



UNIVERSIDAD  
DE ALMERÍA

**Influencia de las condiciones ambientales del circuito  
primario de reactores PWR en la vida a fatiga del acero  
inoxidable austenítico A304L**

Junio de 2021

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

TESIS DOCTORAL

**Influencia de las condiciones ambientales del circuito primario de reactores PWR en la vida a fatiga del acero inoxidable austenítico A304L**

***Influence of environmental conditions in fatigue life of austenitic stainless steel A304L in PWR primary circuit***

Autor:

Sergio Arrieta Gómez

Directores:

Dr. Francisco Javier Perosanz López (CIEMAT)  
Dr. Manuel Pérez García (Universidad de Almería)

Programa de Doctorado en Tecnología de Invernaderos e Ingeniería Industrial y Ambiental

Junio de 2021

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

**Fe de erratas:**

Tesis: “Influencia de las condiciones ambientales del circuito primario de reactores PWR en la vida a fatiga del acero inoxidable austenítico A304L”.

Una vez finalizado el periodo de depósito de la Tesis Doctoral, se han advertido ciertos errores que se detallan a continuación:

1. Página 65: Corrección de la Tabla 5.3.

	Dirección	Posición	Tamaño de grano (G)
304L	Transversal	Superficie	2-3
		Núcleo	3-4
	Longitudinal	Superficie	2
		Núcleo	3

Tabla 5.3: Tamaño de grano del material en bruto [165].

2. Página 66: Corrección de la Tabla 5.4 y del párrafo anterior.

El tamaño de grano varía entre 2 y 3.

Plano	Intersecciones/mm ( $\overline{N_L}$ )	Desviación típica (s)	Intervalo de incertidumbre (95% CI)	Precisión relativa (% RA)	Tamaño de grano (G)
TL	8	0.76	0.636	6.576	3.260
LS	8	1.23	1.027	13.017	2.673
TS	7	1.61	1.348	18.755	2.403

Tabla 5.4: Tamaño de grano según ASTM E112-13 (CIEMAT).



«Es más fácil decirle a un axioma “te creo” que  
a una ley física “no te entiendo”».

Pepe Colubi, escritor y humorista

*Ilustres Ignorantes: la ciencia*

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## Agradecimientos:

Como cualquier trabajo de investigación, esta tesis ha sido fruto de la colaboración de muchas personas a las que quiero mostrar mi gratitud y aprecio.

En primer lugar, debo agradecer su trabajo a mis directores. Gracias a Manuel por su apoyo inicial y su colaboración e indicaciones todo este tiempo. Muchas gracias a Paco por toda su entrega y trabajo en esta tesis, siempre aportando ideas creativas y soluciones para cada problema con el que nos hemos encontrado. Ha sido un placer compartir interminables horas de trabajo, reuniones y viajes con él, siempre de buen humor y con un punto de locura genial.

Agradecer especialmente a José Miguel toda la dedicación que ha puesto en este proyecto (por frío que hiciese), su infinita paciencia con nosotros y su buena predisposición y atención. Ha sido un ejemplo siempre.

Me gustaría dar las gracias a Marisa por su buen trabajo, siempre colaborativa y positiva, además de por su cariño. Agradecer a Lola su apoyo y certeros consejos. También, dar las gracias por sus consejos y buen trato diario a Alberto y a Cesar, a quien también debo los análisis Auger.

Gracias a José Luis, Cristóbal y David por su ayuda en la nave durante los innumerables montajes y desmontajes de ensayos, cierres y aperturas de autoclave, cambios y reparaciones. Agradecer a Paco, Juanjo, Amaro y a todo el equipo del taller su trabajo, buen trato y sugerencias. Reconocer a Germán por sus múltiples análisis de elementos finitos. Agradecer a Dani todas las mediciones de rugosidad superficial. Gracias a Gonzalo y a David por su trabajo en la caracterización microestructural, y a Manuel por las horas de SEM que me dedicó. Gracias a Marta y a Antonio por su ayuda con la caracterización mecánica del material.

*Thank you to the JRC people: Theo, Zoltan, Matthias, Stefan, Pekka and Igor; for their warm welcome and attentions during my stay. Special thanks to Radek for his support, training and help in and out the laboratory.*

Gracias a Chus y Nuria por dejarme volver por su laboratorio, sus consejos y ayuda. Agradecer también a Ana que me prestase su microscopio y tratarme como uno más de su equipo. Gracias a Sergio por facilitarme su tomógrafo y por su ayuda en todo lo que le he necesitado.

Por último, porque hay confianza, gracias a mi familia por su cariño, apoyo y ánimo todos estos años que, en la distancia, siempre he sentido cerca. Gracias por acompañarme en este camino de subidas y bajadas.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## Publicaciones:

A continuación, se enumeran las contribuciones más relevantes en las que ha participado el autor a lo largo del desarrollo de esta tesis.

### Publicaciones científicas:

- Cicero, S., Metais, T., Voloshyna, Y., Cuvillez, S., Arrieta, S., and Cicero, R.; "Environmental Fatigue Analysis of Nuclear Structural Components: Assessment Procedures, Loads, and a Case Study". *Metals*. 2020; 10(5):609. <https://doi.org/10.3390/met10050609>
- Bruchhausen, M., Dundulis, G., McLennan, A., Arrieta, S., Austin, T., Cicero, R., Chitty, W.-J., Doremus, L., Ernestova, M., Grybenas, A., Huotilainen, C., Mann, J., Mottershead, K., Novotny, R., Perosanz, F.J., Platts, N., le Roux, J.-C., Spätig, P., Torre Celeizábal, C., Twite, M., and Vankeerberghen, M.; "Characterization of Austenitic Stainless Steels with Regard to Environmentally Assisted Fatigue in Simulated Light Water Reactor Conditions". *Metals*. 2021; 11(2):307. <https://doi.org/10.3390/met11020307>
- Simonovski, I., McLennan, A., Mottershead, K., Gill, P., Platts, N., Bruchhausen, M., Waters, J.L., Vankeerberghen, M., Barrera, G., Arrieta, S., and Novotny, R.; "Calculated Shoulder to Gauge Ratio of Fatigue Specimens in PWR Environment". *Metals*. 2021; 11(3):376. <https://doi.org/10.3390/met11030376>

Índices de impacto de *Metals* (2019): JIF:2.117, Q1 en "Metallurgy & Metallurgical Engineering"; CiteScore: 2.7; SJR: 0.567; H-Index: 28

### Contribución a congresos internacionales:

- Vankeerberghen, M., McLennan, A., Simonovski, I., Barrera, G., Arrieta Gomez, S., Ernestova, M., Platts, N., Scibetta, M., and Twite, M.; "Strain Control Correction for Fatigue Testing in LWR Environments." *Proceedings of the Volume 1: Codes and Standards. Virtual*, Online. August 3, 2020. PVP202-21373, V001T01A014. ASME. <https://doi.org/10.1115/PVP2020-21373>

Índices de impacto de *American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP* (2019): CiteScore: 2.7; SJR: 0.567; H-Index: 28

### Participación en proyecto europeo:

- INCEFA-PLUS: INcreasing Safety in NPPs by Covering gaps in Environmental Fatigue Assessment (2015-2020), financiado por el programa Horizonte 2020 de la Comisión Europea (Grant Agreement nº 662320)

CORDIS: <https://cordis.europa.eu/project/id/662320>

### Ponencias:

- Arrieta, S., Perosanz, F.J., Barcala, J.M., Barrera, G., y Ruiz, M.L. (septiembre, 2019). *Ensayos de vida a fatiga en ambiente PWR en el marco del proyecto INCEFA+*. 45ª Reunión Anual de la Sociedad Nuclear Española, Sesión 05: Diseño y comportamiento de ESC (I), en Vigo, España.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

# Influencia de las condiciones ambientales del circuito primario de reactores PWR en la vida a fatiga del acero inoxidable austenítico A304L

## Índice:

Resumen.....	13
<i>Abstract</i> .....	14
1 Introducción .....	15
2 Justificación .....	23
3 Objetivos .....	27
4 Estado del arte .....	29
4.1 Introducción - <i>Introduction</i> .....	29
4.2 Revisión histórica .....	30
4.3 Fatiga a alto y bajo número de ciclos.....	32
4.1.1 Fatiga a alto número de ciclos.....	34
4.1.2 Fatiga a bajo número de ciclos.....	34
4.4 Enfoques para el análisis de fatiga .....	35
4.5 Deformación cíclica .....	36
4.5.1 Control de deformación: respuesta en tensión .....	36
4.5.2 Evolución de dislocaciones microestructurales durante las cargas cíclicas.....	37
4.6 Iniciación y propagación de grietas a fatiga .....	40
4.6.1 Iniciación de grieta .....	40
4.6.2 Propagación de grieta .....	43
4.6.2.1 Transición entre la etapa de iniciación y de propagación de grieta.....	44
4.6.3 Rotura.....	45
4.7 Química del ambiente PWR .....	45
4.8 Técnicas de análisis .....	49
4.9 Análisis de fatiga asistida por el ambiente.....	51
4.9.1 ASME BPVC Section III .....	52
4.9.2 NUREG/CR-6909 .....	54
4.9.3 ASME Code-Cases.....	55
4.9.4 EN-13445 .....	56
4.9.5 RCC-M.....	58
4.9.6 DCFS.....	58
4.9.7 KTA .....	60
4.9.8 Resumen de metodologías.....	61
5 Desarrollo experimental.....	63

5.1	Introducción - <i>Introduction</i> .....	63
5.2	Material: 304L .....	63
5.2.1	Composición química .....	64
5.2.2	Microestructura.....	65
5.2.3	Propiedades mecánicas.....	68
5.3	Geometría de la probeta .....	69
5.4	Acabados superficiales ensayados .....	71
5.4.1	Probetas pulidas.....	71
5.4.2	Probetas rugosas.....	72
5.4.3	Medición de la rugosidad superficial .....	74
5.5	Ambiente de ensayo.....	78
5.5.1	Descripción de los parámetros.....	78
5.6	Dispositivo para ensayos de fatiga asistida por el ambiente PWR .....	79
5.6.1	Sistema de purificación de agua.....	80
5.6.2	Sistema acondicionador de agua de primario.....	80
5.6.3	Circuito de ensayo.....	81
5.6.4	Control del circuito de agua primaria simulada .....	81
5.6.5	Máquina de ensayos servohidráulica .....	82
5.6.6	<i>Software</i> de monitorización y control de la instalación.....	83
5.7	Alineamiento del sistema de carga .....	84
5.8	Instrumentación por DCPD .....	85
5.9	Ensayos de fatiga asistida por el ambiente .....	86
5.9.1	Control de la deformación en el ensayo .....	88
6	Evaluación de modelos de vida a fatiga .....	93
6.1	Introducción - <i>Introduction</i> .....	93
6.2	Descripción del modelo.....	93
6.3	Ensayos de fatiga asistida por el ambiente (condiciones de reactor PWR) .....	95
6.4	Evaluación del modelo de vida a fatiga asistida por el ambiente.....	101
6.5	Conclusiones.....	103
7	Medición de la velocidad de crecimiento de grieta a fatiga .....	105
7.1	Introducción - <i>Introduction</i> .....	105
7.2	Análisis de la señal de caída de potencial .....	105
7.2.1	Medición del crecimiento de grieta .....	107
7.2.2	Modelo de avance de grieta.....	108
7.2.3	Relación de la señal DCPD con la respuesta mecánica de la probeta.....	111
7.2.4	Estimación del factor de intensidad de tensiones .....	114

7.2.5	Determinación fractográfica de la velocidad de propagación de grieta .....	115
7.3	Cálculo de la velocidad de crecimiento de grieta .....	118
7.3.1	Validación de los resultados del modelo de crecimiento de grieta por fatiga..	120
7.4	Conclusiones.....	124
8	Análisis microestructural de probetas ensayadas a fatiga asistida por el ambiente .....	127
8.1	Introducción - <i>Introduction</i> .....	127
8.2	Microscopía óptica .....	127
8.3	SEM.....	138
8.4	Análisis de capas de óxido por espectroscopia Auger .....	146
9	Conclusiones y trabajo futuro - <i>Conclusions and future work</i> .....	157
	Bibliografía .....	167

## Lista de figuras:

Figura 1.1: Instalaciones nucleares en España [12].	16
Figura 1.2: Estructura de la generación eléctrica peninsular en 2020 [10].	16
Figura 1.3 Vida de las centrales nucleares españolas [19].	17
Figura 1.4: Ilustración con los principales elementos de una central nuclear tipo PWR [21].	18
Figura 1.5: Diagrama para el análisis de vida en competentes de centrales nucleares [22].	19
Figura 1.6: Edad de los reactores en operación en el mundo (01/01/2020) [25].	20
Figura 1.7: Capacidad nuclear instalada para diferentes escenarios de tiempo de vida [26].	20
Figura 2.1: Aplicación de la regla de Miner en la curva de vida a fatiga [55].	24
Figura 2.2: Comparativa entre modelos de curvas a fatiga [3].	25
Figura 4.1: Pequeñas grietas microestructurales por debajo del límite de fatiga [33].	32
Figura 4.2: Curva de vida a fatiga en control por deformación, mostrando la deformación total y sus componentes elástica y plástica [86].	33
Figura 4.3: Representación de las regiones HCF y LCF [89].	34
Figura 4.4: Comparación del comportamiento del acero y el aluminio [90].	35
Figura 4.5: Endurecimiento del acero 304LN para ensayos de fatiga controlados por deformación [91].	36
Figura 4.6: Respuesta cíclica para acero 316L para dos tamaños de grano diferentes [94].	37
Figura 4.7: Diagrama de los diferentes regímenes de la curva tensión-deformación [68].	38
Figura 4.8: Imágenes de PSBs en granos de distinto tamaño: a) grano fino; b) grano grueso (316L) [95].	38
Figura 4.9: Ciclos de tensión-deformación y sus respectivas estructuras de dislocaciones (para un cristal de Cu). a) estructura venosa; b) estructura PSB (disuelve las venas); c) estructura de laberinto [32].	39
Figura 4.10: Microestructura del acero 304L a 300 °C: a) dislocación plana; b) canales y venas; c) estructura PSBs [98].	39
Figura 4.11: Diferentes etapas de la propagación de grieta [103].	40
Figura 4.12: Esquema de las bandas en la superficie: a) tensión estática; b) tensión cíclica; c) formación de las parejas extrusión-intrusión por fatiga [86].	41
Figura 4.13 Efecto de los bordes de grano en aleaciones de aluminio [33], [105].	42
Figura 4.14: Distribución de grietas durante ensayos de fatiga de acero 304L sometido a control por deformación con una amplitud de 0.3%, $N_f = 25000$ ciclos [112].	43
Figura 4.15: Diagrama de Kitagawa-Takahashi [80] mostrando la relación entre el rango de tensiones y la longitud de grieta [86].	44
Figura 4.16: Diferentes fases de la vida a fatiga y sus correspondientes factores de intensidad de tensiones [33].	44
Figura 4.17: Diferentes escenarios del crecimiento de grieta por fatiga [33].	45
Figura 4.18: Esquema de los circuitos primario y secundario de un reactor PWR y sus materiales de construcción [116].	46
Figura 4.19: Esquema de la problemática para alcanzar las condiciones químicas óptimas [117].	47
Figura 4.20: Diagramas de estabilidad de fase (Pourbaix) para un sistema Fe-Ni-Cr en agua a 25 °C y a 300 °C [119].	48
Figura 4.21: Conjunto típico de imágenes SEM y EBSD, de izquierda a derecha: mapa IPF ( <i>inverse pole figure</i> ) -colorea las distintas orientaciones cristalinas-, mapa en calidad de imagen (IQ), GROD ( <i>grain reference orientation deviation</i> ) y KAM ( <i>kernel average misorientation</i> ), que describen la desorientación de la estructura [123].	50

Figura 4.22: a) plano de la observación de grietas en acero 302: b) reconstrucción 3D de una grieta superficial obtenida por segmentación manual con microtomografía de rayos X; c) combinación de a) y b) [127].	51
Figura 4.23: Factores $F_{en}$ para acero inoxidable austenítico calculados por distintos métodos [136].	52
Figura 4.24: Recta de Goodman y dominio elástico en el sistema de coordenadas de tensión media frente a tensión alterna [133].	53
Figura 4.25: Nivel de esfuerzo medio cubierto por la curva de fatiga anterior de ASME C [133].	54
Figura 4.26: Curva a fatiga propuesta en el Code-Case N-791 [141].	56
Figura 4.27: Curvas de fatiga para componentes sin soldadura [144].	57
Figura 4.28 Construcción de la curva S-N según la propuesta de DCFs [35].	60
Figura 5.1: Muestra de la placa de material base.	65
Figura 5.2: Microestructura del inoxidable 304L para la determinación del tamaño de grano de la aleación.	66
Figura 5.3: Distribución de longitudes de grano en función de los tres planos principales.	67
Figura 5.4: Detalle del material e inclusiones (plano TL).	67
Figura 5.5: Curvas de tracción de distintos aceros (304L CLI, 316L CLI y 304L THY) a temperatura ambiente, 150 °C y 300 °C [166].	68
Figura 5.6: Probeta plana de tracción 304L (CIEMAT).	68
Figura 5.7: Ensayos de tracción para acero 304L (CIEMAT).	69
Figura 5.8: Probetas para fatiga de bajo número de ciclos [170].	69
Figura 5.9: Probeta diseñada para ensayos de fatiga asistida por ambiente PWR.	70
Figura 5.10 Rugosímetro Taylor Hobson (CIEMAT).	71
Figura 5.11: Medida de la rugosidad de una probeta pulida (CI2).	72
Figura 5.12: Probeta pulida (CI14).	72
Figura 5.13: Medida de la rugosidad en probeta rugosa (CI3).	73
Figura 5.14: Distribución de rugosidades medidas.	75
Figura 5.15: Esquema de la curva de Abbott-Firestone para obtener parámetros de textura superficial [173].	75
Figura 5.16: Curvas de Abbott-Firestone para las probetas medidas de los dos acabados superficiales: pulido (izq.) y rugoso (dch.).	76
Figura 5.17: Representación de los valores obtenidos del análisis de las curvas de Abbott-Firestone (probetas pulidas a la izquierda, probetas rugosas a la derecha).	77
Figura 5.18: Factor de forma ( $r_{peak}$ , $r_{valley}$ ) para la comparación directa entre ambos acabados.	77
Figura 5.19: Esquema del circuito de ensayos (CIEMAT).	80
Figura 5.20: Esquema del sistema de purificación de agua (CIEMAT).	80
Figura 5.21: Diagrama de bloques de circuito de agua a alta presión.	81
Figura 5.22: Monitorización del circuito de agua a alta temperatura y presión (CIEMAT).	82
Figura 5.23: <i>Software</i> de control de ensayo (CIEMAT).	83
Figura 5.24: Esquema del sistema de control y medida del ensayo (CIEMAT).	83
Figura 5.25: Colocación de cuatro galgas extensométricas en el centro de cada cara de la probeta de sección cuadrada (espaciado 90°) [174].	84
Figura 5.26: Diseño de probeta de alineamiento.	84
Figura 5.27: .Esquema de instalación DCPD (en la imagen, tren de probetas tipo CT) (CIEMAT).	85
Figura 5.28: Esquema de instrumentación DCPD en probetas de fatiga.	86
Figura 5.29: Nomenclatura relacionada con la forma de la onda [177].	87

Figura 5.30: Tensión frente a número de ciclos y caída de carga (criterio de fallo: $x=25\%$ ).....	87
Figura 5.31: Esquema de la relación entre hombros (LVDT) y longitud calibrada (GL) en la geometría de probeta utilizada.....	89
Figura 5.32: Relación entre extensómetro y LVDT a temperatura ambiente. ....	89
Figura 5.33: Modelo FEM para probeta de fatiga (CIEMAT). ....	90
Figura 5.34: Relación entre el desplazamiento de los hombros y la deformación en la longitud calibrada (CIEMAT).....	90
Figura 5.35: Instalación de la probeta (con DCPD) y el LVDT.....	91
Figura 6.1: Tensión máxima de los ciclos a lo largo del ensayo CI15 y la caída de tensión $N_{25}$ . .	96
Figura 6.2: Ciclos de histéresis tensión-deformación para mitad de vida a fatiga y vida a fatiga de la probeta CI15. ....	96
Figura 6.3: Tensión máxima de los ciclos a lo largo del ensayo CI13 y la caída de tensión $N_{25}$ .	97
Figura 6.4: Curvas de tensión máxima por ciclo para ensayos con distinto acabado superficial. ....	97
Figura 6.5: Curvas de tensión máxima por ciclo para ensayos con <i>hold time</i> y sin <i>hold time</i> . ....	98
Figura 6.6: Gráfica de ensayos de fatiga ( $F_{en}=4.57$ ) y curvas del NUREG/CR-6909.....	99
Figura 6.7: Datos del proyecto INCEFA+ para ensayos realizados al aire (azul) y en condiciones PWR ( $F_{en}=4.57$ ) (rojo), junto con las curvas del NUREG/CR-6909 al aire y PWR [188]. ....	99
Figura 6.8: Gráfica de ensayos de fatiga ( $F_{en}=2.68$ ) y curvas del NUREG/CR-6909.....	100
Figura 6.9: Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=4.57$ ), ajuste de datos experimentales y curvas del NUREG/CR6909.....	101
Figura 6.10: Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=4.57$ ), ajuste de datos experimentales según el acabado superficial y curvas del NUREG/CR6909 (aire y PWR). ....	102
Figura 6.11 Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=2.68$ ), ajuste de datos experimentales y curvas del NUREG/CR6909.....	103
Figura 7.1: Señal de caída de potencial DCPD de la probeta (negro) y de la probeta de referencia (azul).....	107
Figura 7.2: Señal DCPD corregida, donde se aplica la señal producida por el ciclo mecánico, así como el criterio para determinar el instante de crecimiento de grieta constante. ....	108
Figura 7.3: Modelo de superposición de círculos [201]. ....	109
Figura 7.4: Esquema de crecimiento de grieta principal y reducción de la sección resistente en un ensayo de fatiga. ....	109
Figura 7.5: Esquema y representación gráfica del modelo de crecimiento de grieta con perfil semicircular y radio constante R. ....	110
Figura 7.6: Superficie de fractura en lupa binocular.....	110
Figura 7.7: Evolución del perfil de la grieta en probetas cilíndricas en el modelo desarrollado [202]. ....	111
Figura 7.8 Gráfica de la señal de caída de potencial ciclo a ciclo, su promedio, junto con la evolución de los máximos de tensión por ciclo sobre el esquema de etapas de desarrollo de grietas asistidas por el ambiente, propuesto por R. Staehle [107], [210]. ....	111
Figura 7.9: Evolución del módulo de elasticidad y tensión máxima por ciclo (izquierda) y recalculada para considerar la reducción de sección por el avance de grieta.....	113
Figura 7.10: Estimación de la longitud de grieta en función del número de ciclos según la señal de DCPD y el modelo aplicado. ....	113
Figura 7.11: Esquema de la evolución de crecimiento de grieta de fatiga: a) grietas cortas en función de la fracción de vida; b) velocidad de crecimiento en función de la profundidad de grieta [66]. ....	114

Figura 7.12: Representación de la velocidad de crecimiento de grieta obtenida mediante el modelo en función del incremento del factor de intensidad de tensiones en cada ciclo. ....	115
Figura 7.13: Imagen SEM de superficie de fractura y media del espaciado entre estriaciones (CGR (mm/s)).....	116
Figura 7.14: Detalle de zonas con morfología aparentemente intergranular y de cuasi-clivaje transcristalino.....	117
Figura 7.15: Detalle de estriaciones y marca de arrastre de precipitados en la superficie de fractura.....	117
Figura 7.16: Velocidad de crecimiento de grieta (CGR) en función de la longitud de grieta final. ....	119
Figura 7.17: Velocidades de crecimiento de grieta frente a la amplitud de deformación y en función de la rugosidad superficial. ....	119
Figura 7.18: Velocidad de crecimiento de grieta (CGR) frente a factor de agudeza superficial de los valles. ....	120
Figura 7.19: Representación CGR(air) y CGR(water) de los resultados obtenidos por fractografía y caída de potencial comparados con las expresiones de ASME. ....	121
Figura 7.20: Datos de velocidad de crecimiento de grieta por fatiga en PWR, de distintos autores [224], [225]. ....	122
Figura 7.21: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD + fractografía) en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 (probetas cilíndricas pulidas) [66]. ....	122
Figura 7.22: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD + fractografía) en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 (probetas CT) [66]. ....	123
Figura 7.23: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909: probetas cilíndricas (izquierda) y probetas CT (derecha) [66]. ....	123
Figura 7.24: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD) en probetas ensayadas a alta velocidad de deformación comparadas con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 [66]. ....	124
Figura 8.1: Microscopio óptico (CSIC-CENIM). ....	128
Figura 8.2: Superficie de fractura probeta CI1. ....	128
Figura 8.3: Detalle de inicio de grieta CI1. ....	129
Figura 8.4: Superficie de fractura probeta CI6. ....	129
Figura 8.5: Superficie de fractura probeta CI12. ....	130
Figura 8.6: Detalle de inicio de grieta CI12. ....	130
Figura 8.7: Serie de superficies de fractura (varias probetas). ....	131
Figura 8.8: Embudidora (izq.) y pulidora (dch.) para preparación metalográfica (CIEMAT).....	132
Figura 8.9: Vista general y en detalle de las grietas en el interior de la longitud calibrada (CI14). ....	132
Figura 8.10. Imágenes de la probeta antes (izq.) y después (dch.) del ataque con ácido nítrico (CI21). ....	132
Figura 8.11: Detalle de progresión de las grietas (transgranular e intergranular) (CI14). ....	133
Figura 8.12: Desorientación en grieta transgranular (CI14) (CIEMAT).....	133
Figura 8.13: Maclas, bandas de deslizamiento e inclusiones (CI14). ....	134
Figura 8.14: Coalescencia de grietas (CI17).....	135
Figura 8.15: Desorientación en frente de grieta transgranular (CI17) (CIEMAT).....	135
Figura 8.16: Sección longitudinal de probeta rugosa (CI10). ....	136
Figura 8.17: Desorientación superficial y grieta en probeta rugosa (CI10).....	136
Figura 8.18: Matriz del acero después del ensayo (CI17). ....	137
Figura 8.19: Imagen TAC mediante rayos X (CI21) (Univ. de Cantabria).....	138
Figura 8.20: Corte axial (CI21). ....	138

Figura 8.21: Superficie de fractura (CI22). .....	139
Figura 8.22: Estriaciones (izq.), precipitados de óxido e inclusión (dch.) (CI11).....	139
Figura 8.23: Capa de óxido formada en aceros inoxidable austeníticos en ambiente LWR [111]. .....	139
Figura 8.24: Crecimiento de grieta, distinto espaciado entre estriaciones (CI11). .....	140
Figura 8.25: Identificación de inicio de grieta (CI20).....	140
Figura 8.26: Diferencia entre inicio de grieta en probetas rugosas y pulidas a baja deformación (0.3%). .....	141
Figura 8.27: Diferencia entre inicio de grieta en probetas rugosas y pulidas a alta deformación (0.6%). .....	142
Figura 8.28: Inicio de grieta aislado (CI15). .....	143
Figura 8.29: Coalescencia de grietas (CI15).....	143
Figura 8.30: Estriaciones y microgrietas (CI18). .....	144
Figura 8.31: Facetas (CI15). .....	144
Figura 8.32: Clivaje y deslizamiento planar (CI20). .....	145
Figura 8.33: Inclusiones de titanio y aluminio (CI15). .....	145
Figura 8.34: Inclusiones no metálicas de MnS (CI15).....	146
Figura 8.35: Representación de la capa de óxido (304L, 340 °C ambiente simulado PWR, 500 h de exposición). a) Acabado pulido; d) Acabado rugoso [229]. .....	147
Figura 8.36: Microscopio electrónico Auger Perkin-Elmer (CIEMAT). .....	148
Figura 8.37: Superficie analizada para obtener el perfil de concentración de elementos por espectroscopia Auger (CIEMAT).....	149
Figura 8.38: Comparación entre concentraciones de elementos y coeficientes de difusión de distintas probetas.....	151
Figura 8.39: Relación entre los espesores de las capas de óxido y la duración de los ensayos en horas (izq.) y en ciclos (dch.). .....	154
Figura 9.1 Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=4.57$ ), ajuste de datos experimentales y curvas NUREG/CR6909. ....	158
Figura 9.2: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD) en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 [66]: probetas cilíndricas (izquierda) y probetas CT (derecha). .....	159
Figura 9.3: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD) en probetas ensayadas a alta velocidad de deformación comparadas con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 [66]. .....	160

#### Lista de tablas:

Tabla 1.1: Reactores en operación en España (2020) [20].....	17
Tabla 5.1: Composición típica de los aceros austeníticos más comunes [164]. .....	64
Tabla 5.2: Composición química del material AISI 304L [166]. .....	65
Tabla 5.3: Tamaño de grano del material en bruto [166]. .....	65
Tabla 5.4: Tamaño de grano según ASTM E112-13 (CIEMAT).....	66
Tabla 5.5: Características del acero 304L a tracción [166].....	68
Tabla 5.6: Geometría de la probeta de fatiga comparada con los requisitos establecidos en las normas sobre fatiga: ASTM E606 [170] e ISO 12106 [171]. .....	70
Tabla 5.7: Medida de rugosidad superficial de las probetas de fatiga. ....	74
Tabla 5.8: Condiciones ambientales de ensayo. ....	78
Tabla 5.9: Matriz de ensayos de fatiga asistida por el ambiente.....	88
Tabla 5.10: Relación entre longitud entre hombros/longitud calibrada calculada para todas las probetas ensayadas.....	91

Tabla 6.1: Resumen de las condiciones de ensayo. ....	94
Tabla 6.2: Resultados de los ensayos en ambiente PWR y 0.01%/s (Fase I y Fase II, $F_{en}=4.57$ )..	98
Tabla 6.3: Resultados de los ensayos en ambiente PWR y 0.1%/s (Fase III, $F_{en}=2.68$ ). ....	100
Tabla 6.4: Factores ambientales obtenidos experimentalmente. ....	102
Tabla 6.5: Factores ambientales obtenidos experimentalmente (alta velocidad deformación). .....	103
Tabla 6.6: Resumen de factores ambientales estimados experimentalmente.....	104
Tabla 7.1: Velocidades de crecimiento de grieta calculadas mediante la señal DCPD. ....	118
Tabla 7.2: Velocidades de crecimiento de grieta ( $F_{en}=2.68$ ) calculadas mediante la señal DCPD. .....	124
Tabla 8.1 Condiciones de ensayo en probetas analizadas por AES.....	148
Tabla 9.1: Resumen de factores ambientales estimados experimentalmente.....	158
Tabla 9.2 Factores ambientales en función del acabado superficial obtenidos experimentalmente.....	159

### Abreviaturas:

AES	<i>Auger electron spectroscopy</i>
ASME	American Society of Mechanical Engineers
ASTM	American Society for Testing and Materials
BPVC	Boiler and Pressure Vessel Code
BWR	<i>Boiling Water Reactor</i> (reactor de agua en ebullición)
CIEMAT	Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas
CGR	<i>Crack growth rate</i> (velocidad de crecimiento de grieta)
CSN	Consejo de Seguridad Nuclear
CT	<i>Compact Tensile specimen</i>
CUF	<i>Cumulative usage factor</i>
DCFS	Design Committee on Fatigue Strength (Japón)
DCPD	<i>Direct current potential drop</i> (caída de potencial de corriente continua)
DOE	Department of Energy (EE. UU.)
DoE	<i>Design of Experiments</i> (Diseño de Experimentos)
DOI	<i>Digital Object Identifier</i>
EAF	<i>Environmentally-assisted fatigue</i> (fatiga asistida por el ambiente)
EBSD	<i>Electron backscatter diffraction</i> (difracción de electrones retrodispersados)
ECAFM	<i>Electrochemical atomic force microscope</i> (microscopía de fuerza atómica electroquímica)
EDF	Électricité de France
EDX	<i>Energy Dispersive X-ray</i> (espectroscopia de dispersión de rayos X)
EPR	European Pressurized Reactor
EPRI	Electric Power Research Institute (EE. UU.)
FCC	<i>Face-centered cubic</i> (estructura cúbica centrada en las caras)
FEA	<i>Finite Element Analysis</i>
FEM	<i>Finite Element Model</i>
FPGA	<i>Field-programmable gate array</i>
Gen-II/Gen-III	Reactores de Generación II/III
GROD	<i>Grain reference orientation deviation</i>
HCF	<i>High-cycle fatigue</i> (fatiga a alto número de ciclos)
IASCC	<i>Irradiated assisted stress corrosion cracking</i> (corrosión bajo tensión asistida por irradiación)
IEA	International Energy Agency

IGSCC	<i>Intergranular stress corrosion cracking</i> (corrosión bajo tensión intergranular)
IQ	<i>Image quality</i>
IPF	<i>Inverse pole figure</i>
JNES	Japan Nuclear Energy Safety Organization
JRC	Joint Research Center (Comisión Europea)
JSME	Japan Society of Mechanical Engineers
KAM	<i>Kernel average misorientation</i>
KTA	<i>Kerntechnischer Ausschuss</i> (Alemania)
LCF	<i>Low-cycle fatigue</i> (fatiga a bajo número de ciclos)
LEFM	<i>Linear Elastic Fracture Mechanics</i>
LTO	<i>Long-term operation</i> (operación a largo plazo)
LVDT	<i>Linear variable differential transformer</i>
LWR	<i>Light-water reactor</i> (reactor de agua ligera)
LWRS	Light Water Reactor Sustainability Program
MFM	Microscopía de fuerzas magnéticas
MSC	<i>Microstructurally small cracks</i>
NEA	Nuclear Energy Agency
NI	National Instruments
NRC	<i>Nuclear Regulatory Commission</i> (EE. UU.)
OIM	<i>Orientation Imaging Microscopy</i> (microscopía de imagen orientacional)
PID	Proporcional-Integral-Derivativo
PSBs	<i>Permanent slip bands</i> (bandas de deslizamiento permanentes)
PWR	<i>Pressurized water reactor</i> (reactor de agua a presión)
RCC-M	<i>Regles de Conception et de Construction des Matériels Mécaniques des Îlots Nucleaires PWR</i> (Francia)
RCS	<i>Reactor coolant system</i> (sistema de refrigeración del reactor)
RO	<i>Run out test</i> (ensayo finalizado inadecuadamente o no finalizado)
SCADA	<i>Supervisory Control And Data Acquisition</i>
SCC	<i>Stress corrosion cracking</i> (corrosion bajo tension)
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (microscopio electrónico de barrido)
SFE	<i>Stacking fault energy</i> (energía de falla de apilamiento)
SWT	Smith-Watson-Topper
UPS	<i>Uninterruptible power supply</i> (sistema de alimentación ininterrumpida)

### Símbolos:

a	Longitud de grieta
$a_0$	Longitud inicial de grieta
$a_c$	Longitud crítica de grieta
b	Exponente de resistencia a la fatiga
c	Exponente de ductilidad a la fatiga
C	Constante que depende del material (ley de Paris)
$C_0$	Concentración en la superficie de partida
$C_s$	Concentración final en la superficie final
$C_x$	Concentración a una distancia x
D	Coefficiente de difusión
E	Módulo de elasticidad
$f_e$	Factor de espesor (KTA)
$f_m$	Factor de tensión media (KTA)
$f_s$	Factor de rugosidad superficial (KTA)

F	Factor de forma de la grieta
$F_{en}$	Factor de corrección ambiental
$F_{en-integrated}$	Factor de corrección ambiental integrado
G	Tamaño de grano
Ht	<i>Hold time</i> (tiempo de mantenimiento)
I	Intensidad eléctrica
k	Factor para estimar el desequilibrio entre amplitud de deformación y número de ciclos
K	Factor de intensidad de tensiones
$K_{lc}$	Tenacidad a la fractura
$K_{max}$	Factor de intensidad de tensiones máximo
$K_{min}$	Factor de intensidad de tensiones mínimo
$K_{sf}$	Factor reductor superficial de la fatiga
$K_t$	Factor de concentración de tensiones
L	Longitud media
$M_{r1}/M_{r2}$	Porción de material
n	Constante que depende del material (ley de Paris)
N	Número de ciclos
$N_{25}$	Número de ciclos de vida a fatiga para una caída de tensión máxima del 25%
$N_{air}$	Número de ciclos de vida a fatiga en aire
$N_f$	Número de ciclos hasta el fallo
$N_{f,RTair}$	Número de ciclos de vida a fatiga al aire a temperatura ambiente
$N_{f,water}$	Numero de ciclos de vida a fatiga en agua en las condiciones establecidas
$N_{PWR}$	Número de ciclos de vida a fatiga en ambiente PWR
$N_s$	Número de ciclo de saturación
$N_t$	Número de ciclos de la vida a fatiga de transición
$r_{peak}$	Relación de agudeza superficial relativa de los picos
$r_{valley}$	Relación de agudeza superficial relativa de los valles
R	Resistencia eléctrica
$R_a$	Rugosidad media aritmética
$R_k$	Profundidad de rugosidad central
$R_{pk}$	Altura de pico reducido
$R_{SG}$	Relación entre hombros y longitud calibrada de la probeta
$R_t$	Profundidad total de la rugosidad
$R_{vk}$	Profundidad de valle reducida
$R_z$	Altura máxima del perfil de rugosidad
S	Sección del conductor
S-N	Tensión cíclica frente a número de ciclos (curva S-N)
$S_a$	Tensión alterna antes de la corrección de Goodman
$S'_a$	Tensión alterna después de la corrección de Goodman
$S_{mean}$	Tensión media
$S_u$	Coefficiente de resistencia a la fatiga
t	Tiempo
T	Temperatura
$V_{ref}$	Diferencia de potencial instantánea en la referencia
$V_{ref0}$	Diferencia de potencial inicial en la referencia
$V_{test}$	Diferencia de potencial instantánea en la referencia
$V_{test0}$	Diferencia de potencial inicial en la referencia
Z	Estricción
$\dot{\epsilon}$	Velocidad de deformación
$\epsilon_a$	Amplitud de deformación
$\epsilon_m$	Deformación media

$\epsilon_u$	Coefficiente de ductilidad a la fatiga
$\Delta\text{DCPD}$	Variación de la señal instantánea del DCPD
$\Delta\text{DGL}$	Variación de desplazamiento medida en la longitud calibrada
$\Delta\text{DLVDT}$	Variación de desplazamiento medida en el LVDT
$\Delta K$	Amplitud del factor de intensidad de tensiones
$\Delta V$	Variación de la tensión eléctrica
$\Delta\epsilon$	Variación de la deformación
$\mu\text{-CT}$	Microtomografía computarizada
$\mu\text{-TAC}$	Microtomografía axial computarizada
$\rho$	Resistividad
$\rho_{\text{micro}}$	Resistividad debida a la microestructura
$\sigma_m$	Tensión media
$\sigma_t$	Tensión instantánea
$\sigma_u$	Resistencia a la rotura
$\sigma_y$	Límite elástico

## Resumen

Los altísimos niveles de exigencia de los elementos que constituyen una central nuclear, así como las extremas condiciones de operación de los mismos: alta presión y temperatura, medio agresivo, sollicitación de cargas y fragilización por irradiación neutrónica; determinan que el ámbito de la ingeniería nuclear sea tradicionalmente uno de los ámbitos tecnológicos más activos en I+D+i relacionados con el desarrollo y la valoración experimental de las propiedades físico-químicas de los materiales que conforman estos elementos.

Este trabajo de investigación se ha centrado en el estudio del acero inoxidable austenítico 304L, ya que es uno de los más comunes en los reactores de agua ligera (LWR). Este acero es especialmente idóneo para los componentes de la primera barrera de protección de los reactores y del circuito primario refrigeración por su resistencia a la corrosión a alta temperatura. El problema abordado ha sido la valoración del efecto de las condiciones ambientales en el comportamiento a fatiga de este material y el desarrollo de nuevas curvas de vida a fatiga para reactores de agua a presión (PWR), así como el de factores correctores que reflejen la interacción del ambiente con el material.

La fatiga es uno de los aspectos fundamentales en la seguridad de las centrales nucleares y se ha observado que aún existen varias lagunas, tanto empíricas como teóricas. El efecto de factores como la tensión y deformación media, los tiempos de mantenimiento (*hold times*) o la rugosidad superficial son algunas de las variables que no se han tenido suficientemente en cuenta en la normativa más reciente (NUREG/CR-6909). El conocimiento actual de estos factores y sus efectos sobre el comportamiento a fatiga proporcionan inciertos resultados en algunos casos, con condiciones de carga no bien definidas, y evaluaciones excesivamente conservadoras en otros, ya que ningún fallo debido a fatiga de bajo número de ciclos ha sido reportado en los componentes de reactores de agua ligera.

El propósito de este trabajo es estudiar la influencia de los parámetros descritos como el acabado superficial, la amplitud de deformación, la deformación media, el *hold time* y la velocidad de deformación en la vida a fatiga de un acero austenítico inoxidable 304L en condiciones PWR, sometido a ensayos de fatiga controlada por deformación. Además, el uso de la técnica DCPD, junto con imágenes SEM de la superficie de fractura, permite estimar una velocidad de crecimiento de grieta.

## Abstract

*The elements that make up a nuclear power plant support very high levels of demand, as well as their extreme operating conditions: high pressure and temperature, aggressive environment, loading conditions and neutron embrittlement. Due to these requests, the nuclear engineering is traditionally one of the most active technological fields in R&D&I related to the development and experimental assessment of physicochemical properties of the materials that make up these components.*

*This researching work has focused on the study of 304L austenitic stainless steel, since it is one of the most common materials in light-water reactors (LWR). This stainless steel is especially suitable for components in the first safety barrier of the reactors and in the primary cooling system due to their resistance to corrosion at high temperatures. The addressed issue has been the assessment of the environmental conditions effect on the fatigue life of this material and the development of new fatigue curves for pressurized water reactors (PWR), as well as the correction factors that show the interaction between the environment and the material.*

*Fatigue is a key aspect in nuclear power plants safety and it has been observed several knowledge gaps, both empirical and theoretical. The effect of factors such as mean stress and strain, hold times or surface roughness are some of the variables that have not been sufficiently taken into account in the most recent regulations (NUREG/CR-6909). Current knowledge of these factors and their effects on fatigue behavior provide uncertain results in some cases, with insufficiently defined loading conditions, and overly conservative assessments in others, since no failure due to low-cycle fatigue has been reported in LWR components.*

*The aim of this research is to study the influence of the following parameters: surface roughness, strain amplitude, mean strain, hold time and strain rate, on the fatigue life of 304L austenitic stainless steel under PWR conditions. Environmentally-assisted fatigue tests have been performed under strain-controlled condition. In addition, the use of the DCPD technique, together with SEM images of the fracture surface, allows to estimate a crack growth rate.*

## 1 Introducción

Los altísimos niveles de exigencia establecidos en cuanto a durabilidad y fiabilidad de los elementos que constituyen una central nuclear, así como las extremas condiciones de contorno en las que estos elementos pueden operar (alta temperatura, medio agresivo, sollicitación de cargas y fragilización por irradiación neutrónica), determinan que este ámbito sea tradicionalmente uno de los más activos en actividades de I+D+i relacionadas con el desarrollo y valoración experimental de las propiedades físico-químicas de los materiales que constituyen estos elementos [1].

Este trabajo de investigación se ha centrado en el acero inoxidable austenítico 304L, ya que es uno de los más comunes en los reactores de agua ligera (*light-water reactor*, LWR), junto con el 304, 316L y 347. Estos aceros son especialmente idóneos para los componentes de la primera barrera de protección y del circuito primario de refrigeración por su resistencia a la corrosión a alta temperatura [2]. Concretamente, se analizarán los efectos de la incorporación del ambiente en el comportamiento a fatiga mediante el desarrollo de nuevas curvas de vida a fatiga para reactores de agua a presión (*pressurized water reactor*, PWR) y el uso de factores correctores que reflejen la interacción del ambiente con el material [3].

El uso de la energía nuclear para producir energía eléctrica comenzó a finales de los años 50 (Calder Hall, Reino Unido, 1956) y creció hasta los años 90. El número de centrales nucleares en operación en el mundo es de 443, con una potencia instalada total de 392.1 GW [4], generando el 4.9% del total de energía eléctrica producida [5]. Se operan mayoritariamente reactores de las denominadas Generación II (Gen-II), desarrollada en los años 60, y Generación III (Gen-III), en los años 80, que son una evolución de los anteriores. Actualmente, uno de los objetivos prioritarios es extender su vida de operación por encima de la vida de diseño establecida originalmente, manteniendo siempre los estándares de fiabilidad y seguridad.

La energía nuclear tiene características específicas que respaldan el compromiso de muchos países a mantenerla como una opción de futuro:

- Las centrales nucleares pueden contribuir a la fiabilidad del sistema eléctrico incrementando la diversidad de tecnologías de generación. Los países que importan energía pueden reducir así su dependencia externa y limitar su exposición a las variaciones del precio de los combustibles en los mercados internacionales.
- La energía nuclear es una de las opciones disponibles para reducir las emisiones de CO<sub>2</sub> [6]. Se calcula que la energía nuclear ha evitado la emisión de unas 56 GTn de CO<sub>2</sub> desde 1971. La generación nuclear de energía permanece como un elemento esencial de las estrategias energéticas, incluso en países que se han comprometido a eliminar progresivamente esta tecnología y que deben proporcionar alternativas.

Según la edad media de las centrales nucleares se aproxima a los 40 años, lo expertos dicen que no hay límites técnicos para que esas unidades continúen produciendo energía por algunos años más [7]. Gracias a las investigaciones llevadas a cabo en las últimas décadas en EE. UU. sobre la operación a largo plazo (*long-term operation*, LTO) de centrales nucleares tipo LWR [8] por el Department of Energy (DOE) y EPRI (Electric Power Research Institute), las unidades aún tienen capacidad para obtener la extensión de la licencia de operación hasta por 20 años más, de acuerdo con la NRC (Nuclear Regulatory Commission). En EE. UU., 91 de sus 97 reactores han aprobado su primera extensión por 20 años [9]. La mayoría de ellas expiraba en la década de

2030. Debido a la cantidad de tiempo que lleva preparar la revisión regulatoria, las plantas están ahora determinando si deben solicitar otra ampliación adicional del servicio por 20 años más.

España dispone de una flota de siete reactores (en cinco ubicaciones, Figura 1.1), con 7117 MW de potencia instalados, lo que representa el 6.8% de la potencia total instalada. En 2020, la energía nuclear cubrió el 23.0% del total de la demanda eléctrica peninsular, siendo la primera fuente de generación, y el 33.3% de la energía producida sin emisión de CO<sub>2</sub> [10]. Durante este año, la nuclear ha tenido un factor de operación del 92.4% [11].



Figura 1.1: Instalaciones nucleares en España [12].

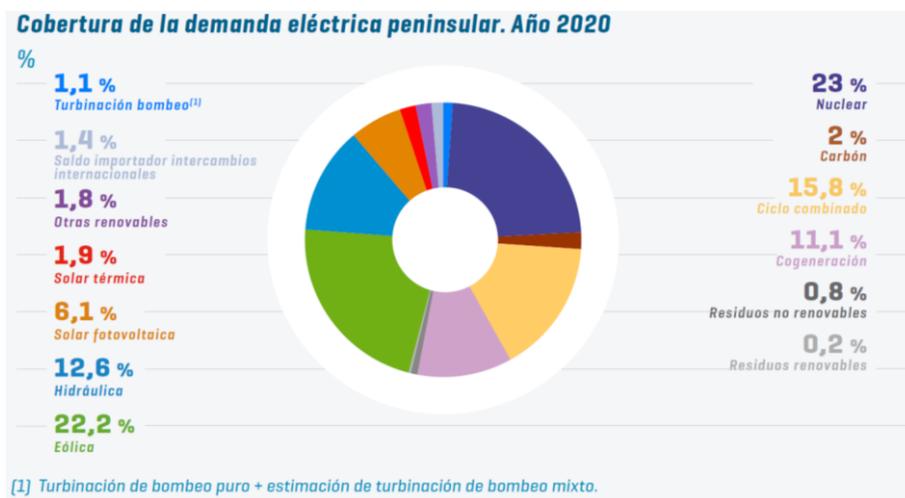


Figura 1.2: Estructura de la generación eléctrica peninsular en 2020 [10].

Entre los años 1980 y 1989 se pusieron en marcha las centrales de Almaraz, Ascó, Cofrentes, Vandellós II y Trillo, con una vida de diseño de 40 años, por lo que es de esperar que se produzcan sucesivos procesos de renovación de la autorización de explotación hasta su clausura.

Recientemente se ha procedido al cese de operación de la Central Nuclear de Santa María de Garoña [13], que se encuentra en fase de pre-desmantelamiento. Esta central estuvo en operación 41 años (1971-2012). Por otro lado, el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN), ya en

2014, concedió la renovación de la autorización de explotación a la central nuclear Trillo I, alargando su periodo de explotación por un periodo de 10 años [14]; y, a lo largo de 2020, el CSN ha informado favorablemente la renovación de la autorización de explotación de tres unidades más: Almaraz I, hasta 2027; Almaraz II, hasta 2028 [15]; y Vandellós II, hasta 2030 [16].

El Plan Nacional Integrado de Energía y Clima 2021-2030 [17] predice la evolución de la contribución de la energía nuclear al mix energético español, conteniendo planes para un cierre ordenado de las centrales nucleares entre 2025 y 2035. Este plan de cierre ordenado, permite que las centrales nucleares españolas operen en LTO hasta 2035 [18].

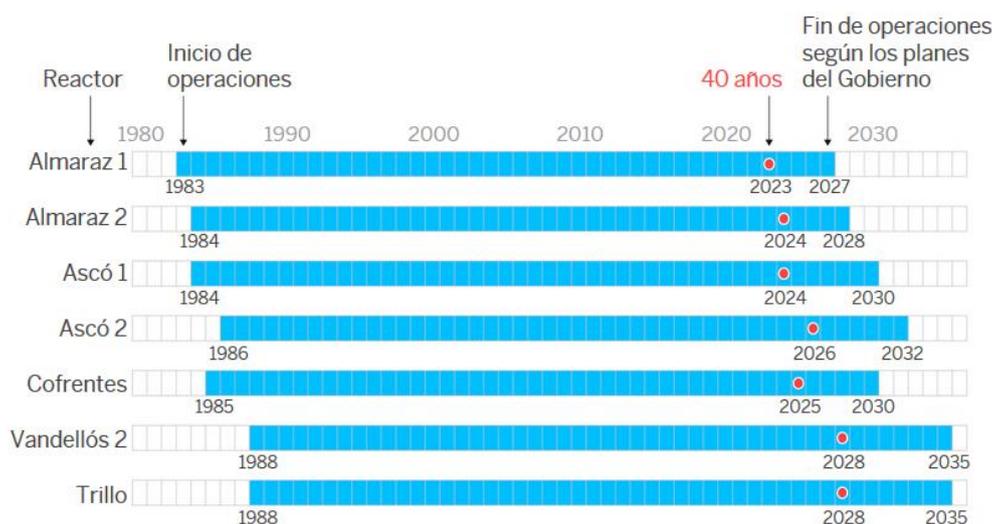


Figura 1.3 Vida de las centrales nucleares españolas [19].

Como se recoge en la Tabla 1.1, la tecnología para generación de energía nuclear predominante en España es la de reactores de agua a presión, frente a la de reactores de agua en ebullición (*boiling water reactor*, BWR).

Central nuclear	Empresa propietaria	Tipo de reactor	Potencia bruta (MWe)	Inicio operación comercial
<b>Almaraz I</b>	Iberdrola (53%) Endesa (36%) Naturgy (11%)	PWR	1049.4	Septiembre 1983
<b>Almaraz II</b>	Iberdrola (53%) Endesa (36%) Naturgy (11%)	PWR	1044.5	Julio 1984
<b>Ascó I</b>	Endesa (100%)	PWR	1032.5	Diciembre 1984
<b>Ascó II</b>	Endesa (85%) Iberdrola (15%)	PWR	1027.2	Marzo 1986
<b>Cofrentes</b>	Iberdrola (100%)	BWR	1092.0	Marzo 1985
<b>Trillo</b>	Iberdrola (48%) Naturgy (34,5%) EDP (15,5%) Nuclenor (2%)	PWR	1066.0	Agosto 1988
<b>Vandellós II</b>	Endesa (72%) Iberdrola (28%)	PWR	1087.1	Marzo 1988

Tabla 1.1: Reactores en operación en España (2021) [11].

La diferencia entre ambas tecnologías es que, mientras que en los reactores tipo BWR se produce el paso de agua a vapor en la vasija (que contiene el núcleo activo del reactor), y este se expande posteriormente en la turbina, en los reactores tipo PWR el vapor se produce en un

sistema especialmente dedicado a ello, que aísla el circuito de vapor de la turbina del contacto directo con el combustible. Esta diferencia constructiva simplifica notablemente la operación de la turbina, ya que no requerirá de labores de descontaminación.

En los reactores PWR, como el mostrado en la Figura 1.4, el agua circula en estado líquido a alta presión por el circuito primario por medio de bombas que la impulsan a través del núcleo del reactor, donde se calienta antes de dirigirse a los generadores de vapor. La presión del circuito primario se mantiene gracias al presionador, que evita la formación de vapor. El agua líquida a alta temperatura que sale de la vasija del reactor circula a través de los tubos del circuito primario atravesando los generadores de vapor, de manera que calienta el agua del circuito secundario hasta convertirla en vapor. Posteriormente, el vapor a presión se dirige a la turbina, donde se expande haciéndola girar, convirtiendo en trabajo mecánico de la expansión del gas en energía eléctrica por medio de un alternador. Como en cualquier central térmica, el vapor que sale de la turbina aún caliente se condensa mediante un tercer circuito exterior de refrigeración, que utiliza un gran caudal de agua fría que circula por el interior de los tubos del condensador.

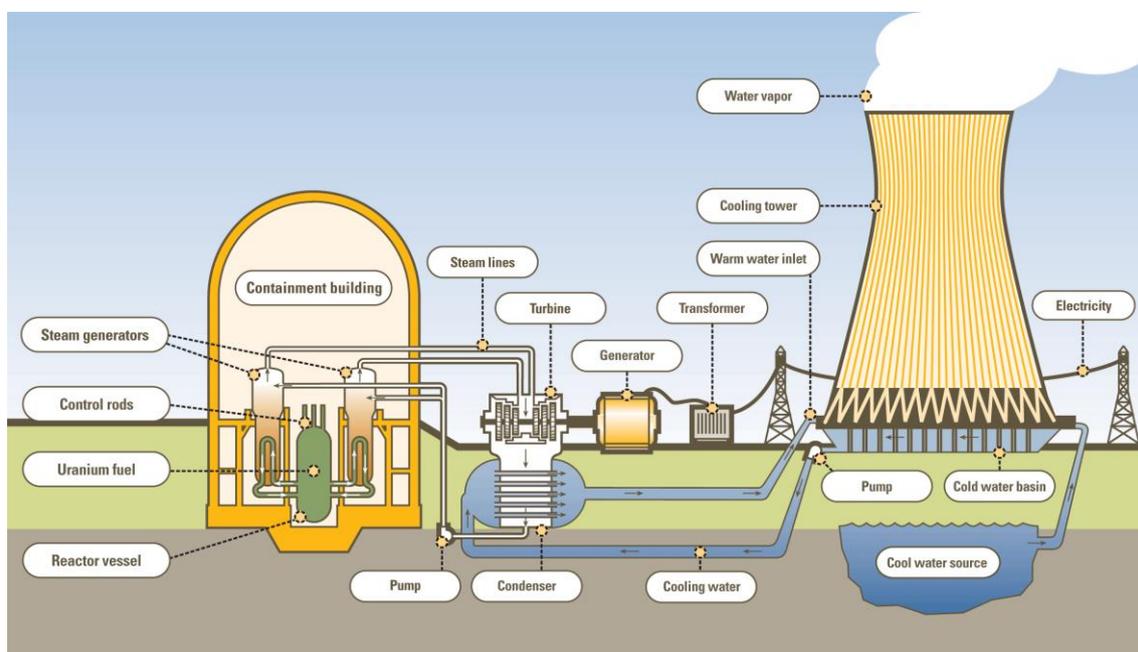


Figura 1.4: Ilustración con los principales elementos de una central nuclear tipo PWR [20].

Para avanzar en ámbito de la operación a largo plazo de las centrales nucleares, el DOE estadounidense estableció el programa *Light Water Reactor Sustainability* (LWRS) [8] en 2010 para investigar las áreas que apoyan esta estrategia en sus reactores. DOE, EPRI, NRC y otros agentes interesados identificaron una lista de materiales y componentes claves en la planta. Esto concierne tanto al núcleo del reactor (y sus componentes) como al cableado o al hormigón del edificio de contención. La investigación en materiales se centró en desarrollar la base científica para comprender la degradación ambiental a largo plazo y predecir el rendimiento de los materiales en las centrales nucleares. Estos trabajos proporcionarían datos y métodos para evaluar el comportamiento de los fenómenos de degradación que puedan afectar a los materiales y componentes en periodos de operación extendida. Las investigaciones se usarán para informar de los límites operativos y de los enfoques para mitigar el envejecimiento de los materiales sujetos a condiciones LTO, proporcionando información clave tanto para los reguladores como para la industria. La intención última es a ayudar a reducir los costes de

operación, lo que puede lograrse compensando el coste de mantenimiento utilizando mejores modelos predictivos para la vida útil de los componentes, mejorar el análisis de los materiales mediante ensayos no destructivos, reducir los costes de reparación, o extender el funcionamiento de las plantas mediante la selección de materiales de replazo mejorados.

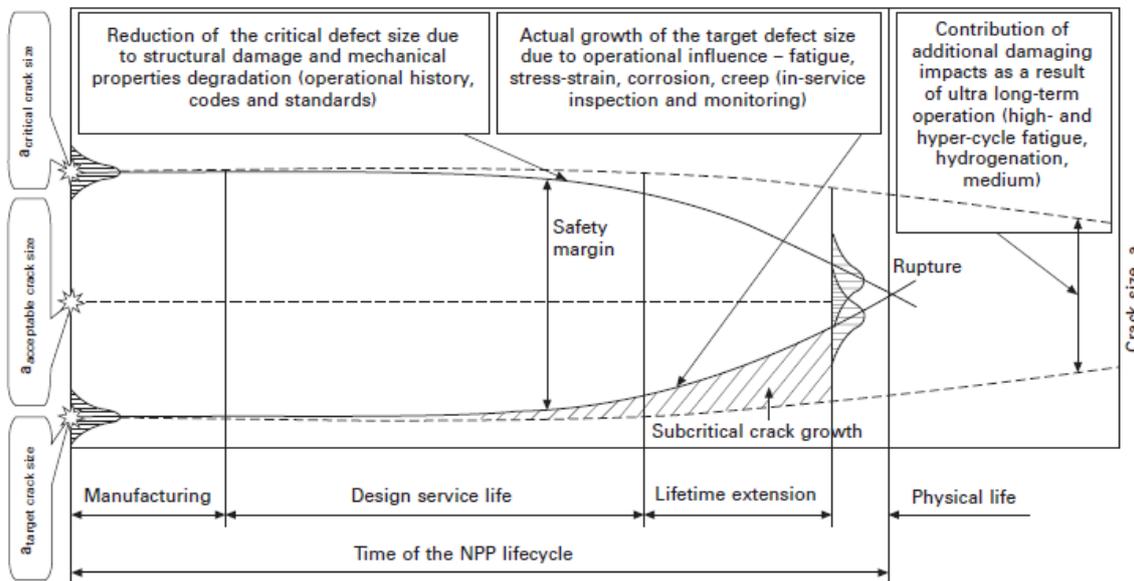


Figura 1.5: Diagrama para el análisis de vida en componentes de centrales nucleares [21].

Los materiales que mostraron señales de envejecimiento y degradación fueron identificados de manera que las plantas puedan monitorear y realizar un mantenimiento proactivo de los mismos a lo largo del tiempo.

En EE. UU., quince reactores ya han usado esta investigación para solicitar la extensión por otros 20 años (segunda extensión de licencia, de 60 a 80 años) [22]. Los reactores de la central de Turkey Point (Unidades 3 y 4) en Florida se convirtieron en los primeros reactores autorizados por la NRC para operar hasta los 80 años. Se espera que más centrales lo soliciten en el futuro según se vaya aproximando la fecha de expiración de sus licencias de operación.

En todo el mundo, se espera que la extensión de operación de las centrales nucleares existentes, que en muchos casos superan los 30 años de operación (ver Figura 1.6), junto con el desarrollo de nuevos proyectos, continúen contribuyendo a la mitigación del cambio climático, mediante la reducción de las emisiones de CO<sub>2</sub>, a corto y medio plazo, al tiempo que se garantiza la seguridad de suministro. Esto se puede lograr con la inversión en reparación y sustitución de componentes principales para garantizar el funcionamiento seguro de la planta. En comparación con la construcción de una nueva central, los proyectos para la extensión de vida útil son menos intensivos en capital, presentan menor tiempo de amortización y es más fácil controlar los retrasos en su ejecución. Además, según el informe conjunto de la Agencia Internacional de la Energía (International Energy Agency, IEA) y de la Agencia de la Energía Nuclear (Nuclear Energy Agency, NEA), la operación a largo plazo es la fuente de energía eléctrica baja en emisiones más rentable [23].

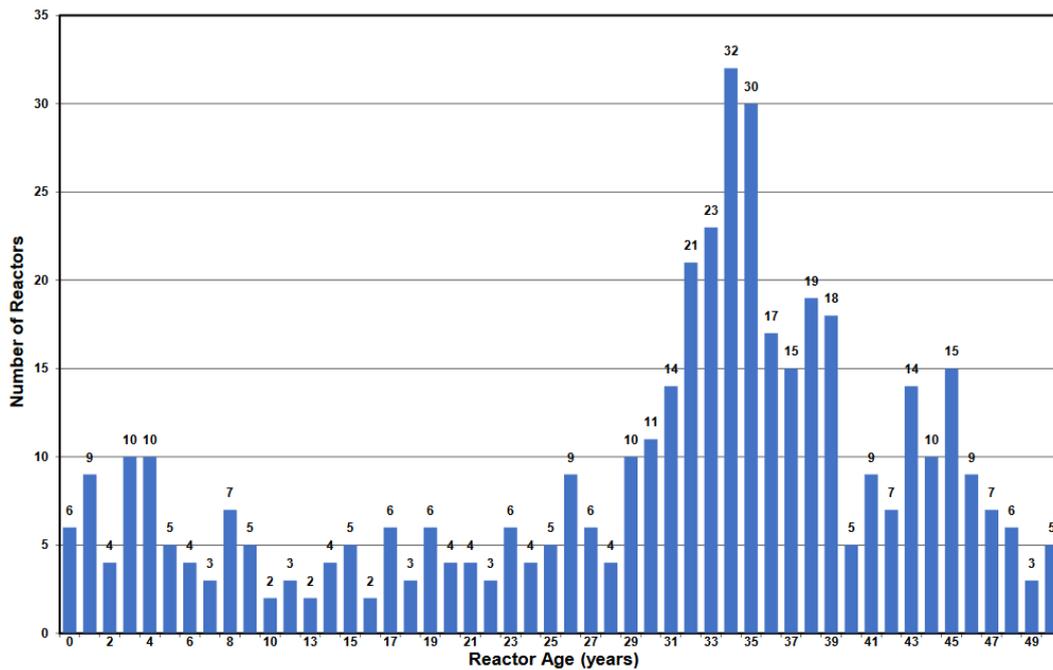


Figura 1.6: Edad de los reactores en operación en el mundo (01/01/2020) [24].

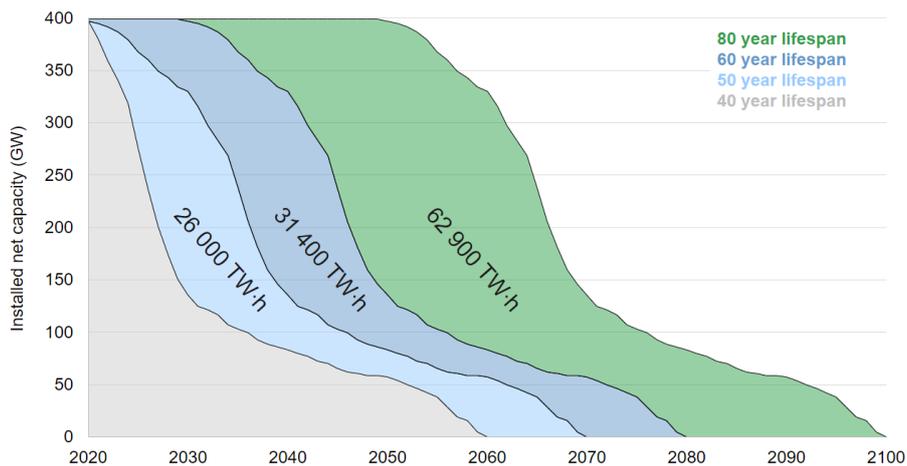


Figura 1.7: Capacidad nuclear instalada para diferentes escenarios de tiempo de vida [25].

La flota de centrales nucleares europeas, al igual que la española, se encuentra actualmente en la segunda mitad de su vida útil prevista. Al mismo tiempo, la Directiva de Seguridad Nuclear [26] eleva las normas de seguridad nuclear a un nivel superior. Se está llevando a cabo una intensa actividad de investigación a nivel industrial, nacional y europeo, en el estudio del envejecimiento de componentes, sistemas y estructuras críticos para proporcionar información para garantizar una operación segura a largo plazo.

Es necesario profundizar en el conocimiento de los fenómenos de envejecimiento de los principales componentes y estructuras para la seguridad de las centrales mediante la investigación experimental, el análisis de datos y las simulaciones numéricas. Además, desde el punto de vista de la operación, se pueden desarrollar métodos predictivos o prácticas restaurativas que contribuyan a mejorar la seguridad de la flota actual de centrales de Gen-II/III que operen a largo plazo.

Uno de los fenómenos a estudiar en la operación a largo plazo de las centrales nucleares es la fatiga asistida por el ambiente, tanto en alto como en bajo número de ciclos. Los componentes de los circuitos de refrigeración de las centrales tipo PWR están sujetos a fluctuaciones térmicas que pueden conducir a la aparición de grietas que se propaguen hasta el fallo final del componente. Este problema es especialmente sensible en elementos como las tuberías de refrigeración, donde la mezcla de fluidos a distintas temperaturas produce fatiga térmica.

Las normas para fatiga presentes en los códigos de diseño para componentes PWR se basan en ensayos de fatiga controlados por carga. Las características observadas en las zonas de mezcla afectadas por fluctuaciones de temperatura han permitido concluir que estas normas de diseño no consideran adecuadamente este fenómeno.

Para estructuras sometidas a fatiga con ciclos de amplitud variable de carga, tiempo de mantenimiento (*hold time*) y ambiente agresivo, el problema se vuelve aún más complejo. Uno de los propósitos de este estudio es contribuir a la adquisición de conocimientos que permitan aplicar un criterio más preciso al fenómeno de fatiga que se produce en los componentes en servicio.

Tradicionalmente, en códigos de diseño como ASME BPVC (*Boiler and Pressure Vessel Code*) Section III [27] solamente tenían en cuenta el efecto mecánico de la fatiga en aire. Las últimas revisiones, basadas en trabajos experimentales, ha demostrado que el ambiente reduce la vida a fatiga de componentes, por lo que se ha incluido el efecto del medio en el que el componente presta servicio. De esta forma se han incluido una serie de factores ambientales empíricos, que dependen del material en cuestión (aleaciones base níquel, aleaciones férreas y aceros inoxidable), de las condiciones de servicio (temperatura) y de otras propias del medio (concentración de oxígeno disuelto y otras especies agresivas, como azufre y cloruros) así como la velocidad de deformación. De la base de datos generada se han obtenido factores de corrección que se aplican a las curvas originales de diseño en aire y que, aplicados a centrales en operación, pueden llegar a restringir y poner en compromiso la vida en servicio de componentes de una planta.

No obstante, aunque se han recogido gran parte de los parámetros que pueden afectar la vida a fatiga de los materiales aún quedan puntos abiertos en cuanto al posible efecto de variables como acabado superficial [28], deformación (o tensión) promedio soportada [29], *hold time* [30] y deformación plástica residual, admisibles en la superficie de los materiales en cuestión.

Muchos estudios se han realizado en estos últimos años en este campo, propiciando un significativo progreso en la comprensión de los mecanismos de daño por fatiga [31]–[37]. Estos avances son principalmente debidos a la combinación de modelos de simulación y a la observación de las características microestructurales de los materiales que condicionan su comportamiento macroscópico, es decir, su vida a fatiga.

El propósito de este trabajo es estudiar la influencia de los parámetros descritos anteriormente (acabado superficial, amplitud de deformación, deformación media, *hold time* y velocidad de deformación) en la vida a fatiga de un acero austenítico inoxidable 304L en condiciones PWR, sometido a ensayos de fatiga controlada por deformación. Además, el uso de la técnica DCPD (*direct current potential drop*) junto con imágenes SEM (*Scanning Electron Microscope*) de la superficie de fractura, permite estimar una velocidad de crecimiento de grieta.

Este trabajo de investigación se ha desarrollado en el marco del proyecto INCEFA+ [38], acrónimo de “*INcreasing safety in Nuclear Power Plants by Covering gaps in Environmental*

*Fatigue Assessments*” [39]–[43], que fue un proyecto de cinco años financiado por el programa Horizonte 2020 de la Comisión Europea (*Grant Agreement* nº 662320 [44]) que comenzó en junio de 2015 y finalizó en octubre de 2020, en el que participaron 16 organizaciones de toda Europa. Específicamente, se estudiaron los efectos de la tensión o deformación promedio [29], el tiempo de mantenimiento (*hold time*) [30], la amplitud de deformación y el acabado superficial [28] en la vida a fatiga de los aceros inoxidables austeníticos en entornos de reactores de agua ligera, siendo problemas de interés común para todos los participantes y que han sido recogidos en distintos documentos EPRI [45], [46]. Se está demandando una amplia capacidad de ensayo en laboratorios europeos para aumentar la cantidad de datos publicados sobre fatiga asistida por el ambiente. Los datos se recopilaron en una base de datos común [47] (Materials DataBase, MatDB [48]), gestionada por el Joint Research Centre (JRC) de la Comisión Europea, y se puede consultar a través de catálogos DOIs (*Digital Object Identifier*) [49]. Además, fueron calificados según la calidad de los datos publicados [50].

El Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (CIEMAT), Organismo Público de Investigación adscrito al Ministerio de Ciencia e Innovación en el que he desarrollado esta investigación gracias a un contrato de personal investigador predoctoral en formación, es uno de los socios que participó en la campaña de ensayos del proyecto y contribuyó con sus resultados de fatiga asistida por el ambiente a alcanzar los objetivos definidos en el mismo. Para ello, la División de Materiales Estructurales, junto a la Unidad de Electrónica, desarrolló un sistema para la realización de ensayos de fatiga en ambiente PWR.

## 2 Justificación

La fatiga es uno de los aspectos fundamentales en la seguridad de las centrales nucleares y se ha observado que aún existen varias lagunas, tanto empíricas como teóricas. El efecto de factores como la tensión y deformación media, los tiempos de mantenimiento (*hold times*) o la rugosidad superficial son algunas de las variables que no se han tenido suficientemente en cuenta en la normativa más reciente (NUREG/CR-6909 [3]). El conocimiento actual de estos factores y sus efectos sobre el comportamiento a fatiga proporcionan inciertos resultados en algunos casos, con condiciones de carga no bien definidas, y evaluaciones excesivamente conservadoras en otros, ya que ningún fallo debido a fatiga de bajo número de ciclos ha sido reportado en los componentes de reactores de agua ligera [51].

El envejecimiento por fatiga está causado por transitorios térmicos y fluctuaciones de carga que producen tensiones y deformaciones variables en los componentes. Debido a las características intrínsecas de estos transitorios, las condiciones de carga a menudo están sujetas a *hold time* y pueden producirse a una tensión o deformación media. Además, la menor rugosidad de en las probetas de ensayo comparada con la de los componentes reales, sugiere que podría ser útil corregir el conservadurismo en los datos mediante un factor de corrección que tenga en cuenta todas las variables mencionadas anteriormente.

Los mecanismos de fatiga representan casi el 25% de todos los fallos notificados en centrales nucleares en funcionamiento [21], [52], por esta razón este mecanismo se ha analizado extensamente a lo largo de las últimas décadas. Sin embargo, los datos obtenidos en laboratorio no reflejan con precisión las observaciones *in-situ*. La falta de correlación entre los datos experimentales y la experiencia operativa puede cuestionar la confianza de las evaluaciones de fatiga ambiental en entornos LWR, dificultando la gestión integral de la seguridad en las centrales nucleares.

Una de las razones de la discrepancia entre los datos experimentales y la experiencia operativa puede ser la diferencia en la aplicación de la carga en condiciones de laboratorio y los componentes estructurales reales. Existe una cantidad considerable de datos de laboratorio generados con el objetivo de investigar diferentes parámetros que pueden influir en la vida a fatiga. Sin embargo, la mayoría de estos parámetros están relacionados con el ambiente LWR, por ejemplo, la temperatura o la concentración de oxígeno disuelto; y no con las condiciones de carga (exceptuando la de velocidad de deformación) o con las condiciones reales del material, como la rugosidad superficial. Otra característica de los ensayos en laboratorio es que los ciclos de carga siguen un patrón bien definido (amplitud y frecuencia constantes a lo largo del ensayo, cargas simétricas, ensayos isotermos, etc.) que, aunque simplifican la realización de los mismos, no permite reproducir la situación real de los componentes en la planta.

La respuesta a las cargas cíclicas a las que están sometidos ciertos componentes de una central nuclear debido a los transitorios de la planta se calculan mediante el código de diseño ASME BPVC Section III [27]. Esta norma hace referencia a las características del comportamiento de fatiga: resistencia a fatiga y vida a fatiga en sus condiciones de servicio. Para el caso de los aceros inoxidables austeníticos, se ha observado un efecto significativo del agua a alta temperatura sobre la resistencia a fatiga, reduciendo su vida debido al efecto del ambiente. El mayor efecto sobre la vida útil a fatiga de los aceros inoxidables austeníticos se observa en entornos con poco oxígeno (PWR).

El daño producido por fatiga es un proceso acumulativo, que comienza con la creación de dislocaciones por deformación y evoluciona formando bandas de deslizamiento hasta crear pequeñas grietas. Este daño acumulativo (deformación plástica permanente) no se recupera cuando cesa el esfuerzo que lo produce.

Para evaluar el efecto que este proceso degenerativo tiene sobre un componente generalmente se utiliza la regla de Miner [53] (Teoría de Daño Lineal), donde se define un facto de uso acumulado (CUF) para ese componente:

$$CUF = \sum_{i=1}^k \frac{n_i}{N_i} \leq 1 \quad \text{ec. 2.1}$$

donde  $k$  es el número de niveles de tensión diferentes,  $n_i$  es el número de ciclos ocurridos en cierto nivel de tensión, y  $N_i$  es el número de ciclos a ese nivel de tensiones que se corresponde con su vida a fatiga esperada, hasta el fallo.

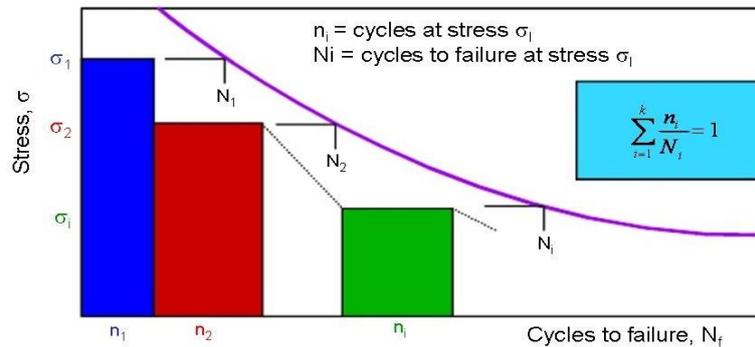


Figura 2.1: Aplicación de la regla de Miner en la curva de vida a fatiga [54].

En este procedimiento, el componente se mantiene en un rango seguro de uso mientras el sumatorio no supere la unidad. En la práctica, la monitorización del componente en variables como temperatura, vibraciones, presión soportada, etc., permite estimar la evolución de las cargas en el tiempo y contabilizar la aportación que dichas cargas tienen sobre el factor de uso acumulado.

En EE. UU., tanto la Regulatory Guide 1.207 [55], [56] como el NUREG/CR-6909 presentan fórmulas para predecir la vida a fatiga de aceros austeníticos en aire y agua a alta temperatura, pudiendo modificar la vida útil de los competentes de plantas en operación ya que, originalmente, el efecto del ambiente no estaba recogido en los códigos de diseño. A pesar del extenso número de ensayos recopilados y analizados en el NUREG/CR-6909, aún existen deficiencias en el conocimiento de este fenómeno, como recogen los informes realizados por EPRI en los últimos años [45], [46], [51].

Los resultados de este trabajo de investigación colaboraran a la incorporación de los efectos del ambiente en el comportamiento a fatiga del acero 304L mediante el desarrollo de nuevas curvas de fatiga específicas para PWR y el uso de factores correctores que refleje la interacción del material y su estado con el ambiente [57], permitiendo un mejor diseño de nuevas plantas y una evaluación de la degradación más precisa en las plantas existentes.

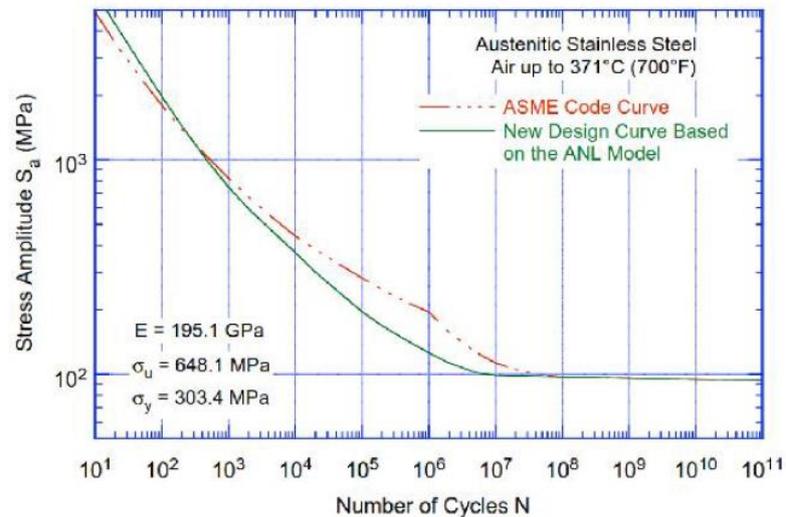


Figura 2.2: Comparativa entre modelos de curvas a fatiga [3].

Aunque este estudio se centra en el ámbito nuclear, el análisis de la fatiga asistida por el ambiente, junto con la metodología aquí aplicada, es interesante para distintos sectores industriales: minería, química y petroquímica, energía solar térmica de media y alta temperatura, centrales térmicas, metalurgia, etc. [58]–[62]. En todos estos sectores nos encontramos con dos factores que pueden propiciar la aparición de fallos por fatiga asistida por el ambiente (*environmentally-assisted fatigue*, EAF):

- Existencia de un medio “agresivo” y de solicitaciones mecánicas transitorias.
- Necesidad de garantizar la seguridad de operación durante largos periodos de tiempo.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

### 3 Objetivos

La industria nuclear afronta importantes retos, entre los que se encuentra la operación a largo plazo de las centrales existentes, garantizando la seguridad de las mismas, y el desarrollo de nuevas centrales nucleares con márgenes de seguridad más eficientes.

El objetivo global es el desarrollo de nuevas directrices para la evaluación de la susceptibilidad a daños por fatiga ambiental para componentes de reactores comerciales en operación, caracterizando la vida a fatiga en ambiente PWR de una aleación de acero inoxidable austenítico (304L) muy empleado en las centrales nucleares.

Es fundamental identificar los parámetros de carga más influyentes en el daño por fatiga y realizar ensayos en laboratorio que reproduzcan con la máxima precisión posible las condiciones reales de funcionamiento en las centrales. Hay tres áreas en las que la comprensión de la EAF presenta un déficit de datos [45].

Por esto, entre los objetivos específicos que se pretenden alcanzar con estos ensayos se encuentran:

- Comprobar el efecto de la deformación media distinta de cero [29]. Definida como el valor medio de las deformaciones máxima y mínima, puede tener efectos significativos sobre el rendimiento a la fatiga. En general, la mayoría de ensayos de fatiga se llevan a cabo bajo control de deformación con carga totalmente simétrica (relación de deformación,  $R=-1$ ), es decir, no se considera la deformación media. Sin embargo, es muy difícil encontrar un componente que no esté sometido a una tensión media, debido a la existencia de cargas estáticas (por ejemplo, la presión) que producen una deformación constante, o debido a procesos de fabricación, como mecanizado, soldadura y tratamientos térmicos, que son típicos en componentes nucleares y pueden producir tanto endurecimiento como tensiones residuales. Una tensión media a compresión es beneficiosa, mientras que una tensión media a tracción es perjudicial para la vida a la fatiga. Sin embargo, hay datos que contradicen esta suposición general y revelan cierto efecto beneficioso de un esfuerzo de tracción medio sobre la vida de fatiga de 304L a alta temperatura (300 °C) en ambiente PWR [63]. Por lo tanto, se debe tener en cuenta la tensión o la deformación media al predecir la vida a fatiga.
- Conocer la influencia del *hold time* en la duración de la vida a fatiga [30]. La carga cíclica en los componentes se produce a muy baja frecuencia (excepto en los choques térmicos), pero con una característica particular: la existencia de *hold times* (periodos de mantenimiento), donde las condiciones operativas son constantes. Uno de los pocos programas de ensayo a fatiga [64] realizados con *hold time* en acero inoxidable mostró que la vida a fatiga en aire era mayor cuando se incluían *hold times* entre los ciclos que la observada cuando se aplicaban ciclos continuos.
- Estudiar cómo afecta el acabado superficial a la resistencia a fatiga [28]. Existen datos sobre aceros inoxidables 316NG y 304 [65] que muestran que la vida a fatiga en el aire de las probetas de superficie pulida es casi tres veces mayor que la observada en probetas rugosas. Existen pocos datos experimentales (por ejemplo, Argonne National Laboratory en aceros de baja aleación para reactores de agua en ebullición [65]) que sugieren que el efecto de la rugosidad superficial en agua a alta temperatura es inferior que la observada en aire a alta temperatura. Esto implicaría un excesivo conservadurismo al aplicar el factor de rugosidad superficial (1.5-3.5 en NUREG/CR-6909 [65]) junto a un factor ambiental ( $F_{en}$ ) [45]:

$$F_{en} = \frac{N_{air}}{N_{PWR}}$$

ec. 3.1

donde  $N_{air}$  es el número de ciclos de vida a fatiga en ensayos realizados al aire y  $N_{PWR}$  se corresponde con el número de ciclos en condiciones de ambiente PWR.

Para alcanzar estos objetivos es necesario calcular las propiedades mecánicas relacionadas con la fatiga:

- Resistencia a la fatiga y diagramas S-N (tensión o deformación frente a número de ciclos).
- Determinar el factor de corrección ambiental ( $F_{en}$ ) para cada una de las variables descritas.

## 4 Estado del arte

### 4.1 Introducción - *Introduction*

En esta sección, se revisan los avances más destacados históricamente de la teoría de fatiga. Para el acero 304L, se presentan algunos resultados experimentales de la respuesta tensión-deformación cíclica macroscópica y la evolución microestructural de las dislocaciones durante la carga cíclica. Los procesos microestructurales que tienen lugar en los granos del material son: a bajas amplitudes de deformación, se forman dislocaciones aisladas; en un rango intermedio, se forman dislocaciones en forma de bandas de deslizamiento permanentes; y a altas amplitudes, se forman celdas. Incluso cuando se alcanza el ciclo de saturación (a la mitad de la vida a fatiga), se pueden encontrar cambios menores en las estructuras de dislocación. Para el acero austenítico inoxidable, la disposición de las dislocaciones en los sistemas de deslizamiento durante la carga cíclica depende de la amplitud de la carga y el número de ciclos.

Como resultado de la deformación cíclica que conduce a la localización de deformaciones, pueden producirse microgrietas. El desarrollo de una fisura por fatiga se ha clasificado tradicionalmente en dos fases principales: 1) inicio y propagación de la microgrieta; 2) propagación estable de la grieta. La propagación de grietas en la etapa I se observa tanto en fatiga de alto número de ciclos como en fatiga de bajo número de ciclos y se ve fuertemente afectada por la microestructura y el ambiente, que tienden a concentrar los deslizamientos e influir en su reversibilidad. Cuando la grieta se propaga lo suficiente y sobrepasa la etapa I, la influencia de la microestructura es insignificante.

Además, debido a que las definiciones de las etapas de iniciación y propagación de grietas se desarrollaron con el avance de los métodos de detección de grietas y dado que es importante conocer el mecanismo subyacente de iniciación, se muestran una amplia gama de técnicas de microscopía para caracterizar la iniciación y propagación de grietas.

Para desarrollar modelos de fatiga aplicables a las condiciones de PWR no solo es necesario conocer las curvas de fatiga, sino que también es necesario conocer el efecto del medio ambiente y la tensión media.

Finalmente, se realiza una descripción general de los diferentes procedimientos que se emplean a nivel internacional para evaluar la fatiga asistida por el ambiente, cuáles son sus principales características y métodos para considerar la fatiga ambiental.

*In this section, the historically most prominent milestones in fatigue theory are reviewed. For 304L steel, some experimental results of the macroscopic cyclic stress-strain response and the microstructural evolution of the dislocations during cyclic loading are presented. The microstructural processes that take place in the grains of the material are: at low-strain amplitudes, isolated dislocations are formed; in an intermediate range, dislocations are formed in the form of permanent slip bands; and at high-strain amplitudes, cells are formed. Even when the saturation cycle is reached, minor changes in the dislocation structures can be found. For austenitic stainless steel, the arrangement of dislocations in the sliding systems during the cyclic loading depends on the stress amplitude and the number of cycles.*

*As a result of cyclic strain, it is leading to local deformations, microcracks can appear. The development of a fatigue crack is traditionally classified into two main phases: 1) initiation and propagation of the microcrack; 2) stable crack propagation. Stage I crack propagation is observed in both high-cycle and low-cycle fatigue and it is strongly depended of microstructure*

*and environment, which tend to concentrate slippings and affect to their reversibility. When the crack propagates sufficiently and overtake stage I, the influence of the microstructure is negligible.*

*In addition, because of the stages of crack initiation and propagation definitions have been developed with the improvement of crack detection methods, it is important to know the underlying initiation mechanism, a large number of microscopy techniques are shown for characterize crack initiation and propagation.*

*It is not only necessary to estimate the fatigue curves to develop applicable fatigue models to PWR conditions, but it is also necessary to know the environmental and the mean stress effects into fatigue behaviour.*

*Finally, a general description of different international procedures is summarized. These procedures are employed to assess the environmentally-assisted fatigue, which are their main characteristics and methods to address with environmental fatigue.*

## 4.2 Revisión histórica

La fatiga es un daño localizado y progresivo que ocurre cuando el material es sometido a cargas o deformaciones cíclicas. Se define como: “el proceso de cambio estructural permanente localizado y progresivo que ocurre en un material sometido a condiciones que producen tensiones y deformaciones fluctuantes en algún punto, o puntos, y que pueden culminar en grietas o fractura completa después de un número suficiente de fluctuaciones” [66]. Los valores máximos de tensión son menores que la resistencia máxima a la tracción, incluso pueden estar por debajo del límite elástico del material.

A lo largo de los años, la fatiga ha sido un término ampliamente utilizado en el campo de la ingeniería para describir daños y fallos de materiales sometidos a cargas cíclicas. En general, hay distintos tipos comunes de fatiga [67]:

- Fatiga mecánica, debida a tensiones o deformaciones fluctuantes.
- Fatiga por rozamiento (*fretting*), resultado de tensiones pulsantes junto con el movimiento relativo oscilatorio y el deslizamiento que causa fricción entre superficies.
- Fatiga por deslizamiento o rodadura, causada por la aplicación repetida de carga junto con el contacto superficial de los materiales por deslizamiento o rodadura, respectivamente.

En otras ocasiones, la fatiga actúa de forma sinérgica con otros fenómenos, como la fluencia y la corrosión:

- *Creep*-fatiga: carga cíclica en asociación con altas temperaturas.
- Fatiga termomecánica: combinación de carga cíclica y fluctuación térmica.
- Corrosión fatiga: carga fluctuante en presencia de ambientes corrosivos.

La fatiga ha sido un problema para los ingenieros desde los primeros días de la revolución industrial. A principios del siglo XIX comenzó a estudiarse por primera vez el fenómeno de fatiga. El primer estudio de la fatiga en metales fue realizado por el ingeniero de minas alemán, Wilhelm A. J. Albert, quien realizó repetidos ensayos de carga en cadenas de polipastos usados en minería en 1829 [68]. Desde entonces, se han logrado avances significativos en el estudio de la fatiga [31], [32], [67]. La primera investigación detallada sobre fatiga se inició en 1842 tras el accidente ferroviario de Versailles en Francia [67]. En 1843, W. J. M. Rankine analizó las causas de la rotura

presentes en los ejes de las ruedas de ferrocarriles. Además, estudió la concentración de tensión en estos componentes, demostrando que su disminución aumentaba la vida de estos componentes [69]. De estos estudios se dedujo que un material sometido a cargas cíclicas falla antes que uno sometido a cargas constantes similares. Una de las primeras explicaciones de la fatiga fue la “teoría de la cristalización”, que postulaba que la causa de la falla por fatiga en los materiales resultaba de la cristalización microestructural debida al aspecto muy fino y suave de la fisura por fatiga.

Esta teoría permaneció incuestionable durante varias décadas hasta que el trabajo de Ewing y Humphrey en 1903 mostró el desarrollo de bandas de deslizamiento y las subsiguientes fisuras por fatiga en materiales policristalinos [70]. Probaron probetas de hierro en una máquina de pandeo rotatorio a niveles de tensión por encima de su límite de fatiga<sup>1</sup>, puliendo y marcando la superficie de la muestra. Inicialmente observaron pocas líneas de deslizamiento y comprobaron cómo se iban formando nuevas líneas de deslizamiento cerca de las existentes, produciendo bandas de deslizamiento. Aunque estas bandas se hicieron más anchas y densas, hubo áreas entre las bandas donde no se observó deslizamiento. Trabajos sucesivos que utilizan otros policristales dúctiles y técnicas metalográficas más sofisticadas han agregado más detalles que han confirmado la secuencia de eventos descritos por Ewing y Humphrey.

Una de las primeras investigaciones sistemáticas sobre fatiga, realizada por A. Wöhler desde 1852-1869, fue la prueba de fatiga a escala real en torsión, flexión y carga axial de ejes ferroviarios [67]. Para la realización de estos ensayos, Wöhler desarrolló la máquina de fatiga rotatoria [71], cuyo fundamento ha continuado hasta nuestros días. Su trabajo contribuyó a la caracterización del comportamiento de fatiga mediante curvas tensión frente a número de ciclos (curva S-N) y también a la introducción del concepto de límite de resistencia a la fatiga. Algunos ingenieros en la segunda mitad del siglo XIX, como Gerber (1874) y Goodman (1899) comenzaron a desarrollar métodos para el diseño de fatiga y formularon métodos para explicar el efecto de la tensión media, que se produce cuando las cargas cíclicas oscilan alrededor de un valor medio de tensión distinto de cero. Bauschinger (1886) observó por primera vez las diferencias en el límite elástico para materiales sujetos a carga inversa, y más tarde en 1910, los cambios en la respuesta tensión-deformación durante el ciclo fueron investigados por Bairstow, posteriormente identificó en el comportamiento cíclico los efectos de ablandamiento y endurecimiento en metales. A continuación, Hanson y Gough [72] explicaron en 1923 el límite de fatiga, observando que, para niveles bajos de tensión cíclica, el endurecimiento por deformación en los metales detiene la propagación de las microgrietas originadas por el deslizamiento cristalino, como ilustra la Figura 4.1.

Anteriormente, en 1910, Basquin propuso por primera vez ecuaciones para la caracterización de curvas S-N y luego fue refinada por Coffin y Manson (1954) para la caracterización de la fatiga basada en la deformación plástica [73]. Palmgren (1924) y Miner (1945) [53] realizaron investigaciones sobre los modelos de acumulación de daños por fatiga. Neuber, en 1946, estudió los efectos de la entalla en la deformación monótona y cíclica, mientras que Langer (1937) fue pionero en el trabajo en fatiga de amplitud variable [31], [32], [67].

---

<sup>1</sup> El límite de fatiga se corresponde con el nivel de tensión ( $S_a$ ) por debajo del cual se puede aplicar un número infinito de ciclos de carga sin causar el fallo por fatiga (ver Figura 4.1 y Figura 4.3).

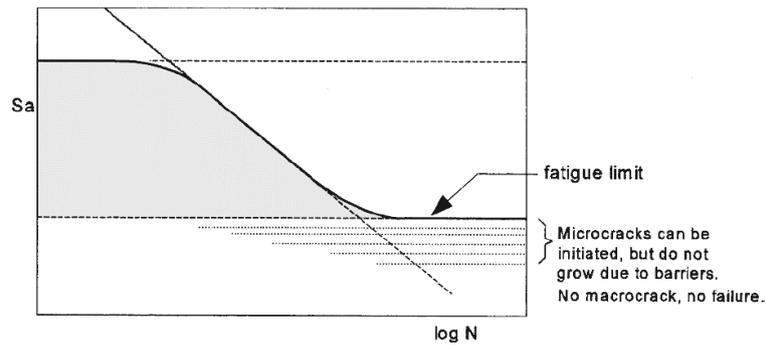


Figura 4.1: Pequeñas grietas microestructurales por debajo del límite de fatiga [32].

Irwin, en 1957, comenzó el estudio del crecimiento de grieta, demostrando que la amplitud de tensiones en el frente de grieta podía expresarse mediante un valor escalar, el factor de intensidad de tensiones ( $K$ ) [74].

En 1961, Paris, Gomez y Anderson [75] propusieron una función potencial que caracterizó la velocidad de propagación de grietas en términos de amplitud del factor de intensidad de tensiones ( $\Delta K$ ), conocida como la ley de Paris [76]. La siguiente contribución importante se produjo en 1970, cuando Elber [77] demostró que las grietas por fatiga podían permanecer cerradas incluso cuando se sometían a cargas de tracción cíclicas, definiendo el concepto de cierre de fisuras. Desde entonces, se ha intensificado la investigación sobre el cierre de fisuras y sus efectos sobre la propagación de fisuras por fatiga. Hoy en día, el cierre de fisuras y sus efectos asociados forman la base de cualquier estudio mecánico de la propagación de fisuras por fatiga.

Más recientemente, el mayor interés en la investigación de la fatiga se ha centrado en la propagación por fatiga de grietas cortas. Este problema fue identificado por primera vez por Pearson en 1975 [78], quien observó que la velocidad de propagación para grietas cortas es más alta que las observadas para grietas largas en el mismo rango de intensidad de tensión. También se ha detectado la propagación de grietas, incluso en rangos de intensidad de tensión por debajo del umbral para grietas largas. Tal comportamiento anómalo contradice la teoría de mecánica de fractura lineal elástica (*Linear Elastic Fracture Mechanics*, LEFM) convencional y, hasta ahora, se ha logrado un progreso significativo en la caracterización de los tipos de fisuras cortas y en la explicación de este comportamiento único [79].

Las últimas décadas han sido testigo de una confluencia de cálculo asistido por ordenador, métodos experimentales avanzados para la medición *in-situ* y *ex-situ* de la microestructura bajo cargas cíclicas, así como avances sustanciales en la comprensión de los mecanismos de deformación, degradación y conceptos de modelización de la fatiga. Juntos, estos diversos elementos han introducido nuevas posibilidades para analizar el papel de la microestructura en el inicio y propagación de grietas cortas. Finalmente, los métodos computacionales sensibles a la microestructura para la formación de grietas por fatiga en microestructuras policristalinas se han desarrollado rápidamente durante las últimas décadas [80]–[84].

### 4.3 Fatiga a alto y bajo número de ciclos

En el análisis del fenómeno de fatiga generalmente se distinguen dos niveles: fatiga a bajo número de ciclos (*low-cycle fatigue*, LCF) y fatiga a alto número de ciclos (*high-cycle fatigue*, HCF).

Los ensayos se han realizado en régimen LCF, por lo que el comportamiento más relevante a estudiar es la deformación elastoplástica. Es necesario establecer la relación entre la deformación aplicada y el número de ciclos hasta la aparición de una grieta, que será la vida a fatiga del material. Para componer la curva S-N se ensaya una serie de probetas en control por deformación, manteniendo un valor constante de deformación hasta que ocurre el fallo.

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{S_u}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_u (2N_f)^c \quad \text{ec. 4.1}$$

donde  $\Delta\varepsilon$  es la variación de deformación,  $S_u$  es el coeficiente de resistencia a la fatiga (tensión real correspondiente a la rotura para  $N=1$ ),  $E$  es el módulo de elasticidad,  $b$  es el exponente de resistencia a fatiga (la pendiente de la recta de deformación elástica),  $\varepsilon_u$  es el coeficiente de ductilidad a la fatiga (deformación real correspondiente a la rotura para  $N=1$ ),  $N_f$  es el número de ciclos hasta la rotura, y  $c$  es el exponente de ductilidad a la fatiga (pendiente de la recta de deformación plástica).

El primer término de la ec. 4.1 se corresponde con la componente elástica, y el segundo término con la plástica. La representación gráfica de esta ecuación se muestra en la Figura 4.2, que muestra la amplitud total de la deformación, su parte elástica y su parte plástica.

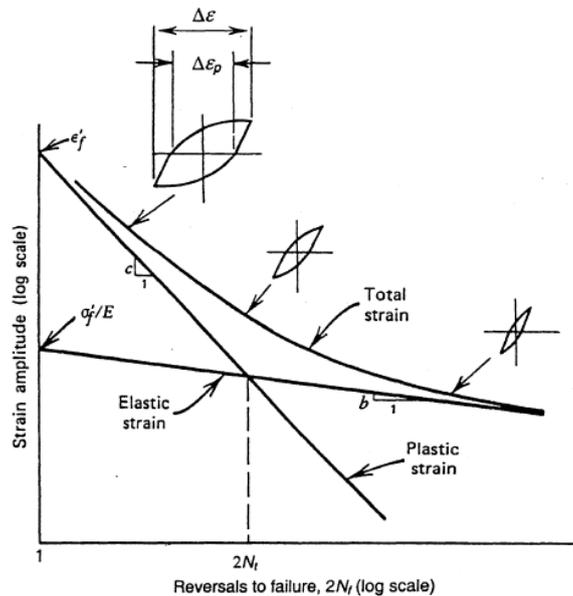


Figura 4.2: Curva de vida a fatiga en control por deformación, mostrando la deformación total y sus componentes elástica y plástica [85].

En la intersección entre la curva de deformación elástica y la de deformación plástica se encuentra el punto en el que la deformación elástica y plástica son iguales. Este punto se denomina "vida a fatiga de transición" ( $2N_t$ ) [85].

$$2N_t = \left( \frac{\varepsilon_u}{S_u} \right)^{\frac{1}{b-c}} \quad \text{ec. 4.2}$$

Si  $2N_f$  es mayor que  $2N_t$ , la deformación elástica es el fenómeno que domina la vida a fatiga (régimen HCF), definida por la resistencia a fatiga. Por el contrario, si  $2N_f$  es menor que  $2N_t$ , la deformación plástica es dominante y la vida a fatiga estará definida por la ductilidad (régimen LCF).

#### 4.1.1 Fatiga a alto número de ciclos

La fatiga a alto número de ciclos se considera cuando las cargas cíclicas inducen tensiones cercanas pero inferiores a la tensión de fluencia, de modo que es necesario un alto número de ciclos para iniciar la microfisuración (superior a  $10^5$ ). La deformación plástica, por lo general, no es medible a mesoescala, pero existe a microescala, donde se observan los daños [86].

#### 4.1.2 Fatiga a bajo número de ciclos

Los fallos por fatiga a bajo número de ciclos ocurren cuando las estructuras están sujetas a cargas cíclicas relativamente altas, que inducen deformaciones plásticas a pequeña o gran escala, dando lugar a daños irreversibles hasta la aparición de grietas y su posterior propagación [87]. Generalmente, la LCF se rige principalmente por la deformación local a nivel meso y se encuentra esencialmente en metales. La LCF tiene su origen en cargas térmicas, en las que las tensiones superan el límite elástico del material y las deformaciones son plásticas.

Por lo general, la fatiga térmica genera una mayor deformación plástica que la inducida por cargas mecánicas, lo que se traduce en un menor número de ciclos hasta la rotura.

El número de ciclos hasta el fallo puede ser del orden de 100 a 1000 para equipos y componentes en centrales de energía térmica o nuclear y plantas químicas. En las centrales nucleares, elementos como la vasija, las turbinas de vapor y otros componentes de la central están sometidos a este tipo de fatiga. Para motores de aeronaves o vehículos, donde el número de ciclos hasta la rotura puede ser mayor, del orden de  $10^3$  a  $10^4$ .

Entre  $10^3$  y  $10^5$  ciclos, la fatiga a alto o bajo número de ciclos coexisten, pudiendo ser consideradas indistintamente dependiendo del caso y, por otra parte, del grado de precisión necesario.

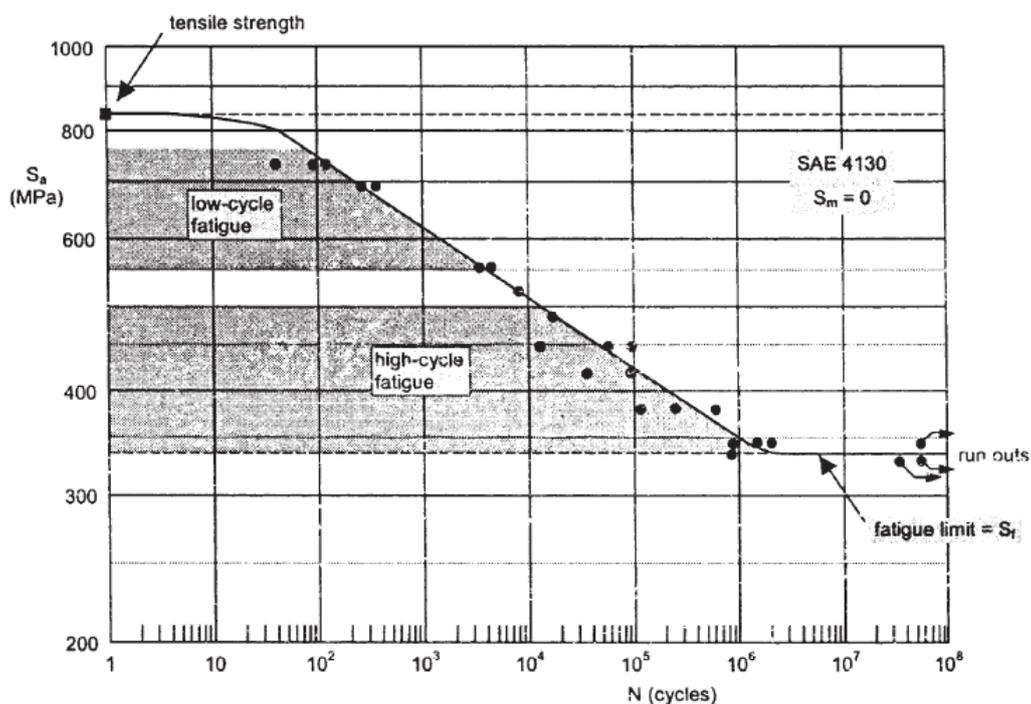


Figura 4.3: Representación de las regiones HCF y LCF [88].

#### 4.4 Enfoques para el análisis de fatiga

Por lo general, hay tres enfoques principales para el análisis de fatiga [31], [32], [85]: basado en tensiones, basado en deformación y el estudio de la mecánica de fractura.

Bajo un enfoque basado en tensiones, las curvas tensión-vida a fatiga (curvas S-N) (magnitud de tensión cíclica (S) frente al número de ciclos hasta el fallo (N)) se utilizan principalmente para la predicción de la vida de fatiga. Una de las principales características de las curvas S-N es el límite o resistencia a la fatiga (ver Figura 4.4), que define la máxima amplitud de tensiones admisible para mantener una muestra libre de defectos durante una vida a fatiga “infinita”, siendo la tensión media cero. El límite de fatiga para aleaciones férricas se suele tomar como el valor de carga por debajo del cual no fallaría por cargas cíclicas, mientras que otras aleaciones, como las de aluminio o cobre, no tienen un límite real y se asume como límite de vida a fatiga un número suficientemente grande de ciclos, alrededor de  $10^7$  ciclos. El análisis basado en tensiones se utiliza principalmente para una vida útil larga, fatiga de alto número de ciclos y problemas de deformación elástica [32], [67], como los que aplican a álabes de turbinas o piezas de motores. En estos casos, no se producen deformaciones plásticas, siendo la carga cíclica el parámetro de control.

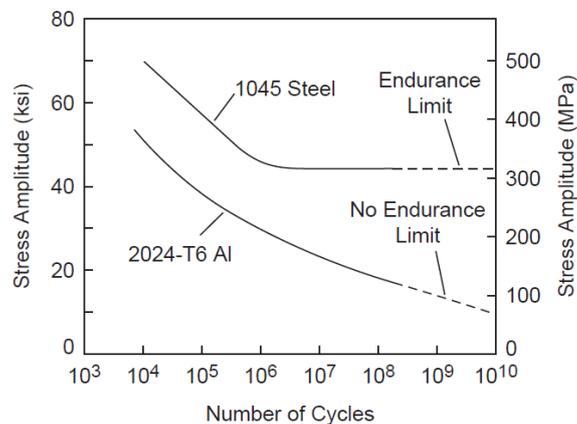


Figura 4.4: Comparación del comportamiento del acero y el aluminio [89].

El análisis basado en deformaciones, frente al basado en tensiones, está influenciado por los efectos de plasticidad local y considera tanto la deformación elástica como la plástica. Al contrario del enfoque basado en tensiones, los niveles de carga son altos y generalmente exceden el límite elástico del material. El resultado es una deformación plástica acumulativa que condiciona la vida a la fatiga [32], [67].

Las primeras investigaciones sobre fatiga se llevaron a cabo utilizando principalmente análisis basados en la tensión. Sin embargo, desde la introducción de las máquinas servohidráulicas de ensayos, los análisis basados en la deformación se han vuelto cada vez más populares. La diferencia entre ambas técnicas consiste en que, en el caso del control por tensión, los extremos del ciclo de fatiga están libres, mientras que, en el caso del control por deformación, los extremos del ciclo están restringidos. Sin embargo, la fatiga con control por deformación parece más favorable ya que la mayoría de los componentes estructurales están sujetos a un cierto grado de restricción, que recuerda al control de deformación. Además, la mecánica de fractura ha sido eficaz para facilitar la comprensión de los mecanismos de propagación de grietas y caracterizar su velocidad de propagación [32], [85].

Algunos componentes de acero 304L o 316L, por ejemplo, utilizadas en la industria nuclear están particularmente sometidos a fatiga a bajo número de ciclos. Sin embargo, de acuerdo con los ensayos a fatiga del acero 304L, se encontró que incluso cuando el 304L se somete a una carga que produce una deformación de pequeña amplitud, muestra un comportamiento plástico [21].

## 4.5 Deformación cíclica

### 4.5.1 Control de deformación: respuesta en tensión

Cuando un metal se somete a una carga cíclica, se observan las curvas tensión-deformación características que dependen del tipo de material, la condición inicial (recocido o endurecido mecánicamente) y las condiciones de carga (control por tensión o deformación, amplitud de carga, etc.).

En régimen LCF se producen importantes deformaciones causadas por la tensión, siendo la deformación elastoplástica el comportamiento más relevante. Si la fatiga es controlada por deformación, se produce un endurecimiento cíclico, que significa que la amplitud de tensión aumenta hasta cierto número de ciclos. La velocidad de endurecimiento disminuye progresivamente hasta alcanzar una amplitud máxima de tensión. A partir de ese momento ocurre lo contrario, un reblandecimiento, donde la amplitud de tensión de los ciclos de histéresis va disminuyendo según aumenta del número de ciclos. Si la carga cíclica continua, se alcanzará un estado cuasi-estable de amplitud de tensión (saturación). Generalmente, los ciclos de saturación se encuentren dentro de la vida media a fatiga. Como resultado, el cálculo de los parámetros característicos de la fatiga se basan en datos del ciclo de histéresis que se corresponden con la vida media (ciclo de saturación,  $N_s$ ) [32], [85].

Para el acero 304L, el comportamiento a fatiga generalmente consta de tres fases durante la vida a fatiga controlada bajo una carga cíclica de amplitud de deformación constante. En los primeros ciclos se produce una fase de consolidación con un endurecimiento primario. A esta fase le sigue una fase de reblandecimiento y luego se alcanza una fase de estabilización.

La Figura 4.5 muestra la evolución de la tensión máxima por ciclo para diferentes amplitudes de deformación durante un ensayo de fatiga controlado por deformación para el acero 304LN con diferentes amplitudes de deformación, desde 0.3% a 0.6% [90]. Se puede comprobar que el endurecimiento y el reblandecimiento según avanza el número de ciclos es significativo.

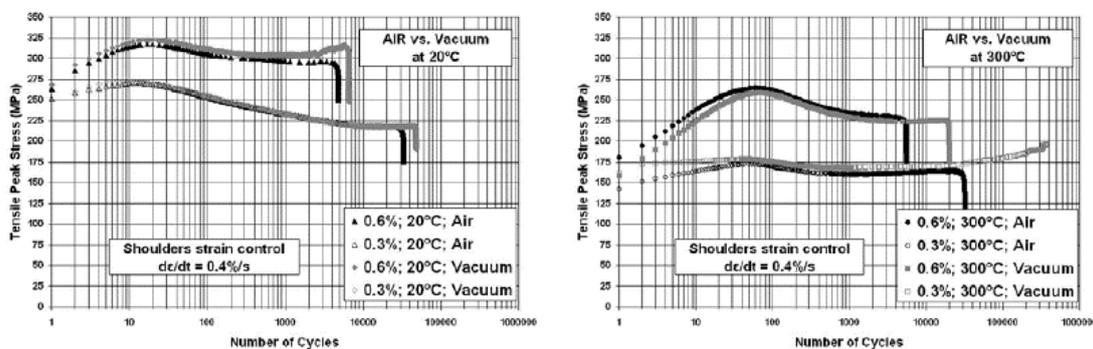


Figura 4.5: Endurecimiento del acero 304LN para ensayos de fatiga controlados por deformación [90].

Sin embargo, si la amplitud de la deformación plástica es menor (menos del 0.01%), el crecimiento inicial de la amplitud de la tensión es seguido por la etapa de saturación. La amplitud de la tensión de saturación es constante hasta  $3 \times 10^6 - 5 \times 10^6$  ciclos [91]. Además, en el dominio

de amplitud de deformación plástica más alta (superior al 1%), debido a la rotura temprana, el reblandecimiento solo transitorio o nulo y la amplitud de la tensión aumenta durante la mayor parte de la vida a fatiga.

Otro trabajo de investigación mostró que, para el comportamiento de endurecimiento y reblandecimiento del acero 304L o 316L, la curva de tensión-deformación en la vida media y el inicio de la grieta están fuertemente influenciadas por la temperatura [92].

También se ha encontrado que la respuesta cíclica de tensión-deformación y la vida a fatiga dependen en gran medida del tamaño del grano [93]. A temperatura ambiente, el comportamiento de LCF del acero inoxidable austenítico (316L) con dos tamaños de grano diferentes (90 y 139  $\mu\text{m}$ ), producidos por recocido a 1050 y 1150  $^{\circ}\text{C}$  respectivamente, y a seis amplitudes de deformación, que oscilan entre el 0.375% y el 1.0%. Los resultados muestran que el tamaño de grano tiene una gran influencia en la determinación de la vida en LCF de tal manera que un tamaño de grano más grueso produce un número de ciclos más alto por encima del 0.5% de amplitud de deformación. Las diferencias de vida a fatiga aumentan con el incremento de la deformación para una amplitud de deformación superior al 0.5%. Además, el grado de endurecimiento es más alto en el acero de tamaño de grano fino (véase la Figura 4.6) [93].

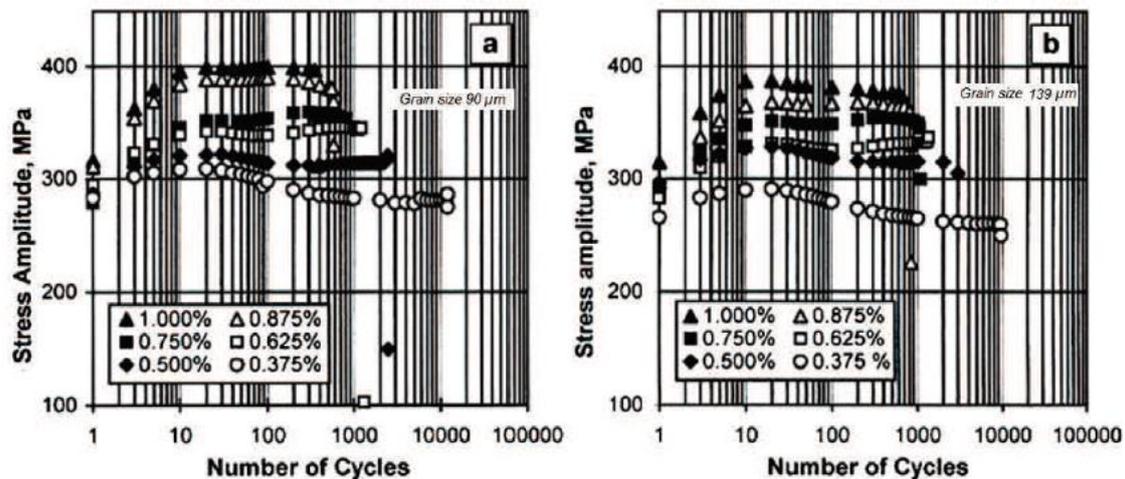


Figura 4.6: Respuesta cíclica para acero 316L para dos tamaños de grano diferentes [93].

#### 4.5.2 Evolución de dislocaciones microestructurales durante las cargas cíclicas

La respuesta mecánica macroscópica de las aleaciones metálicas en un ensayo de fatiga está gobernada por la evolución de la microestructura. El mecanismo básico de la deformación cíclica consiste en un movimiento irreversible de dislocaciones dentro de la matriz del material.

Los ensayos de fatiga simétricos controlados por deformación constante señalan la existencia de una tensión de saturación después del endurecimiento inicial. La Figura 4.7 muestra esquemáticamente un diagrama para monocristales con estructura FCC, orientados para deslizamiento simple.

Los procesos microestructurales que tienen lugar en los policristales son básicamente los mismos que los estudiados para los monocristales: a bajas amplitudes se forman bandas aisladas; en un rango intermedio, se forman bandas de deslizamiento permanentes (*persistent slip bands*, PSBs) y para grandes amplitudes, se forman celdas mayores. Hay que remarcar que la disposición de las dislocaciones y el tamaño de la celda están determinados por la deformación plástica [32], [67], [91].

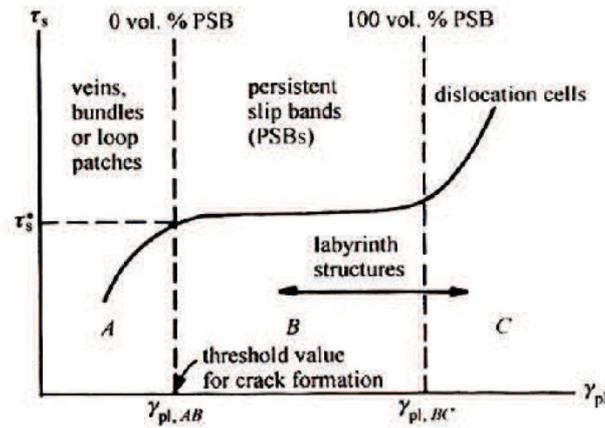


Figura 4.7: Diagrama de los diferentes regímenes de la curva tensión-deformación [67].

Las cargas cíclicas que causan pequeñas deformaciones plásticas inducen dislocaciones en los bordes de grano con una única dirección de deslizamiento. Estos sistemas de deslizamiento simples en la matriz del material suelen estar formados por dislocaciones agrupadas, separadas por otras regiones con baja densidad de dislocaciones. A bajas amplitudes plásticas, el endurecimiento cíclico se debe casi por completo a la acumulación de dislocaciones en el frente de grieta. Durante las fases iniciales del daño por ciclado se producen dislocaciones que se acumulan en un plano de deslizamiento (primario) [67]. Una deformación cíclica simétrica, de sentido positivo y negativo, produce cantidades aproximadamente iguales de dislocaciones en el borde, que se agrupan para formar dipolos de dislocaciones.

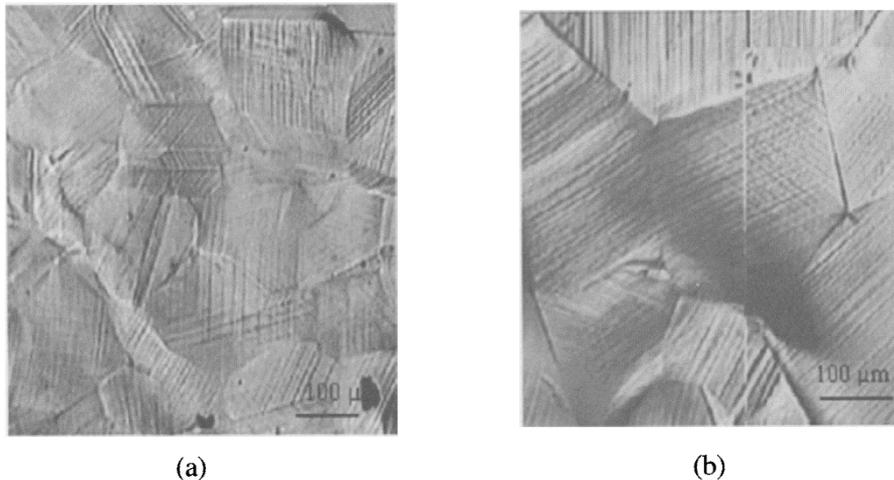


Figura 4.8: Imágenes de PSBs en granos de distinto tamaño: a) grano fino; b) grano grueso (316L) [94].

El tamaño de las celdas disminuye al aumentar la amplitud de la deformación plástica. Para un material con alta energía de falla de apilamiento<sup>2</sup>, el tamaño de la celda es independiente de la condición inicial del material, es decir, la estructura de la celda durante el periodo de saturación cíclica es la misma para materiales recocidos o trabajados en frío. También se reveló que el tamaño de la celda aumenta a medida que aumenta la temperatura de ensayo [95], [96].

<sup>2</sup> La energía de falla de apilamiento (*stacking fault energy*, SFE) es la energía para causar un defecto planar en la secuencia de apilamiento normal de los planos atómicos en una estructura cristalina compacta [234].

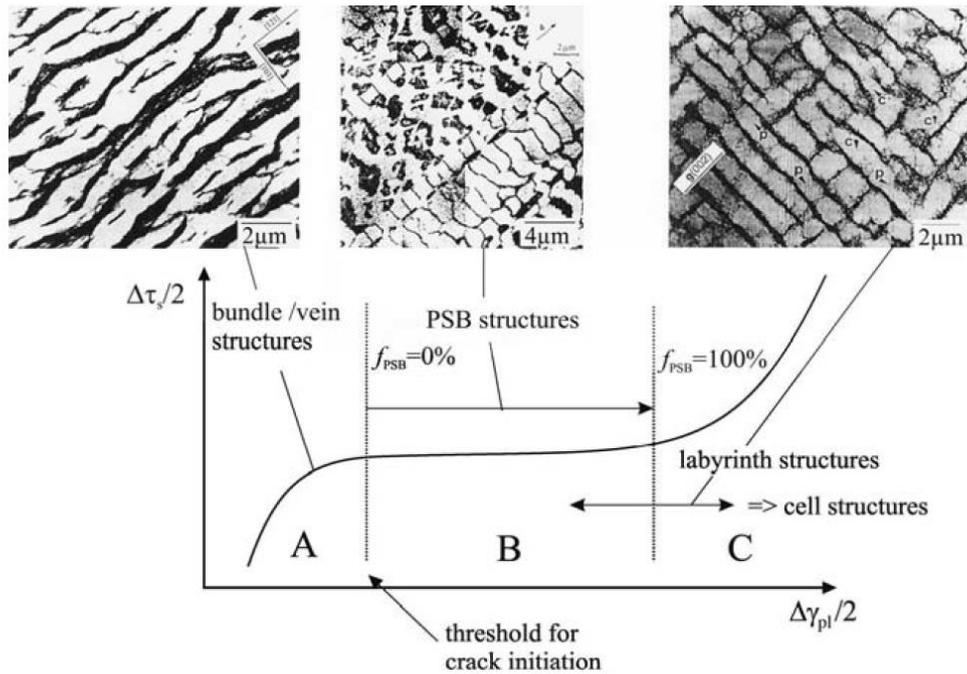


Figura 4.9: Ciclos de tensión-deformación y sus respectivas estructuras de dislocaciones (para un cristal de Cu). a) estructura venosa; b) estructura PSB (disuelve las venas); c) estructura de laberinto [31].

Se observó que las microestructuras del 304L bajo dos niveles de amplitud de deformación plástica, 0.15% y 1%, a alta temperatura a (300 °C), en la Figura 4.10, muestran que la temperatura no tiene efecto sobre los distintos tipos de microestructura [97]. Esta estructura de bandas de deformación, venas y celdas ha sido observada en distintos aceros austeníticos con carga de hidrógeno [98].

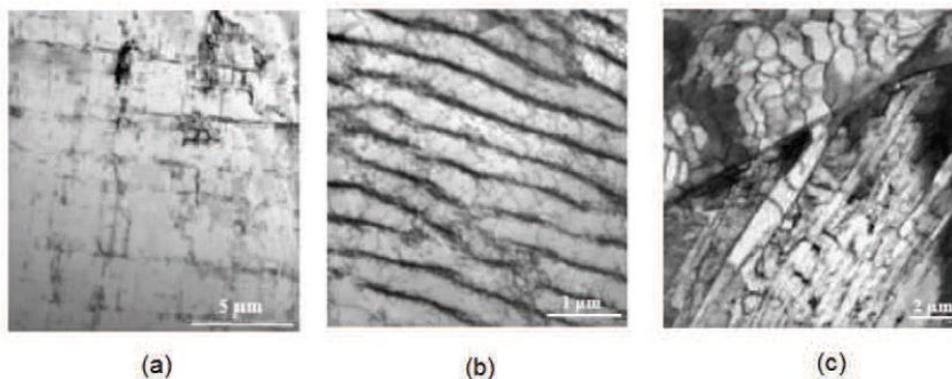


Figura 4.10: Microestructura del acero 304L a 300 °C: a) dislocación plana; b) canales y venas; c) estructura PSBs [97].

En cuanto al reblandecimiento observado, se pueden encontrar dos explicaciones para este comportamiento. Por un lado, puede ser el resultado de una disminución en la densidad de dislocaciones por la anulación de dislocaciones de signo contrario y debido al cambio en la estructura de las dislocaciones [99]. Por otro lado, el reblandecimiento cíclico también se puede explicar utilizando el concepto de "agotamiento de dislocaciones" (*dislocation starvation* [100]), por el que reblandecimiento cíclico se produce en los policristales debido a la cada vez mayor dificultad para generar nuevas dislocaciones que soporten la tensión después de los primeros ciclos.

## 4.6 Iniciación y propagación de grietas a fatiga

Del estudio del fallo por fatiga se distinguen tres zonas:

1. Zona de propagación lenta de la grieta, suele presentar una textura plana, en la que se puede llegar a distinguir el avance ciclo a ciclo.
2. Zona de crecimiento rápido de la grieta, irregular, similar a la fractura frágil.
3. Zona de estricción, cuando la superficie resistente es tan reducida que ya es incapaz de soportar la carga a la que está sometida.

A continuación, se describen las tres fases por las que transcurre el crecimiento de la grieta.

### 4.6.1 Iniciación de grieta

El desarrollo de una fisura por fatiga se clasifica tradicionalmente en dos fases principales:

1. Inicio de grieta y propagación de la microgrieta.
2. Propagación estable de la grieta y fractura.

La definición de iniciación de grieta ha evolucionado con el avance de los métodos de detección de fisuras. Este límite de detección de grietas ha mejorado a lo largo de los años desde varios milímetros hasta el orden de  $1\ \mu\text{m}$ . Dado que una grieta por fatiga debe tener una cierta longitud mínima antes de que pueda ser observada, siempre se producirá cierta propagación antes de que se identifique el número de ciclos necesarios para el inicio de la grieta [31], [32].

Cabe señalar que los defectos como imperfecciones superficiales (que actuarán como microentallas), inclusiones, poros, o defectos microscópicos inherentes al material propician zonas para la iniciación inmediata de las fisuras.

En 1903, Ewing demostró por primera vez que las microgrietas se producen como resultado de una deformación cíclica que conduce a una deformación localizada [70]. Esta localización de la deformación está causada por un movimiento irreversible de las dislocaciones (deslizamiento a lo largo de los planos cristalográficos preferentes cuando se aplica una tensión). Con el tiempo, si las tensiones o deformaciones persisten, las dislocaciones se agrupan en haces, lo que provoca una deformación localizada, formando de bandas de deslizamiento que se agrupan en láminas delgadas, las bandas de deslizamiento permanente [32], [101]. Las PSBs al llegar a la superficie libre suelen ser el área preferente para la iniciación de las grietas por fatiga.

El siguiente paso en la iniciación de grietas es la formación bandas de deslizamiento cristalográfico simples inclinadas  $45^\circ$  respecto de la tensión aplicada (ver Figura 4.11). Este proceso viene determinado por el desplazamiento cíclico mediante cizalladura del frente de la grieta [32], [67].

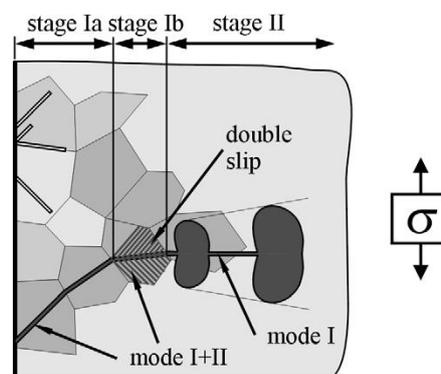


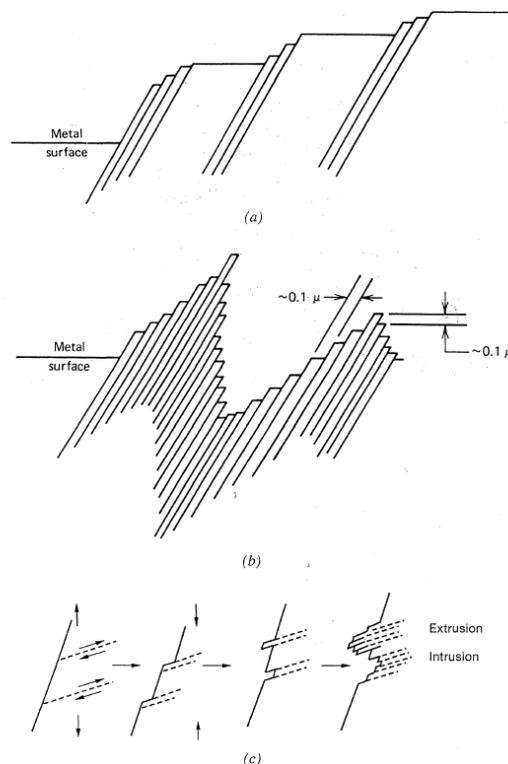
Figura 4.11: Diferentes etapas de la propagación de grieta [102].

Esta propagación inicial de grietas se identifica como etapa I y, por lo general, penetra solo unas pocas décimas de milímetro (es decir, uno o unos pocos cristales). La elevada acumulación de daño localizado en estos planos de deslizamiento produce la iniciación de la fisura. La propagación de grietas en la etapa I se observa el acero 304L tanto en régimen HCF como en LCF, y se ve fuertemente afectado por el ambiente y la microestructura, que tienden a concentrar las áreas de deslizamiento [85].

Se requiere un esfuerzo cortante cíclico para formar estos deslizamientos. A microescala, el esfuerzo cortante no se distribuye homogéneamente. El esfuerzo cortante en los planos de deslizamiento cristalográfico difiere de un grano a otro, depende tanto del tamaño y forma de los granos, como de su orientación cristalográfica y de la anisotropía elástica del material.

En algunos granos de la superficie estas condiciones son más favorables para el deslizamiento que en otros. Si se produce un deslizamiento en un grano, se crearán escalones de deslizamiento, lo que implica que una nueva superficie del material estará expuesta al medio. La nueva superficie se cubrirá con una capa de óxido que se adhiere fuertemente a la superficie del material. En un acero inoxidable austenítico la estabilidad de este óxido fundamenta su resistencia a la pérdida de material por corrosión [103].

Otro aspecto significativo es que el deslizamiento durante el aumento de la carga también implica cierto endurecimiento por deformación en la zona de las bandas de deslizamiento. Como consecuencia, durante la descarga, habrá un esfuerzo cortante mayor en la misma banda de deslizamiento, pero ahora en dirección inversa. La capa de óxido permanece en el escalón de deslizamiento y el endurecimiento por deformación de la banda de deslizamiento tampoco es completamente reversible. Como consecuencia, aparecerá una banda inversa en planos de deslizamiento paralelos adyacentes [32], [67]. La deformación plástica asociada al proceso descrito genera extrusiones e intrusiones que se esquematizan en la Figura 4.12.



**Figura 4.12: Esquema de las bandas en la superficie: a) tensión estática; b) tensión cíclica; c) formación de las parejas extrusión-intrusión por fatiga [85].**

La menor restricción del deslizamiento en la superficie (menor triaxialidad) se ha considerado una condición favorable para que la superficie sea un lugar de iniciación de grietas por fatiga. Sin embargo, existen más argumentos a favor de la iniciación de grietas en la superficie del material en muestras pulidas [31], [32], [67], [85], [87]. Una razón es la distribución de esfuerzos no homogénea debido a un efecto entalla de una muesca, una inclusión, límites de grano o alguna otra discontinuidad.

Debido a una distribución de tensiones no homogénea se produce una tensión máxima en la superficie (concentración de tensiones). Además, la rugosidad también promueve la iniciación de grietas en la superficie. Otras circunstancias que pueden ocurrir en la superficie del material con un efecto perjudicial son las picaduras por corrosión y el daño por fricción.

Siempre que el tamaño de la microgrieta sea todavía del orden del tamaño de grano, la microgrieta estará presente en un material anisotrópico con una estructura cristalina y varios sistemas de deslizamiento definidos confinados en el propio grano. La microgrieta contribuye a una distribución de tensiones local más heterogénea, concentrando las tensiones en el frente de la microgrieta. Como resultado, se puede activar más de un sistema de deslizamiento. Además, al extenderse la grieta hasta alguno de los granos adyacentes, la restricción de movimiento por deslizamiento aumenta debido a la presencia de los bordes de granos vecinos.

Al ser cada vez más difícil acomodar el deslizamiento en un único sistema se activarán varios sistemas de deslizamiento, lo que afectará a la dirección original de propagación de la microgrieta sobre la banda de deslizamiento.

Debido a que la propagación de las microgrietas depende de la cristalografía, los límites microestructurales suponen un obstáculo para la propagación de las grietas por deslizamiento. La Figura 4.13 muestra gráficamente para una aleación de aluminio la velocidad de propagación de la grieta en función de su incremento de longitud por ciclo [104]. La velocidad de la grieta presenta un marcado descenso a atravesar los dos primeros límites de grano. Después de pasar por los mínimos asociados a los límites de grano la microgrieta continúa creciendo a una velocidad constante.

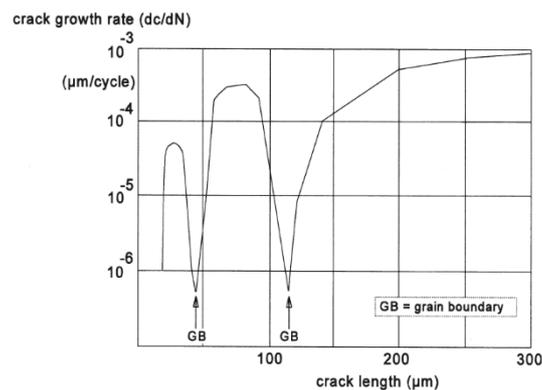


Figura 4.13 Efecto de los bordes de grano en aleaciones de aluminio [32], [104].

Durante estas fases, la propagación de la microgrieta se ve fuertemente afectada por la microestructura y su avance está condicionado por la plasticidad local. Este aspecto es especialmente importante para los materiales en los que una parte sustancial de la vida a fatiga se gasta durante la propagación de grietas cortas. Por ejemplo, los componentes estructurales cargados cíclicamente a menudo se someten a una amplitud de tensiones cercana al límite de fatiga, en tales condiciones, se considera que las etapas de iniciación y propagación de grietas

cortas juegan un papel importante durante su vida útil. Por tanto, una forma de cuantificar analíticamente la etapa de iniciación es una cuestión de gran importancia [105]–[109]. Para el acero 304L en ambiente PWR, la vida de inicio de la fisura es comúnmente definida como el número de ciclos antes de que el tamaño máximo de la fisura sea mayor de 200  $\mu\text{m}$  [110].

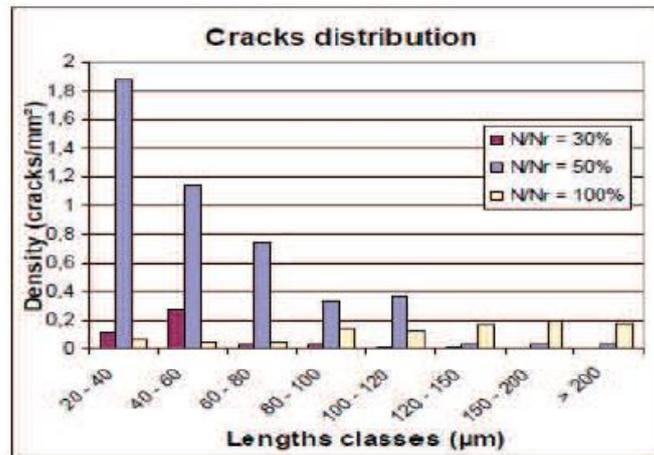


Figura 4.14: Distribución de grietas durante ensayos de fatiga de acero 304L sometido a control por deformación con una amplitud de 0.3%,  $N_f = 25000$  ciclos [111].

Cuando la grieta crece lo suficientemente, superando la etapa I, la influencia de la microestructura puede volverse insignificante. La parte de la vida de un componente en uso que se encuentra en el régimen de Paris [112] puede estimarse fácilmente.

#### 4.6.2 Propagación de grieta

Cuando la grieta supera al menos dos veces el tamaño de granos, la microestructura ya no afecta a su propagación. En este momento, la velocidad a la que crece una grieta tiene una importancia considerable para determinar la vida útil remanente de un componente. La velocidad de crecimiento de grieta depende del nivel de tensiones aplicado. En la década de 1960, Paris examinó una serie de aleaciones y concluyó que la velocidad de crecimiento de grieta frente al rango del factor de intensidad de tensiones [112] cumplía la siguiente relación:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^n \quad \text{ec. 4.3}$$

donde los parámetros  $C$  y  $n$  son propiedades del material,  $da$  es el cambio en longitud de la grieta y  $dN$  es el número de ciclos,  $\Delta K$  es la variación en el factor de intensidad de tensiones, que depende de la tensión y de la longitud de grieta. Como resultado, la relación del número de ciclos hasta el fallo  $N_f$ , la longitud inicial de la grieta  $a_0$ , y la longitud crítica de la grieta  $a_c$ , se definen como:

$$N_f = \int_0^{N_f} dN = \int_{a_0}^{a_c} \frac{da}{C(\Delta\sqrt{\pi a})^n} = \frac{1}{C\pi^{\frac{n}{2}}(\Delta\sigma)^n} \int_{a_0}^{a_c} \frac{da}{a^{\frac{n}{2}}} \quad \text{ec. 4.4}$$

donde  $N_f$  es una estimación del número de ciclos hasta el fallo, y  $\Delta K = \Delta\sqrt{\pi a}$ .

Cabe señalar que la ley de Paris permitió hacer una predicción cuantitativa de la vida remanente para una grieta por primera vez. Ahora bien, es sabido que  $N_f$  también depende de otros factores, como la relación entre tensión máxima y mínima, la frecuencia de carga, la secuencia de carga o las condiciones ambientales. En las últimas décadas, se ha modificado para tener en cuenta más factores en función de las condiciones de carga, como la ecuación de Walker (ec. 4.5), la ecuación de Forman (ec. 4.6) y la ecuación de Elber (ec. 4.7) [31], [32], [67], [85], [92].

$$\frac{da}{dN} = C(\overline{\Delta K})^n = \frac{C(\Delta K)^n}{(1-R)^{n(1-\lambda)}} \quad \text{ec. 4.5}$$

$$\frac{da}{dN} = \frac{C\Delta K^m}{(1-R)(K_c - K_{max})} \quad \text{ec. 4.6}$$

$$\frac{da}{dN_f} = C(\Delta K_{eff})^n = C(\beta\Delta S_{eff}\sqrt{\pi a})^n \quad \text{ec. 4.7}$$

4.6.2.1 Transición entre la etapa de iniciación y de propagación de grieta

Como se mencionó anteriormente, la vida a fatiga ha sido descrita como una sucesión de la etapa de iniciación de grietas y la etapa de propagación. La definición de transición desde la etapa de iniciación a la de propagación es difícil de definir cuantitativamente. La etapa de iniciación termina cuando la propagación de la microgrieta no depende de la microestructura del material [32] o de las condiciones de la superficie para una probeta pulida. Los tamaños de la microgrieta en la zona de transición de la etapa de inicio a la etapa de propagación difieren significativamente de unos materiales a otros, ya que esta transición depende de los límites de la microestructura, que no son los mismos en todos los materiales. La transición también implica el cambio de una grieta microestructural a una “grieta corta” (entre 200 μm y 1 mm, aproximadamente), que ya no es sensible a la microestructura. Aun así, la fisura sigue siendo corta, y está influenciada por el cierre y la apertura del fondo de la grieta en cada ciclo.

La Figura 4.15 proporciona una comparación entre el rango de tensiones y la longitud de la grieta [79], en escala logarítmica, en la que  $a_1$  representa una escala microestructural, por ejemplo, el tamaño de grano, y  $a_2$  está normalmente entre 200 μm y 1 o 2 mm [85], [113].

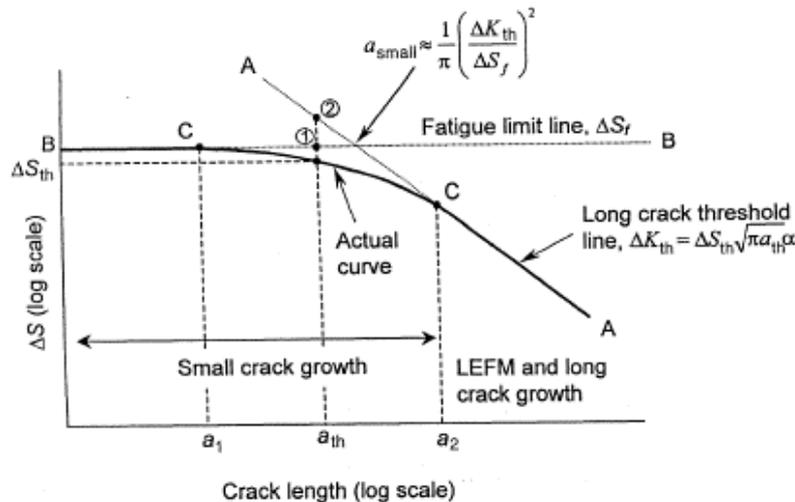


Figura 4.15: Diagrama de Kitagawa-Takahashi [79] mostrando la relación entre el rango de tensiones y la longitud de grieta [85].

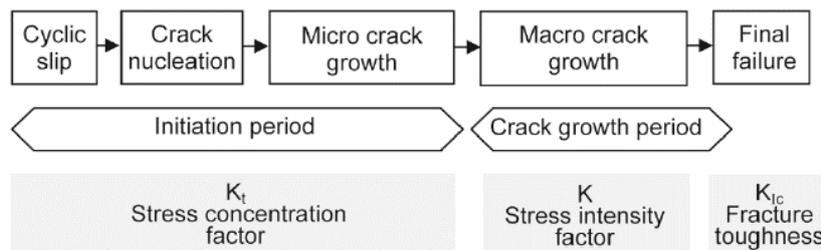


Figura 4.16: Diferentes fases de la vida a fatiga y sus correspondientes factores de intensidad de tensiones [32].

La etapa de iniciación de grieta incluye la propagación inicial de la microgrieta. Debido a que la velocidad de crecimiento aún es baja, la etapa de inicio puede cubrir una parte significativa de la vida a fatiga. Esto se muestra en la Figura 4.17, que representa esquemáticamente el desarrollo de la grieta en función del porcentaje de la vida a fatiga consumida [32]. Hay tres curvas en la figura, en función de la causa de iniciación de la grieta, y con diferentes valores de longitud inicial de grietas. La curva inferior corresponde al inicio de la microgrieta en una superficie perfecta del material; la curva intermedia representa el inicio de la grieta a partir de una inclusión; y la curva superior está asociada con una grieta iniciada en un defecto de material, como los defectos que pueden estar presentes en una unión soldada.

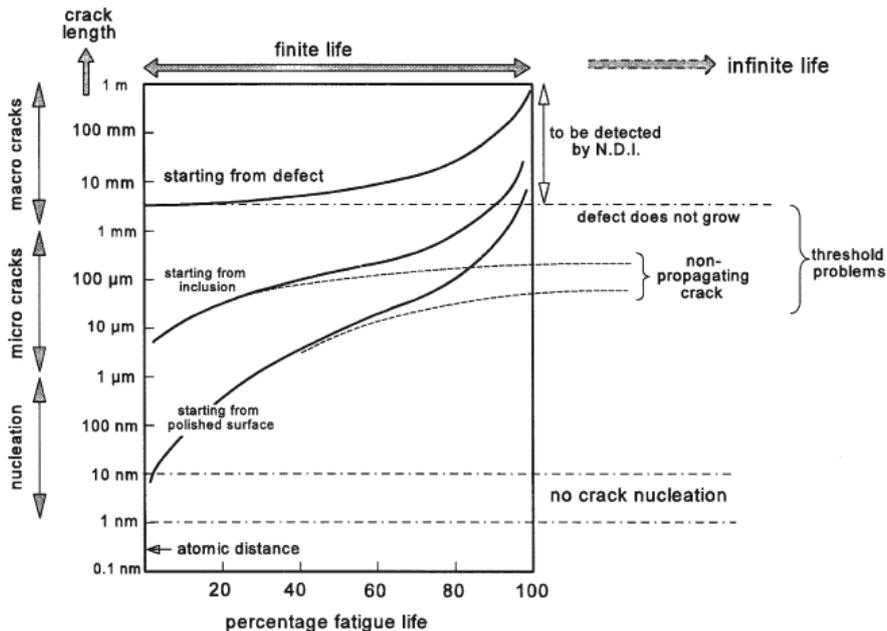


Figura 4.17: Diferentes escenarios del crecimiento de grieta por fatiga [32].

La Figura 4.17 muestra que solo las grietas que parten de defectos pueden tener una longitud detectable por procedimientos no destructivos. Las dos curvas inferiores muestran que la mayor parte de la vida a fatiga se gasta en desarrollar un tamaño de fisura inferior a 1 mm, es decir, indetectable a simple vista. También es posible que las grietas no siempre crezcan hasta el fallo, como señalan las líneas punteadas. Esto implica que puede haber barreras microestructurales que detengan la propagación de las grietas.

#### 4.6.3 Rotura

La rotura se produce cuando el tamaño de grieta crece muy rápido y el factor de intensidad de tensiones alcanza el valor de la tenacidad a la fractura del material. Esta última fase no tiene interés para el estudio de la vida a fatiga, ya que el crecimiento de la grieta es tan rápido que solo consume unos pocos ciclos antes de la fractura completa.

### 4.7 Química del ambiente PWR

El ambiente en el interior de un reactor de tipo LWR presenta un importante reto para el diseño de materiales y la ingeniería mecánica debido a la alta presión y temperatura, un refrigerante químicamente agresivo, grandes tensiones mecánicas y térmicas, además de altos niveles de irradiación neutrónica [114].

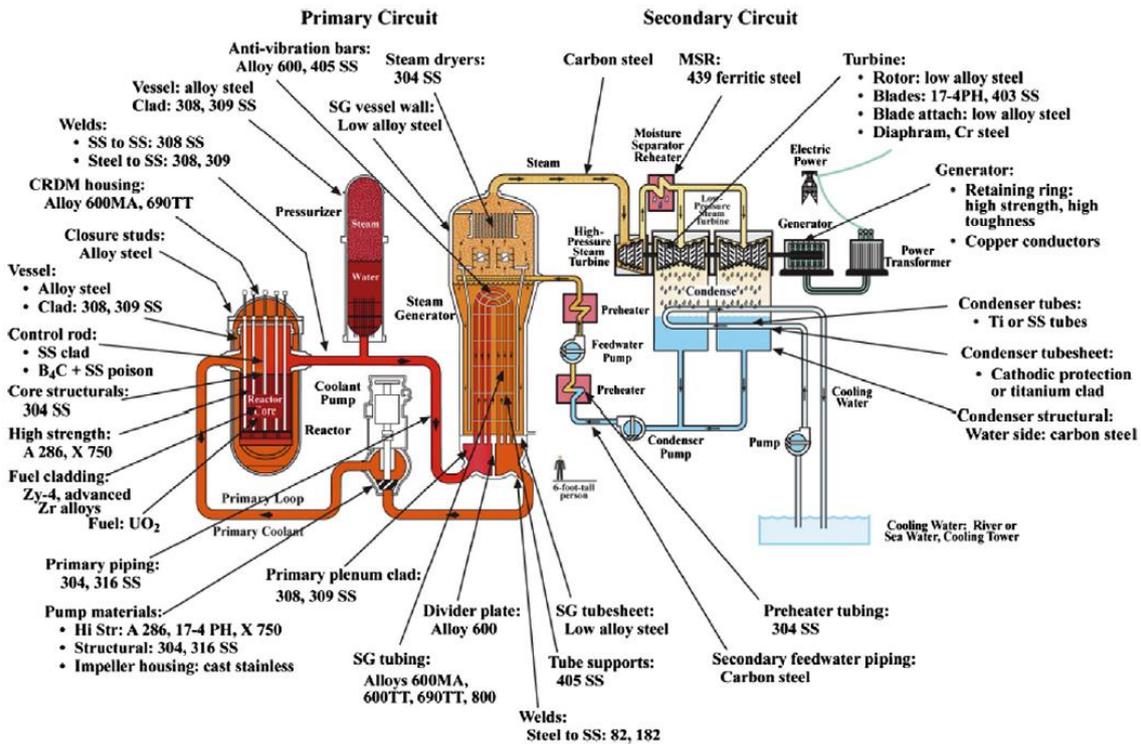


Figura 4.18: Esquema de los circuitos primario y secundario de un reactor PWR y sus materiales de construcción [115].

El control de la química del circuito primario persigue tres objetivos:

1. Garantizar la integridad de los componentes de la barrera de presión frente a la corrosión.
2. Asegurar la integridad de las varillas de combustible.
3. Reducir los niveles de radiación mediante:
  - a) Reducir la formación de radicales libres formados a partir de la radiólisis del agua. La solución adoptada es inyectar hidrógeno para recombinar estos radicales libres, el efecto asociado es reducir el potencial redox del medio
  - b) Reducir los productos de corrosión que pueden formar isótopos de larga duración a su paso por el núcleo y, posteriormente, depositarse en otros puntos contaminado el resto del circuito.
  - c) Moderar los neutrones generados en la fisión del combustible dentro del espectro de "neutrones térmicos" para mantener la reacción de fisión.

Es necesario alcanzar un equilibrio entre los tres objetivos, ya que, generalmente, las condiciones óptimas para un aspecto suelen penalizar otro.

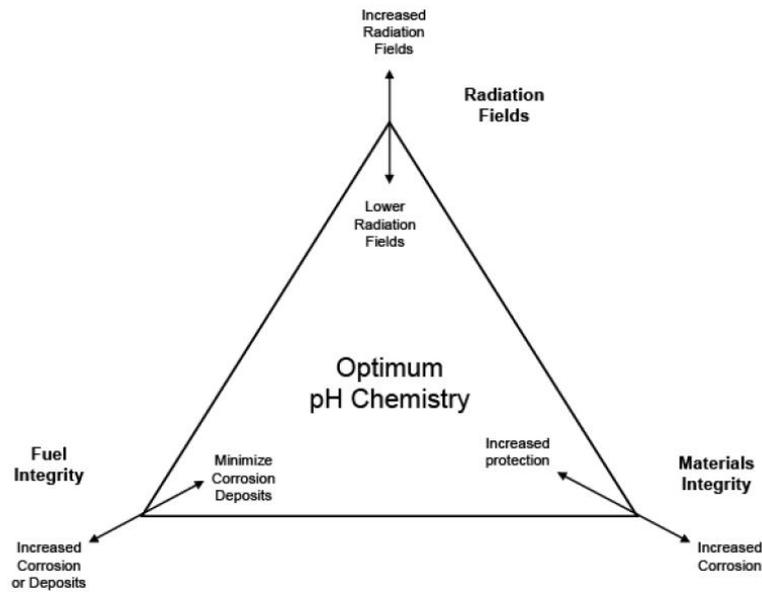


Figura 4.19: Esquema de la problemática para alcanzar las condiciones químicas óptimas [116].

El control químico trata de eliminar en el agua de proceso aniones dañinos como halógenos y sulfatos, y ciertos cationes metálicos, así como mantener un potencial redox adecuado. La experiencia ha demostrado que una concentración excesiva induce procesos degradatorios como corrosión intergranular, corrosión bajo tensión (*stress corrosion cracking*, SCC) y corrosión fatiga.

Por razones de reactividad neutrónica los reactores de agua ligera necesitan moderar las energías de los neutrones producidos en las reacciones de fisión del combustible del núcleo, y situar las energías dentro de un rango denominado como de “neutrones térmicos”, en donde disponen del rango de energías apropiado para seguir produciendo nuevas reacciones en cadena. Esta moderación se lleva a cabo introduciendo una cantidad suficiente de boro en el agua de primario. La forma más sencilla de introducir este boro es en forma de ácido bórico, por su solubilidad en agua.

La presencia de agua líquida como electrolito y la alta temperatura potencian la cinética de las reacciones electroquímicas de corrosión. Teniendo en cuenta que muchos de los elementos de las aleaciones metálicas empleadas pueden transmutarse en isótopos de vida larga es imperativo minimizar los fenómenos de corrosión para evitar en la misma medida el transporte de productos de corrosión, que en su paso por el núcleo puede dar lugar a isótopos radiactivos de vida larga, lo que dificultaría cualquier labor de inspección y mantenimiento en el circuito.

Las características fisicoquímicas del ambiente y de los materiales comunes en los reactores PWR son las siguientes [117]:

- El circuito primario de una central nuclear tipo PWR opera a una presión entre 15.5-15.8 MPa, dependiendo de la planta, y una temperatura promedio en el rango 320-326 °C, en rama caliente, y 285-290 °C, en rama fría, sin que se produzca la ebullición.
- El aumento de temperatura facilita la aparición de productos de corrosión, por lo que los materiales principales para componentes en contacto con el agua de refrigeración son aceros inoxidables austeníticos, para vasija, presionador y bombas, y aleaciones de base níquel para los mecanismos de guía de las barras de control y, según el diseño, en el haz de tubos de los generadores de vapor.

- El material de las varillas de combustible es zircaloy-4 o Zirlo. El control de la reactividad del reactor se realiza mediante las barras de control y el uso de ácido bórico como moderador<sup>3</sup> disuelto en el refrigerante del reactor. El boro se consume en función del grado de quemado del combustible. Este hecho condiciona totalmente la química de los reactores PWR, permitiendo que se establezcan diversas estrategias para la química del primario [116].
- Al tratarse de un sistema cerrado, los radicales libres, formados en el núcleo por radiólisis del agua y que elevan el potencial redox del medio, se anulan totalmente inyectando una cantidad controlada de hidrógeno al agua de primario. La química del primario PWR es, por tanto, muy reductora y presenta algunas ventajas frente a la corrosión pero no hace totalmente inmunes a los materiales [116].
- La reactividad electroquímica de las aleaciones metálicas en contacto con el agua de primario se ajusta con el potencial redox y el pH del agua de primario. El objetivo es situar a las aleaciones en la zona de inmunidad o pasivación en un diagrama potencial-pH, a fin de reducir al máximo la cantidad de metal que pasa al medio por corrosión. Para controlar el pH una práctica habitual es añadir hidróxido de litio al medio hasta conseguir contrarrestar la acidez que provoca la adición de boro en forma de ácido bórico, consiguiendo un pH ligeramente básico [116].

Dado que los procesos electroquímicos dependen del pH y del potencial redox del medio, con el objetivo de minimizar los procesos de corrosión se suelen emplear conceptualmente los diagramas de Pourbaix, o de potencial-pH, como herramienta para combinar ambas variables y reducir los fenómenos de corrosión situando las aleaciones en zonas de inmunidad o pasivación.

A título de ejemplo, la Figura 4.20 ilustra un diagrama de Pourbaix para una aleación Fe-Ni-Cr como es el acero inoxidable. En el eje X se representa el pH del medio y en el eje Y el potencial redox. Las líneas de este diagrama se establecen a partir de las reacciones de óxido-reducción del metal con el medio. Estas semirreacciones se expresan de forma numérica con las ecuaciones de Nerst, y definen zonas de predominancia de especies del metal en cuestión (óxidos e hidróxidos) que por su carácter adherente y/o estabilidad delimitan regiones de corrosión, inmunidad o pasividad, esta última cuando la superficie del metal se cubre con un producto de corrosión adhesivo y estable.

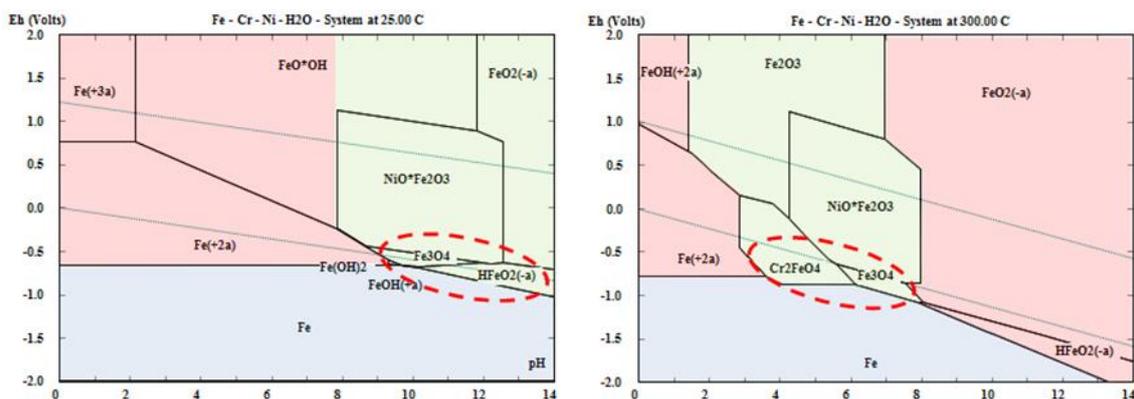


Figura 4.20: Diagramas de estabilidad de fase (Pourbaix) para un sistema Fe-Ni-Cr en agua a 25 °C y a 300 °C [118].

<sup>3</sup> Características del moderador neutrónico: su solubilidad y su absorción neutrónica deben ser elevadas y química y físicamente estable.

Las líneas dependen de la concentración relativa de las especies, así como de la temperatura, en esta figura se han representado el sistema Fe-Ni-Cr para una misma concentración de estos elementos en disolución y dos temperaturas (25 °C y 300 °C). En el ejemplo de la Figura 4.20 la zona sombreada en rojo es la zona de corrosión, la sombreada en azul la zonas de inmunidad y las señaladas en verde las de pasivación, la cual dependerá, como se ha mencionado, de la adherencia y la estabilidad en el medio de los productos de corrosión. La intención de manejar estos diagramas es situar al medio en unas condiciones de pH (eje X) y potencial redox (eje Y) que sitúen la aleación en zona de inmunidad o, en su defecto, de pasivación. Para el ejemplo ilustrado en la Figura 4.20 esto corresponde para las dos temperaturas mostradas con la zona remarcada con línea roja discontinua. Queda patente que para trazar una estrategia de minimización de la corrosión en planta se ha de tener en cuenta todas las aleaciones metálicas en contacto con el medio y las diferentes temperaturas a las que operan los equipos.

En la práctica, el pH se regula adicionando hidróxido de litio (base fuerte) que por una parte contrarresta el exceso de acidez producido por el ácido bórico y por otra, el litio evita la formación de isótopos de vida larga al sufrir transmutación en el núcleo del reactor. El bajo potencial redox necesario se consigue inyectando hidrógeno molecular en el reactor, el cual tiene el doble efecto: bajar el potencial y reducir los radicales libres por combinación (peróxidos de hidrógeno e iones oxonio) generados en la radiólisis del agua por efecto de la radiación gamma.

Hay que señalar que estos diagramas se fundamentan en cálculos termodinámicos, por lo que el comportamiento real de las aleaciones en el medio dependerá también de la cinética de las reacciones.

#### 4.8 Técnicas de análisis

Dado que la definición de las etapas de iniciación y propagación de grietas evolucionaron con la mejora de los métodos de detección y dado que es importante conocer el mecanismo subyacente de la iniciación de grietas, recientemente se ha aplicado una amplia gama de técnicas de microscopía para caracterizar la iniciación y la propagación de las grietas. Algunas de las técnicas de observación de grietas en aceros austeníticos inoxidables se resumen a continuación.

Primero, la microscopía de fuerza magnética (MFM) se ha utilizado para detectar el agotamiento de cromo, en las primeras etapas de fisuración por corrosión bajo tensión [119], [120].

La corrosión intergranular en acero 304 también se ha estudiado mediante microscopía de fuerza atómica electroquímica (ECAFM) [121]. Observaciones con microscopía electrónica de barrido u óptica (SEM); difracción por electrones retrodispersados (EBSD) y microscopía orientacional (OIM) para observar los lugares de inicio de grietas y el camino de propagación, con bandas de deslizamiento o el límite de grano. Todas estas técnicas proporcionan información bidimensional.

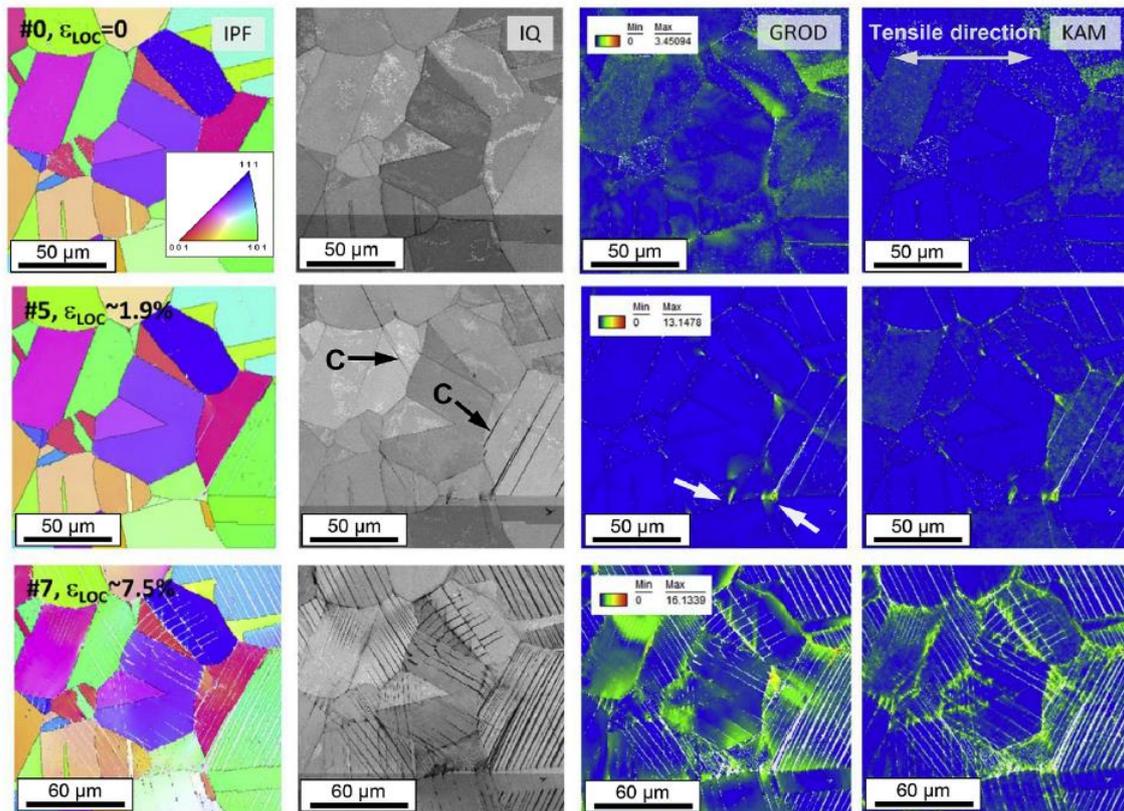


Figura 4.21: Conjunto típico de imágenes SEM y EBSD, de izquierda a derecha: mapa IPF (*inverse pole figure*) - colorea las distintas orientaciones cristalinas-, mapa en calidad de imagen (IQ), GROD (*grain reference orientation deviation*) y KAM (*kernel average misorientation*), que describen la desorientación de la estructura [122].

Dado que el agrietamiento por fatiga es un fenómeno tridimensional y con el desarrollo de la técnica de microtomografía computarizada ( $\mu$ -CT), recientemente se utilizó y desarrolló el método de observación de grietas en 3D [123]–[125]. La microtomografía de rayos X es una técnica no destructiva para visualizar la estructura interna de los materiales. El concepto de tomografía de rayos X es una extensión de la radiografía de rayos X clásica y se basa en la atenuación del haz de rayos X a través de la muestra. Mientras que la radiografía proporciona solo una proyección del volumen de la muestra en un plano, la tomografía combina la información de una serie de muchas radiografías, cada una de las cuales con una orientación diferente de la muestra frente al detector. La variación de la intensidad de los rayos X con el volumen de la muestra se puede reconstruir combinando un número suficiente de radiografías con un algoritmo apropiado [125].

Como se muestra en la Figura 4.22, la tomografía de rayos X se utilizó para observar y analizar el agrietamiento por corrosión bajo tensión intergranular (IGSCC) de los aceros inoxidable austeníticos.

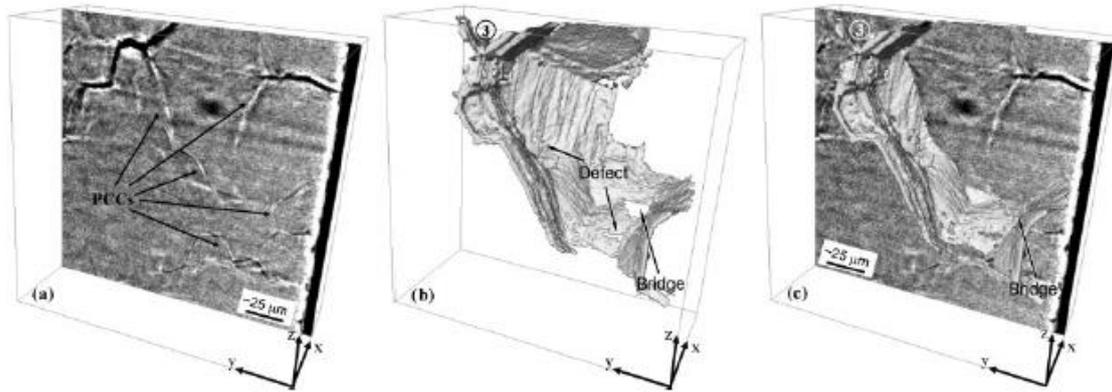


Figura 4.22: a) plano de la observación de grietas en acero 302; b) reconstrucción 3D de una grieta superficial obtenida por segmentación manual con microtomografía de rayos X; c) combinación de a) y b) [126].

#### 4.9 Análisis de fatiga asistida por el ambiente

La respuesta de los materiales a cargas cíclicas originadas por los esfuerzos transitorios que aparecen en las plantas están recogidos en los códigos de diseño ASME BPVC Section III [27], que proporcionan valores de resistencia a fatiga y velocidad de crecimiento de grieta. Este documento, que se emplea en el diseño de componentes de plantas nucleares, reconoce la fatiga como un posible modo de fallo en los aceros de la vasija. La fatiga está originada por transitorios térmicos y cambios de presión. ASME proporciona el número de ciclos permitido en función de la amplitud de tensión, mediante las curvas de diseño aplicables a los materiales estructurales.

Sin embargo, no recoge explícitamente el efecto del medio en contacto con la aleación. En el caso de los aceros inoxidable austeníticos el agua de primario tiene un efecto sobre la vida a fatiga, que puede ser un factor reductor de 12 en el número de ciclos (o de dos para la tensión) [3]. Es sabido por las campañas experimentales llevadas a cabo en las últimas décadas que el ambiente en el interior de los reactores nucleares de agua ligera incrementa la velocidad de crecimiento de grieta de los aceros inoxidable austeníticos [127]–[130].

Actualmente, se permite la aplicación de distintos métodos para la estimación de este efecto del medio en los materiales y componentes. No obstante, en muchos casos, las predicciones de altas velocidades de crecimiento de grieta se muestran inconsistentes respecto del comportamiento en planta [131], [132].

Existen distintos métodos para estimar el daño producido por la fatiga y el medio en contacto (*environmentally-assisted fatigue*, EAF). El sugerido por la NRC se explica en el documento NUREG/CR-6909 “Effect of LWR Coolant Environments on the Fatigue Life of Reactor Materials” [65] a través de la incorporación de un factor de corrección ambiental en fatiga (*environmental fatigue correction factor*,  $F_{en}$ ) en el cálculo del factor de uso (*cumulative usage factor*, CUF) para estimar el envejecimiento de los materiales durante la vida de operación de la planta [133]. El factor  $F_{en}$  es definido como un ratio entre la vida a fatiga en aire a temperatura ambiente y la vida a fatiga en el medio en condiciones de operación [134].

Actualmente existen distintos métodos para calcular el factor de corrección ambiental. Una comparativa [135] entre los distintos valores de  $F_{en}$  obtenidos en función del método de cálculo empleado presenta una diferencia de un 30%, en el caso más desfavorable, para el acero inoxidable austenítico, como el 304L.

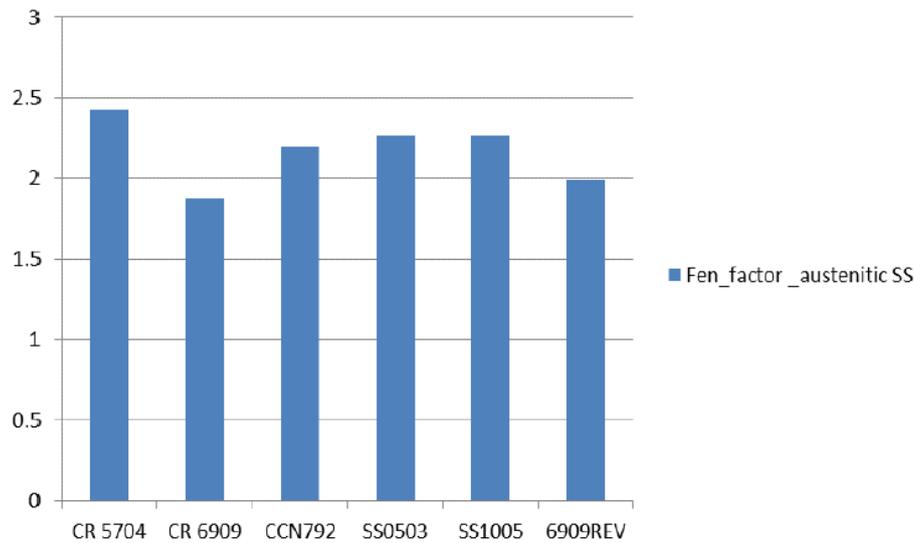


Figura 4.23: Factores  $F_{en}$  para acero inoxidable austenítico calculados por distintos métodos [135].

A continuación, se muestran las diferentes metodologías para el cálculo de fatiga en los componentes nucleares.

#### 4.9.1 ASME BPVC Section III

El efecto del ambiente PWR para calcular la curva de fatiga no está incluido en el código ASME BPVC Section III 2007 [27], pero sí el efecto de la deformación media. Para aceros inoxidables austeníticos, la curva en aire es la línea de referencia de diseño para el NUREG/CR-6909. Las curvas se definieron utilizando datos experimentales en aire y aplicando la corrección de Goodman para la tensión media. Además, se aplicaron factores para incluir la dispersión de los resultados provenientes de distintos laboratorios.

La ecuación básica para ajustar los datos de fatiga tiene la siguiente forma:

$$\ln(N) = A - B \ln(\varepsilon_a - C) \quad \text{ec. 4.8}$$

donde A, B y C son tres constantes a determinar, N es el número de ciclos y  $\varepsilon_a$  es la amplitud de deformación.

La ec. 4.8 se denomina "curva de Langer" [136]. Se pueden utilizar otros modelos para fatiga, como el modelo Basquin:

$$\varepsilon_a = AN^B \quad \text{ec. 4.9}$$

donde A y B son parámetros de ajuste, N es el número de ciclos y  $\varepsilon_a$  es la amplitud de deformación.

La curva media en aire (curva de Langer) se determinó con el método de regresión estadística estándar (mínimos cuadrados) basado en la ecuación de fatiga dada anteriormente. Al utilizar esta metodología, surge un problema relacionado con el desequilibrio entre las magnitudes no comparables de los ejes x e y (amplitud de deformación frente a número de ciclos). Se puede realizar un balance a través de un coeficiente, pero no se encontró ninguna referencia sobre el que se empleó en el caso de la curva de Langer.

Para la corrección de Goodman de la tensión media se aplica en la siguiente regla, escribiendo matemáticamente la intersección del límite elástico del material y la curva de Goodman en un diagrama de Haigh (Figura 4.24), y resolviendo para  $S_a$ :

$$S_a' = S_a \left( \frac{\sigma_u - \sigma_y}{\sigma_u - S_a} \right) \quad \text{para } S_a < \sigma_y \quad \text{ec. 4.10}$$

$$S_a' = S_a \quad \text{para } S_a > \sigma_y \quad \text{ec. 4.11}$$

donde  $S_a$  es la tensión alterna antes de la corrección,  $S_a'$  es la tensión alterna después de la corrección de la tensión media,  $\sigma_u$  es la resistencia a la rotura y  $\sigma_y$  es el límite elástico.

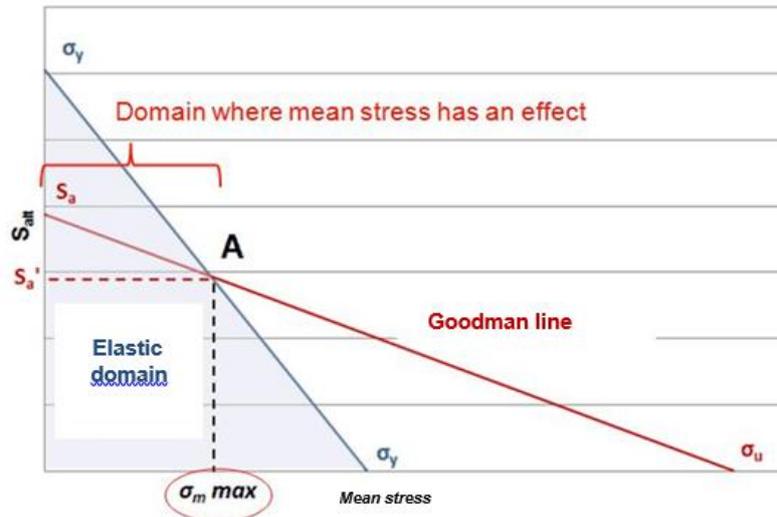


Figura 4.24: Recta de Goodman y dominio elástico en el sistema de coordenadas de tensión media frente a tensión alterna [132].

Cabe señalar que, si la tensión alterna está por encima del valor del límite elástico, no hay un nivel de tensión media que considerar en el análisis. Se puede considerar que la tensión media simplemente se redistribuye en el material. También hay que señalar que esta relación no implica conocer el nivel de tensión media en un momento dado de la vida del componente: ofrece un nivel máximo permisible de tensión media permitida sin redistribución mediante la plasticidad local.

Este nivel máximo de tensión media se puede calcular resolviendo  $\sigma_m$  (tensión media) en lugar de  $S_a$  al resolver la intersección entre el límite elástico del material y la curva de Goodman en un diagrama de Haigh. Para la curva ASME (curva C), por ejemplo, es posible calcular el nivel de tensión media cubierta por la curva de fatiga (ver Figura 4.25). Se puede observar que, para un número elevado de ciclos, el nivel máximo de esfuerzo medio cubierto es de alrededor de 110-120 MPa.

Esta metodología se basa en una representación matemática del efecto de la tensión media sobre la fatiga y no en ninguna experimentación específica de la industria nuclear o los materiales de grado nuclear.

Los factores que se utilizaron para la transición de la curva media en aire a la curva de diseño se determinaron esencialmente en revisiones bibliográficas. Tanto para los factores de vida a fatiga como para la amplitud de la deformación, los factores finales son una multiplicación de distintos subfactores individuales.

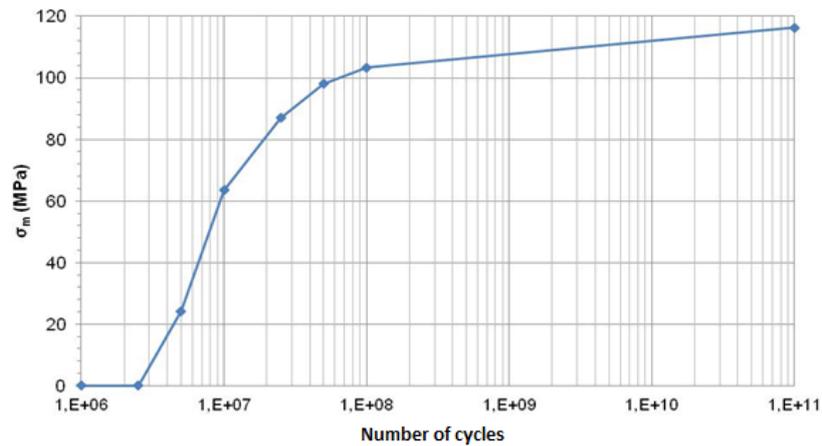


Figura 4.25: Nivel de esfuerzo medio cubierto por la curva de fatiga anterior de ASME C [132].

Una de las carencias de este método es la pequeña cantidad de datos que, hasta ahora, se han empleado para estimar los subfactores para adaptar la curva en aire a la curva de diseño. Además, los datos de fatiga suelen tener una alta dispersión, lo que dificulta determinar un único factor. El mismo comentario se aplica a la corrección de tensión media de Goodman, que es esencialmente teórica y se basa en el diagrama de Goodman.

Estas curvas de fatiga se han utilizado ampliamente durante los últimos 50 años. La mayor parte de las centrales nucleares que hoy operan o están en construcción en EE. UU., Francia, China, Finlandia, Alemania y otros países han sido diseñados utilizando esta curva de fatiga.

#### 4.9.2 NUREG/CR-6909

El NUREG/CR-6909 [65], [137] fue desarrollado como una mejora de la metodología para el cálculo de la fatiga asistida por el ambiente, aunque la construcción de la curva de fatiga es muy similar. La principal diferencia con la metodología anterior es la inclusión de los efectos ambientales del PWR a través de un factor ambiental ( $F_{en}$ ).

La curva en aire se definió utilizando la ecuación de Langer para fatiga (ec. 4.8) y ajustando los datos por mínimos cuadrados. En [138], se aplica la siguiente ponderación para eliminar el desequilibrio entre los valores mayores de vida a fatiga y los valores menores de amplitud de deformación:

$$D = [(x - x')^2 + k((x - x')^2)] \quad \text{ec. 4.12}$$

donde  $D$  es la distancia experimental entre un dato y el modelo propuesto,  $x$  es la coordenada horizontal el dato experimental obtenido (número de ciclos de vida a fatiga),  $x'$  es la coordenada horizontal calculada usando el modelo de fatiga (asumiendo  $y=y'$ ),  $y$  es la coordenada vertical del dato experimental obtenido (amplitud de deformación),  $y'$  es la coordenada vertical calculada usando el modelo de fatiga (asumiendo  $x=x'$ ), y  $k$  es un factor para estimar el desequilibrio entre amplitud de deformación y el número de ciclos ( $k=20$  en [138]). La corrección de la tensión media es la misma que la curva de fatiga original, la corrección de Goodman.

Una mejora significativa de este método es la definición de los factores que permiten la transición de la curva media en aire a la curva de diseño. Con respecto al factor sobre la vida, se identificaron diferentes subfactores, pero el mayor esfuerzo se dedicó a determinar el coeficiente sobre la dispersión de los datos y la variabilidad del material [139]. Todos los subfactores se definieron como un rango y no como un único valor. Estos rangos de subfactores

se combinaron utilizando un análisis Monte-Carlo para obtener el factor global sobre la vida a fatiga en ambiente.

Con respecto al factor sobre la amplitud de la deformación, el enfoque es diferente, ya que se reconoció que, en el régimen de HCF, los efectos agravantes no se pueden combinar, pero se debe tomar el más perjudicial. Como resultado, se realizó una revisión de la literatura para evaluar los factores máximos de reducción de la amplitud de deformación asociados a los diferentes efectos y se seleccionó el más alto.

Los efectos ambientales se estudiaron a través de los resultados de ensayos en ambiente PWR. Las expresiones del factor ambiental ( $F_{en}$ ) se establecieron mediante el estudio de la tendencia de los datos experimentales. Se definieron distintos efectos (acabado superficial, ambiente PWR, temperatura, *hold time*, etc.) y las conclusiones se basaron en la sensibilidad de los resultados a un solo parámetro, sin considerar las dependencias múltiples [65], [137].

Aunque esta metodología supuso un importante paso adelante respecto a la anterior, todavía existe posibilidad de mejora, como se detalla en un informe EPRI [45]. Las principales mejoras están relacionadas con el alto grado de dependencia de la revisión bibliográfica para determinar algunos subfactores y un uso desequilibrado de análisis estadísticos para predecir el factor sobre la vida a fatiga y el factor sobre la amplitud de la deformación.

Además, los factores ambientales explican bien el efecto del ambiente PWR en condiciones de laboratorio, con probetas de fatiga con superficie pulida, pero no son suficientemente representativas de un componente industrial [45]. Además, el cálculo del factor  $F_{en}$  requiere tener en cuenta la velocidad de deformación, que es un parámetro que no se consideraba históricamente en la estimación de la vida a fatiga.

En comparación con la curva de fatiga anterior, el NUREG/CR-6909, Rev.1 [65] todavía no se ha utilizado en muchos casos. Sin embargo, en términos prácticos, es la nueva curva de fatiga desde el apéndice de 2009 añadido al código ASME 2007 [27] y está destinada a ser utilizada en todos los cálculos de fatiga usando versiones más recientes de ASME. Se ha utilizado, por ejemplo, en los EE. UU. para la extensión de la licencia de operación más allá de los 40 años de funcionamiento de algunas centrales nucleares.

#### 4.9.3 ASME Code-Cases

Dos Code-Cases han sido presentadas a ASME para incluir la fatiga asistida por el ambiente en cálculos de fatiga: Code-Case N-761 [140] y Code-Case N-792-1 [141]. El último se relaciona con el modelo del NUREG/CR-6909 para incluir la EAF, mientras que el primero es un método diferente basado en un conjunto de múltiples curvas de fatiga que incluyen el efecto de la temperatura y la velocidad de deformación.

El Code-Case N-761 se caracteriza por proponer una única curva de fatiga que contiene todos los efectos, incluidos los efectos del ambiente PWR. Esta decisión se fundamenta en la dificultad práctica para conocer los transitorios y sus diferentes velocidades de deformación y temperatura, por lo que una curva que cubra todas las posibilidades permite evitar dudas en la elección de una velocidad de deformación o la temperatura de cálculo. Otra razón es que los métodos de análisis por elementos finitos (*Finite Element Analysis*, FEA) actuales permiten un mayor grado de refinamiento [142], lo que permite reducir los márgenes del código ASME. En este contexto, implementar una única curva a fatiga mantiene un nivel adecuado de confianza.

La construcción de la curva de fatiga se basa en el mismo método que el NUREG/CR-6909. Para considerar el efecto del ambiente, se tienen en cuenta hasta cinco factores determinados experimentalmente que influyen en el número de ciclos.

Como se ve en la Figura 4.26, el factor ambiental se aplica solo a la vida a fatiga. La justificación es que, para el régimen de LCF, una vez que se ha iniciado la grieta, su propagación ocurrirá muy rápido, por lo que se debería considerar un margen de seguridad superior en este régimen [142].

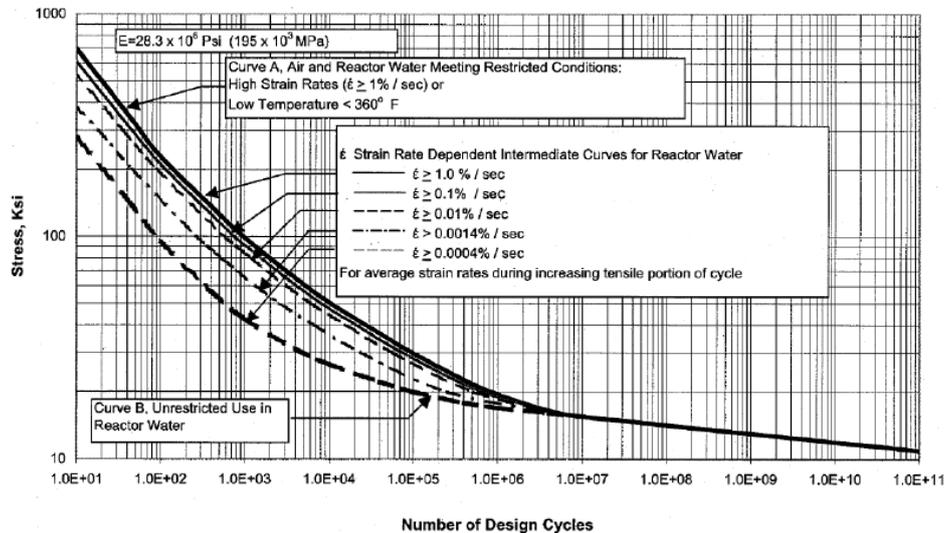


Figura 4.26: Curva a fatiga propuesta en el Code-Case N-791 [140].

La simplicidad de este modelo es su gran ventaja. Por otro lado, este método puede resultar muy conservador ya que, en caso de dificultades para determinar la velocidad de deformación en los transitorios, acabará siendo la curva de fatiga más restrictiva la que se aplicará. Además, como en el NUREG/CR-6909, este enfoque sobreestima el efecto de los distintos factores perjudiciales.

Este conjunto de curvas de fatiga no se ha utilizado en la actualidad a pesar de que se ha integrado a un ASME Code-Case.

#### 4.9.4 EN-13445

La norma europea EN-13445 [143] presenta un enfoque diferente para definir un modelo de fatiga. Este enfoque no incluye el EAF, pero se están elaborando propuestas en esta dirección [144]. La curva de diseño para fatiga se construye a partir de una curva media en aire a la que se aplican los factores de 10 sobre la vida y 1.3 en la tensión. La curva en aire no se relaciona con la curva de fatiga de ASME, pero es el resultado de una serie de ensayos en aire en una amplia gama de aceros [143]. Las principales referencias para la construcción de las curvas medias de fatiga al aire son la norma alemana AD-Merkblatt S2 [145] y el trabajo liderado por MPA-Stuttgart en los años 70.

Los factores de 10 y 1.3 se pueden explicar de dos formas. Según una nota en EN-13445, parecen estar vinculados solo a la dispersión de los datos: de hecho, se afirma que las curvas de diseño están ubicadas en tres desviaciones estándar de la curva media al aire, donde las desviaciones estándar parecen evaluarse en la dispersión de datos solamente. Por otro lado, algunas fuentes describen los factores de 10 y 1.3 como "factores de seguridad" para obtener la curva de diseño. Este criterio es heredado de la AD-Merkblatt S2 [145].

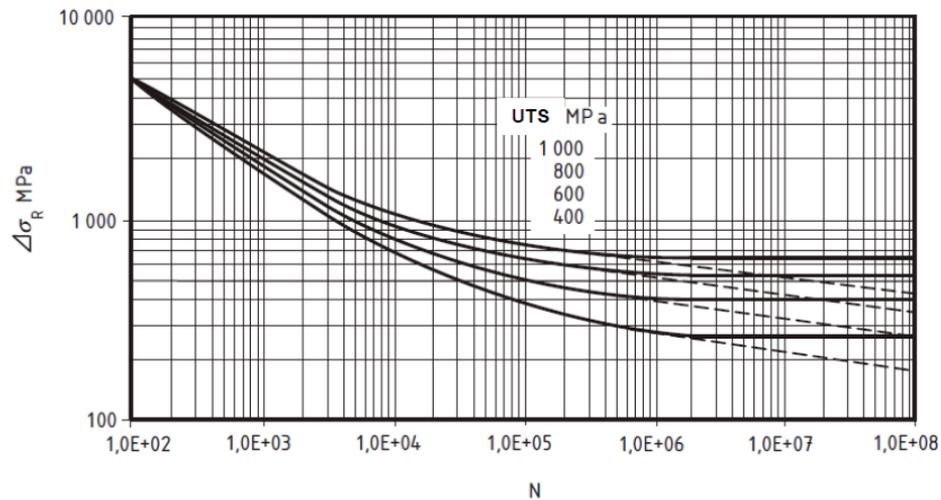


Figura 4.27: Curvas de fatiga para componentes sin soldadura<sup>4</sup> [143].

Una vez que se obtiene la curva de diseño, según la EN-13445 es necesario aplicar coeficientes adicionales a la curva para tener en cuenta los efectos propios de los componentes y las cargas a las que están sometidos. Para componentes sin soldadura, la curva de fatiga necesita corrección por temperatura, tensión media, espesor y rugosidad superficial. Sin embargo, hoy día no está muy claro cómo se determinaron estos coeficientes. Podrían provenir de varias fuentes, como AD-Merkblatt S2, Eurocode 3 [146] o resultados de ensayos de TWI. Los coeficientes a aplicar tienen un efecto sobre la amplitud de deformación.

Los límites de la resistencia a la fatiga de las curvas se determinan dependiendo de si las cargas tienen amplitud variable o no. En el caso de cargas de amplitud constante, la resistencia es constante y se indica en EN-13445. El valor constante de resistencia a la fatiga se da como una fracción ( $\approx 0.45$ ) de la resistencia a la fractura, que es un enfoque desarrollado desde que se derivaron las primeras curvas de Wohler. En el caso de cargas de amplitud variable, se proporciona una ecuación para la curva de fatiga. El enfoque de Miner-Haibach [147] con una pendiente modificada de la curva de fatiga se utiliza para contabilizar este efecto.

En cuanto al efecto del ambiente, se propone un concepto que podría ser aplicable junto con las curvas de fatiga de la EN-13445 [144]. Introduce coeficientes en función de la temperatura y de la velocidad de deformación que se incluirán directamente en la curva de fatiga.

A diferencia de otros métodos, la EN-13445 aboga por generar diferentes curvas de fatiga según el caso analizado, aunque este enfoque es un poco más complicado. Por otro lado, es muy detallado en componentes soldados en comparación con otros códigos y normas internacionales.

La EN-13445 se ha utilizado ampliamente en otras industrias (petroquímica, soldadura, petróleo y gas, etc.), y también se ha utilizado en algunos componentes convencionales del Reactor Europeo Presurizado (*European Pressurized Reactor*, EPR). Sin embargo, en términos prácticos, no se ha aplicado a los componentes del sistema de generación de vapor de la central (circuito secundario).

<sup>4</sup> Las diferentes curvas de fatiga se corresponden con diferentes niveles de tensión de rotura. Las líneas discontinuas se corresponden con la resistencia a la fatiga en el caso de amplitudes de carga variables.

#### 4.9.5 RCC-M

Dos propuestas para modificar el código RCC-M se presentaron en 2014 y se incorporaron al código RCC-M en 2016 [148]. Este enfoque de RCC-M abarcó no solo una propuesta para una curva de fatiga, sino también un método específico para incorporar el efecto del ambiente.

La curva media al aire definida en este documento es idéntica a la de NUREG/CR-6909. Se llegó a esta conclusión basándose en una comparación entre los datos al aire disponibles y el NUREG/CR-6909 [34].

Los coeficientes de vida y amplitud de deformación se definieron a partir de la combinación de la investigación internacional y los resultados de las campañas experimentales francesas [149]. En cuanto al factor agravante sobre la vida, se calculó como una combinación de parámetros vinculados al componente, la carga y la dispersión de datos. Estas tres categorías recuerdan las de NUREG/CR-6909 (rugosidad superficial, historial de carga, el efecto del tamaño y dispersión) pero cada una pretende cubrir una gama mucho más amplia de efectos. Por ejemplo, el efecto de componente incluye la rugosidad, el efecto del tamaño y el efecto de un gradiente de deformación a través del espesor. El objetivo de cubrir una gama conjunta de efectos es identificar la superposición o competencia entre ellos [149], así como dejar espacio para otros efectos que no se tienen en cuenta. Los coeficientes finales se dieron como rangos, que se combinaron mediante métodos estadísticos, como en el NUREG/CR-6909. Esto proporcionó un coeficiente final de 10.

Con respecto al factor sobre la amplitud de deformación, como el NUREG/CR-6909, se concluyó que la combinación de efectos agravantes no era aplicable y que el efecto más perjudicial era el aplicable. En este caso, el mayor valor es el asociado a la dispersión de datos y se calculó mediante la aplicación de cuatro evaluaciones estadísticas [150]. El valor final fue 1.4.

En relación con la tensión media, el método es idéntico a NUREG/CR-6909 y consiste en la corrección de la tensión media de Goodman.

Por último, con respecto a la fatiga asistida por el ambiente, la propuesta es una combinación del enfoque NUREG/CR-6909 con la introducción de los criterios de  $F_{en-integrated}$ . El valor  $F_{en-integrated}$  traduce la parte de los efectos ambientales, que se considera ya “integrados” en la curva de fatiga de diseño. La idea general es calcular el EAF y evaluar el factor  $F_{en}$  utilizando el enfoque del NUREG/CR-6909 y luego comparar el valor de  $F_{en}$  con el  $F_{en-integrated}$ . Si el  $F_{en}$  es mayor que el  $F_{en-integrated}$ , entonces el factor de uso debe incluir la EAF; si es al contrario ( $F_{en} < F_{en-integrated}$ ), los efectos ambientales ya están cubiertos por la curva de fatiga de diseño y no se requiere ninguna reducción adicional.

Este enfoque es exclusivamente aplicable a los aceros inoxidables conformes a las especificaciones RCC-M. La metodología se ha utilizado para la extensión de licencia de la flota de centrales nucleares francesas de 900 MWe.

#### 4.9.6 DCFS

El DCFS (*Design Committee on Fatigue Strength*) en Japón ha estado trabajando en la actualización de sus curvas de fatiga del código JSME [151]. Este comité fue creado en 2011 por la Sociedad Japonesa de Ingeniería en Soldadura para desarrollar un método de evaluación de la fatiga [34].

El estudio de la metodología de fatiga se inició con una curva de mejor ajuste que se estableció a través del métodos de ajuste por mínimos cuadrados y utilizando la misma ecuación de fatiga que el NUREG/CR-6909 (ecuación de Langer) [152].

Una vez definida la curva, se corrige de dos maneras: por tensión o por ciclos (ver Figura 4.28), y el número de ciclos tomados para el análisis es el más pequeño entre las dos vidas a fatiga calculadas. La corrección por ciclos se lleva a cabo mediante la corrección de tensión media. La propuesta de corrección de la tensión media es la corrección de Smith-Watson-Topper (SWT) [153]:

$$S'_a = \sqrt{S_a(S_a + S_{mean})} \quad \text{ec. 4.13}$$

donde  $S_a$  es la tensión alterna antes de la corrección,  $S'_a$  es la tensión alterna después de la corrección por la tensión media y  $S_{mean}$  es la tensión media.

A diferencia de la corrección de Goodman, esta corrección requiere evaluar el nivel de tensión media en el cálculo. En esta propuesta, la decisión de utilizar el modelo de SWT se basó en la comparación entre las correcciones existentes en la actualidad (Goodman, SWT, etc.) y los datos experimentales [154].

El efecto del acabado superficial se incluye en el modelo mediante un coeficiente (factor reductor de la resistencia a la fatiga,  $K_{sf}$  [155]) determinado mediante el análisis de datos experimentales, en función de la altura máxima del perfil de rugosidad ( $R_z$ ) [156]. Sin embargo, el efecto de la rugosidad superficial resulta insignificante en el caso de los aceros inoxidables austeníticos [154], siendo muy diferente a los enfoques de ASME y RCC-M.

Finalmente, se aplicó un coeficiente para cubrir la dispersión de datos sobre la vida a fatiga. Este coeficiente se determinó como el percentil 95% en todo el conjunto de datos analizados y no se obtuvo mediante la metodología del NUREG/CR-6909.

Con respecto a la corrección de la tensión, el coeficiente de dispersión de los datos se aplica antes de la tensión media y los efectos del acabado superficial.

Cabe señalar que no se aplica ningún coeficiente sobre el efecto del tamaño, a diferencia de otros enfoques.

Con respecto a la resistencia a la fatiga, el enfoque es comparable al de la norma EN-13445 donde la resistencia se determina por separado al resto de los datos ajustados y depende de si la carga estudiada es variable o no. Con respecto a las cargas de amplitud no variables [34], indica que un valor constante de  $0.4\sigma_u$  (donde  $\sigma_u$  es la resistencia a la fractura) puede usarse para aceros inoxidables austeníticos. Con respecto a las cargas de amplitud variable, el DCFS indica que las propuestas de EN-13445 parecen aceptables, pero que se necesita profundizar más [34].

El efecto del ambiente se tendrá en cuenta a través de la propuesta JNES [30], determinado a través de datos experimentales. La propuesta japonesa fue una de las primeras en tener en cuenta la EAF en los cálculos de fatiga. Las expresiones del  $F_{en}$  se establecieron simplemente mediante el estudio estadístico de los datos, enfoque seguido posteriormente por el NUREG/CR-6909.

Respecto al NUREG/CR-6909, un comentario importante sobre la metodología EAF es que no incluye los posibles efectos competitivos entre los parámetros agravantes. Esta cuestión aún está en discusión entre el comité de DCFS. Los resultados de este trabajo están destinados a integrarse en el código JSME.

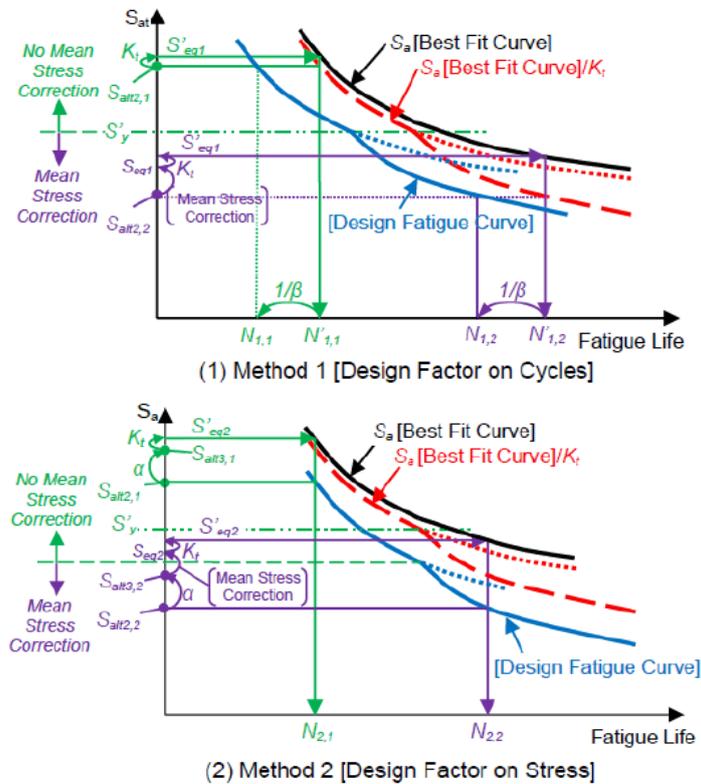


Figura 4.28 Construcción de la curva S-N según la propuesta de DCFS [34].

#### 4.9.7 KTA

El KTA [157] incluye una curva de fatiga, así como un método para incorporar el efecto ambiental. El ajuste de los datos al aire se basa en una ecuación de fatiga de Langer con un ajuste por mínimos cuadrados [158]. Cabe señalar que se realizan ajustes para alta y baja temperatura, ya que se demostró un claro efecto de temperatura en los aceros inoxidables austeníticos estabilizados con titanio [158], [159].

Tomando los datos al aire como base, se aplicaron factores sobre la vida a fatiga y la amplitud de deformación. En cuanto al factor de vida, se aplicó el mismo enfoque que en el NUREG/CR-6909 [158] (factor de 12). En cuanto al factor de amplitud de deformación, se obtuvo el factor de 1.79 como resultado de la multiplicación de los factores de EN-13445 para la rugosidad superficial ( $f_s$ ), espesor ( $f_a$ ) y tensión media ( $f_m$ ) y un coeficiente sobre la dispersión de los datos de 1.27. Los factores de EN-13445 corresponden a valores de acabado superficial de 20  $\mu\text{m}$ , un espesor de 40 mm y una tensión media de 100 MPa [158]. No se indica cómo se obtuvo el coeficiente de dispersión de datos.

Por último, en lo que respecta a la EAF, la especificidad del enfoque alemán es la introducción del umbral de uso por fatiga (por ejemplo, 0.4 para aceros inoxidables austeníticos [160]). Por debajo de estos umbrales, no se considera necesaria ninguna corrección para hacer frente a la EAF, mientras que, por encima, se deben tomar medidas. Estos umbrales se calcularon evaluando valores representativos del factor  $F_{en}$  para el sistema de refrigeración del reactor y dividiendo el criterio de fatiga de 1 por  $F_{en}$ . Las acciones propuestas abarcan monitoreo en línea,

pruebas experimentales y cálculos analíticos. En el caso de cálculos analíticos, el método NUREG/CR-6909 se puede utilizar junto a las condiciones de contorno reales [158]: estas incluyen enfoques como el del RCC-M o la introducción de un factor de transferencia determinado experimentalmente, que incluye efectos beneficiosos y perjudiciales (*hold time*, transitorios, etc.).

La especificidad del enfoque KTA es la diferenciación entre niveles de temperatura que ha dado como resultado la definición de múltiples curvas de fatiga. En la práctica, siempre puede resultar difícil decidir qué curva aplicar cuando se combinan picos y valles que se producen a diferentes temperaturas. Actualmente se utiliza en programas de control de la fatiga en Alemania.

#### 4.9.8 Resumen de metodologías

Los métodos de cálculo de fatiga asistida por el ambiente descritos anteriormente ofrecen algunas características comunes para su aplicación a centrales nucleares:

- Definición de curvas de vida a fatiga mediante ensayos al aire.
- Uso de ecuaciones de ajuste, principalmente las ecuaciones de Langer y Bastenaire.
- Aplicación de factores de seguridad para corregir las diferencias entre los ensayos de laboratorio y los componentes en planta (corrección de la vida a fatiga o de la amplitud de deformación).
- Considerar la tensión media mediante las correcciones de Goodman, Smith-Watson-Topper, etc.
- Emplear un factor ambiental para considerar el efecto del ambiente.

En la consideración del efecto del ambiente el método del NUREG/CR-6909 es el más empleado, aunque otros procedimientos, como RCC-M, DCFS y KTA, tienen una fuerte implantación en sus respectivos países.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## 5 Desarrollo experimental

### 5.1 Introducción - *Introduction*

En esta sección se detalla el material ensayado, las condiciones químicas del agua simulada de primario, el perfil de carga aplicado y la descripción del circuito experimental, así como una breve descripción del *software* desarrollado por el CIEMAT para el control tanto del circuito de agua a alta presión y temperatura, como de la máquina de ensayos para la aplicación del patrón de deformaciones previsto en cada ensayo. También se describirá la instrumentación específica *online* e *in situ* para el seguimiento de la iniciación y el crecimiento de la grieta.

*In this section, the tested material (304L austenitic stainless steel), the simulated PWR chemical conditions, the loading profile and the test rig are described. Moreover, it is described the tailor-made software developed by CIEMAT to control both the high pressure and temperature water loop, as well as the testing machine to perform the strain pattern in each test. The specific online and on-site instrumentation (DCPD) for monitoring the crack initiation and growth is described as well.*

### 5.2 Material: 304L

El material que se ha seleccionado para la campaña experimental es el acero inoxidable 304L. Antes de realizar los ensayos, se ha caracterizado el material desde el punto de vista composicional, mecánico y microestructural.

El acero inoxidable 304 (junto con el 316) es una de las aleaciones más utilizadas de la serie 3XX. Esta aleación es empleada en una amplia variedad de componentes en la primera barrera de presión (envolvente del circuito primario) de los reactores PWR por sus buenas propiedades de:

- Resistencia a la corrosión.
- Conformabilidad.
- Alta resistencia y tenacidad.
- Buena resistencia y tenacidad a alta temperatura.

La preferencia es usar dentro de la familia de aleaciones 3XX los grados bajos en carbono (L), que reducen el riesgo de la formación de precipitados de carburos de cromo durante su soldadura. Estos carburos reducen localmente el contenido en cromo (sensibilización), reduciendo en la misma medida la formación de la capa pasiva adherente rica en cromo, es decir, perdiendo localmente la protección de la aleación ante el medio. Este efecto produce una pequeña zona anódica local frente a una gran zona catódica (resto de la aleación), lo que induce un ataque local por corrosión que produce agrietamientos acelerados.

El acero inoxidable es usado en circuito primario tanto de los PWR como los BWR. Los tipos 304 y 316 son los principales materiales que soportan en el núcleo en la vasija del reactor y en las tuberías presurizadas del circuito primario de los PWR y en el núcleo de los BWR. Además, el acero inoxidable se encuentra en las penetraciones de instrumentación, tubos guías de las barras de control, tornillos de la cabeza del conjunto de combustible, distintos elementos de los sistemas de las barreras de control, pernos de la tapa de vasija y en tornillos y placas deflectoras del flujo de agua dentro del núcleo (barrilete) que además están sometidos a elevados flujos de irradiación neutrónica. Aleaciones austeníticas con bajo contenido en níquel (que transmuta a cobalto) se han utilizado en localizaciones en donde la irradiación neutrónica es elevada.

En estos componentes se han producido fallos en servicio (tornillos de sujeción de la cubierta del núcleo, barrilete) por el efecto combinado de la corrosión bajo tensión y la irradiación neutrónica, en un nuevo proceso de degradación denominado corrosión bajo tensión asistida por irradiación (*irradiated assisted stress corrosion cracking*, IASCC).

Las superficies internas de los componentes de baja aleación (vasija y grandes tuberías) también están revestidas de acero inoxidable tipo 308/309. Aceros inoxidables de mayor resistencia (endurecidos por precipitación A286, A410 y 17-4 PH) son ampliamente usados en componentes de PWR, como pernos, tuercas, resortes y elementos de válvulas [161].

La experiencia en operación de estos materiales durante las últimas décadas ha permitido evaluar 137 eventos relacionados con la SCC de aceros inoxidables austeníticos en el sistema primario de reactores PWR [162].

### 5.2.1 Composición química

Las aleaciones de hierro-cromo-níquel de tipo austenítico de la familia 3XX tienen un rango de concentración de elementos aleantes esenciales (Cr y Ni) que oscila entre 17% al 20% de cromo, 9% al 14% de níquel y, opcionalmente, contienen entre 2% y 4.5% de molibdeno en peso como se indica en la Tabla 5.1 [163]. El elemento básico aleante, el cromo, proporciona una buena resistencia a la corrosión y oxidación a alta temperatura. El níquel puede estabilizar la austenita no solo a temperatura ambiente sino también a temperaturas más bajas.

Alloy	Designation	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Other	Other	Other
201	S20100	0.08	0.07	16.3	4.5	0.2	7.1	0.45	0.001 S	0.03 P	0.2 Cu
201 drawing	S220100	0.08	0.07	16.9	5.4	0.02	7.1	0.5	0.001 S	0.30 P	0.6 Cu
201LN	S20153	0.02	0.13	16.3	4.5	0.2	7.1	0.45	0.001 S	0.03 P	0.5 Cu
301 tensile	S30100	0.08	0.4	16.6	6.8	0.2	1.0	0.45	0.001 S	0.03 P	0.3 Cu
301 drawing	S30100	0.08	0.04	17.4	7.4	0.02	1.7	0.45	0.007 S	0.03 P	0.6 Cu
303	S30300	...	...	...	...	...	...	...	...	...	...
304	S30400	0.05	0.05	18.3	8.1	0.3	1.8	0.45	0.001 S	0.03 P	0.3 Cu
304 drawing	S30400	0.05	0.04	18.4	8.6	0.3	1.8	0.45	0.001 S	0.03 P	0.3 Cu
304 extra drawing	S30400	0.06	0.04	18.3	9.1	0.3	1.8	0.45	0.001 S	0.030 P	0.4 Cu
304L tubing	S30403	0.02	0.09	18.3	8.1	0.3	1.8	0.45	0.013 S	0.030 P	0.4 Cu
305	S30500	0.05	0.02	18.8	12.1	0.2	0.8	0.60	0.001 S	0.02 P	0.2 Cu
321	S32100	0.05	0.01	17.7	9.1	0.03	1.0	0.45	0.001 S	0.03 P	0.4 Ti
316L	S31603	0.02	0.0	16.4	10.5	2.1	1.8	0.50	0.010 S	0.03 P	0.4 Cu

Tabla 5.1: Composición típica de los aceros austeníticos más comunes [163].

Los demás elementos de la aleación en estos aceros mejoran otras de sus propiedades. Por ejemplo, el molibdeno, en los aceros 316 y 316L, mejora la resistencia a la corrosión en prácticamente cualquier entorno. El carbono puede estabilizar un poco más de austenita durante la deformación en frío. Mientras que el bajo contenido en carbono evita la corrosión intergranular. El contenido de nitrógeno tiene como objetivo compensar la pérdida de resistencia debido a la reducción del contenido de carbono evitando la posible formación de nitruros [164].

El material empleado para los ensayos de fatiga está recogido en el ASME Code Section III, Subsection NH para componentes en servicio a alta temperatura en centrales nucleares, donde recomienda los siguientes materiales: AISI 304L SS, AISI 316 SS, 21/4Cr-1Mo, 9Cr-1Mo-1 V y la aleación 800HT. El acero 304L es ampliamente usado en la fabricación de elementos internos de la vasija en PWR. Las tuberías del sistema de refrigeración del reactor (*reactor coolant system*, RCS) están hechas de acero inoxidable 304L, ricos en Cr (>10%) y Ni (8-12%). Como se ha comentado, la presencia de cromo en aleaciones mejora el desarrollo de una capa de óxido protector mientras que la presencia de níquel mejora la estabilidad de estos óxidos, especialmente durante su exposición a alta temperatura.

Estos materiales son muy sensibles a la fatiga térmica debido a su baja conductividad térmica combinada con coeficientes muy altos de expansión térmica, lo que conduce a un gradiente de tensión significativo bajo cargas térmicas cíclicas. La conductividad térmica de la fase austenítica predominante es generalmente menor que la de la fase ferrítica [163]. La composición química del 304L utilizado en este estudio (Tabla 5.2), así como los tratamientos térmicos y mecánicos se detallan a continuación.

El material común en el marco de los ensayos de fatiga ambiental para INCEFA+ es el acero inoxidable AISI 304L. EDF, organización participante en el proyecto, suministró una plancha de este acero para minimizar la variabilidad del material. La plancha “XY182 sheet 23201” se laminó en caliente y fue suministrada por “Creusot Loire Industries” [165]. Fue recocida a 1100 °C y templada en agua.

C	Cr	Cu	Mn	Mo	N	Ni	P	S	Si
0.029	18	0.02	1.86	0.04	0.056	10	0.029	0.004	0.37

Tabla 5.2: Composición química del material AISI 304L [165].

### 5.2.2 Microestructura

La estructura cristalográfica de la fase mayoritaria (austenita) es cúbica centrada en las caras (*face-centred cubic structure*, FCC), lo que confiere a estos aceros una alta ductilidad y tenacidad. Tienen buena resistencia a la corrosión y buena conformabilidad. No muestran una zona de transición dúctil-frágil y pueden usarse a bajas temperaturas.

El material ha sido suministrado en forma de probetas ya mecanizadas y con el acabado final a todos los participantes del proyecto INCEFA+ y, adicionalmente, se suministró una plancha del mismo material, también por EDF (Figura 5.1). El acero usado muestra una cantidad residual de ferrita, menor del 3% en volumen, observado tanto por microscopía óptica como por ferritoscopio.



Figura 5.1: Muestra de la placa de material base.

El tamaño de grano proporcionado por el suministrador se determinó según la norma NFA 04-102 en el núcleo y en la superficie del material, tanto en la dirección longitudinal como en la transversal. El acero 304L presenta poca diferencia de tamaño de grano entre las direcciones longitudinal y transversal, siendo ligeramente más pequeños en el interior que en la superficie. Para evitar las heterogeneidades que se observan en la laminación, las probetas se tomaran del núcleo de la placa.

	Dirección	Posición	Tamaño de grano
304L	Transversal	Superficie	2-3 $\mu\text{m}$
		Núcleo	3-4 $\mu\text{m}$
	Longitudinal	Superficie	2 $\mu\text{m}$
		Núcleo	3 $\mu\text{m}$

Tabla 5.3: Tamaño de grano del material en bruto [165].

Se realizó un análisis metalográfico del material base a partir de una porción de la placa. Se analizó la microestructura en los tres ejes: T, L y S. El ataque metalográfico de la aleación con nital revela granos predominantemente equiaxiales, con los carburos distribuidos homogéneamente en su interior y los límites de grano libres de carburos. Los tamaños de grano según norma ASTM [166], mostrados en la Tabla 5.4, están en consonancia con los valores de referencia (Tabla 5.3). El tamaño de grano varía entre las 2  $\mu\text{m}$  y las 3  $\mu\text{m}$ .

Plano	Intersecciones/mm ( $\bar{N}_L$ )	Desviación típica (s)	Intervalo de incertidumbre (95% CI)	Precisión relativa (% RA)	Tamaño de grano (G)
TL	8	0.76	0.636	6.576	3.260 $\mu\text{m}$
LS	8	1.23	1.027	13.017	2.673 $\mu\text{m}$
TS	7	1.61	1.348	18.755	2.403 $\mu\text{m}$

Tabla 5.4: Tamaño de grano según ASTM E112-13 (CIEMAT).

La Figura 5.2 muestra las micrografías de cada uno de los planos, determinando así la morfología de los granos en todas las direcciones.

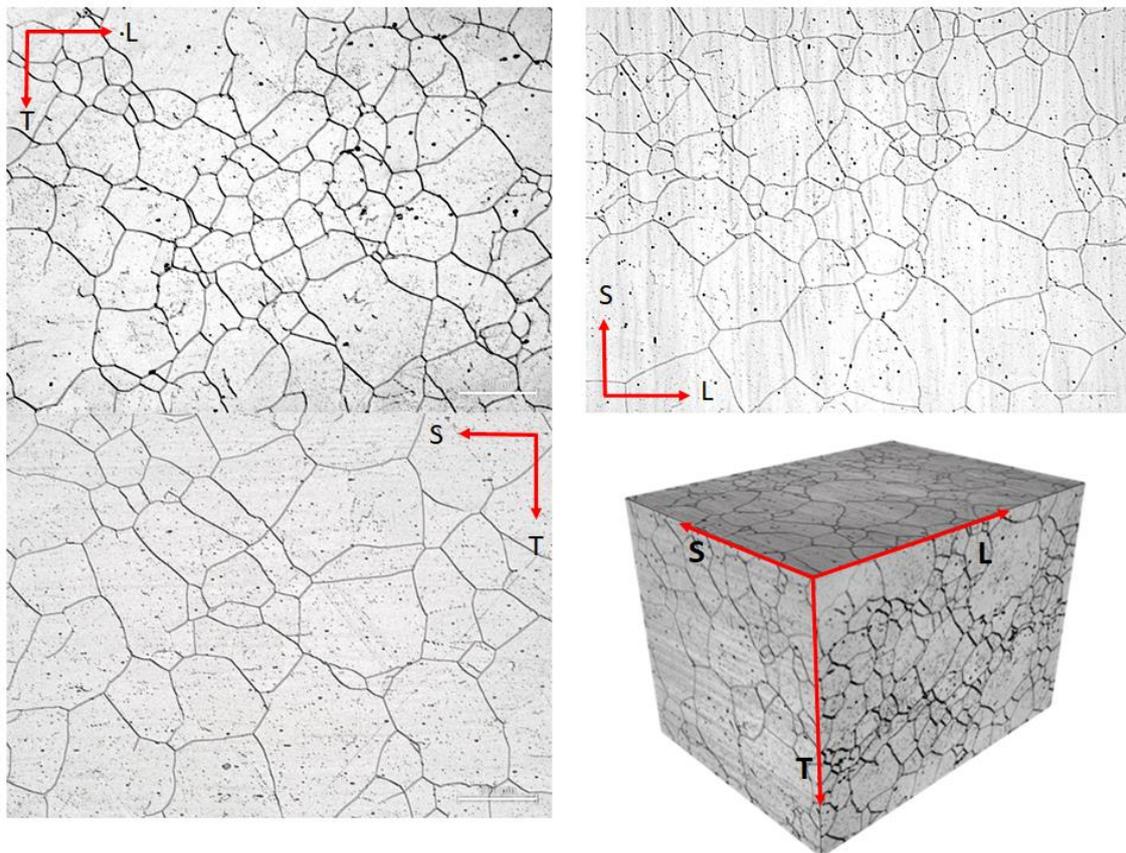


Figura 5.2: Microestructura del inoxidable 304L para la determinación del tamaño de grano de la aleación.

La distribución de longitudes de grano de la Figura 5.3 para los tres planos principales presenta una mayor dispersión en el plano TS, siendo muy similares en los planos TL y SL, lo que es coherente con una laminación a lo largo del eje L y reducción de espesor en el eje S. La comparación entre las tres distribuciones indica que el grano más homogéneo se encuentra en el plano TL y el menos homogéneo en el TS. La posición de los máximos de la distribución da el promedio de longitud de grano en cada plano, lo que es acorde con lo comentado en cuanto a la dispersión.

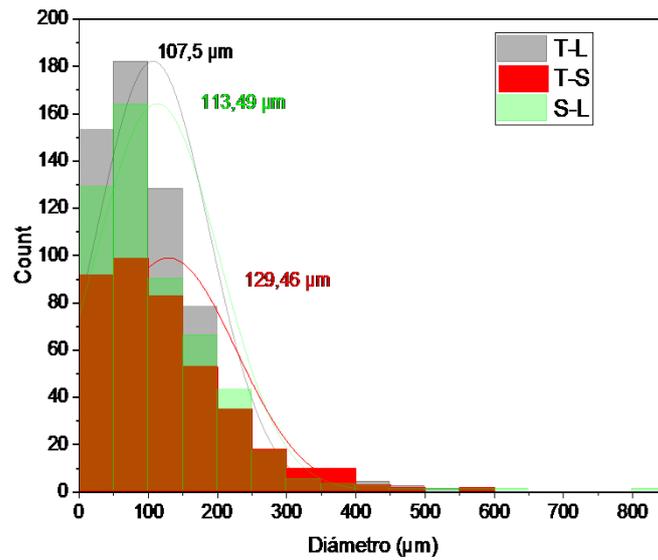


Figura 5.3: Distribución de longitudes de grano en función de los tres planos principales.

El acero inoxidable austenítico tipo 304L, bajo en carbono, dificulta la precipitación masiva de carburos de cromo y, por tanto, las consiguientes zonas empobrecidas en cromo y el proceso de sensibilización. La Figura 5.4 muestra el detalle de algunas inclusiones, carburos intergranulares o sulfuros de manganeso.

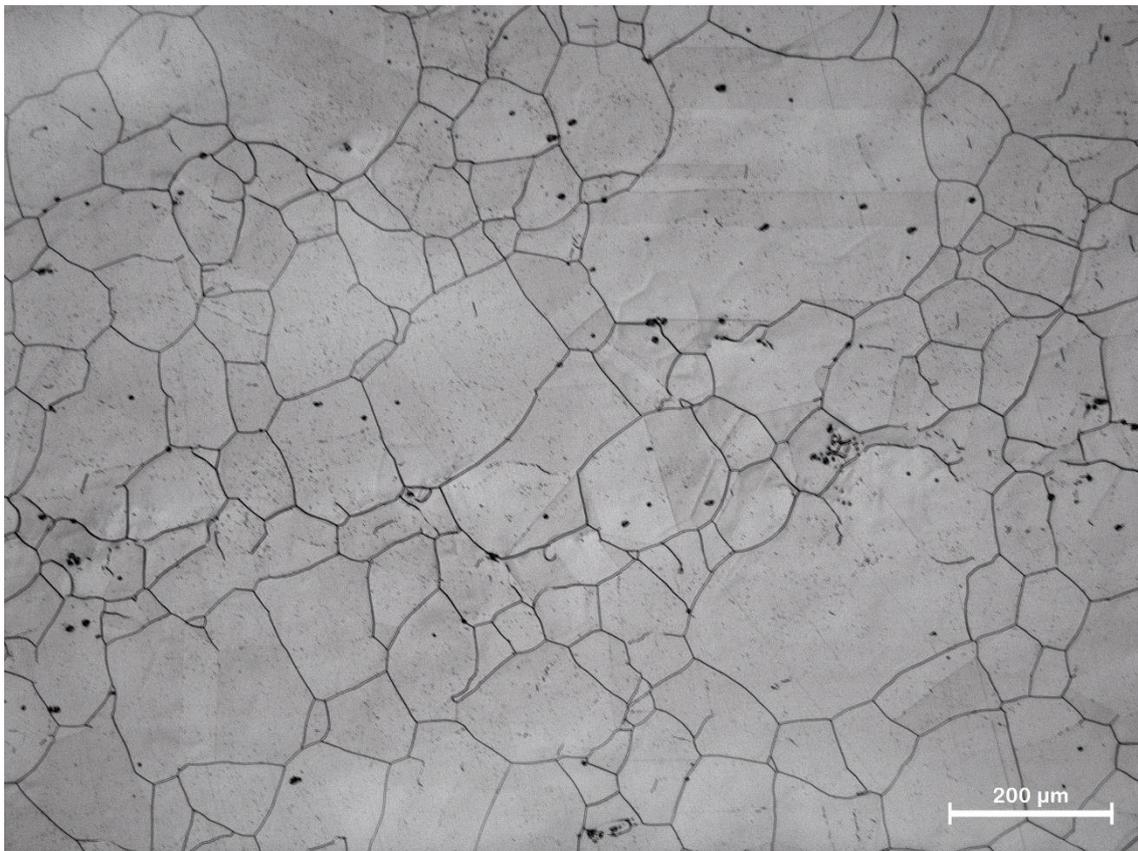


Figura 5.4: Detalle del material e inclusiones (plano TL).

### 5.2.3 Propiedades mecánicas

El límite elástico ( $\sigma_y$ ) de un acero inoxidable austenítico 304L genérico es de aproximadamente 250 MPa; la resistencia a la rotura es inferior a 600 MPa y el alargamiento a la rotura es de aproximadamente el 60% a temperatura ambiente [167]. Estas propiedades mecánicas están fuertemente influenciadas por la temperatura [168]. La Tabla 5.5 muestra las curvas de tracción a temperatura ambiente y 300 °C para acero inoxidable 304L utilizado en este trabajo [165].

	Temperatura	Lím. elástico ( $\sigma_y$ ) (MPa)	Resistencia a la tracción ( $\sigma_u$ ) (MPa)	Elongación a la rotura (A) (%)	Módulo de elasticidad (E) (GPa)	Estricción (Z) (%)
304L	Ambiente	220	560	66	196	78
	300 °C	139	404	48	190	74

Tabla 5.5: Características del acero 304L a tracción [165].

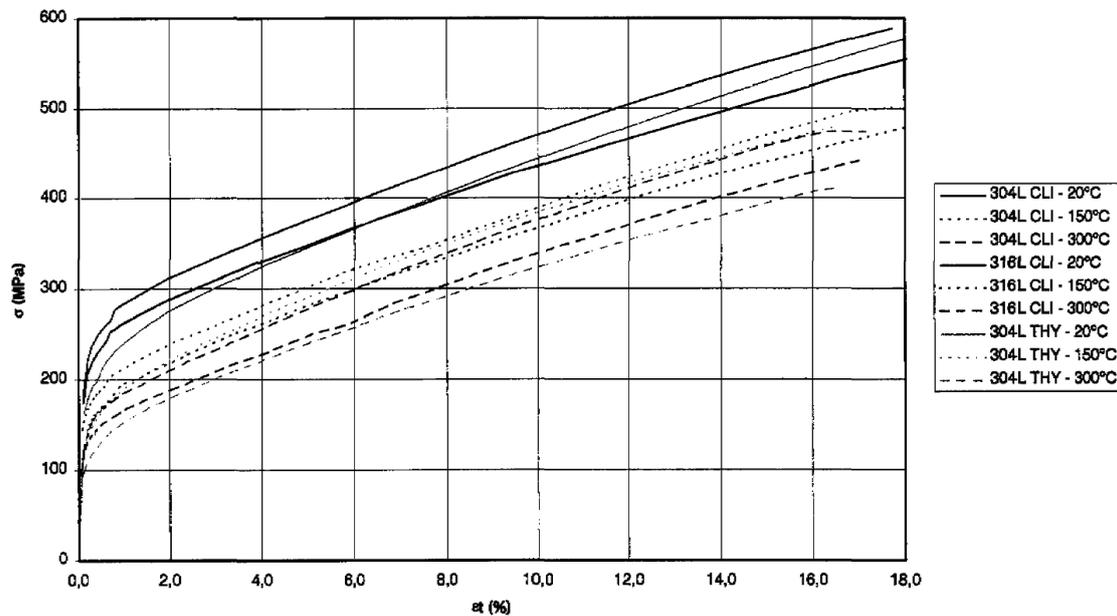


Figura 5.5: Curvas de tracción de distintos aceros (304L CLI, 316L CLI y 304L THY) a temperatura ambiente, 150 °C y 300 °C [165].

Para comprobar las propiedades mecánicas proporcionadas por el suministrador se realizan una serie de ensayos a tracción con probetas planas del tipo mostrado en la Figura 5.6, fabricadas de la misma placa de acero 304L, suministrada por EDF.

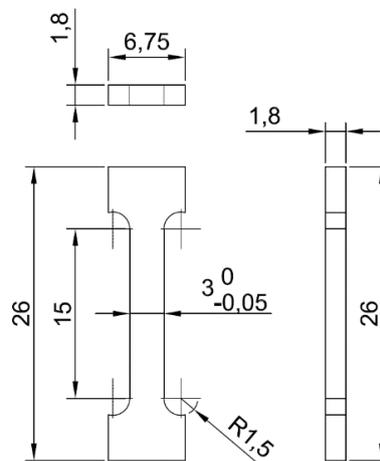


Figura 5.6: Probeta plana de tracción 304L (CIEMAT).

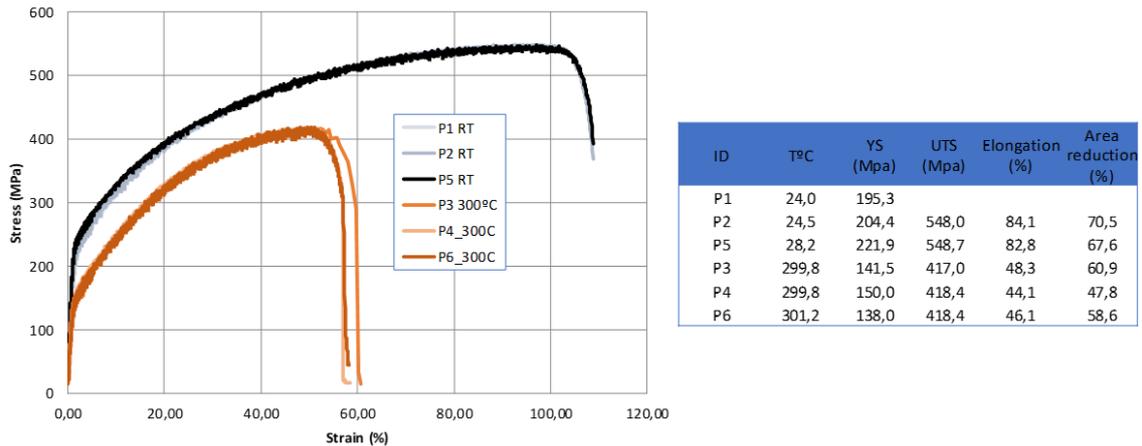


Figura 5.7: Ensayos de tracción para acero 304L (CIEMAT).

Tanto los valores de resistencia a la tracción como los de límite elástico son comparables a los proporcionados por el suministrador, aunque el límite elástico muestra un rango relativamente amplio, entre 138.0 MPa y 150.0 MPa.

### 5.3 Geometría de la probeta

Respecto a su estado de recepción, las probetas se recibieron ya fabricadas y con el acabado superficial indicado para cada ensayo (pulidas o rugosas), que se comentará a continuación. El diseño de las probetas sigue las recomendaciones establecidas en la norma ASTM E606/E606M-12 [169] (ver Figura 5.8). Con el fin de que el proceso de fabricación sea lo más homogéneo posible, las probetas son fabricadas por un único suministrador (EDF).

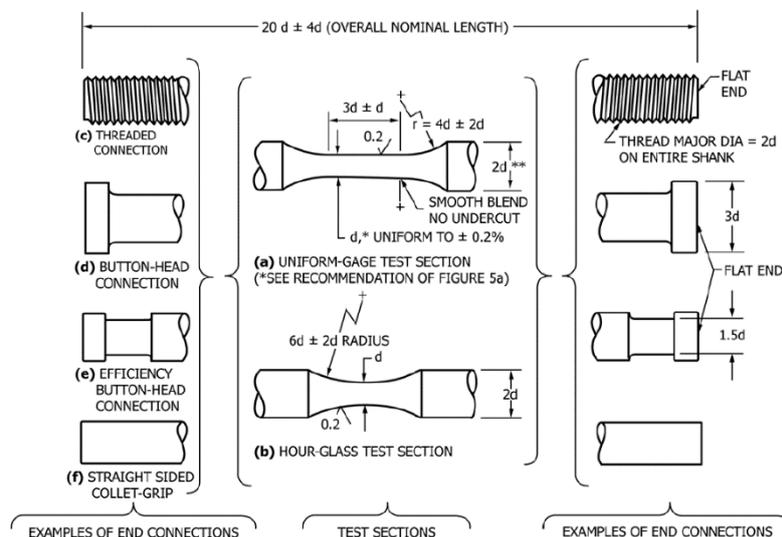


Figura 5.8: Probetas para fatiga de bajo número de ciclos [169].

La probeta utilizada en el estudio por el CIEMAT, que muestra la Figura 5.9, sigue las indicaciones de la norma, aunque fue necesario adoptar algún cambio debido a las limitaciones del sistema de ensayo de fatiga en condiciones PWR. La relación de la longitud calibrada y el diámetro es 2.5 (dentro del rango  $3 \pm 1$  de ASTM). Sin embargo, el diámetro es 4.0 mm, menor que el valor mínimo recomendado (6.35 mm), puesto que era necesario un valor conservador para asegurar la rigidez del tren de carga y del marco interno.

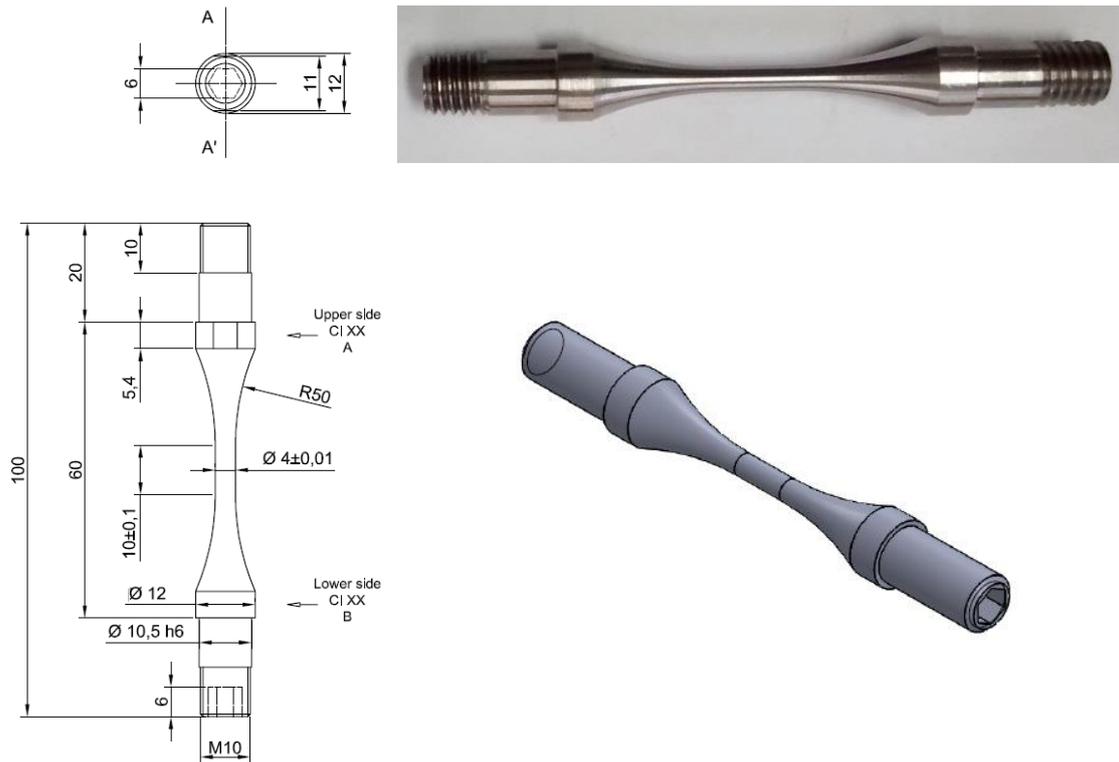


Figura 5.9: Probeta diseñada para ensayos de fatiga asistida por ambiente PWR.

		ASTM E606	ISO 12106	CIEMAT
Diámetro de la sección calibrada	Nominal	>6.35 mm	5-10 mm	4.00 mm
	Rango			3.56-4.00 mm
Longitud de la sección calibrada	Nominal			10 mm
Radio de acuerdo con los hombros	Nominal			50 mm
Diámetro de los hombros	Nominal			12 mm
Long. sección calibrada/Diám. sección calibrada	Nominal			2.5 mm
	Rango	3±1 mm	>2 mm	2.50-2.81 mm
Radio hombros/Diám. sección calibrada	Nominal	4±2 mm	>2 mm	12.5 mm
	Rango			12.5-14.0 mm
Diám. hombros/Diám. sección calibrada	Nominal	>2 mm	>2 mm	3 mm
	Rango			3.00-3.37 mm

Tabla 5.6: Geometría de la probeta de fatiga comparada con los requisitos establecidos en las normas sobre fatiga: ASTM E606 [169] e ISO 12106 [170].

Todas las probetas fueron fabricadas por EDF, siguiendo el mismo procedimiento, por lo que se minimiza la variabilidad durante la fabricación. Los paralelepípedos se extraen desde el espesor medio de la placa laminada. Los paralelepípedos posteriormente se tornean hasta su geometría circular teniendo cuidado de no alterar la estructura metalúrgica. Es decir, minimizar el endurecimiento de la superficie por trabajo y la creación de tensiones residuales de tracción. El torneado se realiza con un cuidadoso enfriamiento por agua utilizando una herramienta de carburo con radio de punta de 0.4 mm. Los parámetros de torneado típicos son una velocidad de rotación de 1000 rpm y una velocidad de avance de la herramienta de 0.05 mm por vuelta. El diámetro final en la longitud calibrada y la región de transición se logra al disminuir la

profundidad de la eliminación del metal progresivamente de 2.0 a 0.05 mm. La tolerancia dimensional general es  $\pm 0.1$  mm.

#### 5.4 Acabados superficiales ensayados

El acabado superficial es un parámetro clave en la vida a fatiga de los aceros austeníticos [28]. Los ensayos de fatiga serán comparados entre probetas con dos acabados superficiales, que tienen que ser reproducibles en todas las probetas:

- Acabado de laboratorio fino (probetas pulidas).
- Peor caso de un acabado típico de planta (probetas rugosas).

Posterior a la fabricación de las probetas, se preparan los dos acabados superficiales. El acabado superficial pulido y liso es producido por EDF y el acabado superficial rugoso por Framatome.

La caracterización de la rugosidad superficial es fundamental por la influencia que esta propiedad tiene en el proceso de iniciación de grieta [28]. La medida de la rugosidad se realiza siguiendo la norma ISO 4288:1996 [156]. Se ha acordado por los participantes del proyecto que los valores de rugosidad a medir son:

- Rugosidad media aritmética ( $R_a$ ): media aritmética de los valores absolutos de las coordenadas de los puntos del perfil respecto a la “línea media” en la longitud de medición.
- Profundidad total de la rugosidad ( $R_t$ ): diferencia de altura entre el pico más alto y el valle más profundo en la longitud de medición.



Figura 5.10 Rugosímetro Taylor Hobson (CIEMAT).

##### 5.4.1 Probetas pulidas

El acabado fino de laboratorio, se realiza puliendo la capa exterior de la probeta en una máquina de pulido desarrollada por EDF. Durante el pulido, se rotan tanto la muestra como el cilindro cubierto con papel de lija. La muestra también se traslada axialmente para cubrir la longitud calibrada al completo y la región del radio de transición. Se realiza un primer pulido con un papel recubierto de suspensión de diamante de  $9 \mu\text{m}$  5230 microtec (2000 FEPA-P) y 80 pasadas axiales, un segundo pulido más fino con un papel recubierto de suspensión de diamante de  $5 \mu\text{m}$  5230 microtec (2700 FEPA-P) y 140 pasadas.

La medida de rugosidad en las probetas de acabado pulido se ha llevado a cabo en los radios de acuerdo entre la longitud calibra y los hombros de la probeta, evitando la zona calibrada con el fin de no dañar el acabado superficial. Se realizan cuatro medidas por probeta en cada extremo (ocho medias en total por probeta), de 4 mm aproximadamente cada una, y posteriormente se computa la media de dichas medidas. La Figura 5.11 muestra un ejemplo de una de las medidas realizadas en una probeta pulida con el rugosímetro de palpador Taylor Hobson, cuyo *software* suprime la curvatura del radio de acuerdo de la probeta.

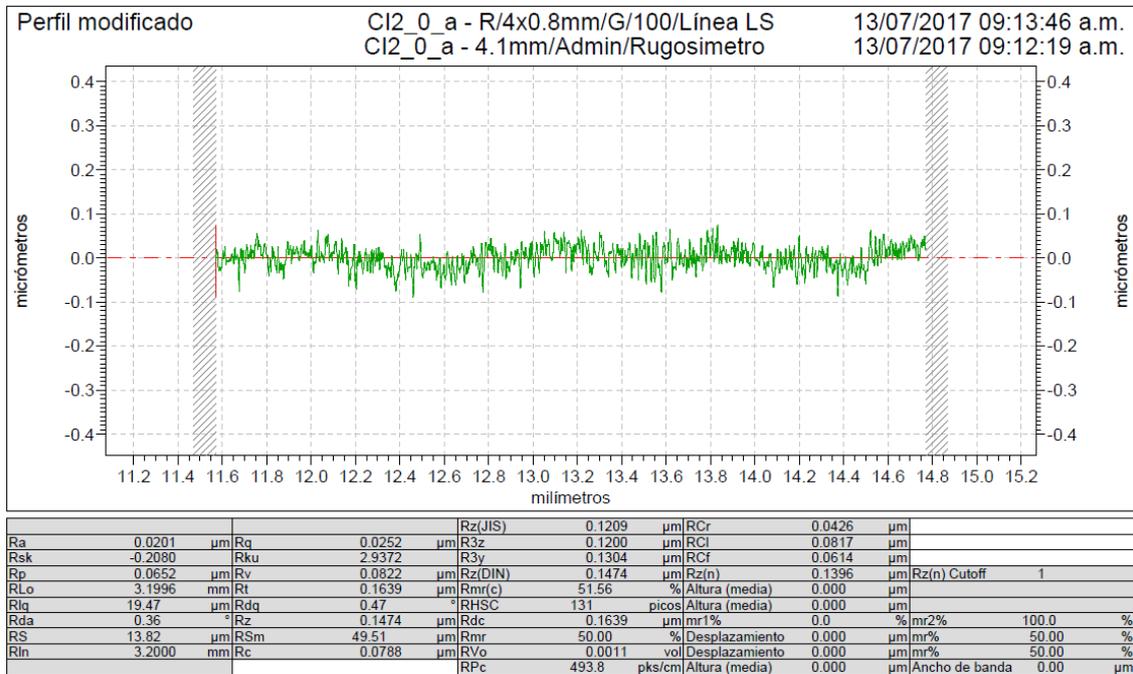


Figura 5.11: Medida de la rugosidad de una probeta pulida (CI2).

La siguiente imagen muestra el acabado de una de las probetas pulidas:



Figura 5.12: Probeta pulida (CI14).

#### 5.4.2 Probetas rugosas

Durante algunos procesos de fabricación o reparación de componentes, pueden ser necesarias operaciones de amolado. Este tipo de operación produce acabados superficiales más rugosos. No obstante, la mayoría de los componentes en contacto con el refrigerante del circuito primario deben presentar una rugosidad superficial caracterizada por el parámetro  $R_a$  por debajo de  $6.3 \mu\text{m}$ , principalmente con el fin de facilitar el contacto superficial durante los posibles ensayos no destructivos a realizar y minimizar la rugosidad para evitar la oclusión de contaminación de cara a medidas de protección radiológica. Este valor de  $R_a=6.3 \mu\text{m}$  se correlaciona con un valor de amolado del parámetro  $R_t=50 \mu\text{m}$ .

El acabado de la superficie puede caracterizarse por la rugosidad, principalmente en términos de valores de  $R_a$  (valor medio aritmético) y  $R_t$  (altura máxima de rugosidad), pero se supone que el parámetro  $R_t$  tiene el impacto más crítico en la vida útil por fatiga.

Por lo tanto, para investigar la influencia de un acabado de la superficie rectificada en la vida útil a fatiga, el acabado rugoso ha sido realizado por Framatome en un banco de rectificado automatizado para probetas cilíndricas.

Los parámetros para generar la superficie rugosa son: disco abrasivo para corte de acero inoxidable austenítico, velocidad de rotación del disco 10000 rpm, velocidad de rotación de la probeta 800 rpm, el desplazamiento de la probeta 1 mm/s y profundidad de mecanizado 0.3 mm. Se produce un acabado superficial representativo de los componentes fabricados a una  $R_t$  de aproximadamente 20  $\mu\text{m}$  y  $R_a$  correspondiente de 1.5  $\mu\text{m}$ .

La rugosidad en las probetas de acabado rugoso se mide a lo largo de la longitud calibrada de la probeta. Se realizan cuatro medidas por probeta, de 9 mm aproximadamente cada una. La Figura 5.13 muestra el aspecto del perfil de rugosidad de una probeta rugosa.

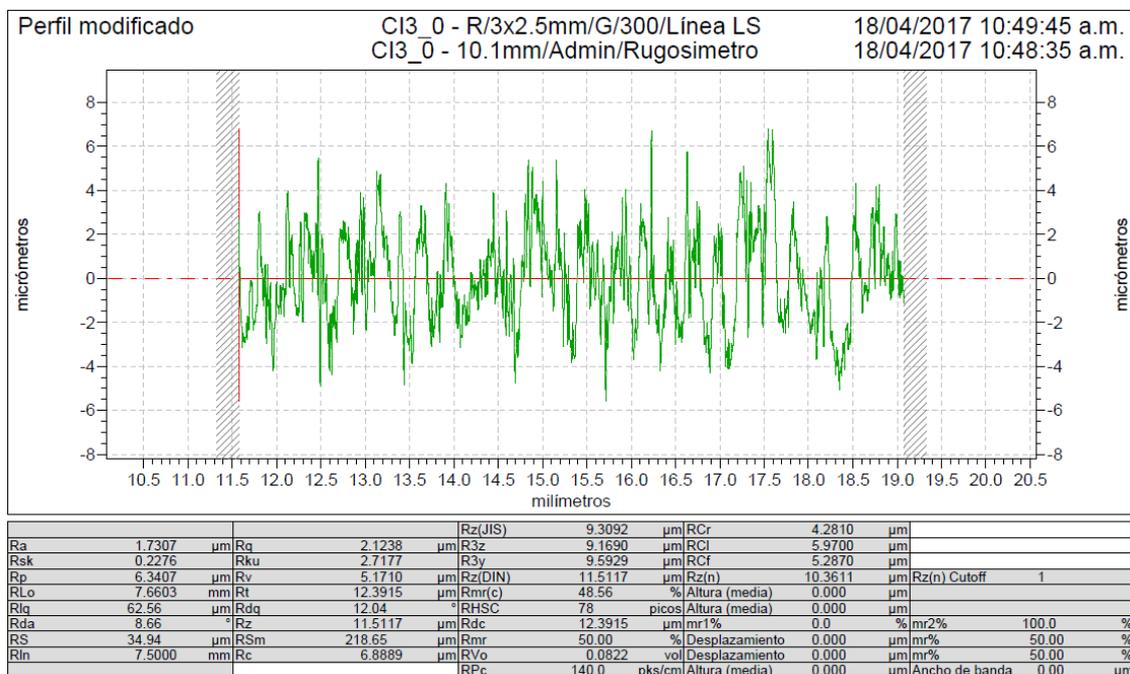


Figura 5.13: Medida de la rugosidad en probeta rugosa (CI3).

La siguiente imagen muestra el acabado rugoso de una probeta:



Figure 5.1: Probeta rugosa (CI19).

### 5.4.3 Medición de la rugosidad superficial

El resultado de las mediciones de rugosidad superficial de las probetas pulidas y rugosas se muestran en la Tabla 5.7.

Probeta	Superficie	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_t$ ( $\mu\text{m}$ )
CI1	Pulida	0.021	0.198
CI2	Pulida	0.025	0.191
CI3	Rugosa	1.636	13.930
CI4	Rugosa	1.458	15.035
CI5	Rugosa	2.051	21.565
CI6	Rugosa	1.632	14.470
CI7	Rugosa	2.167	18.270
CI8	Rugosa	1.830	16.200
CI9	Rugosa	1.927	16.755
CI10	Rugosa	1.973	17.580
CI11	Pulida	0.041	0.764
CI12	Pulida	0.028	0.351
CI13	Pulida	0.032	0.277
CI14	Pulida	0.031	0.286
CI15	Pulida	0.031	0.404
CI16	Pulida	0.041	0.490
CI17	Pulida	0.044	0.653
CI18	Pulida	0.029	0.335
CI19	Rugosa	2.015	17.895
CI20	Rugosa	1.615	14.613
CI21	Rugosa	1.874	13.472
CI22	Rugosa	1.948	17.077
CI23	Pulida	0.019	0.194
CI24	Pulida	0.019	0.202
CI25	Pulida	0.025	0.258
CI26	Pulida	0.019	0.223
CI27	Rugosa	2.287	20.533
CI28	Rugosa	3.179	24.071
CI29	Rugosa	3.022	25.026
CI30	Rugosa	2.329	22.114

Tabla 5.7: Medida de rugosidad superficial de las probetas de fatiga.

Los resultados de  $R_a$  y  $R_t$  para el conjunto de las probetas ensayadas se muestran en la Figura 5.14. Las probetas analizadas arrojan unos valores promedio de  $R_a=0.029 \mu\text{m}$  y  $R_a=2.059 \mu\text{m}$  para probetas pulidas y rugosas respectivamente, así como un valor de  $R_t=0.345 \mu\text{m}$  y  $R_t=18.038 \mu\text{m}$ .

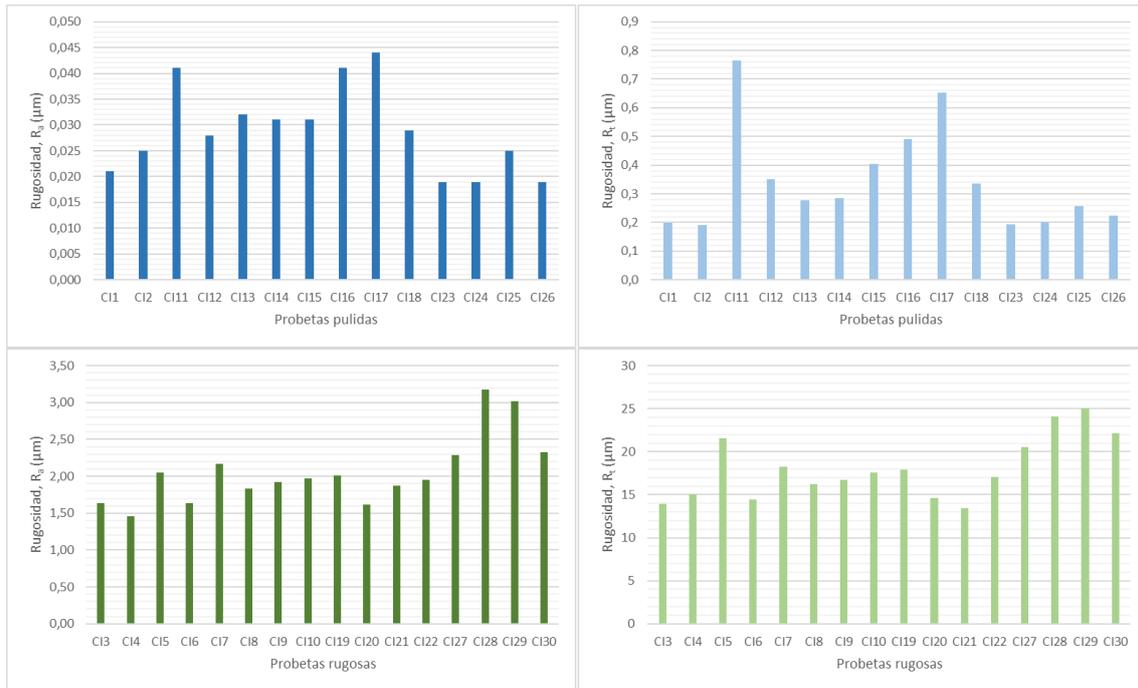


Figura 5.14: Distribución de rugosidades medidas.

No obstante, para obtener algo más de información de estos perfiles de rugosidad se ha llevado a cabo un análisis según la curva de tasa de eliminación de material de Abbott-Firestone (según la norma ISO 13565-2 [171]). El objetivo del análisis es cuantificar la proporción de material a medida que se profundiza en el material, desde el punto más elevado del perfil hacia el punto más bajo (hacia el interior del material), donde el porcentaje de material es del 100%. La curva de distribución de material en función de la altura del perfil quedaría de la forma que se indica en la Figura 5.15. De este perfil se obtienen valores como  $R_{pk}$  (altura de pico reducido),  $R_k$  (rugosidad central) y  $R_{vk}$  (profundidad de valle reducida), que están relacionados con la altura relativa de picos externos, la tasa de avance de material y la profundidad relativa de los valles respectivamente.

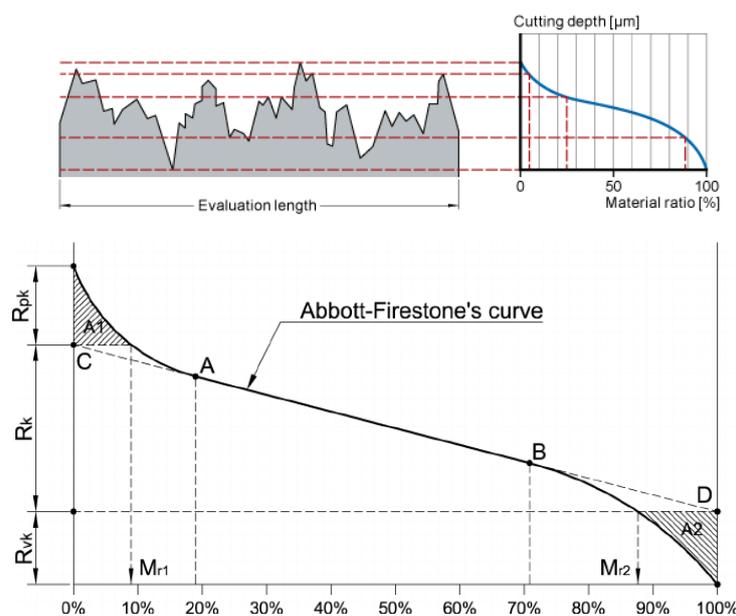
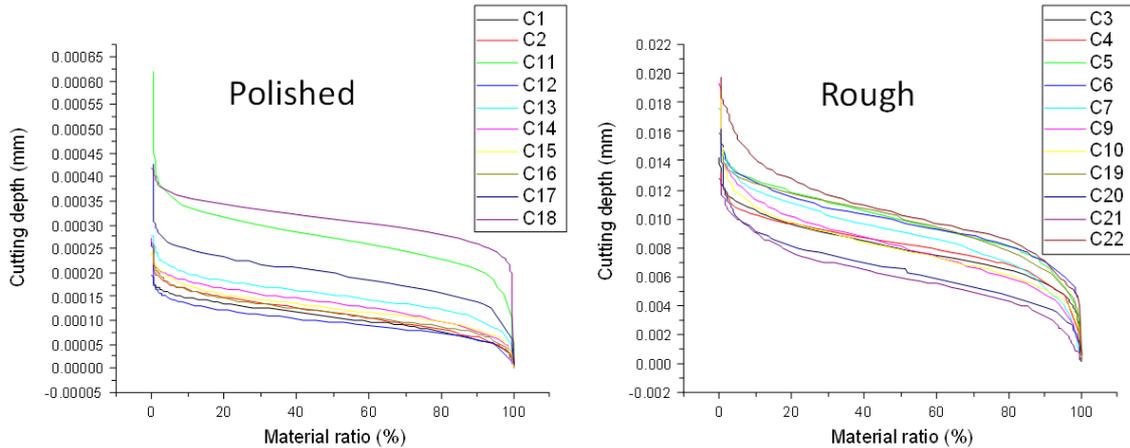


Figura 5.15: Esquema de la curva de Abbott-Firestone para obtener parámetros de textura superficial [172].

Los perfiles correspondientes al conjunto de probetas medidas se muestran en la Figura 5.16. Se han separado las curvas para probetas pulidas y rugosas, dada la diferencia en la altura de la rugosidad entre ambos conjuntos de probetas (eje Y). Los perfiles obviamente son más planos para las probetas pulidas. A título de comparación en la Figura 5.17 se han representado los valores de textura  $R_{pk}$ ,  $R_k$  y  $R_{vk}$ , según el análisis esquematizado en la Figura 5.15.



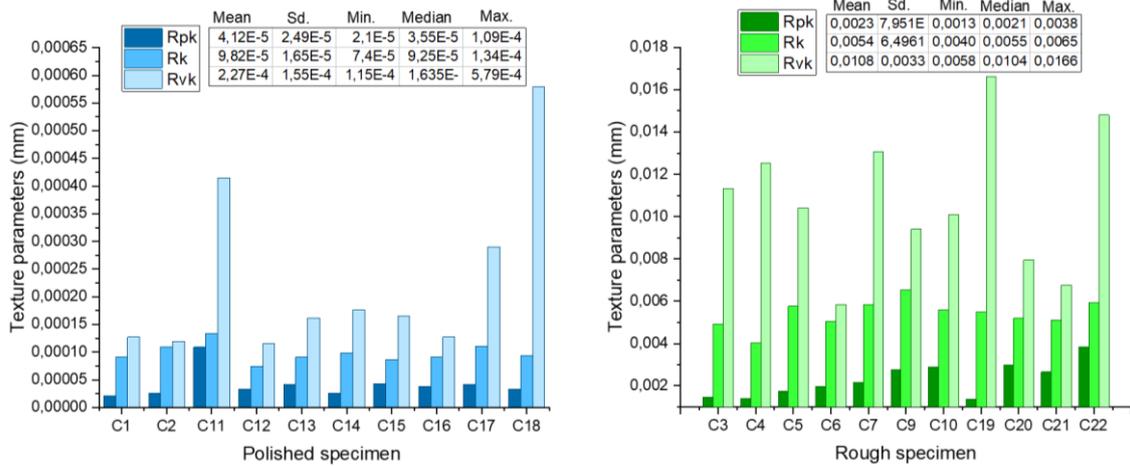
**Figura 5.16: Curvas de Abbott-Firestone para las probetas medidas de los dos acabados superficiales: pulido (izq.) y rugoso (dch.).**

Es evidente que la probeta CI11, en el grupo de las probetas pulidas, presenta un perfil con un pico muy elevado respecto al promedio de las demás probetas, lo que se aprecia fácilmente tanto del perfil como de la representación de los valores de  $R_{pk}$ . Lo más probable es que este defecto se haya generado en el proceso de mecanizado, en función de cómo se haya llevado a cabo el proceso automático en el torno de control numérico; una sola pasada barriendo el perfil de la probeta o con encuentros de herramienta entre los radios de acuerdo y el fuste recto de la longitud calibrada de la probeta. Aunque la medida de rugosidad sobre las probetas pulidas no se ha llevado a cabo en la longitud calibrada, sí que se ha aproximado lo más posible a esta zona, pudiendo contener la zona de encuentro entre pasadas de mecanizado.

Los perfiles de las probetas pulidas son bastante paralelos, por consiguiente, el valor de  $R_k$  de este grupo es muy comparable. Finalmente, el perfil quizás más importante y que más directamente pudiera estar relacionado con la facilidad de iniciación de grieta es el valor de  $R_{vk}$ , o profundidad relativa de valles. Para el grupo analizado de acabados pulidos los valores más relevantes son para las probetas CI11 y CI18.

Los perfiles de las probetas rugosas muestran bastante homogeneidad, aunque existe más dispersión en la zona central ( $R_k$ ). La mayor diferencia en este caso, además del orden de magnitud que se aprecia entre las escalas de profundidad con las pulidas, es en los valores de las zonas de transición desde picos y valles a la zona central, son menos abruptos que en el grupo de las pulidas, lo que afecta a los correspondientes valores de proporciones de material  $M_{r1}$  y  $M_{r2}$  (ver Figura 5.15).

Este punto es importante, ya que la combinación de este valor de  $M_{r2}$  y el valor de  $R_{vk}$  da idea de la agudeza del defecto superficial, el cual podría ser un iniciador de grieta. En las gráficas de la Figura 5.17 no se han incluido los valores de  $M_{r1}$  y  $M_{r2}$  por simplicidad.



**Figura 5.17: Representación de los valores obtenidos del análisis de las curvas de Abbott-Firestone (probetas pulidas a la izquierda, probetas rugosas a la derecha).**

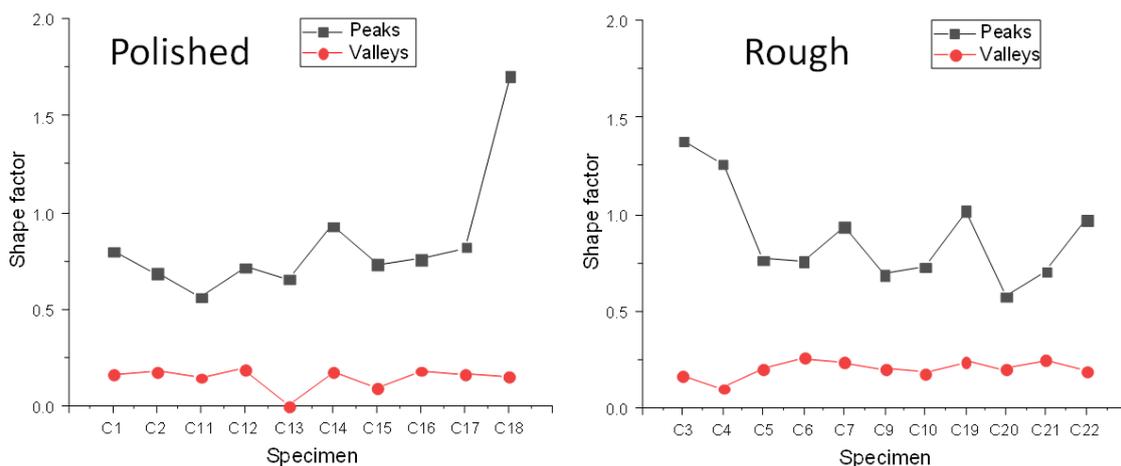
Estos valores son difícilmente comparables entre los dos acabados, ya que las alturas relativas de los perfiles y, por tanto, los valores de  $R_{pk}$ ,  $R_k$  y  $R_{vk}$ , son de órdenes de magnitud diferentes. Por ejemplo, el valor medio de  $R_{vk}$  pasa de  $2.27 \cdot 10^{-4}$ , para probetas pulidas, a  $1.08 \cdot 10^{-2}$ , para rugosas, cuya relación es un factor de 40.

Para poder llevar a cabo una comparación efectiva hemos calculado un valor adimensional, para lo que se ha recurrido a la relación:

$$r_{peak} = (100 - M_{r1}) \frac{R_{pk} + R_k + R_{vk}}{R_{pk}} 100 \tag{ec. 5.1}$$

$$r_{valley} = (100 - M_{r2}) \frac{R_{pk} + R_k + R_{vk}}{R_{vk}} 100 \tag{ec. 5.2}$$

El número adimensional resultante es una relación entre porcentajes. Este número da una idea de la agudeza relativa del defecto y permite la comparación directa entre acabados, lo que se indica en la gráfica de la siguiente Figura 5.18.



**Figura 5.18: Factor de forma ( $r_{peak}$ ,  $r_{valley}$ ) para la comparación directa entre ambos acabados.**

Aunque los picos no pueden ser directamente identificados como iniciadores de grieta se han incluido en esta misma comparación, mediante una relación similar a la expresada anteriormente con los valores de  $M_{r1}$  y  $R_{pk}$ . Entendiendo que una mayor agudeza en el perfil de un defecto se correlaciona geoméricamente con el perfil más favorable a una grieta, los valores

más alejados de cero se pueden considerar los menos agresivos, bien porque el valor de  $M_{r2}$  sea menor o bien porque  $R_{vk}$  sea más reducido. Recíprocamente, los valores más altos se acercan al perfil de una grieta “tipo”, por lo que su agresividad podría considerarse mayor. Según los valores representados en la gráfica de la Figura 5.18 el valor promedio de las probetas rugosas (0.200) es algo superior al de las pulidas, por lo que, en una primera comparación y asumiendo como válido que el factor de forma es una cuantificación de la tendencia a iniciar grietas, las probetas rugosas serían más propensas a ello. También parece claro que, de todas las analizadas, es precisamente la probeta CI13 la que presenta un factor más cercano a cero, es decir, la que dispone de una superficie con un factor de forma más continuo. Obviamente este razonamiento está limitado por la agudeza de la punta *stylus* del rugosímetro, la cual tiene un diámetro de 2  $\mu\text{m}$ .

## 5.5 Ambiente de ensayo

El ambiente en el que se han llevado a cabo los ensayos de fatiga de la aleación 304L reproduce las condiciones del agua de primario de un reactor comercial PWR, replicando las concentraciones de las especies químicas, el valor redox y la concentración de hidrógeno disuelto del agua de primario de un reactor PWR.

La Tabla 5.8 recoge las condiciones ambientales en las que se han llevado a cabo los ensayos. La justificación de estos valores se ha descrito en la Sección 4.7, aunque se comentan brevemente a continuación.

Parámetro	Valores
Temperatura	$300 \pm 2$ °C
Presión	150 bar
Contenido de litio	$2 \pm 0.2$ ppm LiOH
Contenido de boro	$1000 \pm 100$ ppm $\text{B}(\text{OH})_3$
Hidrógeno	$25 \pm 5$ cc/kg
pH	6.95
Oxígeno	< 5 ppb

Tabla 5.8: Condiciones ambientales de ensayo.

### 5.5.1 Descripción de los parámetros

#### Boro:

Se introduce en forma de ácido bórico, al ser esta una especie soluble en agua. El valor en un reactor comercial varía a lo largo del ciclo de quemado de combustible en el rango de 2800 ppm a 400 ppm. En los ensayos, dado que el boro no se consume, se ha fijado un valor promedio en torno a los 1000 ppm de boro, lo que viene a corresponder, aproximadamente, con la concentración a mitad del ciclo de quemado del combustible.

#### Litio:

Se añade en forma de hidróxido de litio para mantener el pH, la concentración necesaria es del orden de 2 ppm a 2.5 ppm.

#### pH:

El valor de pH sugerido para la campaña experimental se obtiene de fijar la concentración de Boro y Litio, los valores elegidos proporcionan un pH a 300°C en una banda de entre 6.9 y 7.2.

Como el agua de proceso en los ensayos se encuentra en un circuito cerrado la medición y el ajuste de pH se lleva a cabo después de la preparación de la disolución, analizando nuevamente la concentración de especies metálicas después de finalizar los ensayos.

#### Impurezas:

Se considera impurezas a aniones como cloruros, fluoruros y sulfatos, cuyo efecto es incentivar la corrosión al desestabilizar las capas pasivas sobre la superficie de la aleación, así como los sólidos en suspensión, los cuales son un indicador de productos de corrosión. El empleo de agua pura como base de la preparación química elimina su presencia.

#### Otros elementos metálicos:

Estos elementos, como sílice, calcio, magnesio y aluminio, pueden provenir del agua de aporte o por suciedad en el circuito. Para eliminar todas las impurezas descritas se ha utilizado agua ultrapura, generada un equipo de osmosis inversa (RiOs 50 MILLIPORE) y un sistema de producción de agua calidad ultrapura (MILLIPORE Super-Q). El sistema de purificación de agua produce agua ultrapura con una conductividad entre 0.1-0.054  $\mu\text{S}/\text{cm}^2$  de la red de suministro (aproximadamente 200  $\mu\text{S}/\text{cm}^2$ ).

#### Gases disueltos:

##### - Oxígeno:

El oxígeno en el sistema induce oxidación y en aleaciones austeníticas fomenta la corrosión bajo tensión. En la preparación de los tanques de alimentación del ensayo se ha reducido la concentración de oxígeno por debajo de 5 ppb, mediante la dosificación de nitrógeno y, posteriormente, hidrógeno. Durante el ensayo se ha medido en continuo por medio de un analizador HACH Orbisphere 510, situado en la rama de alimentación del autoclave.

##### - Hidrógeno:

Como se ha comentado, el hidrógeno se inyecta al agua simulada de primario para reducir el potencial redox. La concentración objetivo se ha conseguido mediante la ley de Henry, es decir, manteniendo una presión parcial de hidrógeno molecular en la cubierta gaseosa del tanque de agua de proceso. La presión parcial se ha ajustado mediante las tablas y la expresión de Henry para conseguir un rango de  $\text{H}_2$  disuelto de 2-4 ppm, ya que equivale a la práctica habitual de la flota de reactores españoles ( $25 \pm 5 \text{ cc(STP)}\text{H}_2/\text{kg H}_2\text{O}$ ). El medidor empleado es de la marca Dextens, con un sensor modelo 2630.

## 5.6 Dispositivo para ensayos de fatiga asistida por el ambiente PWR

Para la realización de los ensayos de fatiga se ha construido un circuito que simula las condiciones ambientales que existen en el circuito de agua primaria en los reactores PWR. El circuito consta de los siguientes componentes:

1. Sistema de purificación de agua.
2. Sistema de acondicionamiento de agua del primario.
3. Circuito de ensayo a alta temperatura con química simulada de primario.
4. Máquina de ensayo servohidráulica.
5. Software de monitorización y control de la instalación

La Figura 5.19 muestra un esquema del dispositivo de ensayos desarrollado.

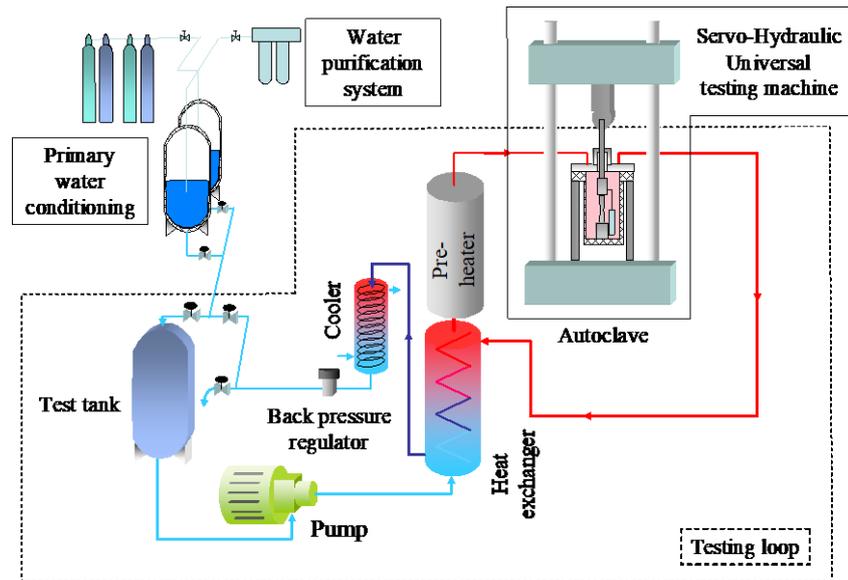


Figura 5.19: Esquema del circuito de ensayos (CIEMAT).

### 5.6.1 Sistema de purificación de agua

El sistema comercial de purificación de agua (MILLIPORE SuperQ) produce agua ultrapura con una conductividad de  $0.1-0.054 \mu\text{S}/\text{cm}^2$ , a partir de la red de distribución de agua (alrededor de  $200 \mu\text{S}/\text{cm}^2$ ). Esta agua de baja conductividad (calidad de reactor) sirve como entrada al sistema de acondicionamiento para producir el agua de primario objetivo, mediante la adición controlada de ácido bórico e hidróxido de litio. El esquema de este sistema, con sus diferentes pasos, se muestra en la Figura 5.20.

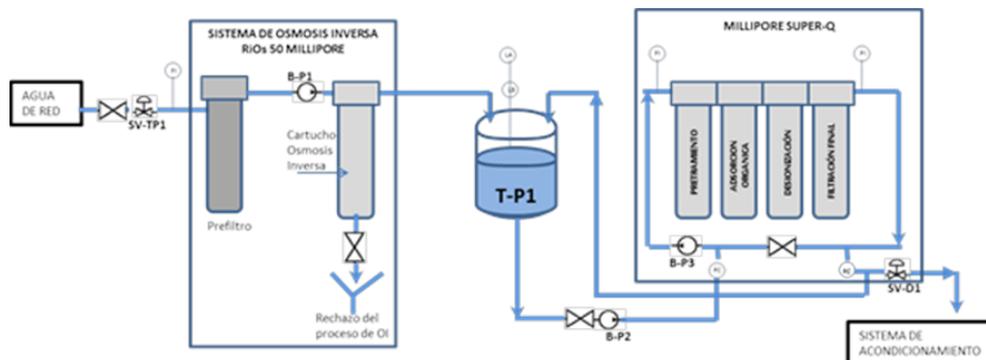


Figura 5.20: Esquema del sistema de purificación de agua (CIEMAT).

### 5.6.2 Sistema acondicionador de agua de primario

Este sistema realiza la desaireación del agua depurada y la adición controlada de la cantidad necesaria de ácido bórico e hidróxido de litio, según los requisitos específicos del ensayo a realizar.

El sistema de eliminación de oxígeno se realiza gradualmente mediante 3 tanques, burbujeando un gas inerte (argón) a través de 3 líneas separadas para lograr agua libre de oxígeno (en el rango de algunas ppb).

Una vez que se ha purificado y desaireado el agua, se envía al sistema de acondicionamiento químico para ingresar al tanque de alimentación del circuito de ensayo en las condiciones químicas simuladas de circuito primario PWR: baja conductividad, contenido controlado de boro y litio en el rango de ppm. La concentración de hidrógeno disuelto se coloca en el tanque de

ensayo mediante el ajuste de la presión parcial de hidrógeno necesaria siguiendo la ley de Henry, de acuerdo con los requisitos del ensayo.

### 5.6.3 Circuito de ensayo

El circuito está compuesto íntegramente por tuberías de acero inoxidable austenítico AISI 316L y, esquemáticamente, comprende: bomba principal, intercambiador de calor, precalentador, enfriador y regulador de contrapresión. El autoclave, diseñado para trabajar hasta 370 °C y 228 bares, también está fabricado en AISI 316L. Para estos ensayos, funcionarán a 300 °C y alrededor de 150 bares.

El circuito, que suele funcionar en recirculación, tiene como objetivo establecer las condiciones de servicio en términos de temperatura y presión. El autoclave, de 9.5 l de capacidad, dispone de las conexiones necesarias para entrada y salida de agua, aplicación de carga a la probeta e instrumentación. Está equipado con elementos calefactores eléctricos para mantener la temperatura de prueba en el rango de  $\pm 0.5$  °C.

El diagrama de bloques del circuito de agua simulada de primario se dibuja en la Figura 5.21.

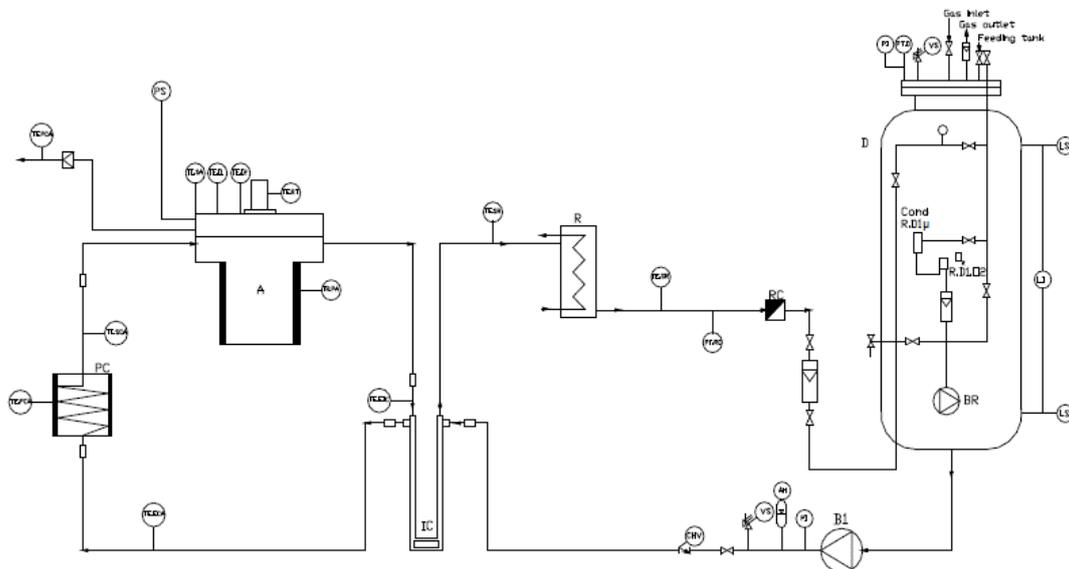


Figura 5.21: Diagrama de bloques de circuito de agua a alta presión.

Los elementos/componentes del circuito representados en el diagrama de la Figura 5.21 son:

- Tanque de almacenamiento (D).
- Bomba de alta presión (B).
- Intercambiador de calor (IC).
- Precalentador (PC).
- Autoclave (A).
- Refrigerador (R).
- Regulador de contra presión (RC).
- Bomba de recirculación de baja presión (B2).
- Sistema de control y adquisición de datos (SAD).

### 5.6.4 Control del circuito de agua primaria simulada

El sistema SCADA del circuito de agua de alta presión y alta temperatura (Figura 5.22) está compuesto por un único módulo. Con este módulo el usuario puede:

- Supervisar el funcionamiento del circuito.
- Encender y apagar bombas, calentadores y válvulas.
- Recibe alarmas del UPS.
- Recolectar datos.

Esta aplicación cuenta con una completa instrumentación que permite conocer su estado y controlar su funcionamiento con precisión. Se registran la temperatura, el caudal, la presión, la conductividad y las concentraciones de oxígeno/hidrógeno.

La bomba principal empuja el agua a través del circuito. Se utiliza una bomba auxiliar para recircular el agua y medir los parámetros del agua en el tanque (ver Figura 5.22). Hay dos calentadores en el circuito, uno de ellos calienta el autoclave y el otro es un precalentador para aumentar la temperatura del agua de entrada al autoclave. Ambos están controlados por PID industriales instalados en un panel eléctrico, conectados con un puerto de comunicación digital.

Termopares distribuidos por el circuito se encargan de medir la temperatura en diferentes puntos esenciales a la vez que se utilizan como alarmas de seguridad. Finalmente, el sistema gestiona y almacena la información en históricos de operación que pueden ser consultados en su momento. La Figura 5.22 muestra un ejemplo del interfaz de usuario desarrollado.

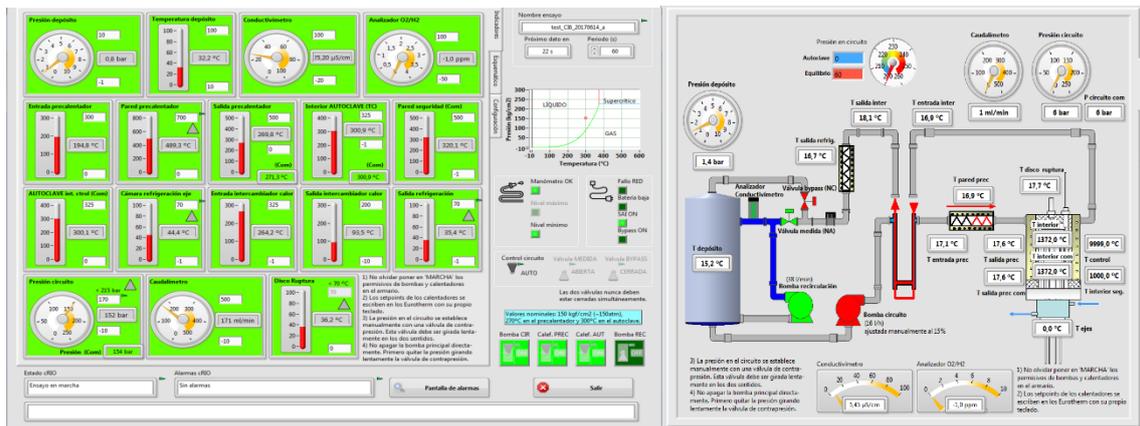


Figura 5.22: Monitorización del circuito de agua a alta temperatura y presión (CIEMAT).

### 5.6.5 Máquina de ensayos servohidráulica

La máquina de ensayo, es un actuador de aplicación de carga/desplazamiento controlado por la retroalimentación de señales de fuerza, desplazamiento o cualquier otra con la que se pretenda llevar a cabo una actuación mecánica controlada. El accionamiento de este actuador es oleohidráulico (máxima presión de trabajo: 150 bar) y está controlado por una servoválvula. El control de la máquina se puede llevar a cabo con retroalimentación de los siguientes sensores:

- Carga: mediante una célula de carga, con un rango de medida de 50 kN.
- Posición: mediante un captador lineal absoluto basado en ultrasonidos.
- Deformación: se mide la deformación de la probeta con un LVDT (*linear variable differential transformer*) de alta temperatura situado en el interior del autoclave y solidario a la probeta que se va a ensayar.

La máquina de ensayos actualizada parte de una máquina de ensayos fabricada en origen por MICROTTEST Serie EFH, acondicionada por la División de Electrónica de CIEMAT. El control desarrollado permite la retroalimentación de cuatro canales: carga, posición, tensión y un canal

configurable por el usuario. Un ejemplo de la interfaz de usuario desarrollada se ilustra en la Figura 5.23.

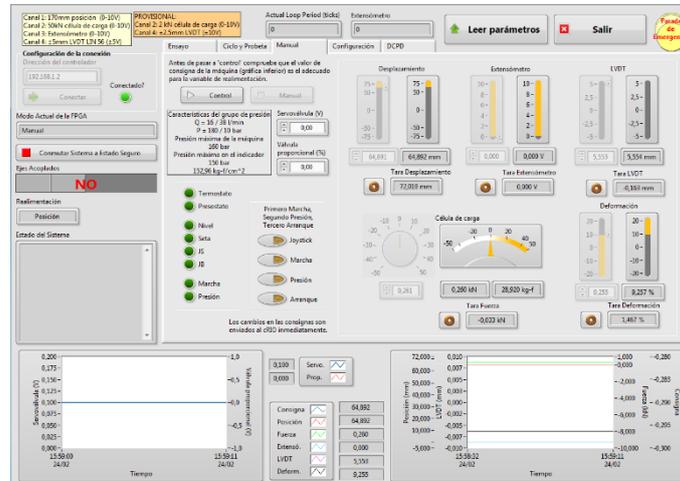


Figura 5.23: Software de control de ensayo (CIEMAT).

### 5.6.6 Software de monitorización y control de la instalación

El sistema diseñado para el control y adquisición de datos de este ensayo está compuesto por un CompactRIO (controlador programable automático de National Instruments) que dispone de una FPGA y un ordenador. El control reside en la FPGA y el ordenador gestiona el flujo de información y datos del sistema. El CompactRIO permite la monitorización y control en tiempo real del circuito de simulación de agua de primario y de la máquina de ensayos mecánicos.

El PC ejecuta la interfaz de usuario y gestiona el histórico de información en una base de datos. El sistema está apoyado por un sistema de alimentación ininterrumpida (*uninterruptible power supply*, UPS) que suministra energía de emergencia en caso de fallo en el suministro (ver Figura 5.24).

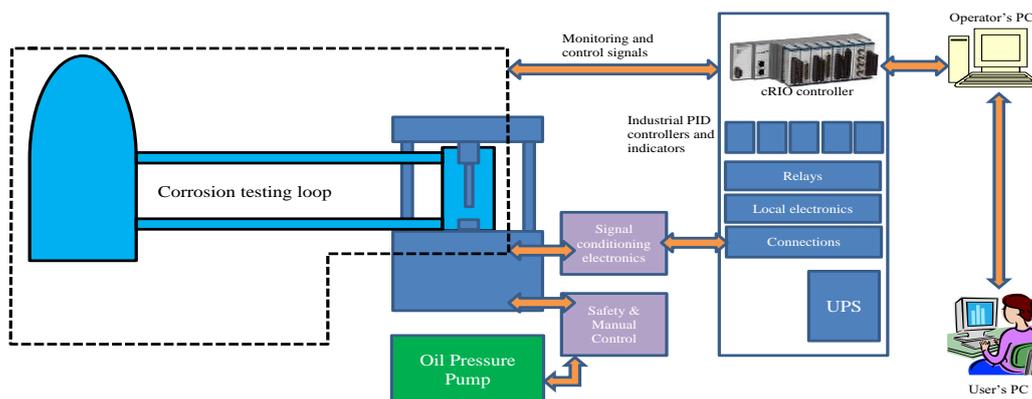


Figura 5.24: Esquema del sistema de control y medida del ensayo (CIEMAT).

El paquete de *software* completo consta de las siguientes utilidades:

- Configuración: con este módulo el usuario puede seleccionar los parámetros PID, factores de calibración del sensor y límites de seguridad.
- Control manual: el usuario puede encender/apagar la bomba, ver los valores de los sensores, activar y desactivar las taras y escribir valores de consigna para el control PID.

- Ejecución del ensayo: el usuario selecciona la forma de onda a ejecutar cíclicamente durante el ensayo, el tipo de prueba y las condiciones para finalizar el ensayo. Aquí, el usuario puede iniciar o detener la prueba. Todos los datos recopilados se muestran en pantalla en tiempo real.

El diseño y desarrollo del sistema de control de *software* ha sido realizado por personal del Departamento de Tecnología del CIEMAT, usando NI LabVIEW y diseñado a medida para este proyecto.

### 5.7 Alineamiento del sistema de carga

Con anterioridad a la realización de la campaña experimental es necesario verificar el alineamiento de la máquina de ensayo y del sistema de guiado de los elementos internos del autoclave que van a fijar la probeta. El método más habitual es mediante el uso de galgas extensométricas. El alineamiento en este caso se determina a partir de la deformación relativa que una tracción/compresión controlada en el rango elástico produce en una probeta instrumentada a tal fin. Se ha seguido la norma ASTM E1012-12 [173], y algunas recomendaciones de otros procedimientos [174], [175].

Se ha diseñado una probeta de sección cuadrada (ver Figura 5.26), de dimensiones similares a la probeta de ensayo a fatiga, y de una aleación más resistente (aleación 690), para mantener siempre la sección calibrada en rango elástico y asegurar la integridad de las galgas extensométricas. En la sección calibrada de estas probetas rectangulares se han dispuesto bandas como se esquematiza en la Figura 5.25.

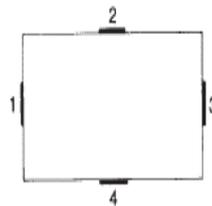


Figura 5.25: Colocación de cuatro galgas extensométricas en el centro de cada cara de la probeta de sección cuadrada (espaciado 90°) [173].

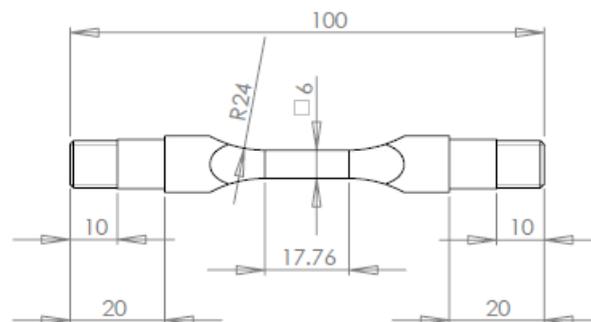


Figura 5.26: Diseño de probeta de alineamiento.

El pandeo máximo al que se somete a la probeta en cualquier dirección es 4.70%, inferior al límite establecido para un correcto alineamiento (5% [173]).

## 5.8 Instrumentación por DCPD

La técnica de caída de potencial (*direct current potential drop*, DCPD) es habitualmente empleada en los laboratorios que ensayan comportamiento de materiales a alta temperatura en ambientes agresivos. La ausencia de partes móviles o adaptadores añadidos a la probeta para alojar la medida de extensometría, que además hayan de conectar con el exterior de la cámara de ensayo donde las condiciones de servicio permitan el desempeño de la electrónica de acondicionamiento, hacen especialmente atractiva a esta técnica.

Las condiciones de servicio simuladas de un reactor LWR (hasta 360 °C y 220 atm de presión en agua con distintas concentraciones de boro, litio e hidrógeno disuelto) son un claro ejemplo de condiciones altamente agresivas para la instrumentación habitual de un laboratorio de ensayos mecánicos.

El principio de funcionamiento se esquematiza en la Figura 5.27. El equipo inyecta en la probeta una corriente como la señalada en línea roja en la parte inferior, donde se modulan tanto la amplitud del ciclo como el tiempo. La respuesta producida en la probeta es del estilo de la indicada con la línea azul. La medida de caída de potencial en cada ciclo es la diferencia entre el punto de saturación de la línea azul y el mínimo en la rama asintótica de caída. Para una grieta que crece esta diferencia aumenta con el tiempo de exposición al medio, que es lo que se indica en la línea negra inferior.

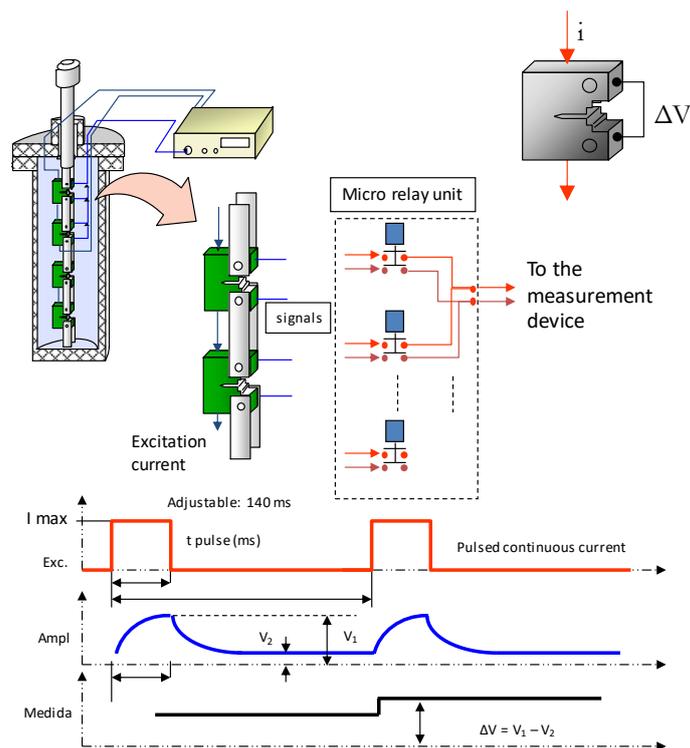


Figura 5.27: .Esquema de instalación DCPD (en la imagen, tren de probetas tipo CT) (CIEMAT).

Como también se indica en la Figura 5.27, dentro de un autoclave es posible instrumentar varias probetas con un mismo equipo multiplexando la señal de entrada, tal y como se indica en este caso para un ensayo típico de crecimiento de grietas con probetas CT.

Los contactos eléctricos en la probeta han de asegurar una buena continuidad, por lo que se recurre a una aleación inerte al ambiente soldada por puntos a la probeta. Para la experimentación se han empleado hilos conductores de níquel puro, que son física y

químicamente estables en las condiciones de servicio, además de tener una excelente soldabilidad con el acero inoxidable.

La disposición de la probeta en los internos del autoclave de ensayo con los hilos soldados es como la que se esquematiza en la Figura 5.28.

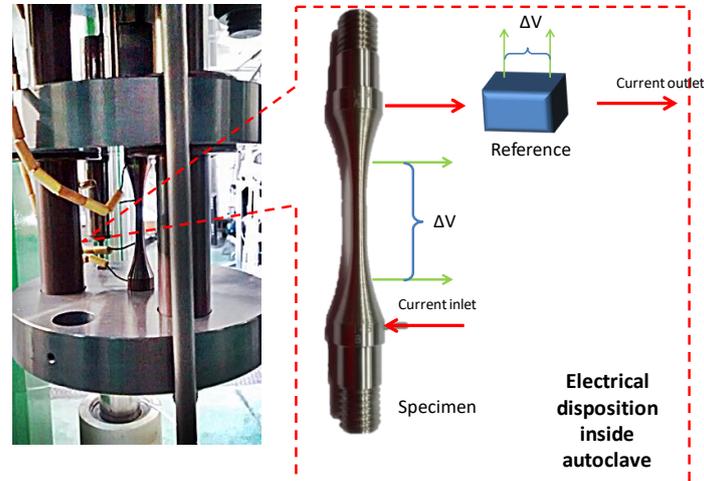


Figura 5.28: Esquema de instrumentación DCPD en probetas de fatiga.

Para mejorar la sensibilidad de la medida ante variaciones locales de corriente o temperatura se introduce una medida de referencia, proporcionada por una porción de material de la misma aleación sometida a la acción de la temperatura y del medio, pero sin estar sometida a carga y sin presencia de grieta.

### 5.9 Ensayos de fatiga asistida por el ambiente

Los ensayos de fatiga asistida por el ambiente realizados en el marco del proyecto INCEFA+ están controlados por deformación. Se han ejecutado siguiendo un procedimiento acordado entre los socios participantes [50] para que todos los miembros del proyecto pudieran realizar sus ensayos de una manera comparable (tan similar como fuera posible). El procedimiento se basa en estándares relacionados [169], [170]. Sin embargo, estos no tienen en cuenta la información adicional contenida en los ensayos de fatiga asistida por el ambiente y dicha información debe complementarse con detalles específicos de “fatiga ambiental”.

Las siguientes normas son los ejemplos más relevantes para los ensayos de fatiga asistidas por el medio ambiente:

- ASTM E606, para ensayos de fatiga controlados por deformación [169].
- ISO/DIS 12106, ensayos de fatiga controlados por deformación axial en metales [170].
- Protocolo de ensayo de INCEFA+ (PVP2018-84081 [50]).

La forma de onda es de “dientes de sierra”. La nomenclatura relacionada con la forma de la onda se muestra en la Figura 5.29; a la izquierda la señal de control, en deformación, y a la derecha la señal de respuesta, en tensión. La velocidad de deformación positiva se establece en 0.01%/s, mientras que la velocidad de deformación negativa se establece en -0.1%/s, lo que constituye un ciclo asimétrico. Las amplitudes de deformación especificadas son 0.3% y 1.2%, dentro del régimen de fatiga a bajo número de ciclos. Algunos ensayos incluyen tiempos de mantenimiento (3 *hold times* de 72 h cada uno). Las posiciones de *hold time* se realizan en una deformación media positiva, después de que se hayan alcanzado un número específico de ciclos. La matriz de

ensayos de fatiga asistida por el ambiente para las Fase I, II y III del proyecto realizados por el CIEMAT se muestran en la Tabla 5.9. Los tres *hold times* se realizan después de 200, 400 y 600 ciclos respectivamente.

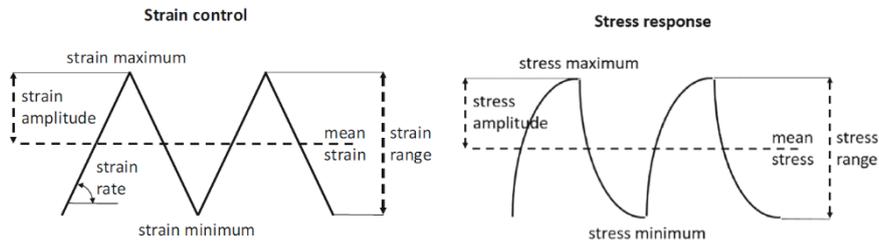


Figura 5.29: Nomenclatura relacionada con la forma de la onda [176].

La frecuencia en ciclos de tensión-deformación es de gran importancia para los ensayos a fatiga que se realizan en ambiente LWR, ya que muchos procesos relacionados con la interacción material-ambiente son dependientes del tiempo. Por este mismo motivo, es de gran importancia la definición de los *hold times* en los ciclos.

La vida a fatiga estará condicionada por la forma de la curva y la secuencia de los ciclos de carga, por lo que se medirá la deformación total en cada ciclo y se determinará la deformación plástica. Para esto, en los ensayos EAF el parámetro a controlar será la amplitud total de la deformación axial, siguiendo las normas ASTM E606/E606M-12 [169] e ISO/DIS 12106 [170]. El ensayo continuará hasta que se produzca el fallo de la probeta o se alcance un determinado porcentaje en la caída de la carga desde un valor de referencia.

Los datos generados durante los ensayos deben permitir la elaboración de las curvas tensión-deformación en cada ciclo, así como conocer la evolución de la tensión máxima/mínima frente al número de ciclos, evolución de los módulos de elasticidad en tracción/compresión, y la energía consumida por ciclo. Todos estos parámetros junto con relaciones entre ellos son las variables a estudiar.

La definición de fallo puede variar según el objetivo de estudio de la vida a fatiga. En principio, el fallo es la fractura, la ruptura o separación de la probeta. Sin embargo, en el caso de una caída de fuerza (tensión), es aceptable definir el fallo en relación a la capacidad para soportar una fuerza de tracción. En este caso, el fallo se define como el punto en el que la fuerza máxima (tensión) disminuye cierto porcentaje (25% para esta campaña de ensayos, siguiendo el criterio del NUREG/CR-6909 [65]), debido a la presencia de una o varias fisuras. Se debe documentar el método exacto (según se muestra en la Figura 5.30) y el porcentaje de caída. Finalmente, se registra el número de ciclos acumulados hasta el fallo por medio de un contador de ciclos.

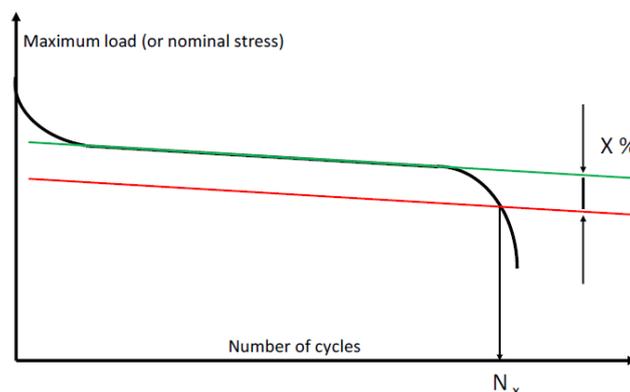


Figura 5.30: Tensión frente a número de ciclos y caída de carga (criterio de fallo:  $x=25\%$ ).

Fase	Probeta	Acabado superficial	Amplitud de deformación ( $\epsilon_a$ )	Deformación media ( $\epsilon_m$ )	Hold time		Velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}$ )
I	CI1	Pulida	0.21%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI3	Rugosa	0.60%	0.5%	-	-	0.01%/s
	CI4	Rugosa	1.20%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI5	Rugosa	0.30%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI6	Rugosa	0.60%	0.5%	-	-	0.01%/s
	CI9	Rugosa	1.20%	0.5%	3x72 h	c/200	0.01%/s
	CI10	Rugosa	0.60%	0.0%	-	-	0.01%/s
II	CI11	Pulida	0.60%	0.0%	3x72 h	c/200	0.01%/s
	CI12	Pulida	0.23%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI13	Pulida	0.60%	0.0%	3x72 h	c/200	0.01%/s
	CI14	Pulida	0.60%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI15	Pulida	0.60%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI16	Pulida	0.60%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI18	Pulida	0.30%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI19	Rugosa	0.60%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI20	Rugosa	0.30%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI21	Rugosa	0.60%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI22	Rugosa	0.23%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI25	Pulida	1.20%	0.0%	-	-	0.01%/s
	CI26	Pulida	0.30%	0.0%	-	-	0.01%/s
III	CI23	Pulida	0.49%	0.0%	-	-	0.10%/s
	CI24	Pulida	0.60%	0.0%	-	-	0.10%/s
	CI27	Rugosa	0.30%	0.0%	-	-	0.10%/s
	CI28	Rugosa	0.38%	0.0%	-	-	0.10%/s
	CI29	Rugosa	0.33%	0.0%	-	-	0.01%/s

Tabla 5.9: Matriz de ensayos de fatiga asistida por el ambiente.

### 5.9.1 Control de la deformación en el ensayo

Idealmente, la deformación debe medirse y controlarse sobre la sección de calibrada de la probeta. En la práctica, el uso de cualquier tipo de extensómetro a alta temperatura en agua de primario es complicado, se suele simplificar usando alguna zona de la probeta de mayor sección que la calibrada (habitualmente los hombros), donde pueda alojarse la conexión del extensómetro sin riesgo para el propio ensayo. La relación entre el desplazamiento de los hombros y la deformación en la zona calibrada de la probeta se obtiene mediante un modelo matemático que simula las condiciones de cada ensayo [177], [178].

La relación entre el desplazamiento en los hombros y la longitud calibrada se define como:

$$R_{SG} = \frac{\Delta D_{LVDT}}{\Delta D_{GL}} \quad \text{ec. 5.3}$$

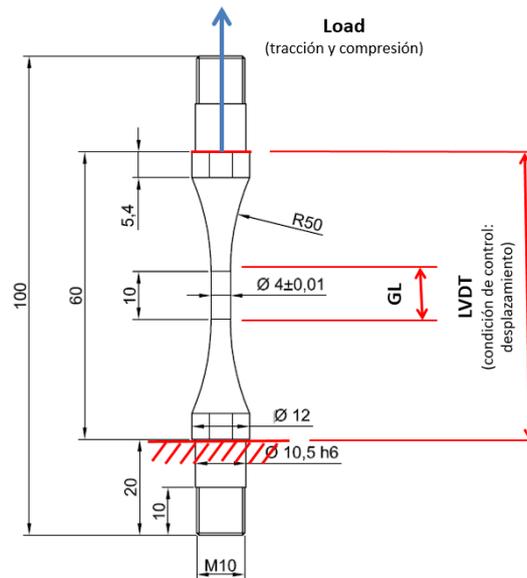


Figura 5.31: Esquema de la relación entre hombros (LVDT) y longitud calibrada (GL) en la geometría de probeta utilizada.

Con anterioridad al cálculo preciso mediante elementos finitos de la relación anterior en condiciones de ensayo PWR se realizó una sencilla evaluación del comportamiento de este tipo de probeta al aire y a temperatura ambiente usando una probeta de la geometría descrita. Se instalaron un extensómetro en la longitud calibrada y un LVDT entre los hombros de la probeta, que será el que controlará el ensayo en ambiente PWR. Los resultados de una serie de medidas con distintos rangos de desplazamiento se muestran a en la Figura 5.32:

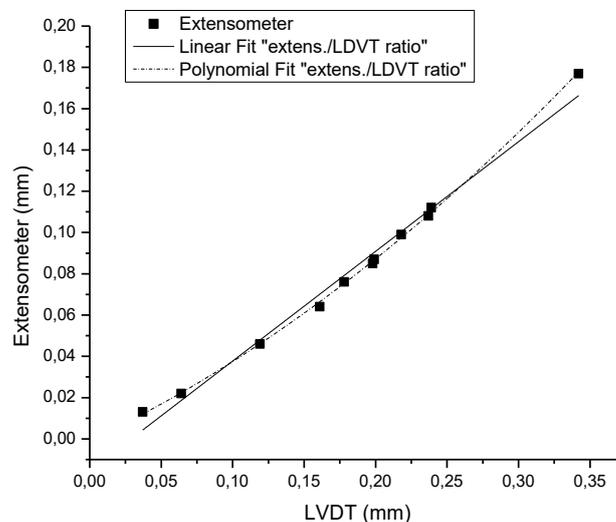


Figura 5.32: Relación entre extensómetro y LVDT a temperatura ambiente.

La relación entre los desplazamientos viene expresada en las dos siguientes ecuaciones:

Ajuste lineal (“solid line”):  $y = -0.0154 + 0.5313x$  ec. 5.4

Ajuste polinómico (“dash-dot line”):  $y = -6.95 \cdot 10^{-4} + 0.3247x + 0.57574x^2$  ec. 5.5

Este cálculo nos permite, de una manera sencilla, conocer un valor aproximado de la relación de deformación que se produce entre los hombros y la longitud calibrada de la probeta, teniendo en cuenta las diferentes propiedades del material a temperatura ambiente. Siguiendo la

aproximación lineal de la relación anterior, el desplazamiento en los hombros de la probeta entre 2 y 3 veces el de la longitud calibrada. La relación en estas pruebas fue, para una amplitud de deformación 0.3% igual a 2.8, y para una amplitud de deformación 0.6% igual a 2.4.

A continuación, se muestra la evaluación mediante elementos finitos de la probeta. La solución del modelo se realiza mediante el programa de cálculo por el método de los elementos finitos ANSYS. La Unidad de Ingeniería Mecánica del CIEMAT ha sido la encargada de realizar dicho análisis. Las siguientes figuras muestran la geometría de la probeta (Figura 5.33) y un gráfico que muestra la relación entre el desplazamiento entre hombros y la deformación en la zona calibrada (Figura 5.34).

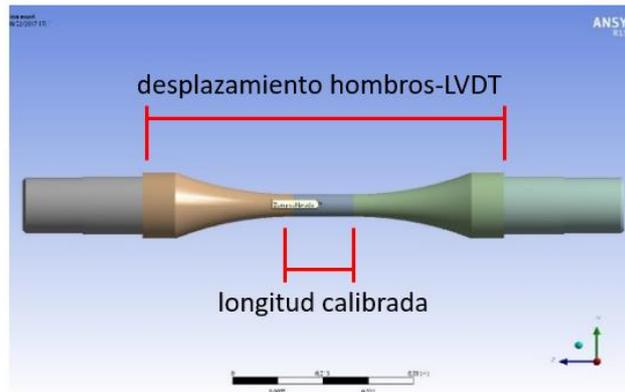


Figura 5.33: Modelo FEM para probeta de fatiga (CIEMAT).

A partir de los resultados obtenidos en simulaciones FEM, se establece que la relación entre la amplitud de los hombros y la longitud calibrada es aproximadamente de 2.7, para deformaciones nominales de 0.3%, y 2.2, para deformaciones nominales 0.6%, como se muestra en la Figura 5.34, próximas a las determinadas experimentalmente con extensómetro en la longitud calibrada.

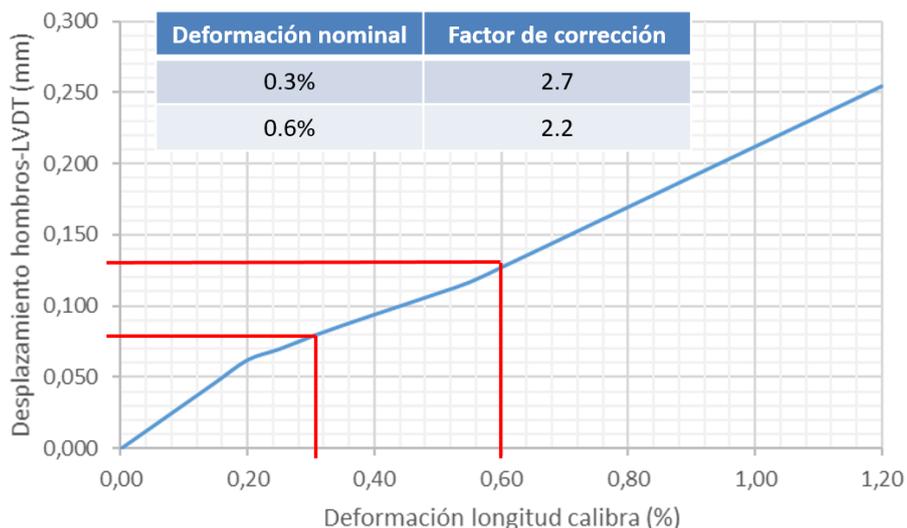


Figura 5.34: Relación entre el desplazamiento de los hombros y la deformación en la longitud calibrada (CIEMAT).

A partir de la geometría de cada probeta se estimó la relación entre hombros y sección calibrada, la cual se indica en la Tabla 5.10. Además, se muestran los resultados de vida a fatiga de los ensayos ( $N_{25}$ ). Los resultados indicados con RO son ensayos que no han finalizado correctamente.

Probeta	Acabado superficial	Diámetro (mm)	Amplitud de deformación	Deformación media	Vida a fatiga (N <sub>25</sub> , ciclos)	Relación (R <sub>SG</sub> )
CI1	Pulida	4.00	0.21%	0.0%	4847 (RO)	2.700
CI3	Rugosa	3.68	0.60%	0.5%	792	2.383
CI4	Rugosa	3.60	1.20%	0.0%	191	2.298
CI5	Rugosa	3.56	0.30%	0.0%	4682	2.100
CI6	Rugosa	3.79	0.60%	0.5%	673 (RO)	2.308
CI9	Rugosa	3.70	1.20%	0.5%	237	2.358
CI10	Rugosa	3.79	0.60%	0.5%	960	2.308
CI11	Pulida	3.99	0.60%	0.0%	1414	2.117
CI12	Pulida	3.99	0.23%	0.0%	11018	2.739
CI13	Pulida	3.99	0.60%	0.0%	1398	2.017
CI14	Pulida	4.00	0.60%	0.0%	1384	2.117
CI15	Pulida	3.98	0.60%	0.0%	1311	2.217
CI16	Pulida	4.00	0.60%	0.0%	1447	2.117
CI18	Pulida	3.99	0.30%	0.0%	5241	2.700
CI19	Rugosa	3.75	0.60%	0.0%	1004	2.117
CI20	Rugosa	3.60	0.30%	0.0%	3326	2.467
CI21	Rugosa	3.71	0.60%	0.0%	913	2.117
CI22	Rugosa	3.99	0.23%	0.0%	5800	2.739
CI23	Pulida	3.96	0.49%	0.0%	3329	2.117
CI24	Pulida	3.98	0.60%	0.0%	2527	2.117
CI25	Pulida	4.00	1.20%	0.0%	178	2.117
CI26	Pulida	4.00	0.30%	0.0%	5178	2.700
CI27	Rugosa	3.70	0.30%	0.0%	10069	2.467
CI28	Rugosa	3.68	0.38%	0.0%	5654	2.400
CI29	Rugosa	3.61	0.33%	0.0%	3792	2.467
CI30	Rugosa	3.70	0.30%	0.0%	2726	2.467

Tabla 5.10: Relación entre longitud entre hombros/longitud calibrada calculada para todas las probetas ensayadas.

En la Figura 5.35 se puede ver el LVDT situado entre los hombros de la probeta, unido al sistema de carga. Este mide el desplazamiento en una longitud correspondiente a la distancia entre los extremos de la probeta, es decir, 60 mm.



Figura 5.35: Instalación de la probeta (con DCPD) y el LVDT.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## 6 Evaluación de modelos de vida a fatiga

### 6.1 Introducción - *Introduction*

Siguiendo un procedimiento similar al descrito en el NUREG/CR-6909, se han realizado una serie de ensayos de fatiga en condiciones PWR. A continuación, se analizan los resultados de probetas cilíndricas ensayadas a distintos niveles de deformación y con dos acabados superficiales diferentes (probeta pulidas y rugosas).

Estos resultados se han comparado con las predicciones del NUREG/CR-6909 para las condiciones establecidas. Las vidas a fatiga (número de ciclos) obtenidas experimentalmente muestran un comportamiento diferenciado entre probetas pulidas y rugosas.

Por último, se proponen ecuaciones, ajustadas a partir de los datos experimentales, que describan la vida a fatiga en condiciones PWR en función de la amplitud de deformación y se estiman nuevos factores de corrección que representen el efecto del ambiente en la vida a fatiga.

*Following a similar procedure as the one described in NUREG/CR-6909, a fatigue test campaign has been performed under PWR conditions. After, the tests result of solid bar specimens at different strain levels and with two different surface finishes (polished and rough specimens) are analysed.*

*These results have been compared with the predictions of the NUREG/CR-6909 for the same conditions. The fatigue lives (as number of cycles) experimentally obtained show a difference behaviour between polished and rough specimens.*

*Finally, fitted equations from the experimental data are proposed. These equations describe the fatigue life under PWR conditions as a function of the strain amplitude. On the other hand, new correction factors to consider the environmental effect in fatigue life are estimated.*

### 6.2 Descripción del modelo

La orientación actual para la evaluación de la fatiga asistida por el ambiente, como el NUREG/CR-6909, Rev.1 [3], produce factores de uso próximos a la unidad para algunos componentes de las centrales nucleares. A partir de estos altos factores, cabría esperar que se produjeran fallos de componentes atribuidos a la fatiga asistida por el ambiente en los reactores de agua ligera actualmente en funcionamiento. Sin embargo, no se han observado fallos de este tipo en la práctica [51]. Por tanto, en los últimos años, se ha invertido mucho esfuerzo para mejorar la comprensión del fenómeno de EAF en condiciones de reactores LWR [179]–[183].

En este contexto, este trabajo de investigación profundiza en el estudio de la influencia de parámetros como velocidad de deformación, deformación media, rugosidad superficial, *hold time* y ambiente PWR en la vida a fatiga. Estos factores, o no se recogen el NUREG/CR-6909 o bien se incluyen como factores asociados a otras variables, por lo que no se tiene un conocimiento específico sobre su efecto directo en la vida a fatiga. Este es el caso de la rugosidad superficial, que se incluye en un factor genérico junto con la propia variabilidad del material y un factor de seguridad. Esta profundización en el conocimiento de la EAF contribuirá a reducir incertidumbres y el excesivo conservadurismo actual.

El NUREG/CR-6909, Rev.1 define un factor de corrección ambiental (*environmental factor*,  $F_{en}$ ) que relaciona la vida a la fatiga en el medio acuoso con temperatura de servicio con la vida a la fatiga en el aire a temperatura ambiente que, en su momento, fue la base de diseño de muchos de los reactores comerciales actualmente en operación. El factor ambiental se define como:

$$\ln(F_{en}) = \ln(N_{f,RTair}) - \ln(N_{f,water}) \quad \text{ec. 6.1}$$

donde  $N_f$  es el número de ciclos necesarios para el fallo (definido como una caída de carga del 25%),  $N_{f,RTair}$  es la vida a fatiga en ciclos al aire a temperatura ambiente, y  $N_{f,water}$  es la vida a fatiga en agua en las condiciones establecidas de temperatura, velocidad de deformación y oxígeno disuelto.

Para aceros inoxidables austeníticos, el factor  $F_{en}$  se puede calcular como:

$$F_{en} = \exp(T^* \cdot \dot{\epsilon}^* \cdot O^*) \quad \text{ec. 6.2}$$

donde  $T$ ,  $\dot{\epsilon}$  and  $O$  son parámetros relacionados con la temperatura, el rango de deformación y el contenido de oxígeno en agua, respectivamente. Para este programa de ensayo (Sección 5.5, Tabla 5.8 y Tabla 6.1), los rangos de los parámetros relevantes se definen como [65]:

$$T^* = (T - 100)/250 \quad \text{para } 100 \text{ }^\circ\text{C} \leq T \leq 325 \text{ }^\circ\text{C} \quad \text{ec. 6.3}$$

$$\dot{\epsilon}^* = \ln(\dot{\epsilon}/7) \quad \text{para } 0.004\%/s \leq \dot{\epsilon} \leq 7\%/s \quad \text{ec. 6.4}$$

$$O^* = 0.29 \quad \text{para } DO < 0.1 \text{ ppm} \quad \text{ec. 6.5}$$

El programa experimental, en el marco del proyecto INCEFA+, se organizó en tres fases consecutivas, con una duración aproximada de un año cada una. La división del programa en diferentes fases permitió una ligera reorientación de las últimas fases cuando los datos conjuntos de todos los laboratorios participantes en las primeras fases estuvieron disponibles. En cada fase, la matriz de ensayo se optimizó utilizando el método de Diseño de Experimentos (DoE, [184]). Un panel de expertos [185] en fatiga pertenecientes al proyecto examina cada ensayo publicado en la base de datos, que proporciona los datos ambientales y los resultados del ensayo de fatiga en forma de valores de tensiones máxima y mínima por ciclo y algunos ciclos de histéresis completos repartidos a lo largo del ensayo.

Parámetro	Nivel bajo	Nivel alto	Comentario
Rango de deformación (%)	0.6	1.2	
Tensión media (%)	0.0	0.5	Solo para la Fase I
Rugosidad superficial $R_t$ ( $\mu\text{m}$ )	0.76	$\approx 20$	
Tiempo de mantenimiento (h)	0	72	0 o 3 retenciones de 72 h por prueba; los ciclos dependen de la condición
Velocidad de deformación (%/s)	0.01	0.1	El aumento de la velocidad de deformación en ambiente PWR, solo en la Fase III
Temperatura T ( $^\circ\text{C}$ )	300		

Tabla 6.1: Resumen de las condiciones de ensayo.

La mayoría de los laboratorios que analizan probetas sólidas en condiciones LWR utilizan un extensómetro en los hombros para controlar la deformación. Dado que la deformación que se aplica durante el ensayo se define en la sección calibrada, el desplazamiento en los hombros de la probeta debe convertirse para representar la deformación en la sección calibrada (Sección 5.9.1).

La vida a fatiga para las probetas ensayadas se define como  $N_{25}$ , es decir, el ciclo durante el cual la tensión máxima durante un ciclo cae en un 25% en comparación con la extrapolación de la

parte cuasi-lineal de la curva de tensión máxima frente al número de ciclo. Si se obtienen otros valores, por ejemplo, por no alcanzar la caída de carga del 25%,  $N_{25}$  se calcula a partir de  $N_x$  mediante la ecuación ec. 3.1 de NUREG/CR-6909, Rev.1 [65]:

$$N_{25} = \frac{N_x}{0.947 + 0.00212X} \quad \text{ec. 6.6}$$

donde X es el criterio de fallo en porcentaje de caída de fuerza (por ejemplo, X=10).

Los resultados de los ensayos de vida a fatiga de las probetas se dan en la Tabla 6.2, para la Fase I y II, y en la Tabla 6.3, para la Fase III. Para determinar el final del ensayo, se sigue el criterio de una caída de carga del 25% sobre el ajuste lineal de la fase de decrecimiento lineal del máximo de tensión durante el ensayo ( $N_{25}$ ). La tabla también enumera la vida de fatiga  $N_{25}$  esperada según NUREG/CR-6909, que recoge la vida a fatiga en aire hasta 400 °C para acero inoxidable austenítico está dada por ec. 6.7.

$$\ln(N_{25}^{air}) = 6.891 - 1.920 \ln(\varepsilon_a - 0.112) \quad \text{ec. 6.7}$$

El factor de corrección ambiental para el acero inoxidable austenítico en condiciones PWR, a 300 °C, una cantidad de oxígeno disuelto menor de 5 ppb y una velocidad de deformación de 0.01%/s es  $F_{en}=4.57$ . Un número muy limitado de ensayos se realizó en las mismas condiciones, pero a mayor velocidad de deformación (0.1%/s), con un factor ambiental de  $F_{en}=2.68$ .

### 6.3 Ensayos de fatiga asistida por el ambiente (condiciones de reactor PWR)

Para cada ensayo, se obtienen todos los ciclos de histéresis tensión-deformación. A partir de cada ciclo de histéresis obtenemos la evolución de la tensión máxima y mínima, los módulos de elasticidad a tracción y compresión, así como la energía consumida y la deformación plástica. Las figuras Figura 6.1 y Figura 6.2 resumen la evolución del ciclo de histéresis a lo largo del ensayo, mostramos un ciclo a mitad de la vida media  $N_{25}/2$  (puntos negros) y otro ciclo al final de la vida de fatiga  $N_{25}$  (puntos rojos). En ellos se aprecia como el ciclo evoluciona en carga máxima y mínima, así como el cambio en su forma.

Del análisis de todos los ciclos de histéresis de cada ensayo se obtienen las curvas de la Figura 6.1. En este caso, se muestra la evolución de la tensión máxima a lo largo del ensayo. En esta representación se aprecian tres zonas con distinto comportamiento en función del número de ciclo: 1) endurecimiento inicial; 2) caída lineal de la tensión; 3) finalmente, progresión de grieta hasta el fallo. Además, esta figura muestra cómo se ha determinado la vida de fatiga  $N_{25}$ , que se obtiene mediante la intersección de la línea inferior roja con la gráfica experimental de tensión máxima. Esta línea roja proviene del ajuste de la zona de decrecimiento lineal (línea negra) de la tensión máxima, disminuyendo sus valores un 25%.

Los ciclos de histéresis que se observan en la Figura 6.2, correspondientes a la probeta C115, muestran el tramo de tracción, a velocidad lenta (0.01%/s), por lo que recogen más datos, y el tramo a compresión, a mayor velocidad (0.1%/s). El ciclo de histéresis en color negro (ciclo número 656) se corresponde con la mitad de vida de la probeta (ciclo de saturación), por lo que se puede tomar como representativo de las propiedades mecánicas durante la vida de la probeta. El ciclo en color rojo (ciclo número 1311) representa el límite de la vida a fatiga de la probeta ( $N_{25}$ ), calculado a partir del 25% de caída de carga. Como se puede observar, el límite elástico es menor en el ciclo 1311, así como la tensión máxima.

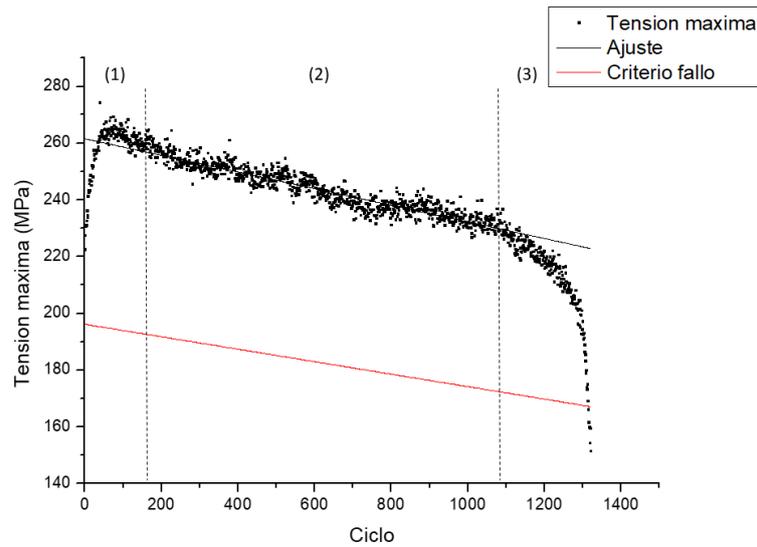


Figura 6.1: Tensión máxima de los ciclos a lo largo del ensayo CI15 y la caída de tensión  $N_{25}$ .

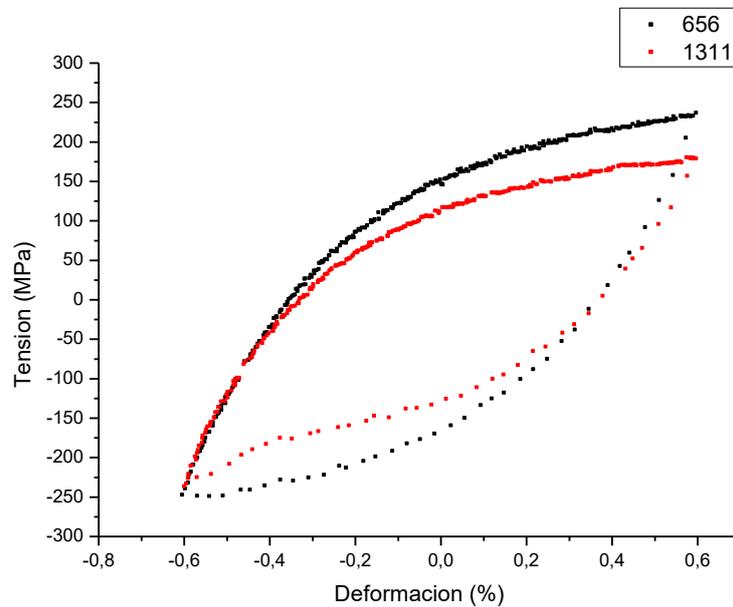


Figura 6.2: Ciclos de histéresis tensión-deformación para mitad de vida a fatiga y vida a fatiga de la probeta CI15.

Estas gráficas son características de cada ensayo y representativas de las condiciones en que se han realizado.

Los ensayos que contienen *hold time*, como el mostrado en la Figura 6.3, presentan cierta recuperación de la carga máxima por ciclo después de los periodos de mantenimiento. El incremento de carga sugiere un proceso de relajación de tensiones y recuperación del material durante el periodo de *hold*. La siguiente figura muestran el efecto sobre el máximo de la tensión de tres periodos de *hold time* de 72 h de duración cada uno, realizados en los ciclos 200, 400 y 600.

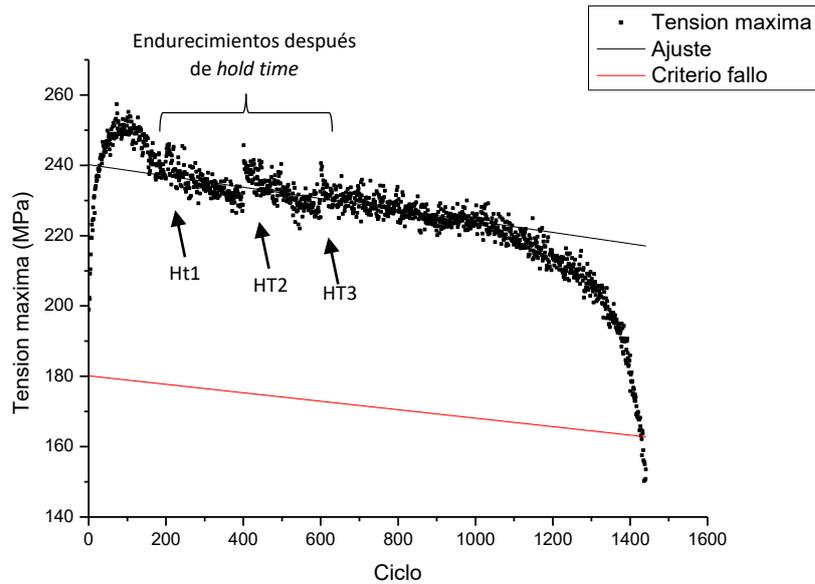


Figura 6.3: Tensión máxima de los ciclos a lo largo del ensayo CI13 y la caída de tensión N25.

Comparando las curvas de evolución de la tensión máxima podemos comprobar cuál es el efecto de las distintas condiciones de ensayo descritas anteriormente. Por un lado, podemos ver el efecto del acabado superficial. La Figura 6.4 muestra la vida a fatiga de dos probetas, una pulida (CI14) y otra rugosa (CI21), en la que se observa una vida a fatiga mayor en la probeta pulida.

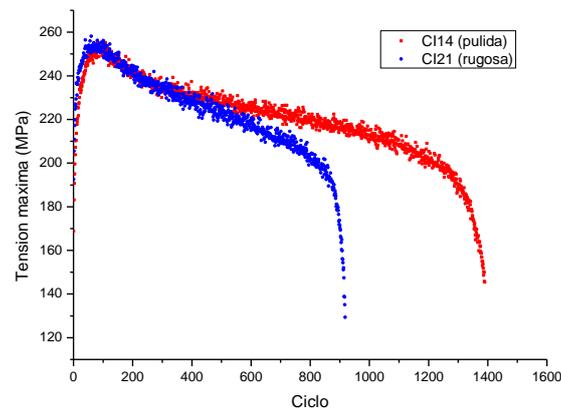


Figura 6.4: Curvas de tensión máxima por ciclo para ensayos con distinto acabado superficial.

Por otro lado, comparando un ensayo en el que se han aplicado *hold times* y otro en el que no, con un mismo acabado superficial (pulido), observamos que no hay una variación significativa en la vida a fatiga de ambas probetas, como muestra la Figura 6.5. En esta gráfica podemos ver el efecto que tienen los *hold times* (de 72 horas), indicados como  $Ht_1$ ,  $Ht_2$  y  $Ht_3$ , en la probeta CI13. Después de cada periodo de mantenimiento, al reiniciarse el ciclado, la tensión se incrementa ligeramente.

En los periodos de *hold time* la probeta se mantiene a deformación constante, lo que no significa que la carga que soporta durante estos tiempos sea nula cuando la deformación sea el 0%. Se ha observado que en estos periodos la carga oscila entre 0.5 kN y 1.5 kN, variando de unas probetas a otras y entre los distintos periodos en un mismo ensayo.

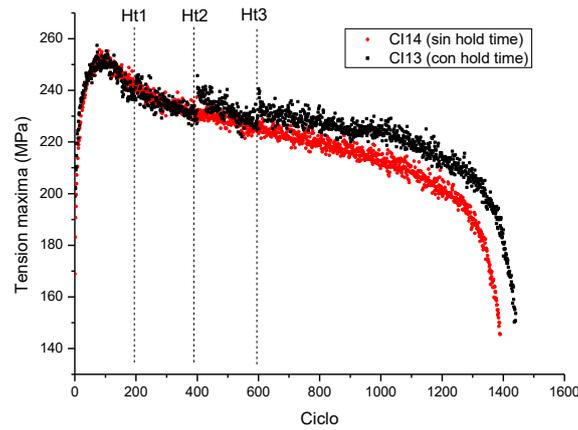


Figura 6.5: Curvas de tensión máxima por ciclo para ensayos con *hold time* y sin *hold time*.

La Tabla 6.2 muestra los resultados obtenidos por el CIEMAT en las condiciones que se corresponden con un factor ambiental  $F_{en}=4.57$  según el NUREG/CR-6909, velocidad de deformación de 0.01%/s y ambiente PWR. La tabla muestra los resultados de los ensayos en la columna  $N_{25}$  y la predicción del NUREG/CR-6909.

Probeta	Superficie	$\epsilon_a$ (nominal)	NUREG/CR6909	$N_{25}$
CI3	Rugosa	0.60%	857	792
CI4	Rugosa	1.20%	183	191
CI5	Rugosa	0.30%	5381	4682
CI9	Rugosa	1.20%	183	237
CI10	Rugosa	0.60%	857	960
CI11	Pulida	0.60%	857	1414
CI12	Pulida	0.23%	9779	11018
CI13	Pulida	0.60%	857	1398
CI14	Pulida	0.60%	857	1384
CI15	Pulida	0.60%	857	1311
CI16	Pulida	0.60%	857	1447
CI18	Pulida	0.30%	5381	5241
CI19	Rugosa	0.60%	857	1004
CI20	Rugosa	0.30%	5381	3326
CI21	Rugosa	0.60%	857	913
CI22	Rugosa	0.23%	9779	5800
CI25	Pulida	1.20%	183	178
CI26	Pulida	0.30%	5381	5178
CI29	Rugosa	0.33%	3414	3792
CI30	Rugosa	0.30%	5381	2726

Tabla 6.2: Resultados de los ensayos en ambiente PWR y 0.01%/s (Fase I y Fase II,  $F_{en}=4.57$ ).

La Figura 6.6 traza los resultados experimentales junto con las curvas  $N_{25}$  en aire (que sirve de referencia) y  $N_{25}$  en LWR calculadas mediante el NUREG/CR-6909.

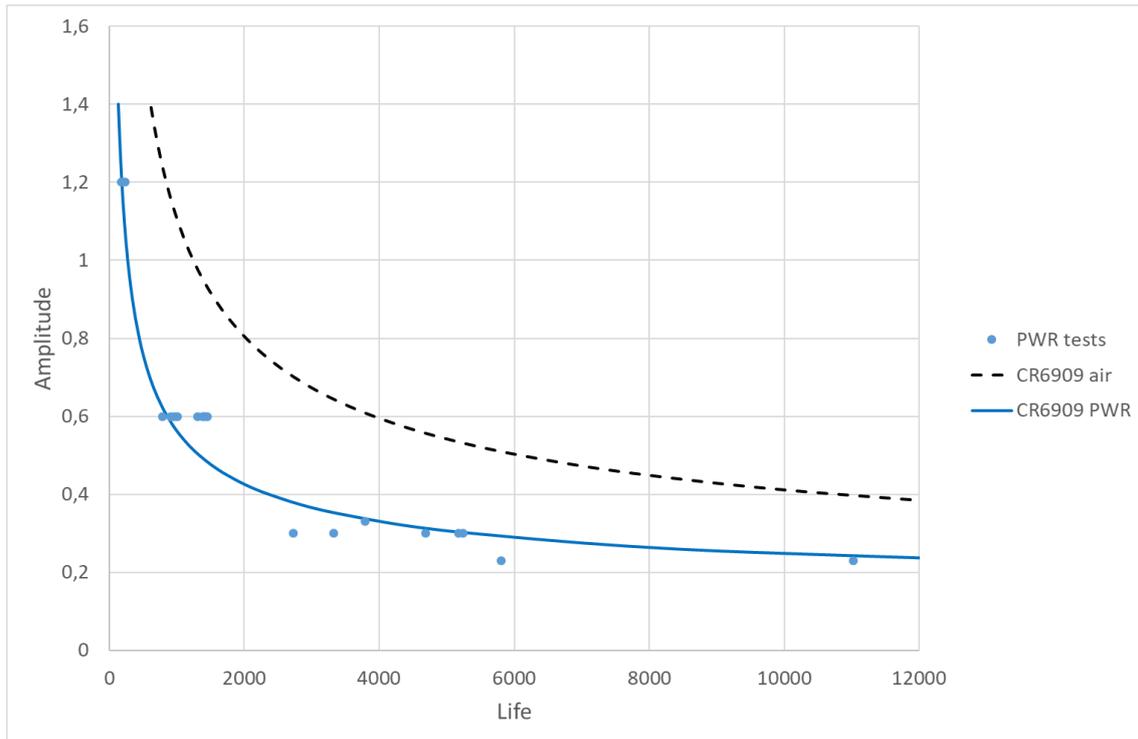


Figura 6.6: Gráfica de ensayos de fatiga ( $F_{en}=4.57$ ) y curvas del NUREG/CR-6909.

La Figura 6.7 muestra el conjunto de datos obtenidos en los ensayos del proyecto INCEFA+, incluyendo los ensayos realizados en el CIEMAT (Tabla 6.2). Aunque las condiciones de ensayo eran las mismas para todos los laboratorios y se consensuó un protocolo común, cada laboratorio tenía una geometría de probeta diferente. Los datos proporcionados por el CIEMAT están en consonancia con los facilitados por el resto de laboratorios, que muestran la dispersión propia de los ensayos de fatiga, no observándose ninguna variabilidad significativa entre laboratorios a lo largo del proyecto [186]. La Figura 6.7, muestra el conjunto de datos obtenidos en el programa de ensayos de INCEFA+, representando el rango de deformación frente a la vida a fatiga (en ciclos), tanto para ensayos realizados al aire como en ambiente LWR.

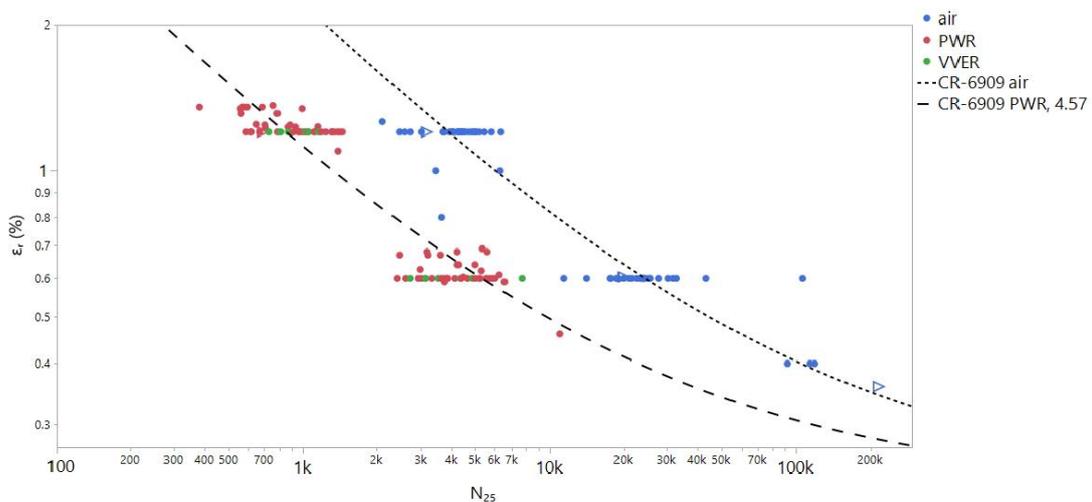


Figura 6.7: Datos del proyecto INCEFA+ para ensayos realizados al aire (azul) y en condiciones PWR ( $F_{en}=4.57$ ) (rojo), junto con las curvas del NUREG/CR-6909 al aire y PWR [187].

A partir de una visión global de los datos, se observa que los valores de vida a fatiga en ambiente PWR son ligeramente mayores a los estimados por el NUREG/CR-6909 para una deformación mayor ( $\epsilon_a=0.6\%$ ), mientras que para una deformación menor ( $\epsilon_a=0.3\%$ ), la vida a fatiga es menor que la predicha aplicando el factor  $F_{en}=4.57$ . Esta tendencia se observa tanto en los datos del CIEMAT, de manera aislada, como en los datos del conjunto del proyecto INCEFA+.

La Tabla 6.3 muestra los resultados de los ensayos realizados a mayor velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}=0.1\%/s$ ), que se corresponden con un menor factor ambiental ( $F_{en}=2.68$ ) según el NUREG/CR-6909.

Probeta	Superficie	$\epsilon_a$ (nominal)	NUREG/CR6909	$N_{25}$
CI23	Pulida	0.49%	2271	3329
CI24	Pulida	0.60%	1461	2527
CI27	Rugosa	0.30%	9176	10069
CI28	Rugosa	0.38%	4031	5654

Tabla 6.3: Resultados de los ensayos en ambiente PWR y 0.1%/s (Fase III,  $F_{en}=2.68$ ).

A continuación, se presentan los resultados experimentales para una velocidad de deformación de 0.1%/s junto a las curvas del NUREG/CR-6909 en la Figura 6.8.

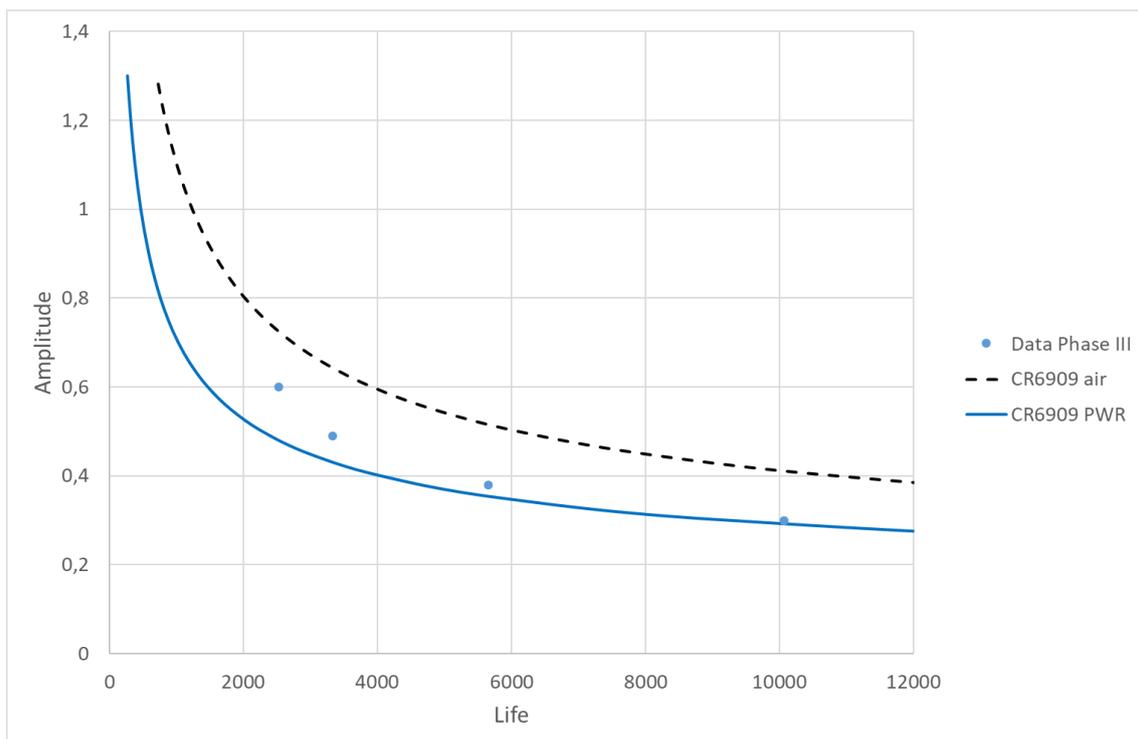


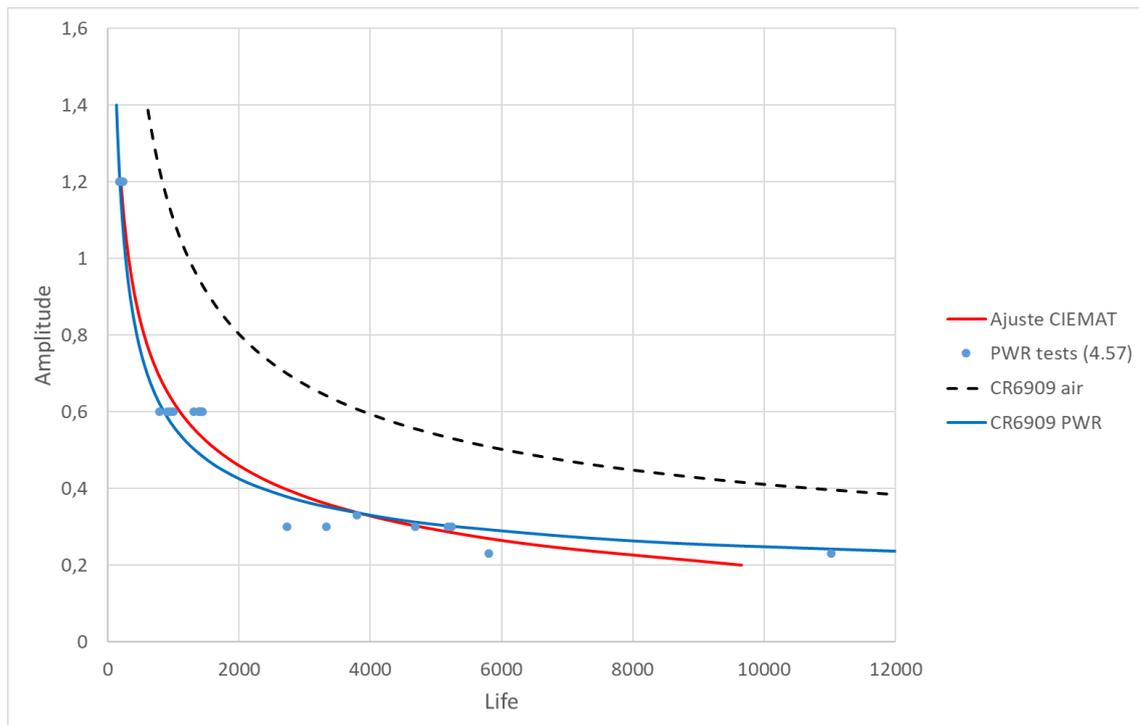
Figura 6.8: Gráfica de ensayos de fatiga ( $F_{en}=2.68$ ) y curvas del NUREG/CR-6909.

Aunque el número de datos en estas condiciones es muy reducido, de nuevo se observa la misma tendencia. Los ensayos con mayor deformación se ven menos penalizados por el ambiente, en comparación con la predicción del NUREG/CR-6909, que los de menor deformación, que se ajustan más a dicha predicción.

#### 6.4 Evaluación del modelo de vida a fatiga asistida por el ambiente

A partir de los resultados de los ensayos propios realizados en ambiente PWR se analiza el factor ambiental propuesto por el NUREG/CR-6909. De entre los factores evaluados en los ensayos (acabado superficial, deformación media y *hold time*), solo se observa efecto del acabado superficial, además del esperado efecto de la deformación nominal y del ambiente. El efecto de la deformación media y del *hold time* fue descartado a lo largo de la campaña de ensayos, ya que no se observó un efecto claro<sup>5</sup> de estos factores.

La siguiente figura muestra la curva que representa la vida a fatiga al aire definida en el NUREG/CR-6909 [188] (ec. 6.7, línea discontinua) y la curva que representa la vida a fatiga del acero inoxidable en condiciones PWR, obtenida a partir de aplicar el factor ambiental ( $F_{en}=4.57$ , condiciones de Tabla 6.1, línea continua azul).



**Figura 6.9: Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=4.57$ ), ajuste de datos experimentales y curvas del NUREG/CR6909.**

El ajuste experimental, línea roja en la Figura 6.9, se corresponde con todos los ensayos realizados en el CIEMAT, sin discriminar por tipo de superficie. La ec. 6.8 se corresponde con el ajuste realizado a partir de los datos experimentales obtenidos en el CIEMAT.

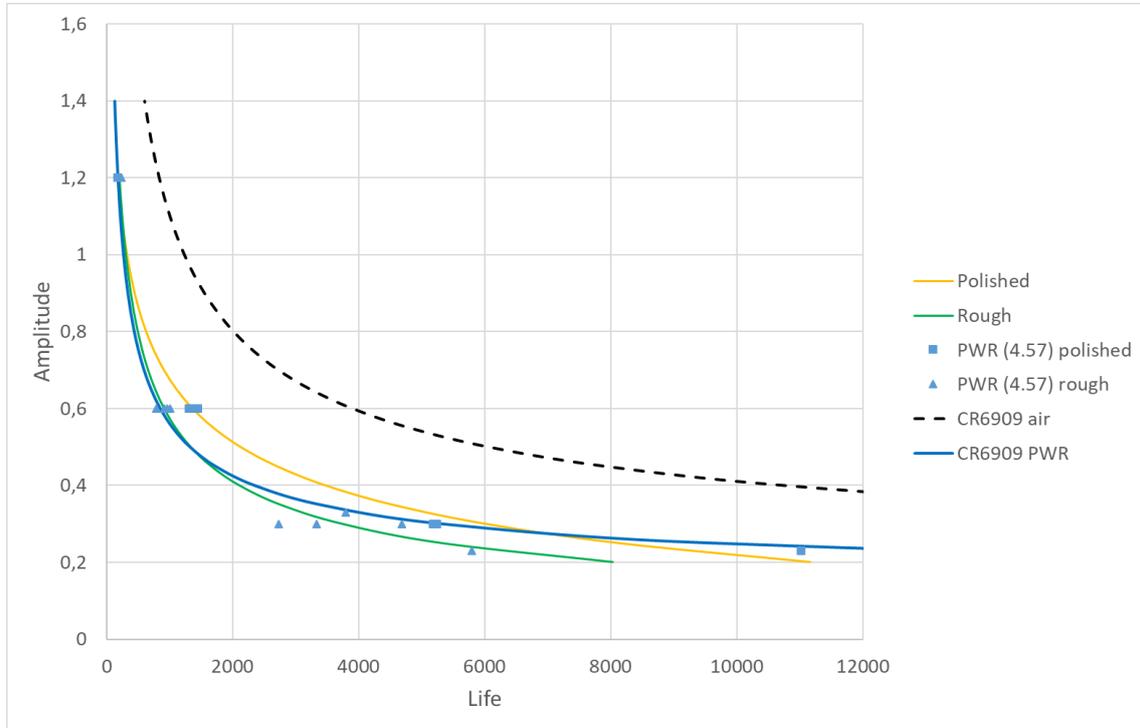
$$\ln(N_{25}^{PWR}) = 6.238 - 3.007 \ln(\varepsilon_a + 0.177) \quad \text{ec. 6.8}$$

Esta curva proporciona un factor de corrección ambiental promedio de 5.11. Si se desprecian los datos de menor deformación nominal (0.23%), con menor número de datos y mayor dispersión, el factor ambiental sería 4.11. Sería necesario realizar un mayor número de ensayos a baja deformación, para ambos acabados superficiales, ya que este comportamiento asintótico,

<sup>5</sup> La falta de influencia de la tensión media y del *hold time* fue observada por los laboratorios participantes en el proyecto INCEFA+ [229], por lo que fueron suprimidos en las distintas fases de ensayo. Adicionalmente, en el ámbito del proyecto, se realizaron algunos ensayos para evaluar concretamente dichos fenómenos [230], [235].

próximo al límite de fatiga, es difícil de determinar en ensayos por la propia variabilidad de los resultados.

Teniendo en cuenta el acabado superficial de la probeta, se pueden obtener dos curvas de ajuste diferentes. La superficie rugosa (línea verde) presenta una menor vida a fatiga que la superficie pulida (línea naranja).



**Figura 6.10: Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=4.57$ ), ajuste de datos experimentales según el acabado superficial y curvas del NUREG/CR6909 (aire y PWR).**

La ec. 6.9 se corresponde con el ajuste realizado a partir de las probetas pulidas, mientras que la ec. 6.10 se corresponde con el ajuste a partir de las probetas rugosas.

$$\ln(N_{25}^{PWR-p}) = 7.653 - 4.648 \ln(\epsilon_a + 0.498) \tag{ec. 6.9}$$

$$\ln(N_{25}^{PWR-r}) = 5.836 - 2.247 \ln(\epsilon_a + 0.045) \tag{ec. 6.10}$$

Para la superficie pulida, el factor ambiental promedio de la curva de mejor ajuste es 4.49. Para la superficie rugosa, el factor es 5.91. De nuevo, si descartamos los ensayos con menor deformación, obtenemos un factor ambiental para el rango de deformación 0.3%-1.2% de 3.64 para probetas pulidas y 4.68 para probeta rugosas, respectivamente.

La Tabla 6.4 resume los factores ambientales obtenidos experimentalmente, sin considerar los valores de deformación inferior, tomando como referencia el factor predicho por el NUREG/CR-6909:

	NUREG/CR-6909	Factor global		Factor probetas pulidas		Factor probetas rugosas	
$F_{en}$	4.57	4.11	-10%	3.64	-20%	4.68	+2%

**Tabla 6.4: Factores ambientales obtenidos experimentalmente.**

Los factores calculados experimentalmente están próximos al valor calculado a partir del NUREG/CR-6909. El valor de  $F_{en}$  global estimado es un 10% menor que el recogido en el NUREG/CR-6909, es decir, su aplicación extendería la vida a fatiga en ambiente PWR. Sin

embargo, existe una diferencia significativa entre los valores calculados diferenciando un acabado superficial de otro. La vida a fatiga en ambiente PWR de una probeta pulida es el 28% mayor que la de una probeta rugosa. Sería necesario realizar ensayos en probetas con una rugosidad intermedia, ya que el acabado pulido podría alargar en exceso el periodo de iniciación de grieta respecto a la situación real en un componente, que siempre presentara cierta rugosidad.

En el caso de los ensayos realizados a mayor velocidad de deformación, el factor ambiental correspondiente al NURGER/CR-6909 es 2.68. La Figura 6.11 representa el ajuste experimental de la curva de vida a fatiga en ambiente PWR.

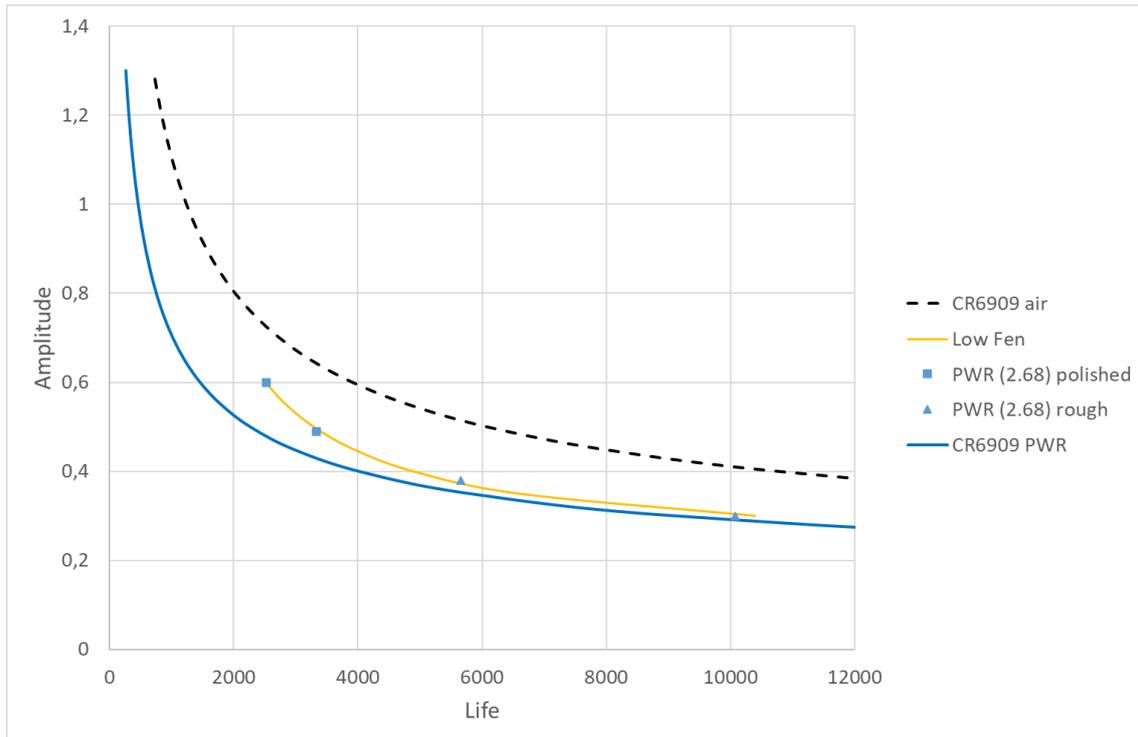


Figura 6.11 Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=2.68$ ), ajuste de datos experimentales y curvas del NUREG/CR6909.

La ec. 6.11 se corresponde con el ajuste realizado a partir de los datos experimentales obtenidos en el CIEMAT, para un  $F_{en}=2.68$ .

$$\ln(N_{25}^{PWR}) = 6.973 - 0.865 \ln(\varepsilon_a - 0.228) \quad \text{ec. 6.11}$$

El factor ambiental promedio del conjunto de datos es 1.98. Si discriminamos los datos según el acabado superficial de la probeta, las probetas con acabado pulido presentan un factor de 1.70, mientras que las de acabado rugoso presentan un factor de 2.26.

	NUREG/CR-6909	Factor global		Factor probetas pulidas		Factor probetas rugosas	
$F_{en}$	2.68	1.98	-26%	1.70	-36%	2.26	-16%

Tabla 6.5: Factores ambientales obtenidos experimentalmente (alta velocidad deformación).

## 6.5 Conclusiones

Los resultados de los ensayos de fatiga ambiental realizados en el CIEMAT en condiciones simuladas PWR han sido comparados con las predicciones del NUREG/CR6909 para las mismas

condiciones. Se puede afirmar que los resultados obtenidos experimentalmente se encuentran próximos a dichas predicciones, aunque se ha observado que varían en función de la amplitud de deformación. Los ensayos realizados a mayor deformación (0.6%) tienen una vida a fatiga mayor que la calculada mediante el NUREG/CR-6909, mientras que los de menor deformación (0.3%) tienen una vida a fatiga menor que la esperada. La aplicación de un único coeficiente corrector para el efecto del ambiente en todo el rango de deformación puede no ser suficientemente preciso, por lo que se proponen una serie de ecuaciones (ec. 6.8, ec. 6.9, ec. 6.10 y ec. 6.11), ajustadas experimentalmente, para describir el comportamiento de fatiga asistida por el ambiente.

De los datos analizados, además del efecto obvio que tiene aplicar mayor o menor deformación, se distingue un efecto del acabado superficial de las probetas. Como era de esperar, las probetas pulidas tienen una mayor vida a fatiga que las probetas rugosas debido a los defectos y tensiones introducidos durante el mecanizado superficial.

Se han calculado los factores ambientales para los datos experimentales obtenidos en el CIEMAT. Siguiendo la metodología del NUREG/CR-6909, se ha estimado un único valor para el conjunto de ensayos, que equivaldría al factor ambiental teórico. La Tabla 6.6 resume estos resultados:

	NUREG/CR-6909	Factor global CIEMAT	
$F_{en}$	4.57	4.11	-10%
	2.68	1.98	-26%

Tabla 6.6: Resumen de factores ambientales estimados experimentalmente.

## 7 Medición de la velocidad de crecimiento de grieta a fatiga

### 7.1 Introducción - *Introduction*

La técnica de caída de potencial (*direct current potential drop*, DCPD) se usa habitualmente como medida de extensometría en materiales conductores ensayados en medios y condiciones especialmente agresivos, donde otros métodos convencionales de laboratorio no pueden ser empleados. La técnica es, por tanto, bien conocida para la medida de crecimiento de grieta en el interior del autoclave y con normativa al respecto (ASTM E647 [113]). Esta técnica se ha empleado en la campaña experimental de ensayos de fatiga en condiciones simuladas de primario de reactor PWR para la detección de iniciación y el crecimiento de grieta.

La señal proporcionada mediante DCPD, con las correcciones necesarias para mejorar su sensibilidad, se ha empleado para alimentar un modelo de crecimiento que proporciona una medida de velocidad de progresión de grieta.

Las medidas obtenidas han sido contrastadas tanto con las expresiones proporcionadas por NUREG/CR-6909 para corrosión fatiga en PWR como con medidas fractográficas, mostrando una buena correlación entre ellas.

*The direct current potential drop (DCPD) technique is commonly used as an extensometry measure in conductive materials which are tested in especially aggressive environments, where other conventional laboratory methods cannot be used. Therefore, this method is well known to measure the crack growth inside the autoclave and with its own standard (ASTM E647). This technique has been used in our fatigue tests campaign under simulated PWR conditions for the detection of crack initiation and growth.*

*The signal provided by DCPD, with the necessary corrections to improve its sensitivity, has been used to feed a crack growth model that provides a measure of crack growth rate.*

*The obtained measurements have been contrasted with the NUREG/CR-6909 expressions for corrosion fatigue in PWR and with fractographic measurements, showing a good correlation between them.*

### 7.2 Análisis de la señal de caída de potencial

Un dato relevante para el mantenimiento predictivo de componentes fabricados con aceros austeníticos que han mostrado susceptibilidad al agrietamiento por corrosión bajo tensión en contacto con agua de primario es la velocidad de crecimiento de grieta [189]. La técnica de caída de potencial permite obtener una expresión que relacione ésta con el factor de intensidad de tensiones aplicado.

La técnica de caída de potencial permite evaluar la progresión de una grieta en una probeta de aleación metálica en el interior de un autoclave, en el que se aplican condiciones físico-químicas (presión, temperatura y química del agua) de servicio, junto con un patrón de ciclos de fatiga predefinido. La probeta comúnmente utilizada es tipo CT (*Compact Tensile*), en la cual la sección resistente de la probeta es rectangular, y en la que previamente se ha generado una grieta por fatiga al aire a partir de una entalla. Para esta geometría, de probeta el perfil del frente de grieta en su crecimiento es aproximadamente plano, lo que simplifica la estimación de su avance. En los ensayos a fatiga realizados en este proyecto se han empleado probetas cilíndricas que no están específicamente diseñadas para cuantificar la velocidad de propagación de la grieta.

El frente de grieta, desde su iniciación en la superficie de la probeta, progresa en una sección circular, por lo que el perfil de este frente de grieta condiciona la geometría y la sección resistente de la probeta durante el ensayo, afectando directamente a la señal proporcionada por esta técnica.

El principio físico en el que se fundamenta la técnica es la ley de Ohm, es decir, medir la resistencia del conductor metálico “a cuatro puntas”, para evitar el cómputo de la resistencia de los propios cables de medida. La medida se lleva a cabo forzando una corriente eléctrica controlada a través de la probeta a ensayar que, obviamente, ha de ser de una aleación conductora. La caída de potencial producida por el paso de la corriente es proporcional a la resistencia del conductor, la cual es a su vez función de la resistividad del material, su longitud y su sección según la expresión:

$$R = \frac{\rho L}{S} \quad \text{ec. 7.1}$$

donde  $\rho$  es la resistividad,  $L$  la longitud medida y  $S$  la sección del conductor. De esta forma:

$$\Delta V = IR = \frac{I\rho L}{S} \quad \text{ec. 7.2}$$

Conociendo la evolución de  $\Delta V$  durante el ensayo es posible conocer la evolución de la sección resistente de la probeta.

La longitud de la probeta no varía durante el ensayo, ya que éste se lleva a cabo en control por deformación, y la resistividad, que es función de la temperatura, es constante, al estar controlada en el interior del autoclave durante el ensayo.

Aunque los fundamentos físicos son sencillos, la solución experimental sin embargo es algo más elaborada, ya que hay que tener en cuenta:

- La estabilidad electrónica durante largos periodos de medida (pudiendo ser hasta miles de horas). Las aleaciones habitualmente estudiadas presentan altas resistencias a la progresión de grietas, lo que implica que los equipos de medida han de estar calibrados para los cambios en los componentes electrónicos motivados por la variación diaria y estacional de la temperatura ambiente.
- Necesidad de alta sensibilidad: una aleación metálica generalmente es un buen conductor eléctrico, por lo que la variación de grieta se traduce en cambios de la señal en el rango de microvoltios a nanovoltios.
- No interferir con el fenómeno estudiado:
  - o Al llevarse a cabo la medida en un ambiente acuoso a alta temperatura existen fenómenos de corrosión de naturaleza electroquímica que pueden verse alterados al introducir una técnica eléctrica invasiva en un medio electroquímico.
  - o La inyección de una intensidad de corriente constante en la probeta o probetas puede producir calentamientos locales tanto en los hilos de medida como en las soldaduras, lo que puede influir en la calidad de la medida.

Existen al menos dos soluciones aplicadas en equipos comerciales para optimizar los distintos aspectos comentados: los equipos que proporcionan una corriente continua pulsada y los equipos basados en corriente alterna, en ambas soluciones se reduce la cantidad de corriente neta que pasa por el sistema, por lo que se evitan calentamientos locales. Pulsando la corriente en un caso o empleando una corriente alterna también se evita producir polarizaciones.

En el modelo propuesto se estima un perfil de grieta, a partir del cual la superficie del ligamento resistente de la probeta se correlaciona con la señal corregida de caída de potencial. Mediante la combinación de estas señales se llega a una estimación de la profundidad de grieta en función del número de ciclo. Empleando las expresiones propuestas para probetas cilíndricas en manuales europeos como SINTAP [190] y FITNET-FFS (Anexo A) [191], y otras referencias [192]–[197], se ha estimado también el factor de intensidad de tensiones a partir de la longitud de grieta.

La comparación de las velocidades generadas mediante el modelo con la medida de las estriaciones sobre la superficie de fractura presenta una buena correlación.

### 7.2.1 Medición del crecimiento de grieta

Se registra la señal DCPD empleando una frecuencia que permita obtener la evolución del ciclado como se aprecia en la Figura 7.1, donde se indica en la escala de la izquierda la banda de oscilación de la señal correspondiente al ciclo mecánico en la zona de trabajo, así como la variación de la señal de referencia, escala derecha, debido a causas internas/externas al ensayo (fluctuación de la corriente de excitación, variación de la temperatura ambiente, variaciones de resistividad del material con el tiempo, etc.). La compensación de este tipo de variaciones ajenas al comportamiento de la grieta es necesario tenerlas en cuenta para mejorar la precisión de la medida, máxime cuando la detección del inicio de grieta se lleva a cabo mediante el cambio de pendiente de la curva de la señal compensada a lo largo del ensayo, como se comentará a continuación.

Tras llevar a cabo la corrección de la señal de la probeta sometida a fatiga con la señal de referencia, se emplea la expresión [198], [199]:

$$\Delta DCPD = \frac{1}{2} \left\{ \ln \left( \frac{V_{test}}{V_{test0}} \right) - \ln \left( \frac{V_{ref}}{V_{ref0}} \right) \right\} \quad \text{ec. 7.3}$$

donde  $V_{test}$  es la diferencia proporcional instantánea de la zona de trabajo de la probeta,  $V_{ref}$  la correspondiente a la pieza de referencia,  $V_{test0}$  la medida al inicio del ensayo de la zona de trabajo y  $V_{ref0}$  la medida al inicio del ensayo de la pieza de referencia.

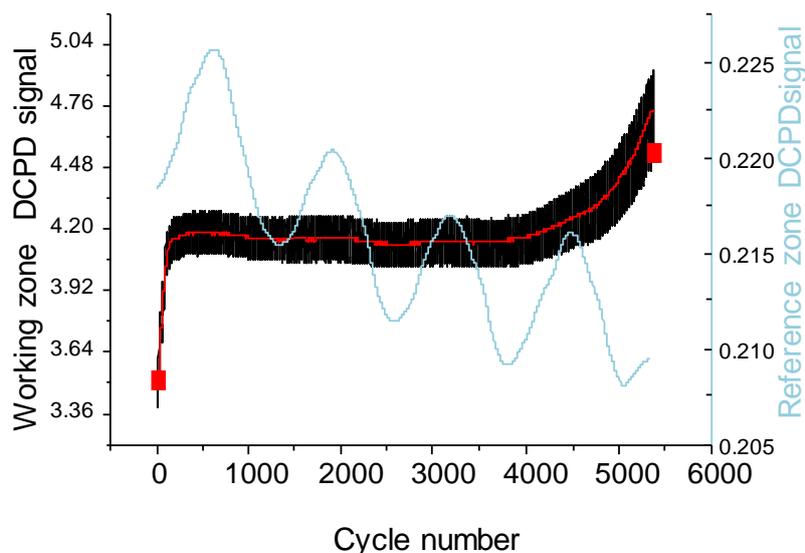
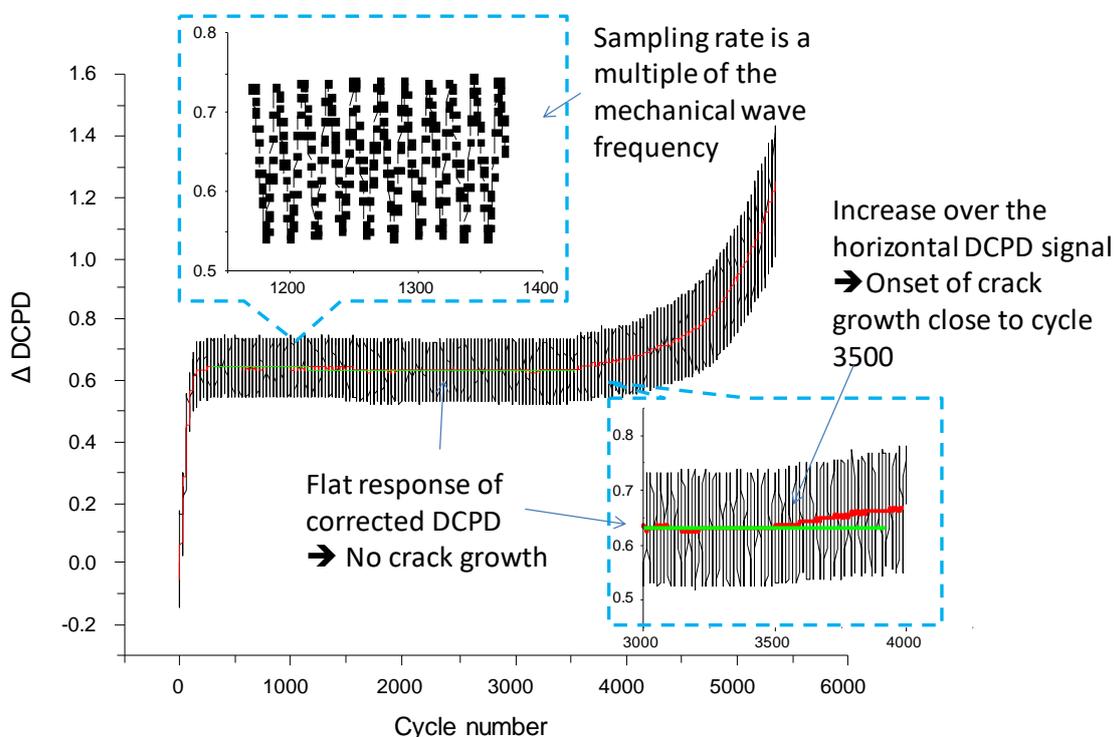


Figura 7.1: Señal de caída de potencial DCPD de la probeta (negro) y de la probeta de referencia (azul).

Combinando las señales obtenidas mediante la expresión anterior, se obtiene la curva corregida de la Figura 7.2. La línea roja es el promedio de la señal corregida y la indicación de la parte inferior derecha es el criterio seguido para situar en la escala temporal el instante de inicio del crecimiento estable de la grieta, relacionado con el aumento de pendiente de la curva promedio.



**Figura 7.2:** Señal DCPD corregida, donde se aplica la señal producida por el ciclo mecánico, así como el criterio para determinar el instante de crecimiento de grieta constante.

Aunque esta aplicación de la técnica DCPD para detectar el instante en que la grieta comienza a desarrollarse ya es de utilidad, no permite estimar su velocidad de crecimiento. En el caso más habitual, para monitorizar el crecimiento de grieta en probetas CT, el análisis es más sencillo, ya que en ese caso la grieta tiene un perfil plano y la sección resistente de la probeta es rectangular. Para el caso de una probeta cilíndrica una vez aparece la nucleación superficial de grieta, depende en gran medida del perfil con el que ésta avanza hacia el interior de la probeta.

Una calibración experimental requeriría ensayar hasta diferentes longitudes de grieta un conjunto de probetas monitorizadas, que serían evaluadas mediante análisis destructivos tras su ensayo. Con este conjunto de puntos sería posible delimitar una curva que correlacionara la longitud efectiva de grieta con la señal corregida de caída de potencial.

### 7.2.2 Modelo de avance de grieta

La alternativa a esta calibración experimental es establecer un modelo de avance de grieta perpendicular al eje principal de aplicación de carga, para una probeta de sección circular y buscar la correlación con la señal obtenida. De este modo es posible establecer la extensión de la grieta en cada momento del ensayo en función de la señal medida. El modelo desarrollado asume un frente de grieta de perfil circular, como se indica en la Figura 7.3, estimando el perfil como la intersección de dos círculos. Esta intersección finalizaría cuando la reducción de la sección resistente se correspondiera con una caída de carga del 25% [200].

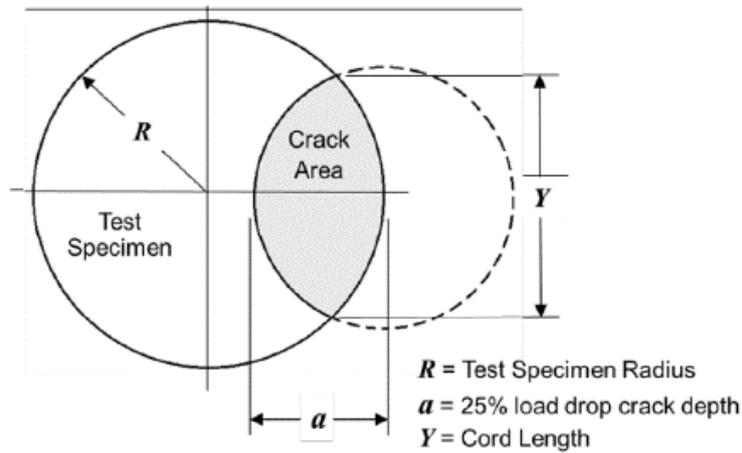


Figura 7.3: Modelo de superposición de círculos [200].

En una primera aproximación la grieta se postula como la intersección de la sección de la probeta (circular de radio 2 mm) con una superficie también circular imaginaria, como se esquematiza en la Figura 7.4. Las variables a tener en cuenta en este caso son la longitud de grieta ( $a$ ) y la superficie resistente remanente (zona coloreada de amarillo).

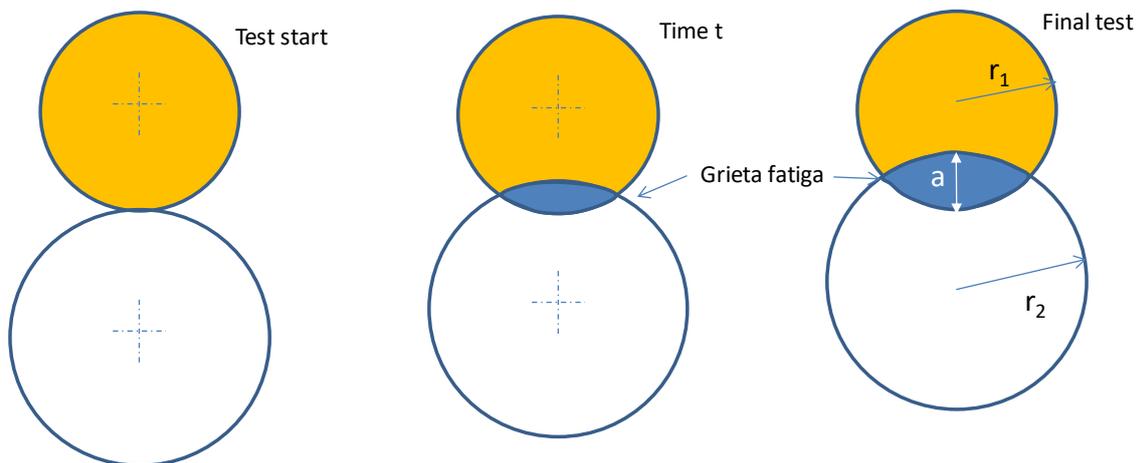
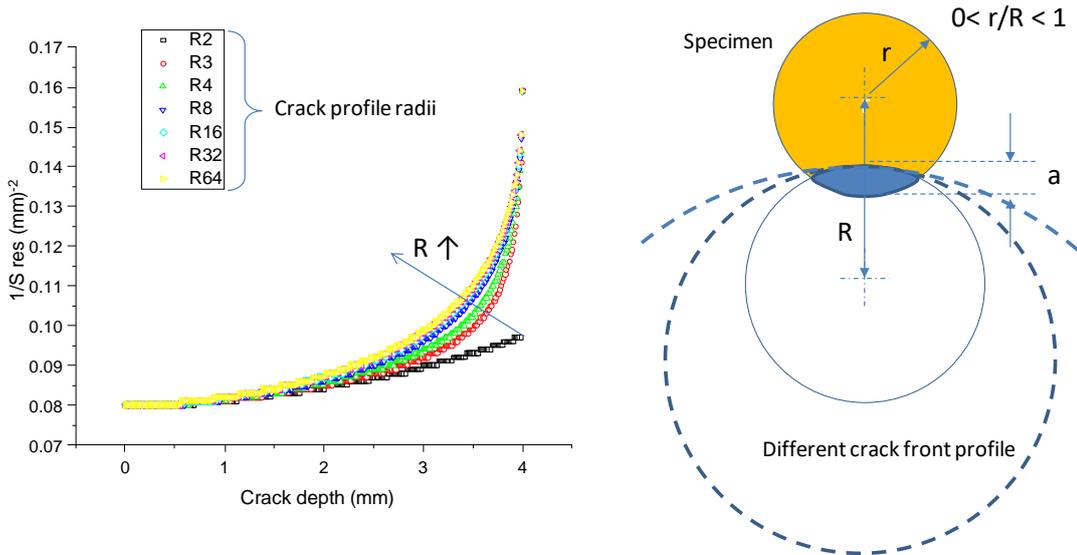


Figura 7.4: Esquema de crecimiento de grieta principal y reducción de la sección resistente en un ensayo de fatiga.

De la expresión del valor de la resistencia eléctrica de un conductor metálico se deduce que si la resistividad de la aleación ( $\rho$ ) y la longitud entre puntos de medida ( $L$ ) no varían durante el ensayo la resistencia es proporcional a  $1/S$  (ec. 7.1), es decir, inversa de la superficie resistente.

La forma del perfil de grieta es un parámetro importante en el modelo. La Figura 7.5 representa de forma gráfica la dependencia de la inversa de la superficie resistente de la probeta en función de una grieta de longitud ( $a$ ), definida según la figura anterior. La gráfica izquierda de la Figura 7.5 muestra como varía el hábito de la curva en función del radio  $R$  de la circunferencia virtual considerada.

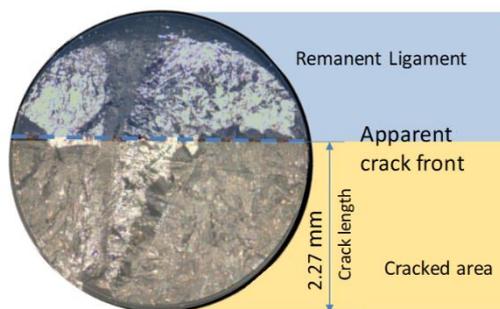
En esta hipótesis, una vez elegido un radio  $R$ , el perfil es constante y avanza de un lado a otro de la probeta hasta "seccionarla" (caída de carga prefijada). La relación  $r/R$  puede adoptar valores en el rango de 0 para  $R=\infty$ . Es decir, un frente de grieta recto, a  $r/R=1$ , cuando  $r=R$ .



**Figura 7.5: Esquema y representación gráfica del modelo de crecimiento de grieta con perfil semicircular y radio constante R.**

Finalmente, para ajustar el modelo es necesario saber la longitud final alcanzada por la grieta en ambiente PWR, para lo que es necesario separar completamente la probeta, finalizando su crecimiento por fatiga en aire hasta su separación completa. Esta separación se realiza con un ensayo de fatiga en control de fuerza ( $R > 1$ ) al aire a temperatura ambiente.

En la Figura 7.6 se muestra una imagen de lupa binocular de la superficie de fractura, la extensión alcanzada por la grieta durante el ensayo se aprecia por la coloración oscura de la superficie, debido a la oxidación a alta temperatura en el agua simulada de primario. Para este caso particular, el avance de grieta es próximo al radio de la probeta y el frente aproximadamente recto, lo que, para el modelo en cuestión, supondría que el radio de la circunferencia virtual habría de ser infinito o la relación  $r/R = 0$  en la anterior Figura 7.5.



**Figura 7.6: Superficie de fractura en lupa binocular.**

En este modelo el radio de la circunferencia virtual es constante, de lo que depende la relación entre la profundidad de grieta y el inverso de la sección remanente (ver Figura 7.5). Este perfil circular del frente de grieta se ha observado para aleaciones austeníticas en distintas condiciones, como entalla [201] o tensión axial [202], y aplicado a tornillos [203]. No obstante, la solución más común proveniente de la mecánica de fractura es la grieta de perfil semi-elíptico [204], [205], con el semieje menor coincidiendo con la definición de profundidad de grieta ( $a$ ).

A raíz de la literatura revisada [192], [193], [195], [197], [204]–[208] y la mayoría de las superficies de fractura analizadas (Sección 8.2), se optó por modificar el modelo y a asunción

inicial del perfil de grieta circular y constante de radio R, pasando a un modelo de perfil de grieta también circular, pero con la particularidad de que las dos intersecciones con los límites de la probeta sean en ángulo recto [201]–[203], como el de la Figura 7.7.

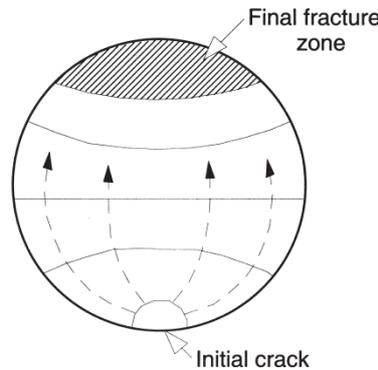


Figura 7.7: Evolución del perfil de la grieta en probetas cilíndricas en el modelo desarrollado [201].

Esto origina que el radio R de la circunferencia virtual, que define el frente de grieta varíe constantemente durante el ensayo, pasando por  $R=\infty$  cuando la longitud de la grieta (a) alcanza el radio de la probeta r, curvándose en dirección contraria una vez la profundidad de la grieta supera el radio. Se ha observado experimentalmente en la fractografía (Sección 8.2, Figura 8.7), siendo este perfil el más frecuente en las probetas ensayadas.

### 7.2.3 Relación de la señal DCPD con la respuesta mecánica de la probeta

En la Figura 7.8 se muestra la evolución de los máximos de carga por ciclo en un ensayo. En primer lugar, se produce una etapa de endurecimiento (zona sombreada en azul), tras la cual la carga cae primero rápidamente y luego más lentamente, consumiendo la mayoría de los ciclos de vida del ensayo, hasta que se produce una rápida caída que se toma como el final del ensayo ( $N_{25}$ ).

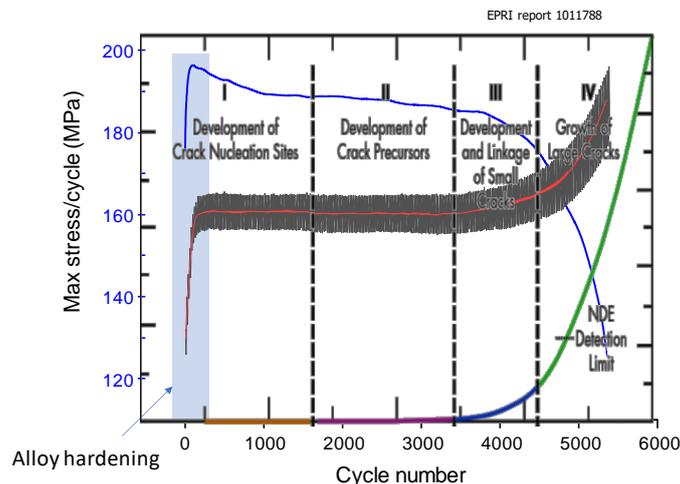


Figura 7.8 Gráfica de la señal de caída de potencial ciclo a ciclo, su promedio, junto con la evolución de los máximos de tensión por ciclo sobre el esquema de etapas de desarrollo de grietas asistidas por el ambiente, propuesto por R. Staehle [106], [209].

Este comportamiento de la tensión máxima a tracción de cada ciclo se correlaciona con la curva promedio de caída de potencial (línea roja en la Figura 7.8). La fase de endurecimiento, se traduce en la señal de caída de potencial en un incremento hasta un nivel de saturación (zona azul) debido al cambio en la resistividad del material por la acumulación de deformación plástica

en la microestructura. Una vez alcanzado este nivel de saturación, la señal permanece estable durante la mayor parte del ensayo, hasta que se produce un incremento exponencial debido, primero, a la coalescencia de grietas cortas y, posteriormente, al crecimiento de la grieta principal. Durante la etapa estable de la señal de caída de potencial, mecánicamente se produce primero una caída relativamente rápida de la carga y toda la etapa de caída lenta (reblandecimiento). El inicio de la caída rápida de la tensión mecánica se corresponde con el inicio del incremento acelerado de la señal eléctrica.

A título ilustrativo se ha incluido en esta misma figura el esquema propuesto por Staehle [106], [209] sobre las fases en la iniciación de grieta por corrosión bajo tensión, por su similitud con el agrietamiento producido por fatiga en agua simulada de primario. Según el esquema, la primera etapa de formación de los primeros núcleos de agrietamiento engloba el endurecimiento inicial por acumulación de daño plástico y el reblandecimiento posterior, sobre el cual no existe un consenso sobre su causa, pudiendo estar debido incluso a recuperación dinámica local por un mecanismo que puede operar a baja temperatura en aleaciones de bajo SFE (*stacking-fault energy* [210], [211]). Este mecanismo se ha dado en llamar recristalización dinámica rotacional, para diferenciarlo de la recristalización clásica debido a la difusión. Este fenómeno puede producir tamaños de granos y subgranos en el orden de las pocas micras [212].

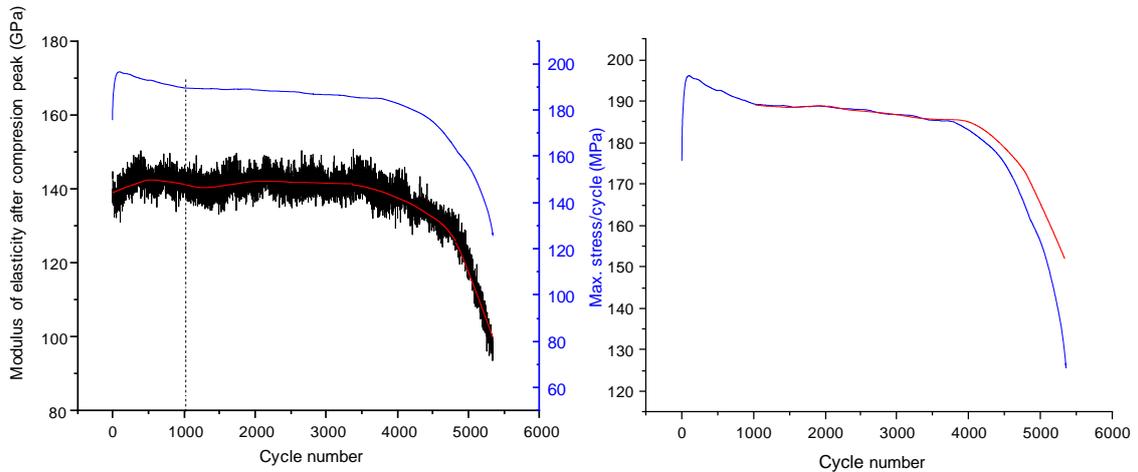
No obstante, la explicación más plausible es que durante todo el periodo de reblandecimiento, es decir, de caída de tensión máxima por ciclo en la probeta, correspondiente a las fases I y II del anterior esquema, compiten al menos dos fenómenos: un endurecimiento continuado por acumulación de deformación plástica y la formación de embriones o precursores de grieta, que al reducir la sección efectiva producen una caída de carga. La competición entre ambos fenómenos se decanta en la fase III por la coalescencia de estas proto-grietas en una grieta principal que avanza de forma rápida hasta fracturar la probeta ( $N_{25}$ ).

Desde un punto de vista experimental, podríamos decir que la detección del inicio de crecimiento de grieta que permite la técnica DCPD tiene lugar a partir de la etapa de coalescencia de grietas pequeñas, por lo que, en principio, esta técnica no sería sensible a la formación de los núcleos de grietas, ni a sus precursores.

Para estimar la velocidad, asumimos que el inicio de la curva de crecimiento se da en el cambio de pendiente de la curva de evolución de los máximos de tensión por ciclo, que coincide con el punto de inflexión de la curva promedio de evolución del módulo de elasticidad. Este punto se considerará como el inicio de crecimiento para el ajuste de la curva experimental de caída de potencial a partir del modelo de crecimiento propuesto. Dado que el módulo de elasticidad está directamente afectado por la presencia de una grieta y de su longitud, relacionando longitud de grieta con módulo de elasticidad, la derivada segunda de la curva promedio del módulo de elasticidad (línea roja en la gráfica izquierda de la Figura 7.9) se relacionaría con aceleraciones o paradas de esta grieta a lo largo del ensayo. En la Figura 7.9 se indica este punto sobre la gráfica de evolución de los máximos y del módulo de elasticidad, en este caso próximo al ciclo 1000 de los 5467 a los que se produjo el final del ensayo.

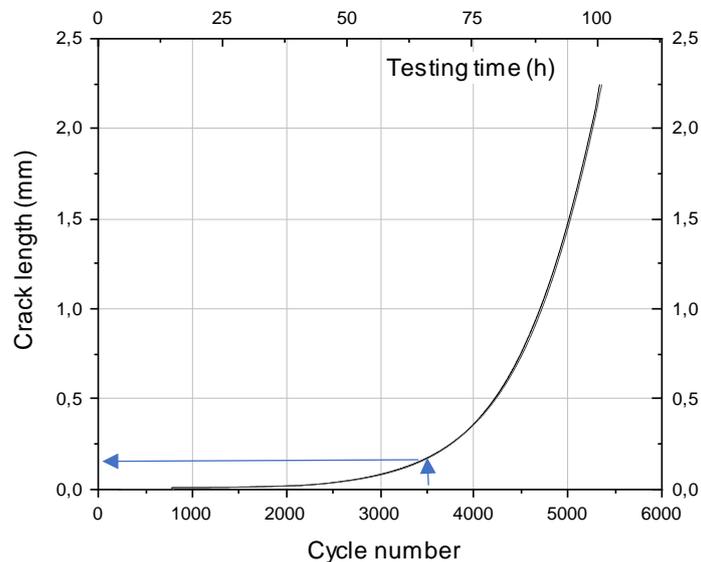
A medida que la grieta crece se reduce la sección resistente, por lo que la tensión soportada por la probeta se incrementa, la gráfica de la parte derecha de esta Figura 7.9 ilustra este punto, donde, a partir del ciclo 3500 se produce la separación neta entre las dos curvas. Es decir, a partir del ciclo 3500 se produce un incremento en la señal de caída de potencial, se acelera la caída del módulo de elasticidad y, aunque más difícilmente observable, una aceleración en la

caída de la tensión máxima por ciclo. A partir de este ciclo comienza el crecimiento neto de la grieta de fatiga.



**Figura 7.9: Evolución del módulo de elasticidad y tensión máxima por ciclo (izquierda) y recalculada para considerar la reducción de sección por el avance de grieta.**

La combinación de la señal de DCPD con el modelo permite obtener una estimación de la longitud de grieta en función del número de ciclo o en función del tiempo transcurrido desde el inicio del ensayo, tal y como se muestra en la Figura 7.10. Como se ha indicado en esta figura, el inicio del crecimiento rápido se daría a partir de un tamaño de grieta inicial de 150 a 200  $\mu\text{m}$ , lo que proporciona un dato para el tamaño de la grieta mínima a partir del cual se da el crecimiento de grieta sostenido.



**Figura 7.10: Estimación de la longitud de grieta en función del número de ciclos según la señal de DCPD y el modelo aplicado.**

Las primeras etapas se han atribuido al aumento de resistividad debido al cambio inducido en la microestructura del material ( $\rho_{\text{micro}}$ ), donde aún no se han generado los núcleos de las futuras grietas (zona sombreada en azul de la Figura 7.8). La señal DCPD es sensible a este endurecimiento, y se aplica a partir de que se considera superada esta fase de endurecimiento (ver Figura 7.8).

Esto es consistente con la estimación de iniciación y avance de grieta propuesta en NUREG/CR-6909 [65], representada en la Figura 7.11. Según este esquema, en las primeras etapas de la vida de la probeta se da un crecimiento rápido, que posteriormente se ralentiza, consumiendo gran parte de la vida de la probeta hasta la fase de crecimiento rápido final. También según la gráfica de la parte derecha de esta figura existe un tamaño de grieta crítica controlada principalmente por la microestructura (*Microstructurally small cracks*, MSC), que vendría definido por el tamaño de grano de la aleación, y que en la práctica abarcaría una distancia aproximada de dos límites de grano [188]. A partir de esta zona el crecimiento vendría dado por la evolución mecánica de estas grietas pequeñas, ligeramente superiores a dos tamaños de grano. Según la predicción del gráfico de fracción de vida (Figura 7.11(a)) su crecimiento iría desde aproximadamente el 20% al 50% de la fracción de vida de la probeta, aunque evidentemente depende entre otros factores de la carga (deformación) aplicada. El hábito de esta curva (Figura 7.11(a)) se corresponde perfectamente con la señal de DCPD.

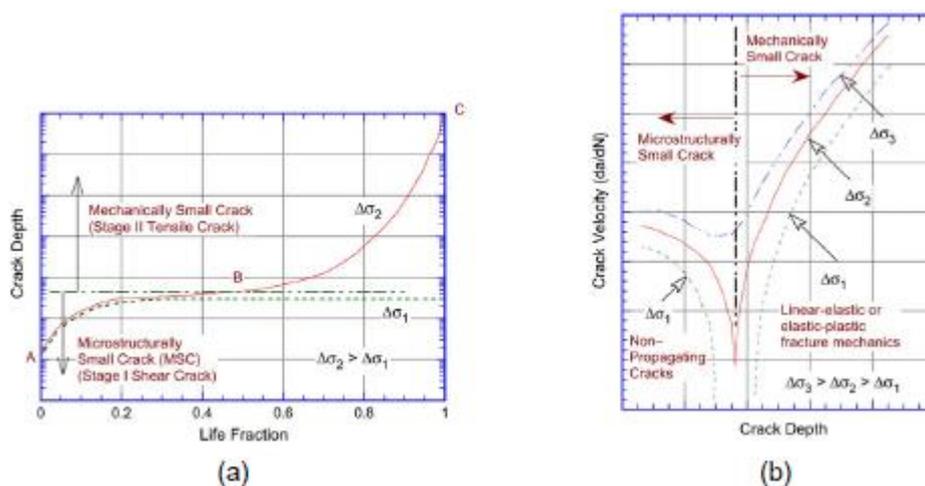


Figura 7.11: Esquema de la evolución de crecimiento de grieta de fatiga: a) grietas cortas en función de la fracción de vida; b) velocidad de crecimiento en función de la profundidad de grieta [65].

#### 7.2.4 Estimación del factor de intensidad de tensiones

Dado que disponemos de la estimación de la longitud de grieta en cada momento del ensayo, la carga aplicada y el perfil del frente de grieta, estimar el factor de intensidad de tensiones es el paso inmediato. Existen múltiples manuales [190], [192], [212] en los que se proporcionan expresiones para estimar el factor de intensidad de tensiones a partir de expresiones semejantes a:

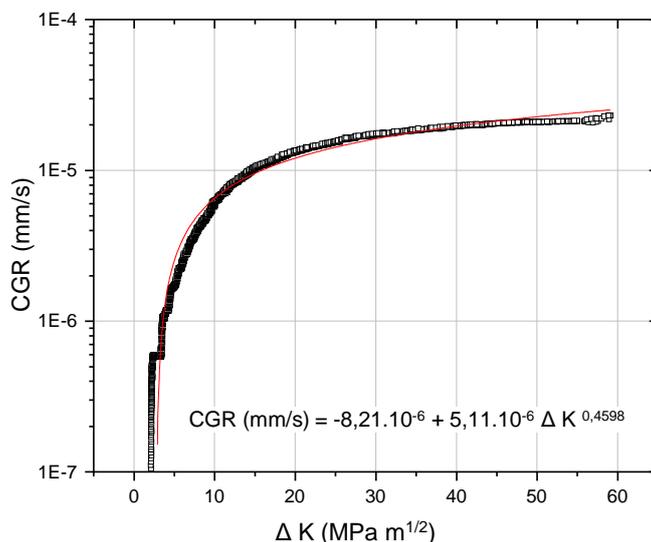
$$K = \sigma_t F \sqrt{\pi a} \quad \text{ec. 7.4}$$

donde K es el factor de intensidad de tensiones,  $\sigma_t$  es la carga aplicada en un tiempo (t), a es la longitud de grieta o semieje menor de la semi-elipse y F es un factor de forma tabulado para grietas de perfil semi-elíptico en diferentes geometrías de probetas y diferentes esquemas de carga (tracción, doblado, torsión, etc. y combinaciones entre ellas). Para el caso que nos aplica, hemos seleccionado la formulación para barras cilíndricas, tracción y perfil circular del frente de grieta, es decir, relación  $a/c=1$ , (siendo a y c ejes menor y mayor de la elipse respectivamente) [213].

La expresión del factor de intensidad de tensiones depende del factor de forma de la grieta, siendo distinto en la proximidad del exterior de la probeta y en el centro de la grieta, por lo que para el cómputo de un único factor se ha tomado un valor promedio. La representación de la velocidad de crecimiento de grieta estimada en función del incremento del factor de intensidad

de tensiones por ciclo se indica en la Figura 7.12. La representación se ha ajustado a una expresión del tipo Paris-Erdogan (ec. 7.5) [76], donde la dependencia del avance de grieta con el número de ciclo de la expresión clásica se ha sustituido por una dependencia con el tiempo de ensayo, simplemente dividiendo por la duración de cada ciclo en segundos. El exponente resultante es próximo a 0.5.

$$\frac{da}{dN} = A + C(\Delta K)^n \quad \text{ec. 7.5}$$



**Figura 7.12:** Representación de la velocidad de crecimiento de grieta obtenida mediante el modelo en función del incremento del factor de intensidad de tensiones en cada ciclo.

En esta probeta se da la circunstancia de que la superficie de fractura presenta un notable relieve, lo que indica que la grieta final se ha formado por coalescencia y crecimiento de al menos dos grietas iniciadas en distintos planos (alturas en la longitud calibrada). Aunque el frente de grieta final tiene un perfil aproximadamente plano, existen diferentes alturas a los lados de la grieta. Esta elevada irregularidad superficial puede correlacionarse con el efecto combinado de la deformación local, la plasticidad modificada por la difusión de hidrógeno y la formación de martensita por deformación [214].

### 7.2.5 Determinación fractográfica de la velocidad de propagación de grieta

Para confirmar el perfil de velocidades obtenidas se ha llevado a cabo el examen fractográfico de la superficie, donde se han medido el espaciado de las estriaciones producidas por el ciclado de fatiga en distintas localizaciones de la superficie de fractura. Desde la zona donde presuntamente se ha iniciado el agrietamiento hasta las últimas etapas, donde se aprecia un incremento en el espaciado. Mediante una aplicación desarrollada en NI-LabVIEW se analiza la zona en cuestión y se mide sobre el área seleccionada el número de estriaciones localizadas y la distancia promedio de espaciado. Teniendo en cuenta que cada ciclo produce una nueva estriación y sabiendo los segundos en los que se realiza un ciclo se obtiene una velocidad de crecimiento local (promedio de la zona).

En la Figura 7.13 se ilustran algunas de las imágenes de SEM de la superficie de fractura en donde se ha obtenido una velocidad promedio en las zonas señaladas, la velocidad de la zona se incrementa a medida que la grieta progresa desde la zona de iniciación hasta el frente final. En estas zonas no es sencillo estimar el factor de intensidad de tensiones, ya que las estriaciones que denotan la posición del frente de grieta no son evidentes en toda la superficie, alternándose

con zonas con morfología de clivaje e incluso algunas zonas muy aisladas con aspecto intergranular (ver Figura 7.14). La oxidación de la superficie de fractura al quedar expuesta al medio dificulta aún más la detección de las estriaciones del frente de grieta.

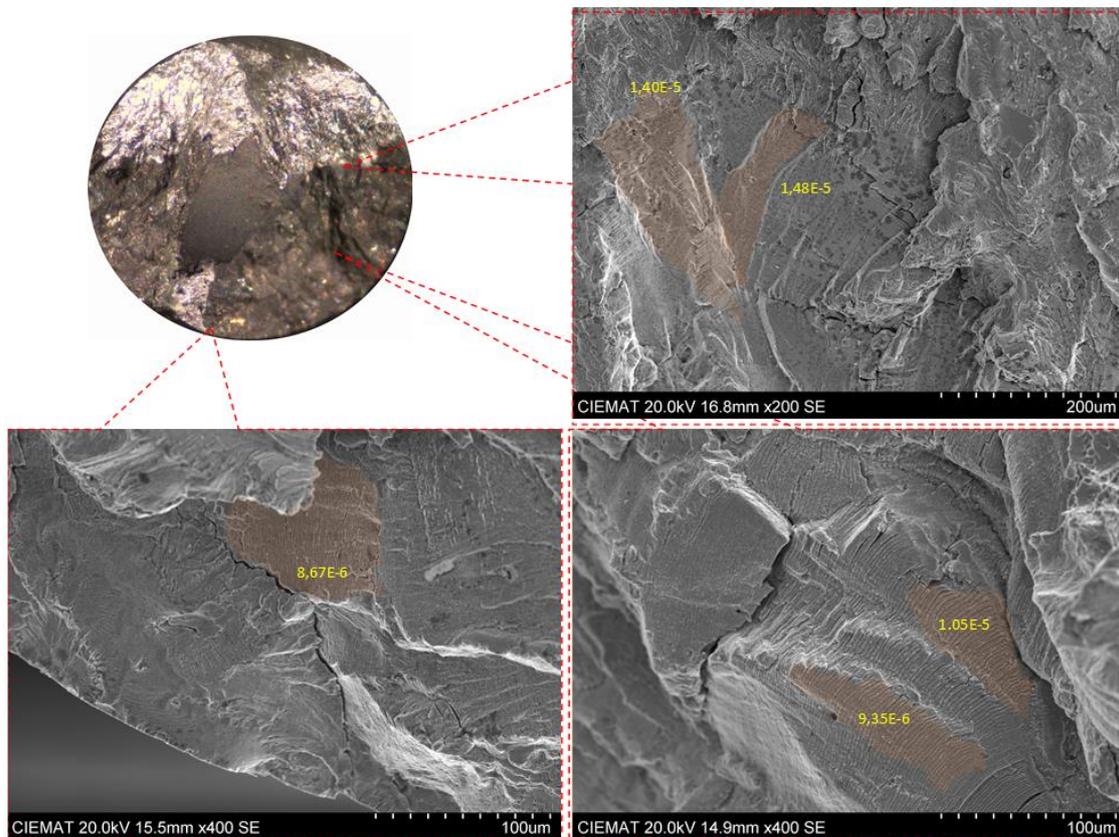


Figura 7.13: Imagen SEM de superficie de fractura y media del espaciado entre estriaciones (CGR (mm/s)).

En la Figura 7.13 también se perfila el área de iniciación, parte izquierda de la línea roja discontinua hasta la superficie. Aunque no fácilmente identificable, esta zona marcaría el final de la zona de grietas cortas debidas a la microestructura (MSC en la Figura 7.11), de la zona de coalescencia y crecimiento de las grietas mecánicas preformadas. Recurriendo a la distribución de tamaños de grano, la distancia de dos tamaños de grano en la orientación de crecimiento de la grieta (T-L), supondría unas 220  $\mu\text{m}$ , lo que concuerda de forma aceptable con lo propuesto en el modelo y en NUREG/CR-6909.

En la Figura 7.14 se aprecia como en las zonas adyacentes al inicio se dan morfologías de microclivaje, lo que está relacionado con la influencia del hidrógeno y bajos valores de  $\Delta K$ , donde el deslizamiento es mayoritariamente planar. En zonas más alejadas coexisten estas zonas con caras facetadas de clivaje y con otras donde son marcadamente visibles las estriaciones. Esta coexistencia de comportamientos, que se dan para valores de  $\Delta K$  intermedios ( $>10 \text{ Mpa}\sqrt{\text{m}}$ ). Heterogeneidades en el flujo plástico entre tracción y compresión producen zonas débiles en el deslizamiento planar por delante del frente de grieta. Sin embargo una deformación intensa completamente reversible en las inmediaciones del frente de grieta produce las estriaciones [215].

Algunos autores reportan el efecto de las inclusiones de sulfuro de manganeso en la deceleración de la velocidad de crecimiento de grieta en inoxidables ensayados en agua a alta temperatura, justificando la misma por el enromamiento que se produce en el borde de la

entalla debido a la corrosión acelerada inducida por la elevada concentración local de azufre que se produce al disolverse estas inclusiones cuando el agua simulada de primario accede hasta ellas [128], [216]. En nuestro caso la concentración de azufre (0.004%) es cercana a la considerada como baja (0.002%), por lo que no se ha considerado que haya producido el efecto de reducir la velocidad de propagación postulado.

Las velocidades locales estimadas a partir de la fractografía se encuentra entre  $9.5 \cdot 10^{-6}$  mm/s y  $1.5 \cdot 10^{-5}$  mm/s, lo que se corresponde aproximadamente en la gráfica de la Figura 7.12 con un intervalo de factor de intensidad de tensiones  $10 < K < 40$  MPa $\sqrt{m}$ , que es un valor bastante razonable atendiendo a las zonas donde se ha producido y a los valores reportados en la literatura [217], [218].

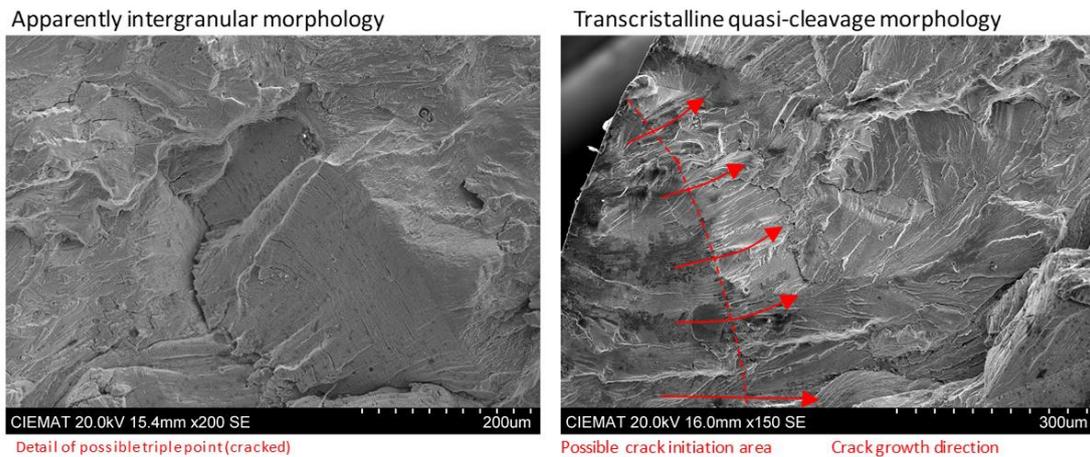


Figura 7.14: Detalle de zonas con morfología aparentemente intergranular y de cuasi-clivaje transcristalino.

En una zona plana de la superficie de fractura, probablemente perteneciente a un límite de grano, se aprecia a mayor detalle la marca de las estriaciones, regularmente espaciadas. La distancia entre estas estriaciones corresponde con una velocidad promedio de progresión del frente de grieta de  $1 \cdot 10^{-5}$  mm/s. En esta micrografía también son apreciables las marcas de arrastre que producen los precipitados que interceptan el camino del frente de grieta. Al ser extraídos de su alojamiento son mecánicamente atrapados por las dos superficies de la grieta que se están formando, produciendo estas marcas en las sucesivas tracciones y compresiones, finalmente se eliminan ya sea por disolución o por fragmentación mecánica.

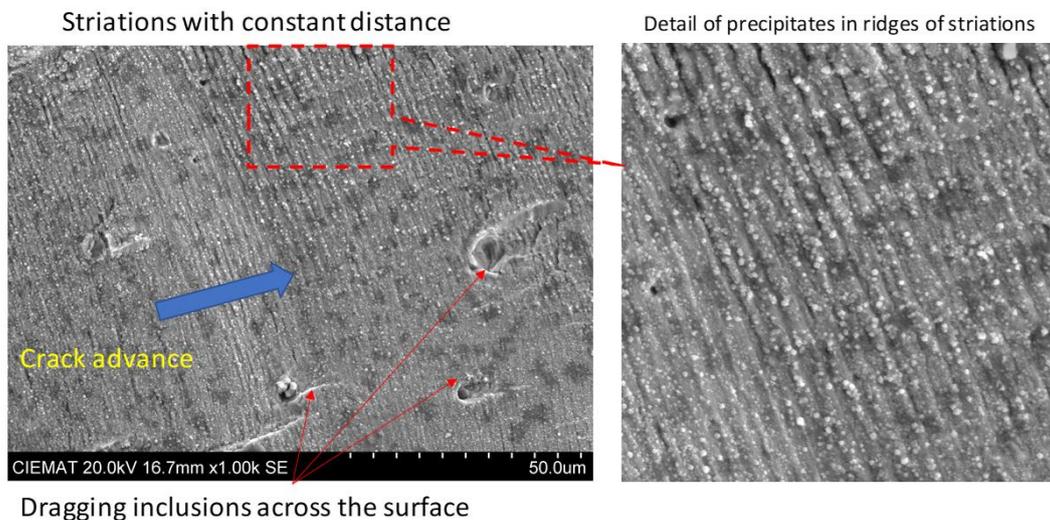


Figura 7.15: Detalle de estriaciones y marca de arrastre de precipitados en la superficie de fractura.

Hay que señalar también la tendencia a la alineación con las crestas de las estriaciones de pequeños precipitados blancos que, atendiendo a la estructura de la capa de oxidación en agua simulada de primario, consistirá en una capa poco adherente de espinelas de hierro que crece encima de una capa más interna también de espinelas de hierro-níquel-cromo, con mayor contenido de este último, estas adherentes y que confieren cierta protección a la aleación [219] (ver Sección 8.4).

Fractográficamente se han observado morfologías mayoritariamente de clivaje transgranular en las zonas adyacentes a la zona de inicio de la grieta, en principio compatibles con el efecto local de la difusión del hidrógeno en el material. Así como la alternancia de esta apariencia de clivaje con zonas plásticas donde se aprecian perfectamente las estriaciones. Asimismo, también se han observado morfologías intergranulares en la superficie de fractura, aunque siempre de forma aislada.

### 7.3 Cálculo de la velocidad de crecimiento de grieta

La Tabla 7.1 muestra los resultados de velocidad de crecimiento de grieta calculadas a partir de la señal DCPD. Como se ha explicado anteriormente, se ha podido validar el modelo analizando el espaciado de las estriaciones a partir de las imágenes SEM de la superficie de fractura, no obstante, esta comprobación no ha sido posible con algunas de las probetas.

Probeta	Amplitud de deformación (%)	Load drop (%)	Grieta (mm)	$\Delta K$ medio (MPa $\sqrt{m}$ )	DCPD (mm/s)	Fractograf. (mm/s)
CI6	0.60	100	3.321	40.0	3.79E-05	3.51E-05
CI11	0.60	31	1.907	40.0	1.81E-05	1.79E-05
CI12	0.23	36	2.422	33.0	1.59E-05	-
CI15	0.60	35	3.734	49.0	5.34E-05	-
CI16	0.60	50	2.760	43.5	2.10E-05	-
CI18	0.30	32	2.175	29.8	1.67E-05	1.29E-05
CI19	0.60	39	2.366	45.0	3.94E-05	1.74E-05
CI20	0.30	35	2.033	40.0	2.35E-05	2.12E-05
CI22	0.23	51	2.727	38.0	2.63E-05	2.25E-05

Tabla 7.1: Velocidades de crecimiento de grieta calculadas mediante la señal DCPD.

Las medidas de velocidad de crecimiento de grieta, obtenidas mediante la señal DCPD, se han comparado en la Figura 7.16 con la longitud final de la grieta. Las probetas ensayadas a menor deformación (color naranja), entre 0.23% y 0.30%, presentan una menor velocidad de crecimiento de grieta, así como, el crecimiento es más rápido en las probetas ensayadas a mayor deformación (0.60%, color azul).

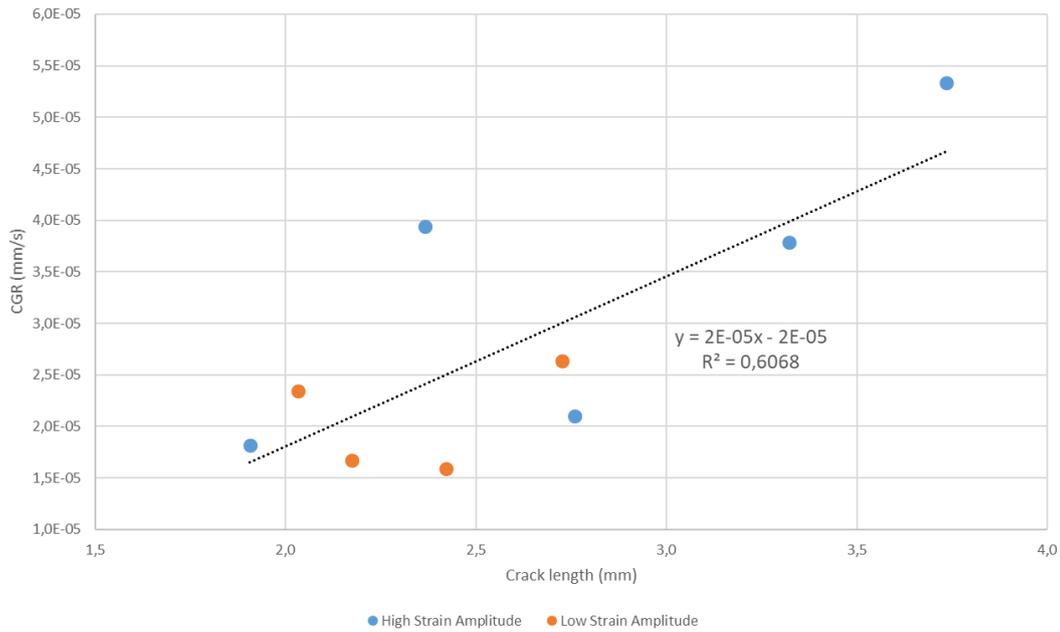


Figura 7.16: Velocidad de crecimiento de grieta (CGR) en función de la longitud de grieta final.

Si consideramos el acabado superficial, las probetas rugosas presentan mayor velocidad de crecimiento que las probetas pulidas. La Figura 7.17 muestra esta comparativa.

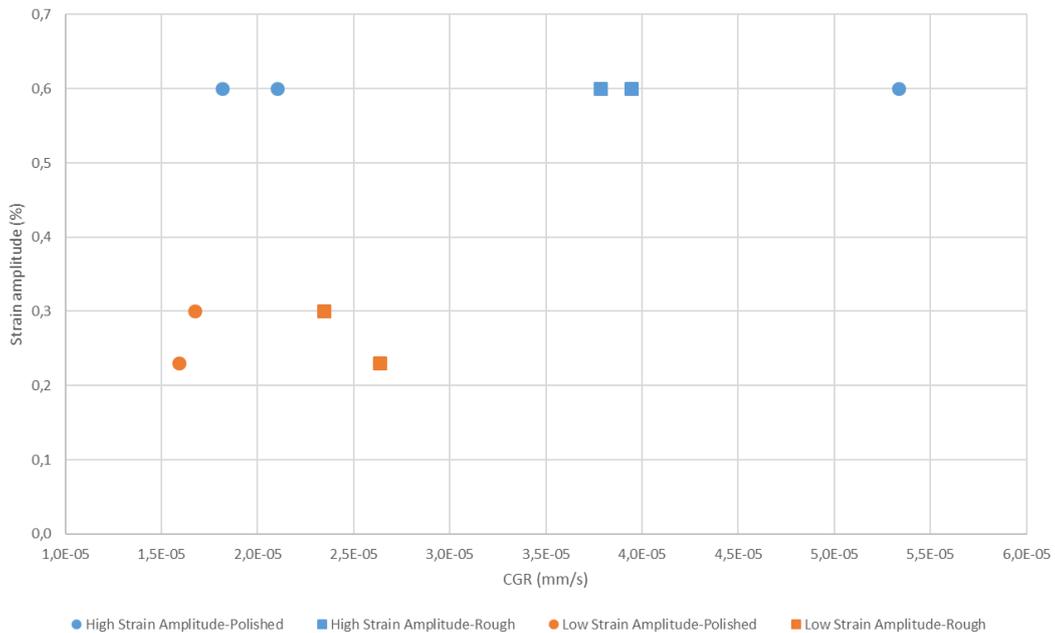
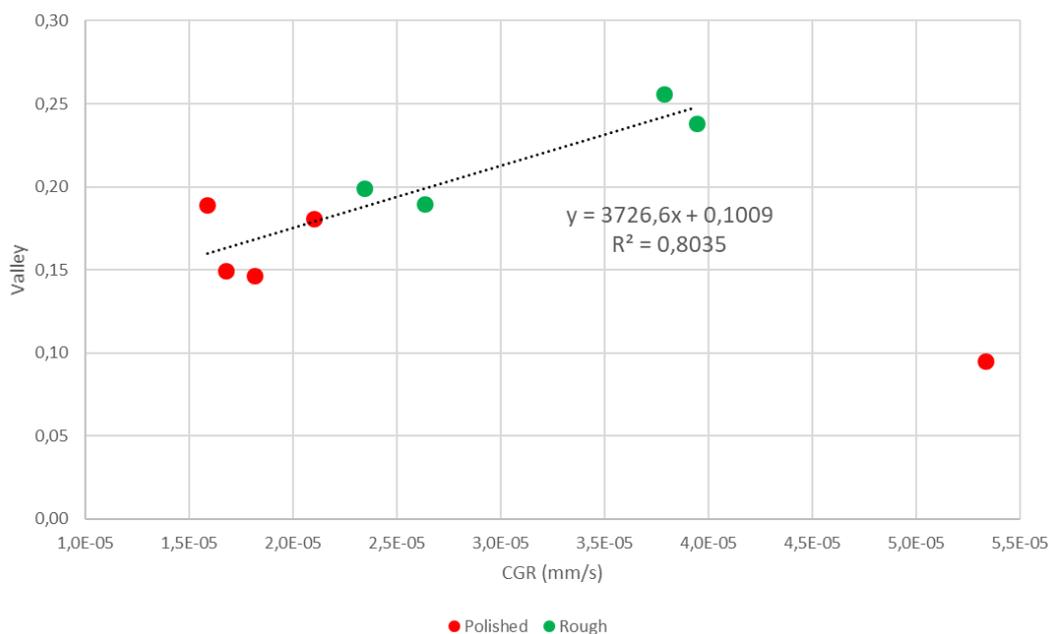


Figura 7.17: Velocidades de crecimiento de grieta frente a la amplitud de deformación y en función de la rugosidad superficial.

Finalmente, se comprueba la relación entre el factor de agudeza de los valles, calculado mediante los parámetros de Abbott-Firestone, y la velocidad de crecimiento de grieta. Esta relación presenta un buen ajuste (se ha excluido del mismo la probeta C115, que presenta un valor discrepante), siendo las probetas con un mayor nivel de agudeza de los valles las que presentan mayor CGR.



**Figura 7.18: Velocidad de crecimiento de grieta (CGR) frente a factor de agudeza superficial de los valles.**

### 7.3.1 Validación de los resultados del modelo de crecimiento de grieta por fatiga

Como se ha mencionado en la introducción se han comparado los datos obtenidos por caída de potencial, con los medidos por fractografía y con modelos de crecimiento de grieta por fatiga en condiciones de primario. Dado que en este proyecto el CIEMAT no ha realizado ensayos de fatiga en aire se ha utilizado la expresión propuesta por ASME Section XI [220] como referencia en aire para la comparación de resultados.

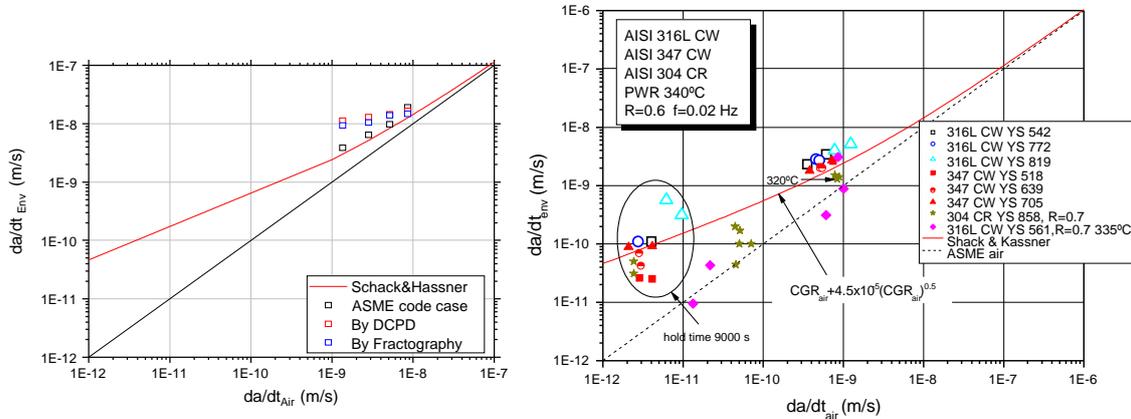
Los modelos de crecimiento de grieta por fatiga comparados son el propuesto por ASME Code Case N-809 [221], aplicable a aceros inoxidable en condiciones de PWR. También con fines de comparación se ha incluido en la gráfica la expresión recogida en NUREG/CR-6176, que muestra el efecto del agua pura a 288 °C y con una concentración de oxígeno disuelto de 0.2 ppm [222].

La representación se ha llevado a cabo adoptando un  $R=K_{\min}/K_{\max}=1$  en las expresiones de ASME para la estimación de la velocidad de crecimiento de grieta, tanto en aire como en agua a alta temperatura (gráfica izquierda de la Figura 7.19). Los valores de fractografía se han obtenido a partir de la posición relativa de las zonas de estricción en el frente de grieta avanzando sobre la superficie de fractura. De esta forma se estima un valor del factor de intensidad de tensiones que alimenta a las formulaciones teóricas de ASME.

De esta gráfica se pueden obtener varias indicaciones:

- Existe una buena correlación entre los valores medidos en por fractografía y los estimados por la técnica de caída de potencial DCPD más el modelo utilizado para estimar la progresión de grieta.
- Los valores se encuentran por encima de la curva definida por Shack y Kassner [222], lo que se corresponde con la literatura, ya que en los medios con baja oxigenación (PWR) se produce un incremento mayor que en medios con mayor contenido en oxígeno (BWR) [215].
- Los datos se pueden encontrar ligeramente desplazados en el eje X, ya que la estimación proviene de usar valores del factor de intensidad de tensiones estimado, tanto en  $\Delta K$  como en  $R (K_{\min}/K_{\max})$  a partir de un modelo.

Aunque existe una buena correlación entre los datos medidos por fractografía y los estimados por DCPD, existe una notable dispersión para valores bajos de  $\Delta K$ , lo que parece indicar que el perfil de la grieta es sumamente importante en las primeras etapas. La suposición de un perfil circular que evoluciona por la superficie de fractura parece que necesita ser refinado, sobre todo en las etapas iniciales.



**Figura 7.19: Representación CGR(air) y CGR(water) de los resultados obtenidos por fractografía y caída de potencial comparados con las expresiones de ASME.**

No obstante, en una comparación más general (gráfica derecha de la Figura 7.19), donde se recopilan datos generados por el CIEMAT [223] para otras aleaciones, tratamientos termomecánicos y condiciones de ensayo obtenidos usando probetas tipo CT, los datos de velocidad de crecimiento de grieta obtenidos a partir de probetas de fatiga (sólidas y sin pre-grieta) están dentro de un rango comparable.

Hay que tener en cuenta que para la velocidad de deformación empleada 0.01%/s para la deformación nominal ensayada (0.3%) la frecuencia del ciclo de fatiga es de solamente 0.015 Hz, esta frecuencia es relativamente alta, con un tiempo de subida de carga de 60 segundos en cada ciclo, que aproxima las velocidades de propagación de grieta a las obtenidas en aire. Es decir, la componente mecánica en la velocidad es mayor que la debida al medio, la cual se hace más evidente para velocidades de deformación menores, donde el ambiente tiene más tiempo para actuar sobre el frente de grieta. Según los resultados mostrados en la última figura, el factor de aceleración del medio respecto al aire varía de aproximadamente 2 para  $\Delta K \approx 40$  MPaVm a un factor de 10 para valores de  $\Delta K < 10$  MPaVm. Son las frecuencias bajas, junto con velocidades de deformación lentas las que pueden llevar a producir un factor de aceleración de hasta x80 (gráfica derecha de la Figura 7.19). Aunque en algunos casos no existe tal dependencia del medio, como se puede apreciar también en la misma figura.

La gráfica en la Figura 7.20 recoge los datos de velocidad de crecimiento de grieta por corrosión-fatiga en PWR de diversos autores, que provienen de distintos materiales (aceros inoxidables 316CW, 347CW, 304CR, colado, soldadura, etc.) y a distintas temperaturas de ensayo (entre 250 °C y 340 °C). Salvo los datos referidos como “DCPD” y “Fract”, que se corresponden con los mostrados en la Tabla 7.1 (estimados por DCPD y fractografía respectivamente), el resto de datos han sido obtenidos con probetas CT. A pesar de la simplicidad del modelo empleado y de la dificultad en la localización en la superficie de fractura de las zonas estriadas existe una buena concordancia.

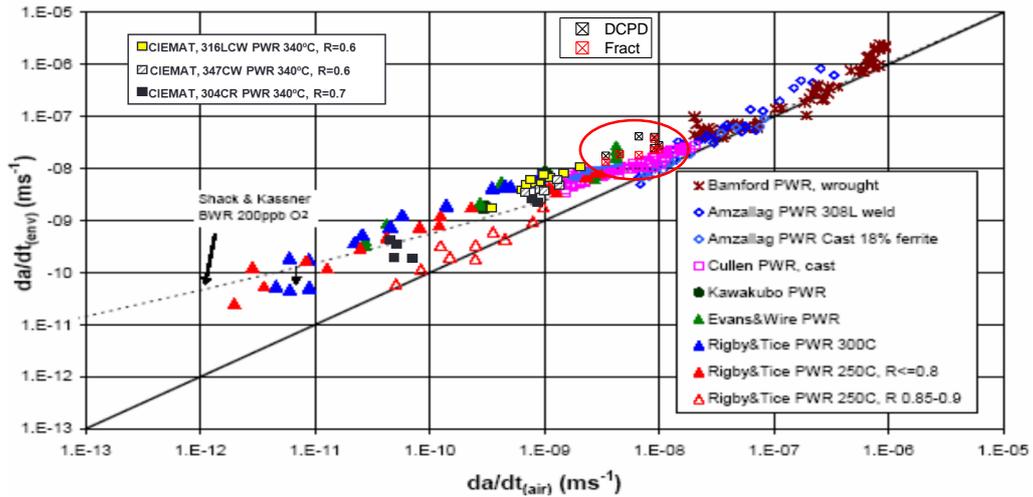


Figura 7.20: Datos de velocidad de crecimiento de grieta por fatiga en PWR, de distintos autores [223], [224].

Los resultados obtenidos a partir de la señal procesada de DCPD, junto con la medición de velocidad de crecimiento de grieta en superficie de fractura son comparadas con las predicciones recogidas en el NUREG/CR-6909. Los datos [65], [222] recogidos en la Figura 7.21, a partir de probetas cilíndricas, muestran como las estimaciones de crecimiento de grieta están en concordancia con los resultados recogidos en la bibliografía, especialmente para el ambiente LWR.

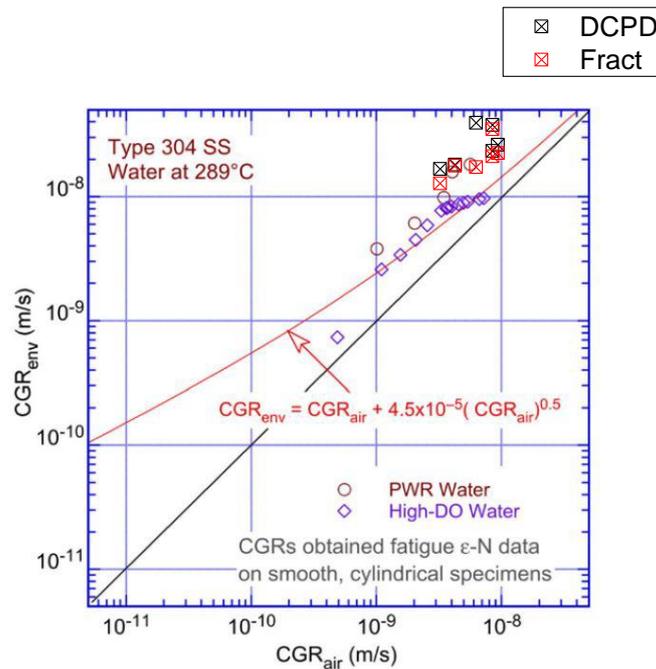


Figura 7.21: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD + fractografía) en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 (probetas cilíndricas pulidas) [65].

Está buena relación también lo es cuando la velocidad de crecimiento de grieta es calculada con probetas CT, como muestra la Figura 7.22:

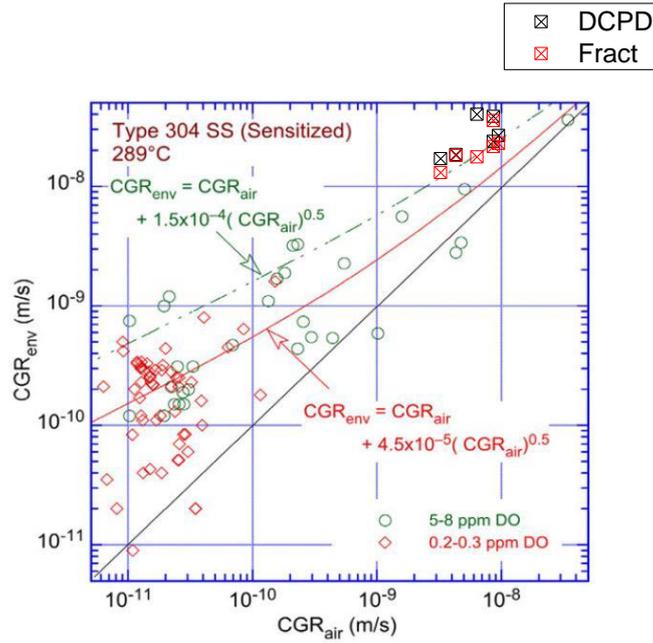


Figura 7.22: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD + fractografía) en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 (probetas CT) [65].

Si incluimos los resultados en que el cálculo de crecimiento de grieta se ha realizado solo con la medida DCPD (sin comprobación con superficie de fractura), estos siguen estando en el rango de los anteriores, como muestra la Figura 7.23:

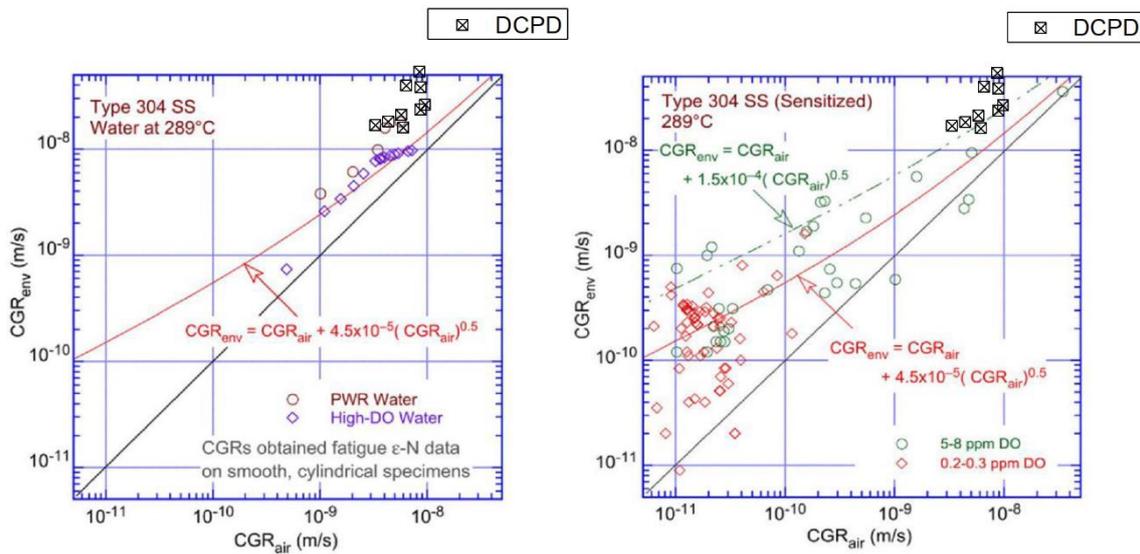


Figura 7.23: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909: probetas cilíndricas (izquierda) y probetas CT (derecha) [65].

Para las probetas ensayadas a mayor velocidad de deformación ( $F_{en}=2.68$ ), se cumple igualmente la relación esperada entre CGR en aire y en PWR. Hay que señalar que, al ser mayor la frecuencia del ciclo, el tiempo efectivo de interacción del ambiente con el frente de grieta es menor, por lo que la componente puramente mecánica tiene mayor efecto que el medio en la respuesta a fatiga de la aleación. Estos valores están muy próximos a los obtenidos en probetas ensayada en aire en condiciones similares.

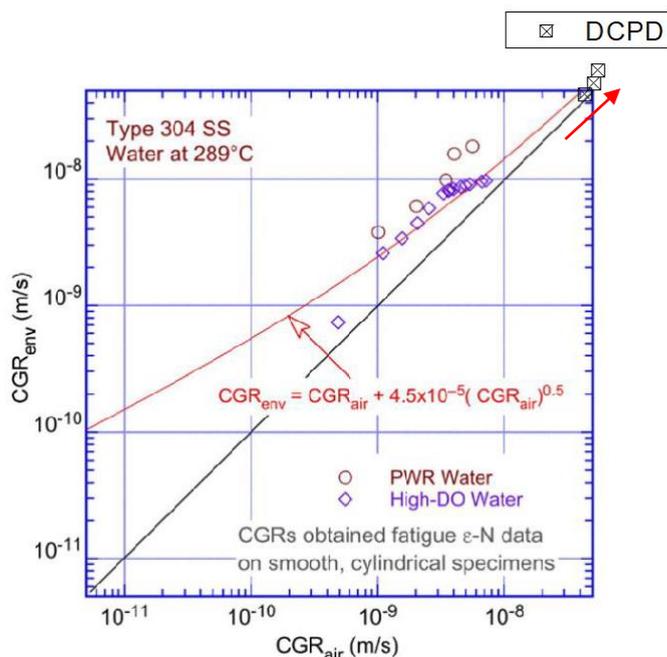


Figura 7.24: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD) en probetas ensayadas a alta velocidad de deformación comparadas con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 [65].

Probeta	Amplitud de deformación (%)	Load drop (%)	Grieta (mm)	$\Delta K$ medio (MPa $\sqrt{m}$ )	DCPD (mm/s)
CI23	0.49	28	2.122	40.0	4.68E-05
CI24	0.60	61	2.818	43.0	7.28E-05
CI27	0.30	29	1.814	34.0	5.73E-05
CI28	0.38	64	2.944	40.0	3.02E-04

Tabla 7.2: Velocidades de crecimiento de grieta ( $F_{en}=2.68$ ) calculadas mediante la señal DCPD.

#### 7.4 Conclusiones

Se ha desarrollado un procedimiento para la obtención de datos de velocidad de crecimiento de grieta a partir de probetas de fatiga cilíndricas lisas, habitualmente empleadas para ensayos de vida a fatiga. La geometría de estas probetas no dispone ni de una entalla ni de una pre-grieta inicial. La estimación de factor de intensidad de tensiones está, por tanto, afectada de una importante incertidumbre, especialmente en la etapa de iniciación.

A partir de la señal de caída de potencial corregida y la aplicación de un modelo de crecimiento de grieta se ha elaborado el procedimiento de obtención de velocidades, que ha sido correlacionado con la medida de las estriaciones generadas en la superficie de fractura por el proceso de fatiga, en las localizaciones en donde esto ha sido posible, debido a la morfología de la superficie de fractura. Teniendo en cuenta que la estimación a partir de la caída de potencial y el modelo es un promedio y las estriaciones es un valor muy local, la correlación obtenida entre ambas es muy aceptable.

Con el perfil, la profundidad de grieta y la carga aplicada en cada ciclo se ha calculado el factor de intensidad de tensiones, aplicando un factor de forma correspondiente a la geometría de probeta empleada, tabulado en uno de los diversos manuales de ingeniería disponibles a tal fin. Con esta estimación se ha verificado un comportamiento compatible con la ley de Paris-Erdogan. No obstante, el coeficiente calculado (0.5) es menor que los propuestos en la bibliografía (3.3

para aire y 2.25 para agua) lo que, asumiendo que el modelo es correcto, indicaría que el medio tiene más efecto para  $\Delta K$  bajos.

La comparación con las expresiones proporcionadas por ASME ha mostrado una correspondencia razonable para valores de  $K > 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La mayor discrepancia para las etapas iniciales puede atribuirse, de un lado, al uso de una formulación no pensada para un ciclo tracción-compresión y, de otro, a la fuerte dependencia en las primeras etapas del crecimiento de la forma del perfil de grieta asumido en el modelo.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## 8 Análisis microestructural de probetas ensayadas a fatiga asistida por el ambiente

### 8.1 Introducción - *Introduction*

Además de las propiedades mecánicas y de fatiga, se debe realizar un análisis *post-mortem* de las probetas, con el objetivo de obtener la máxima información posible de cada condición ensayada.

La caracterización microestructural del material permite identificar la presencia de heterogeneidades e imperfecciones, precipitados y su distribución, así como el tamaño y la morfología de los granos. Mediante la observación de la superficie de fractura, se localizan inclusiones o defectos en la zona deformada y se identifica y examina la zona de iniciación de grieta.

El estudio de la superficie de fractura se realiza mediante el examen por microscopía óptica y electrónica (SEM). La microscopía óptica permite identificar algunos posibles puntos de iniciación, medir la longitud final y la forma del frente de la grieta que se ha desarrollado en la superficie de fractura de la probeta. Mediante SEM se ha observado en detalle la superficie de fractura, analizando los puntos de iniciación de grieta, grietas secundarias, estriaciones, inclusiones, etc.

Por último, se ha estudiado el desarrollo de las capas de óxido. Se ha medido la capa de óxido en la superficie lateral de la longitud calibrada de la probeta.

*In addition to the mechanical and fatigue properties, a specimen post-mortem analysis should be done, with the aim of getting as much information as possible of each test condition.*

*The material microstructural characterization allows to identify the presence of heterogeneities and imperfections, precipitates and their distribution, as well as the size and morphology of the grains. By observing the fracture surface, inclusions or defects are located in the deformed zone and the crack initiation site is identified and examined.*

*The study of the fracture surface is carried out by means of the examination by optical and scanning electron microscopy (SEM). Optical microscopy allows to identify some possible initiation sites and measure the final crack length and the crack front shape which has developed on the specimen fracture surface. The fracture surface has been observed in detail using SEM, looking for crack initiation sites, secondary cracks, striations, inclusions, etc.*

*Finally, the development of oxide layers has been studied. The oxide layer was measured on the gauge length lateral surface of the specimen.*

### 8.2 Microscopía óptica

La caracterización fractográfica se realiza como primer paso para describir el estado de las probetas tras su ensayo. La rotura de las probetas (separación de las probetas en dos) se realiza haciendo progresas la grieta principal por fatiga al aire. Se recogen imágenes macro de la superficie de fractura de las probetas ensayadas.

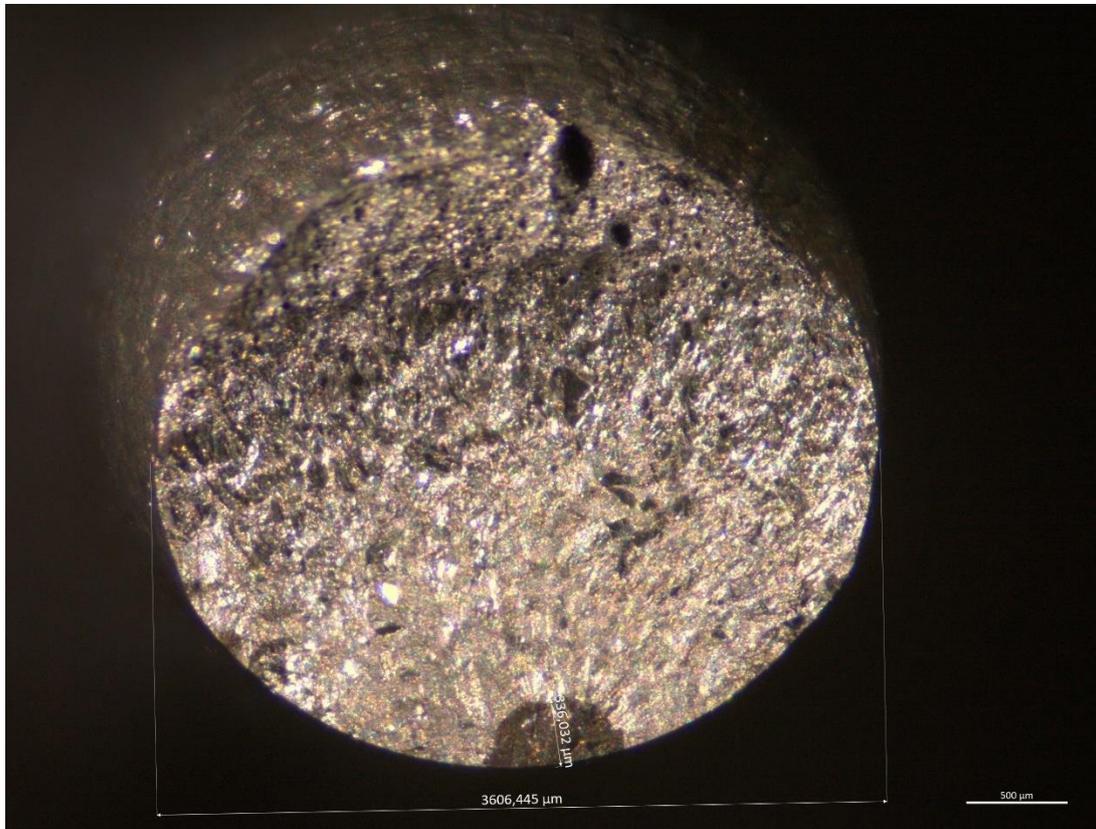
En la siguiente serie de imágenes de la superficie de fractura se pueden identificar tanto el inicio (o inicios) de grieta como la dirección de propagación de las grietas principales. Las imágenes

fueron tomadas en una lupa Zeiss Stemi 305 y procesadas con el *software* ZEN del mismo microscopio para obtener las medidas de diámetro de superficie de fractura y profundidad de grieta.



**Figura 8.1: Microscopio óptico (CSIC-CENIM).**

La Figura 8.2 muestra la superficie de fractura de una probeta en las primeras etapas del desarrollo de la grieta. La zona oscura en la parte inferior de la imagen se corresponde con un inicio de grieta, su color oscuro permite identificar este punto por la presencia de óxidos producidos por el agua simulada de primario a alta temperatura.



**Figura 8.2:Superficie de fractura probeta CI1.**

A continuación, se muestra un detalle del inicio de grieta. Esta iniciación tiene un  $r=339\ \mu\text{m}$ , valor próximo al tomado de referencia para el cálculo de la velocidad de crecimiento de grieta mediante (DCPD). Cabe señalar la dificultad de hallar el momento de iniciación de grieta durante el ensayo, atendiendo simplemente al cambio de pendiente de la señal DCPD frente al tiempo.

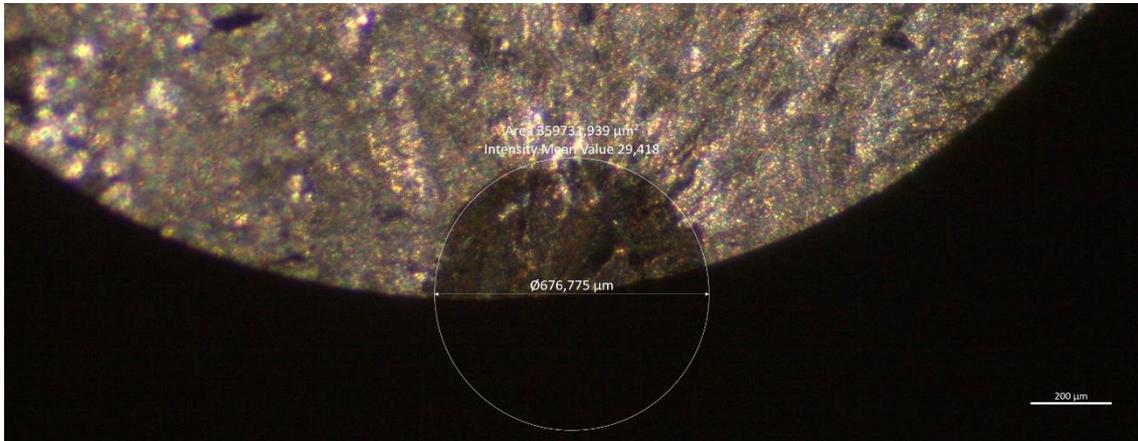


Figura 8.3: Detalle de inicio de grieta C11.

En el caso de la siguiente probeta (C16, Figura 8.4), la ruptura se produjo por completo en el autoclave, por lo que la superficie de fractura aparece completamente oxidada. Las zonas brillantes se producen por la fricción entre las dos caras de la fractura, que elimina los óxidos. Aunque la separación fue completa en el autoclave, en la zona inferior de la imagen se observa una zona de topografía diferente, de aspecto desgarrado, que ha sido considerada como última zona resistente y límite de la propagación de la grieta por fatiga.

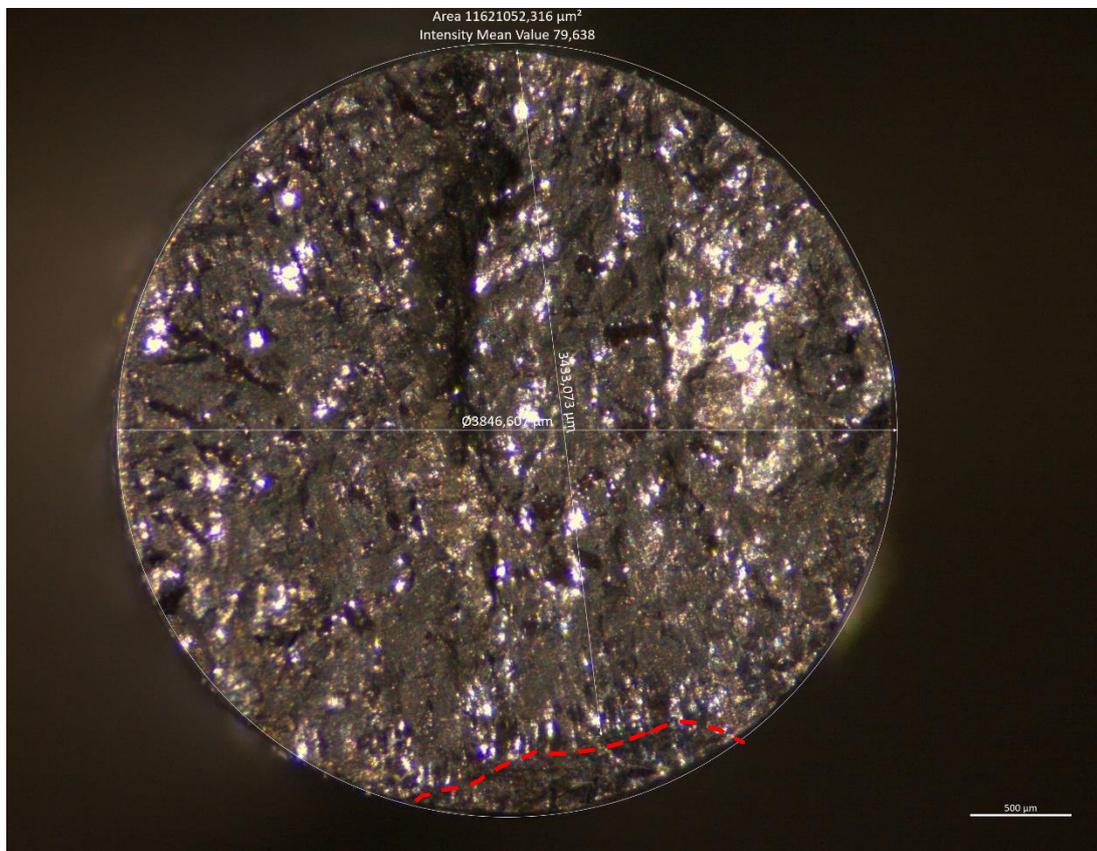


Figura 8.4: Superficie de fractura probeta C16.

Las siguientes imágenes muestran la superficie de fractura cuando el ensayo se detiene después de alcanzar un cierto porcentaje de caída de carga, la probeta se retira completa del autoclave y se abre mediante una fatiga rápida al aire, conservando la superficie de fractura para su próximo análisis mediante SEM. Esta es la situación ideal para el análisis mediante SEM, ya que la zona oscura (oxidada) y la zona brillante están perfectamente delimitadas (Figura 8.5). Además, se puede observar el inicio más probable de la grieta principal (en la parte inferior, Figura 8.6), con un área semicircular y morfología de clivaje.

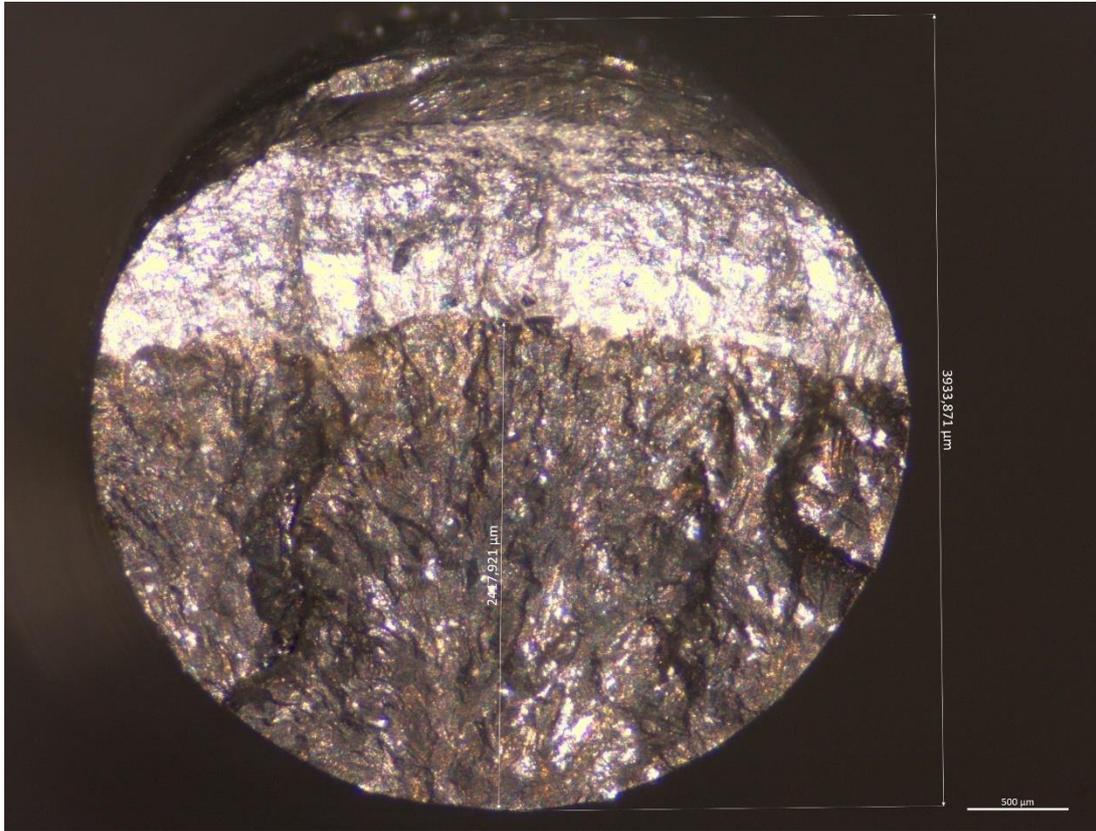


Figura 8.5: Superficie de fractura probeta C12.

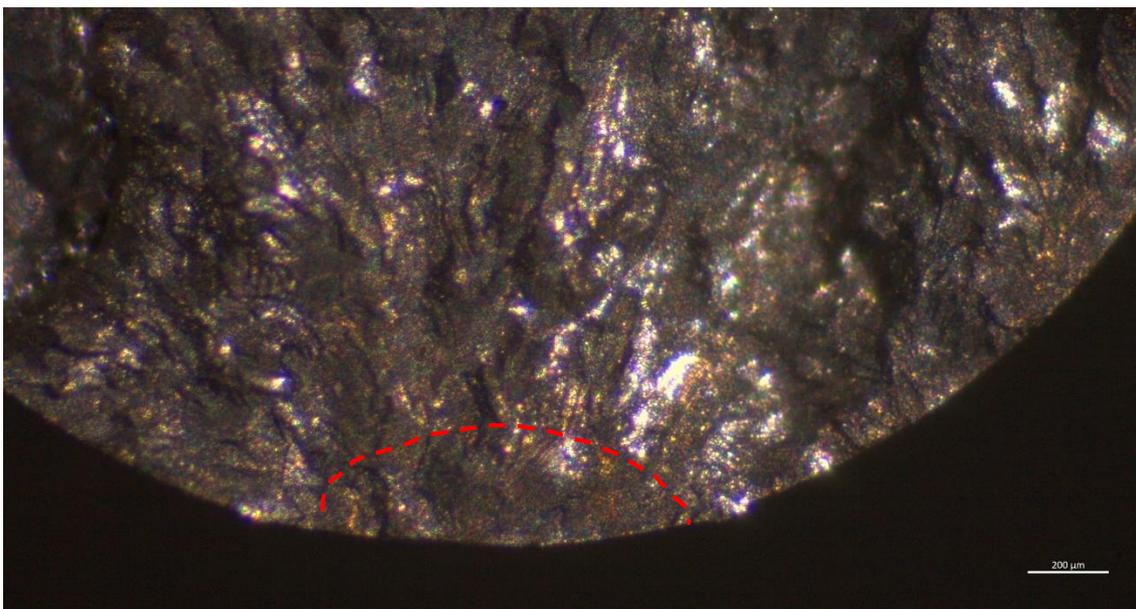
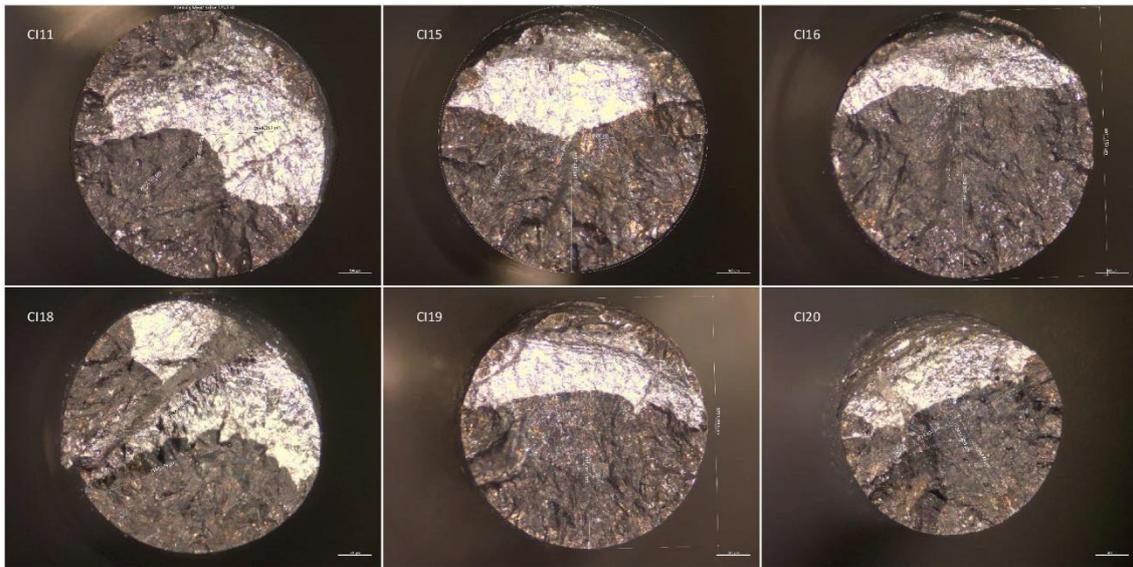


Figura 8.6: Detalle de inicio de grieta C12.

A continuación, se muestran una serie de imágenes de las probetas analizadas para obtener la velocidad de crecimiento de grieta mediante DCPD.



**Figura 8.7: Serie de superficies de fractura (varias probetas).**

En la Figura 8.7 se observan las distintas configuraciones en las superficies de fractura al finalizar los ensayos. Hay distintas posibilidades para alcanzar el fallo de la probeta:

1. Crecimiento de una única grieta principal: este es el caso de las probetas CI12, CI19 y CI20, en las que se observa un frente de grieta plano.
2. Coalescencia de dos grietas principales: es el caso de la probeta CI15 y, probablemente, CI16, en las que dos grietas se desarrollan en un mismo plano de la longitud calibrada de la probeta hasta converger.
3. Desarrollo de grietas principales en distintos niveles: en las probetas CI11 y CI18 se ha generado grietas importantes a dos alturas diferentes de la longitud calibra, modificando el perfil habitual del frente de grieta y la superficie de fractura.

Por otro lado, se realizaron cortes longitudinales en algunas probetas para comprobar el aspecto de las grietas en el interior de la longitud calibrada. La sección correspondiente a la longitud calibrada ha sido embutida (embutidora Buehler SimpliMet 1000) en baquelita y desbastada hasta revelar el interior de la probeta. El desbaste y pulido se ha realizado en una pulidora automática Buehler AutoMet 250. El desbastado se realizó mediante papel de lija con carburo de silicio FEPA 600 y FEPA 1200, en pasos sucesivos de 3 min, 300 rpm y 6 bar. El pulido se realizó mediante pasta de diamante sobre paño de 6  $\mu\text{m}$  y 3  $\mu\text{m}$ , paño fino de 1  $\mu\text{m}$  y 0.25  $\mu\text{m}$ , de nuevo, en pasos sucesivos de 3 min, 300 rpm y 6 bar.



Figura 8.8: Embutidora (izq.) y pulidora (dch.) para preparación metalográfica (CIEMAT).

Como se observa en las imágenes, las probetas presentan multitud de grietas a lo largo de la longitud calibrada, lo que indica inicios de grietas a distintos niveles. Algunas de estas grietas se desarrollan hasta producir la fractura, otras convergerían en una grieta principal. Además, se observan diversas grietas aisladas.

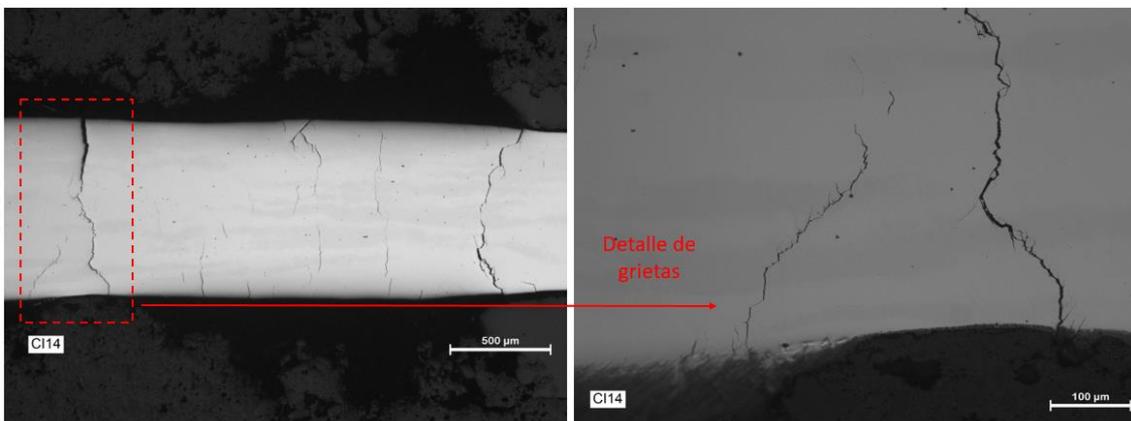


Figura 8.9: Vista general y en detalle de las grietas en el interior de la longitud calibrada (CI14).

La superficie del corte axial de la longitud calibrada ha sido atacada suavemente con una disolución de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) al 65%, aplicando 2.0 V durante 10 s, para revelar la microestructura. La Figura 8.10 muestra el efecto del ataque con ácido nítrico, que ataca preferentemente los bordes de grano.

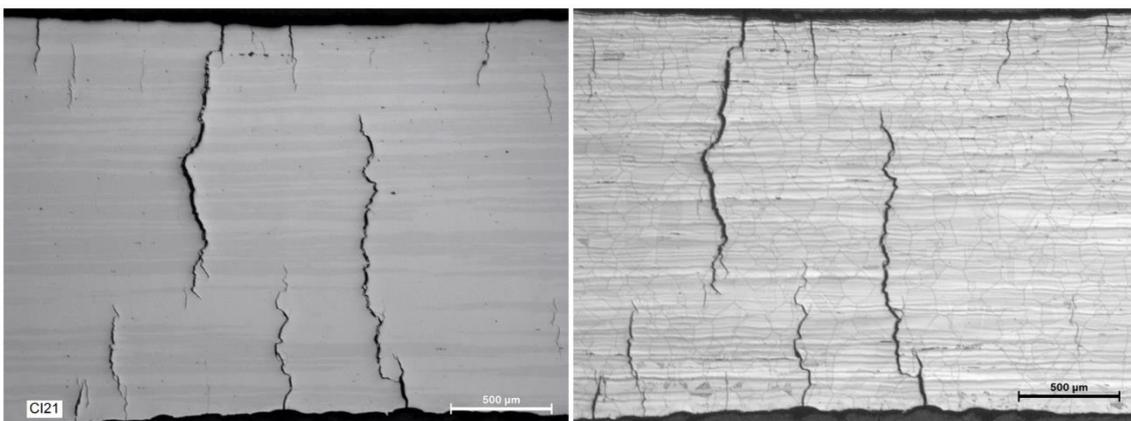
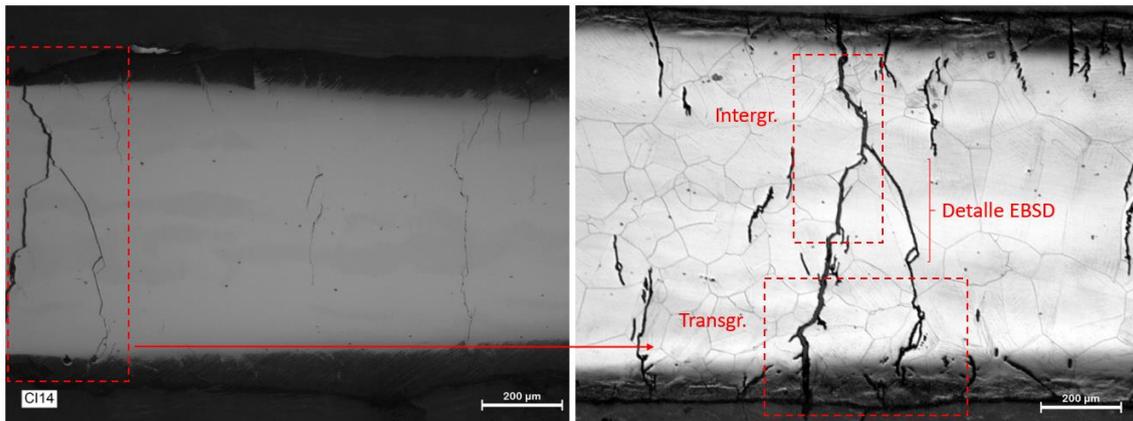


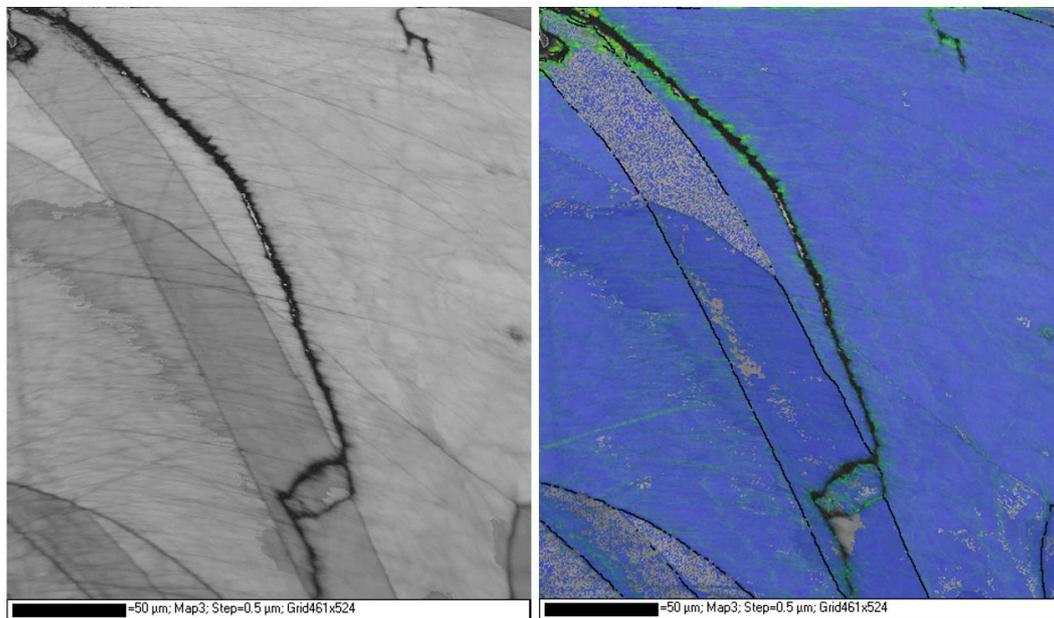
Figura 8.10. Imágenes de la probeta antes (izq.) y después (dch.) del ataque con ácido nítrico (CI21).

En la Figura 8.11 se ven los granos en el interior del material. Las grietas se inician en la superficie de manera transgranular, aunque, avanzados unos granos, hay zonas intergranulares. Además, se observan multitud de grietas menores, principalmente en la superficie de la probeta.



**Figura 8.11: Detalle de progresión de las grietas (transgranular e intergranular) (CI14).**

En las imágenes por EBSD de la Figura 8.12 se muestra la desorientación relativa (color verde) causada en el grano debida a la deformación plástica permanente producida por el avance transgranular de la grieta. Como se observa, las zonas con mayor desorientación ( $<5^\circ$ ) se agrupan a lo largo de los bordes de la grieta. En la parte superior de la imagen se observa una zona de la grieta con más acumulación de deformación plástica (mayor nivel de desorientación, marcado en verde) y, a continuación, este efecto se hace menos visible, por lo que se deduce que la grieta avanza con un mecanismo de propagación que requiere menor deformación plástica.



**Figura 8.12: Desorientación en grieta transgranular (CI14) (CIEMAT).**

Por otro lado, en esta misma probeta, se observan las maclas en los granos y bandas de deslizamiento (PSBs). Las bandas de deslizamiento se concentran en los granos próximos a la superficie y junto a las grietas que se encuentran en el interior de la sección calibrada. La presencia numerosa de bandas deslizamiento muestra el significativo comportamiento plástico

que han experimentado algunos granos. Las diferentes direcciones indican que se han activado múltiples sistemas de deslizamiento en el interior de los granos austeníticos. Adicionalmente, se pueden ver las pequeñas inclusiones de sulfuro de manganeso (MnS).

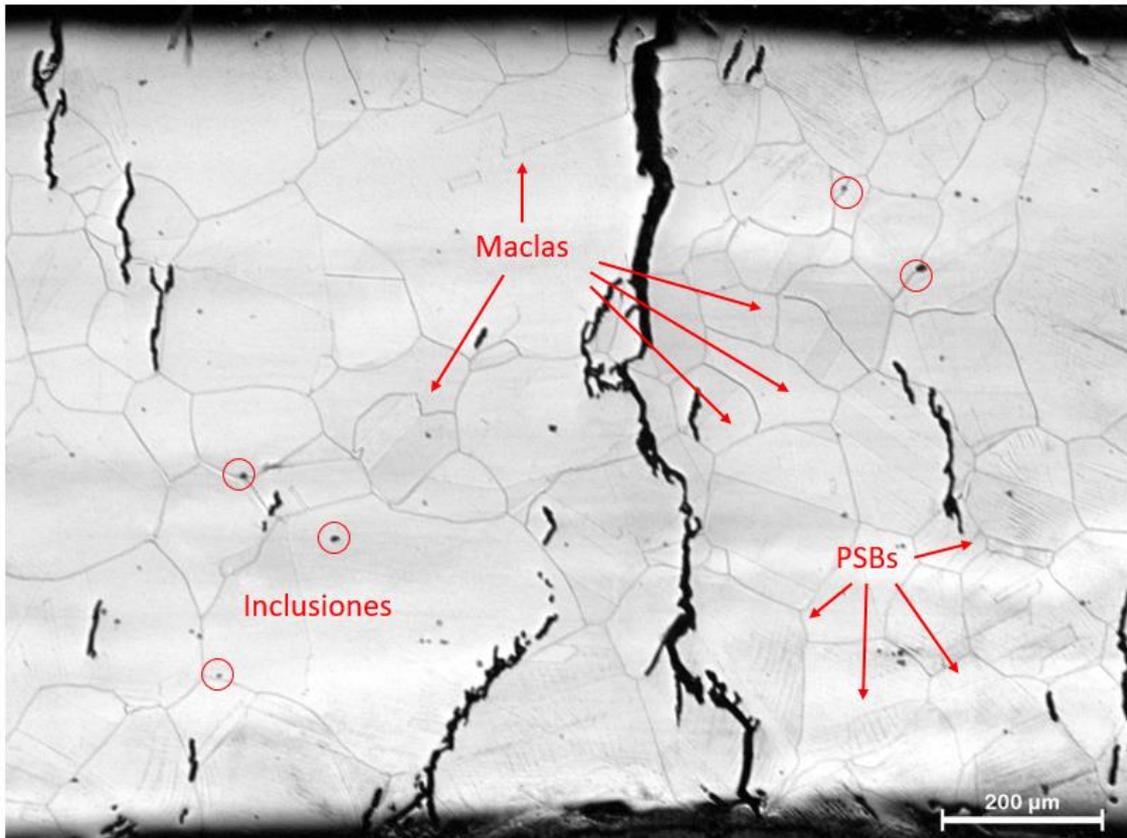


Figura 8.13: Maclas, bandas de deslizamiento e inclusiones (C114).

En la Figura 8.14 se muestra la posición de las grietas en el centro de la probeta y su avance. En la imagen inferior izquierda se observa el inicio transgranular, la coalescencia de grietas y su crecimiento en la dirección perpendicular al esfuerzo. En la imagen inferior derecha, se observa el inicio de grieta en la superficie, con el clásico ángulo de, aproximadamente,  $45^\circ$  respecto a la superficie y su propagación tanto transgranular como intergranular.

En esta misma probeta, se observa la desorientación de la red cristalina causada por el avance del frente de grieta a través de un grano. Las líneas de deformación aparecen perpendiculares a la grieta. Incluso se observa que la desorientación en el cristal progresa linealmente por delante del frente de grieta, por lo que es posible que esta grieta continúe por debajo del plano de la imagen.

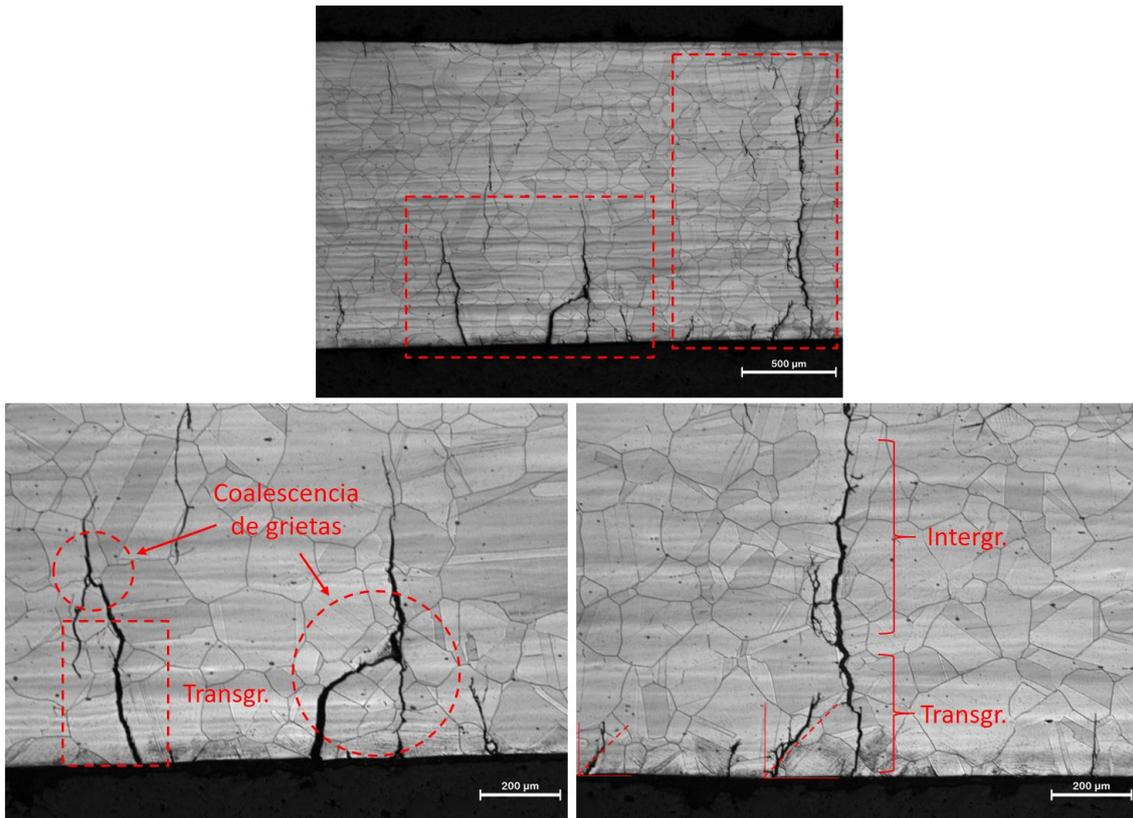


Figura 8.14: Coalescencia de grietas (CI17).

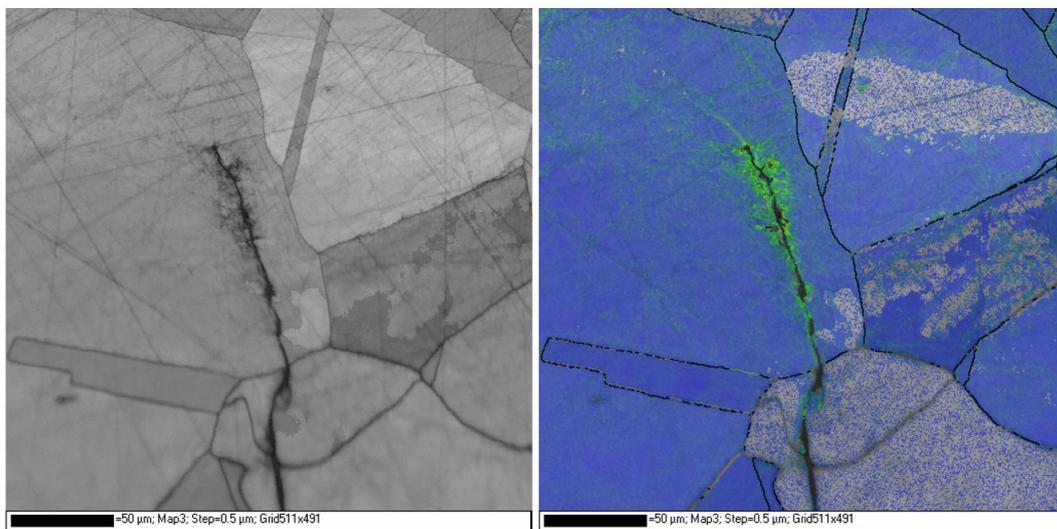


Figura 8.15: Desorientación en frente de grieta transgranular (CI17) (CIEMAT).

En la Figura 8.16 se observa la sección de la longitud calibrada de una probeta rugosa en la que se observan multitud de grietas a largo de la misma. En esta imagen, la mayoría de las grietas son transgranulares ya que se encuentran muy próximas a la superficie.

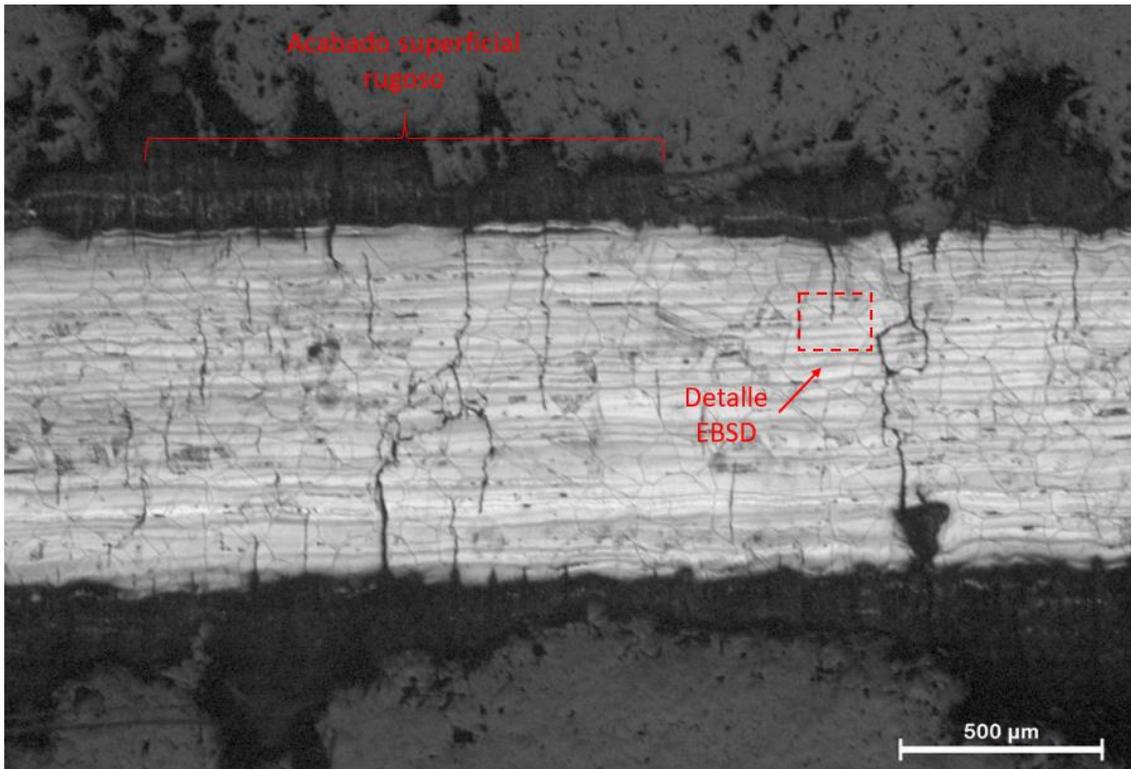


Figura 8.16: Sección longitudinal de probeta rugosa (CI10).

A partir del análisis EBSD se puede identificar la desorientación debida a la deformación plástica causada por el mecanizado de la superficie rugosa en las zonas próximas a la superficie (parte superior de la Figura 8.17). Además, la desorientación también se encuentra junto a la grieta. Por otro lado, se observa una zona con mayor desorientación en el frente de grieta que, a su vez, se bifurca en dos ramas, una que se detiene y otra que, aparentemente, continua por debajo del plano de imagen.

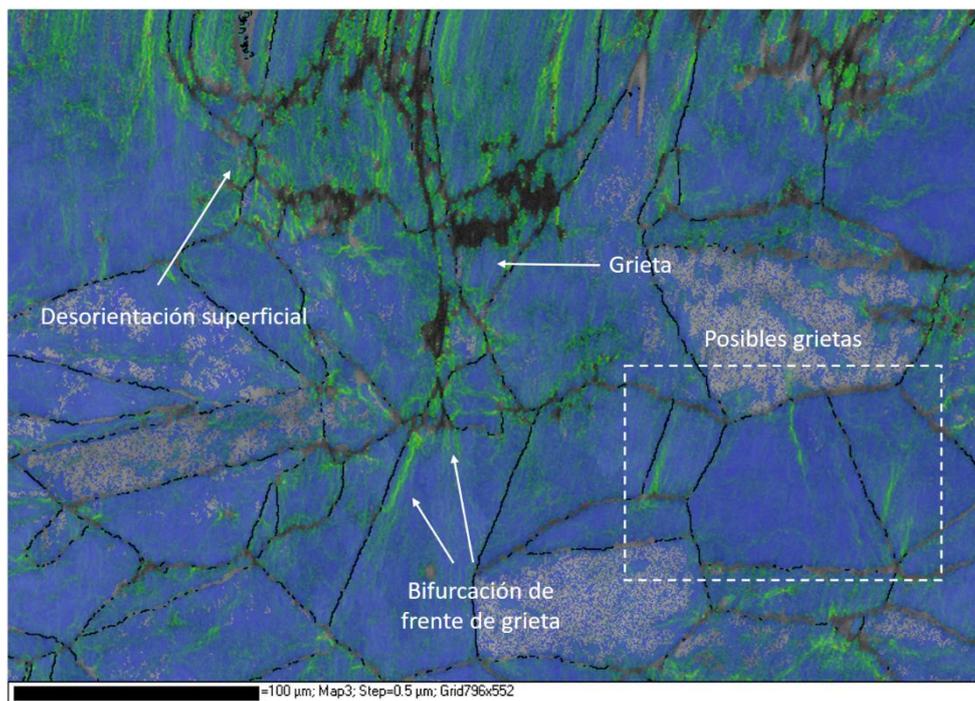
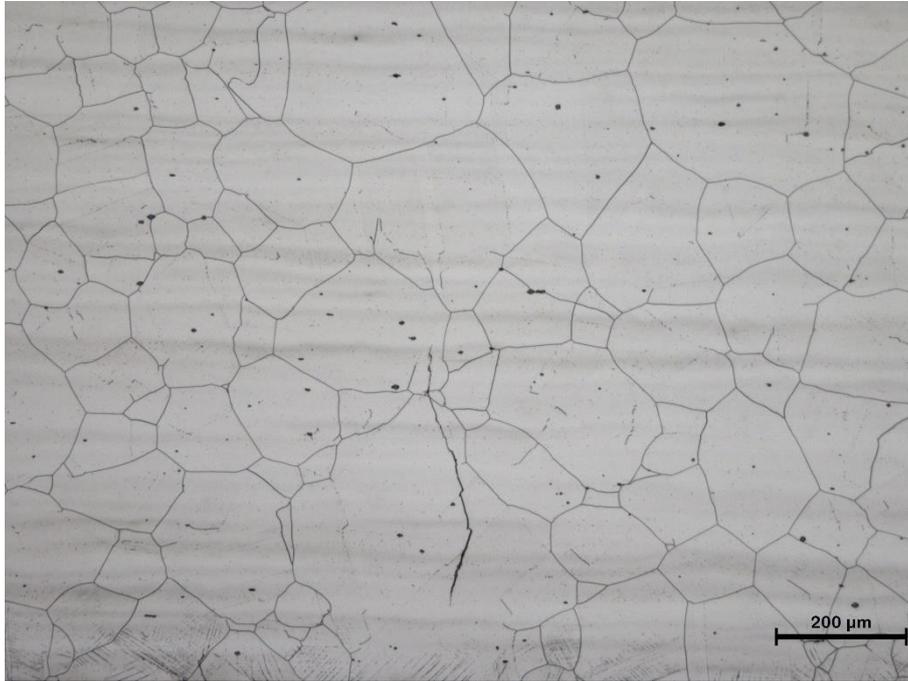


Figura 8.17: Desorientación superficial y grieta en probeta rugosa (CI10).

Finalmente, se comprueba el tamaño de grano de las probetas ensayadas. En la Figura 8.18 se observa que los granos mantienen la forma equiaxial y un tamaño de grano similar ( $2-3 \mu\text{m}$  [166]) al medido en el material base (Sección 5.2.2). Además, en el centro de la imagen se puede ver una grieta secundaria que se ha desarrollado en el interior del material.



**Figura 8.18: Matriz del acero después del ensayo (CI17).**

Para una de las probetas (CI21) también se ha realizado un ensayo no destructivo, una tomografía axial computarizada (TAC) mediante rayos X, para comprobar la profundidad de la grieta en la probeta sin necesidad de abrir la fractura mediante ensayo de fatiga al aire. El instrumento empleado fue un micro-tomógrafo axial computarizado ( $\mu$ -TAC) marca Bruker, modelo Skyscan 1172 (Laboratorio Microestructural, Universidad de Cantabria), con el que se obtuvo la imagen de la Figura 8.19.

Esta técnica permite identificar la grieta principal, conociendo su orientación, pero no permite obtener información sobre las grietas más pequeñas que puedan discurrir por la probeta. Posterior a la realización del TAC se practicó un corte longitudinal de la misma probeta para conocer como estaban distribuidas las grietas. Si bien se puede identificar la grieta principal tanto en el TAC como en el corte transversal (indicada en línea discontinua roja, Figura 8.20), no se aprecian las distintas grietas secundarias que, aunque de menor tamaño, tienen una longitud significativa.



Figura 8.19: Imagen TAC mediante rayos X (CI21) (Univ. de Cantabria).

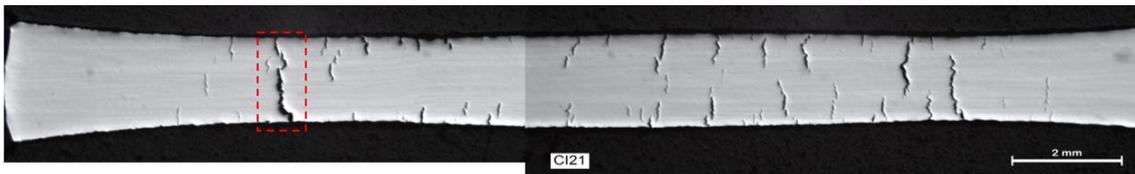


Figura 8.20: Corte axial (CI21).

### 8.3 SEM

El último análisis sobre la superficie de fractura se realizó mediante microscopio electrónico de barrido (*Scanning Electron Microscope*, SEM), simplemente limpiando la superficie en una disolución de etanol y metanol (50-50), conservando la capa de óxido formada durante la exposición al ambiente LWR.

En la Figura 8.21 se observan dos zonas bien diferenciadas:

1. Zona de propagación de la grieta por fatiga, con las características estriaciones en forma de playas, que se producen por el avance del frente de grieta.
2. Zona de fractura dúctil, producida durante la apertura al aire.

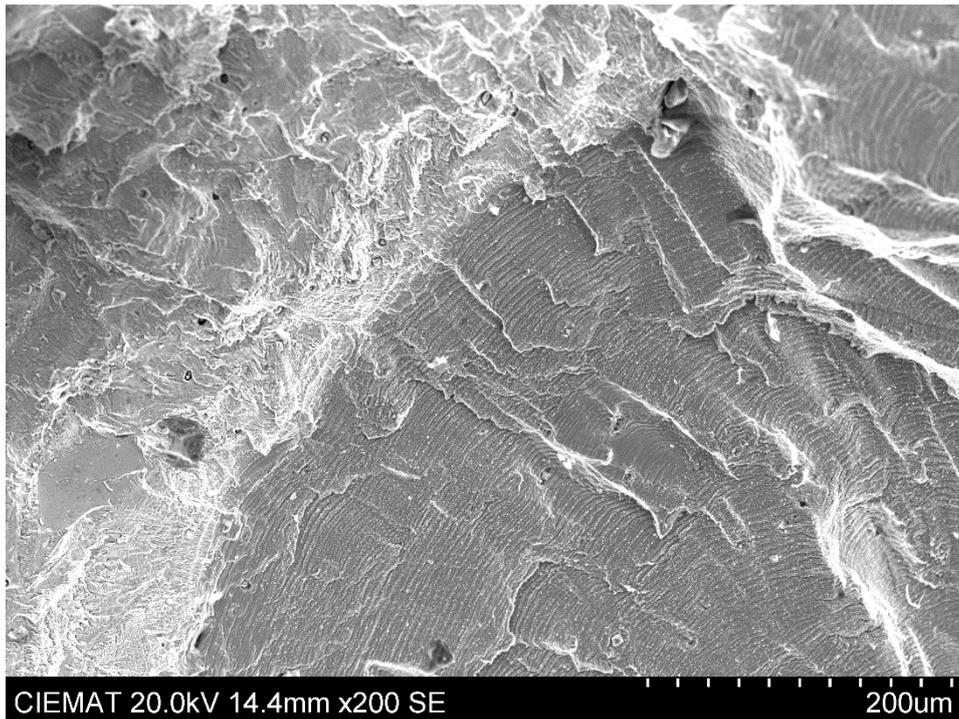


Figura 8.21: Superficie de fractura (CI22).

En las imágenes SEM muestran un detalle de la superficie de fractura. La Figura 8.22 muestra tanto las líneas de playa como las inclusiones en el acero. Además, ambas superficies de fractura están cubiertas por una fina capa de óxido en la que se pueden ver los precipitados individualmente, cristales octaédricos bien definidos.

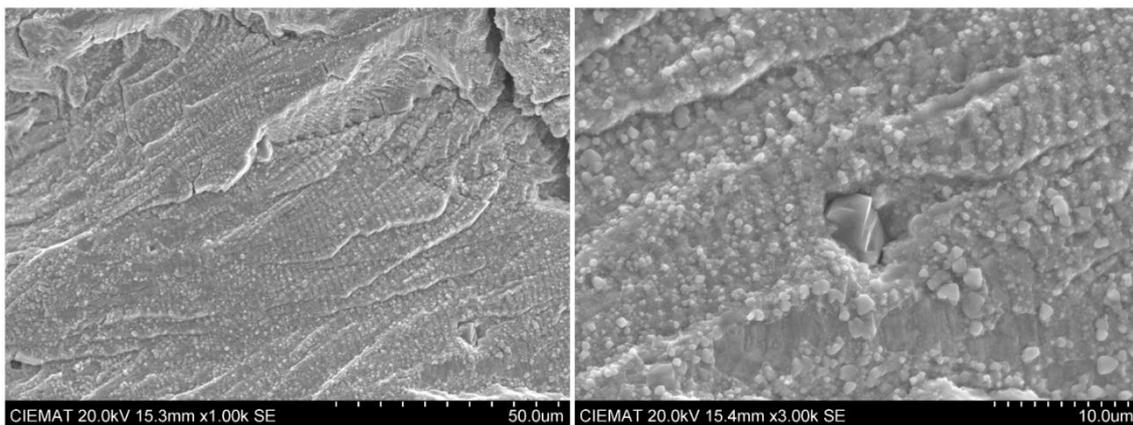


Figura 8.22: Estrías (izq.), precipitados de óxido e inclusión (dch.) (CI11).

Los óxidos dispersos tienen una morfología granular, su tamaño aumenta con el tiempo de exposición y la temperatura. El óxido presenta dos capas, la capa exterior consiste en granos con diferentes tamaños y la interior contiene granos fino y uniformes, como las mostradas en esquema de la Figura 8.23.

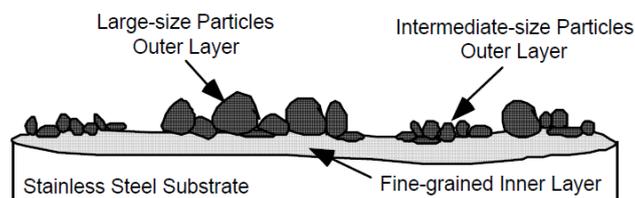


Figura 8.23: Capa de óxido formada en aceros inoxidables austeníticos en ambiente LWR [110].

En la Figura 8.24 se puede apreciar el diferente espaciado entre las estriaciones en función de la fase de desarrollo de la grieta en la que se hayan producido. Una separación pequeña y uniforme se corresponde con una fase inicial de crecimiento, mientras que una mayor separación entre estrías se corresponde con una etapa final, en la que la grieta crece rápidamente.

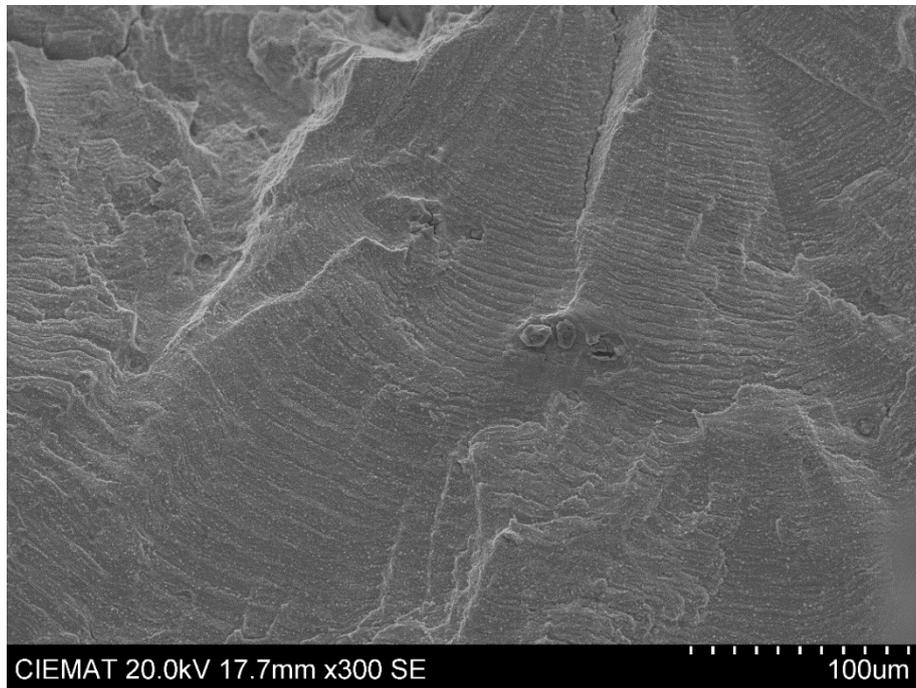


Figura 8.24: Crecimiento de grieta, distinto espaciado entre estriaciones (CI11).

Mediante SEM se puede localizar el inicio de la grieta, apreciando su morfología. El siguiente ejemplo (Figura 8.25), muestra un inicio de grieta en la superficie de la probeta, con la usual morfología de clivaje. A mayor detalle (Figura 8.26(a)) se pueden observar estrías radiales, con centro en la superficie de la probeta, que indica que esta zona sufrió una fuerte deformación.

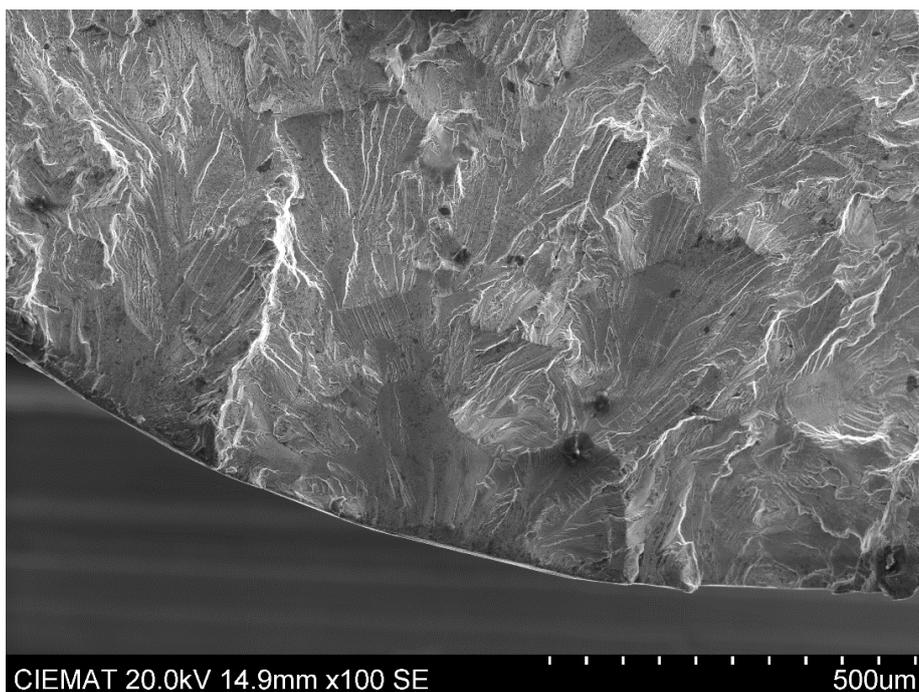


Figura 8.25: Identificación de inicio de grieta (CI20).

Por otro lado, en la Figura 8.26 se puede observar la diferencia en la morfología de los inicios de grieta entre probetas rugosas y probetas pulidas ensayadas a baja deformación (0.3%). El efecto de clivaje es mayor en la probeta rugosa debido a la deformación plástica inducida por el tratamiento de amolado para producir este acabado. Las intensas estrías radiales que se observan en el inicio de grieta de la superficie rugosa no se aprecian en el caso de la superficie pulida.

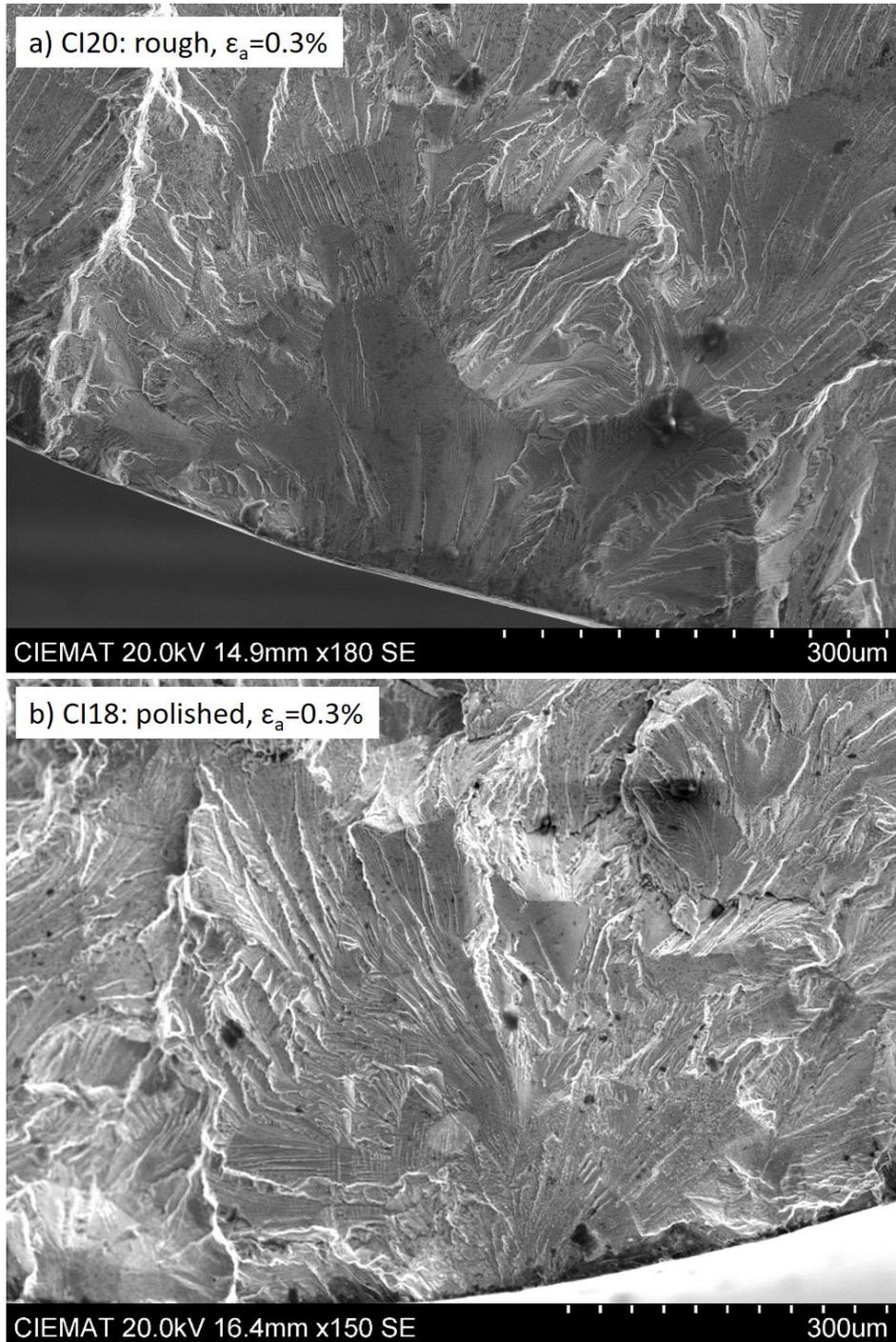


Figura 8.26: Diferencia entre inicio de grieta en probetas rugosas y pulidas a baja deformación (0.3%).

En el caso de probetas ensayadas a mayor amplitud de deformación (0.6%), mostradas en la Figura 8.27, se repite el patrón anterior, con un clivaje más acentuado en la probeta rugosa. En

este caso, también aparece mayor deformación plástica en la probeta pulida, apareciendo estrías radiales. El inicio de grieta de la probeta CI19 presenta una notable estricción en el punto de la superficie donde se inició la grieta, lo que denota una fuerte deformación plástica muy localizada.

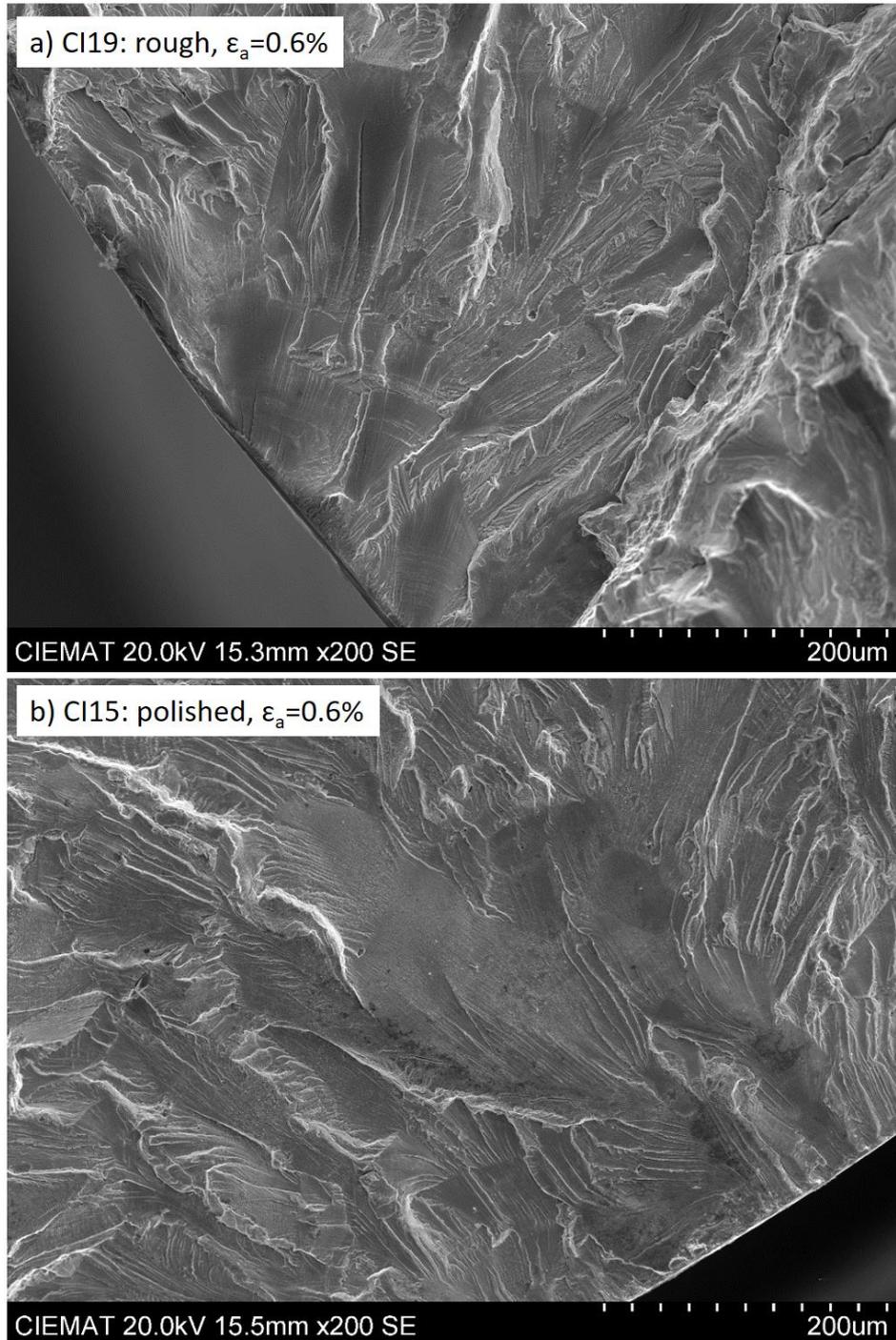


Figura 8.27: Diferencia entre inicio de grieta en probetas rugosas y pulidas a alta deformación (0.6%).

Las probetas ensayadas suelen presentar múltiples puntos de posibles inicios de grieta, aunque en ocasiones estos pueden no llegar a desarrollar una grieta completa, como el observado en la Figura 8.28.

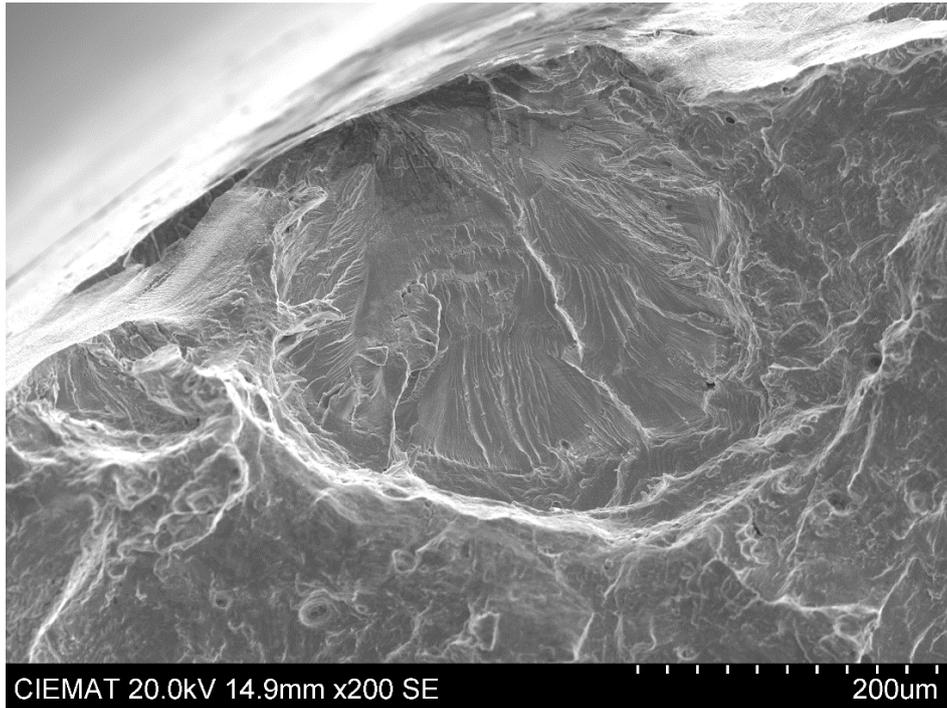


Figura 8.28: Inicio de grieta aislado (CI15).

Por otro lado, se puede observar como convergen grietas con distintas iniciaciones. En la Figura 8.29 se muestra la coalescencia de una grieta más desarrollada (dch.) y una grieta en un estado más inicial de desarrollo (izq.), que convergen cerca del final de la vida a fatiga de la probeta. Las flechas blancas indican la dirección de propagación de la grieta.

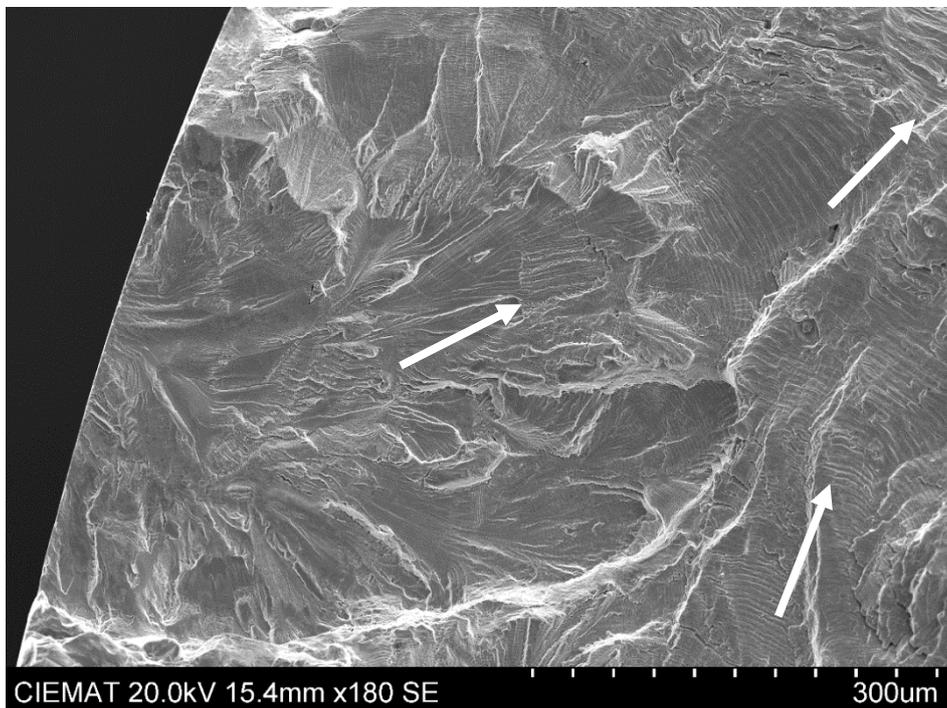


Figura 8.29: Coalescencia de grietas (CI15).

También se pueden identificar zonas con microgrietas en la superficie de fractura (Figura 8.30). Estas microgrietas se forman a lo largo de las estriaciones, se pueden asociar a deformaciones localizadas.

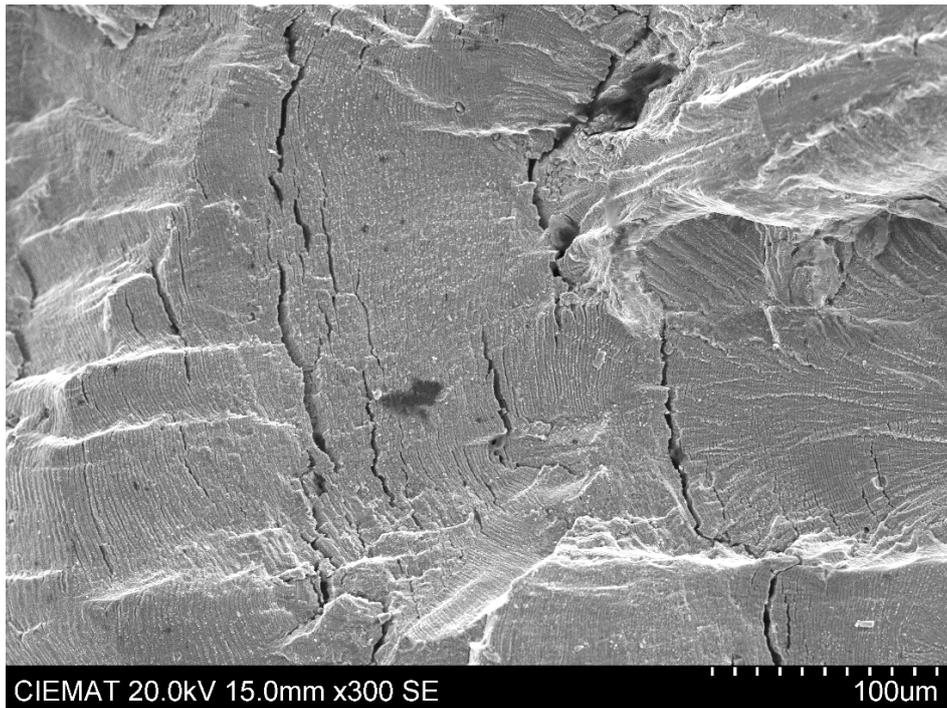


Figura 8.30: Estriaciones y microgrietas (CI18).

Se pueden observar en la Figura 8.31 zonas muy facetadas que se pueden vincular a zonas frágiles y a un recorrido intergranular de crecimiento de grieta.

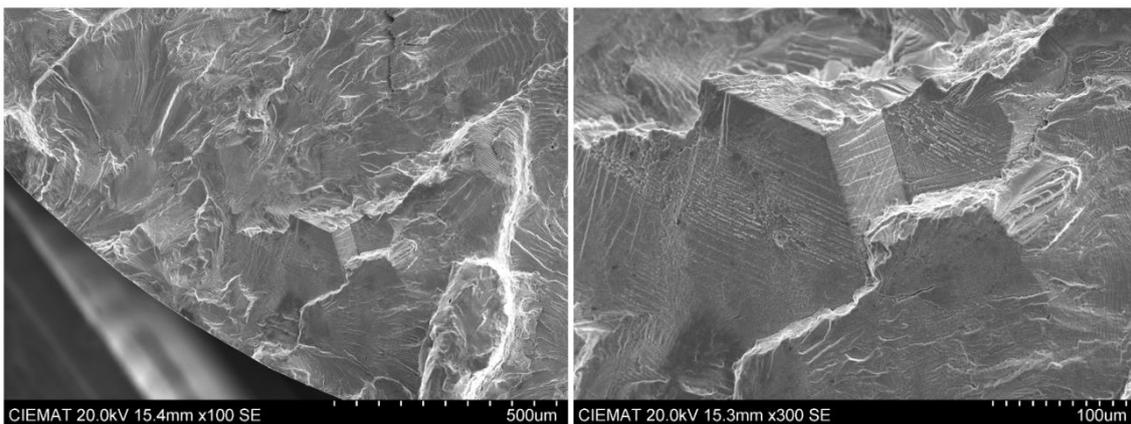


Figura 8.31: Facetas (CI15).

En la mayoría de las superficies de fractura observadas, como la mostrada en la Figura 8.32, la iniciación se da preferiblemente en forma transgranular y la propagación tiene lugar por clivaje, aunque en algunas zonas el clivaje se mezcla con zonas intergranulares y con zonas de deslizamiento planar, donde se pueden localizar perfectamente las estriaciones producidas por el ciclado.

Finalmente, se han estudiado las inclusiones presentes en la superficie de fractura mediante espectroscopía de dispersión de rayos X (*Energy Dispersive X-ray spectroscopy*, EDX). Por un lado, las inclusiones metálicas de titanio y aluminio (ver Figura 8.33). Por otro, las inclusiones no metálicas, sulfuros de manganeso (MnS) (ver Figura 8.34), aparecen en la superficie de fractura que ha sido abierta al aire, ya que estos precipitados se disuelven en agua simulada de primario.

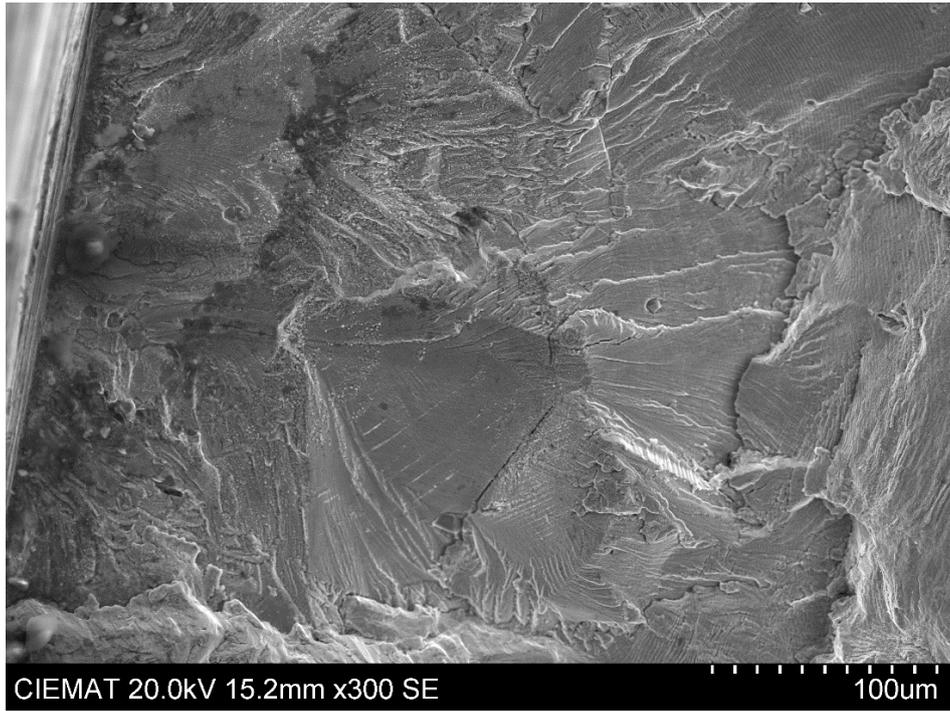


Figura 8.32: Clivaje y deslizamiento planar (CI20).

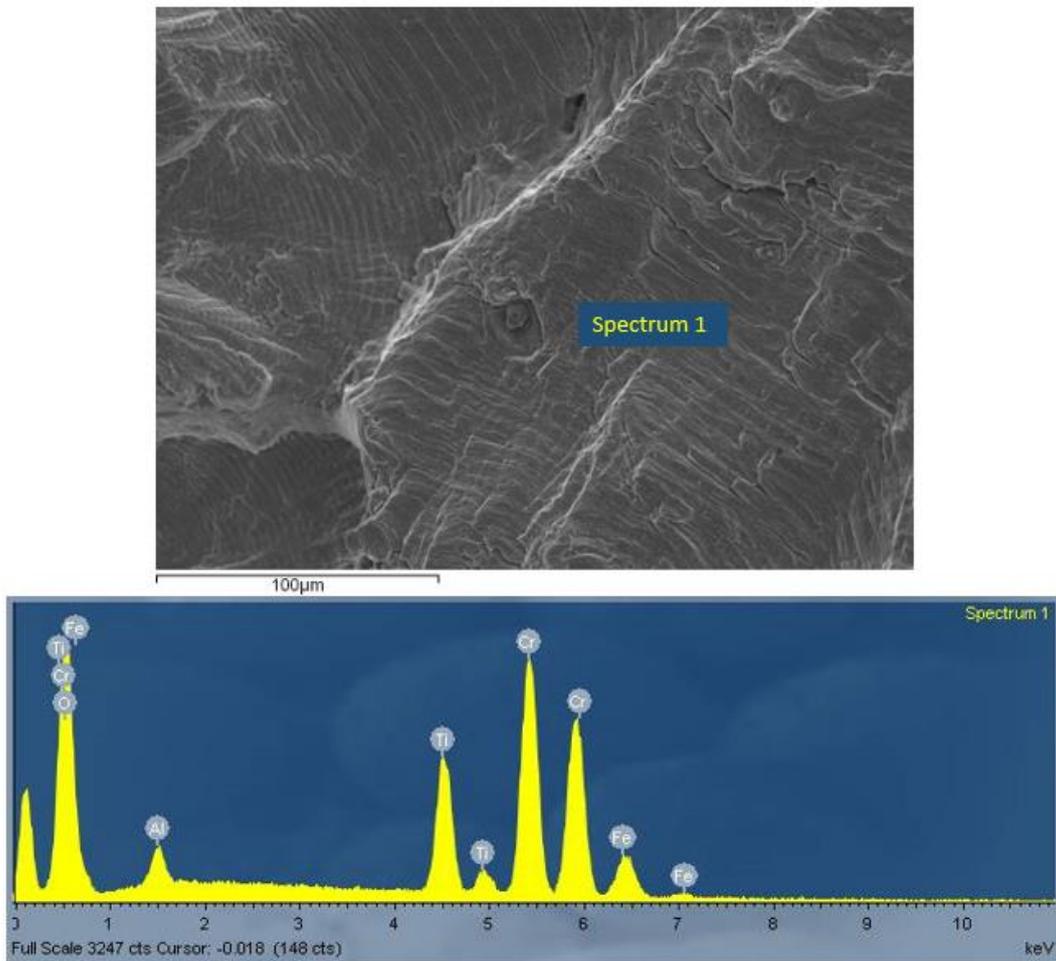


Figura 8.33: Inclusiones de titanio y aluminio (CI15).

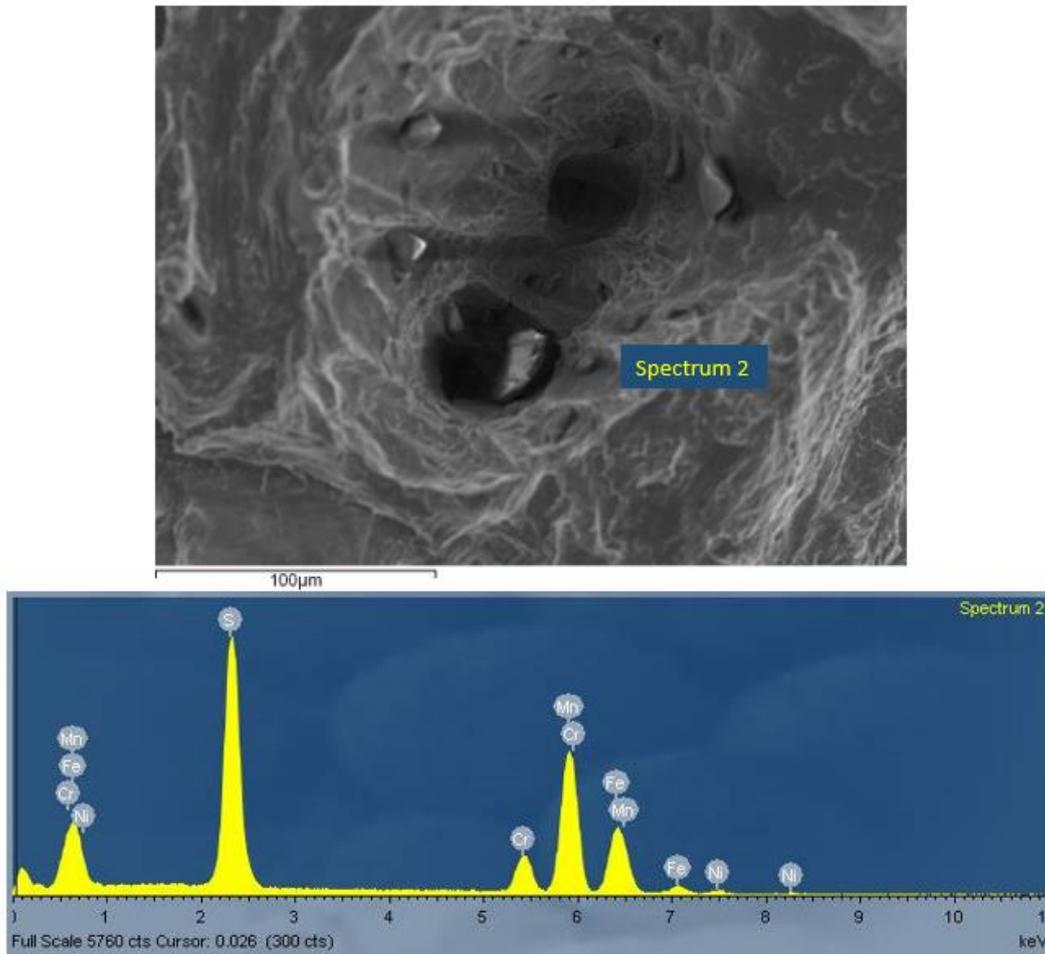


Figura 8.34: Inclusiones no metálicas de MnS (CI15).

#### 8.4 Análisis de capas de óxido por espectroscopia Auger

La caracterización de la microestructura y la composición química de las capas de óxido formadas en la superficie del acero inoxidable es necesaria para comprender el proceso de corrosión y el crecimiento de grieta asistido por el ambiente.

Tradicionalmente, el espesor de la capa de óxido se define como la profundidad a la que el oxígeno alcanza la mitad de la concentración de los elementos de la superficie. Hasta este punto, en el que la concentración de oxígeno empieza a disminuir, consideramos la deposición de la capa de óxido; después una zona de difusión, en la que todos los elementos de la aleación toman parte del proceso de difusión.

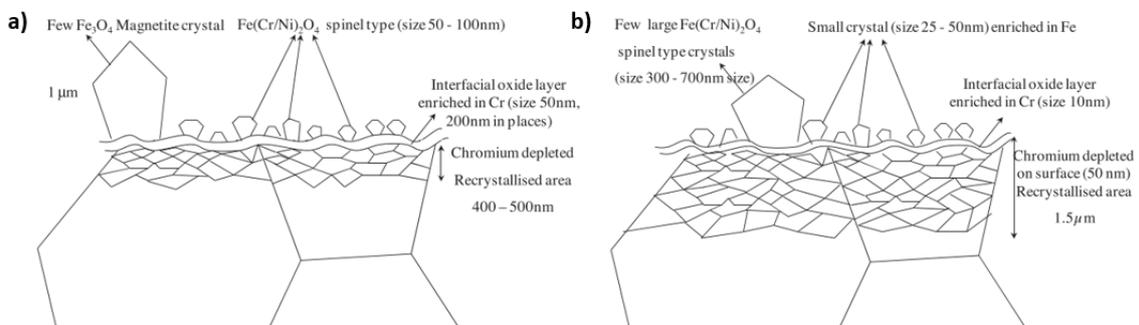
En acero inoxidable, las multicapas son el resultado de las diferentes movilidades de los iones a través de las películas de óxido de Fe-Cr-Ni y originan una región baja en hierro en la interfase óxido-acero. Los mecanismos de difusión considerados son:

1. Difusión en estado sólido a través del óxido [225].
2. Difusión de especies desde el líquido a través de los poros presentes en la capa pasiva [226].
3. Difusión de especies a través de los bordes de grano [227].

Las películas de óxido presentan una doble capa, en condiciones de alto hidrógeno, donde el potencial electroquímico es bajo. La oxidación del acero inoxidable austenítico 304L en ambiente acuoso produce una capa de óxido formada por una capa exterior de cristales de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) y una capa interior compacta, entre fases óxido-metal base.

La capa “dúplex” de óxido se forma durante la exposición del 304L en agua a alta temperatura. La capa interior es compacta y rica en cromo y la exterior presenta grandes cristales de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) y pequeñas espinelas enriquecidas en hierro, cromo y níquel ( $\text{Fe}(\text{Cr},\text{Ni})_2\text{O}$ ).

La superficie pulida exhibe una delgada zona recristalizada, que es dos o tres veces el espesor de la superficie rugosa. La capa de óxido es más delgada cuando la zona recristalizada formada es más espesa (superficie rugosa). El pulido promueve el desarrollo de la capa de óxido, por lo que se deduce que el mecanismo de crecimiento del óxido es la difusión de especies a través de los bordes de grano [227].



**Figura 8.35: Representación de la capa de óxido (304L, 340 °C ambiente simulado PWR, 500 h de exposición). a) Acabado pulido; d) Acabado rugoso [228].**

Fenómenos como la corrosión localizada y la SCC dependen de las propiedades de la capa de óxido. El agua con hidrógeno en PWR ha sido utilizada para mantener un relativo bajo potencial de corrosión electroquímico y reducir la susceptibilidad de los materiales al SCC. Por otro lado, el mayor contenido en cromo mitiga la velocidad de corrosión. Mientras que la estructura de los óxidos no cambia, la velocidad de corrosión disminuye ligeramente con el incremento de concentración de hidrógeno disuelto.

La técnica de espectroscopia electrónica Auger (*Auger electron spectroscopy*, AES) nos permite estudiar la formación de las capas de óxido en ambiente PWR en la superficie de las probetas ensayadas. Para intentar ver alguna diferencia entre los espesores de las capas de oxidación o, incluso, en sus estructuras que pueda correlacionarse con la vida a fatiga, se han llevado a cabo análisis por espectroscopía Auger de algunos de los ensayos. Esta técnica permite un análisis cuantitativo de elementos en la superficie. Para llevar a cabo un perfil en profundidad es necesario recurrir a un *sputtering*. Controlando el tiempo bombardeo de iones argón y analizando entre cada sucesivo decajado se obtiene el perfil de concentración de los elementos de la aleación y del oxígeno en profundidad. Del hábito de los perfiles obtenidos se pueden extraer conclusiones en cuanto a los espesores relativos entre las capas y de la concentración de elementos en cada una.

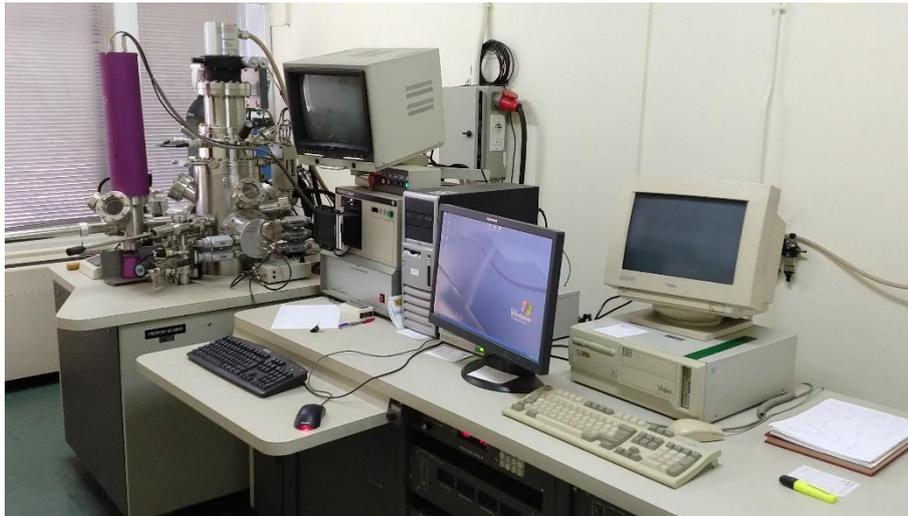


Figura 8.36: Microscopio electrónico Auger Perkin-Elmer (CIEMAT).

Teniendo en cuenta que el objetivo es encontrar diferencias en cuanto a composición y/o estructura se han llevado a cabo un total de cinco análisis en probetas con distinto grado de deformación y con los dos acabados superficiales estudiados. Las condiciones y nomenclatura de cada probeta se especifican en la siguiente Tabla 8.1. El objetivo es establecer cuatro comparaciones a partir de las dos variables principales estudiadas, acabado superficial y amplitud de deformación cíclica. para correlacionar posibles efectos de las variables mencionadas con la vida a fatiga de las probetas:

1. Entre los dos acabados superficiales para un nivel de deformación cíclica del 0.60%.
2. Entre los dos acabados superficiales para un nivel de deformación cíclica del 0.23%.
3. Para el acabado pulido, entre los dos niveles de deformación.
4. Para el acabado rugoso, entre los dos niveles de deformación.

Condiciones de ensayo

Probeta	Amplitud de deformación (%)	Superficie	Hold time	Vida fatiga (N <sub>f</sub> )	Tiempo exposición 300 °C (h)
CI15	0.60	Pulida	No	1320	49
CI18	0.30	Pulida	No	5346	100
CI19	0.60	Rugosa	No	1018	38
CI20	0.30	Rugosa	No	3395	64
CI22	0.23	Rugosa	No	5979	84

Tabla 8.1 Condiciones de ensayo en probetas analizadas por AES.

Los perfiles se han obtenido en un espectrómetro Auger Perkin-Elmer  $\Phi 25-120A$  atacando la probeta ensayada desde la superficie de la aleación, eliminando capa tras capa por *sputtering*. La zona de análisis se ha mantenido constante en las cinco probetas analizadas, la Figura 8.37 indica las superficies de análisis cada probeta.

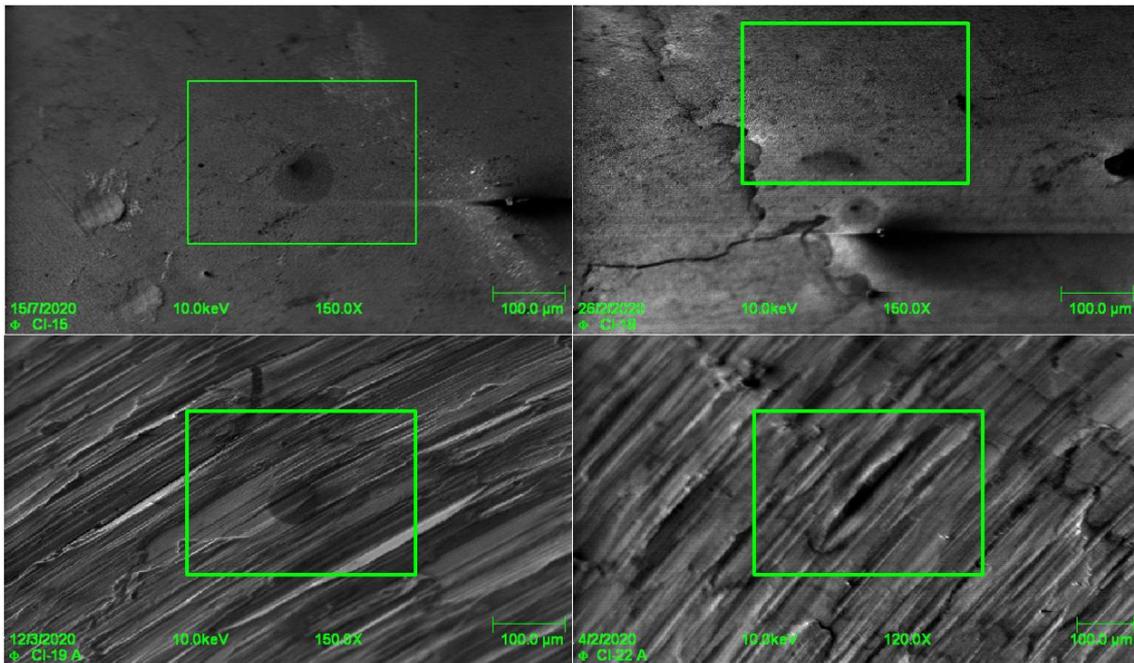


Figura 8.37: Superficie analizada para obtener el perfil de concentración de elementos por espectroscopia Auger (CIEMAT).

Para llevar a cabo las comparaciones se ha tratado de analizar la información proporcionada por los perfiles atendiendo a dos resultados:

- a) La estructura y espesor de las capas de oxidación, intentando localizar en los perfiles eventos característicos que definan la posición de las capas de oxidación, a partir de su espesor. Por ello, se ha tomado como posición de la intercara entre óxidos y aleación base la profundidad a en la que se encuentra un enriquecimiento puntual de níquel (pico en la concentración de níquel). Desde esta posición hacia mayor profundidad se mantiene la aleación metálica y, al contrario, hacia menores profundidades se sitúan las capas de óxido. Por otro lado, para distinguir las dos capas de las que se compone la lámina de óxido, se toma la profundidad a la que la concentración de oxígeno cae de forma constante después de una zona en la que la concentración es estable (entre el 60% y el 50% de concentración de oxígeno en las probetas analizadas). Esta estimación del espesor de las capas de oxidación permite obtener información sobre su crecimiento en función del tiempo de exposición (cinética de crecimiento).
- b) Los coeficientes de difusión unidimensional para cada elemento: oxígeno, cromo, hierro y níquel. Se han calculado dos coeficientes de difusión: uno para la sub-capa exterior de óxido y otro en la aleación base. Se ha asumido que la zona de análisis es constante en todas las probetas e igual a  $300 \times 200 \mu\text{m}$  ( $0.06 \text{ mm}^2$ , fijado en la técnica de análisis). Se ha empleado la expresión ec. 8.1, que relaciona la concentración en la superficie de partida ( $C_0$ ), la concentración en la superficie final ( $C_s$ ) y la concentración a una distancia  $x$  dada ( $C_x$ ):

$$\frac{C_s - C_x}{C_s - C_0} = \text{erf} \left( \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad \text{ec. 8.1}$$

donde "erf" es la función de error estadística. Esta expresión permite obtener el coeficiente de difusión ( $D$ ) en función del tiempo de exposición ( $t$ ).

La figura Figura 8.38 reúne los perfiles de concentración de elementos de distintas probetas, agrupadas por acabado superficial y amplitud de deformación. Se ha definido una capa de óxido tipo dúplex. En la sub-capa exterior (coloreada en rojo) el oxígeno cae rápidamente en superficie y luego permanece aproximadamente constante hacia el interior; en la sub-capa interior (coloreada en azul) la concentración de oxígeno cae más lentamente, a partir de la concentración de la sub-capa exterior, y aparecen mayores concentraciones de cromo y níquel, hasta que se produce un pico en este elemento. Además, se han incluido las gráficas que muestran los espesores de las capas, así como los coeficientes de difusión obtenidos a partir de los perfiles de concentración de elementos desde el interior de la aleación hasta la posición estimada de la intercara entre aleación y capa de óxido.

#### Comparación entre probetas de alta deformación (0.6%) y distinto acabado superficial:

Comparando los perfiles de la probeta CI15 y la CI19 (Figura 8.38(a) y (b)), ensayadas a una amplitud de deformación de 0.6% y con una vida a fatiga de 1320 ciclos y 1018 ciclos, lo que equivale en tiempo a 49 h y 38 h, respectivamente. En este caso, la diferencia en la vida a fatiga supone un 22%, equivalente al aumento del tiempo de exposición al medio. Del análisis de estas probetas cabe señalar varios puntos:

1. La sub-capa exterior está compuesta mayoritariamente por hierro, pudiendo estar exenta de cromo o níquel, como en el caso de la probeta pulida, donde el níquel no aparece hasta una profundidad de 6.0 nm y el cromo hasta 67.5 nm.
2. En la sub-capa interna la concentración de los elementos metálicos varía, aunque el valor del porcentaje atómico suma de los tres elementos es prácticamente constante, lo que caracteriza la estructura de espinela.
3. En la sub-capa exterior (en contacto con el medio) los coeficientes de difusión estimados en la capa de óxido son bajos y similares para ambos acabados superficiales. El mayor espesor de esta sub-capa para el caso de la pulida parece estar simplemente relacionado con el mayor tiempo de exposición. La sub-capa externa puede estar influenciada por la precipitación sobre la superficie de especies como magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), que es la especie de mayor solubilidad en el medio, procedentes tanto de la propia probeta como de las paredes o de los elementos internos del autoclave.
4. Los coeficientes de difusión en el interior de la aleación obtenidos indican que la superficie pulida incrementa la difusión para todos los elementos analizados en factores de 4.89 (O), 5.67 (Cr), 4.02 (Fe) y 3.56 (Ni).
5. Se observa que el espesor de la sub-capa interna de óxido, rica en cromo y níquel, es mayor para el caso de la probeta rugosa, 202.5 nm frente a 135.0 nm de la probeta pulida. Esto podría atribuirse al mayor espesor de la capa dañada sub-superficialmente por el tratamiento superficial [228].
6. Cabe señalar que, en la probeta rugosa (CI19), tanto el cromo como el níquel difunden hasta una región más superficial. En esta probeta el níquel alcanza una concentración en la superficie constante ( $\approx 6\%$ ). Desde el punto de vista de la resistencia a la corrosión, el acabado rugoso retardaría la difusión de los elementos y aumentaría el espesor de la capa de protección de la aleación, por lo que debería ser menos susceptible que el pulido.

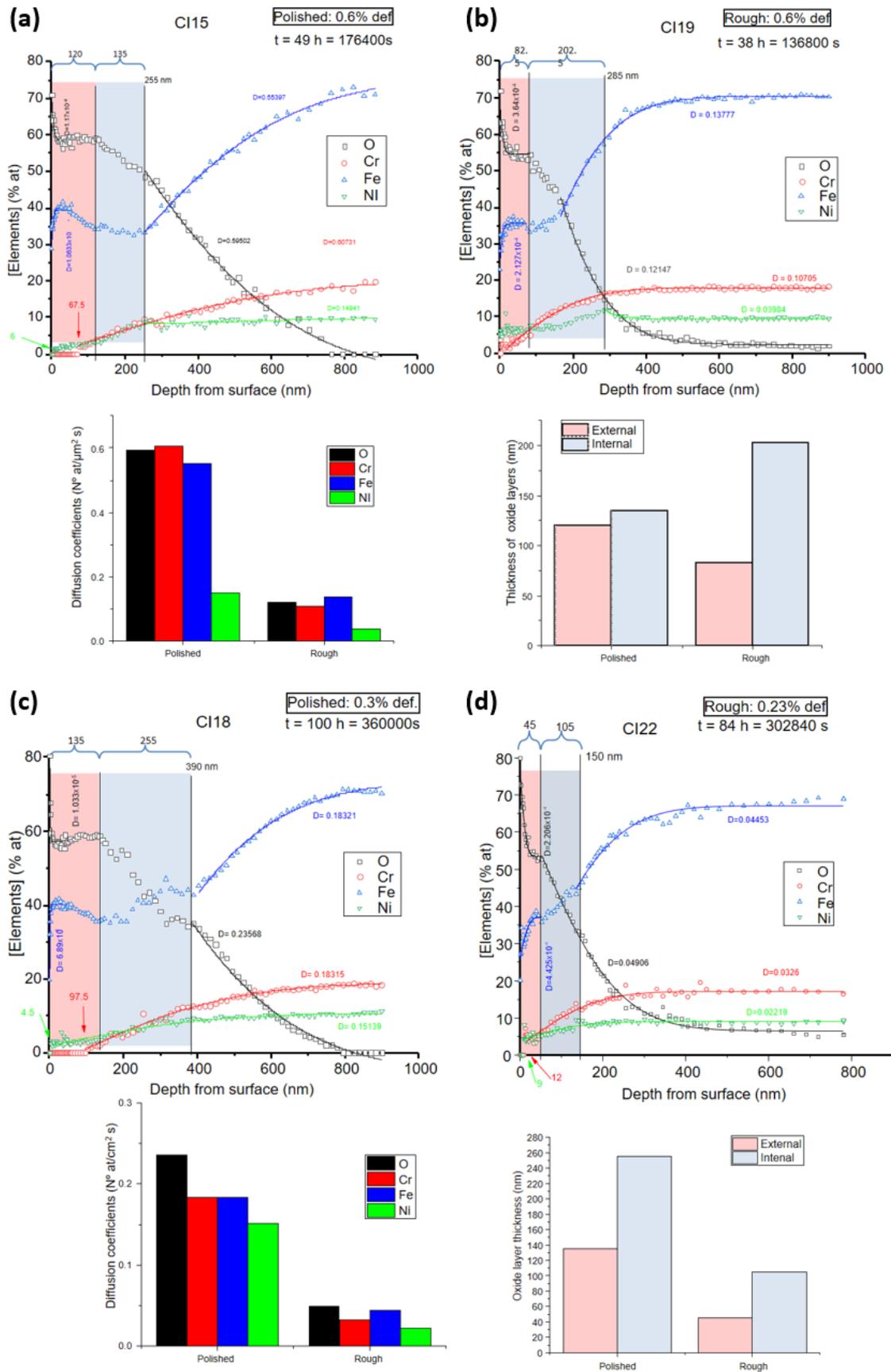


Figura 8.38: Comparación entre concentraciones de elementos y coeficientes de difusión de distintas probetas.

Comparación entre probetas de baja deformación (0.3%) y distinto acabado superficial:

Este mismo análisis puede aplicarse a probetas ensayadas una amplitud de deformación de  $\leq 0.3\%$  (CI18 y CI22, Figura 8.38(c) y (d)), las cuales tienen una vida a fatiga de 5346 ciclos y 5979 ciclos (pulida y rugosa, respectivamente). En este caso la diferencia en el tiempo de exposición es el 20%. Los aspectos relevantes son los siguientes:

1. La sub-capa exterior de la probeta pulida tiene un valor mucho mayor (135 nm) que el de la probeta rugosa (45 nm). En este caso se da la particularidad de que en la probeta rugosa la concentración de oxígeno no termina de estabilizarse completamente en ningún momento, aunque sí hay un cambio claro de pendiente.
2. En ninguno de los dos perfiles el níquel o el cromo están presentes en la superficie. No obstante, mientras que en la probeta rugosa ambos elementos aparecen a 10 nm, en la pulida, el níquel aparece a una distancia comparable (4.5 nm), pero el cromo no aparece hasta los 97.5 nm de profundidad. Siendo los coeficientes de difusión similares, es de suponer que su disolución del cromo está muy favorecida por las características estructurales de la sub-capa exterior de la superficie pulida.
3. Los coeficientes de difusión en la aleación son sensiblemente inferiores en la probeta rugosa.

Comparación entre probetas con acabado superficial pulido y distinta deformación:

A continuación, se compara el efecto de la amplitud de deformación para el acabado superficial pulido (Figura 8.38(a) y (c)). Las probetas CI15 y CI18, con vidas a fatiga de 1320 ciclos y 5346 ciclos respectivamente (diferencia de 75% en ciclos, pero del 50% en tiempo). Las observaciones entre estas dos condiciones pueden resumirse en:

1. La estructura de sub-capas es similar en las dos probetas, la diferencia en espesor de la sub-capa interior se justifica por el tiempo de exposición al medio (dos veces más en la probeta CI18). La sub-capa exterior es prácticamente del mismo espesor.
2. En ninguno de los casos la superficie externa cuenta con níquel o cromo.
3. En cuanto a los coeficientes de difusión parece que están influenciados por la deformación cíclica y se ven incrementados en un factor de 2.53 (O), 3.35 (Cr), 3.02 (Fe) y 0.97 (Ni), para una relación de la deformación de 2. Teniendo en cuenta que la vida a fatiga se cuadruplica al reducir la deformación a la mitad, parece haber un efecto combinado del mayor espesor de la sub-capa interna protectora y el menor daño mecánico acumulado durante el ensayo.

Comparación entre probetas con acabado superficial rugoso y distinta deformación:

En la Figura 8.38(b) y (d) se comparan los perfiles de concentración de las probetas de superficie rugosa CI19 y CI22, ensayadas a 0.60% y 0.23% de deformación, con una vida en fatiga de 1018 y 5979 ciclos respectivamente. El incremento de la vida a fatiga tiene un factor de 5.8 se relaciona con un factor de 2.2 en el tiempo de ensayo y con una relación de la deformación aplicada de 2.6. Las observaciones destacables de esta comparación se enumeran como:

1. Ambas probetas presentan una zona de concentración estable de oxígeno muy pequeña (inapreciable en el caso de la probeta CI22). Esto se traduce en una sub-capa exterior sin elementos protectores pequeña.

2. La sub-capas exterior de la probeta con mayor deformación tendría un espesor de 82.5 nm, frente a los 45.0 nm de la probeta de menor deformación, lo que arroja una relación de 1.82, la cual es próxima al factor de tiempo entre los dos ensayos.
3. La relación entre los espesores de las sub-capas internas es 1.93 (202.5 nm/105.0 nm), lo que coincide exactamente con la relación entre los tiempos de exposición.
4. La relación de coeficientes de difusión es 2.48 (O), 3.28 (Cr), 3.09 (Fe) y 1.79 (Ni). Los tres primeros factores coinciden con los comentados en el apartado anterior, lo que parece indicar que, al menos para estos tres elementos, el aumento de la velocidad de migración por la red depende directamente del grado de deformación. Sin embargo, para el caso del níquel, la relación entre sus coeficientes de difusión es mayor para el acabado rugoso.
5. El aumento de la deformación conlleva un incremento paralelo del espesor de las capas de óxido y de los coeficientes de difusión (excepto del níquel).

Como resumen del análisis de la concentración de los elementos obtenida por espectroscopia Auger, cabe subrayar que en todos los casos se ha observado un espesor total de las capas de oxidación es pequeño (<400 nm) y estructura dúplex. Se han calculado los coeficientes de difusión para los elementos aleantes (Fe, Cr y Ni) junto con el oxígeno, tanto para la capa de óxido como para la aleación base.

A partir de la estimación de espesores relativos de las dos capas de óxido descritas, se ha representado en la Figura 8.39 su evolución en función del tiempo de exposición (izq.) y en función del número de ciclos hasta el fallo (dch.). En esta representación se han incluido los valores de una quinta probeta analizada (Cl20), no incluida en la anterior descripción de las capas.

Dado que el número de ciclos a rotura depende inversamente de la amplitud de deformación, el tiempo de ensayo depende en la misma proporción. Es decir, mayor deformación equivale a menor tiempo de exposición.

Partiendo de que la capa más importante desde el punto de vista de la protección es la capa interior, rica en cromo, y de que ambas capas se forman por difusión de los elementos metálicos hasta la interfase óxido-metal, así como del oxígeno hacia el interior de la aleación. A igualdad de otros parámetros, el espesor de la capa de óxido debería ser función únicamente del tiempo de exposición al medio.

La gráfica de la parte derecha de la Figura 8.39 indica dos tendencias distintas para los dos acabados:

1. Para el acabado pulido el espesor es función del tiempo de exposición, con una tendencia aproximadamente lineal, no apreciándose influencia del nivel de deformación cíclica aplicado.
2. Para el acabado rugoso, con trabajo en frío superficial, el espesor es función del nivel de deformación cíclica, afectando poco o nada el tiempo de exposición al medio.

Dado la evidente diferencia entre las tendencias de evolución con el número de ciclos/tiempo de exposición al medio de ambos acabados el mecanismo de oxidación ha de ser distinto.

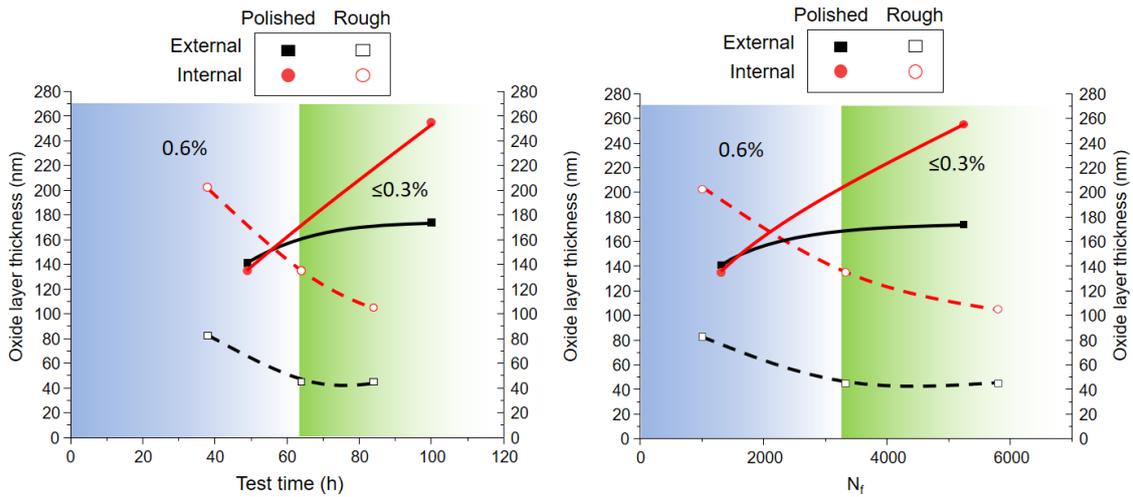


Figura 8.39: Relación entre los espesores de las capas de óxido y la duración de los ensayos en horas (izq.) y en ciclos (dch.).

En este análisis se han observado tres aspectos reseñables en cuanto a estructura, cinética de las capas y transporte de elementos a partir de los coeficientes de difusión unidimensionales estimados:

1. Se mantiene la estructura bicapa de espinelas (capa exterior rica en hierro y la interior rica en cromo), pero la concentración relativa de elementos, sobre todo en la capa exterior, es diferente para ambos acabados. Para el acabado pulido la capa en contacto con el medio presenta ausencia de níquel y cromo en superficie, además el cromo se encuentra a una profundidad relativamente elevada. Por el contrario, en las probetas rugosas, aunque no existe níquel ni cromo en superficie, ambos aparecen a los pocos nanómetros de profundidad y su concentración en profundidad crece más rápido que en las probetas pulidas.
2. Aunque no se ha analizado el espesor de la capa de óxido nativo antes de iniciar los ensayos, en el caso de las probetas pulidas el espesor de las capas en función del tiempo sugiere una tendencia pseudo-lineal creciente, posiblemente debido a la desestabilización y rotura continua de las capas pasivas por el ciclado. Para el caso del acabado rugoso el comportamiento es inversamente proporcional al tiempo de exposición. Este particular sugiere una fuerte dependencia de los coeficientes de difusión con el nivel de deformación cíclica aplicado.
3. La presencia de una zona subsuperficial deformada durante el proceso de amolado (probetas rugosas) introduce variables, como deformación plástica permanente, alta densidad de dislocaciones y posibles zonas recrystalizadas, que alteran de forma importante los coeficientes de difusión. El análisis de la superficie delimitada por espectroscopia Auger (ver Figura 8.37) no permite discernir la contribución de cada una de estas variables, por lo que los coeficientes estimados son una combinación de todas ellas. No obstante, se ha observado que el acabado pulido presenta mayores coeficientes de difusión que el acabado rugoso (mayor transporte de elementos hasta la intercara óxido-metal). En cuanto al efecto de la deformación cíclica para un mismo acabado, en todos los casos se ha observado un incremento de los valores de difusión con el aumento de deformación.

Parece existir una competencia entre el incremento de los coeficientes de difusión con el nivel de deformación y el daño superficial y subsuperficial previo al ensayo. El transporte de

elementos hasta la superficie parece más favorecido en el caso del acabado pulido, donde el espesor de las capas oxidadas es mayor. Generalmente la mayor protección frente al medio está relacionada con la estabilidad y adherencia de las capas pasivas, las capas delgadas suelen presentar crecimientos epitáxicos y soportan mejor las tensiones de compresión paralelas a la superficie. Por el contrario, capas gruesas suelen ser más propensas a la rotura y, por tanto, presentan menor capacidad protectora, aunque esto es una norma general y depende de las características mecánicas y adherentes de la capa en cuestión.

No hay que olvidar que estas aleaciones, por su baja conductividad térmica, durante el tratamiento superficial por arranque de material (*grinding*, pulido, etc.) pueden producir zonas locales próximas a la superficie con altas temperaturas y enfriamientos rápidos. En esas condiciones se pueden dar zonas recristalizadas con nanogranos. Estas nanoestructuras presentarían una superficie de límites de grano muy superior a las aleaciones convencionales, lo que a su vez aumentaría la difusión preferencial de elementos en varios ordenes de magnitud. En zonas no recristalizadas, el alto daño plástico lleva asociado un aumento en la densidad de dislocaciones y un mayor grado de entrecruzamiento, lo que reduce su movimiento, que también contribuye a dificultar la difusión de elementos por la red metálica.

En la práctica, para el mismo nivel de deformación, las probetas rugosas han mostrado menores vidas a fatiga debido a los daños superficiales y sub-superficiales producidos durante el proceso de mecanizado. Además, el acabado superficial rugoso dificulta la formación de una capa de óxido protectora debido a los menores coeficientes de difusión, por tanto, esta característica mermaría la vida a fatiga de las probetas rugosas. Esta reducción en el transporte de elementos metálicos dificulta la regeneración de la película pasiva, lo que es más notable en los ensayos a mayor amplitud de deformación.

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## 9 Conclusiones y trabajo futuro - *Conclusions and future work*

El propósito de este trabajo de investigación es estudiar el efecto de la fatiga asistida por el ambiente en el acero inoxidable austenítico 304L, de gran importancia por su empleo en componentes de centrales nucleares debido a su alta resistencia a la corrosión. Los resultados de este trabajo contribuirán al mayor conocimiento sobre este fenómeno y su aplicación a la evaluación de operación a largo plazo de las centrales nucleares existentes y el diseño de nuevas plantas.

En el Laboratorio de Corrosión de Materiales del CIEMAT se ha actualizado un circuito para la realización de ensayos en agua simulada de circuito primario. A este circuito se ha adaptado una máquina servohidráulica para la aplicación de los perfiles de deformación cíclica de los ensayos de fatiga asistida por el ambiente PWR. Se ha desarrollado por completo un *software* para el control del ensayo, tanto de las condiciones de presión y temperatura del agua como de la máquina servohidráulica de ensayo.

Se ha diseñado una probeta de pequeñas dimensiones y ha sido ensayada a fatiga en condiciones PWR, sin que esto haya afectado a los resultados de vida a fatiga [186]. Este tipo de diseño, con dimensiones menores que las requeridas por las normas, podría permitir en un futuro realizar estos ensayos con material irradiado en celdas calientes. Además, debido a la dificultad de medir la deformación sobre la longitud calibrada en condiciones PWR, se ha desarrollado un procedimiento de calibración de la medida de deformación a partir de la instalación de un LVDT que mide el desplazamiento de los hombros de la probeta. Para ello, se ha realizado una primera calibración, a temperatura ambiente, midiendo la relación entre el desplazamiento de un extensómetro en la longitud calibrada y el LVDT situado en los hombros y, posteriormente, se ha aplicado un cálculo mediante elementos finitos para conocer el comportamiento mecánico de la probeta a 300 °C. De este modo se obtiene un factor de relación entre el desplazamiento en los hombros y la deformación aplicada en la longitud calibrada [177], [178].

La campaña experimental ha consistido en la realización de ensayos de fatiga asistida por el ambiente para distintas condiciones de amplitud de deformación, acabado superficial, deformación media, *hold time* y velocidades de deformación. Los resultados de vida a fatiga ( $N_{25}$ ) han sido evaluados frente a las predicciones del NUREG/CR-6909 [65].

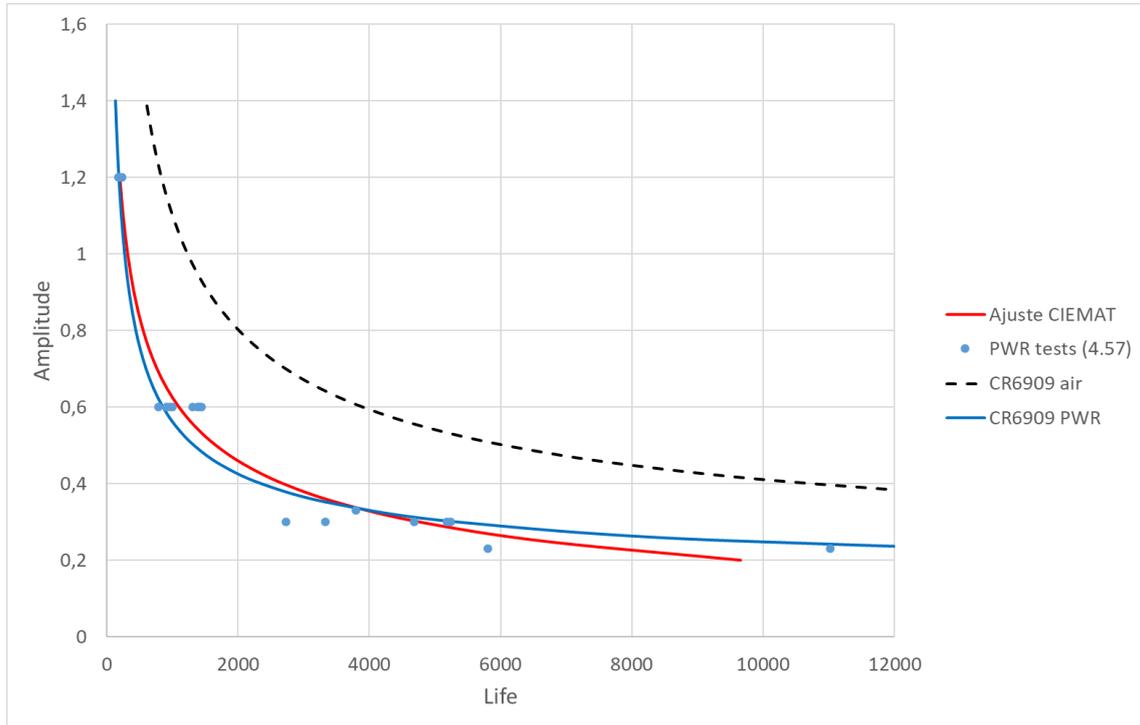
Aunque los resultados obtenidos muestran una vida a fatiga, en número de ciclos, comparable a la estimada mediante el NUREG/CR-6909, se han observado los siguientes efectos:

1. Las probetas ensayadas a menor deformación ( $\leq 0.3\%$ ) tienen una vida a fatiga menor que la esperada, mientras que las probetas ensayadas a mayor deformación (0.6%) tienen una vida mayor.
2. Las probetas pulidas presentan una mayor vida a fatiga que las probetas rugosas.
3. No se ha observado un efecto significativo de empleo de deformación media o de *hold time* durante los ensayos de fatiga ambiental. Esta observación ha sido corroborada en el análisis de los datos mostrados en esta tesis junto al conjunto de datos presentados en el proyecto INCEFA+ [43], [229], [230].

Se puede concluir que la aplicación de un único factor corrector para el efecto del ambiente ( $F_{en}$ ) en todo el rango de deformaciones puede ser impreciso, por lo que se propone el desarrollo de curvas propias de fatiga asistida por el ambiente. La Figura 9.1 muestra un la curva de vida a

fatiga (línea roja, ec. 9.1) generada a partir de los datos experimentales, en comparación con las curvas del NUREG/CR-6909 (para aire y PWR,  $F_{en}=4.57$ ).

$$\ln(N_{25}^{PWR}) = 6.238 - 3.007 \ln(\varepsilon_a + 0.177) \quad \text{ec. 9.1}$$



**Figura 9.1 Resultados de vida a fatiga en PWR ( $F_{en}=4.57$ ), ajuste de datos experimentales y curvas NUREG/CR6909.**

Hay que señalar la alta variabilidad en los ensayos realizados a baja deformación. Esto podría deberse a la estabilidad de la capa de óxido en función de la deformación o a una mayor influencia de la deformación plástica superficial producida durante el mecanizado.

Para las probetas ensayadas a mayor velocidad de deformación (equivalente a un  $F_{en}=2.68$ ) la ecuación para condiciones PWR es la siguiente (ver Figura 6.11):

$$\ln(N_{25}^{PWR}) = 6.973 - 0.865 \ln(\varepsilon_a - 0.228) \quad \text{ec. 9.2}$$

Siguiendo la filosofía del NUREG/CR-6909, que proporciona un único factor ambiental y se aplica a la curva de fatiga obtenida a partir de datos de ensayos en aire para obtener la correspondiente vida a fatiga en PWR, se ha calculado un factor ambiental promedio a partir de los datos experimentales. Como se observa en Tabla 9.1, tanto para velocidades de deformación altas y bajas, el factor ambiental obtenido es menos perjudicial para la vida a fatiga en condiciones PWR que el propuesto por el NUREG/CR-6909. Esto podría justificar una reducción del margen de diseño aplicable a componentes en ambiente PWR.

	NUREG/CR-6909	Factor promedio CIEMAT	
$F_{en}$	4.57	4.11	-10%
	2.68	1.98	-26%

**Tabla 9.1: Resumen de factores ambientales estimados experimentalmente.**

Se han calculado distintos factores ambientales promedio en función del acabado superficial de las probetas. Se puede observar una diferencia de alrededor del 30%, es decir, una probeta

pulida tendrá hasta un 30% más de vida a fatiga que una probeta rugosa. Un resumen de estos resultados se muestra en la Tabla 9.2.

	NUREG/CR-6909	Factor probetas pulidas	Factor probetas rugosas	Diferencia rugosas/pulidas
$F_{en}$	4.57	3.64	4.68	29%
	2.68	1.70	2.26	33%

Tabla 9.2 Factores ambientales en función del acabado superficial obtenidos experimentalmente.

Por otro lado, se ha desarrollado un procedimiento para medir la velocidad de crecimiento de grieta en probetas cilíndricas, que no disponen de entalla o pre-grieta, mediante el uso de la técnica de caída de potencial (DCPD).

A partir de la medida de caída de potencial y del uso de un modelo de crecimiento de grieta en la superficie de fractura se han obtenido medidas de la velocidad de crecimiento de grieta (CGR), que se han comparado con la medida de las estricciones generadas por fatiga en la superficie de fractura y con valores de CGR recogidos en NUREG/CR-6909, como muestran la Figura 9.2 (baja velocidad de deformación) y Figura 9.3 (alta velocidad de deformación).

Para las probetas ensayadas a baja deformación, se ha comprobado que existe una relación lineal entre la velocidad de crecimiento de grieta, estimada mediante la técnica de DCPD, y el factor de forma de los valles de la rugosidad superficial, calculado mediante los parámetros de Abbott-Friestone. Las mayores velocidades de crecimiento de grieta se corresponden con los valles más agudos.

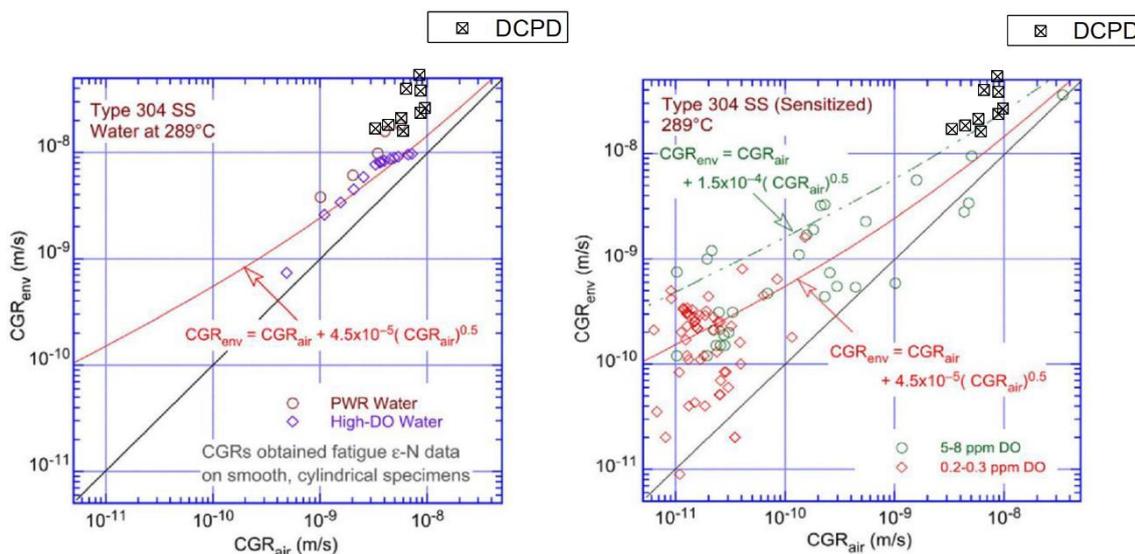


Figura 9.2: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD) en comparación con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 [65]: probetas cilíndricas (izquierda) y probetas CT (derecha).

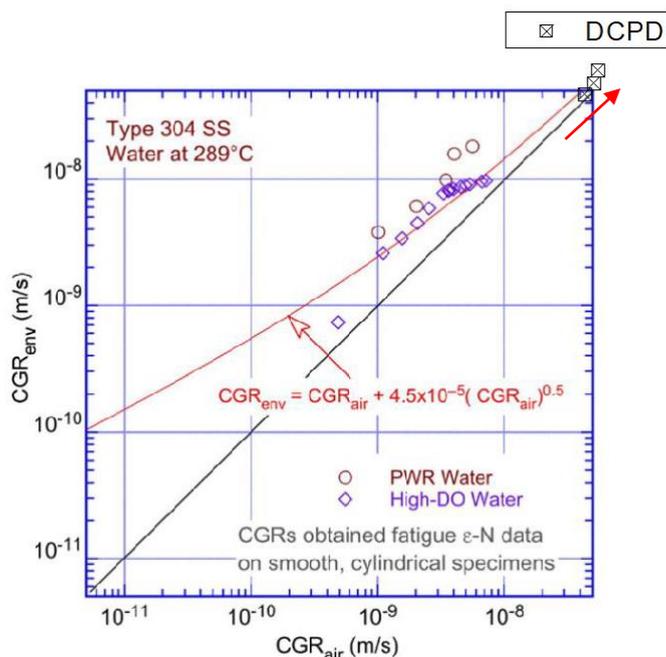


Figura 9.3: Velocidad de crecimiento de grieta (DCPD) en probetas ensayadas a alta velocidad de deformación comparadas con los datos recogidos en NUREG/CR-6909 [65].

Finalmente, se ha realizado una caracterización microestructural de las probetas ensayadas. Por un lado, se ha analizado la superficie de fractura, midiendo los posibles inicios y el perfil del frente de grieta una vez finalizado el ensayo. A continuación, las superficies de fractura se han observado mediante SEM. Algunos detalles observados son:

- Formación de una capa de óxido bien adherida.
- La presencia de inclusiones esperadas (Al/Ti y MnS), no en exceso.
- Desarrollo de estriaciones por fatiga en distintos planos.
- Aparición de múltiples puntos de iniciación de grietas en zonas con mayor deformación localizada.
- Gran presencia de grietas secundarias.

Por otro lado, se ha observado un corte longitudinal de las probetas. Una vez revelada la microestructura se observan claramente las bandas de deformación en los granos y el camino recorrido por las grietas. Respecto a las grietas, no hay un mecanismo predominante, aunque parecen iniciarse transgranulares y luego, una vez avanzados unos pocos granos, progresar transgranularmente con algunas zonas intergranulares.

Además, se ha realizado un análisis por espectroscopia Auger de la capa de óxido formada en la superficie lateral de la longitud calibrada de las probetas. Se ha observado una capa de óxido con estructura tipo dúplex, bien conocida con anterioridad, que está influenciada por el tipo de acabado y la deformación a la que se somete la probeta. Las probetas rugosas presentan menores coeficientes de difusión y el espesor de la capa de óxido disminuye al disminuir la amplitud de deformación.

Para avanzar en el estudio de la fatiga asistida por el ambiente es necesaria la integración de métodos empleados a diferentes escalas: simulaciones mediante elementos finitos, análisis de resultados de ensayos en condiciones de laboratorio, monitorización y evaluación durante la vida de los componentes y, finalmente, análisis *post-mortem* de los elementos sometidos a fatiga.

Algunas de las propuestas concretas que permitirían avanzar en este estudio serían:

1. Ensayar en todo el rango de deformaciones y profundizar en el efecto sobre la vida a fatiga en ambiente PWR de la deformación media y de la aplicación de *hold times*, aplicando distintas configuraciones de frecuencia y duración.
2. Profundizar en el efecto del acabado superficial mediante la realización de ensayos con probetas de una rugosidad intermedia, entre las rugosas y las pulidas ensayadas en este trabajo. Se debería elegir un valor próximo a la rugosidad propia del acabado superficial aplicado a los componentes en servicio.
3. Continuar con el diseño de ensayos de fatiga que se aproximen al verdadero comportamiento que tienen los componentes reales en las centrales:
  - a) Realización de ensayos a escala de componente [231]–[233]. El uso de maquetas representativas de las instalaciones simplificaría el análisis de los efectos interrelacionados.
  - b) Reproducir con más precisión los fenómenos presentes en los componentes, por ejemplo, aplicar cargas cíclicas mediante ondas complejas, ensayos de fatiga termomecánica o el uso de probetas entalladas. La técnica DCPD permitiría seguir la evolución de la grieta cuando las condiciones no sean isoterma y los ciclos de carga sean complejos.
4. Evaluación en profundidad del proceso de iniciación en probetas cilíndricas. Es necesario realizar una medición precisa del tiempo de iniciación para mejorar la estimación de la velocidad de crecimiento de grieta. Para esto, sería necesario realizar ensayos con probetas entalladas o con muescas.

*The aim of this research work is to study the effect of environmentally-assisted fatigue (EAF) in 304L austenitic stainless steel. It is of great importance for its use in nuclear power plants components due to its high corrosion resistance. The results of this work will contribute to a better understanding of this phenomenon and its application to the assessment of long-term operation of existing nuclear power plants and the design of new ones.*

*At the CIEMAT Corrosion Laboratory, a simulated primary water circuit has been refurbished. A servohydraulic machine for mechanical testing has been adapted to perform cyclic strain patterns for EAF tests in PWR environment. A software has been fully developed for the control of the test, both of the pressurized and heated water loop and of the servohydraulic testing machine.*

*A small specimen has been designed and it has been tested under EAF conditions without affecting the fatigue life results [186]. These sub-size specimens could be useful to perform EAF with irradiated material in hot cells in the future. In addition, due to the difficulty of measuring the gauge length strain under PWR conditions, a calibration procedure for the strain measurement was developed. This procedure let measure the gauge length strain using an LVDT on the specimen shoulders, which measures the displacement of the specimen shoulder. For this, a first calibration was carried out at room temperature, measuring the relationship between the displacement of an extensometer on the gauge length and the LVDT fixed on the specimen shoulders. Later, a finite elements model was applied to know the mechanical behaviour of the specimen at 300 °C. This way, a relation factor between shoulders displacement and gauge length strain is obtained [177], [178].*

The experimental programme consisted of carrying out EAF tests with different conditions: strain amplitude, surface finish, mean strain, hold time and strain rate. The fatigue life results ( $N_{25}$ ) have been evaluated against the NUREG/CR-6909 predictions [65].

Although the outcomes show a fatigue life, as number of cycles, comparable to those estimated by NUREG/CR-6909, the following effects have been observed:

1. The specimens tested at lower strain amplitude ( $\leq 0.3\%$ ) have less fatigue life than expected, while the specimens tested at higher deformation (0.6%) have a longer life than predicted.
2. Polished specimens have longer fatigue life than rough specimens.
3. No significant effect of applying mean strain or hold time has been observed during environmental fatigue tests. This observation has been confirmed in this thesis data analysis together with the whole data presented in the INCEFA+ project [43], [229].

It can be concluded that the application of a single environmental correction factor ( $F_{en}$ ) for the effect of the environment in the full range of strain amplitudes may be imprecise, this is why the development of EAF curves for PWR is proposed. Figure 9.1 shows a S-N curve (red line, eq. 9.1) generated from the experimental data, in comparison with the NUREG/CR-6909 curves (for air and PWR,  $F_{en}=4.57$ ).

$$\ln(N_{25}^{PWR}) = 6.238 - 3.007 \ln(\varepsilon_a + 0.177)$$

eq. 9.1

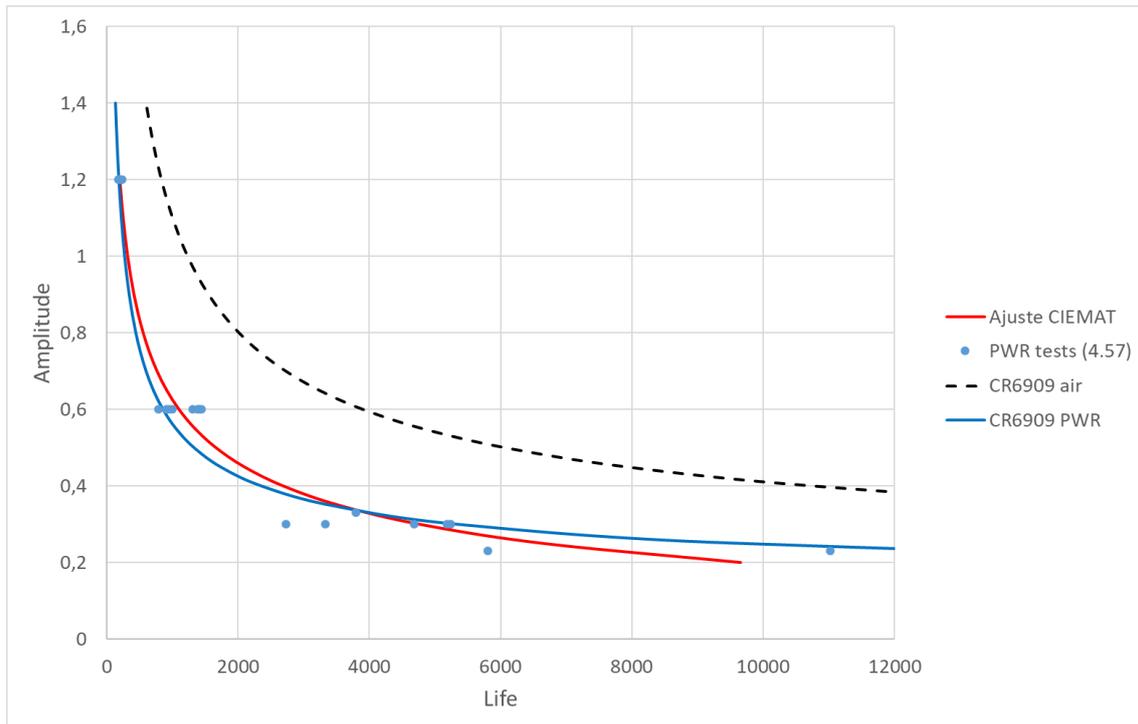


Figure 9.1: Fatigue life results in PWR ( $F_{en}=4.57$ ), experimental data fitting and NUREG/CR6909 curves.

It should be noted the high variability in the low strain tests. This could be due to the stability of the oxide layer as a function of the deformation or to a greater influence of the superficial plastic deformation produced during machining.

For those specimens tested at a higher strain rate (equivalent to  $F_{en}=2.68$ ), the PWR environment equation is as follows (see Figure 6.11):

$$\ln(N_{25}^{PWR}) = 6.973 - 0.865 \ln(\epsilon_a - 0.228) \tag{eq. 9.2}$$

In addition, following the NUREG/CR-6909 philosophy, which provides a single environmental factor and, then, it is applied to the air fatigue curve to get the suitable fatigue life in PWR, an average environmental factor from the experimental data has been calculate. As shown in Table 9.1, both for high and low strain rates, the obtained environmental factors are less detrimental to the fatigue life in PWR conditions than those estimated by NUREG/CR-6909. This could justify a reduction in the applicable environmental margin to nuclear power components.

	NUREG/CR-6909	Average factor CIEMAT	
$F_{en}$	4.57	4.11	-10%
	2.68	1.98	-26%

Table 9.1: Summary of environmental factors calculated from experimental results.

Different average environmental factors have been calculated based on the specimen surface finishing. A difference of around 30% can be observed, that is, a polished specimen will have up to 30% higher fatigue life than a rough specimen. A summary of these results is shown in Table 9.2.

	NUREG/CR-6909	Polished spec. Factor	Rough spec. Factor	Ratio rough/polished
$F_{en}$	4.57	3.64	4.68	29%
	2.68	1.70	2.26	33%

Table 9.2: Environmental factor as function of specimen surface finishing.

Furthermore, a procedure to measure the crack growth rate (CGR) in solid bar specimens, with no notch or pre-crack, has been developed by using direct current potential drop (DCPD) technique.

From the measurement of the DCPD signal and using a crack growth model of the fracture surface, measurements of the crack growth rates have been obtained. These CGRs estimations have been compared to the fatigue striations spacing on the fracture surface and to CGR values gathered in NUREG/CR-6909, as shown in Figure 9.2 (low strain rate) and Figure 9.3 (high strain rate).

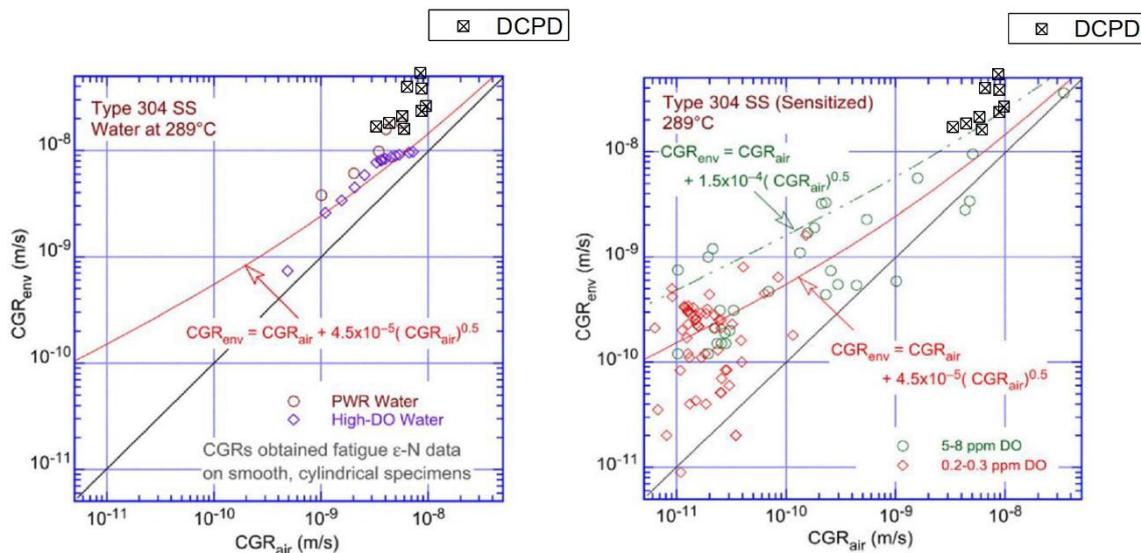
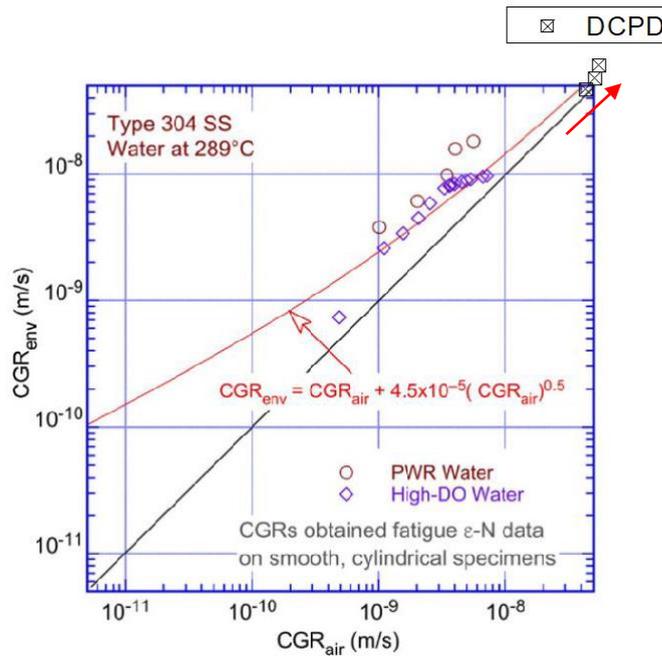


Figure 9.2: CGR (low strain rate) by DCPD compared to NUREG/CR-6909 data [65]: solid bar specimens (left side) and CT specimens (right side).



**Figure 9.3: CGR (high strain rate) by DCPD compared to NUREG/CR-6909 data [65] of solid bar specimens.**

For low strain rate tests, it has been found a linear relationship between CGR, by DCPD technique, and the valleys shape factor, assessed using the Abbott-Firestone parameters. The highest CGRs correspond to the sharpest valleys.

Finally, a microstructural characterization of the tested specimens has been carried out. The fracture surface has been analysed, measuring the likely crack initiations and the final crack length. The fracture surfaces were then observed by SEM. Some observed details are:

- The formation of a well adhered oxide layer.
- The presence of expected inclusions (Al/Ti and MnS), not in excess.
- Development of fatigue striations in different planes.
- Multiple fatigue crack initiations in localized high strain areas.
- Large amount of secondary cracks.

On the other hand, an axial cut of the specimen gauge sections has been analysed. Once the microstructure is revealed, the permanent slip bands in grains and the crack paths are clearly observed. Regarding to the cracks, there is no predominant mechanism, although they seem to start transgranular and then, once the cracks have gone through a few grains, cracks develop transgranular with some intergranular areas.

In addition, a quantitative analysis by Auger electron spectroscopy of the oxide layer formed on the gauge length lateral surface has been carried out. The well-known duplex oxide layer has been observed, which is influenced by the type of surface finish and the strain amplitude. Rough surface has lower diffusion coefficients and the oxide layer thickness decreases as the strain amplitude does.

To advance in the study of environmentally-assisted fatigue, the integration of methods used at different scales is necessary: simulations using finite elements, analysing the laboratory-scale results, monitoring and evaluation of the fatigue effect during the components lifetime and, finally, the post-mortem analysis of the components subjected to fatigue.

*Some of the specific proposals that would allow for progressing in this study could be:*

- 1. Testing the full range of strain amplitudes. To go in depth in the effect on environmental fatigue life of the mean strain and hold times by applying different frequency and hold length settings.*
- 2. Delving into the effect of the surface finishing by carrying out tests with an intermediate roughness, between the rough and the polished ones tested in this work. This new roughness value should be close to the components in service surface finishing.*
- 3. Progressing in the design of experiments that bring the fatigue tests closer to the true behaviour of the real components in power plants:*
  - a) Carrying out component-scale environmental fatigue tests [231]–[233]. The use of representative mock-ups of the components would simplify the analysis of the interrelated effects.*
  - b) More precisely reproduction of the fatigue phenomena presents in components, for example, by applying complex loading waveforms, thermomechanical fatigue tests or using notched specimens. The DCPD technique would allow to follow the crack propagation when the conditions are non-isothermal and loading cycles are complex.*
- 4. In-depth evaluation of the crack initiation process in solid bar specimens. An accurate measurement of the initiation time is necessary to improve the CGR assessment. For this, it would be necessary to carry out tests of specimens with notches or controlled surface imperfections.*

Esta página ha sido intencionalmente dejada en blanco.

## Bibliografía

- [1] P. L. Andresen *et al.*, “NUREG/CR-6923; Expert Panel Report on Proactive Materials Degradation Assessment,” 2007.
- [2] S. Nouraei, D. Tice, D. M. Wright, and J. Quinta Da Fonseca, “Towards a mechanistic understanding of the influence of thermo-mechanical treatment on crack initiation in high temperature PWR environments,” in *16th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System-Water Reactors*, 2013.
- [3] O. K. Chopra and G. L. Stevens, “NUREG/CR-6909,Rev.1; ANL-12/60; Effect of LWR Coolant Environments on the Fatigue Life of Reactor Materials. Draft Report for Comment,” 2014.
- [4] IAEA-PRIS, “Operational & Long-Term Shutdown Reactors,” *IAEA-Power Reactor Information System*, 2020. [Online]. Available: <https://pris.iaea.org/PRIS/WorldStatistics/OperationalReactorsByRegion.aspx>.
- [5] IEA, “World Energy Balances: Overview,” *Statistic report - July 2020*, 2020. [Online]. Available: <https://www.iea.org/reports/world-energy-balances-overview>.
- [6] M. M. Abu-Khader, “Recent advances in nuclear power: A review,” *Prog. Nucl. Energy*, vol. 51, no. 2, pp. 225–235, Mar. 2009, doi: 10.1016/j.pnucene.2008.05.001.
- [7] U.S. Energy Information Administration, “U.S. nuclear energy,” 2020. [Online]. Available: <https://www.eia.gov/energyexplained/nuclear/us-nuclear-industry.php>.
- [8] U.S. Department of Energy, “Light Water Reactor Sustainability,” 2020. [Online]. Available: <https://lwrs.inl.gov/SitePages/GroupedReports.aspx?ReportCategory=MaterialsResearch>.
- [9] U.S. Nuclear Regulatory Commission, “Status of Initial License Renewal Applications and Industry Initiatives,” 2020. [Online]. Available: <https://www.nrc.gov/reactors/operating/licensing/renewal/applications.html>.
- [10] Red Eléctrica de España, “El sistema eléctrico español. Avance 2020,” Madrid, Spain, 2021.
- [11] Foro Nuclear, “Resultados nucleares de 2020 y perspectivas de futuro,” Madrid, Spain, 2021.
- [12] Foro de la Industria Nuclear Española, “Infografías: Mapa de las instalaciones nucleares en España,” *Foro Nuclear*, 2019. [Online]. Available: <https://www.foronuclear.org/recursos/infografias/mapa-de-las-instalaciones-nucleares-en-espana/>.
- [13] Ministerio de Industria Energía y Turismo, “Orden IET/1302/2013, de 5 de julio, por la que declara el cese definitivo de la explotación de la central nuclear de Santa María de Garoña.” BOE, Madrid, 2013.
- [14] Ministerio de Industria Energía y Turismo, “Orden IET/2101/2014, de 3 de noviembre, por la que se concede la renovación de la autorización de explotación de la central nuclear Trillo I.” BOE, Madrid, 2014.
- [15] Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico, “Orden TED/773/2020, de 23 de julio, por la que concede la renovación de la autorización de explotación de la

- Central Nuclear de Almaraz, Unidades I y II.” BOE, Madrid, 2020.
- [16] Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico, “Orden TED/774/2020, de 23 de julio, por la que concede la renovación de la autorización de explotación de la Central Nuclear de Vandellós II.” BOE, Madrid, 2020.
- [17] Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico, “Plan Nacional Integrado de Energía y Clima 2021-2030,” Madrid, 2020.
- [18] Euratom Supply Agency, “Annual Report 2019,” Luxembourg, 2019.
- [19] M. Planelles, “Nucleares cuarentonas con el permiso del Gobierno,” *El País*, Madrid, 17-Aug-2020.
- [20] Nuclear Power for Everybody, “Nuclear Power Plant,” *www.nuclear-power.net*, 2020. [Online]. Available: <http://www.nuclear-power.net/nuclear-power-plant/>.
- [21] M. Bakirov, “Impact of operational loads and creep, fatigue and corrosion interactions on nuclear power plant systems, structures and components (SSC),” in *Understanding and Mitigating Ageing in Nuclear Power Plants*, P. G. Tipping, Ed. Woodhead, 2010, pp. 146–188.
- [22] U.S. Nuclear Regulatory Commission, “Status of Subsequent License Renewal Applications,” 2020. [Online]. Available: <https://www.nrc.gov/reactors/operating/licensing/renewal/subsequent-license-renewal.html>.
- [23] IEA and NEA, “Projected Costs of Generating Electricity 2020 Edition,” OECD, Paris, France, 2020.
- [24] IAEA, “Operating Experience with Nuclear Power Stations in Member States (2020 Edition),” Vienna, 2020.
- [25] IAEA, “Climate Change and Nuclear Power 2020,” Vienna, 2020.
- [26] The Council of the European Union, “Council Directive 2014/87/Euratom of 8 July 2014 amending Directive 2009/71/Euratom establishing a Community framework for the nuclear safety of nuclear installations.” Official Journal of the European Union, 2014.
- [27] ASME, “Nuclear Boiler and Pressure Vessel Code - Section III, edition with 2009 Addendum.” American Society of Mechanical Engineers, New York, NY, USA, 2007.
- [28] T. Poulain, J. Mendez, G. Henaff, and L. DE Baglion, “Influence of Surface Finish in Fatigue Design of Nuclear Power Plant Components,” *Procedia Eng.*, vol. 66, pp. 233–239, 2013, doi: 10.1016/j.proeng.2013.12.078.
- [29] G. L. Wire, T. R. Leax, and J. T. Kandra, “Mean stress and environmental effects on fatigue in Type 304 stainless steel,” *Am. Soc. Mech. Eng. Press. Vessel. Pip. Div. PVP*, vol. 386, pp. 213–228, 1999.
- [30] JNES, “Environmental Fatigue Evaluation Method for Nuclear Power Plants, JNES-SS-1005,” 2011.
- [31] U. Krupp, *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys*. Wiley, 2007.
- [32] J. Schijve, *Fatigue of Structures and Materials*. Dordrecht: Springer Netherlands, 2009.
- [33] J. Solin, S. Reese, H. E. Karabaki, and W. Mayinger, “Fatigue Performance of Stabilized Austenitic Stainless Steels: Experimental Investigations Respecting Operational Relevant

Conditions Like Temperature and Hold Time Effects,” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2013, no. PVP2013-97502, p. 7, doi: 10.1115/PVP2013-97502.

- [34] T. Métais, S. Courtin, P. Genette, L. De Baglion, C. Gourdin, and J.-C. Le Roux, “Overview of French Proposal of Updated Austenitic SS Fatigue Curves and of a Methodology to Account for EAF,” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2015, no. PVP2015-45158, p. 11, doi: 10.1115/PVP2015-45158.
- [35] H.-P. Seifert, S. Ritter, P. Spätig, J. Bai, and S. Roychowdhury, “Safe Long-Term Operation in the Context of Environmental Effects on Fracture, Fatigue and Environmentally-Assisted Cracking. Final Report of the SAFE-I Project; PSI Report No.15-03,” Villigen (Switzerland), 2015.
- [36] H.-P. Seifert *et al.*, “Safe Long-Term Operation in the Context of Environmental Effects on Fracture, Fatigue and Environmentally-Assisted Cracking. Final Report of the SAFE-II Project; PSI Report No.18-03,” Villigen (Switzerland), 2018.
- [37] M. Kamaya, “Environmental effect of PWR primary water on fatigue life of stainless steel (influence of loading rate on fatigue life reduction),” *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 43, no. 11, pp. 2571–2581, Nov. 2020, doi: 10.1111/ffe.13277.
- [38] INCEFA-PLUS, “INCEFA-PLUS project public website,” 2015. [Online]. Available: <https://incefaplus.unican.es/>.
- [39] K. Mottershead, T. Métais, D. Tice, M. Bruchhausen, S. Cicero, and N. Platts, “INCEFA-PLUS (Increasing safety in nuclear power plants by covering gaps in environmental fatigue assessment),” in *American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP*, 2016, vol. 1A-2016, doi: 10.1115/PVP2016-63149.
- [40] K. Mottershead, M. Bruchhausen, T. Métais, S. Cicero, and D. Tice, “INCEFA-PLUS (Increasing Safety in Nuclear Power Plants by Covering Gaps in Environmental Fatigue Assessment),” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2017, doi: 10.1115/PVP2017-65256.
- [41] K. Mottershead, M. Bruchhausen, S. Cuvilliez, and S. Cicero, “INCEFA-PLUS: Increasing Safety in NPPs by Covering Gaps in Environmental Fatigue Assessment,” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2018, doi: 10.1115/PVP2018-84034.
- [42] K. Mottershead, M. Bruchhausen, S. Cicero, and S. Cuvilliez, “INCEFA-PLUS: Increasing Safety in NPPs by Covering Gaps in Environmental Fatigue Assessment,” in *Volume 1: Codes and Standards*, 2019, doi: 10.1115/PVP2019-93276.
- [43] K. Mottershead, M. Bruchhausen, S. Cicero, and S. Cuvilliez, “INCEFA-PLUS: Increasing Safety in NPPs by Covering Gaps in Environmental Fatigue Assessment,” in *American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP*, 2020, doi: 10.1115/pvp2020-21220.
- [44] European Commission, “INCEFA-PLUS: INcreasing Safety in NPPs by Covering gaps in Environmental Fatigue Assessment,” *CORDIS*. 2015.
- [45] D. Tice, D. Green, and A. Toft, “Environmentally Assisted Fatigue Gap Analysis and Roadmap for Future Research: Gap Analysis Report,” EPRI, Palo Alto, CA, USA, Tech. Rep. 1023012, 2011.
- [46] D. Tice, D. Green, and A. Toft, “Environmentally Assisted Fatigue Gap Analysis and Roadmap for Future Research: Roadmap,” EPRI, Palo Alto, CA, USA, Tech. Rep. 1026724, 2012.

- [47] T. Austin, L. Lin, and T. Métais, "Standards-Based Technologies for Exchanging Fatigue Test Data," in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2018, doi: 10.1115/PVP2018-84610.
- [48] Joint Research Center, "ODIN Portal - MatDB." 2020.
- [49] M. Bruchhausen, "Collection of fatigue data from the INCEFA+ project, version 1.0." European Commission-Joint Research Center, 2020, doi: <http://dx.doi.org/10.5290/50>.
- [50] M. Vankeerberghen *et al.*, "Ensuring Data Quality for Environmental Fatigue: INCEFA-PLUS Testing Procedure and Data Evaluation," in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2018, doi: 10.1115/PVP2018-84081.
- [51] D. Tice, A. McLennan, and P. Gill, "Environmentally assisted fatigue (EAF) knowledge gap analysis: Update and revision of the EAF knowledge gaps," EPRI, Palo Alto, CA, USA, Tech. Rep. 3002013214, 2018.
- [52] O. Cronvall and I. Männistö, "Applications concerning OECD Pipe Failure Database OPDE," Espoo, 2011.
- [53] M. A. Miner, "Cumulative Damage in Fatigue," *J. Appl. Mech.*, vol. 12, 1945.
- [54] J. Lapeña, "Environmentally Assisted Fatigue," *IAEA Training Workshop on Assessment of Degradation Mechanisms of Primary Components in Water Cooled Nuclear Reactors: Current Issues and Future Challenges*. CIEMAT, Madrid, Spain, 2014.
- [55] U.S. Nuclear Regulatory Commission, "Regulatory Guide 1.207; Guidelines for evaluating Fatigue Analyses incorporating the life reduction of Metal Components due to the effects of Light-Water Reactor Water Environment for new Recators," US-NRC, New York, NY, USA, 2007.
- [56] R. Tregoning, "Regulatory Guide 1.207,Rev.1; Guidelines for evaluating the effects of Light-Water Reactor Water Environments in Fatigue Analyses of Metal Components," US-NRC, New York, NY, USA, 2018.
- [57] O. K. Chopra, "Development of a Fatigue Design Curve for Austenitic Stainless Steels in LWR Environments: A Review," in *Pressure Vessel and Piping Codes and Standards*, 2002, pp. 119–132, doi: 10.1115/PVP2002-1229.
- [58] G. Henaff, G. Odemer, and A. Tonneau-Morel, "Environmentally-assisted fatigue crack growth mechanisms in advanced materials for aerospace applications," *Int. J. Fatigue*, vol. 29, no. 9–11, Sep. 2007, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2007.03.014.
- [59] B. T. Lu, J. L. Luo, and P. R. Norton, "Environmentally assisted cracking mechanism of pipeline steel in near-neutral pH groundwater," *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 5, May 2010, doi: 10.1016/j.corosci.2010.02.020.
- [60] K. Shemtov-Yona and D. Rittel, "Fatigue failure of dental implants in simulated intraoral media," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 62, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.05.028.
- [61] I. Samusawa, K. Shiotani, and C. Kami, "The influence of cyclic load on environmentally assisted cracking of carbon steel in simulated fuel grade ethanol," *Corros. Sci.*, vol. 108, Jul. 2016, doi: 10.1016/j.corosci.2016.02.039.
- [62] P. A. González-Gómez, J. Gómez-Hernández, J. V. Briongos, and D. Santana, "Fatigue analysis of the steam generator of a parabolic trough solar power plant," *Energy*, vol. 155, Jul. 2018, doi: 10.1016/j.energy.2018.04.193.

- [63] H. Solomon, C. Amzallag, A. Vallee, and R. Lair, "Influence of Mean Stress on the Fatigue Behavior of 304L SS in Air and PWR Water," *Am. Soc. Mech. Eng. Press. Vessel. Pip. Div. PVP*, vol. 1, no. PVP2005-71064, 2005, doi: 10.1115/PVP2005-71064.
- [64] J. Solin, S. Reese, and W. Mayinger, "Long Life Fatigue Performance of Stainless Steel," *Am. Soc. Mech. Eng. Press. Vessel. Pip. Div. PVP*, vol. 3, no. PVP2011-57942, pp. 675–683, Jan. 2011, doi: 10.1115/PVP2011-57942.
- [65] O. K. Chopra and G. L. Stevens, "NUREG/CR-6909, Rev.1; Effect of LWR Water Environments on the Fatigue Life of Reactor Materials. Final Report," 2018.
- [66] ASTM, "E1823-13, Standard terminology relating to fatigue and fracture testing," *ASTM International*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2013.
- [67] S. Suresh, *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 1998.
- [68] W. A. J. Albert, "Über Treibseile am Harz," *Arch. für Mineral. Geognosie Bergbau und Hüttenkd.*, vol. 10, p. 215, 1838.
- [69] W. J. M. Rankine, "On the causes of the unexpected breakage of the journals of railway axles; and on the mean of preventing such accidents by observing the law of continuity in their construction," *J. Franklin Inst.*, vol. 36, no. 3, pp. 178–180, 1843, doi: 10.1016/s0016-0032(43)91062-2.
- [70] J. A. Ewing and J. C. W. Humfrey, "The fracture of metals under repeated alternations of stress," *Proc. R. Soc. London*, vol. 71, no. 467–476, pp. 79–79, Jun. 1903, doi: 10.1098/rspl.1902.0065.
- [71] A. Wöhler, "Über die Festigkeitsversuche mit Eisen und Stahl," *Zeitschrift für Bauwes.*, vol. 20, pp. 73–106, 1870.
- [72] H. J. Gough and D. Hanson, "The behaviour of metals subjected to repeated stresses," *Proc. R. Soc. London. Ser. A, Contain. Pap. a Math. Phys. Character*, vol. 104, no. 727, pp. 538–565, 1923, doi: 10.1098/rspa.1923.0125.
- [73] S. S. Manson, "Behavior of Materials Under Conditions of Thermal Stress," Cleveland, 1954.
- [74] G. R. Irwin, "Analysis of Stresses and Strains near the End of a crack Trav-ersing a Plate," *J. Appl. Mech.*, vol. 24, pp. 361–364, 1957.
- [75] P. C. Paris, M. P. Gomez, and W. E. Anderson, "A rational analytic theory of fatigue," *Trend Eng.*, vol. 13, no. 1, pp. 9–14, 1961.
- [76] P. C. Paris and F. Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws," *J. Basic Eng. Trans. Am. Soc. Mech. Eng.*, pp. 528–534, 1963.
- [77] W. Elber, "Fatigue crack closure under cyclic tension," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 2, no. 2, pp. 37–45, 1970.
- [78] S. Pearson, "Initiation of fatigue cracks in commercial aluminium alloys and the subsequent propagation of very short cracks," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 7, pp. 235–247, 1975.
- [79] H. Kitagawa and S. Takahashi, "Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage," *Proc 2nd Int conf mech Behav. mater - ICM2*, pp. 627–31, 1976.
- [80] F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud, "Intergranular and intragranular behavior

of polycrystalline aggregates. Part 1: FE model," *Int. J. Plast.*, 2001.

- [81] F. Barbe, S. Forest, and G. Cailletaud, "Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 2: Results," *Int. J. Plast.*, vol. 17, no. 4, pp. 537–563, 2001, doi: 10.1016/S0749-6419(00)00062-0.
- [82] A. Zeghadi, F. N'guyen, S. Forest, A.-F. Gourgues, and O. Bouaziz, "Ensemble averaging stress–strain fields in polycrystalline aggregates with a constrained surface microstructure – Part 1: anisotropic elastic behaviour," *Philos. Mag.*, vol. 87, no. 8–9, pp. 1401–1424, Mar. 2007, doi: 10.1080/14786430601009509.
- [83] D. L. McDowell and F. P. E. Dunne, "Microstructure-sensitive computational modeling of fatigue crack formation," *Int. J. Fatigue*, vol. 32, no. 9, pp. 1521–1542, Sep. 2010, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2010.01.003.
- [84] J. Schwartz *et al.*, "Fatigue Initiation Modeling of 316LN Steel Based on Nonlocal Plasticity Theory," *J. ASTM Int.*, vol. 7, no. 7, p. 102552, 2010, doi: 10.1520/JAI102552.
- [85] R. I. Stephens, A. Fatemi, R. R. Stephens, and H. O. Fuch, *Metal Fatigue In Engineering*, 2nd Editio. Wiley India, 2013.
- [86] J. Lemaitre and R. Desmorat, "High Cycle Fatigue," in *Engineering Damage Mechanics*, Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2005, pp. 277–319.
- [87] J. Lemaitre and R. Desmorat, "Low Cycle Fatigue," in *Engineering Damage Mechanics*, 2005, pp. 191–231.
- [88] J. Schijve, "Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art," *Int. J. Fatigue*, vol. 25, no. 8, pp. 679–702, Aug. 2003, doi: 10.1016/S0142-1123(03)00051-3.
- [89] F. C. Campbell, *Elements of metallurgy and engineering alloys*, vol. #05224G. 2008.
- [90] L. De Baglion and J. Mendez, "Low cycle fatigue behavior of a type 304L austenitic stainless steel in air or in vacuum, at 20 °C or at 300 °C: Relative effect of strain rate and environment," *Procedia Eng.*, vol. 2, no. 1, pp. 2171–2179, Apr. 2010, doi: 10.1016/j.proeng.2010.03.233.
- [91] J. Polák, K. Obrtlín, and M. Hájek, "Cyclic plasticity in type 316L austenitic stainless steel," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 17, no. 7, pp. 773–782, Jul. 1994, doi: 10.1111/j.1460-2695.1994.tb00808.x.
- [92] K. S. Ravichandran, Y. Murakami, and R. Ritchie, *Small Fatigue Cracks:Mechanics, Mechanisms and Applications*, 1st Editio. Elsevier Science, 1999.
- [93] K. Basu, M. Das, D. Bhattacharjee, and P. C. Chakraborti, "Effect of grain size on austenite stability and room temperature low cycle fatigue behaviour of solution annealed AISI 316LN austenitic stainless steel," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 23, no. 11, pp. 1278–1284, Nov. 2007, doi: 10.1179/174328407X179575.
- [94] M. Ménard, J. M. Olive, A.-M. Brass, and I. Aubert, "Effects of hydrogen charging on surface slip band morphology of a type 316L stainless steel," in *Environment-Induced Cracking of Materials*, Elsevier, 2008, pp. 179–188.
- [95] A. J. McEvily, J. González, and J. M. Hallen, "Dislocation substructures at fatigue crack tips of 304 stainless steel cycled in air or vacuum," *Scr. Mater.*, vol. 35, pp. 761–765, 1996.
- [96] C. Robertson, M. . Fivel, and A. Fissolo, "Dislocation substructure in 316L stainless steel

- under thermal fatigue up to 650 K," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 315, no. 1–2, pp. 47–57, Sep. 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01201-1.
- [97] C. Garcia, "Caractérisation microstructurale d'aciers inoxydables austénitiques (304L) sollicités en fatigue," 2006.
- [98] B. D. Miller and T. W. Webb, "Understanding the effect of crack tip deformation on fatigue crack growth behavior in 300-series austenitic stainless steel," *Int. J. Fatigue*, vol. 125, pp. 261–270, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2019.03.045.
- [99] A. F. Armas, C. Petersen, R. Schmitt, M. Avalos, and I. Alvarez-Armas, "Mechanical and microstructural behaviour of isothermally and thermally fatigued ferritic/martensitic steels," *J. Nucl. Mater.*, vol. 307–311, pp. 509–513, Dec. 2002, doi: 10.1016/S0022-3115(02)01086-3.
- [100] Y. Li and C. Laird, "Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 1: single crystals fatigued at intermediate strain amplitude," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 186, no. 1–2, pp. 65–86, Oct. 1994, doi: 10.1016/0921-5093(94)90306-9.
- [101] P. Peralta *et al.*, "Fatigue crack nucleation in metallic materials," Los Alamos, NM, Apr. 1999.
- [102] B. Künkler, O. Düber, P. Köster, U. Krupp, C.-P. Fritzen, and H.-J. Christ, "Modelling of short crack propagation – Transition from stage I to stage II," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 75, no. 3–4, pp. 715–725, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.engfracmech.2007.02.018.
- [103] H. P. Seifert, S. Ritter, and H. J. Leber, "Corrosion fatigue initiation and short crack growth behaviour of austenitic stainless steels under light water reactor conditions," *Corros. Sci.*, vol. 59, pp. 20–34, Jun. 2012, doi: 10.1016/j.corsci.2012.02.008.
- [104] A. F. Blom, A. Hedlund, W. Zhao, A. Fathulla, and B. Weiss, "Short Fatigue Crack Growth in Al 2024 and Al 7475," Washington, D. C., 1985.
- [105] D. J. Gavenda, P. R. Luebbers, and O. K. Chopra, "Crack initiation and crack growth behavior of carbon and low-alloy steels," Argonne, IL, Jan. 1997.
- [106] R. Scott, P. Combrade, A. Roth, R. Kilian, P. L. Andresen, and Y. Kim, "Status Review of Initiation of Environmentally Assisted Cracking and Short Crack Growth," EPRI, Palo Alto, CA, USA, Tech. Report 1011788, 2005.
- [107] M. D. Sangid, "The physics of fatigue crack initiation," *Int. J. Fatigue*, vol. 57, pp. 58–72, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2012.10.009.
- [108] R. Fujikawa, S. Abe, T. Nakamura, and M. Kamaya, "Influence of PWR Environment on Fatigue Crack Initiation and Growth of Type 316 Stainless Steel," in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2015, doi: 10.1115/PVP2015-45812.
- [109] A. Hojná, "Environmentally Assisted Cracking Initiation in High-Temperature Water," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 2, p. 199, Jan. 2021, doi: 10.3390/met11020199.
- [110] O. K. Chopra, W. J. Shack, and J. Muscara, "Mechanism of Fatigue Crack Initiation in Austenitic Stainless Steels in Light Water Reactor Environments," in *17th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT17)*, 2003, p. 8.
- [111] Y. Lehericy and J. Mendez, "Effect of low cycle fatigue damage on the residual fatigue strength of a 304L austenitic stainless steel," in *9th International Fatigue Congress*, 2006.
- [112] P. C. Paris, "The fracture mechanics approach to fatigue," in *Tenth Sagamore Conference*,

1965.

- [113] ASTM, "E647-00, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates," *ASTM International*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2000.
- [114] T. Allen, J. Busby, M. Meyer, and D. Petti, "Materials challenges for nuclear systems," *Mater. Today*, vol. 13, no. 12, pp. 14–23, Dec. 2010, doi: 10.1016/S1369-7021(10)70220-0.
- [115] S. J. Zinkle and G. S. Was, "Materials challenges in nuclear energy," *Acta Mater.*, vol. 61, no. 3, Feb. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2012.11.004.
- [116] J. de D. Sánchez Zapata, "Química de primario en centrales PWR," in *Máster en Ingeniería Nuclear y Aplicaciones*, CIEMAT and Universidad Autónoma de Madrid, Eds. Madrid: CIEMAT, 2014, p. 19.
- [117] Westinghouse Nuclear Española, *Descripción del SNGV Westinghouse*. Madrid: Westinghouse Nuclear Española, 1983.
- [118] Chemistry Software, "Eh-pH Diagrams - Pourbaix." Chemistry Software, Houston, TX, USA, 2014.
- [119] S. Takaya, T. Suzuki, Y. Matsumoto, K. Demachi, and M. Uesaka, "Estimation of stress corrosion cracking sensitivity of type 304 stainless steel by magnetic force microscope," *J. Nucl. Mater.*, vol. 327, no. 1, pp. 19–26, 2004, doi: 10.1016/j.jnucmat.2004.01.016.
- [120] S. Takaya and K. Miya, "Application of magnetic phenomena to analysis of stress corrosion cracking in welded part of stainless steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 161, no. 1-2 SPEC. ISS., pp. 66–74, 2005, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2004.07.017.
- [121] R. E. Williford, C. F. Windisch, and R. H. Jones, "In situ observations of the early stages of localized corrosion in Type 304 SS using the electrochemical atomic force microscope," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 288, no. 1, pp. 54–60, 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00883-2.
- [122] M. N. Gussev and K. J. Leonard, "In situ SEM-EBSD analysis of plastic deformation mechanisms in neutron-irradiated austenitic steel," *J. Nucl. Mater.*, vol. 517, pp. 45–56, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.jnucmat.2019.01.034.
- [123] M. Herbig *et al.*, "3-D growth of a short fatigue crack within a polycrystalline microstructure studied using combined diffraction and phase-contrast X-ray tomography," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 2, pp. 590–601, 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2010.09.063.
- [124] N. Limodin *et al.*, "3D X-ray Microtomography Volume Correlation to Study Fatigue Crack Growth," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 13, no. 3, pp. 186–193, Mar. 2011, doi: 10.1002/adem.201000235.
- [125] J. Réthoré, N. Limodin, J.-Y. Buffière, S. Roux, and F. Hild, "Three-dimensional Analysis of Fatigue Crack Propagation using X-Ray Tomography, Digital Volume Correlation and Extended Finite Element Simulations," *Procedia IUTAM*, vol. 4, pp. 151–158, 2012, doi: 10.1016/j.piutam.2012.05.017.
- [126] L. Babout, T. J. Marrow, D. Engelberg, and P. J. Withers, "X-ray microtomographic observation of intergranular stress corrosion cracking in sensitised austenitic stainless steel," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 22, no. 9, pp. 1068–1075, 2006, doi: 10.1179/174328406X114090.

- [127] M. Higuchi, "Comparison of Environmental Fatigue Evaluation Methods in LWR Water," in *Volume 1: Codes and Standards*, 2008, pp. 141–151, doi: 10.1115/PVP2008-61087.
- [128] N. Platts, D. Tice, K. Mottershead, L. McIntyre, and F. Scenini, "Effects of material composition on corrosion fatigue crack growth of austenitic stainless steels in high temperature water," in *15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors 2011*, 2011, vol. 1, pp. 534–552, doi: 10.1007/978-3-319-48760-1\_34.
- [129] L. De Baglion, J. Mendez, J.-A. Le Duff, and A. Lefrancois, "Influence of PWR Primary Water on LCF Behavior of Type 304L Austenitic Stainless Steel at 300°C: Comparison With Results Obtained in Vacuum or in Air," in *Volume 3: Design and Analysis*, 2012, pp. 463–472, doi: 10.1115/PVP2012-78767.
- [130] M. Kamaya, "Environmental effect on fatigue strength of stainless steel in PWR primary water – Role of crack growth acceleration in fatigue life reduction," *Int. J. Fatigue*, vol. 55, pp. 102–111, Oct. 2013, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2013.05.008.
- [131] K. Mottershead, D. Tice, and J. Stairmand, "Environmentally-Assisted Fatigue Assessment - The European view of the State of the Art for stainless steels in LWR environments," in *SMiRT 23 Conference*, 2015, p. 10.
- [132] T. Métais, N. Prompt, and F. Beaud, "Summary of Methods for Analyzing Fatigue Databases and Resulting Fatigue Models," EDF, Lyon, France, D305915019794, 2017.
- [133] S. Cicero, T. Metais, Y. Voloshyna, S. Cuvilliez, S. Arrieta, and R. Cicero, "Environmental fatigue analysis of nuclear structural components: Assessment procedures, loads, and a case study," *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 5, 2020, doi: 10.3390/met10050609.
- [134] M. Higuchi and K. Iida, "Fatigue strength correction factors for carbon and low-alloy steels in oxygen-containing high-temperature water," *Nucl. Eng. Des.*, vol. 129, no. 3, pp. 293–306, Aug. 1991, doi: 10.1016/0029-5493(91)90138-8.
- [135] F. H. E. de Haan - de Wilde, F. J. Blom, and M. H. C. Hannink, "Quantitative Comparison of Environmental Fatigue Methods," in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2015, no. PVP2015-45027, p. 10, doi: 10.1115/PVP2015-45027.
- [136] B. F. Langer, "Design of Pressure Vessels for Low-Cycle Fatigue," *J. Basic Eng.*, vol. 84, no. 3, pp. 389–399, Sep. 1962, doi: 10.1115/1.3657332.
- [137] O. K. Chopra and W. J. Shack, "NUREG/CR-6909; ANL-06/08, Effect of LWR Coolant Environments on the Fatigue Life of Reactor Materials. Final Report," 2007.
- [138] J. M. Keisler, O. K. Chopra, and W. J. Shack, "Statistical models for estimating fatigue strain-life behavior of pressure boundary materials in light water reactor environments," *Nucl. Eng. Des.*, vol. 167, no. 2, pp. 129–154, Nov. 1996, doi: 10.1016/S0029-5493(96)01293-9.
- [139] A. Hald, *Statistical Theory with Engineering applications*. John Wiley and Sons, 1967.
- [140] ASME, "Code-Case N-761: Fatigue Design Curves for Light Water Reactor (LWR) Environments Section III, Division 1." American Society of Mechanical Engineers, 2010.
- [141] ASME, "Code-Case N-792-1: Fatigue Evaluation Including Environmental Effects, Section III, Division 1." American Society of Mechanical Engineers, 2010.
- [142] W. J. O'Donnell, W. J. O'Donnell, and T. P. O'Donnell, "Proposed New Fatigue Design Curves for Austenitic Stainless Steels, Alloy 600 and Alloy 800," in *Volume 1: Codes and*

*Standards*, 2005, pp. 109–132, doi: 10.1115/PVP2005-71409.

- [143] CEN, “EN 13445-3 - Unfired Pressure Vessels - Part 3: Design.” European Committee for Standardization, 2018.
- [144] P. Wilhelm, P. Steinmann, and J. Rudolph, “Fatigue strain-life behavior of austenitic stainless steels in pressurized water reactor environments,” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2015, no. PVP2015-45011, doi: 10.1115/PVP2015-45011.
- [145] DIN, “Analysis for cyclic loading, Merkblatt AD S2.” 2012.
- [146] CEN, “EN 1993-1-1 - Eurocode 3: Design of steel structures - Part 1-1: General rules and rules for buildings.” European Committee for Standardization, 2005.
- [147] E. Haibach, *Betriebsfestigkeit: Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung*, 3., korrig. Springer, 2006.
- [148] AFCEN, “RCC-M: Design and Construction Rules for mechanical components of nuclear PWR islands.” 2016.
- [149] J. A. Le Duff, A. Lefranc, J. P. Vernot, and D. Bossu, “Effect of Loading Signal Shape and of Surface Finish on the Low Cycle Fatigue Behavior of 304L Stainless Steel in PWR Environment,” in *ASME 2010 Pressure Vessels and Piping Conference: Volume 1*, 2010, no. PVP2010-26027, pp. 233–241, doi: 10.1115/PVP2010-26027.
- [150] G. Blatman, T. Métais, J.-C. Le Roux, and S. Cambier, “Statistical Analyses of High Cycle Fatigue French Data for Austenitic SS,” in *Volume 3: Design and Analysis*, 2014, no. PVP2014-28409, p. 9, doi: 10.1115/PVP2014-28409.
- [151] JSME, “Codes for Nuclear Power Generation Facilities, Rules on Design and Construction for Nuclear Power Plants, The First Part : Light Water Reactor Structural Design Standard.” JSME S NC1-2008Ed. through 2011 Ad., 2008.
- [152] H. Kanasaki, M. Higuchi, S. Asada, M. Yasuda, and T. Sera, “Proposal of Fatigue Life Equations for Carbon and Low-Alloy Steels and Austenitic Stainless Steels as a Function of Tensile Strength,” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2013, no. PVP2013-97770, p. 9, doi: 10.1115/PVP2013-97770.
- [153] S. Asada, T. Hirano, and T. Sera, “Study on a New Design Fatigue Evaluation Method,” in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2015, no. PVP2015-45089., p. 7, doi: 10.1115/PVP2015-45089.
- [154] Y. Fukuta, H. Kanasaki, S. Asada, and T. Sera, “Proposal of Surface Finish Factor on Fatigue Strength in Design Fatigue Curve,” in *Volume 1: Codes and Standards*, 2014, no. PVP2014-28601, p. 8, doi: 10.1115/PVP2014-28601.
- [155] S. Asada, S. Zhang, M. Takanashi, and Y. Nomura, “Study on Incorporation of a New Design Fatigue Curve Into the JSME Environmental Fatigue Evaluation Method,” in *Volume 3: Design and Analysis*, 2019, no. PVP2019-93273, p. 8, doi: 10.1115/PVP2019-93273.
- [156] ISO, “Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Rules and procedures for the assessment of surface texture; ISO 4288:1996(en).” International Organization for Standardization, 1996.
- [157] KTA, “Safety Standards of the Nuclear Safety Standards Commission. Components of the Reactor Coolant Pressure Boundary of Light Water Reactors. Part 2: Design and Analysis; KTA 3201.2 (2017-11).” GRS, p. 162, 2017.

- [158] X. Schuler, K.-H. Herter, and J. Rudolph, "Derivation of Design Fatigue Curves for Austenitic Stainless Steel Grades 1.4541 and 1.4550 Within the German Nuclear Safety Standard KTA 3201.2," in *Volume 1B: Codes and Standards*, 2013, no. PVP2013-97138, p. 11, doi: 10.1115/PVP2013-97138.
- [159] J. Solin, S. Reese, H. E. Karabaki, and W. Mayinger, "Fatigue of Stainless Steel in Simulated Operational Conditions: Effects of PWR Water, Temperature and Holds," in *Volume 1: Codes and Standards*, 2014, no. PVP2014-28465, doi: 10.1115/PVP2014-28465.
- [160] S. H. Reese and J. Rudolph, "Environmentally Assisted Fatigue (EAF) Rules and Screening Options in the Context of Fatigue Design Rules Within German Nuclear Safety Standards," in *Volume 6A: Materials and Fabrication*, 2015, no. PVP2015-45022, p. 8, doi: 10.1115/PVP2015-45022.
- [161] G. S. Was and S. Ukai, "Austenitic Stainless Steels," in *Structural Alloys for Nuclear Energy Applications*, G. R. Odette and S. J. Zinkle, Eds. Elsevier, 2019, pp. 293–347.
- [162] G. O. Ilevbare, F. Cattant, and N. K. Peat, "SCC of stainless steels under PWR service conditions," in *7th International Conference on Contribution of Materials Investigations to Improve the Safety and Performance of LWRs*, 2010, pp. 26–30.
- [163] M. F. McGuire, *Stainless Steels for Design Engineers*. ASM International, 2008.
- [164] P. G. Tipping, *Understanding and Mitigating Ageing in Nuclear Power Plants*. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited, 2010.
- [165] M. Akamatsu and E. Chevallier, "Caractérisation chimique et mécanique des matériaux approvisionnés pour l'étude du comportement en fatigue des aciers inoxydables austénitiques; HT-42/00/020/A," Lyon, France, 2001.
- [166] ASTM, "E112-13, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," *ASTM International*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, p. 26, 2013, doi: 10.1520/E0112-13.
- [167] ASTM, "A276/A276M-17, Standard Specification for Stainless Steel Bars and Shapes." ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, p. 8, 2017.
- [168] B. R. Antoun, "Temperature effects on the mechanical properties of annealed and HERF 304L stainless steel.," Albuquerque, NM, and Livermore, CA, Nov. 2004.
- [169] ASTM, "E606/E606M-12, Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing," *ASTM International*. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2012, doi: 10.1520/E0606-04E01.Copyright.
- [170] ISO, "Metallic materials - Fatigue testing - Axial-strain-controlled method; ISO/FDIS 12106:2016(E)," vol. 2016. International Organization for Standardization, 2016.
- [171] ISO, "Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Surfaces having stratified functional properties - Part 2: Height characterization using the linear material ratio curve; ISO 13565:1998(en)." International Organization for Standardization, 1998.
- [172] P. Bártolo, J. Vasco, B. Silva, and C. Galo, "Laser micromachining for mould manufacturing: I. The influence of operating parameters," *Assem. Autom.*, vol. 26, pp. 227–234, 2006, doi: 10.1108/01445150610679777.
- [173] ASTM, "E1012-12, Standard Practice for Verification of Testing Frame and Specimen Alignment Under Tensile and Compressive Axial Force Application," *ASTM International*.

- ASM International, West Conshohocken, PA, USA, p. 17, 2012, doi: 10.1520/E1012-12.
- [174] ISO, "Metallic materials - Verification of the alignment of fatigue testing machines." International Organization for Standardization, p. 28, 2011.
- [175] F. Kandil, "A Procedure for the Measurement of Machine Alignment in Axial Testing," Versailles, France, 2003.
- [176] M. Vankeerberghen, P. Marmy, and L. Bens, "PWR Fatigue Testing at SCK-CEN in the Framework of INCEFA+," in *Proceedings of the 7th International Conference on Fracture Fatigue and Wear. FFW 2018*, 2019, pp. 225–240.
- [177] M. Vankeerberghen *et al.*, "Strain Control Correction for Fatigue Testing in LWR Environments," in *American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP*, 2020, no. PVP2020-21373, p. 11, doi: 10.1115/pvp2020-21373.
- [178] I. Simonovski *et al.*, "Calculated Shoulder to Gauge Ratio of Fatigue Specimens in PWR Environment," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 3, p. 376, Feb. 2021, doi: 10.3390/met11030376.
- [179] M. Herbst, A. Roth, and J. Rudolph, "Study on Hold-Time Effects in Environmental Fatigue Lifetime of Low-Alloy Steel and Austenitic Stainless Steel in Air and Under Simulated PWR Primary Water Conditions," 2019, pp. 987–1006.
- [180] K. Tsutsumi *et al.*, "Fatigue Life Reduction in PWR Water Environment for Stainless Steels," *Assess. Methodol. Prev. Fail. Serv. Exp. Environ. Considerations*, vol. 2, pp. 23–34, 2000.
- [181] H. T. Harrison and R. Gurdal, "Comparison Between ASME Code-Case N-761, NUREG/CR-6909 and Stainless Steel Component Fatigue Test Results," *Vol. 1 Codes Stand.*, no. PVP2014-28883, p. 14, Jul. 2014, doi: 10.1115/PVP2014-28883.
- [182] M. Kamaya, "Mean Stress Effect on Fatigue Properties of Type 316 Stainless Steel: Part II — In PWR Primary Water Environment," in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2017, no. PVP2017-65136, p. 8, doi: 10.1115/PVP2017-65136.
- [183] T. Métais, A. Morley, L. de Baglion, D. Tice, G. L. Stevens, and S. Cuvilliez, "Explicit Quantification of the Interaction Between the PWR Environment and Component Surface Finish in Environmental Fatigue Evaluation Methods for Austenitic Stainless Steels," in *Volume 1A: Codes and Standards*, 2018, no. PVP2018-84240, p. 10, doi: 10.1115/PVP2018-84240.
- [184] M. Bruchhausen *et al.*, "Establishing a Multi Laboratory Test Plan for Environmentally Assisted Fatigue," in *Fatigue and Fracture Test Planning, Test Data Acquisitions and Analysis*, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 2017, pp. 1–18.
- [185] R. Cicero, "Expert Panel Tool Proposal; INCEFA-PLUS Internal Report," 2017.
- [186] A. McLennan *et al.*, "Incefa-plus project: The impact of using fatigue data generated from multiple specimen geometries on the outcome of a regression analysis," *American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP*, vol. 1. 03-Aug-2020, doi: 10.1115/PVP2020-21422.
- [187] M. Bruchhausen *et al.*, "Characterization of Austenitic Stainless Steels with Regard to Environmentally Assisted Fatigue in Simulated Light Water Reactor Conditions," *Metals*

(*Basel*), vol. 11, no. 2, 2021, doi: 10.3390/met11020307.

- [188] O. K. Chopra and A. S. Rao, "A review of irradiation effects on LWR core internal materials – IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels," *J. Nucl. Mater.*, vol. 409, no. 3, pp. 235–256, Feb. 2011, doi: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.001.
- [189] IAEA, "Stress Corrosion Cracking in Light Water Reactors: Good Practices and Lessons Learned," Vienna, 2011.
- [190] S. Al Laham, *Stress Intensity Factor and Limit Load Handbook*. Gloucester, UK: British Energy Generation Ltd., 1999.
- [191] European Fitness-for-Service Network-FITNET, "FITNET FSS Procedure; Volume III; Annex A: Stress intensity factor (SIF) solutions," in *FITNET FSS Procedure*, Geesthacht, Germany: FITNET, 2006, p. 149.
- [192] I. S. Raju and J. C. Newman Jr., "Stress-Intensity Factors for circumferential surface cracks in pipes and rods under tension and bending loads," Hampton, VA, USA, 1985.
- [193] J. Toribio and M. A. Astiz, "Cálculo numérico del factor de intensidad de tensiones en un tornillo fisurado," *Rev. Int. métodos numéricos*, vol. 7, no. 3, pp. 321–346, 1991.
- [194] M. Blazic, M. Maksimovic, I. Vasovic, and Y. Assoul, "Stress Intensity Factors for Elliptical Surface Cracks in Round Bars and Residual Life Estimation," *Sci. Tech. Rev.*, vol. 61, no. 1, pp. 63–67, 2011.
- [195] A. E. Ismail, A. K. Ariffin, S. Abdullah, and M. J. Ghazali, "Stress intensity factors for surface cracks in round bar under single and combined loadings," *Meccanica*, vol. 47, no. 5, pp. 1141–1156, Jun. 2012, doi: 10.1007/s11012-011-9500-7.
- [196] D. Chandra, J. Purbolaksono, and N. Yusoff, "Surface crack growth in a solid cylinder under combined cyclic bending-torsion loading," *ARPJ J. Eng. Appl. Sci.*, vol. 13, pp. 1033–1041, Feb. 2018.
- [197] Y. Yang, S. Chu, and H. Chen, "Prediction of Shape Change for Fatigue Crack in a Round Bar Using Three-Parameter Growth Circles," *Appl. Sci.*, vol. 9, no. 9, p. 1751, Apr. 2019, doi: 10.3390/app9091751.
- [198] M. B. Toloczko, M. J. Olszta, Z. Zhai, and S. M. Bruemmer, "Stress Corrosion Crack Initiation Measurements of Alloy 600 in PWR Primary Water," in *17th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors*, 2015, pp. 1–20.
- [199] Z. Zhai, M. B. Toloczko, M. J. Olszta, and S. M. Bruemmer, "Stress corrosion crack initiation of alloy 600 in PWR primary water," *Corros. Sci.*, vol. 123, pp. 76–87, Jul. 2017, doi: 10.1016/j.corsci.2017.04.013.
- [200] S. Gosselin, D. Nunez, T. Esselman, and J. Cluever, "Development of Fatigue Usage Life and Gradient Factors," EPRI, Palo Alto, CA, USA, Tech. Report 3002014121, 2018.
- [201] X. B. Lin and R. A. Smith, "Shape evolution of surface cracks in fatigued round bars with a semicircular circumferential notch," *Int. J. Fatigue*, vol. 21, no. 9, pp. 965–973, Oct. 1999, doi: 10.1016/S0142-1123(99)00075-4.
- [202] A. Levan and J. Royer, "Part-circular surface cracks in round bars under tension, bending and twisting," *Int. J. Fract.*, vol. 61, no. 1, pp. 71–99, May 1993, doi: 10.1007/BF00032340.

- [203] L. A. James and W. J. Mills, "Review and synthesis of stress intensity factor solutions applicable to cracks in bolts," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 30, no. 5, pp. 641–654, Jan. 1988, doi: 10.1016/0013-7944(88)90156-7.
- [204] A. Carpinteri, "Stress-intensity factors for semi-elliptical surface cracks under tension or bending," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 38, no. 4–5, pp. 327–334, 1991, doi: 10.1016/0013-7944(91)90011-O.
- [205] A. Carpinteri, "Shape change of surface cracks in round bars under cyclic axial loading," *Int. J. Fatigue*, vol. 15, no. 1, pp. 21–26, 1993, doi: 10.1016/0142-1123(93)90072-X.
- [206] F. P. Yang, Z. B. Kuang, V. N. Shlyannikov, and V. Shylannikov, "Fatigue crack growth for straight-fronted edge crack in a round bar," *Int. J. Fatigue*, vol. 28, no. 4, pp. 431–437, Apr. 2006, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2005.07.036.
- [207] A. Carpinteri, R. Brighenti, S. Vantadori, and D. Viappiani, "Sickle-shaped crack in a round bar under complex Mode I loading," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 30, no. 6, pp. 524–534, Jun. 2007, doi: 10.1111/j.1460-2695.2006.01125.x.
- [208] C. S. Shin and C. Q. Cai, "Experimental and finite element analyses on stress intensity factors of an elliptical surface crack in a circular shaft under tension and bending," *Int. J. Fract.*, vol. 129, no. 3, pp. 239–264, Oct. 2004, doi: 10.1023/B:FRAC.0000047784.23236.7d.
- [209] R. W. Staehle, "Workshop on Detection, Avoidance, Mechanisms, Modeling and Prediction of Stress Corrosion Cracking Initiation," EPRI, Beaune, France, 2009.
- [210] S. Lu, Q.-M. Hu, B. Johansson, and L. Vitos, "Stacking fault energies of Mn, Co and Nb alloyed austenitic stainless steels," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 14, pp. 5728–5734, Aug. 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2011.05.049.
- [211] G. Meric de Bellefon, J. C. van Duysen, and K. Sridharan, "Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts," *J. Nucl. Mater.*, vol. 492, pp. 227–230, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.05.037.
- [212] M. A. Meyers, Y. B. Xu, Q. Xue, M. T. Pérez-Prado, and T. R. McNelley, "Microstructural evolution in adiabatic shear localization in stainless steel," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 5, pp. 1307–1325, Mar. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(02)00526-8.
- [213] F. Yang, Z. Kuang, and V. Shylannikov, "Fatigue crack growth for straight-fronted edge crack in a round bar," *Int. J. Fatigue*, vol. 28, no. 4, pp. 431–437, Apr. 2006, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2005.07.036.
- [214] T.-C. Chen, S.-T. Chen, L.-W. Tsay, and R.-K. Shiue, "Correlation between Fatigue Crack Growth Behavior and Fracture Surface Roughness on Cold-Rolled Austenitic Stainless Steels in Gaseous Hydrogen," *Metals (Basel)*, vol. 8, no. 4, p. 221, Mar. 2018, doi: 10.3390/met8040221.
- [215] W. J. Mills, "Accelerated and retarded corrosion fatigue crack growth rates for 304 stainless steel in an elevated temperature aqueous environment," in *16th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems- Water Reactors*, 2013.
- [216] K. Mukahiwa, F. Scenini, M. G. Burke, N. Platts, D. R. Tice, and J. W. Stairmand, "Corrosion fatigue and microstructural characterisation of Type 316 austenitic stainless steels tested in PWR primary water," *Corros. Sci.*, vol. 131, pp. 57–70, Feb. 2018, doi:

10.1016/j.corsci.2017.10.022.

- [217] D. Tice, N. Platts, K. Rigby, J. Stairmand, and D. Swan, "Influence of PWR Primary Coolant Environment on Corrosion Fatigue Crack Growth of Austenitic Stainless Steel," in *Volume 1: Codes and Standards*, 2005, pp. 193–205, doi: 10.1115/PVP2005-71563.
- [218] I. Vlčková, P. Jonšta, Z. Jonšta, P. Váňová, and T. Kulová, "Corrosion Fatigue of Austenitic Stainless Steels for Nuclear Power Engineering," *Metals (Basel)*, vol. 6, no. 12, p. 319, Dec. 2016, doi: 10.3390/met6120319.
- [219] D. H. Lister, R. D. Davidson, and E. McAlpine, "The mechanism and kinetics of corrosion product release from stainless steel in lithiated high temperature water," *Corros. Sci.*, vol. 27, no. 2, pp. 113–140, Jan. 1987, doi: 10.1016/0010-938X(87)90068-0.
- [220] L. A. James and D. P. Jones, "Fatigue Crack Growth Correlations for Austenitic Stainless Steels in Air," *Am. Soc. Mech. Eng. Press. Vessel. Pip. Div. PVP*, vol. 99, pp. 363–414, 1985.
- [221] S. Hong, K. Min, S. Jeon, and B. Lee, "Comparison of fatigue crack growth rate of Type 347 stainless steel with ASME and JSME models," pp. 26–28, 2016.
- [222] W. J. Shack, T. F. Kassner, and Energy Technology, "NUREG/CR-6176; ANL-94/1; Review of environmental effects on fatigue crack growth of austenitic stainless steels," Argonne, IL (United States), Jul. 1994.
- [223] D. Gómez-Briceño, M. Sol García, and J. Lapeña, "SCC behaviour of austenitic stainless steels in high temperature water: Effect of cold work, water chemistry and type of materials," in *14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Water Reactors 2009*, 2009, vol. 1, pp. 195–206.
- [224] D. Tice, K. Rigby, and D. Swan, "Corrosion fatigue crack growth of austenitic stainless steel in PWR primary coolant at low frequency," in *3rd Int. Conf. on Fatigue of Reactor Components*, 2004.
- [225] B. Stellwag, "The mechanism of oxide film formation on austenitic stainless steels in high temperature water," *Corros. Sci.*, vol. 40, no. 2, pp. 337–370, 1998, doi: [https://doi.org/10.1016/S0010-938X\(97\)00140-6](https://doi.org/10.1016/S0010-938X(97)00140-6).
- [226] J. E. Castle and H. G. Masterson, "The role of diffusion in the oxidation of mild steel in high temperature aqueous solutions," *Corros. Sci.*, vol. 6, no. 3, pp. 93–104, 1966, doi: [https://doi.org/10.1016/S0010-938X\(66\)80001-X](https://doi.org/10.1016/S0010-938X(66)80001-X).
- [227] J. Robertson, "The mechanism of high temperature aqueous corrosion of stainless steels," *Corros. Sci.*, vol. 32, no. 4, pp. 443–465, 1991, doi: [https://doi.org/10.1016/0010-938X\(91\)90125-9](https://doi.org/10.1016/0010-938X(91)90125-9).
- [228] S. Cissé, L. Laffont, B. Tanguy, M. Lafont, and E. Andrieu, "Effect of surface preparation on the corrosion of austenitic stainless steel 304L in high temperature steam and simulated PWR primary water," vol. 56, pp. 209–216, 2012, doi: 10.1016/j.corsci.2011.12.007.
- [229] M. Bruchhausen *et al.*, "INCEFA-PLUS Project: Review of the Test Programme," *Proceedings of the ASME 2020 Pressure Vessels & Piping Conference (PVP2020)*. pp. 1–10, 03-Aug-2020, doi: 10.1115/PVP2020-21377.
- [230] M. Vankeerberghen, M. De Smet, and C. Malekian, "Gauge-Strain-Controlled Air and PWR Fatigue Life Data for 304 Stainless Steel—Some Effects of Surface Finish and Hold Time," *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 9, p. 1248, Sep. 2020, doi: 10.3390/met10091248.

- [231] D. Gómez-Briceño, J. Lapeña, F. Hernandez Arroyo, M. L. Castaño Marín, and F. Esteban Ochoa de Renata, *Corrosión intergranular bajo tensión (PICI-I)*. Madrid: CIEMAT, 1991.
- [232] M. J. Zechmeister, R. D. Reinheimer, D. P. Jones, and T. M. Damiani, "Thermal Fatigue Testing and Analysis of Stainless Steel Girth Butt Weld Piping," in *Volume 1: Codes and Standards*, 2011, pp. 651–669, doi: 10.1115/PVP2011-58024.
- [233] D. A. Steininger *et al.*, "Component Testing Proposal to Quantify Margins in Existing Environmentally Assisted Fatigue (EAF) Requirements," in *Volume 3B: Design and Analysis*, 2017, doi: 10.1115/PVP2017-65995.
- [234] D. Hull and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations*. Elsevier, 2011.
- [235] G. Dundulis *et al.*, "INCEFA-PLUS Project: Review of the test programme and main results," in *Proceedings 29th International Conference on Metallurgy and Materials*, 2020, pp. 410–415, doi: 10.37904/metal.2020.3496.