



Ricerca di Sistema elettrico

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

A. Coglitore, A. Strafella

## PROVE DI CREEP-RUPTURE SU MATERIALI STRUTTURALI RICOPERTI PER APPLICAZIONI IN SISTEMI REFRIGERATI A METALLO LIQUIDO

A. Coglitore, A. Strafella (ENEA)

Settembre 2016

### Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2015

Area: Generazione di Energia Elettrica con Basse Emissioni di Carbonio

Progetto: Sviluppo competenze scientifiche nel campo della sicurezza nucleare e collaborazione ai programmi internazionali per il nucleare di IV Generazione.

Linea: Collaborazione ai programmi internazionali per il nucleare di IV Generazione

Obiettivo: Materiali e fabbricazioni

Responsabile del Progetto: Mariano Tarantino, ENEA

**Titolo**

**PROVE DI CREEP-RUPTURE SU MATERIALI STRUTTURALI  
 RICOPERTI PER APPLICAZIONI IN SISTEMI REFRIGERATI A  
 METALLO LIQUIDO**

**Descrittori**
**Tipologia del documento:** Rapporto Tecnico

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

**Argomenti trattati:** Caratterizzazione dei materiali  
 Tecnologie dei materiali

In accordo con le attività svolte nel PAR2012 LP2 B1 dell'ADP ENEA-MSE nel PAR2013 LP2 B1 dell'ADP ENEA-MSE e del PAR2014 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.

Sono state eseguite delle prove nelle seguenti condizioni del materiale di riferimento individuato nel ADP ENEA-MSE PAR2013 LP2.b1\_h, T91:

- 550°C; 281MPa; in aria (test preliminare)
- 550°C; 247MPa; in aria;
- 550°C; 212MPa; in aria;
- 550°C; 212MPa; in Pb.

**Autori**

A. Coglitore, A. Strafella


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

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	26/09/2016	NOME	A. Coglitore A. Strafella	M. Tarantino	M. Tarantino
			FIRMA	 		
REV.	DESCRIZIONE	DATA	REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE	

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS ó LP2 ó 128	0	L	2	19

## Indice

1. Introduzione .....	3
2. Test di CREEP-RUPTURE su T91 .....	3
2.1 Parametri della prova .....	5
2.2 Test di creep sul campione [272] PM58112 .....	6
2.3 Test di creep sul campione [273] PM58212 .....	8
2.4 Test di creep sul campione [274] PM58312 .....	9
2.5 Test di creep sul campione [275] PM58412 .....	11
3. Risultati .....	13
3.1 Confronto prove in aria .....	13
3.2 Confronto prova in aria e prova in piombo a 212MPa .....	15
3.3 Analisi delle steady-state creep rate (sscr) .....	16
4. Conclusioni .....	17
5. Bibliografia .....	18
6. Allegato A.....	19

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS ó LP2 ó 128	0	L	3	19

## 1. Introduzione

Nell'ambito del PAR2015, 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 e del PAR2014 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 eseguito i test in aria ed in metallo liquido per verificare quanto incide la corrosione del piombo sui materiali presi come riferimento

In particolar modo, nell'ambito del PAR2015 è stato individuato come materiale da testare il [T91]. Basandosi sulle ricerche bibliografiche effettuate e su un primo test preliminare nelle condizioni,

- 550°C, 281MPa, in aria,

si è scelto di effettuare le seguenti prove, attualmente ancora in corso:

- 550°C; 247MPa; in aria;
- 550°C; 212MPa; in aria;
- 550°C; 212MPa; in Pb.

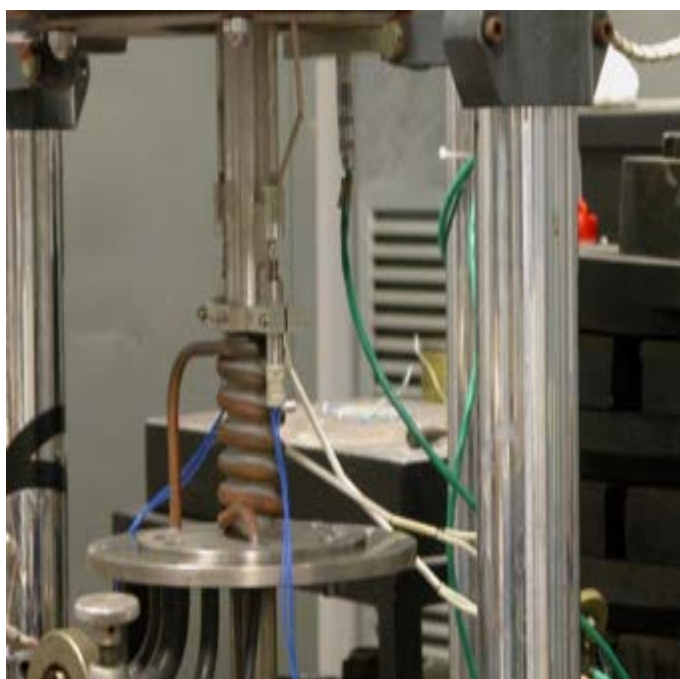
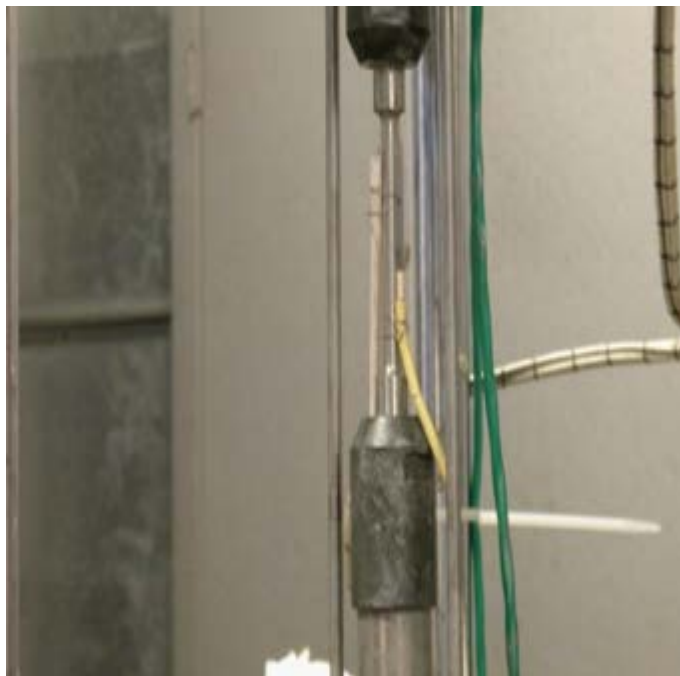
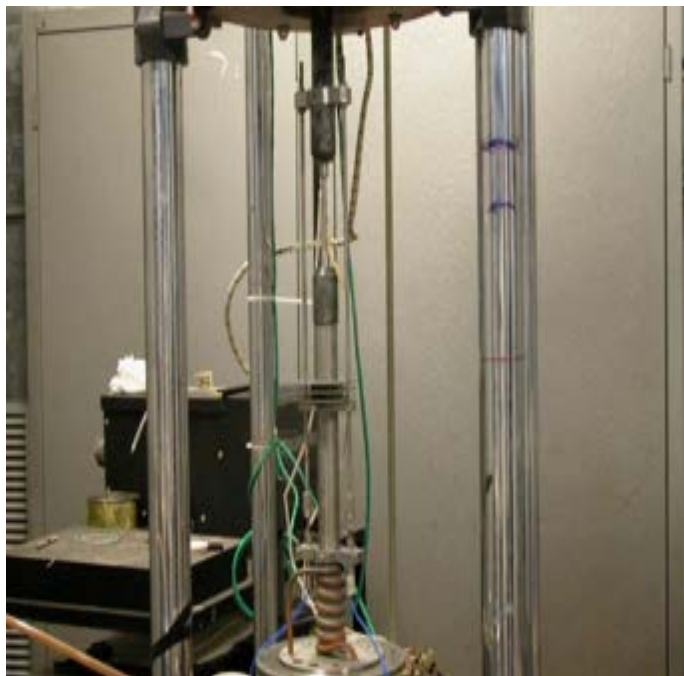
Le curve risultanti sono state quindi elaborate e confrontate fra loro.

## 2. Test di CREEP-RUPTURE su T91

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<sub>max</sub> ≈ 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

## 2.1 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, T91, hanno fornito informazioni utili per l’individuazione di opportuni carichi per il test di Creep. In particolare, si è scelto di adoperare **carichi** minori dello stress di snervamento ( $\sigma_{sn}= 360\text{MPa}$ , vedi Allegato A):

- 281MPa
- 247MPa
- 212MPa

È stato condotto anche un test in piombo:

- 212 MPa

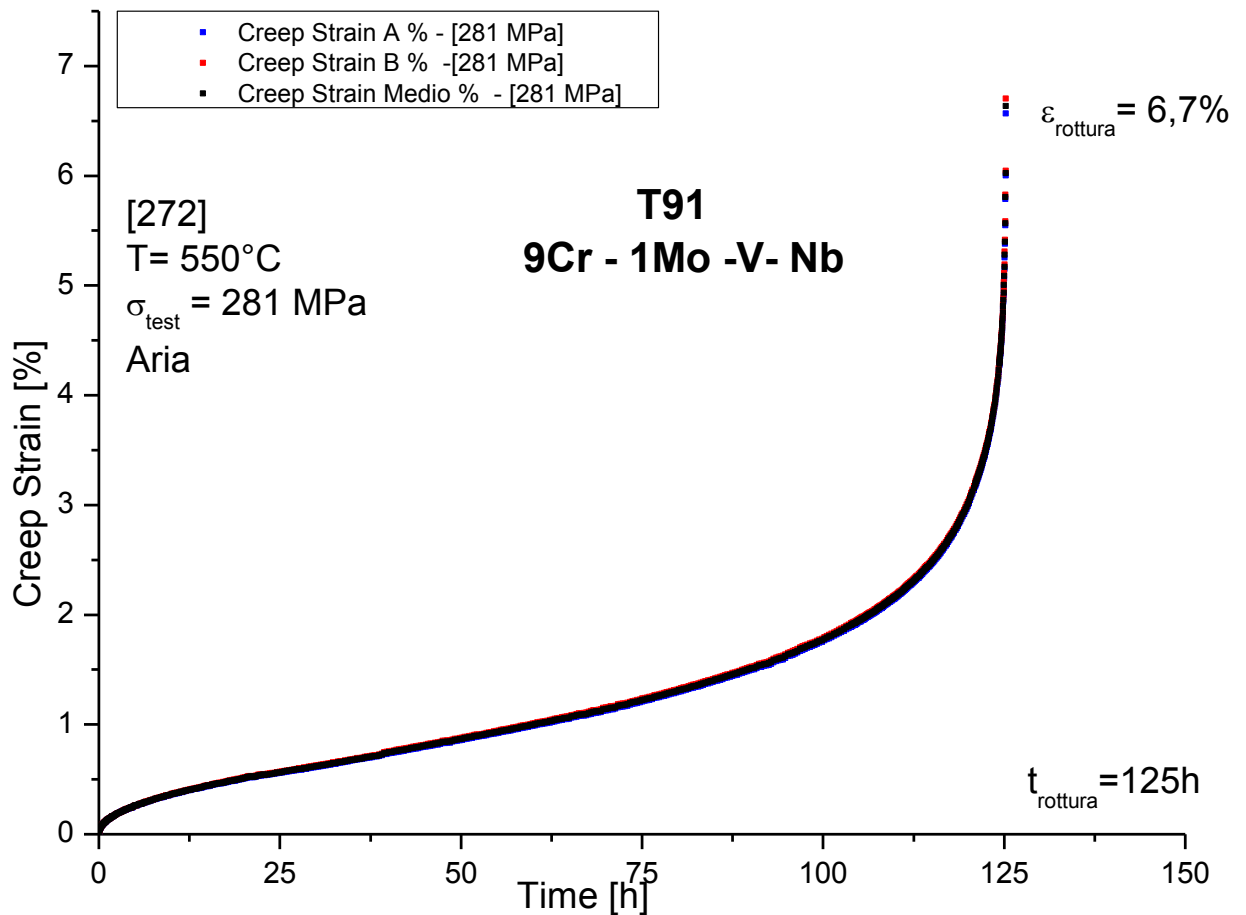
I risultati dei test sono riportati di seguito.

## 2.2 Test di creep sul campione [272] PM58112

Il primo test, preliminare e adoperato come termine di confronto per stabilire i carichi dei test successivi, è stato effettuato nelle seguenti condizioni:

- $T = 550^{\circ}\text{C}$
- $\sigma = 281\text{MPa}$
- **Nome campione: [272] PM58112**
- **Ambiente di prova: Aria**

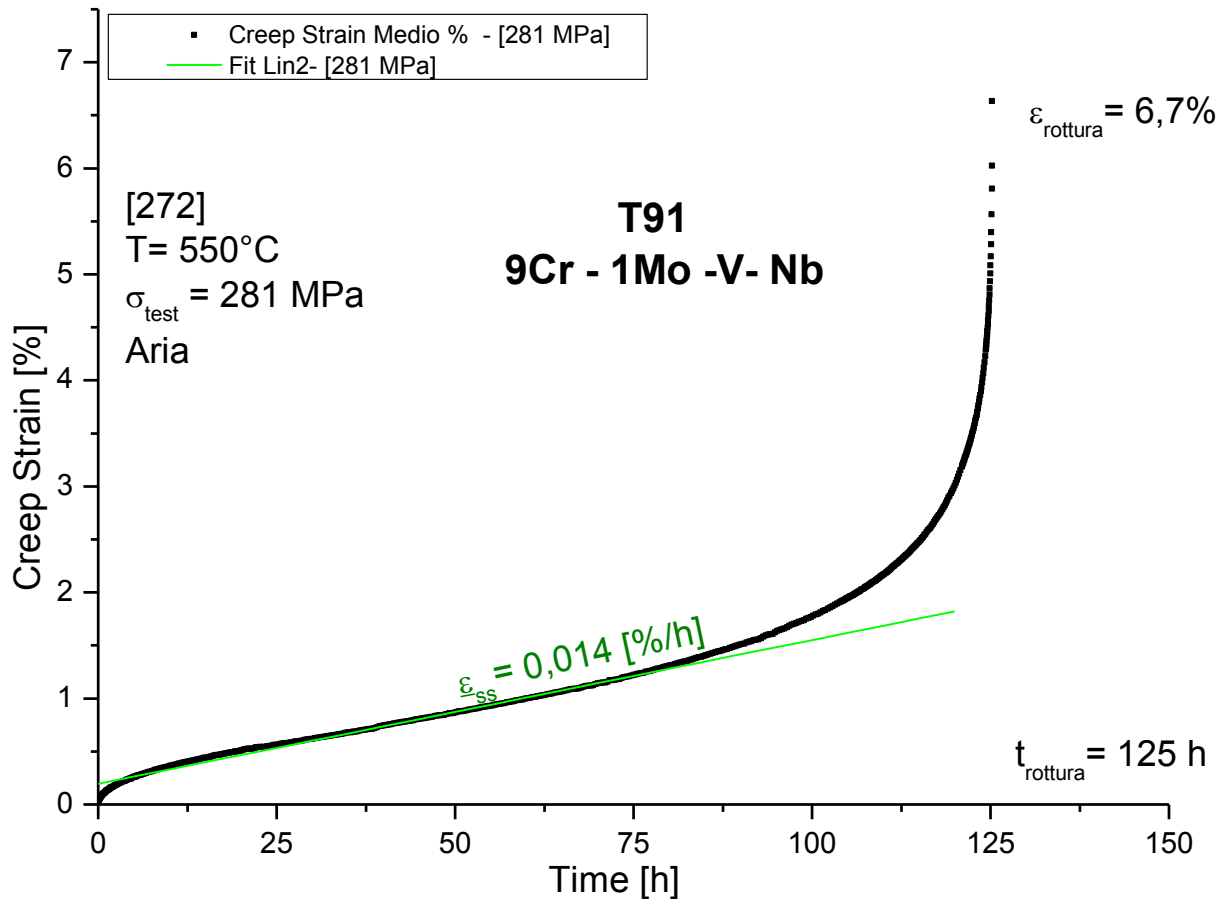
Le curve risultanti dalla registrazione dei trasduttori (A e B) e la loro media sono riportate nella figura seguente (figura 7).



**Figura 7:** curva di creep relativa al campione [272] PM58112

Per il campione in esame si è giunti sino a rottura, avvenuta a 125 h.

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 l'unica velocità costante nel tempo.



**Figura 8:** fit lineare e sscr

Come risulta evidente dalla figura 8, il secondario è ben definito e la sscr è stata quindi calcolata con un'elevata attendibilità, utilizzando il metodo del fit lineare nel secondario (tabella 1).

$\sigma$ [MPa]	Sscr [%/h]	Metodologia calcolo
281	0,014	fit lineare

**Tabella 1**

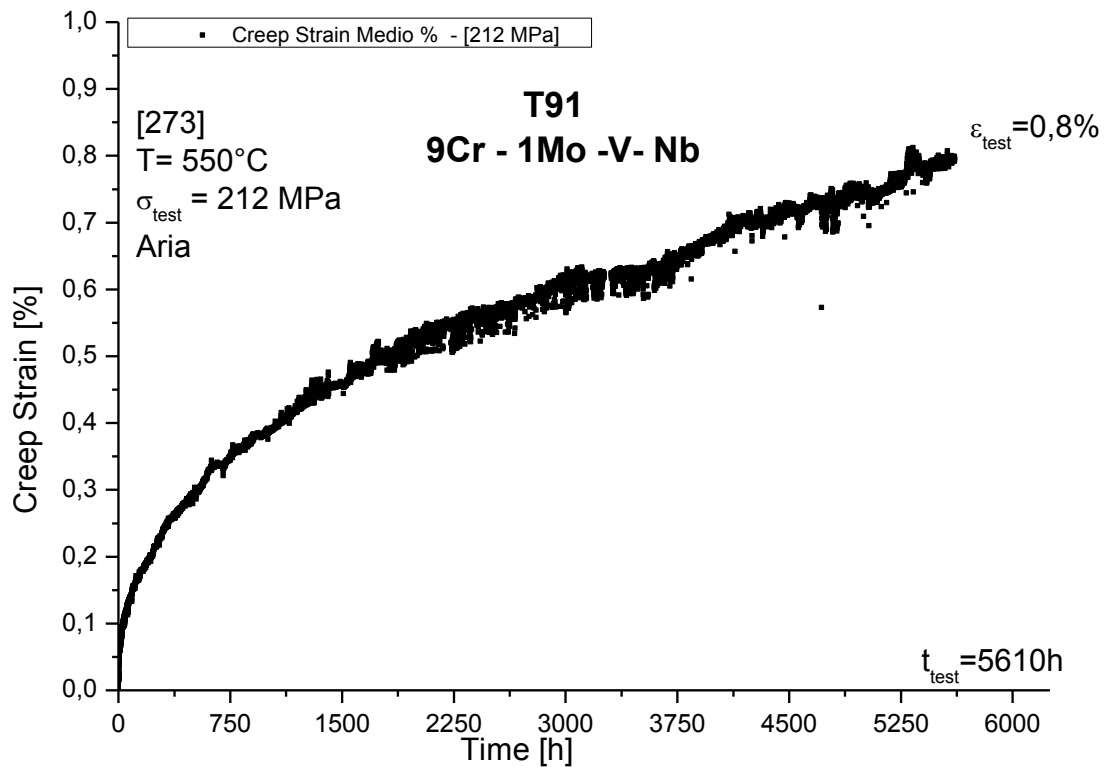
Avendo avuto una rottura del campione in tempi brevi per un test di creep (125h), si è deciso di diminuire il carico applicato al campione, nei test successivi.

### 2.3 Test di creep sul campione [273] PM58212

La prova successiva è stata condotta con carico inferiore al fine di avere una durata del test che superasse le 1000h. In particolare:

- $T = 550^{\circ}\text{C}$
- $\sigma = 212\text{MPa}$
- **Nome campione: [273] PM58212**
- **Ambiente di prova: Aria**

La curva risultante è riportata nella figura seguente (figura 9).



**Figura 9:** curva di creep reale e curva di smoothing relativa al campione [273] PM58212

Anche per questa prova è stata calcolata la **sscr**, mediante il metodo del fit lineare (figura 10).

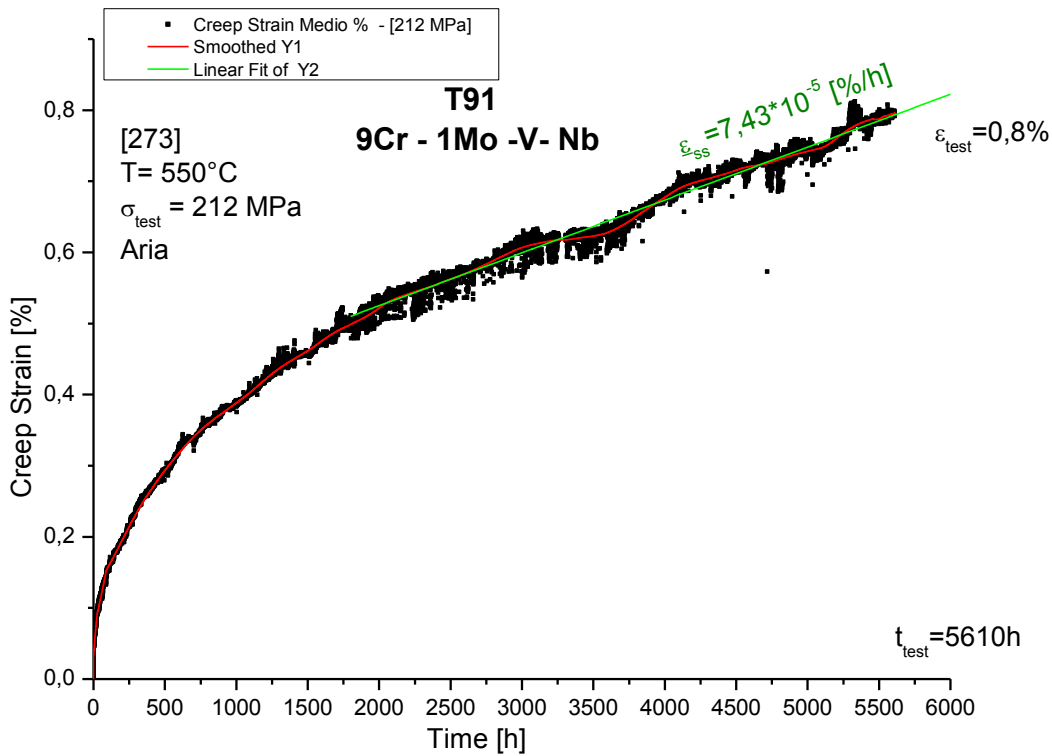


Figura 10: fit lineare e sscr

$\sigma$ [MPa]	Sscr [%/h]	Metodologia calcolo
212	$7,43 \cdot 10^{-5}$	fit lineare

Tabella 2

Il valore della sscr trovato (tabella 2) è da verificare con il procedere della prova: si può ipotizzare, con elevata probabilità, che sia iniziata la fase del secondario; tale affermazione dovrà essere validata dopo un numero sufficientemente grande di ore o a fine test.

## 2.4 Test di creep sul campione [274] PM58312

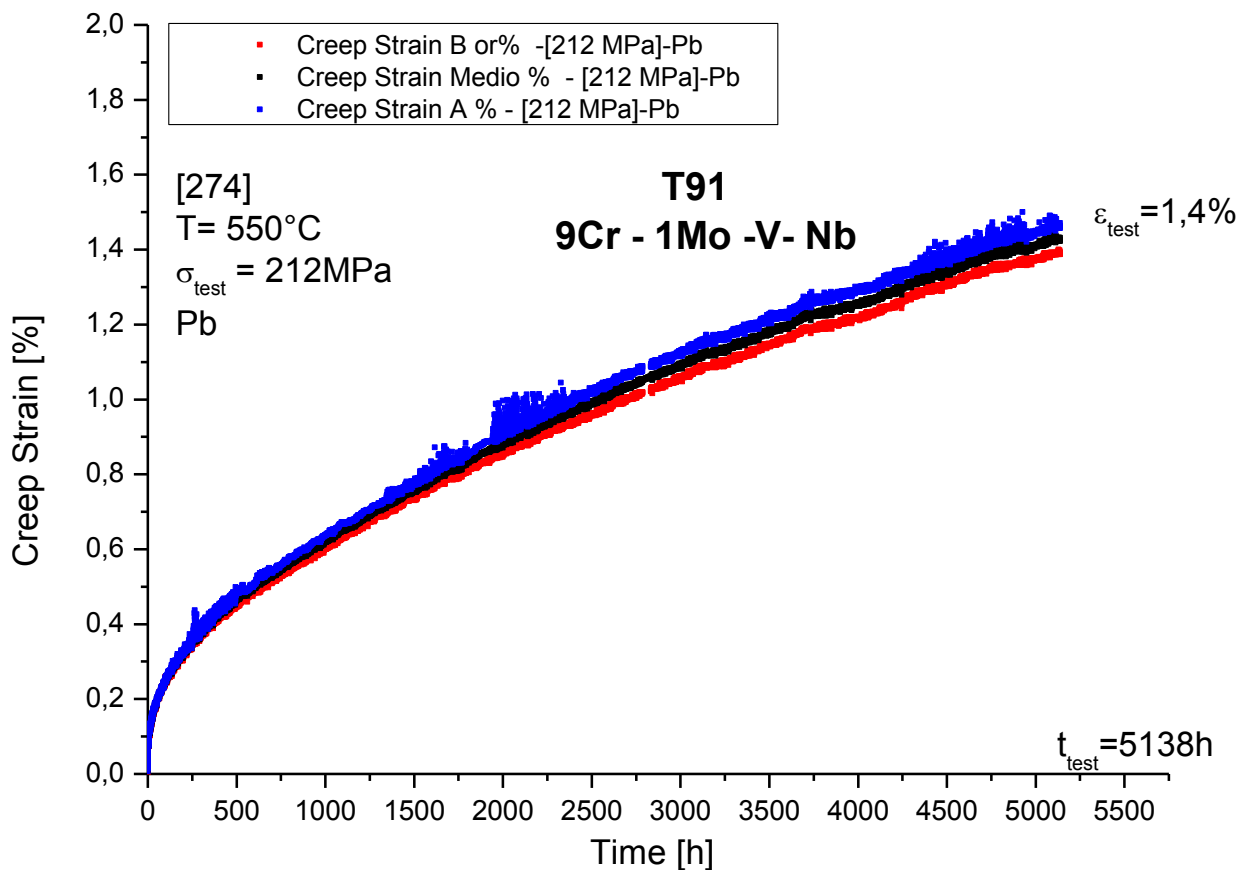
Al fine di simulare il comportamento del materiale in ambiente ostile, è stata effettuata una prova di creep in Pb. Il carico applicato è stato 212MPa, analogo al campione [273] PM

PM58212. 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
- **$\sigma$**  = 212MPa
- **Nome campione:** [274] PM58312
- **Ambiente di prova:** Piombo

Le curve risultanti dalla registrazione dei trasduttori (A e B) e la loro media sono riportate nella figura seguente (figura 11).



**Figura 11:** curve di creep reale relativa al campione [274] PM58312

Anche per questa prova è stata calcolata la **sscr**, mediante il metodo del fit lineare (figura 12).

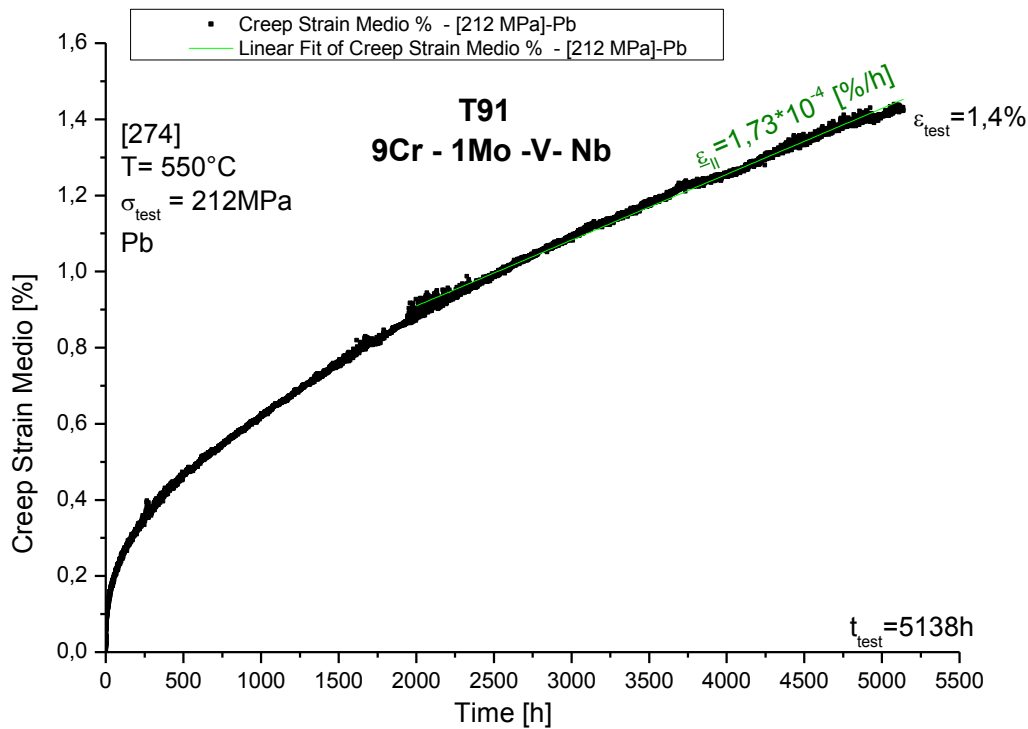


Figura 12: fit lineare e sscr

$\sigma$ [MPa]-Pb	Sscr [%/h]	Metodologia calcolo
212	$1,73 \cdot 10^{-4}$	fit lineare

Tabella 3

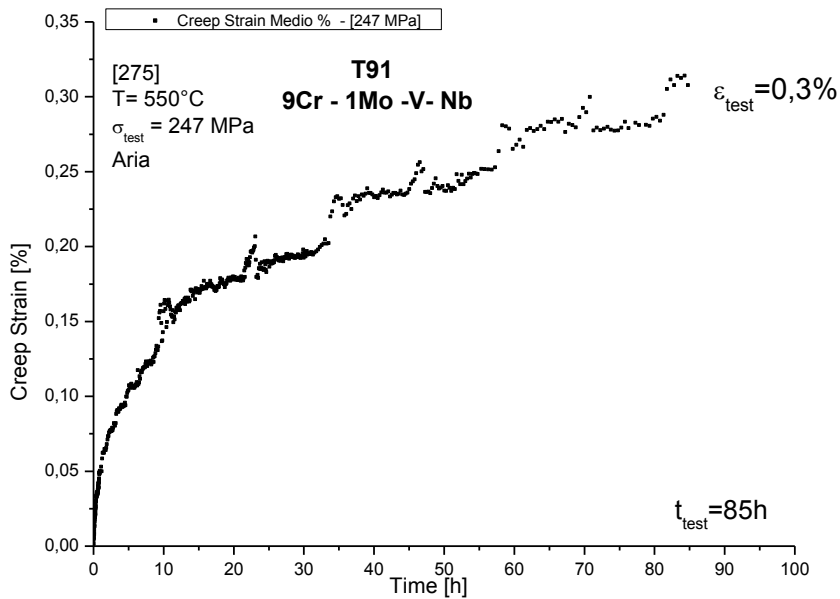
Per il test in esame, la fase di secondario è ben definita; la sscr, quindi, a meno di un errore dell'ordine di  $10^{-6}$ , risulta attendibile (tabella 3).

## 2.5 Test di creep sul campione [275] PM58412

Per poter validare la retta sscr- $\sigma$  in aria del T91 (vedi paragrafo 3.5), si è deciso di effettuare un test ad un valore intermedio di  $\sigma$  rispetto a quelli applicati per i test precedenti. In particolare:

- **T = 550°C**
- **$\sigma = 247\text{MPa}$**
- **nome campione: [275] PM58412**
- **Ambiente di prova: Aria**

La curva risultante è riportata nella figura seguente (figura 13).

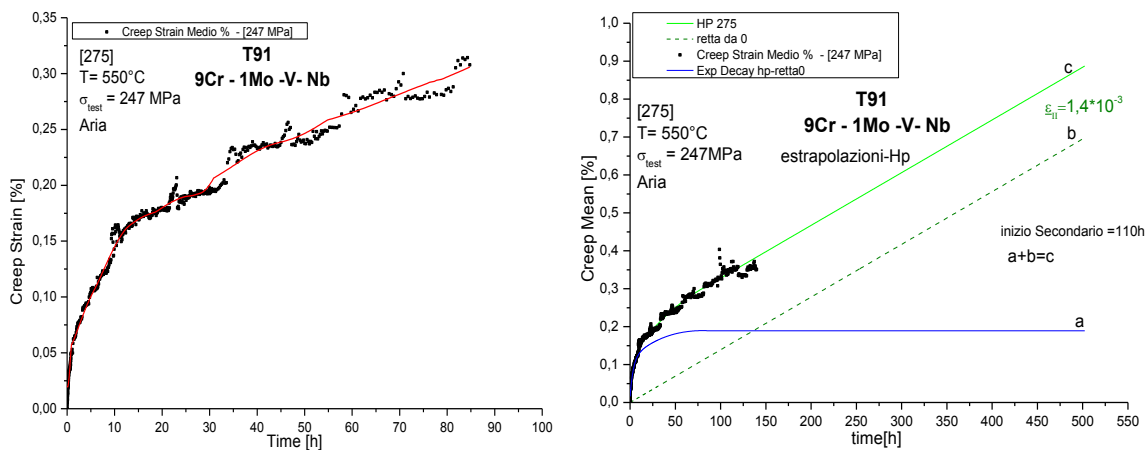


**Figura 13:** curva di creep reale relativa al campione [275] PM58412

Allo stato attuale, il test in esame ha un tempo di monitoraggio di sole 85h.

Pertanto non è ancora possibile calcolare con un sufficiente grado di certezza la sscr; tuttavia, è stato estrapolato un modello che poi verrà validato dalla curva finale:

- Curva di creep= curva esponenziale + Retta passante per l'origine (figure 14 e 15)



**Figure 14 e 15:** ipotesi di fit lineare e sscr

Da questa estrapolazione, la sscr risulta essere:

$\sigma$ [MPa]-Pb	Sscr [%/h]	Metodologia calcolo
212	$1,40 \cdot 10^{-3}$	Estrapolazione curva e fit lineare

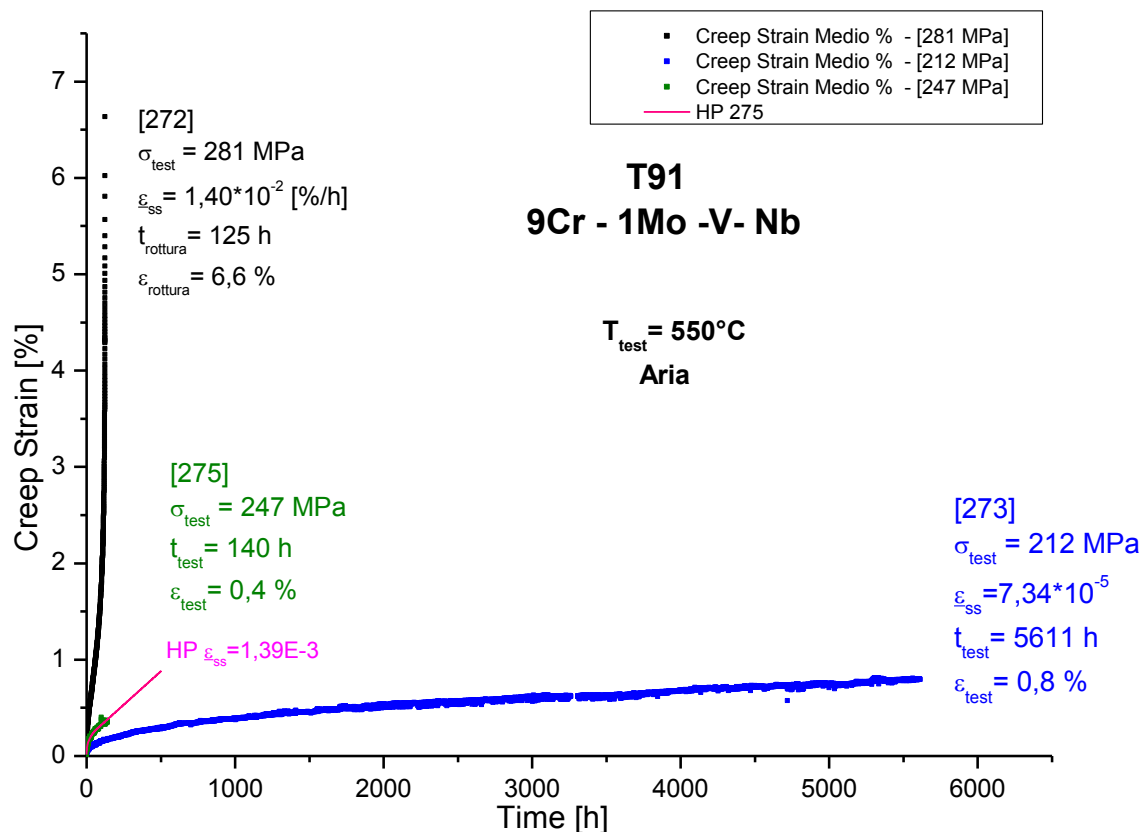
**Tabella 4**

Il dato ottenuto (tabella 4), per quanto ipotetico, sembra confermare la retta sscr- $\sigma$  in aria del T91 (vedi paragrafo 3.2).

### 3. Risultati

#### 3.1 Confronto prove in aria

La figura 16 illustra tutte le curve ottenute per i test di Creep effettuati in aria.



**Figura 16:** confronto curve di creep in aria

I risultati sono coerenti con le aspettative. Si può infatti notare come all'aumentare del carico aumentino le velocità di deformazione; conseguentemente si ha che a parità di tempo (es. 100h), aumenti la deformazione (da 0,15% per il [273] a 1,78% per il [272]) e a parità di deformazione (es. 0,50%), il tempo diminuisca (da 1707h per il [273] a 20h per il [272]).

Si è riusciti a portare a rottura in tempi accettabili solo il campione sottoposto a 281MPa.

Gli altri due test, pur non essendo arrivati a rottura in tempi compatibili con il presente rapporto tecnico, hanno fornito importanti informazioni sul secondario.

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

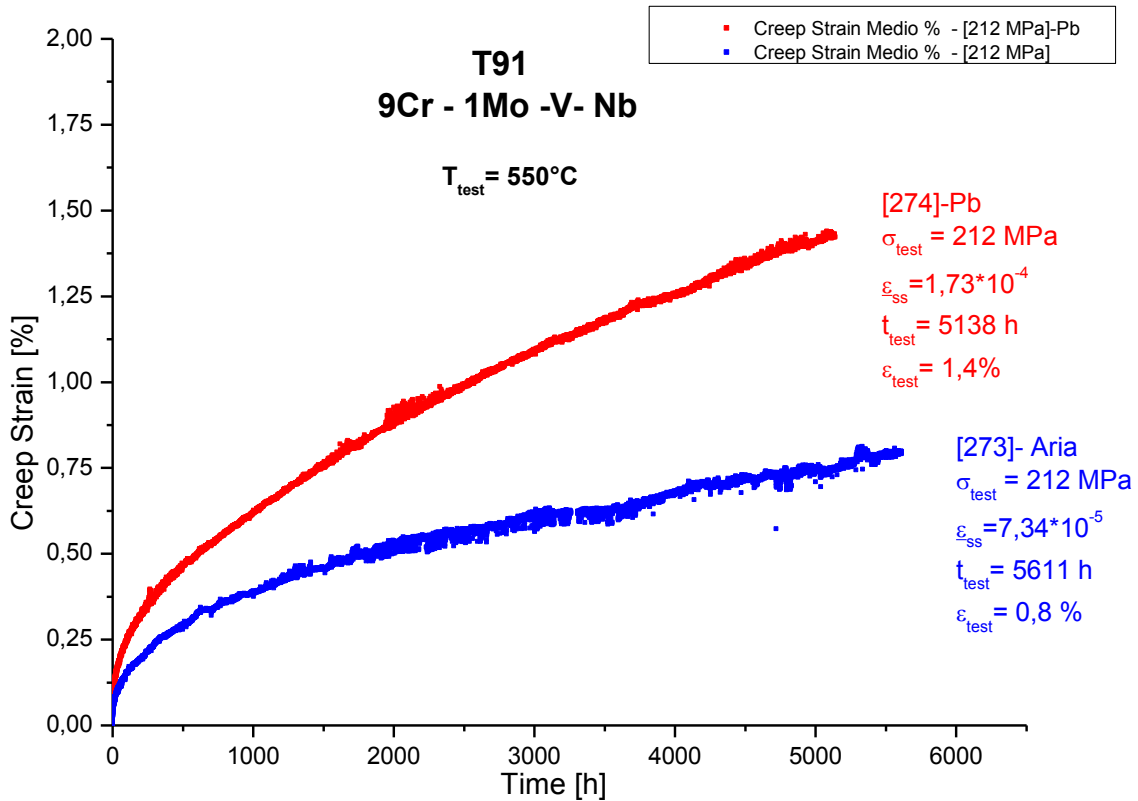
Nella tabella 5 sono riportate le sscr relative alle tre prove in aria.

$\sigma$ [MPa]	Sscr [%/h]
281	$1,40 \cdot 10^{-2}$
247	$1,39 \cdot 10^{-3}$
212	$7,34 \cdot 10^{-5}$

**Tabella 5**

### 3.2 Confronto prova in aria e prova in piombo a 212MPa

La figura 17 illustra le curve ottenute per i test di Creep effettuati a 212MPa in ambienti diversi: aria e piombo.



**Figura 17:** confronto curva di creep in aria e in piombo

Come evidenziato dalla figura 17, i risultati sono coerenti con le aspettative, in quanto per il test in Pb si ha un aumento della sscr quindi un decremento delle proprietà a creep.

Nella tabella 6 sono riportate le sscr relative alle prove in aria e in piombo a 212MPa.

$\sigma$ [MPa]	Sscr [%/h]	
	Aria	Piombo
212	$7,34 \cdot 10^{-5}$	$1,73 \cdot 10^{-4}$

**Tabella 6**

La valutazione complessiva dell'effetto corrosivo del piombo sul T91 e la sua reale influenza sulle proprietà a creep verrà fatta a valle della campagna sperimentale, attualmente in corso.

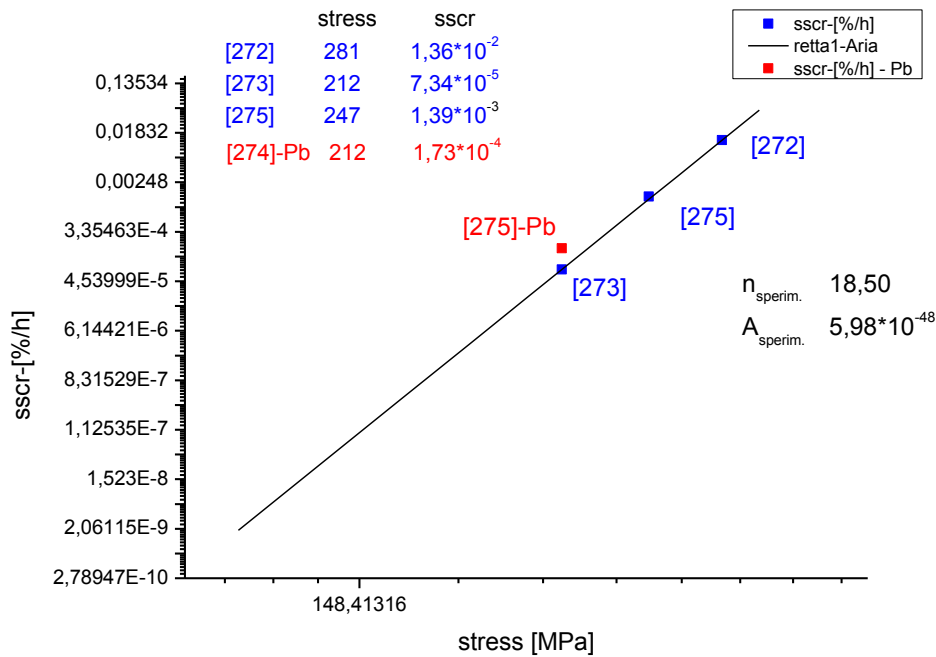
### 3.3 Analisi delle steady-state creep rate (sscr)

Nel grafico bilogarithmico sscr-stress in figura 18, sono state riportate le sscr determinate per ogni singolo test effettuato, sia in aria che in Piombo.

Mediante fit lineare, 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. Viene riportata di seguito:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A * \sigma^n$$

dove  $\dot{\epsilon}_{ss}$  è la steady state creep rate,  $n$  è l'esponente dello sforzo,  $A$  include i parametri della microstruttura del materiale e  $\sigma$  è lo stress applicato.




**Figura 18:** grafico bilogarithmico sscr-stress

<b>n</b>	<b>A</b>
18,50	$5,98 \cdot 10^{-48}$

**Tabella 7**

L'attendibilità dei risultati ottenuti (tabella 7) è confermata da quanto trovato in letteratura per gli acciai al 9% Cr <sup>[1]</sup>.

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS ó LP2 ó 128	0	L	17	19

## 4. Conclusioni


Nell'ambito del ADP ENEA-MSE PAR2015 LP2.b1 sono state svolte le seguenti attività:

- realizzazione ed ultimizzazione dell'attrezzatura necessaria per la realizzazione della facility di prova per poter effettuare i test di creep-rupture in piombo;
- test di CREEP in aria di un acciaio ferritico-martensitico T91 a tre differenti livelli di carico (281, 247 e 212MPa) ;
- test di CREEP in piombo di un acciaio ferritico-martensitico T91 a 212MPa
- confronto dei risultati ottenuti
- determinazione dei parametri del secondario per i test in aria, in accordo con la legge di Norton

Le curve ed i dati delle sscr ottenuti risultano in linea con le aspettative.

Dall'analisi dei risultati, è stata, inoltre, ricavata la curva sscr-stress in aria, utile per una futura progettazione con questo materiale.

Il proseguimento della campagna di prove prevede test in Pb, al fine di ottenere una analoga curva sscr-stress in ambiente ostile.

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS ó LP2 ó 128	0	L	18	19

## 5. Bibliografia

- [1] *Modello CDM impiegato nella previsione del comportamento a creep dell'acciaio ASTM P91* L. Esposito, L. Cipolla, A. Ruggiero -AIAS ANCONA 2006
- [2] *New improved steel grades for the future nuclear energy production* – P.Gimondo-congresso Vilnius 17 October 2013
- [3] [bomet.fci.unibo.it/pal/Doc\\_6.PDF](http://bomet.fci.unibo.it/pal/Doc_6.PDF)
- [4] 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
- [5] *Atlas of creep and Stress-rupture curves* – ASTM International-Howard E. Boyer
- [6] ASTM E139-11 Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials
- [7] ASTM E8-13a Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials

## 6. Allegato A

 Lab. Prove Meccaniche C.R. Bracciano 40032 Capotondo (Br) Tel. 0514-90143-901294	Data: 3 giugno 2013 Tipo test: Trazione con estensimetro Lotto campioni: T 91 Tarantino Cristalli Temperatura test: 550 °C Estensimetro: Est. MTS 632 41C-11 Macchina: MetrocM Cella di carico: 50 kN Variabile di controllo: Corsa
Materiale: T 91	Caratteristiche del campione campione vergine

	Nome del campione	Fs 0,2% [kN]	Ft [kN]	Fmax [kN]	Fu [kN]	Os0,2% [N/mm <sup>2</sup> ]	Ot [N/mm <sup>2</sup> ]	Omax [N/mm <sup>2</sup> ]	Ou [N/mm <sup>2</sup> ]	E [N/mm <sup>2</sup> ]	Agt [%]
1	[141] PM 44912	10,12	10,86	11,36	3,45	359,27	385,52	403,10	122,49	168782	4,2
2	[142] PM 45012	10,88	11,83	12,71	3,97	384,76	418,23	449,45	140,54	177706	3,7
3	[143] PM 45112	10,82	11,61	11,69	3,51	383,91	411,95	415,00	124,53	181305	2,1
4	[144] PM 45212	10,47	11,33	11,46	3,45	371,46	402,23	406,58	122,31	177681	1,8
5	[145] PM 45312	9,97	10,95	11,06	1,67	353,69	388,40	392,48	59,13	194593	1,8
6	[146] PM 45412	10,22	11,13	11,28	1,70	359,08	391,12	396,33	59,85	173916	2,1
7	[147] PM 45512	10,56	11,30	11,46	1,16	374,68	401,02	406,78	41,24	141057	1,8
8	[148] PM 45612	10,16	10,87	10,94	1,10	360,42	385,58	388,28	39,06	151227	1,8
9	[149] PM 45712	9,88	10,81	10,89	1,10	349,47	382,26	385,04	38,87	197773	2,4
10	[150] PM 45812	9,86	10,52	10,58	1,07	348,55	372,17	374,35	37,89	144793	1,8
11	[151] PM 45912	9,54	10,19	10,23	1,03	337,55	360,53	361,77	36,29	151135	2,0
	Media	10,23	11,04	11,24	2,11	362,08	390,82	398,11	74,75	169088,0	2,32