





Superphénix : Fabrication et mise en œuvre des matériaux de la cuve

Claude Escaravage

Ex expert matériaux Novatome puis AREVA

Colloque Fluides Caloporteurs, Paris 19 et 20 février 2013

Engineering & Projects Organization

The information in this document is AREVA property and is intended solely for the addressees.

Reproduction and distribution are prohibited. Thank you



Choix initial de la nuance d'acier de cuve

► Rôle et démarche du GTM

- ◆ Groupe mené par le CEA-SRMA et EDF-EMA des Renardières avec la participation d'experts des aciéristes ou des fabricants d'échangeurs
- ◆ Approvisionnements en commun par CEA-EDF de produits de fabrication industrielle
- ◆ Définition en commun de ces programmes
- ◆ Discussion des résultats et publications de rapports communs.

► Qualités visées de la nuance d'acier au contact du sodium

- ◆ Nuances inoxydables austénitiques résistant à la corrosion intercrystalline (au sens du test accéléré AUTAAS)
- ◆ Résistance mécanique à caractériser et à garantir (incluant une résistance au fluage pour les composants en sodium chaud (525-550°C))
- ◆ Stabilité structurale (surtout pour les composants considérés comme non remplaçables)
- ◆ Aptitude à la mise en œuvre et soudabilité

Choix initial de la nuance d'acier de cuve

- ▶ **Nuances choisies pour essais systématiques par le GTM**
 - ◆ Nuance au chrome-nickel-molybdène à très bas carbone (nuance Phénix)
 - ◆ Nuance au chrome-nickel à bas carbone (0,051%)
 - ◆ Nuance au chrome-nickel stabilisée au titane
 - ◆ Nuance au chrome-nickel stabilisée au niobium
 - ◆ Nuance au chrome-nickel-molybdène stabilisée au titane
 - ◆ Nuance au chrome-nickel-molybdène stabilisée au niobium
 - ◆ Nuance au chrome-nickel-molybdène à très bas carbone et azote contrôlé
- ▶ **Points forts constatés**
 - ◆ Meilleure résistance mécanique à température élevée des nuances au molybdène et particulièrement en fluage
 - ◆ Effet bénéfique de l'azote qui compense en partie la faible résistance mécanique des nuances très bas carbone

Choix initial de la nuance d'acier de cuve

- ▶ Réserve vis-à-vis de l'emploi des nuances stabilisées
 - ◆ Stabilité structurale incertaine et évolution des carbures
 - ◆ Soudabilité plus délicate des nuances stabilisées dites résistantes au fluage
 - ◆ Déficit de ductilité et de résilience des nuances stabilisées au niobium
- ▶ Préférence d'une nuance au Mo par rapport aux nuances stabilisées et au Cr-Ni
 - ◆ pour les températures de service $> 450^{\circ}\text{C}$

Choix du matériaux pour le service primaire

▶ Antécédents industrielles de la nuance

- ◆ Nuance utilisée pour la cuve du réacteur Phénix
- ◆ Nuance dite « CN » (conduite nucléaire) choisie pour le circuit primaire des réacteurs à eau pressurisée

▶ Particularités de la nuance

- ◆ teneur en azote supérieure à la teneur habituelle de l'ordre de 0,03%
- ◆ un resserrement des fourchettes pour les éléments gammagènes (Mn, Ni) ou alphagènes (Si, Cr et Mo)
- ◆ contrôle de la tendance ferritique
- ◆ le très bas carbone est confirmée ($C \leq 0,030\%$).
- ◆ un test sur l'énergie à rupture en flexion par choc KCU après traitement de vieillissement accélérée 100 heures à 750°C
- ◆ situation dans le diagramme de Pryce - Andrews

Comparaison avec ses antécédents

Spécification (% massique)	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	B	Co	Cu
Nuance Phénix (Virgo 14SSB)	<0,03	<0,025	<0,03	<0,75	1,4 2,0	12 14	16 18	2 2,5	/	≤ 0,0035	/	/
Nuance CN (corroyé)	≤ 0,045	≤ 0,020	≤ 0,035	≤ 1,0	≤2,0	11,5 12,5	17,0 18,2	2,3 2,8	≤ 0,08	/	≤ 0,20	≤0,50
Nuance SPH (Super- phénix)	≤0,030 min.visé 0,024	≤0,025	≤0,035	≤0,50	1,6 2,0	12,0 12,5	17,0 18,0	2,3 2,7	0,06 0,08	≤ 0,0035 puis ≤0,0020	≤0,25	≤ 1,0
RCC-MR actuel	≤0,030	≤0,015	≤0,030	≤0,50	1,6 2,0	12,0 12,5	17,0 18,0	2,3 2,7	0,06 0,08	≤0,0020	Cl1 ≤0,20 Cl2 ≤0,05 Cl3 ≤0,01	≤ 1,0
RCC-M actuel	≤0,035	≤0,015	≤0,030	≤ 1,0	≤2,0	11,5 12,5	17,0 18,2	2,25 2,75	≤0,080	0,0018% Si destiné à être soudé	≤0,20 % si contact avec fluide primaire	

Compléments apportés à la spécification de la nuance

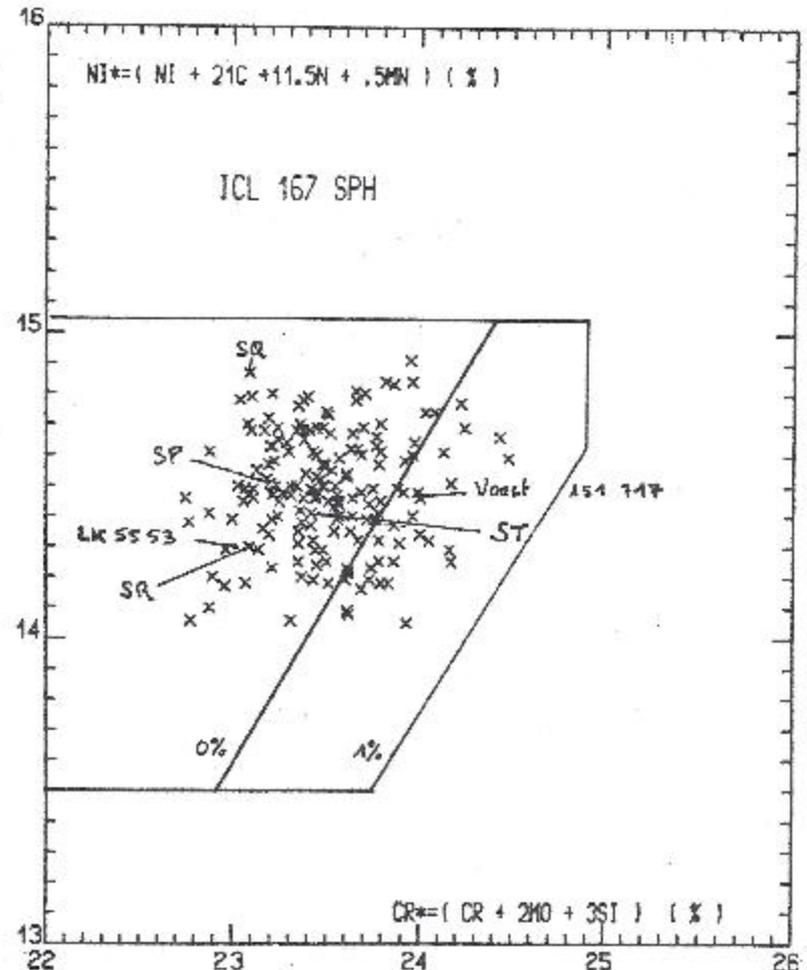
DIAGRAMME DE PRYCE ANDREWS (COULEES)

► Utilisation du diagramme de Pryce - Andrews

- ◆ Évaluation de la teneur en ferrite

► Evolution de la teneur en bore

- ◆ une première limite à 35 ppm
- ◆ un plus grand transfert en masse du bore ajouté dans l'acier
- ◆ procédés autres que le soudage manuel à l'électrode enrobée
- ◆ réduction à 25 puis 20 ppm à valider pour les procédés nouveaux



Compléments apportés à la spécification de la nuance

► Traitement de la teneur en cobalt

- ◆ Diminution de l'activité radiologique
- ◆ Cout des limitations à 5 ou à 1 ppm
 - Contrôle des ferrailles, du chrome et surtout du nickel à l'élaboration
 - « Rinçage » des installations d'élaboration par plusieurs coulées à bas cobalt
- ◆ Choix de la classe de pureté en cobalt à requérir pièce par pièce

► Situation de la nuance vis à vis de la normalisation

- ◆ Les nuances à très bas carbone sont d'usage limité aux températures moyennes
- ◆ Nuance spéciale à cause des particularité de sa composition chimique
 - Contrôle de l'azote inconnu des normes
 - Teneur en Mo entre celles de deux nuances normalisées
- ◆ Essai de rupture par choc avec entaille en U refusé par les normes
- ◆ Difficultés d'approvisionnement industriel des nuances spéciales

Expérience d'approvisionnement industriel de la nuance

► Elaboration de l'acier

◆ Nombreux modes d'élaboration dans le passé

- Affinage en poche sous vide et coulée en source
- Affinage par le procédé CLU et coulée en source (affinage par balayage oxygène - vapeur d'eau)
- Affinage par le procédé DHH et coulée en source (procédé de décantation sous vide)
- Affinage AOD et coulée continue

◆ Aujourd'hui la coulée continue est estimée inadéquate

- Zone d'inclusion et de ségrégation à cœur
- 2 mm est la limite en épaisseur du procédé

► Compositions chimiques des coulées industrielles

◆ Plus de 175 coulées

◆ Composition chimique spécifiée possible en aciérie

◆ Teneur en soufre maxi 0,015% pour la majorité des aciéristes

Expérience d'approvisionnement industriel de la nuance

► Propriétés mécaniques de traction

- ◆ Travaux du GTM + essais aciériste sur échantillons forgés de chaque coulée
- ◆ Bonne connaissance des valeurs à spécifier, donc peu d'anomalies pour les tôles de 8 à 80 mm d'épaisseur (plus de 475)
- ◆ Diminution faible en moyenne de la limite d'élasticité à 20°C et de la résistance à la traction à 20°C et à chaud lorsque l'épaisseur augmente
- ◆ Effet bénéfique de l'azote sur la limite d'élasticité à 550°C
- ◆ Compensation non totale de l'effet du très bas carbone - valeurs minimales à 550°C
 - Nuance à azote contrôlé : 110 MPa
 - 316 à bas carbone de l'ASTM/ASME : 117 MPa

► Résilience et ténacité

- ◆ Essais KCU sur toutes les tôles
- ◆ Influence néfaste de la teneur en soufre

Contrôle de la résistance au fluage en fabrication

▶ Difficultés de l'action

- ◆ Dispersion des données de fluage: 1/3 à 3 fois la durée moyenne à rupture
- ◆ Résultat qui doit s'inscrire dans le planning des fabrications
- ◆ Intérêt des essais menés à rupture mais « impatience des laboratoires de contrôle »

▶ Dossier de caractérisation en fluage

- ◆ Demandé à chaque fournisseur
- ◆ Soit disponible, soit à programmer (nouveaux fournisseurs)

▶ Vérification des caractéristiques à moyenne durée

- ◆ Essais systématiques visant des durées moyennes
- ◆ Température de service (550°C) et accélération par la température (700°C)
- ◆ Appui sur un dossier globale caractérisation en fluage

Difficultés d'approvisionnement industriel de la nuance

► Approvisionnement de produits épais

◆ Tôles de 90 mm d'épaisseur

- Non-conformité de l'énergie de rupture en flexion par choc KCU à l'état de livraison (1 cas) et après fragilisation accélérée (100 h à 750°C)
- Nouvelle hypertrempe de remaniement
- Observation du GTM : plus de ferrite à cœur qu'en peau
- Autre observation du GTM : grain plus gros en peau qu'à cœur

◆ Pièces forgées massives ou épaisses

- Plaques tubulaires des EI de RNR : 117 MPa de limite élastique à 550°C indument exigée et spécification particulière ($C \leq 0,038\%$)
- Pièces actuelles et futures d'épaisseur supérieure à 100 mm : évaluer et spécifier des caractéristiques de traction plus faibles

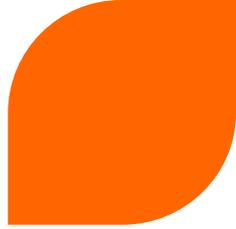
► Tubes d'échange :

- ◆ faire accepter par le tubiste une nuance à azote contrôlé ou
- ◆ rester au X2CrNiMo17-12-2 classique

Engineering & Projects Organization

The information in this document is AREVA property and is intended solely for the addressees. Reproduction and distribution are prohibited. Thank you

Soudage industriel de la nuance X2CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé



► Objectifs pour une bonne soudure

- ◆ Pas de fissures à chaud en zone affectée thermiquement
- ◆ Pas de fissures à chaud en métal fondu
- ◆ Résistance mécanique satisfaisante vis-à-vis de celle du métal de base
 - à 20°C pour qualification selon les codes
 - à la température de service (soit 550°C) comme la conception le souhaite
- ◆ Résistance à la fragilisation par vieillissement thermique
- ◆ Compatibilité avec le test de corrosion inter cristalline

► Soudabilité du métal de base

- ◆ Teneur en bore compatible avec le procédé
- ◆ Eviter les très faibles tendances ferritiques si soudure totalement ou en partie sans métal d'apport

Métal d'apport et soudage du X2CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé

► Choix du métal d'apport

- ◆ **Etroit compromis avec une teneur en ferrite comprise entre 3 et 7% pour**
 - Éviter la fissuration à chaud en métal fondu
 - Limiter la fragilisation par vieillissement thermique
- ◆ **2^{ème} compromis portant sur la teneur en carbone (0,045 – 0,055%) pour**
 - La corrosion intercrystalline
 - La résistance mécanique à chaud

► Recette des électrodes retenues

- ◆ **Électrode enrobée de type 19Cr12Ni2Mo**
 - Fissuration en rainure
 - Essai de rupture en flexion par choc après vieillissement accéléré (100 h à 750°C°)
- ◆ **Électrode enrobée de type 16Cr8Ni2Mo**
 - Fissuration en rainure
 - Essai de rupture en flexion par choc après vieillissement accéléré (100 h à 650°C°)
- ◆ **Utilisation des deux types d'électrodes en position de soudage autres qu'à plat : test de non fissuration d'un dépôt en verticale montante**

Procédés de soudage , difficultés et qualifications

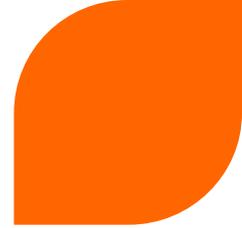
- ▶ **Contrôle de la ferrite dans les joints**
 - ◆ **Mesure incertaine par abandon du barreau massif de 10 mm de diamètre**
 - ◆ **En position verticale montante les passes balayées réduisent la teneur en ferrite**
- ▶ **Procédés de soudage autres que l'électrode enrobée (en fait sous gaz inerte)**
 - ◆ **Ecarts plus grand entre la chimie du fil d'apport et celle du dépôt**
 - ◆ **Ecarts dépendant des conditions de soudage donc difficiles à maîtriser**
 - Pour la ferrite
 - Pour la teneur en carbone
 - ◆ **Echec actuel de mise au point d'un fil de type 19Cr12Ni2Mo**
 - ◆ **Solution alternative fil 16Cr8Ni2Mo si résistance au vieillissement de longue durée prévisible et satisfaisante**
- ▶ **Mise en pratique et difficultés d'imposer des contraintes fortes aux ateliers responsables de la santé des soudures**

L'acier inoxydable X2CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé en service en sodium

► Interaction sodium acier et ses conséquences

- ◆ dissolution de la plupart des oxydes métalliques
- ◆ sodium chargé en oxygène plus corrosif que le sodium pur
- ◆ limite de 3 ppm O₂ (5 ppm au démarrage pour 1 mois maximum) :
 - Éviter le bouchage des petits orifice à 180°C (arrêt « froid »)
- ◆ dissolution en dessous de 600°C du nickel
- ◆ zone de ferrite en surface (5 microns) et zone à austénite perturbée (20 microns)
- ◆ vérification de la compatibilité avec l'épaisseur des tubes d'échange après service à long terme: essais programmés lors du démantèlement
- ◆ transfert de masse de zones chaudes vers zones froides = activation
- ◆ quantification du transfert et influence de la vitesse d'écoulement du sodium

Corrosions de l'acier inoxydable par les résidus de réactions sodium eau



- ▶ **Fissuration caustique sous tension en soude aqueuse**
 - ◆ sodium résiduel et humidité
 - ◆ fissuration transgranulaire ramifiée et rapide (traversante en quelques heures)
 - ◆ pas de seuil de concentration en soude ni de seuil de contrainte mais domaine de température dangereux (120 – 200°C pour les austénitiques)
- ▶ **Corrosion caustique sous contrainte en soude concentrée**
 - ◆ milieu sodium soude, température élevée
 - ◆ concentration > 1% de soude à 400°C = zones confinées
- ▶ **Prévention des corrosions caustiques**
 - ◆ supprimer les zones confinées ou les zones de rétention d'eau (pas de trous borgnes dans les pièces en sodium) ;
 - ◆ éviter la formation de soude par entrées d'air ou d'eau ;
 - ◆ assécher les résidus par (balayage de gaz neutre sec

L'opération de lavage en sortie de sodium

► L'opération de lavage

- ◆ débarrasser les surfaces des pièces de leur couche résiduelle de sodium
- ◆ appliqué aux composants remplacés et ou déplacés (EI, pompes primaires)
- ◆ applicable aussi aux surfaces suspectées ou affectées par une pollution caustique
- ◆ provoquer et contrôler une réaction sodium-eau

► Contrôles pendant l'opération

- ◆ Action d'un mélange de gaz carbonique puis d'azote et de vapeur d'eau
- ◆ Contrôle de la température
 - Elimination préalable des amas locaux de sodium (zones non vidangées, bourrelets de soudures)
 - Maintien de la température de paroi en dessous de 60°C.
- ◆ Contrôle de la vitesse de réaction suivie par la production d'hydrogène.

La décontamination des pièces en aciers inoxydables austénitiques

► Les opérations de décontamination

- ◆ Action d'agents décapants acides
- ◆ Ajustement des concentrations et de la durée
- ◆ Contrôle de la température de paroi
- ◆ Cycles successifs visant la baisse d'activité au niveau souhaité

► Tolérance des différentes nuances d'aciers

- ◆ Les nuances résistantes à la corrosion intercrystalline permettent une plus grande latitude dans l'ajustement des conditions
- ◆ Le vieillissement thermique en service affecte cette résistance
- ◆ Validation par essai sur échantillon + (expertise des chimistes du CEA)

Mise ou remise en sodium des aciers inoxydables austénitiques

- ▶ **Objectifs de l'opération de mise en sodium**
 - ◆ Eviter les risques liés aux corrosions par la soude ;
 - ◆ Satisfaire le plus rapidement possible les prescriptions de pureté du sodium
- ▶ **Le séchage par balayage d'argon**
 - ◆ Contrôle du débit de gaz
 - ◆ Contrôle de l'humidité du gaz par sa température de rosée (<- 40°C)
 - ◆ Préchauffage vers 180°C

Risques révélés par le retour d'expérience des RNR passés

- ▶ **Sensibilités des différentes surfaces aux corrosions**
 - ◆ Sensibilité des surfaces perpendiculaires au sens de corroyage
 - ◆ Danger des attentes et piquages divers usinées dans une pièce épaisse laminée ou forgée,
 - ◆ Danger des piquages « posés »
- ▶ **Excès de décapage – passivation des soudures**
 - ◆ Sensibilité des soudures (métal fondu et zone affectée thermiquement) aux attaques par les décapants acides: joints « gravés »)
 - ◆ Fraction peu importante des surfaces en contact avec le fluide
 - ◆ Décapage allégé (sans passivation)

Risque de fissuration en relaxation de l'acier X2CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé

► Retour d'expérience

- ◆ Tuyauterie chaudes (> 500°C) de Phénix en acier stabilisé de type 321
- ◆ Proximité des soudures côté métal de base
- ◆ Faciès intergranulaire comparable à celui des fissures dues au fluage
- ◆ Effet de contraintes locales en situation de relaxation
- ◆ Joints susceptibles à éviter
 - Soudures en angle entre plaques épaisses ;
 - Joints entre cône et cylindre ;
 - Joints assurant une transition d'épaisseur

► Cas de l'acier X2CrNiMo17-12-2 à azote contrôlé

- ◆ Des essais en laboratoire ont mis en évidence une possible sensibilité
- ◆ L'écrouissage des zones proches de la soudure semble jouer primordial
- ◆ Leur comportement est perturbé par l'écrouissage et non par l'évolution des carbures comme dans les aciers stabilisés

Conclusions

- ▶ **Pas de piste pour un meilleur choix pour le service en sodium primaire**
- ▶ **Convaincre les fournisseurs potentiels avec une conception solide**
 - ◆ Exemple : trouver ensemble la solution pour les produits épais
- ▶ **Exigences plus difficiles à faire appliquer pour le soudage**
 - ◆ Teneur en ferrite et absence de défauts
- ▶ **Pouvoir s'appuyer sur une R & D aux conclusions convaincantes**
- ▶ **Pour le risque de fissuration en relaxation, passer le plus tôt possible à des consignes applicables en fabrication (dureté ?)**
- ▶ **Prévoir les bons dessins de joints soudés dès la conception des composants**