

**Titolo**

**CARATTERIZZAZIONE DELLE PROPRIETA' MECCANICHE E DI  
CORROSIONE IN PIOMBO LIQUIDO DELL'ACCIAIO DOPPIO  
STABILIZZATO DS4**

**Descrittori**

**Tipologia del documento:** Rapporto Tecnico  
**Collocazione contrattuale:** Accordo di programma ENEA-MSE su sicurezza nucleare e reattori di IV generazione  
**Argomenti trattati:** Caratterizzazione dei materiali. Corrosione, Effetti delle radiazioni sui materiali

**Sommario**

Questo documento tratta le attività portate avanti nell'ambito del PAR 2015 riguardo alla caratterizzazione meccanica, a corrosione e sotto irraggiamento con ioni pesanti dell'acciaio austenitico doppio stabilizzato DS4.

**Note**
**Copia n.**
**In carico a:**

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	27/09/2016	NOME	Carlo Cristalli	M. Angiolini	M. Tarantino
			FIRMA	<i>Carlo Cristalli</i>	<i>M. Angiolini</i>	<i>M. Tarantino</i>
REV.	DESCRIZIONE	DATA		REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 129	0	L	2	18

## Sommario

1	INTRODUZIONE.....	3
3	PROVE DI CORROSIONE .....	9
4	PROVE DI CREEP.....	9
5	IRRAGGIAMENTO CON IONI .....	12
6	CONCLUSIONI .....	13
7	REFERENCES .....	13
	ALLEGATO 1.....	14

## 1 INTRODUZIONE

Nell'ambito del PAR 2013 è stato fabbricato presso CSM un lingotto di acciaio speciale con composizione chimica dettata da ENEA e denominata DS4. I criteri e le scelte che hanno portato alla produzione di questa lega sono riportati nel rapporto conclusivo del 2014. Il lingotto prodotto è stato sottoposto ad un processo di laminazione piana a caldo fino ad uno spessore di 20 mm e successivamente a freddo fino ad uno spessore di 15 mm (20% di riduzione a freddo) presso gli impianti pilota del CSM. Tra la laminazione a caldo e quella a freddo viene eseguita una ricottura di solubilizzazione (1135°C per 5 minuti) avente lo scopo di “addolcire” il materiale prima della lavorazione a freddo. Durante quest’ultima fase le forze che si scaricano sul laminatoio sono infatti ingenti e si deve ricorrere a 20 passate dell’1% l’una per ottenere una riduzione totale della sezione del 20%. La tabella riportata di seguito (tab. 1) descrive i parametri di ciascuna passata della laminazione a caldo e la figura successiva (fig. 1) ritrae l’effetto di “waving” (dovuto agli alti carichi durante la laminazione a freddo) che si verifica sulla lamiera successivamente alla laminazione a freddo.

NP pass	Tipo di prova	Campione	Materiale	Temperatura °C				% Riduzione	Spessore (mm)			Forza applicata (t)	
				Riscaldamento	Laminazione misurata				Calcolata	Iniziale	Finale		Ottenuto
					Richiesta	Prometro	Termocop.						
1	Laminatoio Danielli Svezialtura	2882 A	DS4	1200		nd		20,0	120,0	96,0		53,4	
2						1078		25,0	96,0	72,0		66,3	
3						1068		25,0	72,0	54,0		82,6	
4						1034		25,0	54,0	40,5		88,1	
5						1029		22,0	40,5	31,6		97,3	
6						1018		22,2	31,6	24,6		95,3	
7						850	1011	21,1	24,6	19,4		106,6	
												21,0	
1	Laminatoio Danielli Svezialtura	2882 B	DS4	1200		nd		20,0	120,0	96,0		49,8	
2						1086		25,0	96,0	72,0		60,9	
3						1071		25,0	72,0	54,0		77,3	
4						1046		25,0	54,0	40,5		83,4	
5						1040		22,0	40,5	31,6		91,9	
6						1036		22,2	31,6	24,6		90,7	
7						850	1021	21,1	24,6	19,4		106,8	
											21,0		

**Tab. 1. Fasi della laminazione a caldo del lingotto DS4**



**Fig. 1. “Waving” della lamiera DS4 dopo laminazione a freddo**

Il presente rapporto descrive le ultime fasi della ricerca relativamente alla caratterizzazione meccanica eseguita, alle prove di corrosione, nonché alla campagna di irraggiamento con ioni pesanti.

## 2 PROVE DI TRAZIONE (MATERIALE SOLUBILIZZATO E INCRUDITO)

Sul materiale nello stato di laminato a freddo ed anche solo solubilizzato sono state eseguite prove di trazione a tre temperature:

- temperatura ambiente;
- T=550°C
- T=650°C

Su campioni di lamiera sottoposti solo a trattamento termico (solubilizzazione a T=1135°C per 5 minuti con estrazione delle lamiere dal forno e raffreddamento in aria calma), prima della laminazione a freddo finale e dopo laminazione a freddo sono state eseguite delle prove di trazione (in triplo) a tre temperature: Ambiente, T=550° C e 650°C. Per le trazioni a freddo è stata seguita la Norma ASTM E8 per il caldo la Norma ASTM E21. In Tab. 2 vengono riportati i risultati delle prove di trazione eseguite sul materiale solo solubilizzato prima della laminazione a freddo, tutti i dati “medi” sono stati approssimati in difetto.

**Tab. 2: Risultati delle prove eseguite sul materiale solo solubilizzato (traverso di laminazione)**

<b>T (°C)</b>	<b>YS (MPa)</b>	<b>UTS(MPa)</b>	<b>A(%)</b>	<b>Z(%)</b>	<b>E (GPa)</b>
<b>RT</b>	<b>209</b>	<b>579</b>	<b>50</b>	<b>68</b>	<b>209</b>
<b>RT</b>	<b>204</b>	<b>577</b>	<b>50</b>	<b>69</b>	<b>197</b>
<b>RT</b>	<b>209</b>	<b>584</b>	<b>51</b>	<b>68</b>	<b>209</b>
<b>MEDIA</b>	<b>207</b>	<b>580</b>	<b>50</b>	<b>68</b>	<b>205</b>
<b>550</b>	<b>160</b>	<b>503</b>	<b>-</b>	<b>46</b>	<b>180</b>
<b>550</b>	<b>163</b>	<b>512</b>	<b>-</b>	<b>46</b>	<b>182</b>
<b>550</b>	<b>156</b>	<b>496</b>	<b>-</b>	<b>47</b>	<b>173</b>
<b>MEDIA</b>	<b>159</b>	<b>503</b>	<b>nd</b>	<b>46</b>	<b>178</b>
<b>650</b>	<b>139</b>	<b>379</b>		<b>59</b>	<b>155</b>

<b>650</b>	<b>137</b>	<b>390</b>		<b>58</b>	<b>165</b>
<b>650</b>	<b>137</b>	<b>386</b>		<b>58</b>	<b>160</b>
<b>MEDIA</b>	<b>137</b>	<b>385</b>	<b>nd</b>	<b>58</b>	<b>160</b>

In Tab. 3 vengono riportati i risultati delle prove di trazione eseguite sul materiale dopo laminazione a freddo con riduzione del 20%.

**Tab. 3: Risultati delle prove eseguite sul materiale laminato a freddo (trasverso di laminazione)**

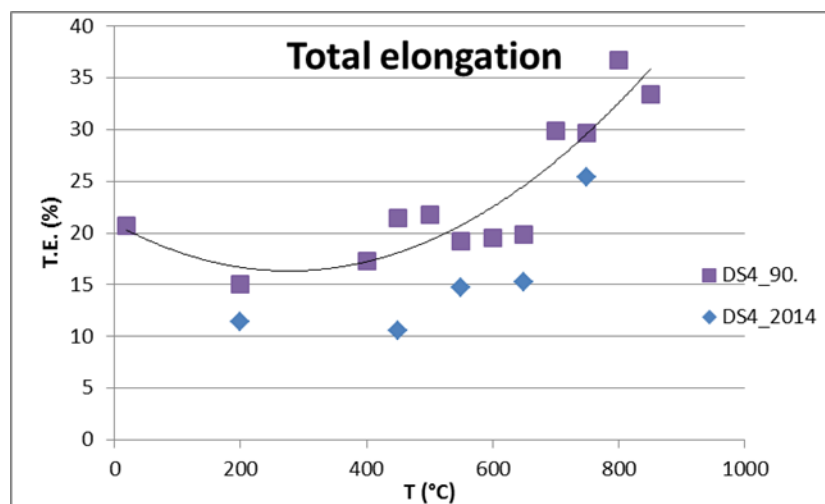
<b>T (°C)</b>	<b>YS (MPa)</b>	<b>UTS(MPa)</b>	<b>A(%)</b>	<b>Z(%)</b>	<b>E (GPa)</b>
<b>RT</b>	<b>609</b>	<b>681</b>	<b>27</b>	<b>63</b>	<b>210</b>
<b>RT</b>	<b>585</b>	<b>665</b>	<b>30</b>	<b>65</b>	<b>205</b>
<b>RT</b>	<b>608</b>	<b>688</b>	<b>27</b>	<b>63</b>	<b>203</b>
<b>MEDIA</b>	<b>600</b>	<b>678</b>	<b>28</b>	<b>63</b>	<b>206</b>
<b>550</b>	<b>489</b>	<b>560</b>		<b>42</b>	<b>181</b>
<b>550</b>	<b>468</b>	<b>560</b>		<b>44</b>	<b>185</b>
<b>550</b>	<b>468</b>	<b>561</b>		<b>44</b>	<b>186</b>
<b>MEDIA</b>	<b>475</b>	<b>560</b>	<b>nd</b>	<b>43</b>	<b>184</b>
<b>650</b>	<b>405</b>	<b>459</b>		<b>54</b>	<b>167</b>
<b>650</b>	<b>421</b>	<b>466</b>		<b>52</b>	<b>164</b>
<b>650</b>	<b>414</b>	<b>459</b>		<b>51</b>	<b>167</b>
<b>MEDIA</b>	<b>413</b>	<b>461</b>	<b>nd</b>	<b>52</b>	<b>166</b>

I risultati presentati (RT, 550°C, 650°C) si riferiscono al traverso di lamiera. Pertanto sono stati estratti ulteriori 10 campioni in LT (ovvero sul senso di laminazione) per eseguire altre prove di trazione anche alle temperature intermedie (200°C, 350°C, 450°C). La tabella riportata di seguito (tab. 4) riassume i risultati delle prove svolte; viene riportato il valor medio delle prove eseguite in doppio a ciascuna temperatura.

**Tab. 4: Risultati delle prove eseguite sul materiale laminato a freddo (senso di laminazione)**

T (°C)	YS (MPa)	UTS(MPa)	Total Elong. (%)	E (GPa)
200	614	672	11,36	186
450	605	661	10,55	168
550	557	616	14,76	138
650	479	540	15,25	140
750	371	398	25,43	113

Il grafico seguente (fig. 2) riporta il confronto tra i valori della deformazione totale ottenuti sulle barre del lotto anni 90' [1] e quelli ottenuti sulla lamiera prodotta nel 2014 e riportati nella tabella precedente. Si nota come il valore della deformazione totale risulti sensibilmente più basso nel lotto 2014.



**Fig. 2: Confronto Deformazione Totale lotto anni 90' [1] – lotto 2014**

I due grafici seguenti (fig. 3-4) riportano il confronto tra le proprietà meccaniche (rispettivamente Snervamento YS e Carico Massimo a Rottura UTS) risultanti dalle tre diverse condizioni metallurgiche e di estrazione dei provini ottenuti dalla lamiera prodotta nell'ambito del PAR 2013. Risulta evidente sia l'incremento delle proprietà dovuto all'incrudimento a freddo (rispetto allo stato solubilizzato) sia quello dovuto all'anisotropia del materiale (senso di laminazione rispetto al trasverso di laminazione).

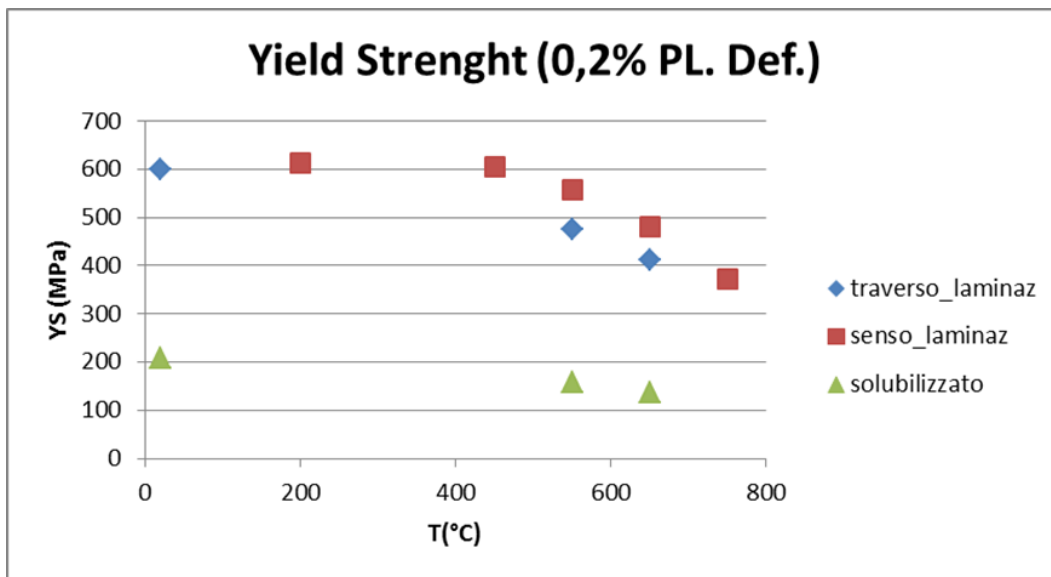


Fig. 3: Confronto YS tra le tre condizioni di estrazione dei provini

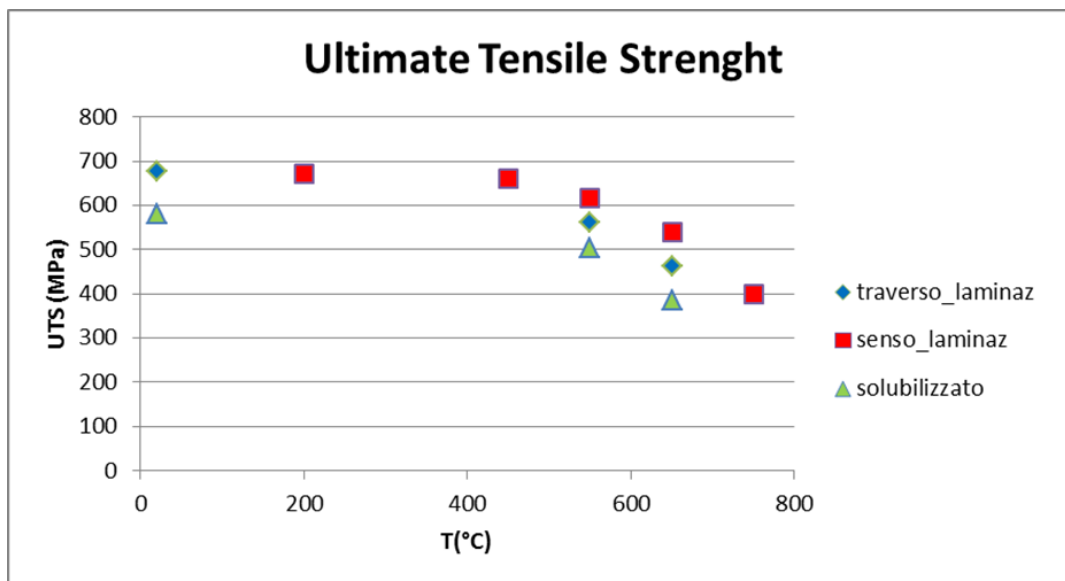


Fig. 4: Confronto UTS tra le tre condizioni di estrazione dei provini

I due grafici seguenti (fig. 5-6) riportano invece il confronto tra le proprietà meccaniche ottenute sulle barre del lotto anni 90<sup>2</sup>[1] e quelle ottenute sulla lamiera prodotta nel 2014. Si nota come le proprietà meccaniche delle barre del lotto anni 90<sup>2</sup>, ottenute per estrusione a caldo e martellatura a freddo risultino quasi perfettamente sovrapposte a quelle della lamiera 2014 ottenuta mediante laminazione a caldo e a freddo.

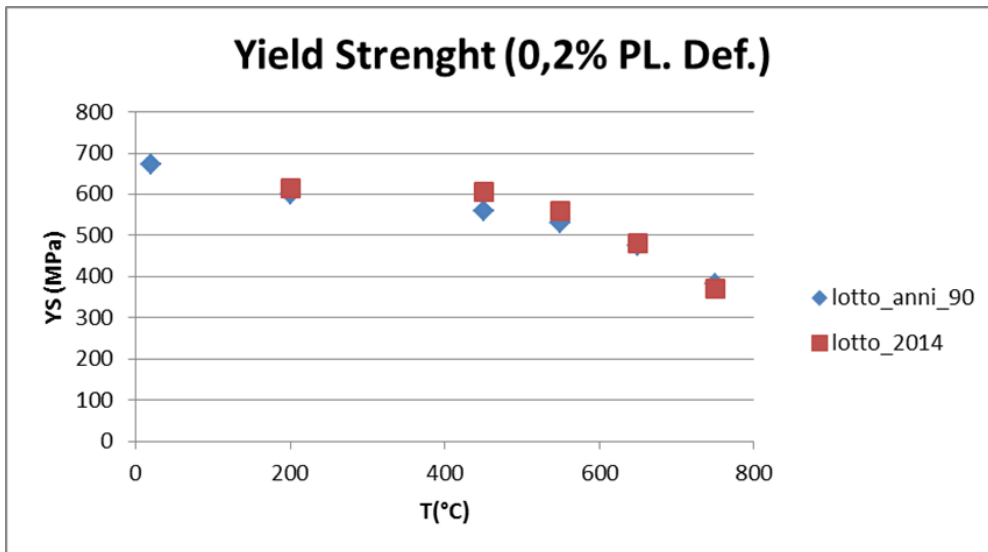


Fig. 5: Confronto YS tra lotto anni '90 [1] e lotto 2014

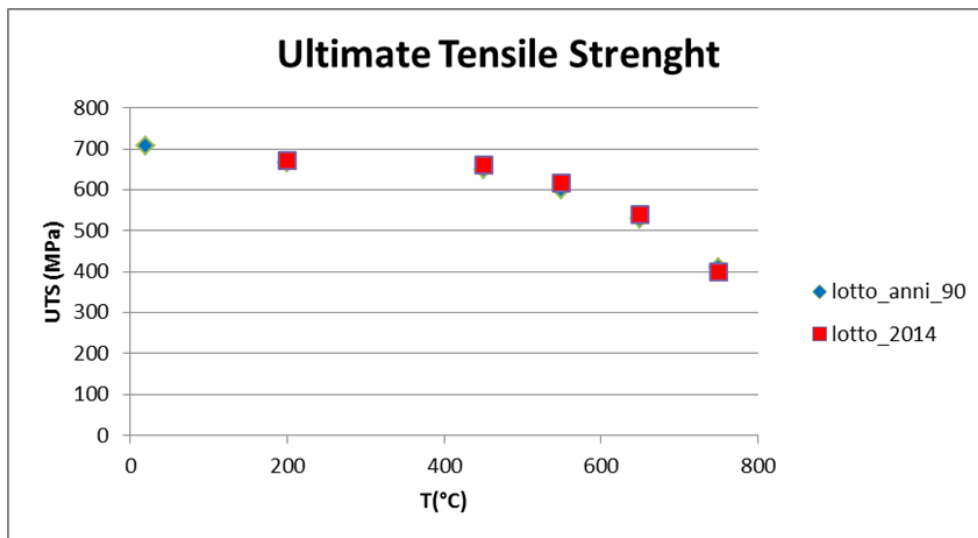
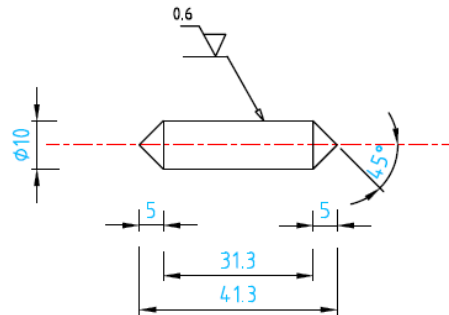


Fig. 6: Confronto UTS tra lotto anni '90 [1] e lotto 2014

### 3 PROVE DI CORROSIONE

Si è provveduto alla fabbricazione di un lotto di 20 provini (fig. 7) per eseguire una campagna di prove di corrosione nell'impianto a Piombo fluente LECOR. Le prove (matrice di prova tab. 5) vengono condotte in atmosfera ossidante:  $10^{-5}$  wt% O<sub>2</sub>. Le prove a 1000 ore sono concluse e i provini corrosi sono attualmente in attesa di essere trattati per l'analisi al SEM.



**Fig. 7. Geometria provino per test di corrosione**

Series	Testing Temperature	Exposure (hrs)	N of samples
1	550°C	1000	8
2	550°C	4000	8

**Tab. 5. Matrice di prova corrosione**

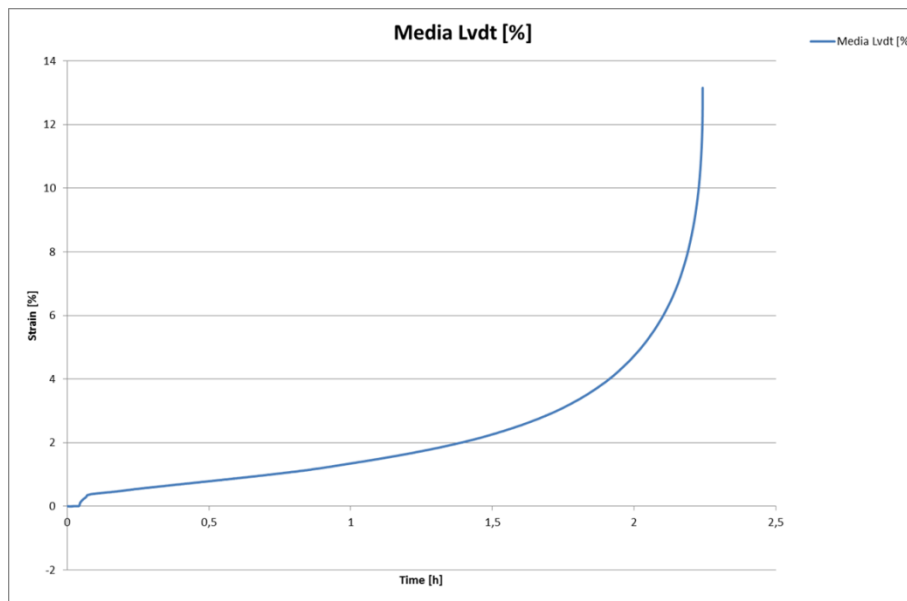
### 4 PROVE DI CREEP

Si è provveduto alla fabbricazione di un lotto di 25 provini per eseguire una campagna di prove di creep. L'obiettivo è analizzare se le proprietà a creep del DS4 rilevate negli anni '90 sulle barre fabbricate nell'ambito dell'esperimento Supernova sono analoghe a quelle dei provini estratti dalla lamiera prodotta nel 2014. In altre parole si vuole confrontare, in termini di proprietà a creep, il processo di laminazione a caldo e a freddo utilizzato nel 2014 per produrre la lamiera con il processo di estrusione-trafilatura a caldo e martellatura a freddo impiegato negli anni '90 per ottenere le barre. Si prevede di eseguire le prove alle temperature 550 e 650 °C, per tempi fino a 8000 ore (v. matrice di prova, tab. 6). Per avviare questa campagna sperimentale è stato necessario ripristinare il funzionamento delle macchine da creep obsolete trasferite dai laboratori di Casaccia a quelli di Brasimone.

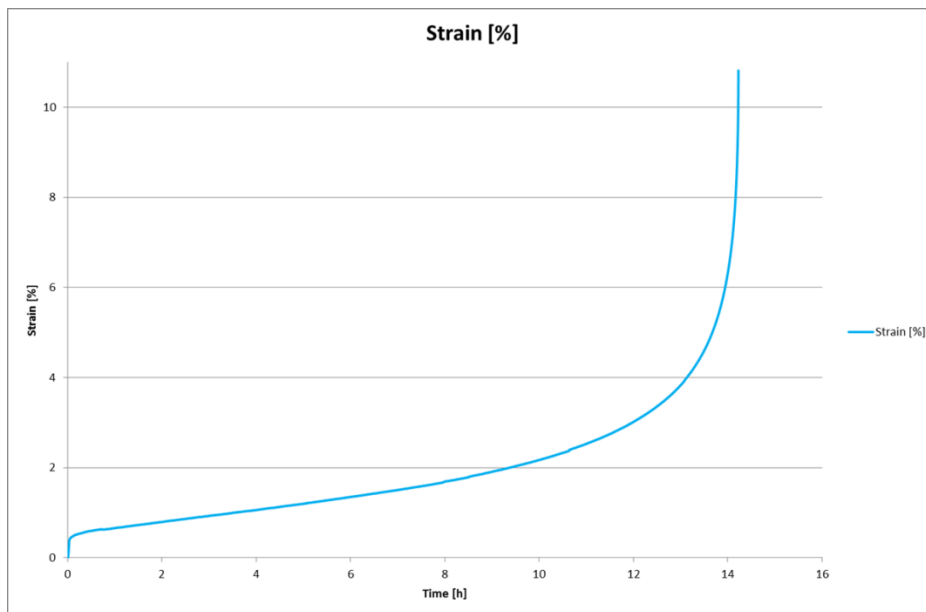
Series	Testing Temperature	Initial Stress (MPa)	N of samples
1	550°C	400	2
2	550°C	430	2
3	550°C	460	2
4	550°C	490	2
5	550°C	520	2
6	550°C	550	2
7	550°C	580	2
8	650°C	250	2
9	650°C	300	2
10	650°C	320	2
11	650°C	340	2
12	650°C	350	2
13	650°C	390	2
14	650°C	415	2

**Tab. 6. Matrice di prova Creep**

I grafici seguenti (fig.8-9) riportano l'andamento della deformazione registrato dagli LVDT funzione del tempo per due casi della matrice di prova. La campagna sperimentale è stata poi interrotta in seguito alla rilevazione di un problema inerente alla sicurezza dei forni montati sulle macchine. Pertanto si sta attendendo la sostituzione dei forni stessi per riprendere nuovamente la campagna sperimentale.



**Fig.8. Prova 650°C – 415 Mpa (Yield Stress)**



**Fig.9. Prova 650°C – 390 Mpa**

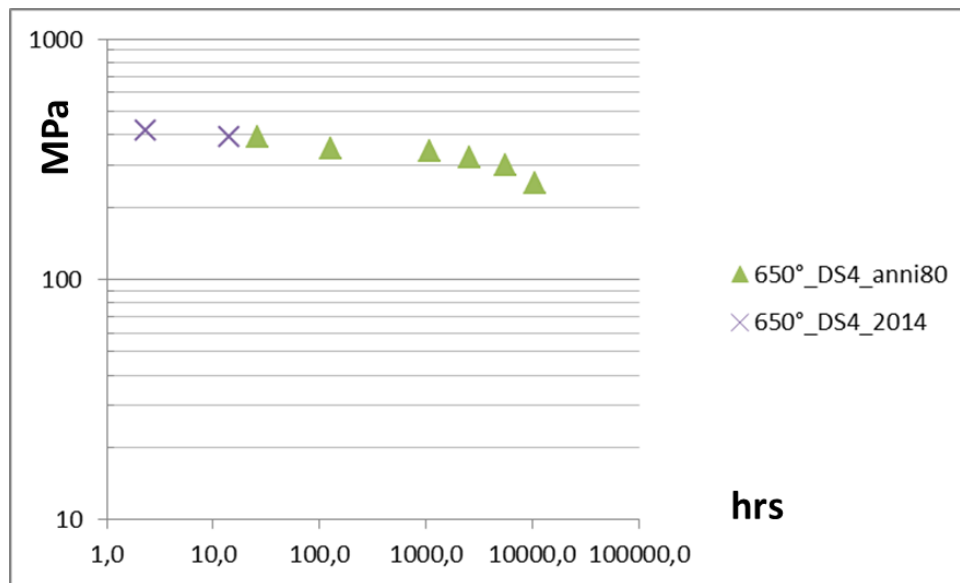


Fig.10. Confronto (parziale) lotto anni '90 [1] – lotto 2014


## 5 IRRAGGIAMENTO CON IONI

Con i primi tre turni di irraggiamento eseguiti nel 2015 e 2016 presso LNL (Laboratori Nazionali di Legnaro) non è stato possibile raggiungere un danneggiamento pari a 100 dpa ma soltanto nell'ordine dei 60 dpa. Questo è dovuto al fatto che, per motivi tecnici, non è stato possibile mantenere la corrente del fascio al valore target di specifica di 1000 pnA ma la si è dovuta abbassare a 700 pnA. Di conseguenza il danneggiamento ottenuto con i primi tre turni è stato ridotto in proporzione.

Pertanto, in data 15/01/2016 è stata inoltrata una nuova Proposta a LNL (Laboratori Nazionali di Legnaro) atta ad ottenere due ulteriori turni di irraggiamento per raggiungere il valore obiettivo di 100 dpa con ioni pesanti (58 Ni, 110 MeV). La proposta (v. Allegato 1) è stata accettata e sono stati concessi 2 ulteriori turni di irraggiamento da due giorni l'uno; il campione di geometria 5x20x1,3 mm (v. fig. 11) verrà quindi irraggiato per cinque sessioni per dieci giorni totali. Il terzo turno di irraggiamento si è svolto in data 27-29 luglio 2016.



Fig. 11. Campione per Ion Irradiation 1,3x5x20 mm<sup>3</sup> (superficie lucidata a specchio)

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 129	0	L	13	18

## 6 CONCLUSIONI


Nell'ambito dei PAR degli anni precedenti erano stati prodotti 80 Kg di acciaio DS4 ed erano state eseguite le laminazioni a caldo e a freddo (incrudimento 20%). Sui laminati (sia allo stato solubilizzato che incrudito) erano state eseguite analisi ottiche e prove di durezza. I Risultati mostravano un affinamento della dimensione del grano austenitico a seguito del processo di deformazione a freddo. Tale affinamento era più evidente in prossimità delle superfici esterne giustificando la maggior durezza lì registrata.

Dalla caratterizzazione meccanica a trazione, eseguita nell'ambito dell'ultimo PAR, si rileva consistente anisotropia delle proprietà tra i provini estratti nella direzione di laminazione e quelli estratti dal trasverso di lamiera. Le proprietà meccaniche della nuova colata corrispondono a quelle del lotto prodotto negli anni '90.

Nell'ambito del PAR 2016 si sono inoltre portate a termine le prove di corrosione a 1000 ore (Pb fluente,  $10^{-5}$  wt% O<sub>2</sub>). I provini corrosi sono in attesa di essere trattati per l'analisi SEM. Riguardo le prove di creep da eseguire presso i laboratori del Brasimone, la campagna sperimentale è iniziata ma il ripristino del funzionamento delle macchine trasferite da Casaccia a Brasimone è ancora in corso; il ritardo nell'esecuzione dei test è dovuto alla necessità di sostituire i forni su tutte le macchine per motivi legati alla sicurezza. Infine, per ciò che riguarda la campagna di irraggiamento con ioni pesanti (58 Ni, 110 MeV), presso LNL, i primi tre turni si sono già svolti. Tuttavia, per raggiungere l'obiettivo dei 100 dpa di danneggiamento, sarà necessario eseguire due turni aggiuntivi secondo proposta in allegato approvata da LNL.

## 7 REFERENCES

- [1]. G. Filacchioni, U. de Angelis, D. Ferrara, L. Pilloni / Proceedings of the Conference: "Fast reactor core and fuel structural behavior", B.N.E.S., London, 1990

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 129	0	L	14	18

## ALLEGATO 1

### *HFI-DS4 Proposal:*

# *“Investigation of the effect of high fluence irradiation on the swelling and microstructural behavior of DS4 steel”*

Carlo Cristalli <sup>1</sup>, Luciano Pilloni <sup>2</sup>, Massimo Angiolini <sup>2\*</sup>

#### **\*Spokesperson**

<sup>1</sup> CR ENEA Brasimone, Camugnano (BO), Italy.,

<sup>2</sup> CR ENEA Casaccia, Anguillara Sabazia (Rome), Italy

#### *Abstract*

The qualification of the fuel cladding material is one of the most crucial issues in Lead Fast Reactors technology. Historically, the main limiting factor is related to cladding swelling, that is the increase of volume that takes place in materials subjected to intense neutron radiation and due to nucleation and growth of point defects aggregates. The swelling acceptability limit may range from 3% to 6%. At the beginning of the ‘80s, within an experimental program carried out at the Saclay Research Center, the electrons irradiations (1 MeV) have shown the effectiveness of the simultaneous presence of Ti and Nb on the swelling resistance of 316 and 15 Cr-15 Ni matrix. This experimental evidence lead CEA and ENEA to start the production and the characterization of the first Double Stabilized steels (DS). An optimization of the chemical composition lead to the realization of a 2nd generation based on 15 Cr-15 Ni and 15 Cr-25 Ni matrix. The microstructural and compositional features that are expected to control and limit the swelling ratio are the high Ni content, the secondary precipitation of Ti and Nb carbides and the cold working in the range of 20% in terms of section reduction ratio. After ion irradiation the evolution of the dislocations net and the irradiation induced precipitation will be studied.

#### *1. Scientific Motivation*

Among the open issues related to the LFR (Lead Fast Reactor) demonstration, the cladding material assessment is one of the most crucial question still under investigation. Data on performances of the candidate materials in high temperature lead and under irradiated conditions are not yet available. Some information may be obtained from the experience gained on materials like the austenitic steel 15-15 Ti, which has been proven suitable for Sodium environment. The qualification of the cladding material, the one which is meant to comply with the containment of the fuel pellets, is one of the most crucial issues in LFR technology. Historically, the main limiting factor is related to cladding swelling. The swelling acceptability limit may range from 3% to 6%.

At the beginning of the ‘80s, within an experimental program carried out at the Saclay Center, the under electrons irradiations (1 MeV ) have shown the effectiveness of the simultaneous presence of Ti

and Nb on the swelling resistance of 316 and 15 Cr-15 Ni matrix. This experimental evidence lead CEA and ENEA to start the production and the characterization of the first Double Stabilized steels (DS). This first generation was widely characterized showing the strong influence of some additional elements on the structural stability of an austenitic matrix. A very critical analysis of the results of the mechanical tests and the structural evolution lead to an optimization of the chemical composition.

A second generation of swelling resistant steels has then been realized based on 15 Cr-15 Ni and 15 Cr-25 Ni matrix. The second generation of DS steels was based on a 15Cr–15Ni matrix, with a complete revision of the chemical composition and on a new matrix 15Cr–25Ni ( DS3 15-15 Ti+Nb, DS4 15-25 Ti+Nb, DS5 15-25 Ti+Nb ) [Ref.1].

The irradiation results obtained in the framework of Supernova experience in terms of swelling resistance (fig. 1 [4]) appeared extremely promising. Up to 89 DPA (Displacement per Atom) the Double Stabilized alloys were subjected to very limited swelling, in comparison to other austenitic 15-15 steels. The swelling ratio of DS4, in particular, appeared the lowest. Examining the microstructure (fig. 2 [4]) we can appreciate the very limited formation of voids in Double Stabilized Steels with respect to 15-15.

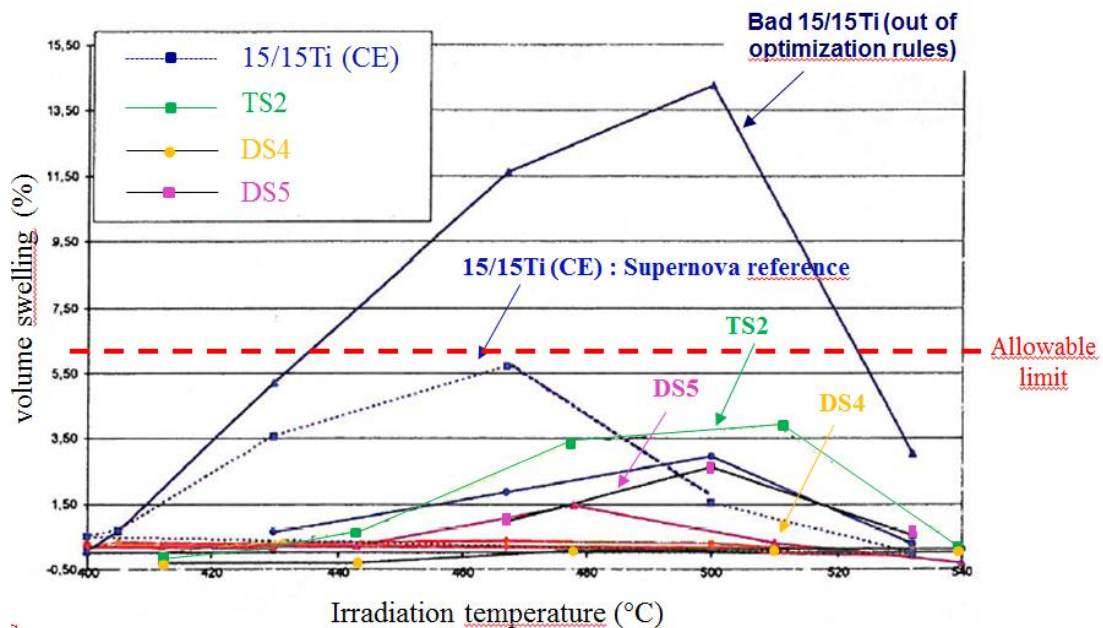


Fig. 1 Volume swelling as function of the Irradiation Temperature for several steels irradiated up to 89 dpa in Supernova experience [4]

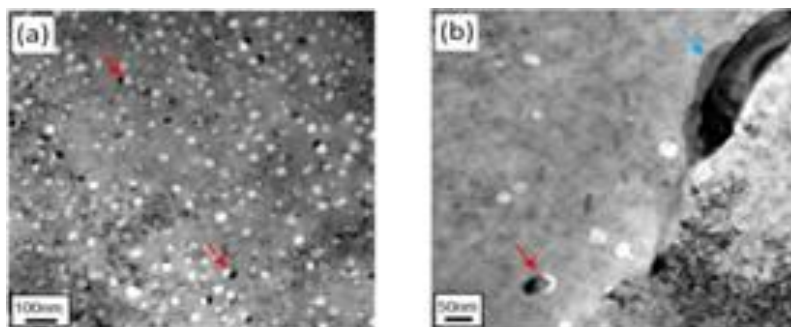


Fig. 2 Density of voids after irradiation; High in 15-15 Ti steel (a; left) Low in DS steels (b; right) [4]

## 2. Proposed Experiment

The proposed experiment is aimed at the investigation of the effects of ion irradiation on the microstructure of DS4 steel in terms of formation of vacancies clusters, voids swelling, segregation of atomic species. The irradiation with ions is commonly used to simulate neutrons irradiations since presents various advantages compared to neutrons irradiations, among the others, the possibility to carry out studies involving a wide range of experimental conditions, to induce an elevated displacement damage in short times and to avoid the activation of the samples. Also the variation in the irradiation fluence is expected to affect the previously listed phenomena, connected to the swelling behaviour.

The microstructural and compositional features that are expected to control and limit the swelling ratio are listed below:

- Ni content; as it results from some dated studies [2], a high content in Ni, namely in the range of 25%, is expected to limit the swelling (fig. 3)

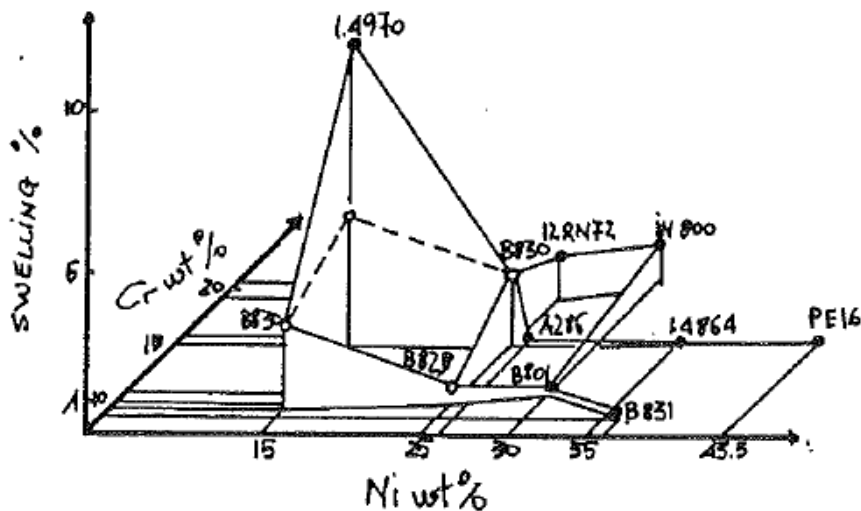


Fig. 3 Swelling ratio as function of Ni and Cr contents [2]

- Secondary carbide precipitation (TiC and NbC); A distinction is needed between the definitions of primary and secondary precipitation; the Primary precipitation is the one occurring during the annealing heat treatment of the steel. Low primary precipitation means sufficient "free" contents of Carbon, Ti and Nb in solid solution in order to allow a secondary (in service) beneficial precipitation. The Secondary, so-said "in-service", precipitation is the one occurring during the high temperature expositions inside the reactor. This sort of "in-service" precipitation is highly effective as movement inhibitor for linear defects. The precipitation of carbides doesn't only act on the creep resistance of the material; it also has positive effects on the stability under irradiation. Here's a graphical investigation of the first 90's about the dependence of swelling attitude on the primary precipitation and on the stabilization ratio for a 15Cr-15Ni matrix (fig. 4 [3]). As long as the primary precipitation is kept low the secondary (highly desirable) precipitation is fostered and the limited swelling

attitude is a consequence. The coefficient used to define and manage the precipitation is the Stabilization Ratio:

$$R = \frac{[Ti] + [Nb] - [N]}{[C]}$$

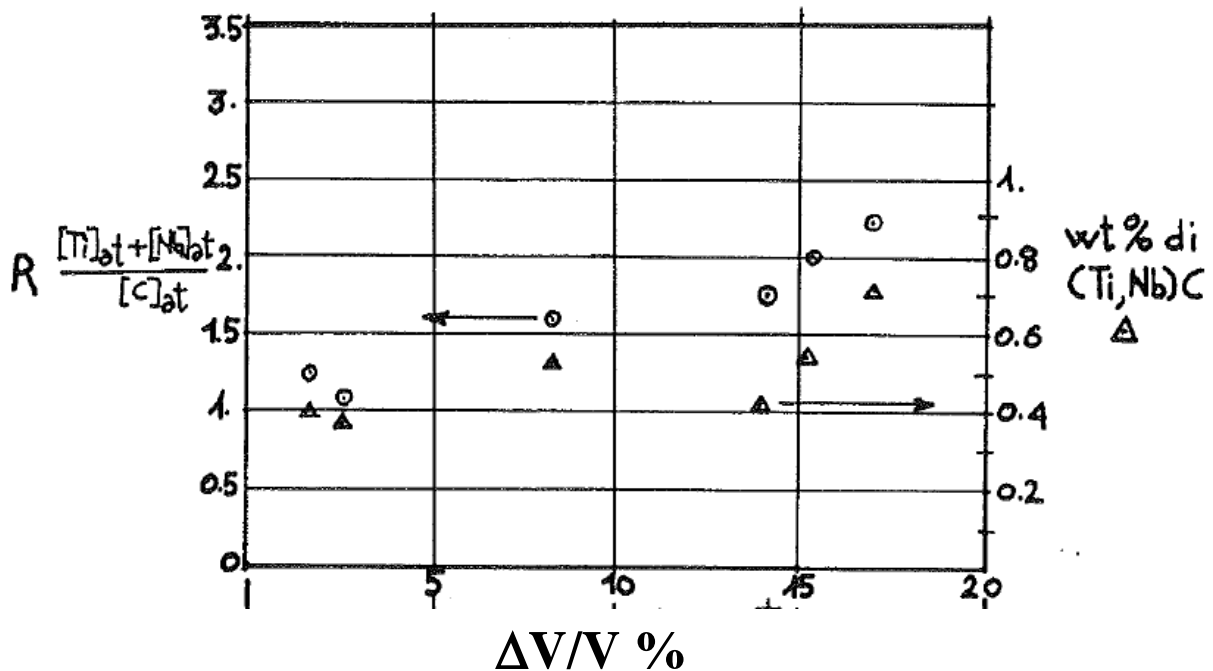



Fig. 4 Relation between stabilization ratio, weight percentage of primary precipitation and swelling attitude for a 15Cr-15Ni austenitic matrix irradiated at 450°C with an irradiation damage of 105 dpa [3]

The efforts carried out to obtain a lower primary precipitation by modifications of chemical composition lead to stabilization ratios of 1.38 for DS3 and 0.55 for the DS4 steel (the 2<sup>nd</sup> generation Double Stabilized Steels). With low stabilization ratios and a solution treatment at 1100°C it resulted possible to have a low primary precipitation, that means sufficient "free" contents of Carbon, Ti and Nb in solid solution in order to allow a secondary (in service) beneficial precipitation.

- Cold working; Even the cold working, in a range of 20% of section reduction, is thought to play a role in limiting the swelling of the alloy. The dislocations formed during the heavy plastic deformation, in fact, even after partial recovery due to the operation temperature, should act as "sinks" where the voids are going to be absorbed.

Therefore what we expect to investigate through SEM and TEM observations, after ion irradiation, is how the voids interact with the precipitates (TiC and NbC) and with the dislocations. After irradiation the evolution of the dislocations net and the irradiation induced precipitation will be studied. How do the voids recombine with the precipitates? Are the voids going to be annihilated by the expected high amount of secondary precipitation? Do the residual dislocations absorb the vacancies? These are the

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 129	0	L	18	18

question to which we expect to give an answer or, at least, a better understanding of the phenomena governing swelling behavior should be achieved.

A series of samples will be manufactured in order to undergo ion irradiation; the geometry of the samples will be  $20 \times 10 \times 1,3 \text{ mm}^3$ .

We would require an irradiation up to 120 dpa at 550°C irradiation temperature. If not possible to reach 120 dpa a dose exceeding 80 dpa would be enough. The irradiation conditions should be determined in order to produce a wide damaged region along the ions direction.

After irradiation the samples will undergo a first optical “shape profile” check aimed at the detection of locally increased volume. Then, through the use of a numerical code (SRIM), the maximum damage zone will be identified, and, on this portion of the specimen, the TEM examinations will be performed. Pre and post-irradiation morphological and structural analyses will be performed by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM), while the mechanical performance pre and post-irradiation will be examined by Nanoindentation.

### *3. Beam time request*

The DS4 sample has already been irradiated in the previous 2015 sessions. The Intensity value initially requested was 1000 pnA in order to achieve 100 dpa after 6 days irradiation. Nevertheless, during the experiment, it hasn't been possible to maintain this value but it has been necessary to lower the intensity down to 700 pnA (average). With this intensity value the resulting estimated damage should be in the range of 60 dpa (approximate) after the first 3 sessions (6 days irradiation). Therefore it would be necessary to perform two additional shifts (4 days irradiation, corresponding roughly to 40 dpa) in order to achieve the desired total damage in the range of 100 dpa.

Beam: 110 MeV 58Ni beam continuous (Tandem 10 MV, one stripper, by selecting the more probable ion) and the Tandem transmission of 40% with 700 pnA in FC2.

Beam focussed on the target (3-5 mm area)

Experimental setup TANDEM XTU-SIRAD with heated sample holder

Beamtime: 4 Days in order to achieve a dose up to 40 dpa

### *4. References*

- [2]. G. Filacchioni, U. de Angelis, D. Ferrara, L. Pilloni / Proceedings of the Conference: “Fast reactor core and fuel structural behavior”, B.N.E.S., London, 1990
- [3]. T. Boothby, T.M.Williams, D.R. Harries / Proceedings of the Conference: “Dimensional Stability and Mechanical behavior of irradiated metals and alloys”, B.N.E.S., Brighton, 1983
- [4]. L. Pilloni, Internal ENEA Report, restricted distribution, 1987
- [5]. M. Le Flem and oth., Meeting on ENEA CEA Cooperation in support to ASTRID – November 28, 2013