

**Titolo**

**Concettualizzazione di un impianto per il monitoraggio del rateo di corrosione su materiali strutturali operanti in piombo**

**Descrittori**
**Tipologia del documento:**
**Collocazione contrattuale:** Accordo di programma ENEA-MSE su sicurezza nucleare e reattori di IV generazione

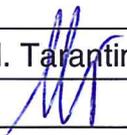
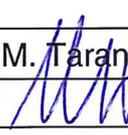
**Argomenti trattati:**
**Sommario**

Questo report illustra le specifiche generali e concettuali per la progettazione di una "multipurpose facility" per prove con piombo liquido stagnante. La *facility* serve per lo studio del controllo e del monitoraggio della chimica del piombo in LFR e ADS, che consente di individuare materiali resistenti alla corrosione e determinare condizioni operative sicure per questi sistemi

**Note**

Autori: S. Bassini, A. Antonelli, A. Gessi

**Copia n.**
**In carico a:**

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	23/09/14	NOME	S. Bassini	M. Tarantino	M. Tarantino
			FIRMA	<i>Bassini Secora</i>		
REV.	DESCRIZIONE	DATA		REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 070	0	L	2	8

## Sommario

Scopo della <i>facility</i> e attività correlate.....	3
Disegno preliminare.....	4
Requisiti di progetto.....	6
Accorgimenti e Suggerimenti.....	6
Riferimenti .....	7
Appendice.....	8

## Scopo della *facility* e attività correlate

Lo scopo della “*multipurpose facility*” è di condurre studi sul controllo e il monitoraggio della chimica del piombo per applicazioni in *Lead Fast Reactors* e *Accelerator Driven Systems*, con particolare riferimento agli aspetti legati alla corrosione dei materiali strutturali e al sistema di controllo e di monitoraggio dell’ossigeno presente nel sistema.

Per quanto riguarda gli aspetti legati alla corrosione, la *facility* consentirà di effettuare prove di corrosione di acciai in piombo liquido stagnante per lunghi tempi di esposizione e in condizioni di temperatura tipiche per questa tipologia di sistemi nucleari (450-550 °C). Nell’immediato saranno studiati gli acciai strutturali proposti per i LFR e ADS e diverse tipologie di *coating* di maggior interesse. Alcune di queste prove saranno incentrate sull’analisi dell’influenza di elementi metallici in lega come inibitori di corrosione (es. Ti e Zr) e della capacità di inibire la corrosione mediante il fenomeno "soluto/solvente" (aggiungendo nel metallo liquido uno degli elementi di lega dell’acciaio strutturale, ad es. Ni, per limitarne la dissoluzione).

Per quanto riguarda gli aspetti legati al controllo dell’ossigeno, la *facility* sarà progettata in modo tale da poter operare sia in condizioni di alto ossigeno (saturazione,  $10^{-3}$  % w/w), che in condizioni di basso ossigeno ( $< 10^{-8}$  % w/w) disciolto nel piombo liquido. Le condizioni di alto e di basso ossigeno saranno ottenute variando il tipo di *cover gas*: Argon per le condizioni di alto ossigeno e miscela Argon/Idrogeno per le condizioni di basso ossigeno. In questo modo sarà possibile mettere a confronto la diversa la resistenza alla corrosione degli acciai nelle due differenti condizioni sperimentali, dato che l’ossigeno influenza il fenomeno di passivazione e quindi la tendenza alla dissoluzione.

In particolare per l’operatività dei LFR a ADS risulta di notevole interesse la possibilità di lavorare nelle condizioni di basso ossigeno, poiché in tal modo si evita il rischio di *plugging* generato dalla formazione degli ossidi di piombo quando si lavora in saturazione. Inoltre la *facility* sarà progettata per consentire, nell’ambito di questa analisi, la verifica dell’efficacia degli *oxygen getters* (materiali fortemente affini all’ossigeno, ad es. Ti e Ta), quali additivi capaci di condizionare e mantenere il bagno di piombo liquido ad un basso tenore di ossigeno disciolto.

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 070	0	L	4	8

Per quanto riguarda gli aspetti legati al monitoraggio, il sistema sarà dotato di sensori per la determinazione del tenore di ossigeno nel cover-gas e nel piombo liquido.

Per la fase gas sarà utilizzato un *oxygen gas analyzer*. Quando una miscela argon/idrogeno è impiegata come cover gas, un igrometro posizionato in entrata e in uscita permette di determinare indirettamente il tenore iniziale di ossigeno nel gas grazie alla quantità di acqua prodotta [1].

Per quanto riguarda la determinazione nel piombo liquido, saranno utilizzati dei sensori elettrochimici per ossigeno di nuova produzione, dei quali dovrà essere preventivamente testata l'affidabilità e l'accuratezza. Tali sensori, costituiti dal sistema Pt/aria come elettrodo di riferimento e da *Ytria Stabilized Zirconia* come elettrolita selettivo, sono stati sviluppati e costruiti dalla FER-Strumenti S.r.l. di Milano in collaborazione con ENEA, allo scopo di ottenere sensori per la determinazione di ossigeno nelle leghe di piombo liquido altamente affidabili e resistenti.

In sintesi, la “multipurpose facility” servirà ad effettuare:

1. prove di corrosione di materiali:
  - in condizioni di alto e basso ossigeno disciolto,
  - in presenza di oxygen getters,
  - in presenza di soluto (effetto soluto/solvente).
2. prove per componenti del sistema:
  - sensori per l'ossigeno disciolto in piombo liquido,
  - sensori per l'ossigeno per la determinazione nella fase gas,
  - igrometri per la determinazione di acqua nella fase gas.

## **Disegno preliminare**

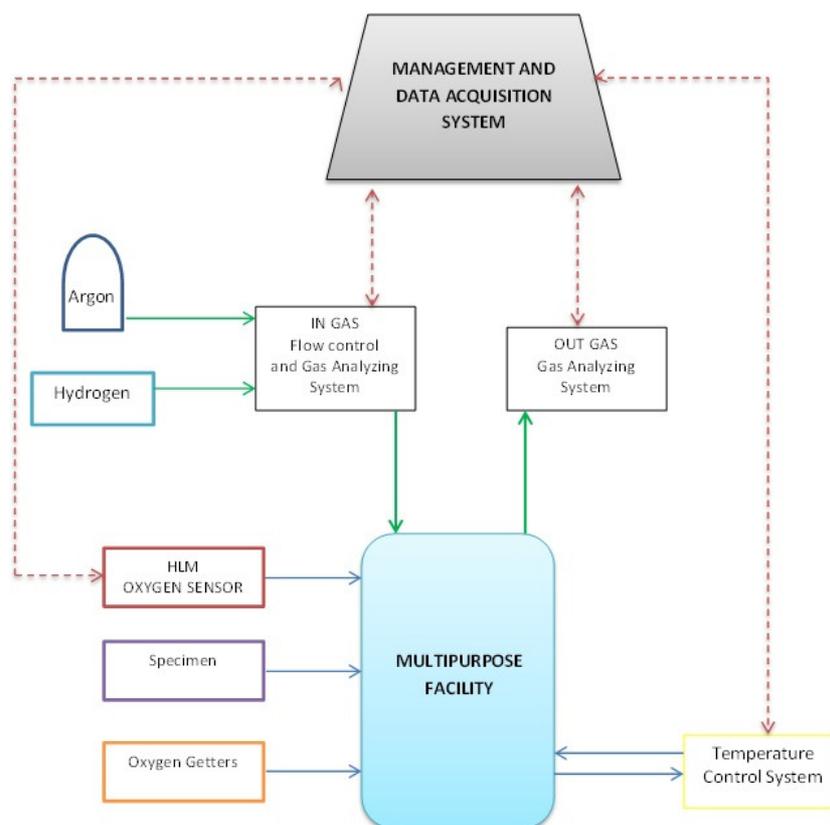
Sulle base dell'esperienza maturata nell'utilizzo delle capsule sperimentali KIT per l'esposizione di acciai in piombo liquido [2], il Laboratorio di Chimica del Piombo di ENEA propone per la facility in oggetto il disegno preliminare di seguito descritto, che prevede una struttura facility simile a quella delle capsule, come mostrato in Appendice.

Il corpo principale è costituito da un cilindro di acciaio. Un crogiolo di allumina, alloggiato all'interno del cilindro, serve da contenitore del piombo liquido ed evita il contatto tra il metallo e la parete di acciaio del cilindro. Il riscaldamento del sistema è ottenuto per mezzo di una resistenza avvolta sulla superficie esterna del cilindro.

Il coperchio del cilindro è dotato di fori per l'inserimento all'interno del piombo dei dispositivi necessari per l'esecuzione delle prove:

- portacampione (o più portacampioni),
- termocoppia interna per il bagno di piombo,
- sensore elettrochimico per la determinazione dell'ossigeno in fase liquida,
- cannula di gorgogliamento del cover gas,
- agitatore per l'omogeneizzazione del bagno,
- dispositivo di prelievo del piombo liquido per analisi chimica,
- dispositivi vari (oxygen getters, barrette di metallo per prove soluto/solvente, ecc.).

Di seguito è riportato lo schema a blocchi della facility.



 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 070	0	L	6	8

## Requisiti di progetto

Di seguito sono elencati i requisiti di progetto della facility. Alcuni di essi sono stati individuati sulla base dell'esperienza avuta con le capsule sperimentali (il cui utilizzo in relazione a taluni aspetti operativi risulta difficoltoso e poco flessibile).

- Possibilità di testare più di un campione nello stesso bagno di piombo (impiego di più portacampioni o di un portacampione adatto all'aggancio di più provini),
- Possibilità di regolazione dell'altezza del portacampione, così poter variare il livello di piombo nel crogiolo a seconda dell'utilizzo (impiego di raccordi swagelock per chiusura ermetica all'atmosfera)
- Sistema di campionamento del metallo liquido (campionamento automatico oppure tramite pipette in vetro usa e getta),
- Sistema di agitazione del bagno di piombo (agitazione meccanica, gorgogliamento del gas,...), per ottimizzare la dispersione dell'idrogeno e la disossidazione del piombo liquido e omogeneizzare il metallo liquido in caso di prelievo,
- Sistema di controllo e di circolazione del cover gas (generatore di idrogeno, analizzatori gas, igrometri, flussimetri),
- Sistema di controllo della pressione interna (monometro, valvola di sicurezza in caso di sovra-pressione),
- Struttura facilmente movimentabile (per facilitarne l'utilizzo e la manutenzione),
- Facilità di svuotamento e di pulizia del crogiolo di allumina (una possibile soluzione potrebbe essere l'impiego di un cestello in acciaio che contenga il crogiolo e permetta di sollevarlo quando è pieno di piombo),
- Sistema di scarico da azionare in caso di rottura accidentale del crogiolo (rubinetto).

## Accorgimenti e Suggerimenti

Di seguito è riportato un elenco di alcuni accorgimenti e suggerimenti per il progetto e la costruzione della facility:

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 070	0	L	7	8

- Evitare il contatto diretto tra piombo liquido e dispositivi in acciaio, al fine di evitare contaminazioni. Il contatto diretto può essere evitato mediante impiego di allumina o di acciai ricoperti con materiale insolubile (es, Ta, Ti, Al),
- Utilizzare crogioli di allumina con le seguenti dimensioni: 220mm di altezza, 125mm diametro esterno, 110 diametro interno (capacità 2200ml), già disponibili,
- Valutare la possibilità di realizzare più coperchi con fori di diverse dimensioni, per l'inserimento di altri dispositivi di prova (es. oxygen getters).
- Realizzare sul coperchio fori sufficientemente larghi, per facilitare l'estrazione dei dispositivi (in caso di incrostazione da ossidi di piombo) o consentire l'inserimento di dispositivi più voluminosi (ad es. piccole reti a maglie contenenti gli oxygen getters).

## Riferimenti

[1] I. Ricapito, C. Fazio, G. Benamati, *Preliminary studies on PbO reduction in liquid Pb–Bi eutectic by flowing hydrogen*, Journal of Nuclear Materials 301 (2002) 60–63.

[2] *Experimental Capsule for exposure of Steels to Oxygen-containing Lead Alloys: Technical documentation and user instructions*, Corrosion Department of Institute for Applied Materials Material Process Technology (KIT), January 2013.

## Appendice

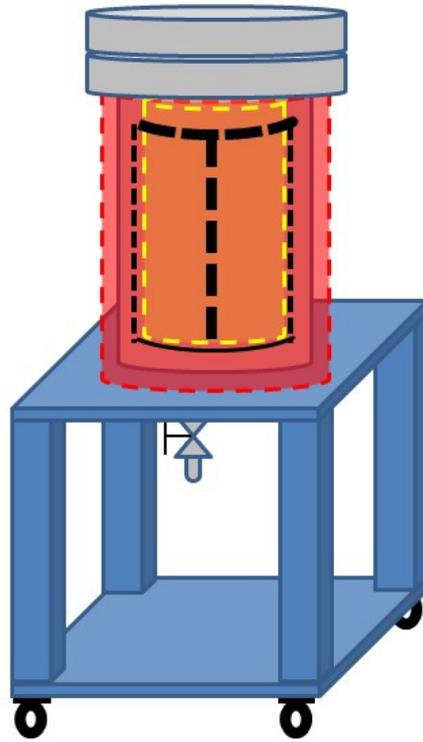


Fig.1: Cilindro con valvola di scarico e carrello di movimentazione.

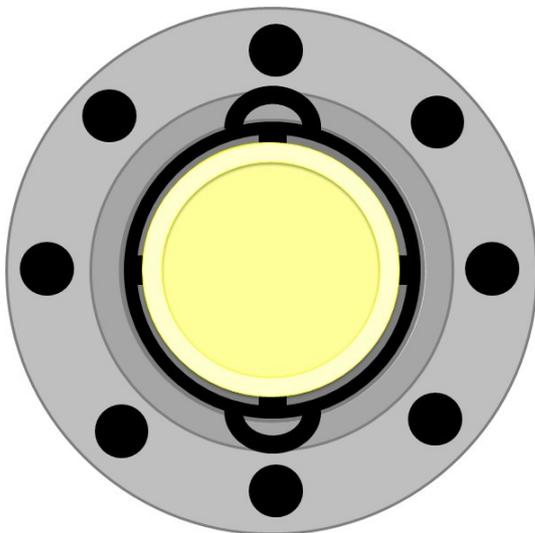


Fig.2: Vista dall'alto del cilindro, contenente il crogiolo di allumina e il cestello per il sollevamento.

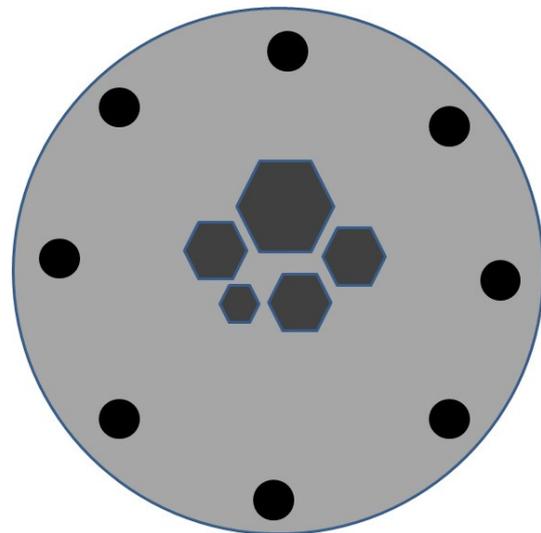


Fig.3: Vista dall'alto del coperchio del cilindro, con i fori per l'inserimento dei componenti.