Vývoj autoklávu pro zkoušení materiálů v prostředí těžkých tekutých kovů

Development of autoclave for testing materials in the environment of heavy liquid metals

Chocholoušek M., Fulín Z., Janoušek J.
Centrum výzkumu Řež, s.r.o.
E-mail: michal.chocholousek@cvrez.cz

V rámci projektu SUSSEN rozšiřuje společnost CVŘ oblast výzkumu na prostředí těžkých tekutých kovů se zaměřením korozního vlivu média na mechanické vlastnosti materiálů. Součástí je vývoj korozních autoklávů pro zkoušení tahových a únavových vlastností a také vlastností v oblasti tečení. Zkušební cela je určena pro zkoušky do teplot 600 °C s regulací obsahu kyslíku v médiu (olovo, eutektikum olovo-bismut). Pro zabezpečení těsnosti a umožnění regulace obsahu kyslíku je v systému udržována ochranná atmosféra argonu s provozním přetlakem do 2 bar. Systém je řešen jako dvoukomorové provedení, kde jedna komora slouží k přípravě korozního média a druhá komora je určena pro materiálové zkoušky. Tavicí komora je řešena jako mobilní cela, kterou je možno připojit na další zkušební cely a provést přečerpání média. Zkušební cely jsou umístěny v pracovním prostoru zkušebních strojů a dimenzovány na maximální tahové zatížení 10 kN. Jsou vybaveny adaptéry pro uchycení tyčových vzorků bez závitových hlav a malých CT-vzorků. Navazující činnost bude zaměřena na vývoj měření deformace v tekutých těžkých kovech.

As a part of the SUSSEN project, CVŘ expands its research to the area of heavy liquid metals, focusing on the corrosion impact of the medium on mechanical properties of materials. In that respect, corrosion autoclaves are being developed to test tensile, fatigue and creep properties. The testing chamber was designed for experiments below 600°C with regulated content of oxygen in the medium (lead, lead-bismuth eutectic system). To ensure tightness and enable regulation of the oxygen content, argon protective atmosphere is kept in the system with a working overpressure up to 2 bars. The system consists of two chambers, with one of the chambers used for preparation of the corrosion medium and the other one for material testing. The melting chamber is constructed as a mobile chamber, which can be connected to other testing chambers where the melting medium can be pumped over. Testing cells are placed within the testing appliances and constructed with a maximum tensile stress of 10 kN. They are equipped with lugs for fitting screw-head-free bar specimens and small CT-specimens. The follow-up will be focused on the development of deformation measurement in heavy liquid metals.

ÚVOD

V rámci projektu Udržitelná energetika (SUSEN) rozvíjí společnost Centrum výzkumu Řež s.r.o. (CVŘ) oblast zkušebnictví v prostředí těžkých tekutých kovů. Snahou je podpořit vývoj rychlých reaktorů chlazených olovem (LFR – Lead Fast Reactor), jakožto variantu chladiva pro primární okruh reaktorů IV. generace. Tento článek má za cíl přiblížit problematiku vývoje experimentálního zařízení pro zkoušky ve zmíněném prostředí.

Přestože se CVŘ zabývá zkouškami i na ozářených vzorcích, nové zařízení je určeno pro neaktivní materiály. Výzkum bude zaměřen na vlastnosti kovů a slitin při teplotách do 600 °C a tomu odpovídají i požadavky na konstrukci zkušebních autoklávů. Materiály při těchto teplotách mohou být zkoumány jak z hlediska vlastností

v oblasti tečení [1], tak z hlediska korozních účinků média [2-4], kterým v tomto případě může být olovo (Pb) nebo eutektikum olovo-bismut (PBE). Zkoumání těchto vlivů je důležité především pro životnost tenkostěnných komponent reaktoru, jako jsou např. pláště palivových tyčí nebo potrubí tepelných výměníků [5].

Korozní účinky média pod 450 °C jsou velmi malé, ale provoz při takové teplotě je tepelně neefektivní. Provoz při nízkých teplotách je proto ekonomicky nevýhodný [5]. Při vysokých teplotách dochází k tvorbě oxidů olova, které při velkém množství snižují možnosti přenosu tepla. Naopak při příliš nízké koncentraci kyslíku v médiu dochází k rozpouštění materiálu nebo k uvolňování legur. Pro provoz LFR reaktoru je tedy jednou z klíčových problematik řízení obsahu kyslíku v chladicím médiu a to tak, aby vrstva oxidů byla optimální, tzn., nebránila tepelným přenosům a zároveň

chránila materiál před korozními účinky média. Pro provádění experimentů je ideální vybavit zkušební celu kromě systému regulace teploty také systémem řízení obsahu kyslíku, aby experiment v největší míře odpovídal plánovaným reálným podmínkám v reaktoru.

Systémy regulace plynů a teploty

Regulace teploty z hlediska složitosti představuje méně obtížnou problematiku. Protože korozní médium je průběžně probubláváno plynem a tím promícháváno, je měřena teplota tekutiny a nikoli samotného vzorku. Termočlánek je v blízkosti zkušební tělesa v kontaktu s uzavřenou jímkou, aby bylo zabráněno jak poškození samotného termočlánku, tak úniku média a plynů vlivem netěsností. V souladu se standardy pro zkoušky v kapalném prostředí a s ohledem na velikost zkušebních těles lze ustálenou teplotu média a vzorku po několika minutách považovat za totožnou.

Teplotní regulace má vliv nejen na temperování během zkoušky, ale hraje svoji roli i před vpuštěním a po vypuštění média z pracovního prostoru. Pomalé ohřívání a ochlazování komory je nezbytné pro životnost oxymetru. Skelet oxymetru tvoří trubička vyrobená z yttriem částečně stabilizované zirkonové keramiky, která je vysoce citlivá na prudké teplotní změny, kdy dochází k jejímu poškození. Výstupní signál z tohoto elektrochemického článku, dále tvořeného molybdenovým drátem a práškovými směsmi bismutu a jeho oxidů, je základem pro stanovení obsahu kyslíku v médiu a klíčovou informací pro jeho regulaci.

Médium je proti nežádoucímu přísunu kyslíku chráněno atmosférou argonu s pracovním tlakem od 1 do 2 bar. Argon také slouží k probublávání média, aby došlo k jeho promíchání a vlastnosti byly rovnoměrné v celém autoklávu. Vysoký obsah kyslíku (desítky ppm), který je v médiu přítomen ve formě oxidů olova, je snižován přidáním směsi argon+vodík. Případný nedostatek kyslíku je řešen prostřednictvím třetího plynu, kterým je směs argon+kyslík. Přísun každého z plynů do zkušební cely je elektronicky regulován kombinací hmotnostního průtokoměru a ventilu. Pro efektivní regulační systém je vhodné znát obsah kyslíku v dodávaném plynu. Možností je spoléhat na čistotu a obsahy uváděné dodavateli plynů, ale v případě průsaků způsobených případnými netěsnostmi systému rozvodu plynů by tato informace nemusela být spolehlivá. Proto je systém regulace plynů ještě doplněn dalším detektorem se sondou pro měření obsahu kyslíku ve směsi dodávané do cely.

Poslední ale neméně důležitou součástí systému plynů je řízený únik plynů ze zkušební autoklávu. Součástí odvodu plynu je pojistný ventil nastavený na maximální uvažovaný provozní tlak a k němu je předřazena kolona se sorbentem. Kolonu v tomto případě tvoří kovová nádoba s kovovým filtrem o zrnitosti 10 mikronů na vstupu i výstupu. Odvod je napojen do che-

mického odtahu v místnosti, aby byla minimalizována možnost výskytu jedovatých olověných par v místnosti.

Zkušební autokláv

První řešenou otázkou před konstrukcí samotného autoklávu byla volba vhodného materiálu. Vliv korozních účinků byl nejvíce popsán u oceli 316L a T91 [5]. Snahou proto bylo vybrat materiál ekvivalentní oceli 316L, jehož charakteristika pevnosti a v oblasti tečení by vyhovovala konstrukčním požadavkům a maximální uvažované provozní teplotě 600 °C. Pro výrobu torsa samotného autoklávu byla zvolena chrom niklová austenitická stabilizovaná nerezová ocel 1.4541.

Příprava korozního média (Pb, PBE) se provádí postupným tavením kupónů materiálu odpovídajících rozměrů. Tavení je spojeno s uvolňováním nečistot a jejich usazování na hladině. Pro omezení přítomnosti nečistot v autoklávu během zkoušky je zkušební systém řešen jako dvoukomorový, kde první cela slouží k tavení média, které je následně přečerpáno do druhé, zkušební cely. První cela, tzv. tavící komora, je od zkušební cely oddělitelná a mobilní, aby mohla být postupně použita k naplnění více zkušebních autoklávů.

Objem tavící komory je přibližně o 30 % větší než objem zkušební autoklávu, který se pohybuje kolem jednoho litru. To zaručuje dostatečný objem pro naplnění zkušební komory médiem. Stejně jako zkušební cely je i tavící komora vybavena systémem pro regulaci ohřevu a regulaci plynů, který slouží k hrubé přípravě média pro zkušební celu.

Přepouštění tekutého kovu může být samo o sobě problematické, pokud se v systému přepouštění vyskytnou studená místa, kde by mohlo dojít k zatuhnutí a ucpání. Systém přepouštění je tedy vybaven ohřevem do teploty 350 °C, což zatuhnutí zabrání. K přepouštění bude kromě vlivu gravitace využito i přetlaku ochranného plynu v tavící komoře.

Obr. 1. Model zkušební cely; zkušební rám je tvořen masivní podkovou přivařenou k víku nádoby

Fig. 1. Testing cell model; U-shape testing load frame welded to the cell's upper cover

Pro jakékoliv uzávěry, které přijdou do kontaktu z tekutým médiem, byla obecně snaha vyhnout se závitovým spojům, protože takový systém by se po ochlazení mohl stát nerozebíratelným. Problematika rozebírání spojů figuruje i při řešení systémů uchycení zkušebních vzorků. Přestože cílem je zkoušení malých vzorků a uvažované maximální zatížení konstrukce nepřesáhne 10 kN, není vhodné používání závitových spojů a obecně jakékoli rozebírání spojů je komplikované. Stávající řešení, kde pevný pracovní rám je připevněn k víku autoklávu, výhodně umísťuje systém uchycení přípravků nad dno nádoby a tím nad potenciální hladinu zbytků média po vypuštění (Obr. 1). Zároveň toto řešení umožňuje vyjmutí celého systému uchycení vzorků mimo úzký prostor autoklávu. Pohyblivá část pro uchycení a zkoušení vzorků je k víku připevněna vlnovcem (Obr. 2), který umožňuje cyklování a zároveň zaručuje dostatečnou plynutěnost během experimentů trvajících až stovky hodin.

Obr. 2. Zkušební autokláv před instalací topného systému
Fig. 2. Testing autoclave before instalation of heating system

Současný stav

V současné době je zařízení uváděno do provozu a připravováno na plánovaný zkušební program (Obr. 3). Autoklávy pro zkoušení materiálů v prostředí těžkých tekutých kovů jsou umístěny v Plzni v laboratoři programu *Material* a jsou provozovány na zkušebních strojích s pomalou rychlostí deformace (minimální dosažitelná rychlost zařízení je 0,001 mm/h) vhodných pro zkoušky tečení, zkoušky při pomalé rychlosti deformace a cyklické zatěžování při nízkých frekvencích. Maximální zatížení v tahu je u autoklávů 10 kN a maximální teplota média je 600 °C. Zkušební vzorky jsou válcové tyčky o průměru max. 4 mm a CT vzorky tloušťky 0,5 in a menší.

Součástí systému pro korozní zkoušení je tavící komora, která je mobilní prostřednictvím pojízdného šasi a polohovatelná do výšky cca 1,5 metru. Další nedílnou součástí je systém rozvodu a regulace plynů a systém regulace teploty. Regulační systémy jsou přístupné přes elektronické rozhraní operátorovi.

Zkušební autoklávy jsou vybaveny vždy trojicí oxymetrů, hladinoměrem a termočlánkem. Oxymetry vyráběné přímo v laboratořích CVŘ jsou do autoklávů

Obr. 3. Umístění zkušebního autoklávu v pracovním prostoru stroje
Fig. 3. Position of the testing autoclave in the work space of the machine

Obr. 4. Víko autoklávu opatřeno závitovými vstupy pro příslušenství
Fig. 4. Upper cover equipped with threaded holes (accessory inputs)

usazovány pomocí závitových průchodů ve víku nádoby (Obr. 4). Zde nedochází k přímému kontaktu s médiem a nehrozí zanesení závitů. Jeden ze vstupních otvorů je opatřen pouze záslepkou pro případné použití extenzometru.

Nedostatkem stávajícího systému je absence snímače deformace, který by přímo na vzorku umožňoval přesné měření malých deformací (např. tečení či rozevírání trhliny CT vzorku). Tento nedostatek je zatím řešen přepočtem z posuvu příčnicku zkušebního stroje. Dalším cílem je proto vývoj extenzometrů pro měření v prostředí tekutého olova do teploty minimálně 600 °C.

Poděkování

Tato práce vznikla za podpory projektu SUSEN CZ.1.05/2.1.00/03.0108 realizovaného v rámci Evropského fondu pro regionální rozvoj (European Regional Development Fund) a také díky společnosti Škoda JS a.s., která se podílela na vývoji a která zařízení dle požadavků vyrobila.

LITERATURA

1. *Creep strength of chromium-containing conventional and ods steels in oxygen-controlled Pb at 650°C*, Proceedings of the 21st International Conference on Nuclear Engineering, Chengdu, China, 2013.
2. Yurechko, M.; Schroer, C.; Wedemeyer, O.; Skrypnik, A.; Konys, J. Creep-to-rupture of 9%Cr steel T91 in air and oxygen-controlled lead at 650 °C. *J. Nucl. Mater.* **2011**, *419* (2011), 320–328.
3. Di Gabriele, F.; Stefano, A.; Scaiola, C.; Arato, E.; Giuranno, D.; Novakovic, R.; Ricci, E. Corrosion behaviour of 12Cr-ODS steel in molten lead. *Nucl. Eng. Des.* **2014**, *280* (2014), 69–75.
4. Auger, T.; Hamouche, Y.; Medina-Almazan, L.; Gorse, D. Liquid metal embrittlement of T91 and 316L steels by heavy liquid metals: A fracture mechanics assessment. *J. Nucl. Mater.* **2008**, *377* (2008), 253–260.
5. Nuclear energy agency organisation for economic co-operation and development <http://www.oecd-neo.org/science/pubs/2015/7268-lead-bismuth-2015.pdf> (accessed 7. 10. 2015).