

INAIL
Quaderni di ricerca

Analisi delle cause di rottura di materiali metallici: esempi di applicazione

Antonello Alvino, Alessandra Antonini, Corrado Delle Site,
Antonio Di Loreto, Francesco Giacobbe, Daniela Lega, Elisa Pichini,
Maurizio Aldo Pierdominici, Lorian Ricciardi, Andrea Tonti

I *Quaderni di ricerca* dell’Inail sono lo strumento a disposizione dei ricercatori e dei ruoli professionali dell’Istituto per rendere pubblici i risultati più rilevanti delle loro attività; accolgono anche contributi di ricercatori esterni, che partecipano ai progetti dell’Inail.

Gli autori hanno la piena responsabilità delle opinioni espresse nei *Quaderni*, che non vanno intese come posizioni ufficiali dell’Inail.

I *Quaderni* sono disponibili online all’indirizzo www.inail.it.

Comitato di redazione: Paolo Bragatto, Massimo De Felice,
Benedetta Persechino, Patrizio Rossi

Segreteria di redazione: Toni Saracino

INAIL - Piazzale Giulio Pastore, 6 | 00144 Roma

ISBN 978-88-7484-496-8

Stampato presso la Tipografia INAIL – Milano, aprile 2016

Analisi delle cause di rottura di materiali metallici: esempi di applicazione

Antonello Alvino, Alessandra Antonini, Corrado Delle Site, Antonio Di Loreto, Francesco Giacobbe, Daniela Lega, Elisa Pichini, Maurizio Aldo Pierdominici, Lorian Ricciardi, Andrea Tonti

Sommario – In questo quaderno di ricerca vengono presentati i risultati ottenuti da un insieme di studi, condotti presso il Laboratorio V Tecnologie Diagnostiche per la Sicurezza del DIT, volti ad accertare le cause che hanno portato alla rottura improvvisa di parti strutturali di componenti di impianto realizzate in lega metallica. In particolare viene presentata la metodologia delle indagini di laboratorio adottate per compiere tali studi (comunemente noti come *failure analysis*) ed alcuni esempi applicativi. Sono illustrati i principi delle prove tecnologiche utilizzate per la comprensione dei fenomeni relativi alle rotture improvvise e viene fornita una chiave di lettura relativamente agli esiti di tali prove. Sono poi riportati alcuni esempi di particolare interesse, le cosiddette *case histories*, relativi a fenomeni di danneggiamento e/o rottura improvvisa poco noti in letteratura. L'importanza che riveste questa tipologia di indagini per la sicurezza, l'affidabilità e la *performance* di impianti industriali è ben nota e documentata. Un qualsiasi malfunzionamento od anomalia, così come, a maggior ragione, una rottura accidentale, possono mettere gravemente a rischio l'incolumità delle persone. La comprensione del fenomeno e della natura delle cause che lo hanno generato consente di proporre delle soluzioni ed elaborare delle strategie sia a livello di interventi in corso d'opera, sia a livello di prevenzione. Gli studi di *failure analysis* effettuati e presentati in questo quaderno di ricerca consentono di comprendere i fenomeni chimico-fisici legati da alcune tipologie di eventi incidentali e di formulare delle azioni correttive volte ad evitare il ripetersi degli eventi stessi.

Parole chiave: analisi dei guasti, failure analysis, frattura, incidente, danneggiamento, corrosione, tensocorrosione, creep, acciai, saldatura, attrezzature a pressione, impianti.

Gli autori svolgono la propria attività nell'ambito del Dipartimento Innovazioni Tecnologiche e Sicurezza degli Impianti, Prodotti ed Insediamenti Antropici. Questo quaderno fa riferimento ai risultati relativi alla linea di ricerca P23L01 "Analisi e caratterizzazione del danneggiamento di leghe metalliche in condizioni di esercizio particolarmente aggressive per parametri ambientali e di processo" ed ai fogli tecnici elaborati nell'ambito del Consiglio Tecnico Materiali e Collegamenti per Recipienti a Pressione.

Indice degli argomenti

Premessa	7
1 Condurre un'analisi dei guasti	11
1.1 Esame visivo	12
1.2 Spessimetria	13
1.3 Piano di campionamento	13
1.4 Analisi chimiche	14
1.5 Esame macro	19
1.6 Microscopia	21
1.7 Prove meccaniche	27
1.8 Conclusione delle indagini	32
2 Esempi di applicazione	32
2.1 Analisi delle cause di rottura di un bidone saldato adibito al trasporto di ammoniaca	32
2.1.1 Premessa	32
2.1.2 Esame visivo	33
2.1.3 Esame macro	34
2.1.4 Analisi chimica	34
2.1.5 Esame in microscopia ottica	35
2.1.6 Esame in microscopia elettronica	37
2.1.7 Prove meccaniche	39
2.1.8 Conclusioni	41
2.2 Analisi delle cause di rottura di una tubazione in acciaio basso legato API 5L grado B operante in un impianto petrolchimico	42
2.2.1 Premessa	42
2.2.2 Esame visivo e macro	44
2.2.3 Analisi chimica	45
2.2.4 Prove meccaniche	46
2.2.5 Esame microstrutturale	47
2.2.6 Esame delle fratture	50
2.2.7 Conclusioni	53
2.3 Analisi delle cause di rottura di una bombola in acciaio bonificato 34CrMo4 contenente miscela estinguente	54
2.3.1 Premessa	54
2.3.2 Esame visivo e macro	55
2.3.3 Analisi chimica	59
2.3.4 Prove meccaniche	59
2.3.5 Esame microstrutturale	61
2.3.6 Esame delle fratture	62
2.3.7 Microdurezze	66
2.3.8 Conclusioni	67
2.4 Analisi delle cause di danneggiamento di una tubazione in acciaio ASTM A213 grado T11 proveniente da un generatore di vapore a recupero	68
2.4.1 Premessa	68
2.4.2 Esame visivo e macro	69
2.4.3 Piano di campionamento	71
2.4.4 Analisi chimica	71

2.4.5	Esame in microscopia ottica	72
2.4.6	Esame in microscopia elettronica	74
2.4.7	Prove meccaniche	75
2.4.8	Conclusioni	75
Riferimenti bibliografici		77
Glossario		80

Premessa – Fin da quando ha imparato a costruirsi utensili, l'uomo ha dovuto spesso interrogarsi sul come e perché tali manufatti non abbiano a volte funzionato a dovere, imparando dai propri errori e migliorando progressivamente le proprie capacità. Già agli inizi dell'Età del Bronzo gli artigiani verosimilmente osservavano gli oggetti da loro fabbricati che si erano accidentalmente rotti, per cercare di capire su quali procedimenti era vantaggioso insistere e quali invece portavano a manufatti di cattiva qualità [ASM 12-007, Smith-960].

Al giorno d'oggi, di fronte ad una sempre crescente domanda di tecnologie, materiali e componenti avanzati, la nostra società continua a svilupparne di nuovi, ma deve parimenti confrontarsi con problematiche sempre più complesse e articolate in termini di prestazioni, sicurezza ed affidabilità. Quando un componente si guasta, ossia non è più in grado di funzionare secondo le specifiche di progetto, l'attrezzatura di cui fa parte subisce un deterioramento delle prestazioni, che può comportare una riduzione parziale o totale della funzionalità.

Malfunzionamenti, guasti e rotture sono eventi che accadono con una certa frequenza, ma che generalmente non hanno conseguenze gravi. In alcuni casi, tuttavia, l'evento incidentale può causare danni materiali anche ingenti a persone e cose: si pensi ad esempio alla rottura di un componente di un'attrezzatura a pressione, o ad una rottura del carrello di un aeroplano oppure al crollo delle strutture portanti di un ponte.

Lo studio delle cause di rottura di un componente è pertanto un'attività di straordinaria importanza, non solo nei campi della sicurezza, affidabilità e prevenzione, dove gli effetti sono facilmente quantificabili nella riduzione della frequenza e della gravità degli infortuni alle persone, ma anche nel miglioramento delle prestazioni di un componente stesso, da cui derivano evidenti ricadute positive in termini economici. Un caso emblematico è quello delle navi da trasporto classe *Liberty*: questo tipo di cargo, largamente impiegato nella Seconda Guerra Mondiale dagli Alleati, fu soggetto ad un'impressionante serie di incidenti, alcuni dei quali catastrofici (almeno cinque navi si spezzarono letteralmente in due mentre erano in navigazione). Dopo accurate indagini sulle rotture, si scoprì che, a causa dell'elevato numero di navi da costruire in breve tempo e della scarsa formazione del personale addetto ai lavori, il procedimento di saldatura dello scafo veniva eseguito in maniera approssimativa, il che portava ad una forte riduzione delle proprietà meccaniche dell'acciaio, rendendolo estremamente fragile in corrispondenza delle parti saldate. Una volta migliorato il procedimento di saldatura e apportate alcune modifiche progettuali, tali incidenti non si verificarono più e le navi *Liberty* continuarono a solcare i mari fino agli anni '60 ed oltre. La notevole mole di informazioni ricavata durante queste indagini portò peraltro alla nascita ed allo sviluppo di quella disciplina ingegneristica che va sotto il nome di Meccanica della Frattura [ASM 11-002, Wulpi-008].

L'insieme delle attività di raccolta ed analisi dei dati condotte per determinare le cause fisiche di un guasto e per impedirne la ricorrenza viene generalmente individuato e definito come analisi dei guasti, *failure analysis* nella terminologia anglosassone.

Un'analisi di questo tipo permette di individuare quale problema, di natura fisica o meccanica, si sia verificato in un componente e perché tale anomalia abbia portato ad un malfunzionamento o (nei casi più estremi) ad un incidente.

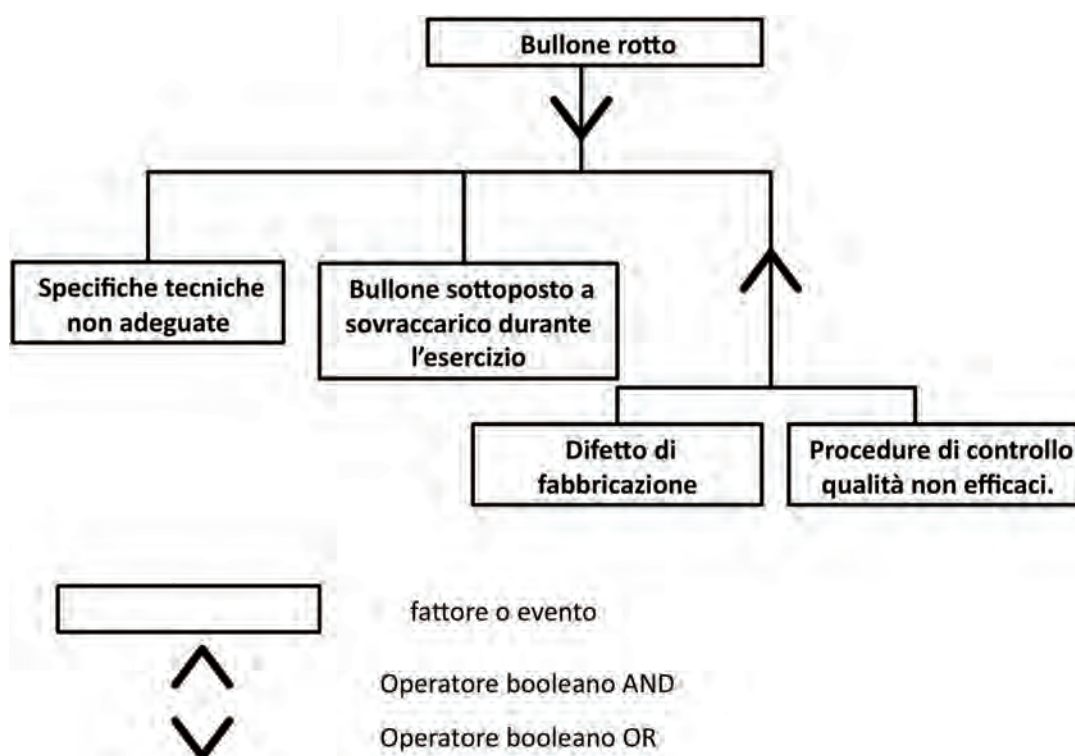
L'analisi dei guasti si configura pertanto come una disciplina volta ad accertare le cause fisiche all'origine di una rottura accidentale (errata progettazione, difetti nel materiale, errori di produzione o di installazione, fenomeni di danneggiamento insorti nel corso dell'esercizio etc.) e costituisce una branca di una materia più vasta, la *root-cause analysis* (RCA). Mediante quest'ultima vengono

esaminati ed analizzati nel complesso anche tutti i fattori di natura non fisica che possono aver contribuito alla rottura accidentale, quali per esempio l'errore umano, procedure non adeguate, organizzazione non sufficiente etc. [ASM 11-002.]

La disciplina RCA si avvale essenzialmente di metodi grafici volti a rielaborare in uno schema logico le diverse informazioni.

Il criterio dell'albero dei guasti è uno di essi: si tratta di un metodo grafico-deduttivo nel quale viene identificato l'evento primario relativo alla rottura accidentale e vengono altresì definiti tutti i percorsi credibili che possono averlo generato. Un esempio di questa tipologia di analisi è riportato nella figura 1.

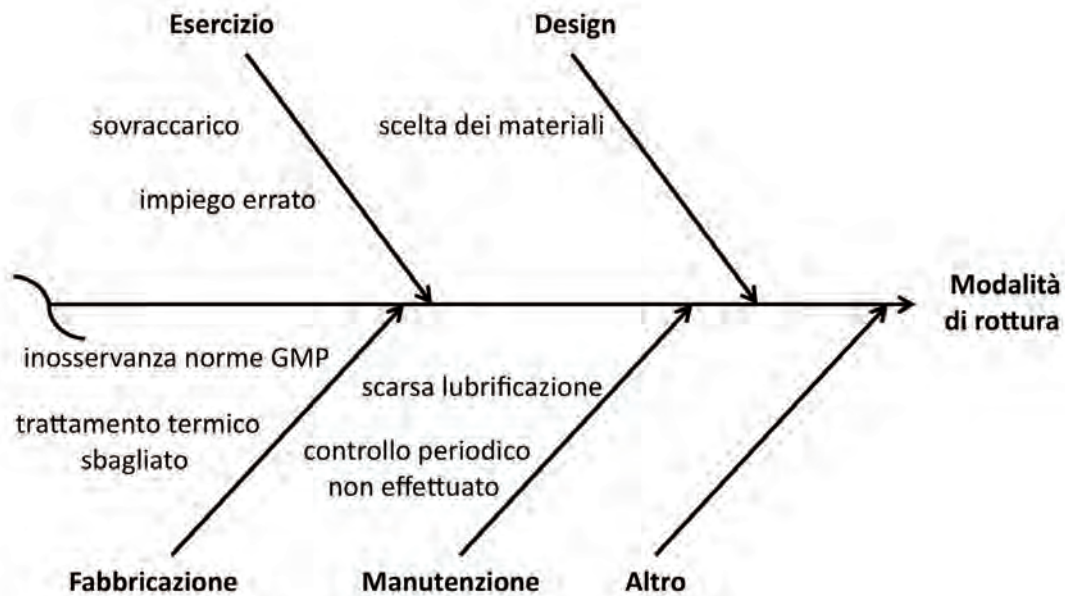
Figura 1. Esempio di albero dei guasti. L'evento primario in questo caso è la rottura di un bullone



Un altro metodo di indagine RCA è costituito da un'analisi causa-effetto con un grafico a lisca di pesce [ASM 11-002].

Un esempio di quest'ultima tipologia di analisi è riportato nella figura 2: anche in questo caso vengono definiti tutti i percorsi ed i fattori che possono aver determinato la rottura accidentale:

Figura 2. Esempio di analisi causa-effetto mediante grafico a lisca di pesce

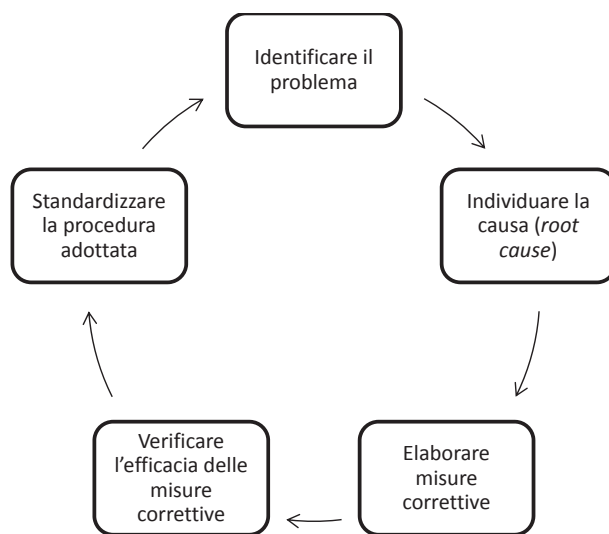


Gli obiettivi di un'analisi dei guasti possono essere riassunti in due tipologie:

- tecnico, quando l'indagine viene condotta al fine di migliorare le prestazioni o l'affidabilità di un materiale/componente in fase di sviluppo oppure per capire se un determinato procedimento (metallurgico, meccanico o di altra natura) possa essere applicato con successo al target di interesse. Solitamente un'analisi di questo tipo è prerogativa dei settori Ricerca e Sviluppo delle aziende.
- forense, quando è necessario accertare eventuali responsabilità, colpose o dolose, riguardo ad un evento incidentale. In questo caso l'analisi dei guasti può essere richiesta da una delle parti in causa, oppure dalla stessa Autorità Giudiziaria, con l'obiettivo di stabilire con la massima chiarezza possibile la dinamica dell'evento e le cause che hanno portato al guasto.

Le soluzioni per migliorare le caratteristiche tecniche legate alla sicurezza ed affidabilità non possono essere sviluppate senza prima aver identificato le cause dei malfunzionamenti. Questo obiettivo tecnico può essere realizzato mediante un'analisi dei guasti con il metodo del *problem solving* [ASM 11-002], di cui una rappresentazione grafica è mostrata in figura 3.

L'obiettivo forense invece viene realizzato mediante una tecnica di indagine RCA: l'accertamento delle responsabilità implica infatti l'analisi di tutti i fattori che possono aver contribuito alla rottura accidentale, anche quelli umani, organizzativi, procedurali, legislativi etc. che in taluni casi possono presentarsi in concomitanza e operare sinergicamente. Le aree di responsabilità sono numerose e generalmente afferiscono a più organizzazioni, dato che spaziano dalla progettazione, alla fabbricazione, alla messa in servizio, alla manutenzione e all'ispezione. L'obiettivo finale consiste nell'individuare delle soluzioni volte a prevenire il ripetersi della rottura accidentale, elaborando e raccomandando eventualmente misure correttive, facendo tesoro dell'esperienza. Tali soluzioni saranno perciò realmente efficaci soltanto se saranno state individuate effettivamente tutte le cause [Brown-007].

Figura 3. Rappresentazione grafica del metodo del *problem solving*

Nell'ambito del settore Ricerca dell'Inail, più in particolare presso il Dipartimento Innovazione Tecnologica e Sicurezza degli Impianti ed Insediamenti Antropici, vengono svolte numerose attività di studio e controllo in merito alla sicurezza ed affidabilità di materiali e componenti, in particolar modo se operanti sotto pressione o in condizioni ambientali severe.

Le analisi dei guasti e le informazioni che ne derivano costituiscono una grande opportunità per incrementare la conoscenza nell'ambito della sicurezza industriale delle attrezzature a pressione migliorando ed indirizzando le procedure di gestione del rischio e manutenzione. In riferimento a ciò Inail si è impegnato sia nello studio delle rotture accidentali che nella raccolta dei dati disponibili sul territorio nazionale. L'intento è quello di diffondere e condividere le conoscenze sulla frequenza e le modalità delle rotture per meglio indirizzare la gestione delle attrezzature dal punto di vista della sicurezza. Sulla base delle conoscenze acquisite vengono suggerite modalità di fabbricazione, ispezione e riparazione.

In particolare i dati relativi alla frequenza delle rotture (FR) ed alla modalità delle rotture (FM) sono di importanza fondamentale per la pianificazione delle verifiche periodiche secondo la *Risk Based Inspection* (RBI). Per estrarre conoscenze da sorgenti eterogenee le informazioni disponibili sul territorio nazionale relativamente alle rotture accidentali sono state organizzate in un *data base* ontologico. Per esempio sulla base di una indagine svolta su un campione di impianti termici quali generatori di vapore, scambiatori di calore ed autoclavi per la sterilizzazione è emerso che le rotture più frequenti sono determinate da una carenza nel trattamento delle acque di processo. Il controllo periodico della qualità delle acque di processo è quindi un parametro per il quale viene suggerita una maggiore attenzione [Bragatto-014, Bragatto-013, Barassi-014].

Molti dei progetti di ricerca sviluppati presso Inail hanno come tema principale lo studio delle cause fisiche delle rotture accidentali di componenti di impianto a seguito di fenomeni di danneggiamento quali lo scorrimento viscoso, la corrosione sotto sforzo, la corrosione ad alte temperature o l'infragilimento da idrogeno.

Questi studi consentono di mettere in luce meccanismi di danneggiamento non sempre noti. Infatti generalmente i materiali costituenti componenti di impianto vengono provati in laboratorio

in condizioni simulate e controllate secondo protocolli specifici. Tuttavia spesso queste prove non sono sufficienti a prevenire e prevedere fino in fondo cosa succede nel corso dell'esercizio dove le variabili in gioco sono più numerose [Cibaldi-990].

Inoltre alcuni processi di fabbricazione risultano comunque critici: le saldature ad esempio costituiscono un aspetto inevitabile ma sempre molto sfavorevole dal punto di vista della sicurezza ed affidabilità. La saldatura infatti introduce nel materiale tutta una serie di criticità, quali per esempio cambiamenti nella microstruttura e nelle proprietà meccaniche, tensioni residue o difetti. In questo contesto, una mancata esecuzione delle corrette procedure di saldatura, in relazione alla scelta del materiale, del *design* o delle condizioni di servizio, è un'eventualità che può verificarsi [ASM-997] e che può originare le condizioni per il verificarsi di un evento incidentale.

Le indagini sul meccanismo fisico che ha determinato un danneggiamento del componente, compromettendone la funzionalità, sono pertanto estremamente importanti e sono parte integrante dell'attività di ricerca dell'Inail.

In questo filone di attività confluiscono le analisi dei guasti svolte presso le strutture del Laboratorio V Tecnologie Diagnostiche per la Sicurezza. Retaggio delle attività dell'Ancc prima e dell'Ispesl poi, queste indagini vengono svolte su incarico di autorità giudiziarie (Procure della Repubblica), governative (Commissioni Parlamentari) o dietro richiesta di privati (Aziende, Associazioni di categoria). In ottemperanza alla funzione dell'Inail, l'obiettivo di questo tipo di ricerca non è limitato all'individuazione della mera causa dell'incidente, ma punta anche all'accrescimento ed alla diffusione delle conoscenze sui fenomeni che lo hanno provocato. Una volta terminate le indagini, infatti, i risultati ottenuti vengono opportunamente emendati dei dati sensibili (in ottemperanza alle esigenze di riservatezza delle parti in causa) per poi essere pubblicati su riviste di settore o presentati in occasione di convegni a tema.

In questo lavoro viene illustrato l'approccio investigativo all'analisi dei guasti tenuto dal laboratorio Tecnologie Diagnostiche per la Sicurezza.

Le metodologie d'esame impiegate nell'analisi dei meccanismi di frattura e delle cause degli eventi incidentali sono riportate assieme ad alcuni esempi di indagini svolte.

1 Condurre un'analisi dei guasti

L'analisi dei guasti è un processo di indagine critico e complesso, volto a determinare le cause chimico-fisiche delle rotture incidentali. L'approccio è interdisciplinare e generalmente vengono utilizzate tecniche diverse per effettuare un'ampia varietà di osservazioni e indagini di laboratorio.

Le cause di rottura di un componente possono essere molteplici [ASM 11-002]:

- errori di progettazione;
- difetti / mancanze di conformità presenti nel materiale;
- errori / mancanze di conformità legate all'installazione (trattamenti termici, saldature etc.);
- danneggiamenti legati all'esercizio;
- anomalie nelle condizioni di esercizio.

Per condurre uno studio di analisi dei guasti è necessario raccogliere e prelevare tutte le parti del

componente rotto, compresi i frammenti e, ove possibile, i fluidi di processo. La posizione dei singoli reperti sulla scena dell'incidente deve essere indicata e documentata fotograficamente. Inoltre è necessario raccogliere tutte le informazioni relative alle condizioni di esercizio prima e durante l'evento incidentale.

I reperti vanno prelevati usando guanti di protezione, in quanto le superfici devono essere libere da impronte o contaminazioni, e custoditi in involucri di polietilene. È fondamentale dedicare un'attenzione particolare alla protezione delle superfici di frattura. Tali reperti, una volta giunti in laboratorio, devono essere catalogati ed opportunamente custoditi. È necessario inoltre prelevare un campione di un componente integro, in tutto e per tutto identico a quello oggetto di studio, (lotto di fabbricazione, vita in servizio, condizioni di esercizio) da utilizzarsi come confronto per gli esami di laboratorio [ASM 11-002, Wulpi-008, Cibaldi-990, ASM-997].

Un processo di analisi dei guasti implica necessariamente l'esecuzione delle seguenti prove di laboratorio:

- esame visivo e macro;
- analisi chimiche;
- esame frattografico;
- analisi metallografiche;
- prove meccaniche e tecnologiche.

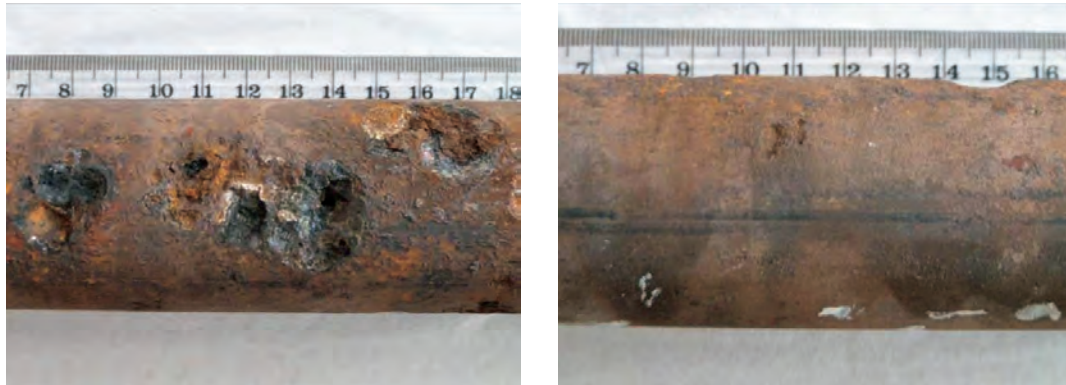
Inoltre, per completare il procedimento di analisi dei guasti, possono essere effettuati studi di *stress analysis*, (disciplina mediante la quale viene determinato il livello di stress del componente derivante da carichi esterni, gradienti termici, accelerazioni etc.) e studi FEA (*Finite Element Analysis*), metodologia utile a determinare eventuali concentrazioni di stress localizzate.

Nei paragrafi successivi sono esposti in sequenza i vari esami cui viene sottoposto il componente da studiare nell'ambito di un procedimento di analisi dei guasti.

1.1 Esame visivo

L'esame visivo rappresenta generalmente la prima fase di un'indagine di analisi dei guasti e va eseguito prima di ogni altra operazione sui reperti (prelievo di saggi e/o preparazione di provini), in modo tale che questi ultimi possano essere osservati nella loro interezza. Viene condotto ad occhio nudo o con l'ausilio di una lente di ingrandimento. Le informazioni che possono essere desunte dall'esame visivo riguardano sia le caratteristiche delle fratture sia alcune forme di danneggiamento. Un caso tipico da portare ad esempio è quello dell'esame di un tubo in acciaio basso legato, che ha subito un danneggiamento per vaiolatura [Lega-012]: i crateri di corrosione (come si evince dalla figura 4) sono riconoscibili già all'esame visivo.

Figura 4. Alcune fotografie scattate in occasione dell'esame visivo di un tubo in acciaio basso legato affetto da corrosione localizzata



Un altro caso d'interesse è costituito dall'analisi della rottura di una bombola in acciaio bonificato, che ha subito un danneggiamento da tensocorrosione [Alvino-011, Alvino-014]: l'esame visivo della frattura ha evidenziato (figura 5) la presenza di un doppio strato riconducibile ad un attacco ambientale.

Figura 5. Alcune fotografie scattate in occasione dell'esame visivo di una bombola che ha subito una rottura per tensocorrosione: si noti il doppio strato lungo la linea di frattura



1.2 Spessimetria

All'esame visivo viene affiancato un rilievo degli spessori (molto utile nel caso di componenti fratturate) per individuare eventuali mancanze di conformità o riduzioni degli stessi e quindi potenziali anomalie su cui indagare. Durante l'esame di una frattura, l'analisi degli spessori è uno strumento assai utile per individuare il carattere della stessa: una frattura fragile, oppure violenta ed improvvisa, mostra una riduzione pressoché nulla, mentre una frattura duttile presenta un certo grado di assottigliamento del materiale.

1.3 Piano di campionamento

Le indagini che seguono l'esame visivo richiedono spesso un'opportuna preparazione del cam-

pione da analizzare: osservazioni in microscopia ottica ed elettronica, analisi chimiche e prove meccaniche e tecnologiche sono abitualmente condotte su porzioni di materiale di forma e dimensioni contenute e prestabilite da norme o standard. Per questo motivo è necessario prelevare adeguate porzioni di materiale dal componente o dal reperto in studio seguendo un opportuno piano di campionamento. Un adeguato numero di saggi serve per realizzare campioni per analisi chimiche e prove meccaniche/tecnologiche. Per queste ultime, in particolare, il materiale dovrà essere prelevato quanto più lontano possibile dalle fratture, di modo che non sia presente una deformazione plastica residua che possa influenzare l'esito della prova. Le osservazioni in microscopia invece dovranno riguardare sia la microstruttura del materiale presente nel *bulk*, sia la microstruttura del materiale presente a ridosso della frattura, pertanto il prelievo di saggi per queste analisi riguarderà sia le zone non interessate dalla frattura, sia quelle a ridosso della stessa, sia infine porzioni significative proprio delle superfici di frattura. Un adeguato piano di campionamento dovrà essere elaborato anche per l'eventuale componente di riferimento a disposizione.

1.4 Analisi chimiche

Nell'ambito di un'analisi dei guasti si hanno due tipologie di analisi chimica [ASM 11-002]:

- Analisi chimica del materiale, effettuata per valutare la rispondenza del materiale agli standard tecnici di riferimento.
- Analisi microchimica, effettuata per valutare l'eventuale presenza di contaminazioni, la composizione delle seconde fasi e stabilire la presenza di prodotti di corrosione o di altre reazioni avvenute a carico del materiale.

Analisi chimica del materiale — Si avvale di metodi di tipo strumentale, la cui accuratezza dipende strettamente dalla calibrazione dell'apparecchiatura usata, che infatti viene effettuata con materiali di riferimento certificati di composizione quanto più possibile simile a quella del campione oggetto dell'analisi.

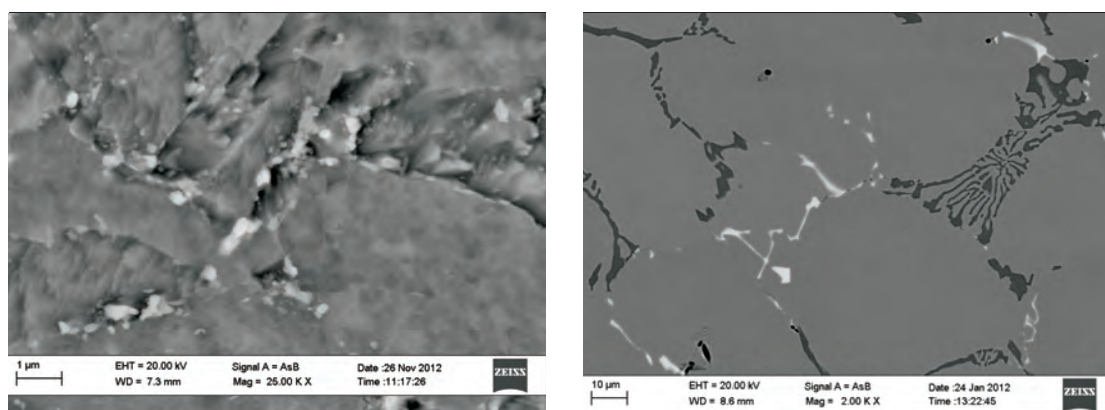
Un metodo di analisi accurato, semplice e veloce è costituito dall'OES (Spettroscopia ad Emissione Ottica, *Optical Emission Spectroscopy*). Un campione solido di superficie planare viene atomizzato ed eccitato da una scarica elettrica ad alta energia; le linee spettrali emesse sono rilevate da un apposito rivelatore, solitamente un rivelatore allo stato solido o un tubo fotomoltiplicatore. Gli spettri atomici emessi dal campione vengono utilizzati per effettuare la sua analisi quantitativa elementare.

Un altro metodo semplice ed accurato è costituito dall'analisi per combustione: in questo tipo di esame, un'aliquota pesata del materiale da analizzare viene inserita in un crogiolo per essere portata all'interno di una camera di combustione contenente una atmosfera ricca di O_2 . I gas di combustione (CO_x , SO_x) sono rivelati da opportuni rivelatori consentendo così di determinare il contenuto in C e S della lega. Analizzatori simili esistono anche per la determinazione quantitativa di elementi leggeri come O, N ed H: in questo caso si tratta di analizzatori a fusione in atmosfera di gas inerte, in cui il campione solido viene liquefatto, liberando gli elementi oggetto di indagine che poi vengono rilevati e quantificati da un opportuno analizzatore.

Analisi microchimica — L'analisi microchimica si basa invece sull'acquisizione di un'immagine

al microscopio elettronico a scansione (SEM) con elettroni retrodiffusi BSE (*Back Scattered Electrons*). Tali elettroni derivano dalle interazioni tra il fascio di elettroni primario e il nucleo degli atomi e contengono informazioni sul numero atomico medio della zona di provenienza. Le zone contenenti atomi più pesanti appaiono più brillanti. L'immagine BSE rappresenta un metodo veloce ed economico per avere un'idea della numerosità delle fasi presenti all'interno di un campione. Esempi di immagini BSE sono riportate nella figura 6. L'immagine 6a è ottenuta da un acciaio martensitico ad alto Cr (ASTM A 213 grado 91): le particelle più brillanti sono fasi di Laves (Fe_2Mo) e si distinguono dai carburi di Cr del tipo M_{23}C_6 . L'immagine 6b rappresenta invece un acciaio ASTM A 297 grado HP (acciaio austenitico ad elevato tenore di Ni e Cr): le fasi più brillanti sono costituite da carburi di Nb e Ti, mentre quelle più scure da carburi di Cr. [Antonini-014, Alvino_2-014]

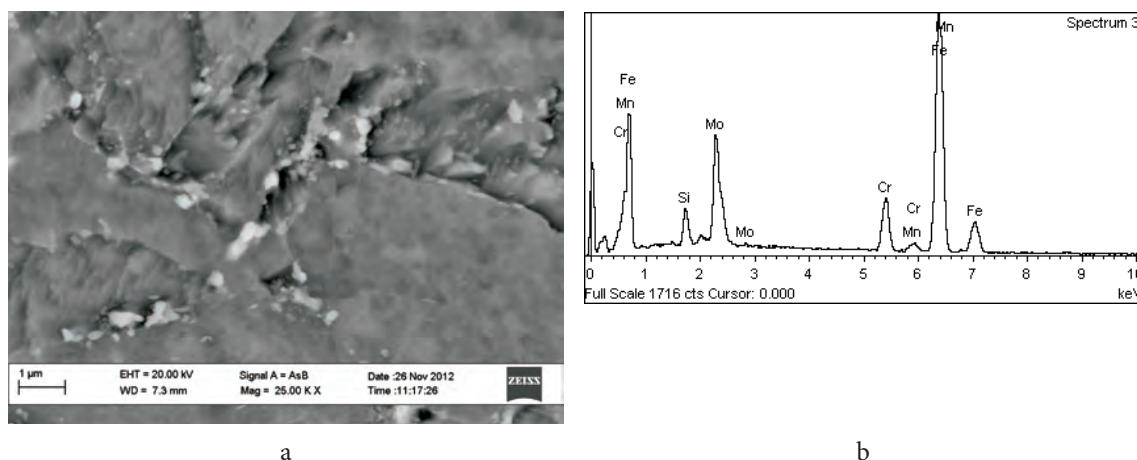
Figura 6. Esempi di immagini BSE: a) acciaio martensitico gr.91; b) acciaio austenitico HP



Un'immagine SEM (non necessariamente ottenuta con elettroni BSE) può inoltre essere accompagnata da un'analisi EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*), a volte chiamata anche EDX (*Energy Dispersive X-ray spectroscopy*) con la quale vengono determinati gli elementi presenti in ogni singola fase. L'interazione tra il campione ed il fascio di elettroni determina anche l'emissione di fotoni X rilevabili da un opportuno rivelatore. Gli elementi vengono riconosciuti in relazione ai livelli di energia associati ai fotoni X emessi. L'analisi EDS va considerata come un metodo semiquantitativo, anche in riferimento a calibrazioni molto accurate. Una delle principali ragioni di ciò è che gli elementi più leggeri sono difficilmente rilevabili. Per una analisi EDS semiquantitativa il campione da analizzare deve essere perfettamente planare, per evitare variazioni nella forma e nel volume della porzione di materiale eccitata dal fascio che andrebbero a compromettere l'accuratezza della misura.

Un esempio di riconoscimento di fasi mediante analisi EDS è riportato in figura 7: nell'immagine BSE di un acciaio ASTM A 213 grado 91, le fasi più brillanti sono ricche di Mo e quindi identificabili come fasi di Laves (Fe_2Mo) [Antonini-014].

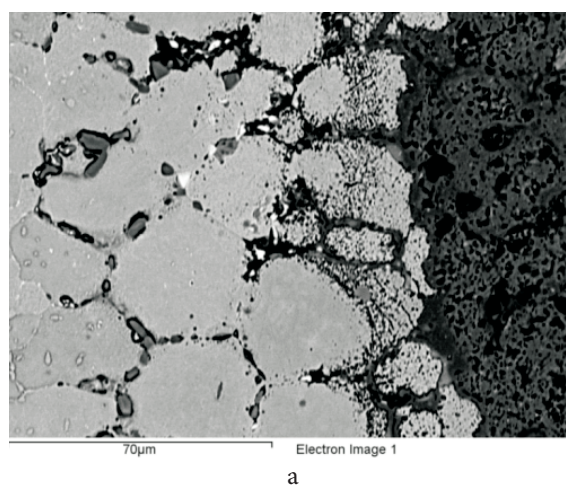
Figura 7. a) immagine BSE di un acciaio martensitico ASTM A 213 gr.91; b) spettro EDS delle fasi più brillanti



Un altro esempio di analisi con microsonda EDX è costituito dalla mappa di distribuzione degli elementi sulla superficie interna di una tubazione di un acciaio martensitico ad alto Cr gr. T9 affetta da corrosione. La mappa ottenuta (figura 8) mette in luce la distribuzione dello S e quindi consente di identificare il fenomeno corrosivo come una corrosione da solfuri [Alvino-013].

Una mappa EDX della distribuzione degli elementi in un acciaio ASTM A 335 grado 22, facente parte di un collettore SH2 esercito per 110.000 ore alla temperatura di 540°C, evidenzia invece (figura 9) la presenza nella matrice di carburi ricchi di Mo (M_6C). La presenza di tali carburi viene considerata da molti autori come un chiaro indice di degrado microstrutturale dovuto al prolungato servizio.

Figura 8. Mappature EDX di alcuni elementi significativi presenti sulla superficie interna di un acciaio T9 interessato da corrosione. (a) micrografia SEM; (b) distribuzione di O; (c) distribuzione di Fe; (d) distribuzione di Cr; (e) distribuzione di S. Più intensa è la colorazione, maggiore è la concentrazione dell'elemento



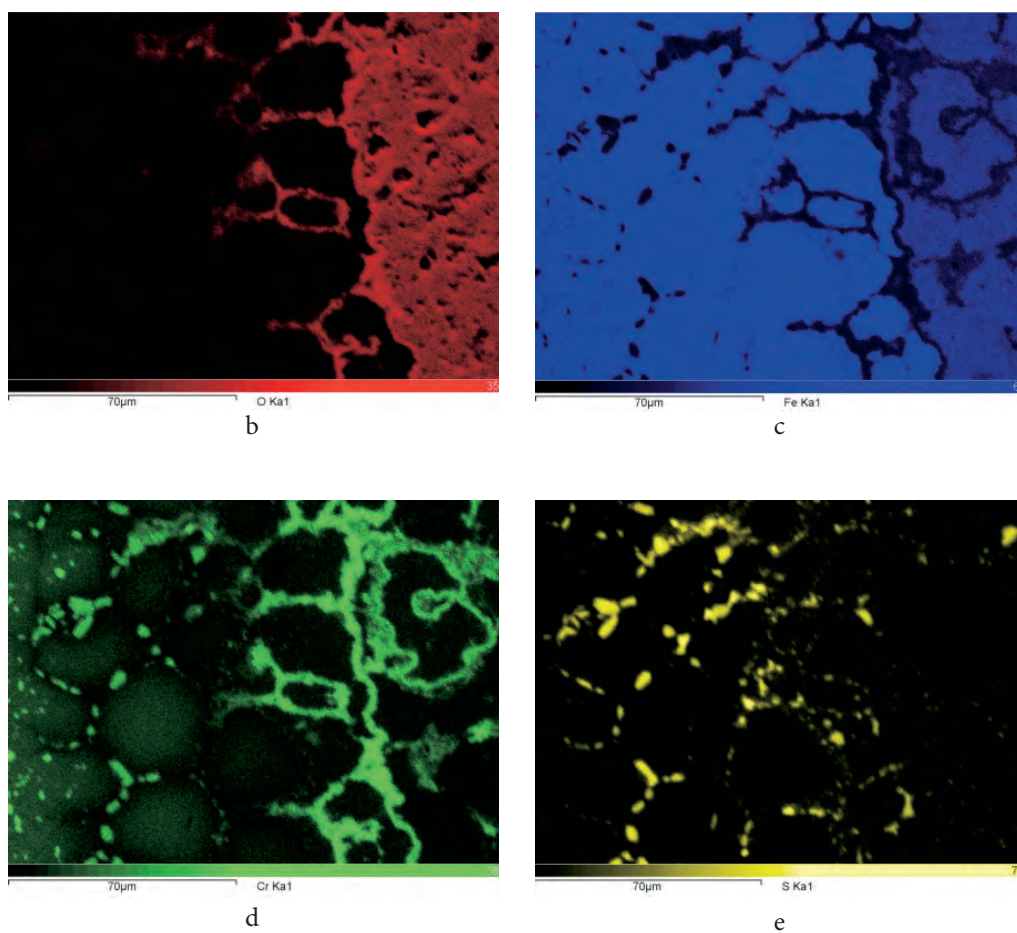
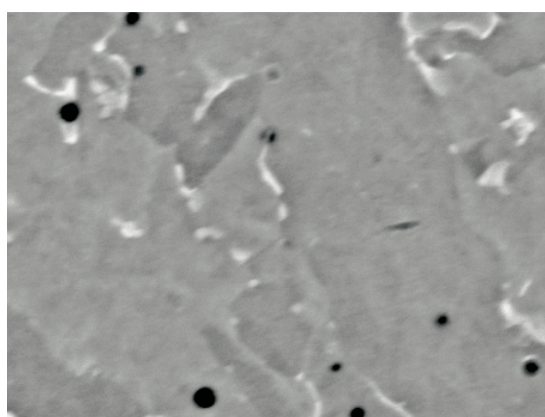
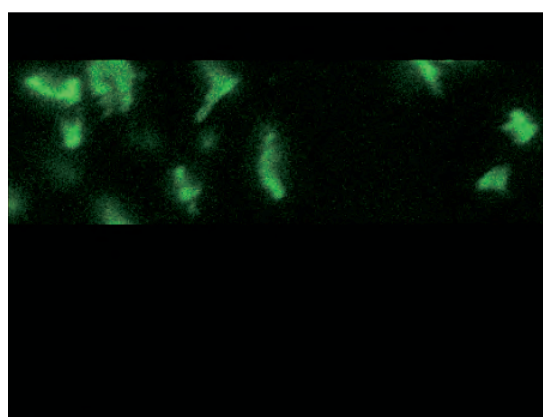


Figura 9. Mappa EDX della distribuzione degli elementi in un acciaio ASTM A335 gr. 22 esercito per 110.000 ore alla temperatura di 540°C. (a) micrografia SEM; (b) distribuzione di Mo; (c) distribuzione di C; (d) distribuzione di Fe. Più intensa è la colorazione, maggiore è la concentrazione dell'elemento



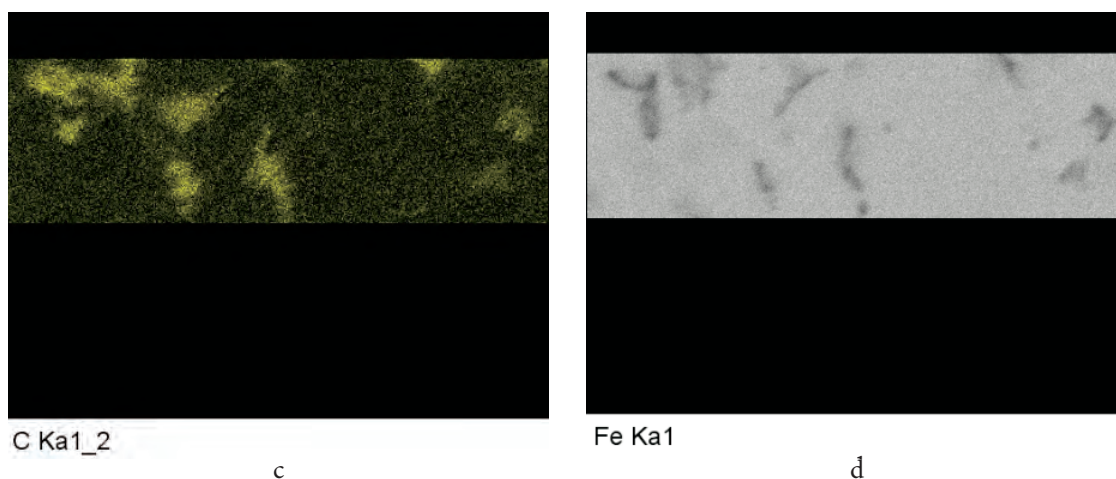
Electron Image 1

a



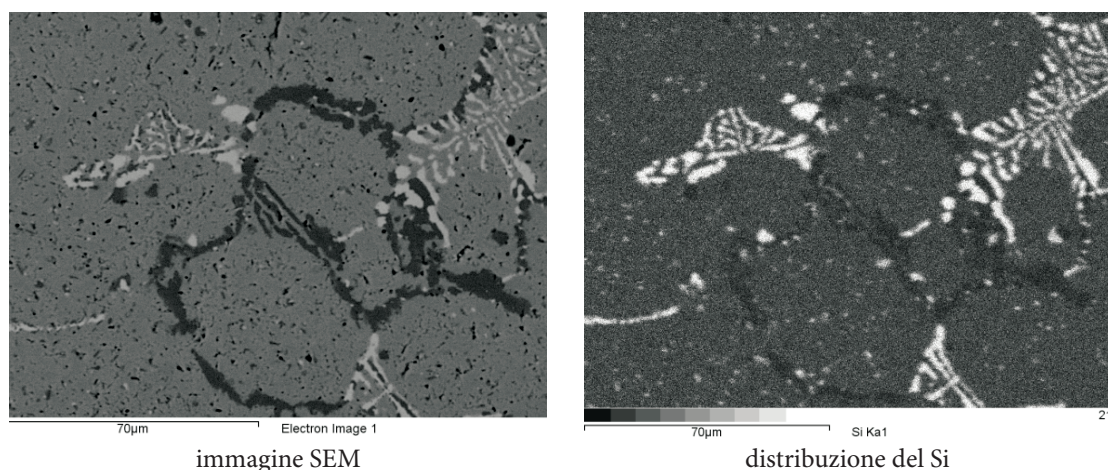
Mo La1

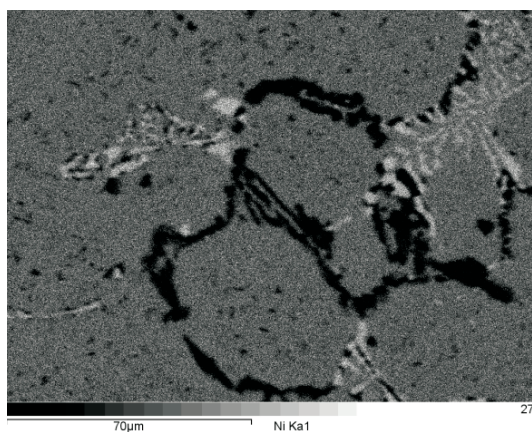
b



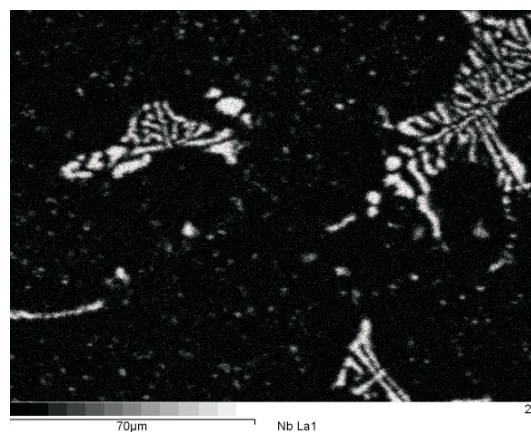
Un altro esempio di evoluzione microstrutturale caratterizzata con l'esame EDX è rappresentato in figura 10: un tubo in acciaio austenitico ASTM A297 grado HP presenta una particolare distribuzione di alcuni elementi di lega nelle seconde fasi che attesta il lungo periodo di esercizio (circa 90000 ore) ad elevata temperatura ($\approx 900^{\circ}\text{C}$): nel dettaglio, gli originari carburi di niobio si sono accresciuti nelle dimensioni e si sono trasformati in particelle di G-phase, un intermetallico a base di nichel, niobio e silicio; anche i carburi di cromo inizialmente presenti nella matrice sono cresciuti in dimensioni, arricchendosi inoltre di altri elementi metallici; altri carburi secondari sono infine comparsi all'interno della matrice austenitica [Alvino_2-014].

Figura 10. Mappa EDX degli elementi di un campione di acciaio ASTM A297 grado HP proveniente da tubazione esercitata per oltre 90000 ore. Le intensità seguono una scala di grigi: nero = non presente; bianco = massima concentrazione relativa

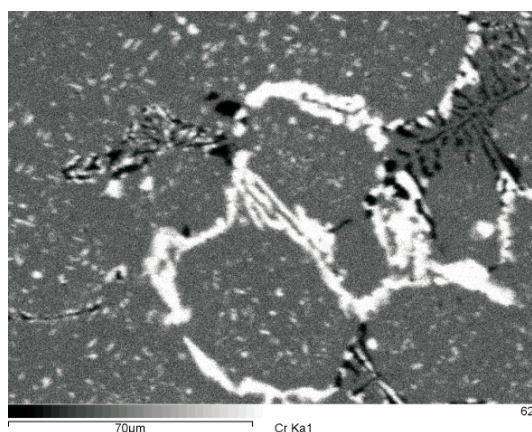




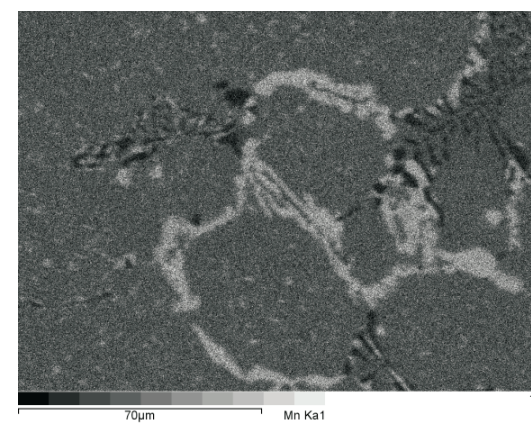
distribuzione del Ni



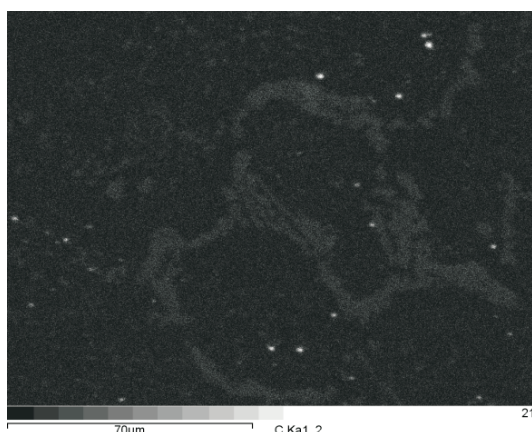
distribuzione del Nb



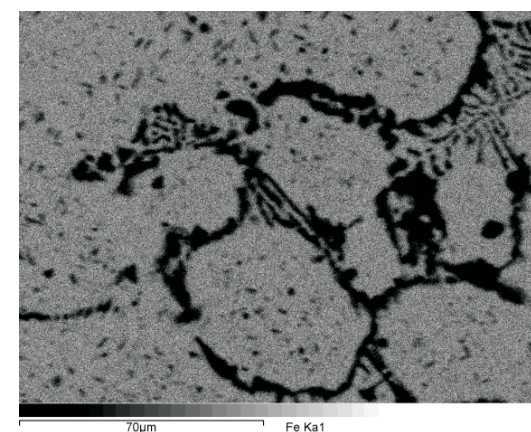
distribuzione del Cr



distribuzione del Mn



distribuzione del C



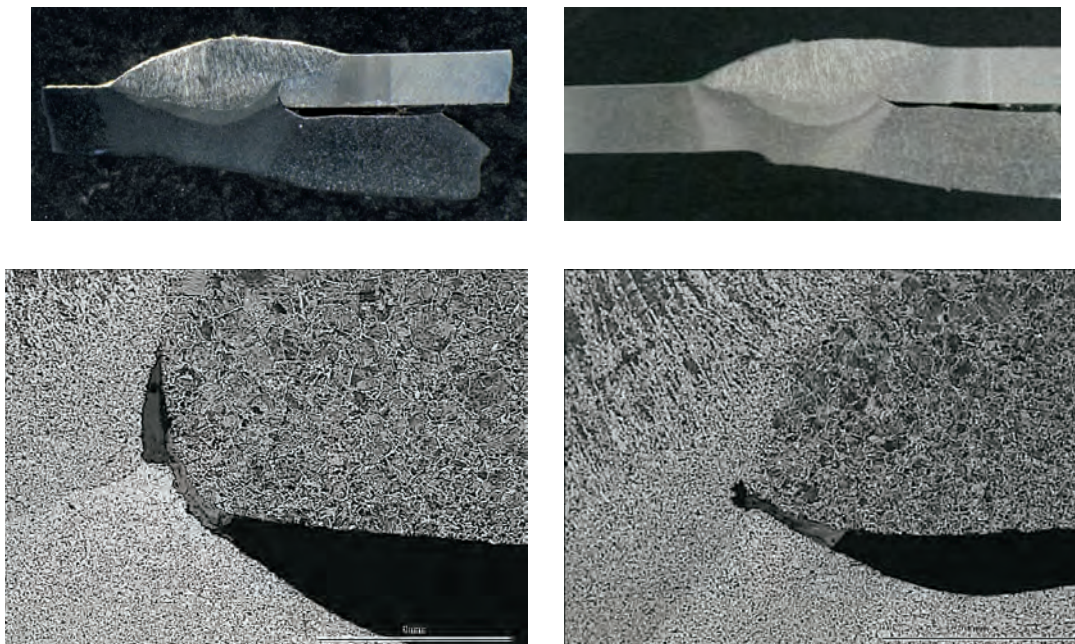
distribuzione del Fe

1.5 Esame macro

Un esame macro è un'indagine effettuata a bassi ingrandimenti ($\leq 10\times$), con l'ausilio di una lente di ingrandimento o di uno stereomicroscopio, allo scopo di individuare l'eventuale presenza di difettosità in un materiale, come pure di determinare le caratteristiche di una superficie di frattura. A titolo di esempio viene riportato in figura 11 l'esame macro della sezione di una saldatura mantello-calotta di un bidone adibito al trasporto di gas liquefatti: si nota un'evidente mancanza di

penetrazione, caratterizzata dalla presenza di una fessurazione in corrispondenza della zona fusa al vertice della discontinuità tra il fasciame e la parte risbordata, attestante un'esecuzione della saldatura non a regola d'arte.

Figura 11. Esame macro di una saldatura non eseguita a regola d'arte

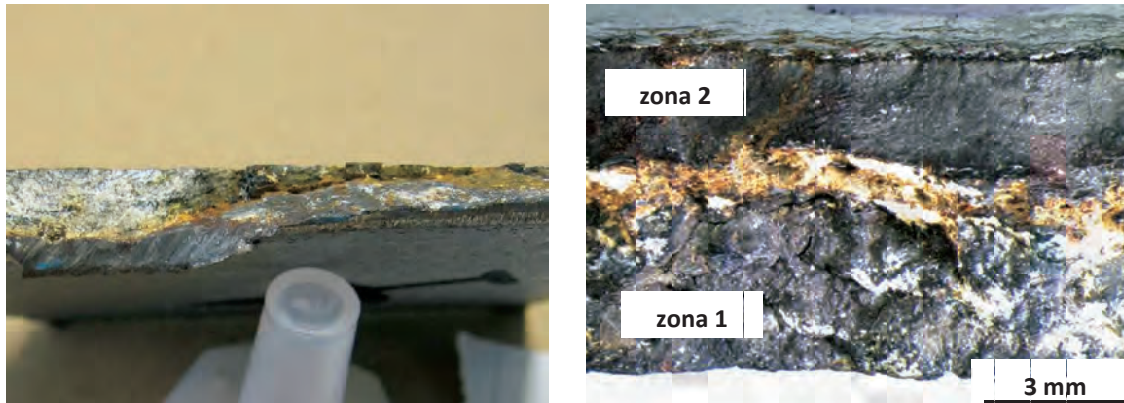


Nel caso di una superficie di frattura si possono invece ricavare valide informazioni sulla natura della stessa ed è inoltre possibile raccogliere importanti indicazioni sulla tipologia di danno che ha interessato il materiale. Ad esempio l'esame macro della superficie di frattura longitudinale di una bombola in acciaio bonificato ha evidenziato (figura 12) la presenza di due zone a carattere distinto nello spessore.

La prima zona in prossimità della superficie interna, a 90° rispetto alla sollecitazione principale e priva di deformazioni evidenti, presenta un aspetto opaco e delle zonature con la concavità rivolta verso l'interno. La seconda zona invece a 45° rispetto alla sollecitazione principale applicata presenta un aspetto metallico e brillante.

La presenza di un doppio strato sulla superficie di frattura è tipico delle rotture per tensocorrosione. Il primo strato di colore scuro e privo di evidenti deformazioni corrisponde alla propagazione lenta e stabile della rottura per tensocorrosione. In tale strato sono presenti delle zonature con la concavità rivolta verso l'origine: tali zonature non sono linee di arresto, tipiche delle rotture per fatica, ma sono dovute all'attacco ambientale sulle superfici progressivamente scoperte dalla cricca di propagazione. La seconda zona invece corrisponde alla rottura rapida di schianto che si produce quando la sezione utile non è più adatta a sopportare il carico applicato [Alvino-011, Alvino-014].

Figura 12. Analisi macro delle superfici di frattura. Macrografie di campioni di acciaio bonificato 34CrMo4 prelevati da una bombola esplosa



1.6 Microscopia

Le osservazioni al microscopio rivestono un ruolo prioritario nelle indagini di analisi dei guasti. Solitamente comprendono un esame con il microscopio ottico (LOM), cui generalmente si affianca un'osservazione più approfondita con un microscopio elettronico a scansione (SEM).

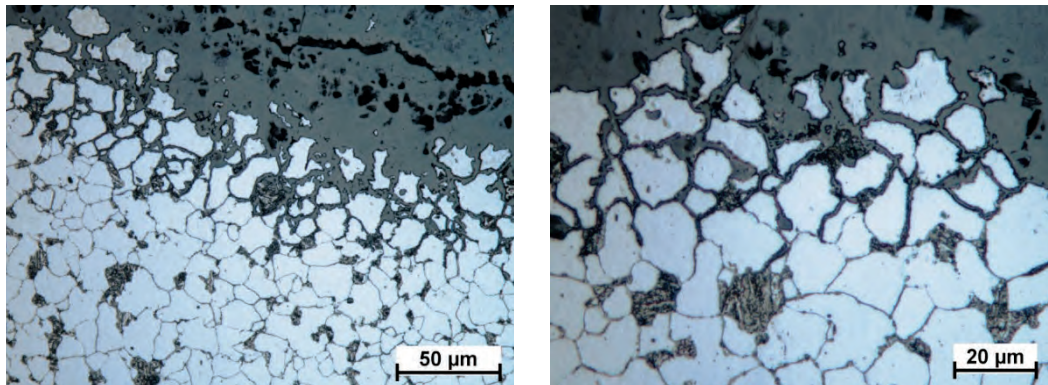
Microscopia ottica — In linea generale la microscopia ottica viene utilizzata per valutare la natura della microstruttura e la sua influenza sul meccanismo di rottura [ASM 11-002]. Il ruolo del microscopio ottico è pertanto molteplice:

- Individuare le eventuali anomalie presenti nella microstruttura dovute al processo di fabbricazione o alle condizioni di servizio.
- Individuare la presenza di fenomeni di danneggiamento del materiale (corrosione, carburizzazione, scorrimento viscoso o quant'altro).
- Individuare l'eventuale relazione fra microstruttura e percorso della cricca o della superficie di frattura (rotture intergranulari o transgranulari).

Vengono di seguito riportati alcuni esempi che mostrano il ruolo della microscopia ottica in un'indagine di analisi dei guasti.

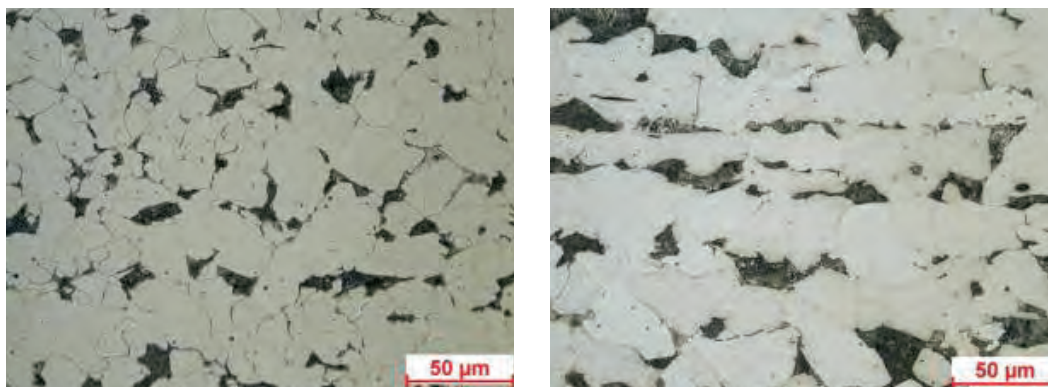
L'esame al microscopio ottico di un campione proveniente da una tubazione in acciaio ASTM A213 gr. T11 evidenzia chiaramente la presenza di fenomeni di corrosione per vaiolatura. [Lega-012, Lega-015] Le micrografie ottenute a ridosso dei crateri mostrano come i processi di ossidazione e corrosione procedono a partire dai bordi di grano (figura 13).

Figura 13. Analisi della corrosione per vaiolatura di una tubazione in acciaio ASTM A213 gr. T11 facente parte di una caldaia a recupero. a) e b) particolari, a differenti ingrandimenti, di un cratere di vaiolatura



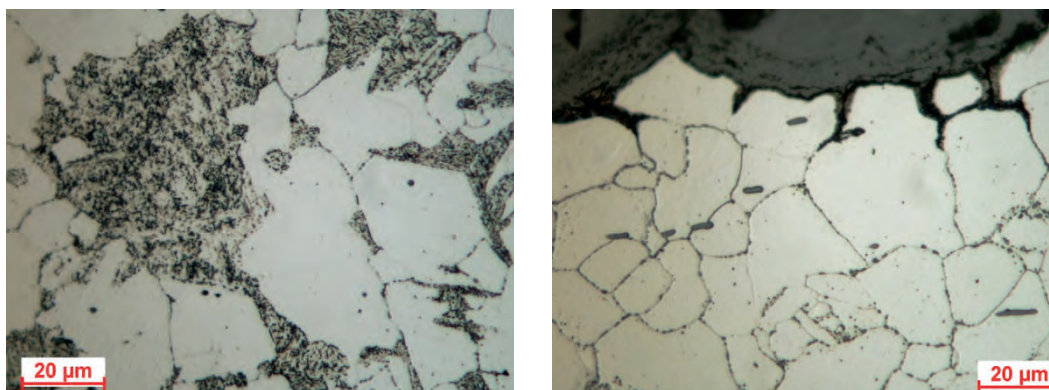
Le micrografie LOM eseguite su una tubazione in acciaio basso legato API 5L grado B (figura 14) mostrano un'evidente anomalia nella dimensione dei grani, i quali risultano avere una grandezza media pari a circa il doppio rispetto al riferimento. Questo fenomeno di ingrossamento del grano si è verificato probabilmente in conseguenza dell'incendio sviluppatosi in seguito alla rottura della tubazione.

Figura 14. Analisi della microstruttura di un acciaio al carbonio API 5L gr. B: (a) riferimento; (b) materiale coinvolto in rottura incidentale seguita da incendio



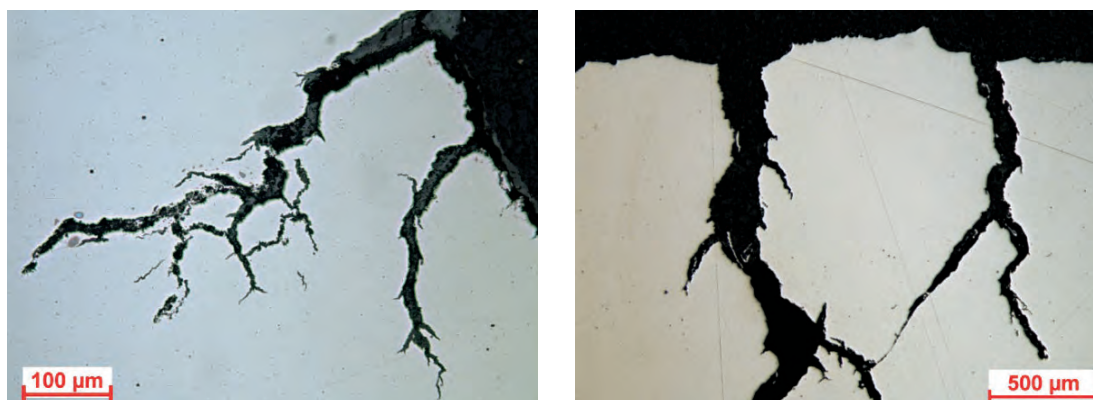
L'analisi al microscopio ottico della sezione radiale di una tubazione in acciaio basso legato ASTM A 335 gr. P11 proveniente da un impianto petrolchimico, in cui era stata esercitata alla temperatura di 490°C ed alla pressione di 40 bar per 46 anni, ha consentito di individuare la tipologia di danneggiamento subita (figura 15). Il danno da scorrimento viscoso appare contenuto dato che sono state rinvenute solo rare cavità isolate, a ridosso della superficie esterna. Risulta invece molto chiara l'evoluzione microstrutturale legata all'invecchiamento: la perlite ha perso in parte la sua tipica struttura lamellare ed ha iniziato un processo di sferoidizzazione [Alvino-012]. Inoltre la porzione di materiale in corrispondenza della superficie esterna risulta decarburata.

Figura 15. Analisi della microstruttura di una tubazione in acciaio ASTM A335 gr. P11 esercita per 46 anni (T 490°C, P 40 bar): (a) *bulk*; (b) superficie esterna



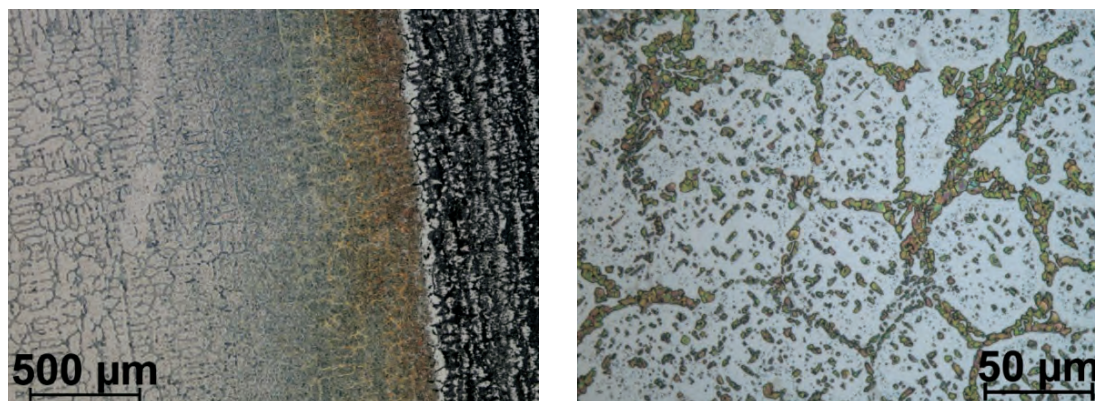
Le micrografie LOM eseguite su campioni radiali, lucidati ma non attaccati, prelevati da una bombola esplosa, fabbricata in acciaio bonificato 34CrMo4, mostrano cricche ramificate che si dipartono dalla superficie interna (figura 16). La presenza di cricche con tale configurazione è tipica di un danneggiamento da tensocorrosione [Alvino-011, Alvino-014].

Figura 16. Cricche di tensocorrosione su campioni di acciaio bonificato 34CrMo4 prelevati da una bombola esplosa



L'analisi al microscopio ottico ha messo in luce i fenomeni di danneggiamento di una tubazione in acciaio ASTM A 297 grado HP, facente parte di un impianto per la produzione di H_2 , esercita alla temperatura di circa 900°C per un numero di ore pari a 85.000. In figura 17 è ben visibile il danno da carburizzazione che il materiale ha subito. Si osservano sia un massiccio ingrossamento dei carburi primari, che formano catene continue, sia la precipitazione di carburi secondari all'interno della matrice austenitica. Tale evoluzione microstrutturale appare inoltre più accentuata a ridosso della superficie interna, dove il materiale appare gravemente danneggiato e fessurato [Alvino-010].

Figura 17. Carburizzazione su acciaio ASTM A297 grado HP; micrografie a differenti ingrandimenti



Microscopia elettronica — Il microscopio elettronico a scansione (SEM) è lo strumento più versatile per lo studio del danneggiamento e della microstruttura dei materiali metallici. Le possibilità offerte rispetto al microscopio ottico sono notevoli: un'alta risoluzione, un'elevata profondità di campo, l'opportunità di ottenere alti ingrandimenti ed una preparazione del campione piuttosto facile.

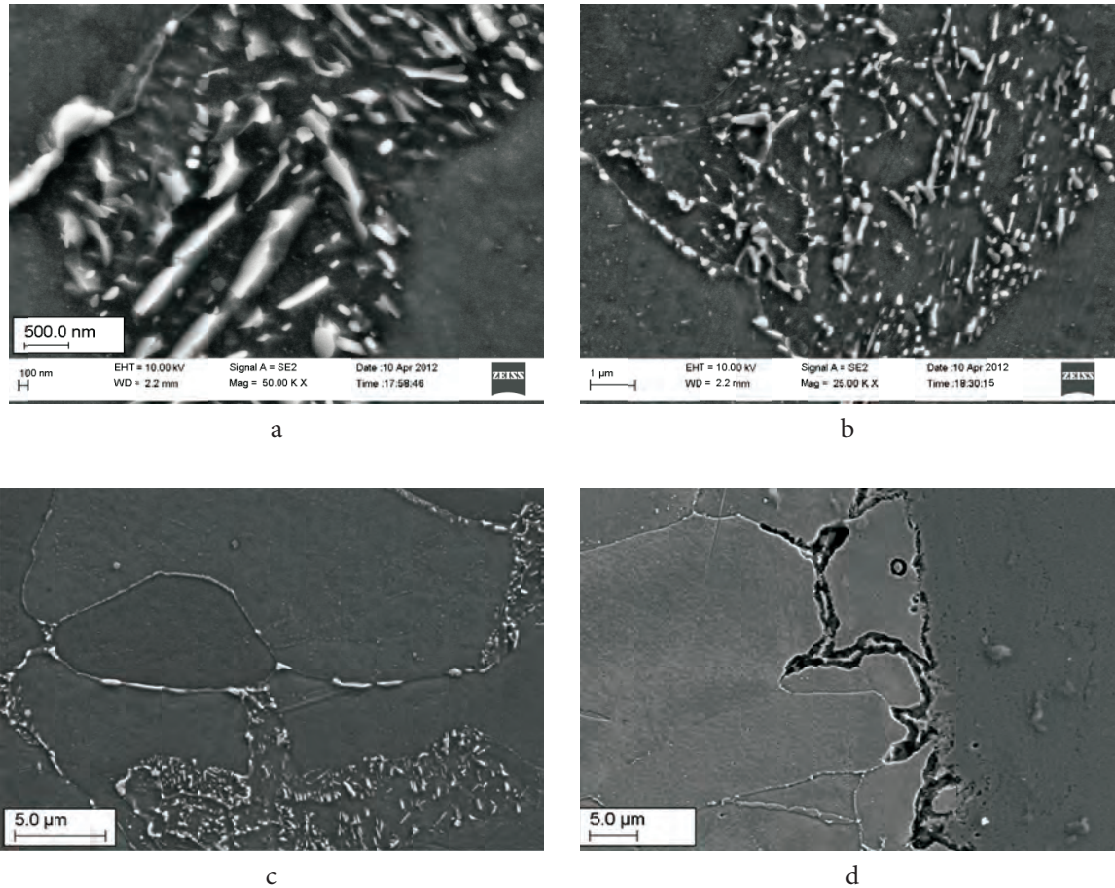
Nella tabella 1 viene presentata una comparazione delle prestazioni offerte da un microscopio ottico e quelle di un SEM. Nello svolgimento di un'analisi dei guasti, in particolare, il microscopio elettronico consente di ottenere immagini anche di grossi campioni non planari. Un limite di risoluzione più elevato consente, inoltre, di approfondire molto il dettaglio microstrutturale.

Tabella 1. Confronto tra le prestazioni di un microscopio ottico ed un SEM

	Microscopio ottico	Microscopio elettronico
Risoluzione limite	1 μm	1 nm
Intervallo di ingrandimento	5 - 1000x	10 - 500.000x
Profondità di campo	1 μm a 100x	1 mm a 100x

In figura 18 sono riportate alcune micrografie di un acciaio ASTM A 335 grado P11, ottenute al microscopio elettronico, in cui viene evidenziata l'evoluzione microstrutturale dovuta all'invecchiamento del materiale.

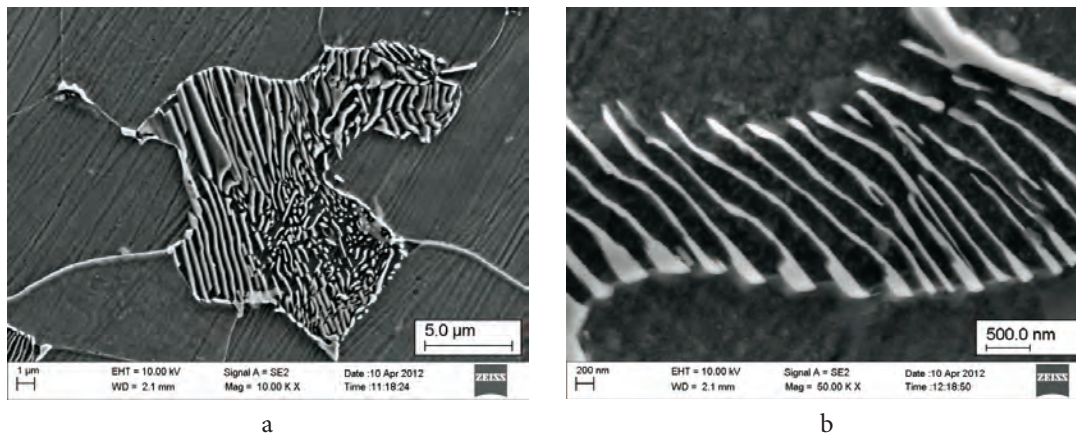
Figura 18. Analisi della microstruttura di una tubazione in acciaio ASTM A335 gr. P11 esercitata per 46 anni (T 490°C, P 40 bar). (a), (b), (c) *bulk* a vari ingrandimenti; (d) superficie esterna



La fase perlitica ha iniziato il processo di sferoidizzazione, anche se alcune lamelle sono ancora distinguibili. La cementite è ancora raggruppata all'interno del grano perlitico. Si osserva inoltre un'evidente precipitazione di carburi a bordo grano. Secondo la classificazione dell'evoluzione microstrutturale del materiale, riportata sia nella tabella 2 della Linea Guida Ispesl S. 6 LG V1, sia nella norma UNI 211374:2010 [Ispesl_S6, UNI 11374-010] si può distinguere uno stadio C. Sulla superficie esterna sono infine ben visibili dei fenomeni corrosivi di natura intergranulare: fessure e microcricche si fanno strada nel materiale base a partire dallo strato di ossido che riveste il tubo [Alvino-012].

L'analisi al microscopio elettronico di un acciaio ASTM A106 gr. B, proveniente da un tubo in servizio per 40 anni a 370°C e 30 bar in un forno per idrocarburi, mostra invece (figura 19) che la microstruttura è rimasta sostanzialmente inalterata nel tempo nonostante il lungo periodo di esercizio, con ferrite e perlite lamellare perfettamente distinguibili [Alvino-012], facendo propendere, nella valutazione dell'evoluzione microstrutturale [Ispesl_S6, UNI 11374-010] per uno stadio A/B.

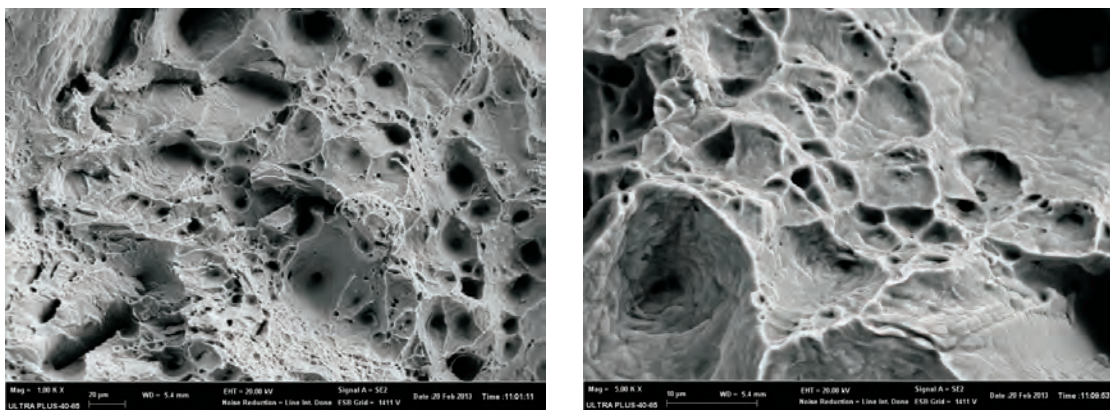
Figura 19. Analisi della microstruttura di una tubazione in acciaio A106 gr. B esercitata per 40 anni (370°C, 30 bar); a), b) particolari del grano perlitico a diversi ingrandimenti



Il microscopio elettronico si rivela particolarmente utile per esplorare le caratteristiche morfologiche delle superfici di frattura.

Nella figura 20 sono riportate alcune micrografie relative alla zona fibrosa di innesco della rottura duttile di un provino in acciaio duplex F55, in cui si osservano delle caratteristiche microbuche.

Figura 20. Analisi della superficie di frattura della zona fibrosa di un provino in acciaio duplex F55

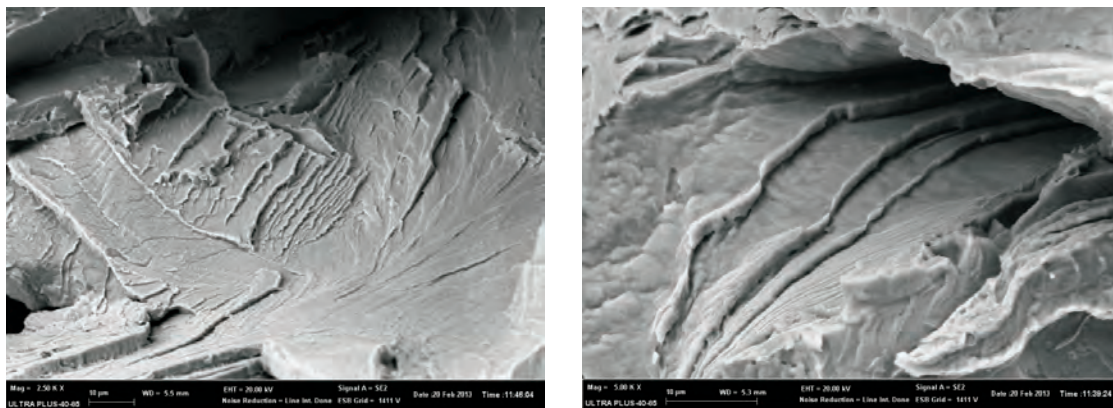


Poiché, infatti, le rotture duttili si verificano per innesco, crescita e coalescenza di microvuoti, una superficie di frattura originatasi da una rottura duttile sarà caratterizzata dalla presenza di un gran numero di microbuche, ognuna delle quali corrisponde alla metà di un microvuoto.

Le rotture fragili per clivaggio mostrano invece, al microscopio elettronico, una morfologia cosiddetta “a fiumi e gradini”, in cui la superficie di frattura presenta la topografia di un bacino idrografico ed un aspetto a gradini.

Nella figura 21 sono riportate alcune micrografie, relative all’esame della frattura di un provino in acciaio duplex F55, in cui si osserva chiaramente la morfologia a fiumi e gradini di un’area interessata da rottura di schianto.

Figura 21. Analisi della superficie di frattura della zona finale di schianto di un provino in acciaio duplex F55



1.7 Prove meccaniche

Un altro caposaldo dell'analisi dei guasti sono le prove meccaniche: le proprietà meccaniche sono infatti fortemente influenzate dalle caratteristiche chimico fisiche e dalla microstruttura del materiale. Solitamente si effettuano test di trazione, durezza e resilienza. Ognuno di essi è condotto secondo gli standard di riferimento in vigore all'atto della fabbricazione del materiale ed ovviamente le prove riguardano sia il materiale del componente oggetto dell'indagine, sia il riferimento. Particolare attenzione va prestata nella scelta dei saggi, in modo da testare il materiale lontano dalla frattura, per evitare alterazioni dei risultati dei test causate dalla deformazione plastica e dall'incrudimento subiti in occasione dell'evento incidentale.

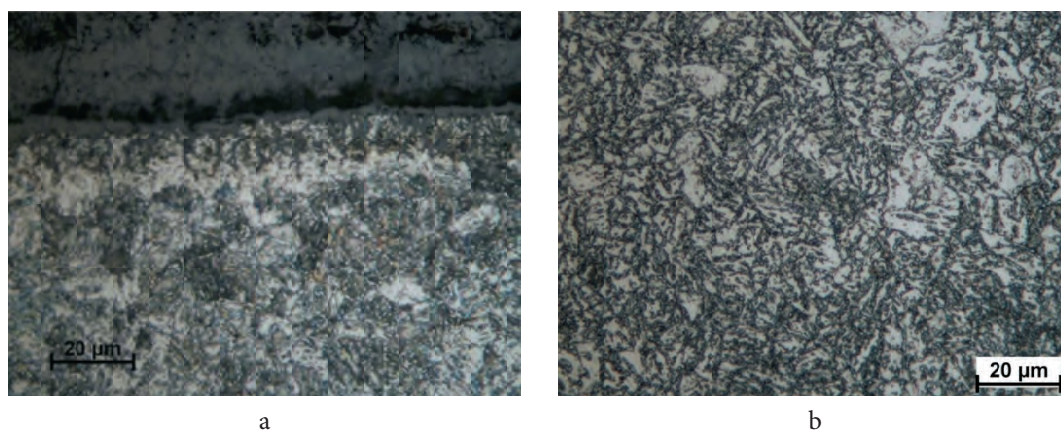
Prove di trazione — La prova di trazione uniassiale consiste nel sottoporre alcune provette del materiale in esame, unificate per forma e dimensioni, ad uno sforzo assiale gradualmente crescente, fino a provocarne la rottura, registrando contemporaneamente l'allungamento della provetta. Si ottiene una curva in cui la tensione applicata σ (σ = carico applicato / area della sezione della provetta) viene espressa in funzione della deformazione lineare media. Dalla prova di trazione uniassiale vengono ricavate informazioni in merito alla resistenza, deformabilità ed elasticità del materiale. In particolare i parametri che si ricavano da questa prova sono la resistenza a trazione ed il limite elastico, (correlabili alla resistenza meccanica del materiale), allungamento percentuale e riduzione dell'area (correlabili invece alla duttilità).

In tabella 2 sono riportati i risultati delle prove di trazione uniassiali eseguite su un acciaio ASTM A213 grado 91, proveniente da un tubo esercito in un forno di *reforming* per 116.000 ore a 580°C e 25 bar, che presentava sulla superficie esterna fenomeni di corrosione e carburizzazione (figura 22). I valori di resistenza meccanica e snervamento sono conformi a quanto previsto dallo standard di riferimento, mentre l'allungamento percentuale si è rivelato inferiore. Il materiale pertanto, pur avendo mantenuto nel tempo le caratteristiche di resistenza meccanica a rottura, ha subito una sostanziale perdita di duttilità [Tonti-015].

Tabella 2. Risultati delle prove di trazione uniassiale su provini provenienti da una tubazione in acciaio ASTM A 213 gr.91 interessata da corrosione/carburizzazione.

	Carico di rottura R_m (MPa)	Snervamento R_{peh} (MPa)	Allungamento %
Standard di riferimento	≥ 585	≥ 415	≥ 20
Provino di trazione T1	676,1	522,0	14,1
Provino di trazione T2	685,2	504,7	15,8

Figura 22. Micrografie LOM della superficie esterna di una tubazione in acciaio gr.91 interessata da fenomeni di corrosione/carburizzazione; (a) superficie esterna; (b) zona ricca di carburi di Cr a ridosso della superficie esterna



I risultati delle prove di trazione eseguite su un acciaio ASTM A 297 grado HP proveniente da una tubazione esercita per circa 85.000 ore in un impianto di *reforming* catalitico sono riportati in tabella 3.

Tabella 3. Prova meccanica di trazione uniassiale su di una tubazione in acciaio HP G4852 interessata da fenomeni di carburizzazione.

	Carico di rottura R_m (MPa)	Snervamento R_{peh} (MPa)	Allungamento %
Valori di riferimento	≥ 470	≥ 230	≥ 8
Provino 1	294	-	-
Provino 2	267	-	-

Il tubo presentava un notevole danneggiamento per carburizzazione a ridosso della superficie interna, come già precedentemente mostrato nella figura 17. I valori del carico di rottura sono sensibilmente inferiori ai valori di riferimento forniti dal fabbricante, mentre per quanto riguarda snervamento e allungamento percentuale non è stato addirittura possibile misurare tali valori, in quanto la rottura è risultata a carattere prevalentemente fragile. Il fenomeno di carburizzazione ha determinato dunque la perdita sia delle proprietà meccaniche che di gran parte della duttilità [Alvino-010].

Prove di durezza — La durezza invece è la proprietà che hanno i materiali di resistere alla penetrazione di un materiale più duro. Si tratta di una prova convenzionale che fornisce indici di confronto sulla qualità del materiale, sui processi tecnologici, sui trattamenti termici e su alcune proprietà meccaniche. La misura della durezza è quindi molto importante nell'ambito dell'indagine poiché fornisce indicazioni sulle proprietà e sulle caratteristiche del materiale. Viene misurata con un durometro, strumento nel quale un campione di materiale opportunamente preparato viene a contatto con un indentatore sottoposto ad un carico per un tempo predefinito. L'indentatore può essere sferico (durezza Brinell), piramidale (durezza Vickers e Knoop) o conico (Rockwell). Nel caso della durezza Brinell, Vickers e Knoop viene misurata la dimensione dell'impronta, nel caso della durezza Rockwell la sua profondità.

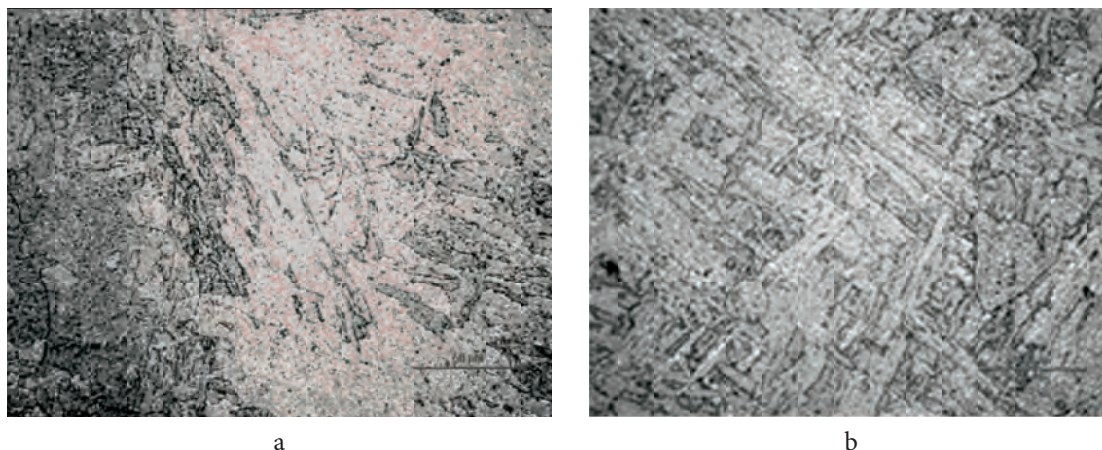
Una valvola di non ritorno in acciaio P91 dopo sole 17.500 ore di servizio presentava all'esame visivo una netta deformazione del corpo valvola; l'esame macro rivelava inoltre numerose cricche (figura 23) [Buzzi-012].

Figura 23. Zona della valvola deformata con cricche



La durezza media misurata è compresa tra 157 e 168 HV_{10} . Tali valori sono significativamente inferiori rispetto all'intervallo di valori guida (190-244 HV_{10}). L'indagine eseguita mediante replica metallografica ha mostrato una microstruttura molto disomogenea in cui sono presenti aree costituite da martensite rinvenuta, zone con ferrite-martensite e aree bainitiche (figura 24). Il materiale pertanto non è risultato conforme agli standard di qualità, molto probabilmente a causa di un errato trattamento termico.

Figura 24. Repliche metallografiche sul corpo valvola: (a) ferrite e martensite; (b) martensite rinvenuta e ferrite



Nel caso in cui il carico applicato sull'indentatore è piccolo (tipicamente al di sotto di 1000 g) la proprietà del materiale che viene misurata è definita come microdurezza. Il test di microdurezza viene condotto su provini metallografici preparati per la microscopia ottica e la lettura della grandezza dell'impronta viene effettuata con un microscopio ottico.

Le misure di microdurezza sono molto importanti in un'analisi dei guasti e vengono effettuate in numerose occasioni. Per campioni di piccole dimensioni quali fogli sottili o strutture filiformi l'unica prova meccanica che è possibile effettuare è proprio la microdurezza.

Un ulteriore vantaggio dei test di microdurezza è che consentono di valutare il cambiamento della durezza del materiale in funzione di trattamenti superficiali quali carbocementazione, nitrurazione o danneggiamenti localizzati quali carburizzazione, decarburazione ed ossidazione. Un esempio di ciò è illustrato in figura 25, dove è riportato il profilo di microdurezza effettuato su un campione proveniente da una tubazione in acciaio ASTM A 213 gr. 91 interessata da fenomeni di carburizzazione sulla superficie esterna ed interna (per la microstruttura delle zone danneggiate si veda la figura 22). Un considerevole incremento della microdurezza Vickers è ben osservabile a ridosso di tali superfici [Tonti-015].

Infine, mediante misure di microdurezza è possibile valutare le proprietà dei vari costituenti di un sistema multifase. Un campione in acciaio ASTM A 213 gr. 91 temprato e rinvenuto è stato riscaldato fino a 1500°C e successivamente raffreddato in un calorimetro a flusso di calore. La microstruttura del campione dopo tale trattamento appare complessa (figura 26). La fase più scura presenta una microdurezza pari a 360-370 HV_{0,2} e corrisponde a martensite, mentre la fase più chiara, con microdurezza pari a 160-180 HV_{0,2}, potrebbe corrispondere sia a ferrite δ che ad austenite residua.

Figura 25. Profilo di microdurezza Vickers su un acciaio gr. 91 interessato da fenomeni di carbizzazione superficiale

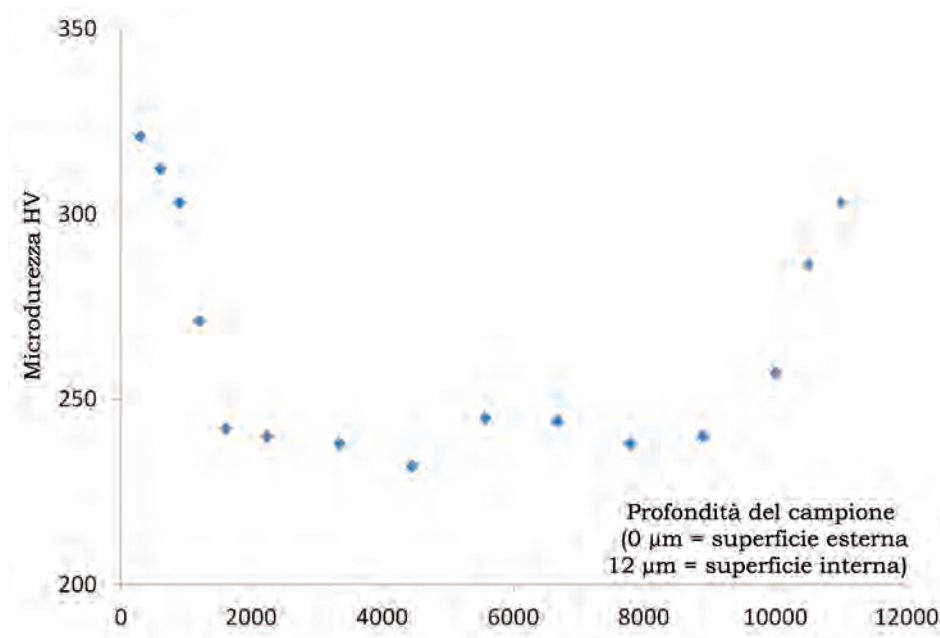
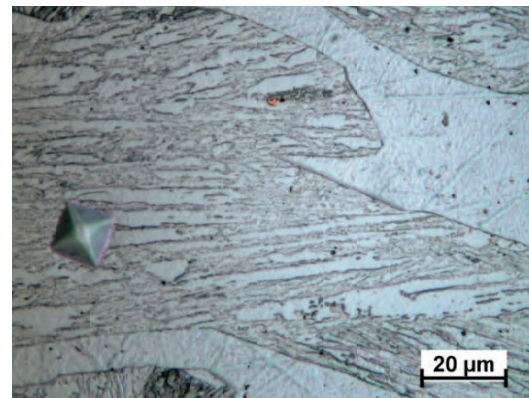
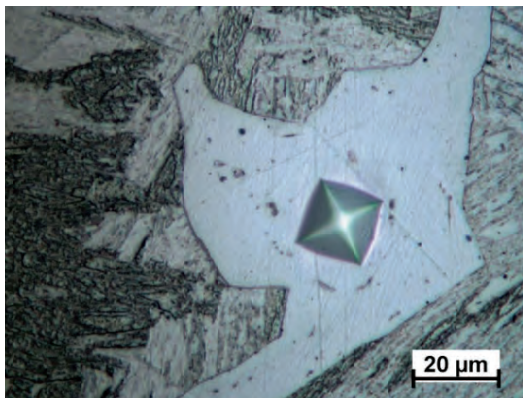


Figura 26. Microstruttura di un campione di acciaio ASTM A 213 gr. 91 dopo riscaldamento a 1500°C e successivo raffreddamento



Prove di resilienza — La resilienza esprime l'attitudine di un materiale a resistere alle sollecitazioni di urto senza rompersi, ed è un indice della tenacità del materiale. La tenacità è la quantità di energia che un materiale può assorbire prima di giungere a rottura: un materiale è tenace quando possiede una buona resistenza a trazione, un buon allungamento ed una buona resilienza. In linea generale la prova di resilienza viene effettuata con il pendolo di Charpy. Una massa battente sagomata a coltello viene posta ad una altezza H da cui cade rompendo una provetta unificata per forma e dimensioni e risale ad una altezza inferiore h . Conoscendo il peso della massa viene definita l'energia potenziale gravitazionale assorbita dalla provetta che riferita alla sua sezione esprime il valore della resilienza.

1.8 Conclusione delle indagini

Una volta compiute tutte le analisi predisposte, se ne elaborano e valutano i risultati con l'obiettivo di individuare e vagliare le varie indicazioni prodotte da ciascuna misura. A seconda degli elementi trovati, le possibili cause della rottura vengono a questo punto confermate o escluse e viene stilata una dettagliata relazione tecnica sull'indagine condotta.

È bene porre nella giusta evidenza che una corretta analisi dei guasti deve non solo fornire una descrizione ben dettagliata della causa di rottura (o delle cause se ce n'è più d'una), spiegando se possibile anche l'evoluzione temporale del danno; è infatti necessario, inoltre, che vengano escluse anche tutte le altre possibili cause, opportunamente motivando ogni decisione, in modo da non lasciare adito a dubbi o fraintendimenti in tutte le parti coinvolte, soprattutto quando si tratta di una analisi per conto terzi.

2 Esempi di applicazione

2.1 Analisi delle cause di rottura di un bidone saldato adibito al trasporto di ammoniaca

2.1.1 Premessa

Per lo stoccaggio di ammoniaca anidra sono abitualmente impiegati recipienti saldati, costruiti con acciai al carbonio basso legati.

Nel presente studio è stata condotta un'analisi dei guasti a seguito dell'esplosione di un bidone in acciaio Fe 52D (UNI 7070.72) per il trasporto di ammoniaca anidra liquefatta durante alcune operazioni di movimentazione dello stesso. Il recipiente, della capienza di circa 30 Kg, in seguito all'esplosione si è fratturato in tre parti, che sono state successivamente recuperate e così catalogate:

- a. fondo;
- b. corpo cilindrico;
- c. calotta.

Allo scopo di determinare le cause della rottura sono state condotte indagini metallografiche in microscopia ottica ed elettronica, prove chimiche e meccaniche sui tre reperti [UNI 10025_1-005] [UNI 10025_2-005] ritrovati sul luogo dell'incidente e su un bidone di riferimento, visibile in figura 27, appartenente allo stesso lotto di fabbricazione e collaudo di quello esploso.

Figura 27. Il bidone utilizzato come riferimento, del tutto identico a quello esploso



2.1.2 Esame visivo

Esaminando visivamente i reperti (fondo, corpo cilindrico e calotta) è stata riscontrata la presenza di una frattura longitudinale sul corpo cilindrico che corre parallela al cordone di saldatura, ma che non interessa né il cordone di saldatura né la zona termicamente alterata (Figura 28). Il fondo e la calotta presentano invece una frattura circolare a ridosso del cordone di saldatura, mediamente nella zona termicamente alterata.

Figura 28. Panoramica dei reperti: fondo (a), corpo cilindrico (b) e calotta (c)



Dall'esame visivo dei tre reperti non sono state riscontrate evidenze macroscopiche di corrosione localizzata avvenuta in fase di esercizio, mentre appare evidente la corrosione generalizzata, operata dagli agenti atmosferici in seguito probabilmente ad erranee procedure di stoccaggio del materiale stesso in seguito all'evento incidentale. In conseguenza di ciò non è stato possibile effettuare un esame dettagliato delle superfici di frattura con la conseguente determinazione del punto di innesco della frattura stessa.

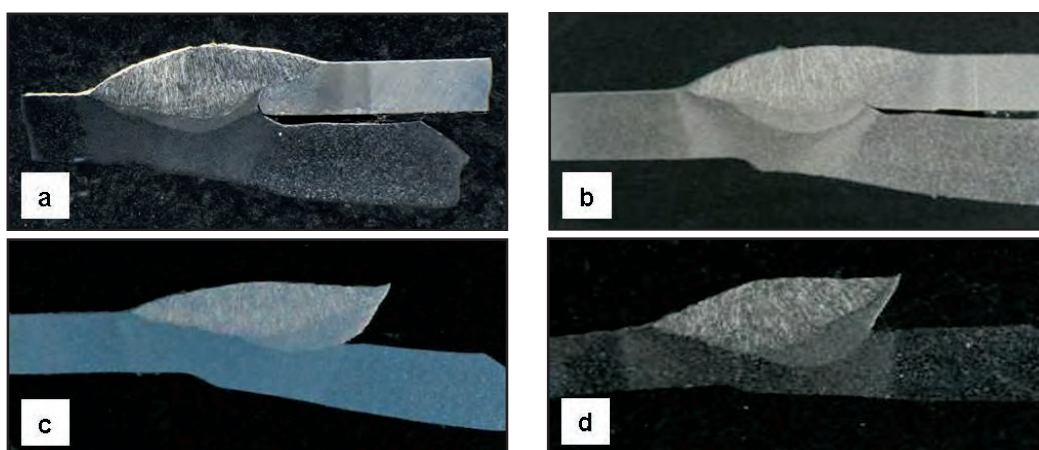
Da una verifica dimensionale degli spessori non sono state riscontrate deformazioni significative lungo le linee di frattura relative alla calotta ed al fondo. Si registra invece un assottigliamento medio del 20% circa lungo la linea di frattura longitudinale del corpo cilindrico. Quest'assottigliamento non è accompagnato da una dilatazione importante della lamiera, e non sembra così implicare una partecipazione del materiale adiacente. Inoltre, sulla linea di frattura tra fondo e corpo cilindrico sono state individuate alcune caratteristiche incisioni a V tipiche della frattura fragile. Le risultanze dell'esame visivo sono quindi compatibili con una rottura di tipo fragile per le linee di frattura corpo cilindrico/calotta e corpo cilindrico/fondo, mentre la linea di frattura longitudinale del corpo cilindrico presenta carattere misto [ASM 12-007].

2.1.3 Esame macro

L'esame macrografico effettuato su provini del bidone integro ricavati dalle saldature circonferenziali, realizzate a sovrapposizione con risbordatura, corpo cilindrico/calotta e corpo cilindrico/fondo ha evidenziato una non completa penetrazione della zona fusa, estesa quasi in tutta la circonferenza delle saldature stesse. È presente inoltre una fessurazione in corrispondenza della zona fusa al vertice della discontinuità tra il fasciame e la parte risbordata.

La saldatura longitudinale del bidone di riferimento non presenta particolari difetti o anomalie. L'esame macrografico condotto sul bidone esploso ha messo in evidenza la stessa mancata penetrazione della zona fusa e una linea di frattura tale da far supporre che l'innescò sia partito da una fessurazione analoga a quella riscontrata sulla saldatura del bidone di riferimento (Figura 29).

Figura 29. Saldature circonferenziali. Bidone di riferimento: corpo cilindrico/calotta (a) e corpo cilindrico/fondo (b). Bidone esploso: corpo cilindrico/calotta (c) e corpo cilindrico/fondo (d)



2.1.4 Analisi chimica

Una verifica della composizione è stata condotta sul materiale di riferimento mediante analisi elementare mediante spettrometro ad emissione ottica. I valori risultano conformi alle norme di riferimento (tabella 4).

Tabella 4. Composizione chimica dell'acciaio Fe 52D e risultati dell'analisi eseguita in laboratorio

	C %	Mn %	Si %	P %	S %	N %
UNI 7070.72	≤ 0,23	≤ 1,70	≤ 0,60	≤ 0,045	≤ 0,045	-
misurata	0,181	1,21	0,199	0,0216	0,0044	-

Nota: Il valore massimo relativo all'azoto non trova applicazione se la composizione chimica comporta un tenore minimo di Al totale dello 0.020 % oppure se sono presenti in quantità sufficiente altri elementi che fissino l'azoto.

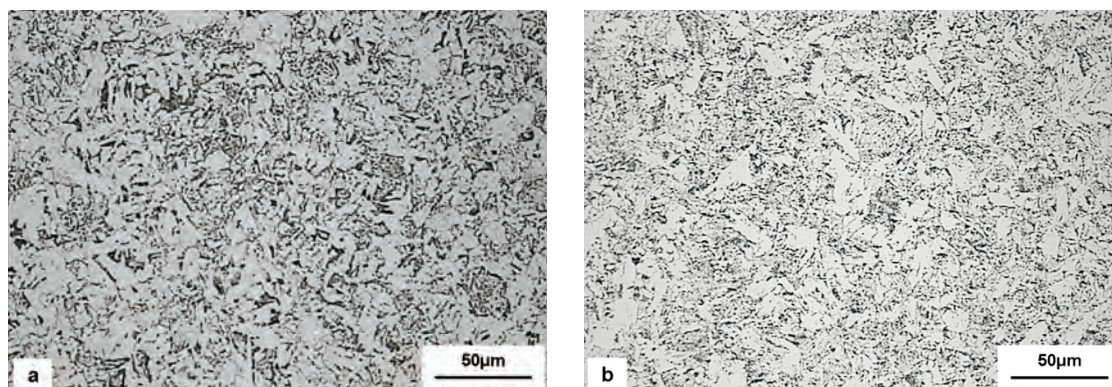
Il materiale del bidone è un acciaio non legato Fe 52D (UNI 7070.72), calmato e a grana fine, con grado di disossidazione FF, che ha subito un trattamento termico di normalizzazione, mediante il controllo della temperatura di fine laminazione in forno. Tale trattamento termico, in questa categoria di acciai, conduce a strutture di tipo ferrite/perlite.

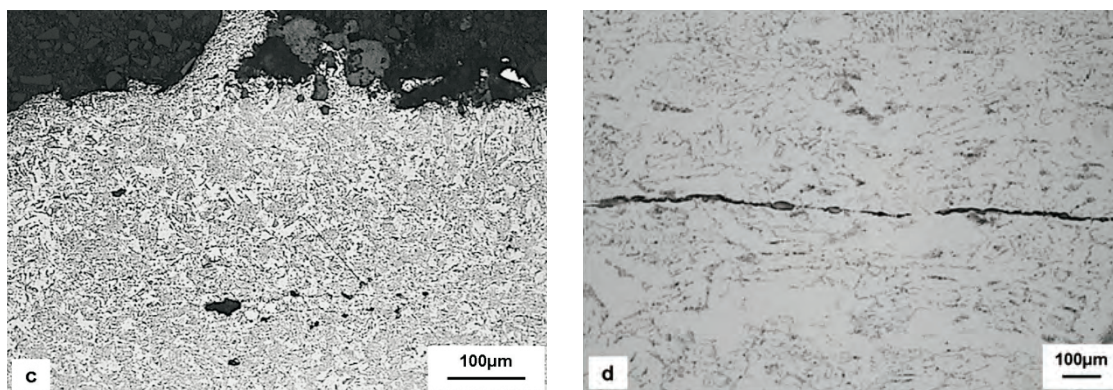
L'acciaio Fe 52D può essere impiegato fino alla temperatura di -20°C.

2.1.5 Esame in microscopia ottica

L'esame microstrutturale in microscopia ottica del corpo cilindrico del bidone esploso e del bidone di riferimento evidenzia una struttura di tipo ferrite/perlite senza particolari anomalie [ASM 9-004]. A ridosso della frattura longitudinale del corpo cilindrico del bidone esploso appaiono più numerose ed evidenti, rispetto al corpo centrale dello stesso, delle inclusioni non metalliche di forma fusolare organizzate in *clusters* e sono presenti anche delle microcricche. Il profilo della frattura appare non lineare, ricco di strappi e con una struttura sfilacciata non compatibile con una rottura di tipo fragile. In figura 30 sono riportate le micrografie che illustrano i dettagli microstrutturali del materiale esaminato.

Figura 30. Micrografie LOM. (a) riferimento: corpo centrale del corpo cilindrico; (b) bidone esploso, corpo centrale del corpo cilindrico; (c), bidone esploso, corpo cilindrico a ridosso della frattura longitudinale; (d) bidone esploso, particolare delle inclusioni e microcricche

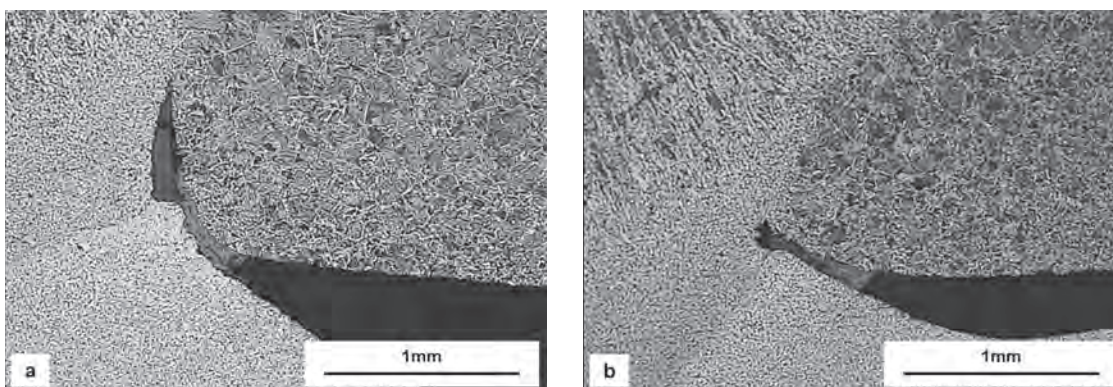




L'esame in microscopia ottica della saldatura longitudinale del bidone di riferimento non ha rilevato particolari anomalie o alterazioni microstrutturali.

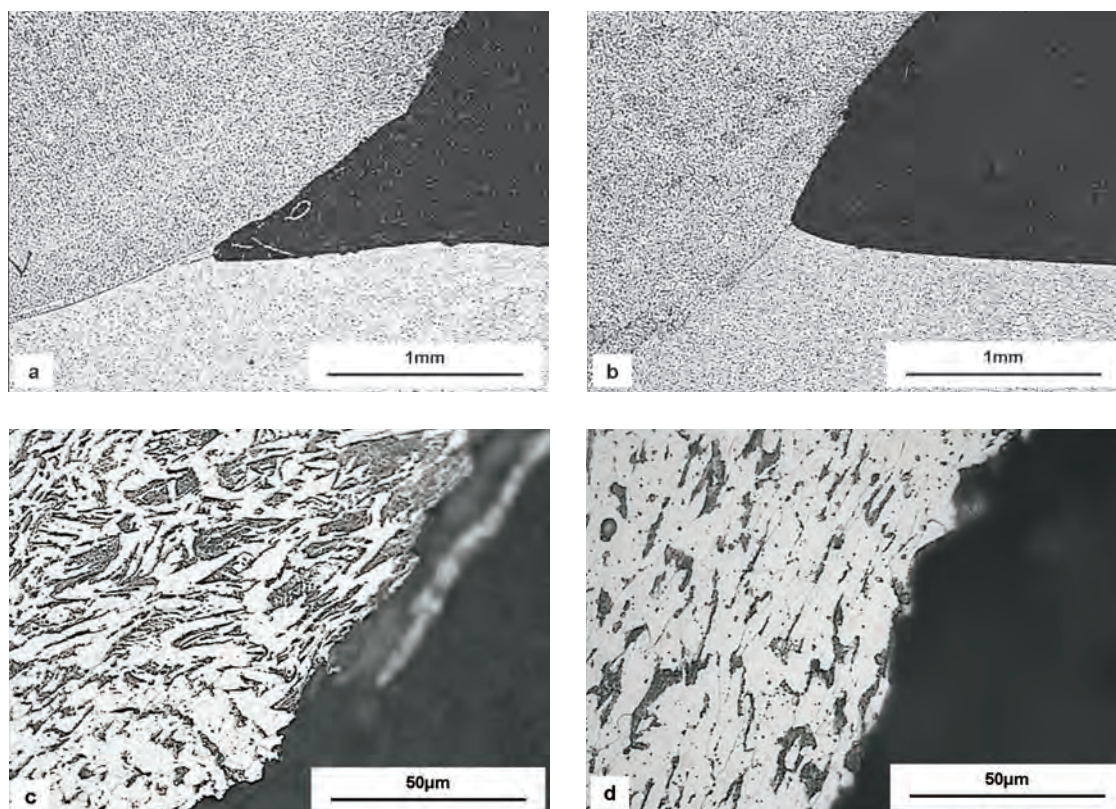
Nelle sezioni trasversali delle saldature a sovrapposizione con risbordatura del bidone di riferimento sono state riscontrate fessurazioni ad uncino nella parte finale dell'interno del risbordo, più pronunciate nella saldatura corpo cilindrico/calotta, dove raggiungono dimensioni importanti dell'ordine di 1 mm (Figura 31).

Figura 31. Micrografie LOM. Saldature circonferenziali del bidone di riferimento: dal lato corpo cilindrico/calotta (a) e dal lato corpo cilindrico/fondo (b)



Le micrografie delle saldature circonferenziali del bidone esploso non rilevano particolari alterazioni microstrutturali e mostrano una linea di frattura netta e definita, compatibile con una frattura fragile innescatasi all'altezza di una eventuale fessurazione al vertice della discontinuità tra il fasciame e la parte risbordata (Figura 32).

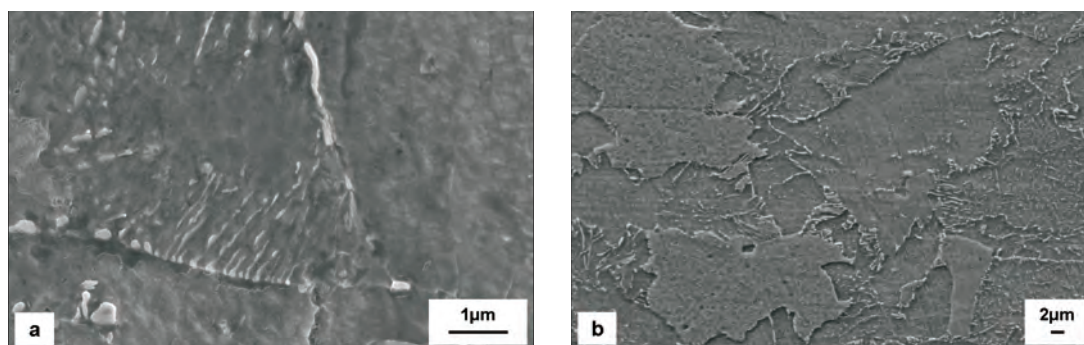
Figura 32. Micrografie LOM. Saldature circonferenziali del bidone esploso: (a) lato corpo cilindrico/calotta; (b) lato corpo cilindrico/fondo; (c) particolare della superficie di frattura corpo cilindrico/fondo; (d) particolare della superficie di frattura corpo cilindrico/calotta



2.1.6 Esame in microscopia elettronica

In linea generale le micrografie SEM eseguite sul materiale del bidone di riferimento e di quello esploso mostrano la presenza delle fasi ferrite/perlite/cementite (matrice ferritica, con isole di perlite, inclusioni e dispersione di cementite) tipicamente rilevabili negli acciai a basso contenuto di carbonio (Figura 33).

Figura 33. Micrografie SEM. Corpo cilindrico del bidone di riferimento (a) e del bidone esploso (b)



Le microstrutture del bidone di riferimento e del bidone esploso sono equivalenti e non rilevano particolari anomalie.

È stata riscontrata la presenza di inclusioni di tipo intergranulare di forma regolare e non regolare nelle aree prossime al cordone di saldatura longitudinale del bidone di riferimento e del bidone esploso; lo spettro EDX mostra la presenza di manganese e zolfo.

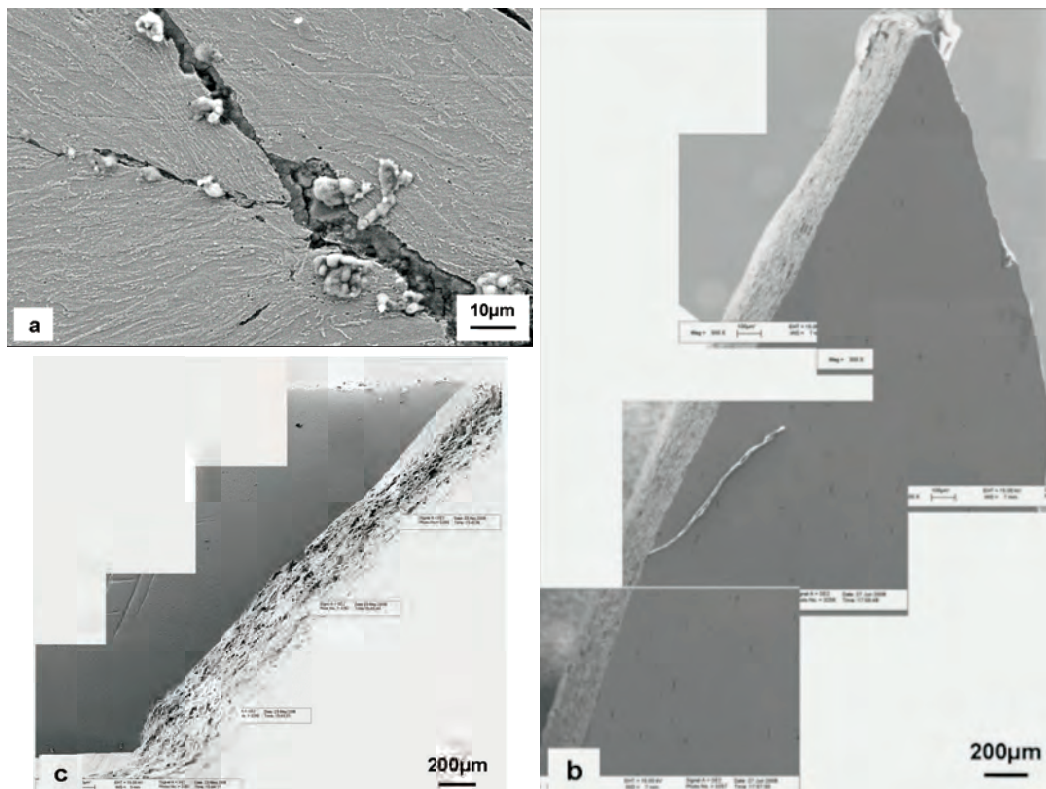
Le zone di frattura del bidone esploso, corrispondenti alla rottura longitudinale del corpo cilindrico mostrano, nelle sezioni trasversali, una riduzione dello spessore e in taluni casi segni evidenti di snervamento e deformazione plastica del materiale. In particolare, in prossimità del lembo di frattura, si notano cricche e microvuoti.

Tali formazioni appaiono nucleate in fase di deformazione plastica essendo l'orientazione delle fasi cementite e ferrite in tale area concorde al flusso plastico che ha portato alla rottura. Le aree di rottura del bidone esploso, relative alle saldature corpo cilindrico/fondo e corpo cilindrico/calotta mostrano fenomeni di strizione limitati o assenti.

Non si sono osservati segni di riarrangiamento strutturale dovuto a deformazione plastica. In tali aree cricche e/o inclusioni non sono marcatamente presenti.

La figura 34 mostra alcune micrografie SEM sulle aree fratturate.

Figura 34. Micrografie SEM. Bidone esploso: (a) presenza di microcricche e deformazione plastica del materiale in prossimità della zona di frattura; (b) panoramica zona di frattura con riduzione della sezione e presenza di vuoti/inclusioni; (c) panoramica zona di frattura corpo cilindrico/calotta senza riduzione della sezione



2.1.7 Prove meccaniche

Le prove meccaniche di trazione, durezza, piega e resilienza sono state condotte secondo quanto prescritto dalla Raccolta S per la procedura di qualificazione delle saldature a sovrapposizione con risbordatura [Ispesl_S- 999].

Prove meccaniche di trazione sono state eseguite su provini ricavati dalla sezione longitudinale del corpo cilindrico del bidone di riferimento, secondo la norma UNI EN 10002-1:2004 [UNI 10002-004] ed hanno dato esito conforme ai valori tabellari. Dagli stessi saggi sono stati ricavati provini per le prove di piegamento risultate anch'esse conformi.

Tabella 5. Prove meccaniche di trazione eseguite sul corpo cilindrico del bidone di riferimento.

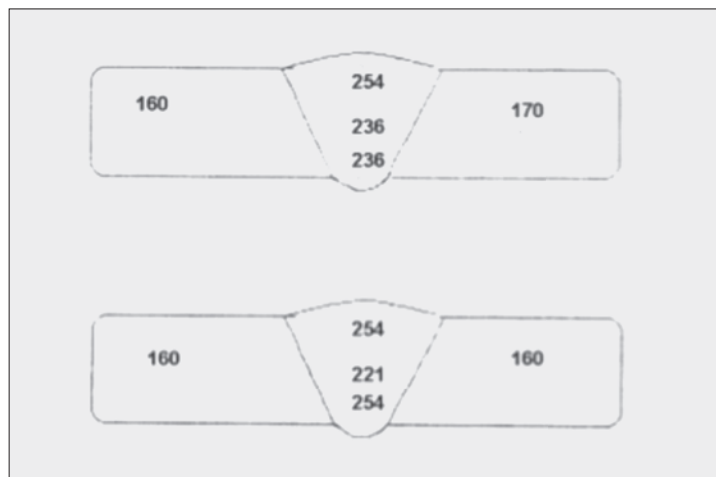
Prove di trazione - Provini prelevati longitudinalmente al corpo cilindrico							
Saggio	Dimensioni [mm]	Sezione [mm ²]	Temperatura [°C]	ReH Tot [KN]	ReH [N/mm ²]	Fm [KN]	Rm [N/mm ²]
01	3,0x15,60	46,80	Amb.	16,849	360,02	12540	517,28
02	2,9x15,60	45,24	Amb.	16,579	366,47	13651	530,78
Valori tabellari del materiale Fe 52D (UNI 7070.72): RsH ≥355 N/mm ² ; Rm=510-610 N/mm ²							

Tabella 6. Prove di piegamento 180°/3S eseguite sul corpo cilindrico del bidone di riferimento.

Prove di piegamento 180°/3S Provini prelevati longitudinalmente al corpo cilindrico	
Rovescio	Rovescio
Positiva	Positiva

Le prove di durezza HV₁₀ eseguite sulla saldatura del corpo cilindrico del bidone di riferimento hanno dato esito positivo (Figura 35).

Figura 35. Prove di durezza HV₁₀ sulla saldatura del corpo cilindrico del bidone di riferimento



Le prove di trazione condotte invece sulla saldatura circonferenziale corpo cilindrico/calotta del bidone di riferimento hanno dato valori del carico unitario di rottura di circa il 25% inferiori a quelle previste dai valori tabellari, mostrando quindi una resistenza meccanica della saldatura inferiore a quella del materiale base (tabella 7).

Una delle provette si è rotta in saldatura evidenziando una mancanza di fusione nella sezione di frattura.

Tabella 7. Prove meccaniche di trazione eseguite sulla sezione trasversale della saldatura corpo cilindrico/calotta del bidone di riferimento.

Prove di trazione – Provini prelevati trasversalmente alla saldatura corpo cilindrico/calotta					
Saggio	Dimensioni [mm]	Sezione [mm ²]	Temperatura [°C]	Fm [KN]	Rm [N/mm ²]
01	1,95x15,0	29,25	Amb.	11,403	389,84*
02	1,96x15,3	29,98	Amb.	10,618	354,06**
03	1,73x15,1	26,12	Amb.	12,000	459,41*
Valori tabellari del materiale Fe 52D (UNI 7070.72): Rm=510-610 N/mm ²					
*provetta rottasi fuori saldatura					
**provetta rottasi in saldatura evidenziando una mancanza di fusione nella sezione di frattura					

Le prove di piegamento trasversale sono risultate conformi, come si evince dalla tabella 8.

Tabella 8. Prove di piegamento 160°/3S eseguite sulla sezione trasversale della saldatura corpo cilindrico/calotta del bidone di riferimento.

Prove di piegamento 160°/3S Provini prelevati trasversalmente alla saldatura corpo cilindrico/calotta	
Diritto	Rovescio
Positiva	Positiva

Le prove di durezza HV₁₀ eseguite sulla sezione trasversale della saldatura corpo cilindrico/calotta del bidone di riferimento hanno dato esito positivo (Figura 36).

Sono state eseguite le prove di resilienza tipo KV a -20°C con provini di spessore inferiore a 2,5 mm con intaglio in zona fusa, in zona termicamente alterata lato risbordatura e ad 1 mm circa dalla zona termicamente alterata lato risbordatura. I risultati sono riportati in tabella 9. I valori dell'energia E per provini di tale spessore sono stati calcolati secondo quanto indicato da ASM Handbook [ASM 8-000].

Uno dei provini con intaglio in zona termicamente alterata lato risbordatura presenta un valore di E inferiore al minimo calcolato (E_{\min} 3,94 J per uno spessore di 2,18 mm) ed una superficie di frattura di aspetto fragile, priva di deformazione plastica.

Figura 36. Prove di durezza HV_{10} eseguite sulla sezione trasversale dalla saldatura corpo cilindrico/calotta del bidone di riferimento

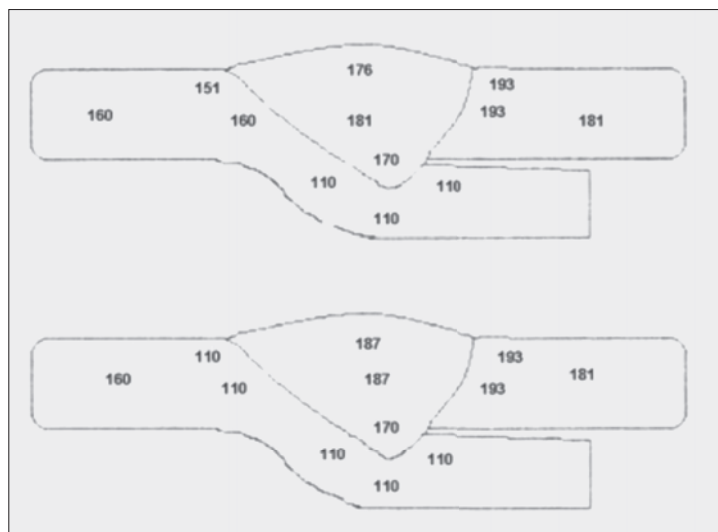


Tabella 9. Prove di resilienza eseguite sulla sezione trasversale dalla saldatura corpo cilindrico/calotta del bidone di riferimento.

Resilienze tipo KV (temperatura di prova -20°C)			
	Saggio 01	Saggio 02	Saggio 03
Intaglio in ZF	18,0 (2,23 mm)	16,0 (2,30mm)	15,0 (2,29mm)
Intaglio in ZTA Lato risbordatura	3,3 (2,18mm)	17,5 (2,20mm)	16,0 (2,18mm)
Intaglio eseguito a 0,5-1,0 mm da ZTA lato risbordatura	19,0 (2,20mm)	19,7 (2,45mm)	20,0 (2,20mm)
Nota: non è stato possibile realizzare provini di resilienza privi di difetti superficiali di spessore ridotto e pari a 2,5 mm, si riporta fra parentesi la misura dello spessore realizzato per ciascuno di essi.			

2.1.8 Conclusioni

Gli esami visivi, macro e micro del bidone esploso hanno evidenziato una rottura di tipo fragile come di solito avviene per esplosioni dovute al repentino cambio di stato, da liquido a gassoso, causato da un'eccessiva pressione all'interno del recipiente e in presenza di un difetto che agisce da innesco.

L'esame macro condotto sul recipiente di riferimento ha evidenziato un'esecuzione non a regola d'arte delle saldature circonferenziali, con una mancanza di penetrazione caratterizzata dalla presenza di una fessurazione in corrispondenza della zona fusa al vertice della discontinuità tra

il fasciame e la parte risbordata [ASM_weld-997]. Le prove meccaniche e tecnologiche hanno confermato la non perfetta esecuzione delle saldature circonferenziali corpo cilindrico/calotta e corpo cilindrico/fondo del bidone di riferimento con una resistenza meccanica della saldatura inferiore ai valori tabellari. L'esame condotto sul bidone esploso ha messo in evidenza la stessa mancata penetrazione della zona fusa, con conseguente fessurazione ed una collocazione della linea di frattura tale da far supporre che la stessa fessurazione possa aver agito da innesco. La geometria bidimensionale dell'imperfezione a livello della saldatura crea infatti un pericoloso effetto di concentrazione degli sforzi che può originare facilmente una rottura fragile, a maggior ragione in caso di sovraccarico.

È importante far notare, inoltre, che alcuni dei recipienti di ammoniaca assieme a cui il bidone esploso era utilizzato risultavano sovra riempiti al momento dei rilievi post incidente. Ciò induce a ritenere l'eccessivo riempimento come un'altra probabile concausa dell'esplosione.

Da quanto sopra esposto si rileva che l'evento incidentale è stato determinato da più fattori concomitanti: un'eccessiva carica di ammoniaca nel bidone, che ha provocato una notevole sovrappressione, unitamente ad un'esecuzione delle saldature circonferenziali non a regola d'arte, i cui difetti hanno agito da innesco; inoltre l'incidente è avvenuto in condizioni climatiche tali da rientrare nell'intervallo di temperature basse per un acciaio ferritico (inferiori a 0°C) anche se compatibili con le condizioni di impiego del materiale. L'esposizione a tali temperature può aver dato luogo ad una frattura di tipo fragile in un materiale normalmente duttile, anche senza che si sia verificato un cambiamento nella microstruttura.

2.2 Analisi delle cause di rottura di una tubazione in acciaio basso legato API 5L grado B operante in un impianto petrolchimico

2.2.1 Premessa

Una linea di tubazioni in servizio presso una raffineria, le cui condizioni di servizio sono riportate in tabella 10, ha subito un evento incidentale che ne ha causato la rottura in due punti.

Tabella 10. Dati tecnici e condizioni di servizio della linea di tubazioni oggetto di rottura.

Materiale	API 5 L gr. B
Fluido di processo	Idrogeno e nafta
Temperatura di progetto	175°C
Pressione	40 bar

Sono state condotte prove di laboratorio sulle porzioni di tubo pervenute, allo scopo di accertare la presenza di eventuali fenomeni di degrado e possibili meccanismi di danno.

I reperti sono stati prelevati in corrispondenza dei punti nei quali si è verificata la rottura (figura 37). Inoltre, sulla stessa linea, è stato prelevato un ulteriore spezzone di tubo, in una zona non interessata dall'evento incidentale, allo scopo di ottenere un elemento di confronto per tutte le indagini condotte in laboratorio.

Figura 37. Panoramica dei reperti e dello spezzone di riferimento



primo punto di rottura: monte



primo punto di rottura: valle



primo punto di rottura: frammento



primo punto di rottura:
base del supporto



primo punto di rottura: frammento



secondo punto di rottura



riferimento

2.2.2 Esame visivo e macro

Una serie di immagini rappresentative dell'esame visivo e macro è riportata in figura 38. Tutti i reperti esaminati presentano chiare evidenze di fenomeni corrosivi diffusi sia sulla superficie interna che su quella esterna. In alcuni casi sono state individuate vaste aree interessate da vaiolature, lungo la superficie esterna. Si tratta di vaiolature con crateri di ampia superficie, con diametro medio di 15-20 mm e una profondità di 1-2 mm.

Dall'esame macro delle saldature (figura 39) è emerso che nella saldatura relativa al tubo di riferimento è presente un disallineamento delle due parti saldate ed è inoltre stato individuato un difetto costituito da una incisione marginale. Dalle analisi effettuate sulle saldature presenti negli spezzoni coinvolti nell'incidente emerge un fenomeno analogo di disallineamento ma non sono stati rilevati difetti di incisione.

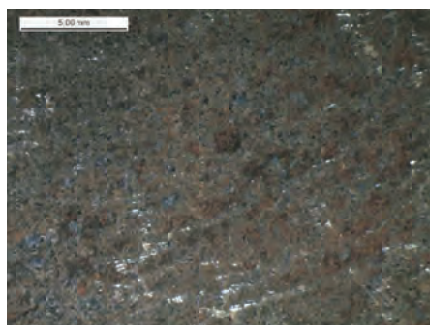
Figura 38. Esame visivo e macro degli spezzoni



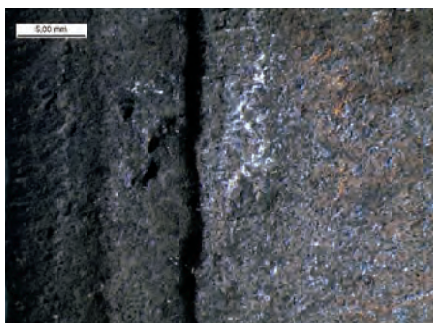
porzione di tubo affetta da vaiolatura



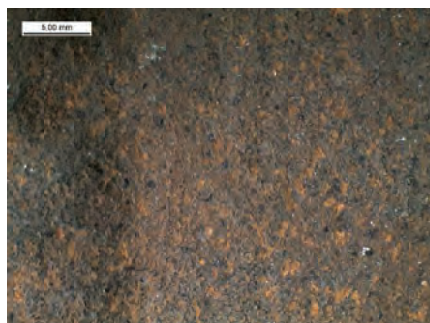
sup. esterna



sup. interna



sup. esterna presso saldatura



sup. interna presso saldatura

Figura 39. Macrografie di alcune saldature



In tutti i reperti esaminati, relativi al primo punto di rottura, sono stati riscontrati valori dello spessore generalmente inferiori rispetto al riferimento (7,8mm-8,2 mm) ed una progressiva riduzione dello stesso nella direzione della frattura.

Nessuna significativa riduzione è stata invece osservata nei reperti provenienti dal secondo punto di rottura. È stato osservato, comunque, che in questo caso il tubo a valle presenta valori dello spessore di gran lunga superiori rispetto al riferimento (14,3mm-15,4 mm), mentre quello a monte non presenta differenze sostanziali.

2.2.3 Analisi chimica

La determinazione degli elementi di lega è stata eseguita con quantometro ad emissione ottica calibrato per acciai micro e basso legati in accordo alla norma ASTM E 415-08 [ASTM 415-008]. L'acciaio costituente sia le tubazioni coinvolte nell'incidente che il riferimento è classificabile come API 5L grado B. La sua composizione chimica nominale è riportata in tabella 11, sia per il materiale base che per le saldature.

Tabella 11. Composizione chimica nominale dell'acciaio API 5L gr. B. Tutti i valori riportati sono da considerarsi come percentuali massime ammissibili.

	C	Mn	P	S	Nb	V	Ti	Cu	Ni	Cr	Mo
Mat. base	0,28	1,2	0,03	0,03	-	-	-	0,5	0,5	0,5	0,5
Sald.	0,26	1,2	0,03	0,03	a	a	b	0,5	0,5	0,5	0,5
a) Nb+V<0,06% b) Nb+V+Ti<0,15%											

Nella tabella 12 sono elencati i valori trovati sperimentalmente per i materiali analizzati. L'esame dei risultati evidenzia che gli acciai sono conformi.

Tabella 12. Risultati dell'analisi chimica

	C	Mn	P	S	Nb	Mo
Mater. base	0,12	0,53	0,01	0,031	0,001	0,03
	V	Ti	Cu	Ni	Cr	
	-	-	-	0,07	0,06	
	C	Mn	P	S	Nb	Mo
Mater. base rifer.	0,11	0,55	0,02	0,029	0,001	-
	V	Ti	Cu	Ni	Cr	
	-	-	-	0,17	0,07	
	C	Mn	P	S	Nb	Mo
Saldatura	0,08	0,53	0,01	0,02	0,002	0,01
	V	Ti	Cu	Ni	Cr	
	0,011	0,02	0,1	0,06	0,03	
	C	Mn	P	S	Nb	Mo
Saldatura riferim.	0,07	0,89	0,01	0,02	0,002	0,02
	V	Ti	Cu	Ni	Cr	
	0,011	0,025	0,14	0,10	0,05	

2.2.4 Prove meccaniche

Sono state prelevate porzioni di materiale per ricavare provini da sottoporre a prove meccaniche di trazione e durezza. In particolare sono stati prelevati campioni sia dal riferimento che da uno dei reperti presso il primo punto di rottura. Le prove meccaniche di trazione sono state realizzate in accordo alla norma ASTM A 370 [ASTM 370-977]. I valori nominali sono quelli stabiliti dalla norma API 5L [API5L-007]. I risultati delle prove di trazione sono illustrati in tabella 13 assieme ai valori nominali previsti dalla norma API. I valori del carico di rottura del materiale base risultano leggermente inferiori a quanto previsto dalla norma mentre la saldatura è pienamente conforme.

Sono state eseguite prove di durezza Vickers (HV_{30}) su sezioni trasversali delle saldature: la norma API 5L per questo tipo di acciai prevede che non siano presenti hard spot con durezza superiore a $345 HV_{30}$. I risultati ottenuti, confrontati con quelli ricavati da analoghe misure sul riferimento, non mostrano sostanziali differenze tra i due materiali e si situano nella totalità dei casi ampiamente al di sotto del limite previsto dalla norma.

In tabella 14 sono riportati i risultati delle prove condotte sulla saldatura del tubo di riferimento e su una delle saldature presenti sui reperti coinvolti nell'incidente.

Tabella 13. Risultati sperimentali ottenuti dalle prove di trazione e relativi valori nominali previsti

	Rm (N/mm ²)	A %		Rm (N/mm ²)	A %
Valori nominali materiale base	415	21	Valori nominali saldatura	415	-
Riferimento	406	31	Riferimento	436	-
	405	31		451	-
	413	31		425	-
1° punto di rottura	402	32	1° punto di rottura	442	-
	402	32		434	-

Tabella 14. Alcune prove di durezza condotte su saldature

Valori durezza HV30 saldatura campione 1° punto di rottura		Valori durezza HV30 saldatura riferimento	
1	183	1	195
2	191	2	184
3	184	3	191
4	191	4	172
5	191	5	191
6	175	6	184
7	155	7	158
8	171	8	177
9	171	9	168
10	160	10	171
11	160	11	161

Lungo sezioni radiali di campioni terminanti con una superficie di frattura sono state condotte misure di durezza HV₃₀ e microdurezza HV_{0,05} (sia sul grano ferritico che su quello perlitico). I valori ottenuti mostrano generalmente un progressivo aumento della durezza man mano che ci si avvicina alla frattura.

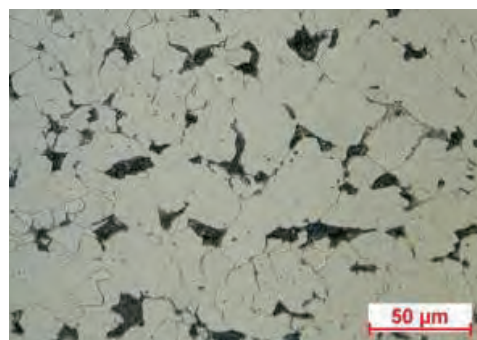
2.2.5 Esame microstrutturale

Materiale base — Alcune micrografie dei campioni prelevati e del riferimento sono visibili in figura 40.

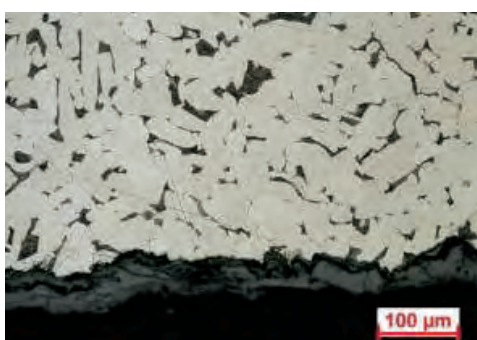
Figura 40. Microstrutture del materiale base a confronto con il riferimento



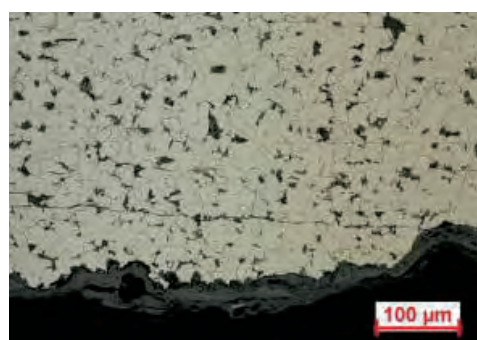
bulk sez. radiale



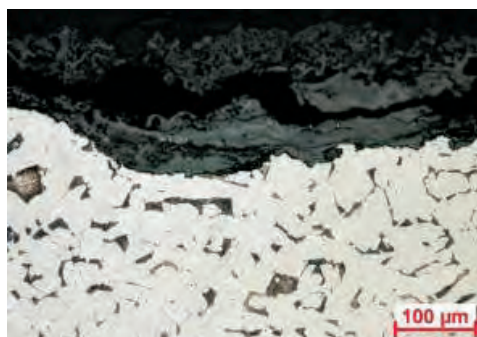
bulk sez. radiale riferimento



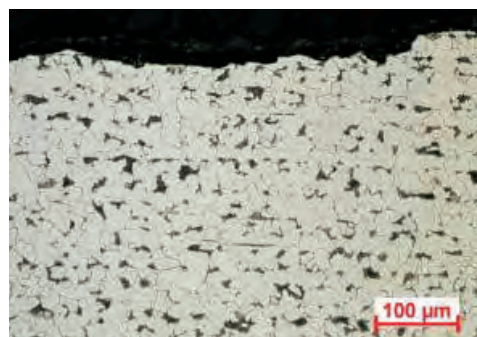
sez. radiale sup. esterna



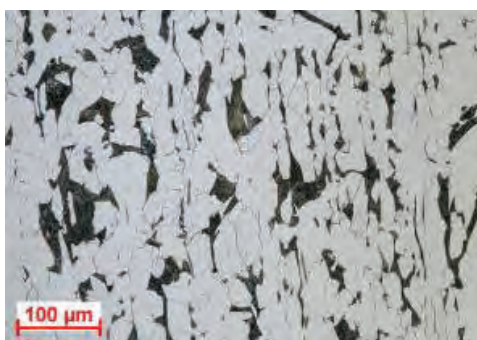
sez. radiale sup. esterna riferimento



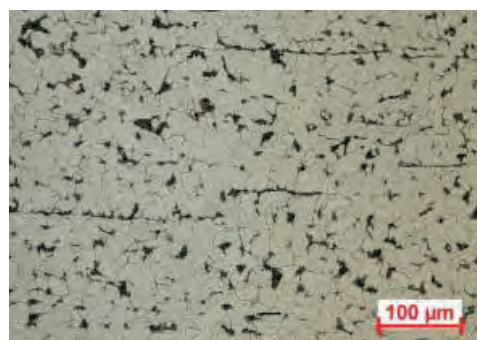
sez. radiale sup. interna



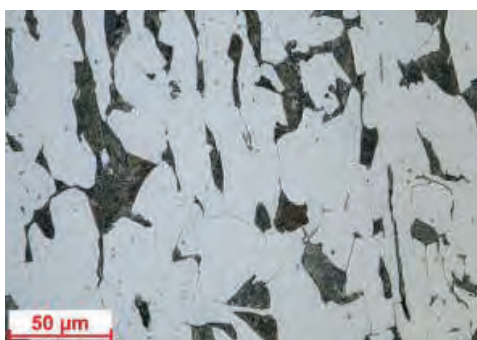
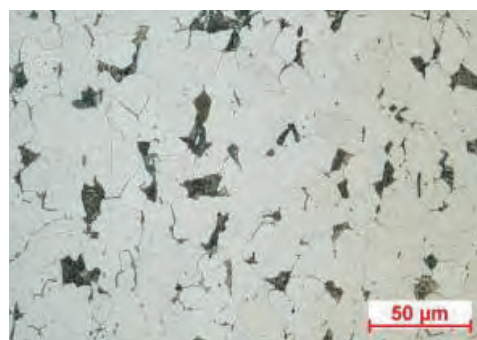
sez. radiale sup. interna riferimento



sez. longitudinale bulk



sez. longitudinale bulk riferimento

sez. longitudinale *bulk*sez. longitudinale *bulk* riferimento

La microstruttura appare costituita da ferrite e perlite con presenza di inclusioni allungate e locali bandeggiamenti sia nei campioni esaminati che nel riferimento. Emerge invece una differenza nella dimensione del grano che nei campioni esaminati appare compresa fra 80 e 120 μm , mentre nel riferimento è pari a circa 50 μm .

Saldatura — Una serie di micrografie sulle saldature esaminate è riportata in figura 41.

Figura 41. Microstrutture delle saldature a confronto con il riferimento



zona fusa



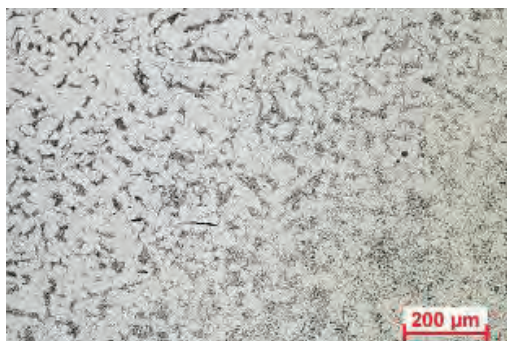
zona fusa riferimento



ZTA



ZTA riferimento



transizione MB/ZTA



transizione MB/ZTA riferimento



materiale base



materiale base riferimento

La microstruttura della saldatura nei campioni analizzati non presenta particolari difetti o anomalie quali pori, microcricche od inclusioni ed è del tutto equivalente alla saldatura del riferimento.

2.2.6 Esame delle fratture

L'incidente che ha interessato la linea di condotte ha provocato due differenti rotture, in due punti distinti, a distanza di parecchi metri l'uno dall'altro.

I due punti mostrano fratture con caratteristiche leggermente differenti. La rottura è, comunque, sempre di tipo transgranulare.

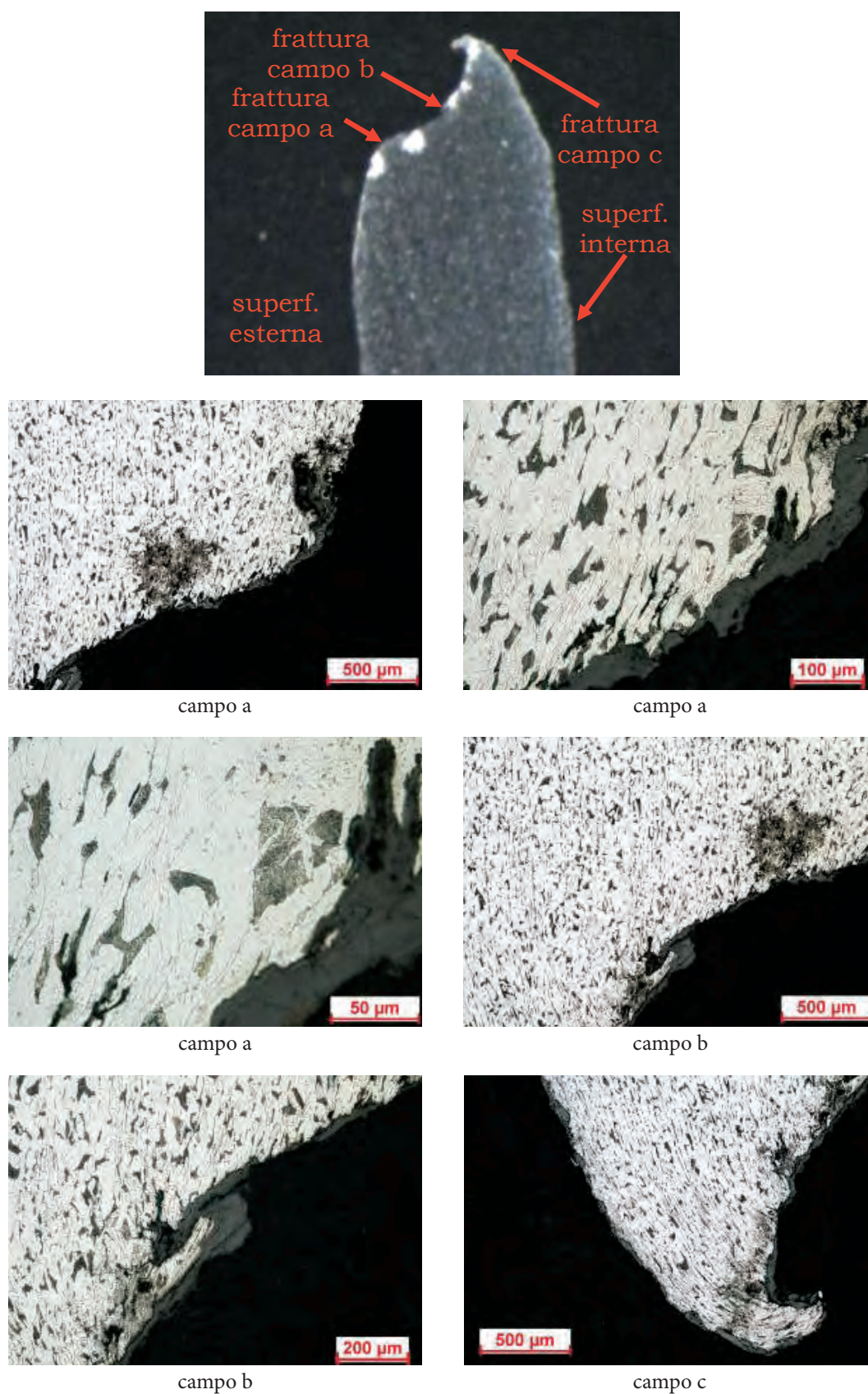
Fratture localizzate al primo punto di rottura — Presso tali fratture si osservano fondamentalmente tre aspetti:

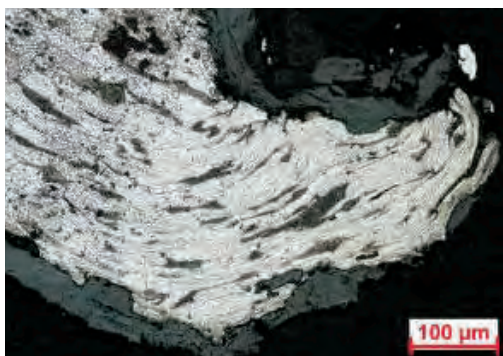
- un progressivo assottigliamento del materiale nel verso della frattura;
- una sezione di frattura a 45 gradi nello spessore;
- la presenza di una significativa porzione di materiale con grano deformato.

Tali caratteristiche sono tipiche di una frattura a prevalente carattere duttile.

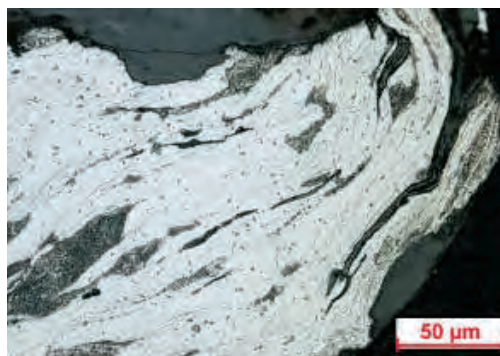
Alcune micrografie relative al primo punto di rottura sono illustrate in figura 42.

Figura 42. Micrografie di una frattura originatasi presso il primo punto di rottura





campo c



campo c

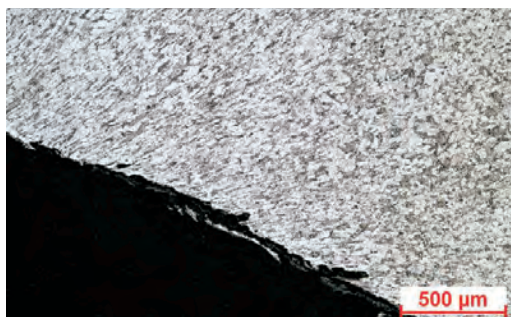
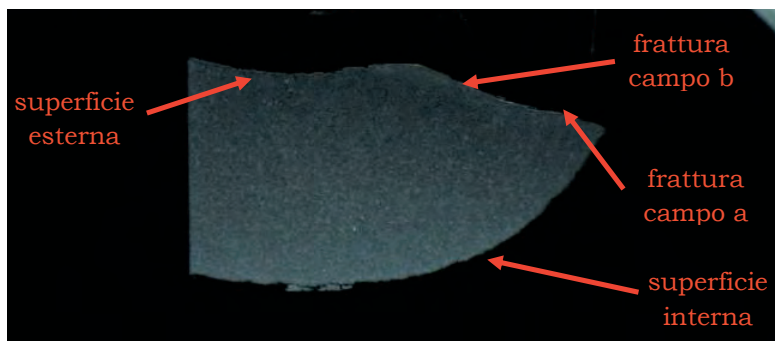
Fratture localizzate al secondo punto di rottura — Presentano le seguenti caratteristiche:

- non si registra assottigliamento del materiale nella direzione della frattura;
- la frattura assume per lunghi tratti un aspetto netto e definito;
- solo la porzione di materiale più prossima alla frattura presenta un grano deformato.

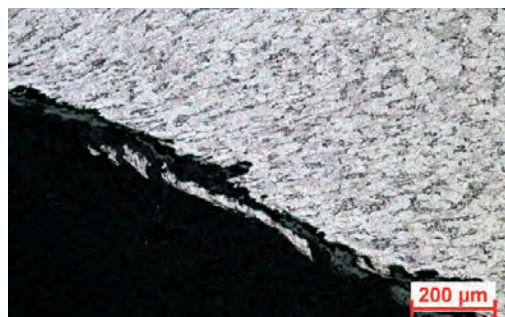
Sulla base di questi dati queste fratture si possono definire a carattere misto duttile-fragile.

Alcune micrografie relative ad un campione prelevato presso una superficie di frattura del secondo punto di rottura sono illustrate in figura 43.

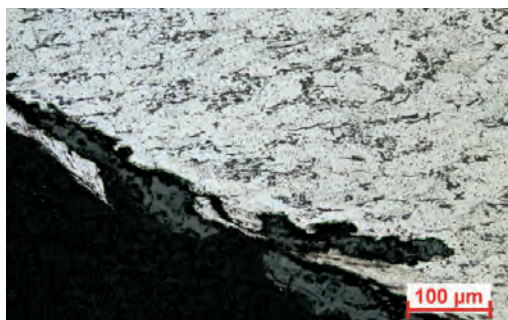
Figura 43. Micrografie di una frattura originatasi presso il secondo punto di rottura



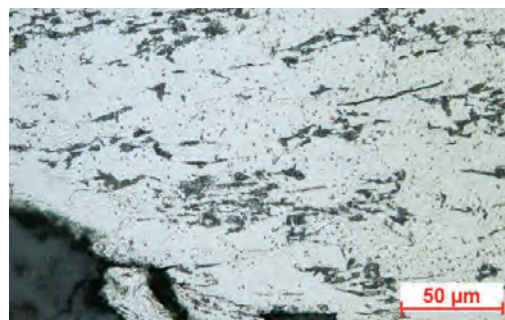
campo a



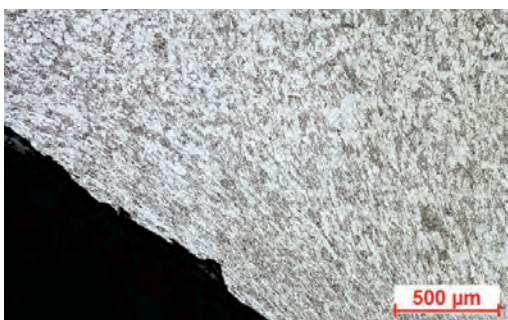
campo a



campo a



campo a



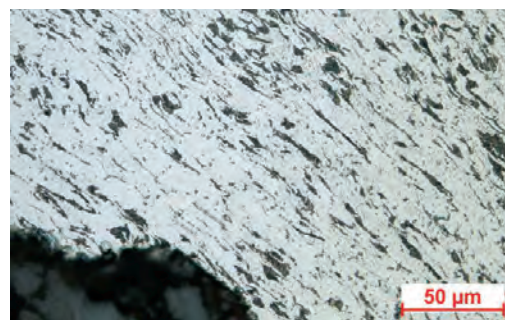
campo b



campo b



campo b



campo b

2.2.7 Conclusioni

In tutti i reperti esaminati, relativi al presunto primo punto di rottura, sono stati riscontrati valori dello spessore generalmente inferiori rispetto al riferimento ed una progressiva riduzione dello stesso nella direzione della frattura. Sulla superficie esterna si riscontrano fenomeni di corrosione generalizzata, accompagnati a tratti da vaiolatura, costituita da crateri con diametro medio di 15-20 mm ed una profondità di 1-2 mm. Le prove meccaniche e le analisi chimiche hanno fornito evidenze sperimentali equivalenti a quelle ottenute nel riferimento. Gli esami metallografici microstrutturali, svolti sempre per confronto, non rilevano la presenza sia nel materiale che nelle saldature di particolari difetti o fenomeni di degrado peculiari. La microstruttura si diversifica solo in relazione alla dimensione del grano, che nella quasi totalità dei campioni risulta generalmente ingrossato. Non ci sono tuttavia elementi sufficienti per poter attribuire tale fenomeno solo ad eventuali effetti termici conseguenti alla rottura.

Tutte le superfici di frattura esaminate presentano un profilo a 45° circa rispetto allo spessore del tubo. Gli esami micrografici della frattura stessa, condotti su sezioni parallele alla direzione di al-

lungamento, mostrano, in tutti i campioni esaminati, il flusso plastico del materiale ed il carattere prevalentemente duttile della stessa. Non sono state riscontrate porzioni di frattura a carattere prevalentemente fragile e non sono stati riscontrati difetti nel materiale o particolari fenomeni di degrado tali da poter essere considerati innesco di tale tipologia di rottura.

Una siffatta rottura duttile in materiali capaci di deformarsi elasticamente prima di rompersi è generalmente il risultato dell'azione di una tensione di taglio superiore alla resistenza a taglio del materiale.

Nei reperti esaminati relativi al presunto secondo punto di rottura, il tubo a valle presenta valori dello spessore di gran lunga superiori rispetto al riferimento, mentre quello a monte non presenta differenze sostanziali. La microstruttura è generalmente equivalente, tranne che per la dimensione media del grano, che risulta essere circa il doppio. Non sono stati riscontrati difetti o particolari fenomeni di degrado sia nel materiale base che in saldatura. Gli esami micro della frattura, condotti su sezioni parallele alla direzione di allungamento, mostrano un modesto flusso plastico, limitato ad una porzione del materiale immediatamente adiacente alla frattura stessa.

Una rottura a carattere parzialmente fragile, in un materiale normalmente duttile, in assenza di difetti o fenomeni di degrado che possano generare una concentrazione degli sforzi, può essere causata da una elevata velocità di applicazione del carico.

Al fine di comprendere le possibili cause che hanno determinato la rottura della tubazione è stato infine eseguito un calcolo di stabilità della linea adottando nel modello di calcolo le condizioni strutturali e di esercizio in cui l'item si trovava al momento dell'incidente. Le sollecitazioni risultanti dalle diverse condizioni di carico non sono rientrate nei valori ammissibili previsti dal codice secondo il quale le tubazioni sono state analizzate (ASME B 31.3) pertanto si può ragionevolmente ipotizzare che l'evento incidentale si è verificato esclusivamente a causa di una scelta errata delle dimensioni delle tubazioni.

2.3 Analisi delle cause di rottura di una bombola in acciaio bonificato 34CrMo4, contenente miscela estinguente

2.3.1 Premessa

Gli acciai bonificati sono largamente impiegati nella fabbricazione di bombole adibite al trasporto e contenimento di gas e miscele gassose. Il trattamento di tempra, seguito da rinvenimento, infatti, conferisce a questa categoria di materiali delle eccellenti proprietà meccaniche. Una delle numerose destinazioni d'uso di tali bombole è il contenimento di miscele estinguenti, ovvero miscele di gas inerti utilizzate nei dispositivi antincendio, tra le quali va annoverata anche quella denominata INERGEN, in cui sono presenti azoto, argon e biossido di carbonio, rispettivamente al 52%, 40%, e 8%. Una bombola di questo tipo, facente parte di un sistema antincendio ha subito un improvviso cedimento, manifestatosi con una violenta esplosione che ha dilaniato il cilindro stesso in tre parti, le quali sono state recuperate ed analizzate allo scopo di individuare le cause della rottura.

La bombola aveva una capacità geometrica di circa 60 litri ed era riempita con la miscela INERGEN a 200 bar.

I tre reperti in cui si è frantumata la bombola esplosa sono stati classificati rispettivamente come "ogiva", "corpo cilindrico" e "fondo". È stata inoltre campionata ed analizzata una bombola di riferimento, appartenente allo stesso lotto della bombola esplosa, allo scopo di ottenere un elemento

di confronto per tutte le indagini condotte in laboratorio. In figura 44 sono illustrati in dettaglio i reperti pervenuti della bombola esplosa e la bombola di riferimento.

Figura 44. Panoramica dei reperti e della bombola di riferimento



ogiva



fondo



corpo cilindrico



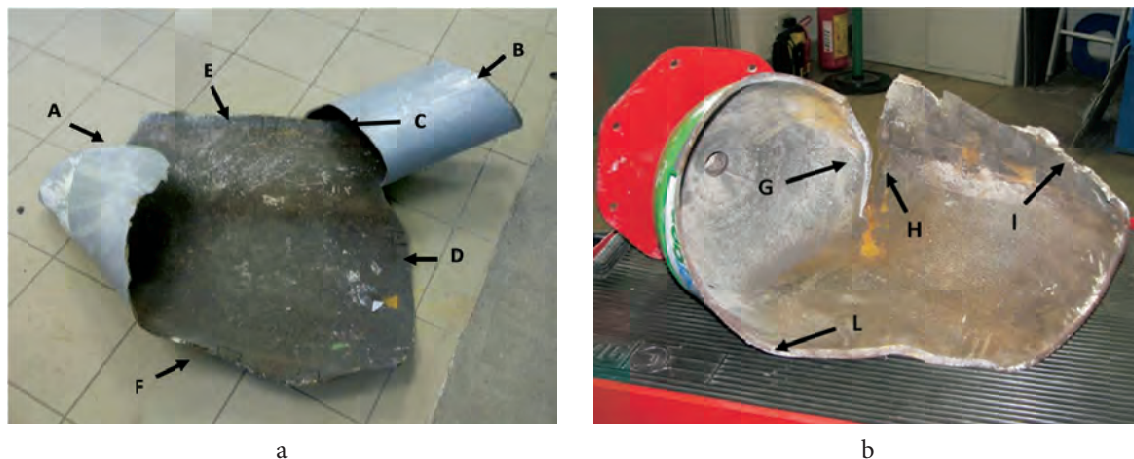
bombola di riferimento

2.3.2 Esame visivo e macro

Riferimento — Sulla superficie interna del riferimento è stata rilevata la presenza di aree a differente colorazione distribuite in modo omogeneo, senza però evidenza di significativi fenomeni corrosivi o forme di danno visibili ad occhio nudo. L'indagine a più alti ingrandimenti mediante stereomicroscopio non ha evidenziato particolari anomalie; la presenza di aree a differente colorazione non sembra interessare il materiale in termini di porosità o altre alterazioni superficiali.

Bombola esplosa — L'esame visivo e il successivo esame macro condotti sul reperto denominato "corpo cilindrico" hanno evidenziato la presenza di superfici di frattura differenti per aspetto e caratteristiche in termini di colorazione, lucentezza e inclinazione dei piani (figura 45 a).

Figura 45. Individuazione delle linee di frattura rispettivamente sui reperti “corpo cilindrico” (a) e “ogiva” (b)



Le linee di frattura individuate sono state così classificate:

- frattura circonferenziale di ~850 mm dal lato ogiva e classificata frattura “A”;
- frattura circonferenziale di ~800 mm dal lato fondo e classificata frattura “B”;
- distacco circonferenziale di ~600 mm costituito da due lembi contrapposti e classificati rispettivamente frattura “C” e “D”;
- frattura longitudinale di ~1100 mm costituita da due lembi contrapposti e classificati rispettivamente frattura “E” ed “F”.

In particolare, le linee di frattura circonferenziali (A, B, C e D) presentano la superficie di frattura inclinata a 45° nell'intero spessore, con aspetto lucente.

Le linee di frattura longitudinali (E ed F) alternano tratti con questa stessa caratteristica e tratti in cui la superficie di frattura ha un andamento più complesso nello spessore, essendo generalmente presenti sia un tratto inclinato a 45° con aspetto lucente, sia un tratto a 90° dal lato della superficie interna più o meno esteso con colorazione scura.

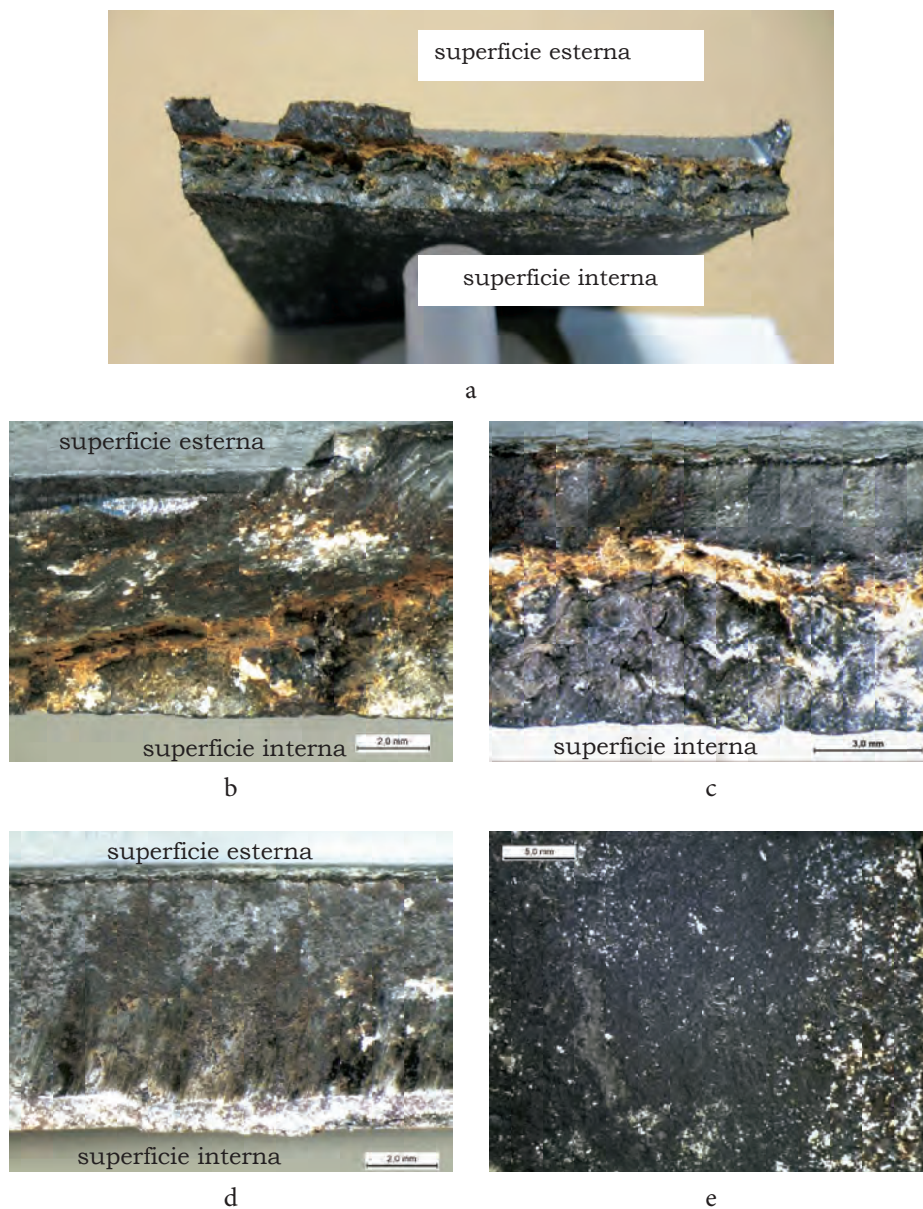
Nel reperto denominato “ogiva” sono visibili linee di frattura longitudinali e circonferenziali. Tali fratture sono state così identificate (figura 45 b):

- distacco circonferenziale di ~120 mm e costituito da due lembi contrapposti e classificati rispettivamente “G” e “H”;
- frattura longitudinale di ~300 mm e classificata frattura “I”;
- frattura circonferenziale di ~1100 mm e classificata frattura “L”.

Sono inoltre state individuate cricche macroscopiche sulla superficie interna e cricche ramificate che si dipartono dalle fratture.

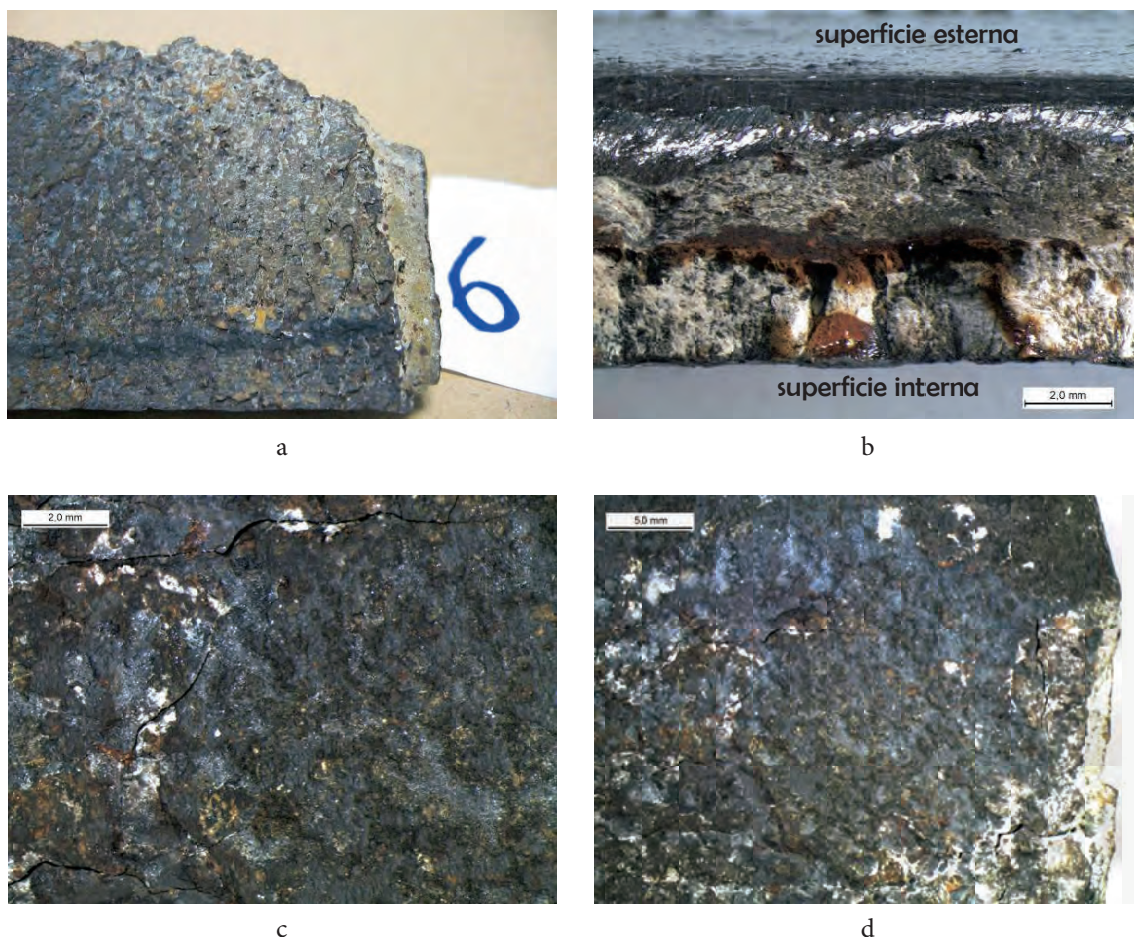
In figura 46 sono riportate alcune macrografie significative di campioni prelevati dal reperto “corpo cilindrico”.

Figura 46. Macrografie dal reperto “corpo cilindrico”: (a) frattura longitudinale (panoramica); (b), (c) frattura longitudinale (dettagli); (d) frattura circonferenziale (dettagli); (e) panoramica della superficie interna



Nella figura 47 sono riportate alcune macrografie ricavate da campioni prelevati dal reperto “ogiva”.

Figura 47. Macrografie dal reperto “ogiva”: (a) panoramica; (b) frattura circonferenziale (dettagli); (c) cricche su superficie interna; (d) dettagli sulla superficie interna



Nel reperto denominato “fondo” è visibile una sola linea di frattura circonferenziale di ~900 mm, (denominata frattura M) la cui superficie ha un aspetto uniforme con orientazione a 45° nello spessore, con carattere lucente.

Allo scopo di rilevare l'andamento dello spessore in funzione della distanza dalla superficie di frattura e l'eventuale presenza di aree soggette a strizione, è stata effettuata sui saggi prelevati dai reperti “ogiva” e “corpo cilindrico”, una serie di misurazioni. Nella totalità dei casi non si osserva alcuna variazione significativa di spessore: una tale assenza di strizione e di deformazioni significative è caratteristica tipica delle rotture a prevalente carattere fragile.

Fa eccezione la linea di frattura C-D, ove è effettivamente presente una moderata diminuzione di spessore all'approssimarsi della superficie di frattura.

È importante notare, inoltre, che la superficie interna del cilindro esploso presenta una zona in cui il materiale non mostra affatto il consueto aspetto lucente tipico di un acciaio. Si tratta di una porzione limitata ad un ramo di circonferenza della lunghezza di circa 100 mm, che è presente sia sul reperto “ogiva” che sul “corpo cilindrico” e che si estende lungo una direttrice parallela all'asse della bombola stessa, proprio in corrispondenza delle linee di frattura E, F ed I.

2.3.3 Analisi chimica

La determinazione degli elementi di lega è stata eseguita sulla bombola esplosa e sul riferimento, con quantometro ad emissione ottica. I risultati dell'analisi sono riportati nella tabella 15, assieme ai requisiti di composizione chimica nominale previsti dallo standard di riferimento per la fabbricazione di questa tipologia di acciai.

Le analisi chimiche condotte sul materiale della bombola esplosa e su quello della bombola di riferimento confermano che il tenore degli elementi di lega è conforme in entrambi i casi a quanto prescritto dalle normative vigenti al momento della fabbricazione della stessa.

Tabella 15. Composizione chimica nominale, secondo lo standard UNI EN 10083 1:1998 e valori sperimentali ottenuti per i campioni analizzati.

	C %	Mn %	P %	S %	Cr %	Mo %	Si %
standard bombola	0,30-0,37	0,6-0,9	≤ 0,035	≤ 0,035	0,9-1,2	0,15-0,30	≤ 0,40
riferimento bombola	0,34	0,85	0,012	0,0006	1,13	0,22	0,24
esplosa	0,31	0,85	0,012	0,0007	1,12	0,22	0,23

2.3.4 Prove meccaniche

Dal corpo cilindrico della bombola di riferimento e dall'omonimo reperto della bombola esplosa, sono stati ricavati provini da sottoporre a prove meccaniche di trazione, durezza e resilienza.

Prove di trazione — Le prove di trazione sono state eseguite in riferimento alla norma UNI EN ISO 6892-1:2009 [UNI 6892-009].

Sono stati ricavati provini a sezione rettangolare con larghezza b_0 pari a 12,5 mm e tratto utile L_0 pari a 55 mm. I risultati della prova di trazione devono soddisfare i requisiti della UNI EN 10083-1:1998 e del “Supplemento ordinario alla Gazzetta Ufficiale n.185 dell'11 agosto 1986 – Serie Generale”, norme in vigore all'atto della fabbricazione della bombola oggetto d'indagine. Nella tabella 16 sono illustrati i valori sperimentalmente ottenuti, unitamente ai valori nominali previsti dalle norme sopra citate.

Tabella 16. Valori sperimentali ottenuti dalle prove di trazione e relativi valori nominali previsti.

	Rs (N/mm ²)	Rm (N/mm ²)	A %
Valori nominali	800	1000-1200	14.0
Bombola di riferimento	1° prova: 934 2° prova: 942	1° prova: 1004 2° prova: 1013	1° prova: 15,0 2° prova: 15,0
Bombola esplosa	1° prova: 931 2° prova: 935	1° prova: 1005 2° prova: 1007	1° prova: 15,0 2° prova: 16,5

I risultati della prova di trazione condotta sul materiale della bombola esplosa e su quello della bombola di riferimento confermano che le proprietà meccaniche R_s , R_m e $A\%$ sono conformi a quanto prescritto dalle normative vigenti al momento della fabbricazione della stessa.

Prove di durezza — Sono state eseguite prove di durezza Brinell (HB 2,5/187,5/20) in riferimento alla norma UNI EN ISO 6506-1:2006 [UNI 6506-006], in pieno spessore su sezioni radiali di 4 provini della bombola di riferimento e 8 provini della bombola esplosa. I valori misurati sulla bombola di riferimento e su quella esplosa sono di seguito riportati in tabella 17.

Tabella 17. Risultati delle prove di durezza.

Riferimento	Rif 01		Rif 02		Rif 03		Rif 04	
	337		337		337		345	
	337		345		345		345	
	337		337		337		337	
media	337		340		340		342	
Esplosa	E 01	E 02	E 03	E 04	E 05	E 06	E 07	E 08
	329	337	345	337	337	321	329	337
	345	337	337	345	337	321	329	337
	337	345	337	337	337	321	329	337
media	337	340	340	340	337	321	329	337

I valori di durezza del materiale della bombola esplosa sono del tutto confrontabili con quelli del materiale della bombola di riferimento.

Prove di resilienza — Le prove di resilienza (KV) sono state effettuate alla temperatura di -20°C in direzione longitudinale e in riferimento alla norma UNI EN 10095-1:1992 [UNI 10095-992]. I risultati della prova di resilienza devono soddisfare i requisiti del “Supplemento ordinario alla Gazzetta Ufficiale n.185 dell’11 agosto 1986 – Serie generale”, legislazione in vigore all’atto della fabbricazione della bombola oggetto d’indagine.

Nella tabella 18 sono illustrati i valori sperimentalmente ottenuti, unitamente ai valori nominali previsti dalla norma sopra citata.

Tabella 18. Valori sperimentali ottenuti dalle prove di resilienza e relativi valori nominali previsti.

	Provino 01	Provino 02	Provino 03	Provino 04	Provino 05	Provino 06	Media
Bombola di riferimento	120	113	119	118	118	115	117
Bombola esplosa	87	86	88	93	84	87	88

Tutti i valori sono riportati in J/cm²

Nota: in accordo al “Supplemento ordinario della Gazzetta Ufficiale n.185 dell’11 agosto 1986 – Serie Generale” il valore minimo deve essere 40 J/cm2 per ogni valore singolo e 50 J/cm2 per la media dei tre provini.

I risultati della prova di resilienza condotta sul materiale della bombola esplosa e su quello della bombola di riferimento confermano in entrambi i casi la conformità a quanto prescritto dalle normative vigenti al momento della fabbricazione.

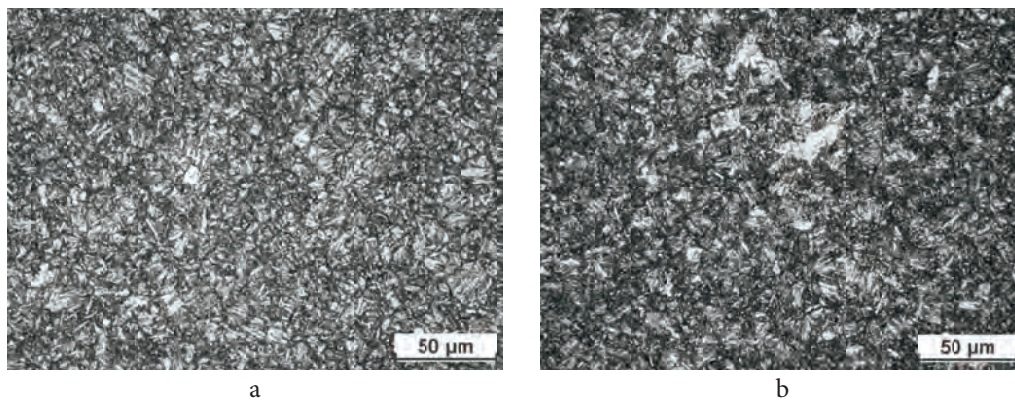
2.3.5 Esame microstrutturale

Esame della microstruttura — In figura 48 sono riportate alcune micrografie di campioni provenienti dalla bombola di riferimento e da quella esplosa.

Non si riscontrano particolari differenze a livello microstrutturale tra i campioni della bombola esplosa e quelli provenienti dal riferimento: il materiale presenta una tipica struttura di rinvenimento.

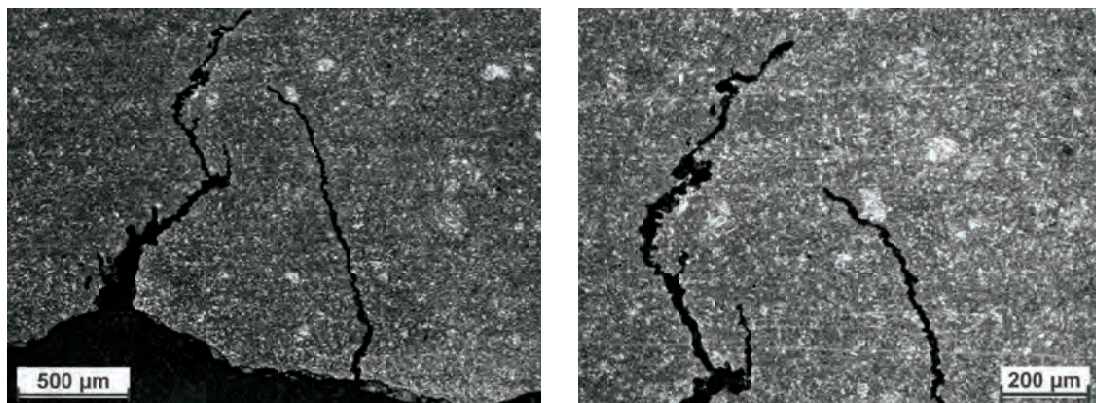
Alcuni campioni provenienti dalla bombola esplosa presentano una locale eterogeneità microstrutturale, in cui sono presenti isole di ferrite soprassatura/bainite.

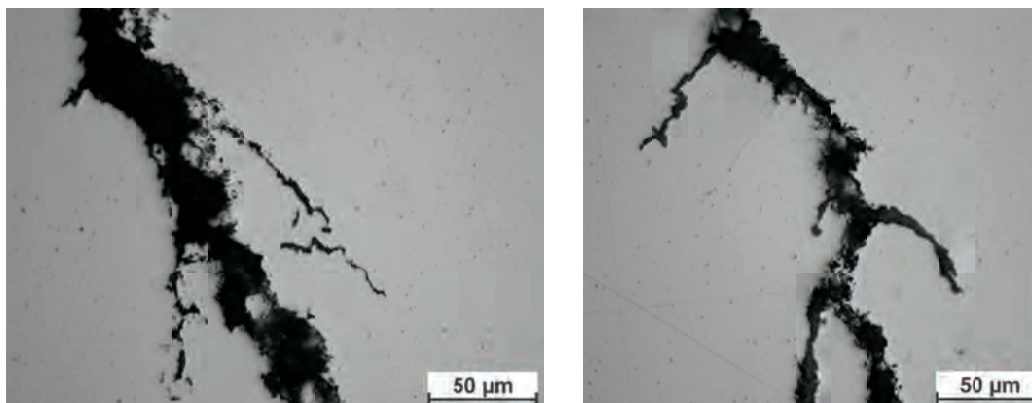
Figura 48. Microstrutture a confronto: (a) riferimento; (b) bombola esplosa



Un considerevole numero di cricche è stato individuato in alcuni campioni provenienti dal reperto “ogiva” (figura 49).

Figura 49. Microcricche individuate in campioni provenienti dal reperto “ogiva”





Tali cricche, che spesso si presentano ramificate, partono dalla superficie interna, e si propagano nel materiale per circa un terzo dello spessore, seguendo una direttrice radiale.

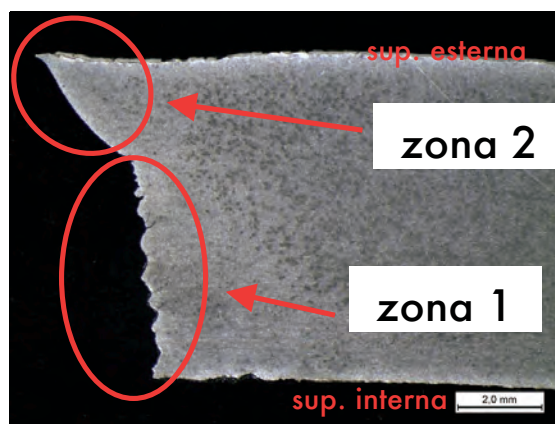
Esame del contenuto di inclusioni non metalliche — È stato eseguito l'esame del contenuto di inclusioni non metalliche, secondo la norma UNI EN 10247 [UNI 10247-007] (metodo del campo più restrittivo, *worst field method*).

Sia sul riferimento, che sul materiale della bombola esplosa, la dimensione delle inclusioni si pone al di sotto dei limiti tabellari, cosicché il calcolo di Mn ML e Md ha fornito valori pari a zero.

2.3.6 Esame delle fratture

È stata riscontrata una certa differenza nell'aspetto delle superfici di frattura, riconducibile alle due differenti direttrici di propagazione che esse hanno seguito: in tutti i campioni che presentano una frattura orientata in senso longitudinale (ossia lungo le linee E, F ed I mostrate in figura 45), la frattura assume, infatti, carattere prevalentemente fragile. Una modesta deformazione plastica è limitata a piccole aree, in prossimità della superficie esterna. L'andamento di una frattura longitudinale è riportato in figura 50.

Figura 50. I differenti aspetti di una frattura longitudinale (in sezione)

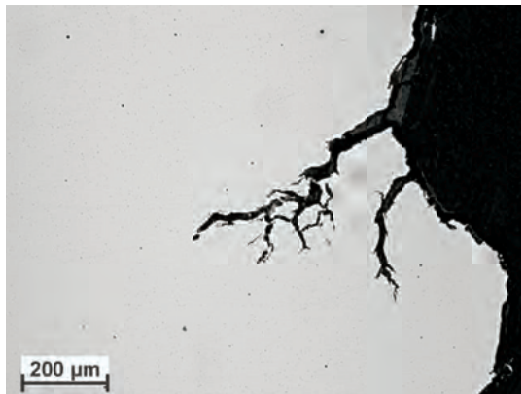


Sono ben riconoscibili due zone distinte, ciascuna delle quali mostra un aspetto caratteristico:

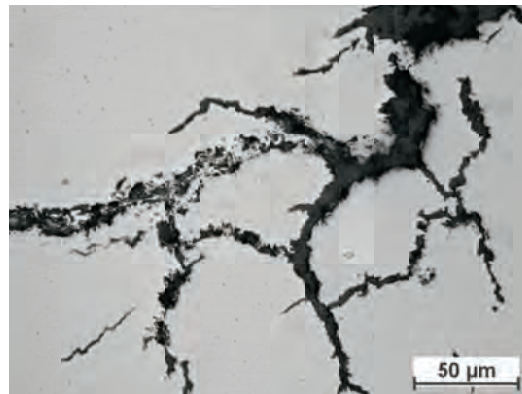
- un primo tratto (zona 1 nella figura 50) in cui la frattura, originatasi in corrispondenza della superficie interna, si propaga nel *bulk* in direzione radiale per distanze variabili a seconda dei campioni (in alcuni casi fino a tre quarti dello spessore). La rottura è nettamente fragile; sono localmente presenti delle cricche ramificate, che dalla superficie di frattura si propagano nel materiale;
- una seconda zona, (zona 2 in figura 50) che inizia in corrispondenza di un brusco cambio di direzione di circa 45° , nella quale la frattura si propaga più o meno rettilinea fino a raggiungere la superficie esterna.

Alcune micrografie relative a superfici di frattura longitudinali sono riportate in figura 51.

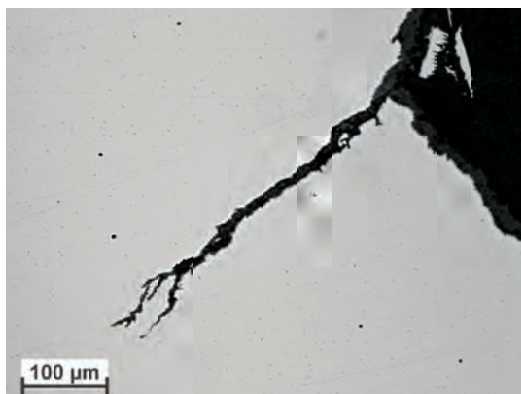
Figura 51. Micrografie in sezione della superficie di una frattura longitudinale. Per la suddivisione della frattura in zona 1 e zona 2 si faccia riferimento alla figura 50



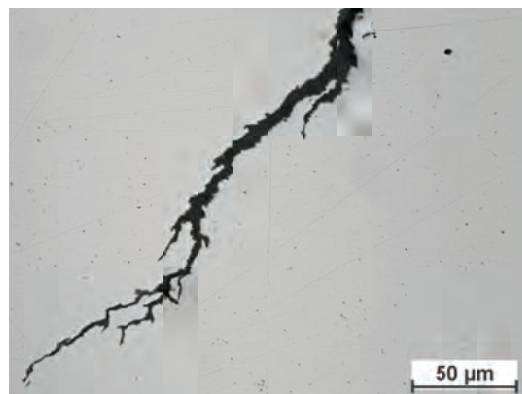
zona 1



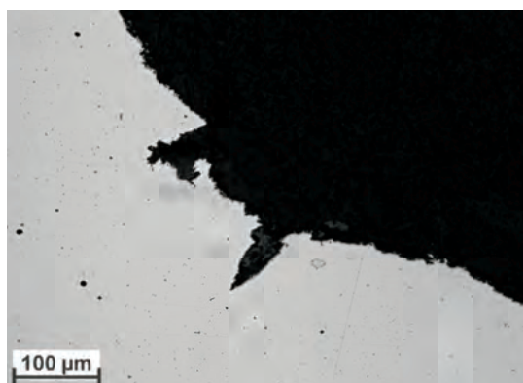
zona 1



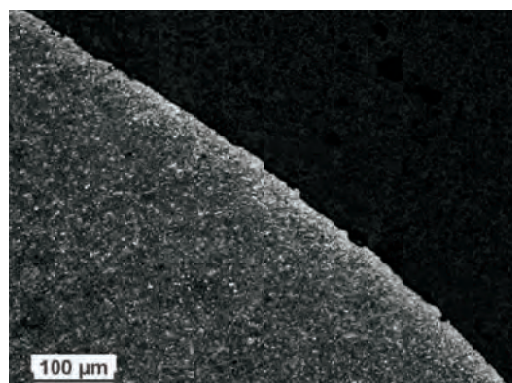
zona 1



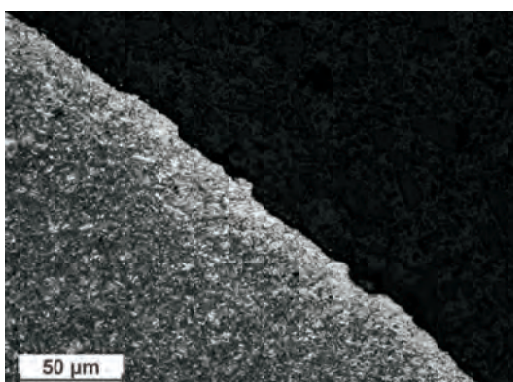
zona 1



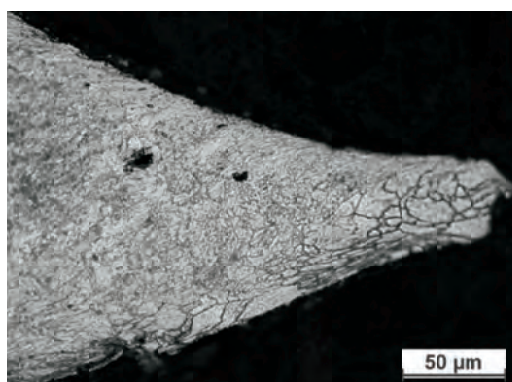
zona 2



zona 2



zona 2

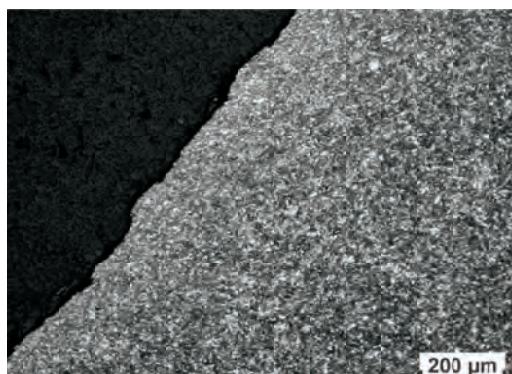
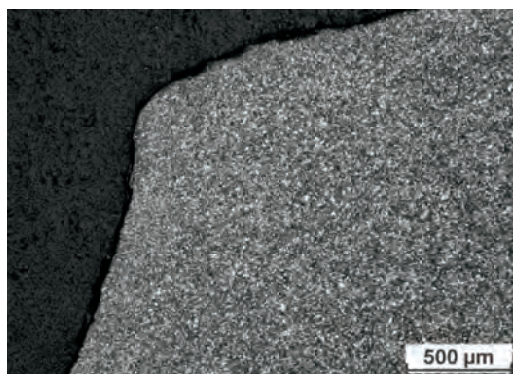


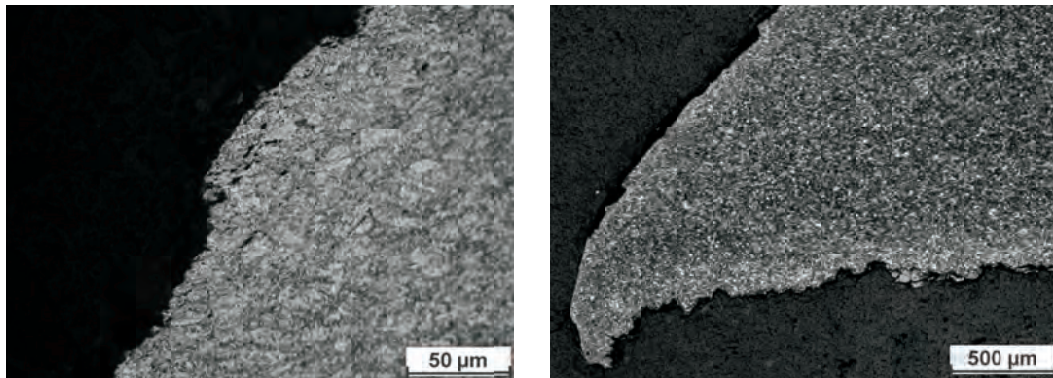
zona 2

Altri campioni presentano invece una frattura che, pur conservando un carattere prevalentemente fragile, si propaga per la quasi totalità della sua lunghezza in maniera rettilinea, seguendo un'orientazione a 45° rispetto allo spessore della bombola, per poi terminare in un breve tratto caratterizzato da una moderata deformazione plastica (figura 52).

Va sottolineato che nei campioni di materiale prelevati presso le diverse superfici di frattura la microstruttura del materiale non ha mai mostrato evidenti anomalie o disomogeneità, nemmeno in prossimità delle fratture stesse.

Figura 52. Micrografie in sezione della superficie di una frattura circonferenziale



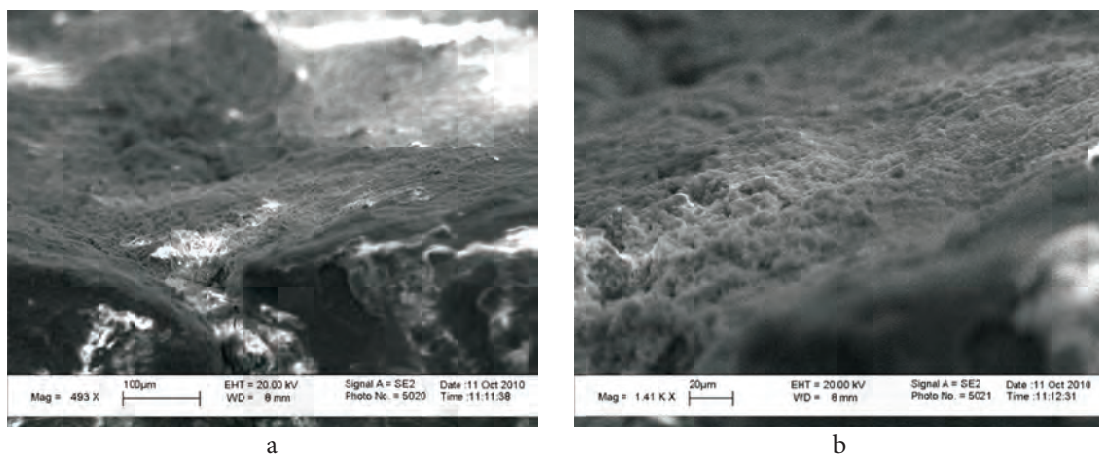


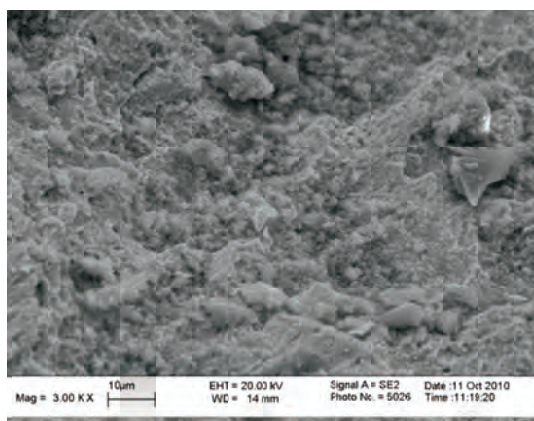
L'esame al microscopio elettronico (figura 53) ha rilevato, sulle fratture longitudinali delle due zone con diverse caratteristiche di distacco classificate in precedenza come zona 1 e zona 2, quanto segue:

- la zona 1 mostra un aspetto poroso, probabilmente in relazione alla presenza di prodotti di corrosione;
- la zona 2 ha l'aspetto liscio e pianeggiante tipico di una rottura di schianto che si realizza in conseguenza della riduzione della sezione utile.

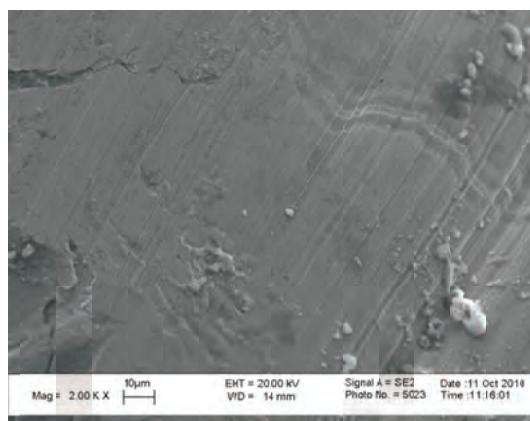
L'osservazione della superficie interna di campioni provenienti dal reperto "ogiva" ha inoltre fornito chiare indicazioni di cricche e microfessurazioni, localmente estese e ramificate a formare una sorta di reticolo più o meno continuo.

Figura 53. Micrografie SEM di un campione proveniente dalla bombola esplosa: (a), (b), (c) particolari della frattura in zona 1; (d) particolari della frattura in zona 2; (e) panoramica della superficie interna vicino alla linea di frattura; (f) particolare delle cricche sulla superficie interna. Per la suddivisione della frattura in zona 1 e zona 2 si faccia riferimento alla figura 50

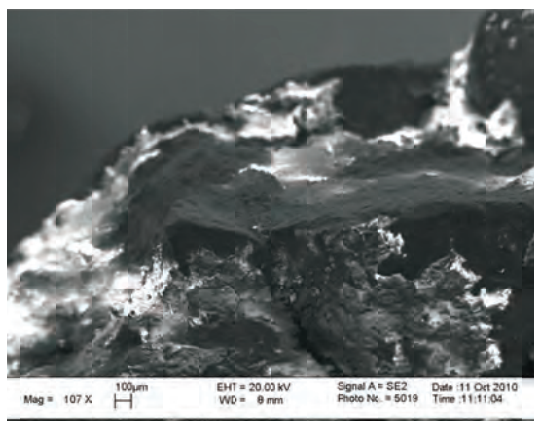




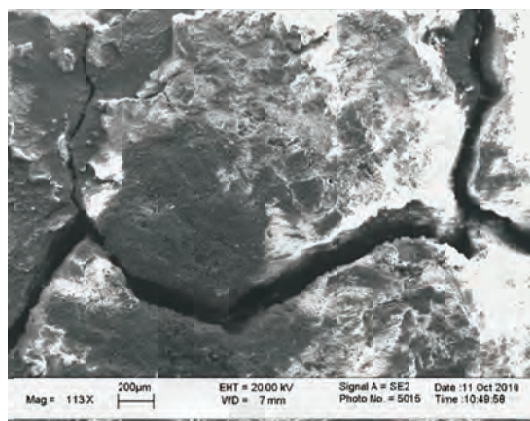
c



c



e



f

In alcune aree a ridosso del lato a della frattura sono state effettuate delle analisi chimiche con microsonda EDX, allo scopo di individuare gli elementi presenti, dalle quali emerge la presenza diffusa di prodotti di corrosione a ridosso della superficie interna e sulla zona 1 della frattura. Gli spettri evidenziano inoltre la presenza di numerosi elementi che potrebbero essere contaminanti ambientali venuti in contatto con le superfici in seguito all'evento incidentale.

2.3.7 Microdurezze

Sulle sezioni radiali degli stessi campioni metallografici esaminati in microscopia ottica, sono state effettuate prove di microdurezza Vickers $HV_{0.2}$ in riferimento alla norma ASTM E 384 [ASTM 384-999].

Profili di microdurezza radiale — Sono stati effettuati dei profili di microdurezza radiale con passo costante pari a 500 µm dalla superficie interna verso la superficie esterna.

Per quasi tutti i campioni non sussistono sostanziali differenze con il riferimento stesso, pertanto si può affermare che la microstruttura del materiale nelle parti esaminate è sostanzialmente omogenea e presenta le stesse caratteristiche del riferimento.

Profilo delle microdurezze nel verso della frattura — I risultati sperimentali delle misure condotte nel verso della frattura mostrano che nei campioni esaminati non si riscontrano apprezzabili variazioni nei valori avvicinandosi alla frattura. Ciò porta ad escludere la presenza di eventuali disomogeneità del materiale o di fasi anomale a ridosso della frattura stessa.

2.3.8 Conclusioni

Sui reperti della bombola esplosa e sul materiale della bombola integra sono state condotte approfondite indagini, in ambito chimico, tecnologico e metallografico, al fine di identificare le probabili cause dell'evento incidentale. I risultati delle analisi chimiche, delle prove meccaniche e delle indagini microstrutturali effettuate hanno evidenziato una sostanziale equivalenza tra il materiale costituente la bombola esplosa e il riferimento.

Tutte le prove effettuate convergono verso la definizione di un danneggiamento da tensocorrosione e l'assenza di altre significative forme di degrado:

- il carattere fragile della frattura e l'andamento discontinuo evidenziato dall'esame visivo, ricollegabile a un aspetto localizzato del fenomeno;
- il caratteristico "doppio strato" evidenziato dall'esame macro, con zone a diverse caratteristiche di distacco;
- la presenza di cricche ad andamento ramificato, rilevate dall'esame micro solo ed esclusivamente nella zona a ridosso della superficie interna;
- la presenza di prodotti di corrosione, evidenziata dall'analisi con microsonda EDX.

Il materiale costituente la bombola esplosa (acciaio bonificato 34CrMo4) è noto in letteratura [Kowaka-976; Brown-970] per essere talvolta suscettibile alla tensocorrosione in ambienti contenenti CO/CO₂/H₂O anche in tracce (pochi ppm). In relazione alla composizione della miscela di riempimento è possibile pertanto ipotizzare uno scenario in cui sia avvenuta tale tipologia di attacco. È infatti presumibile che sia penetrata dell'umidità atmosferica all'interno della bombola durante le operazioni di stoccaggio del recipiente vuoto, il quale potrebbe verosimilmente essere stato lasciato aperto ed in posizione orizzontale, favorendo anche solo temporaneamente un minimo ristagno di acqua. Tale ipotesi viene supportata dai risultati dell'esame visivo, il quale ha evidenziato che il degrado del materiale non interessa affatto il fondo del recipiente (come invece ci si aspetterebbe se la bombola fosse stata mantenuta in posizione verticale), ma è localizzato invece su di una ristretta porzione della superficie laterale del cilindro. Più precisamente, il danno è orientato lungo una direttrice parallela all'asse della bombola ed è limitato ad un tratto di circonferenza di circa 100 mm di lunghezza, presso le linee di frattura longitudinali E, F ed I.

La frattura si è probabilmente innescata sulla superficie interna dell'ogiva, dove l'attacco ambientale appare inequivocabilmente più pronunciato, portando allo sviluppo di numerose cricche di tensocorrosione. Tali cricche, sia propagandosi nel materiale in direzione longitudinale, sia penetrando in direzione radiale, hanno ridotto la sezione utile della bombola fino a causarne il repentino cedimento, manifestatosi con una rottura di schianto lungo la direttrice longitudinale (originando le linee di frattura che all'esame visivo sono state classificate come E, F ed I). Da questa prima frattura si sono successivamente originate quattro diramazioni che, propagandosi lungo direttrici circonferenziali, hanno dato origine ad altrettante lacerazioni: una di esse ha portato alla separazione del reperto "ogiva" dal reperto "corpo cilindrico" (fratture A ed L), una seconda ha invece allontanato il reperto "fondo" sempre dal reperto "corpo cilindrico", (linee di frattura B ed M), mentre delle rimanenti due una ha interessato il reperto "ogiva" (coppia di fratture G e H) e l'altra il reperto "corpo cilindrico" (linee di frattura C e D).

2.4 Analisi delle cause di danneggiamento di una tubazione in acciaio ASTM A213 T11 proveniente da un generatore di vapore a recupero

2.4.1 Premessa

Questo studio è stato condotto con l'obiettivo di caratterizzare il fenomeno di danneggiamento per corrosione di uno spezzone di tubo in acciaio ASTM A213 grado T11 facente parte di una caldaia a recupero il cui disegno è riportato in figura 54 e le cui specifiche di progetto sono elencate in tabella 19. La superficie esterna del tubo era posta a contatto con l'acqua, mentre all'interno fluivano fumi di combustione.

Figura 54. Disegno del boiler

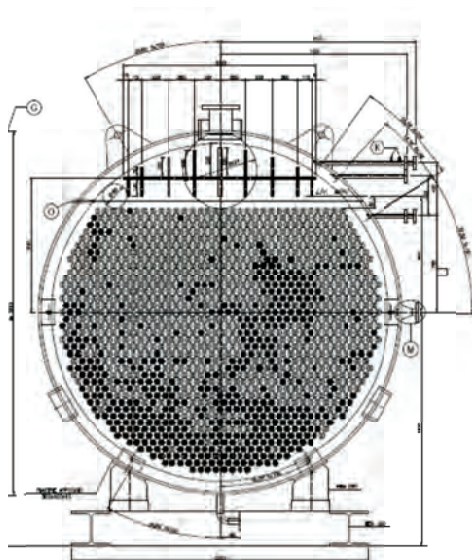


Tabella 19. Specifiche tecniche del generatore di vapore.

	caldaia	economizzatore
pressione di bollo (MPa)	1.2	1.5
pressione di esercizio (MPa)	1.0	1.2
pressione di prova (MPa)	1.75	3.25
temperatura di progetto (°C)	192	202
temperatura di esercizio (°C)	184.07	173
temperatura min. di esercizio (°C)	20	20
peso pieno d'acqua (Kg)	77300	2783
peso di fornitura (Kg)	45500	2500
fluido/stato fisico	H2O vapore	H2O liquida
capacità a liv. minimo (m³)	26.3	-
capacità totale (m³)	31.8	0.283
superficie (m²)	1185	53/600 (alett.)

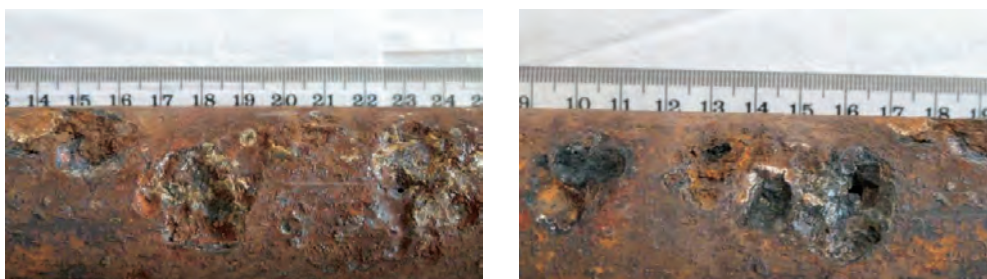
Il tubo in oggetto è stato esercito per due anni circa, prima di essere sostituito. Sul materiale a disposizione sono state effettuate analisi chimiche, microscopiche e di diffrazione di raggi X allo scopo di determinare la causa e il possibile meccanismo di danno.

La corrosione lato acqua è uno dei principali fenomeni di danneggiamento che interessa questa tipologia di impianti [ASM 13A-003, ASM 13B-005, ASM 13C-006]. In linea generale le acque reagiscono formando col ferro uno strato di ossido protettivo, la magnetite, che impedisce lo sviluppo di ulteriori reazioni. Tuttavia, per mantenere integro tale strato, così da evitare la progressiva corrosione del componente, è necessario un continuo e adeguato controllo della chimica delle acque di processo. In questo caso particolare le acque venivano periodicamente analizzate e addizionate di ioni solfito per ridurre il contenuto di ossigeno. Dall'esame dei risultati delle analisi chimiche dell'acqua utilizzata nel generatore di vapore, si evince che la quantità di ioni solfito presenti era inferiore ai limiti minimi previsti dai requisiti di processo, cosicché una non trascurabile percentuale di ossigeno rimaneva comunque disciolta nell'acqua.

2.4.2 Esame visivo e macro

L'esame visivo effettuato sull'intero spezzone ha evidenziato la presenza di un'estesa vaiolatura, localmente molto profonda (figura 55).

Figura 55. Il fenomeno corrosivo che ha interessato il tubo



La distribuzione del danno non è omogenea, in quanto la maggior parte dei crateri di corrosione è concentrata lungo una generatrice del tubo e in prossimità di essa, mentre nelle zone opposte vi sono pochi fenomeni isolati e generalmente di minore entità (figura 56). Inoltre il danno non è distribuito lungo tutto il tubo, ma è limitato ai primi due terzi dello spezzone, a partire dall'estremità collegata all'ingresso dei fumi caldi (figura 56).

La superficie esterna nelle zone vaiolate si presenta ricoperta di depositi superficiali scuri (figura 57). Si osservano zone profondamente attaccate e in alcune aree sono evidenti delle perforazioni. Nelle zone non attaccate invece la superficie esterna appare rivestita di un *film* rosso-brunastro e non si osservano difetti o altre indicazioni rilevanti. Nella superficie interna del tubo sono presenti depositi consistenti di colore chiaro, il cui spessore non è uniforme lungo la lunghezza del tubo. Dai dati di produzione risulta che il tubo ha un diametro interno di 37 mm e uno spessore nominale di 3 mm.

Figura 56. Concentrazione del danno nei primi due terzi dello spezzone, lungo una generatrice e nelle sue immediate vicinanze (a sinistra) contrapposta all'assenza di crateri nelle zone opposte (a destra)



zona vaiolata

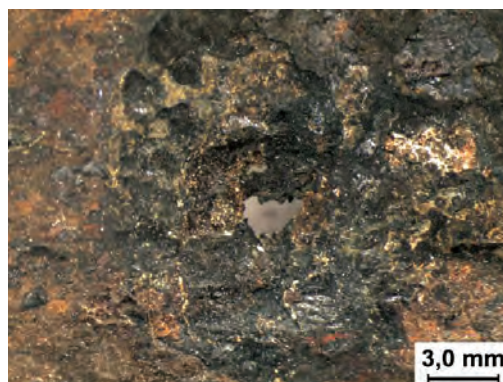


zona non affetta da fenomeni evidenti

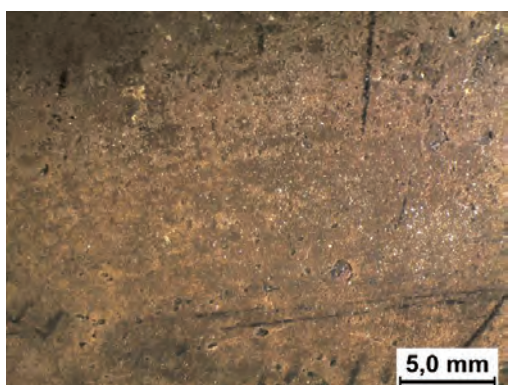
Figura 57. Dettagli macro delle due superfici dello spezzone



superficie esterna, lato danneggiato



superficie esterna, lato danneggiato



superficie esterna, lato integro



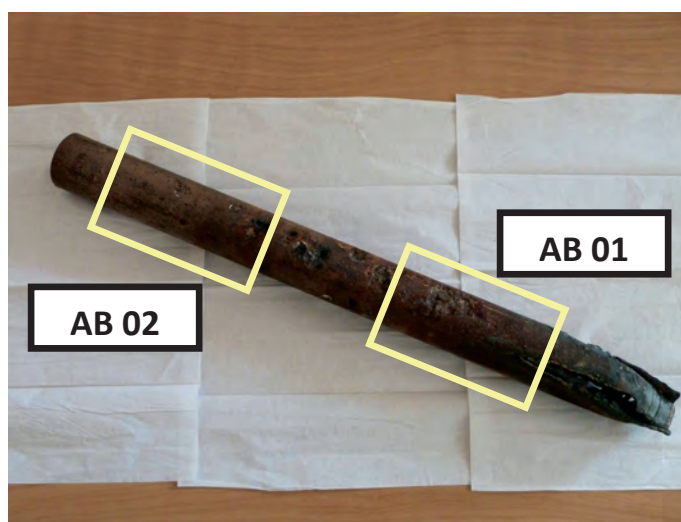
deposito sulla superficie interna

A causa della presenza dei depositi sulle superfici del tubo, una misura estremamente accurata dello spessore sul materiale pervenuto in laboratorio non è stata possibile; i valori riscontrati sono comunque, sostanzialmente conformi nelle zone non affette da vaiolatura.

2.4.3 Piano di campionamento

Sono stati prelevati due saggi di forma cilindrica in due differenti porzioni dello spezzone di tubo, così da avere a disposizione per le indagini sia campioni provenienti da zone affette da vaiolature, sia campioni di materiale non attaccato. Il primo saggio, denominato AB 01 è stato prelevato all'altezza del primo terzo del tubo, mentre il secondo saggio, denominato AB 02 proviene dall'ultimo terzo dello spezzone. AB 01 presenta vaiolature su circa metà della superficie esterna, lungo una direttrice, in accordo con quanto evidenziato nell'esame visivo, mentre su AB 02 non ci sono segni visibili di vaiolatura o altre forme di danno. La posizione dei saggi prelevati è ricostruita in figura 58. Dai due saggi sono stati prelevati i campioni utilizzati sia per le analisi chimiche che per le osservazioni in microscopia ottica ed elettronica.

Figura 58. Piano di campionamento



2.4.4 Analisi chimica

La determinazione degli elementi di lega è stata eseguita con quantometro ad emissione ottica calibrato per acciai micro e basso legati in riferimento alla norma ASTM E 415-08 [ASTM 415-008]. I risultati sono riportati nella tabella 20 insieme ai requisiti di composizione chimica nominale previsti per questa categoria di acciai, ossia ASTM A213 T11.

Tabella 20. Risultati dell'analisi chimica.

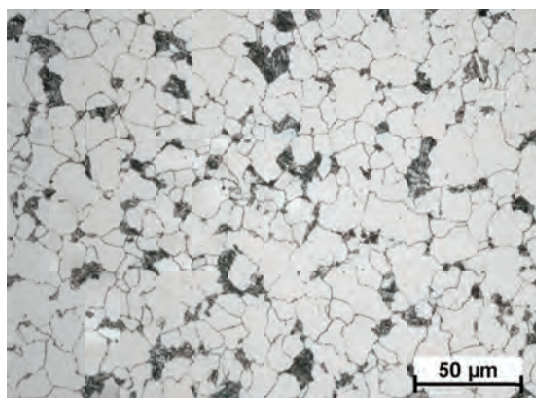
	C %	Mn%	P %	S %	Cr %	Mo %	Si %
nominale	0,05-0,15	0,3-0,6	< 0,025	< 0,025	1,0-1,5	0,44-0,65	0,5-1,0
misurata	0,07	0,40	0,015	0,008	1,01	0,46	0,53

L'analisi chimica condotta sul materiale conferma che il tenore degli elementi di lega è conforme a quanto prescritto dalla normativa vigente.

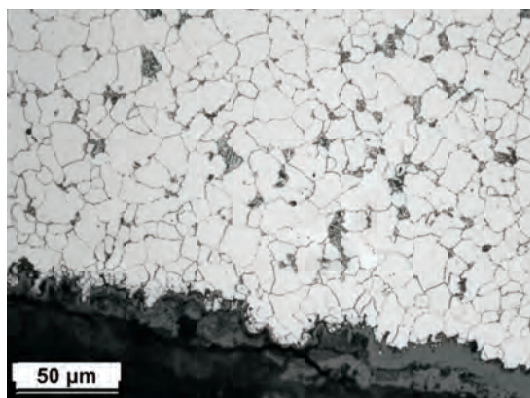
2.4.5 Esame in microscopia ottica

Sono stati ricavati provini metallografici di sezioni radiali provenienti da entrambi i saggi. In particolare, da AB 01 è stato ricavato un provino (AB 01 M01) proveniente da una zona affetta da vaiolature (figura 59) ed un altro (AB 01 M02) in una porzione di materiale diametralmente opposta rispetto al campione precedente e che non mostra evidenze di corrosione (figura 60). Da AB 02 è stato ricavato unicamente il provino AB 02 M01, in quanto la superficie esterna del saggio ha caratteristiche identiche in ogni suo punto (figura 61).

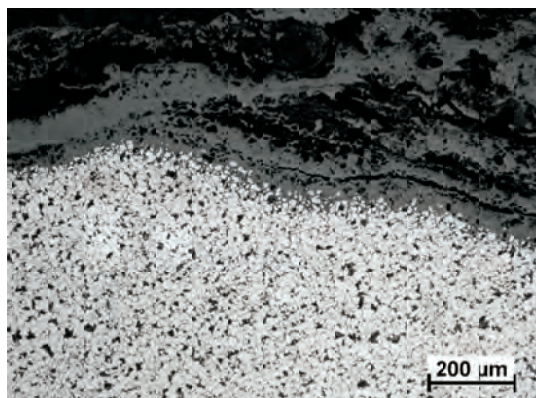
Figura 59. Micrografie del campione AB 01 M01



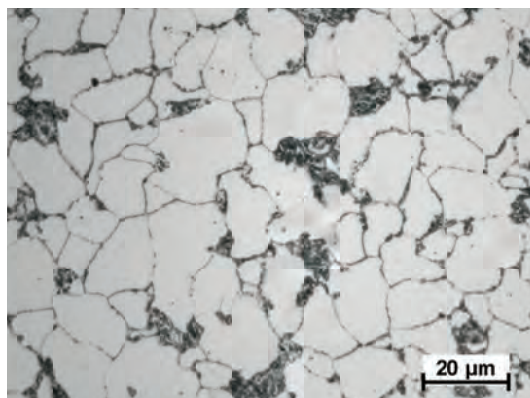
Bulk



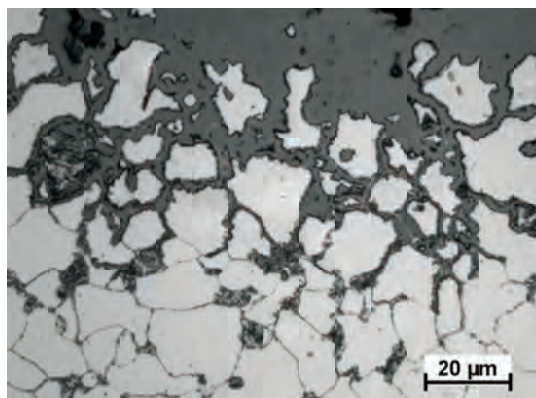
Superficie interna



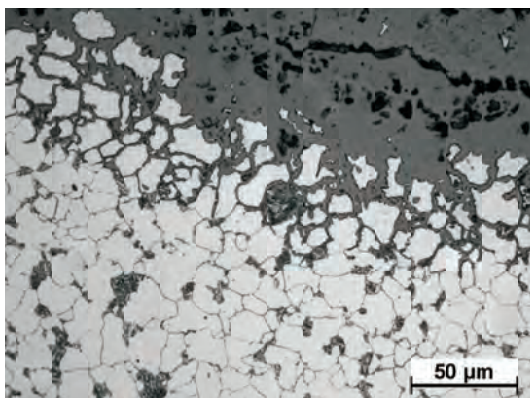
Superficie esterna presso fondo di un cratere



Bulk presso il fondo di un cratere

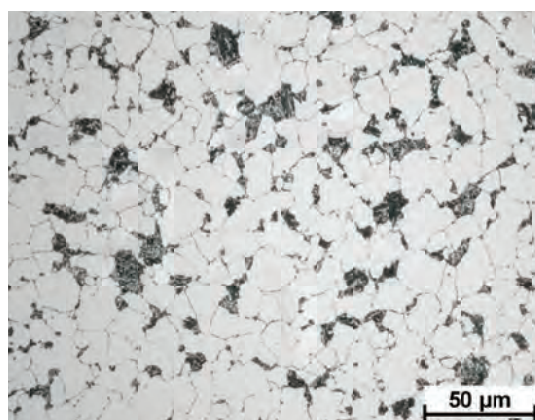
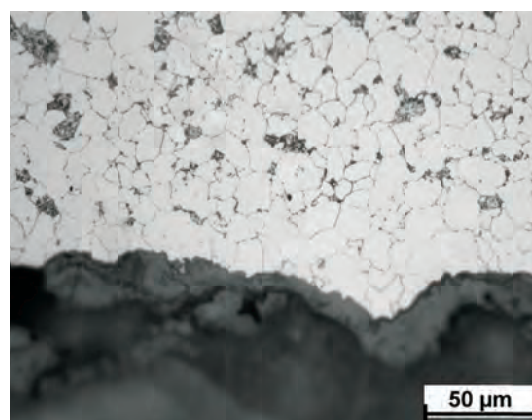


Particolare del fondo di un cratere

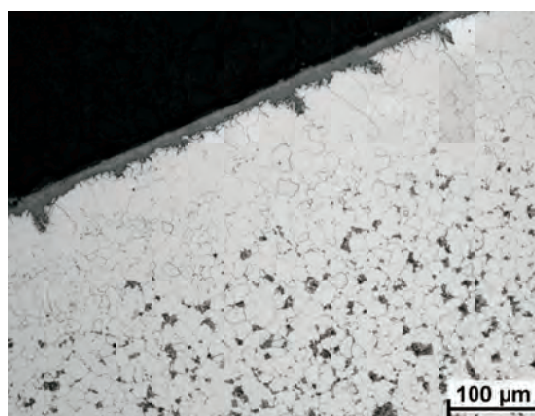


Particolare del fondo di un cratere

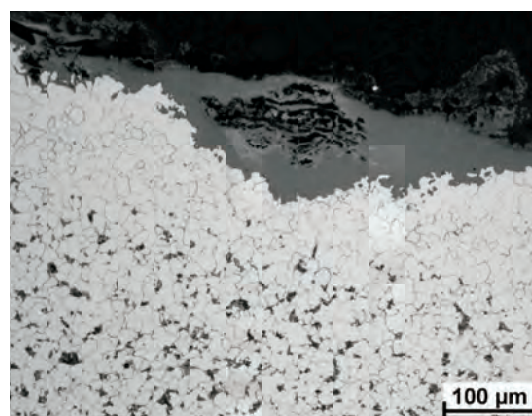
Figura 60. Micrografie del campione AB 01 M02

*Bulk*

Superficie interna

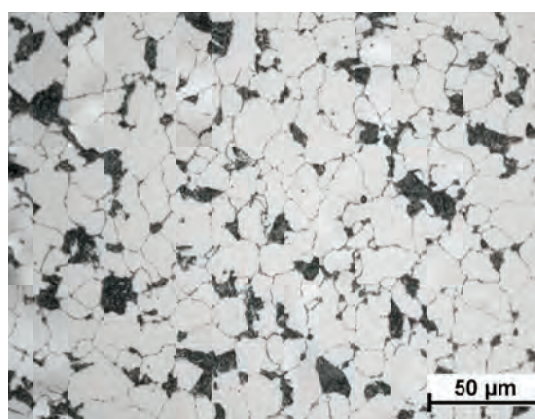
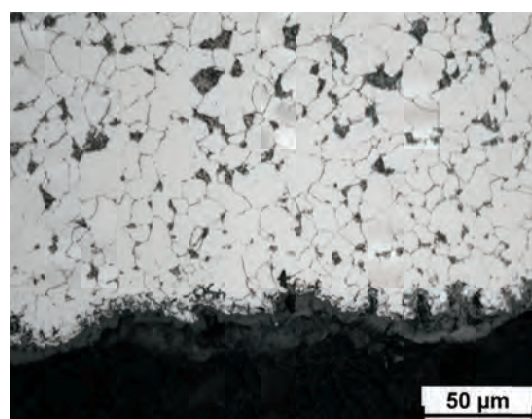


Superficie esterna

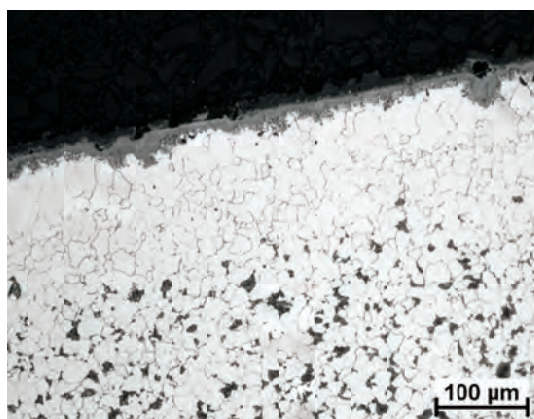


Superficie esterna con debole pitting

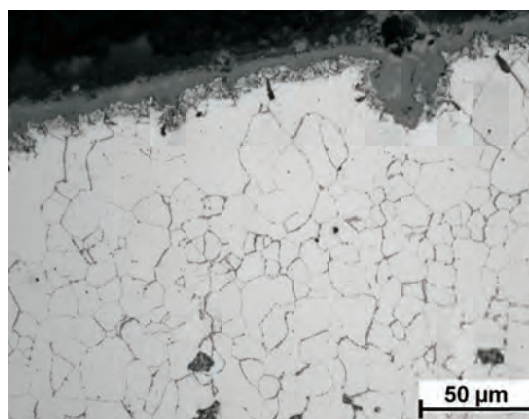
Figura 61. Micrografie del campione AB 02 M01

*Bulk*

Superficie interna



Superficie esterna



Superficie esterna

L'aspetto della superficie esterna invece si presenta assai differente a seconda della provenienza del campione osservato:

- AB 01 M01 presenta estesi crateri ricchi di depositi, costituiti presumibilmente da ossidi e altri prodotti di corrosione. Sul fondo dei crateri sono ben evidenti i processi di ossidazione e corrosione che procedono a partire dai bordi di grano. La microstruttura del *bulk* immediatamente adiacente alle aree affette da vaiolature non presenta difetti di alcun genere.
- AB 01 M02 non presenta vaiolature a meno di rarissime indicazioni di dimensioni trascurabili. È infatti presente un sottile deposito grigiastro, costituito presumibilmente da ossidi, che ricopre tutta la superficie e che solo localmente penetra nel *bulk* per poche decine di μm .
- AB 02 M01 non mostra segni di vaiolature, ma solo uno strato sottile opaco-grigiastro identico a quanto osservato nel campione AB 01 M02.

In tutti e tre i campioni va evidenziata comunque la presenza di una zona decarburata (riconoscibile nelle micrografie per l'assoluta mancanza di grani perlitici e di carburi), il cui spessore si aggira intorno ai $100\ \mu\text{m}$, che si estende uniformemente sulla superficie esterna, tra il *bulk* e lo strato più esterno di colorazione opaco-grigiastra.

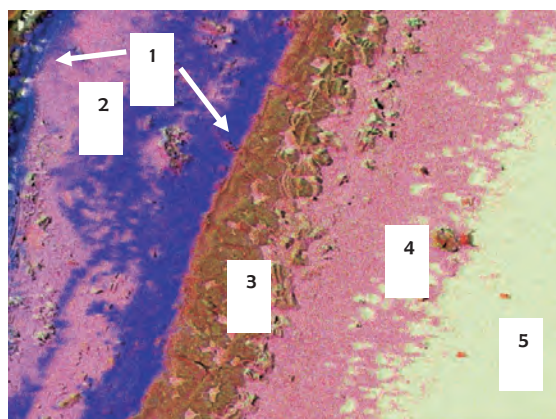
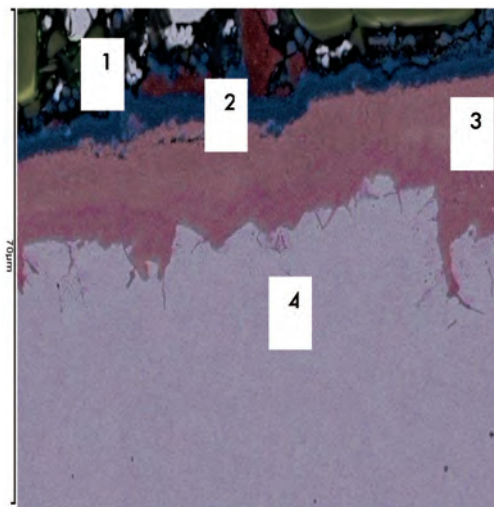
È stato eseguito l'esame del contenuto di inclusioni non metalliche, secondo la norma UNI EN 10247 [UNI 10247-007] (metodo del campo più restrittivo, *worst field method*), da cui non sono risultate rilevanti difettosità o anomalie.

2.4.6 Esame in microscopia elettronica

La caratterizzazione della microstruttura e della composizione chimica dei depositi è stata effettuata con microscopio elettronico a scansione con sorgente ad emissione di campo FegSem. Utilizzando il rivelatore di elettroni retrodiffusi AsB (*Angle selective Backscattered*), sensibile sia al contrasto composizionale che alla topografia della superficie, insieme alla microsonda EDX è stata caratterizzata la distribuzione spaziale degli elementi nei campioni esaminati.

Nella figura 62 è illustrata la mappa di distribuzione degli elementi più significativi per due campioni, prelevati uno in un'area affetta da vaiolature e l'altro in una porzione di materiale non danneggiata.

Figura 62. Mappature EDX degli elementi relative ai due campioni esaminati

Fondo di un cratere di *pitting*

Superficie esterna, zona non vaiolata

1 Depositi di fosfato

2 Ossidi di Fe con Si/silicati

3 Ossidi di Si/silicati

4 Ossidi misti Fe/Cr

5 Matrice

1 Fosfati di Ca, Mg; Silice e silicati

2 Ossidi di Fe

3 Ossidi misti Fe/Cr

4 Matrice

2.4.7 Prove meccaniche

Sulle sezioni radiali, lappate ma non attaccate, degli stessi campioni metallografici esaminati in microscopia ottica, sono state effettuate prove di microdurezza Vickers. Le prove sperimentali sono state eseguite in riferimento alla norma ASTM E 384-10 [ASTM 384-999] utilizzando un carico da 100 g ed un tempo di penetrazione pari a 12 secondi.

Sono stati effettuati dei profili di microdurezza radiale con passo costante pari a circa 500 μm dalla superficie interna verso la superficie esterna.

I dati ottenuti non possono essere convertiti in equivalenti valori di macrodurezze o resistenze a trazione, ma, pur affetti da una certa dispersione, consentono di valutare l'omogeneità della microstruttura del materiale e l'eventuale presenza di fasi anomale. I profili radiali di microdurezza mostrano che per entrambi i campioni non sussistono evidenti differenze, pertanto si può concludere che la microstruttura del materiale nelle parti esaminate è sostanzialmente omogenea.

2.4.8 Conclusioni

I risultati delle indagini condotte sul materiale hanno evidenziato una serie di aspetti:

- Il tubo ha sofferto per danneggiamento per vaiolatura, i crateri di corrosione presentano la morfologia tipica di una vaiolatura da ossigeno.
- La presenza di tale forma di danno è localizzata esclusivamente sulla superficie esterna del

tubo, prevalentemente lungo una generatrice, mentre è assai limitata lungo la generatrice opposta.

- La composizione chimica dei materiali impiegati è conforme alle norme vigenti.
- La microstruttura non presenta anomalie o difetti rilevanti, nemmeno in prossimità dei crateri di corrosione. Si evidenzia, ad ogni modo, la presenza di una zona decarburata lungo la superficie esterna.
- I depositi dentro i crateri di vaiolatura hanno spessori consistenti e sono più ricchi di depositi salini.

Tenendo presenti i risultati delle indagini condotte e i dati relativi alle condizioni e al periodo di esercizio del tubo, si possono ragionevolmente escludere altre forme di danneggiamento che non siano la corrosione per vaiolatura da ossigeno.

Questa ipotesi viene avvalorata dall'esame dei risultati dell'analisi chimica dell'acqua circolante nell'impianto, i quali hanno mostrato che la concentrazione di ioni solfito (*scavenger* dell'ossigeno gassoso) era inferiore ai valori minimi previsti dagli standard qualitativi per quel processo.

Il fatto poi che la maggior parte dei crateri di corrosione sia localizzata soltanto lungo la superficie del tubo in cui si può avere deposizione per gravità induce a pensare che tale fenomeno sia stato ulteriormente favorito dall'accumulo di depositi insolubili, che notoriamente favoriscono l'insorgenza e lo sviluppo di forme di corrosione localizzata, inducendo il caratteristico fenomeno dell'aerazione differenziale.

Riferimenti bibliografici

[Alvino-010] Alvino, A., Lega, D., Giacobbe, F., Mazzocchi, V., Rinaldi, A., Damage characterization in two reformer heater tubes after nearly 10 years of service at different operative and maintenance conditions, Eng. Fail. Anal. 2010, 17, 1526-1541.

[Alvino-011] Alvino, A., Lega, D., Ciuffa, F., Di Loreto, A., Iglio, U., Rinaldi, A., Pichini, E., Pierdominici, M., Geraci, D., Stress corrosion cracking di una bombola in acciaio bonificato 34CrMo4 riempita con miscela estinguente, Giornate Nazionali sulla Corrosione e Protezione, Monte Porzio Catone, 6-8 luglio 2011.

[Alvino-012] Alvino, A., Lega, D., Antonini, A., Di Loreto, A., Bruzzo, L., Valutazione microstrutturale del degrado di tubazioni in acciai basso legati al Cr/Mo esercite in regime di scorrimento viscoso, SAFAP 2012, Napoli, 14-15 giugno 2012.

[Alvino-013] Alvino, A., Lega, D., Antonini, A., Ramires, D., Bruzzo, L., Corrosione da solfuri ad alta temperatura su un acciaio ASTM A 213 gr.T9 esercito in un impianto di desolforazione del petrolio, Giornate Nazionali sulla Corrosione e Protezione, Napoli 10-12 luglio 2013.

[Alvino-014] Alvino, A., Antonini, A., Lega, D., Failure analysis on a fractured 34CrMo4 steel high pressure cylinder filled with a mixture of inert gases, Eng. Fail. Anal. 2014, 38, 49-57.

[Alvino_2-014] Alvino, A., Ramires, D., Tonti, A., Lega, D., Influence of chemical composition on microstructure and phase evolution of two HP heat resistant stainless steels after long term plant-service aging, Mater. High Temp. 2014, 31, 2-11.

[Antonini-014] Antonini, A., Alvino, A., Lega, D., Tonti, A., Analisi e caratterizzazione del danneggiamento per corrosione-carburizzazione di una tubazione in acciaio ASTM A213 gr.91, SAFAP 2014, Roma 14-15 ottobre 2014.

[API5L-007] API Spec 5L – 2007 Specification for Line Pipe.

[ASM 8-000] ASM Handbook Volume 8 – Mechanical Testing and Evaluation, ASM International, 2000.

[ASM 9-004] ASM Handbook Volume 9 – Metallography and Microstructures, ASM International, 2004.

[ASM 11-002] ASM Handbook Volume 11 – Failure analysis and prevention, ASM International 2002.

[ASM 12-007] ASM Handbook Volume 12 – Fractography, ASM International, 2007.

[ASM 13A-003] ASM Handbook Volume 13 A – Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection, ASM International, 2003.

[ASM 13B-005] ASM Handbook Volume 13 B – Corrosion: Materials, ASM International, 2005

[ASM 13C-006] ASM Handbook Volume 13 C – Corrosion: Environment and Industries, ASM International, 2006.

[ASM-997] Weld integrity and performance, ASM International 1997.

[ASM_weld-997] Weld Integrity and Performance, ASM International, 1997.

[ASTM 370-977] ASTM A370 – Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.

[ASTM 384-999] ASTM E384 11e1 – Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials.

[ASTM 415-008] ASTM E 415-08 – Standard Test Method for Atomic Emission Vacuum Spectrometric Analysis of Carbon and Low-Alloy Steels.

[Barassi-014] Barassi, S., Bragatto, P., Delle Site, C., Casistica su danneggiamenti ed avarie nelle attrezzature a pressione: l'esperienza nella UOI-ASL Varese SAFAP 2014, Roma 14-15 ottobre 2014.

[Bragatto-013] Bragatto, P., Delle Site, C., Ansaldi, S., A pooled knowledge basis on pressure equipments failure to improve risk management in Italy Chem. Eng. Trans. 2013, 33, 433-439.

[Bragatto-014] Bragatto, P., Delle Site, C., Ansaldi, S., Agnello, P., Collection and analysis of failure data for pressure equipments Conference ESREL 2014, Safety and reliability: methodology and applications 1841-1846.

[Brown-007] Brown, S., Forensic engineering : reduction of risk and improving technology for all things great and small, Eng. Fail. Anal. 2007, 14, 1019-1037.

[Brown-970] Brown, A., Harrison, J.T., Wilkins, R., Corrosion Science, 1970, 10, 547-548.

[Buzzi-012] Buzzi, M., Tonti, A., Pichini Maini, E., Lega, D., Alvino, A., Ricciardi, L., Antonini, A., Failure of a main piping valve operating in a Combined Cycle Power Plant, International Conference on Power Plant Cyclic Operation (Conventional, CCGT, HRSG), Charlotte NC, USA 28-30 Novembre 2012.

[Cibaldi-990] Cibaldi, C., I criteri di scelta e di trattamento degli acciai da costruzione e degli utensili, Seconda Edizione, Cibaldi-Vannini 1990.

[Smith-960] Smith, C.S., A History of Metallography, The University of Chicago Press, 1960, 97-127.

[Ispesl_S6] Linea Guida Ispesl S.6 LG V1, Linea guida raccomandata per la valutazione della vita residua di componenti eserciti in regime di scorrimento viscoso

[Ispesl_S-999] ISPESL – Raccolta S, Specificazioni tecniche applicative del DM 21-11-72 per l'impiego della saldatura nella costruzione e riparazione degli apparecchi a pressione.

[Kowaka-976] Kowaka, M., Nagata, S., Corrosion, 1976, 32, 395-401.

[Lega-012] Lega, D., Alvino, A., Antonini, A., Ramires, D., Tonti, A., Corrosione localizzata su una tubazione proveniente da un generatore di vapore a recupero, SAFAP 2012, Napoli, 14-15 giugno 2012.

[Lega-015] Lega, D., Di Loreto, A., Antonini, A., Alvino, A., Corrosione localizzata su una tubazione proveniente da un generatore di vapore a recupero, Giornate Nazionali sulla Corrosione e Protezione, Ferrara, 15-17 giugno 2015.

[Tonti-015] Tonti, A., Lega, D., Antonini, A., Romitelli, M., Alvino, A., Damage characterization of an ASTM A 213 grade 91 tube after 116.000 h of service in a reforming plant, Int. J. Pres. Ves. Pip. 2015, 132-133, 87-96.

[UNI 6506-006] UNI EN ISO 6506-1:2006 – Materiali metallici – Prova di durezza Brinell – Parte 1: Metodo di prova.

[UNI 6892-009] UNI EN ISO 6892-1:2009 – Materiali metallici – Prova di trazione – Parte 1: Metodo di prova a temperatura ambiente.

[UNI 10002-004] UNI EN 10002-1:2004 – Materiali metallici – Prova di trazione, Parte 1: Metodo di prova a temperatura ambiente.

[UNI 10025_1-005] UNI EN 10025-1:2005 – Prodotti laminati a caldo di acciai per impieghi strutturali - Parte 1: Condizioni tecniche di fornitura;

[UNI 10025_2-005] UNI EN 10025-2:2005 – Prodotti laminati a caldo di acciai per impieghi strutturali - Parte 2: Condizioni tecniche di fornitura di acciai non legati per impieghi strutturali.

[UNI 10045-992] UNI EN 10045-1:1992 – Materiali metallici. Prova di resilienza su provetta Charpy. Metodo di prova.

[UNI 10247-007] UNI EN 10247:2007 – Esame micrografico del contenuto delle inclusioni non metalliche negli acciai mediante immagini tipo.

[UNI 11374-010] UNI 11374:2010 – Prove non distruttive. Esame metallografico per replica su attrezzature a pressione soggette a scorrimento viscoso a caldo.

[Wulpi-008] Wulpi, D.J., Understanding how components fail, ASM International 2008.

Glossario

Nota: le definizioni qui contenute non possono ritenersi di carattere generale, ma sono rese in forma semplificata ed hanno il solo scopo di facilitare il lettore nel familiarizzare con determinati concetti di non facile ed immediata interpretazione.

- **Analisi delle Sollecitazioni:** anche conosciuta come *Stress Analysis* o Analisi delle Tensioni, è una disciplina dell'ingegneria che studia e valuta lo stato tensionale in materiali e strutture sottoposti a forze o carichi applicati in modo statico o dinamico.
- **Austenite:** soluzione solida interstiziale di carbonio in un reticolo cubico a facce centrate di ferro. Generalmente è stabile solo ad alta temperatura (sopra i 723 °C) ma nel caso di alcuni acciai inossidabili, l'austenite è stabile anche a temperatura ambiente, a causa dell'effetto stabilizzante del Nichel contenuto in tali leghe.
- **Bonifica:** insieme di trattamenti termici che vengono effettuati su particolari tipi di acciai (detti appunto acciai da bonifica) e che consiste in una tempra seguita da un rinvenimento. Nel corso della tempra degli acciai si ha formazione di martensite, una struttura ad elevata durezza e notevole carico di rottura, ma con una resilienza piuttosto bassa. Si fa seguire allora un rinvenimento, ($T > 550^{\circ}\text{C}$) nel corso del quale la martensite si trasforma in una nuova struttura cristallina, detta struttura di rinvenimento (anche nota come sorbite), che combina una buona resistenza a trazione (benchè inferiore a quella della martensite) ad una maggiore tenacità.
- **Bainite:** la bainite è una particolare struttura dell'acciaio, che si forma quando l'austenite è rapidamente raffreddata.
- **Calibrazione:** operazione, o serie di operazioni, mediante cui uno strumento di misura viene regolato in modo da migliorarne l'accuratezza.
- **Campione:** si definisce campione la quantità di sostanza o la parte di un materiale che dovrà essere sottoposta ad un esperimento. In alternativa, in questo testo viene usato anche il termine "provino".
- **Carbocementazione:** processo metallurgico utilizzato per aumentare la resistenza all'usura degli acciai mediante arricchimento superficiale in carbonio. A fine trattamento si ottiene uno strato superficiale altamente cementato e duro.
- **Carburizzazione:** trasformazione di un metallo nel corrispondente carburo; generalizzando, si usa il termine carburizzazione anche per definire una forma di danneggiamento di una lega in cui la sua reazione col carbonio porta ad una massiccia precipitazione di carburi nella matrice, alterandone la composizione chimica e compromettendone le proprietà fisiche, chimiche e meccaniche.
- **Cementite:** la cementite è un composto presente negli acciai, costituito da ferro (93,3% in peso) e carbonio (6,67% in peso). Dal punto di vista chimico si tratta, quindi, di un carburo di ferro indicato con il simbolo Fe_3C poiché ogni cella elementare è formata da 4 atomi di C ogni 12 atomi di Fe.
- **Corrosione:** nel caso di un materiale metallico, per corrosione si intende un fenomeno di natura elettrochimica che determina una interazione chimico-fisica del metallo con l'ambiente che lo circonda, il cui effetto principale è la sua consumazione, con perdita delle proprietà fisiche e meccaniche inizialmente possedute.
- **Corrosione localizzata:** corrosione che interessa, alla scala macroscopica, soltanto una parte della superficie del materiale metallico

- **Cricca:** discontinuità macroscopica o microscopica (in tal caso detta microcricca) di un metallo in cui due dimensioni sono decisamente più importanti della terza (lunghezza-profondità-larghezza).
- **Decarburazione:** processo di rimozione del carbonio dalla superficie di un acciaio, nel caso in cui sia posto a contatto con determinate atmosfere, generalmente ad elevata temperatura.
- **Duttilità:** proprietà tecnologica della materia che indica la capacità di un corpo o di un materiale di deformarsi plasticamente sotto carico prima di giungere a rottura, cioè la capacità di sopportare deformazioni plastiche.
- **EDX o EDS:** la spettroscopia EDX (*Energy Dispersive X-ray Analysis*) o spettroscopia EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectrometry*) è una metodologia analitica strumentale che sfrutta l'emissione di raggi X generati da un fascio elettronico accelerato incidente su un campione.
- **FEA o Analisi agli Elementi Finiti:** in inglese *Finite Element Analysis*, è una tecnica di simulazione a computer usata nelle analisi ingegneristiche. Questa tecnica di simulazione utilizza il Metodo degli elementi finiti (o FEM) per risolvere in forma discreta e approssimata sistemi di equazioni alle derivate parziali.
- **Ferrite:** nella siderurgia col termine ferrite si intende una soluzione solida interstiziale costituita da carbonio solubilizzato in un reticolo cubico a corpo centrato di ferro; nel diagramma ferro-carbonio si trova a sinistra dell'eutettoide perlitico. A seconda della temperatura alla quale si forma, la ferrite è denominata ferrite alfa oppure ferrite delta: la ferrite alfa si forma a temperature più basse, più precisamente fino a 911 °C e si trova in forma satura a 723 °C, mentre la ferrite delta si forma ad alte temperature, nell'intervallo tra i 1392 °C e i 1536 °C e si trova in forma satura a 1493 °C.
- **Frattura:** fenomeno che si presenta a causa delle sollecitazioni agenti su un materiale e consiste, a livello macroscopico, nella disgregazione del materiale stesso in frammenti minori. Una frattura può propagarsi lungo il bordo dei grani (cristalli di metallo) che compongono il materiale fratturato (frattura intergranulare) o attraverso i grani stessi (frattura transgranulare).
- **Inclusioni:** particelle non metalliche formatesi per reazione chimica in fase di fusione del metallo liquido, solitamente solfuri di Mn, oppure ossidi e silicati di metalli leggeri.
- **Infragilimento da Idrogeno:** in inglese: *hydrogen embrittlement*, è un processo chimico-fisico che interessa diversi metalli, fra cui gli acciai, rendendoli fragili e soggetti a frattura. È spesso il risultato di un'introduzione indesiderata di idrogeno nei metalli durante lavorazioni di formatura, di finitura oppure durante l'esercizio.
- **LOM:** acronimo dell'inglese *Light Optical Microscopy*, in italiano Microscopia Ottica. Disciplina della microscopia che si avvale dell'uso di un microscopio ottico, ossia che sfrutta la luce con lunghezza d'onda dal vicino infrarosso all'ultravioletto, compreso tutto lo spettro visibile.
- **Martensite:** la martensite indica in senso ristretto una forma allotropica metastabile dell'acciaio, sovrassatura di carbonio, nel reticolo del ferro alfa. Si forma in seguito ad un trattamento termico di tempra.
- **Nitrurazione:** processo industriale di indurimento superficiale degli acciai. Il procedimento consiste nel portare l'acciaio a 500 °C circa per introdurre azoto atomico, il quale viene assorbito dalla ferrite superficiale del metallo e forma nitruri, prevalentemente Fe₄N, molto duri e che distorcono il reticolo cristallino. Lo spessore dello strato indurito è minore di quello ottenuto per carbocementazione, ma in compenso la sua durezza, che varia a seconda della composizione dell'acciaio, può (con certi tipi di acciaio) raggiungere 1000 HV e rimane stabile fino a temperature di 600-700 °C.

- **Normalizzazione:** trattamento termico degli acciai, consistente in un riscaldamento del materiale ad una temperatura poco superiore a quella di austenizzazione ($Ac3 + 50-70\text{ }^{\circ}\text{C}$), mantenimento di tale temperatura per 15 minuti circa a (così da raggiungere l'equilibrio microstrutturale) e successivo raffreddamento in aria calma. L'obiettivo principale è affinare la grana cristallina dell'acciaio, uniformando quindi la microstruttura ed attenuando l'estensione di bande stratificate di fasi differenti (bandeggiamenti).
- **OES o Spettroscopia di Emissione Ottica:** dall'inglese *Optical Emission Spectroscopy*, è un insieme di tecniche spettroscopiche che si basano sull'emissione di radiazione elettromagnetica a lunghezze d'onda specifiche per i diversi composti o elementi, producendo uno spettro caratteristico.
- **Ossidazione:** reazione a carico di un elemento chimico che comporta una sottrazione di elettroni a suo carico, che si traduce nell'aumento del suo numero di ossidazione. Tale sottrazione di elettroni può avvenire a opera di un altro elemento, che subisce così il complementare processo di riduzione. In metallurgia, il significato di ossidazione può venire ristretto alla reazione tra un metallo che si combina con l'ossigeno per dare il corrispondente ossido.
- **Perlite:** struttura caratteristica degli acciai, costituita da un aggregato lamellare di ferrite e cementite, ottenuto dalla trasformazione diretta dell'austenite per raffreddamento al di sotto del punto critico $Ac1$.
- **Rinvenimento:** trattamento termico di un metallo eseguito al fine di ridurre gli effetti negativi della tempra sul materiale, nel caso questo presenti eccessiva durezza e quindi fragilità.
- **Saldatura:** in metallurgia, è definito saldatura il procedimento che permette l'unione di due giunti mediante la fusione degli stessi, o tramite metallo d'apporto.
- **Scorrimento Viscoso:** conosciuto anche col termine inglese *creep*, è un fenomeno che si manifesta nei metalli e più in generale in tutti i materiali viscoelastici. Consiste in una deformazione del materiale sottoposto ad uno sforzo costante e si manifesta esclusivamente al di sopra della temperatura di scorrimento (T_s), coincidente indicativamente con la temperatura di ricristallizzazione e approssimabile, in media, alla metà della temperatura di fusione misurata in gradi Kelvin.
- **SEM o Microscopia Elettronica a Scansione:** acronimo dell'inglese *Scanning Electron Microscopy*, è una disciplina della microscopia che si avvale di un microscopio elettronico a scansione. Questo tipo di strumento sfrutta come sorgente di radiazioni un fascio di elettroni primari focalizzati che colpiscono il campione. Nell'interazione tra il fascio primario e gli atomi costituenti il campione, vengono emesse numerose particelle, fra le quali gli elettroni secondari e quelli retrodiffusi (*backscattered electrons*). I primi sono catturati da uno speciale rivelatore e convertiti in un'immagine in bianco e nero ad elevata risoluzione e grande profondità di campo; i secondi invece derivano dalle interazioni tra il fascio di elettroni primario ed il nucleo degli atomi e contengono informazioni sul numero atomico medio della zona di provenienza: un rivelatore per gli elettroni retro diffusi fornisce dunque un'immagine in bianco e nero cui le zone contenenti atomi più pesanti appaiono più brillanti.
- **Tempra:** trattamento termico consistente in un brusco raffreddamento di un materiale dopo averlo portato a temperatura di austenizzazione. Può avvenire in mezzi quali acqua, olio, aria, bagno di sali od altro ancora.
- **Tensocorrosione:** per tensocorrosione di un metallo (*Stress Corrosion Cracking, SCC*) si intende un fenomeno di degrado dovuto all'azione combinata di un processo di corrosione e di un carico costante applicato.

- **Trattamento termico:** un ciclo termico di riscaldamento effettuato in predeterminate condizioni e temperature a cui devono seguire raffreddamenti, più o meno lenti, con lo scopo di fare assumere ad un metallo o ad una lega metallica (solitamente l'acciaio) quelle strutture cristalline che gli conferiscono determinate caratteristiche meccaniche e/o tecnologiche.
- **Vaiolatura:** la corrosione localizzata per vaiolatura o corrosione per *pitting* (dall'inglese *pit*: alveolo o foro) è una forma di corrosione localizzata che si innesca quando lo strato passivante di ossidi insolubili che si forma sulla superficie di un metallo viene interrotto localmente, determinando l'attivazione del processo di corrosione. Il danneggiamento che ne deriva assume la caratteristica forma ad alveoli o piccole buche, da cui il nome di vaiolatura.
- **ZTA o Zona Termicamente Alterata:** porzione di materiale che durante un processo di saldatura è stata portata ad alta temperatura, subendo così alterazioni microstrutturali e delle caratteristiche meccaniche.

I Quaderni di ricerca

- 1 - G. Ciriello, M. De Felice, R. Mosca, M. Veltroni, *Infortuni sul lavoro. Un modello di lettura (della numerosità) su "open data" dell'Inail.*
- 2 - L. Cortis, F. M. Fabiani, C. Ratti, L. Rossi, D. G. Svampa, C. Vitale, *Analisi e valutazione del comportamento dell'assorbitore di energia nei sistemi di arresto caduta con differenti masse di prova.*
- 3 - P. Rossi, *Danno biologico: monitoraggio, criticità e prospettive d'interesse medico-legale a dieci anni dall'introduzione della nuova disciplina.*
- 4 - M. De Felice, A. Goggiamani, R. Mosca, M. Veltroni, *Malattie professionali. Un modello di lettura (della numerosità) su "open data" dell'Inail.*
- 5 - L. Cortis, F. M. Fabiani, L. Rossi, D. G. Svampa, *Nuovi strumenti per la valutazione dello scivolamento e ribaltamento delle scale portatili.*
- 6 - L. Cortis, F. M. Fabiani, L. Rossi, D. G. Svampa, *Determinazione della resistenza caratteristica dei dispositivi di collegamento montante-traverso nei ponteggi metallici fissi di facciata.*
- 7 - S. Carruba, R. Grimaldi, M. Sparro, S. Tomasini, *Vendor Rating: il modello di valutazione delle forniture IT dell'INAIL.*
- 8 - P. Agnello, S.M. Ansaldi, *Una proposta di ontologia per gli Open Data Inail sugli infortuni: dalla numerosità dei dati alla gestione della conoscenza.*

