

I. E. A. Bibliotecas	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 1	AÑO 1985

PUESTA A PUNTO Y CALIFICACION DE UN AUTOCLAVE PARA ENSAYOS DE
CORROSION A ALTA PRESION Y TEMPERATURA DE TUBOS DE Zry-4.

L. A.
Liliana A. Lanzani, Carlos J. Semino, Mario E. García y Stella M. de
De Micheli.

División Corrosión, Departamento de Materiales-CNEA-CAC.

Resumen:

El presente trabajo pretende establecer en primer lugar, parámetros prácticos confiables, con el objeto de sistematizar el uso de autoclaves destinados a ensayos de corrosión a alta presión y temperatura. La segunda parte de este trabajo consistió en la calificación del autoclave y de todos los instrumentos de medición y control empleados para dichos ensayos.

Introducción:

Es por todos conocida la importancia de la predicción de el comportamiento de los distintos materiales componentes de los circuitos primario y secundario de las centrales nucleares en escala de laboratorio con la finalidad de determinar el origen de fallas, es por esta razón que el laboratorio de corrosión del CAC encaró el proyecto de instrumentar cinco autoclaves, una de ellas y sobre el cual este trabajo hace referencia, (ver fig.1), está destinada a la especificación de tubos para vainas destinadas a la fabricación de elementos combustibles y materiales estructurales semiterminados de Zry-4 provenientes de la fábrica de aleaciones especiales (FAE) y el proyecto para la fábrica de aleaciones especiales (PPFAE).

También se incluye en estos ensayos el comportamiento de estos materiales con inclusiones incorporadas durante el maquinado de los mismos. En la Fig.2 se observan algunos requerimientos de la norma.

Montaje:

Para el montaje de los autoclaves se tuvieron en cuenta todos los riesgos involucrados en este tipo de ensayos, se hizo necesaria la implementación de diversos sistemas de seguridad, los cuales se pasan a detallar:

- a) Anclaje al piso del cuerpo de los autoclaves para facilitar las operaciones sobre el cabezal.
- b) Carrocera exterior con chapa de hierro de 6 mm de espesor para protección contra posibles sopladuras de vapor.
- c) Pared de hormigón divisoria, detrás de la cual se colocará el operador y todos los equipos de medición y control.
- d) Disco de ruptura que permitirá la salida de vapor cuando este alcance una presión de 3470 psig.
- e) Transmisor de alta presión colocado directamente sobre el cuadrante del manómetro.
- f) Llave térmica interruptora. Ver Fig.3, fotografía del autoclave.

El diagrama mecánico simplificado de medición y control se muestra en la fig. 4. Los lazos de control diseñados, permiten una vez entrado en régimen el sistema, cumplir con las tolerancias que la norma del ensayo requiere y al mismo tiempo brindar la seguridad necesaria al operador durante el tiempo que dura el ensayo.

Instrumentación para medición, registro y control:

El circuito eléctrico de los dispositivos de regulación y control de temperatura y presión se muestran en la fig.5.

Todas las tierras fueron conectadas a un mismo punto común de una jabalina enterrada a 60 metros de profundidad hasta llegar a la tercera capa freática, otorgando de esta manera gran confiabilidad al sistema. Como sensores de temperatura se utilizaron termocuplas de crhomel-alumel "tipo K", envainadas en acero inoxidable con unión cónica de alta presión, munidas de su correspondiente curva de calibración y certificado de calificación en los puntos de trabajo con validez un año (ver Fig. 6). Todas las conexiones de los cables compensados de termocuplas, llevan malla de cobre conectada a jabalina. Para obtener un registro continuo de temperatura durante el tiempo que dura el ensayo se utilizó un registrador a pluma, pudiéndose medir directamente en todo momento la temperatura sobre un milivoltímetro digital con lectura hasta el microvolt. Este último equipo se calibró convenientemente antes de comenzar cada medición mediante una pila Weastone patrón de la NBS calificada con certificado con validez un año (ver Fig. 7). Se preparó en el laboratorio un programa en la computadora Hewlett-Packard modelo 9825-B, la cual toma un valor promediado de una lectura cada cinco segundos durante dos horas de la fuerza electromotriz de la pila con el objeto de asegurar periódicamente este valor. El controlador de temperatura es del tipo proporcional "on-off" con junta fría incorporada.

En la fig. 9 se observa el módulo de control y registro de temperatura. El indicador de presión es un manómetro de tipo Bourdón con su correspondiente curva de calibración y certificado con validez un año de los puntos de trabajo con su desviación (ver fig. 8)

Variables operacionales:

En la fig. 10 aparecen todas las variables operacionales estudiadas.

a) Pasivado del autoclave:

Entendemos por pasivación de las paredes del autoclave, a la formación de una película protectora, lo mas adherente posible dentro de las fluctuaciones de presión y temperatura que el ensayo permita. Debido a que las técnicas clásicas de pasivación con hidróxido de sodio pueden inducir con el tiempo, y alas presiones y temperaturas de trabajo, fragilización cáustica del cuerpo del autoclave, con el consiguiente peligro que involucra una fisura pasante, se optó en nuestro laboratorio por una técnica de pasivado "natural", es decir la formación de un óxido protector durante siete días de exposición en vapor de agua sobrecalentado de alta pureza. Los óxidos formados en este caso fueron óxido férrico (rojo) y ferroso férrico (negro), adherentes, evaluándose los posibles efectos de enmascaramiento sobre el óxido formado sobre las aleaciones de circonio, durante veinte ensayos de 72 horas de duración cada uno, en los cuales los testigos ensayados no sufrieron una desviación mayor de $5\text{mg}/\text{cm}^2$ de aumento de peso entre el mayor y el menor de los valores obtenidos.

b) Purgado:

Esta es una variable operacional de gran importancia ya que la formación del óxido sobre las probetas está directamente relacionado con la cantidad de oxígeno presente en el medio de reacción. La norma exige para los ensayos un máximo de $0,03\text{ ml O}_2/\text{Kg H}_2\text{O}$, luego del venteo. Se ha logrado un purgado aceptable colocandó una cantidad inicial de 0,5 litros de H_2O , efectuando aperturas de válvula durante aproximadamente un minuto, a las siguientes temperaturas: 90-100 120-140 y 150°C , hasta desalojar un 40% aproximadamente del volumen inicial de agua, dejando un remanente del 8-10% restante para ajustar

la presión en régimen. Si se hace un purgado deficiente, luego del ensayo, los testigos presentarán un aumento de peso superior a los 22 mg/dm^2 mientras que el aspecto del óxido formado será negro, opaco y con tonalidades amarillentas a transluz.

Calificación del autoclave:

La norma utilizada recomienda utilizar un autoclave de referencia exclusivamente para ensayos de testigos, que a su vez servirán para la calificación de los restantes autoclaves, fijando una diferencia de peso de testigos entre los dos autoclaves no mayor de 5 mg/dm^2 . En nuestro laboratorio resulta imposible implementar este sistema por razones económicas, se decidió entonces hacer un seguimiento de testigos en el mismo autoclave a calificar y obtener una diferencia de peso propia del autoclave mediante la observación de el aumento de peso de 100 testigos en distintas zonas de ensayo.

En la Fig. 10 se muestra el resultado de uno de estos ensayos, pudiéndose observar una zona "fría" ó de poca reactividad correspondiente al fondo del recipiente (zonas G y H), manteniéndose una correspondencia bastante buena en los valores de aumento de peso en la zona alta cercana al cabezal y media de la grilla (zonas A, B, C, D, E, F con una diferencia entre valores máximo y mínimo de $2,8 \text{ mg/dm}^2$).

Otro de los ensayos previstos es la determinación de gradientes de temperatura en el volumen del recipiente mediante la colocación de distintas termocuplas por zonas, se pudo observar de esta manera una diferencia de 29°C (con temperatura de ensayo: 400°C), entre la zona inmediata superior por debajo del cabezal y la zona central de trabajo. En próximos ensayos se tratará de medir temperaturas de puntos radiales inmediatos a la pared del autoclave y en zonas inferiores del mismo.

En la Fig. 12, se observa la posición de la termocupla de registro cabezal y grilla portaprobetas.

Conclusiones:

El autoclave asignado a estos ensayos es apto para el servicio, siempre que se cumplan las recomendaciones enunciadas y se estudien y traten de anular las posibles inferencias de las variables operacionales sobre el resultado de los ensayos.

Es conveniente poseer un banco de muestreo permanente de testigos de comportamiento conocido para seguir la performance del equipo. Sería también conveniente de ser posible, obtener la curva cinética de crecimiento de óxido suministrada por el autoclave en uso, en tal caso habría que realizar experiencias de: 1, 3, 7, 14, 30, 60, 90 y 120 días de duración.

ACTIVIDADES LAB. AUTOCLAVES DIV. CORROSION

SERVICIOS

- (1 AUTOCLAVE)
MAT: 55347 (NI)
CAP: 462
COND: 400°C; 102 atm
H₂O PURA
- CALIFICACION DE TUBOS Y MATERIALES SEMITERMINADOS 20-4 (ASTM G2-74)
- 20-4 + INCLUSIONES

LINEAS DE INVESTIGACION

- (1 AUTOCLAVE)
MAT: INCONEL 600
CAP: 12
COND: 290°C; 113 atm
NaOH PH: 12
- CORROSION BAJO TENSIONES DE INCONEL 600
- DESARROLLO DE ELECTRODOS DE REFERENCIA

- (1 AUTOCLAVE)
MAT: 55347
CAP: 12
COND: 290°C; 113 atm
LiOH PH: 12
- ELECTROQUIMICA DE LA OXIDACION DE 20-4 EN MEDIO ALCALINO

- (1 AUTOCLAVE)
MAT: 55347
CAP: 12
COND: 290°C; 113 atm
- SUSCEPTIBILIDAD A LA CORROSION BAJO TENSION 55316 EL (4406); 55347 INCONEL 600; 690 INCONEL 600

- (2 Autoclaves)
- MAT: 55316
- CAP: 12
- COND: 290°C; 113 atm
- U: Mayor 20.000 ppm
- O₂: 0,2 - 9 ppm
- Ca/SO₄: Mayor 70.000 ppm
- PO₄: 1-2 ppm
- PH: 11,7 - 10
- SO₄: 1.000 - 10.000 ppm + 100
- 4-HIDROXINA - NH₃
- SUSCEPTIBILIDAD AL PICADO
- 55316 EL (4406)
- 55347
- INCONEL 600
- INCONEL 600
- 20-4 + INCLUSIONES

ENSAYO DE CORROSION (ASTM G2-74)

- P: 102 atm (± 8,2 atm)
- T: 400°C (± 2,8°C)
- TIEMPO ENSAYO: 72 hs (± 1h)
- O₂: MAXIMO DISUELTO LUEGO DE VENTEO: 0,03 ml/Kg H₂O
- H₂O DE ENSAYO: RESISTIVIDAD: 5 × 10⁵ Ω·cm
- PROBETAS { DECAPADO: 50-80 μ
- { ASPECTO SUPERFICIAL: LIMPIO - BRILLANTE
- AUMENTO DE PESO: 22 mg/dm² (MAXIMO)
- ASPECTO: { OXIDO NEGRO LUSTROSO, ADHERENTE, LIBRE DE PRODUCTOS DE CORROSION BLANCOS O MARRONES
- PESO TESTIGOS: 5 mg/dm² (MAXIMO)

Fig. 1

Fig. 2

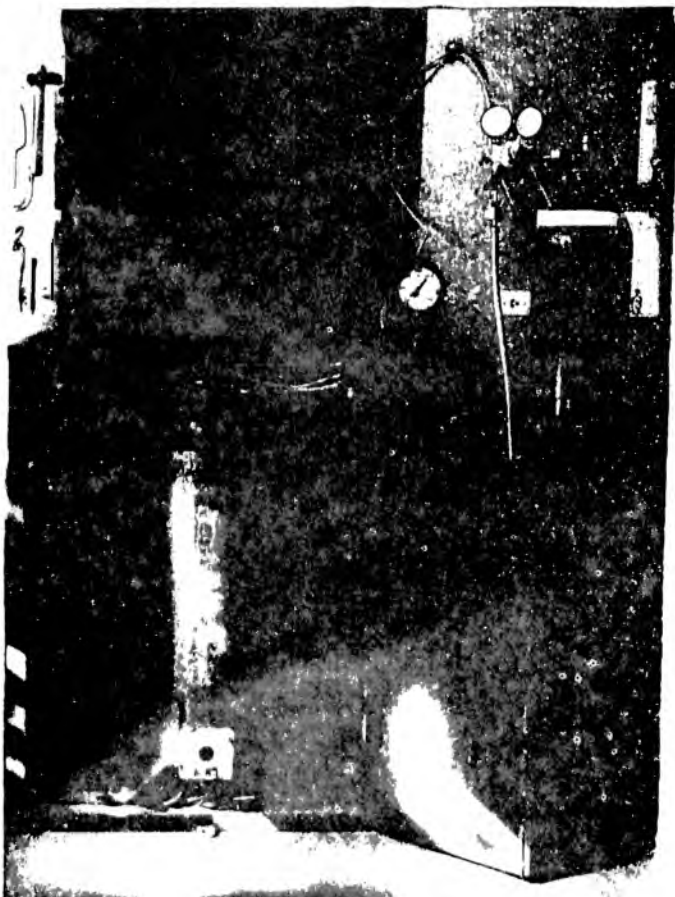


Fig. 3

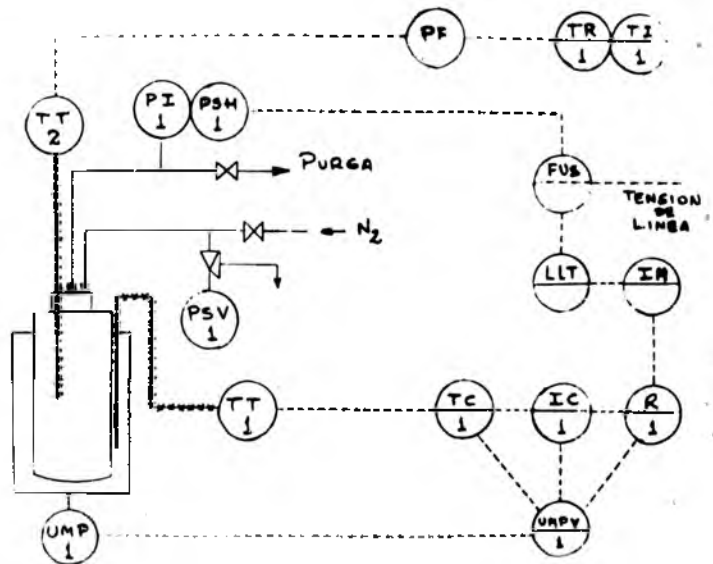


Fig. 4

- TT: Transmisor de temperatura
- TC: Controlador de temperatura.
- TR: Registrador de temperatura.
- TI: Indicador de temperatura.
- PI: Indicador de presión.
- PSH: Transmisor de alta presión.
- PSV: Válvula de seguridad.
- PF: Punta fría.
- FUS: Fusible.
- LLT: Llave térmica.
- IM: Interruptor manual.
- R: Relay.
- UMPV: Unidad manual de potencia variable.
- UMP: Unidad manual de potencia.
- IC: Indicador de corriente.

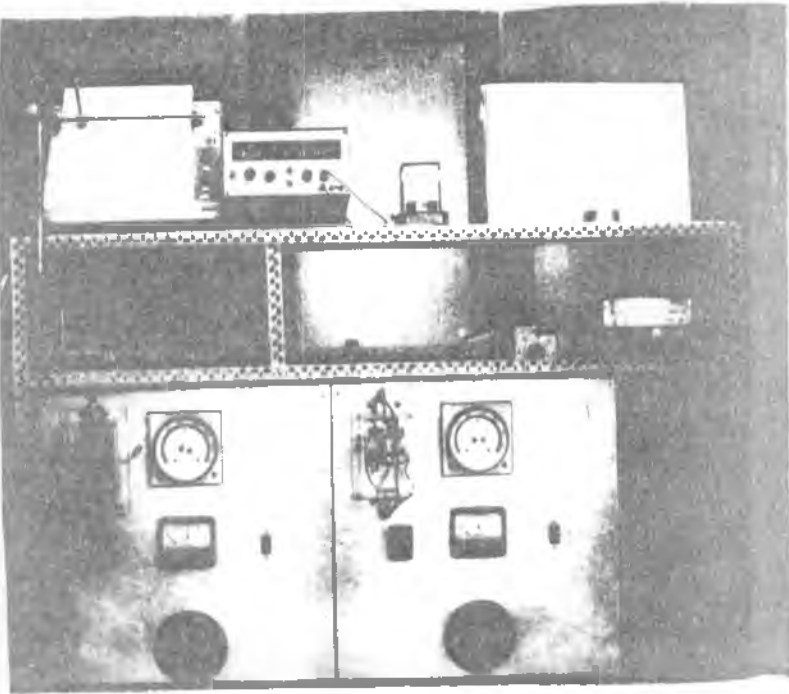


Fig. 9

AUMENTO DE PESO
POR ZONAS

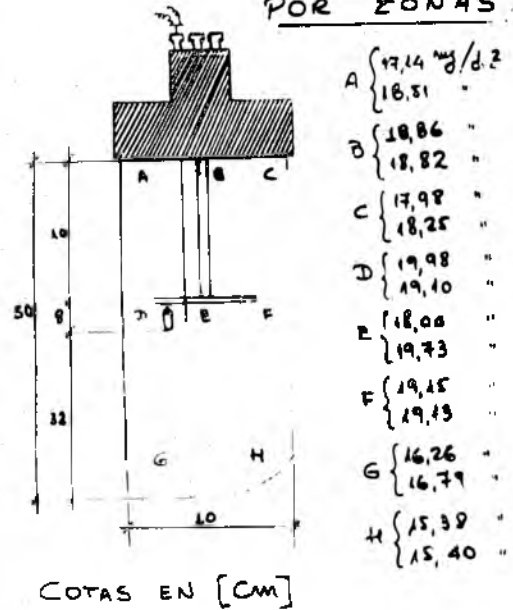


Fig. 10

VARIABLES OPERACIONALES
ESTUDIADAS

TECNICAS DE PURGADO { TIEMPO DE APERTURA DE VALVULA
TIEMPO DE APERTURA DE VALVULA A DISTINTAS TEMPERATURAS
- VOLUMEN PURGADO

PASIVADO DEL AUTOCLAVE { Na.OH
- H₂O ALTA PUREZA

CONTAMINACION { TECNICAS DE LIMPIEZA

CALIFICACION AUTOCLAVE { AUMENTO ESTADISTICO DE PESO POR ZONAS
GRADIENTES DE TEMPERATURA

Fig. 11

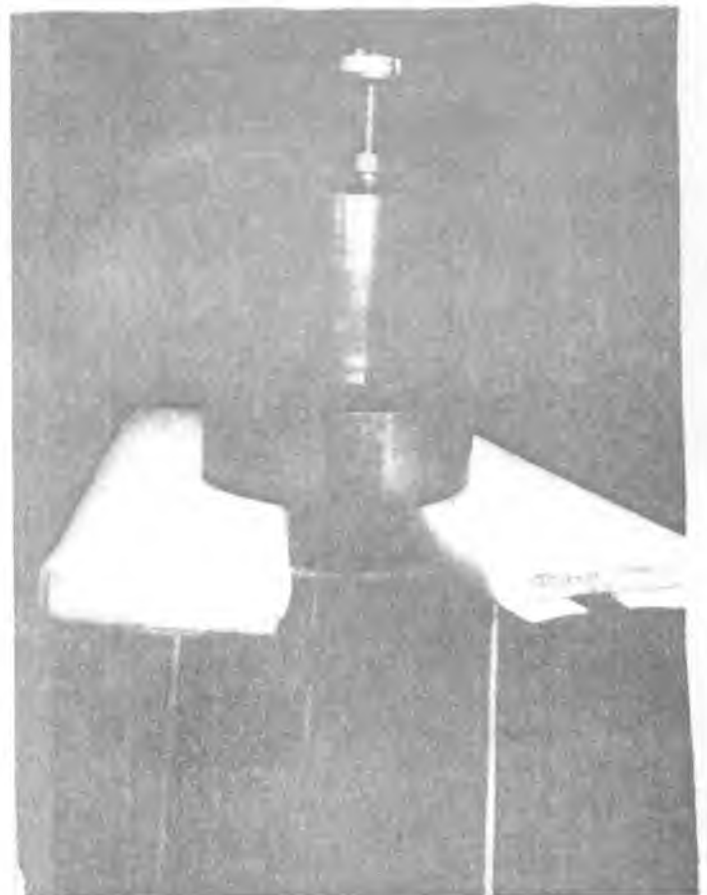


Fig. 12