

Universitatea POLITEHNICA București Facultatea de Inginerie Energetică Școala Doctorală Inginerie Energetică



REZUMATUL TEZEI DE DOCTORAT

CERCETĂRI PRIVIND MECANISMELE DE FRAGILIZARE A MATERIALELOR STRUCTURALE ÎN MEDIUL PLUMB TOPIT LA REACTOARELE NUCLEARE DE GENERAȚIE IV

Conducător de doctorat: Prof. Dr. Ing. Ilie PRISECARU Doctorand: Ing. Fiz. Livia-Nicoleta SAFTA (STOICA)

Consultant științific: Dr. Fiz. Vasile RADU

> BUCUREȘTI 2022

Universitatea POLITEHNICA București Facultatea de Inginerie Energetică Școala Doctorala Inginerie Energetică

CERCETĂRI PRIVIND MECANISMELE DE FRAGILIZARE A MATERIALELOR STRUCTURALE ÎN MEDIUL PLUMB TOPIT LA REACTOARELE NUCLEARE DE GENERAȚIE IV

Doctorand: Ing. Fiz. Livia-Nicoleta SAFTA (STOICA)

COMISIA DE DOCTORAT

| Prof. Dr. Ing. Cristian DINCĂ Universitatea Politehnica din București | Președinte |
|--|------------------------|
| Prof. Dr. Ing. Ilie Constantin PRISECARU Universitatea Politehnica din București | Conducător de doctorat |
| Prof. Dr. Ing. Daniel DUPLEAC Universitatea Politehnica din București | Referent |
| Cercetător Științific Gr.I, Dr. Ing. Șerban Constantin VALECA Institutul de Cercetări Nucleare Pitești | Referent |
| Conf. Dr. Fiz. Marian Cătălin DUCU Universitatea din Pitești | Referent |

BUCUREŞTI 2022

Cuvânt înainte

Acum, la finalul unei perioade fructuoase și importante pentru mine, mă simt profund copleșită de sentimente minunate și de fericire și doresc să adresez câteva cuvinte de mulțumire celor care m-au îndrumat sau mi-au acordat suportul pe parcursul acestei lucrări de doctorat.

Îmi exprim recunoștința față de **Conducerea Institutului de Cercetări Nucleare Pitești**, care a asigurat sprijinul și suportul necesar realizării lucrării de doctorat.

Doresc să adresez mulțumirile mele, în mod special, Domnului Dr. Fiz. CS II Vasile RADU, pentru altruismul științific și pedagogia exemplară dovedite pentru a-mi împărtăși bogăția informațiilor teoretice și experimentale din domeniul ingineriei materialelor, pentru sugestiile, observațiile și discuțiile pe care mi le-a oferit pe întreaga perioadă de pregătire a tezei mele de doctorat. Îi sunt profund recunoscătoare pentru efortul și sfaturile dăruite pe parcursul elaborării prezentului demers științific.

Adresez mulțumiri deosebite Domnului Profesor Dr. Ing. Ilie Prisecaru, pentru îndrumarea și suportul permanent și tuturor cadrelor didactice din catedra Școlii Doctorale Energetica a UPB, ce au participat la evaluarea studiilor mele și mi-au oferit ocazia să elaborez lucrarea de doctorat și s-o redactez într-o formă adecvată.

Mulțumesc tuturor colegilor minunați din cadrul Secției a III-a, Colectiv "Proprietăți termomecanice și analize microstructurale", cu care am colaborat și care m-au îndrumat pe parcursul elaborării acestui important studiu profesional. În mod deosebit aduc mulțumirile mele pentru suportul acordat în realizarea părții experimentale a tezei, colegilor: Dr. CS III Alexandru NITU, Dr. CS III Viorel IONESCU, Op. Marius CONSTANTINESCU.

Cu deosebită iubire și dragoste, îi mulțumesc soțului meu, **Marius**, care a fost alături de mine și care m-a susținut cu afecțiunea și răbdarea lui în toată această perioadă complexă din viața mea profesională.

Doresc să dedic această teză copilului meu, **Octavian**, care sper că va înțelege esența următorului proverb:,,Rădăcinile învățăturii sunt amare, dar fructele ei sunt dulci, iar o carte face cât un lingou de aur".

> Vă mulțumesc! Drd. Livia-Nicoleta STOICA

CUPRINSUL TEZEI DE DOCTORAT

| Lista | a de | acronime | 2 | 4 |
|-------|------|-----------|--|------|
| Lista | a de | figuri | | 6 |
| Lista | a de | tabele | | 9 |
| Lista | a de | lucrări | | .10 |
| 1. | | INTRO | DUCERE | .12 |
| | 1.1 | Context | ul științific actual pentru studiul doctoral | .12 |
| | 1.2 | Motivati | ia și obiectivele studiului doctoral | .14 |
| | 1.3 | Structur | a si continutul studiului doctoral | .16 |
| 2. | | PROBL | EMATICA COMPATIBILITĂTII MATERIALELOR STRUCTURALE CU PLUMB | UL |
| | | LICHII |) ÎN REACTOARELE DE GENÊRATIE IV | .18 |
| | 2.1 | Scurt ist | oric privind reactoarele nucleare de Generatie IV | .18 |
| | | 2.1.1 | , Reactorul rapid răcit cu plumb – LFR (Lead-Cooled Fast Reactor) | .20 |
| | | 2.1.2 | Reactorul demonstrator european răcit cu plumb-ALFRED (Advanced Lead Fast Reac | ctor |
| | | | Demonstrator) | 23 |
| | 2.2 | Plumbul | l si aliajele sale: proprietăti si compatibilitate în utilizarea ca agent de răcire în reactoarele | de |
| | | Generati | ie IV | .28 |
| | | 2.2.1 | Principalele proprietăti ale plumbului | .28 |
| | | 2.2.2 | <i>Compatibilitatea aliajelor de plumb topit cu materialele structurale din reactoarele</i> | de |
| | | | Generatie IV | .34 |
| | 2.3 | Caracter | izarea fenomenului de fragilizare cu aliaje de Pb topit a materialelor structurale la reactoar | rele |
| | | nucleare | de Generatie IV | .38 |
| | | 2.3.1 | , Caracteristici ale mecanismului de fragilizare cu metal lichid | .39 |
| | | 2.3.2 | Factorii care influentează fragilizarea cu metal lichid | .41 |
| | | 2.3.3 | Problematica monitorizării oxigenului în plumb topit | .49 |
| | 2.4 | Concluz | iile capitolului | .55 |
| 3. | | ANALL | za critică a modelelor elaborate în literatura stiintifi | CĂ |
| | | PENTR | U DESCRIEREA MECANISMULUI DE FRAGILIZARE CU METALE LICHIDÉ | .57 |
| | 3.1 | Notiuni | generale privind proprietătile mecanice ale materialelor | .57 |
| | | 3.1.1 | Tensiuni mecanice si deformatii în corpurile solide | .61 |
| | | 3.1.2 | Modurile de propagare ale fisurilor într-un corp solid | .64 |
| | 3.2 | Modele | LME privind mecanismele de fragilizare în mediul de plumb lichid a materialelor structurale | .67 |
| | | 3.2.1 | Modelul – "Reducere a Energiei de Suprafață" (Reduction in Surface Energy – RSE) | .68 |
| | | 3.2.2 | Modelul – "Adsorbția care Induce Reducerea Coeziunii" (Adsorption Induced Reduction | ı in |
| | | | Cohesion Model - AICRM) | .71 |
| | | 3.2.3 | Modelul – "Creșterea Emisiei de Dislocații" (Enhanced Dislocation Emission Model - EDE). | .77 |
| | | 3.2.4 | Modelul fenomenologic - "Creșterea ecruisării datorită LME" (Enhanced Work Harden | ing |
| | | | Model - EWH) | .82 |
| | | 3.2.5 | Modelul – "Dizolvare-Condensare" (Dissolution-Condensation Model - DCM) | .83 |
| | | 3.2.6 | Modelul – "Plasticitatea Localizată și Penetrarea Limitei de Grăunte" (Localized Plasticity d | and |
| | | | Grain Boundary Penetration Model – Hancock & Ives) | .91 |
| | | 3.2.7 | Modelul – "Pătrundere la Limita de Grăunte" (Grain Boundary Penetration Mode | - l |
| | | | <i>GBPM</i>) | .93 |
| | | 3.2.8 | Principalele caracteristici ale modelelor analizate | .95 |
| | 3.3 | Concluz | iile capitolului | .98 |
| 4. | | DESCR | IEREĂ FACILITĂȚILOR EXPERIMENTALE DEZVOLTATE PENTI | RU |
| | | PROGE | RAMUL DE TESTARE A MATERIALELOR STRUCTURALE DESTINA | ТЕ |
| | | INTER | ACȚIEI CU PLUMBUL TOPIT | .99 |
| | 4.1 | Oțelul ai | ustenitic 316L: limitări și avantaje la utilizarea în medii de metale lichide | .99 |
| | 4.2 | Metode | și recomandări privind selectarea metodologiilor de testare în plumb topit a materiale | lor |
| | | structura | ale de Generație IV | 102 |
| | | 4.2.1 | Pregătirea probelor pentru testare | 102 |
| | | 4.2.2 | Condițiile de testare. | 103 |
| | | 4.2.3 | Analiza rezultatelor după test | 105 |
| | 4.3 | Descrier | rea instalațiilor experimentale proiectate pentru realizarea testelor mecanice în plumb to | pit, |
| | | respectiv | v aer | 106 |
| | | 4.3.1 | Instalația INSTRON utilizată pentru realizarea testelor în mediul plumb topit | 107 |
| | | 4.3.2 | Instalația de testare în mediul aer Walter+Bai | 111 |

| | | 4.3.3 | Analiza rezultatelor testării în mediile plumb topit, respectiv aer a probelor de tracțiune din oț austenitic 316L | el !3 |
|------|-------|----------|---|------------|
| | 4.4 | Concluz | ziile capitolului11 | 5 |
| 5. | | EXAM | INARÉA ȘI INTERPRETAREA REZULTATELOR OBȚINUTE ÎN TESTEL | Е |
| | | EXPEF | RIMENTALE EFECTUATE ÎN MEDIILE AER ȘI PLUMB TOPIT11 | 6 |
| | 5.1 | Realiza | rea testelor mecanice de tracțiune în aer și plumb topit11 | 6 |
| | | 5.1.1 | Testele mecanice de tracțiune în aer | 17 |
| | | 5.1.2 | <i>Testele mecanice de tracțiune în plumb topit12</i> | 23 |
| | | 5.1.3 | Efectul LME asupra comportării la tracțiune în plumb topit12 | 27 |
| | 5.2 | Analize | prin microscopie optică12 | 29 |
| | 5.3 | Analize | prin microscopie electronică de baleiaj (SEM)13 | 35 |
| | | 5.3.1 | Caracteristici generale ale microscopului electronic de baleiaj | 35 |
| | | 5.3.2 | Examinarea probelor testate în aer și plumb topit cu ajutorul microscopului electronic a | le |
| | | | baleiaj | 7 |
| | 5.4 | Intercon | npararea rezultatelor obținute cu cele din literatura de specialitate privind susceptibilitatea LM | Е |
| | | la 316L | | ;3 |
| | 5.5 | Concluz | ziile capitolului15 | 6 |
| 6. | | EVALU | UAREA PARAMETRICĂ A FENOMENULUI DE FRAGILIZARE ÎN MEDIUL PLUM | B |
| | | LICHI | D PRIN VALORIFICAREA REZULTATELOR EXPERIMENTALE15 | ;7 |
| | 6.1 | Rezulta | tele testelor experimentale realizate pe probe de 316L în mediile aer și plumb topit15 | 57 |
| | | 6.1.1 | Descrierea metodei propuse în studiul doctoral pentru obținerea ecuației constitutive Ramberg | <u>;</u> — |
| | | | Osgood ce modelează comportarea mecanică elasto-plastică15 | ;8 |
| | | 6.1.2 | Analiza preliminară a rezultatelor experimentale obținute în cadrul matricei de testare16 | 51 |
| | 6.2 | Ecuațiil | e parametrice propuse pentru modelarea comportării constitutive de tip Ramberg – Osgood c | u |
| | | ajutorul | metodei rețelelor neuronale artificiale17 | '1 |
| | | 6.2.1 | Utilizarea metodei tip "Rețea Neuronală Multistrat Unidirecțională" în modelarea comportăr termo-mecanice a materialelor structurale | ii 71 |
| | | 6.2.2 | Obținerea ecuațiilor parametrice cu modelul MFNN pentru comportarea tip Ramberg – Osgoo | эd |
| | | | a oțelului 316L în mediile aer și plumb topit | 38 |
| | 6.3 | Valorifi | carea rezultatelor cercetărilor proprii din studiul doctoral în cadrul unei aplicații de mecanic | ca |
| | | ruperii | | 6 |
| | | 6.3.1 | Descrierea modelului Gurson-Tvergaard-Needleman utilizat în valorificarea cercetările proprii la ruperea de tip LME a otelului 316L în plumb topit |)r)7 |
| | | 6.3.2 | Dezvoltarea unei aplicatii a modelării parametrice obtinute în cadrul studiului doctoral |)9 |
| | | 6.3.3 | Analiza și interpretarea rezultatelor obținute |)7 |
| | 6.4 | Caracte | rizarea aspectelor de noutate și originalitate ale modelării parametrice realizate în studi | ul |
| | | doctora | 1 | 0 |
| | 6.5 | Concluz | ziile capitolului21 | 1 |
| 7. | | CONC | LUZIILE STUDIULUI DOCTORAL | 3 |
| Bib | liogr | afie | | 9 |
| Ane | exe: | Descrie | rea programelor MATLAB construite pentru prelucrarea rezultatelor și obținerea ecuațiile | or |
| para | amet | rice MFI | NN | 51 |

Lista de lucrări

Articole reviste cotate ISI:

- 1. Livia Stoica, Vasile Radu, Alexandru Nitu, Ilie Prisecaru, "Development of a model for the crack initiation and growth simulation of the structural materials under liquid metal embrittlement conditions", *Journal of Science and Arts, No.3*(56), pp.831-844, 2021, Physics Section, ISSN: 1844-9581. *Notă: Conține rezultate parțiale din cercetările proprii ale tezei de doctorat.
- 2. L.-N. Stoica, V. Radu, A.I. Niţu, I. Prisecaru, "Study of the Structural Mechanical Behavior in Liquid Lead Environment for the ALFRED Generation IV Reactor", 2021 10th International Conference on ENERGY and ENVIRONMENT (CIEM), 2021, PP1-4, DOI: 10.1109/CIEM52821.2021.9614891; *Notă: Conține rezultate parțiale din cercetările proprii ale tezei de doctorat.
- 3. Livia Stoica, Alexandru Nitu, Vasile Radu, "Study on the Mechanical Properties of Generation IV Innovative Materials by Non-standardized Method", *Romanian Journal of Physics, Volumul 65, Numărul 5-6, 904 (2020).*
- 4. Alexandru Nitu, **Livia Stoica**, Vasile Radu, "Development of the fracture toughness methodology for the small tubes used in the generation IV reactors", U.P.B. Sci. Bull., Series B, Vol. 82, Iss. 1, 2020 ISSN 1454-2331.

Articole în reviste/conferințe naționale/internaționale:

- 5. Livia STOICA, Vasile RADU, Alexandru NITU, Viorel IONESCU, Denisa TOMA, "A new approach to obtain Ramberg-Osgood constitutive equation for materials used in structural components of nuclear reactors", *Journal of Nuclear Research and Development*, 2021, ISSN 2247-191X, ISSN-L 2247-191X, No.20, May.
- 6. Livia STOICA, Vasile RADU, Alexandru NIȚU, Denisa TOMA, Valentin OLARU, "A Critical Review of the Liquid Metal Embrittlement Models as Support for Generation IV Materials Damage Analysis", *The* 13th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education, 26-28 May 2021 Piteşti, România.
- V. Olaru, E. Matei, A. Nitu, L. Stoica, D. Toma, M. Matei, "Mechanical fatigue tests of SEU-43 fuel bundle cladding at 400°C", *EMERG 2021 ISSN 2668-7003 ISSN-L 2457-5011 - Vol. 7, Issue 1, pp. 151-158 (2021)*, DOI: 10.37410/EMERG.2021.1.12.
- 8. Vasile RADU, Livia STOICA, Denisa TOMA, Valentin OLARU, "Study on the Integration of the Creep Law from Artificial Neural Network Methodology in the Delayed Hydride Cracking Assessment of the CANDU Pressure Tubes", *Journal of Nuclear Research and Development, No.22, December 2021.*
- 9. V. Ionescu, V. Cojocaru, Al. Nitu, L. Stoica, V. Olaru, D. Toma, "Study To Set Up The Experimental Facility For The Ultrasonic Measurements In The Liquid Lead", *Journal of Nuclear Research and Development, No.22, December 2021.*
- Vasile RADU, Livia STOICA, Alexandru NIŢU, Denisa TOMA, Valentin OLARU, "Study to assess the ductile fracture in Zr-2,5%Nb by J-Integral with the Finite Element Method using the Gurson-Tvergaard-Needleman Model", *The 13th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education*, 26-28 May 2021 Piteşti, România.
- 11. Viorel IONESCU, Virgil COJOCARU, Denisa TOMA, Alexandru NIŢU, **Livia STOICA**, Valentin OLARU, "Study to set up the experimental facility for the ultrasonic measurements in the liquid lead", *The* 13th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education, 26-28 May 2021 Piteşti, România.
- 12. Alexandru NIŢU, Laurențiu AIOANEI, Andrei VÎLCU, Vasile RADU, Marian HOROROI, Viorel IONESCU, Livia STOICA, Denisa TOMA, Valentin OLARU, "Control System Development for Liquid Lead Testing Installation", *The 13th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education, 26-28 May 2021 Piteşti, România.*
- 13. Denisa TOMA, Alexandru NIȚU, Laurențiu AIOANEI, Andrei VÎLCU, **Livia STOICA**, Alexandru Florea, Valentin OLARU, Ionescu VIOREL, "Study on the Development, Implementation and Analysis of Software Programs for the Acquisition and Control of Working Parameters for the Experimental Test Facility in Liquid Lead Environment", *The 13th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education, 26-28 May 2021 Pitești, România.*
- 14. V. Radu, Livia Stoica, V. Olaru, Al. Nitu, V. Ionescu, M. Mihalache, "Analysis of Creep-Induced Strains and Stresses in the V Notches Process Zone from the CANDU Pressure Tubes", *Journal of Nuclear Research and Development, No. 19, May 2020, ISSN 2247-191X, ISSN-L 2247-191X.*

- 15. V. Ionescu, V. Radu, Al.Nitu, Livia Stoica, V. Olaru, M. Mihalache, D.Toma, "Study on Establishing the Cracking Criterion due to Mechanical Overload of the Zr-2.5%Nb Pressure Tube Specimens with Volumetric Flows", *Journal of Nuclear Research and Development, No. 19, May 2020, ISSN 2247-191X, ISSN-L 2247-191X.*
- 16. L. Stoica, V. Radu, "Fatigue crack initiation at complex flaws in hydride Zr-2.5% Nb samples from CANDU pressure tubes", *The 9th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education 18-20 May 2016 Piteşti, România.*
- 17. L. Stoica, S. Valeca, Al. Nitu, "Failure analysis on CANDU structural materials by DHC mechanism", *The* 8th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education 27-29 May 2015 Pitești, România.
- 18. L. Stoica, S. Valeca, Al. Nitu, "Studiul proprietatilor mecanice ale aliajului Zircaloy-4 prin metoda *ring* tensile test", Conferinta Stiintifica de Cercetare-Dezvoltare cu participare internationala "Cunoasterea pentru dezvoltarea sistemelor de energie regenerabila", Pitesti, 27-28 martie 2015.

Abstract

În cadrul studiului doctoral au fost realizate teste mecanice experimentale pe oțelul 316L, întro abordare sistematică, în mediile plumb lichid si aer la temperaturile de interes pentru demonstratorul ALFRED (Reactorul Demonstrator European Răcit cu Plumb), care va fi construit la RATEN ICN, România. A rezultat o matrice complexă de date experimentale pentru analiza fenomenului de fragilizare cu metale lichide – Liquid Metal Embrittlement (LME). Totodată, a fost realizată o analiză complexă a matricelor experimentale: analize numerice cu MATLAB, analize microstructurale si analize SEM. Comportarea elasto-plastică a unui material ductil sub solicitare uniaxială în tracțiune în mediile aer și plumb topit a fost caracterizată prin ecuatii constitutive de tip Ramberg - Osgood. A fost propusă o metodă nouă de obtinere a coeficientilor ce definesc ecuatia constitutivă Ramberg – Osgood. Un aspect original al studiului doctoral privind efectul LME îl constituie utilizarea metodei Retelei Neuronale Multistrat Unidirectionale, la prelucrarea datelor experimentale. Astfel, se obtin functii de predictie pentru parametrii ecuației Ramberg - Osgood, având ca variabile de intrare: temperatura de testare, viteza de deformare, limita de curgere, rezistența la rupere. În cadrul contribuțiilor proprii ale studiului doctoral este redată o aplicație complexă de utilizare practică a rezultatelor pentru integritatea structurală. Aceasta constă în implementarea unui model pentru a evalua initierea si propagarea fisurilor în condițiile LME pe oțelul inoxidabil austenitic 316L, utilizând metoda elementului finit într-un soft specializat de mecanica ruperii. Rezultatele studiului doctoral vor fi utilizate practic în cadrul activitătilor de analiză a integrității structurale, efectuate cu ajutorul diverselor coduri de calcul pentru evaluările demonstratorului ALFRED.

Cuvinte cheie: fragilizarea cu plumb lichid, teste de tractiune, analize microstructurale, ecuații constitutive, metoda rețelelor neuronale artificiale, integritatea structurală.

1. INTRODUCERE

Disponibilitatea resurselor energetice, schimbările climatice, calitatea aerului și securitatea energetică configurează un rol tot mai important pentru energia nucleară în viitoarele surse de energie. În timp ce actualele proiecte ale centralelor nucleare de Generația II și III asigură o aprovizionare electrică și public acceptabilă din punct de vedere economic pe multe piețe, progresele suplimentare în proiectarea sistemului de energie nucleară pot lărgi oportunitățile de utilizare a energiei nucleare. Pentru a explora aceste oportunități, guvernele, industria și centrele de cercetare din întreaga lume au început o analiză complexă a posibilităților privind dezvoltarea sistemelor de energie nucleară de generație următoare, cunoscută sub numele de "Generația IV" [1].

Energetica nucleară de "Generație IV" vine cu un răspuns precis și practic la cererea de energie nucleară curată și sigură. Cerințele societății moderne, exprimate ca parametrii ai dezvoltării durabile sunt pe deplin satisfăcute de aceste sisteme energetice noi. În cadrul reactoarelor nucleare din generația IV, opțiunea europeană este dezvoltarea sistemelor răcite cu metale lichide (sodiu sau plumb) sau răcite cu gaz. Eforturile României în domeniu sunt integrate în cercetarea comună cu centre de cercetare și parteneri de prestigiu din Italia, Germania, Belgia, Spania, Suedia și Cehia. Concurența tehnologică este foarte strânsă, iar activitatea de cercetare/dezvoltare din domeniul generației IV din UE are concurență puternică în acest domeniu din Rusia și SUA [2].

Fenomenul de "fragilizare cu metal lichid" ce se poate manifesta în unele configurații de reactoare de Generație IV este un fenomen complex care depinde puternic de cuplul specific solid – lichid. Acest fenomen poate conduce la fragilizarea unor metale, care sunt ductile în aer și pot deveni fragile în contact îndelungat cu anumite metale lichide. Există în literatura de specialitate multe studii teoretice și experimentale dedicate fragilizării cu metale lichide (Liquid Metal Embrittlement - LME) cu scopul de a înțelege mecanismele de bază și de a dezvolta modele cât mai fiabile astfel încât să se evite fenomenul LME în proiectele reactoarelor de Generație IV.

Romania, prin RATEN ICN Pitești, este implicată în construcția demonstratorului ALFRED (Advanced Lead Fast Reactor European Demonstrator), care are la bază răcirea cu plumb topit, ceea ce reprezintă și motivația acestei lucrări de a pune accentul pe problematica fragilizării materialelor structurale specifice acestui tip de reactor.

In urma celor menționate anterior, obiectivele studiului doctoral sunt următoarele:

- Prezentarea problematicii utilizarii plumbului topit utilizat ca agent de racire in reactoarele de generatie IV;

- Analiza critica a modelelor elaborate in literatura de specilaitate privind mecanismele de fragilizare cu metale lichide;

- Realizarea de teste experimentale de tracțiune, comparative, in mediiile aer si plumb topit, pe probe confectionate din otelul 316L, in vederea evidentierii mecanismului LME determinat de plumbul topit;

- Realizarea unui atlas de analize metalografice si SEM, pe probele rezultate in urma testelor experimentale, pentru evidențierea caracteristicilor de rupere induse de fragilizarea LME a plumbului asupra otelului 316L;

- Dezvoltarea unei metode noi de obtinere a paramerilor ecuatiei constitutive tensiune mecanica – defromare, de tip Ramberg – Osgood, in vederea utilizarii acestea in analizele de integritate structurala;

- Dezvoltarea unui model parametric, bazat pe retea neuronala artificiala, de tip "Reţea Neuronală Multistrat Unidirecțională", pentru obtinerea unor ecuatii analitice a parametrilor ecuatiei Ramberg – Osgood, care să cuprindă urmatorii parametri drept input: temperatura, viteza de deformare, limita de curgere, rezistența la rupere; Modelul are utilitate practică in analizele de integritate structurala a diverselor componente din reactorul ALFRED;

- Dezvoltarea unei aplicații a cercetărilor proprii prin utilizarea ecuației Ramberg – Osgood cu parametri obținuți în lucrare pentru o analiză de mecanica ruperii. Aceasta analiză are în vedere inițierea și propagarea unei fisuri în oțelul austenitic 316L în mediul plumb lichid. Analiza este efectuată cu softul specializat de mecanica ruperii, FEACrack, care utilizează metoda elementului finit

pentru analiza câmpului de tensiuni mecanice din material, iar procesul de inițiere și propagare a fisurii se bazează pe modelul Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN).

- Intercompararea rezultatelor studiului doctoral cu date similare disponibile din literatura de specialitate.

<u>Teza de doctorat este **structurată** pe șapte capitole, organizate dupa modelul Experimente – Analize – Modelare - Aplicații. În continuare este redată o descriere succintă a obiectivelor fiecărui capitol.</u>

Capitolul I face o introducere în subiectul tezei, contextul științific în care se desfășoară demersul științific al lucrării, precum și motivația studiului doctoral.

În Capitolul II este tratată problematica compatibilității materialelor structurale cu plumbul lichid în reactoarele de Generatie IV, vizat fiind demostratorul ALFRED ce va fi contruit la RATEN ICN Pitești. Se are în vedere cel mai important mecanism de defectare ce poate apare la reactoarele răcite cu plumb topit și anume fragilizarea indusă tip LME la contactul metal lichid-metal solid.

Conținutul Capitolului III are în vedere o prezentare amănunțită a principalelor modele propuse în literatura de specialitate privind declanșarea mecanismului LME la contactul dintre diverse metale lichide cu metale solide, cea mai mare parte fiind modele micromecanice. Totodată, în acest capitol este făcută o evaluare critică a acestor modele, cu sublinierea beneficiilor si a limitărilor acestora. În capitol sunt prezentate și direcțiile preconizate ale cercetărilor proprii.

Capitolul IV cuprinde descrierea facilităților experimentale dezvoltate pentru realizarea experimentelor și a analizelor privind testare la tracțiune a oțelului 316L, în mediul aer și mediul plumb topit. De asemenea, sunt menționate metodele și recomandările privind testarea în mediul plumb topit, pentru pregătirea probelor, stabilirea condițiilor de testare. Cele două instalații, Walter + Bai (pentru testarea în mediul aer) și Instron (pe care au fost dezvoltate facilități de testare în plumb topit), sunt prezentate punând în evidență specificațiile de testare (viteza de deformare, temperatura, etc).

În Capitolul V se face evaluarea și interpretarea rezultatelor obținute. Se au în vedere curbele experimentale tensiune mecanică – deformare în aer și plumb topit, analizele metalografice prin microscopie optică și analizele SEM ale suprafețelor de rupere. Sunt evidențiate caracteristicile de tip ductil-fragil apărute, precum și corelarea analizei rezultatelor obținute cu cele similare din literatura de specialiate.

Capitolul VI, conține partea orginală a cercetărilor din studiul doctoral, dedicată evaluării parametrice a fenomenului de fragilizare în mediul plumb topit a oțelului 316L. Astfel, se propune o metodă nouă de obținere a parametrilor ecuației constitutive Ramberg – Osgood, care redă comportarea mecanică tensiune-deformare în domeniul elasto – plastic sub deformarea de solicitare în tracțiune. Totodată, se propune o metodă originală de prelucrare a datelor experimentale obținute în cadrul matricilor de testare, prin prelucrare cu metoda rețelelor neuronale artificiale, în vederea obținerii unor ecuații analitice pentru dependența parametrilor ecuației Ramberg – Osgood în funcție de condițiile de testare. În finalul capitolului este redată o aplicație de mecanica ruperii, privid fragilizarea de tip LME a oțelului 316L în plumb topit, utilizând un model micromecanic (Gurson – Tvergaard – Needleman) și metoda elementului finit cu soft-ul FEACrack.

Capitolul VII este dedicat concluziilor studiului doctoral.

Rezultatele studiului doctoral vor fi utilizate practic în cadrul activităților de analiză a integrității structurale, efectuate cu ajutorul diverselor coduri de calcul, ce vor fi utilizate în evaluările demonstratorului ALFRED, care va fi construit la RATEN ICN Pitești, România.

2. PROBLEMATICA COMPATIBILITĂȚII MATERIALELOR STRUCTURALE CU PLUMBUL LICHID ÎN REACTOARELE DE GENERAȚIE IV

Utilizarea metalelor lichide grele, în special a plumbului sau a aliajelor de plumb în stare lichidă (în primul rând LBE – Lead Bismuth Eutectic), în cadrul conceptului reactorului rapid de Generație IV (LFR) necesită o evaluare a compatibilității acestora cu materiale structurale, având în vedere spectrul de neutroni rapizi. Cu toate că țările occidentale au experimentat reactoare rapide răcite cu sodiu,

expertiza privind compatibilitatea oțelurilor inoxidabile cu sodiu nu este transferabilă la plumb și aliajele sale, datorită diferențelor semnificative în proprietățile lor fizice și metalurgice.

Plumbul topit sau aliajul de plumb este coroziv față de materialele structurale. Parametrii principali având ca impact viteza de coroziune a oțelurilor sunt: *natura oțelului (partea materială), temperatura, viteza de curgere a metalului lichid și concentrația de oxigen dizolvat în plumb topit.* O măsură care poate fi adoptată pentru a reduce pierderea de elemente din aliajul de oțel (de obicei nichelul, care este o componentă a oțelului inoxidabil austenitic și dizolvat în plumbul topit) este de a menține o cantitate controlată de oxigen dizolvat în topitură. Oxigenul dizolvat formează un strat de oxid metalic pe suprafețele de oțel în contact cu plumbul care protejează oțelul la dizolvare și reîmprospătează stratul de oxid metalic în caz de eroziune de către metalul greu care curge.

Experiența câștigată cu reactoarele rapide răcite cu metale lichide în țări industrializate și anume expertiza privind compatibilitatea oțelurilor inoxidabile cu sodiu nu poate fi transferată către plumb și aliajele sale, datorită diferențelor semnificative a proprietăților lor fizice și metalurgice [3].

Fenomenul de *fragilizarea cu metal lichid* (LMÉ – Liquid Metal Embrittlement) constă în reducerea ductilității și a rezistenței unui aliaj metalic, care este în mod normal ductil, atunci când el este supus unei tensiuni mecanice în timp ce se află în contact cu un metal lichid care are proprietatea de "a umecta" aliajul respectiv.

Deteriorarea prin LME poate avea loc într-o componentă structurală pornind de la o fisură deja prezentă în situația în care componenta este deja udată de metalul lichid. Această fisură se va propaga ulterior prin restul de material până la rupere. În literatura științifică este menționat faptul că în materialele reale există situații în care unele microfisuri rămân stabile deși sunt în contact cu metalul lichid (Pb), în timp ce alte fisuri devin instabile și se vor dezvolta sub influența atomilor de fragilizare ce vor umple fisura până la vârful acesteia. Ca și premise, pentru a se produce și constata efectul LME, în literatură sunt menționate următoarele aspecte:

- Contactul direct la scara atomică a fazei solide și faza metalului lichid fragilizant (interpretat din punct de vedere fizic ca "umectare");
- Aplicarea unei tensiuni mecanice suficiente, care deși la scară macroscopică este sub limita de curgere, la scară microscopică la nivelul fisurii/defectului va produce deformări plastice;
- Existența unor concentratori de tensiune mecanică sau preexistența unor obstacole pentru deplasarea dislocațiilor.

Trebuie remarcat faptul că nu există încă un consens asupra metodelor de utilizat în ceea ce privește elementele de bază pentru înțelegerea mecanismelor principale sau a aplicațiilor de inginerie. Astfel, fragilizarea cu metal lichid este un fenomen complex ce necesită o abordare inter-disciplinară, descrisa in continuare.

- Procesele fizico-chimice pentru interacția dintre lichid / solid și transportul atomilor fragili. Transportul în masă și interacțiunea atomilor fragili sunt, în cele mai multe cazuri, controlate de viteza cu care se propagă fisurile. Cele două mecanisme principale sunt adsorbția atomilor lichizi la concentratorii de tensiune, dizolvarea și condensarea atomilor solizi. "Adsorbția atomilor lichizi la vârful fisurii" este, în general, mai acceptată decât "dizolvarea / difuzia / re-precipitarea atomilor solizi" și a avut mai mult succes în prezicerea mecanismului LME. Prioritatea constă într-o mai bună înțelegere și consens a acestor procese.
- Schimbările proprietăților mecanice și fizice ale metalului solid au fost induse de interacția lichid/solid. Aceasta poate fi, de exemplu, schimbarea forței de coeziune sau a forței de forfecare. Unele modele nu abordează acest lucru în mod specific.
- Formarea şi propagarea fisurii. Modelele analizate in studiul doctoral abordează în principal acest lucru. Dintre modelele LME analizate, doar modelul GBEPM (Grain Boundary Embrittlement and Penetration Models) abordează inițierea fisurilor și ar putea fi folosit ca punct de plecare, cu condiția ca fisurile să fie intergranulare.

Fragilizarea cu metal lichid este un fenomen deosebit de complex care depinde puternic de cuplul specific solid / lichid și mai mult decât atât, LME pentru un cuplu solid / lichid dat poate invoca mai multe mecanisme concurente.

Factorii care influențează mecanismul de fragilizare cu metalul lichid (plumb topit) sunt: compoziția chimică a metalului solid și lichid, mărimea de grăunte a metalului solid, temperatura de lucru, viteza de deformare, tensiunea mecanică, condițiile de pre-expunere înainte de testare, gradul de umectare.

Tehnologia de control al oxigenului a fost aplicată cu succes în sistemele de răcire cu plumb lichid și plumb-bismut pentru coroziunea materialelor structurale. Dezvoltarea controlului și monitorizării chimice a metalelor lichide grele este una din problemele critice pentru sistemele nucleare care utilizează aliajele de plumb fie ca țintă de spalare, fie ca agent de răcire din punct de vedere al controlului contaminării, precum și din punct de vedere al coroziunii.

Factorii importanți care afectează coroziunea metalelor lichide includ factorii operaționali, metalurgici și tehnologici [4].

3. ANALIZA CRITICĂ A MODELELOR ELABORATE ÎN LITERATURA ȘTIINȚIFICĂ PENTRU DESCRIEREA MECANISMULUI DE FRAGILIZARE CU METALE LICHIDE

Printre modelele promițătoare propuse în literatura de specialitate pentru a ține cont de natura fenomenului LME, amintim: modelul de reducere a energiei de suprafață, modelul de adsorbție care induce reducerea coeziunii, modelul de creștere a emisiei de dislocatii, modelul de ecruisare îmbunătățit, modelul de dizolvare-condensare, modelul de plasticitate localizată și modelul de pătrundere a limitei de grăunte. Aceste modele LME au fost descrise în funcție de principalele idei, avantaje, limitări și controverse, în tabelul 1.

| Model | Principalele caracteristici | Suport pentru model | Limitări |
|---------------------|---|--|---|
| Reducerea energiei | Abordare termodinamică bazată | - Suport experimental | - Lipsa de date despre energia |
| de suprafață (RSE) | pe reducerea energiei de suprafață | - Poate avea în vedere calitativ | de suprafață împiedică |
| | pentru rupere în medii metalice | efectele multor observații | cuantificarea fragilizării |
| | lichide | experimentale, de ex. temperatura, | - Nu ia în considerare |
| | - Defectarea este de obicei | viteza de deformare și mărimea de | mecanismele de fragilizare la |
| | intergranulară | grăunte | scară atomică |
| Adsorbtia care | - Adsorbția metalului lichid | - Poate avea în vedere calitativ | Dificil de cuantificat |
| induce reducerea | reduce rezistența coeziunii pe | efectele multor observații | - Nu se pot explica mai multe |
| coeziunii (AICRM) | planurile atomice | experimentale, de ex. temperatura, | observații experimentale |
| | - Defectarea se produce prin clivaj | viteza de deformare și mărimea de | |
| | transgranular sau intergranular | grăunte | |
| | | - Suport fractografic | |
| Creșterea emisiilor | - Adsorbția atomilor de metale | - Suport experimental | Fără analize matematice |
| de dislocații (EDE) | lichide facilitează nuclearea și | Suport fractografic puternic | - Pe baza analizelor |
| | mișcarea dislocațiilor | - Multe asemănări cu alte fenomene | fractografice dificil și complicat |
| | - Defectarea se produce prin | de fisurare promovată de mediu | de efectuat |
| | coalescență micro-ductilă | | - Lipsa de suport independent |
| | localizată | | |
| Creșterea | - Adsorbția atomilor de metale | - Suport experimental pentru | Fără analize matematice |
| ecruisării datorită | lichide facilitează nuclearea și | cresterea discontinuă a fisurii | - Lipsa de suport experimental |
| LME (EWH) | mișcarea dislocațiilor | - Poate avea în vedere calitativ | pentru ecruisarea îmbunătățită |
| | - Activarea mişcării dislocațiilor | efectele multor observații | |
| | are ca rezultat ecruisarea și elimină | experimentale, de ex. temperatura, | |
| | plasticitatea | viteza de deformare și mărimea de | |
| | - Fisurarea este intermitentă | grăunte | |
| Plasticitatea | - Metalul lichid difuzează de-a | - Prezice corect că ruperea LMIE este | - Nu poate ține cont de ruperea |
| localizată ce | lungul limitei de grăunți înaintea | însoțită de o plasticitate extinsă | transgranulară sau fractura de |
| favorizează LME | vârfului de fisură și reacționează | - Analiza matematică a arătat că | cristale unice în LME |
| (Hancock&Ives) | cu matricea de dislocații pentru a | fisurarea rapidă LMIE este posibilă | - Lipsa suportului experimental |
| | reduce tensiunea de rupere | în aceste condiții | pentru conceptul de difuzie a |
| | | - Poate avea în vedere calitativ | metalelor lichide înainte de |
| | | efectele multor observații | vârful fisurii |
| | | experimentale, de ex. temperatura, | |

 Tabelul 1. Principalele caracteristici ale modelelor existente pentru LME [5]

| | | viteza de deformare și mărimea de grăunte | |
|--|--|--|---|
| Dizolvare – condensare (DCM) | - Creșterea fisurilor se face prin dizolvarea asistată de tensiune a metalului solid în metalul lichid la vârful fisurii | - Suport experimental limitat | Lipsa de suport experimental Prezice dependența greșită a LME de compoziția metalelor lichide |
| Pătrundere la limita de grăunți (GBPM) | Difuzia promovată de tensiune a metalului lichid de-a lungul limitelor de grăunți înaintea vârfului de fisură Prezența fragilizantului înainte de vârful fisurii creşte dificultățile de alunecare şi reduce rezistența la fisurare | - Poate avea în vedere calitativ efectele multor observații experimentale, de ex. temperatura, viteza de deformare și mărimea de grăunte | Fără analize matematice Lipsa suportului experimental pentru conceptul de difuzie a metalelor lichide înainte de vârful fisurii Nu poate ține cont de ruperea transgranulară sau ruperea în cristale prin LME |

Deoarece niciunul dintre modele nu poate simula în totalitate toate observațiile experimentale, ele nu pot fi complete, admițând îmbunătățiri sau actualizări. Diversitatea modelelor și predicțiile făcute de fiecare model reflectă rezultatele experimentale pe baza cărora au fost realizate investigațiile. În plus, sunt întâlnite multe dificultăți în testarea experimentală pentru punerea în evidență a efectului LME, care împiedică dezvoltarea unui model unificat, care să poate face predicții pentru toate situațiile întâlnite în realitatea practică.

Temperaturile ridicate necesare testării LME în unele sisteme metalice au condus la utilizarea unor tehnici simple, de obicei de încercare la tracțiune uniaxiala, în studiul LME. Acest lucru este valabil în special în cazul sistemelor importante din punct de vedere industrial în care se întâlnește frecvent fragilizarea prin plumb, zinc și staniu [5]. În aceste teste, nu este întotdeauna posibilă separarea proceselor de inițiere și propagare a fisurilor. Drept urmare, mecanismele prin care aceste procese se declanșează nu au fost încă stabilite în mod clar. Aplicarea conceptelor de mecanica ruperii la studiul LME ar trebui să permită o distincție mai clară între inițierea fisurilor și propagarea și, prin urmare, să conducă la o mai bună înțelegere a fenomenului LME.

Examinarea metalografică și fractografică a suprafețelor de rupere LME se pot dovedi utile și în interpretarea proceselor de fragilizare. Cu toate acestea, dificultățile întâmpinate în pregătirea și analiza acestor suprafețe au împiedicat înțelegerea micro-mecanismelor de defectare. Suprafețele de rupere LME sunt de obicei acoperite cu o peliculă de metal lichid, care poate masca detalii grafice importante. Metodele fizice și chimice de curățare nu s-au dovedit deosebit de reușite și pot duce la denaturarea sau eliminarea detaliilor fine. Reacțiile dintre metalul lichid și metalul de bază pot conduce, de asemenea, la formarea sau coroziunea compusului intermetalic, care poate schimba complet suprafețele de rupere.

În cele din urmă, LME este considerat în general un fenomen de suprafață și, ca atare, este necesară o cunoaștere minuțioasă a condițiilor suprafeței pentru a înțelege procesul LME. Prin urmare, starea de tensiune, geometria, compoziția și structura straturilor de suprafață și a interfeței solid / lichid și efectele adsorbției de metale lichide asupra acestora trebuie stabilite, înainte de a se înțelege mai clar LME. În acest sens, progresele recente în știința suprafeței și în tehnicile și echipamentele analitice disponibile pentru studiul acestor variabile ar trebui să permită o investigare mai completă a acestui fenomen.

Pentru a ține cont de fenomenul LME în cazul proiectării și funcționării reactoarelor nuclearoenergetice, care utilizează drept agent de răcire metale lichide grele, este nevoie de o abordare practică de tip ingineresc, utilizabilă în analizele structurale pe materiale inovative de Generație IV, cu ajutorul codurilor de calcul specifice acestei problematici. În principiu, pentru evaluările LME, este dificil să se separe abordarea mecanicistă de cea inginerească, deoarece efectul LME este cuplat în mod inerent cu transportul de fragilizare și mecanismul de rupere.

Una din abordările LME constă în realizarea unor teste comparative în mediu metal lichid în raport cu teste identice realizate în aer, prin care să fie decelat efectul LME asupra proprietăților de material. După aceea trebuie luată în considerare transferabilitatea dintre LME, pentru un test standard, la o componentă ce lucrează în condiții specifice reactorilor de Generație IV.

Din testele planificate în cadrul lucrării, testele de tracțiune la diverse viteze de deformare, inclusiv cu viteză mică de deformare (tip Slow Strain Rate Testing – SSRT), predicția LME va fi realizată prin studiul influenței mediului metal lichid asupra caracteristicilor constitutive tensiune

mecanică-deformare. Acest lucru se va realiza cu metodele fizico-matematice, descrise în teza de doctorat.

4. DESCRIEREA FACILITĂȚILOR EXPERIMENTALE DEZVOLTATE PENTRU PROGRAMUL DE TESTARE A MATERIALELOR STRUCTURALE DESTINATE INTERACȚIEI CU PLUMBUL TOPIT

În cadrul acestui capitol au fost prezentate încercările mecanice efectuate în cadrul tezei de doctorat, pentru caracterizarea efectului LME asupra oțelului 316L, prin teste comparative de tractiune realizate în aer și în plumb topit. Rezultatele complete vor fi prezentate și analizate într-un capitol separat al tezei de doctorat.

Trebuie menționat faptul că testele mecanice de tracțiune au fost teste mecanice efectuate la viteze de deformare a probelor, care să se apropie de caracteristile testelor de tip SSRT. Acest tip de teste, recomandat de ASTM G 129-00 [6], oferă posibilitatea punerii în evidență a influenței mecanismelor LME asupra proprietăților de material rezultate în urma testării. Pentru acest gen de teste au fost utilizate instalațiile existente în cadrul RATEN ICN Pitești, colectiv Proprietăți Termo-mecanice și Microstructurale, cărora li s-au adus îmbunătățiri consistente în vederea efectuării testelor mecanice în mediu plumb topit.

Instalația INSTRON utilizată pentru realizarea testelor efectuate în mediul plumb topit

Instalația experimentala cu ajutorul căreia s-au realizat testele de tracțiune este o Mașină de Încercări Mecanice INSTRON, pentru care s-au dezvoltat facilități suplimentare, care să permită testarea în mediul plumb topit. Aceasta are o capacitate maximă de solicitare mecanică a celulei de forță de 25 kN, trei extensometre cu lungimea activă de 10, 25, respectiv 50 mm și prezintă o acuratețe de măsurare de 0,5%.

Cu ajutorul facilităților experimentale dezvoltate pe mașina de tracțiune INSTRON se pot realiza încercări la tracțiune uniaxială într-o configurație bazată pe un creuzet ce conține în condiții statice, plumb lichid, cu temperaturi de până la 450°C. Până la momentul realizării testelor de tracțiune pentru prezenta teză de doctorat nu s-a implementat încă un sistem de monitorizare a oxigenului dizolvat în plumbul topit. Întreaga configurație experimentală implementată pentru testarea în plumb topit, împreună cu mașina de tracțiune INSTRON, sunt prezentate în figurile 1, 2, 3, 4.

Părțile principale ale instalației sunt: sistemul de încălzire, creuzetul pentru plumb topit și ansamblul de fixare a probei, tija de tragere a mașinii, sistemul de încercare la tracțiune Instron.





Figura 1. Instalația experimentală de testare în mediul cu plumb lichid



Figura 3. Creuzetul pentru plumbul topit



Figura 4. Sistemul de prindere pentru testarea mecanică

Instalația WALTER+BAI utilizată pentru realizarea testelor efectuate în mediul aer

Instalația cu ajutorul căreia s-au realizat testele în aer, la temperaturile de interes, este o Mașina Universală de Încercări Mecanice, Servo-Hidraulică, Walter+Bai (figura 5). Această mașină are posibilitatea realizării testelor atât la temperatura mediului ambiant cât și în condiții de temperatură. Pentru realizarea testelor în condiții de temperatură, mașina este dotată cu un cuptor electric – temperatura maximă de funcționare $1200^{\circ}C$ – (figura 6) și o cameră termostatată – temperatura maximă de funcționare $350^{\circ}C$ – (figura 7) ce permite vizualizarea testului on-line (în desfășurare) și de asemenea permite utilizarea video-extensometrului pentru înregistrarea deformării probei.

Sarcina mecanică se măsoară cu ajutorul celulei de forță iar deformarea prin intermediul extensometrului, video-extensometrului sau a LVDT-ului (traductor de deplasare) de pe pistonul mașinii de încercări mecanice.



Figura 5. Mașina de Încercări Mecanice Universală Servo-Hidraulică Walter+Bai



Figura 6. Cuptor electric

Figura 2. Sistemul de încălzire



Figura 7. Cameră termostatată

Instalația de Încercări Mecanice Walter + Bai pentru testarea materialelor în regim static și dinamic are următoarele caracteristici :

- capacitate ±25kN în regim dinamic și 30kN în regim static;
- tipuri de teste- tracțiune, compresiune, încovoiere, oboseală axială, mecanica ruperii;
- tipul de acționare- servohidraulic;
- cursa piston 100mm sau \pm 50mm;
- traductori forță (celula de forță), deplasare (sistem LVDT pe piston), alungire (extensometru);
- software de operare Windows XP;
- pachet software de aplicație Windows DION_{PRO.}
- Camera termostatată pentru testele de mecanica ruperii (figura 7) are următoarele caracteristici :
 - temperatura maxima 350°C, ataşată Maşinii W+B;
 - controler de temperatură pentru menținerea constantă a temperaturii de testare.

Tipul de probă de încercare la tracțiune

Sunt utilizate probe plate din oțel inoxidabil austenitic 316L, de mărime mică pentru testarea mecanică (figura 8).



Figura 8. Proba de 316L utilizată pentru testarea mecanică

5. EXAMINAREA ȘI INTERPRETAREA REZULTATELOR OBȚINUTE ÎN TESTELE EXPERIMENTALE EFECTUATE ÎN MEDIILE AER ȘI PLUMB TOPIT

Acest capitol cuprinde analizele microstructurale (microscopie optică și SEM) ale probelor supuse testelor de tracțiune efectuate în aer și mediul plumb topit la trei temperaturi de interes și trei viteze de deformare, teste realizate în conformitate cu cerințele ASTM E8 [7] și ASTM G 129-00 [6].

În finalul capitolului se face o analiză comparativă a unor rezultate, obținute în literatura de specialitate, privind fragilizarea oțelului 316L în plumb bismut eutectic (LBE), cu rezultatele semnificative obținute în teza de doctorat, care scoate în evidență susceptibilitatea la LME a comportării mecanice pentru probele testate în plumb topit.

Rezultatele tuturor testelor de tracțiune, conform matricei de testare, vor fi prelucrate sub forma ecuațiilor constitutive de tip Ramberg – Osgood, fapt care va constitui contribuția originală a tezei de doctorat cu privire la susceptibilitatea LME în comportarea mecanică a oțelului 316L în plumb topit.

În tabelele de mai jos (tabelul 2 și tabelul 3) este redată matricea de testare în mediul aer, respectiv în mediul plumb topit, a probelor confecționate din oțelul austenitic 316L și parametrii ce definesc ecuația Ramberg-Osgood. Ecuația de deformare de tip Ramberg-Osgood [8] care va fi utilizată în cadrul tezei de doctorat, are forma utilizată de softul de analiza a parametrilor de mecanica ruperii prin metoda elementului finit FEACrack [9]. Astfel, forma ecuației Ramberg-Osgood pe care vor fi aproximate/fitate datele experimentale este următoarea:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{1/n} \tag{1}$$

unde:

 σ_0 – este tensiune de referință, care de regulă este dată de limita de curgere ($\sigma_{0,2}$);

 ε_0 – deformarea de referință ($\varepsilon_0 = \sigma_0/E$, unde E – modulul de elasticitate Young), ($\varepsilon_{0,2}$);

n – exponentul de ecruisare;

 α - coeficientul de material.

| Temperatură (°C) | Cod probă | Viteza de deformare mică (V1 - SSRT) $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$ | Cod probă | Viteza de deformare medie (V2) $\dot{\varepsilon} = 1, 6 \times 10^{-4} s^{-1}$ | Cod probă | Viteza de defomare mare (V3) $\dot{\varepsilon} = 1, 6 \times 10^{-3} s^{-1}$ |
|---------------------|--------------|---|--------------|---|--------------|---|
| 350 °C | PT36 | | PT33 | | PT30 | |
| 375 °C | PT35 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT32 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT29 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ |
| 400 °C | PT34 | | PT31 | | PT28 | |

Tabelul 2. Matricea de testare în aer

| | Tabelul | 3. | Matricea | de | testare | în | plumb topit |
|--|---------|----|----------|----|---------|----|-------------|
|--|---------|----|----------|----|---------|----|-------------|

| Temperatură | Cod | Viteza de | Cod | Viteza de deformare | Cod | Viteza de defomare |
|-------------|-------|--|-------|---|-------|--|
| (°C) | probă | deformare mică | probă | medie (V2) | probă | mare (V3) |
| | | (V1 - SSRT) | | $\dot{arepsilon}=1$, 6 $	imes$ 10 ⁻⁴ s^{-1} | | $\dot{arepsilon}=1$, 6 $	imes$ 10 $^{-3}s^{-1}$ |
| | | $\dot{\varepsilon} = 5 	imes 10^{-5} s^{-1}$ | | | | |
| | PT7 | | PT4 | | PT1 | |
| 350 °C | PT8 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT5 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT2 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ |
| | PT9 | | PT6 | | PT3 | |
| | PT25 | | PT22 | | PT19 | |
| 375 °C | PT26 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT23 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT20 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ |
| | PT27 | | PT24 | | PT21 | |
| | PR16 | | PT13 | | PT10 | |
| 400 °C | PR17 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT14 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ | PT11 | $\sigma_{0.2}, \sigma_u, n, \alpha$ |
| | PR18 | | PT15 | | PT12 | |

În capitolul destinat prelucrării datelor experimentale și modelării, vor fi valorificate curbele experimentale prin parametrii mecanici definitorii pentru testul de tracțiune (așa cum sunt menționate în matricile de testare.). De asemenea, în cadrul modelării se vor avea în vedere vitezele de deformare, precum și temperaturile de testare ale experimentelor efectuate în aer. Pentru testele de tracțiune efectuate în mediul plumb topit s-a utilizat același tip de probă, ca în mediul aer.

Pentru a evalua efectul LME asupra comportării la tracțiune a probelor din oțel 316L au fost redate câteva rezultate obținute în urma testelor realizate în aer și respectiv în plumb topit.

Pentru temperatura de testare de 350 °C și viteza de deformare de $5 \times 10^{-5} s^{-1}$ (SSRT), în figura 9 este redată o comparație între comportarea probei 316L la tracțiune în aer și plumb topit.

În figura 10 sunt redate curbele de tip ingineresc tensiune mecanică – deformare, obținute la temperatura de testare de 375 °C, și la o viteza de deformare de $5 \times 10^{-5} s^{-1}$.

Pentru temperatura de testare de 400 °C, la aceeași viteză de deformare de $5 \times 10^{-5} s^{-1}$, în figura 11 sunt redate curbele de tip ingineresc tensiune mecanică – deformare, obținute în aer și plumb pentru probele de 316L.



Figura 9. Curbele de tracțiune tensiune – deformare în aer și plumb, 350°C, la o viteză de deformare de $5 \times 10^{-5} s^{-1}$



Figura 10. Curbele de tracțiune tensiune – deformare în aer și plumb, 375°C, la o viteză de deformare de $5 \times 10^{-5} s^{-1}$



Figura 11. Curbele de tracțiune tensiune – deformare în aer și plumb 400 °C, la o viteză de deformare de $5 \times 10^{-5} s^{-1}$

În urma examinării curbelor de tracțiune tensiune mecanică-deformare a probelor testate în aer și plumb topit se pot face următoarele afirmații:

- Se poate observa că pentru temperatura de 350 °C, deși rezistența la rupere scade în plumb față de aer, în ceea ce privește alungirea la rupere, diferența este de doar câteva procente.
- În schimb, pentru temperaturile de 375 °C şi 400 °C se observă, în mod evident, o scădere a ductilității, prin reducerea deformării totale la rupere în mediul plumb topit față de testele efectuate în mediul aer. Acest lucru semnifică faptul că prezența LME nu poate fi neglijată la aceste viteze de deformare în tracțiune. Totodată, se remarcă şi o scădere a rezistenței la rupere pentru testarea în plumb topit, care poate fi atribuită de asemenea efectului LME asupra probelor din 316L, testate la tracțiune de tip SSRT. Prin analiza integrală a tuturor testelor realizate la temperaturile de interes şi la vitezele de deformare specificate, se va permite decelarea efectului LME precum şi modelarea acestuia în ecuațiile constitutive de material.

Trebuie menționat și faptul că realizarea testelor mecanice de tracțiune în plumb topit ridică dificultăți de analiză, datorită incertitudinilor și erorilor posibile în achiziția parametrilor de interes. Acest lucru va fi avut în vedere atunci când se va face prelucrarea datelor în vederea modelării efectului LME asupra comportării oțelului 316L în plumb topit. Evident, analizele de microscopie optică și electronică (SEM) vor completa adecvat ipotezele agresivității LME în cadrul testelor realizate pentru lucrare.

Analize prin microscopie optică

Analizele prin microscopie optică, au fost efectuate în cadrul Laboratorului de Încercări Mecanice, din RATEN ICN Pitesti, utilizând un microscop de tip Zeiss Observer A1m.

În cadrul examinărilor metalografice cu ajutorul microscopului optic a fost pus în evidență aspectul microstructural al mărimii de grăunte în probele de oțel 316L (figura 12). Se poate constata că mărimea de grăunte variază în domeniul 20-100 μ m. Acest lucru este în concordanță cu mențiunea din referința [10].



Figura 12. Aspect metalografic al mărimii de grăunte pe probele testate din oțel inoxidabil 316L

Au fost analizate aspectele metalografice ale comportării la rupere în testele de tracțiune efectuate în aer, respectiv în plumb topit, ce confirmă caracterul propagării frontului de fisurare. În principiu, acest lucru poate confirma caracterul ductil, fragil sau complex al ruperii în secțiune transversală a probelor.

În figura 13 (A), frontul de rupere al fisurării probei testate în aer la 350 °C formează unghiuri de 45° față de direcția de solicitare mecanică, fapt ce caracterizează o comportare ductilă. Pentru probele testate la aceeași temperatură în plumb topit (figura 13 (B)), aspectul frontului de propagare a fisurii este similar, ceea ce semnifică faptul că prezența LME nu poate fi confirmată. Acest lucru este în concordanță cu alungirile la rupere, redate în figura 9, a curbelor de tracțiune.



(A) 350 °C − Aer
 (B) 350 °C − Pb
 Figura 13. Comparație între aspectele metalografice ale fronturilor de rupere pentru probele testate în aer, respectiv plumb la 350 °C

La temperatura de 375 °C, probele testate în aer au aceeași comportare ductilă, analizată anterior, așa cum se poate constata din figura 14 (A). În cazul probelor testate în plumb, la această temperatură, frontul de rupere începe să prezinte aspecte de tip fragil (figura 14 (B)). Acest aspect de tip fragil este redat de segmentul frontului de propagare al fisurii care este perpendicular pe direcția de solicitare mecanică. Trebuie remarcat însă, că în cadrul testării în plumb, frontul fisurii prezintă caracter mixt (ductil-fragil). Se poate presupune că în prima parte a testului de tracțiune, fisura se propagă în mod ductil pentru ca în partea finală, când efectul LME este resimțit de probă prin pătrunderea plumbului în fisura incipientă, ruperea finală să fie de tip fragil. Prezența efectului LME remarcat în figura 14 (B) este în concordanță cu comportarea mecanică în tracțiune (figura 10).



(A) 375 °C – Aer (B) 375 °C - Pb *Figura 14.* Comparație între aspectele metalografice ale fronturilor de rupere pentru probele testate în aer, respectiv plumb la 375 °C

Aspectele menționate anterior sunt accentuate la temperatura de testare de 400°C. Astfel, la testarea în aer aspectul ductil este și mai pronunțat, așa cum se poate remarca în figura 15 (A). Pentru testele în plumb apare evident influența LME asupra frontului de rupere, figura 15 (B), a cărui propagare este predominant perpendiculară pe direcția de solicitare mecanică. Astfel, caracterul de tip fragil al ruperii pune în evidență influența fenomenului LME atât în analiza microstructurală metalografică, cât și în cea a comportării mecanice la tracțiune (figura 11).



(A) 400 °C – Aer

(B) 400 °C - Pb

Figura 15. Comparație între aspectele metalografice ale fronturilor de rupere pentru probele testate în aer, respectiv plumb la 400 $^{\circ}$ C

În urma examinărilor metalografice a probelor testate în aer și plumb topit se pot face următoarele afirmații:

- Aşa cum s-a observat şi din examinarea curbelor de tracțiune la temperatura de 350 °C, comportarea probelor, respectiv a fronturilor de rupere, nu este semnificativ diferită în plumb față de aer. Examinarea metalografică arată o manieră ductilă de propagare a fisurării în cele două medii de testare.
- Pentru temperaturile de 375 °C şi 400 °C s-a observat o modificare semnificativă a caracterului frontului de rupere şi anume, apariția trăsăturilor ce caracterizează o rupere fragilă. Se poate presupune că acest fapt se datorează inițierii mecanismului LME în timpul desfăşurării testelor, îndeosebi la viteze mici de deformare (SSRT). Acest lucru este în concordanță cu observația privind scăderea ductilității, prin reducerea deformării totale la rupere în mediul plumb topit față de testele efectuate în mediul aer.

Analize prin microscopie electronică de baleiaj (SEM)

Pentru analizele SEM, din cadrul tezei de doctorat, s-a folosit microscopul electronic de baleiaj de tip Tescan Vega LMU II, prezent în Laboratorul de Încercări Mecanice din RATEN ICN Pitești.

Din analizele SEM ale probelor testate pentru studiul doctoral, a fost întocmit un atlas de imagini reprezentative organizat pentru fiecare probă astfel:

- O imagine de ansamblu perpendiculară pe suprafața de rupere la o mărire de x150;
- Și trei imagini de profunzime la mărirea de x1000 în trei zone ale suprafeței de rupere.

În felul acesta, vom avea o imagine completă și în detaliu a modurilor de rupere pentru probele testate în aer, respectiv plumb.

Analizele SEM pentru temperatura de 350 °C

Analiza SEM a suprafeței de rupere a unei probe testate în aer este redată în figura 16. Pentru viteza de deformare cea mai scăzută (tip SSRT), se remarcă în toate cele trei zone A, B, C, formarea microcavităților (goluri), iar unele dintre acestea sunt plasate în interiorul unor cavități mai mari de tip cupă-con. Acest mod de rupere este tipic ruperii ductile a metalelor.

Pentru testele efectuate în plumb, pentru viteza de deformare cea mai scăzută (tip SSRT) ,analizele SEM a suprafețelor de rupere (figura 17) arată aceeași morfologie a microcavităților similară cu a testelor efectuate în aer și anume, cavități mari ale căror pereți conțin microcavități (goluri). Acest lucru este în concordanță cu analizele metalografice prin microscopie optică, la această temperatură. Astfel că, se poate remarca faptul că prezența LME datorită plumbului nu este evidențiată nici de analizele SEM.

SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx WD: 25.79 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 50 µn Α WD: 25.69 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx 50 µm Digital Microscopy I В SEM HV: 20.00 kV View field: 1.51 mm SEM MAG: 150 x VEGA\\ TESCAN WD: 25.80 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 200 µm Digital Microscopy Imaging WD: 25.80 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 226.2 µm 50 µm .7 С

Cercetări privind mecanismele de fragilizare a materialelor structurale în mediul plumb topit la reactoarele nucleare de Generație IV

Figura 16. Analize SEM pentru proba PT36, testată în aer, la 350 °C, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$

WD: 26.24 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/03/21 50 um Α M HV: 20.00 kV w field: 226.2 µm M MAG: 1.00 kv WD: 25.97 mm Det: SE Detector Date(m/db): 06/03/21 В SEM HV: 20.00 kV VEGAN TESCAN WD: 26.14 mm mulum View field: 1.51 mm Det: SE Detector 200 µm Digital Microscopy Imaging SEM MAG: 150 x Date(m/d/y): 06/03/21 WD: 26.13 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/03/21 SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx Digita С

Cercetări privind mecanismele de fragilizare a materialelor structurale în mediul plumb topit la reactoarele nucleare de Generație IV

Figura 17. Analize SEM pentru proba PT7, testată în plumb, la 350 °C, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$

Analizele SEM pentru temperatura de 375 °C

Pentru testele de tracțiune efectuate în aer la această temperatură, o suprafață tipică SEM este ilustrată în figura 18, pentru viteza de tip SSRT. Și în această situație, pentru cele trei zone ale suprafeței de rupere observate la mărirea de x1000, morfologia microcavităților este similară celei observate la temperatura de 350 °C. Astfel, se menține caracterul ductil al ruperii specific metalelor.

Pentru testele de tracțiune efectuate în plumb la această temperatură și viteză de deformare (SSRT) (figura 19), apare caracterul mixt ductil-fragil. Astfel, o parte a suprafeței de rupere prezintă microcavități (rupere ductilă), ea fiind mărginită de o zonă cu aspect de microclivaj (figura 31, C). Acest lucru se datorează cu certitudine mecanismului LME provocat de către plumbul topit în timpul testului de tracțiune.



Figura 18. Analize SEM pentru proba PT35, testată în aer, la 375 °C, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$



Figura 19. Analize SEM pentru proba PT25, testată în plumb, la 375 °C, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$

Analizele SEM pentru temperatura de 400 °C

Pentru testele de tracțiune efectuate în aer la această temperatură, o suprafață tipică SEM este ilustrată în figura 20, pentru viteza de tip SSRT. În această situație, pentru cele trei zone de rupere

observate la mărirea de x1000, morfologia microcavităților se caracterizează printr-o creștere a dimensiunilor acestora precum și prin înmulțirea cavităților mai mari. Acest lucru poate fi explicat prin creșterea ductilității oțelului 316L o dată cu creșterea temperaturii.

Pentru testele de tracțiune efectuate în plumb la această temperatură și viteză de deformare (tip SSRT) (figura 21), suprafața de rupere prezintă preponderent zonele de clivaj confirmând fragilizarea LME produsă de plumbul topit în timpul testului de tracțiune. Suprafețele de clivaj sunt destul de mari (figura 21, A, B, C).

Observațiile SEM ale suprafețelor de rupere pentru probele testate în aer și plumb topit la temperatura de 400 °C sunt în deplină concordanță cu cele de la observațiile metalografice.

WD: 21.66 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx 50 µm Digital Microscopy Imaging A SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx WD: 21.69 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 Digital Microscopy Imaging B SEM HV: 20.00 kV View field: 1.51 mm SEM MAG: 150 x WD: 21.66 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 VEGA\\ TESCAN 200 µm Digital Microscopy Imaging SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx WD: 21.80 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 Digital Microscopy Imaging С

Cercetări privind mecanismele de fragilizare a materialelor structurale în mediul plumb topit la reactoarele nucleare de Generație IV

Figura 20. Analize SEM pentru proba PT34, testată în aer, la 400 °C, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$

SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx WD: 19.14 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 VEGAN TESCAN Digital Microscopy Imaging WD: 19.29 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx 50 µm Digital Microscopy Imaging B SEM HV: 20.00 kV View field: 1.51 mm SEM MAG: 150 x WD: 19.29 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 VEGA\\ TESCAN 200 μm Digital Microscopy Imaging SEM HV: 20.00 kV View field: 226.2 µm SEM MAG: 1.00 kx WD: 19.15 mm Det: SE Detector Date(m/d/y): 06/04/21 AN 60 μm Digital Microscopy Imaging С

Cercetări privind mecanismele de fragilizare a materialelor structurale în mediul plumb topit la reactoarele nucleare de Generație IV

Figura 21. Analize SEM pentru proba PR17, testată în plumb, la 400 °C, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$

Intercompararea rezultatelor obținute cu cele din literatura de specialitate privind susceptibilitatea LME la 316L

Deși puține, lucrările care menționează cuplul 316L - plumb topit confirmă aproape în totalitate efectul de fragilizare indus de mediul plumb topit asupra oțelului supus la diverse teste mecanice: tracțiune, teste tip "small punch", oboseală mecanică, fluaj, mecanica ruperii [11].

În figura 22 (A), preluată din referința [12] este redată dependența forței funcție de deplasare traversă pentru o probă de 316L în mediul inert și LBE. Deși temperatura de testare este destul de mică (160 °C), se remarcă o diferență în comportarea mecanică în cele două medii. În figura 22 (B), sunt redate curbele tensiune mecanică – deformare, obținute pentru studiul doctoral, la solicitarea probei în plumb topit la temperatura de 350 °C. Se remarcă similitudinea comportării în plumb topit față de aer a curbelor de tracțiune, deși temperaturile sunt sensibil diferite și evident influența mai mare a plumbului la 350 °C.



Figura 22. Curbele de tracțiune din: (A) [12] la 160 °C în mediul inert și LBE, respectiv (B) din prezenta lucrare

Sub aspect metalografic, morfologia de grăunte a materialului 316L testată în LBE [13] este similară cu morfologia de grăunte a probelor de 316L testate în prezenta lucrare. Astfel, se poate constata că dimensiunea de grăunte variază în domeniul $25 - 100 \mu m$ (figura 23).



Figura 23. Morfologia de grăunte a oțelului 316L în: (A) [13] și (B) – din prezenta lucrare

Efectul fragilizant de tip LME este relevat mai pregnant în analizele SEM ale suprafețelor de rupere pentru probele testate în mediul inert sau aer, respectiv în mediul LBE sau plumb topit. Astfel, referința [12] menționează caracterul ductil al suprafeței de rupere în mediul inert a probelor de 316L testate la 160 °C (figura 24 (A)), respectiv caracterul mixt ductil – fragil al suprafeței de rupere în mediul LBE a probelor de 316L testate la 160 °C (figura 24 (B)). Pentru testele realizate în cadrul lucrării la

temperatura de 375°C, în mediul aer, morfologia SEM a suprafeței de rupere are un caracter ductil, figura 24 (C), respectiv caracter mixt ductil – fragil pentru proba testată în plumb topit (figura 24 (D)).



Figura 24. Analize SEM ale suprafețelor de rupere: (A) aer, $160 \,$ °C, [12]; (B) LBE $160 \,$ °C, [12]; (C) aer, $375 \,$ °C – prezenta lucrare; (D) plumb topit, $375 \,$ °C – prezenta lucrare

Având în vedere analiza prezentată anterior, este evident că efectul fragilizant de tip LME asupra comportării mecanice a oțelului 316L în plumb topit, pentru domeniul de temperaturi de 350 °C–400 °C nu poate fi neglijat, îndeosebi la viteze mici de deformare. Cu atât mai mult se impune modelarea acestui fenomen în cadrul ecuațiilor constitutive de tip tensiune mecanică – deformare, care să redea cât mai veritabil comportarea unei componente structurale din oțelul austenitic 316L în plumb topit. Acest tip de ecuații sunt utile în analizele cu metoda elementului finit a stării de tensiuni și deformații, precum și în cele de mecanica ruperii.

6. EVALUAREA PARAMETRICĂ A FENOMENULUI DE FRAGILIZARE ÎN MEDIUL PLUMB LICHID PRIN VALORIFICAREA REZULTATELOR EXPERIMENTALE

<u>Descrierea metodei propuse în studiul doctoral pentru obținerea ecuației constitutive</u> <u>Ramberg–Osgood ce modelează comportarea mecanică elasto-plastică</u>

O curba inginerească tensiune mecanică – deformare nu oferă o indicație reală a caracteristicilor de deformare ale unui metal. Curba cunoscută sub numele de *curbă de tensiune reală versus curbă de*

deformare reală este adesea cunoscută și sub denumirea de curbă de curgere, deoarece reprezintă caracteristicile de bază ale curgerii plastice al materialului [14].

Tensiunea reală (σ) și deformarea reală (ε) este definită ca:

$$\sigma = \frac{P}{A_0} (1+e)$$
(2)

$$\varepsilon = \ln(1+e)$$
(3)

$$e = \frac{\Delta L}{L_0} \tag{4}$$

unde: *P* - sarcină instantanee (*N*); A_0 - aria secțiunii transversale originale a probei (*mm*²); *e* - deformarea inginerească; ΔL - alungirea totală a probei (*mm*); L_0 - lungimea inițială a probei (*mm*).

Relația matematică care exprimă curba reală tensiune mecanică - deformare este o curbă de tip putere [14, 15]. Regula de curgere plastică Ramberg - Osgood afirmă că, pentru încărcarea cvasistatică la o anumită temperatură și viteză de deformare, tensiunea mecanică reală este dată în funcție de coeficientul de rezistență K, exponentul de ecruisare a deformării n și deformarea plastică reală:

$$\sigma = K \varepsilon_p^n \tag{5}$$

unde n – coeficientul de ecruisare și K – coeficientul de rezistență.

Instabilitatea la sarcina de încărcare care apare într-o probă este cunoscută sub numele de fenomen de "deformare localizată". Deformarea localizată începe în general la sarcină maximă în timpul deformării la tracțiune a unui metal ductil [14]. Putem considera că tensiunea mecanică se definește ca: $P = \sigma \cdot A$ (6)

unde P – este sarcina mecanică; σ – este tensiunea mecanică; A – aria secțiunii transversale a probei. Starea instabilității care are ca rezultat deformarea localizată este definită de condiția:

$$dP = \sigma \cdot dA + A \cdot d\sigma = 0 \tag{7}$$

Din condiția de volum constant pentru probă:

$$\frac{dL}{L} = -\frac{dA}{A}$$
(8)

se obține

$$-\frac{dA}{A} = \frac{dL}{L} = d\varepsilon_p \tag{9}$$

unde ε reprezintă deformarea mecanică.

Din ecuația (7) cu ecuația (9) rezultă:

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = d\varepsilon_p \, \text{sau} \, \frac{d\sigma}{d\varepsilon_p} = \sigma \tag{10}$$

Din ecuația (5) se obține:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon_p} = nK\varepsilon_p^{n-1} \tag{11}$$

Prin combinarea ecuației (10) cu ecuația (11) avem:

$$\sigma = nK\varepsilon^{n-1} \tag{12}$$

Este posibil să se determine deformarea mecanică în momentul în care apare deformarea localizată:

$$\sigma = K\varepsilon_p^n = nK\varepsilon_p^{n-1} \tag{13}$$

Acest lucru evidențiază faptul că deformarea la care are loc deformarea localizată este numeric egală cu coeficientul de ecruisare al deformării [14]:

$$\varepsilon_r = n \tag{14}$$

Pe baza acestei afirmații, prezenta lucrare propune o nouă metodă de obținere a coeficientului de ecruisare a deformării, din curba tensiune mecanică - deformare.

Luând în considerare relația (14), in studiul doctoral a fost **propusă o metodă nouă** pentru coeficientul de ecruisare prin rezolvarea ecuației transcedentale:

$$ln\left(\frac{\sigma_r}{\sigma_y}\right) = n[ln(n) - ln(\varepsilon_y)] \tag{15}$$

Ecuația (15) este rezolvată numeric în mediul de programare MATLAB [16]. În cele din urmă, ultimul format al ecuației Ramberg – Osgood devine:

$$\frac{\varepsilon}{\frac{\sigma_0}{E}} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{\frac{1}{n}} \text{ sau } \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{\frac{1}{n}}$$
(16)

Ecuația Ramberg - Osgood (16) este complet determinată dacă α și n sunt cunoscuți. Rezolvând ecuația (15), se obține coeficientul de ecruisare a deformării, n. Pentru a obține α , în studiul doctoral este propusă ecuația:

$$\alpha = \frac{0.002 \cdot E}{\sigma_y} \tag{17}$$

Din considerente practice, pentru curba experimentală tensiune mecanică - deformare s-au determinat parametrii α , respectiv m = 1/n, iar ecuația Ramberg - Osgood, din formatul redat de ecuația (16), ce va fi utilizată în cadrul software-ului de analiză cu elementele finite, are forma:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m \tag{18}$$

Software-ul de mecanica ruperii numit FEACrack [17] utilizat în prezenta lucrare utilizeaza ecuatia Ramberg-Osgood in formatul dat de relatia 18.

<u>Analiza preliminară a rezultatelor experimentale obținute în cadrul matricei de testare</u> În urma analizei și a prelucrării datelor din curbele de tracțiune au fost obținute rezultatele din

In urma analizei și a prelucrării datelor din curbele de tracțiune au fost obținute rezultatele din matricea de testare în aer, respectiv în plumb topit, prezentate în teza de doctorat.

Așa cum s-a observat, cele două matrici ale rezultatelor conțin următoarele mărimi:

- Limita de curgere, $\sigma_{0.2}$;
- Rezistența la rupere, σ_r ;
- Parametrul α al relației Ramberg Osgood;
- Parametrul *m*, care este inversul coeficientului de ecruisare, *n*.

În continuare este de interes analiza variației mărimilor prezentate în cele două matrici ale rezultatelor în funcție de temperatura de testare și viteza de deformare utilizată în testele de tracțiune. Pentru aceasta a fost preferată o analiză bidimensională liniară utilizând mediul de programare MATLAB. Astfel în figurile următoare va fi expusă suprafața 3D a dependenței mărimilor analizate în funcție de temperatura și viteza de deformare, precum și ecuația biliniară de interpolare.

Pentru aer, rezultatele grafice sunt redate în figurile 25-28.



Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 137; p10 = 0.22; p01 = -0.04439

Figura 25. Variația limitei de curgere a oțelului austenitic 316L cu viteza de deformare și temperatura de testare în aer



Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienti (cu intervalul de incredere de 95%): p00=535.5; p10=-0.1; p01=-0.1349





Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 2.98; p10 = 0.006733; p01 = 0.0005207

Figura 27. Variația parametrului m a oțelului austenitic 316L cu viteza de deformare și temperatura de testare în aer



Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 2.511; p10 = -0.002; p01 = 0.0003823

Figura 28. Variația parametrului α a oțelului austenitic 316L cu viteza de deformare și temperatura de testare în aer

Pentru limita de curgere (figura 25), la testele efectuate în aer se constată următoarele:

- Cu creșterea vitezei de deformare valorile limitei de curgere au o ușoară tendință de creștere;
- Cu creșterea temperaturii de testare, este mai evidentă mărirea valorilor limitei de curgere. Pentru rezistența la rupere (figura 26), la testele efectuate în aer se constată următoarele:
- La temperatura de 350°C rezistența la rupere rămâne aproape constantă în raport cu creşterea vitezei de deformare; la temperatura de 400°C valorile rezistenței la rupere au o creştere evidentă atunci când viteza de deformare creşte;
- La viteze mici de deformare rezistența la rupere scade cu creșterea temperaturii, iar la viteze mari de deformare procesul este invers.

Pentru parametrul m al ecuației Ramberg - Osgood (figura 27), la testele efectuate în aer se observă următoarele:

- Pentru tot intervalul de temperatura (350°C 400°C), valoarea parametrului m scade uşor cu creşterea vitezei de deformare;
- Odată cu creșterea temperaturii, indiferent de viteza de deformare, valoarea parametrului crește.

Pentru parametrul α al ecuației Ramberg - Osgood (figura 28), la testele efectuate în aer se constată următoarele:

- Pentru tot intervalul de temperatură (350°C 400°C), valoarea parametrului α scade uşor cu creşterea vitezei de deformare;
- Odată cu creșterea temperaturii, indiferent de viteza de deformare, valoarea parametrului scade.

Pentru testele efectuate în plumb topit rezultatele grafice sunt redate în figurile 29 - 32.



Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 158.5; p10 = 0.08667; p01 = 0.1343





Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 432.8; p10 = 0.08667; p01 = -0.2061

Figura 30. Variația rezistenței la rupere a oțelului austenitic 316L cu viteza de deformare și temperatura de testare în plumb topit

Cercetări privind mecanismele de fragilizare a materialelor structurale în mediul plumb topit la reactoarele nucleare de Generație IV



Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 4.665; p10 = 0.001311; p01 = 0.006887

Figura 31. Variația parametrului m a oțelului austenitic 316L cu viteza de deformare și temperatura de testare în plumb topit



Model "Liniar Poly11" (MATLAB): sf(x,y) = p00 + p10*x + p01*y; Coeficienți (cu intervalul de încredere de 95%): p00 = 2.446; p10 = -0.001089; p01 = -0.001288

Figura 32. Variația parametrului α a oțelului austenitic 316L cu viteza de deformare și temperatura de testare în plumb topit

Din examinarea graficelor din figurile 29 – 32 se poate constata o împrăștiere consistentă a valorilor parametrilor analizați, acesta fiind un lucru normal, deoarece aspectele influenței plumbului topit asupra caracteristicilor termomecanice de tracțiune sunt destul de complexe. Totodată, realizarea testelor de tracțiune în plumb topit, monitorizarea și achiziția datelor se realizează cu dificultate, astfel încât această împrăștiere a datelor experimentale poate fi privită ca o caracteristică intrinsecă a acestui

tip de test. Cu ajutorul reprezentării bidimensionale liniare se pot trage totuși anumite concluzii pentru parametrii analizați.

Pentru limita de curgere (figura 29), la testele efectuate în plumb topit se constată următoarele:

- Pentru tot intervalul de temperatură (350°C 400°C), valoarea limitei de curgere scade cu cresterea vitezei de deformare;
- În schimb, indiferent de valoarea vitezei de deformare, cu creșterea temperaturii de testare, crește ușor valoarea limitei de curgere.
- Pentru rezistența la rupere (figura 30), la testele efectuate în plumb topit se constată următoarele:
- Pentru tot intervalul de temperatură (350°C 400°C), valoarea rezistenței la rupere creşte cu creşterea vitezei de deformare;
- În schimb, indiferent de valoarea vitezei de deformare, rezistența la rupere crește ușor cu creșterea temperaturii de testare.

Pentru parametrul m al ecuației Ramberg - Osgood (figura 31), la testele efectuate în plumb topit se observă:

- Pentru tot intervalul de temperatură (350° C 400° C), valoarea parametrului *m* scade semnificativ cu creșterea vitezei de deformare;
- Cu creșterea temperaturii, valoarea parametrului *m* rămâne aproape constantă pentru o valoare dată a vitezei de deformare.

Pentru parametrul α al ecuației Ramberg - Osgood (figura 32), la testele efectuate în plumb topit se observă următoarele:

- Pentru tot intervalul de temperatură (350°C 400°C), valoarea parametrului α rămâne aproape constantă la fiecare valoare a vitezei de deformare;
- Același lucru se poate spune pentru dependența de viteza de deformare la o anumită valoare a temperaturii.

<u>Ecuațiile parametrice propuse pentru modelarea comportării constitutive de tip Ramberg-</u> <u>Osgood cu ajutorul metodei rețelelor neuronale artificiale</u>

În cadrul studiului doctoral, s-a realizat modelarea ecuației constitutive Ramberg – Osgood prin intermediul parametrilor α și m = 1/n, astfel încât acest model să conțină dependența acestor parametri de următoarele patru variabile:

- Limita de curgere, $\sigma_{0.2}$;
- Rezistența la rupere, σ_r ;
- Parametrul α al relației Ramberg Osgood;
- Parametrul *m*, care este inversul coeficientului de ecruisare, *n*.

Acest lucru va permite utilizarea ecuației Ramberg – Osgood în cadrul analizelor cu metoda elementului finit, îndeosebi acolo unde intervin relații neliniare (elasto-plastice) între tensiunile mecanice și deformări. Astfel, în cadrul analizelor de integritate structurală, unde se urmărește starea de tensiuni și deformații din zona defectelor (fisurilor), relațiile tensiune mecanică – deformare sunt în domeniul care depășește limita de curgere. Totodată, modelul elaborat în cadrul studiului doctoral va permite utilizarea practică a relației Ramberg – Osgood fără ca utilizatorul să mai rezolve separat ecuația transcedentală pentru obținerea coeficientului de ecruisare al deformării.

Etapele generale ale construcției, antrenării și validării modelului de rețea neuronală de tip MFNN a fost analizată și caracterizată în capitolele tezei de doctorat.

Modelarea prin rețele neuronale artificiale este radical diferită de cea bazată pe modelarea matematică. Informațiile asupra comportării materialelor conținute în bazele de date experimentale sunt utilizate direct de către modelele neuronale constitutive. Pentru aceste modele constitutive în metodologia rețelelor neuronale artificiale nu este nevoie de idealizări, asa cum se procedează în mod normal în modelarea matematică. De aceea, metodologia rețelelor neuronale artificiale permite descrierea unor relaționări destul de complexe, de exemplu, între tensiunile mecanice și deformări.

Metodologia rețelelor neuronale poate fi aplicabilă în orice situație în care se cere o relație între variabile *input* și variabile prezise *output*. Acest lucru poate fi realizat chiar dacă relația este foarte complexă. În aproximarea de funcții, două rețele neuronale sunt cele mai utilizate și anume: Multilayer

Feedforward Neural Network (MFNN) și rețeaua Radial Basis Function (RBF). Rețeaua MFNN este, probabil, cea mai populară arhitectură de rețea utilizată astăzi în modelarea neuronală neliniară. În acest tip de rețea fiecare unitate efectuează o sumă ponderată a datelor de *input* și trece acest nivel de activare printr-o funcție de transfer.

Rețeaua neuronală de tip "Multilayer Feedforward Neural Network", (abreviat MFNN), cu următoarea traducere aproximativă "Rețea Neuronală Multistrat Unidirecțională", constituie o clasă importantă a rețelelor neuronale artificiale. Acest tip de rețea constă într-un set de noduri sursă, ce constituie input-ul, unul sau mai multe straturi ascunse cu nodurile de calcul, și un strat de ieșire, ce constituie stratul output cu noduri de calcul [18]. Datele de input sunt procesate prin rețea unidirecțional, "înainte", trecând prin straturile succesive. Pentru acest tip de rețea se va utiliza abrevierea MFNN în continuare.

Etapele generale ale construcției, antrenării și validării modelului de rețea neuronală de tip MFNN au fost analizate în teza. Un asemenea model va fi utilizat în lucrare pentru evaluarea parametrilor α și m = 1/n ce caracterizează ecuația constitutivă Ramberg – Osgood. Modelul se bazează pe cele două matrice ale rezultatelor obținute în urma testelor de tracțiune efectuate în mediul aer, respectiv mediul plumb topit.

Modelul de rețea neuronală MFNN va conține două straturi de neuroni. Se va lucra cu un număr de 5 neuroni pentru stratul ascuns, iar pentru stratul de output vom utiliza numai un neuron. Acest model poate accepta mai multe variabile ca input iar schița modelului MFNN a fost redată în figura 33.



Figura 33. Pictograma Matlab a rețelei MFNN construită in studiul doctoral

Modelul MFNN construit în lucrare pentru parametrii α și m = 1/n, ce caracterizează ecuația constitutivă Ramberg – Osgood, acceptă ca și input următoarele variabile: *temperatura, viteza de deformare în tracțiune, limita de curgere, rezistența la rupere*. De asemenea, atunci când sunt disponibili și alți parametri de caracterizare ai testelor (concentrația de oxigen, etc.) ei vor putea fi utilizați ca și componente ale vectorului de input. Pentru acest model valorile de ieșire sunt valorile estimate ale parametrilor α și m = 1/n ce caracterizează ecuația constitutivă Ramberg – Osgood. Pentru stratul ascuns am folosit funcția de transfer *tansig*, iar pentru stratul de ieșire funcția de transfer *purelin*.

Obținerea funcțiilor explicite pentru parametrii α și m prin modelul rețelei MFNN

Utilizând metodologia metodei neuronale artificiale menționata anterior, vor fi obținute funcțiile explicite ale parametrilor α și m pe baza datelor conținute în matricile rezultatelor testelor efectuate în mediile aer și plumb topit.

<u>Pentru aer</u>

Datele de input din matricea de testare sunt: *temperatura, viteza de deformare, limita de curgere, rezistența la rupere.* Valorile output sunt valorile parametrului α .

În urma procesării datelor funcția are forma următoare:

| α_{aer} | (T, έ, | $\sigma_{0.2}, \sigma_r)$ | = |
|----------------|--------|---------------------------|---|
|----------------|--------|---------------------------|---|

| _ | 0.1535199832 |
|---|---|
| - | $ \exp(0.0157169072 \cdot \sigma_{0.2} - 0.06676656384 \cdot \sigma_r - 0.07362022963 \cdot T - 0.1083065326 \cdot \dot{\varepsilon} + 75.29003156) + 1.0 \\ - 0.2365077134 $ |
| - | $\exp(0.04264235719 \cdot \sigma_r - 0.4544772243 \cdot \sigma_{0.2} - 0.00392211372 \cdot T - 0.008434048107 \cdot \dot{\varepsilon} + 79.34997665) + 1.00084325132439$ |
| т | $ \exp(50.14925053 - 0.07986180668 \cdot \sigma_r - 0.234652205 \cdot T - 0.05375160671 \cdot \dot{\varepsilon} - 0.03426597872 \cdot \sigma_{0.2}) + 1.0 2.076965747 $ |
| _ | $ \begin{array}{c} \exp(0.5050429755 \cdot \sigma_{0.2} + \ 0.2481844408 \cdot \sigma_{r} \ - \ 0.3889452763 \cdot T \ + \ 0.2070418955 \cdot \dot{\varepsilon} \ - \ 49.10719742) \ + \ 1.0 \\ 2.153155082 \end{array} $ |
| + | $\frac{\exp(0.2180445427 \cdot \sigma_{0.2} + 0.1479708912 \cdot \sigma_r + 0.1207130135 \cdot T + 0.07089952978 \cdot \dot{\varepsilon} - 123.4715136) + 1.0}{1.307553795}$ |
| | (19) |

Predicția funcției α_{aer} ($T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r$) este reprezentată în figura 34, unde se poate constata o bună concordanță cu valorile corespunzătoare din matricea de testare.



Figura 34. Predicția funcției α_{aer} $(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ vs. valori experimentale

Programele au fost implementate în MATLAB pentru obținerea celorlalte funcții specifice parametrilor Ramberg – Osgood.

Pentru parametrul $m_{aer}(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ funcția MFNN este:

| $L_{\alpha\alpha\nu}(T, \mathcal{E}, \sigma_{\alpha\beta\nu}, \sigma_{\nu}) =$ | |
|--|---|
| uer () -) - 0.2/ - 1/ | 1.376823648 |
| $\exp(0.1010589155 \cdot \sigma_r)$ - | $ \begin{array}{c} 0.00903922038 \cdot \sigma_{0.2} & - & 0.1437156176 \cdot T + & 0.01072826591 \cdot \dot{\varepsilon} & - & 23.45732203) + & 1.0 \\ & 2.290502637 \end{array} $ |
| exp(0.1350483712 · T - | $\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$ |
| exp(0.09500214958 · T | $- 0.05144939472 \cdot \sigma_r - 0.265195393 \cdot \sigma_{0.2} + 0.05112680995 \cdot \dot{\varepsilon} + 78.1810692) + 1.0$ 2.71534429 |
| exp(0.1816733758 · T - | $ \begin{array}{c} 0.1041205667 \cdot \sigma_{\!r} \; - \; 0.09708069808 \cdot \sigma_{\!0.2} \; - \; 0.1315849855 \cdot \dot{\varepsilon} \; + \; 48.45071035) + \; 1.0 \\ 2.041644833 \end{array} $ |
| (| |

 $\exp(0.02508797134 \cdot \sigma_r - 0.05717042737 \cdot \sigma_{0.2} - 0.0004544975416 \cdot T - 0.00004444304224 \cdot \dot{\varepsilon} + 1.064443306) + 1.0 + 3.508276934$

(20)

Predicția funcției m_{aer} $(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ este reprezentată în figura 35, unde se poate constata, de asemenea, o bună concordanță cu valorile corespunzătoare din matricea de testare.



Figura 35. Predicția funcției m_{aer} ($T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r$) vs. valori experimentale

<u>Pentru plumb:</u>

Pentru analizele rezultatelor testelor efectuate în mediul plumb topit au fost realizate programe implementate în MATLAB cu parametrii de input din matricea de testare.

Astfel, pentru parametrul $\alpha_{plumb}(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ funcția MFNN corespunzătoare este: $\alpha_{plumb}(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r) =$

| _ | 0.01111703549 |
|--------|--|
| - | $ \exp(0.1758779686 \cdot \sigma_{\!_{0.2}} - 0.6841160186 \cdot \sigma_{\!_{r}} + 0.4240382537 \cdot T + 0.4211538564 \cdot \dot{\varepsilon} + 73.75522087) + 1.0 \\ 0.4168912674 $ |
| _ | $\exp(0.4670985643 \cdot \sigma_{0.2} - 0.0421241148 \cdot \sigma_r + 0.3415910184 \cdot T - 0.3131816471 \cdot \varepsilon + 19.93870722) + 1.0009591262485$ |
| + | $ \begin{array}{c} \exp(0.04809159409 \cdot \sigma_{0.2} + \ 0.003358524713 \cdot \sigma_r - \ 0.0005350602848 \cdot T + \ 0.0004271396583 \cdot \dot{\varepsilon} - \ 10.41126806) + \ 1.0 \\ 0.04771190512 \end{array} $ |
| + + | $\exp(1.005654552 \cdot \sigma_{0.2} - 0.4563315874 \cdot \sigma_r - 0.1039207902 \cdot T - 0.0006274577723 \cdot \dot{\varepsilon} - 59.20988646) + 1.0$ 1.71252668 0.105416405 |
| + | $\frac{1}{\exp(0.4536180027 \cdot \sigma_r - 0.1283652688 \cdot \sigma_{0.2} - 0.4198358056 \cdot T - 0.01257380184 \cdot \dot{\varepsilon} - 56.939743) + 1.0}{(21)} = 0.195416497$ |

Intercomparația predicției $\alpha_{plumb}(T, \dot{\epsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ versus experiment este redată în figura 36.



Figura 36. Predicția funcției $\alpha_{plumb}(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ vs. valori experiment

Pentru parametrul m_{plumb} ($T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r$) funcția MFNN este:

 $m_{plumb}\left(T,\dot{\varepsilon},\sigma_{0.2},\sigma_{r}\right) =$

| _ | 3.643881706 |
|--------|--|
| - | $ \begin{array}{r} \exp(0.6385643297 \cdot T \ - \ 0.2022424958 \cdot \sigma_r \ - \ 0.6227643831 \cdot \sigma_{0.2} \ - \ 0.1053848883 \cdot \dot{\varepsilon} \ - \ 77.21535061) \ + \ 1.0 \\ 9.884337419 \end{array} $ |
| - | $\exp(0.01629318253 \cdot \sigma_{0.2} - 0.007234343592 \cdot \sigma_r + 0.0007329634094 \cdot T + 0.0001456651298 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.455770771) + 1.0001456651298 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.0007329638 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.0007329638 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.0007329638 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.0007329638 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.000739638 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.0007398 \cdot \dot{\varepsilon} - 1.0007398 \cdot \dot{\varepsilon} - 0.0007398 \cdot \dot{\varepsilon} - 0.000738 \cdot$ |
| т , | $ \exp(0.4112705698 \cdot \sigma_{0.2} - 0.3970669265 \cdot \sigma_r - 0.3081988387 \cdot T + 0.3491973275 \cdot \dot{\varepsilon} + 38.95247934) + 1.077.106945027 + 0.3491973275 \cdot \dot{\varepsilon} + 38.95247934) + 0.077.106945027 + 0.03491973275 \cdot \dot{\varepsilon} + 0.0349197375 \cdot \dot{\varepsilon} + 0.03491975 + 0.0349175 + 0$ |
| т , | $\exp(0.4026283571 \cdot \sigma_{0.2} + 0.4217960215 \cdot \sigma_r - 0.8012441872 \cdot T + 0.07559427212 \cdot \dot{\varepsilon} - 37.3985282) + 1.0$ 1.621509654 |
| + | $\overline{\exp(0.3513192334 \cdot \sigma_{0.2} + 0.09960028714 \cdot \sigma_r - 0.7307116249 \cdot T + 0.2176743567 \cdot \dot{\varepsilon} + 69.50970479) + 1.0}$ 0.6084863663 |

(22)

În figura 37 este redată intercomparația valorilor prezise de funcția m_{plumb} $(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r)$ cu cele rezultate din experiment.



Figura 37. Predicția funcției m_{plumb} ($T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r$) vs. valori experiment

Sunt necesare câteva comentarii referitoare la acuratețea de predicție a modelului MFNN pentru valorile α și m în comparație cu experimentele efectuate în mediul plumb topit. S-a constatat din analiza preliminară o împrăștiere considerabilă pentru valorile parametrilor: limita de curgere, rezistența la rupere, valorile calculate ale parametrilor α și m. Faptul acesta a fost evidențiat și mai mult în reprezentarea bidimensională liniară, figurile 29-32. Cu toate acestea modelarea prin metoda rețelelor neuronale artificiale de tip MFNN conduce la obținerea unor funcții de predicție destul de precise pentru α și m, fapt remarcabil cu atât mai mult cu cât au la bază patru parametri de modelare: *temperatura, viteza de deformare, limita de curgere, rezistența la rupere.* O astfel de modelare, în care să intre mai mulți parametri de input este foarte dificil de realizat prin metodele obișnuite de fitare cu care sunt prevăzute pachetele statistice din diverse programe.

Valorificarea rezultatelor cercetărilor proprii din studiul doctoral în cadrul unei aplicații de <u>mecanica ruperii</u>

În analizele de integritate structurală efectuate cu ajutorul programelor bazate pe metoda elementelor finite (ex. ANSYS, ABAQUS) este necesară precizarea ecuațiilor constitutive de material ca o cerință obligatorie de input.

În cadrul tezei de doctorat, este redată o aplicație a cercetărilor proprii prin utilizarea ecuației Ramberg – Osgood cu parametri obținuți în lucrare pentru o analiză de mecanica ruperii. Aceasta analiză are în vedere inițierea și propagarea unei fisuri în oțelul austenitic 316L în mediul plumb lichid. Analiza va fi efectuată cu softul de mecanica ruperii, FEACrack [17], care utilizează metoda elementului finit pentru analiza câmpului de tensiuni mecanice din material, iar procesul de inițiere și propagare a fisurii se bazează pe modelul Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) [19, 20]. In cadrul aplicației de mecanica ruperii din prezentul studiu, modelul GTN va fi configurat pentru a descrie inițierea și propagarea fisurilor pe probe CT (Compact Tension), având caracteristicile specifice oțelului 316L obținute in cadrul studiului doctoral prin testele de tracțiune cu viteză de deformare scăzută (SSRT), în mediile aer, respectiv plumb topit.

Din matricea de testare vom utiliza testele SSRT în aer și plumb lichid. Din ecuațiile obținute pentru parametrii relației Ramberg – Osgood vom obține valorile numerice pentru situația analizată.

Pentru testele efectuate în mediul aer aplicăm condițiile:

- Temperatura 400 (*unitati* ^oC);

Viteza de deformare $\dot{\varepsilon} = 5$ (*unitati* $10^{-5} s^{-1}$);

Limita de curgere $\sigma_{0.2} = 222$ (*unitati MPa*); Rezistența la rupere $\sigma_r = 512$ (*unitati MPa*).

Utilizând ecuația pentru parametrul α obținută în cadrul MFNN (ecuatia 19) obținem: $\alpha_{aer}(T, \dot{\epsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r) = \alpha_{aer}(400, 5, 222, 512) = 1.75$ (23)

Analog pentru coeficientul m (ecuația 20) obținem:

$$m_{aer}(T, \dot{\epsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r) = m_{aer}(400, 5, 222, 512) = 5.42$$
 (24)

Astfel, în aer, ecuația constitutivă Ramberg - Osgood pentru 316L la 400°C devine:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + 1.75 \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{5.42} \tag{25}$$

Cu abordarea din ASTM E646-07 [21] pentru coeficientul de ecruisare a deformării, pentru testele în mediul aer, valoarea este m = 4.1, de acelasi ordin de mărime ca si cel obtinut mai sus. De asemenea, trebuie remarcat faptul că în ASTM E646-07 este menționată o eroare a rezultatelor între 5% si 15%.

Pentru a verifica acuratetea predictiei dată de ecuatia 25, în figura 38 este redată o comparatie între curba experimentală tensiune mecanică - deformare și ecuatia 25 pentru mediul aer.



Figura 38. Comparație între curba experimentală tensiune mecanică – deformare și relația Ramberg – Osgood pentru teste SSRT în aer la 400 $^{\circ}$ C

Pentru testele efectuate în mediul plumb lichid aplicăm condițiile:

- Temperatura 400 (*unitati* °*C*);
- Viteza de deformare $\dot{\varepsilon} = 5(unitati \ 10^{-5} \ s^{-1});$
- Limita de curgere $\sigma_{0.2} = 208$ (*unitati MPa*); Rezistența la rupere $\sigma_r = 483$ (*unitati MPa*).

Utilizând ecuația pentru parametrul α obținută în cadrul MFNN (ecuația 21) obținem:

 $\alpha_{plumb} (T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r) = \alpha_{plumb} (400, 5, 208, 483) = 1.83$ (26)Analog pentru coeficientul m (ecuatia 22) obtinem:

> $m_{plumb}(T, \dot{\varepsilon}, \sigma_{0.2}, \sigma_r) = m_{plumb}(400, 5, 208, 483) = 5.35$ (27)

În mediul plumb lichid, ecuația constitutivă Ramberg – Osgood pentru oțelul inoxidabil 316L, la 400°C devine:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + 1.83 \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{5.35} \tag{28}$$

Cu aceeasi abordare din ASTM E646-07, pentru coeficientul de ecruisare a deformării, pentru testele în mediul plumb topit, valoarea este m = 3.4, de același ordin de mărime ca și cel obținut mai sus.

În figura 39 este redată o comparație între curba experimentală tensiune mecanică - deformare și ecuația 28 pentru mediul plumb topit.



Figura 39. Comparație între curba experimentală tensiune mecanică – deformare și relația Ramberg – Osgood pentru teste SSRT în plumb topit la 400 $^{\circ}$ C

Analiza inițierii și a propagării unei fisuri prin metoda elementelor finite utilizează un model de probă de tip Compact-Tension (CT), care este recomandat de ASTM E1820 [22] pentru determinarea proprietăților materialului de rezistență la rupere și a integralei-*J*. Modelul CT este implementat în software-ul de mecanica ruperii, numit FEACrack [17], cu parametrii Ramberg-Osgood mentionati anterior, iar modelul are forma și dimensiunile specifice așa cum sunt menționate în ASTM E1820 (figura 40).



Figura 40. Modelul probei CT (jumătate) și rețeaua elementelor finite din jurul vârfului fisurii

Analizele sunt efectuate în domeniul elasto-plastic al solicitării mecanice. Prin urmare, pentru a obține convergența soluțiilor pentru tensiunea mecanică și a deformării, sunt necesare mai multe secvențe de aplicare a solicitării mecanice. Pentru încărcarea sarcinii, se preferă controlul deplasării, așa cum sugerează ASTM E1820.

Pentru a efectua inițierea și propagarea fisurilor, modelul ia în considerare extincția elementelor finite din fața frontului fisurii. Faptul este realizat prin de-coeziune atunci când se ajunge la realizarea porozității critice a golurilor din elementele finite ale regiunii. Extincția elementelor finite din fața frontului fisurii conduce la avansarea acesteia iar lucrul acesta se repetă ori de câte ori se realizează valorile critice ale fracției de goluri în elementele respective.

Analizele de mecanica ruperii realizate cu software-ul FEACrack, prin metoda elementului finit ale probei de tip CT, utilizând caracteristicile modelării probei CT, vor fi interpretate în continuare. Astfel, pentru analiza corespunzătoare proprietăților din mediul de testare aer, figura 41 afișează starea frontului fisurii după 60 de pași de încărcare. Forma sa de "tunelare" este tipică pentru ruperea probei CT sub sarcină de tracțiune, aspect care este întotdeauna relevat în testele experimentale de mecanica ruperii.



Figura 41. Forma frontală a fisurii după 60 de pași de încărcare (aer)

Aceleași analize pentru proba de tip CT, folosind proprietățile date de testarea în mediul plumb lichid, afișează starea frontului fisurii după 60 de pași de încărcare în figura 42. Se constată și în acest caz, forma tipică de tunelare care este observată în analizele de microscopie optică realizate pe probe CT testate experimental.



Figura 42. Forma frontală a fisurii după 60 de pași de încărcare (plumb topit)

O imagine elocventă a răspunsului la fragilizarea de tip LME în plumbul topit la 400°C pentru simularea modelului de creștere a fisurilor în 316L este redată în figura 43.



Figura 43. Integrala J versus extensia fisurii în mediul plumb topit în comparație cu mediul aer

Extensia fisurii în plumbul lichid este mai mare decât extensia fisurii în aer la aceeași valoare a integralei *J*. Acest lucru este valabil pentru întreaga gamă de încărcare, reprezentată aici de valorile spectrului integralei *J*.

Se pot desprinde următoarele observații principale:

 la aceleași extensii ale fisurilor, valorile corespunzătoare ale integralei J sunt mai mici în plumbul lichid decât în aer; acest lucru este în concordanță cu faptul că tensiunea de rupere (UTS), scade cu 7-8% în plumbul lichid comparativ cu testele în aer; același lucru a fost menționat în referința
 [23] pentru rezistența la rupere pentru oțelul 316L în LBE (Liquid Bismuth Eutectic) la 200°C și 300°C;

- la aceleași valori ale integralei *J*, extensiile fisurilor din plumbul lichid sunt mai mari cu aproximativ 10-15%; acest lucru este în concordanță cu faptul că deformarea la rupere scade cu 13-14% în plumbul lichid comparativ cu testele experimentale SSRT efectuate în aer.

Aceste observații demonstrează că *modelul parametric* elaborat în cadrul studiului doctoral are o mare utilitate practică. El este elaborat pentru oțelul 316L, poate simula comportamentul de mecanica ruperii în condiții LME în plumb lichid la 400°C, iar rezultatele sunt în concordanță cu rezultatele testelor experimentale dar și cu cele similare menționate în literatura de specialitate [23, 24].

În acest context trebuie amintit ca în referința [24] comportarea diferită din mediul plumb față de mediul aer este încadrată în domeniul statistic al erorilor experimentale, Totusi, argumentele prezentului studiu doctoral, prezentate mai sus sugerează că aceste diferențe există și pot fi puse în evidență în mod analitic, așa cum s-a procedat în demersul științific al studiu doctoral.

Modelul este practic si va fi utilizat în activitățile de integritate structurală a materialelor inovative care vor fi utilizate în demonstratorul ALFRED, ce va fi construit la RATEN ICN Pitești, România.

<u>Caracterizarea aspectelor de noutate și originalitate ale modelării parametrice realizate în</u> <u>studiul doctoral</u>

I. Un prim aspect de **noutate** îl reprezintă **realizarea de teste experimentale de tracțiune pe probe din oțel inoxidabil austenitic 316L, în mediul plumb topit și în mediul aer**, în vederea caracterizării influenței fragilizării cu plumb topit asupra comportării termomecanice în domeniul de temperatură 350°C – 400°C, regim specific de operare a demonstratorului ALFRED.

- II. Un alt aspect de **noutate** îl reprezintă **metoda de obținere a coeficienților** α și m ce **definesc ecuația constitutivă Ramberg Osgood**, care poate caracteriza comportarea elasto-plastică a unui material ductil sub solicitare uniaxială în tracțiune.
- O caracteristică originală a studiului doctoral constă în obținerea unui model analitic cu III. utilitate practică, prin prelucrarea rezultatelor experimentale. Acest lucru se realizează prin utilizarea metodei rețelei neuronale artificiale de tip "Rețea Neuronală Multistrat Unidirecțională", (abreviat MFNN - "Multilayer Feedforward Neural Network"), în mediul de programare MATLAB. S-a propus această metodă modernă de lucru deoarece sa constatat din analiza preliminară a datelor experimentale o împrăstiere considerabilă pentru valorile parametrilor: limita de curgere, rezistența la rupere, valorile calculate ale parametrilor α si *m*. Astfel, modelarea prin metoda retelelor neuronale artificiale de tip MFNN conduce la obtinerea unor functii de predictie destul de precise pentru α si m. Totodată, trebuie remarcat faptul că funcțiile explicite de tip MFNN obținute au drept input mai multi parametri importanți de modelare: temperatura, viteza de deformare, limita de curgere, rezistența la rupere. Acest model admite totodată îmbunătățirea sa ulterioară odată cu acumularea de noi date experimentale precum si a cunoasterii unor noi parametri de influență (concentrația de oxigen în plumb, etc.). O astfel de modelare, în care să intre mai multi parametri de input este foarte dificil de realizat prin metodele obisnuite de fitare cu care sunt prevăzute pachetele statistice din diverse programe.
- IV. Un alt aspect de noutate îl reprezintă aplicația de mecanica ruperii descrisă în cadrul raportului, în care se utilizează relația Ramberg Osgood cu coeficienții redați prin funcții explicite de tip MFNN, pentru a simula comportamentul de mecanica ruperii în condiții LME, în plumb lichid la 400°C, precum şi în mediul aer, pentru oțelul 316L. Pentru aceasta s-a apelat la modelul micro-mecanic al ruperii ductile Gurson-Tvergaard-Needleman. Modelul a fost implementat în softul de mecanica ruperii FEACrack, analiza stării de tensiuni şi deformații fiind realizată prin metoda elementului finit. Rezultatele obținute sunt în concordanță cu rezultatele testelor experimentale efectuate în cadrul studiului doctoral dar şi cu cele similare menționate în literatura de specialitate.
- V. În literatura de specialitate este menționată comportarea mecanică diferită în mediul plumb topit față de mediul aer a oțelului 316L, pentru domeniul de temperaturi specificat, fiind încadrată în domeniul statistic al erorilor experimentale. În schimb, ca un corolar al aspectelor de noutate și originalitate menționate mai sus, argumentele prezentate în teză sugerează că aceste diferențe sunt reale și pot fi puse în evidență în mod analitic, așa cum s-a procedat în prezentul studiu doctoral.

7. CONCLUZIILE STUDIULUI DOCTORAL

România, prin RATEN ICN, este implicată în construcția demonstratorului ALFRED (Advanced Lead Fast Reactor European Demonstrator), care are la bază răcirea cu plumb topit. Acest lucru constituie unul din argumentele demarării studiilor din cadrul tezei de doctorat, cu obiectivul declarat privind problematica fragilizării materialelor structurale specifice acestui tip de reactor. Astfel, demersul științific al tezei de doctorat constă în punerea în evidență a fragilizării induse de contactul plumb topit – oțel 316L, precum și modelarea acestuia prin ecuațiile constitutive tensiune mecanică – deformare.

Trebuie menționat că nu există studii sistematice in literatura de specialitate realizate pentru evaluarea comportării la solicitări mecanice de tracțiune a oțelului 316L în mediul plumb topit, în domeniul de temperaturi 350° C – 400° C. De aceea, demersul științific al studiului doctoral este cu atât mai mult îndreptățit pentru elucidarea susceptibilității fenomenului LME și a obținerii ecuațiilor constitutive de material.

În continuare sunt prezentate concluziile studiului doctoral, grupate in patru teme: *Motivația, Cercetări Proprii, Analize-Modelare, Aplicație.*

MOTIVAȚIA: Stadiul actual – Probleme deschise

În literatura de specialitate nu există studii sistematice realizate pentru evaluarea comportării la solicitări mecanice de tracțiune a oțelului 316L în mediul plumb topit, în domeniul de temperaturi 350°C – 400°C. De aceea, demersul științific al studiului doctoral s-a focalizat pe elucidarea susceptibilității fenomenului LME și a obținerii ecuațiilor constitutive de material.

În analizele de integritate structurală efectuate cu ajutorul programelor bazate pe metoda elementelor finite este necesară precizarea ecuațiilor constitutive de material ca o cerință obligatorie de input. Atunci când analiza câmpului de tensiuni mecanice se situează în domeniul elasto-plastic, ecuația constitutivă cea mai utilizată este Ramberg – Osgood. Acest lucru devine absolut necesar atunci când în componenta structurală analizată se găsesc discontinuități de material, defecte inițiale sau dezvoltate în timpul operării, care constituie intensificatori ai tensiunii mecanice.

În cadrul analizei contextului științific actual, in domeniul in care s-au defașurat cercetările proprii ale studiului doctoral au fost realizate urmatoarele:

- Analiza problematicii utilizarii plumbului topit utilizat ca agent de racire in reactoarele de generatie IV;

- Analiza critica a modelelor elaborate in literatura de specilaitate privind mecanismele de fragilizare cu metale lichide.

Pe baza analizelor menționate, au fost stabilite obiectivele studiului doctoral si anume:

- Realizarea de teste experimentale de tracțiune, comparative, in mediiile aer si plumb topit, pe probe confectionate din otelul 316L, in vederea evidentierii mecanismului LME determinat de plumbul topit;

- Realizarea unui atlas de analize metalografice si SEM, pe probele rezultate in urma testelor experimentale, pentru evidențierea caracteristicilor de rupere induse de fragilizarea LME a plumbului asupra otelului 316L;

- Dezvoltarea unei metode noi de obtinere a paramerilor ecuatiei constitutive tensiune mecanica – defromare, de tip Ramberg – Osgood, in vederea utilizarii acestea in analizele de integritate structurala;

- Dezvoltarea unui model parametric, bazat pe retea neuronala artificiala, de tip "Reţea Neuronală Multistrat Unidirecțională", pentru obtinerea unor ecuatii analitice a parametrilor ecuatiei Ramberg – Osgood, care să cuprindă urmatorii parametri drept input: temperatura, viteza de deformare, limita de curgere, rezistența la rupere; Modelul are utilitate practică in analizele de integritate structurala a diverselor componente din reactorul ALFRED;

- Dezvoltarea unei aplicații a cercetărilor proprii prin utilizarea ecuației Ramberg – Osgood cu parametri obținuți în lucrare pentru o analiză de mecanica ruperii. Aceasta analiză are în vedere inițierea și propagarea unei fisuri în oțelul austenitic 316L în mediul plumb lichid. Analiza este efectuată cu softul specializat de mecanica ruperii, FEACrack, care utilizează metoda elementului finit pentru analiza câmpului de tensiuni mecanice din material, iar procesul de inițiere și propagare a fisurii se bazează pe modelul Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN).

CERCETĂRI PROPRII: Experimente – Rezultate

Au fost realizate teste experimentale pe probe de oțel inoxidabil 316L, utilizat în reactoarele de Generația IV ca material structural. Aceste teste de tracțiune au fost efectuate atât în mediul plumb lichid, cât și în mediul aer. În felul acesta, s-a putut evidenția mai bine comportamentul materialului sub condiții de fragilizare datorită contactului oțel - plumb topit. Testele experimentale în tracțiune au fost realizate în aer și plumb topit la trei viteze de deformare și trei temperaturi de interes, conform ASTM E8/8M, respectiv testul de tip SSRT conform ASTM - G129-00. Curbele de tracțiune tensiune mecanică – deformare au fost prelucrate după modelul Ramberg – Osgood.

Așa cum s-a constatat, există o influență semnificativă a efectului LME asupra comportării la tracțiune în plumb topit a probelor de oțel austenitic 316L, aspect reliefat îndeosebi la viteza de deformare $5 \times 10^{-5} s^{-1}$ (tip SSRT), la toate temperaturile de testare (350 °C, 375 °C, 400 °C).

În urma analizei și a prelucrării datelor din curbele de tracțiune au fost obținute rezultate ce au fost grupate in doua matrice: matricea de testare în aer, respectiv matricea de testare în plumb topit. Cele două matrice ale rezultatelor conțin următoarele mărimi: Limita de curgere, $\sigma_{0.2}$; Rezistența la rupere, σ_r ; Parametrul α al relației Ramberg – Osgood; Parametrul *m*, care este inversul coeficientului de ecruisare, *n*.

În urma examinării curbelor de tracțiune tensiune mecanica-deformare a probelor testate în aer și plumb topit au rezultat următoarele observații:

- pentru temperatura de 350 °C, deși rezistența la rupere scade în plumb față de aer, în ceea ce privește alungirea la rupere, diferența este de doar câteva procente.

- pentru temperaturile de 375 °C și 400 °C se observă, în mod evident, o scădere a ductilității, prin reducerea deformării totale la rupere în mediul plumb topit față de testele efectuate în mediul aer. Acest lucru semnifică faptul că prezența LME nu poate fi neglijată la aceste viteze de deformare în tracțiune. Totodată, se remarcă și o scădere a rezistenței la rupere pentru testarea în plumb topit, care poate fi atribuită deasemenea efectului LME asupra probelor din 316L, testate la tracțiune de tip SSRT.

În urma <u>examinărilor metalografice</u> a probelor testate în aer și plumb topit se pot concluziona următoarele:

- La temperatura de 350 °C, comportarea probelor, respectiv a fronturilor de rupere, nu este semnificativ diferită în plumb față de aer.

- Pentru temperaturile de 375 °C și 400 °C s-a observat o modificare semnificativă a caracterului frontului de rupere și anume, apariția trăsăturilor ce caracterizează o rupere fragilă. Se poate presupune că acest fapt se datorează inițierii mecanismului LME în timpul desfășurării testelor, îndeosebi la viteze mici de deformare (SSRT).

În urma <u>examinării SEM</u> a probelor testate în aer și plumb topit se pot face următoarele afirmații:

- Pentru probele testate în aer la temperatura de 350 °C și pentru viteza de deformare cea mai scăzută (tip SSRT), se remarcă formarea microcavităților (goluri), iar unele dintre acestea sunt plasate în interiorul unor cavități mai mari de tip cupă-con. Acest mod de rupere este tipic ruperii ductile a metalelor. Pentru testele efectuate în plumb, la aceeași temperatură analiza SEM a suprafețelor de rupere arată aceeași morfologie a microcavităților, similară cu a testelor efectuate în aer și anume, cavități mari ale căror pereți conțin microcavități (goluri). Astfel că, se poate remarca faptul că prezența LME datorită plumbului nu este evidențiată de analizele SEM la această temperatură.

- Pentru probele testate în aer la temperatura de 375 °C o suprafață tipică SEM, pentru viteza de tip SSRT, observată la mărirea de x1000, morfologia microcavităților este similară celei observate la temperatura de 350 °C. Astfel se menține caracterul ductil al ruperii specific metalelor. Pentru testele de tracțiune efectuate în plumb la această temperatură și viteză de deformare apare caracterul mixt ductil-fragil. În acest caz o parte a suprafeței de rupere prezintă microcavități, fiind mărginită de o zonă cu aspect de microclivaj, fapt care confirmă prezența mecanismului LME provocat de către plumbul topit în timpul testului de tracțiune.

- Pentru testele de tracțiune efectuate în aer la temperatura de 400 °C, pentru o suprafață tipică SEM, pentru viteza de tip SSRT, la mărirea de x1000, morfologia microcavităților se caracterizează printr-o creștere a dimensiunilor acestora precum și prin înmulțirea cavităților mai mari, lucru explicat prin creșterea ductilității oțelului 316L o dată cu creșterea temperaturii. Pentru testele de tracțiune efectuate în plumb la această temperatură și viteză de deformare mică, suprafața de rupere prezintă preponderent zonele de clivaj confirmând fragilizarea LME produsă de plumbul topit în timpul testului de tracțiune.

NOUTATE: Analiză – Modelare

Aspectele de noutate și originalitate ale rezultatelor obținute în cadrul analizei si a modelării realizate in acestui raport al studiului doctoral sunt descrise in continuare.

- <u>Un prim aspect de noutate</u> îl reprezintă realizarea de teste experimentale de tracțiune pe probe din oțel inoxidabil austenitic 316L, în mediul plumb topit și în mediul aer, în vederea caracterizării influenței fragilizării cu plumb topit asupra comportării termomecanice în domeniul de temperatură 350°C – 400°C, regim specific de operare a demonstratorului ALFRED.
- <u>Un alt aspect de noutate</u> îl reprezintă metoda de obținere a coeficienților α și *m* ce definesc ecuația constitutivă Ramberg Osgood, care poate caracteriza comportarea elasto–plastică a unui material ductil sub solicitare uniaxială în tracțiune.

- -O caracteristică originală a studiului doctoral constă în obtinerea unui model analitic cu utilitate practică, prin prelucrarea rezultatelor experimentale. Acest lucru se realizează prin utilizarea metodei rețelei neuronale artificiale de tip "Rețea Neuronală Multistrat Unidirecțională", (abreviat MFNN - "Multilayer Feedforward Neural Network"), în mediul de programare MATLAB. S-a propus această metodă modernă de lucru deoarece s-a constatat din analiza preliminară a datelor experimentale o împrăștiere considerabilă pentru valorile parametrilor: limita de curgere, rezistența la rupere, valorile calculate ale parametrilor α si m. Astfel, modelarea prin metoda retelelor neuronale artificiale de tip MFNN conduce la obtinerea unor functii de predictie destul de precise pentru α si m. Totodată, trebuie remarcat faptul că funcțiile explicite de tip MFNN obținute au drept input mai multi parametri importanti de modelare: temperatura, viteza de deformare, limita de curgere, rezistenta la rupere. Acest model admite totodată îmbunătătirea sa ulterioară odată cu acumularea de noi date experimentale precum si a cunoasterii unor noi parametri de influență (concentrația de oxigen în plumb, etc.). O astfel de modelare, în care să intre mai multi parametri de input este foarte dificil de realizat prin metodele obisnuite de fitare cu care sunt prevăzute pachetele statistice din diverse programe.
- <u>Un alt aspect de noutate</u> îl reprezintă aplicația de mecanica ruperii descrisă în cadrul raportului, în care se utilizează relația Ramberg Osgood cu coeficienții redați prin funcții explicite de tip MFNN, pentru a simula comportamentul de mecanica ruperii în condiții LME, în plumb lichid la 400°C, precum și în mediul aer, pentru oțelul 316L. Pentru aceasta s-a apelat la modelul micro-mecanic al ruperii ductile Gurson-Tvergaard-Needleman. Modelul a fost implementat în softul de mecanica ruperii FEACrack, analiza stării de tensiuni și deformații fiind realizată prin metoda elementului finit. Rezultatele obținute sunt în concordanță cu rezultatele testelor experimentale efectuate în cadrul studiului doctoral dar și cu cele similare menționate în literatura de specialitate.

În literatura de specialitate este menționată comportarea mecanică diferită în mediul plumb topit față de mediul aer a oțelului 316L, pentru domeniul de temperaturi specificat, fiind încadrată în domeniul statistic al erorilor experimentale. În schimb, ca un corolar al aspectelor de noutate și originalitate menționate mai sus, argumentele prezentate în teză sugerează că aceste diferențe există, sunt reale și pot fi puse în evidență în mod analitic, așa cum s-a procedat în prezentul studiu doctoral.

APLICAȚIE: Integritatea structurală – Perspective

Exemplificarea posibilităților de utilizare practică a rezultatelor studiului doctoral, s-a realizat prin implementarea unui model bazat pe abordarea Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) pentru a evalua inițierea și propagarea fisurilor în condițiile LME pe oțelul inoxidabil austenitic 316L. Analiza a fost realizată cu metoda elementelor finite, prin intermediul softului de mecanica ruperii, FEACrack, pune în evidență fisurarea datorată LME, în probe tipice de mecanica ruperii, Compact-Tension (CT), iar rezultatele sunt în concordanță cu cele din literatura de specialitate.

Rezultatele studiului doctoral vor fi utilizate practic în cadrul activităților de analiză a integrității structurale, efectuate cu ajutorul diverselor coduri de calcul, ce vor fi utilizate în evaluările demonstratorului ALFRED, care va fi construit la RATEN ICN.

Bibliografie selectivă:

- M. Frogheri, A. Alemberti and L. Mansani, *"THE ADVANCED LEAD FAST REACTOR EUROPEAN DEMONSTRATOR (ALFRED)*", The 15th International Topical Meeting on Nuclear Reactor Thermal Hydraulics, NURETH-15 Pisa, Italy, May 12-17, 2013.
- [2] ALFRED Project Lead Cooled Fast Reactor Demonstrator- General Presentation- Romanian Perspective.
- [3] Gorse-Pomonti, D. and V. Russier (2007), *"Liquid Metals for Nuclear Applications"*, Journal of Non Crystalline Solids, 353, pp. 3600-3614.
- [4] Lyutyi EM (1987) "Problems of high temperature liquid metalcorrosion of refractory metals and alloys", Mater Sci 24(5):441–445.
- [5] P. J. L. Fernandes, R. E. Clegg, and D. R. H. Jones: *Eng. Fail. Anal.*, 1994, 1, 51-63;
- [6] ASTM G 129-00, "Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking", 2000.
- [7] ASTM E8/E8M, "Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", 2009.
- [8] T.L.Anderson, "Fracture Mechanics, Fundamentals and Applications", CRC Press, 1995.
- [9] FEACrack V.2.7.000, *"Structural Reliability Technology*", Boulder USA.
- [10] Metallography: An Introduction, *"Metallography and Microstructures"*, Vol 9, ASM Handbook, ASM International, 2004, p. 3–20.
- [11] Nuclear Science, "Handbook on Lead-bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies", 2015, No. 7268.
- [12] Z. Hamouche-Hadjem et al, *"Susceptibility to LME of 316L and T91 steels by LBE: Effect of strain rate*", Journal of Nuclear Materials 376 (2008), 317 321.
- [13] Ingrid Serre, Jean-Bernard Vogt, "*Mechanical properties of a 316L/T91 weld joint tested in lead-bismuth liquid*", Material and Design 30 (2009), 3776 3783.
- [14] Dieter, George, JR., "*Mechanical Metallurgy*", McGRAW-HILL BOOK Company, 1961.
- [15] Ramberg, W., Osgood, R.W., *"Description of stress-strain curves by three parameters*", National Advisory Committee of Aeronautics, Technical Note 902, National Bureau of Standards, Washington, DC, USA, 1943.
- [16] Matlab R2017b, The MathWorks, Inc.USA.
- [17] FEACrack, "3D Finite Element Software for Cracks", User's Manual, QuestIntegrity, USA.
- [18] Simon Haykin, Neural Networks, A comprehensive foundation, Pearson Education, 1999.
- [19] Kiran, R., Khandelwal, K., "Gurson model parameters for ductile fracture simulation in ASTM A992 steels", Wiley Publishing Ltd, Fatigue& Fracture of Engineering Materials & Structures 00, 1-13, 2013.
- [20] Gurson, A. L., "Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth. I. Yield criteria and flow rules for porous ductile media", Transaction of ASME Series H, Journal Engineering Materials Technology, 99, 2, 1977.
- [21] ASTM E646-07, "Standard Test Method for Tensile Strain-Hardening Exponents (n -Values) of Metallic Sheet Materials", 2007.
- [22] ASTM E1820-11, "Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness", 2011.
- [23] OECD Nuclear Energy Agency (NEA), "Handbook on Lead-bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies", No. 7268, 2015.
- [24] Lorenzo Stefanini, "Influence of Lead-Bismuth Eutectic Environment on the mechanical properties of the AISI 316L stainless steel", Pisa, 20 July 2015.