

# CARACTERIZACION DE PELÍCULAS DE ÓXIDO FORMADAS EN ACERO 304L SUJETO A CONDICIONES NWC POR EFTEM Y SPECTRAL IMAGING

**M. Ortega-Avilés<sup>1</sup>, L. C. Longoria-Gándara<sup>1</sup>, V. Garibay-Febles<sup>2</sup> y A. Díaz-Sánchez<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Carretera México-Toluca km. 36.5, Ocoyoacac Edo. de México.

<sup>2</sup> Instituto Mexicano del Petróleo. Eje Central Lázaro Cárdenas No. 152, México D.F.

e-mail: mayahuel@avantel.net

## RESUMEN

La generación nucleoelectrónica en el mundo es de suma importancia para reducir la emisión de los gases de efecto invernadero y su efecto en el cambio climático. Por estos motivos y por razones económicas, la tendencia internacional es que las plantas nucleares que cumplen 40 años de vida, desarrollan proyectos para extender su vida operativa, renovando las licencias de operación al menos 20 años más de la vida de diseño. Este proceso suele tomar alrededor de 10 a 15 años para contar con una extensión de licencia operativa, en el caso de México la Central Laguna Verde está en el momento justo para la realización de un proyecto de esta naturaleza. Los programas de Gestión o Manejo del Envejecimiento (AMP), pueden llevar ahorros significativos en la planta, mediante la planeación efectiva y la implantación de la rehabilitación y reemplazo de componentes, así como la mitigación o control de los efectos del envejecimiento [1]. La implantación del AMP incluye la revisión y validación de las bases de diseño, administración de la configuración, revisión de seguridad, evaluación del envejecimiento y de la factibilidad para una posible extensión de vida, así como la elaboración de una estrategia para la administración o gestión de vida de planta (PLIM) [2].

Uno de los componentes más importantes a considerar para la extensión de vida de un reactor nuclear es la vasija de presión ya que está sujeta a degradación por radiación, temperatura, corrosión, etc. es por eso necesario desarrollar metodologías que permitan entender y mitigar de la mejor manera estos procesos [3]. Dos de los aspectos base en este renglón son: la consideración de los efectos de la variedad de condiciones de química del agua y la susceptibilidad al agrietamiento intergranular por corrosión bajo esfuerzo (IGSCC) de los materiales estructurales, influenciada directamente por el potencial de corrosión electroquímica (ECP). El ECP a su vez, es controlado por la cantidad de especies reductoras y oxidantes en el agua, las condiciones hidrodinámicas del flujo de agua [4], la conductividad electrónica/iónica de las películas de óxido formadas en la superficie del acero y los cambios químicos en las películas de óxido formadas en la superficie del acero [5]. Actualmente en el ININ se están realizando pruebas de preoxidación en aceros, simulando diferentes condiciones de química del agua en reactores tipo BWR, como parte del proyecto CA709 Evaluación tecnológica para la extensión de la licencia de operación de la Central

Nucleoeléctrica Laguna Verde (CNLV) segunda etapa. El objetivo de este trabajo es el estudio de las películas de óxido formadas en la superficie del acero 304L sujeto a condiciones de química normal del agua (NWC) de un reactor BWR:  $T=288^{\circ}\text{C}$ ,  $P=8\text{MPa}$  y 282 ppb de oxígeno; para tal efecto, 2 probetas de acero inoxidable 304L austenítico fueron sujetas a condiciones NWC simuladas en laboratorio en la autoclave MEX-02. Posteriormente fueron guardadas en desecador y preparadas por FIB en un microscopio Nova 200 Dual Beam haciendo un corte en sección transversal para su análisis.

La caracterización se llevó a cabo en un microscopio electrónico de transmisión Tecnai F30 (FEG) de 300 KV, con Filtro Gatán (GIF) y detector HAADF. Las técnicas de microscopía utilizadas para establecer la distribución de los diferentes elementos del acero y la existencia de difusión del cromo principalmente en las fronteras de grano y a diferentes profundidades desde la superficie fueron EFTEM y Spectral Imaging (STEM-EDX). En la figura 1 se muestra una imagen obtenida con el Zero Loss filtrado por EFTEM, donde se observan las películas de óxido formadas sobre la superficie del acero 304L; en ella se observa la presencia de lo que podrían ser 2 películas de óxido como las que se han reportado, una externa con partículas de Fe con diferentes tamaños y morfologías y una película interna formada por partículas pequeñas [5].

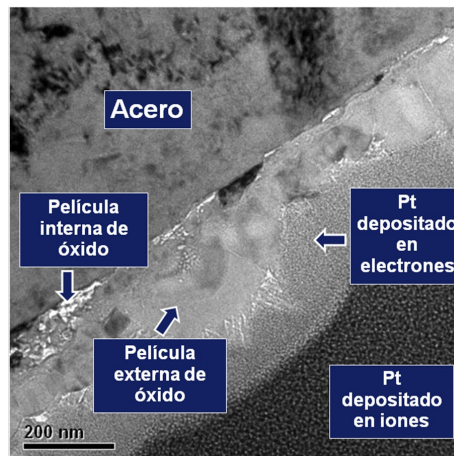


Figura 1. Imagen ZLP filtrado. Películas superficiales de óxido formadas en acero inoxidable 304L bajo condiciones NWC de un reactor BWR, simuladas en laboratorio.

Por EFTEM también se obtuvieron los mapas elementales de O, Cr, Fe y Ni en diferentes zonas, encontrando que el oxígeno se localiza exclusivamente en la película de óxidos formada en la superficie del acero y que el Cr y el Ni se difunden hacia la interfase entre la superficie del acero y las películas de óxido. Los mapas elementales indican que el Ni se desplaza únicamente hacia la superficie en zonas localizadas de la interfase de una manera no homogénea, mientras que el Cr se difunde hacia la interfase en una forma más uniforme. Respecto a los perfiles de concentración de los mismos elementos filtrados por EFTEM en la interfase acero-película superficial de óxido por STEM-EDX (Spectral imaging); se realizaron mediciones de composición química a lo largo de diferentes rutas lineales trazadas en las imágenes STEM correspondientes, encontrando una diferencia significativa en los perfiles de concentración obtenidos como el que se muestra en la figura 2. Este análisis arroja información importante acerca de la difusión y precipitación del Cr en las fronteras de grano a poca profundidad de la superficie cerca de la interfase y permitió

conocer con precisión los gradientes de concentración de los elementos O, Cr, Fe y Ni, así como las composiciones químicas puntuales de todos los elementos que contiene el acero 304L.

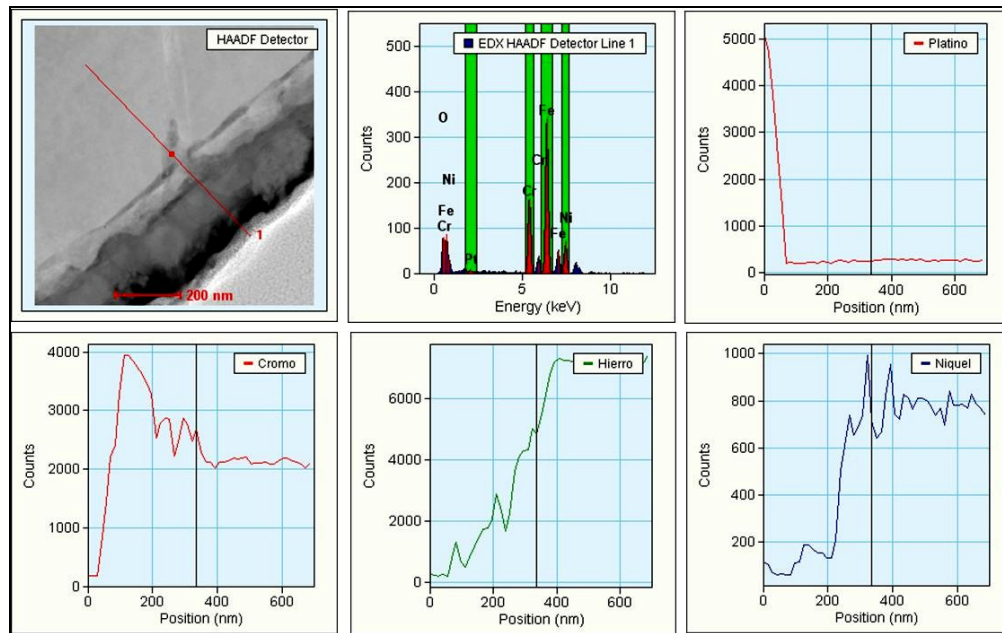


Figura 2. Imagen STEM, espectro EDX y perfiles de concentración de Pt, Cr, Fe y Ni cruzando la interfase y frontera de grano del acero inoxidable 304L austenítico. Los perfiles de concentraciones se obtuvieron a lo largo de la línea roja que se muestra en la imagen STEM.

Los óxidos obtenidos sobre el acero 304L fueron caracterizados mediante EFTEM y Spectral Imaging (STEM-EDX) para condiciones NWC. Fue posible diferenciar dos películas de óxido: una película interna formada por partículas pequeñas de tamaño muy uniforme pero distribuidas en forma heterogénea a lo largo de la interfase y una película externa formada por partículas grandes rodeadas de otras tipo aguja que cubren en su totalidad la superficie expuesta al medio ambiente. Se identificaron diferentes tamaños de partícula y morfologías correspondientes principalmente a óxidos de hierro como la hematita y la magnetita. Particularmente, el acero especial 304L es menos susceptible a la precipitación del Cr en las fronteras de grano que el acero 304 debido a su bajo contenido de C; sin embargo, los perfiles de concentración del Cr en las fronteras de grano cercanas a la superficie del acero evidencian que esta es la región de mayor susceptibilidad a la corrosión intergranular bajo esfuerzo y que el proceso de difusión del Cr hacia las fronteras de grano y la superficie ocurre en el acero 304L cuando este es sujeto a condiciones de química normal del agua (NWC).

## REFERENCIAS

- [1] Proceedings of Symposium: Nuclear Power Plant Life Management; (2003) 4-8.
- [2] Carlos R. Arganis J., Angeles Díaz S. y J. Andrés Aguilar T., Contacto Nuclear (2004) 10-13.
- [3] B. Gueorguiev, et. al., Proceedings of Symposium: Nuclear Power Plant Life Management (2003) 4-8.
- [4] Y.-J. Kim, Corrosion: corrosion science section (2002) 208-215.
- [5] Y.-J. Kim, Corrosion: corrosion engineering section (1999) 81-88.