

OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①① Número de publicación: **2 165 823**

②① Número de solicitud: 200002256

⑤① Int. Cl.⁷: G01N 15/08

①②

SOLICITUD DE PATENTE

A1

②② Fecha de presentación: **15.09.2000**

④③ Fecha de publicación de la solicitud: **16.03.2002**

④③ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
16.03.2002

⑦① Solicitante/s: **Consejo Superior de
Investigaciones Científicas
Serrano, 117
28006 Madrid, ES
Iberdrola**

⑦② Inventor/es: **Sacedón Adelantado, José Luis;
Santamera Gago, Eduardo;
Díaz Muñoz, Marcos;
Moya Corral, José Serafín;
Román García, Elisa;
Pérez Ramírez, Ángel Samuel y
Remartínez Zato, Begoña**

⑦④ Agente: **No consta**

⑤④ Título: **Procedimiento y dispositivo para medir la resistencia la hidruración de tubos y vainas tubulares.**

⑤⑦ Resumen:
Procedimiento y dispositivo para medir la resistencia la hidruración de tubos y vainas tubulares. Consiste en medir la permeación de hidrógeno en tubos mediante espectrometría de masas, para lo cual se inserta el tubo en un equipo de alto o ultra alto vacío en el cual se encuentra un espectrómetro de masas y un medidor de presión total; por el interior del tubo se hace circular H₂, o mezclas de H₂ con gases inertes, a la presión parcial requerida; el tubo se calienta y se observa la aparición de H₂ en el exterior del tubo determinándose su flujo a través del tubo y su tiempo de aparición, llamado tiempo de permeación, a partir de las de las curvas de permeación, determinando asimismo, el tiempo de aparición de la primera microgrieta.

ES 2 165 823 A1

DESCRIPCION

Procedimiento y dispositivo para medir la resistencia a la hidruración de tubos y vainas tubulares.

Sector de la técnica

Medición de la resistencia a la hidruración de tubos y vainas tubulares de elementos metálicos, aleaciones metálicas y cualquier otro material con y sin recubrimientos protectores.

Estado de la técnica

La hidruración de componentes industriales metálicos es una de las causas de su fragilización y de su rotura catastrófica por formación de grietas. Dicho proceso tiene lugar en componentes en contacto con agua a presión y a alta temperatura, y también cuando se maneja o se produce hidrógeno como consecuencia de un proceso secundario.

Un caso conocido desde hace algunos años es la hidruración de las vainas tubulares de combustible en los núcleos de los reactores nucleares, la cual se produce desde el interior de la vaina, como consecuencia de un fallo primario en la soldadura de cierre de la misma. Hasta ahora la medida de la resistencia a la hidruración de metales y aleaciones se realiza mediante termogravimetría y estudios morfológicos de procesos de hidruración en autoclave de trozos de material, lo cual representa en algunos casos, como en el de la hidruración de vainas de combustible, unas condiciones de trabajo distintas de aquellas en las que se produce la hidruración del componente.

La determinación de la resistencia a la hidruración de estos componentes tubulares resulta de especial relevancia económica, ya que la elección apropiada del componente permitiría reducir las paradas de los reactores comerciales debidas al comentado fallo secundario. Esta posible mejora permitirá además un mayor aprovechamiento del combustible al hacerlo más robusto y una disminución de la masa de residuos nucleares de alta actividad para igual energía generada. Al eliminar un origen de fuga de componentes en el agua del reactor disminuiría la dosis de radiación recibida por el personal de mantenimiento y por el que tenga que realizar operaciones en la zona de intercambio.

Descripción de la invención

Esta memoria solicita la patente de un nuevo procedimiento y equipo, diseñado y construido respectivamente, por primera vez, para la determinación de la resistencia a la hidruración de componentes industriales tubulares.

El proceso y dispositivo para medir la resistencia a la hidruración de tubos y vainas tubulares de elementos metálicos, aleaciones metálicas y cualquier otro material con y sin recubrimientos protectores en que consiste la invención es el siguiente:

- I) *Un nuevo procedimiento para determinar la resistencia a la hidruración, a distintas temperaturas, de tubos metálicos y de otros materiales con o sin recubrimientos protectores*

El procedimiento consiste en medir la permeación de hidrógeno en tubos mediante espectrometría de masas, para lo cual se inserta el tubo en un

equipo de alto o ultra alto vacío en el cual se encuentra un espectrómetro de masas y un medidor de presión total; por el interior del tubo se hace circular H_2 , o mezclas de H_2 con gases inertes, a la presión parcial requerida. El tubo se calienta por efecto Joule y se observa la aparición de H_2 en el exterior del tubo mediante el espectrómetro de masas o el medidor de presión total, determinándose su flujo a través del tubo y su tiempo de aparición, llamado tiempo de permeación, a partir de las de las curvas de permeación Fig 1.

También se determina el tiempo de aparición de la primera microgrieta, detectada por una subida brusca de las presiones totales, Fig. 2, o parcial de H_2 en el equipo de alto o ultra alto vacío. Esto permite además la obtención de muestras justo con la iniciación del proceso de rotura muy apropiadas para el estudio de su formación. El sistema permite además la aplicación de tensiones y compresiones longitudinales. La medida del tiempo de permeación y tiempo de aparición de la primera microgrieta dan dos medidas de la resistencia del tubo a la hidruración. Las curvas de presiones totales, Fig. 3, o parciales, Fig. 4, correspondientes al flujo de H_2 , así como las de permeación, Fig. 1, también permiten la comparación del proceso de hidruración entre diferentes tubos. El concepto también sirve para la permeación de tubos desde el exterior al interior, teniendo sólo que cambiar la posición de los detectores a una cámara de ultra alto vacío conectada al interior del tubo.

- II) *El equipo construido por primera vez para realizar dicho procedimiento*

El equipo (Fig. 5) consiste en una cámara de ultra alto vacío con cierres especiales adaptados al diámetro exterior del tubo, flexibles para absorber dilataciones y eléctricamente aislados. En la cámara se encuentra el espectrómetro de masas, y el medidor de presiones totales. El caldeo de la muestra se realiza por efecto Joule y el control de temperatura por un conjunto de termopares y módulos de control. La línea de gases para circular H_2 permite mantener la pureza del gas igual o mejor que 99.9999 partes por 100 molar. El espectrómetro de masas, así como la línea de gases están controlados por un ordenador. Tanto el equipo como los programas de control y medida se han diseñado y construido para este procedimiento, ya que no existe ningún equipo comercial con este objetivo, ni ninguno otro que fuese adaptable.

El método de caldeo aquí seguido es el directo, haciendo pasar la corriente a través del tubo. Este método reduce al mínimo el efecto de desgasificación de otros componentes y puede utilizarse como alternativa cualquier método indirecto. En nuestro caso el tubo es calentado por corriente alterna para evitar efectos de electro-migración. También puede usarse continua en aquellos casos en que dicho fenómeno no sea previsible.

En el dispositivo actual, uno de los extremos de la muestra esta sujeto mediante una terminación flexible de la cámara de ultra alto vacío del sistema, lo cual permite, mediante un dispositivo mecánico, compensar la compresión longitudinal

debida a la presión atmosférica. Este mecanismo permite también aplicar tensiones longitudinales tensoras y compresoras al tubo.

Descripción de las figuras

Fig. 1 Curva de permeación y determinación del tiempo de permeación.

Fig. 2 Determinación del tiempo de deformación de microgrieta.

Fig. 3 Curva de flujo de presión total.

Fig. 4 Curva de flujo de presiones parciales.

Fig. 5 Esquema del dispositivo para medida de la resistencia a la hidruración de tubos.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para medir la resistencia la hidruración de tubos y vainas tubulares **caracterizado** porque consiste en medir la permeación de hidrógeno en tubos mediante espectrometría de masas, para lo cual se inserta el tubo en un equipo de alto o ultra alto vacío en el cual se encuentra un espectrómetro de masas y un medidor de presión total; por el interior del tubo se hace circular H_2 , o mezclas de H_2 con gases inertes, a la presión parcial requerida; el tubo se calienta por efecto Joule y se observa la aparición de H_2 en el exterior del tubo mediante el espectrómetro de masas o el medidor de presión total, determinándose su flujo a través del tubo y su tiempo de aparición, llamado tiempo de permeación, a partir de las de las curvas de permeación, determinando asimismo, el tiempo de aparición de la primera microgrieta, detectada por una subida brusca de las presiones totales, o parcial de H_2 , en el equipo de alto o ultra alto vacío.

2. Procedimiento inverso al reivindicado en 1 **caracterizado** porque el interior del tubo se conecta a la cámara de ultra alto vacío y se hidrura el tubo desde el exterior.

3. Dispositivo para medir la resistencia la hidruración de tubos y vainas tubulares **caracterizado** porque consiste en una cámara de ultra alto vacío con cierres especiales adaptados al diámetro exterior del tubo, flexibles para absorber dilata-

ciones y eléctricamente aislados; en la cámara se encuentra el espectrómetro de masas, y el medidor de presiones totales; el caldeo de la muestra se realiza por efecto Joule y el control de temperatura por un conjunto de termopares y módulos de control.

4. Dispositivo según reivindicación 3 **caracterizado** porque el espectrómetro de masas, así como la línea de gases están controlados por un ordenador.

5. Dispositivo según reivindicación 3 **caracterizado** porque el método de caldeo es directo, haciendo pasar la corriente a través del tubo.

6. Dispositivo según reivindicación 3 **caracterizado** porque puede utilizarse como alternativa cualquier método indirecto de caldeo.

7. Dispositivo según reivindicación 3 **caracterizado** porque el tubo es calentado por corriente alterna para evitar efectos de electro-migración.

8. Dispositivo según reivindicación 3 **caracterizado** porque el tubo es calentado por corriente continua.

9. Dispositivo según reivindicación 3 **caracterizado** porque uno de los extremos de la muestra está sujeto mediante una terminación flexible de la cámara de ultra alto vacío del sistema, lo cual permite, mediante un dispositivo mecánico, compensar la compresión longitudinal debida a la presión atmosférica.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

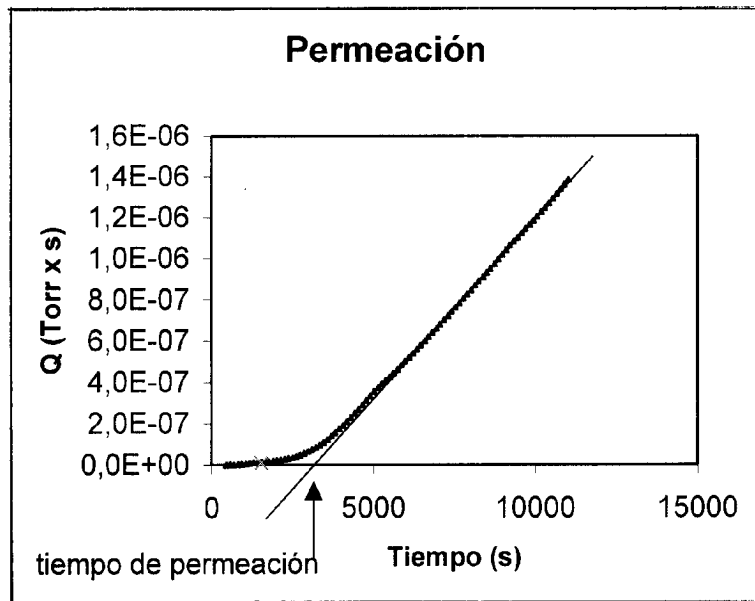


Fig.1

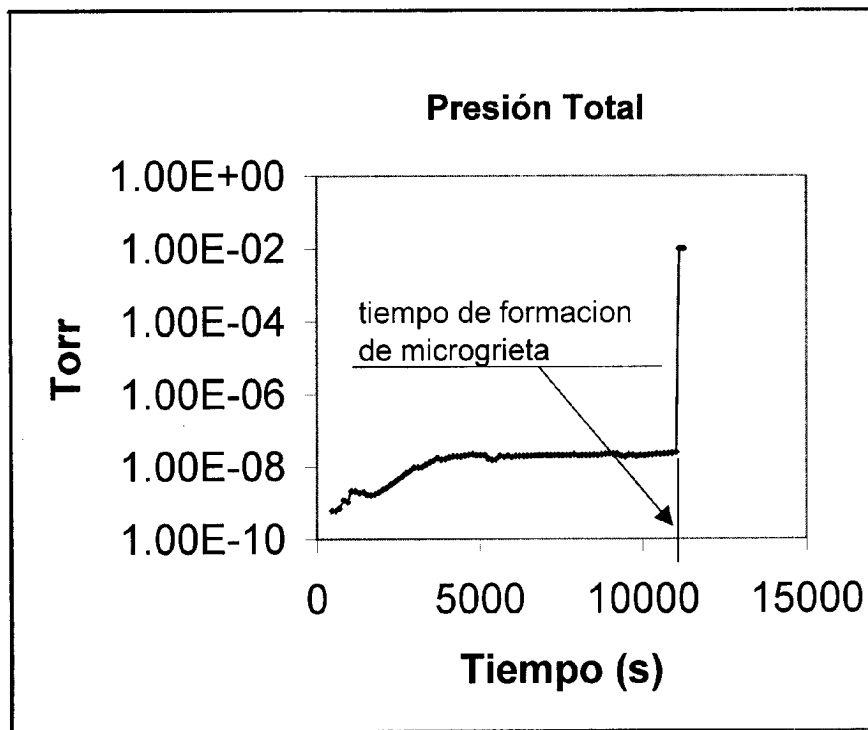


Fig. 2

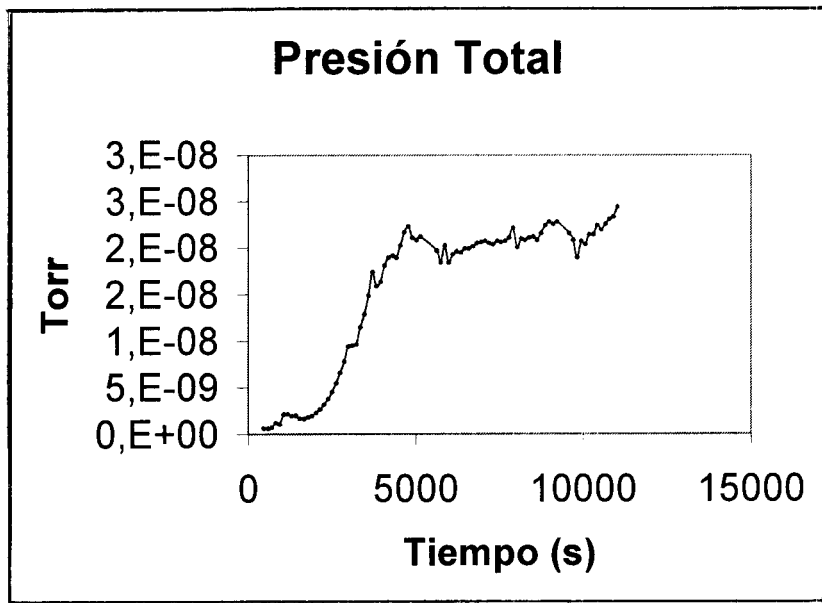


Fig.3

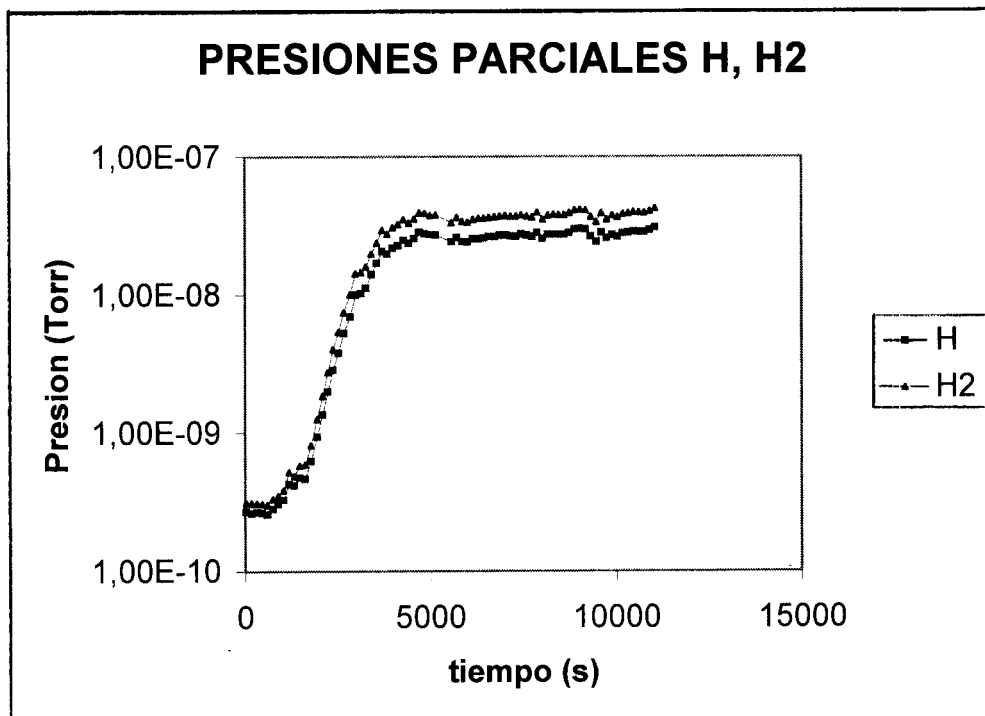


Fig.4

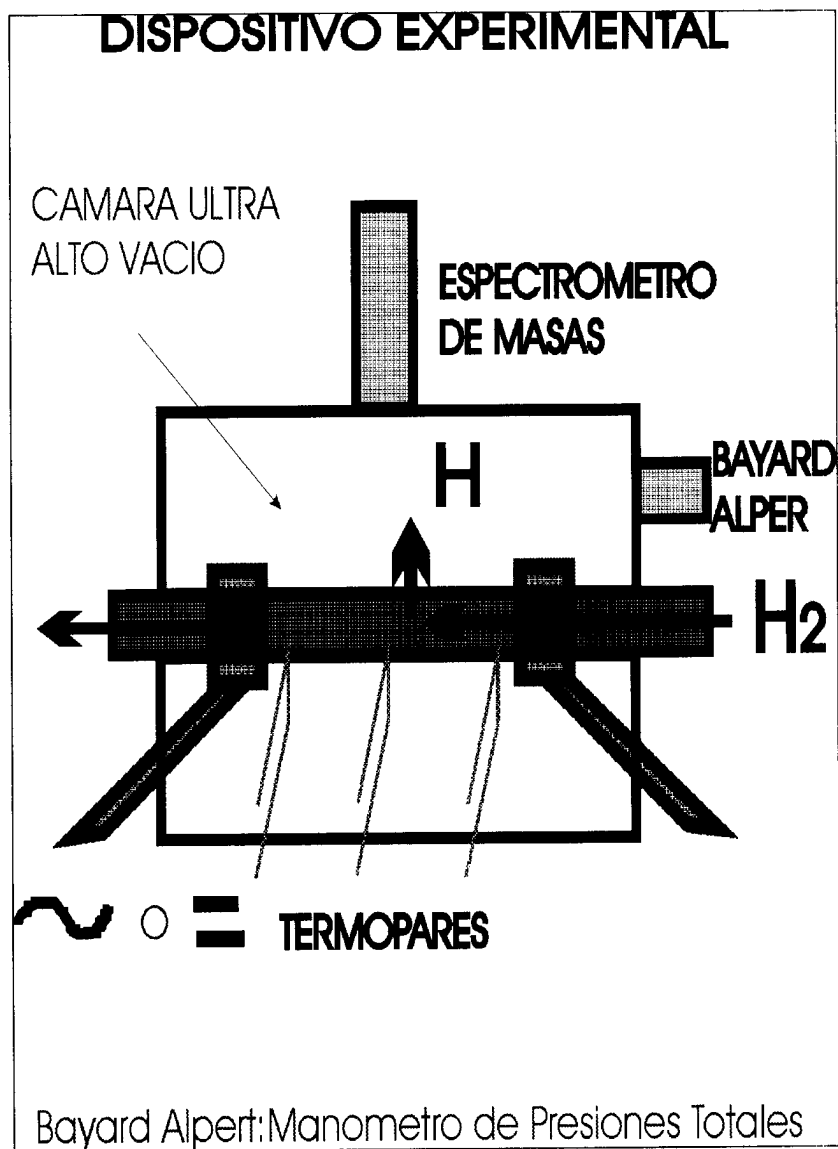


Fig.5



INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.⁷: G01N 15/08

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	US 6067844 A (WESTBROOK et al.) 30.05.2000, columna 6, línea 1 - columna 7, línea 30; columna 8, líneas 9-35; figuras 2,4.	1-9
Y	US 3180133 A (RAHME) 27.04.1965, columna 2, línea 42 - columna 4, línea 14; columna 6, líneas 6-10; figura 1.	1-9
Y	BASE DE DATOS WPI (Derwent Publications Ltd.) & SU 569910 A, semana 27-1978. AN: 1978-49340A, resumen.	1-9

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe

02.01.2002

Examinador

J. Olalde Sánchez

Página

1/1