

## VAV PROJEKTY CVŘ PRO OBLASTI POVRCHOVÝCH ÚPRAV A NEDESTRUKTIVNÍCH METOD V ROCE 2022

### R&D PROJECTS IN CVR FOR SURFACE TREATMENTS AND NON – DESTRUCTIVE METHODS IN 2022

Jaroslav Brom, Jana Veselá, Michal Chocholoušek a Jan Patera

Centrum výzkumu Řež s.r.o. (CVŘ)

#### Abstrakt

V článku jsou uvedeny informace o výsledcích VaV projektů CVŘ řešených v roce 2022 v rámci projektu NCK pro energetiku, dílčího projektu DP28 “Materiály a diagnostika pro pokročilé energetické aplikace“, pracovního balíčku PB28.1 “Povrchové úpravy komponent v JE a KE“ a pracovního balíčku PB28.2 “ Perspektivní diagnostické metody“. Jsou uvedeny hlavní výstupy projektů z ověření vlastností povlaků NiCr a Ni zhotovených technologií Cold Spray po aplikování únavových zkoušek (teplotní a nízko-cyklická) a vlastností povlaků NiCr při použití na opravy těsnících ploch. Dále jsou uvedeny výsledky z vývoje a ověření metodiky pro měření hlavního cirkulačního potrubí a přípojných potrubí až po první uzavírací armaturu JE Temelín metodou NEWS.

#### Abstract

The article provides information on the results of R&D projects of CVŘ solved in 2022 within the NCK project for energy, subproject DP28 "Materials and diagnostic for advanced energy applications", work package PB28.1 "Surface treatment of components in NPPs and FPPs" and package PB28.2 "Perspective diagnostic methods". The main outputs of the projects from the verification of the properties of NiCr and Ni coatings made by Cold Spray technology after the application of fatigue tests (thermal and low-cyclic) and the properties of NiCr coatings when used for repairs of sealing surfaces are presented. The results from the development and verification of the methodology for measuring the main circulation pipeline and connecting pipelines up to the first shut-off valve of the Temelín NPP using the NEWS method are also presented.

#### Únavové zkoušky povlaků Cold Spray

Únavové zkoušky byly realizovány pro dva typy prášku – Ni a NiCr nastříkaných na substrátu z materiálu DIN EN 1.4541. Pro každý typ prášku byl zhotoven povlak Cold Spray (CS) o tloušťce 2,5 mm na desku o rozměrech 110 x 280 mm. Z každé desky bylo vyrobeno celkem 15 ks zkušebních těles o rozměrech 15 x 100 mm s tím, že 10 ks zkušebních těles bylo použito pro nízko-cyklické zkoušky a 5 ks pro zkoušky teplotní únavy. Program zkoušek vychází z [1].

##### Nízko-cyklická únava

Nízko-cyklická únava byla provedena 4bodovým ohybem s roztečí podpěr 80 mm a roztečí trnů 40 mm v režimu řízeném silou se sinusovým průběhem. Realizovány byly dva způsoby zatěžování:

1. Hladina prvního způsobu zatěžování 4bodovým ohybem byla stanovena obdobně jako v [2]: asymetrie cyklu  $R = 0,1$ ; maximální síla  $F_{max}$  byla stanovena jako 98 % meze kluzu ( $R_{p0,2}$ ) oceli substrátu (162 MPa), a maximální počet cyklů 50 000.
2. Hladina druhého způsobu zatěžování byla stanovena postupným cyklováním jednoho vzorku od každého prášku s krokem 20 MPa a stopovací podmínkou lom do 50 tisíc cyklů (NiCr do 460 MPa a Ni do 440 MPa) jako odhad pevnosti v ohybu CS vrstvy. Na základě postupného cyklování byla stanovena společná hladina  $\sigma_{max} = 400$  MPa;  $R=0,1$ . Stopovací podmínka byla stanovena na 100 000 cyklů.

Po vystavení nízko-cyklické únavě byla zkušební tělesa podrobena ultrazvukové kontrole a optickému hodnocení povrchu vzorků za účelem prokázání přítomnosti trhlin v povlaku i na rozhraní substrát-povlak. Výsledky metalografické analýzy zkušebních těles nebyly v době psaní článku dostupné, jejich vyhodnocení proběhne do konce roku 2022.

Výsledky zkoušek ukázaly, že při prvním způsobu zatěžování nedošlo k únavovému lomu ani k porušení CS vrstvy anebo k porušení rozhraní CS – substrát. Při druhém způsobu zatěžování se vyskytl únavový lom u zkušebních těles s CS povlakem z Ni prášku – viz tab. 1 a obr. 1.

Tab. 1: Parametry a výsledky nízko-cyklických zkoušek

Označení	Tloušťka CS+Sub (mm)	Šířka (mm)	Délka (mm)	CS (mm)	L (mm)	$\sigma$ (MPa)	F (N)	Lom (tis. cyklů)		
Ni-111-06	19.1	15.0	100	2.5	80	158	14410	N/A		
Ni-111-07	19.1	15.0	100	2.5	80	158	14410	N/A		
Ni-111-08	19	15.0	100	2.5	80	158	14260	N/A		
Ni-111-09	19.1	15.0	100	2.5	80	158	14410	N/A		
Ni-111-10	19	15.0	100	2.5	80	158	14260	N/A		
Ni-111-11	19	15.0	100	2.5	80	440	39710	43	+50k a +20 MPa krok	
Ni-111-12	19	15.0	100	2.5	80	400	36100	N/A		
Ni-111-13	19	15.0	100	2.5	80	400	36100	64		
Ni-111-14	19	15.0	100	2.5	80	400	36100	43		
Ni-111-15	19.1	15.0	100	2.5	80	400	36481	48		
NiCr-211-06	18.8	15.0	100	2.5	80	158	13961	N/A		
NiCr-211-07	18.8	15.0	100	2.5	80	158	13961	N/A		
NiCr-211-08	18.9	15.0	100	2.5	80	158	14110	N/A		
NiCr-211-09	18.8	15.0	100	2.5	80	158	13961	N/A		
NiCr-211-10	18.8	15.0	100	2.5	80	158	13961	N/A		
NiCr-211-11	18.8	15.0	100	2.5	80	460	40646	37	+50k a +20 MPa krok	
NiCr-211-12	18.8	15.0	100	2.5	80	400	35344	N/A		
NiCr-211-13	18.8	14.9	100	2.5	80	400	35108	N/A		
NiCr-211-14	18.9	14.9	100	2.5	80	400	35483	N/A		
NiCr-211-15	18.9	14.9	100	2.5	80	400	35483	N/A		

CS je tloušťka vrstvy povlaku, L je rozteč podpor při 4bodovém ohybu (poměr rozteče trnů a podpor je 1:2),  $\sigma$  je max. zatěžovací napětí, F je max. zatěžovací síla. U vzorků s popisem lomu N/A nedošlo do 50 (resp. 100) tisíc cyklů k porušení.



Obr. 1: Fotografie zkušebního tělesa s povlakem z Ni prášku s lomem a odtržením povlaku na jeho rozhraní se substrátem

### Teplotní únava

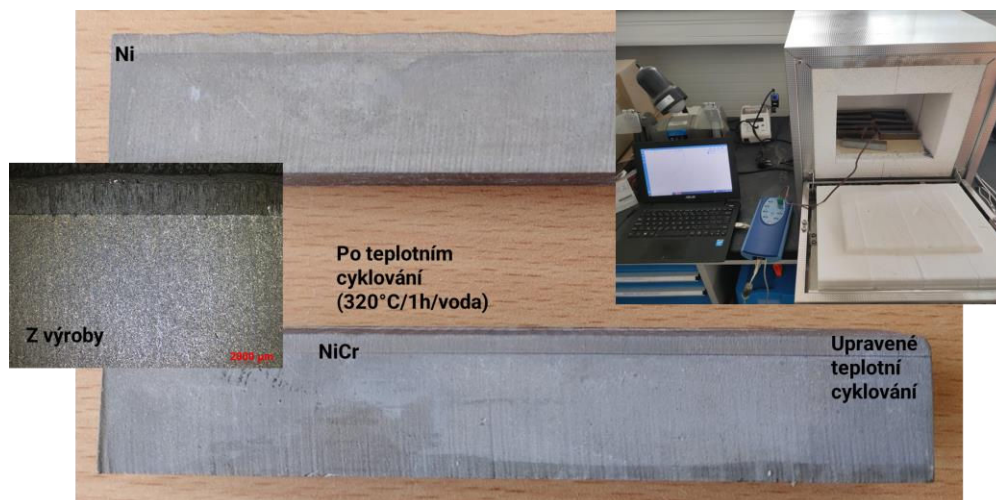
Teplotní cyklování bylo realizováno ohřátím zkušebních těles na teplotu 320 °C s následným ochlazením do vody, celkem pro 30 cyklů. Zkoušky na ověření stavu povlaku po vystavení teplotní únavě byly stejné jako v předchozím případě, tj. ultrazvukové zkoušení, optické hodnocení a metalografická analýza. Zkušební tělesa s CS povlakem z NiCr prášku vykazovala viditelné odlupování vrstvy povlaku již po prvním cyklu. U zkušebních těles s CS povlakem z Ni prášku bylo odloupení opticky pozorovatelné až po 30 cyklech. Nízká odolnost materiálu proti teplotnímu cyklování je přisuzována vysokým vnitřním napětím, která souvisí s vysokou pevností a nízkou tažností CS zvolených povlaků [3]. Tento předpoklad je nutno dále ověřit měřením zbytkového napětí vrstev deponovaných technologií CS.

Protože vzorky únavově zatěžované na hladině  $\sigma_{\max}$  158 MPa nevykazovaly žádné porušení, byly tyto vzorky použity pro doplňující tepelné cyklování. Pro zmírnění vlivu vnitřního napětí bylo na těchto vzorcích před realizací teplotního cyklování provedeno tepelné zpracování [4,5] (390 °C, 120 hodin, vzduch), které bylo stanoveno s ohledem na maximální dovolené teploty pro potenciální aplikace v energetickém průmyslu a na základě předchozích zkušeností s Ni a NiCr povlaky. Podmínky doplňkového teplotního cyklování byly dohodnuty s partnerem projektu, ČEZ, a.s., tak, aby se co nejvíce přiblížily provozním podmínkám na sekundárním okruhu JE Temelín:

1. náhřev trendem 10 °C/hod na 170 °C s 1hodinovou výdrží na teplotě pro ustálení,
2. náhřev na teplotu 270 °C větším trendem pro dosažení cílové teploty do cca 30 min,
3. vychladnutí vzorků na pokojovou teplotu, přirozeně na vzduchu,
4. opakování výše uvedených kroků, celkem 10 cyklů.

U celé vsázky byl jeden vzorek osazen termočlánkem pro zaznamenání průběhu teplot.

Na žádném z testovaných zkušebních těles nebylo po provedení 10 teplotních cyklů zaznamenáno viditelné poškození – viz obr. 2.



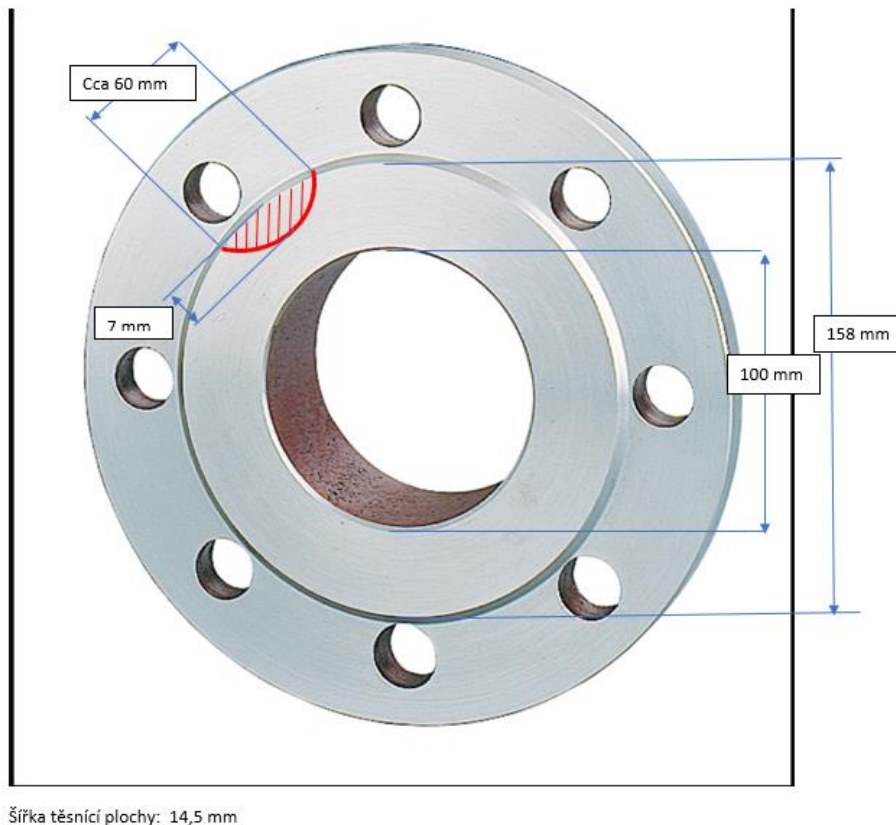
Obr. 2: Stav zkušebních těles s CS povlakem z prášku Ni a NiCr po realizování teplotní únavy

Výsledky metalografické analýzy zkušebních těles po teplotních únavových zkouškách nebyly v době psaní článku dostupné, jejich vyhodnocení proběhne do konce roku 2022.

### Projekt oprav těsnících ploch technologií CS

Po dohodě s partnerem projektu firmou ČEZ, a.s. bylo dohodnuto, že pro opravu povrchu těsnících ploch lze používat prášek NiCr. Z důvodu, že ověření materiálových vlastností povlaku NiCr zhotoveného metodou CS bylo předmětem výstupů v předchozích VaV projektech v NCK 2019 až 2020 a NCK 2021, je program VaV projektu pro opravy těsnících ploch zaměřen na (viz [2]):

1. Stanovení přilnavosti povlaku CS z prášku NiCr v tahu bez použití lepidel. Jako substrát je použita ocel 1.4541.
2. Ověření těsnosti příruby po její opravě technologií CS povlakem z prášku NiCr. Jako substrát je použita slepá příruba, EN 1092-1 z materiálu P265GH, která se používá na JE Temelín. Rozměry vady opravované technologií Cold Spray jsou 60 x 7 x 2 mm (délka x šířka x hloubka) - viz obr. 3.
3. Ověření stavu rozhraní substrát – CS povlak pomocí ultrazvukového zkoušení a metalografické analýzy příruby po těsnostní zkoušce.



Šířka těsnící plochy: 14,5 mm  
Rozměr vady:  
- Hloubka 2 mm  
- Šířka vady – ½ polovina těsnící plochy – 7 mm

Obr. 3: Rozměry imitované vady slepé příruby, která bude opravena technologií Cold Spray

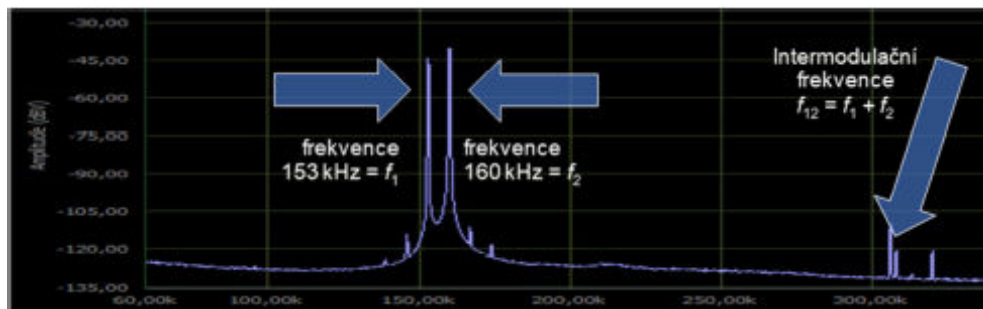
V době psaní článku byla příruba připravena ke zhotovení CS povlaku. Výsledky všech zkoušek budou k dispozici ke konci roku 2022.

### Metodika pro měření hlavního cirkulačního potrubí a přípojních potrubí až po první uzavírací armaturu JE Temelín metodou NEWS

Účelem měření dle vyvíjené metodiky pro měření hlavního cirkulačního potrubí a přípojních potrubí až po první uzavírací armaturu JE Temelín metodou NEWS je monitorování vybraných tras primárního okruhu s cílem detekce trhlin, které se nachází mezi budiči a přijímači ultrazvukových signálů.

Principem metody NEWS (Nonlinear Elastic Wave Spectroscopy) je směšování dvou různých budících signálů o frekvencích  $f_1$  a  $f_2$  uvnitř zkoušeného materiálu pomocí snímačů typu budič a sledování odezvy v snímači typu přijímač. Při použití této metody se trhlina projevuje nelineárním chováním, vznikem intermodulačních frekvencí (zejména vyšších násobků)  $f_{12} = a \cdot f_1 \pm b \cdot f_2$ , kde frekvence  $f_1$  a  $f_2$  jsou budící frekvence – viz obr. 4.





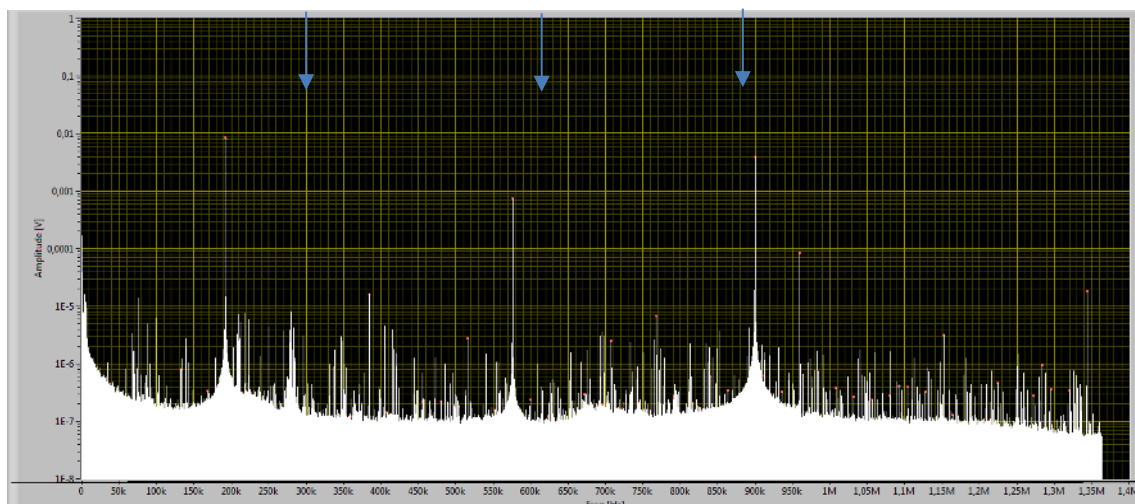
Obr. 4: Princip metody NEWS

V rámci předchozího vývoje se pro aplikace metody NEWS v potrubí ukázala jako nejvhodnější dvojice budících frekvencí  $f_1 = 192$  kHz,  $f_2 = 900$  kHz.

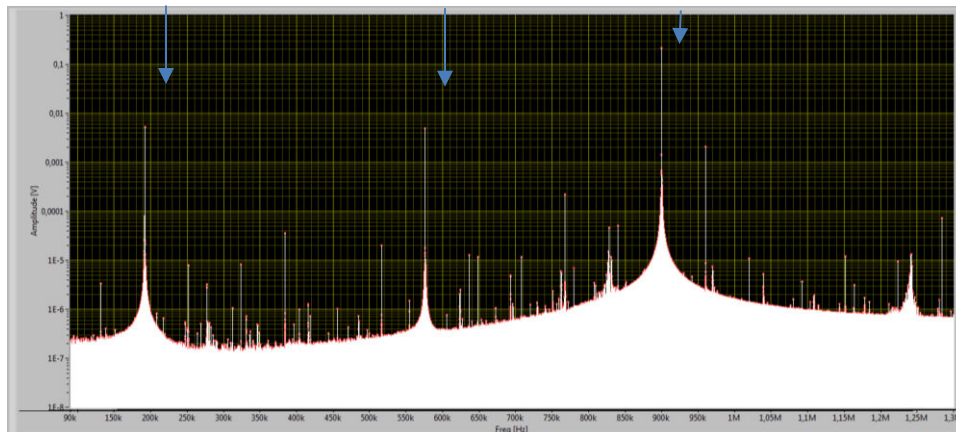
Vývoj a ověření metodiky v roce 2022 probíhá podle následujícího programu – viz [6]:

1. laboratorní zkoušky na trubkových tělesech,
2. měření potrubních tras primárního okruhu, na kterých jsou nainstalované snímače ACMS (Acoustic Crack monitoring System) na 1. bloku JE Temelín,
3. měření potrubních tras primárního okruhu, na kterých jsou nainstalované snímače ACMS na 2. bloku JE Temelín a vybrané potrubní trase, kde jsou nainstalovány pouze snímače LEMOP,
4. vypracování metodiky měření metodou NEWS vč. specifikací pro jednotlivé potrubní trasy,
5. zpracování dokumentace (inspekčního postupu a technického zdůvodnění) pro certifikování metodiky partnerem projektu s využitím výstupů z předchozích VaV projektů z let 2019 až 2021.

V době psaní článku byla realizována měření na 1. a 2. bloku JE Temelín a část laboratorních zkoušek. Z výsledků z měření na JE Temelín vyplynulo, že amplituda výstupních signálů na 1. bloku je řádově až  $100\times$  nižší oproti měření na 2. bloku – viz obr. 5 a obr. 6. Tato skutečnost je pravděpodobně způsobena rozdílnou konfigurací tras – rozdílným typem použitých koaxiálních kabelů a konektorů. Tento fakt vede k závěru, že metodiku bude možno v současné době vytvořit pouze pro 2. blok.



Obr. 5: Frekvenční spektrum trasy reaktor x hlavní cirkulační čerpadlo z 1. bloku JE Temelín (amplituda na frekvenci 900 kHz = 0,003 V)



Obr. 6: Frekvenční spektrum trasy reaktor x hlavní cirkulační čerpadlo z 2. bloku JE Temelín (amplituda na frekvenci 900 kHz = 0,2 V)

## Závěr

CVŘ řešilo v letech 2019 až 2022 problematiku použití technologie Cold Spray při opravách komponent JE a použití metody NEWS pro detekci trhlin v potrubí. Vývoj, který bude zakončen v roce 2022 ukázal následující:

- Technologie CS se ukazuje jako perspektivní opravárenská technologie. Výhodou této technologie je, že nevytváří v substrátu tepelně ovlivněnou zónu, povlak má nízkou pórovitost a je dobře prozvučitelný pro zkoušení metodou UT. Tato technologie může být použita při zhotovování vnějších ochranných vrstev, vnitřních ochranných vrstev jako např. u heterogenních svarových spojů, pro opravy těsnících ploch (po ověření popsaném výše), pro doplňování materiálu apod.
- Metoda NEWS je použitelná na detekci trhlin v potrubí s homogenními svary. V případě JE Temelín ji lze aplikovat na 2. bloku na potrubí osazené snímači systému ACMS.

## Literatura

- [1] BROM, Jaroslav, CHOCHOLOUŠEK, Michal, ŠPIRIT, Zbyněk, *NCK PB28.1 E28.2.3 – Program na ověření materiálových vlastností materiálu povlaků COLD SPRAY po aplikování únavových zkoušek a vlastností povlaků COLD SPRAY při opravách těsnících ploch*, Centrum výzkumu Řež s.r.o., červenec 2022, Technická zpráva, PL4341, rev. 1.
- [2] PARSI, Arash, LAREAU, Jack, GABRIEL, Brian, CHAMPAGNE, Victor. Cold Spray Coatings for Prevention and Mitigation of Stress Corrosion Cracking; *Cold Spray Action Team 2012*.
- [3] CAVALIERE, P., SILVELLO, A., CINCA N., CANALES, H., DOSTA, S., GARCIA CANO, I., GUILMANY, J. M. Microstructural and fatigue behavior of cold sprayed Ni-based superalloys coatings. *Surface & Coatings Technology*, 2017, vol. 324, pp. 390-402.
- [4] ROKNI, M. R., WIDENER, C. A., OZDEMIR, O. C., CRAWFORD, G. A. Microstructure and me-mechanical properties of cold sprayed 6061 Al in As-sprayed and heat treated condition, *Surface & Coatings Technology*, 2017, vol. 309, pp. 641-650.
- [5] MURRAY, J. W., ZUCCOLI, M. V., HUSSAIN, T. Heat Treatment of Cold-Sprayed C355 Al for Re-pair: Microstructure and Mechanical Properties. *J. Therm. Spray Tech.*, 2018, vol. 27, pp. 159-168. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11666-017-0665-z>
- [6] BROM, Jaroslav, PATERA, Jan, *NCK-DP28.2 E28.2.1 – Požadavky pro Vývoj a ověření metodiky pro měření hlavního cirkulačního potrubí a přípojných potrubí až po první uzavírací armaturu JE Temelín metodou NEWS*, Centrum výzkumu Řež s.r.o., únor 2022, Technická zpráva, PL4340, rev. 0.