



Ricerca di Sistema elettrico

Report sulle prove di corrosione in piombo fluente mediante impianto LECOR

S. Bassini, L. Rapezzi, A. Antonelli

REPORT SULLE PROVE DI CORROSIONE IN PIOMBO FLUENTE MEDIANTE IMPIANTO LECOR

S. Bassini, L. Rapezzi, A. Antonelli (ENEA)

Settembre 2015

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2014

Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente

Progetto: Sviluppo competenze scientifiche nel campo della sicurezza nucleare e collaborazione ai programmi internazionali per il nucleare di IV Generazione

Linea: Collaborazione internazionale per il nucleare di IV Generazione

Obiettivo: Materiali e fabbricazioni

Responsabile del Progetto: Mariano Tarantino, ENEA

Titolo

REPORT SULLE PROVE DI CORROSIONE IN PIOMBO FLUENTE MEDIANTE IMPIANTO LECOR

Descrittori

Tipologia del documento: Rapporto Tecnico
Collocazione contrattuale: Accordo di programma ENEA-MSE su sicurezza nucleare e reattori di IV generazione
Argomenti trattati: Caratterizzazione dei Materiali
 Tecnologia dei Metalli Liquidi

Sommario

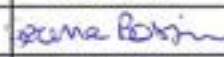
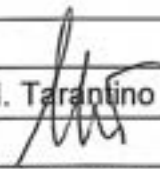
Il report descrive in maniera sintetica le operazioni di messa a punto dell'impianto LECOR e le attività preparatorie alla campagna sperimentale sulla corrosione in piombo fluente di materiali di interesse per i sistemi LFR. I materiali scelti per lo studio sono gli acciai austenitici 15-15Ti(Si) e 15Cr-25Ni (DS4) e i ricoprimenti di Al_2O_3 e TiN ottenuti con tecniche di deposizione PLD e PVD rispettivamente. Ultime le operazioni di messa a punto dell'impianto, i campioni di acciaio, con e senza ricoprimento, saranno esposti in piombo liquido fluente a 550°C e per diversi tempi di esposizione (1000, 4000 e 8000 ore). Nel presente report è presentata la matrice di prova relativa alle prime 1000 ore di esposizione.

Note

Autori: S. Bassini¹
Contributi: L. Rapezzi¹, A. Antonelli¹
 (1) ENEA

Copia n.

In carico a:

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	24/09/2015	NOME	S. Bassini	I. Di Piazza	M. Tarantino
			FIRMA			
REV.	DESCRIZIONE	DATA		REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 099	0	L	2	15

Sommario

Acronimi.....	3
1 Introduzione	4
2 Descrizione dell'impianto LECOR	5
3 Messa a punto dell'impianto.....	8
3.1 Modifiche all'impianto	8
3.2 Lavaggio del circuito.....	9
3.3 Riparazione del sensore di ossigeno.....	9
4 Campagna sperimentale	12
4.1 Materiali.....	12
4.2 Matrice di prova	13
5 Conclusioni	14
6 Bibliografia	15

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 – 099	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 3	di 15
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

Acronimi

ALFRED	Advanced Lead Fast Reactor European Demonstrator
CSM	Centro Sviluppo Materiali
DS4	Doppio Stabilizzato
ENEA	Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia e lo sviluppo economico sostenibile
EDS	Energy Dispersion Spectroscopy
EX	Economizzatore
FM	Flow-Meter
FV	Valvola di Regolazione
H	Riscaldatore
IFM	Inductive Flow-Meter
IIT	Istituto Italiano di Tecnologia
KIT	Karlsruhe Institute of Technology
LFR	Lead Fast Reactor
LECOR	LEad CORrosion (Impianto a Piombo Fluente)
MiSE	Ministero dello Sviluppo Economico
PLD	Pulsed Laser Deposition
PVD	Physical Vapor Deposition
PVL	Valvola di Intercettazione
P	Pompa
R	Refrigeratore o Scambiatore ad Aria
RACHELE	Reaction and Advanced CHEmistry for Lead (Lab. Chimica del Piombo)
S1	Serbatoio di Stoccaggio
S2	Vaso di Espansione
SEM	Scanning Electron Microscope
TS	Sezione di Prova
YSZ	Yttria Stabilized Zirconia

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 – 099	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 4	di 15
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

1 Introduzione

Uno dei problemi principali nello sviluppo dei sistemi LFR (*Lead Fast Reactor*) è la compatibilità delle strutture di acciaio con il piombo liquido. Gli acciai convenzionali (austenitici e ferritici/martensitici) posti a contatto con il metallo liquido sono sottoposti a fenomeni di degradazione dovuti sia alla dissoluzione nel piombo degli elementi chimici che li costituiscono (Ni e Cr in particolare) sia all'ossidazione [1].

La dissoluzione può essere minimizzata mediante l'impiego del cosiddetto "ossigeno attivo" nel metallo liquido. Esso consiste in una sufficiente concentrazione di ossigeno nel piombo liquido in grado di garantire la formazione di uno strato di ossido protettivo (magnetite Fe_3O_4) sopra le strutture in acciaio (passivazione).

Tuttavia la passivazione degli acciai in piombo liquido è di fatto possibile solo quando l'acciaio è esposto al metallo liquido con temperatura inferiore a 500°C . Al di sotto di questa temperatura si ha la formazione di un doppio strato di ossido (caso degli acciai ferritici/martensitici) o di un singolo strato di ossido (acciai austenitici) in grado di rallentare la diffusione delle specie ioniche e minimizzare la dissoluzione degli elementi chimici della matrice. Al contrario, se l'acciaio è esposto a metallo liquido con temperature superiori a 500°C , l'ossido che viene a formarsi sull'acciaio perde le sue caratteristiche protettive diventando spesso e permeabile alla diffusione [1] [2].

È da considerare inoltre l'effetto del metallo liquido fluente. La corrosione degli acciai in condizioni dinamiche è accelerata rispetto alle condizioni statiche a causa dell'effetto erosivo esercitato metallo liquido fluente. In queste condizioni sono assai frequenti fenomeni di danneggiamento o di parziale formazione dello strato di ossido (ad es. formazione del solo Fe-Cr spinello senza Fe_3O_4) cosicché il substrato di acciaio sottostante risulta meno protetto [1] [2].

La dissoluzione ad alta temperatura e in condizioni di metallo liquido fluente è un punto critico nello sviluppo dei sistemi LFR e di ALFRED in quanto l'acciaio di riferimento per i *fuel cladding tubes* e i *fuel assemblies*, l'acciaio austenitico 15-15Ti, è esposto a metallo liquido con temperatura pari a 550°C e velocità pari a 2 m/s [3]. In queste condizioni, la sola protezione via passivazione non è efficace e severi fenomeni di dissoluzione preferenziale sono osservabili sull'acciaio.

Nell'ambito dell'Accordo di programma ENEA-MiSE, ci si è posto l'obiettivo di studiare il fenomeno corrosivo in piombo fluente per alcuni acciai e rivestimenti protettivi per i sistemi LFR: gli acciai austenitici 15-15Ti(Si) e 15Cr-25Ni (DS4) e i rivestimenti di Al_2O_3 e TiN. Lo studio è reso possibile mediante l'utilizzo dell'impianto a piombo fluente LECOR presso il C.R. Brasimone.

Il presente report descrive in maniera sintetica le operazioni di messa a punto dell'impianto LECOR e le attività preparatorie (ormai concluse) necessarie per l'avvio della campagna sperimentale sull'impianto, tra cui le modifiche meccaniche apportate, il lavaggio dell'impianto e la riparazione del sensore di ossigeno. Una volta portata a termine la messa a punto dell'impianto, i campioni di acciaio, con e senza ricoprimento, saranno esposti in piombo liquido a 550°C (temperatura nella sezione di prova) e con velocità compresa tra 0.3 e 1 m/s (velocità nella sezione di prova) e per diversi tempi di esposizione (1000, 4000 e 8000 ore).

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 – 099	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 5	di 15
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

2 Descrizione dell'impianto LECOR

L'impianto LECOR è un circuito non isoterma a metallo liquido (500 litri di piombo circolante) con ramo caldo e ramo freddo disposti in conformazione a "8". Lo schema di funzionamento dell'impianto nella configurazione attuale è riportato nel P&ID di Figura 1.

Il ramo caldo e il ramo freddo scambiano tra loro calore grazie all'installazione sul circuito di uno scambiatore di recupero (economizzatore, EX). Sul ramo caldo sono installati la sezione di prova (TS) e la sezione di riscaldamento (H), mentre sul ramo freddo sono installati il serbatoio di stoccaggio (S1), il vaso di espansione (S2) contenente la pompa di circolazione (P) e lo scambiatore di calore ad aria o refrigeratore (R).

I principali componenti dell'impianto LECOR sono descritti di seguito:

- Serbatoio di stoccaggio (S1): è costruito in acciaio AISI 316L. Ha un volume di 700 litri e una temperatura di lavoro pari a 400 °C. È dotato di un sistema di gorgogliamento della miscela di gas Ar-H₂ per la purificazione del metallo liquido da un eccesso ossigeno.
- Vaso di espansione (S2) + pompa (P): è costituito in acciaio AISI 316L. Ha un volume di 600 litri e una temperatura di lavoro pari a 450 °C. È dotato di un sistema di gorgogliamento del gas. La pompa è una pompa centrifuga verticale con girante sommersa (in acciaio inox rivestito con TiC), ha una portata di 4 m³/h e prevalenza pari a 5 bar.
- Economizzatore (EX): è costruito in acciaio ferritico 2 ¼ Cr-1Mo. La struttura è uno scambiatore di calore a fascio tubiero con rendimento termico di 250 kW. La temperatura del metallo liquido nel lato caldo è 550-400 °C (in ingresso e in uscita rispettivamente), mentre è 350-500 °C (in ingresso ed in uscita) nel lato secondario.
- Scambiatore di calore ad aria (R): è costruito in acciaio ferritico 2 ¼ Cr-1Mo. La struttura è del tipo fascio tubiero, con circolazione forzata di aria nel lato secondario. Ha un rendimento termico di 82.2 kW. Le temperature di ingresso e di uscita del metallo liquido sono 400 °C e 350 °C rispettivamente.
- Riscaldatore (H): è costruito in acciaio ferritico 2 ¼ Cr-1Mo. La struttura è del tipo tubo in tubo (diametro 6" e 4" rispettivamente) con rendimento termico di 82.2 kW. In condizioni nominali la temperatura di ingresso del metallo liquido è pari a 500 °C mentre la temperatura di uscita è di 550 °C.
- Sezione di prova (TS): è costituita da un ramo flangiato in acciaio ferritico 2 ¼ Cr-1Mo posizionato verticalmente e contenente al suo interno quattro tubi aperti. All'interno dei tubi, campioni cilindrici (vedi specifica in Figura 2) sono impilati verticalmente e tenuti in asse e separati l'uno dall'altro grazie a distanziali. Durante il funzionamento, il metallo liquido, alla temperatura di 550 °C, scorre all'interno dei tubi dall'alto verso il basso lambendo lateralmente i campioni. A monte della flangia è posizionato un sensore per il monitoraggio in continuo dell'ossigeno nel metallo liquido. Inoltre in uscita dal ramo di prova è posizionato un misuratore induttivo di portata (IFM). In origine, la sezione di prova era costituita da tre rami flangiati posti in parallelo (TS1, TS2 e TS3).

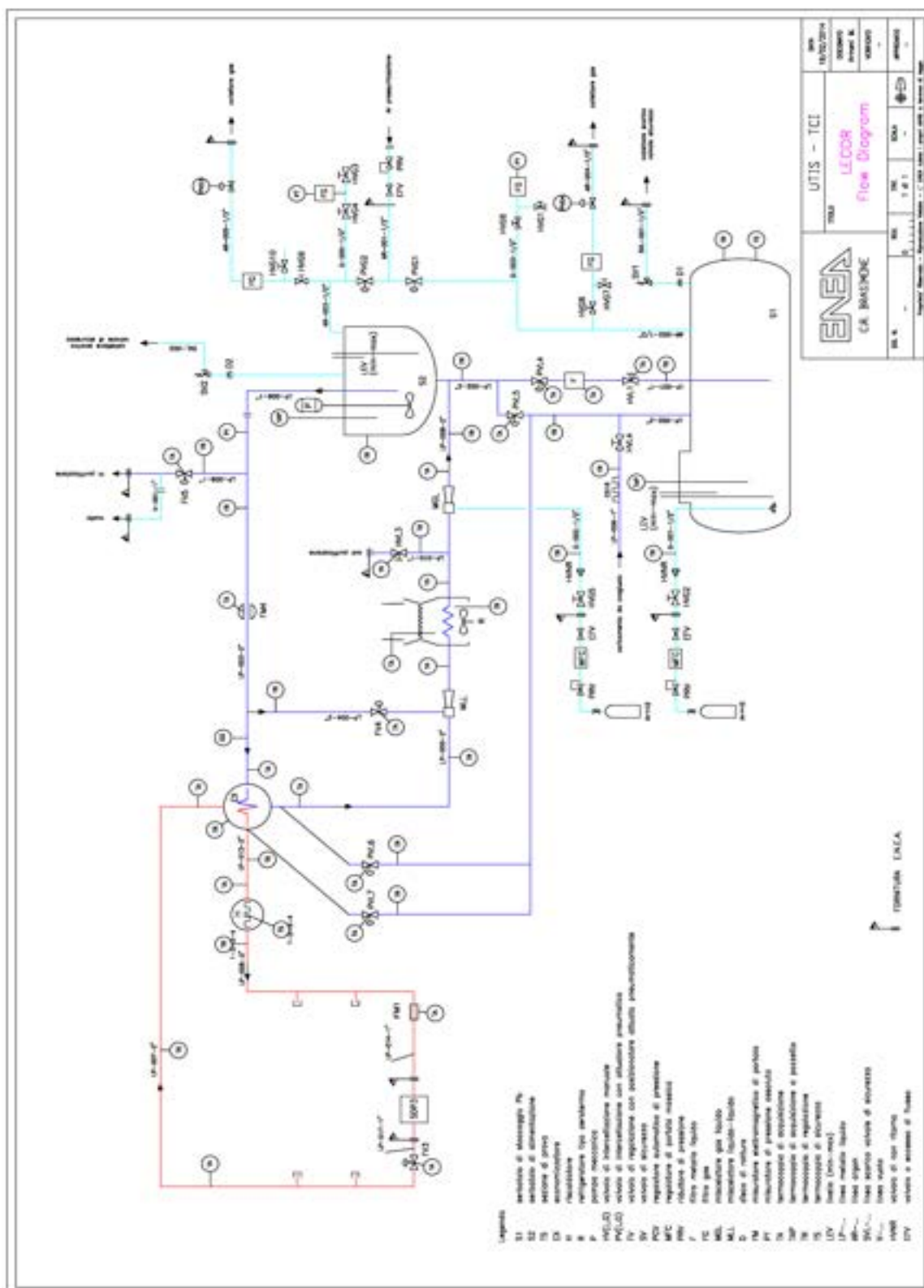


Figura 1: PI&D dell'impianto a piombo fluente LECOR.

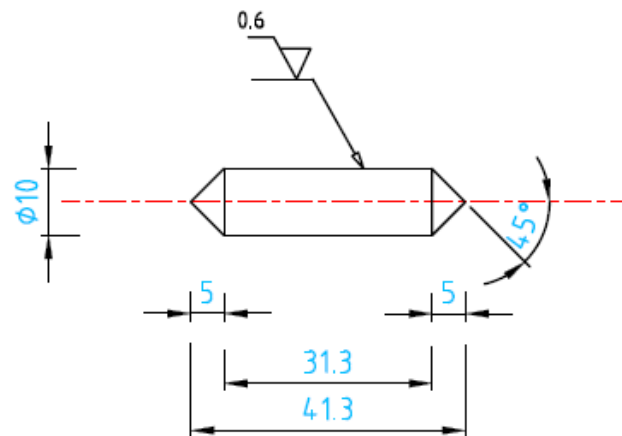


Figura 2: Specifica dei provini per prove di corrosione in piombo fluente nell'impianto LECOR.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 – 099	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 8	di 15
--	--	------------------	----------------------	------------------	-----------------

3 Messa a punto dell'impianto

3.1 Modifiche all'impianto

Rispetto alla configurazione di origine, l'impianto LECOR è stato sottoposto ad alcune modifiche meccaniche per migliorarne il funzionamento generale. La configurazione al termine delle modifiche è quella mostrata nel P&ID di Figura 1.

Le principali modifiche apportate sono relative al ramo caldo e, precisamente, alla zona del circuito compresa tra l'uscita del riscaldatore (H) e l'ingresso "lato caldo" dell'economizzatore (EX).

In particolare, sono stati eliminati due dei rami della sezione di prova (TS1 e TS2) ed è stato effettuato un intervento di modifica del terzo ramo rimanente (TS3) (vedi specifica tecnica [4]). Durante la modifica, gli stacchi dei rami TS1 e TS2 sono stati mantenuti per un futuro ripristino.

La modifica ha permesso di eliminare alcuni componenti installati sulla TS che, nell'ambito delle future campagne sperimentali, potrebbero risultare superflui, non più correttamente funzionanti o che addirittura potrebbero causare problemi di circolazione a seguito di innesco di punti freddi. I componenti eliminati sono: i misuratori di portata elettromagnetici FM1, FM2 e FM3, le valvole elettropneumatiche PVL1 e PVL2 e le valvole FV1, FV2 e FV3 in uscita dalle tre TS. Inoltre il precedente misuratore di portata, di tipo Vortex e posizionato in ingresso alle tre TS, è stato sostituito con un misuratore induttivo di portata (IFM) posizionato in uscita della TS2. Con tali modifiche, la principale strumentazione di controllo (tra cui il sensore di ossigeno per la determinazione in metallo liquido) si trova ora sull'unica TS rimasta.

Relativamente alla linea di drenaggio, le valvole PVL6 e PVL7, che presentavano problemi di malfunzionamento e di tenuta dovuti ad usura, sono state sostituite con valvole tipo Bonetti.

Alcune giunzioni di tubazioni e componenti sono state modificate per rendere più agevoli le operazioni di smontaggio e di controllo. Ciò è stato fatto sostituendo giunzioni tipo ABF con flangiate o inserendo giunzioni ABF dove erano presenti in origine saldature. In tal senso si è intervenuto anche sul ramo TS3 sostituendo le giunzioni ABF da 2" con giunti flangiati, quest'ultimi più facili da smontare.

Sono infine stati sostituiti i cavi scaldanti su tutta la zona calda del circuito, dall'uscita del riscaldatore (H) all'ingresso dell'economizzatore (EX), e sulla linea di drenaggio. La sostituzione dei cavi è stata necessaria in quanto i cavi precedentemente installati presentavano una temperatura massima di guaina troppo bassa rispetto alla temperatura richiesta per il funzionamento del circuito con piombo liquido. Sui tratti interessati dalla modifica, è stato possibile posizionare ulteriori termocoppie per il controllo della temperatura.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 099	0	L	9	15

3.2 Lavaggio del circuito

Prima dell'avvio della campagna sperimentale, è stato effettuato un lavaggio di pulizia dell'intero circuito dell'impianto. L'intervento è stato necessario in quanto, durante indagini endoscopiche eseguite in diverse aree dell'impianto, erano state rilevate parziali occlusioni dovute alla presenza di incrostazioni e depositi di ossidi e metallo liquido. La situazione è stata confermata anche durante la verifica decennale INAIL dell'impianto relativa al vaso di espansione S2.

La procedura di lavaggio è stata effettuata dall'azienda S.C.I.E. Srl di Castello d'Argile (BO), specializzata nel trattamento delle acque e in impianti di depurazione.

Dopo aver isolato il serbatoio di stoccaggio S1, si è fatta circolare nell'impianto una soluzione acquosa diluita contenente acido acetico CH_3COOH ed acqua ossigenata H_2O_2 . Tale soluzione è di norma utilizzata per rimuovere residui di piombo e suoi ossidi dai componenti grazie alla formazione di acetato di piombo $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ solubile in acqua. La circolazione della soluzione nell'impianto è stata resa possibile mediante impiego di una pompa esterna.

3.3 Riparazione del sensore di ossigeno

Il sensore di ossigeno per la determinazione dell'ossigeno nel piombo liquido, posto in ingresso dalla sezione di prova TS2, è stato modificato in quanto non più correttamente funzionante.

Il sensore di ossigeno utilizzato nell'impianto LECOR è un sensore potenziometrico in ceramica costituito da un tubo chiuso ad una estremità in "zirconia stabilizzata con yttria" (YSZ) contenente un filo elettrodico di platino a contatto con l'aria ambientale. La zirconia stabilizzata costituisce l'elettrolita selettivo per la conduzione degli ioni ossigeno mentre il platino a contatto con l'aria costituisce la semi-cella elettrochimica di riferimento. Il potenziale generato dal sensore quando immerso nel piombo liquido dipende dalla temperatura del metallo liquido e dalla concentrazione di ossigeno disciolto in esso disciolto, come riportato nel grafico di Figura 3. Il tubo in ceramica è inserito e fissato all'interno di un fodero di acciaio che ha lo scopo di proteggere la ceramica dallo sforzo di taglio esercitato dal metallo liquido fluente. Il fodero è costituito da un tubo tipo Swagelock in acciaio inox con fori sulla superficie laterale (per un buon contatto tra ceramica e metallo liquido) e con stacco saldato sul tubo per l'inserimento nel ramo di ingresso alla TS.

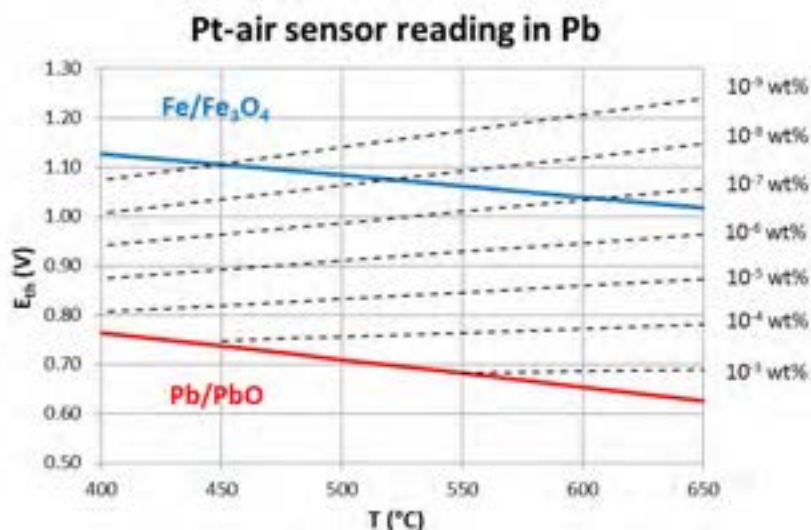


Figura 3: Potenziale di lettura per un sensore di ossigeno Pt-aria in piombo liquido. Le linee rossa e blu rappresentano i valori di potenziale richiesti per la formazione di PbO e di Fe_3O_4 rispettivamente.

La modifica del sensore ha riguardato la sostituzione del filo elettrodico. Il filo di platino, ritrovato spezzato, è stato sostituito con un filo in acciaio inox a cui è stato avvolto un filo di platino su una delle estremità. Il filo elettrodico è stato poi inserito nel tubo di ceramica in modo che l'estremità ricoperta dal platino fosse a contatto con l'estremità chiusa del tubo. I componenti per l'assemblaggio del sensore di ossigeno sono mostrati in Figura 4.

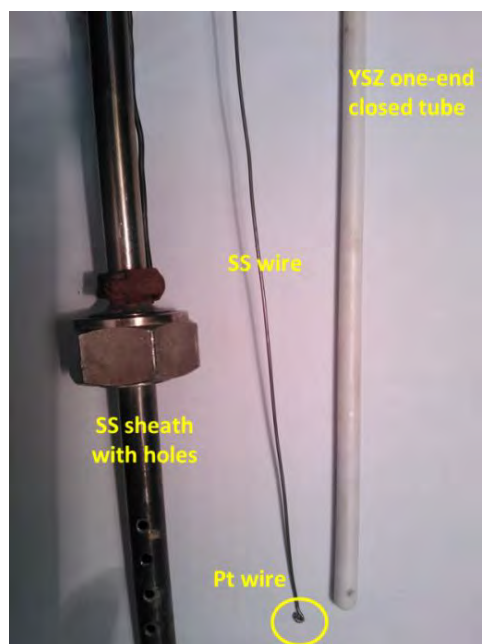


Figura 4: Componenti costituenti il sensore di ossigeno per l'impianto LECOR; fodero in acciaio con fori (sinistra), filo elettrodico in acciaio con estremità in Pt (centro) e tubo chiuso ad una estremità in zirconia stabilizzata (destra).

Ultimata la modifica, il sensore di ossigeno è stato testato e calibrato in piombo liquido per verificarne il corretto funzionamento e l'accuratezza del segnale. Con la calibrazione il segnale del sensore è confrontato con i valori di potenziale teorici per fissate concentrazioni di ossigeno in piombo e temperatura.

La calibrazione del sensore è stata effettuata in piombo saturo di ossigeno (concentrazione di ossigeno nota) all'interno capsule sperimentali del laboratorio chimico RACHELE. Il potenziale in uscita è stato acquisito con un voltmetro ad alta impedenza (10 Gohm). Il segnale del sensore è stato confrontato anche con quello di un sensore tipo Pt-aria fabbricato dal KIT ottenuto nelle medesime condizioni.

I risultati della calibrazione sono riportati nel grafico di Figura 5. L'accuratezza del segnale e il tempo di risposta del sensore risulta buono nell'intervallo di temperatura tra 480 e 550°C (deviazione entro lo 0.7% dal valore di potenziale teorico). A temperature più basse di 450°C il segnale in uscita inizia a discostarsi dal valore teorico e il tempo di risposta cresce significativamente, come è tipico per i sensori Pt-aria a seguito dell'alta resistenza di cella.

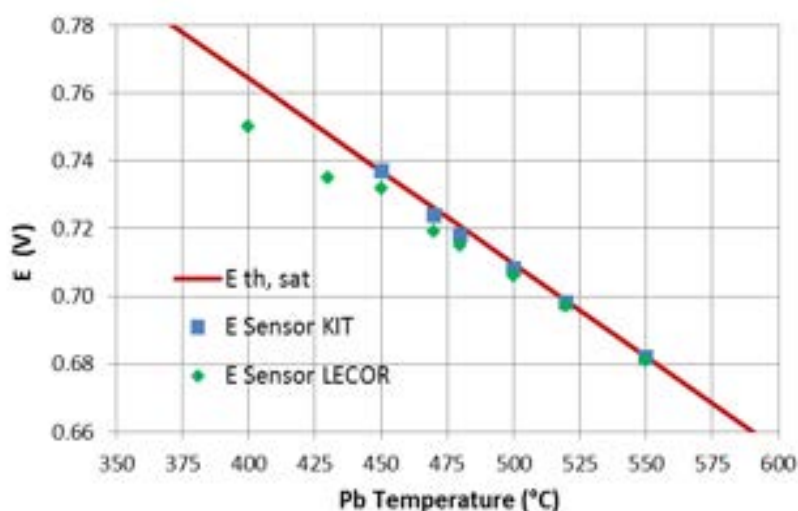


Figura 5: Calibrazione del sensore di ossigeno Pt-aria dell'impianto LECOR e confronto con il segnale in uscita di un sensore Pt-aria fabbricato dal KIT.

4 Campagna sperimentale

4.1 Materiali

I materiali scelti per le prove nell'impianto LECOR sono gli acciai austenitici 15-15Ti(Si) e DS4 (15Cr-25Ni) e i ricoprimenti di Al_2O_3 e TiN depositati su substrato di 15-15Ti(Si). I campioni consistono in cilindretti con doppia punta conica, come indicato in Figura 2.

Gli acciai austenitici 15-15Ti(Si) e DS4 sono stati prodotti da OCAS (Belgio) [5] e da CSM (Centro Sviluppo Materiali, Roma) [6] rispettivamente. Le composizioni dei due acciai sono riportate in Tabella 1 e Tabella 2.

Tabella 1: Composizione elementare (% in peso) dell'acciaio 15-15Ti(Si), piastra G108B2C [5].

G108 (w%)	C	Mn	Si	P	S	Ti	Cr	Ni	B	Mo
Target	0.0900	1.5000	0.8500	0.0400		0.4000	14.5000	15.5000	0.0050	1.5000
Max	0.1000	2.0000	0.9000	0.0500	0.0150	0.5000	16.0000	16.0000	0.0080	1.7000
Min	0.0800	1.0000	0.7000	0.0300		0.3000	14.0000	14.0000	0.0030	1.3000
Realised	0.0941	1.5994	0.8657	0.0404	0.0046	0.4119	14.5700	15.3900	0.0063	1.5278

	Al	Nb	Cu	W	Sn	O	N	Zr	V	Ca	Co
Target	0.0100	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000		0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Max	0.0150	0.0200	0.0300	0.0300	0.0000		0.0150	0.0300	0.0300	0.0300	0.0300
Min	0.0050	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000		0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Realised	0.0108	0.0198	0.0261	0.0181	0.0061	0.0041	0.0051	0.0000	0.0127	0.0000	0.0091

Tabella 2: Composizione elementare (% in peso) dell'acciaio DS4 (15Cr-25Ni), campione 0195 [6].

SIGLA CAMP.	BAL. Fe	% C	% Si	% N	% P	% Mo	% Co	% Cr	% Si	% Ti
-0195-	BAL	0.041	0.0082	0.013	0.037	1.46	<0.01	14.8	0.88	0.17
MINIMO	BAL	0.0400	0	0	0.0350	1.20	0	14.0	0.80	0.100
MAXIMO	BAL	0.060	<0.015	<0.02	0.0450	1.80	<0.1	16.0	1.00	0.300

SIGLA CAMP.	% Mn	% Cu	% Nb	% B	% Al	% Zr	% W	% Ca	% Ta	% Ni
-0195-	1.48	0.06	0.20		0.013		<0.05			24.6
MINIMO	1.20	0	0.100	0	0	0	0	0	0	24.5
MAXIMO	1.80	<0.1	0.300	0	0.015	0.03	0.03	0.03	0.03	25.5

Il ricoprimento di Al_2O_3 è stato prodotto da IIT (Istituto Italiano di Tecnologia, Milano) mediante tecnica PLD (*Pulsed Laser Deposition*). Il metodo permette di ottenere a temperatura ambiente un ricoprimento costituito da allumina amorfa con nano-inclusioni cristalline di allumina [7][8][9]. Per le prove sperimentali nell'impianto LECOR sono stati prodotti rivestimenti di PLD- Al_2O_3 con spessori di 1, 5 e 10 μm .

Il ricoprimento di TiN è stato prodotto da CSM (Centro Sviluppo Materiali, Roma) mediante tecnica arc-PVD (*Physical Vapor Deposition*) [10][11].

Prima dell'esposizione in piombo liquido i campioni, sia nudi che ricoperti, sono stati pesati e misurati nelle loro dimensioni (diametro). Il peso e il diametro sono stati misurati mediante bilancia analitica con precisione 0.0001 g e calibro manuale con precisione 0.005 mm rispettivamente.

I campioni ricoperti con TiN sono inoltre stati esaminati al microscopio SEM (Inspect S, FEI) per valutare la qualità del ricoprimento (omogeneità e spessore) [12].

Al termine dell'esposizione nell'impianto LECOR, i campioni nudi e ricoperti saranno sottoposti alle analisi metallografiche: al microscopio ottico dimensionale per la determinazione del diametro della matrice dei campioni di acciaio nudo e al SEM-EDS per la caratterizzazione strutturale e chimica della superficie dei campioni di acciaio e dei rivestimenti.

4.2 Matrice di prova

Per l'Accordo di Programma 2014 la campagna sperimentale nell'impianto LECOR prevede l'esposizione dei materiali descritti nel paragrafo 4.1 per 1000, 4000 e 8000 ore a 550°C in piombo fluente. La concentrazione di ossigeno disciolto verrà monitorata mediante sensore di ossigeno posizionato a monte della TS (intervallo indicativo 10^{-6} – 10^{-5} % in peso). La velocità del piombo liquido nella sezione di prova verrà monitorata mediante misuratore induttivo di portata posizionato a valle della TS (intervallo indicativo 0.3 - 1 m/s).

La matrice di prova relativa alle 1000 ore di esposizione è riportata in Tabella 3. A ciascuna tipologia di materiale è riservato uno dei tubi aperti che compongono la TS. Inoltre per ciascuna tipologia di provini sono previsti 8 campioni, ad eccezione del rivestimento di Al_2O_3 per il quale invece sono previsti 7 campioni con diversi spessori di rivestimento.

Al termine della prime 1000 ore di esposizione, la campagna sperimentale proseguirà effettuando prove a 4000 e 8000 ore di esposizione.

Tabella 3: Matrice di prova per prove di corrosione in impianto LECOR in piombo fluente a 550°C e per 1000 ore di esposizione.

N° campioni	Tubo 1 - TiN	Tubo 2 – 15-15Ti(Si)	Tubo 3 – DS4	Tubo 4 – Al_2O_3
1	PM 08813	PM 06113	PM 01915	PM 80112 (10 μ m)
2	PM 08913	PM 06213	PM 02015	PM 80412 (10 μ m)
3	PM 09013	PM 06313	PM 02115	PM 80312 (5 μ m)
4	PM 09113	PM 06413	PM 02215	PM 81212 (5 μ m)
5	PM 09213	PM 06513	PM 02315	PM 80912 (1 μ m)
6	PM 09313	PM 06613	PM 02415	PM 80612 (1 μ m)
7	PM 09413	PM 06713	PM 02515	PM 79812 (1 μ m)
8	PM 09513	PM 06813	PM 02615	-

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 – 099	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 14	di 15
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

5 Conclusioni

In vista della campagna sperimentale riguardante prove di corrosione in piombo fluente di materiali di interesse per sistemi LFR, l'impianto LECOR è stato sottoposto ad alcune modifiche meccaniche e a lavaggio con soluzione di pulizia. Il sensore di ossigeno, ritrovato danneggiato, è stato inoltre riparato.

Ultimata la messa a punto, l'impianto LECOR verrà avviato per effettuare prove di corrosione di materiali fino a 8000 ore di esposizione. La data di avvio dell'impianto è prevista per Ottobre 2015.

Per i materiali scelti, gli acciai austenitici 15-15Ti(Si) e 15Cr-25Ni (DS4) e i rivestimenti PLD- Al_2O_3 e PVD-TiN, è stata proposta la matrice di prova per le prime 1000 ore di esposizione. terminate le 1000 ore, i materiali giudicati più idonei proseguiranno lo studio della corrosione con esposizioni fino a 4000 e 8000 ore.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione ADPFISS – LP2 – 099	Rev. 0	Distrib. L	Pag. 15	di 15
--	--	------------------	----------------------	-------------------	-----------------

6 Bibliografia

- [1] “Handbook on Lead-bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies”, OECD/NEA (2007).
- [2] G. Muller et al., “Behavior of steels in flowing liquid Pb-Bi eutectic alloy at 420–600°C after 4000-7200 h”, Journal of Nuclear Materials 335 (2004) 163–168.
- [3] M. Tarantino, S. Bassini, D. Rozzia, “ALFRED PROJECT. Research and Development Needs”, ENEA Technical Report LR-P-R-126 (2015).
- [4] M. Tarantino, “Specifica Tecnica per upgrade impianto LECOR per prove di corrosione in piombo fluente”, ENEA Technical Report ENEA RdS/2014/071.
- [5] S. De Vrieze, N. De Wispelaere, “15x15 Ti Production and Procurement”, ENEA Technical Report RdS/2012/045.
- [6] C. Cristalli, “Double Stabilized Stainless Steels Procurement”, ENEA Technical Report RdS/2013/035.
- [7] M.G. Beghi et al., “Sviluppo di ricoperture per la protezione di materiali strutturali operanti in sistemi nucleari refrigerati a piombo mediante tecniche di ablazione laser”, ENEA Technical Report RdS/2013/029.
- [8] F. García Ferré et al., “The mechanical properties of a nanocrystalline Al₂O₃/a-Al₂O₃ composite coating measured by nanoindentation and Brillouin spectroscopy”, Acta Materialia 61 (2013) 2662–2670.
- [9] F. García Ferré et al., “Advanced Al₂O₃ coatings for high temperature operation of steels in heavy liquid metals: a preliminary study”, Corrosion Science 77 (2013) 375–378.
- [10] A. Bellucci, “Ricoprimenti per materiali strutturali per sistemi nucleari refrigerati a piombo”, ENEA Technical Report RdS/2012/043.
- [11] F. Nanni, I. Cacciotti, F. R. Lamastra, “Caratterizzazione di rivestimenti PVD di TiN, FeAl, FeCrAl su substrati metallici”, ENEA Technical Report RdS/2012/047.
- [12] S. Bassini, “Prove di corrosione su materiali strutturali ricoperti in piombo stagnante”, ENEA Technical Report ENEA RdS/2014/069.