



Ricerca di Sistema elettrico

Messa a punto di prove meccaniche in piombo liquido stagnante per la caratterizzazione di materiali strutturali ricoperti per applicazioni nucleari

A. Coglitore, G. Raiteri, M. Scafè

MESSA A PUNTO DI PROVE MECCANICHE IN PIOMBO LIQUIDO STAGNANTE PER LA CARATTERIZZAZIONE DI MATERIALI STRUTTURALI RICOPERTI PER APPLICAZIONI NUCLEARI

A. Coglitore, G. Raiteri, M. Scafè (ENEA)

Settembre 2013

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2012

Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente

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

Obiettivo: Sviluppo competenze scientifiche nel campo della sicurezza nucleare

Responsabile del Progetto: Mariano Tarantino, ENEA

Titolo

Messa a punto di prove meccaniche in piombo liquido stagnante per la caratterizzazione di materiali strutturali ricoperti per applicazioni nucleari

Descrittori

Tipologia del documento: Rapporto Tecnico
Collocazione contrattuale: Accordo di programma ENEA-MSE su sicurezza nucleare e reattori di IV generazione
Argomenti trattati: Tecnologia dei metalli liquidi
Tecnologia del piombo
Generation IV reactors

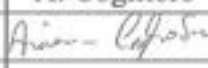
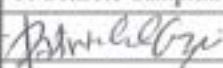
Sommario

ENEA nell'ambito del PAR2012 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE si pone 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. Queste condizioni sono: alta temperatura, circa 550°C, ambiente altamente corrosivo, Pb, atmosfera inerte/riducente ed alte sollecitazioni. Per tale ragione si è reso necessario modificare ed implementare la strumentazione presente presso i laboratori di caratterizzazione termomeccanica "Creep" presenti nei Laboratori ENEA di Faenza. Nello specifico si è dovuto provvedere alla realizzazione di una linea di gas inerte/riducente dedicata ad ogni singola macchina di prova. Si rende necessario, per poter utilizzare delle camere da vuoto presenti nel sopracitato laboratorio, progettare una dedicata attrezzatura di prova. In questo documento sono riportate tutte le attività preliminari, condotte fino adesso per la realizzazione ed implementazione della strumentazione affinché sia possibile la realizzazione dei tests a creep-rupture in ambiente altamente corrosivo ed in atmosfera inerte/riducente controllata.

Note:
Autori:

A. Coglitore, G. Raiteri, M. Scafé (ENEA)

Copia n.
In carico a:

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	24/09/2013	NOME	A. Coglitore	P. Console Camprini	M. Tarantino
			FIRMA			
REV.	DESCRIZIONE	DATA		REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 2	di 31
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

INDICE

1. INTRODUZIONE	3
2. IL FENOMENO DEL “CREEP”	3
2.1 Introduzione allo studio del creep	3
2.2 Le leghe metalliche alle alte temperature: la diffuione ed il ripristino	3
2.3 Lo scorrimento viscoso (CREEP) nei metalli	5
2.4 Il creep diffusivo	10
2.5 La rottura integranulare per creep	10
2.6 La stima della vita a rottura	11
2.7 Metodi per aumentare la resistenza a creep	13
3. ATTREZZATURA DI PROVA	15
3.1 Attrezzatura per test	15
3.2 Sistema di acquisizione dati	22
4. CAMPIONI E MATRICE DI PROVA	24
5. CONCLUSIONI	29
6. BIBLIOGRAFIA	30

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 3	di 31
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

1. INTRODUZIONE

Nell'ambito del PAR2012 LP2 B1 dell' ADP ENEA-MSE si pone 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. Queste condizioni sono: alta temperatura, circa 550°C, ambiente altamente corrosivo, Pb, atmosfera inerte/riducente ed alte sollecitazioni.

Per tale ragione si è reso necessario modificare ed implementare la strumentazione presente presso i laboratori di caratterizzazione termomeccanica "Creep" dei Laboratori ENEA di Faenza. Nello specifico si è dovuto provvedere alla realizzazione di una linea di gas inerte/riducente dedicata ad ogni singola macchina di prova. Si rende necessario, per poter utilizzare delle camere da vuoto presenti nel sopracitato laboratorio, progettare una dedicata attrezzatura di prova.

In questo documento sono riportate tutte le attività preliminari, condotte fino adesso per la realizzazione ed implementazione della strumentazione affinché sia possibile la realizzazione dei test a creep-rupture in ambiente altamente corrosivo ed in atmosfera inerte/riducente controllata.

2. IL FENOMENO DEL "CREEP"

2.1 INTRODUZIONE ALLO STUDIO DEL CREEP

Lo studio del comportamento meccanico dei metalli alle alte temperature ha visto negli ultimi 40 anni un sempre maggiore approfondimento, grazie all'introduzione di tecniche di indagine perfezionate ed all'utilizzo di procedure di prova più accurate e significative, come il graduale passaggio dalla conduzione di prove di creep "tradizionali" (in cui il dato più importante era il tempo a rottura ed al massimo il campione veniva misurato periodicamente, a volte interrompendo la prova) a quelle più recenti in cui la deformazione è registrata in modo continuo. Lo studio del comportamento dei metalli ad alta temperatura trova notevoli riscontri sia dal punto di vista tecnologico che dal punto di vista progettuale (calcolo della vita a rottura o della deformazione per scorrimento viscoso di un componente destinato ad operare ad alta temperatura sotto un certo carico). Nonostante queste problematiche siano state spesso affrontate in maniera disgiunta, i fenomeni che controllano la deformazione a caldo e lo scorrimento viscoso sono in regola gli stessi.

2.2 LE LEGHE METALLICHE ALLE ALTE TEMPERATURE: LA DIFFUSIONE E IL RIPRISTINO

Alcuni processi fondamentali, come l'addolcimento legato alla permanenza ad alta temperatura di metalli incruditi, processo indicato come ripristino (recovery), avvengono grazie a fenomeni di tipo diffusivo. L'origine di tali processi va infatti ricercata nella possibilità delle dislocazioni di muoversi, oltre che per scorrimento (glide), anche attraverso moti non-conservativi. Le dislocazioni a spigolo, a temperatura ambiente, possono, infatti, muoversi soltanto per glide lungo il piano determinato dal vettore di Burgers e dalla linea di dislocazione. Lo scorrimento incrociato delle dislocazioni a vite (cross slip), è invece il meccanismo che permette alle dislocazioni, che ad un certo stadio della deformazione sono distribuite uniformemente nel grano, di riarrangiarsi a formare pareti che dividono porzioni di grano relativamente libere da dislocazioni (celle). L'insieme di tali movimenti

non richiede particolari innalzamenti di temperatura; esiste però un altro tipo di moto, il “salto” (climb) che consiste in un passaggio di una parte o di una intera dislocazione a spigolo dal suo piano di scorrimento ad un piano parallelo (Figura 1). Nella Figura si osserva come un flusso di vacanze consenta ad una dislocazione a spigolo di spostarsi su piano parallelo; il movimento delle dislocazioni, che a temperatura ambiente era limitato al glide, diviene una sequenza di scorrimenti e salti (schematizzati in Figura 2). Tali movimenti rendono possibile il riarrangiamento delle dislocazioni in pareti sempre più perfette (pareti di sottograno, Figura 3) e l’annullamento di dislocazioni di segno opposto appartenenti originariamente a piani di scorrimento paralleli. Un esempio tipico di quanto accade si ha nell’alluminio puro; a temperatura ambiente, la struttura del materiale incrudito consiste in celle delimitate da pareti che dividono zone libere da dislocazioni.

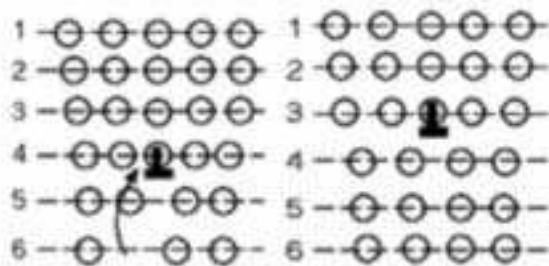


Fig. 1 – La vacanza sul piano 6 si sposta verso il bordo del emipiano della dislocazione a spigolo; il flusso di una serie di vacanze permette lo spostamento della dislocazione dal piano 4 al piano 3.



Fig. 2 – Movimento di dislocazioni a spigolo ad alta temperatura; le dislocazioni si muovono attraverso una sequenza di scorrimenti (freccie orizzontali) e salti (freccie verticali), fino ad incontrare dislocazioni di segno opposto annullandosi.

I confini di tali celle possono però evolvere in confini di sottograno, con un processo che è tanto più veloce quanto la temperatura è elevata. Se il materiale ha una energia del difetto di impilaggio (stacking fault) bassa, invece, la microstruttura del materiale incrudito consisterà in una distribuzione più omogenea di dislocazioni. Perché dalle celle si formino i sottograni sarà necessario innalzare la temperatura, in modo da facilitare il moto non conservativo delle dislocazioni.

Dal momento che i moti non conservativi avvengono grazie ai fenomeni diffusivi, sarà quindi necessario richiamare sinteticamente le relazioni fondamentali che governano la diffusione allo stato solido. La diffusione è un processo che dipende sostanzialmente da due parametri, la temperatura ed il tempo. In molti casi si rende necessario conoscere con quale velocità avvengono i fenomeni diffusivi, cioè quale è la velocità di trasporto della materia. Questa grandezza è frequentemente espressa come flusso diffusionale (J), cioè come massa M o numero di atomi che, nell’unità di tempo, attraversa in direzione perpendicolare una superficie di area unitaria; i flussi diffusionali vengono descritti tramite le due leggi di Fick, valide la prima (Eq.1) in condizioni stazionarie, e la seconda (Eq.2) in condizioni non stazionarie:

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad (1)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2)$$

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 5	di 31
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

Nelle relazioni precedenti C è la concentrazione della specie che diffonde, t è il tempo, x indica la posizione del punto che si sta considerando, e D è il coefficiente di diffusione, espresso nella forma:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \quad (3)$$

in cui D_0 è una costante che non dipende dalla temperatura, Q_d è l'energia di attivazione per la diffusione, R è la costante dei gas e T la temperatura assoluta.

Oltre che all'interno del reticolo, i movimenti diffusivi possono avvenire anche lungo percorsi preferenziali; lungo tali percorsi, a causa delle distanze interatomiche maggiori, il flusso di atomi può avvenire con maggiore facilità. Il primo esempio di diffusione preferenziale è quello lungo le dislocazioni, l'altro esempio tipico è la diffusione lungo i confini di grano (core o pipe diffusion) (Figura 4).

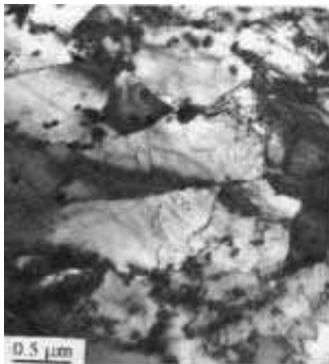


Fig. 3 – Esempio di sottostruttura formata da sottogranì (acciaio T91 sottoposto a creep)

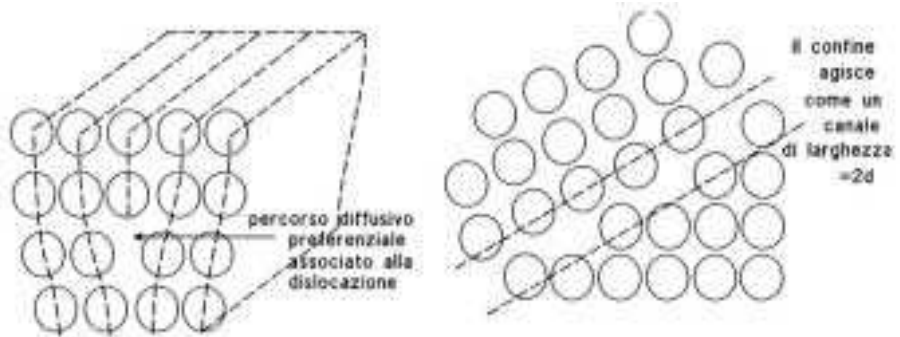


Fig. 4 – Diffusione attraverso percorsi preferenziali (dislocazioni e bordi di grano).

Anche se nella maggior parte dei casi questi meccanismi danno contributi trascurabili, talvolta essi possono consentire di spiegare fenomeni particolari, legati sia al trattamento termico che alla deformazione a caldo. La diffusione lungo percorsi preferenziali è caratterizzata da un valore dell'energia di attivazione molto più bassa di quella tipica della diffusione nel reticolo (bulk diffusion).

2.3 LO SCORRIMENTO VISCOSO (CREEP) NEI METALLI

Il termine creep (comunemente tradotto in "scorrimento viscoso") indica una deformazione di carattere permanente, che aumenta nel tempo quando un materiale viene sottoposto ad una sollecitazione costante (anche inferiore allo snervamento) ad elevata temperatura. Il creep è un fenomeno tipico di tutti i metalli, purché la temperatura abbia un valore superiore ad un limite identificabile nel 30-50% della temperatura assoluta di fusione (TF). La tabella I illustra, per diversi metalli, il limite inferiore di temperatura, sotto il quale il creep diventa un fenomeno irrilevante. Si noti come, ad esempio, l'alluminio subisca deformazioni da creep importanti già a temperature relativamente basse (200°C).

Alluminio	$T < 0.54T_F$
Titanio	$T < 0.30T_F$
Acciai bassolegati	$T < 0.36T_F$
Acciai inossidabili austenitici	$T < 0.49T_F$
Superleghe	$T < 0.56T_F$

Tab. 1 – Limite inferiore di temperatura creep

In genere il fenomeno del creep viene studiato effettuando prove a carico costante; questa procedura non è totalmente accurata, in quanto la tensione effettiva, nel corso della prova, tende ad aumentare a causa della riduzione di sezione trasversale legata all'allungamento del campione. Nonostante questo problema, i dati così ottenuti sono particolarmente utili, in quanto molti dei casi pratici è il carico sul componente a mantenersi costante in esercizio, e non la tensione.

La Figura 5 mostra l'andamento della curva deformazione-tempo che si ottiene dalla registrazione dei dati di una prova di creep. Dopo una deformazione istantanea ϵ_0 , la deformazione aumenta con il tempo, fino alla rottura (ϵ_R). La curva di creep in generale può essere suddivisa in tre diversi stadi:

- un primario, durante il quale la velocità di deformazione $\dot{\epsilon} = \partial\epsilon / \partial t$ diminuisce con il tempo; in questa fase la deformazione diventa sempre più difficile, a causa della moltiplicazione ed interazione delle dislocazioni; la microstruttura, al termine del primario, è costituita da sottogranì equiassici;
- uno stadio stazionario, o secondario, che può ridursi ad un tratto estremamente breve o ad un punto; in questa fase la velocità di deformazione assume un valore costante $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{SS}$. L'instaurarsi di questo stadio in genere viene spiegato con il bilanciarsi dei fenomeni di rafforzamento (moltiplicazione ed interazione fra dislocazioni) e di addolcimento (ripristino); la microstruttura è composta da sottogranì la cui dimensione media rimane costante [1];
- un terziario, durante il quale la velocità di deformazione aumenta con il tempo, portando infine alla rottura. L'aumento della velocità di deformazione nella fase finale della prova è legato a tutta una serie di fenomeni, come la nucleazione di cavità (cavitazione) e la loro crescita, alla formazione di cricche ed infine alla eventuale formazione della strizione. Tutti questi meccanismi, producendo una diminuzione di sezione resistente, portano ad un aumento della tensione effettiva, e quindi ad un processo degenerativo ed alla rottura.

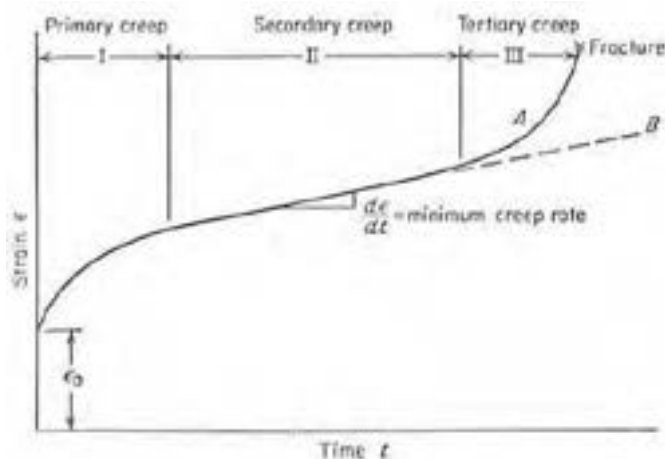


Fig. 5 – Andamento qualitativo della curva di creep.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 7	di 31
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

La curva di Figura 5 mostra l'andamento tipico che si riscontra nei metalli puri e nella maggior parte delle leghe; in qualche caso, però, il primario ed il secondario possono essere addirittura assenti, o si può avere un primario inverso in cui la velocità di deformazione anziché diminuire aumenta (soluzioni solide).

La semplice analisi di una curva di creep permette di identificare due parametri ingegneristici che consentono di valutare a risposta a creep del materiale. Il tempo a rottura t_R è il parametro più semplice da ricavare, e molto spesso il più utile, almeno quando la vita a rottura del componente è la preoccupazione principale del progettista. Il secondo parametro è la velocità di deformazione nello stadio stazionario (secondario), o al limite la velocità minima di deformazione se il secondario si riduce ad un punto. Questo parametro deve essere senz'altro considerato quando non ci si aspetta che si verifichi rottura nel componente, a causa dei carichi estremamente bassi. Inoltre, la velocità di deformazione nel secondario può essere utilizzata per stimare, sia pure con le cautele del caso, l'accumularsi della deformazione in servizio e per stimare approssimativamente la vita del componente. E' bene precisare che il secondario di una curva di creep è sostanzialmente analogo allo stadio stazionario di una curva tensione-deformazione ottenuta sottoponendo ad una prova a velocità di deformazione costante lo stesso materiale; in entrambi i casi, infatti, ad una data temperatura si hanno valori costanti della sollecitazione (la differenza fra una prova a carico costante ed una a sollecitazione costante, nel caso del creep, diviene rilevante solo per deformazioni

piuttosto alte, tipicamente associabili al terziario) che corrispondono a velocità di deformazione costanti.

La velocità di deformazione (nello stazionario, o nel suo valore minimo $\dot{\epsilon}_m$) viene correlata alla tensione di prova, tramite una legge (power law) del tipo:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A \left(\frac{b}{d} \right)^p \sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (4)$$

dove d è la dimensione del grano, b è il vettore di Burgers, A dipende dal materiale, p , per il creep da dislocazioni, è 0, ed n , per i metalli puri, è pari a 4-5. Il valore di Q , energia di attivazione del creep, per i metalli puri equivale all'energia di autodiffusione (energia di attivazione del flusso di vacanze, Q_d). Evidentemente la diffusione di vacanze, consentendo il moto non conservativo delle dislocazioni (il climb), è il meccanismo che governa la deformazione da creep. Come si è visto, infatti, il movimento delle dislocazioni alle temperature elevate consiste in una sequenza di scorrimenti e salti; in queste condizioni è il meccanismo più lento che regola la velocità di deformazione [2]. Il glide, nei metalli puri, è un meccanismo relativamente rapido, ed è quindi il climb a rappresentare la fase lenta: si ha in queste condizioni il "creep controllato dal climb", anche detto creep controllato dal ripristino (climb-controlled o recovery-controlled creep).

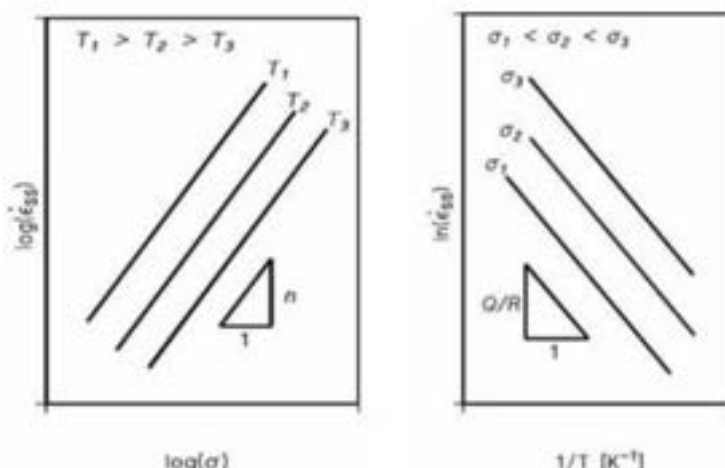


Fig. 6 – Descrizione qualitativa dell'andamento ideale delle isoterme e delle isobare per un metallo puro.

Un grafico bilogaritmico della velocità di deformazione nel secondario, in funzione della tensione di prova (Figura 6a), per un metallo puro, fornisce una serie di rette, ciascuna relativa ad una temperatura di prova (isoterme) di pendenza pari ad n . Se la tensione di prova è particolarmente bassa, si riscontra un valore della pendenza di queste curve pari ad $n=1$. La transizione da $n=4-5$ a $n=1$ viene comunemente associata ad un passaggio da creep da dislocazioni (alti carichi) a creep puramente diffusivo (carichi bassi). Riportando su scala semi-logaritmica la velocità di deformazione in funzione dell'inverso della temperatura assoluta, invece, si ottiene una serie di rette, relativa ciascuna ad una tensione di prova (isobare), di pendenza $-Q/R$ (Figura 6b).

L'alluminio puro, pur non avendo applicazioni alle alte temperature, è stato largamente utilizzato per comprendere i meccanismi alla base del creep [3]. La Figura 7 illustra la variazione del parametro $\dot{\epsilon}_{ss} \exp(Q/RT)$, con $Q=142$ kJ/mol in funzione della tensione di prova normalizzata σ/G . Tutti i punti, ottenuti a diverse temperature, collassano sulla stessa curva. Si osservano chiaramente la zona intermedia con pendenza 4.4, la zona tipica delle elevate velocità di deformazione, e, per tensioni molto basse, una regione con $n=1$ interpretato come creep di Harper-Dorn [4] (da non confondere con il creep puramente diffusivo rappresentato dal regime I in Fig.7a). L'aumento della pendenza nel campo delle elevate velocità di deformazione (regime III) è indicato come power-law breakdown (PLB).

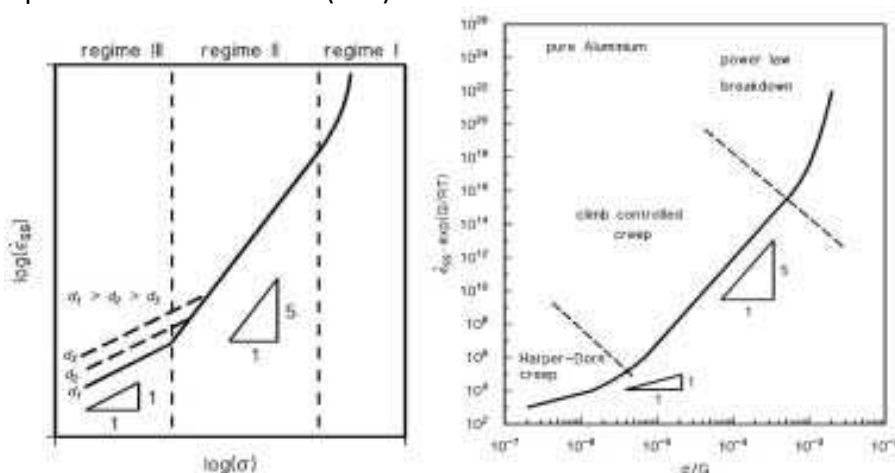


Fig. 7 – Dipendenza della velocità di deformazione nel secondario dalle condizioni di prova per un metallo puro: a) andamento qualitativo; b) andamento per l'alluminio puro ($Q=Q_I=142$ kJ/mol).

L'interpretazione della risposta a creep delle soluzioni solide (indicate come materiali di classe A, per distinguerle dai metalli puri, classe M) è un po' più complicata, rispetto a quella relativa ai metalli puri. Riportando la velocità di deformazione nel secondario in funzione della tensione di prova si ottiene il grafico di Figura 8 [5], nel quale si identificano:

- I. il regime di alte tensioni e velocità di deformazione del PLB
- II.a. un regime in cui $n=4-5$, con energia di attivazione equivalente a quella di autodiffusione; in questo regime il creep è controllato dal ripristino (climb- controlled creep)
- IIb. un regime in cui $n=3$, e l'energia di attivazione è equivalente a quella di diffusione degli atomi di Mg nell'alluminio; in questo regime il creep è controllato dallo scorrimento delle dislocazioni in atmosfere di atomi di magnesio in soluzione solida; anche in questo caso la deformazione è il risultato di una sequenza di glide e climb, ma la presenza delle atmosfere di atomi in soluzione rende più lenta, fra i due meccanismi, la fase di glide, che quindi controlla la velocità di deformazione; solo se la tensione applicata è talmente elevata da "strappare" le dislocazioni alle atmosfere di soluto si ha che lo scorrimento è facile, ed il creep viene controllato dal climb (regime II.a)
- IIc. una terza regione, in cui ancora $n=4-5$ e l'energia di attivazione equivale a quella di autodiffusione; in questo regime la tensione applicata è talmente bassa che la componente che facilita il climb è trascurabile. E' il salto, quindi, che diventa ancora una volta la fase più lenta, e che controlla la deformazione.
- II una regione tipica delle basse sollecitazioni, in cui il creep è totalmente diffusivo.

Come esempio di materiali con comportamento di classe A si possono citare le leghe Al-Mg [6]. In generale, in un intervallo più o meno ampio di condizioni sperimentali, la deformazione da creep è controllata dall'interazione fra dislocazioni e atmosfere di atomi di soluto (Figura 8b). Un aumento del tenore di Mg diminuisce la velocità di creep e sposta la transizione dal regime IIa-IIb e IIb-IIc (più il tenore di Mg è elevato, più la zona in cui il creep è controllato dall'interazione fra atomi di soluto e dislocazioni si allarga) [7].

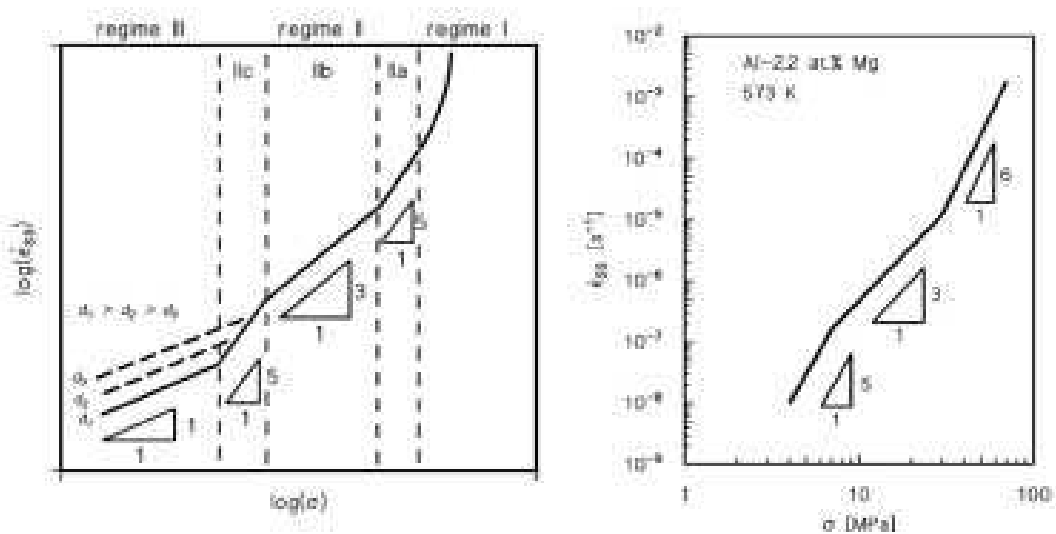


Fig. 8 – Dipendenza qualitativa della velocità minima di deformazione dalla tensione di prova per una soluzione solida generica (a) e per una lega Al-Mg (b) [6].

2.4 IL CREEP DIFFUSIVO

Il regime di basse sollecitazioni è spesso caratterizzato da un esponente n pari ad 1. Tipicamente in questo regime sono stati identificati due meccanismi di creep puramente diffusivo (Figura 9). La deformazione del singolo grano non è dovuta al movimento delle dislocazioni (la tensione applicata è troppo bassa), ma al flusso stesso delle vacanze. Nel creep di Nabarro-Herring [8, 9] il flusso delle vacanze avviene attraverso il reticolo, cioè all'interno del grano. In questo caso l'energia di attivazione è ancora una volta pari a quella di autodiffusione. In questo caso, quindi, $n=1$, $Q=Q_I$, e $p=2$. Nel creep di Coble [10], invece, il flusso di vacanze avviene attraverso i bordi di grano, che sono, come visto, percorsi diffusivi preferenziali. In questo caso $n=1$, $p=3$ e $Q=0.6Q_I$ (la diffusione è più facile nel bordo di grano che non nel reticolo, e quindi l'energia di attivazione è più bassa).

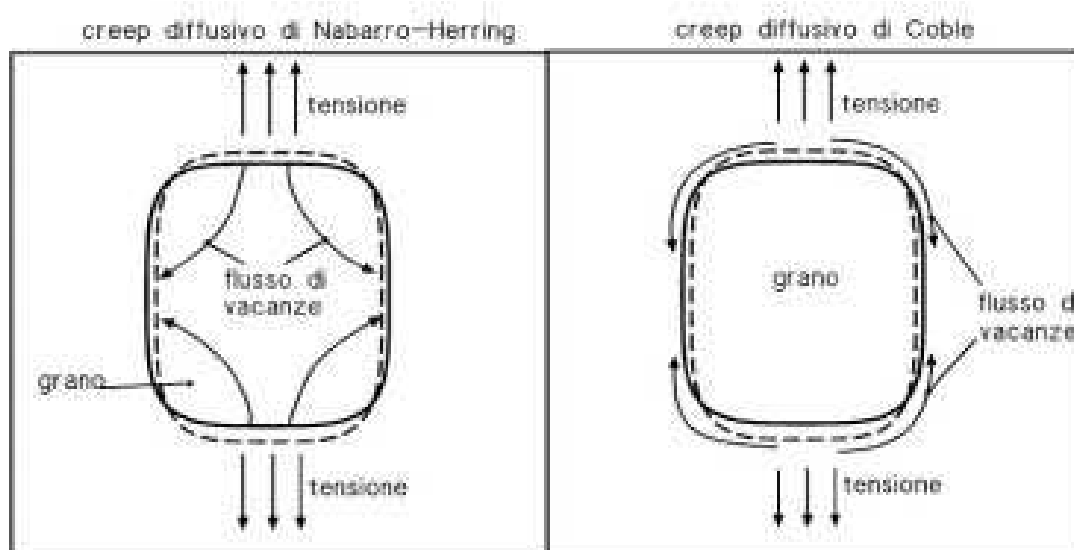


Fig. 9 – Meccanismi di creep diffusivo.

In entrambi i casi il flusso di vacanze avviene dal lato perpendicolare al lato parallelo del grano, rispetto alla tensione applicata. Quando la dimensione del grano è estremamente fine e la temperatura relativamente bassa, il meccanismo di Coble è favorito rispetto a quello di Nabarro-Herring. In molti materiali agisce un ulteriore meccanismo (creep di Harper-Dorn), che coinvolge anche una certa attività delle dislocazioni ed è caratterizzato da valori di $n=1$ e $p=0$, ma che non deve essere confuso con il creep diffusivo [4].

2.5 LA ROTTURA INTERGRANULARE PER CREEP

La rottura per creep avviene per una serie di fenomeni spesso concorrenti; per esempio, con l'aumentare della deformazione può avere inizio la strizione, che porta ad una frattura sostanzialmente simile a quella tipica dei materiali duttili a temperatura ambiente. Nello stesso tempo si può avere anche una riduzione della sezione interna del campione, a causa di fenomeni di cavitazione che contribuiscono ad accelerare il processo di frattura. All'estremo, si può avere una frattura di tipo completamente intergranulare, senza che si verifichino apprezzabili fenomeni di strizione. Questo tipo di frattura, tipico del creep, è dovuto al fenomeno dello slittamento del bordo di grano (grain boundary sliding); come mostrato nella Figura 10, sotto l'azione di una

sollecitazione di trazione, i grani scorrono l'uno rispetto all'altro, ed il risultato di questi scorrimenti è la formazione di microcavità, localizzate preferenzialmente sul bordo di grano perpendicolare alla direzione della tensione. Va precisato che lo scorrimento dei confini di grano è un fenomeno comune nel creep, anche se è responsabile di una frazione relativamente trascurabile della deformazione totale.

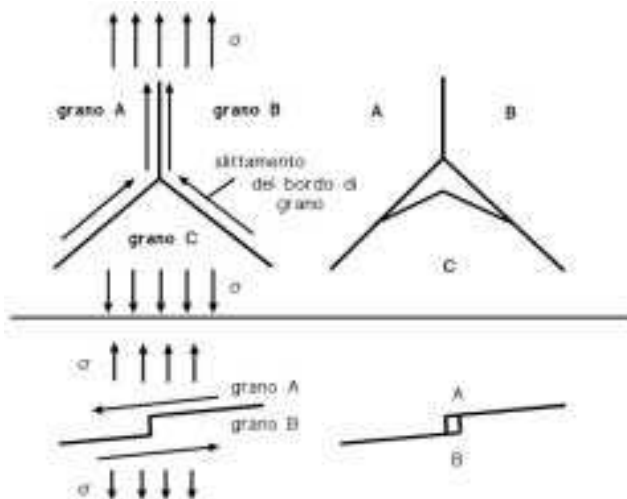


Fig. 10 – Meccanismi di danneggiamento intergranulare dovuti allo slittamento dei bordi di grano.

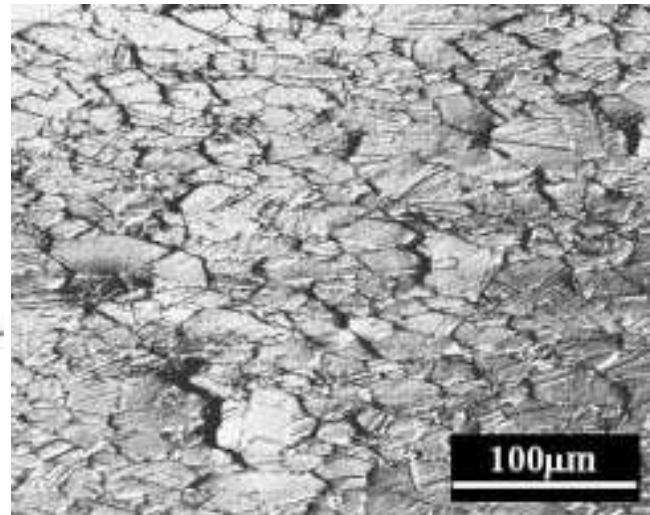


Fig. 11 – Esempio di cavità di tipo w in un acciaio AISI347 sottoposto a creep a 650°C.

La Figura 10 illustra la genesi di due cavità di tipo diverso; la prima, cavità di tipo w, è particolarmente allungata, e di solito si nuclea sui giunti tripli di grano. La seconda, cavità di tipo r, è tondeggiante. La coalescenza di queste cavità porta alla comparsa di cricche macroscopiche, che alla fine conducono a rotture di tipo intergranulare. La Figura 11 mostra un esempio di cavitazione per creep.

2.6 LA STIMA DELLA VITA A ROTTURA

Il tempo a rottura, che in molti casi è il parametro più rilevante dal punto di vista ingegneristico, può essere correlato direttamente alla velocità di deformazione nel secondario tramite la relazione:

$$\dot{\epsilon}_m t_R = C_R \quad (5)$$

dove C_R è una costante, che, combinata con la 4), diventa:

$$t_R \propto \sigma^{-n} \exp(Q / RT) \quad (6)$$

L'equazione 6), in linea di principio, potrebbe essere utilizzata per estrapolare la vita a rottura di un determinato componente in esercizio. In generale, per un dato materiale, sono disponibili una serie di curve come quelle riportate in Figura 12. Il problema fondamentale che ci si trova ad affrontare, però, è che molto spesso la temperatura di esercizio non corrisponde a quelle riportate in questo tipo di grafici.

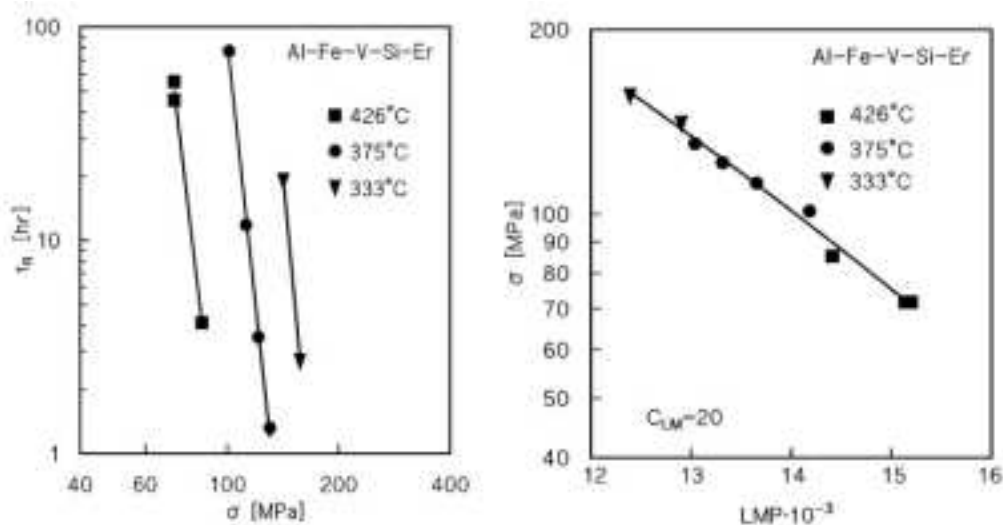


Fig. 12 – Dipendenza del tempo a rottura dalla sollecitazione di prova (a) e parametro di Larson-Miller (b) per una lega Al-Fe-V-Si- Er [11].

Ne deriva che sono necessari altri metodi di estrapolazione, indicati generalmente con il nome di “approcci parametrici”. Il problema di dover operare con tre diverse variabili (tempo, temperatura, tensione) richiederebbe l'utilizzo di grafici tridimensionali che correlano queste grandezze. Questo approccio, naturalmente, comporterebbe un appesantimento della procedura di calcolo, e quindi non viene seguito praticamente mai; piuttosto, si preferisce accorpare in un parametro due delle variabili (per esempio il tempo e la temperatura), che vengono riportate in un grafico bidimensionale in funzione del terzo (la tensione).

L'approccio parametrico utilizzato più diffusamente è quello di Larson-Miller (LMP). L'assunzione alla base di questo metodo è che la dipendenza del tempo a rottura dalla temperatura e dalla tensione, possa essere espresso tramite una relazione nella forma:

$$t_R = B_0 \exp[Q(\sigma) / RT] \quad (7)$$

nella quale B_0 è una costante. Nella 7) la dipendenza dalla tensione di prova è inglobata nell'energia di attivazione, che quindi non è più costante. La 7) è fisicamente meno corretta della 6), ma è comunque in grado di descrivere con accettabile approssimazione il comportamento di molte leghe metalliche. Operando il logaritmo di entrambi i termini, dopo semplici passaggi si ottiene:

$$LMP = \frac{Q(\sigma)}{2.3 R} = T(C_{LM} + \log t_R) \quad (8)$$

essendo C_{LM} una costante che, per molti materiali, viene assunta pari a 20. Rappresentando i risultati sperimentali sotto forma di PLM, i dati collassano su una singola curva (master curve, Figura 12b), che può essere utilizzata per stimare la resistenza a creep (tensione ammissibile per ottenere una data vita a rottura alla temperatura considerata).

ENEA Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 13	di 31
---------------------------------------	---	-----------	---------------	------------	----------

2.7 METODI PER AUMENTARE LA RESISTENZA A CREEP

Sulla base delle osservazioni fin qui fatte, si possono dare alcune indicazioni generali sui metodi per innalzare la resistenza a creep di un metallo puro o di una soluzione solida.

In particolare, nel caso del creep da dislocazioni, si può: a) scegliere un materiale con punto di fusione elevato; b) ridurre la mobilità delle dislocazioni introducendo ostacoli al loro moto.

Se il creep è controllato soltanto da fenomeni diffusionali, si debbono seguire criteri parzialmente diversi, e cioè: a) scegliere un materiale con alto punto di fusione; b) ottimizzare il trattamento termico in modo da ottenere grani grossolani; in questo modo si rallentano i fenomeni diffusivi lungo i confini di grano. Inoltre, un aumento delle dimensioni del grano ha anche il vantaggio non secondario di ridurre l'importanza dello slittamento dei bordi di grano. A questo scopo è anche conveniente facilitare la precipitazione di particelle lungo i confini di grano; in questo modo si può ulteriormente ridurre lo slittamento dei bordi di grano; è però da evitare una precipitazione troppo estesa, che genera una catena ininterrotta di particelle lungo i confini di grano, perché tale catena potrebbe fungere da percorso preferenziale per eventuali cricche.

Si possono dare quindi alcune indicazioni, di carattere molto generale, ma non per questo meno valide: I. una riduzione della dimensione del grano è vantaggiosa a temperatura ambiente, perché aumenta la resistenza (relazione di Hall-Petch), ma può essere controproducente ad alta temperatura, in regime di creep; II. l'incrudimento è un metodo valido a bassa temperatura, per aumentare la resistenza, ma in assoluto non è applicabile ai materiali resistenti al creep, in quanto la struttura incrudita ripristina (o addirittura ricristallizza) molto facilmente; III. l'aggiunta di elementi in soluzione solida di solito aumenta la resistenza a creep, ma in misura molto minore di quanto faccia la precipitazione di particelle fini, che è il solo metodo che produca un innalzamento della resistenza meccanica rilevante sia a temperatura ambiente che a temperature relativamente elevate. Nondimeno, la prolungata esposizione ad elevata temperatura causa comunque l'accrescimento competitivo o addirittura, se la temperatura è eccessivamente elevata, la dissoluzione dei precipitati.

La Figura 13 mostra due esempi fra i più significativi dei modelli che nel corso degli anni sono stati proposti per descrivere l'interazione fra precipitati e dislocazioni [12,13], e un esempio della microstruttura di un materiale rinforzato da precipitati e sottoposto a creep [14].

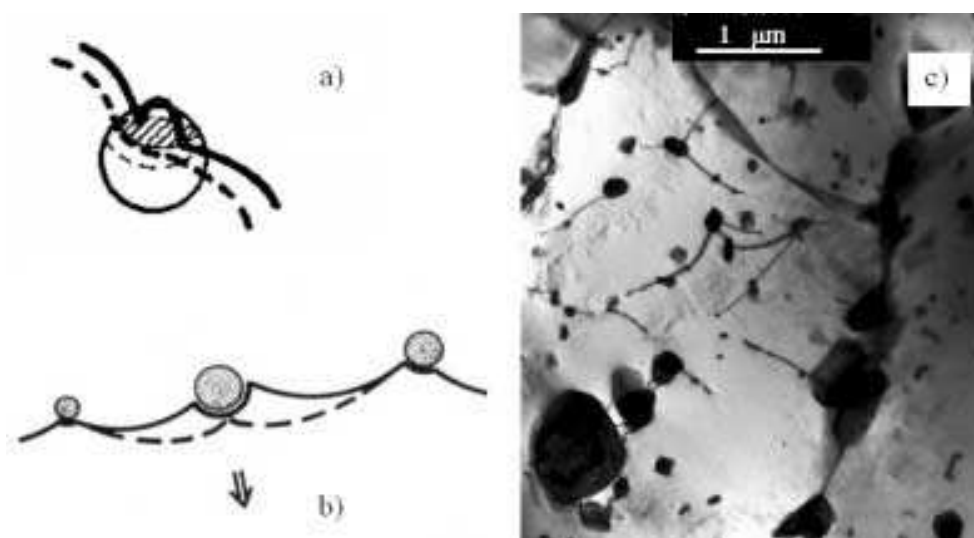


Fig. 13 – Interazione fra particelle e dislocazioni: a) modello classico di superamento della particelle per climb localizzato [12]; b) modello del distacco atermico [13]; c) microstruttura di una lega di alluminio 2024 sottoposta a creep a 330°C [14]. L'analogia fra b) e c) è evidente

ENEA Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 14	di 31
---------------------------------------	---	-----------	---------------	------------	----------

L'effetto di rafforzamento più efficiente è comunque quello che si ottiene introducendo nel materiale una dispersione di particelle stabili, che non subiscano alterazioni con l'esposizione ad elevata temperatura. Le dispersioni di ossidi o ceramici, infatti, conferiscono al materiale delle elevate doti di resistenza a creep alle temperature più elevate; peraltro, quando si riporta l'andamento della velocità di deformazione nel secondario (o più frequentemente la velocità minima di creep) in funzione della tensione di prova, si ottengono delle curve come quelle riportate in Figura 14.

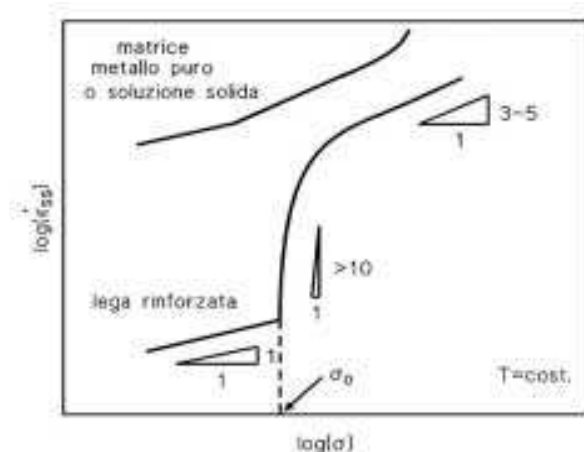


Fig. 14 – Dipendenza della velocità di deformazione nello stadio stazionario dalla tensione di prova per un materiale rinforzato tramite dispersoidi.

Nel regime di tensioni intermedio, si osservano pendenze della curva estremamente elevate, e se i punti sperimentali disponibili sono tutti compresi in questo intervallo, l'esponente n che si ottiene utilizzando l'equazione 4) risulta estremamente alto (tipicamente 8-30). Molte teorie sono state proposte per razionalizzare questo comportamento, e fra tutte una delle più diffuse ed accettate è quella che si basa su una forma modificata dell'equazione 4) [15-21], cioè

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A \left(\frac{b}{d} \right)^p (\sigma - \sigma_0)^n \exp(-Q/RT) \quad (9)$$

in cui σ_0 , definito tensione di soglia, rappresenta l'effetto di rafforzamento dovuto alle particelle, ed in molti casi è proporzionale od equivalente al valore della tensione di Orowan [22]. Il valore di n nell'equazione 9) dovrebbe essere 4-5 o 3 a seconda del tipo di comportamento della lega non rinforzata (la matrice), cioè tipo M o tipo A.

Quando la tensione di prova diviene prossima al valore della tensione di soglia, si verifica di solito un cambiamento del meccanismo di interazione fra particelle e dislocazioni, o addirittura si può avere il passaggio da creep da dislocazioni a creep diffusivo ($n=1$)

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 15	di 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

3. ATTREZZATURA DI PROVA

3.1 ATTREZZATURA PER TEST

Il laboratorio di caratterizzazione termomeccanica a CREEP presente presso i laboratori di Ricerca ENEA a Faenza è ad ambiente termostato con temperatura controllata di $\pm 1,5^\circ \text{C}$, come richiesto da normativa di riferimento.

È costituito da dieci macchine a MAYES modello MARK II TC CREEP per prove di creep e creep-rupture, figura 15. Le macchine sono dotate di un forno tubolare di tipo MAYES con temperatura massima di esercizio di 1000°C .



Fig. 15 – Panoramica laboratorio Creep

Il sistema di carico del campione utilizza un sistema di leva-braccio che permette di moltiplicare di dieci volte la sollecitazione applicata al campione rispetto a quella realmente applicata. Per questo particolare meccanismo c'è un dispositivo automatizzato per il riequilibrio della sollecitazione che interviene ogni qual volta che il campione va a deformarsi (allungarsi).

Per la misura delle deformazioni vengono utilizzati trasduttori capacitivi ASL tipo SLVC, modello 1071B, con range di lettura 0-5 mm e risoluzione fino al decimo di μm , figura 16.

ENEA Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 16	di 31
---------------------------------------	---	-----------	---------------	------------	----------

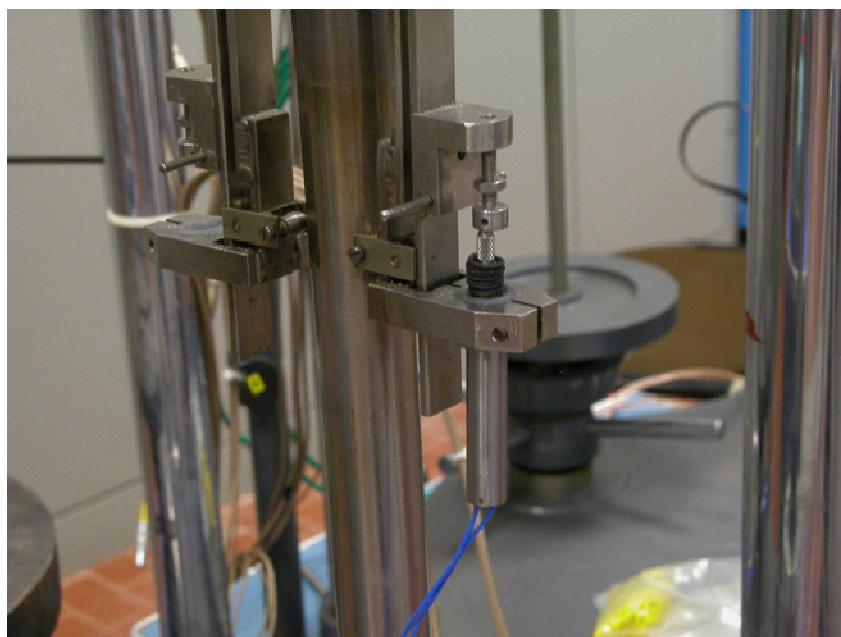


Fig. 16 –Trasduttore ASL

Visto la particolarità delle prove non standard, la maggior parte sono condotte con il campione immerso in piombo fuso ed in atmosfera controllata, inerte/riducente, non è possibile l'utilizzo il sistema normalmente utilizzato per la lettura della deformazione nel tempo del campione, figura 17. Per l'acquisizione delle deformazioni dei campioni immersi in piombo liquido è stato progettato e realizzato un sistema di lettura delle deformazioni del campione immediatamente prima e dopo il contenitore di contenimento del piombo fuso, di seguito vengono riportate alcune immagini del campione di verifica del sistema, da figura 18 a 23. Visto che le prove non devono essere effettuate in aria, ma devono essere effettuate in atmosfera controllata, inerte/riducente, si devono utilizzare delle termo-camere da vuoto, figura 24, che sono state opportunamente modificate lungo la linea di carico del campione in quanto, come detto in precedenza, si deve utilizzare un sistema per il prolungamento della lettura della deformazione del campione. Una volta progettata e realizzata la facility di prova è stato montato un campione per verificare la perfetta funzionalità del sistema, figure da 18 a 23. Infine vengono riportati dei disegni di progettazione della facility di prova., figura 26.

Inoltre per la distribuzione del gas inerte/riducente ad ogni singola macchina di prova è stata realizzata una linea gas opportunamente dedicata, figura 25.



Fig. 17–Sistema standard per la rilevazione delle deformazioni del campione



Fig. 18 –Campione di verifica montato senza campana della termo-camera da vuoto

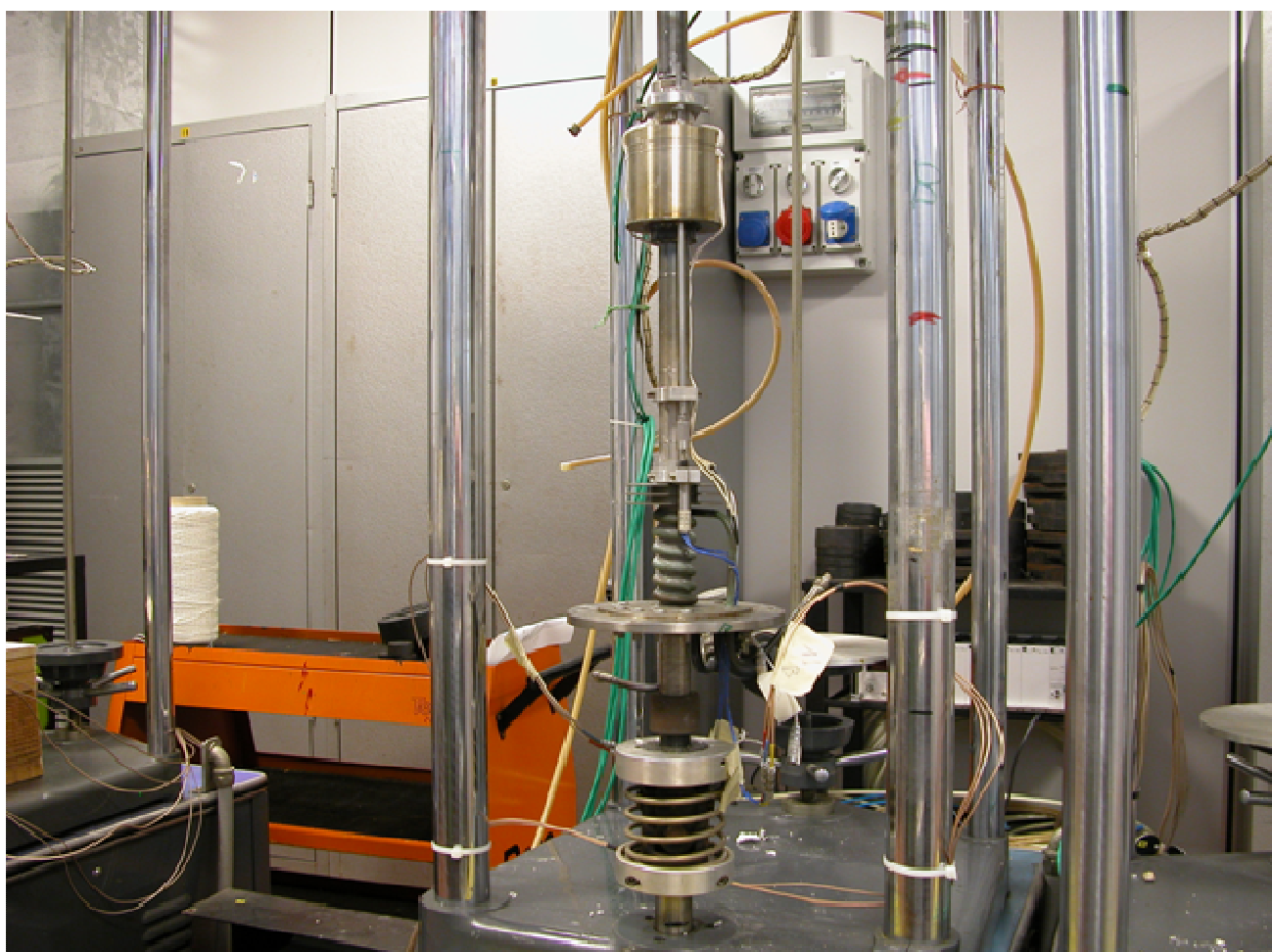


Fig. 19 –Campione di verifica montato senza campana della termo-camera da vuoto con prolungamenti del sistema di acquisizione delle deformazioni.

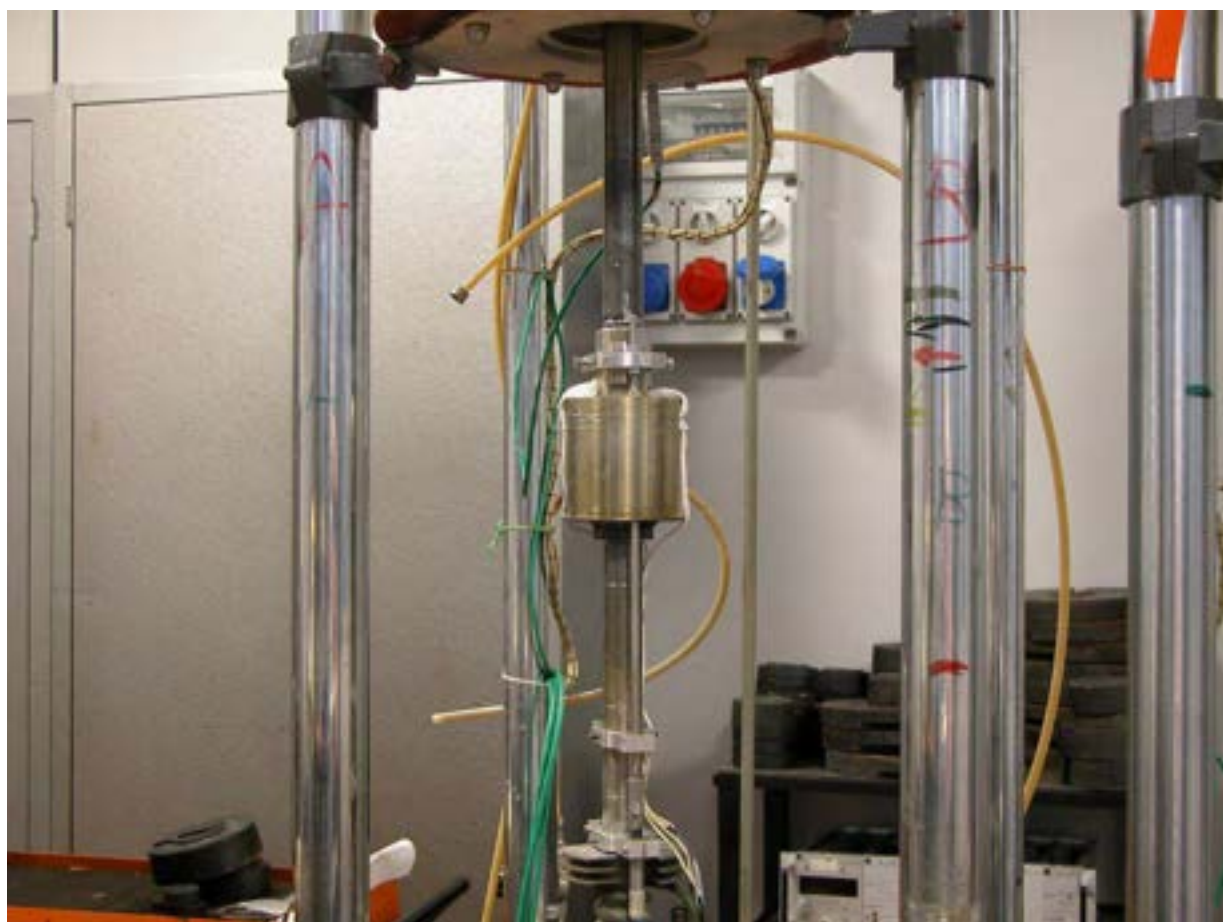
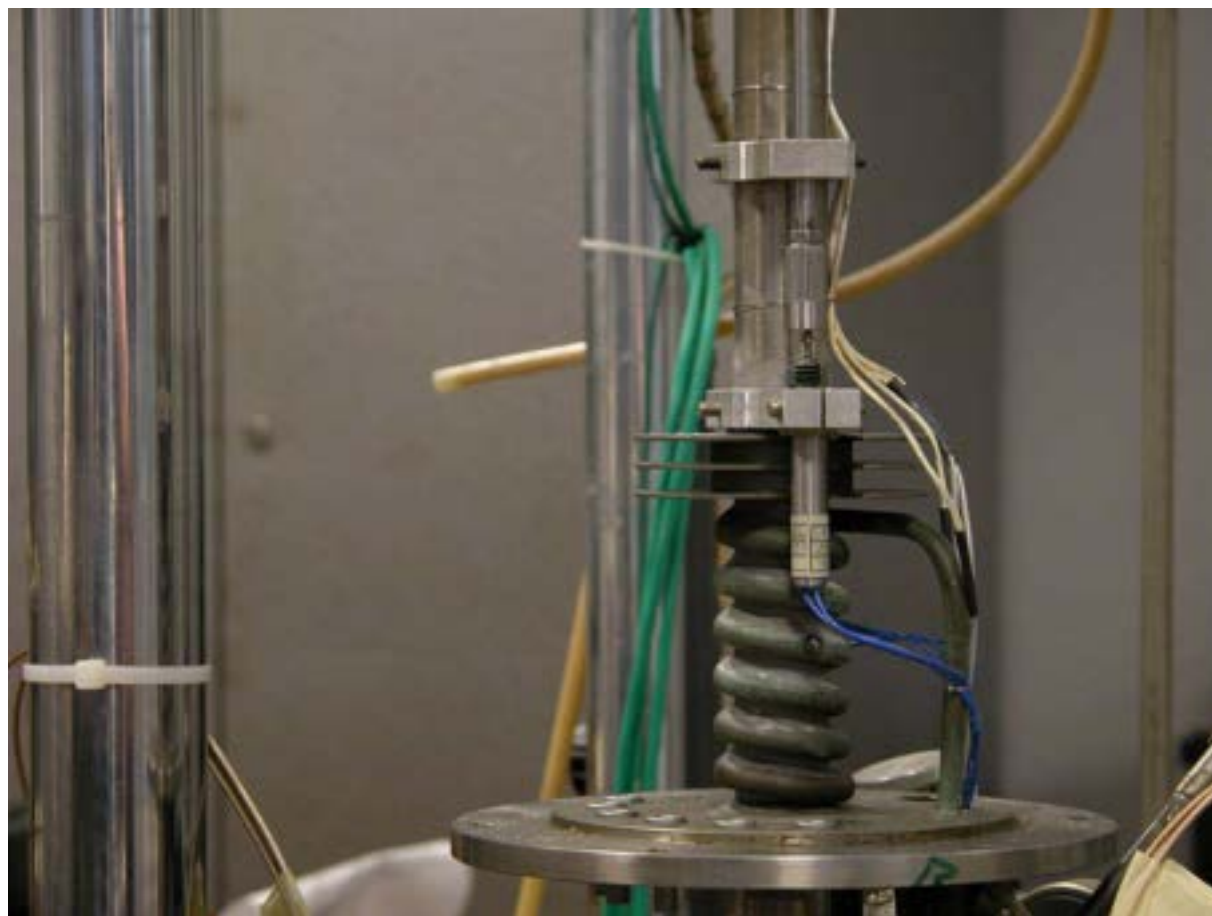


Fig. 20 e 21 –Particolari delle prolungamenti del sistema di acquisizione delle deformazioni.



Fig. 22 e 23 –Particolari del campione di verifica del sistema immerso in piombo.



Fig. 24–Termo-camera da vuoto montata a banco

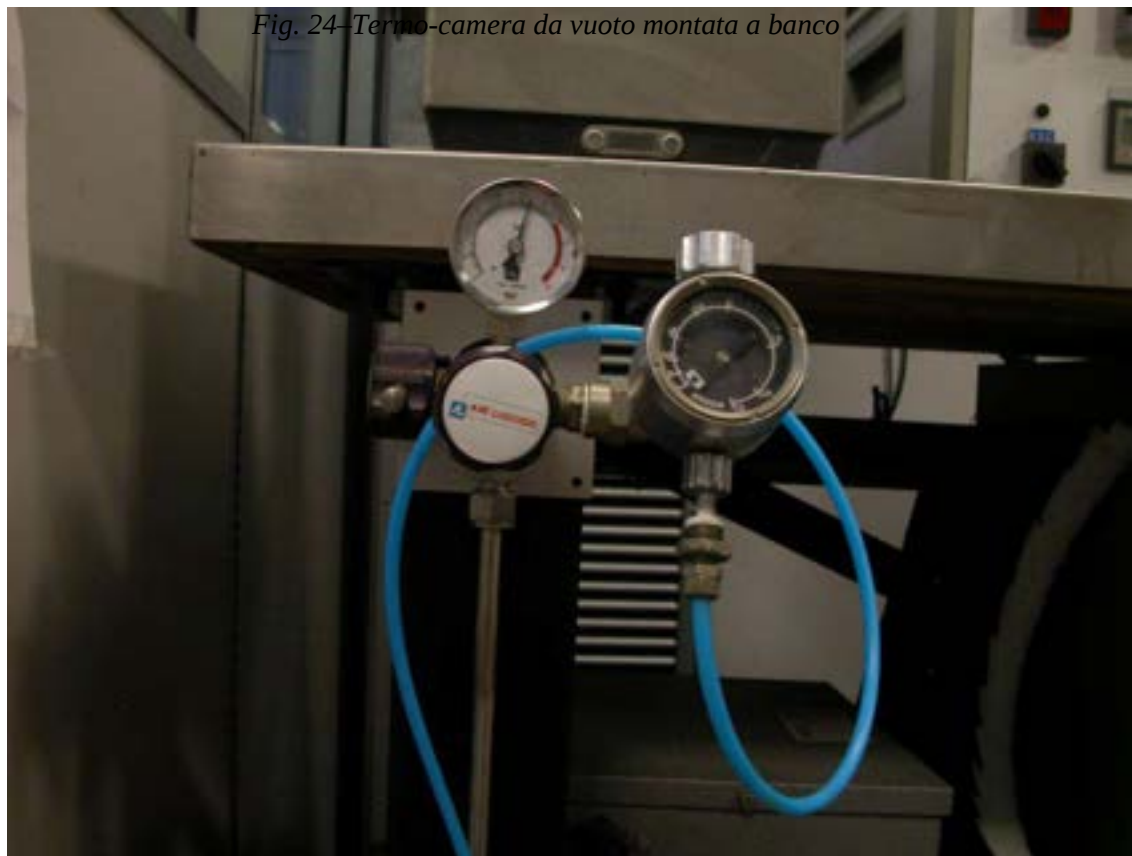


Fig. 25 –Punto di distribuzione del gas inerte/riducente per ogni singola macchina di creep.

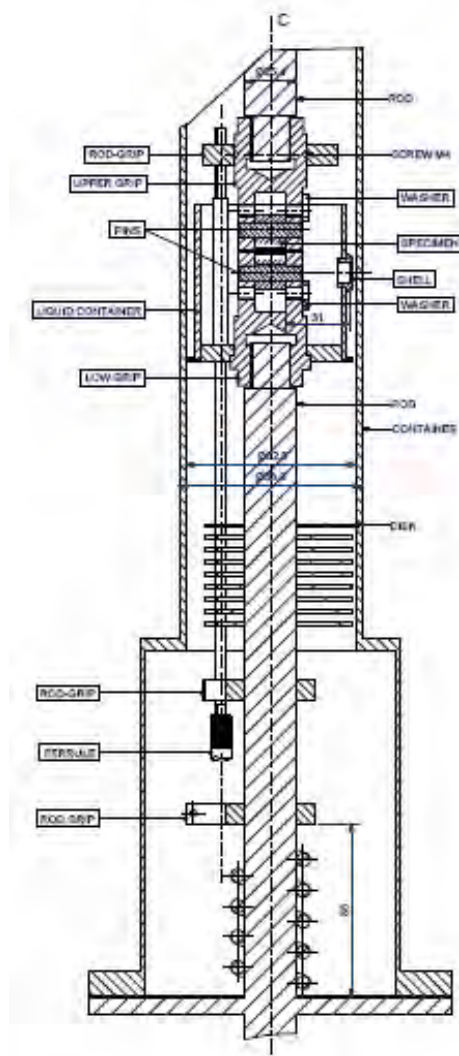
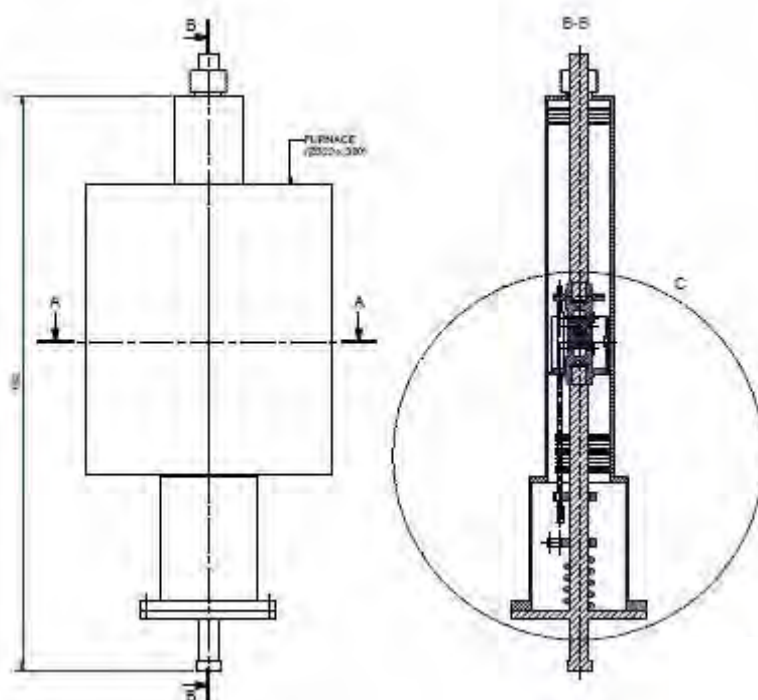


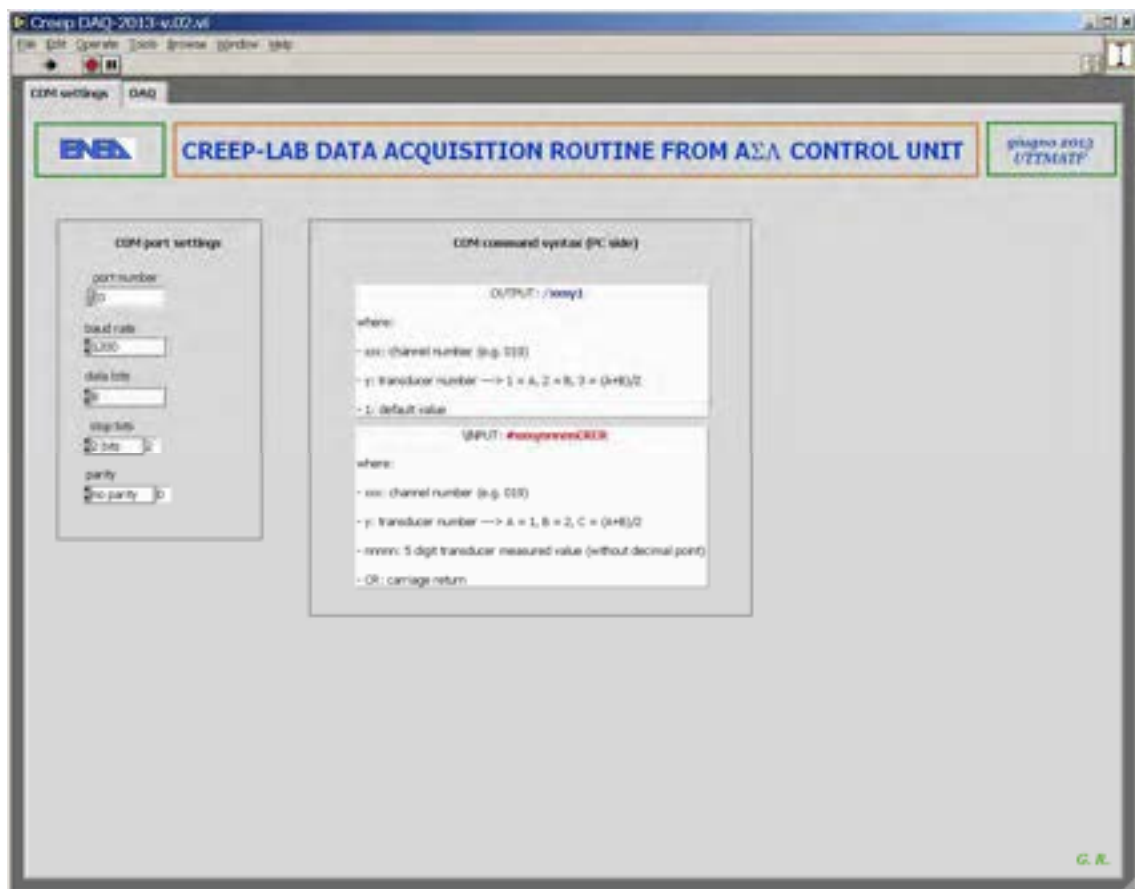
Fig. 26 –Disegno complessivo della facility di prova.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 22	di 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

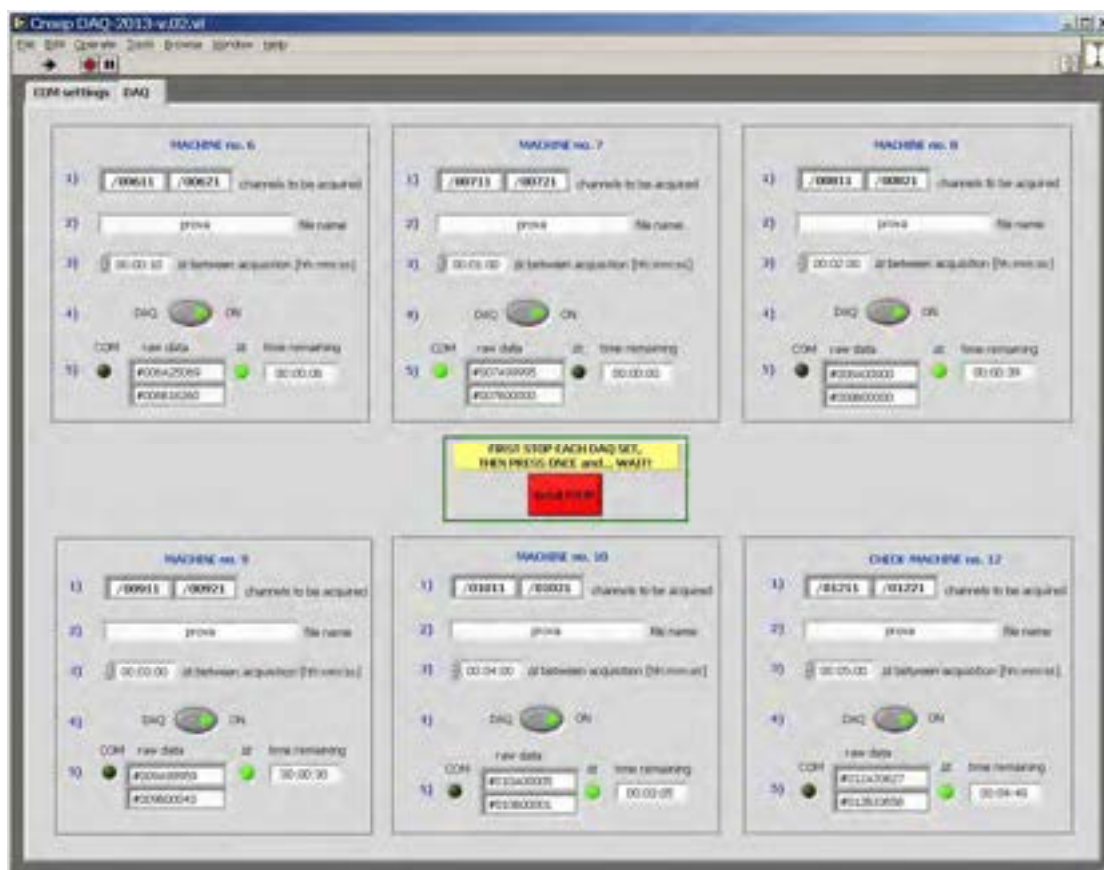
3.2 SISTEMA DI ACQUISIZIONE DATI

Per una migliore acquisizione dei dati di prova si è proceduto con la progettazione e la realizzazione di un nuovo sistema di acquisizione utilizzando il programma LabVIEW. Nello specifico si sta procedendo per due fronti che sono:

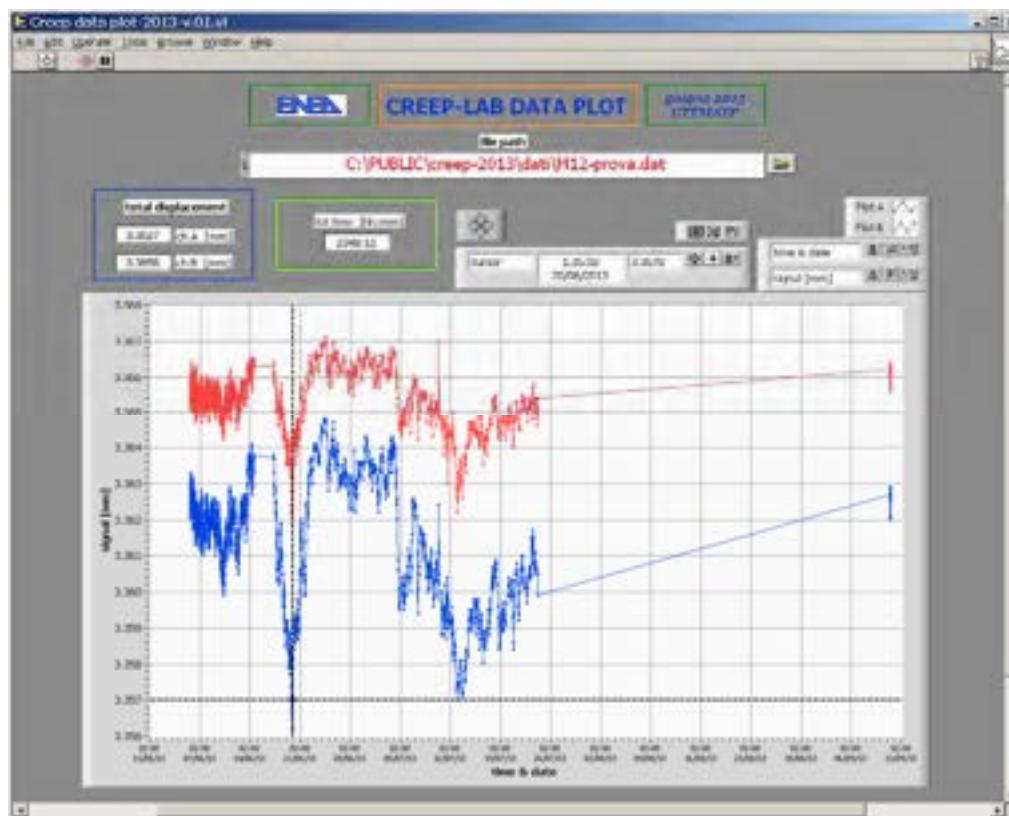
- realizzazione di un apposito programma, in ambiente LabVIEW, con lo scopo di facilitare l'acquisizione e la gestione delle misure di spostamento rilevate dai trasduttori tipo SLVC utilizzati sulle macchine della sala creep, risolvendo al tempo stesso alcune problematiche emerse nel corso degli anni precedenti. Tale software, di cui nel seguito si riportano alcune schermate, si interfaccia via PC (comunicazione seriale RS232) con la pre-esistente unità di controllo AΣΛ preposta all'alimentazione dei trasduttori stessi ed al condizionamento dei loro segnali;
- progettazione (in collaborazione con ENEA Frascati) di una nuova elettronica per la gestione dei trasduttori tipo SLVC, nell'ottica di un'eventuale futura sostituzione dell'unità di controllo AΣΛ (scopo: utilizzo di un'elettronica più compatta e gestibile internamente, oltre che aggiornata allo stato dell'arte).



Schermata n.1 – Impostazioni dei parametri relativi alla comunicazione seriale tra il PC e l'unità di controllo AΣΛ



Schermata n.2 – Gestione dei segnali dei trasduttori SLVC in corrispondenza di 6 macchine per creep.



Schermata n.3 – Visualizzazione misure di spostamento rilevate nell’arco di circa 2 mesi dalla coppia di trasduttori associata alla macchina per creep n.12 (trasduttori di riferimento).

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 24	di 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

4. CAMPIONI E MATRICE DI PROVA

Per le prove a creep sono stati realizzati i campioni secondo disegno 1. I campioni sono costituiti da diverso materiale, come riportato in tabella II. Successivamente, sui campioni, è stato realizzato un coating di protezione per la corrosione in piombo di diversa natura come viene esplicitato nella tabella II. Come si nota i campioni sono sottoposti a diverse temperature e diverse sollecitazioni per caratterizzare i materiali, sia di base che di protezione secondo le diverse condizioni di esercizio dei vari componenti del LFR e per verificare l'adesione del coating al metallo base sotto sollecitazione ed a temperatura elevata ed in ambiente ostico. Di seguito vengono riportate tutte le abbreviazioni :

Ambiente di Prova:

- i. Aria: A
- ii. Piombo: L

Temperatura di prova

- i. RT
- ii. 400°C (Vessel)
- iii. 480°C (in-core structures, inner vessel, pump, SG)
- iv. 550°C (cladding)

Tenore di Ossigeno

- v. High (10⁻⁴ - 10⁻⁶ wt%): H
- vi. Low (10⁻⁷ – 10⁻⁸ wt%): L

Materiale di Prova

- i. AISI 316L
- ii. T91
- iii. 15-15 Ti (mod. Si, 20% CW)

Tipo di prova

- iii. Creep – Rottura: CR

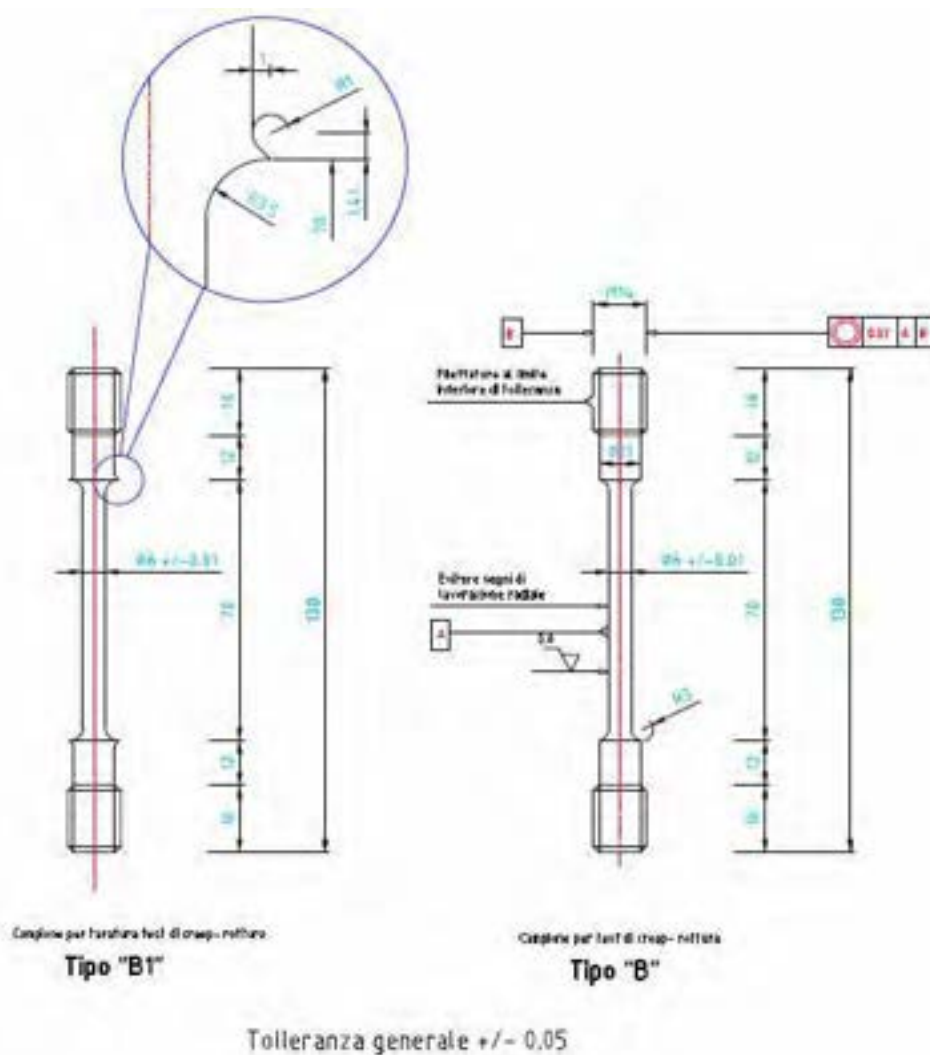
Tensione Applicata

- i. Low: 100 MPa
- ii. Medium: 150 MPa
- iii. High: 200 MPa

Coating (PVD-Sputtering, PVD-arc deposition, CVD)

- i. TiN (PVD)
- ii. Fe(67wt%)Al(33wt%) (PVD)
- iii. FeCr(18-20 wt%)Al(8-10 wt%) (PVD)
- iv. Ta (CVD)

Si tiene a precisare che sono stati realizzati alcuni campioni con aletta, disegno1, di tipo B perché si desiderano realizzare alcuni test con doppio sistema di acquisizione della deformazione dei campioni, lungo gage-length, per depurare i dati finali dell'errore della deformazione presa al di fuori del campione, visto che non è possibile misurare la deformazione della gage-length nei campioni immersi in piombo liquido.



Dis.1: disegno dei campioni

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. di 26 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------------

Tab. II: tabella riassuntiva prove di creep

Serie	Ambiente di Prova	Temperatura di Prova	Tenore di Ossigeno	Materiale di Prova	Tipo di Prova	Durata Prova	Tensione Applicata	Coating	Tipologia Provino	Impianto	N. Campioni
1	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	FeCrAl	B	LPMF	1
2	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	FeCrAl	B	LPMF	1
3	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	FeCrAl	B	LPMF	1
4	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	FeCrAl	B	LPMF	1
5	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	FeCrAl	B	LPMF	1
6	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	FeCrAl	B	LPMF	1
7	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	FeCrAl	B	LPMF	1
8	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	FeCrAl	B	LPMF	1
9	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	FeCrAl	B	LPMF	1
10	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	FeAl	B	LPMF	1
11	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	FeAl	B	LPMF	1
12	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	FeAl	B	LPMF	1
13	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	FeAl	B	LPMF	1
14	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	FeAl	B	LPMF	1
15	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	FeAl	B	LPMF	1
16	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	FeAl	B	LPMF	1
17	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	FeAl	B	LPMF	1
18	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	FeAl	B	LPMF	1
19	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	20	None	B	LPMF	1
20	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
21	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
22	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
23	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
24	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
25	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
26	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
27	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
28	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	TiN	B	LPMF	1
29	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	TiN	B	LPMF	1
30	L	550°C	H	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	TiN	B	LPMF	1
31	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	TiN	B	LPMF	1

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. di 27 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------------

Serie	Ambiente di Prova	Temperatura di Prova	Tenore di Ossigeno	Materiale di Prova	Tipo di Prova	Durata Prova	Tensione Applicata	Coating	Tipologia Provino	Impianto	N. Campioni
32	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	TiN	B	LPMF	1
33	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	TiN	B	LPMF	1
34	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	TiN	B	LPMF	1
35	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	TiN	B	LPMF	1
36	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	TiN	B	LPMF	1
37	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	Ta	B	LPMF	1
38	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	Ta	B	LPMF	1
39	L	550°C	L	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	Ta	B	LPMF	1
40	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	100	Ta	B	LPMF	1
41	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	150	Ta	B	LPMF	1
42	A	550°C	NA	15-15 Ti (Si)	CR	1000	200	Ta	B	LPMF	1
43	L	550°C	H	T91	CR	1000	100	FeCrAl	B	LPMF	1
44	L	550°C	H	T91	CR	1000	150	FeCrAl	B	LPMF	1
45	L	550°C	H	T91	CR	1000	200	FeCrAl	B	LPMF	1
46	L	550°C	L	T91	CR	1000	100	FeCrAl	B	LPMF	1
47	L	550°C	L	T91	CR	1000	150	FeCrAl	B	LPMF	1
48	L	550°C	L	T91	CR	1000	200	FeCrAl	B	LPMF	1
49	A	550°C	NA	T91	CR	1000	100	FeCrAl	B	LPMF	1
50	A	550°C	NA	T91	CR	1000	150	FeCrAl	B	LPMF	1
51	A	550°C	NA	T91	CR	1000	200	FeCrAl	B	LPMF	1
52	L	550°C	H	T91	CR	1000	100	FeAl	B	LPMF	1
53	L	550°C	H	T91	CR	1000	150	FeAl	B	LPMF	1
54	L	550°C	H	T91	CR	1000	200	FeAl	B	LPMF	1
55	L	550°C	L	T91	CR	1000	100	FeAl	B	LPMF	1
56	L	550°C	L	T91	CR	1000	150	FeAl	B	LPMF	1
57	L	550°C	L	T91	CR	1000	200	FeAl	B	LPMF	1
58	A	550°C	NA	T91	CR	1000	100	FeAl	B	LPMF	1
59	A	550°C	NA	T91	CR	1000	150	FeAl	B	LPMF	1
60	A	550°C	NA	T91	CR	1000	200	FeAl	B	LPMF	1
61	L	550°C	H	T91	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
62	L	550°C	H	T91	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
63	L	550°C	H	T91	CR	1000	200	None	B	LPMF	1

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 - 021	0	L	28	31

Serie	Ambiente di Prova	Temperatura di Prova	Tenore di Ossigeno	Materiale di Prova	Tipo di Prova	Durata Prova	Tensione Applicata	Coating	Tipologia Provino	Impianto	N. Campioni
64	L	550°C	L	T91	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
65	L	550°C	L	T91	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
66	L	550°C	L	T91	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
67	A	550°C	NA	T91	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
68	A	550°C	NA	T91	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
69	A	550°C	NA	T91	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
70	L	550°C	H	T91	CR	1000	100	TiN	B	LPMF	1
71	L	550°C	H	T91	CR	1000	150	TiN	B	LPMF	1
72	L	550°C	H	T91	CR	1000	200	TiN	B	LPMF	1
73	L	550°C	L	T91	CR	1000	100	TiN	B	LPMF	1
74	L	550°C	L	T91	CR	1000	150	TiN	B	LPMF	1
75	L	550°C	L	T91	CR	1000	200	TiN	B	LPMF	1
76	A	550°C	NA	T91	CR	1000	100	TiN	B	LPMF	1
77	A	550°C	NA	T91	CR	1000	150	TiN	B	LPMF	1
78	A	550°C	NA	T91	CR	1000	200	TiN	B	LPMF	1
79	L	480°C	L	AISI316L	CR	1000	100	Ta	B	LPMF	1
80	L	480°C	L	AISI316L	CR	1000	150	Ta	B	LPMF	1
81	L	480°C	L	AISI316L	CR	1000	200	Ta	B	LPMF	1
82	A	480°C	NA	AISI316L	CR	1000	100	Ta	B	LPMF	1
83	A	480°C	NA	AISI316L	CR	1000	150	Ta	B	LPMF	1
84	A	480°C	NA	AISI316L	CR	1000	200	Ta	B	LPMF	1
85	L	480°C	L	AISI316L	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
86	L	480°C	L	AISI316L	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
87	L	480°C	L	AISI316L	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
88	H	480°C	L	AISI316L	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
89	H	480°C	L	AISI316L	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
90	H	480°C	L	AISI316L	CR	1000	200	None	B	LPMF	1
91	A	480°C	NA	AISI316L	CR	1000	100	None	B	LPMF	1
92	A	480°C	NA	AISI316L	CR	1000	150	None	B	LPMF	1
93	A	480°C	NA	AISI316L	CR	1000	200	None	B	LPMF	1

NB: Per i test di creep rottura, vanno aggiunti 20 campioni, 4 per tipo di coating, per la taratura delle macchine e della catena di taratura.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 033	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 29	di 10
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

5. CONCLUSIONI

Vista la robusta campagna sperimentale di testare a creep-rupture diversi tipi di materiali in un ambiente altamente corrosivo, piombo, rivestiti con un coating per verificare il miglior accoppiamento metallo base-rivestimento a diverse sollecitazione e temperature ed in atmosfera controllata, inerte/riducente, in questo periodo di attività si è proceduto con le seguenti azioni di intervento presso il laboratorio ENEA di Faenza con le seguenti interventi:

- progettazione e realizzazione de campioni di prova;
- progettazione e realizzazione di una opportuna facility di prova per poter utilizzare le termocamere da vuoto presenti nel laboratorio;
- realizzazione di un apposito programma, in ambiente LabVIEW, con lo scopo di facilitare l'acquisizione e la gestione delle misure di spostamento;
- progettazione (in collaborazione con ENEA Frascati) di una nuova elettronica per la gestione dei trasduttori di spostamento;
- realizzazione di una dedicata linea di gas inerte/riducente con singola distribuzione ad ogni macchina di prova.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 30	di 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

6. BIBLIOGRAFIA

- 1] A.Orlová, J.Cadek, Phil.Mag. 28 (1973) 891.
- 2] T.G.Langdon, F.A.Mohamed, J.Austr.Inst.of Metals, 22 (1977) 189.
- 3] Wu M.Y. and O.D.Sherby, Acta metall., 32 (1984) p.1561.
- 4] J.Harper, J.E.Dorn, Acta Metal. 5 (1957) 654.
- 5] H.Oikawa, T.G.Langdon, The creep characteristics of pure metals and metallic solid solutions, in "Creep behaviour of cristalline solids", B.Wilshire and R.W.Evans eds., Pineridge Press, Swansea, 1985, 33.
- 6] H.Oikawa, K.Sugawara, S.Karashima, Trans.Japan Inst. of Metals, 19 (1978) 611.
- 7] H.Oikawa, K.Sugawara, S.Karashima, Scripta Met. 10 (1976) 885.
- 8] F.R.N.Nabarro, in "Report of a Conference on strength of solids", The Physical Soc., London, 1948, 75.
- 9] C.Herring, J.Appl.Phys. 21 (1950) 437.
- 10] R.L.Coble, J.Appl.Phys. 34 (1963) 1679.
- 11] Khatri S.C., A.Lawley and M.J.Koczek, Mater.Sci.Eng. A167 (1993) 11.
- 12] R.W.S. Shewfelt, L.M.Brown, Philos.Mag. 4 (1977) 945.
- 13] J.H. Schroder and E. Arzt, Scripta Metall., 19 (1985) 1129
- 14] L.Kloc, S.Spigarelli, E.Cerri, E.Evangelista, T.G.Langdon, Acta Materialia, 45 (1997) 529.
- 15] J. Cadek, Creep in Metallic Materials, Elsevier, Amsterdam, 1988, 80
- 16] K.-T.Park, E.J. Lavernia and F.A. Mohamed, Acta metall. mater. 42 (1994) 667
- 17] L.Kloc, S.Spigarelli, E.Cerri, E.Evangelista, T.G.Langdon, Metall. Mater. Trans. 27A (1996) 3871.
- 18] Y. Li, S.R. Nutt F.A. and Mohamed, Acta mater. 45 (1997) 2607
- 19] Y. Li and T.G. Langdon, Metall. Mater. Trans. 29° (1998) 2523.
- 20] E. Evangelista, S.S pigarelli, Met. Mater.Trans. 33A (2002) 373
- 21] J. Cadek, K. Kucharova and S.J.Zhu, Mater. Sci.Eng. A283 (2000) 172.
- 22] E. Orowan, in Dislocations in Metals, edited by M. Cohen, AIME, New York, 1954, 131.
- 23] S. Spigarelli, M.Regev, E.Evangelista, A.Rosen, Materials Sci. Techn., 14 (2001) 627.
- 24] S. Spigarelli, M.Cabibbo, E.Evangelista, S.Cucchieri, Materials Letters, 56/6 (2002) 1059.
- 25] S. Spigarelli, L.Kloc, P.Bontempi, Scripta Metall. 37 (1997) 399.
- 26] S. Spigarelli, M.Cabibbo, E.Evangelista, T.G.Langdon, Material Sci. and Eng., A328 (2002)
- 27] S. Spigarelli, Material Sci. and Eng., A337/1-2 (2002) 306.
- 28] S. Spigarelli Il comportamento dei metalli ad alta temperatura

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 - 021	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 31	di 31
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

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

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