

Proyecto para el estudio de la Corrosión bajo tensión de la aleación 690 y sus metales de soldadura asociados

i+d

Colección Documentos I+D 28.2023

Proyecto para el estudio de la
Corrosión bajo tensión de la aleación 690 y sus metales de soldadura asociados

Proyecto para el estudio de la Corrosión bajo tensión de la aleación 690 y sus metales de soldadura asociados

Autores del CIEMAT (Centro de Investigaciones Energéticas,
Medioambientales y Tecnológicas)
Dolores Gómez-Briceño, Francisco Javier Perosanz,
María Soledad García-Redondo, Alberto Sáez Maderuelo,
Jesús Lapeña

Coordinadores del CSN (Consejo de Seguridad Nuclear)
Carlos Castelao López
Álvaro Junghanns Hernández

Colaboradores de ENSA (Equipos Nucleares, S.A.)
Pedro Verón

Colección: Documentos I+D
Referencia: DID-28.23

Copyright 2023, Consejo de Seguridad Nuclear
Edita y distribuye:
Consejo de Seguridad Nuclear
C/ Justo Dorado, 11. 28040 Madrid. España
www.csn.es
peticiones@csn.es
Maquetación: Composiciones RALI, S.A.

Depósito legal: M-23811-2023

PREÁMBULO

El presente trabajo de investigación se enmarca dentro del Programa de Investigación y Desarrollo del Consejo de Seguridad Nuclear (CSN). Describe las actividades llevadas a cabo en el marco del acuerdo CIEMAT-CSN-ENSA, para la determinación de velocidades de propagación de grietas en la aleación base níquel 690, utilizada para la fabricación de las toberas de las penetraciones de la tapa de la vasija de los reactores tipo PWR, presentes en todos los reactores españoles de agua a presión de diseño Westinghouse.

Los resultados de esta investigación han sido presentados dentro del programa internacional Alloy 690/52/152 Primary Stress Corrosion Cracking Research, liderado por EPRI (Electric Power Research Institute) e incorporados en las bases de datos que se emplean a nivel internacional sobre el fenómeno degradatorio conocido como Corrosión Bajo Tensión en Condiciones de Primario (PWSCC por su acrónimo en inglés). Además, los investigadores del CIEMAT han participado en el panel de expertos que se constituyó dentro del programa internacional antes referido, para desarrollar las ecuaciones de velocidad de propagación de grietas para las aleaciones 690, 52 y 152 y revisar las ecuaciones existentes para la aleación 600 recogidas en el MRP-55 [1] y las aleaciones 82 y 182 recogidas en el MRP-115 [2].

El análisis de los resultados obtenidos en comparación con la base de datos disponible ha contribuido al establecimiento de criterios para la evaluación de los programas de inspección de la tapa de la vasija de los reactores tipo PWR.

1. MRP-55 Rev.1, "Crack Growth Rates for Evaluating Primary Water Stress Corrosion cracking (PWSCC) of Thick-Wall Alloy 600 Materials", EPRI, Palo Alto, CA:2002.1006695.
2. MRP- 115, "*Crack Growth Rates for Evaluating Primary Water Stress Corrosion cracking (PWSCC) of Alloy 82,182 and 132 Welds*", EPRI, Palo Alto, CA: 2004. 1006696.

CONTENIDO

I. ANTECEDENTES	11
II. INTRODUCCIÓN	19
III. OBJETIVOS	25
IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL Y METODOLOGÍA	29
IV.1. Fabricación de la maqueta de una penetración de la tapa de la vasija	31
IV.2. Mecanización de la maqueta para la obtención de las probetas de ensayo y caracterización	32
IV.3. Instalaciones experimentales	34
IV.3.1. Acondicionamiento del circuito/autoclave de ensayo	35
IV.3.2. Medidor/Seguidor de grietas (DCPD)	37
IV.3.3. Otro equipamiento	38
IV.4. Condiciones de ensayo	39
IV.5. Procedimiento de ensayo	41
IV.6. Examen postensayo	43
V. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES ENSAYADOS	45
V.1. Caracterización microestructural y mecánica	47
V.2. Deformación plástica retenida como consecuencia del proceso de soldadura	49
VI. ENSAYOS DE VELOCIDAD DE PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN CONDICIONES SIMULADAS DE OPERACIÓN DEL CIRCUITO PRIMARIO DE UN REACTOR TIPO PWR	55
VI.1. Probetas con propagación perpendicular al HAZ	57
VI.2. Probetas con propagación en el HAZ y paralela a la línea de fusión	58
VI.3. Probetas con propagación en el metal de soldadura	58
VII. EXAMEN DE LAS PROBETAS ENSAYADAS	61
VII.1. Probetas IB y 2B con propagación perpendicular al HAZ	63
VII.2. Probetas 1D y 2D con propagación en el HAZ paralela a la línea de fusión	67
VII.3. Probetas 1C y 2C con propagación en el metal de soldadura	70
VIII. DISCUSIÓN	73
IX. CONCLUSIONES	85
X. REFERENCIAS	89

I. Antecedentes

La aleación 690 y sus metales de soldadura 52/152 son aleaciones base níquel con una elevada resistencia a corrosión bajo tensión, que han sido utilizadas como materiales de sustitución de la aleación 600 y de sus metales de soldadura 82/182. La aleación 600 fue seleccionada como material para la fabricación de los tubos de los generadores de vapor, en los primeros reactores comerciales del tipo PWR, frente a los aceros inoxidable austeníticos utilizados en los prototipos previos. Para la selección de este material se tuvo en cuenta su coeficiente de expansión térmica y, de modo especial, su alta resistencia a corrosión bajo tensión en medios con cloruros, pero se obvió su elevada susceptibilidad a este fenómeno de degradación en agua pura, postulada por Coriu en 1959 [1], aunque rebatida por otros investigadores [2]. Sin embargo, investigaciones posteriores confirmaron la elevada susceptibilidad de la aleación 600 a corrosión bajo tensión en agua de primario (PWSCC, Primary Water Stress Corrosion Cracking), tanto en ensayos de laboratorio [3][4] como en tubos de generadores de vapor en operación [5].

Además, la aleación 600 se utilizó para la fabricación de otros muchos componentes en los reactores tipo PWR, tales como las toberas de los mecanismos de las barras de control (Control Rod Drive Mechanism), las toberas de instrumentación del fondo de la vasija (Bottom Mounted Instrumentation), toberas de instrumentación, la placa de partición de los generadores de vapor, etc., como se indica en la figura 1. La figura 2 muestra un esquema de la tapa de la vasija de presión de un reactor tipo PWR y un detalle de las soldaduras en "J" entre los tubos guías de las barras de control (CRDM) y la tapa de la vasija. En la figura 3 puede verse el aspecto del interior de una tapa de la vasija con los CRDM instalados.

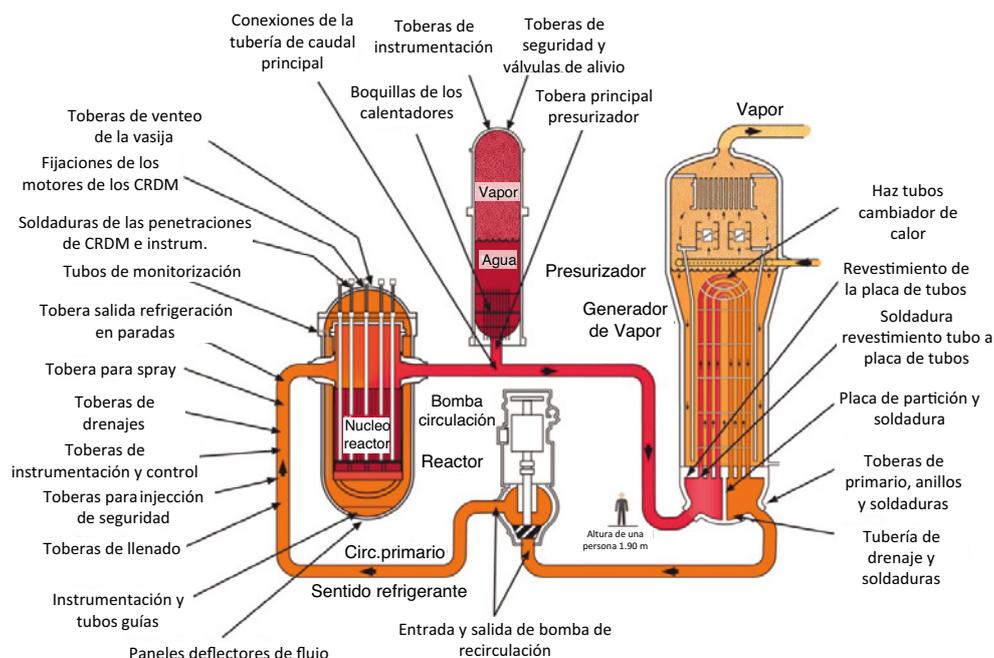


Figura 1. Localización de las aleaciones 600/82/182 en el circuito primario de un reactor PWR.

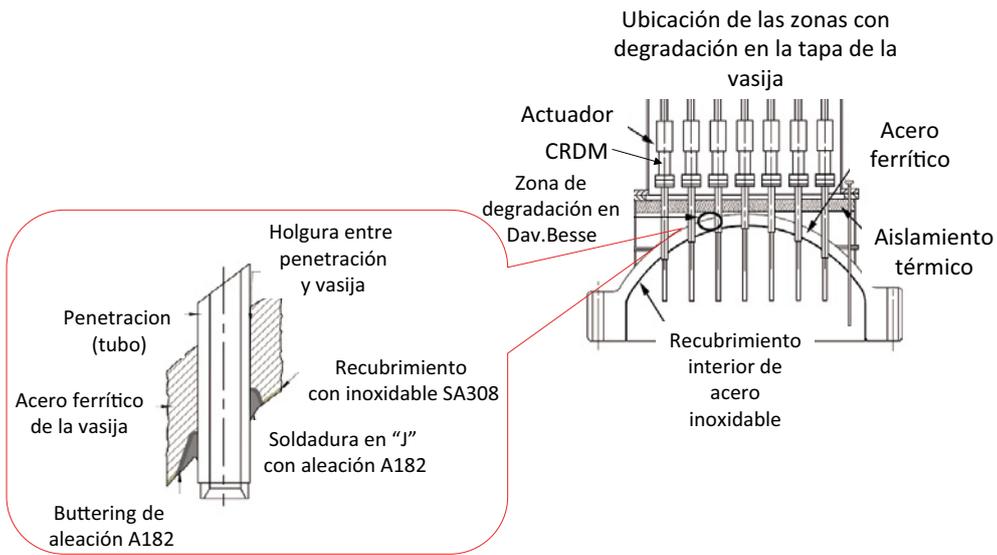


Figura 2. Detalle de las penetraciones de los tubos de los CRDM y de la soldadura en "J" en la tapa de la vasija.

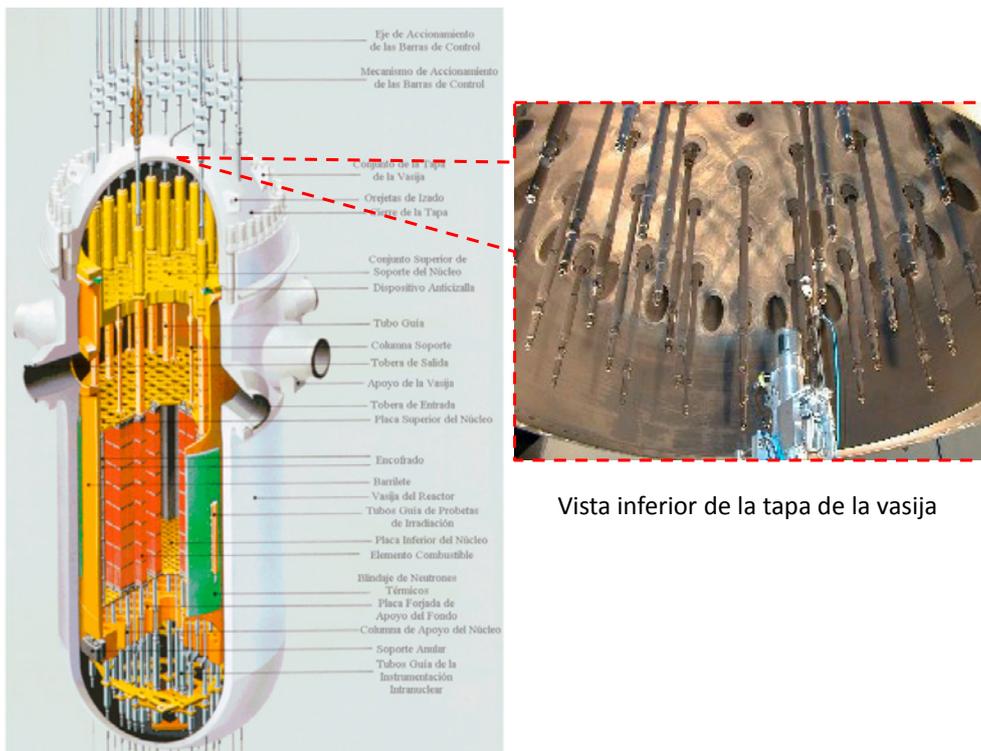


Figura 3. Interior de la vasija de presión de un reactor tipo PWR con el detalle de la vista inferior de la tapa con los mecanismos de accionamiento de las barras de control instalados.

Vista inferior de la tapa de la vasija

En los años 70, la degradación de la aleación 600 por corrosión bajo tensión en las condiciones de operación del circuito primario de los reactores tipo PWR afectó, no solo a los tubos de pared delgada de los generadores de vapor, sino también a otros componentes de pared gruesa como las toberas de instrumentación de los presionadores [6]. Sin embargo, fue la inesperada detección de una grieta axial pasante, iniciada en el interior a la altura de la soldadura, en la

penetración¹ 54 de la tapa de la vasija de la central francesa de Bugey 3 en 1991 [7] [8], durante una prueba hidrostática, lo que marcó un punto de inflexión en la consideración, a nivel mundial, de esta problemática, implementándose exhaustivos programas de inspección e identificándose la necesidad de disponer de datos de velocidad de propagación de grietas en este tipo de componentes. Con estas premisas, en España se llevó a cabo un proyecto de investigación denominado PETAVA, uno de cuyos objetivos era la obtención de datos de propagación de grietas en materiales representativos de los utilizados para la fabricación de las tapas de las vasijas de los reactores tipo PWR españoles [9].

La fuga de Bugey no fue más que el inicio de una situación que tomó un nuevo impulso en 2001 con la primera detección de grietas circunferenciales en la unidad 3 de la planta americana de ONS unit 3 y con el hallazgo, en 2002, de grietas axiales fugantes en tres de las penetraciones de la tapa de la vasija del reactor americano de Davis Besse, una de ellas con ramificaciones circunferenciales. En este caso, además, se observó una importante corrosión del acero de la tapa de la vasija, como consecuencia de la fuga prolongada de agua de primario, tal como puede verse en la figura 4.

La tabla 1 recoge los primeros incidentes de agrietamientos detectados en distintos componentes fabricados con la aleación 600 y sus metales de soldadura [10].

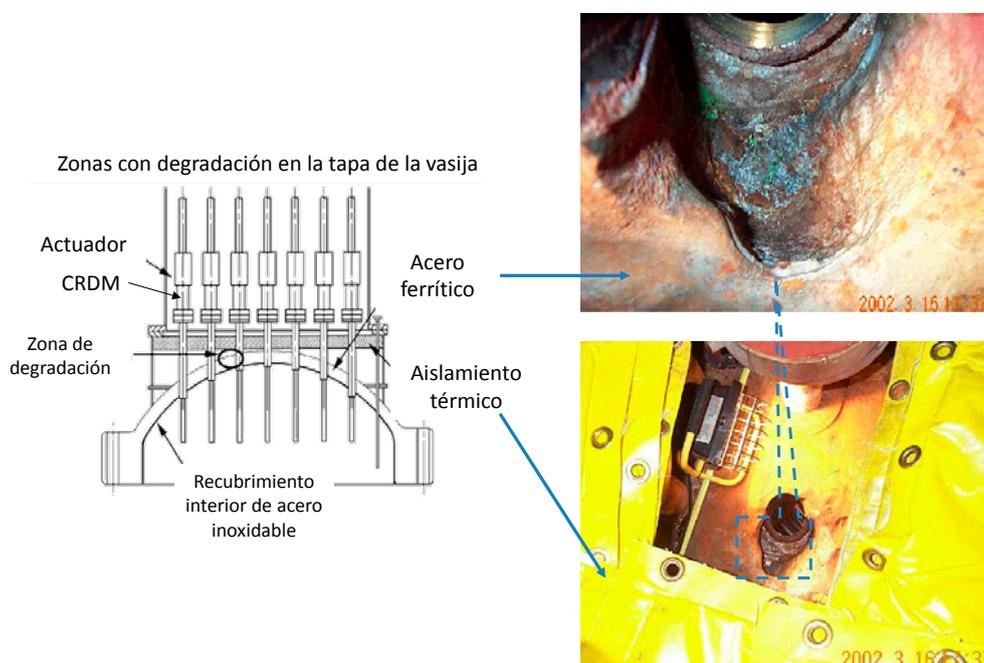


Figura 4. Esquema de la degradación de la zona de corrosión del acero de vasija debido a las grietas fugantes en las penetraciones de la tapa de la vasija de Davis Besse.

¹ Penetración es la designación utilizada habitualmente para toberas de los mecanismos de las barras de control.

Fecha	Primeras observaciones de PWSCC en componentes en reactores tipo PWR
1972	Transición del expansionado en tubos de generadores de vapor de aleación 600MA SG
1979	Agrietamientos pasantes en tubos de aleación 600 MA en generadores de vapor de un paso
1989	Toberas de los calentadores de los presurizadores (presionadores)
1991	Agrietamientos axiales en los CRDM de aleación 600
2000	Agrietamientos en soldaduras de aleaciones 182/132
2001	Agrietamiento circunferencial en un CRDM iniciado en la raíz de la soldadura en J
2003	Toberas del fondo de la vasija BMI nozzle
2004	Placa divisoria de los generadores de vapor de aleación 600. Alloy 600 SG channel head divides plate stub.

Tabla 1. Primeros incidentes en componentes fabricados con la aleación 600.

Con motivo de la degradación encontrada en Davis–Besse, la NRC (Nuclear Regulatory Commission) identificó la necesidad de implementar programas de inspección, más exhaustivos, de las penetraciones y toberas de instrumentación fabricadas de aleaciones base níquel y de sus metales de soldadura y emitió la orden EA-03-009 [11] en febrero de 2003, posteriormente revisada en febrero de 2004 [12], que fue adoptada por el Consejo de Seguridad Nuclear para fijar los requisitos de inspección de las centrales nucleares españolas, tipo PWR. El programa de inspección viene determinado por el tiempo y la temperatura de operación. La orden EA-03-009 es de aplicación tanto a la aleación 600 y sus metales de soldadura 82 y 182 como a la aleación 690 y sus metales de soldadura 52 y 152, sin tener en cuenta las diferencias existentes en la susceptibilidad al mecanismo de degradación, origen de la degradación, lo que resulta muy penalizador para las tapas de la vasija con penetraciones fabricadas de la aleación 690/52/152.

La central nuclear de Almaraz reemplazó, de modo preventivo, las tapas de las vasijas originales por nuevas tapas con penetraciones de la aleación 690 TT, en 1996 en la unidad 1 y en 1997 en la unidad 2, aprovechando el cambio de los generadores de vapor, a pesar de no haber encontrado ningún tipo de indicación en las inspecciones realizadas periódicamente, siguiendo los requerimientos del CSN. Por su parte, la central nuclear de Ascó sustituyó la tapa de la vasija de la unidad 1 en 2003 por una nueva pero con las penetraciones de 600MA, mientras que en 2004, se sustituyó la de la unidad 2 por una nueva con las penetraciones de 690TT, en 2004. Más recientemente, en 2015, se ha sustituido la tapa de la vasija de Vandellós II por una nueva con las penetraciones de la aleación 690TT.

Ante esta situación, en 2005, el CSN y UNESA deciden emprender un proyecto de investigación denominado “Comportamiento frente a PWSCC de la aleación 690TT en reactores tipo PWR (primera fase)”, ejecutado por el CIEMAT. El

objetivo de este proyecto, en su primera fase, fue la revisión de la documentación disponible sobre la aleación 690 desde un punto de vista complementario al análisis recogido en el documento MRP 111 [13]. En especial, se analizaron cuidadosamente las diferencias existentes, entre la aleación 600 y la aleación 690, que pudieran justificar su diferente respuesta a corrosión bajo tensión en condiciones de primario (PWSCC) y se revisaron los distintos mecanismos elaborados para explicar este modo de degradación [14].

La segunda fase del proyecto consistió en la realización de un programa experimental para la determinación de datos de velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 y en sus metales de soldadura 52 y 152. Este programa experimental se llevó a cabo en las instalaciones del CIEMAT y fue financiado conjuntamente por UNESA y EPRI. Los resultados obtenidos fueron presentados en diversos foros internacionales y todos ellos dieron lugar a una publicación EPRI dentro de su programa MRP [15].

Como culminación de todo el trabajo desarrollado, se ha llevado a cabo un nuevo programa experimental, financiado por el CSN, con el objetivo de obtener nuevos datos de velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 y sus metales de soldadura, utilizando probetas extraídas de una maqueta de un componente real, fabricado por ENSA con los mismos procedimientos utilizados para la construcción de las nuevas tapas de las vasijas de los reactores españoles, tipo PWR.

En paralelo, CIEMAT ha participado en un grupo de expertos auspiciado por EPRI para evaluar la calidad de los datos de velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 y sus metales de soldadura 52/152 como primera etapa en el proceso de elaboración de las curvas de velocidad de propagación de grietas en función del factor de intensidad de tensiones (“disposition lines”) necesarias para el establecimiento de los programas de inspección.

II. Introducción

La aleación base níquel denominada aleación 690 y sus metales de soldadura 52 y 152 han sido utilizados como materiales de sustitución de la aleación 600 y de sus metales de soldadura 82 y 182 para la fabricación de las penetraciones de las nuevas tapas de la vasija de los reactores tipo PWR. La aleación 690 no es inmune a corrosión bajo tensión en las condiciones de operación del circuito primario de un reactor tipo PWR pero presenta una gran resistencia a este mecanismo de degradación.

En 2004, EPRI en su documento MRP 111 [13] revisó el comportamiento a corrosión bajo tensión de la aleación 690 con el fin de proporcionar las bases técnicas para el desarrollo de los futuros requerimientos de inspección para los componentes de pared gruesa fabricados de la aleación 690. A partir de la información disponible, procedente en su mayoría de ensayos de iniciación de grietas realizados con componentes de pared delgada, tubos de generadores de vapor, se estimaron unos factores de mejora relativos para la aleación 690 frente a la aleación 600, haciéndose notar que los factores de mejoras reales podrían ser más elevados.

El MRP 111 [13] recogía, también, los puntos abiertos existentes en la fecha de su redacción. Uno de los más significativos era la falta de información sobre el comportamiento de los metales de soldadura 52 y 152 y otro, las posibles diferencias entre el comportamiento de los tubos de generadores de vapor y los componentes de pared gruesa, tal como los utilizados en la fabricación de las penetraciones de la tapa de la vasija. Al mismo tiempo se hacía notar que, dada la dificultad de iniciar grietas en la aleación 690 y sus metales de soldadura, no era posible estimar velocidades de propagación de grietas en estos materiales y mucho menos en la zona afectada por el calor de la soldadura (HAZ), considerada potencialmente más susceptible en ese momento.

En 2009, se publicó una actualización del MRP-111, denominada MRP-258 [16]. En este documento, ya se recoge que para materiales de pared gruesa en condiciones metalúrgicas normales, como cabe esperar en los CRDM de aleación 690TT, la susceptibilidad a corrosión bajo tensión en agua de primario, PWSCC, parece ser marginal, con velocidades de propagación de grietas inferiores a 5×10^{-9} mm/s. Sin embargo, Paraventi [17] había obtenido valores de velocidad de propagación de grietas mayores y comparables a los valores aceptados para la aleación 600, trabajando con coladas de aleación 690, placas y barras, deformadas en frío inhomogéneamente.

La publicación de los resultados obtenidos por Paraventi [17] dio lugar, en 2007, al establecimiento de una colaboración internacional, coordinada por EPRI, para investigar el comportamiento frente a PWSCC de la aleación 690, con la participación de GE, PNNL, ANL, Bettis, y CIEMAT entre otros laboratorios.

Un resumen de lo desarrollado, en este contexto, por los distintos laboratorios hasta 2013, se recoge en el MRP-237, Rev. 2, [18], identificándose que:

- Los valores de velocidad de propagación de grietas de la aleación 690 TT trabajada en frío pueden llegar a ser dos órdenes de magnitud mayores que los aleación 690 TT en estado de referencia (1×10^{-9} mm/s).
- La comparación de las velocidades de propagación de grietas en coladas de aleación 690 TT y en coladas de aleación 690 SA cuestionan el papel beneficioso de los carburos de cromo precipitados en los bordes de grano.
- Una microestructura inhomogénea no justifica por si sola velocidades de propagación de grietas elevadas y el modo de aplicación del trabajado en frío a los materiales ensayados, laminación unidireccional, forja o deformación por tracción, no modifica sensiblemente los valores de velocidad de propagación de grietas.

El análisis de los resultados disponibles puso de manifiesto la necesidad de nuevos datos para materiales con niveles de trabajados en frío inferiores al 15%, dado que estos niveles de deformación son los identificados en las penetraciones de las tapas de las vasijas de los reactores tipo PWR, en operación. Por otro lado, se concluyó que la deformación retenida parece ser un parámetro más adecuado, para categorizar los resultados de velocidad de propagación de grietas, que el nivel de trabajado en frío.

En las penetraciones de la tapa de la vasija, las deformaciones residuales generadas por la soldadura alcanzaron su valor máximo, entre el 10-13%, cerca de la línea de fusión en la zona parcialmente fundida más que en la zona afectada por el calor, en la que también se observan modificaciones en la microestructura de la aleación 690 [19].

En los últimos años se han publicado resultados de velocidad de propagación de grietas obtenidos con probetas fabricadas a partir de materiales con bajos niveles de trabajado en frío [20], con el objetivo de disponer de resultados de velocidad de propagación de grietas aplicables a componentes en operación. No obstante, sigue sin resolverse hasta qué punto las modificaciones introducidas en los materiales cuando se deforman en frío por cualquiera de los procedimientos habituales en laboratorio reproducen las alteraciones ocasionadas por un proceso de soldadura. En este sentido, Andresen [21] ha ensayado la misma colada de la aleación 690 deformada por forja en frío y en caliente hasta el 33%, observando velocidades de propagación de grietas menores en la última condición.

En cuanto a la susceptibilidad a corrosión bajo tensión de los propios metales de soldadura, 52 y 152, en condiciones de operación del circuito primario de los reactores PWR, se han reportado valores de velocidades de propagación de grietas menores que 5×10^{-9} mm/s, [22].

En paralelo al trabajo realizado por los distintos laboratorios mencionados para ensayar los materiales en las condiciones más representativas de las penetraciones de las tapas de la vasija de los reactores PWR en operación, CIEMAT propuso al CSN llevar a cabo un proyecto de investigación para determinar velocidades de

propagación de grietas en las zonas afectadas por el calor y en el material de soldadura, fabricando las probetas de una maqueta de penetración de tapa de la vasija, fabricada por ENSA, siguiendo los procedimientos utilizados en la fabricación de algunas de las tapas sustituidas en los PWR españoles. Los resultados obtenidos de los ensayos de propagación de grietas así como de la caracterización de la maqueta se recogen en el presente documento.

III. Objetivos

El objetivo final de este proyecto de investigación es contribuir al establecimiento de criterios para el uso y la aplicación de las curvas de velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 y sus metales de soldadura, atribuidas a corrosión bajo tensión en condiciones de operación del circuito primario de los reactores tipo PWR, con el fin de evaluar el comportamiento frente a este modo de degradación de las penetraciones de la tapa de la vasija en este tipo de reactores.

Para ello, el proyecto incluye un programa de ensayos encaminado a la obtención de datos de velocidad de propagación de grietas, utilizando probetas tipo CT, mecanizadas a partir de una maqueta de las penetraciones de la tapa de la vasija de un reactor tipo PWR.

La maqueta ha sido fabricada por ENSA de acuerdo con los procedimientos empleados en la fabricación de las nuevas tapas de la vasija sustituidas en los reactores españoles, tipo PWR. Las probetas tipo CT se mecanizarán de la zona afectada por el calor de soldadura y de la propia soldadura.

Los resultados de velocidad de propagación de grietas obtenidos se han incorporado a la base de datos disponibles, que incluye datos del CIEMAT y de otros muchos laboratorios. Para hacer posible esta comparación y a la vez su aplicación a un componente real, la maqueta se ha caracterizado exhaustivamente, incluyendo la determinación de la deformación plástica retenida como consecuencia del proceso de soldadura del tubo de la aleación 690 a la tapa de la vasija, mediante la técnica de Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD).

Por otro lado, el proyecto también incluye la participación en el grupo de expertos formado por EPRI en julio de 2014 para la evaluación de la base de datos de velocidad de crecimiento de grietas en agua de primario en la aleación 690 y sus metales de soldadura, primera etapa para la formulación de las curvas de velocidad de propagación de grietas en función del factor de intensidad de tensiones, necesarias para la definición de los periodos de inspección de las penetraciones de las tapas de la vasija de los reactores en operación, tipo PWR.

IV. Desarrollo experimental y metodología

IV.1. FABRICACIÓN DE LA MAQUETA DE UNA PENETRACIÓN DE LA TAPA DE LA VASIJA

La maqueta de la tapa de la vasija de un reactor tipo PWR con una penetración central fue fabricada por ENSA utilizando materiales típicos de este componente y los procedimientos utilizados para la fabricación de las nuevas tapas de las vasijas de los PWR españoles. El esquema simplificado de esta maqueta, así como su aspecto final puede verse en la figura 5.

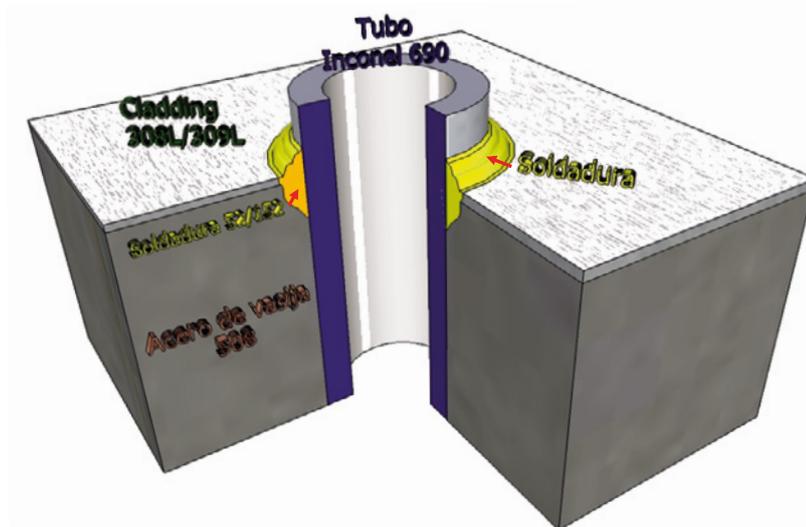
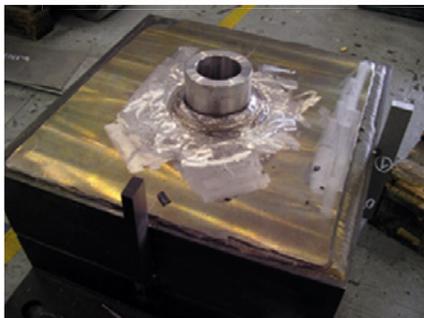


Figura 5: Esquema fabricación y aspecto final de la maqueta fabricada por ENSA.



a)



b)

La tapa de la vasija se simuló con una placa de acero de vasija 508 (colada S4781/S4782) de dimensiones 500x500x150 mm, a la que se le aplicó un plaquado de acero inoxidable 309L/308L, de 4 mm de espesor nominal. Para la penetración se utilizó un tubo de aleación 690 TT (colada RE 950), suministrado por Valinox, de 255 mm de longitud, 101.6 mm de diámetro exterior y 67.6 mm de diámetro interior. La soldadura del tubo de la aleación 690TT a la placa de acero de vasija se realizó mediante cordones alternados de los metales de soldadura 52M/152M.

La composición química de la aleación 690 TT y los metales de soldadura empleados en la construcción de la maqueta se encuentran en la tabla 2.

Material	C	Mn	Si	Cr	Al	Fe	Ni	Mo	Nb+Ta
690 TT	0.021	0.31	0.29	29.47	0.13-0.15	10.06	59.43	0.03	–
52M	0.024	0.76	0.1	29.68	0.12	8.88	59.2	0.11	0.94
152M	<0.02	5-3	0.34-0.27	28.3-30.13	<0.02	10.6	53.87	>0.01	1.85+0.15

Tabla 2. Composición química en % en masa de las aleaciones base níquel empleadas en la construcción de la maqueta.

IV.2. MECANIZACIÓN DE LA MAQUETA PARA LA OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS DE ENSAYO Y CARACTERIZACIÓN

Las probetas utilizadas en este programa experimental para la determinación de la velocidad de propagación de grietas han sido probetas del tipo CT de 12 mm de espesor, con entalla lateral del 5%, de acuerdo con las ASTM E399 y E1820 [23, 24]. Un esquema de una de las probetas CT utilizadas puede verse en la figura 6.

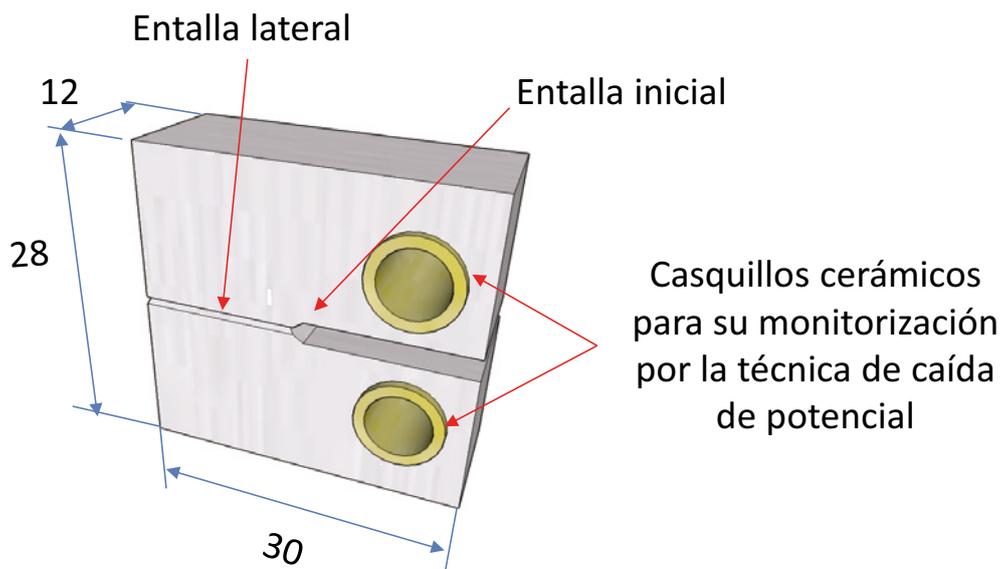


Figura 6. Esquema de la probeta CT utilizada para evaluar la velocidad de crecimiento de grieta

En la figura 7 se presenta un esquema de la zona de extracción de las probetas en la maqueta. En esta figura, el tubo de la aleación 690 TT se ha representado en amarillo translúcido para indicar la orientación relativa de la entalla, a partir de la cual progresará la grieta. A título de ejemplo se esquematiza la orientación relativa RC, con el frente de grieta en la zona afectada por el calor (HAZ) y paralelo a la línea de fusión de la soldadura.



Figura 7. Esquema de la posición de las probetas respecto a la soldadura. Esta disposición se referirá más adelante en la exposición de resultados, detalle de la orientación RC paralela al HAZ.

Por otro lado, para la determinación de las deformaciones plásticas retenidas mediante la técnica de Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD) se han utilizado dos láminas que incluían todas las zonas de interés, figura 8 y 9.

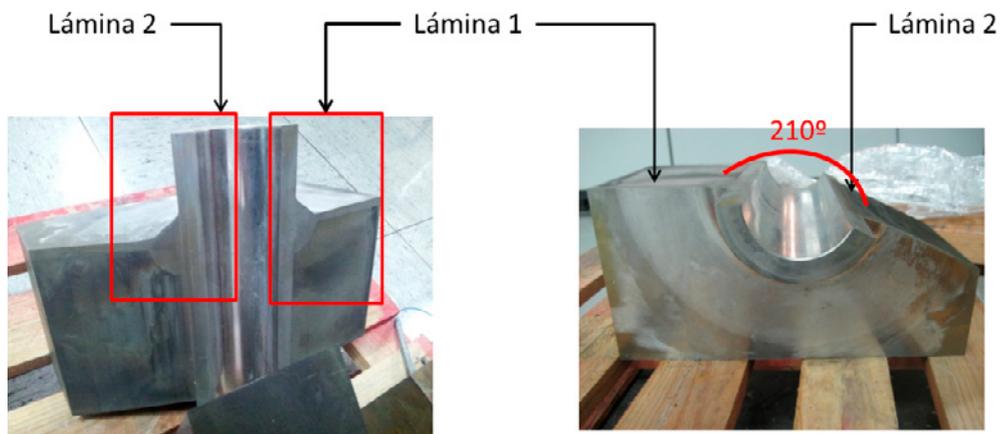


Figura 8. Láminas mecanizadas de la maqueta para la determinación de la deformación plástica retenida.

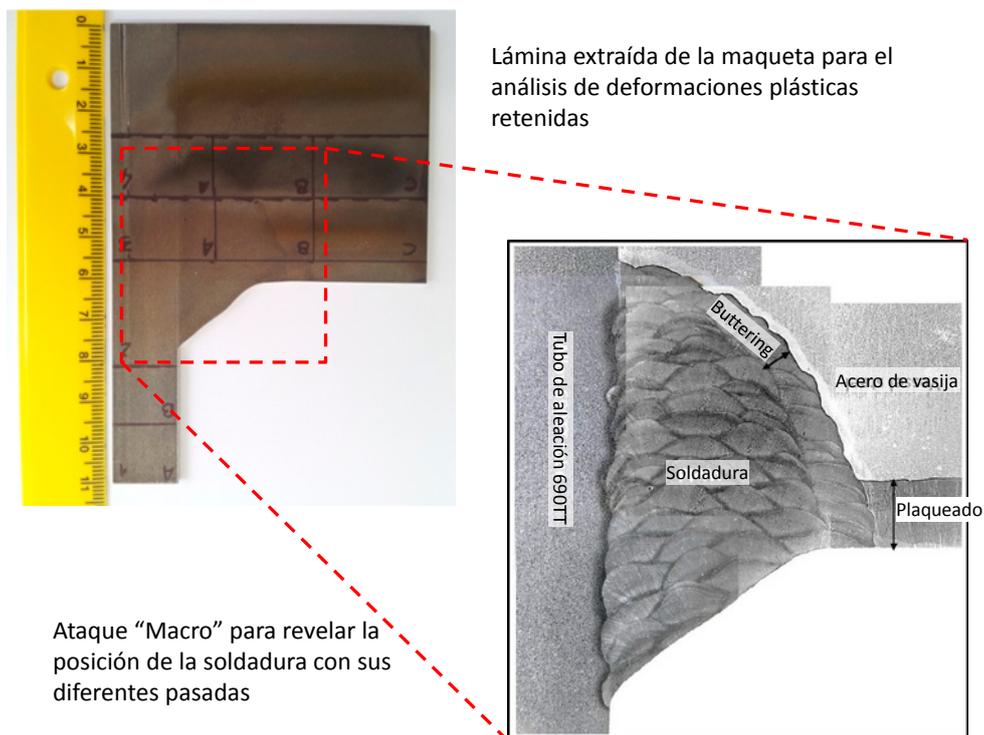


Figura 9. Detalle de las láminas extraídas para el análisis por EBSD de las deformaciones plásticas retenidas.

IV.3. INSTALACIONES EXPERIMENTALES

Los ensayos de velocidad de propagación de grietas se han realizado en tres autoclaves con recirculación, incorporadas cada una de ellas a un circuito de alta presión y temperatura, que permite simular las condiciones de operación del circuito primario de un reactor tipo PWR, en cuanto a presión y temperatura y calidad del agua del reactor. El circuito y una de las autoclaves con un esquema de la colocación de las probetas en su interior se indican en la figura 10.

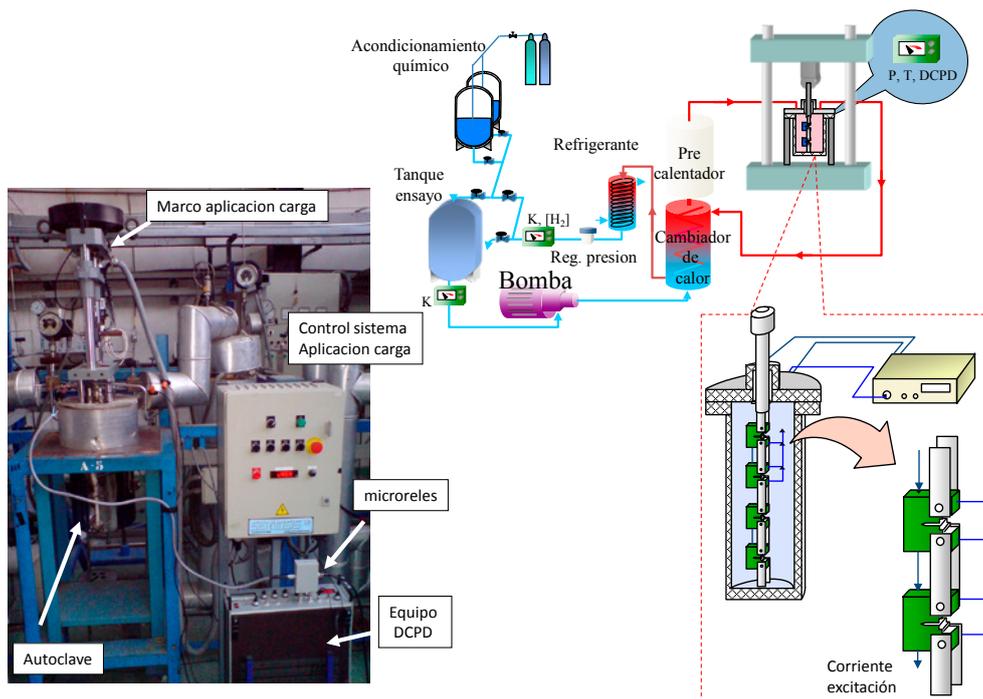


Figura 10. Esquema de los circuitos para ensayo de crecimiento de grieta en condiciones simuladas de PWR.

A continuación se describe, brevemente, el sistema de preparación química del agua simulada del circuito primario en la que se llevarán a cabo los ensayos, así como el sistema de medición de la evolución de la grieta, *in situ* y *on line*, piezas clave para la realización de los ensayos de crecimiento de grieta en condiciones de servicio.

IV.3.1. Acondicionamiento del circuito/autoclave de ensayo

IV.3.1.a) Sistema de acondicionamiento del agua de red

El agua de la red se hace pasar por dos sistemas consecutivos de tratamiento de agua, un equipo de osmosis inversa y un sistema de producción de agua calidad ultrapura, llegando a conductividades de $0,1-0,054 \mu\text{S}/\text{cm}$ y con un caudal de producción de 100 litros/hora. Un esquema del sistema se representa en la figura 11.

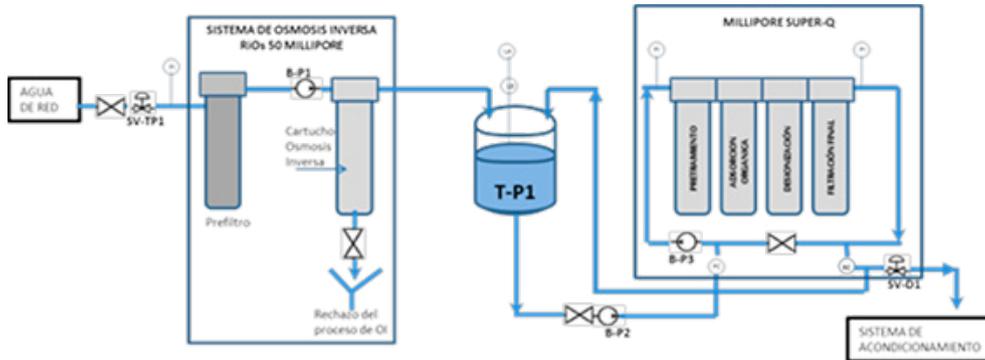


Figura 11. Sistema de purificación del agua de red.

IV.3.1.b) Sistema de eliminación de oxígeno

A temperatura ambiente (25°C), la concentración del oxígeno del aire disuelto en el agua es aproximadamente 8 ppm. Puesto que los procesos de purificación mencionados anteriormente, no actúan sobre los gases disueltos se precisa de un sistema de eliminación de oxígeno. El proceso de desoxigenación del agua se realiza de forma progresiva en tres tanques, haciendo borbotear un gas inerte (argón) a través de 3 líneas independientes para alcanzar agua exenta de oxígeno (ppm). En la figura 12 se representa de modo esquemático el proceso.

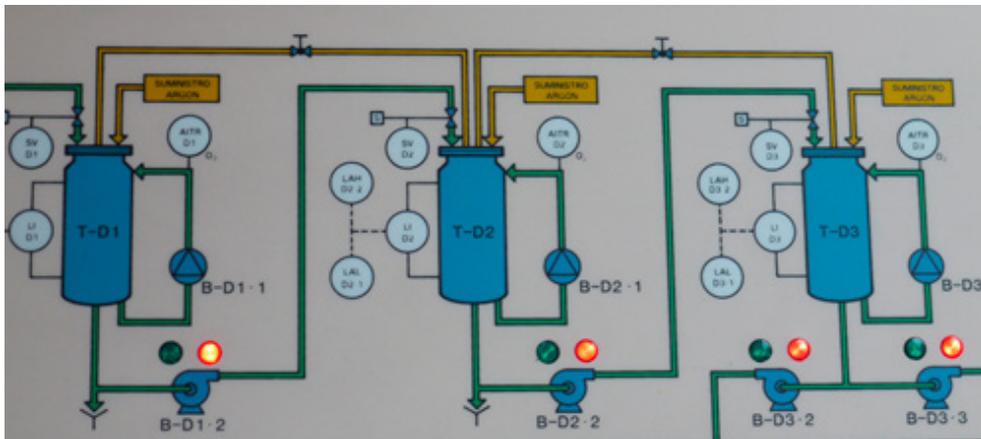


Figura 12. Esquema del proceso de desoxigenación.

IV.3.1.c) Sistema de acondicionamiento químico

Una vez se dispone de agua purificada y desgasificada, se envía al sistema de acondicionamiento químico con objeto de conseguir en el tanque de alimentación al circuito, las concentraciones de boro, litio e hidrógeno requeridas. La dosificación de boro y litio se realiza a partir de soluciones de ácido bórico e hidróxido

de litio, respectivamente. La verificación de las concentraciones de boro y litio se lleva a cabo mediante muestreo y análisis.

La inyección de hidrógeno hasta conseguir la concentración de hidrógeno establecida para los ensayos se lleva a cabo en el tanque de ensayo. Una vez alimentado el tanque con el agua ultrapura y desoxigenada, en el que se ha añadido la concentración de boro y litio y nuevamente desgasificada mediante sucesivas extracciones en corrientes de gases se procede al ajuste de la concentración de hidrógeno disuelto, la cual se lleva a cabo aplicando la ley de Henry. Una vez el ensayo en marcha, se mide la concentración de hidrógeno disuelto mediante un analizador químico *on line*.

IV.3.2. Medidor/Seguidor de grietas (DCPD)

Esta técnica de medida DCPD, de su nombre en inglés Direct Current Potential Drop, forma parte de la instrumentación habitual de los laboratorios de todo el mundo que llevan a cabo este tipo de ensayo. La técnica de medida *in situ* y *on line*, está basada en el cambio de resistencia eléctrica que se produce en un conductor metálico (probeta CT de la aleación a estudiar) debido a la reducción de su sección por el avance de una grieta [25].

La probeta que se va a monitorizar forma parte de un circuito eléctrico como resistencia, por el que se hace pasar una intensidad constante de corriente que produce una diferencia de potencial o caída de tensión sobre la probeta (resistencia del circuito). El valor de la diferencia de potencial proporcionada por el aparato está directamente relacionado con la longitud de la grieta.

Las probeta/probetas objeto de ensayo, se encuentran situadas dentro de la autoclave, en una disposición como la que se indica en la figura 14, y están sometidas a carga mecánica. Eléctricamente están unidas entre sí formando parte de un circuito. Los cables de inyección de señal son de níquel de alta pureza y tanto cables como probetas se aíslan del resto de los internos del autoclave mediante piezas cerámicas de zirconia estabilizada con ytria, como se indica en esta misma figura. Los cables se conectan eléctricamente a la probeta por soldadura. Estos cables portadores de señales salen físicamente de la autoclave, a través de sistemas pasamuros homologados para recintos a presión a altas temperaturas, conectándose posteriormente a la electrónica del sistema de medida de grietas.

El principio de medida para el caso de una disposición múltiple de probetas tipo CT, se esquematiza en la figura 14. Medir varias probetas con un único dispositivo requiere la mutiplexión de la señal de entrada, lo que se lleva a cabo mediante una unidad de micro relés, en este caso activados por una señal digital de control.

La electrónica de la unidad de medida inyecta una onda cuadrada como la que se indica en la gráfica de color negro de la parte inferior de la figura 13, mientras que

la respuesta del material es la que puede verse en la gráfica de color azul. La medida de caída de potencial corresponde a la diferencia entre el valor del voltaje alcanzado al final del cuadrado (máximo de excitación) y el correspondiente al 0 (final del periodo sin excitación), en naranja. La evolución de esta medida con el tiempo es la que se correlaciona directamente con el crecimiento de grieta en el caso de probetas CT o con incrementos en la señal para el caso de ensayos de iniciación de grieta.

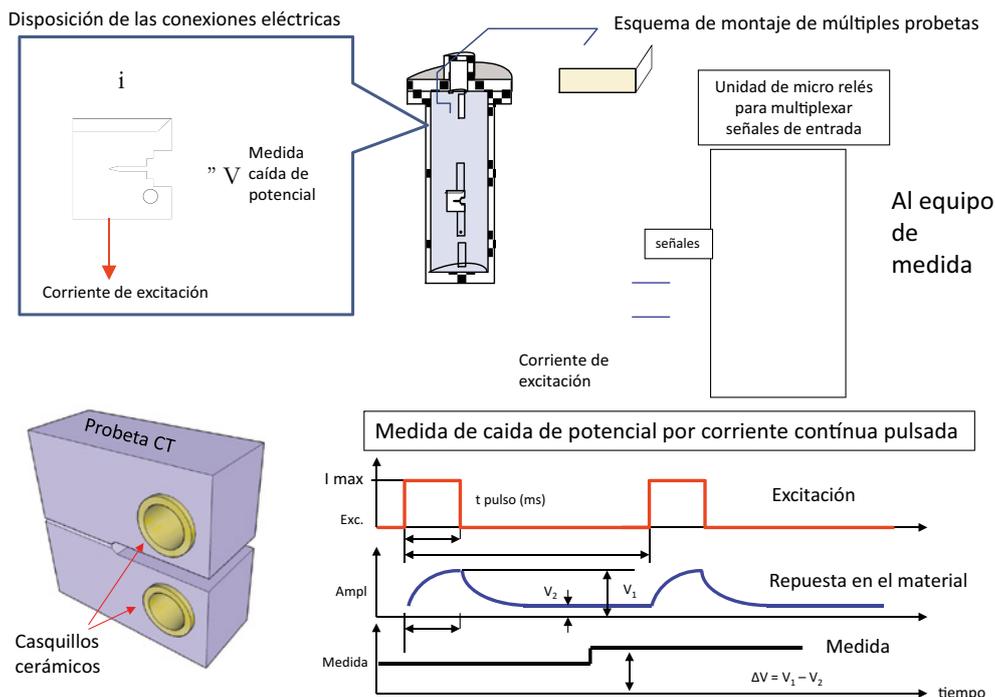


Figura 13. Esquema de la instrumentación por caída de potencial para el seguimiento on line del crecimiento de grieta durante los ensayos.

IV.3.3. Otro equipamiento

Para la caracterización microestructural de los materiales ensayados se ha utilizado un microscopio óptico Olympus Vanox-1 AH-2 y un microscopio electrónico de emisión de campo (FEG-SEM) HITACHI SU6600.

La estimación de las deformaciones plásticas retenidas se ha llevado a cabo mediante un detector de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) de la marca HKL Technology acoplado a un microscopio FEG-SEM.

Las propiedades mecánicas de la aleación 690 TT se determinaron mediante una máquina para ensayos de tracción de la marca MTS equipada con una célula de carga de 100 kN.

Para la determinación de la microdureza Vickers del conjunto material base/soldadura se ha utilizado un microdurómetro INDENTAMENT de la marca BUEHLER.

IV.4. CONDICIONES DE ENSAYO

Los ensayos se han llevado a cabo en condiciones simuladas de operación del circuito primario de los reactores PWR españoles.

El agua del circuito primario de los reactores del tipo PWR contiene boro en forma de ácido bórico que actúa como moderador y litio en forma de hidróxido de litio, para subir el valor del pH proporcionado por el ácido bórico hasta los valores recomendados para minimizar el transporte de los productos de corrosión de los materiales del circuito primario. En el documento de EPRI [26] se describen con detalle distintos modos de acondicionar el agua del circuito primario de los reactores tipo PWR.

Para estos ensayos se han utilizado 1000 ppm de boro, adicionadas como ácido bórico, y 2.5 ppm de litio, adicionadas como hidróxido de litio, por ser representativas de las condiciones de operación de los reactores tipo PWR, en funcionamiento en España.

El agua del primario también contiene una cierta cantidad de hidrógeno para operar en condiciones reductoras. La concentración de hidrógeno disuelto en el agua cambia el potencial de corrosión, que en agua desaireada está gobernado por la reacción H_2/H_2O . El potencial de corrosión aumenta cuando la concentración de hidrógeno disminuye y al contrario, disminuye cuando la concentración de hidrógeno aumenta, siendo también función de la temperatura de acuerdo con la ecuación de Nernst.

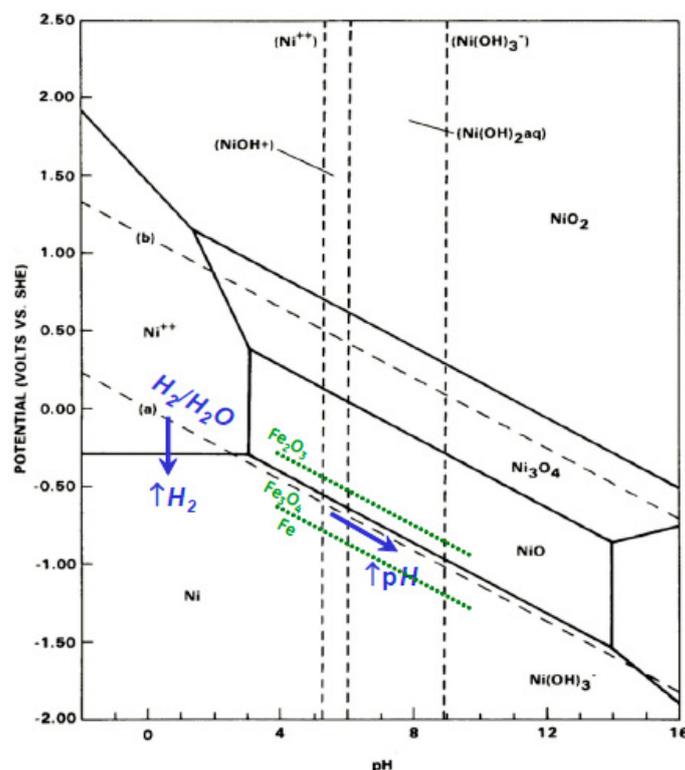


Figura 14. Diagrama potencial-pH para Níquel a 300°C.

La concentración de hidrógeno disuelto en el agua del primario es relevante para la respuesta de las aleaciones base níquel a los procesos de corrosión bajo tensión [27]. Se admite que las aleaciones base níquel presentan un máximo en la velocidad de propagación de grietas para valores de la fugacidad de hidrógeno correspondiente a la de la línea de equilibrio Ni/NiO. De manera que a medida que nos alejamos de esta línea, cabe esperar que la velocidad de propagación de grietas disminuya.

En la figura 15, pueden verse las concentraciones de hidrógeno correspondientes a la línea de equilibrio Ni/NiO en función de la temperatura.

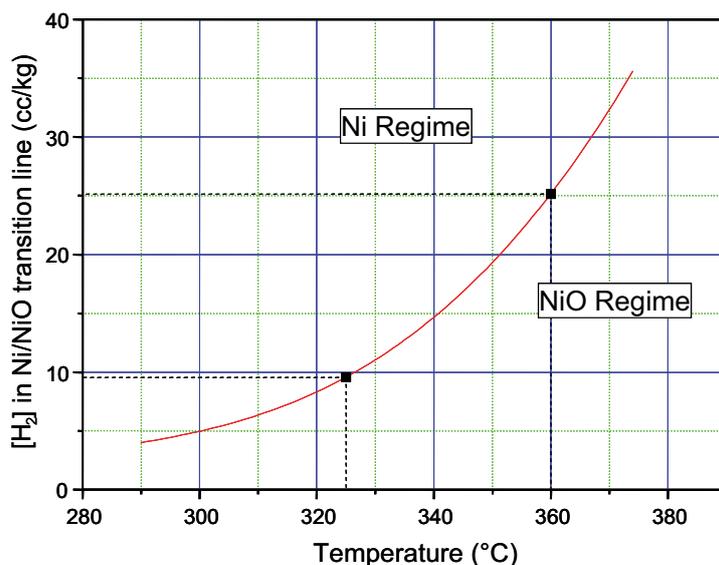


Figura 15. Concentración de hidrógeno disuelto en la línea de equilibrio Ni/NiO en función de la temperatura.

Los PWR españoles operan con una concentración de hidrógeno de 35 ccH₂/kg H₂O, a 325°C, es decir en la zona de estabilidad del níquel metálico. La diferencia de potencial entre esta condición de operación y la línea de equilibrio se traduce en 32 mV_{SHE}, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$E_{cP_{Ni/NiO}} - E_{cP} = \Delta E_{cP} = 1000(RT/2F) (\ln [H_2]_{test} / [H_2]_{Ni/NiO})$$

Dada la elevada resistencia de la aleación 690 y sus metales de soldadura a corrosión bajo tensión, los ensayos de propagación de grietas se han llevado a cabo a 340°C, para obtener resultados en tiempos razonables. Por tanto, para mantener el $\Delta E_{cP} = 32 \text{ mV}_{SHE}$, ha sido necesario utilizar en los ensayos 50 ccH₂/kg H₂O.

Como se indica en la figura 16 para las concentraciones de Li y Boro usadas en los ensayos y comentadas en párrafos anteriores, la dependencia del pH con la temperatura es la que se indica en la curva de trazo negro. A título ilustrativo también se ha incluido en esta gráfica (curva roja) la concentración de hidrógeno disuelto en la línea Ni/NiO. Para la temperatura a la que se van a llevar a cabo los ensayos los valores son respectivamente de 7.75 y 15.3 cc/kg H₂O.

Para mantener este $\Delta E = E_{c_{Ni/NiO}} - E_{c_{Ni Alloy}}$ igual a -32 mV a la temperatura de ensayo, se ha controlado la concentración de hidrógeno disuelto en el agua de

aportación en torno a 50 cc/kgH₂O, como se indica en la línea de trazo azul de la anterior figura 16. Además este valor de referencia de (-32 mV) respecto a la línea de Ni/NiO es el mismo que se ha utilizado en un programa previo de ensayos realizados por CIEMAT en colaboración con UNESA y EPRI [28], lo que facilitaría la comparación de resultados y la extrapolación a componentes de planta.

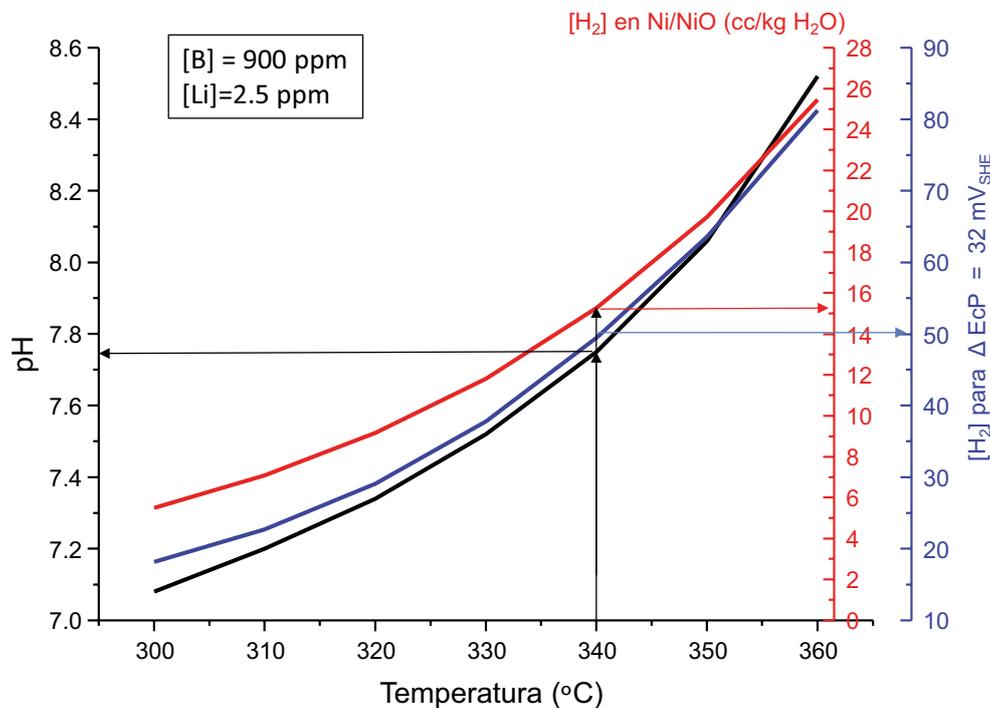


Figura 16. Variación de pH y concentración de hidrógeno disuelto en la línea Ni/NiO y a una distancia de -32 mV en función de la temperatura.

IV.5. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

Previamente al inicio del ensayo de corrosión bajo tensión en las condiciones simuladas del circuito primario de un reactor tipo PWR, las probetas se someten a una etapa de:

- *Preagrietamiento por fatiga en aire:* Con el objetivo de generar una fisura de borde agudo con un frente de grieta plano en su crecimiento la fatiga al aire se lleva a cabo en varias etapas con valores de R desde 0.3 a 0.7 y frecuencias de 1-2 Hz, siendo R la relación entre la carga mínima y la carga máxima.

A continuación, se introducen las probetas en las autoclaves y una vez alcanzadas las condiciones del ensayo en cuanto a temperatura y química del agua, se llevan a cabo las siguientes etapas:

- *Preoxidación en las condiciones de ensayo:* Una vez instaladas en la autoclave y antes de la aplicación de carga, las probetas CT se preoxidan manteniéndose

a la presión y temperatura de funcionamiento en condiciones de primario, el periodo de formación de la capa de oxidación suele ser de 5 a 7 días.

- *Fatiga en las condiciones de ensayo:* Una vez preoxidadas las probetas, se inicia la etapa de fatiga en agua a alta temperatura. El objetivo es avanzar el frente de grieta, aplicando cargas cíclicas cada vez con menores frecuencias y menores valores de R. Las condiciones habituales son: $R=0.7$ y/o $R=0.5$ y frecuencias de 5×10^{-2} , 10^{-2} y 10^{-3} Hz hasta conseguir un avance de grieta de $\cong 200 \mu\text{m}$.
- *Aplicación de carga constante con descargas periódicas:* A continuación de las cargas cíclicas, se aplican ciclos de carga constante con descargas periódicas, con periodos de mantenimiento de la carga constante entre 9000 segundos y 24 horas, un valor de $R=0.7$ (en algún caso se utilizó $R=0.5$) y una frecuencia de 10^{-3} Hz. El objetivo es que el frente de grieta crezca en condiciones de agua de primario y tenga una transición suave hasta las condiciones de carga constante, que son en las que se quieren obtener los datos de velocidad de propagación.
- *Aplicación de carga constante:* Finalmente, se aplica carga constante pura, con un factor de tensiones nominal de $35 \text{ MPa m}^{1/2}$, durante un tiempo suficiente para obtener avances fiables del frente de grieta. En estas condiciones de carga constante las velocidades son atribuibles a corrosión bajo tensión.

En la figura 17 se ilustra de modo esquemático, el avance de la grieta estimado, mediante la ecuación de Johnson [29], durante las distintas etapas descritas, en función de la señal proporcionada por la monitorización en continuo de la técnica de caída de potencial.

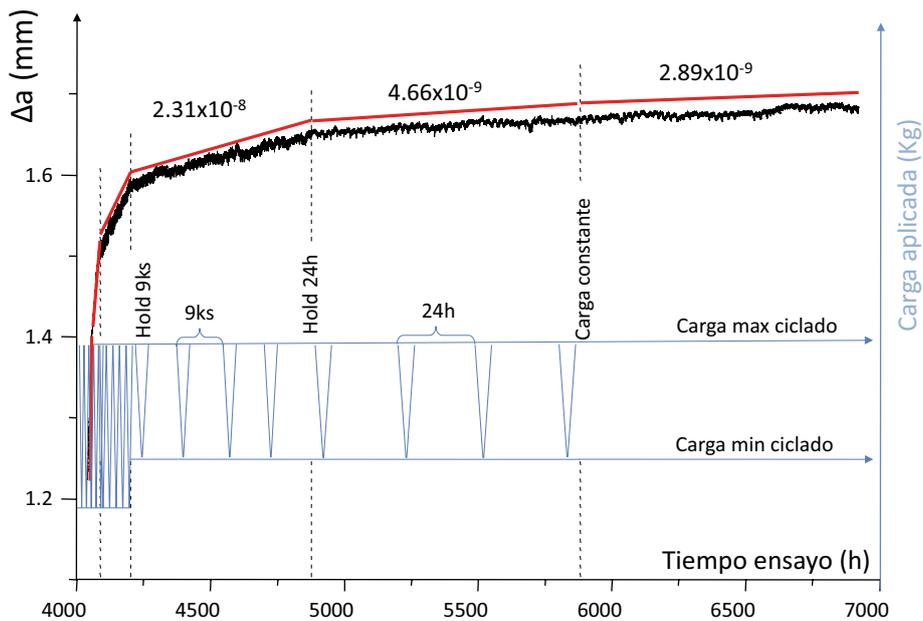


Figura 17. Esquema del procedimiento de ensayo velocidad de propagación de grietas en agua a alta temperatura.

De la pendiente de cada uno de los tramos se obtiene el valor de velocidad de propagación. Es fácil apreciar como las etapas de fatiga con alto R y mayores frecuencias tiene velocidades de propagación de por lo menos dos órdenes de magnitud superiores a las obtenidas para carga constante pura.

Una vez finalizado el ensayo, las probetas se abrirán por fatiga al aire para analizar la superficie de fractura y medir el avance de la grieta. A partir de la longitud medida, se obtiene la relación entre la longitud medida y la estimada por caída de potencial, estableciendo un factor de proporcionalidad que se aplica en las curvas de evolución de DCPD con respecto al tiempo, como la mostrada anteriormente, para calcular las velocidades correspondientes a cada patrón de carga aplicado.

Durante el ensayo el sistema de adquisición de datos registra de forma continua distintos parámetros del circuito:

- Carga aplicada.
- Temperaturas en distintas zonas del trazado del circuito.
- Presión de servicio.
- Presión del tanque de ensayo.
- Conductividad específica a la entrada y a la salida de la zona de ensayo.
- Concentración de hidrógeno en la alimentación.

Además por el tipo de ensayo se requiere un registro continuo del sistema de caída de potencial, lo que permite obtener las velocidades de propagación en cada periodo de aplicación de carga.

Las variables químicas se siguen en discontinuo mediante extracción y análisis de muestras de agua del tanque de alimentación recirculado. Además del seguimiento de la concentración de boro y litio también se analiza la concentración de otras especies químicas, catiónicas y aniónicas.

IV.6. EXAMEN POSTENSAYO

El examen ractográfico de las probetas una vez finalizado el ensayo y abiertas las probetas por fatiga al aire, como se ha mencionado anteriormente, permite identificar la morfología de la grieta, intergranular/transgranular, y el avance real de la grieta en las distintas etapas del ensayo o al menos el avance total de la grieta durante su ensayo en agua a alta temperatura, figura 18.

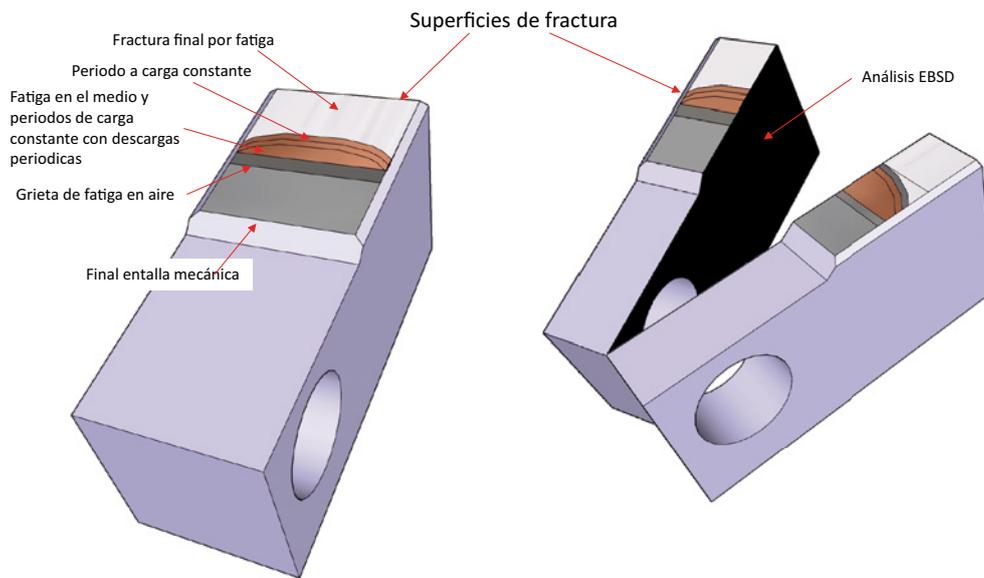


Figura 18. Esquema de la superficie de fractura de las probetas CT después del ensayo.

Adicionalmente, en algunas probetas se ha llevado a cabo un análisis por EBSD de la zona por delante del frente de grieta, tal como se indica en la figura 19, con la intención de establecer alguna correlación con el avance de la grieta y elementos característicos de la microestructura del material (límites de grano, precipitados, zonas de acumulación de deformación plástica, etc.). Para ello, y antes de abrir completamente superficie de fractura por fatiga se procede a cortar la probeta en dos mitades, tal y como se indica en la figura 19.

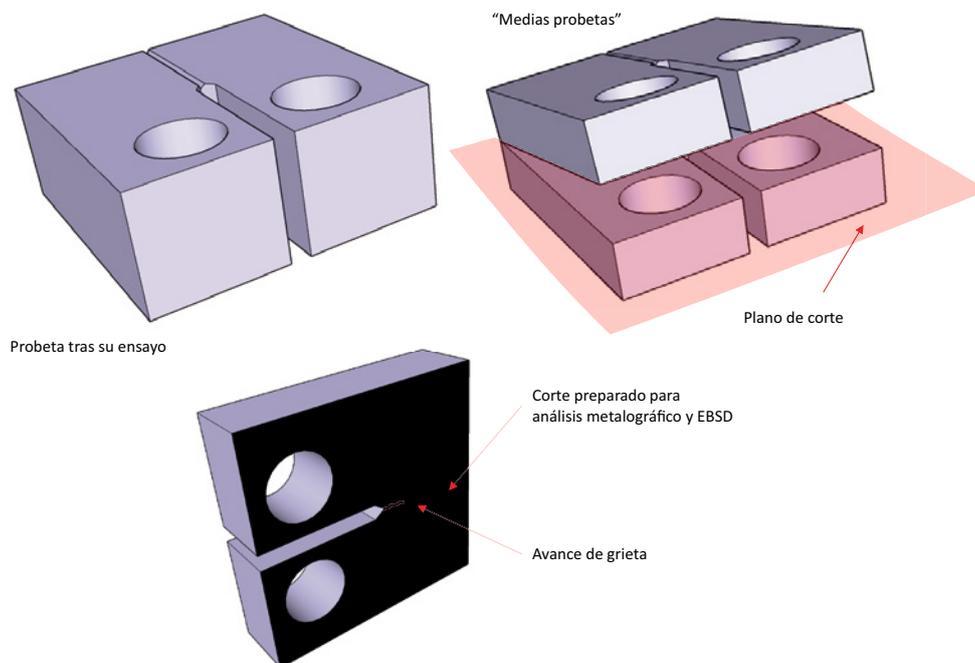


Figura 19. Esquema de corte para análisis de la sección transversal por metalografía y EBSD.

V. Caracterización de los materiales ensayados

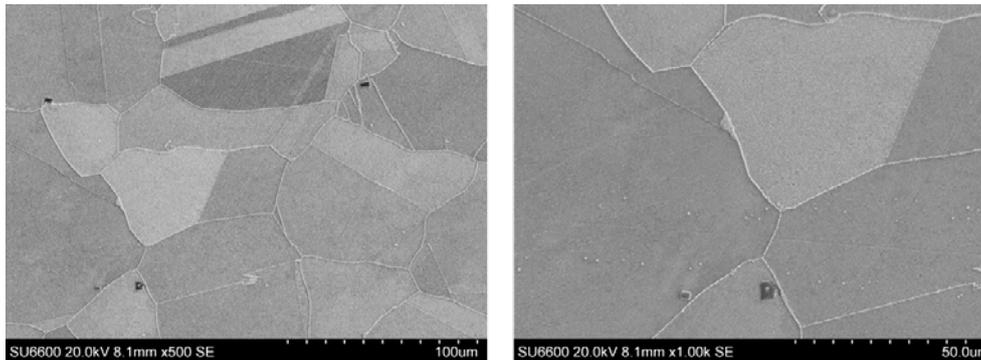


Figura 21.
Microestructura por
SEM de la Aleación
690 TT.

Zona afectada por el calor (HAZ):

- (1) Zona afectada por el calor (HAZ) verdadera. Esta es una zona del metal base que no se ha fundido pero que ha sido afectada por los ciclos de calentamiento y enfriamiento, todas las reacciones ocurren en estado sólido y puede haber disolución de carburos y crecimiento de grano.
- (2) Región denominada zona parcialmente fundida (PMZ) (separada de la región (1) mediante una línea blanca discontinua de trayectoria irregular). En esta zona se produce la licuefacción (fusión localizada) de los límites de grano y la completa disolución de los carburos. En la figura 20 los límites de grano donde los carburos se han disuelto aparecen menos marcados que los del metal base. Posteriormente nos encontramos con la línea de fusión (LF). En la zona tubo/soldadura mostrada en la figura 20, la línea de fusión aparece como una línea recta y definida aunque en realidad tiene una trayectoria ondulada tal y como se verá más adelante.

Zona de fusión:

- (3) Zona sin mezclar (UMZ): se encuentra dentro de la zona de fusión. En ella el metal base se ha fundido y resolidificado sin mezclarse con el metal de soldadura.
- (4) Región en la que el metal de soldadura está uniformemente diluido con el metal base o con un metal de soldadura previamente depositado. Esta zona se denomina también Zona Compuesta (CZ).

En la figura 22, se recogen las medidas de dureza en el conjunto tubo de aleación 690TT/ material de soldadura. Las medidas de dureza Vickers (HV) se han realizado desde el diámetro interior del tubo de aleación 690 TT hasta 8 mm dentro de la soldadura, empleándose una carga de 1kg. Como se aprecia en la figura 22, los valores de dureza están en torno 180 HV desde el diámetro interior del tubo hasta aproximadamente 10 mm a través del espesor, mientras que más allá la dureza se incrementa a medida que nos acercamos a la soldadura hasta al-

canzar valores de 230 HV, observándose un ligero descenso a valores ligeramente inferiores a 220 HV en la zona adyacente a la soldadura, valor que se mantiene en los primeros 2 mm del material de soldadura, para después alcanzar un valor ligeramente inferior a 240 HV.

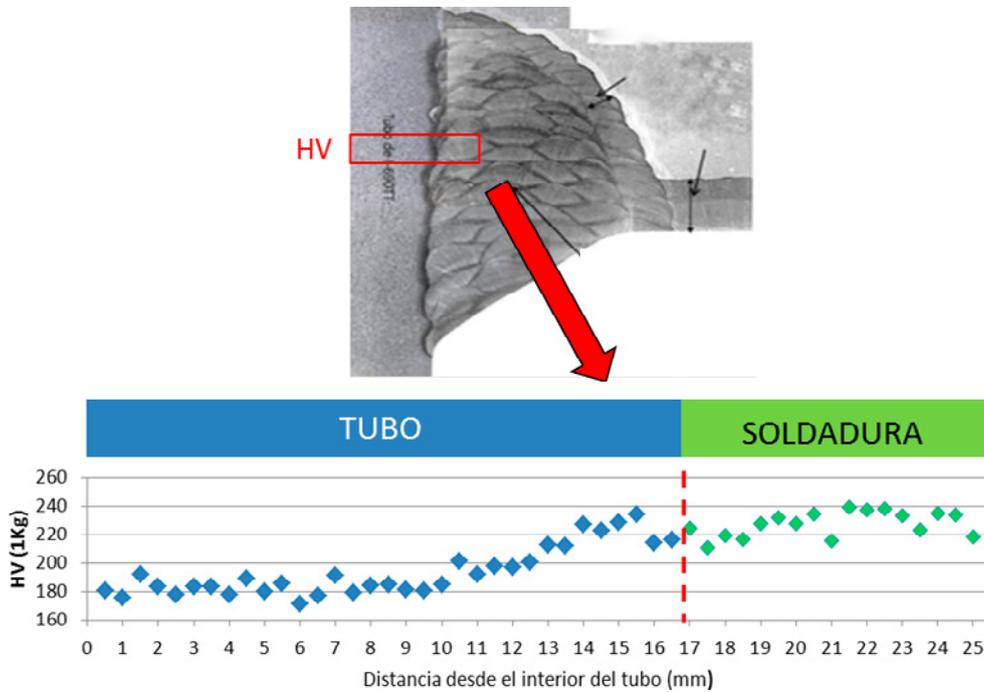


Figura 22. Medidas de dureza desde el diámetro interior del tubo hasta 8 mm dentro del material de soldadura.

En la tabla 3 se presentan las propiedades mecánicas del tubo de la aleación 690TT a temperatura ambiente y a la temperatura de ensayo. σ_{ys}

Material	Temperatura (°C)	Límite elástico (MPa)	Carga de rotura (MPa)	Elongación (%)
690TT	36	262	596	58.2
690TT	340	186	490	57.2

Tabla 3. Propiedades mecánicas del tubo de aleación 690 TT (colada RE950).

V.2. DEFORMACIÓN PLÁSTICA RETENIDA COMO CONSECUENCIA DEL PROCESO DE SOLDADURA

Durante el proceso de soldadura, además de las modificaciones reseñadas en la microestructura y en los valores de dureza del conjunto, se producen también deformaciones plásticas que pueden quedar retenidas una vez que el componente alcanza la temperatura ambiente. Las deformaciones plásticas retenidas que juegan un papel importante en el comportamiento a corrosión bajo tensión de la

aleación 690, se pueden determinar mediante la técnica de Difracción de Electrones Retrodispersados, conocida por sus siglas inglesas EBSD.

La técnica de EBSD permite calcular, a partir de cambios en los patrones de difracción, variaciones en la orientación entre puntos de la red cristalina (desorientación), producidas como consecuencia de la deformación plástica acumulada en el material.

Para llevar a cabo este estudio, se cortaron dos láminas de la maqueta procedentes de caras opuestas, separadas 210° (figura 8) para, de este modo, evaluar la repetitividad de los resultados obtenidos. En ellas se seleccionaron dos zonas de interés, la zona tubo/soldadura y la zona circundante a la soldadura que comprende la interfase *buttering/cladding*.

En la figura 23 se indican con líneas verdes discontinuas las zonas de interés y mediante rectángulos de color verde se indican las zonas en las que se hicieron los barridos por EBSD en la lámina 1.

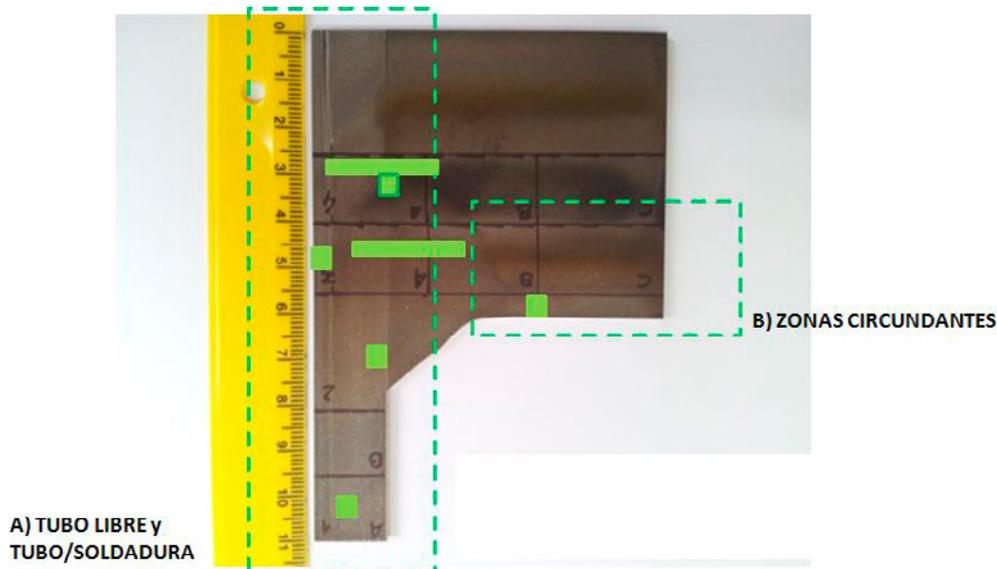


Figura 23. Fotografía de la lámina 1 para la determinación de las deformaciones plásticas retenidas.

Las medidas se realizaron en un área aproximada de 1 mm^2 , usando para ello una distancia entre puntos de medida (o “step size”) de $2 \mu\text{m}$ y un potencial de aceleración de los electrones de 20 Kv. Los valores de desorientación local se obtuvieron entre el punto estudiado y los puntos vecinos situados a la derecha y debajo de este, como se muestra en la figura 26, repitiendo el proceso en toda el área estudiada.

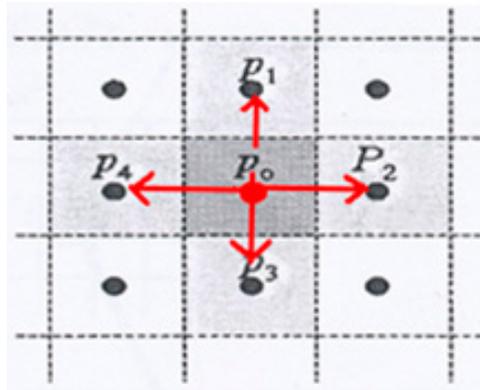


Figura 24. Cálculo de la desorientación local. (El equipo disponible en el CIEMAT mide la desorientación entre p_0 , p_2 y p_3).

Para el cálculo de la desorientación se tuvieron en cuenta solo los valores de desorientación comprendidos entre 0° - 5° . Los valores superiores a 10° se consideraron límites de grano. Posteriormente, todos los valores de desorientación local obtenidos en el área estudiada se promediaron utilizando la siguiente expresión (Eq. 1):

$$M_{ave} = \exp \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \ln(M_L(p_i)) \right] \quad \text{Eq. 1}$$

Donde M_{ave} es la desorientación promedio, M_L es la desorientación local y N es el número total de puntos.

Para la conversión de los valores de desorientación en deformación plástica retenida es necesario disponer de una curva de calibración que en el caso que nos ocupa se obtuvo previamente utilizando probetas de tracción fabricadas del tubo de 690 TT, deformadas en frío mediante tracción hasta porcentajes de deformación conocidos. En cada una de estas probetas se midió la desorientación y se calculó el valor de desorientación promedio (M_{ave}) que posteriormente se graficó frente al valor de deformación equivalente correspondiente, obteniéndose la recta de calibración necesaria, figura 25.

Se ha empleado la deformación equivalente para cuantificar mediante un único parámetro el estado de deformación local del material. La expresión general de la deformación equivalente queda de la forma:

$$\varepsilon_{equiv} = \frac{\sqrt{2}}{3} \left((\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + (\varepsilon_y - \varepsilon_z)^2 + (\varepsilon_z - \varepsilon_x)^2 + 6(\varepsilon_{xy}^2 + \varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{zx}^2) \right)^{1/2}$$

Teniendo en cuenta además que para la calibración se han utilizado probetas de tracción, la ecuación anterior se reduce a: $\varepsilon_{equiv} = \ln \frac{\Delta l}{l_0}$. Este valor de deformación equivalente es el que se correlaciona con la desorientación promedio M_{ave} .

La deformación plástica retenida debida al proceso de soldadura en las distintas áreas de interés de la maqueta se obtuvo mediante las rectas de calibración entre el valor de desorientación M_{ave} y la deformación equivalente.

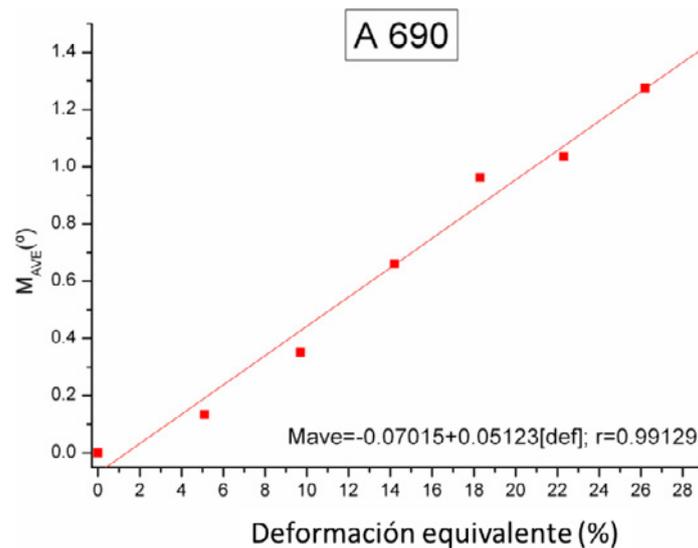


Figura 25. Recta de calibración del tipo desorientación media (M_{ave}) frente a deformación plástica equivalente para la aleación base níquel 690.

Como se ha indicado en la figura 7, figura 8, y en la figura 9, la lámina analizada incluye tubo de aleación 690, el plaqueado de la vasija y la recarga por soldadura depositada sobre el acero al carbono antes de proceder a la soldadura del tubo de la penetración. Aunque el objetivo del trabajo es la zona tubo/soldadura, se realizó un estudio de diferentes zonas de la maqueta tal y como se mostró en la figura 23. Los resultados del análisis se muestran de forma esquemática en la figura 26.

Es preciso indicar que, para el cálculo de la deformación plástica en la interfase recarga/plaqueado (309L/308L) se usó, por su similitud, una recta de calibración de un acero inoxidable austenítico 316 L procedente de trabajos previos del grupo [32].

Tal y como puede verse, los análisis realizados en diferentes localizaciones de la zona tubo/soldadura han dado como resultado valores de deformación plástica retenida en la zona afectada por el calor (HAZ entre el 7.45% (zona A de la figura 26) y el 11% (zona B de la figura 26). Es preciso indicar que los valores obtenidos utilizando la misma metodología en una zona equivalente de la lámina 2 estuvieron entre 7% y 11%. La similitud entre ambos resultados permite suponer que los valores de deformaciones plásticas medidos en las distintas zonas estudiadas son homogéneos y representativos de toda la maqueta.

Las probetas CT fueron mecanizadas de una zona tubo/soldadura equivalente a la zona B de la figura 26 (con un 11% de deformación) por ser esta la zona más favorable. En la figura 27 se muestra esta zona a mayores aumentos y se indica de forma detallada la deformación plástica calculada en diferentes puntos desde el tubo de aleación 690 hasta la soldadura, siendo la deformación plástica estimada en la soldadura de aproximadamente un 8%. Los valores de deformación obtenidos en la soldadura mediante cálculos de desorientación local deben considerarse con cierta precaución ya que la particular microestructura de la zona puede introducir errores en las medidas.

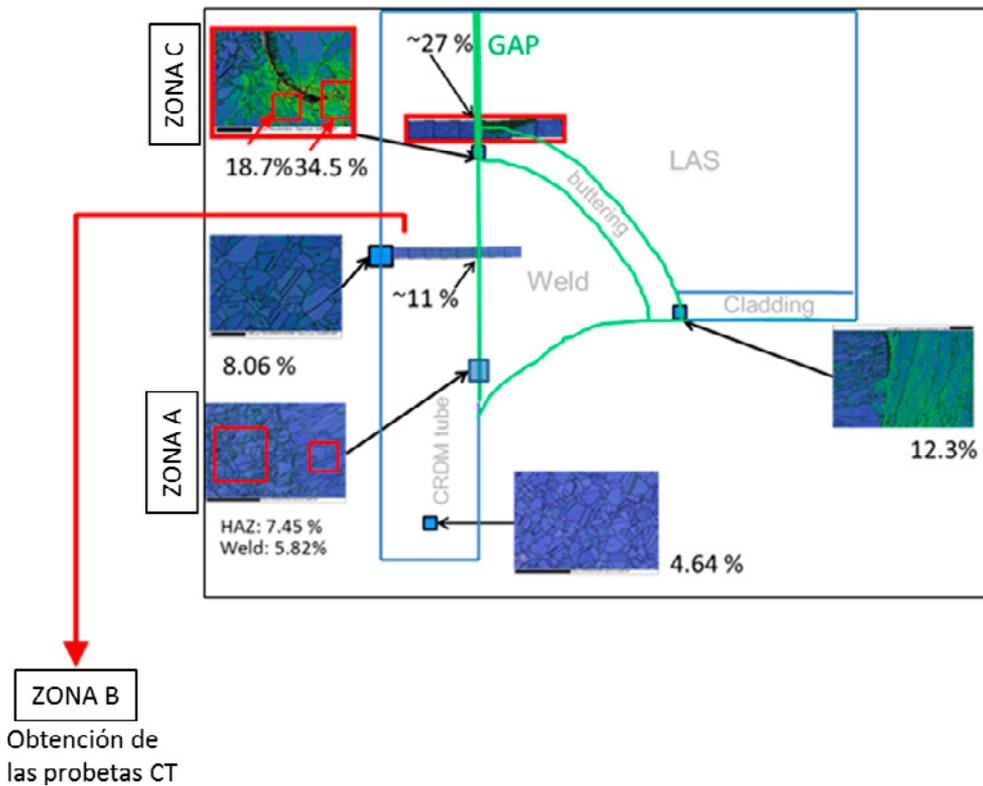


Figura 26. Esquema de la lámina 1, en el que se indican los valores de deformación plástica obtenidos por EBSD en las distintas zonas estudiadas.

Ensayos realizados por el Royal Institute of Technology (KTH) de Suecia [33] en una maqueta con la misma disposición y tipos de materiales que la estudiada en este trabajo, han arrojado valores de deformación plástica en la zona tubo/soldadura similares a los obtenidos en nuestro estudio.

Finalmente, como puede observarse en la figura 26 (zona C), los valores de deformación plástica más elevados se encuentran en la zona tubo/huelgo/soldadura, concretamente en la punta del huelgo, donde se ha estimado en un 34.5 %.

La técnica EBSD, también se ha utilizado, para caracterizar la microestructura tras el ensayo de algunas de las probetas CT, con el objetivo de establecer alguna interrelación entre el avance de grieta, la microestructura del material y la deformación plástica. Los resultados de estos análisis se mostrarán en el siguiente apartado.

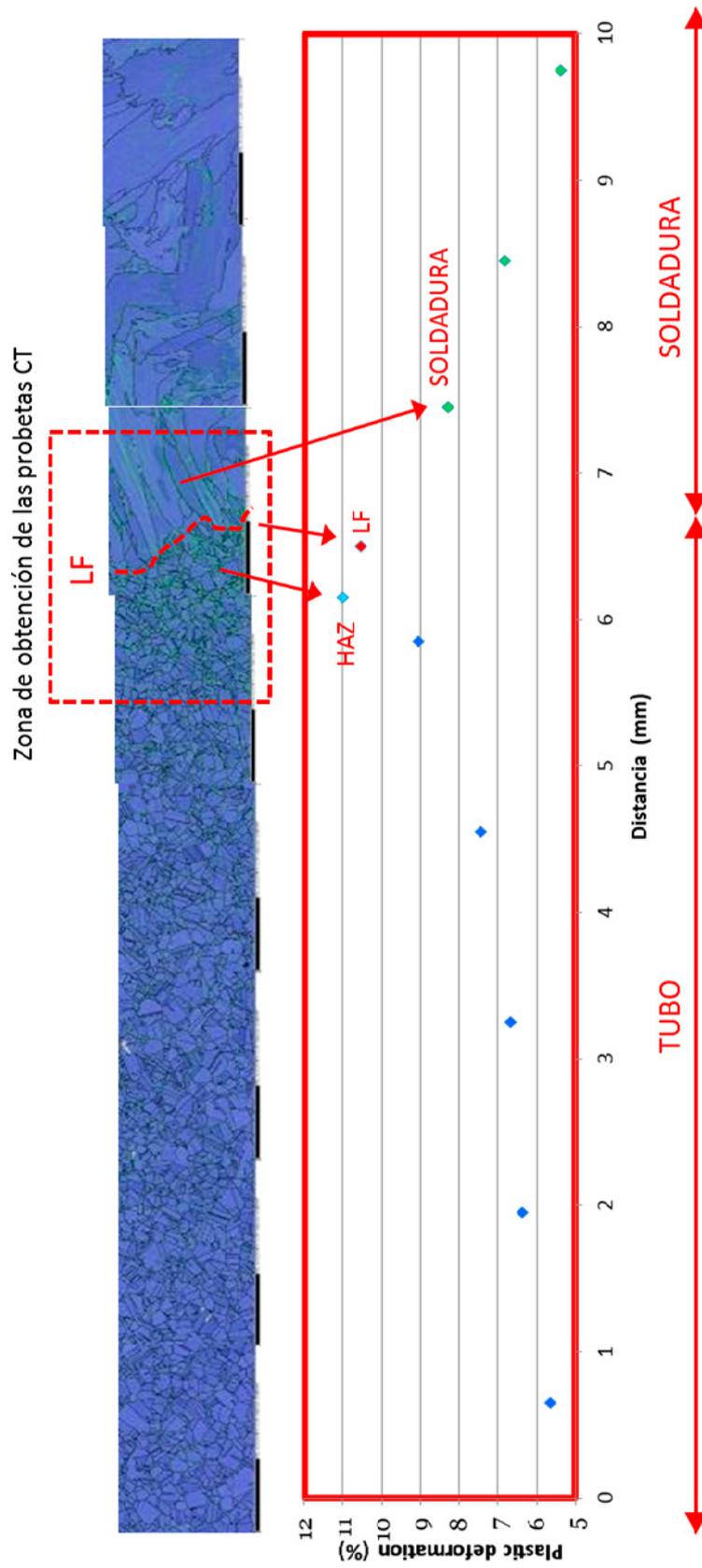


Figura 27. Valores de deformación plástica estimados en una zona equivalente a la zona de donde fueron obtenidas las probetas CT. (LF: Línea de fusión; HAZ: zona afectada por el calor).

VI. Ensayos de velocidad de propagación de grietas en condiciones simuladas de operación del circuito primario de un reactor tipo PWR

Se han realizado seis ensayos para la obtención de valores de velocidad de propagación de grietas en condiciones de operación del circuito primario de un reactor tipo PWR, de acuerdo con el procedimiento de ensayo descrito en el apartado IV.5. Los ensayos se llevaron a cabo a 340°C en agua del primario con una concentración de hidrógeno de 51 ccH₂/kg H₂O.

En cuatro de los ensayos se pretendía que la propagación de la grieta bajo carga constante tuviese lugar perpendicularmente al HAZ (probetas 1B y 2B), mientras que en las otras dos (probetas 1D y 2D) tuviese lugar en el HAZ, paralelamente a la línea de fusión. Además, se han ensayado otras dos probetas en las que las grietas propagan en metal de soldadura (probetas 1C y 2C).

Para cada una de las probetas, la señal de DCPD recogida durante el ensayo en función del tiempo de ensayo se presenta en las figura 28, figura 29 y figura 30.

VI.1. PROBETAS CON PROPAGACIÓN PERPENDICULAR AL HAZ

El ensayo de la probeta 1B tuvo una duración total de 4.280 horas, con un periodo final de carga constante de 1.214 horas. La velocidad de propagación de grieta durante este periodo fue de $9,7 \times 10^{-10}$ mm/s. En la figura 30 se presenta la evolución de la señal de caída de potencial a lo largo de las distintas etapas de este ensayo.

La duración del ensayo de la probeta 2B fue de 5.160 horas con una etapa final de carga constante de 2.000 horas. La velocidad de propagación de grieta durante esta etapa fue inferior al límite de detección, 1×10^{-10} mm/s. La figura 28 muestra la evolución de la caída de potencial a lo largo de las distintas etapas del ensayo.

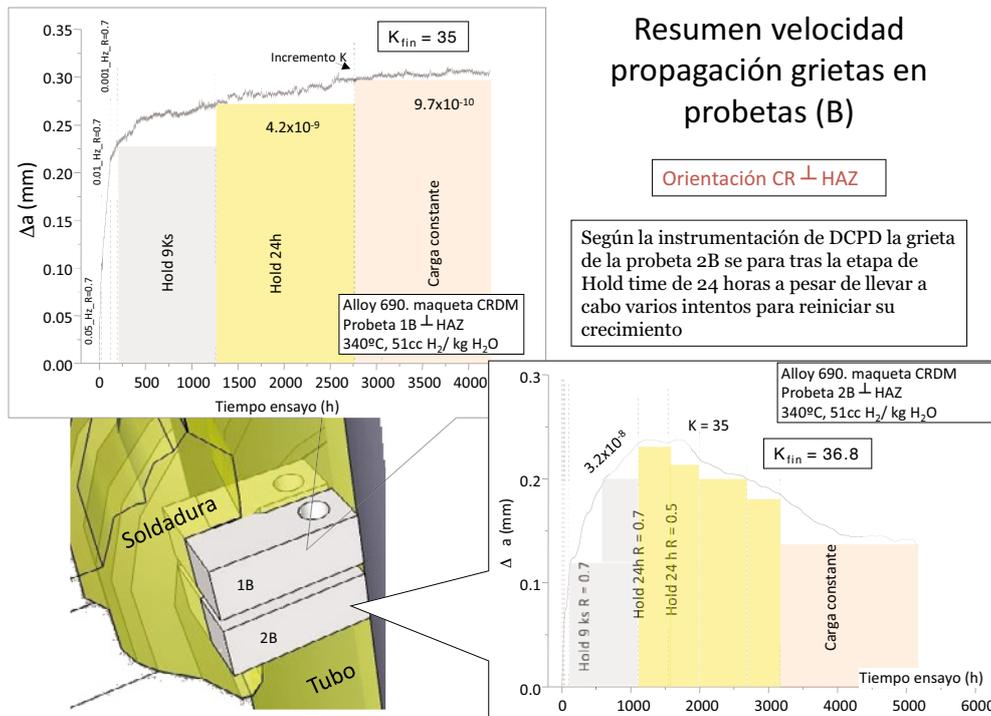


Figura 28. Curvas de propagación de grietas en función del tiempo para las probetas (B), con orientación perpendicular al HAZ.

VI.2. PROBETAS CON PROPAGACIÓN EN EL HAZ Y PARALELA A LA LÍNEA DE FUSIÓN

La duración del ensayo de la probeta 1D, propagación de la grieta paralela al HAZ, fue de 10.000 horas, con dos periodos de carga constante separados por periodos de fatiga y de carga constante con descargas. Durante el primer periodo de carga constante de 2.031 horas de duración, la velocidad de propagación de la grieta fue de $1,07 \times 10^{-9}$ mm/s, mientras que en el segundo periodo de 1.416 horas de duración al final del ensayo, la velocidad de propagación de la grieta fue de $2,75 \times 10^{-9}$ mm/s. En la figura 29 puede verse la evolución de la señal de DCPD a lo largo de las distintas etapas del ensayo.

En el caso de la probeta 2D, la duración del ensayo fue de 7.786 horas y, también, incluyó dos periodos de carga constante. En el primero de 669 horas, que tuvo lugar después de 3.370 horas de tiempo de ensayo acumulado, la velocidad de propagación de grieta fue de $6,1 \times 10^{-10}$ mm/s, mientras que en el segundo de 1.906 horas de duración, al final del ensayo, la velocidad de propagación de la grieta fue de $1,7 \times 10^{-9}$ mm/s. En la figura 29 puede verse la evolución de la señal de DCPD en las distintas etapas de este ensayo.

Resumen velocidad de propagación de grietas en probetas (D)

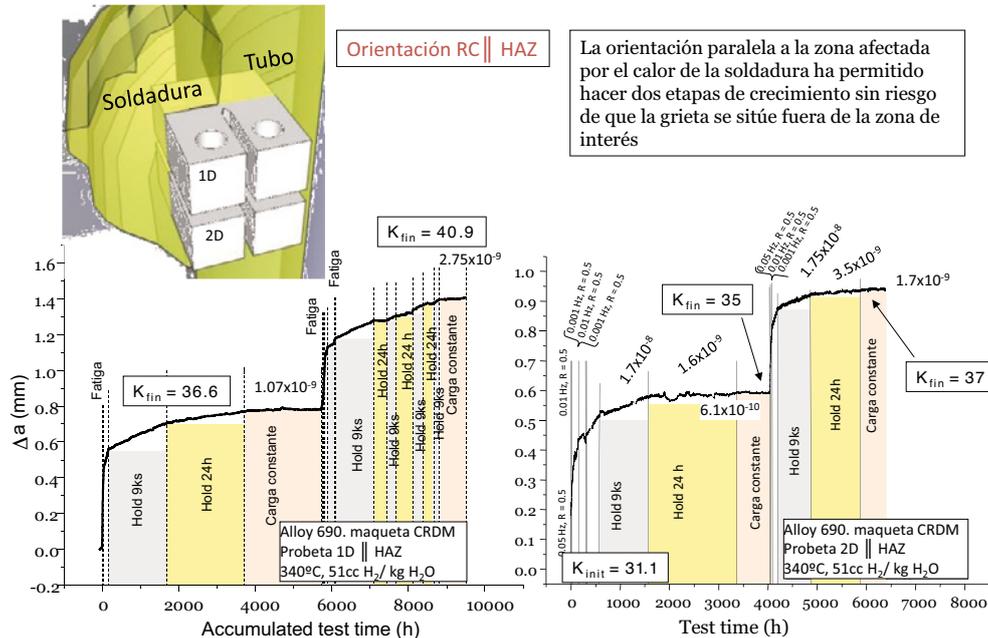


Figura 29. Curvas de propagación de grietas en función del tiempo para las probetas D, con propagación en el HAZ, paralela a la línea de fusión.

VI.3. PROBETAS CON PROPAGACIÓN EN EL METAL DE SOLDADURA

La duración del ensayo de la probeta 1C fue de 5.279 horas con un periodo final de carga constante de 2.488 horas, durante el cual la velocidad de propagación

de grietas fue de $7,6 \times 10^{-10}$ mm/s. La evolución de la señal de DCPD durante este ensayo puede verse en la figura 30.

En el caso de la probeta 2C, la duración total del ensayo fue de 4.175 horas con un periodo final de carga constante de 1.039 horas, durante el cual la velocidad de propagación de la grieta fue de $6,37 \times 10^{-9}$ mm/s. En la figura 30 puede verse la evolución de la señal de DCPD en las distintas etapas de este ensayo.

Las velocidades de propagación de grieta bajo carga constante medida en las distintas probetas ensayadas junto con los valores calculados del factor de intensidad de tensiones durante dicha etapa se resumen en la tabla 4.

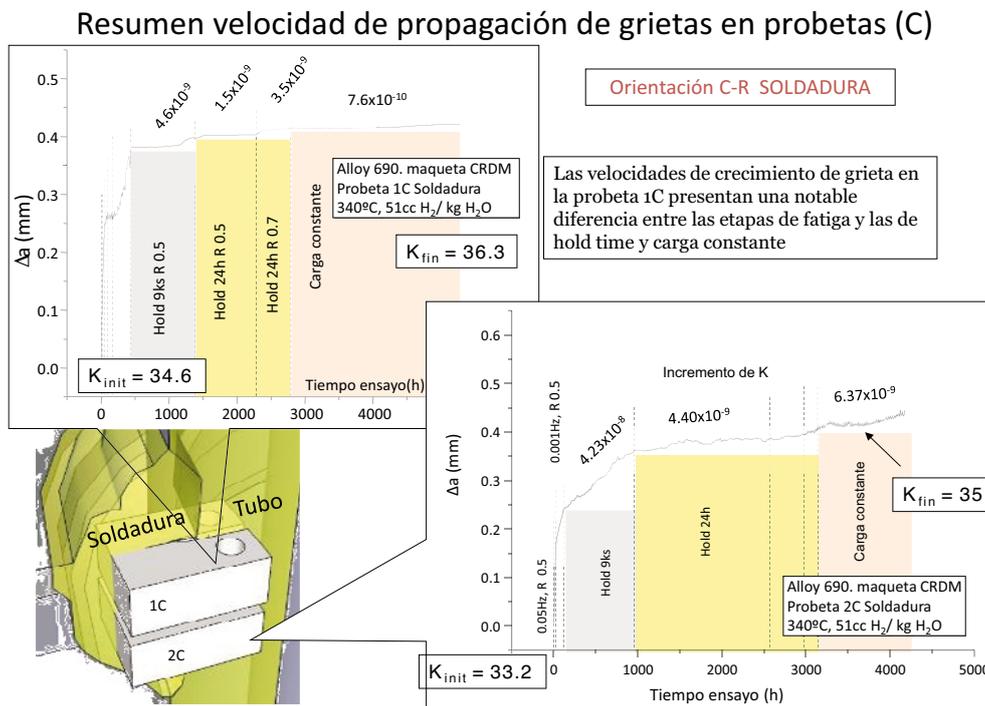


Figura 30. Curvas de propagación de grietas en función del tiempo de las probetas denominadas (C).

Probeta	Material	Orientación	Velocidad de propagación (mm/s)	Factor de intensidad de tensiones (MPa m ^{1/2})
1B	HAZ 690TT	⊥ HAZ (C-R)	9.7×10^{-10}	35
2B	HAZ 690TT	⊥ HAZ (C-R)	$< 5 \times 10^{-9}$	36.8
1D	HAZ 690TT	∥ HAZ (R-C)	$1.07 \times 10^{-9}; 2.75 \times 10^{-9}$	36.6, 40.9
2D	HAZ 690TT	∥ HAZ (R-C)	$6.1 \times 10^{-10}; 1.7 \times 10^{-9}$	35, 37
1C	Soldadura	(C-R)	7.6×10^{-10}	36.3
2C	Soldadura	(C-R)	6.4×10^{-9}	35

Tabla 4. Velocidad de propagación de grietas bajo carga constante a 340°C, en condiciones simuladas del circuito primario de un reactor tipo PWR.

VII. Examen de las probetas ensayadas

Una vez finalizados los ensayos de corrosión bajo tensión en agua a alta temperatura se procede al examen de cada una de las probetas para identificar la posición y la trayectoria de la propagación de las grietas y la morfología de su propagación.

VII.1. PROBETAS 1B Y 2B CON PROPAGACIÓN PERPENDICULAR AL HAZ

En la figura 31 se esquematiza el procedimiento del corte y preparación de las probetas 1B y 2B para su posterior observación. En primer lugar, la probeta se cortó en dos mitades iguales a través de su espesor, obteniéndose dos mitades denominadas U (mitad superior) y D (mitad inferior). A continuación, cada una de estas mitades se somete a un proceso de fatiga al aire, lo que permite observar la superficie de fractura.

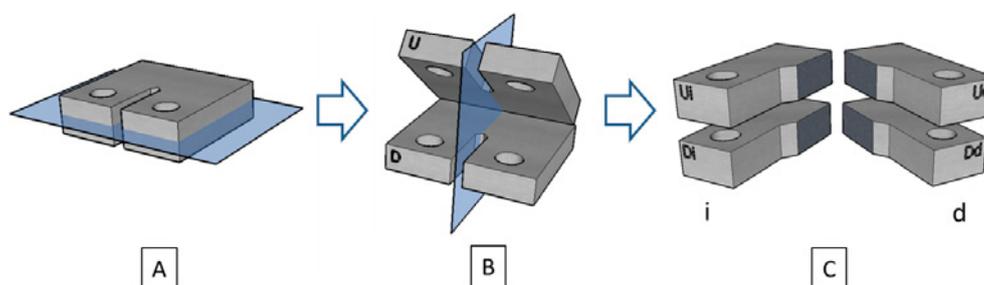


Figura 31. Procedimiento de corte y preparación de las probetas CT tras su ensayo.

En la figura 32, se presenta la trayectoria de la grieta en la cara interior de la mitad superior (U) y de la mitad inferior (D). En ambos casos, se observa que la grieta atraviesa la zona afectada por el calor de la soldadura sin llegar a penetrar en el metal de soldadura, tal como estaba previsto. No obstante hay que hacer notar que dada la ondulación inherente a la soldadura, no es posible descartar que en cualquier otro plano paralelo al que se está fotografiando, la grieta llegue a tocar y propagar por el metal de soldadura.

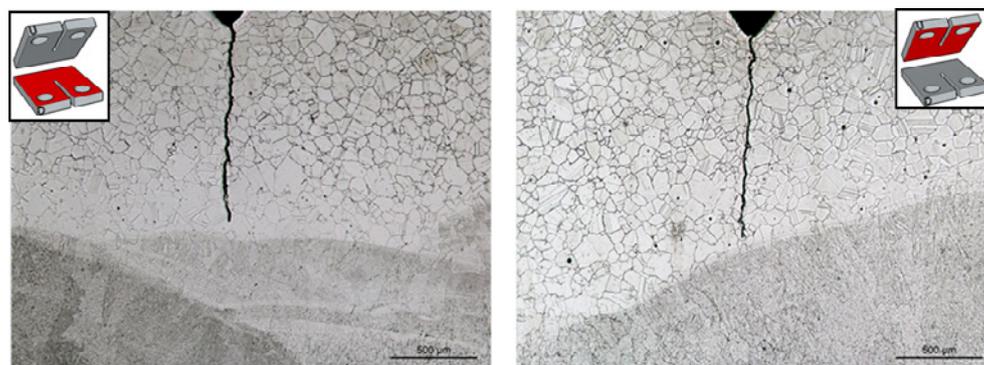


Figura 32. Corte transversal de la probeta 1B mostrando la trayectoria de la grieta desde material base hacia el HAZ.

1B corte D

1B corte U

La figura 33 presenta el aspecto de la superficie de fractura, vista en la lupa estereoscópica. La observación de esta fractura al microscopio electrónico de barrido/SEM permite identificar el avance de la grieta durante la etapa de fatiga en aire, previa al ensayo en agua a alta temperatura, y el avance de la grieta durante su exposición bajo carga en agua a alta temperatura. En este caso, la superficie de fractura presenta morfología transgranular, sin indicaciones de propagación intergranular típica de materiales susceptibles a corrosión bajo tensión.

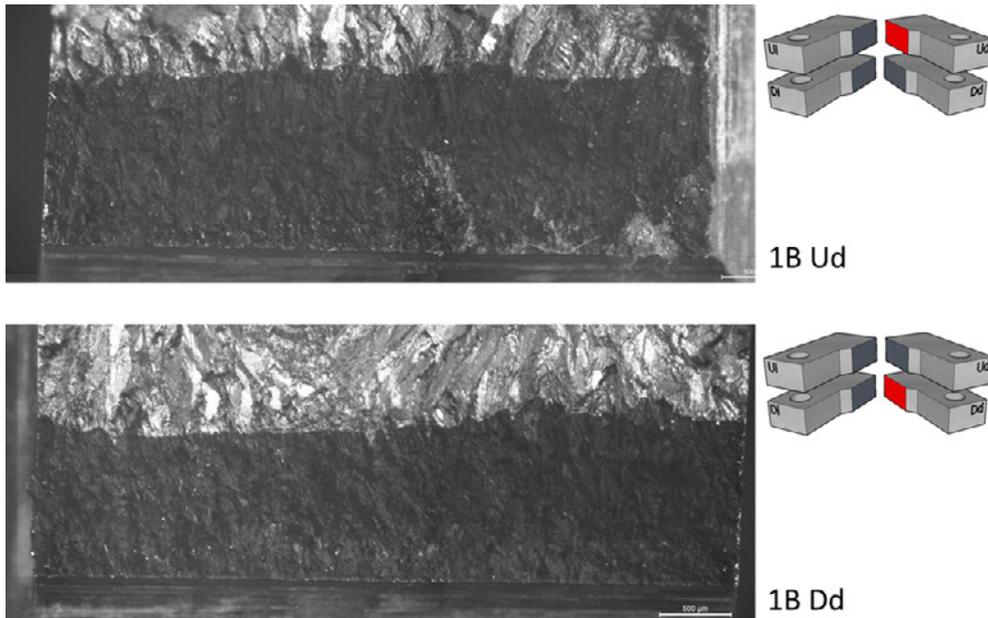


Figura 33. Aspecto de la superficie de fractura de la probeta 1B, vista en la lupa estereoscópica.

En la figura 35 puede verse la trayectoria de la grieta en la probeta 2B, que en su crecimiento parece penetrar en el metal de soldadura, al menos en el plano examinado.

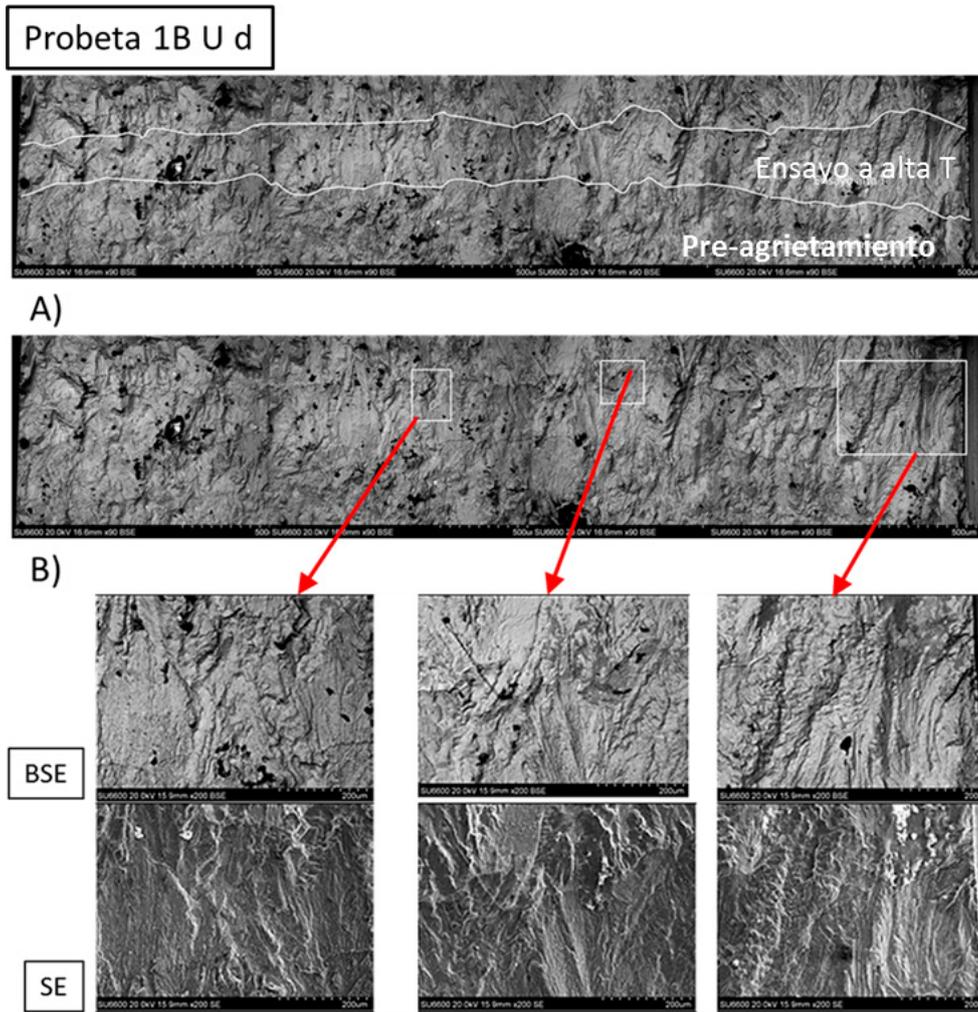


Figura 34. Aspecto y detalles de la superficie de fractura de la probeta 1B, examinada en el microscopio electrónico de barrido (SEM), mediante electrones retrodispersados (BSE) y mediante electrones secundarios (SE).

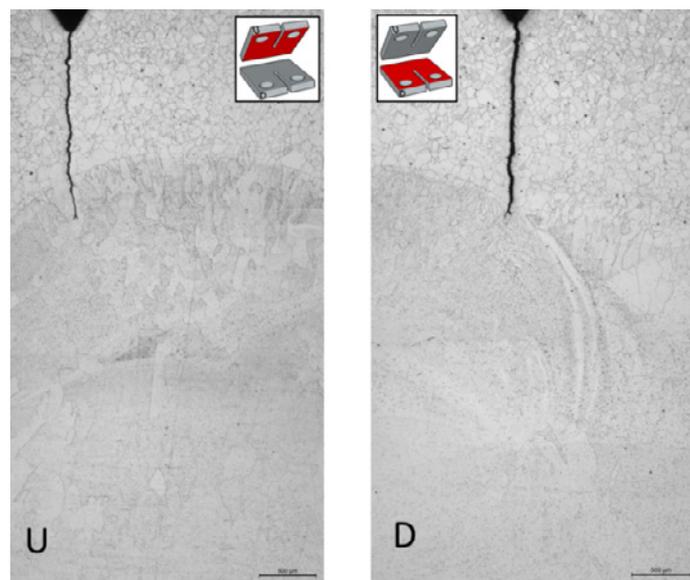


Figura 35. Trayectoria de la grieta en el corte lateral de la probeta, en este caso y debido a la naturaleza ondulada de la soldadura la grieta ha superado el HAZ penetrando en la soldadura.

La superficie de fractura de esta probeta, examinada en la lupa estereoscópica, se presenta en la figura 36 mientras que en la figura 37 puede verse su aspecto en el microscopio electrónico de barrido (SEM). En este caso, se observa que la superficie de fractura presenta morfología transgranular y, también, ha sido posible identificar la zona de avance de la grieta en agua a alta temperatura pero no diferenciar la propagación ocurrida durante el periodo de carga constante.

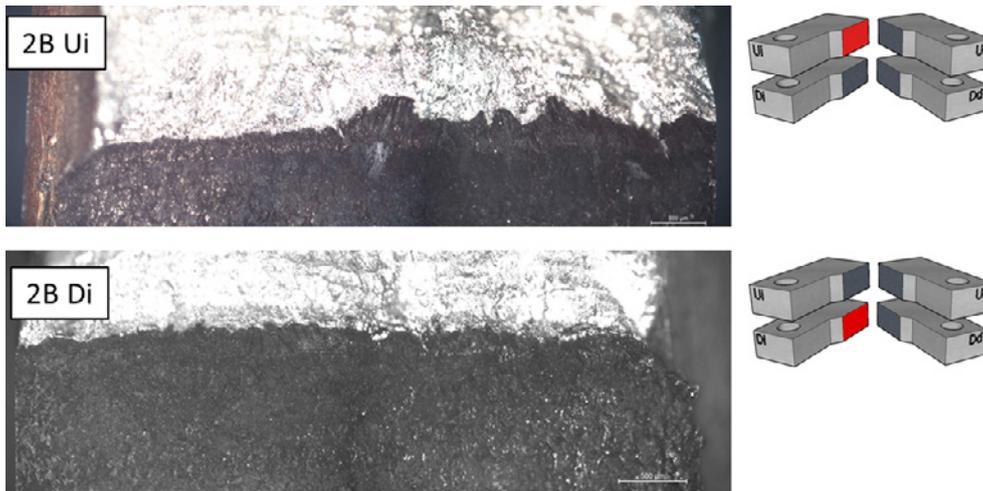


Figura 36. Aspecto de la superficie de fractura de la probeta 2B en la lupa estereoscópica.

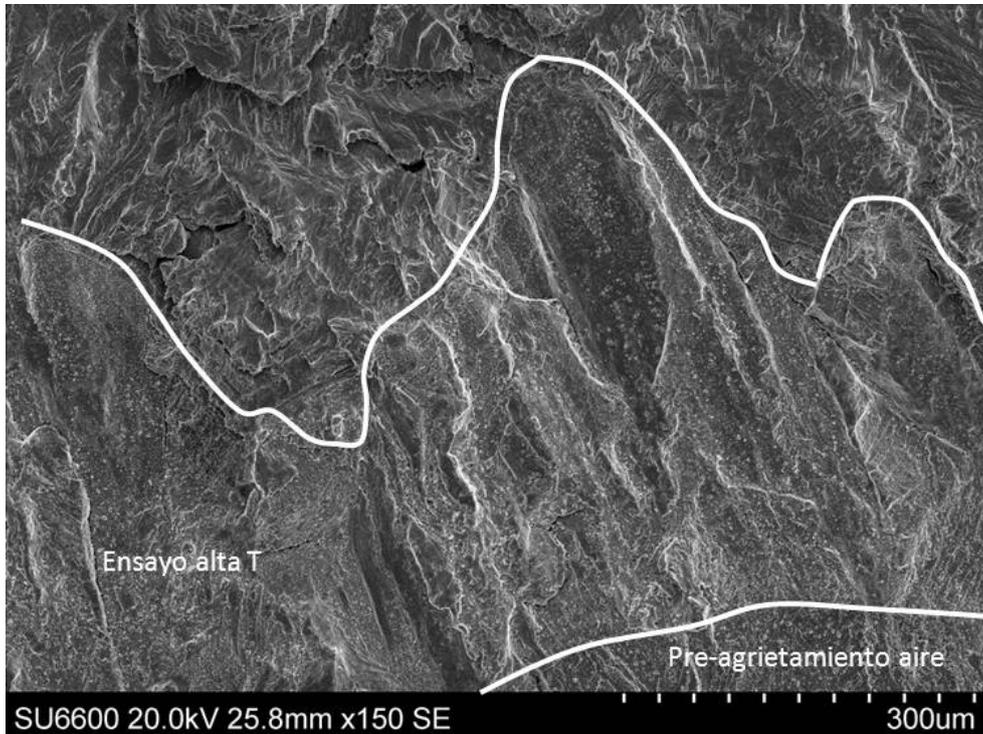


Figura 37. Morfología transgranular en una zona del frente de grieta de la superficie de fractura de la probeta 2B.

Para confirmar si la grieta en su propagación había penetrado en el metal de soldadura se llevaron a cabo análisis por EDX en la superficie de fractura, teniendo en cuenta las diferencias en composición entre el metal base, aleación 690, y los metales de soldadura, 52M/152M. En particular, se ha considerado la presencia de Mn, existente en los metales de soldadura y no en el metal base, y de Nb con mayor concentración en los metales de soldadura que en el metal base. La distribución de estos elementos en áreas seleccionadas de la superficie de fractura se presenta en la figura 38, en la que se indica con una línea amarilla el inicio del ensayo en agua a alta temperatura y con una línea blanca discontinua el límite entre el metal base y el metal de soldadura, observándose que en algunas zonas, la propagación de la grieta ha tenido lugar en el metal de soldadura.

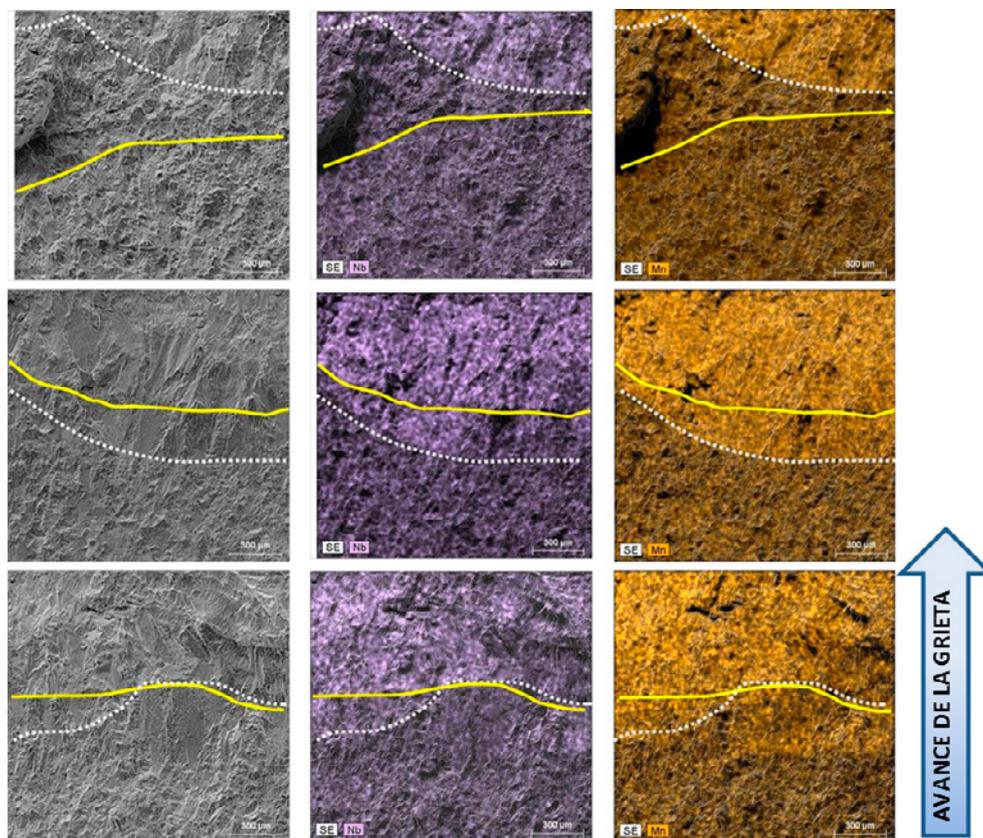


Figura 38.
Distribución de Nb (violeta) y Mn (naranja) en la superficie de fractura de la probeta 2B.

VII.2. PROBETAS 1D Y 2D CON PROPAGACIÓN EN EL HAZ PARALELA A LA LÍNEA DE FUSIÓN

Con el objetivo de ratificar la posición y la trayectoria del avance de la grieta en el HAZ de la probeta 1D, se preparó uno de los laterales de la misma para su análisis por EBSD, para confirmar la posición y la trayectoria del avance de la grieta en el HAZ. En la figura 39 pueden verse las diferencias en el tamaño y

distribución de los granos entre el metal base y el metal de soldadura y el avance de la grieta en el metal base a una distancia media de 300 μm de la interfase metal base/soldadura, lo que puede interpretarse como que el avance de la grieta puede haber tenido lugar en la zona afectada por el calor, al menos en parte del espesor de la probeta, dado que en el estudio metalográfico previo, la anchura estimada de la zona afectada por el calor fue del mismo orden.

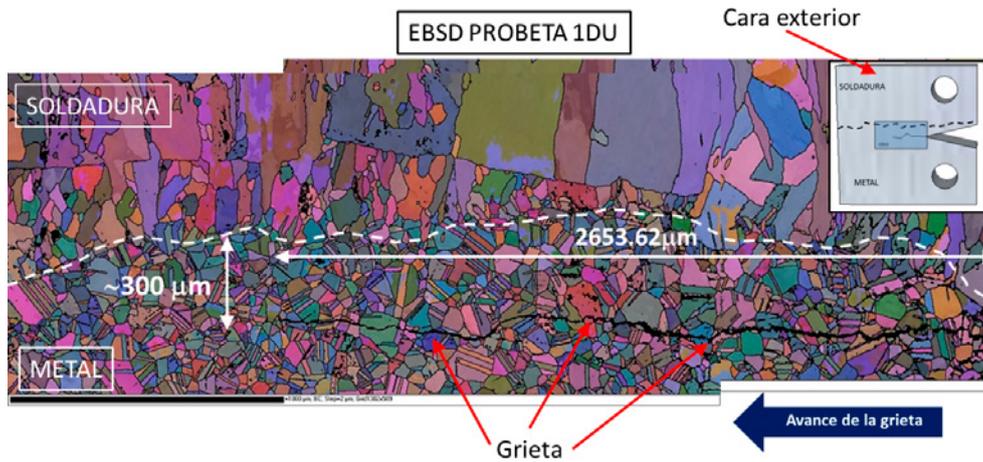


Figura 39. EBSD realizado en la sección transversal de la probeta 1D tras su ensayo.

En la superficie de fractura de la probeta 1D, que presenta morfología transgranular con pequeñas áreas aisladas de aspecto intergranular, se distinguen las dos etapas de crecimiento llevadas a cabo en la probeta (fatiga + carga constante con descargas + carga constante), la zona con morfología intergranular indicada en la figura 40 puede deberse a que en esta zona el plano de la grieta ha intersectado con la soldadura.

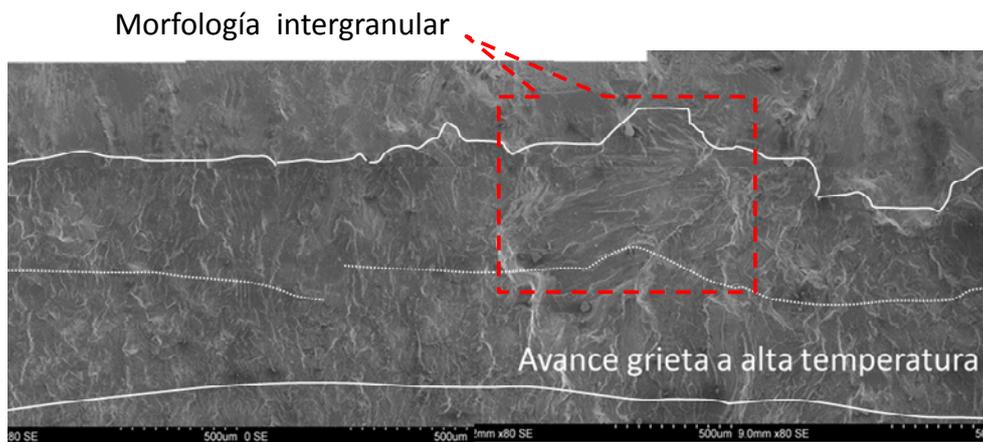


Figura 40. Aspecto de la superficie de fractura donde se aprecia una zona con morfología intergranular.

La figura 41 presenta la trayectoria y posición de la grieta en el plano medio de la probeta 2D, como puede verse, en una de las caras, la grieta se encuentra a 770 μm de la interfase metal base soldadura mientras que en la otra se encuentra a 330 μm , como consecuencia de la ondulaciones típicas de la soldadura.

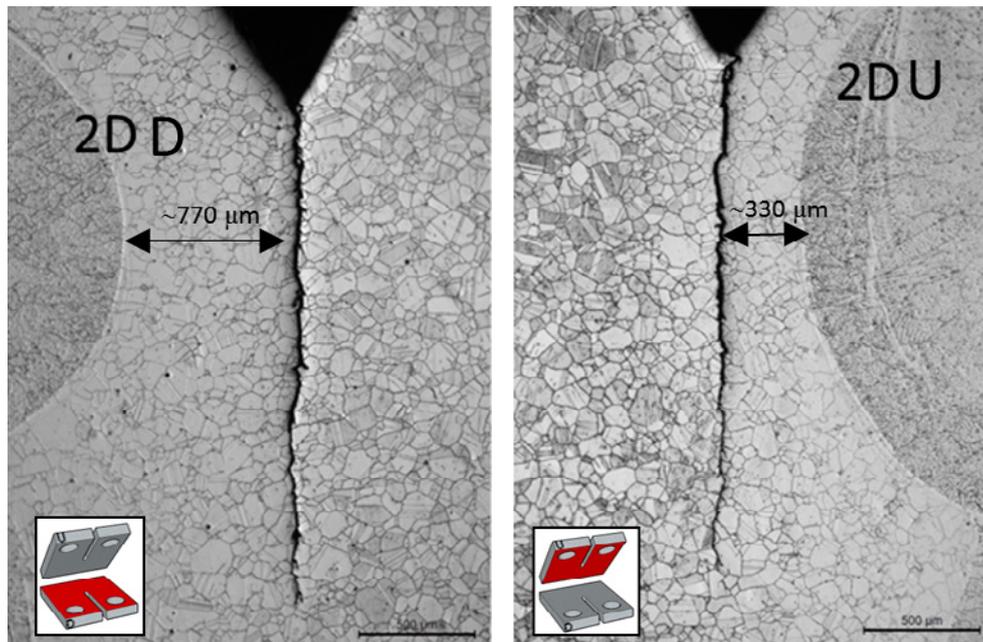


Figura 41. Posición de la grieta respecto a la interfase metal base/soldadura en la probeta 2D.

La superficie de fractura de esta probeta observada en el SEM presenta el aspecto que puede verse en la figura 42, en la que es posible distinguir las dos etapas de ensayo a alta temperatura aplicadas a esta probeta. En este caso, también se observa una morfología fundamentalmente transgranular con algunas facetas intergranulares, grietas secundarias y pequeñas zonas de avance interdendrítico en la soldadura, como puede verse en la figura 43.

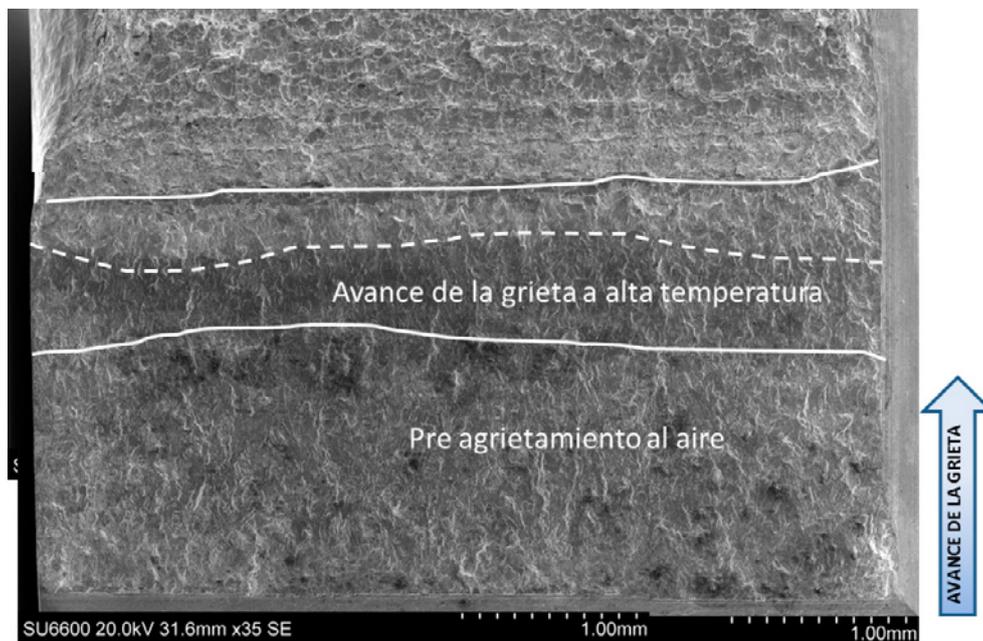


Figura 42. Superficie de fractura en la probeta 2D.

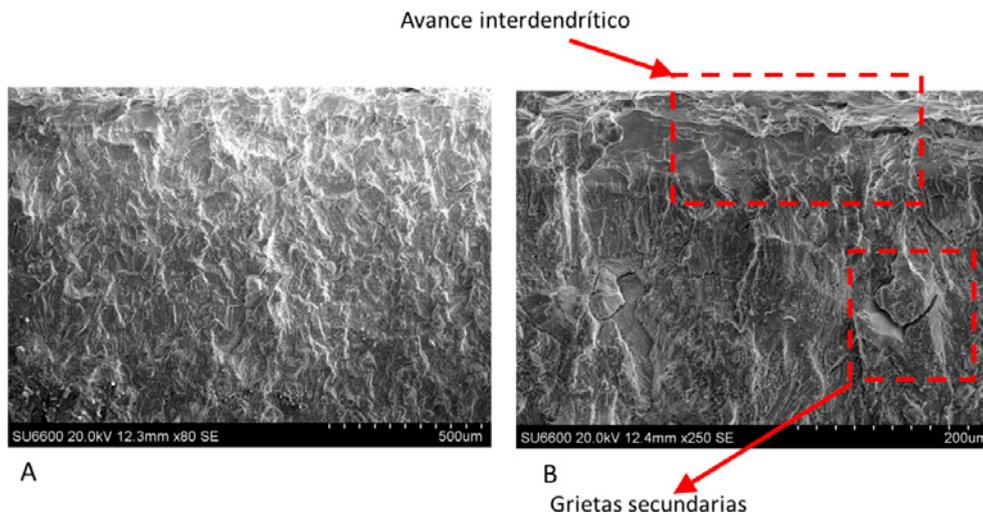


Figura 43. Detalles del frente de grieta en la superficie de fractura de la probeta 2D.

VII.3. PROBETAS 1C Y 2C CON PROPAGACIÓN EN EL METAL DE SOLDADURA

En la figura 44 puede observarse el avance de la grieta en el metal de soldadura en la probeta 1C, se ha sobreimpresionado la posición de la línea de fusión de la soldadura con línea de trazo rojo discontinuo. En la figura 45 se presenta el aspecto de la superficie de fractura, vista en la lupa estereoscópica.

El examen de esta superficie de fractura en el microscopio electrónico de barrido (SEM), figura 46, permite identificar el avance de la grieta en la etapa de preagrietamiento en aire y en las etapas de ensayo a alta temperatura, pudiéndose distinguir, en esta ocasión, el avance de la grieta durante los periodos de carga constante con descargas y carga constante pura.

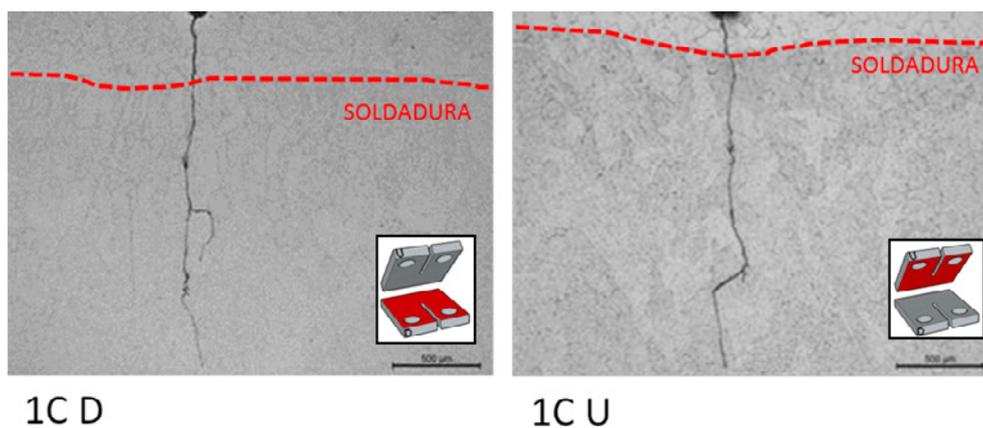


Figura 44. Corte transversal de la probeta 1C donde puede apreciarse el avance del frente de grieta en el metal de soldadura. La línea roja punteada representa la línea de fusión de la soldadura.

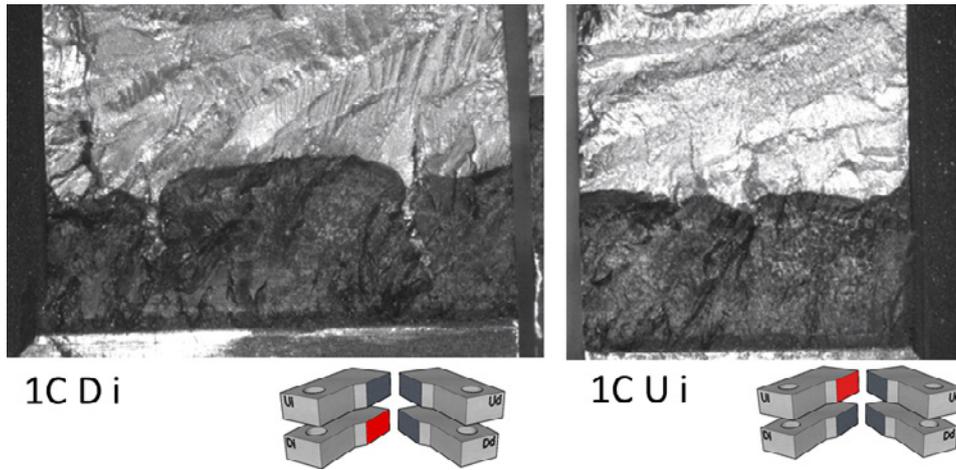


Figura 45. Superficie de fractura de las mitales Di y Ui de la probeta 1C obtenidas mediante la lupa estereoscópica.

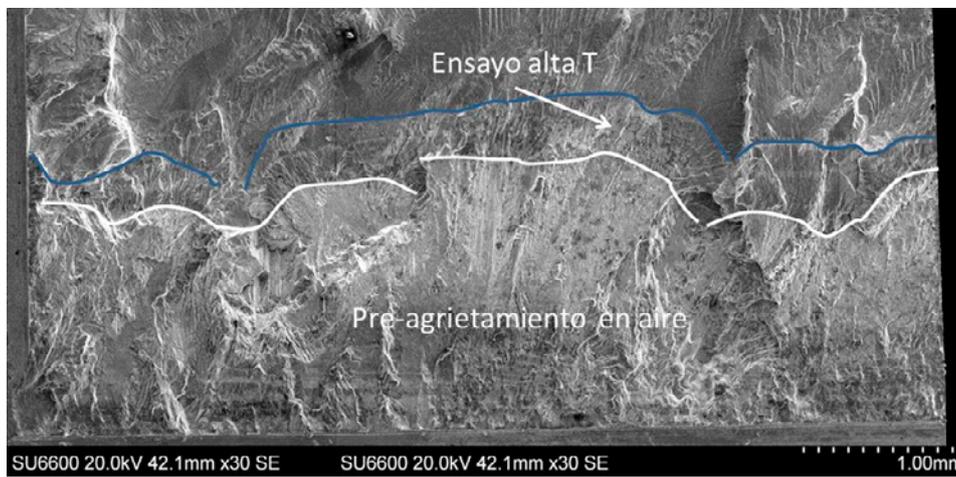


Figura 46. Superficie de fractura de la mitad Di de la probeta 1C en el microscopio de barrido.

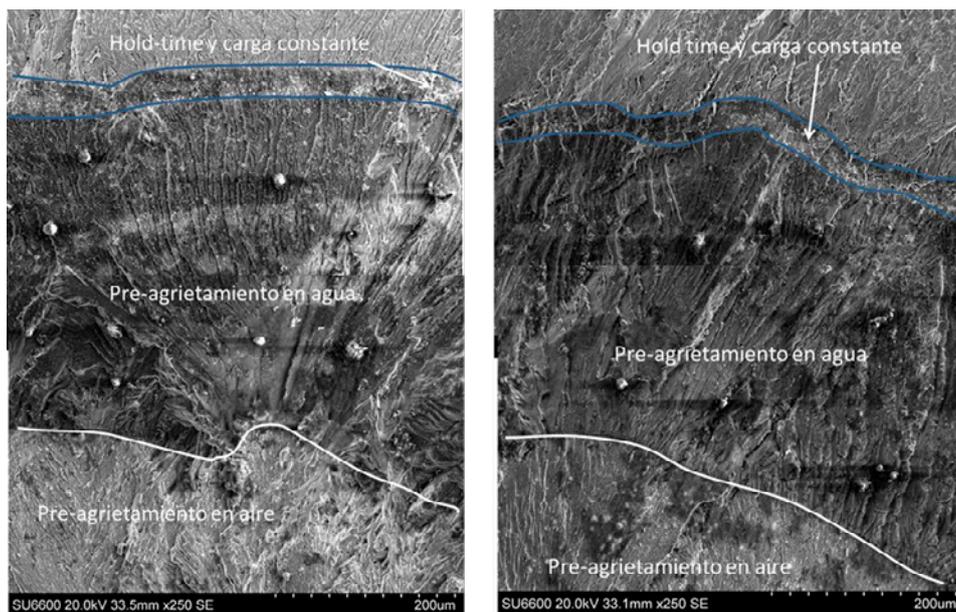


Figura 47. Detalles de la superficie de fractura de la mitad Di de la probeta 1C.

En cuanto a la probeta 2C, en la figura 48 puede verse su progresión en el metal de soldadura. En este caso la posición de la línea de fusión, señalada por la línea roja de trazos, por la propia naturaleza de la soldadura, indica que la entalla se ha posicionado entre la zona afectada por el calor y el interior de la soldadura. El aspecto de la superficie de fractura se presenta en la figura 49. En esta probeta no se identificó ninguna indicación de avance intergranular.

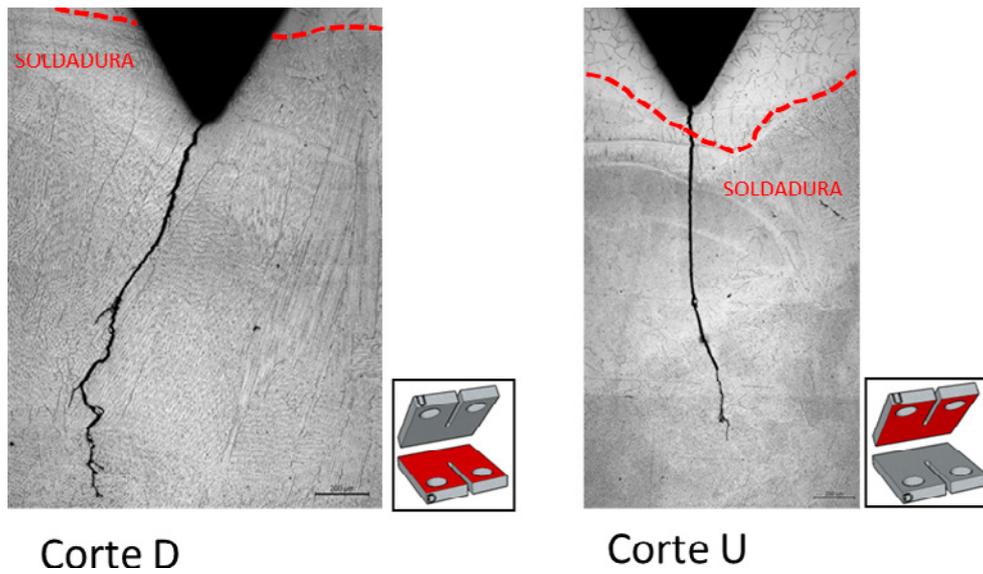


Figura 48. Posición del final de la grieta en el plano medio de la probeta 2C.

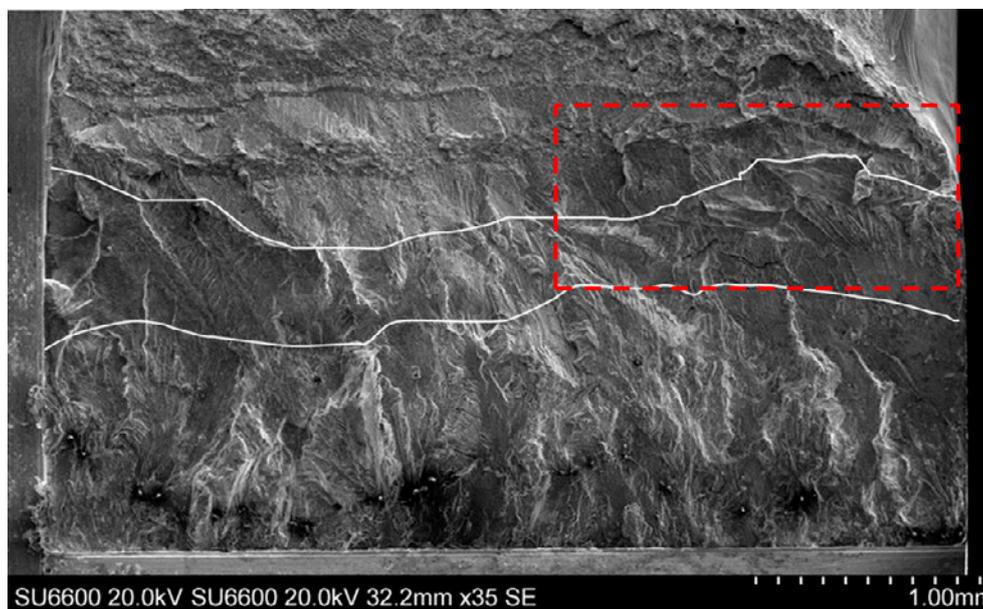


Figura 49. Superficie de fractura de la mitad Ui de la probeta 2C obtenida mediante microscopio electrónico de barrido.

VIII. Discusión

La aleación 690 y sus metales de soldadura 52 y 152 presentan una alta resistencia a corrosión bajo tensión en condiciones de primario (PWSCC) de los reactores de agua a presión, PWR. Por esta razón, se han utilizado como materiales de sustitución de la aleación 600 y de sus metales de soldadura, 82 y 182, en componentes que han presentado agrietamientos atribuidos a este proceso de degradación como es el caso, entre otros, de las penetraciones de la tapa de la vasija así como en la construcción de nuevos reactores. Por otro lado, los materiales de soldadura 52/152 se están utilizando en procesos de reparación y mitigación de componentes susceptibles a este tipo de degradación.

Las bajas velocidades de propagación de grietas, menores que 5×10^{-9} mm/s, que acreditan la alta resistencia de la aleación 690 a PWSCC no se mantienen en coladas que presentan un cierto grado de trabajado en frío, tal como ponen de manifiesto los datos publicados durante los últimos 15 años. La velocidad de propagación de grietas puede alcanzar valores de hasta 2×10^{-6} mm/s para trabajados en frío mayores del 20%, como puede verse en la figura 50, en la que también se incluye la “disposition line” para la aleación 600, recogida en el MRP-55 [34].

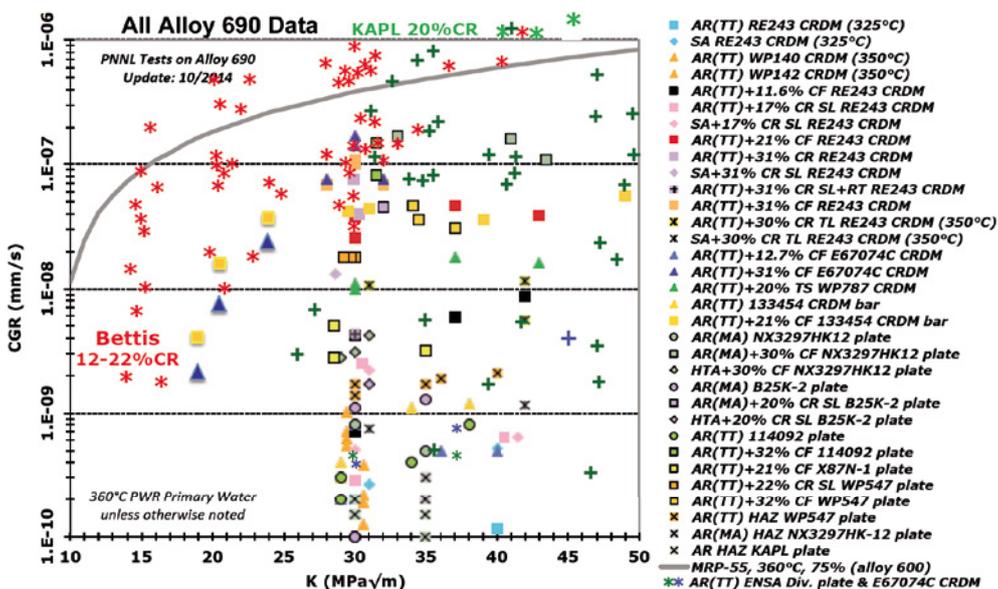


Figura 50. Velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 con distintos grados de trabajado en frío [47].

En la figura 51 se presentan los datos de velocidad de crecimiento de grieta para coladas de la aleación 690 con niveles de trabajado en frío menores que el 17% en comparación con la “disposition line” para la aleación 600 (MRP-55). Como puede observarse, el conjunto de puntos (en rojo) que presentan valores más elevados corresponden a materiales con niveles de trabajado en frío por laminación entre el 12-13% [17] Estos valores proceden de ensayos realizados con coladas con microestructuras heterogéneas, que no se consideran representativas de los tubos utilizados para la fabricación de las penetraciones de la tapa de la vasija.

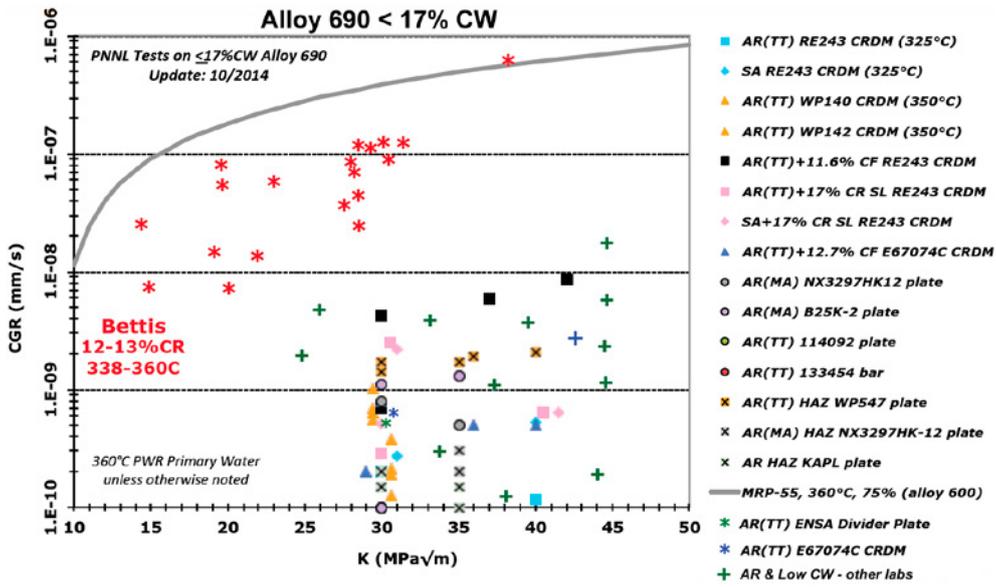


Figura 51. Velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 con trabajados en frío inferiores al 17 % {18}.

Por último, la figura 52 presenta los valores de velocidad de crecimiento de grietas obtenidos con coladas de la aleación 690 no trabajadas en frío, todos ellos inferiores a 5×10^{-9} mm/s, valores suficientemente bajos para no comprometer la integridad de los componentes.

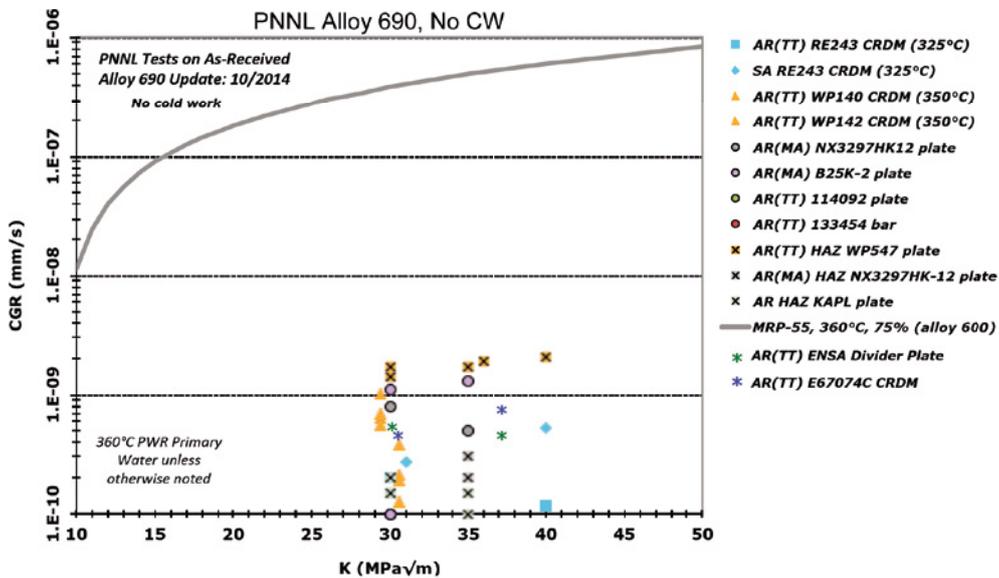


Figura 52. Velocidad de propagación de grietas en la aleación 690 sin trabajado en frío {18}.

Los componentes en plantas en operación, por ejemplo las penetraciones de la tapa de la vasija, presentan un cierto grado de trabajado en frío procedente de distintas fuentes tales como un recocido incompleto, operaciones de mecanizado, alineamiento y acabado superficial y el proceso de soldadura, que se manifiesta en un aumento del límite elástico, de la dureza y en la aparición de un cierto nivel de tensiones / deformaciones residuales.

Los códigos de diseño limitan el trabajado en frío incorporado intencionalmente, por ejemplo, en el proceso de alineamiento (<5%) pero no contemplan la deformación residual total, procedente de las diversas fuentes [35]. El efecto del trabajado en frío introducido por procesos de mecanizado y acabado superficial se localiza en la superficie del material y es relevante para los procesos de iniciación de grietas de corrosión bajo tensión, mientras que como consecuencia del proceso de soldadura aparecen deformaciones residuales en la zona afectada por el calor de la soldadura aparte de modificaciones en la microestructura de la aleación 690.

El nivel de deformación residual para los tubos de las penetraciones de la tapa de la vasija se estima en menos del 5% en la dirección circunferencial y menos del 3% en la dirección axial, por tanto se puede decir que la deformación residual estimada debe ser menor del 10% de deformación equivalente [36].

Para uniformizar los distintos procedimientos empleados para la aplicación del trabajado en frío en los materiales ensayados en laboratorio es útil utilizar el porcentaje de la reducción de espesor más que el porcentaje de trabajado en frío, ya que un material deformado hasta el 20% por laminación o forja implica que el material ha experimentado un 20% de reducción de espesor mientras que si ha sido deformado hasta el 20% por tracción el alargamiento sufrido será del 20%, que supone un 9% de reducción de espesor. La reducción de espesor presenta una buena correlación con la dureza como puede verse en la figura 53, que recoge datos procedentes de distintas coladas de la aleación 690 deformada en frío por distintos procedimientos.

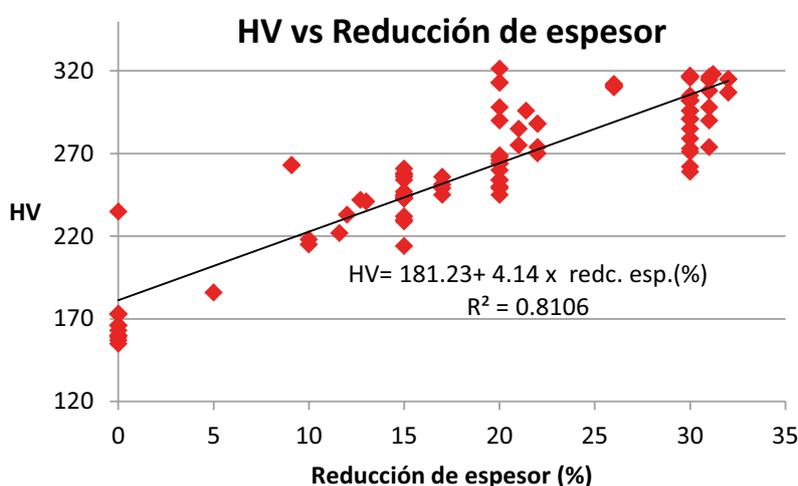


Figura 53. Relación entre la dureza y la reducción de espesor debida a la aplicación del trabajado en frío para la aleación 690.

Los procesos de deformación en caliente que se llevan a cabo a temperaturas próximas a la mitad de la temperatura homóloga de fusión, 675°C para la aleación 690, producen menos daño en el material que los procesos de deformación en frío, dado que a medida que aumenta la temperatura el material puede acomodar mejor el daño asociado con la deformación. A causa de las diferencias en la estructura producidas por cada uno de los modos de deformar el material, es necesario un

mayor nivel de trabajado en caliente para introducir en el material el mismo nivel de daño que con el trabajado en frío [36].

Los procesos de soldadura generan deformaciones residuales tanto en el propio metal de soldadura como en la zona afectada por el calor en el metal base, originadas por la compleja secuencia termo-mecánica inherente a estos procesos, que no es posible reproducir adecuadamente ni con un proceso de trabajado en frío ni, tampoco, con un proceso de trabajado en caliente. Las deformaciones residuales de soldadura dependen de los parámetros de soldadura, del número de pasadas, del espesor del componente y de la constricción, entre otros así como del tipo de metal de soldadura. No obstante, las deformaciones locales debidas a la solidificación de las soldaduras y la constricción durante el enfriamiento son equiparables a deformaciones por tracción [22].

Las deformaciones debidas a la soldadura tanto en la zona afectada por el calor como en la propia soldadura pueden cuantificarse midiendo la misorientación intragranular, mediante la técnica de EBSD, que se considera la técnica más adecuada para capturar la heterogeneidad de la deformación residual en la microestructura del material. La densidad de dislocaciones puede ser mucho mayor cerca de los bordes de grano, lo que podría controlar la propagación de las grietas a través de los granos que encuentra en su trayectoria [22].

La técnica EBSD permite estimar a nivel microscópico la deformación plástica retenida en un material de forma rápida y fiable. Sin embargo, existen una serie de limitaciones que habitualmente no se suelen referenciar y que pueden dificultar la comparación entre datos. Uno de los puntos más importantes es la forma en la que la desorientación es calculada. Por un lado, se pueden hacer medidas locales de la desorientación, como la denominada KAM (“Kernel Average Misorientation”), similar a la medida usada en este trabajo, o medidas conocidas como GOS (“Grain Orientation Spread”) en las que la desorientación de cada punto dentro del grano es calculada respecto a un punto de orientación promedio obtenido previamente.

Las medidas locales (KAM) están afectadas por parámetros como el tipo de material, el tamaño de paso y el tamaño de grano del material, sin embargo son las más adecuadas para obtener información local de material. Por su parte, las medidas tipo GOS son independientes del tamaño de grano, la distancia entre puntos de medida (“step size”) o el tipo de acero pero no son aplicables en zonas con microestructuras complejas como las soldaduras. De acuerdo a un estudio publicado por el KTH [33], las medidas tipo KAM y las medidas tipo GOS son coincidentes en el metal base y la zona afectada por el calor de una maqueta de un CRDM con una disposición similar a la de la maqueta estudiada en este trabajo. Sin embargo, una vez dentro de la soldadura la diferencia entre medidas obtenidas por ambos procedimientos es muy acusada.

Durante los últimos años, varios laboratorios [33,37,38] han llevado a cabo este tipo de medidas en configuraciones de soldaduras muy diferentes. Entre ellas existen limitados casos de penetraciones de la tapa de la vasija, con configuracio-

nes similares a la de la maqueta utilizada en este trabajo [33, 38]. En estos casos los valores de deformación retenida obtenidos por EBSD en la zona del HAZ de la soldadura varía entre 6% [33]-14% [38].

La desorientación determinada por EBSD puede correlacionarse con la dureza del material tal como se observa en la figura 54 [20].

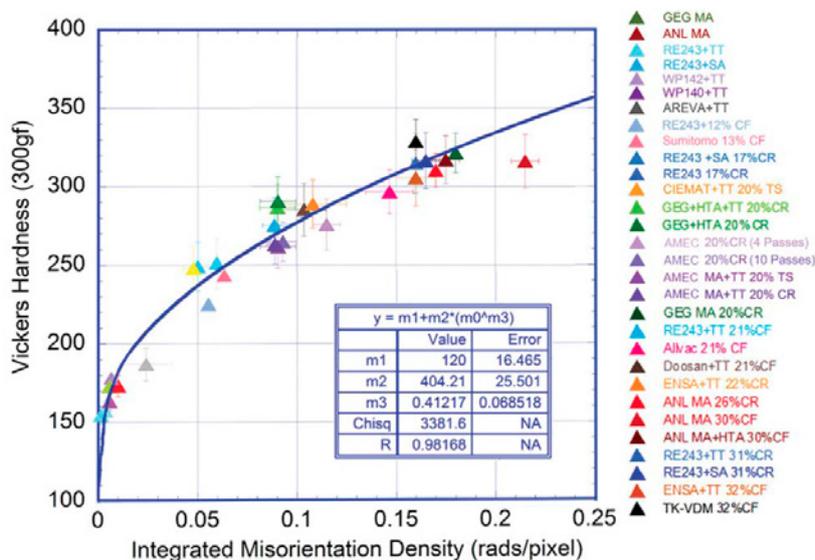


Figura 54. Relación entre la dureza y la misorientación para coladas de la aleación 690 con distintos niveles de deformación.

La zona afectada por el calor de la soldadura en los aceros inoxidable austeníticos y en la aleación 600 es una zona bien definida, situada a una cierta distancia de la línea de fusión, en la que se observa precipitación de carburos en borde de grano acompañada de empobrecimiento en cromo. Sin embargo, en el caso de la aleación 690 soldada con los metales de soldadura 52 y 152, las modificaciones sufridas en la interfase metal base soldadura son mucho más complejas pudiéndose distinguir a partir del metal base, una zona no mezclada (UMZ) con granos gruesos, en la que se pueden observar granos finos recrystalizados de la aleación 690 y dendritas epitaxiales con composición del 690, antes de llegar a la primera pasada de la zona de dilución de la soldadura [38].

En la zona afectada por el calor de la soldadura del tubo de la aleación 690 de la maqueta de la penetración de la tapa de la vasija fabricada para este proyecto se ha determinado una desorientación de 0.4-0.5 (°) que equivale a una deformación residual equivalente del 11%, mientras que el valor de dureza Vickers medido en la misma área es de 220 HV, que a su vez correspondería a un 10% de reducción de espesor, teniendo en cuenta la correlación establecida en la figura 53. Haciendo uso de estas correspondencias es posible relacionar propiedades intrínsecas de la soldadura como la desorientación y la dureza con el nivel de trabajado en frío aplicado a los materiales ensayados en laboratorio [39].

En la tabla 4 se presentaron los valores de velocidad de crecimiento de grietas de cada una de las probetas fabricadas de la maqueta. Las probetas 1B y 2B, en

las que la grieta propaga a través del HAZ, en dirección perpendicular, presentan bajos valores de crecimiento de grieta. Como se ha discutido en el apartado de resultados, en la probeta 1B, la entalla de fatiga al aire finalizaba en metal base en la zona afectada por el calor, de modo que el avance de la grieta en agua a alta temperatura podía tener lugar en esta zona, cuantificada en aproximadamente $300\ \mu\text{m}$, tal como puede verse en la figura 24. Sin embargo, dado el perfil ondulado de los cordones de soldadura, el frente de grieta en su avance ha sobrepasado la interfase metal base/soldadura como refleja la observación de algunos agrietamientos interdendríticos, figura 27. Por tanto, la velocidad de propagación de grietas obtenida se considera representativa de una grieta iniciada en una penetración de la tapa de la vasija en un reactor en operación.

Por otro lado, en la probeta 2B, en el plano central de la misma, se observó que el frente de la grieta está situado en el metal de soldadura, en mayor medida a un lado del corte medio de la probeta que al otro, separados por aproximadamente un milímetro que es el espesor del material que se pierde en el corte, lo que implica que no se puede descartar que en alguna otra sección la grieta haya propagado por el metal base adyacente a la soldadura, como se ha documentado en los “mapping” de EDX, recogidos en la figura 38. En cuanto a los valores de velocidad de propagación de grietas, el valor obtenido para la probeta 2B es inferior al obtenido para la 1B y en ambos casos inferiores a $5 \times 10^{-9}\ \text{mm/s}$, valor considerado no significativo para los componentes en operación.

Las probetas 1D y 2D, se mecanizaron de modo que la propagación de las grietas tuviese lugar en la zona afectada por el calor de la soldadura del tubo de la aleación 690 en la dirección paralela a la interfase metal base/soldadura. En cada una de las dos probetas ha sido posible obtener dos valores de velocidad de propagación de grietas que presentan una buena reproducibilidad y todos ellos inferiores a $3 \times 10^{-9}\ \text{mm/s}$. En la figura 39 puede observarse la forma irregular de la interfase metal base/soldadura y la trayectoria de la grieta situada a una distancia de $300\ \mu\text{m}$ de dicha interfase en la probeta 1D. En la figura 41 se presenta la posición de la grieta respecto a los cordones de soldadura en el plano central de la probeta 2D. La medida de la deformación residual equivalente más allá del frente de la grieta en esta probeta es de 10.61% , lo que indica que la grieta ha propagado por la zona prevista, de acuerdo con la estimación de deformaciones residuales en distintas zonas de la maqueta, figura 27.

Los resultados de velocidad de propagación de grietas de las probetas fabricadas en la zona afectada por el calor de la soldadura se han representado en la figura 55 en función del factor de intensidad de tensiones, en la que también se incluyen los resultados obtenidos por CIEMAT en ensayos realizados con distintas coladas de tubos de la aleación 690 de la misma procedencia que el utilizado para la fabricación de la maqueta. Los resultados representados han sido obtenidos a temperaturas entre $310\ ^\circ\text{C}$ y $360\ ^\circ\text{C}$ y concentraciones de hidrógeno entre 22 y $81\ \text{ccH}_2/\text{kg H}_2\text{O}$, concentraciones de hidrógeno que mantienen constante la diferencia de

potencial respecto a la línea de equilibrio Ni/NiO. También se incluyen resultados obtenidos con probetas mecanizadas a partir de una placa (AREVA 690) en estado de recepción sin trabajar en frío, ensayadas a 340°C y 15 ccH₂/kg H₂O, en la línea de equilibrio Ni/NiO, así como algunos resultados obtenidos por PNNL con la colada WP787 proporcionada por CIEMAT, a 360°C y 25 ccH₂/kg H₂O, que sitúa al sistema en la línea de equilibrio Ni/NiO.

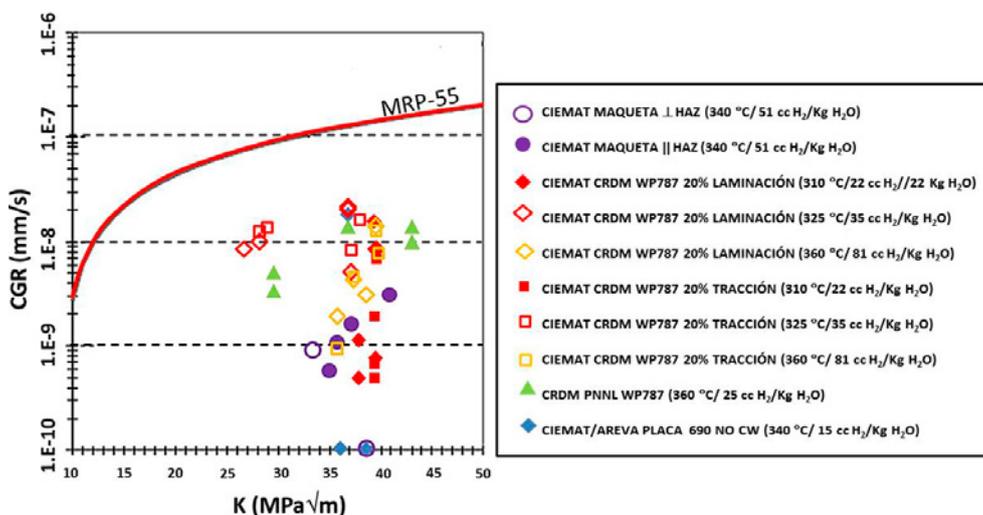


Figura 55. Velocidad de propagación de grietas en la zona afectada por el calor de soldadura en probetas fabricadas a partir de una maqueta de penetración de tapa de la vasija. (340°C y 51 ccH₂/kgH₂O) en comparación con otros resultados obtenidos por el CIEMAT.

Por último, en las probetas 1C y 2C fabricadas de la soldadura en J entre el tubo del 690 y la tapa de la vasija, las grietas han propagado en el metal de soldadura y presentan valores de crecimiento de grietas de 0.76×10^{-9} mm/s y 6.73×10^{-9} mm/s, respectivamente. La diferencia observada entre ambos valores es típica de la variabilidad de microestructuras y deformaciones residuales en la soldadura. En la figura 56 se han representado estos valores de velocidad de propagación de grietas en función del factor de intensidad de tensiones así como otros resultados de velocidad de crecimiento de grieta en los metales de soldadura 52 y 152 obtenidos por el CIEMAT y por GE en las mismas coladas [40]. Como referencia, en la figura se incluye la curva de velocidad de crecimiento de grietas para los metales de soldadura 82/182, recogidas en el documento MRP-115 [41]. Los ensayos con los metales de soldadura se llevaron a cabo a temperaturas de 325 y 360°C y concentraciones de hidrógeno de 35 y 81 cc H₂/kg H₂O respectivamente, para mantener constante la diferencia de potencial respecto a la línea de equilibrio Ni/NiO, mientras que las condiciones utilizadas por GE fueron 360°C y 26 cc H₂/kg H₂O, concentración que sitúa al sistema en la línea de equilibrio Ni/NiO.

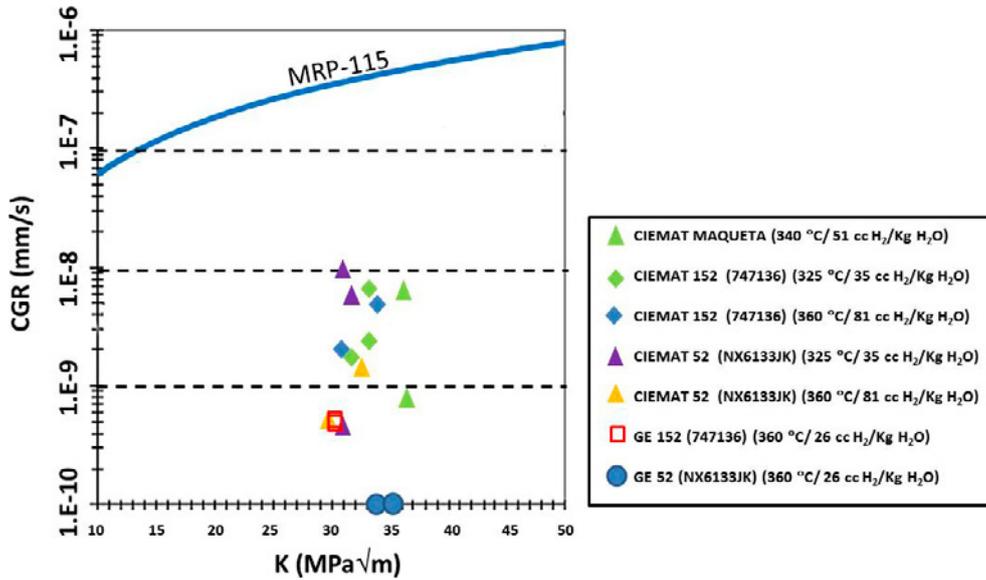


Figura 56. Velocidad de propagación de grieta para las probetas 1C y 2C fabricadas de la soldadura en J de la maqueta. Estos valores se comparan con valores obtenidos por el CIEMAT y otros laboratorios en metales de soldadura 52 y 152.

Los valores de velocidad de propagación de grietas obtenidos en este proyecto, encajan bien con los obtenidos por otros laboratorios reportados en la figura 57.

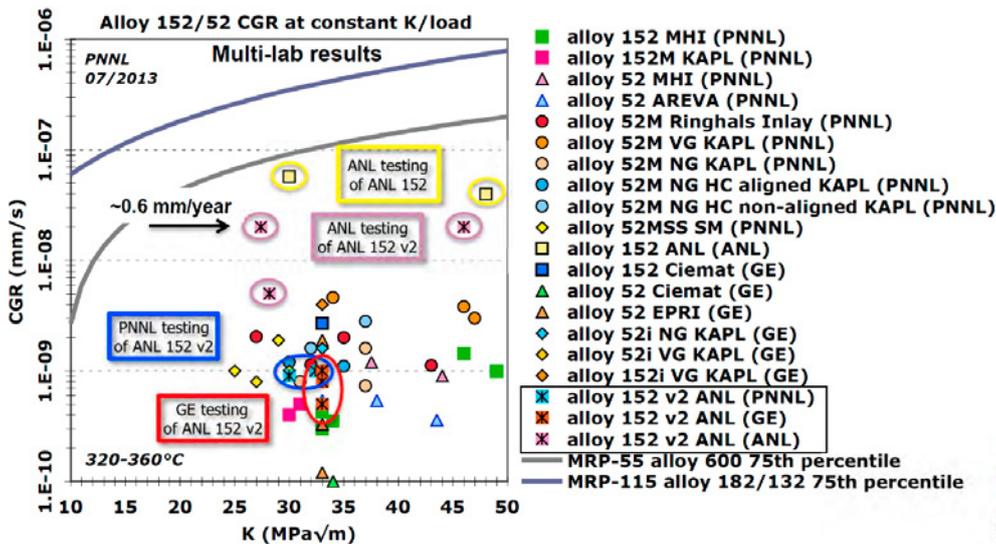


Figura 57. Datos de velocidad de propagación de grietas en los metales de soldadura 52/152 en condiciones simuladas de operación de un circuito primario de un reactor tipo PWR (46).

En general, el porcentaje de morfología intergranular observado en el examen fractográfico de las probetas fabricadas de la maqueta ha sido pequeño o inexistente, siendo claramente mayoritaria la propagación de morfología transgranular. La discusión sobre si el modo de propagación de las grietas debe ser intergranular, de acuerdo con asunción original de los agrietamientos debidos a corrosión bajo tensión en agua de primario (PWSCC) en la aleación 600 y sus metales de soldadura, es difícil de mantener para aleaciones muy resistentes a este tipo de degradación como son la aleación 690 y sus metales de soldadura 52 y 152, en las

que los bordes de grano no presentan una susceptibilidad preferente que facilite la propagación intergranular. Este punto ha sido ampliamente discutido en las reuniones del grupo de expertos, acordando finalmente que no es requisito que la propagación sea intergranular.

En este sentido, podemos mencionar el comportamiento observado en las probetas de la aleación 690 TT, de la colada WP787, [42][43][44][45] con un trabajado en frío del 20%. Como puede verse en la figura 55, las probetas de la colada WP787 deformadas por tracción hasta un 20% (9% reducción de espesor y 263 HV) presentan velocidades de propagación de grietas ligeramente superiores a las deformadas por laminación hasta el mismo nivel de deformación (20% reducción de espesor y 298HV) para un valor de K entre 27 y 29 MPa \sqrt{m} , lo que aparentemente va en contra de lo esperado si tenemos en cuenta que la reducción de espesor del material deformado por tracción es del 9% frente al 20% del deformado por laminación. El análisis de la superficie de fractura indica que el porcentaje de morfología intergranular es mayor en las probetas deformadas por tracción que por laminado, sugiriendo que la nucleación de avances intergranulares facilitan el avance de las grietas. Sin embargo, para valores de K más elevados, 37 MPa \sqrt{m} ambos materiales presentan valores de crecimiento de grietas similares, mientras que el porcentaje de fractura intergranular sigue siendo inferior en las probetas deformadas por tracción que en las deformadas por laminado (10% frente al 50%). Estas observaciones, parecen indicar que la velocidad de propagación de grietas no está directamente asociada al tipo de morfología de la grieta (intergranular y transgranular).

Como se ha mencionado, los ensayos con las probetas fabricadas de la maqueta se han realizado a 340 °C mientras que el resto de los resultados presentados en las figuras anteriores fueron obtenidos para temperaturas entre 310 °C y 360 °C. Para poder hacer una mejor comparación con las curvas del MRP- 55 [34] y MRP-115 [42], todos los valores se han calculado a 325 °C, utilizando una energía de activación de 120 kJ/mol, seleccionada como la más adecuada, de momento, por el grupo de expertos. En la figura 58 y en la figura 59 se presentan los datos de velocidad de propagación de grietas en la zona afectada por el calor de la soldadura en la aleación 690 y los resultados obtenidos para la velocidad de propagación de grietas en el metal de soldadura, en ambos casos corregidos a 325 °C.

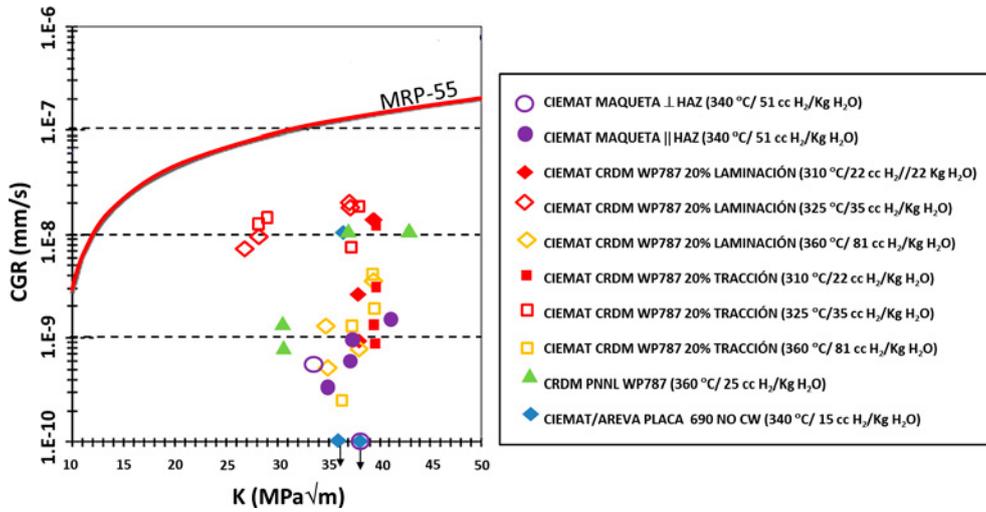


Figura 58. Valores de velocidad de propagación de grietas en la zona afectada por el calor de la soldadura en probetas fabricadas a partir de una maqueta de penetración de tapa de la vasija corregidos a 325 °C.

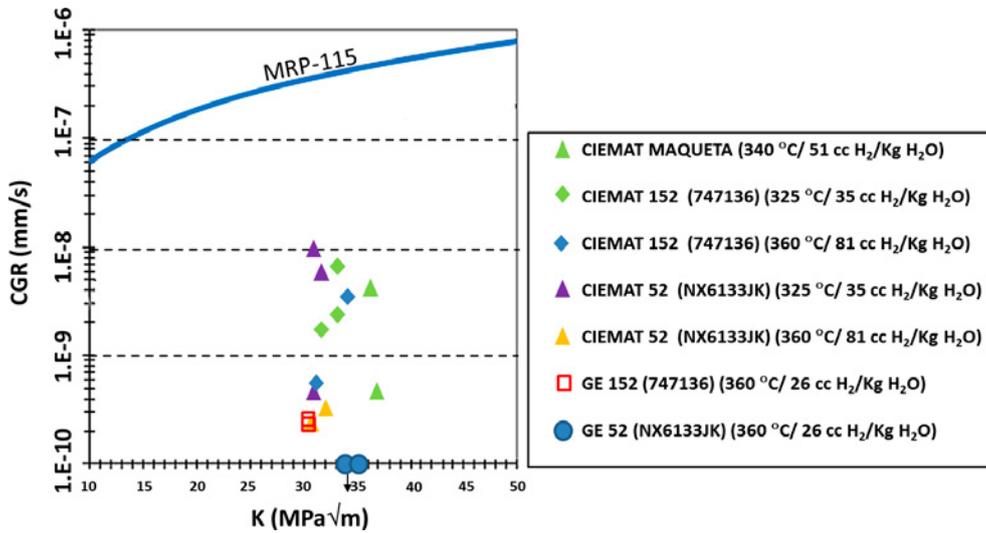


Figura 59. Valores de velocidad de propagación de grietas obtenidos en la soldadura de una maqueta de penetración de tapa de la vasija. Estos valores se comparan con valores obtenidos por el CIEMAT y otros laboratorios en metales de soldadura 52 y 152. Todos estos valores están corregidos a 325 °C.

IX. Conclusiones

En el marco de este proyecto se ha fabricado una maqueta de penetración de la tapa de la vasija de los reactores tipo PWR siguiendo los procedimientos habituales para la fabricación de los componentes reales.

Se han caracterizado las zonas de interés de la maqueta, es decir, la interfase entre el tubo de la aleación 690 con la soldadura de 52/152 a la tapa de la vasija. Se han determinado la distribución de deformación plástica retenida o deformación residual generada por el proceso de soldadura, desde el material base al centro de la soldadura. Los valores encontrados, expresados como deformación residual equivalente, han sido del 11% en la zona afectada por el calor de la soldadura, ligeramente menor en la línea de fusión y 8% en el metal de soldadura, frente al 5% en el tubo de la aleación 690 en una zona próxima a su diámetro interior.

La fabricación de probetas CT para la determinación de la velocidad de propagación de grietas en la zona afectada por el calor se ha resuelto adecuadamente, dada la dificultad de identificar con precisión dicha zona, debido a las ondulaciones de la interfase con el metal de soldadura.

La trayectoria seguida por las grietas en su propagación en agua a alta temperatura, simulando las condiciones de operación del circuito primario de un reactor tipo PWR, se considera representativa de la posible trayectoria de una grieta iniciada en el diámetro interior del tubo de aleación 690 de una penetración de la tapa de la vasija.

Los valores de velocidad de propagación de grietas en la zona afectada por el calor de la soldadura de la aleación 690 son todos ellos inferiores a 3×10^{-9} mm/s, valor a su vez inferior al valor aceptado, 5×10^{-9} mm/s, como de relevancia para la integridad de un componente real en una planta en operación.

Los valores de velocidad de propagación de grietas obtenidas para los metales de soldadura 52/152, 0.76×10^{-9} mm/s y 6.73×10^{-9} mm/s, presentan una cierta variabilidad debida a la heterogeneidad inherente a las soldaduras. No obstante ambos valores son bajos y encajan bien con la base de datos disponible.

Los resultados de velocidad de crecimiento de grietas obtenidos en este proyecto confirman la alta resistencia a corrosión bajo tensión de la aleación 690 y de sus metales de soldadura 52/152 así como que no cabe esperar una mayor susceptibilidad en la zona afectada por el calor que en el metal base.

X. Referencias

1. H. Coriou, L. Grall, Y. le Gall, S. Vettier, "Stress corrosion cracking of Inconel in high temperature water", *3th Colloquium of Metallurgy*, Saclay, 1960, p.161.
2. H. R. Copson, S.W. Dean, "Effect of contaminants on resistance to stress corrosion cracking on Ni-Cr alloys in pressurised water reactors", *Corrosion* 2 (1965)1-8.
3. H. Coriou, L. Grall, C. Mahieu, M. Pelas, "Sensitivity to stress corrosion and intergranular attack of high-nickel austenitic alloys", *Corrosion* 22(1966) 280-287.
4. D.van Rooyen, "Review of the SCC of Inconel 600", *Corrosion* 31 (1975) 327-337.
5. P. Berger, "Corrosion in pressurized water reactors", *Corrosion in the nuclear industry*, EFC 1, 1989, edited by The Institute of Metals.
6. EPRI NP-7094, "Literature survey of cracking of Alloy 600 penetrations in PWR", 1990.
7. D. Buisine, F. Cattan, J. Champredonde, C. Pichon, C. Benhamou *et al.* "Stress corrosion cracking in the vessel closure head penetration of French PWR's", 6th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors, 1993.
8. J. Economy, A. Assice, F. Cattan, J.Salin, M.Stindel "Controles et expertise metallurgiques de traverses de couvercle de cuve", FONTEVRAUD III, 1994.
9. D. Gómez-Briceño, J. Lapeña, F. Blázquez, "Crack growth rates in vessel head penetrations materials ", FONTEVRAUD 1994.
10. B. Grimmel, W.H. Cullen, "U.S.Plant experience with alloy 600 cracking and boric acid corrosion of light –water reactor pressure vessel materials", NUREG 1823, 2005.
11. EA-03-009, "Order Stablising Interim Inspection Requirements for Reactor Pressure Vessel Head at Pressurized Water Reactors", February 2003.
12. Issuance of First Revised NRC Order EA-03-009 Stablising Interim Inspection Requirements for Reactor Pressure Vessel Head at Pressurized Water Reactors", February 2004.
13. MRP-111, "Resistance to Primary Water Stress Corrosion Cracking of alloy 690, 52 and 152 in Pressurized Water Reactors", EPRI, Palo Alto, CA:2004, 1009801.
14. D. Gomez Briceño, M. Serrano, "Comportamiento frente a PWSCC de la aleación 690TT en reactores tipo PWR(primera fase)", Informe CIEMAT DT/ME-IE/ 26-05, Noviembre 2005.
15. MRP-283. "Crack Growth Rate Studies in Weld Heat-Affected Zones of Alloy 600 and 690 Materials", EPRI, Palo Alto, CA: 2010. 1021019.
16. MRP- 258, "Resistance to Primary Water Stress Corrosion Cracking and Current Operating Experience with Alloy 690 in Pressurized Water Reactors", EPRI, Palo Alto, CA:2009, 1019086.
17. D.J. Paraventi, W.C. Moshier, "Alloy 690 SCC growth Rate testing" *Proc. Workshop on Cold Work in iron and Nickel-base Alloys* , Toronto EPRI June 2007.

18. MRP 258-rev 2, “*Resistance of Alloy 690, 152 and 52 to Primary Water Stress Corrosion Cracking: Summary of Findings between 2008 and 2012 from Completed and Ongoing Test Program*”, EPRI, Palo Alto, CA:2013, 3002000190.
19. M. Morra et al, “*Characterization of Structures and Strains in 52 –type and 152 welds*”, EPRI MRP PWSCC Expert Panel meeting, Tampa, 2011.
20. M.B. Toloczko, N.R. Overman, M.J. Olszta and S. M. Bruemmer, “*Pacific Northwest National laboratory Investigations of Stress Corrosion Cracking in Nickel-base alloys: Stress Corrosion Cracking of Cold Worked Alloy 690*”, NUREG/CR-7103, Vol.3 2016.
21. P.L. Andresen, M.M. Morra, K. Ahluwalia, “*Effect of Deformation Temperature, Orientation and Carbides on SCC of alloy 690*”, 16th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems- Water Reactors, 2013.
22. MRP- 416, “*Overview and Perspective on Stress Corrosion Cracking of Alloy 690 and Alloy 152/52 Weld Metals*”, EPRI, Palo Alto, CA:2017, 3002009966.
23. ASTM E399-17, “*Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials*”.
24. ASTM E1820-18, “*Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*”.
25. ASTM E 1681-03(2013), “*Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials*”.
26. EPRI document 30020000505, “*Pressurized Water reactor Primary Water Chemistry Guidelines, rev. 7*”, April 2014.
27. D.S. Morton, S.A. Attanasio, G.A. Young, “*Primary Water SCC Understanding and Characterization Through Fundamental Testing in the Vicinity of the Nickel/Nickel oxide Phase Transition*”, 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors, 2001
28. MRP-340, “*Primary Water Stress Corrosion Cracking of Cold-Worked Alloy 690 Control Rod Drive Mechanism Tube Material and Weld Metals Alloy 52 and 152 (MRP-340)*”, Octubre 2012 EPRI, Palo Alto, CA: 2012, 1025150.
29. K.M. Tarnowski, K.M. Nikbin, D.W. Dean, C.M. Davies. “*A Unified Potential Drop Calibration Function for Common Crack Growth Specimens*”, Experimental Mechanics (2018) 58:1003–1013. <https://doi.org/10.1007/s11340-018-0398-z>.
30. M. Morra, M. Othon, E. Willis S. McCracken. “*Characterization of Structures and Strains in 52-type and 152 Welds*”. MRP Alloy 690/152/52 Research Collaboration Meeting, Tampa, FL, November 2011.
31. ASTM E112-13, “*Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*”.
32. A. Sáez-Maderuelo. “*Estimación de la deformación plástica mediante EBSD en la soldadura de una tubería procedente de la central térmica de ELCOGAS*”. Informe Ciemat DT/ME-8/II-13. 2013.

33. R. Shen, P. Efsing “*Understanding EBSD-Based Plastic Strain Estimation*”. EPRI Alloy 690/152/52 Primary Water Stress Corrosion Cracking Research Collaboration Meeting, 2016, Tampa, FL, USA.
34. MRP-55 Rev.1, “*Crack Growth Rates for Evaluating Primary Water Stress Corrosion Cracking (PWSCC) of Thick-Wall Alloy 600 Materials*”, EPRI, Palo Alto, CA:2002.1006695.
35. W. Bamford, S. Fyfe, R. Pathania y P. Crooker, “*Applicability of Alloy 690/52/152 Crack Growth testing Conditions to Plant Components*”, 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-water Reactors”, 2017.
36. T. Yonezawa, “*Residual Strain and Dilution Zone of CRDM Tube J-Weld Mock Up*”, EPRI Alloy 690/52/152 PWSCC Research Collaboration Meeting,-TAMPA 2015.
37. M. M. Morra, J. Grande, and M. Othon. “*MRP-245 Quantification of grain size and banding in differently Thermo-Mechanical-Processed (TMP) heats of alloy 690 using image analysis*”. Alloy 690 Experts Panel Meeting, Tampa 2009.
38. P.L. Andresen, M. M. Morra, K. Ahluwalia, “*SCC of alloy 690 and its Weld metals*”, CORROSION 2012, paper C2012-0001187, NACE International. 2012.
39. G. Oberson, M. Audrain, J. Collins, E. Reichelt, “*NRC Perspectives on Primary Water Stress Corrosion Cracking of High-chromium, Nickel-Based Alloys*”, 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-water Reactors”, 2017.
40. P.L. Andresen, “*SCC Growth Rates of Alloy 152/52/52i Welds*”. EPRI Alloy 690/52/152 PWSCC Research Collaboration Meeting, Tampa 2012.
41. MRP-115. “*Crack Growth Rate for Evaluating Primary Water Stress Corrosion Cracking (PWSCC) of Alloy 82/182 and 132 welds*”. EPRI, Palo Alto, CA:2004, 1006696.
42. D. Gómez Briceño, J. Lapeña, M. S. García, F. J. Perosanz, G. de Diego, “*Primary Water Stress Corrosion Cracking of Cold-Worked Alloy 690 Control Rod Drive Mechanism Tube Material and Weld Metals Alloy 52 and 152*”. (MRP-340). EPRI, Palo Alto, CA: 2012. 1025150.
43. D. Gómez-Briceño, J. Lapeña, M. S. García, G. de Diego, F. Perosanz, L. Francia, K. Ahluwalia, “*PWSCC of Cold-Worked Alloy 690 CRDM Tube Material and Weld Metals Alloy 52 and 152*”. Alloy 690/152/52 Expert Panel Meeting, Tampa, FL. Nov. 27-30. 2012.
44. D. Gómez-Briceño, J. Lapeña, M. S. García, G. de Diego, F. Perosanz, L. Francia, K. Ahluwalia, “*CGR of CW Alloy 690 CRDM Tube*”, EPRI- Workshop 26 - 27 September 2012. CCNN Ascó.
45. D. Gómez-Briceño, J. Lapeña, M. S. García, G. de Diego, F. Perosanz, L. Francia, K. Ahluwalia, “*EPRI-UNESA-CIEMAT Project: CGR of CW Alloy 690 CRDM Tube*”, ICG-EAC Meeting. Quebec, Canada, 13-18 May 2012.

46. S.Bruegger “*SCC Crack Growth Rate Response for Alloy 152/52/52M Welds and Influence of Additional Strain*”, EPRI Alloy 690/52/152 PWSCC Research Collaboration Meeting, TAMPA 2016.
47. S.M. Bruegger, M.J. Olszta, N.R. Overman, M.B. Toloczko, “*Cold-Work Effects on stress Corrosion Crack Growth in alloy 690 Tubing and Plate Materials*”, 17th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-water Reactors”, 2015.

Proyecto para el estudio de la
Corrosión bajo tensión de la aleación 690 y sus metales de soldadura asociados

Colección Documentos I+D
28.2023