**Titolo**

# Prove di CREEP-RUPTURE su materiali strutturali ricoperti per applicazioni in sistemi refrigerati a metallo liquido pesante

**Descrittori**

**Tipologia del documento:** Rapporto Tecnico

**Collocazione contrattuale:** Accordo di programma ENEA-MSE su sicurezza nucleare e reattori di IV generazione

**Argomenti trattati:** Generation IV reactors
Caratterizzazione dei materiali
Metallurgia
Microstruttura dei materiali
Corrosione

## Sommario

In accordo con le attività svolte nel PAR2012 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE e del PAR2013 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE , che avevano come obiettivo la caratterizzazione termomeccanica a lungo termine "CREEP-RUPTURE" di materiali strutturali convenzionali (acciai austenitici e acciai ferritici/martensitici) ricoperti a base di FeAl, FeCrAl e TiN simulando le condizioni operative tipiche del sistema LFR, ENEA ha realizzato l'attrezzatura per effettuare i test in ambiente ostile .

Sono state eseguite delle prove nelle seguenti condizioni del materiale di riferimento individuato nel ADP ENEA-MSE PAR2013 LP2.b1_h (15-15 Ti (Si)):

- 550°C; 400MPa; in aria;
- 550°C; 558MPa; in aria;
- 550°C; 558MPa; in Pb.

I risultati delle prove sono stati quindi elaborati e confrontati fra loro.

**Note:**

**Autore:**

A. Coglitore, A. Strafella (ENEA)

**Copia n.** **In carico a:**

| REV. | DESCRIZIONE | DATA | | REDAZIONE | CONVALIDA | APPROVAZIONE |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 2 | | | NOME | | | |
| | | | FIRMA | | | |
| 1 | | | NOME | | | |
| | | | FIRMA | | | |
| 0 | EMISSIONE | 24/09/2015 | NOME | A. Coglitore | M. Tarantino | M. Tarantino |
| | | | FIRMA | | | |

# Indice

1. Introduzione ..... 3

2. Realizzazione della attrezzatura di prova ..... 3

3. Test di CREEP-RUPTURE su 15-15 Ti (Si) ..... 4

3.1 Parametri della prova ..... 5

3.2 Test di creep sul campione [201] PM 51012 ..... 5

3.3 Test di creep sul campione [200] PM 50912 ..... 7

3.4 Test di creep sul campione [199] PM 50812 in Pb ..... 9

4. Risultati ..... 12

4.1 Confronto prove in aria ..... 12

4.2 Confronto prova in aria e prova in piombo a 558MPa ..... 13

4.3 Analisi delle steady-state creep rate (sscr) ..... 14

5. Conclusioni ..... 16

6. Bibliografia ..... 17

7. Allegato A ..... 18

# Introduzione

Nell'ambito del PAR2012 e del PAR2013 in accordo con i rapporti tecnici dal titolo "*Messa a punto di prove meccaniche in piombo liquido stagnante per la caratterizzazione di materiali strutturali ricoperti per applicazioni nucleari*" relativo al PAR2012 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE e "Prove di CREEP-RUPTURE su materiali strutturali ricoperti per applicazioni in sistemi refrigerati a metallo liquido pesante" relativo al PAR2013 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE, che aveva come obiettivo di caratterizzare con prove termomeccaniche a lungo termine "CREEP-RUPTURE" materiali strutturali convenzionali (acciai austenitici e acciai ferritici/martensitici) ricoperti a base di FeAl, FeCrAl e TiN simulando le condizioni operative tipiche del sistema LFR, ENEA ha realizzato l'attrezzatura di prova per i test in metallo liquido ed ha effettuato delle prove preliminari in aria per verificare quanto incide la corrosione del piombo sui materiali presi come riferimento

In particolar modo avendo individuato come materiale prioritario il [15-15 Ti(Si)], sono state eseguite in quest'anno di riferimento delle prove nelle seguenti condizioni:

- 550°C; 400MPa; in aria;
- 550°C; 558MPa; in aria;
- 550°C; 558MPa; in Pb.

I risultati delle prove sono stati quindi elaborati e confrontati fra di loro.

# Realizzazione della attrezzatura di prova

Come già previsto nell'ambito del PAR2012 e PAR2013 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE e "Prove di CREEP-RUPTURE su materiali strutturali ricoperti per applicazioni in sistemi refrigerati a metallo liquido pesante" relativo al PAR2013 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE, l'officina tecnina Enea presente presso il C.R. Brasimone ha provveduto alla realizzazione ed ultimizzazione dell'attrezzatura necesaria per la realizzazione della facilty di prova per poter effettuare i test di creep-rupture in piombo, (vedi Allegato A ADPFISS – LP2 – 066).

# Test di CREEP-RUPTURE su 15-15 Ti (Si)

I test di creep sono stati eseguiti con lo strumento **MAYER & SON T.C. 20** che ha le seguenti caratteristiche:

- Carico max applicabile: **20kN**
- **$T_{max} \approx 1000$ °C**

Di seguito alcune foto che illustrano il posizionamento del campione nello strumento in aria (figura 1,2,3 e 4) e in piombo (figura 5 e 6).

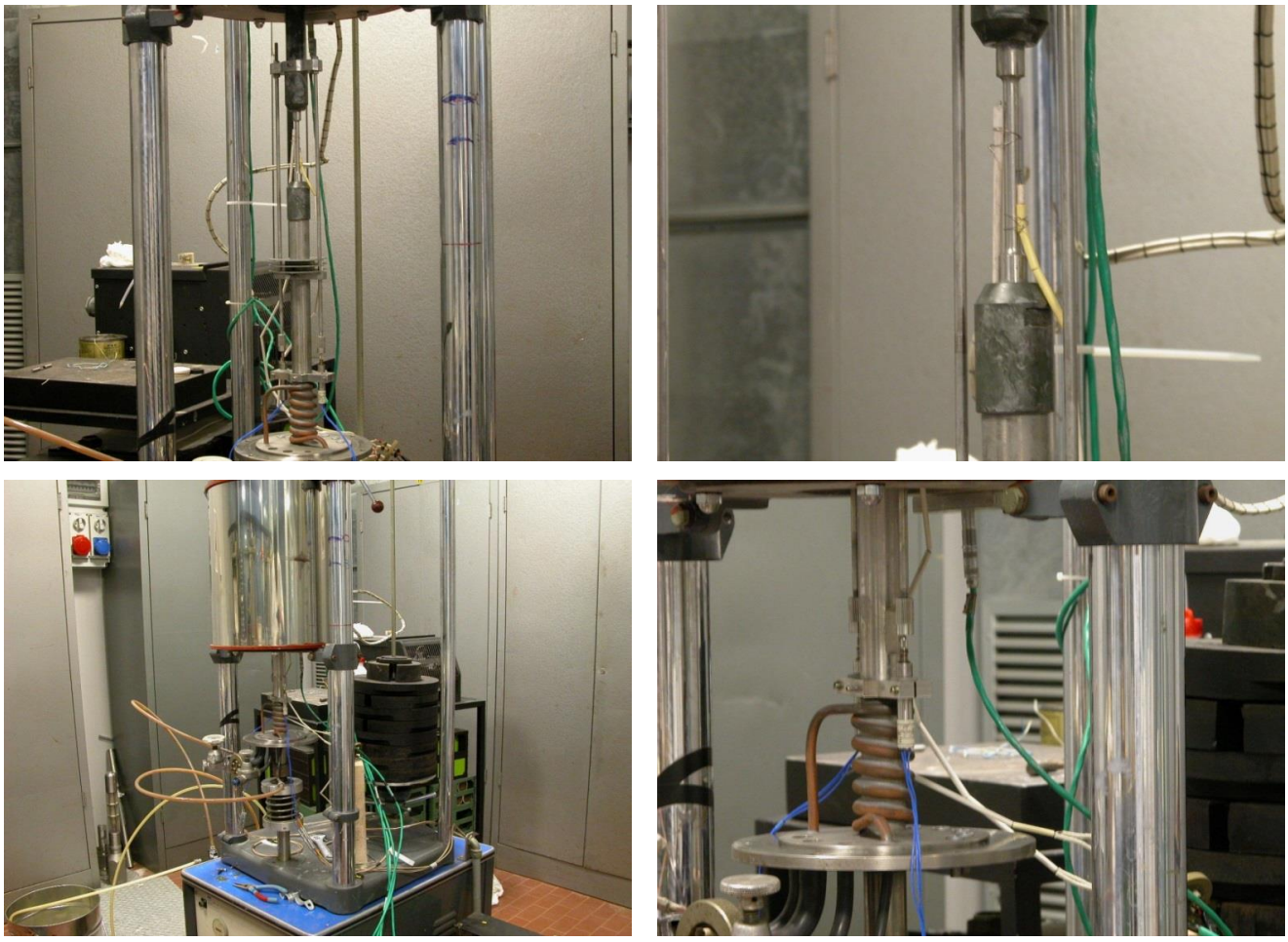

Figure 1,2,3 e 4: montaggio campioni in aria

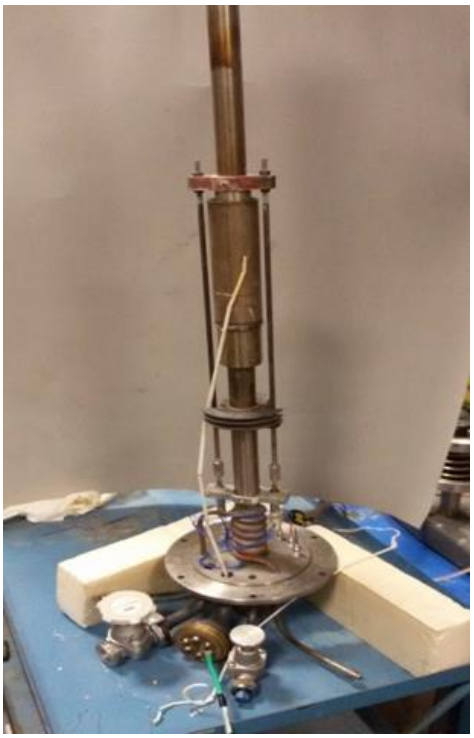

Figure 5 e 6: montaggio campioni in Pb

**Parametri della prova**

I parametri principali per il test di creep sono la **temperatura** ed il **carico.**

La temperatura scelta è **550° C**, in accordo con quanto esposto nel rapporto tecnico ADPFISS – LP2 –066 relativo al PAR2013 dell' ADP ENEA-MSE.

Le prove a trazione sul materiale di riferimento, 15-15 Ti(Si), hanno fornito informazioni utili per l'individuazione di opportuni carichi per il test di Creep. In particolare, si è scelto di adoperare **carichi** prossimi allo snervamento ($\sigma_{sn}$= 554MPa, vedi Allegato A):

- 400 MPa
- 558 MPa

È stato condotto anche un test in piombo:

- 558 MPa in Pb

I risultati del test sono riportati di seguito.

**Test di creep sul campione [201] PM 51012**

Il primo test è stato effettuato nelle seguenti condizioni:

- **T** = 550°C
- **σ** = 400MPa
- **nome campione:** [201] PM 51012
- **Ambiente di prova:** Aria

La curva risultante è riportata nella figura seguente (figura 7).

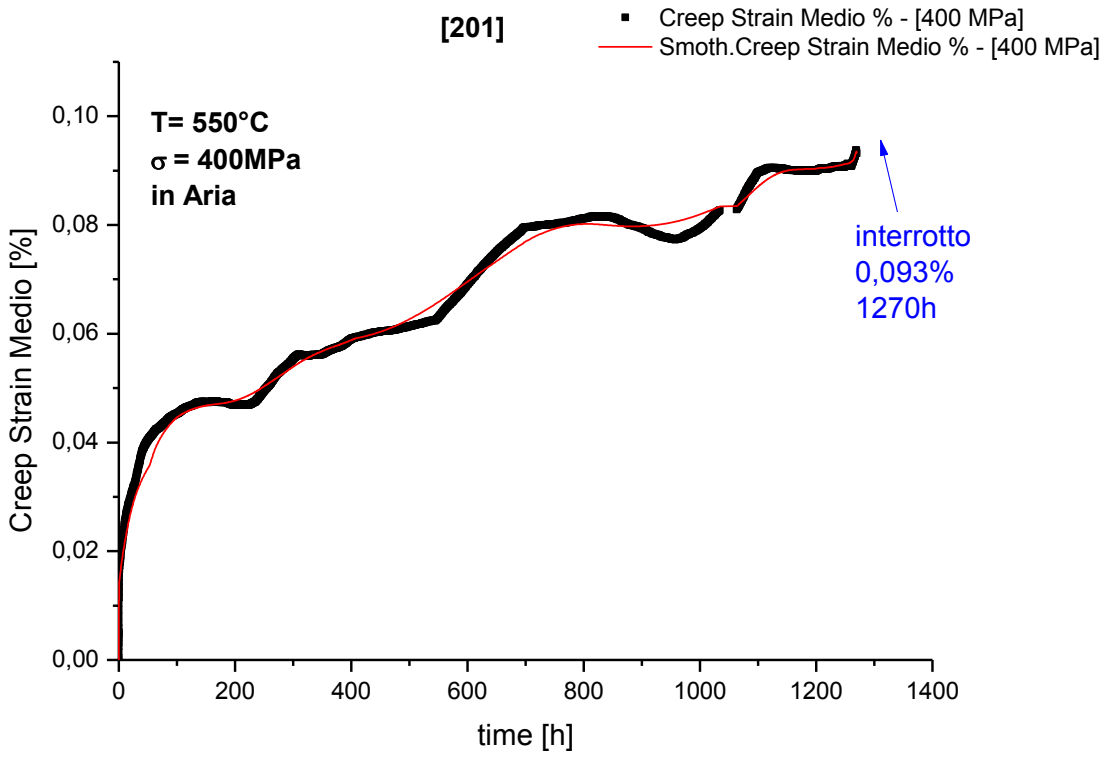


Figura 7: curva di creep reale e curva di smoothing relativa al campione [201]

Come si può notare il test ha avuto un'interruzione a 1270 h; nonostante questo, si può ipotizzare che il secondario abbia avuto inizio.

È stato quindi calcolato uno dei parametri più importanti del test di creep: la steady state creep rate (**sscr**), ossia la velocità di deformazione del creep secondario, che è costante; per una maggiore validità del risultato, sono stati effettuati diversi fit lineari scegliendo un range temporale compreso nell'intervallo tra 300h e 1270h.

I risultati ottenuti sono di seguito riportati:

| **σ [MPa]** | **Sscr [1/h]** | **Metodologia calcolo** |
|---|---|---|
| 400 | $3{,}93*10^{-7}$ | Fit lineare 1 |

| | | |
|---|---|---|
| 400 | $4{,}21*10^{-7}$ | Fit lineare 2 |
| 400 | $3{,}15*10^{-7}$ | Fit lineare 3 |

**Tabella1**

Come si può notare i valori calcolati sono del tutto analoghi e appartenenti allo stesso ordine di grandezza.

Si è scelto di considerare come sscr a 400MPa il seguente valore:

| **σ [MPa]** | **Sscr [1/h]** |
|---|---|
| 400 | $3{,}93*10^{-7}$ |

**Tabella 2**

**Test di creep sul campione [200] PM 50912**

Al fine di avere una curva completa in tempi misurabili e più brevi rispetto al test precedente e tale da potesse essere usata come confronto, si è scelto di aumentare il carico a 558 [MPa], carico maggiore di 4MPa rispetto allo stress di snervamento medio ottenuto dalle prove di trazione (vedi Alletato A).

I parametri utilizzati per il test sono stati:

- **T=** 550°C
- **σ =** 558MPa
- **nome campione:** [200] PM 50912
- **Ambiente di prova:** Aria

La curva risultante è riportata nella figura seguente (figura 8). Come nel caso precedente, sono stati depurati i dati attraverso lo smoothing.

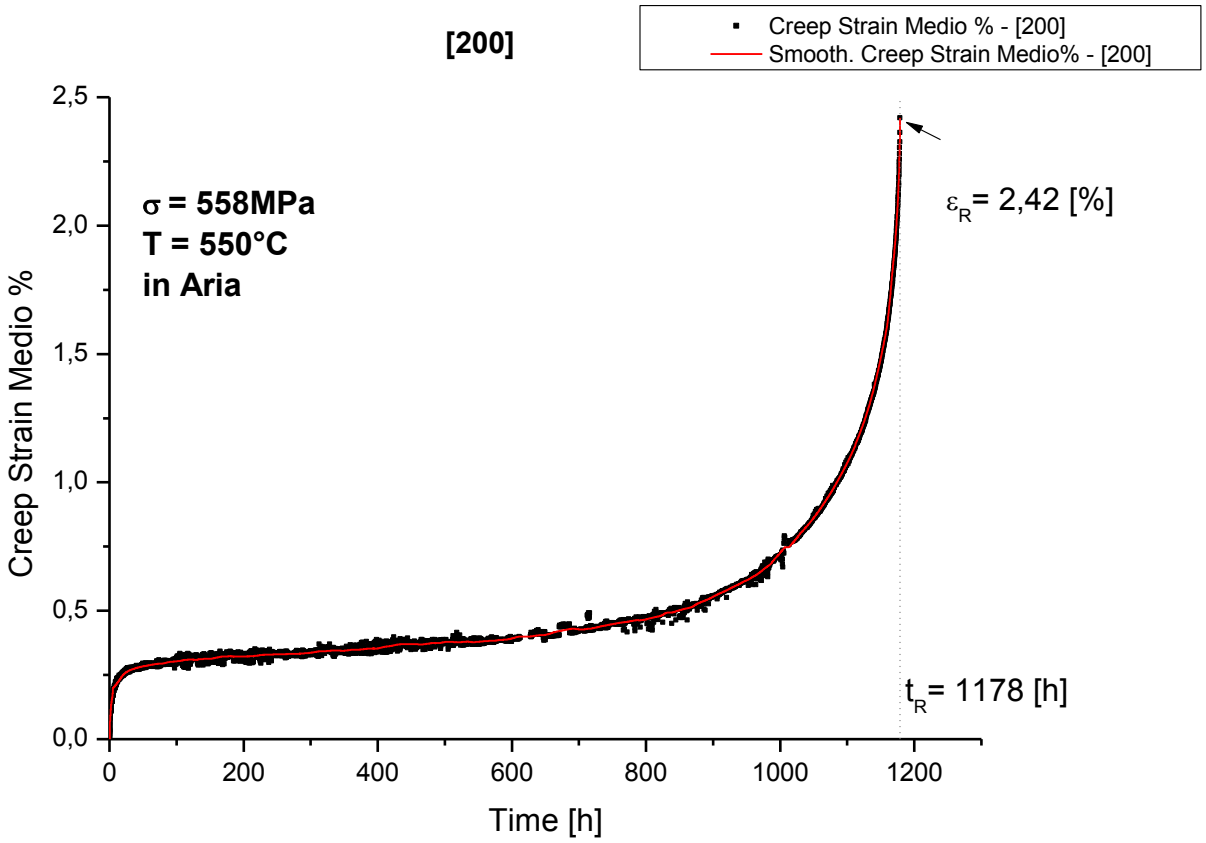


Figura 8: curva di creep reale e curva di smoothing relativa al campione [200]

Per il campione in esame si è giunti sino a rottura, avvenuta a 1178h.

È stata calcolata quindi la sscr, con il metodo del fit lineare nel secondario (figura 9).

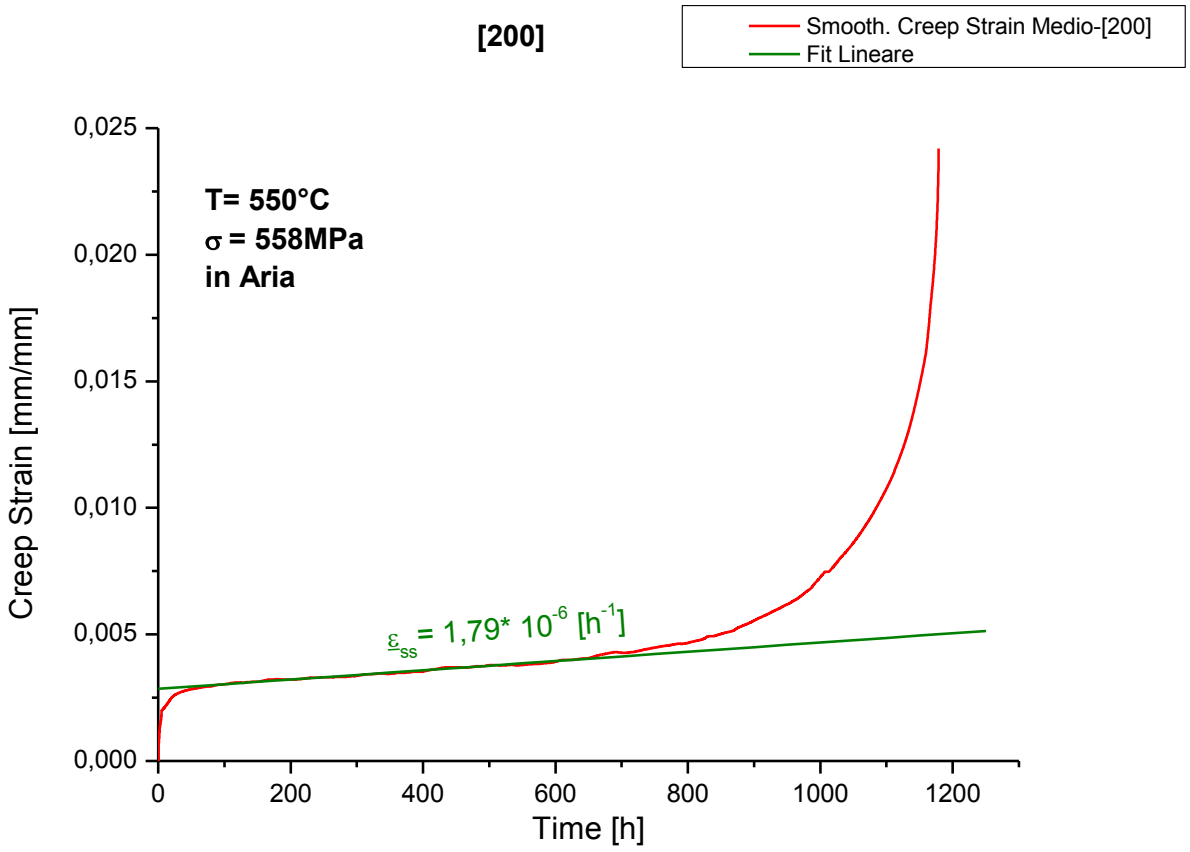


Figura 9: fit lineare e sscr

Come risulta evidente dalla figura 9, il secondario è ben definito e la sscr è stata quindi calcolata con un'elevata attendibilità (tabella 3).

| σ [MPa] | Sscr [1/h] | Metodologia calcolo |
|---|---|---|
| 558 | 1,79* $10^{-6}$ | fit lineare |

**Tabella 3**

**Test di creep sul campione [199] PM 50812 in Pb**

Al fine di simulare il comportamento del materiale in ambiente ostile, è stata effettuata una prova di creep in Pb. Il carico applicato è stato 558MPa, analogo al campione [200] PM

50912. Questo ha permesso di valutare la variazione delle proprietà a creep dovuta alla corrosione del Pb.

I parametri utilizzati per il test sono stati:

- **T**= 550°C
- **σ** = 558MPa
- **nome campione:** [199] PM 50812
- **Ambiente di prova:** Piombo

La curva risultante è riportata nella figura seguente (figura 10). Come nel caso precedente, sono stati depurati i dati attraverso lo smoothing.

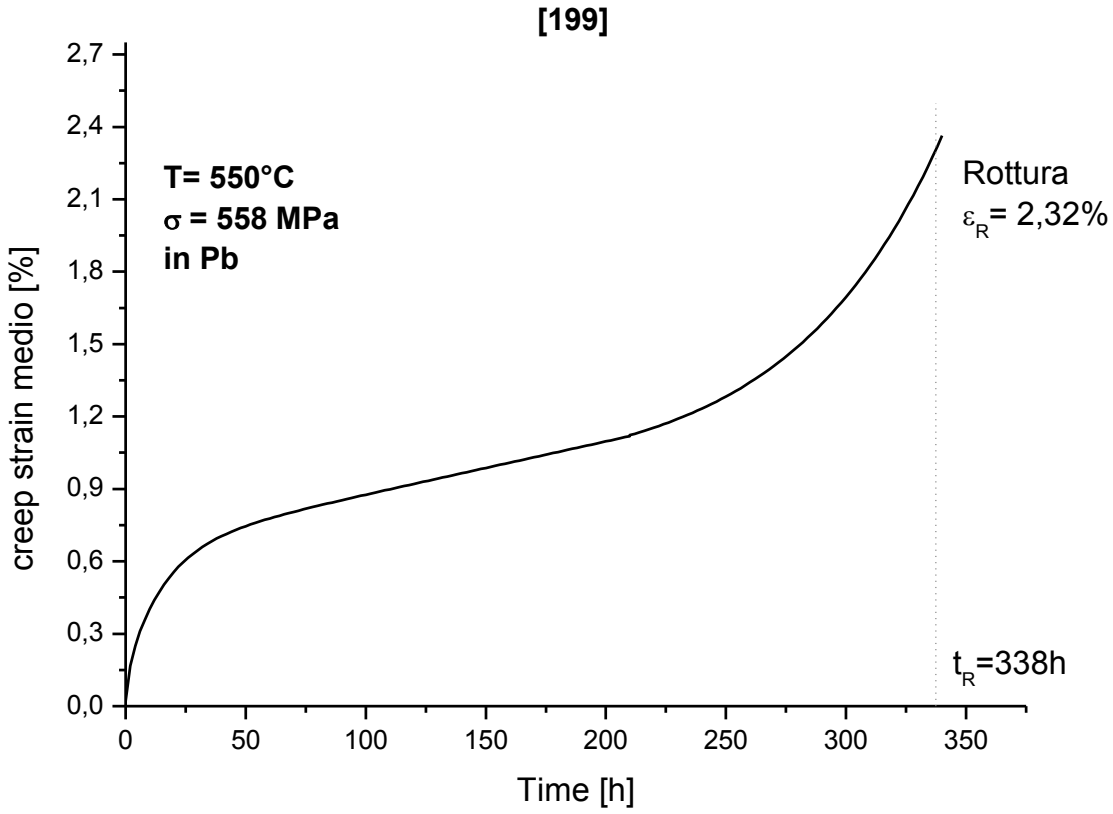


Figura 10: curva di creep del [199]

Per il campione in esame si è giunti sino a rottura, avvenuta a 338h.

È stata calcolata quindi la sscr, con il metodo del fit lineare nel secondario (figura 11).

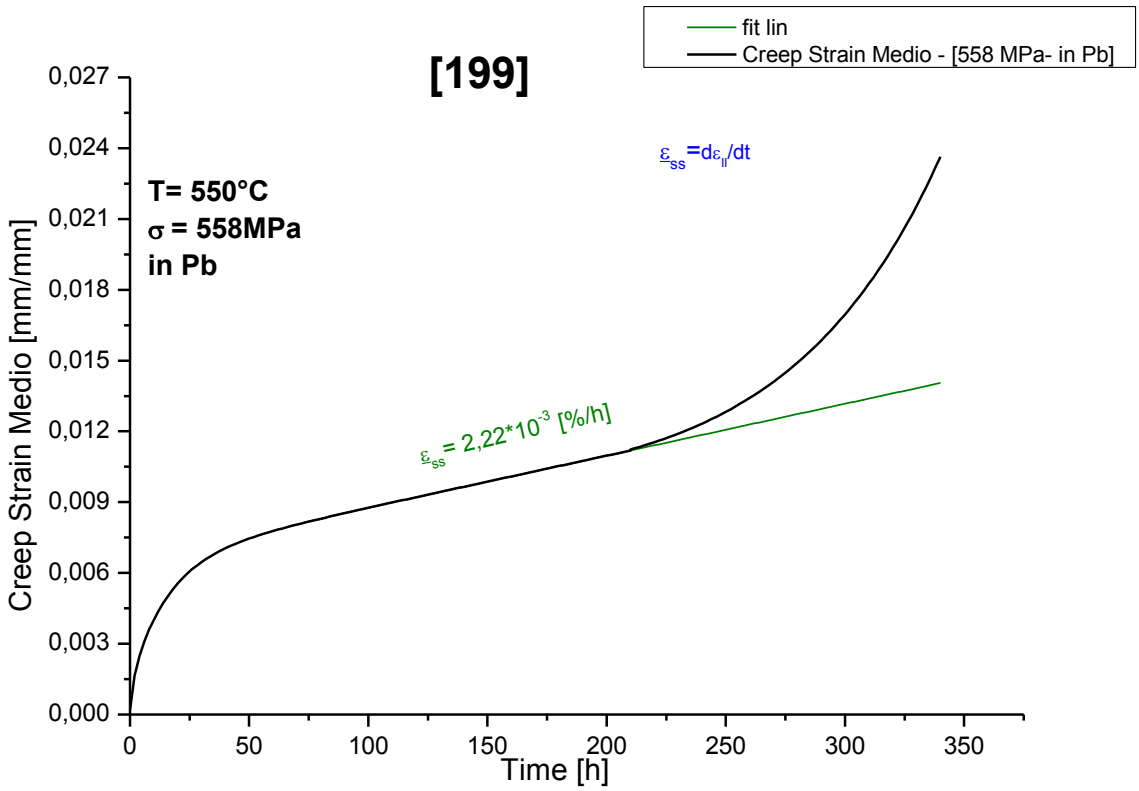


Figura 11: fit lineare e sscr

Come risulta evidente dalla figura 11, il secondario è ben definito e la sscr è stata quindi calcolata con un'elevata attendibilità (tabella 4).

| σ [MPa] | Sscr [1/h] | Metodologia calcolo |
|---|---|---|
| 558 | 2.22* $10^{-3}$ | fit lineare |

**Tabella 4**

Si precisa che durante la fase di carico, il campione ha presentato un sensibile allungamento che fa presupporre una riduzione della sezione del provino. Il carico effettivo applicato sulla sezione, pertanto, potrebbe essere maggiore di quanto preventivato. Si può ipotizzare che le cause di questo fenomeno possano essere correlate o ad una difettosità del campione o ad una elevata corrosione in fase di riscaldamento o una concomitanza dei due effetti.

Questo è oggetto di indagine nella sperimentazione in corso che prevede ulteriori prove in Pb.

# Risultati

### Confronto prove in aria

La figura 12 illustra tutte le curve ottenute per i test di Creep effettuati in aria.

I risultati sono coerenti con le aspettative. Si può infatti notare come al crescere del carico a parità di tempo, aumenti la deformazione e a parità di deformazione, il tempo diminuisca.

Si è riusciti a portare a rottura in tempi accettabili solo il campione sottoposto a 558MPa.

Gli altri due test, pur non essendo arrivati a rottura in tempi compatibili con il progetto (sono stati interrotti), hanno fornito importanti informazioni sul secondario.

Anche il calcolo della *steady state creep rate* (sscr) è coerente con le aspettative: molto lenta per sollecitazioni basse, aumenta all'aumentare del carico.

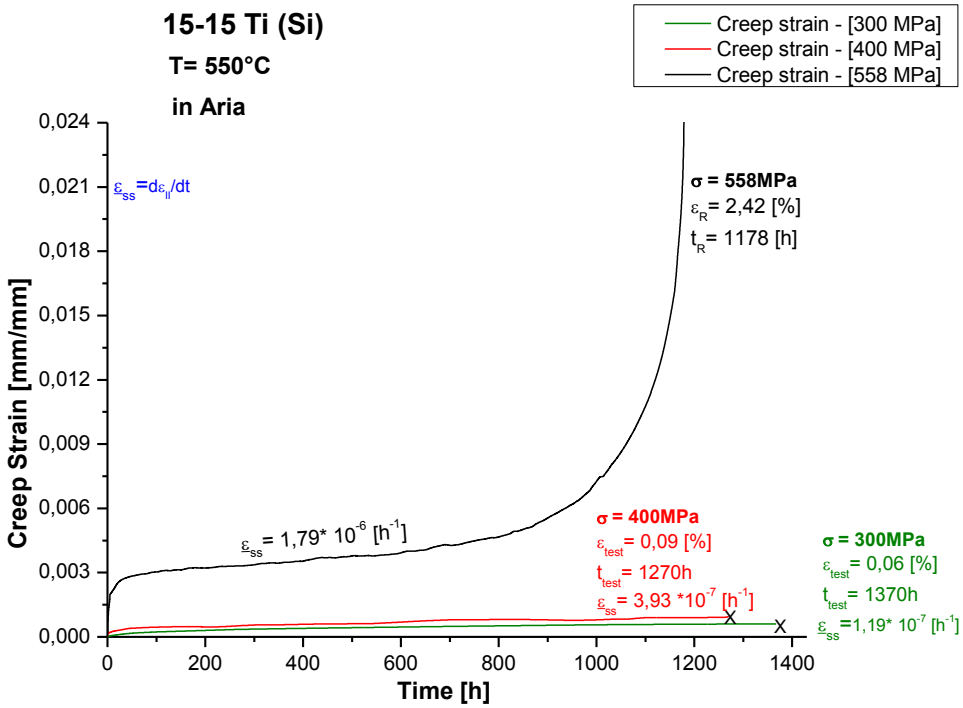


Figura 12: confronto curve di creep in aria

Nella tabella 5 sono ripotate le sscr relative alle tre prove in aria.

| σ [MPa] | Sscr [1/h] |
|---|---|
| 300 | $1{,}19*10^{-7}$ |

| | |
|---|---|
| 400 | $3{,}93*10^{-7}$ |
| 558 | $1{,}79*10^{-6}$ |

**Tabella 5**

**Confronto prova in aria e prova in piombo a 558MPa**

La figura 13 illustra le curve ottenute per i test di Creep effettuati a 558MPa in ambienti diversi: aria e piombo.

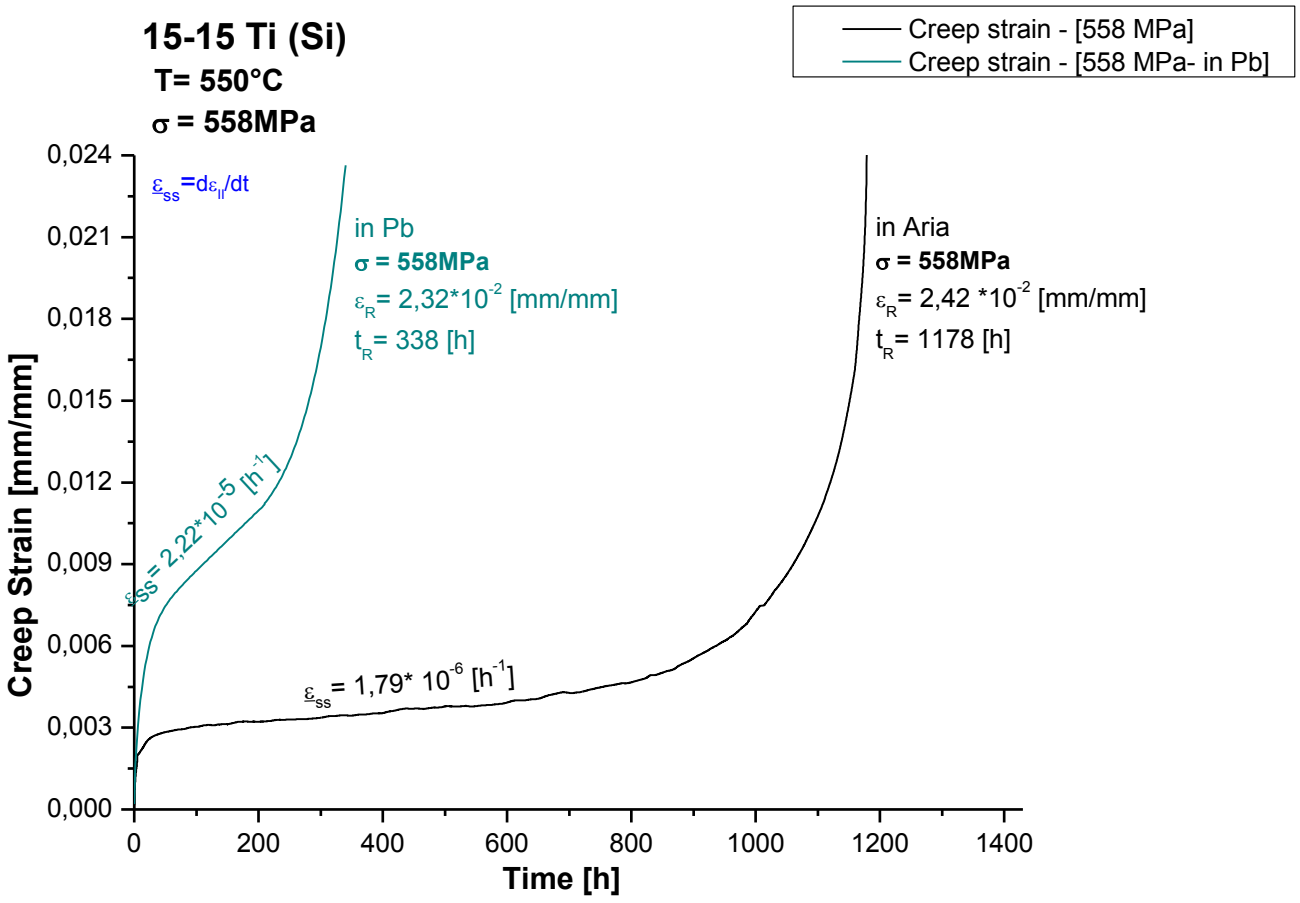


Figura 13: confronto curve di creep in piombo

I risultati sono coerenti con le aspettative in quanto, come evidenziato dalla figura 13, si ha un aumento della sscr quindi un decremento delle proprietà a creep con una sensibile riduzione del tempo di rottura.

La valuzione dell'effetto corrosivo del piombo sul 15-15Ti(Si) e la sua reale influenza sulle proprietà a creep verrà fatta a valle della campagna sperimentale, attualmente in corso. Questo al fine di indagare su quanto esposto nel paragrafo 3.4 sull'allungamento del campione prima della prova a creep.

Nella tabella 5 sono ripotate le sscr relative alla prove in aria e in piombo a 558MPa.

| | **Sscr [1/h]** | |
|---|---|---|
| **σ [MPa]** | **Aria** | **Piombo** |
| 558 | $1{,}79 * 10^{-6}$ | $2{,}22 * 10^{-5}$ |

**Tabella 6**

**Analisi delle steady-state creep rate (sscr)**

Nel grafico bilogaritmico sscr-stress in figura 14, sono state riportate le sscr determinate per ogni singolo test effettuato, sia in aria che in Piombo.

Mediante diversi fit lineari, per i test in aria, sono stati calcolati i parametri n ed A della legge di Norton che è ad oggi quella più usata per lo stadio secondario del creep. Vieno riportata di seguito.

$$\dot{\varepsilon}_s = A\sigma^n$$

dove $\dot{\varepsilon}_s$ è la steady state creep rate, n è l'esponente dello sforzo, a include i parametri della microstruttura del materiale e σ è lo stress applicato.

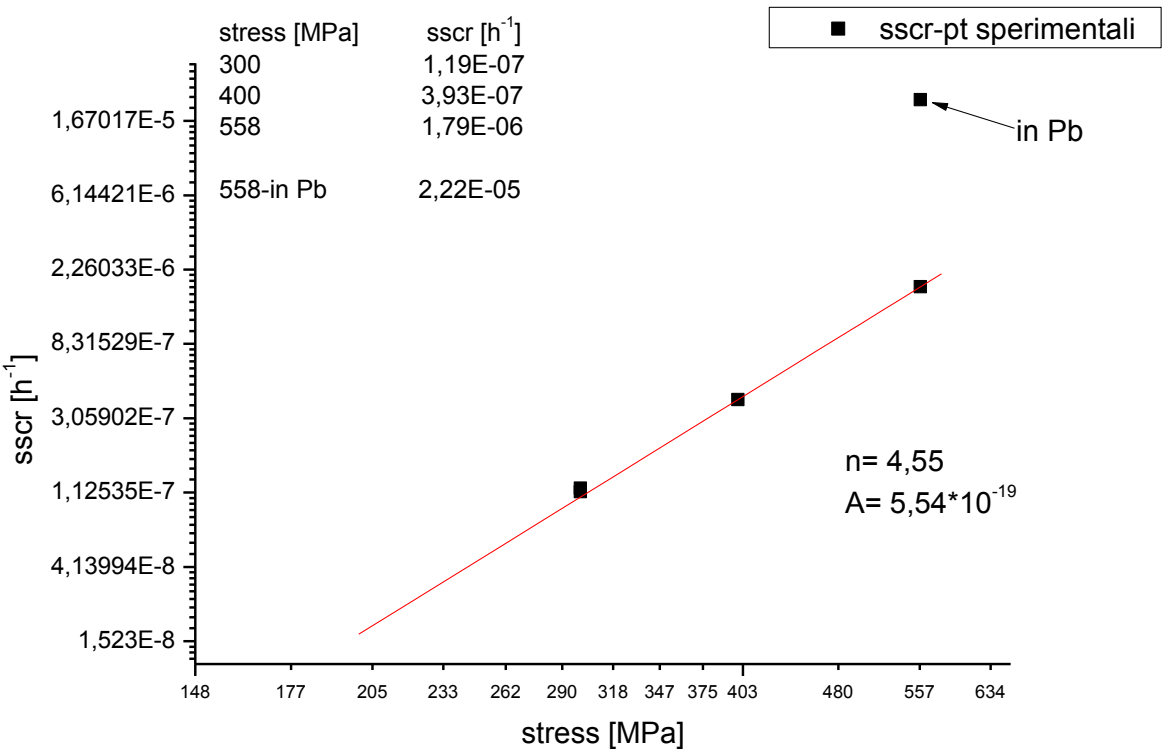


Figura 14: sscr dei test

Occorre fare una precisazione per quanto riguarda il test a 300MPa, oggetto di studio nel PAR2013 LP2 B1ADP ENEA-MSE "*Prove di CREEP-RUPTURE su materiali strutturali ricoperti per applicazioni in sistemi refrigerati a metallo liquido pesante*".
Il fit lineare che meglio approssima i risultati di sscr ottenuti è quello in cui si considera il secondario del test a 300MPa con inizio a 1000h (vedi ADPFISS – LP2 – 066).

Nella tabella seguente si riportano i valori ottenuti:

| n | A |
|---|---|
| 4,55 | $5,54* 10^{-19}$ |

**Tabella 7**

L'attendibilità dei risultati ottenuti è confermata da quanto trovato in letteratura per gli acciai, con n compreso fra 4 e 5.

# Conclusioni

Nell'ambito del ADP ENEA-MSE PAR2014 LP2.b1 sono state svolte le seguenti attività:

- alla realizzazione ed ultimizzazione dell'attrezzatura necesaria per la realizzazione della facilty di prova per poter effettuare i test di creep-rupture in piombo;
- test di CREEP in aria di un acciaio austenitico 15-15 Ti (Si) a due differenti livello di carico (400 e 558MPa) ;
- test di CREEP in piombo di un acciaio austenitico 15-15 Ti (Si) a 558MPa
- confronto dei risultati ottenuti
- determinazione dei parametri del secondario per i test in aria, in accordo con la legge di Norton

# Bibliografia

[1] *New improved steel grades for the future nuclear energy production* – P.Gimondo-congresso Vilnius 17 October 2013

[2] bomet.fci.unibo.it/pal/Doc_6.PDF

[3] PAR2013 LP2 B1 ADP ENEA-MSE "*Prove di CREEP-RUPTURE su materiali strutturali ricoperti per applicazioni in sistemi refrigerati a metallo liquido pesante*" ADPFISS – LP2 – 066

[4] *Atlas of creep and Stress-rupture curves* – ASTM International-Howard E. Boyer

[5] ASTM E139-11 Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials

[6] ASTM E8-13a Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials

# Allegato A

| | Nome del campione | Fs 0,2% [kN] | Ft [kN] | Fmax [kN] | Fu [kN] | O s0,2% [N/mm²] | O t [N/mm²] | O max [N/mm²] | O u [N/mm²] | E [N/mm²] | Agt [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | [81] PM 38912 | 15,87 | 17,24 | 18,19 | 14,88 | 563,09 | 611,92 | 645,54 | 527,88 | 136430 | 3,8 |
| 2 | [82] PM 39012 | 16,36 | 17,93 | 18,65 | 14,43 | 580,49 | 636,34 | 661,96 | 512,09 | 158290 | 2,3 |
| 3 | [83] PM 39112 | 14,21 | 16,43 | 17,57 | 12,90 | 504,24 | 583,02 | 623,54 | 457,91 | 155102 | 2,4 |
| 4 | [84] PM 39212 | 15,19 | 16,78 | 17,85 | 13,04 | 538,93 | 595,35 | 633,32 | 462,66 | 131234 | 2,6 |
| 5 | [85] PM 39312 | 15,39 | 16,79 | 17,89 | 13,02 | 546,00 | 595,76 | 634,70 | 462,20 | 122246 | 2,7 |
| 6 | [86] PM 39412 | 15,44 | 16,94 | 17,78 | 7,00 | 546,13 | 599,13 | 628,86 | 247,54 | 144727 | 2,3 |
| 7 | [87] PM 39512 | 15,95 | 16,79 | 17,76 | 14,26 | 565,90 | 595,87 | 630,12 | 505,88 | 120622 | 2,5 |
| 8 | [88] PM 39612 | 15,13 | 16,88 | 17,75 | 13,63 | 536,97 | 598,83 | 629,72 | 483,71 | 141569 | 2,8 |
| 9 | [89] PM 39712 | 15,20 | 16,89 | 17,78 | 12,78 | 539,27 | 599,52 | 630,96 | 453,68 | 133307 | 2,3 |
| 10 | [90] PM 39812 | 17,00 | 18,37 | 19,08 | 14,55 | 603,18 | 651,92 | 676,97 | 516,18 | 144861 | 2,2 |
| 11 | [91] PM 39912 | 16,61 | 18,29 | 19,09 | 14,28 | 589,43 | 648,96 | 677,55 | 506,89 | 158074 | 2,2 |
| 12 | [92] PM 40012 | 15,51 | 16,56 | 17,41 | 12,60 | 552,33 | 589,67 | 619,74 | 448,62 | 128328 | 2,5 |
| 13 | [93] PM 40112 | 15,05 | 16,74 | 17,73 | 11,16 | 532,37 | 592,00 | 627,02 | 394,79 | 137587 | 2,5 |
| | Media | 15,61 | 17,13 | 18,04 | 12,96 | 553,72 | 607,56 | 640,00 | 460,00 | 139413,6 | 2,55 |