di giunti saldati in acciaio inox UNS S32750 ottenuti mediante materiale d'apporto innovativo. La metallurgia italiana 2009;55-62.

- [15] Cervo R, Ferro P, Tiziani A, Zucchi F. Annealing temperature effects on superduplex stainless steel UNS S32750 welded joints. II: pitting corrosion resistance evaluation. *Journal of Materials Science* 2010;45:4378–4389.
- [16] Cervo R, Ferro P, Tiziani A, F. Zucchi. Annealing temperature effects on superduplex stainless steel UNS S32750 welded joints. I: microstructure and partitioning of elements. *Journal of Materials Science* 2010;45: 4369–4377.
- [17] Ferro P, Tiziani A, Bonollo F. Influence of Induction and Furnace Postweld Heat Treatment on Corrosion Properties of SAF 2205 (UNS 31803). *Welding Journal* 2008;87:298s-306s
- [18] Gondi P, Donato A, Montanari R, Sili A. A miniaturized test method for the mechanical characterization of structural materials for fusion reactors. *J. Nucl. Mater.* 1996;233:1557–1560.
- [19] Riccardi B, Montanari R. Indentation of metals by flat-ended cylindrical punch. *Materials Science & Engineering A* 2004;381:281-291.
- [20] Angella G, Fava A, Montanari R, Richetta M, Varone A. Flat-Top Cylinder Indenter Examination of Duplex Stainless Steel 2205 after Different Heat Treatments. *Metals* 2017;7:178-191.
- [21] Ferro P. A dissolution kinetics model and its application to duplex stainless steels. *Acta Materialia* 2013; 61:3141-3147.
- [22] Ferro P, Bonollo F. A semi-empirical model for sigma phase precipitation in duplex and superduplex stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A* 2012; 43:1109-1116.
- [23] Ferro P, Fabrizi A, Bonollo F. Non-isothermal dissolution modelling of sigma phase in duplex stainless steels. *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)* 2016; 29(9):859-868.
- [24] Filacchioni G, Montanari R, Tata ME, Pilloni L. Structural and Mechanical Properties of Welded Joints of Reduced Activation Martensitic Steels. *J. of Nuclear Materials* 2002;307-311:1563.
- [25] Montanari R, Filacchioni G, Riccardi B, Tata ME, Costanza G. Characterization of EUROFER 97 TIG-welded joints by FIMEC indentation tests. *J. of Nuclear Materials* 2004;329-333:1529.
- [26] ASTM A928 / A928M - 08a, Standard Specification for Ferritic/Austenitic (Duplex) Stainless Steel Pipe Electric Fusion Welded with Addition of Filler Metal ([www.astm.org/Standards/A928.htm](http://www.astm.org/Standards/A928.htm)).
- [27] Normativa NORSOK MDS D42, <https://www.standard.no/en/webshop/search/?search=NORSOK+MDS+D42>
- [28] Gondi P, Montanari R, Sili A, Foglietta S, Donato A, Filacchioni G. Applicability of the FIMEC indentation test to characterize materials irradiated in the future IFMIF high intensity neutron irradiation source. *Fusion technology* 1996; 1607-1610.

# The FIMEC test to reveal the quality of duplex stainless steel UNS S31803 welded joints

Duplex stainless steels (DSS) are alloys with biphasic structure (austenite and ferrite) widely used in chemical and petrochemical fields thanks to their good mechanical properties and corrosion resistance. During welding, the precipitation of carbides, nitrides and other secondary phases can occur with detrimental effects on their characteristics. In this work the mechanical properties of a UNS S31803 (1.4462) steel welded joint, after solution treatment at 1050°C for 600 s, were analyzed through instrumented indentation test FIMEC. The results show that FIMEC test is able to assess the quality of welded joints and the effects of post-welding heat treatments.

**KEYWORDS:** DUPLEX STAINLESS STEELS, WELDING, FIMEC TEST