

EXPOZICE HETEROGENNÍCH SVAROVÝCH SPOJŮ PROSTŘEDÍ VODY SEKUNDÁRNÍHO OKRUHU

EXPOSURE OF DISSIMILAR METAL WELDS TO SECONDARY WATER ENVIRONMENT

Martin Vojna ^{a)}, Miroslava Ernestová ^{a)}, Dana Tonarová ^{a)}, Lubomír Junek ^{b)}, Jaroslav Bystrianský ^{c)}, Petr Haušild ^{d)}, Jan Siegl ^{d)} a Zdeněk Čančura ^{e)}

^{a)} ÚJV Řež, a. s.

^{b)} Ústav aplikované mechaniky Brno, s.r.o.

^{c)} Vysoká škola chemicko-technologická v Praze

^{d)} Katedra materiálů, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, ČVUT v Praze

^{e)} ČEZ, a. s.

Abstrakt

Tento příspěvek uvádí výsledek dlouhodobé expozice heterogenních svarových spojů (HSS) teplotním cyklům v prostředí sekundárního okruhu jaderné elektrárny (JE) typu VVER. Zkoušené vzorky HSS se skládaly z uhlíkové a austenitické korozivzdorné oceli. Část vzorků byla opatřena Ni ochrannou vrstvou. Část vzorků byla v přípravcích zatížena třibodovým ohybem pomocí speciálně vyrobených přípravků.

Abstract

This text presents results of long-term exposure of dissimilar metal welds (DMW) to heat cycles in VVER secondary water environment. Tested DMW were made of carbon and austenitic stainless steel. Some samples were covered by Ni protective layer. Some samples were under three-point bend load.

Úvod

HSS představují kritické místo každého zařízení. Jedním ze způsobů, jak zvýšit životnost HSS, je ochrana kořene svaru povrchovou úpravou.

Problematikou HSS, zejména stanovením příčiny poškození a způsobem ochrany kořene HSS, se zabývá expertní skupina složená ze zástupců organizací ČEZ, KMAT FJFI, ÚAM, ÚJV a VŠCHT.

Cílem prezentovaného experimentálního programu je ověřit, jak HSS odolá teplotním cyklům v prostředí vody vysokých parametrů při různých způsobech ochrany kořene. Příspěvek se zaměřuje na vzorky pokryté niklovou ochrannou vrstvou a srovnání se vzorkem bez vrstvy.

Experiment

Materiál

Pro testování vzorků byly zvoleny dva stavy: stav A – pouze expozice vzorku v prostředí, stav B – zatížený vzorek třibodovým ohybem a expozice v prostředí. Celkem byly hodnoceny 4 nezatížené vzorky (stav A) a 2 zatížené vzorky (stav B). V příspěvku je uvedeno hodnocení jednoho vzorku stavu A s Ni ochrannou vrstvou a 2 vzorků stavu B.

Testované HSS jsou z uhlíkové oceli (UO) a austenitické korozivzdorné oceli (AKO) spojených svarem z austenitického svarového kovu (SK). Výroba vzorků byla provedena výřezem z dostupných trubkových polotovarů s HSS. Jeden typ vzorků byl z vnitřní strany trubky galvanicky poniklován. Konečné rozměry zatížených vzorků jsou 48x10x6 mm dle [1]. Na výšku 6 mm byly obrobena z vnější strany trubky (od koruny svaru). Rozměry nezatížených vzorků jsou dány zbývajícím materiálem po výřezu zatížených vzorků. Řezné hrany vzorků byly potřeny koncentrovanou kyselinou dusičnou, opláchnuty a vysušeny.

Parametry

Teplotní cykly probíhaly v rozmezí teplot 70–300 °C. Délka jednoho cyklu byla cca 17 h s rychlostí ohřevu 44 K/h a rychlostí chladnutí 21 K/h. Dohromady proběhlo celkem 100 cyklů rozdělených do tří fází 1–20, 21–40 a 41–100 cyklů. Před začátkem každé fáze bylo vyměněno médium a zvýšeno napětí na vzorcích stavu B.

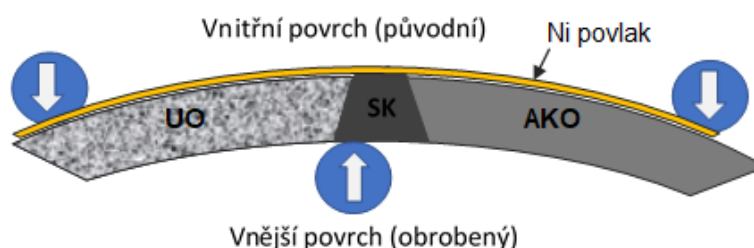
Prostředí

Pro experiment byl použit statický, neprůtočný autokláv 3-AV-05 (ARPO a.s. Praha, vč. 407833) o vnitřním objemu 4,5 l, max. teplota 320 °C, max. tlak 15 MPa. Během testu byly zaznamenávány teplota a tlak v autoklávu.

Byla použita simulovaná odluhová voda parogenerátoru JE typu VVER 440 (vodivost <math><20 \mu\text{S}/\text{cm}</math>) se zvýšeným obsahem kyslíku (0,2–0,3 ppm) na počátku testu a při zahájení každé další etapy testu; koncentrace chloridů $\text{NH}_4\text{Cl} = 3 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$, pH 8–9.

Zatížení vzorků

Zatěžování vzorků tříbodovým ohybem bylo provedeno zatížením vzorku v přípravku před expozicí podle [2] (obr. 1). Velikost napětí byla na základě doporučení VŠCHT zvolena mírně nad mezí kluzu UO. Aplikované napětí v každé fázi testu je v tab. 1.



Obr. 1: Schéma zatížení vzorků stavu B

Tab. 1: Aplikace zatížení vzorků stavu B

Etapa experimentu	Teplotní cykly	Aplikované napětí σ [MPa]
1.	1. až 20. cyklus	≈ 140
2.	21. až 40. cyklus	≈ 155
3.	41. až 100. cyklus	≈ 170

Metodika hodnocení

Základní obrazová dokumentace byla pořízena fotoaparátem Nikon D5300.

Metalografický výbrus strany HSS byl připraven standardním způsobem, tj. mechanickým broušením na metalografických papírech o zrnitosti 500–2400 a leštěním pomocí diamantové pasty (zrnitost D 3 a D 1) a koloidní siliky (OPS Struers).

Struktura materiálu UO byla vyvolána chemicky v 2% Nitalu, struktura SK a AKO byla vyvolána elektrolyticky v 10% kyselině šřavelové.

Hodnocení mikrostruktury bylo realizováno pomocí světelného mikroskopu (SM) Nikon Eclipse MA200 s využitím obrazové analýzy v programu NIS – Elements AR 5.11.

Obrazová dokumentace v sekundárních (SE) a zpětně odražených elektronech (BSE) byla pořízena na rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) VEGA TS 5130 XM (Tescan Brno a.s.). Semikvantitativní analýzy byly provedeny na analyzátoru INCA Energy 350 (polovodičový křemíkem driftovaný detektor (SDD) X-Max 80 mm², chlazený Peltierovými články) fy. Oxford Instruments, připojený na SEM s řídicím softwarem AZtec verze 3.1. Použitá energie primárních elektronů byla 20 keV.

Výsledky

Hodnocení galvanicky pokovených vzorků s niklovou vrstvou bylo zaměřeno na přilnavost vrstvy v průběhu experimentu, a to zejména na rozhraní UO-SK. Hodnocení vzorků bez niklové vrstvy bylo zaměřeno na dokumentaci stavu HSS (rozhraní UO-SK a kořen SK) po expozici.

Galvanicky pokovené vzorky měly v původním stavu Ni vrstvu již částečně oddělenou z austenitické strany. Míra oddělení niklové vrstvy se mezi vzorky lišila, nicméně delaminace končila na úrovni austenitické oceli před SK. Niklová vrstva tedy stále chránila SK i UO.

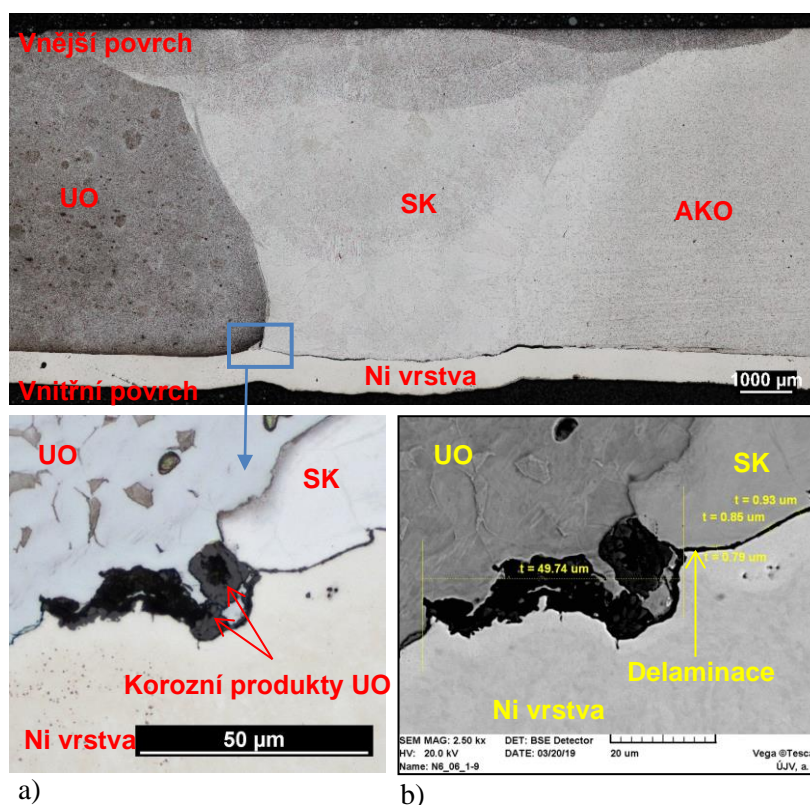
Na nezátíženém vzorku nebylo po expozici na vnitřní straně patrné poškození v porovnání s výchozím stavem.

Vzorek s Ni vrstvou, zatížený

U zatíženého vzorku s Ni vrstvou došlo po 100 teplotních cyklech ze strany 1 (obr. 2) vzorku k šíření delaminace podél SK až k rozhraní UO-SK. Na straně 2 vzorku také došlo k šíření delaminace, ale v tomto případě se zastavila ještě před SK.



Obr. 2: Popis částí vzorků z vnitřní strany trubky



Obr. 3: Detail rozhraní UO-SK-Ni, vzorek s Ni vrstvou, zatížený, po 100 teplotních cyklech.

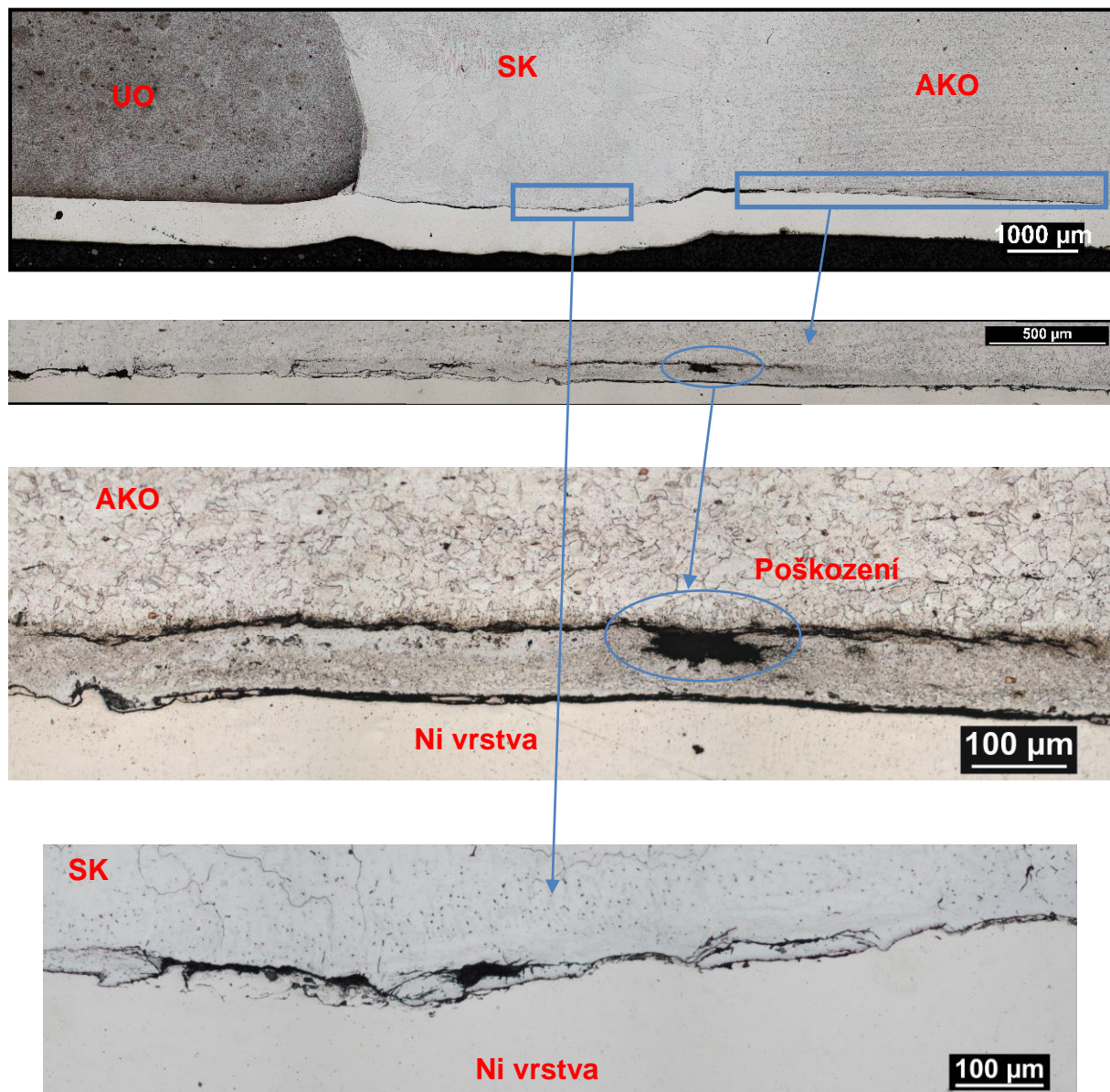
a) SM, zvětšení 500x, b) SEM BSE

Na snímcích ze SM bylo zřetelné, že delaminace na straně 1 se šířila až do blízkosti rozhraní UO-SK. Na detailních snímcích jsou rozeznatelné korozní produkty na rozhraní UO-SK (obr. 3a). To znamená, že během experimentu se zkušební médium dostalo pod Ni vrstvu na

základní materiál, kde došlo k anodickému rozpouštění UO. Toto bylo ověřeno také SEM (obr. 3b).

Ve SK a AKO jsou v blízkosti Ni vrstvy poškození typu dutin (obr. 4). V dutině SK se nachází porézní agregát korozních produktů.

U rozhraní AKO a niklu je zřetelná oblast s deformovanou strukturou (obr. 4). Tato oblast proměnné tloušťky cca 100 μm vznikla poblíž rozhraní SK-AKO a vyskytuje se podél rozhraní AKO-Ni. Deformovaná/nedeformovaná oblast se liší velikostí zrna, v deformované oblasti jsou patrna lokální poškození kopírující hranice zrn.



Obr. 4: Poškození SK a AKO zatíženého vzorku s Ni vrstvou, leptáno, zvětšení 50x, 50x, 200x, 200x

Vzhledem k tomu, že tato poškození typu dutin ve SK, stejně jako poškození typu dutin a deformovaná oblast v AKO podél rozhraní AKO-Ni, nejsou zřetelná na snímcích materiálu před expozicí, je pravděpodobné, že tato poškození vznikla působením napětí a prostředí během experimentu a byla proto pozorovatelná až po ukončení 100 teplotních cyklů.

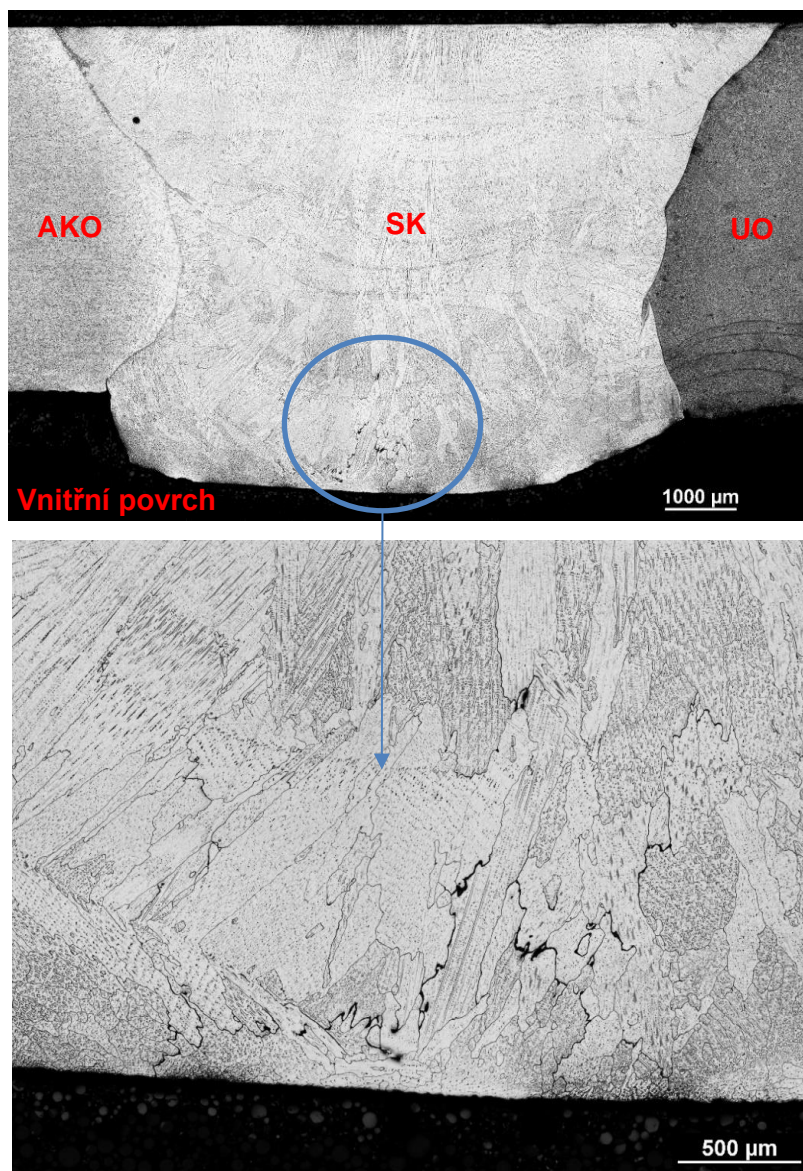
Vzorek bez niklové vrstvy, zatížený

Hodnocení pomocí SM a SEM vzorku bez Ni vrstvy bylo zaměřeno na vady u rozhraní ZM-SK a ve SK.

Porovnáním stavu vzorku před a po expozici je patrné, že na rozhraní UO-SK se vyskytovaly defekty již před expozicí v autoklávu.

Dokumentace vzorku po expozici v autoklávu pomocí SM byla provedena v 5 řezech. Pro srovnání byly hodnoceny dva řezy na vzorku, který nebyl exponován v autoklávu.

Ve SK vzorku po expozici se na většině hodnocených řezů v kořeni SK vyskytovaly vady typu shluk trhlin (obr. 5).



Obr. 5: Shluk trhlin v kořeni SK, zatížený vzorek bez Ni vrstvy, leptáno

Trhliny ve SK byly pokryty tmavě zbarvenými úsadami a byly propojeny s vnitřním povrchem. Po naleptání SK je patrné, že se trhliny šířily interkrystalicky po hranicích zrn SK nebo lokálně po hranicích dendritů. Na vzorku po expozici byla na vnitřním povrchu SK patrná iniciační místa trhlin v kořeni SK.

Vzhledem k tomu, že v kořeni SK neexponovaného vzorku se nevyskytovaly žádné trhliny, trhliny v kořeni SK exponovaného + zatíženého vzorku pravděpodobně vznikly během expozice v autoklávu mechanismem SCC (koroze pod napětím).

Závěr

Vzorky HSS byly hodnoceny po expoziční a expoziční + zatěžovací zkoušce v simulované odluhové vodě parogenerátoru JE typu VVER 440 po 100 teplotních cyklech (70-300 °C).

Na vzorku exponovaném bez zatížení nebylo zřetelné žádné poškození (např. trhliny, nebo dutiny).

Na zatíženém vzorku s Ni vrstvou, kde již ve výchozím stavu vrstva vykazovala nepřilnutí k AKO, došlo po 100 teplotních cyklech k šíření delaminace z austenitické strany až na kritické rozhraní UO-SK (výskyt produktů koroze uhlíkové oceli). U nezatíženého vzorku šíření delaminace nebylo pozorováno.

Porušení soudržnosti Ni vrstvy a povrchu AKO bylo patrné již před expoziční + zatěžovací zkouškou. Tato zkouška prokázala jeho další šíření, přičemž příčinu vzniku delaminace nebylo možné objasnit.

Dále bylo na zatíženém vzorku s Ni vrstvou pozorováno (1) poškození typu dutin ve SK, (2) oblast s deformovanou strukturou AKO podél rozhraní AKO-Ni a poškození typu dutin v AKO.

Na zatíženém vzorku bez Ni vrstvy došlo během expozice ke vzniku interkrystalických trhlin v kořeni SK. Tyto trhliny pravděpodobně vznikly během expozice v autoklávu mechanismem SCC (koroze pod napětím), neboť nebyly nalezeny na neexponovaných vzorcích ze stejného HSS.

Vzhledem k tomu, že tyto trhliny nejsou zřetelné na snímcích ve zprávě [3] zabývající se zcela stejným materiálem před expoziční + zatěžovací zkouškou, je pravděpodobné, že trhliny vznikly působením napětí během experimentu.

Závěrem lze konstatovat, že nedokonale přilnutá niklová vrstva k HSS může vést s provozem k šíření delaminace a je tedy nevyhovující z pohledu ochrany rozhraní UO-SK před provozním médiem. Galvanické niklování provedené na korektním povrchu (Ni vrstva zcela přiléhá k povrchu před provozem) je dostačující pro ochranu kořene HSS [4].

Literatura

- [1] ÚNMZ (2010): *ČSN EN ISO 5173 Destruktivní zkoušky svarů kovových materiálů – Zkoušky ohybem*. ÚNMZ, Praha. ICS 25.160.40.
- [2] ASM (2003): *ASM Handbook Volume 13A: Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. ASM International, Materials Park, Ohio. ISBN 978-0-87170-705-5
- [3] Tonarová, D., Ernestová, M., Tomek, L. (2019): *Hodnocení heterogenního svarového spoje s niklovou vrstvou na vnitřním povrchu*. Technická zpráva, DITI 2302/587 Rev.1, ÚJV Řež, a. s., Husinec-Řež.
- [4] Ernestová, M., Tonarová, D., Tomek, L. (2019): *Experimentální program na hodnocení niklování*. Technická zpráva, DITI 2302/614 Rev. 0, ÚJV Řež, a. s., Husinec-Řež.