

**Titolo**

**Caratterizzazione delle proprietà meccaniche e di corrosione in piombo 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:** Generation IV reactors  
 Caratterizzazione dei materiali  
 Metallurgia  
 Microstruttura dei materiali  
 Corrosione  
 Effetti delle radiazioni sui materiali

**Sommario**


In questo documento vengono riportate le attività di ricerca svolte nel contesto del PAR 2014-15 riguardo lo studio delle proprietà meccaniche, di corrosione e di swelling sotto irraggiamento dell'acciaio doppio stabilizzato DS4.

**Note**

Copia n.

In carico a:

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE	25/09/15	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 – 097	0	L	2	28

## Indice

<b>1. INTRODUZIONE.....</b>	<b>3</b>
<b>2.PROVE DI DUREZZA HV .....</b>	<b>4</b>
<b>3.ANALISI MICROSCOPIO OTTICO; DIAMETRO DI GRANO .....</b>	<b>7</b>
<b>4. PROVE DI TRAZIONE .....</b>	<b>11</b>
<b>5. PROVE DI CORROSIONE (FABBRICAZIONE PROVINI) .....</b>	<b>18</b>
<b>6. PROVE DI CREEP (FABBRICAZIONE PROVINI) .....</b>	<b>18</b>
<b>7. IRRAGGIAMENTO CON IONI .....</b>	<b>20</b>
<b>8. COLLABORAZIONE IN KIND CON UNIPI E LABORATORI AMERICANI.....</b>	<b>20</b>
<b>9. CONCLUSIONI.....</b>	<b>22</b>
<b>10. ALLEGATO 1.....</b>	<b>23</b>

## 1. INTRODUZIONE

Nell'ambito del PAR 2013 è stato fabbricato presso CSM un lingotto di acciaio speciale a bassa attivazione, 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.

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

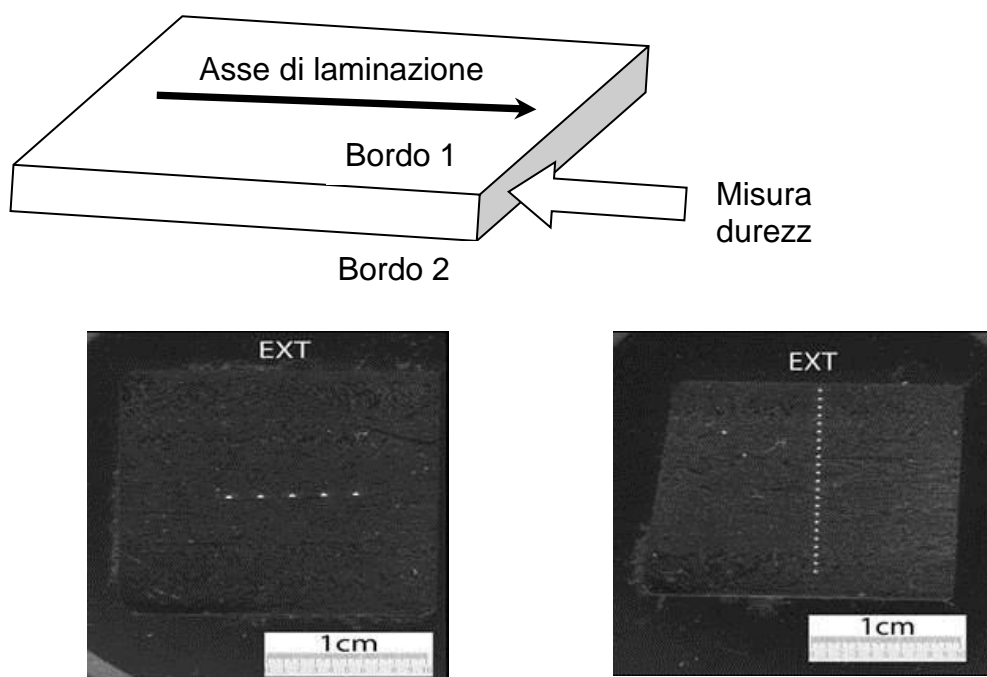


**Fig. 1. “Waving” della lamiera DS4 dopo laminazione a freddo**

Il presente rapporto descrive le ultime fasi della ricerca relativamente alle analisi metallografiche ed alla caratterizzazione meccanica eseguita, nonché alla preparazione dei provini per le caratterizzazioni future. Due serie di campioni sono state fabbricate, una relativa allo stato solubilizzato, l'altra relativa allo stato incrudito. Scopo della prima fase del lavoro è la valutazione dell'effetto del processo di laminazione a freddo sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche (durezza e trazione) dell'acciaio DS4. La fase successiva prevede la caratterizzazione completa del materiale per ciò che riguarda le proprietà a creep, a corrosione e sotto irraggiamento con Ioni.

## 2. PROVE DI DUREZZA HV (MATERIALE SOLUBILIZZATO E INCRUDITO)

Le prove di durezza sono state eseguite sulla lamiera DS4 sia allo stato solubilizzato che incrudito a freddo; i risultati delle misure di durezza sono riportati nelle figure 2 e 3. I valori di durezza sul materiale solubilizzato sono stati misurati per completare la sperimentazione e come valore di confronto. I risultati mostrano l'effetto del processo di laminazione sull'acciaio DS4: in particolare si noti come una laminazione a freddo al tasso del 20% permetta di incrementare la durezza da un valore medio di circa 120 HV<sub>10</sub> ad un valore medio di circa 230 HV<sub>10</sub>. Nel materiale laminato a freddo inoltre la durezza risulta essere uniforme nello spessore, con valori leggermente più alti, come atteso, in prossimità delle superfici, nelle quali la componente di taglio della deformazione risulta essere maggiore. I valori sono riportati in Tab. 2 e 3.



**A: solubilizzato (sezione trasversale) B: laminato a freddo (sezione longitudinale)**

**Fig. 2. Schema di prelievo campioni e macrografie relative alle impronte di durezza**

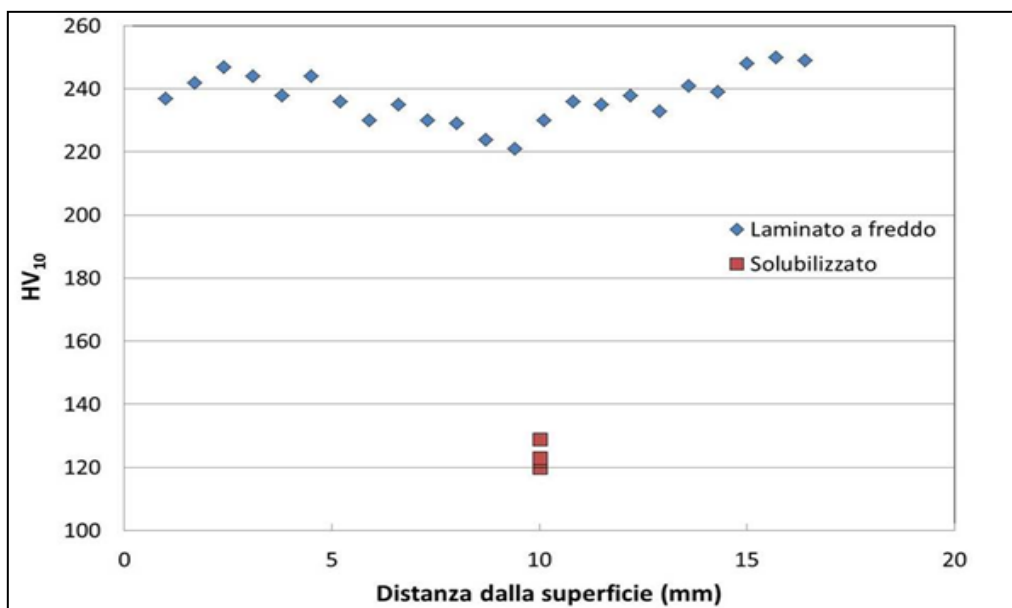


Fig. 3. Effetto del processo di laminazione a freddo al 20% sulla durezza.

S TRASV	
Punto	HV 10kg
1	122
2	120
3	122
4	123
5	129

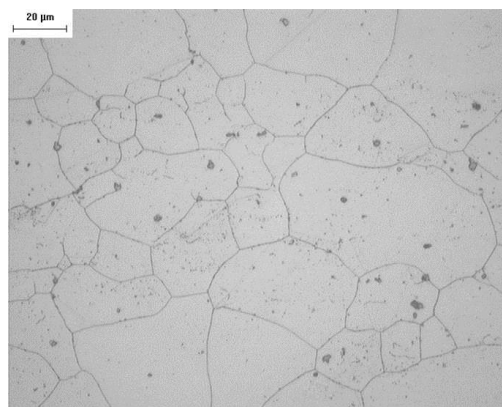
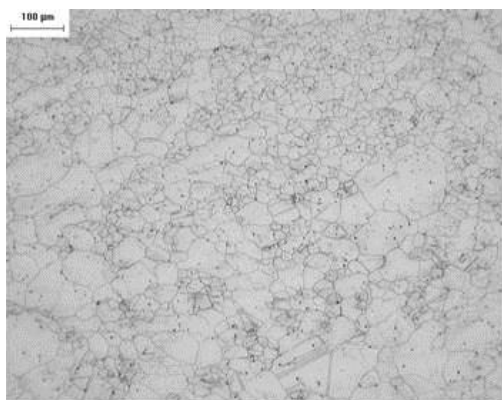
Tab. 2: Misure puntuali di durezza – campione Solubilizzato

<b>LF TRASV</b>	
<b>Punto</b>	<b>HV10 kg</b>
1	237
2	242
3	247
4	244
5	238
6	244
7	236
8	230
9	235
10	230
11	229
12	228
13	231
14	230
15	236
16	235
17	238
18	233
19	241
20	239
21	248
22	250
23	249
MAX	250
MIN	228

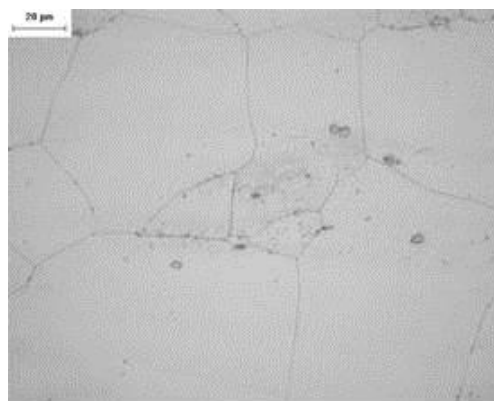
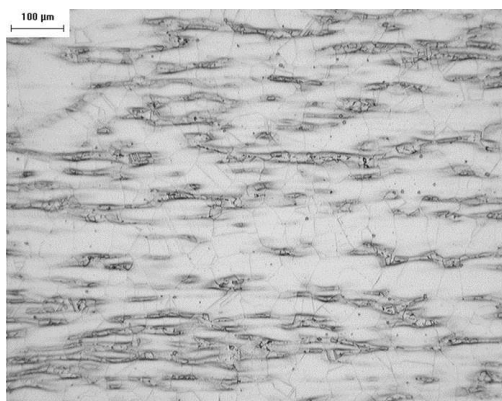
**Tab. 3: Misure puntuali di durezza – campione DS4 laminato a freddo**

### **3. ANALISI MICROSCOPIO OTTICO; DIAMETRO DI GRANO (MATERIALE SOLUBILIZZATO E INCRUDITO)**

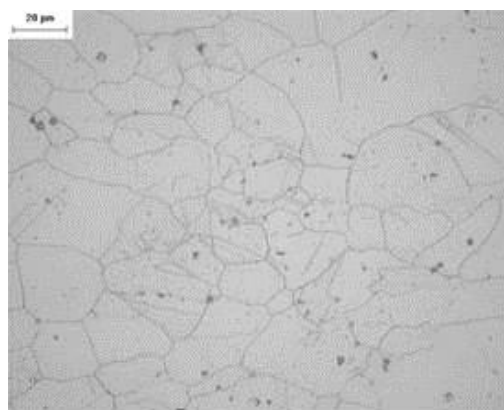
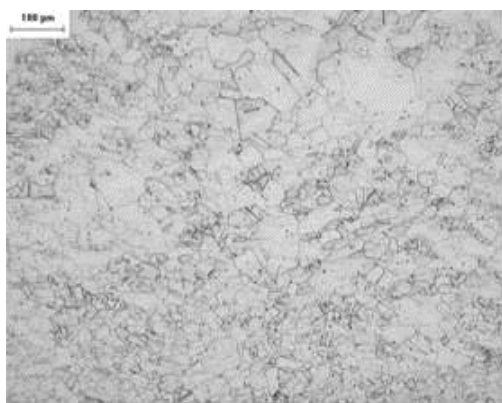
I risultati dell'analisi tramite Microscopio Ottico sui due campioni (solubilizzato e deformato a freddo) sono riportati nelle Figure 4-7. La dimensione del grano nel laminato a freddo varia da circa 30 a 35 micron e nel solubilizzato varia da 35 a 50 micron.



**Superficie esterna (Bordo 1)**

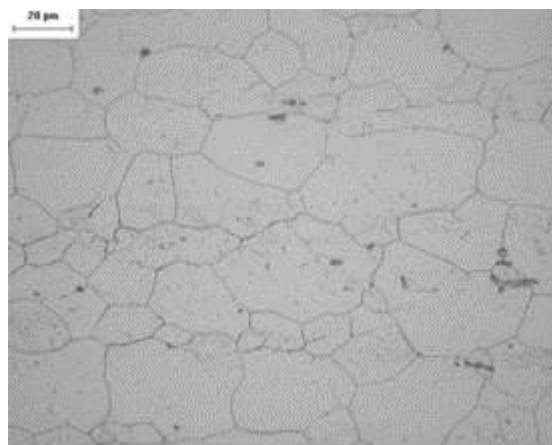
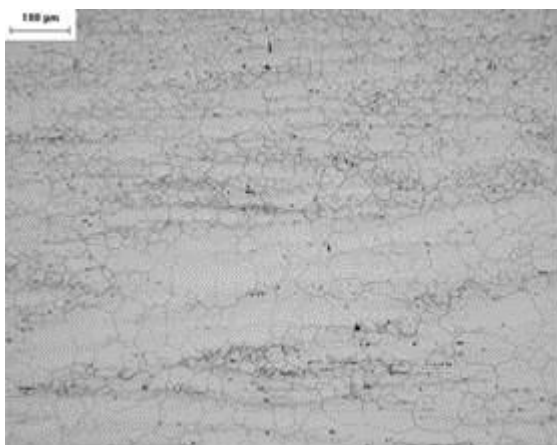


**Centro spessore**

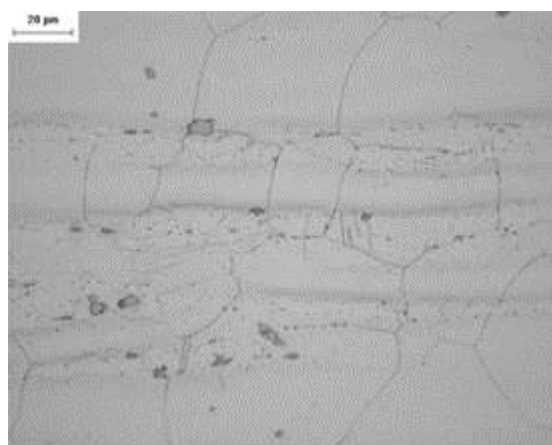
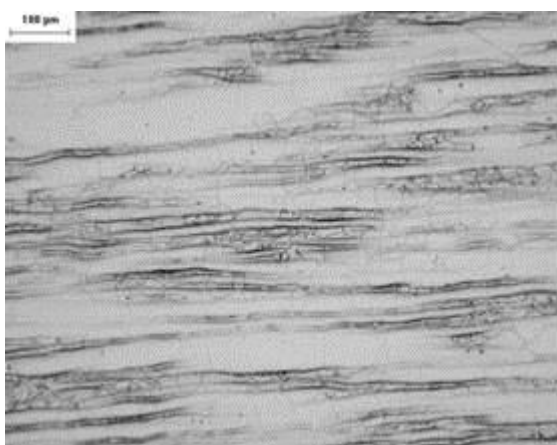


**Superficie interna (bordo 2)**

**Fig. 4. Materiale solubilizzato (sezione longitudinale)- attacco elettrolitico in acido ossalico.**

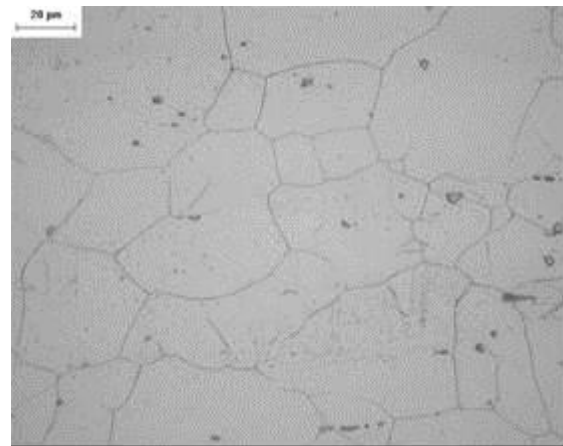
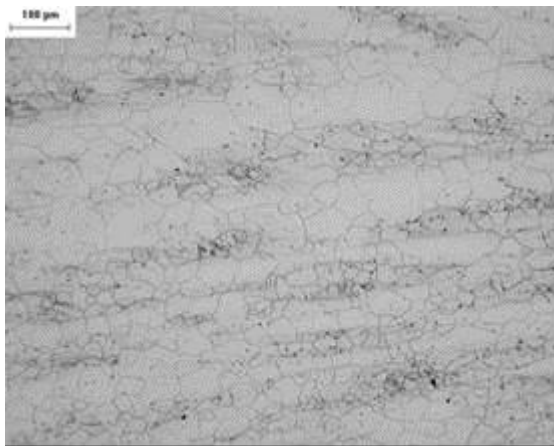


**Superficie esterna (bordo 1)**



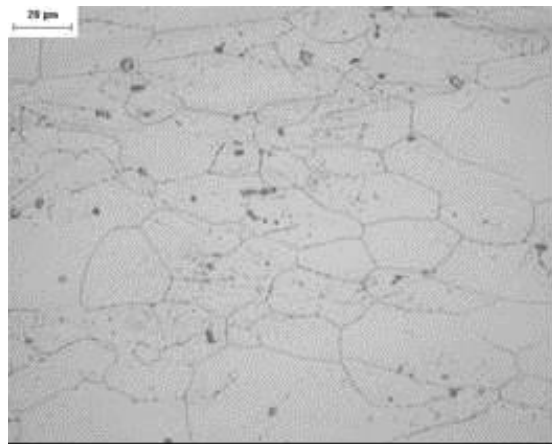
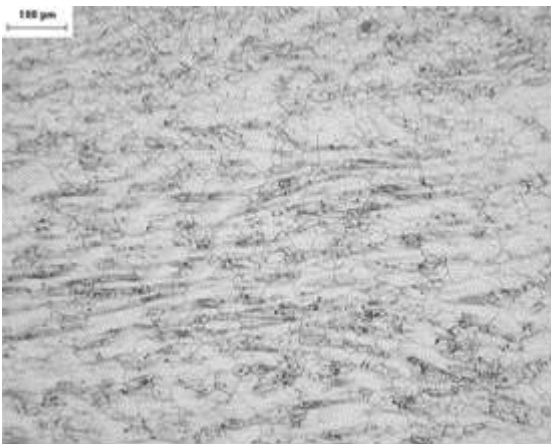
**Centro spessore**



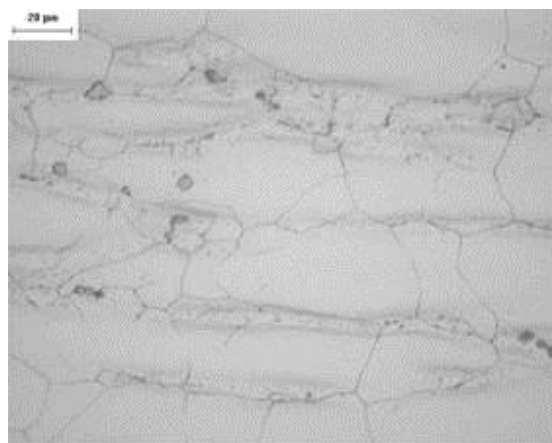
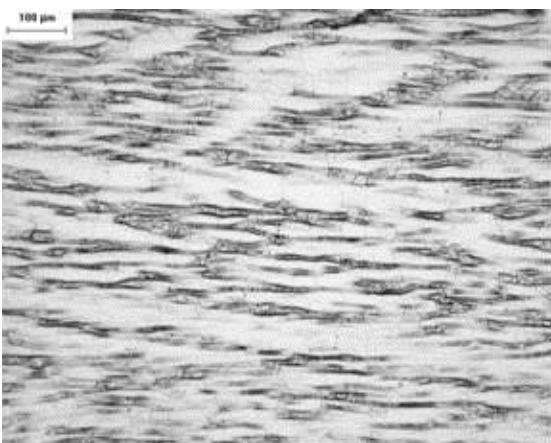


**Superficie interna (bordo 2)**

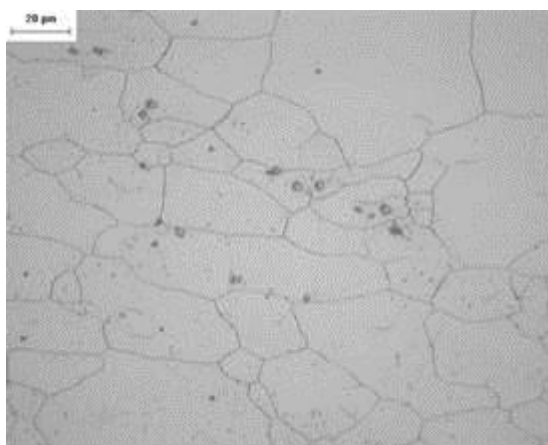
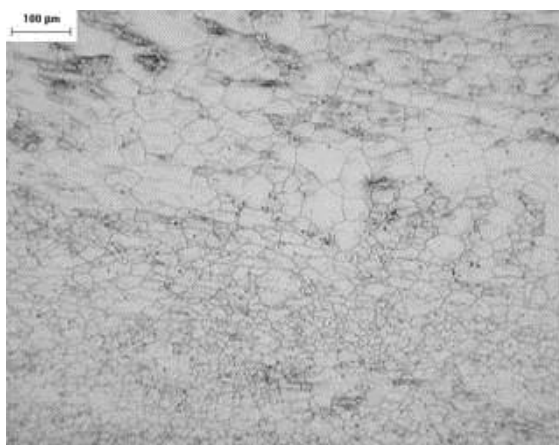
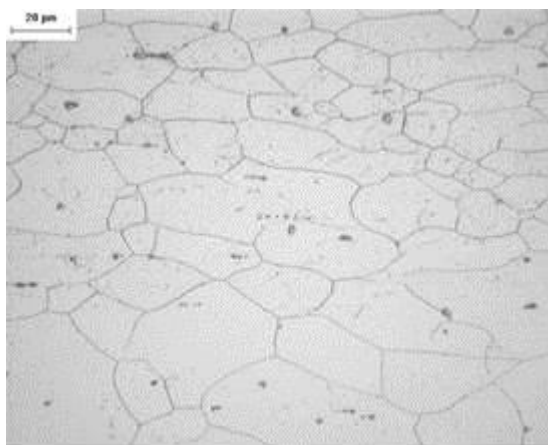
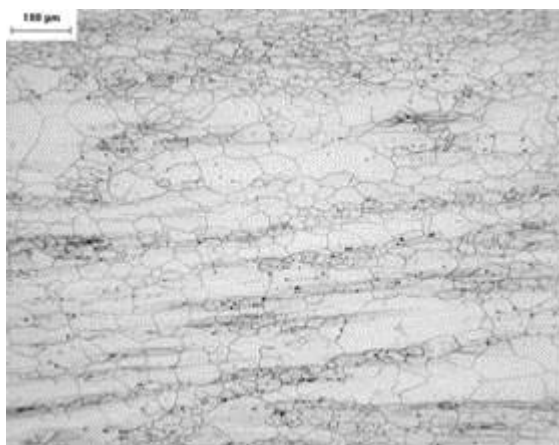
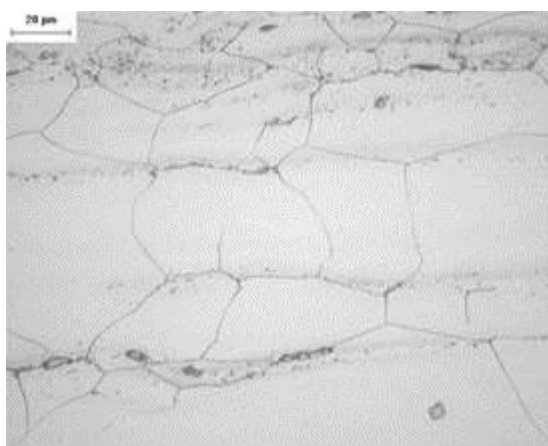
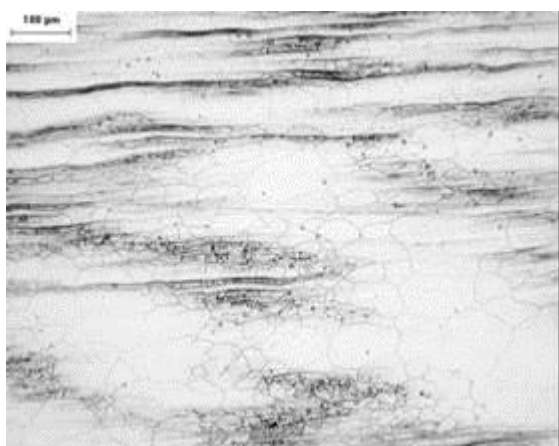
**Fig. 5. Materiale solubilizzato (sezione trasversale)**

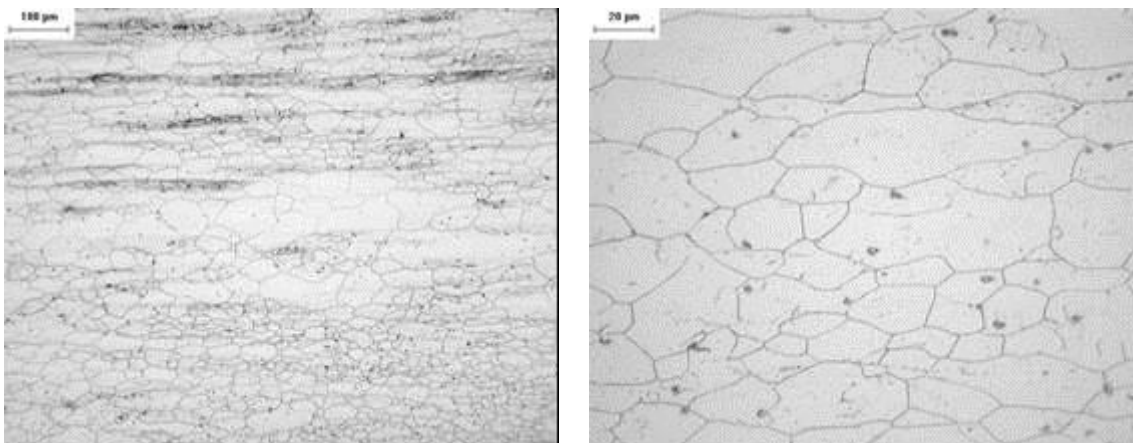


**Superficie esterna (bordo 1)**



**Centro spessore**

**Superficie interna (bordo 2)****Fig. 6. Materiale dopo laminazione a freddo del 20% (sezione longitudinale)****Superficie esterna (bordo 1)****Centro spessore**



Superficie interna (bordo 2)

Fig. 7. Materiale dopo laminazione a freddo del 20% (sezione trasversale)

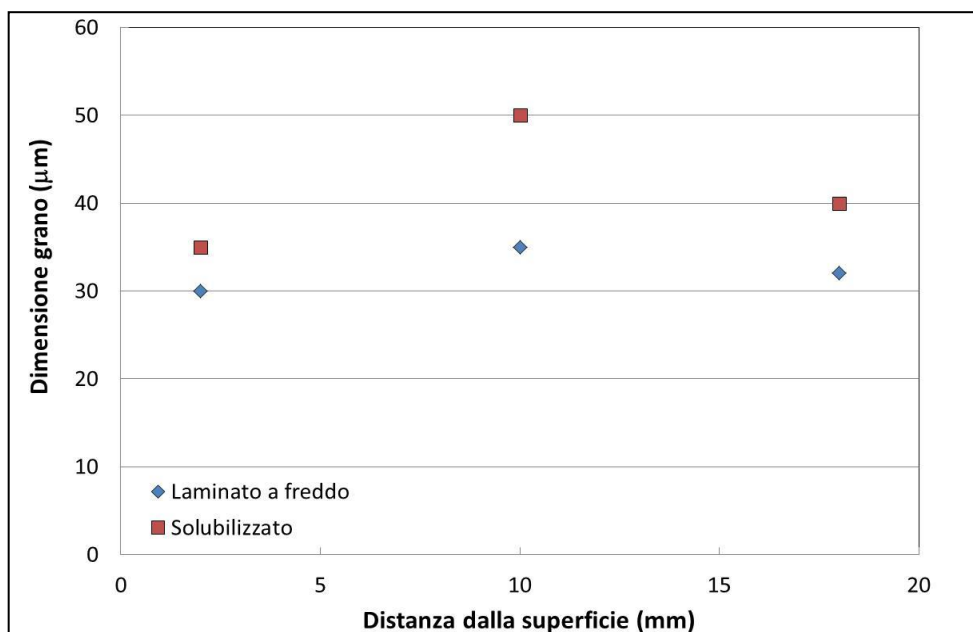


Fig. 8. Effetto della laminazione a freddo (20% riduzione) sull'affinamento del grano nell'acciaio DS4.

I risultati mostrano un affinamento della dimensione del grano austenitico a seguito del processo di deformazione a freddo. Tale affinamento è più evidente in prossimità delle superfici esterne (Figura 8) e giustifica la maggior durezza riportata in Figura 3. La dimensione del grano nel laminato a freddo varia da circa 30 a 35 micron e nel solubilizzato varia da 35 a 50 micron. Tali caratteristiche hanno influito sulle variazioni delle proprietà meccaniche registrate sul materiale prima e dopo la laminazione a freddo e riportate nel paragrafo successivo.

#### 4. 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. Un esempio delle provette dopo prova di trazione è riportato in Fig.9.



**Fig. 9. Esempio di provette di trazione.**

In Tab. 4 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. 4: Risultati delle prove eseguite sul materiale solo solubilizzato**

<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. 5 vengono riportati i risultati delle prove di trazione eseguite sul materiale dopo laminazione a freddo con riduzione del 20%.

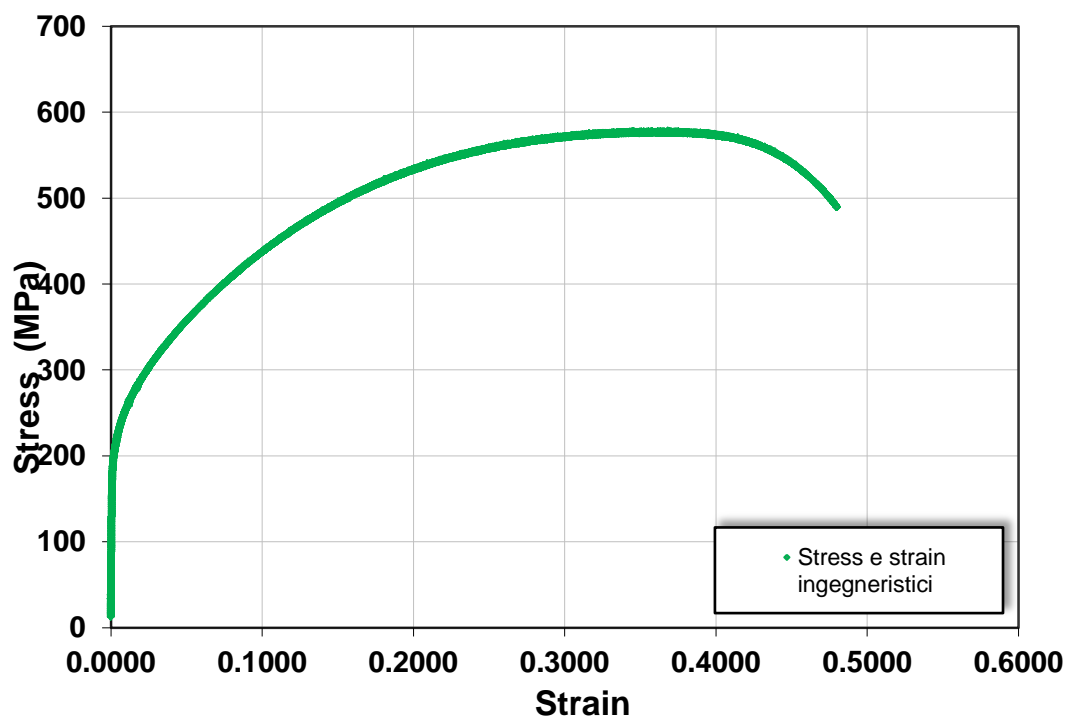
**Tab. 5: Risultati delle prove eseguite sul materiale laminato a freddo**

<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>

Nelle figure seguenti da 10 a 15 sono riportati degli esempi delle curve di trazione registrate.

**Provetta\_ S-1 T= R.T.**



**Fig. 10: Curva di trazione a temperatura ambiente del materiale solo solubilizzato**

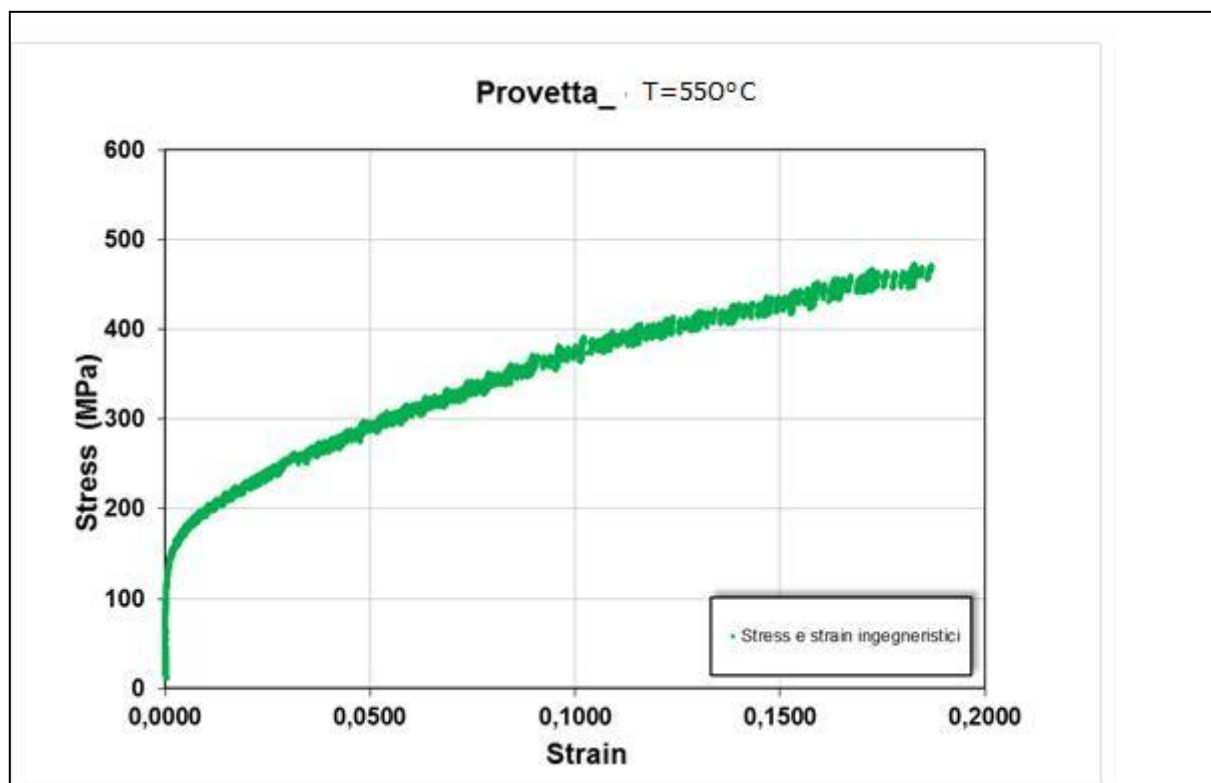


Fig. 11.: Curva di trazione a T=550°C del materiale solo solubilizzato

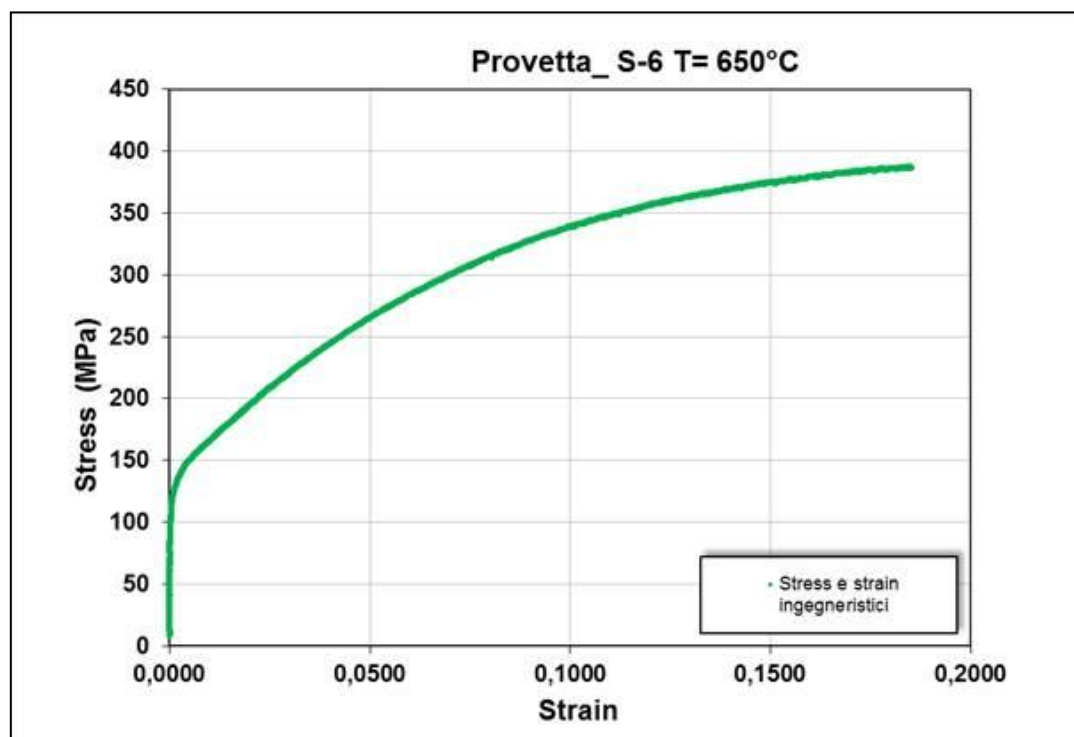


Fig. 12.: Curva di trazione a T=650°C del materiale solo solubilizzato

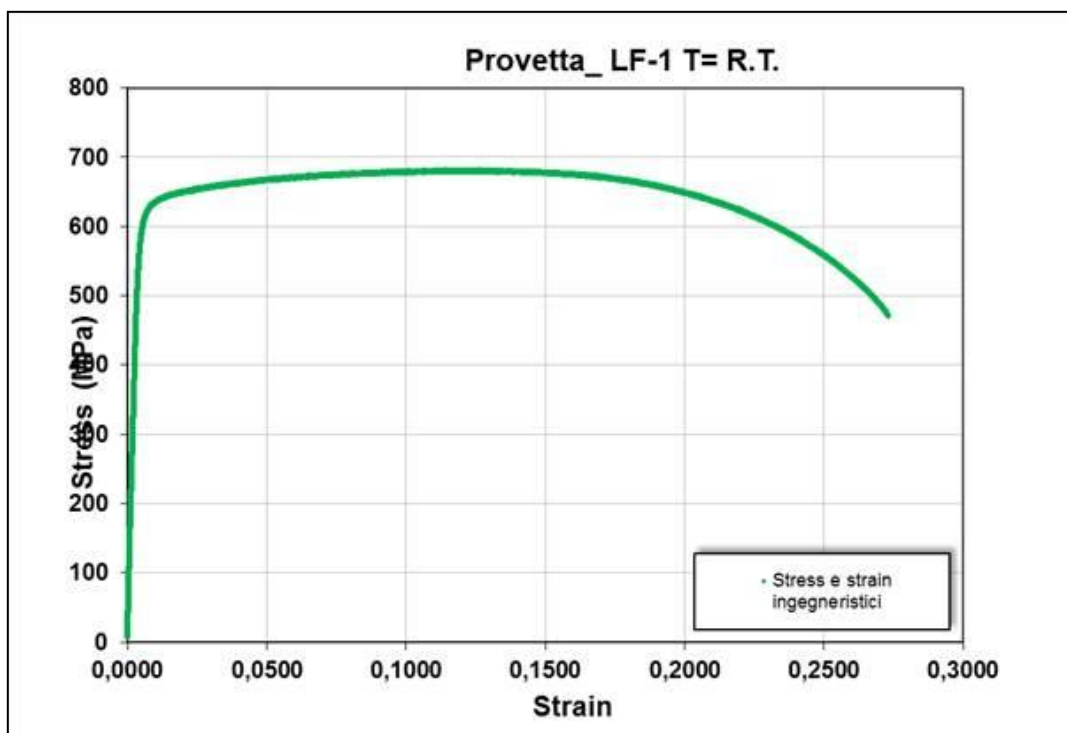


Fig. 13.: Curva di trazione a temperatura ambiente del materiale laminato a freddo

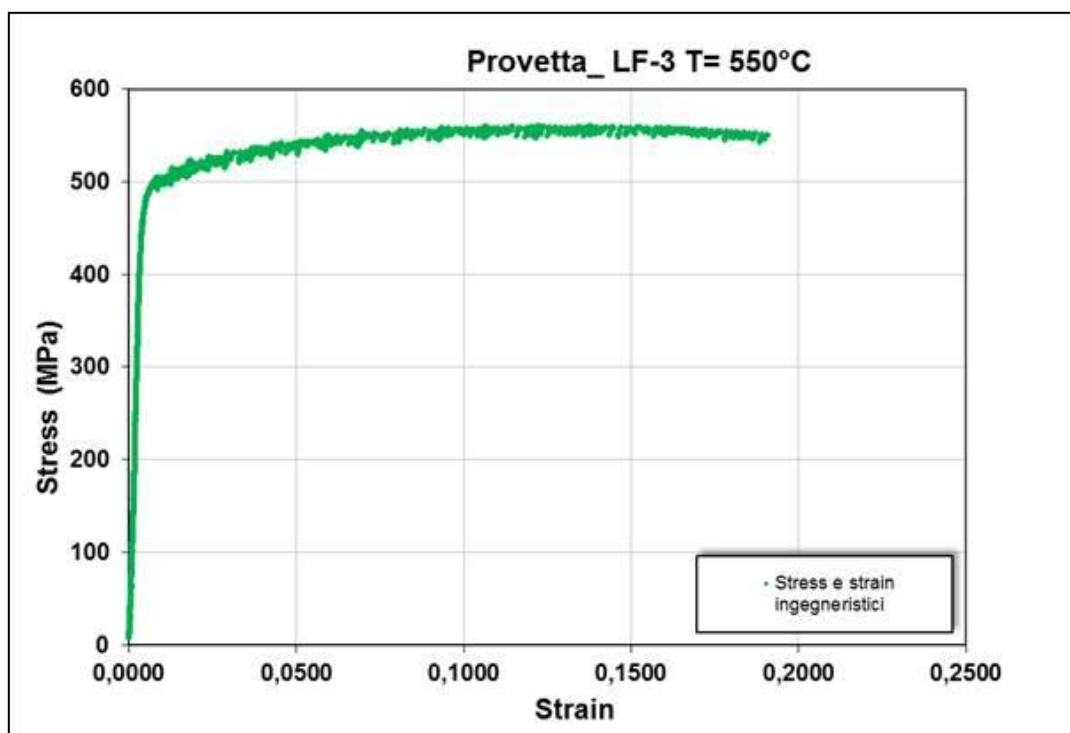
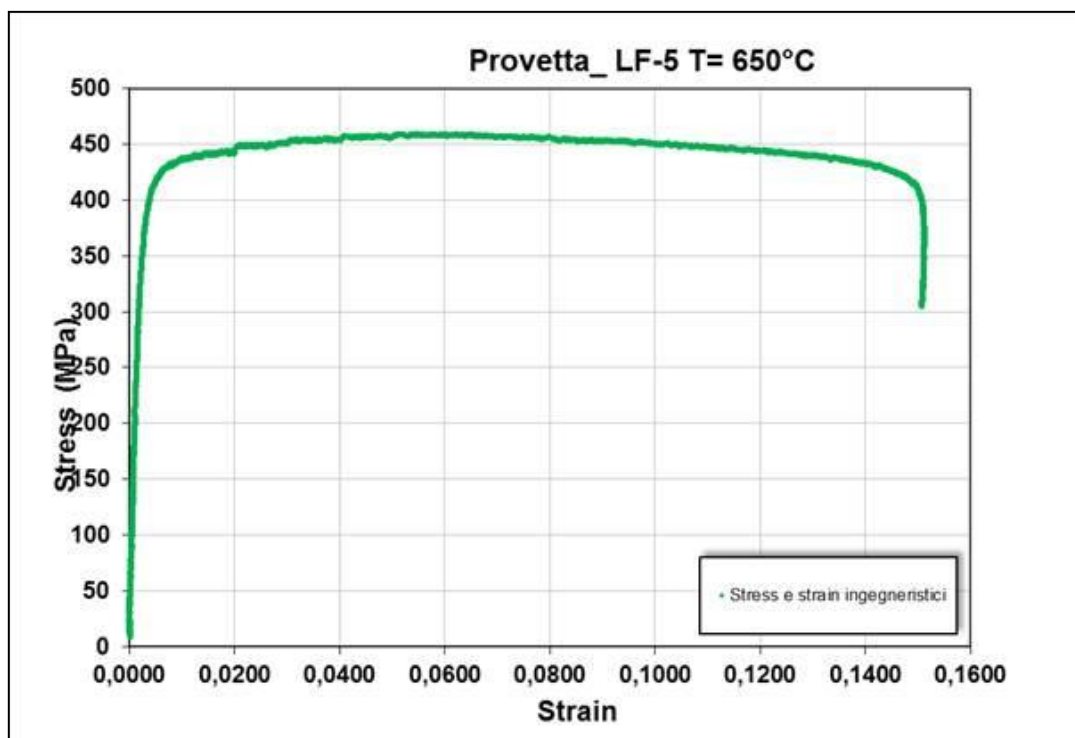


Fig. 14.: Curva di trazione a T=550°C del materiale laminato a freddo





**Fig. 15.: Curva di trazione a T=650°C del materiale laminato a freddo**

Al fine di integrare i risultati presentati (RT, 550°C, 650°C) sono stati prodotti ulteriori 10 campioni per eseguire le prove di trazione alle temperature intermedie (disegno costruttivo fig. 16).

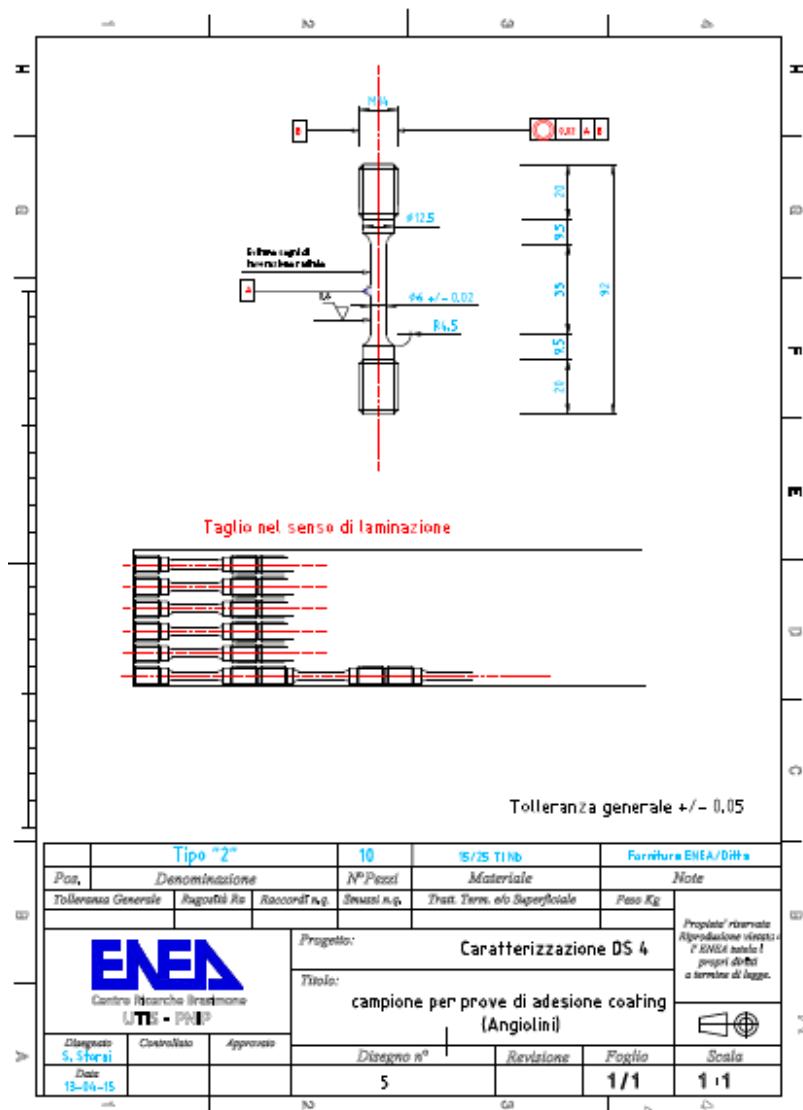
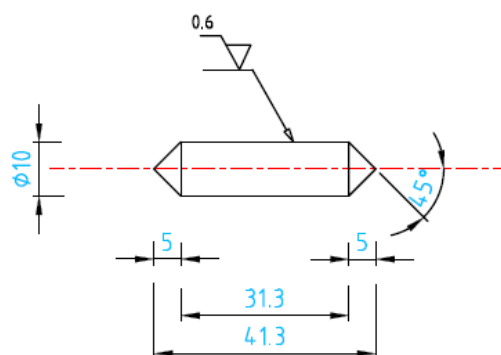


Fig. 16. Disegno costruttivo provino da trazione

## 5. PROVE DI CORROSIONE (FABBRICAZIONE PROVINI)

Si è provveduto alla fabbricazione di un lotto di 20 provini (fig. 17) per eseguire una campagna di prove di corrosione nell'impianto a Piombo fluente LECOR. Le prove (matrice di prova tab. 6) saranno condotte in atmosfera ossidante:  $10^{-5}$  wt% O<sub>2</sub>. Le prove a 1000 ore sono attualmente in corso.



**Fig. 17. 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. 6. Matrice di prova corrosione**

## 6. PROVE DI CREEP (FABBRICAZIONE PROVINI)

Si è provveduto alla fabbricazione di un lotto di 25 provini (fig. 18) per eseguire una campagna di prove di creep. Si prevede di eseguire le prove alle temperature 550 e 650 °C, per tempi fino a 8000 ore (v. matrice di prova, tab. 7).

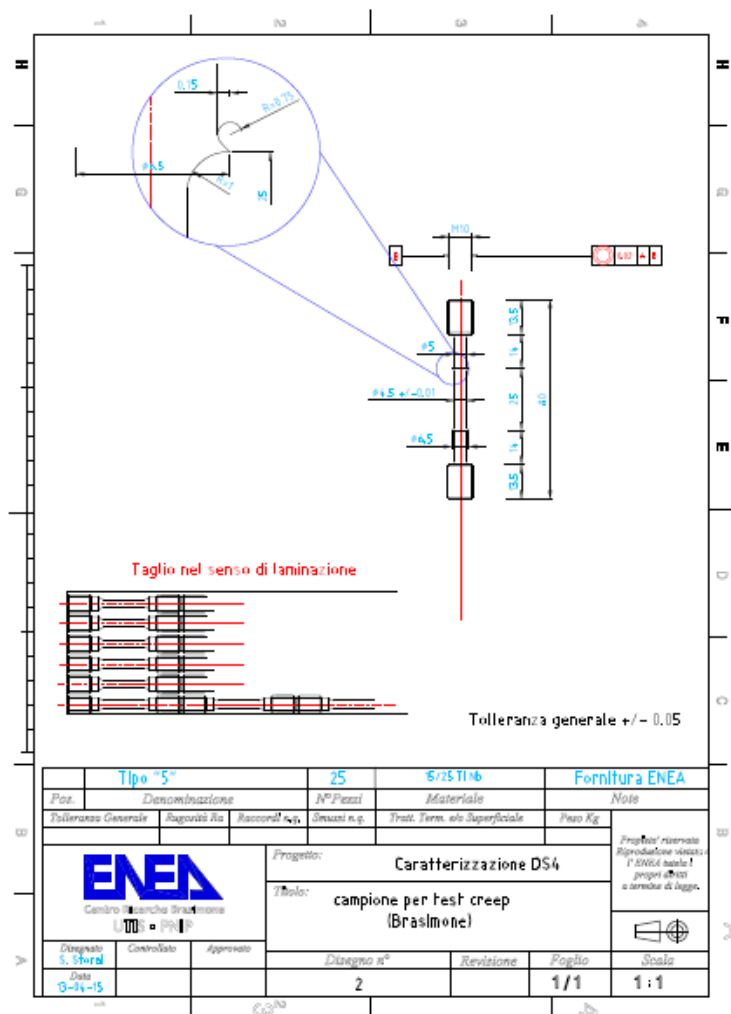



Fig. 18. Disegno costruttivo campione per prove di Creep

Series	Testing Temperature	Initial Stress (MPa)	N of samples
1	550°C	400	3
2	550°C	430	3
3	550°C	460	3
4	550°C	490	3
5	650°C	300	3
6	650°C	320	3
7	650°C	340	3
8	650°C	360	3

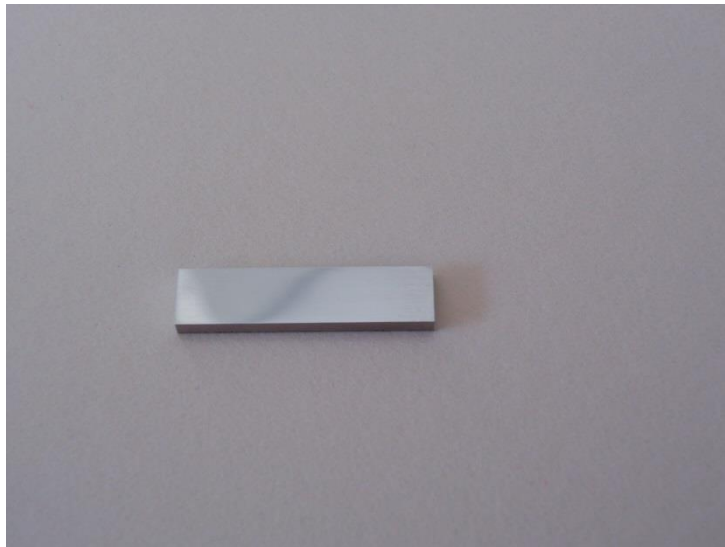
Tab. 7. Matrice di prova Creep

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 097	0	L	21	28

Per avviare questa campagna sperimentale è stato necessario ripristinare il funzionamento delle macchine obsolete trasferite dai laboratori di Casaccia a quelli di Brasimone.

## 7. IRRAGGIAMENTO CON IONI

In data 12/12/2014 è stata inoltrata una Proposta a LNL (Laboratori Nazionali di Legnaro) per ottenere un irraggiamento a 100 dpa con ioni pesanti (58 Ni, 110 MeV). La proposta (v. Allegato 1) è stata accettata e sono stati concessi 3 turni di irraggiamento da due giorni l'uno; verrà irraggiato un campione 5x20x1,3 mm (v. fig. 19) per tre sessioni per sei giorni totali. Il primo turno di irraggiamento si è svolto in data 28-29 luglio 2015.



**Fig. 19. Campione per Ion Irradiation (superficie lucidata a specchio)**

## 8. COLLABORAZIONE IN KIND CON UNIPI E LABORATORI AMERICANI

Al fine di caratterizzare al meglio la microstruttura del materiale e l'effetto di questa sulle proprietà meccaniche è stata avviata un'attività di collaborazione "in-kind" con l'Università di Pisa ed una serie di Laboratori Americani: ANL (Argonne National Laboratories) + INL (Idaho National Laboratories) + Urbana Laboratories. Nell'ambito di questa collaborazione si è provveduto alla fabbricazione di una serie di campioni legati a diverse linee di attività elencate di seguito.

### 8.1 Trazione su Micro-provini

E' stato fabbricato un lotto di micro-provini tensile per attività di caratterizzazione della microstruttura e delle proprietà meccaniche post-irraggiamento con fotoni. Il disegno costruttivo dei provini è riportato in fig. 20.

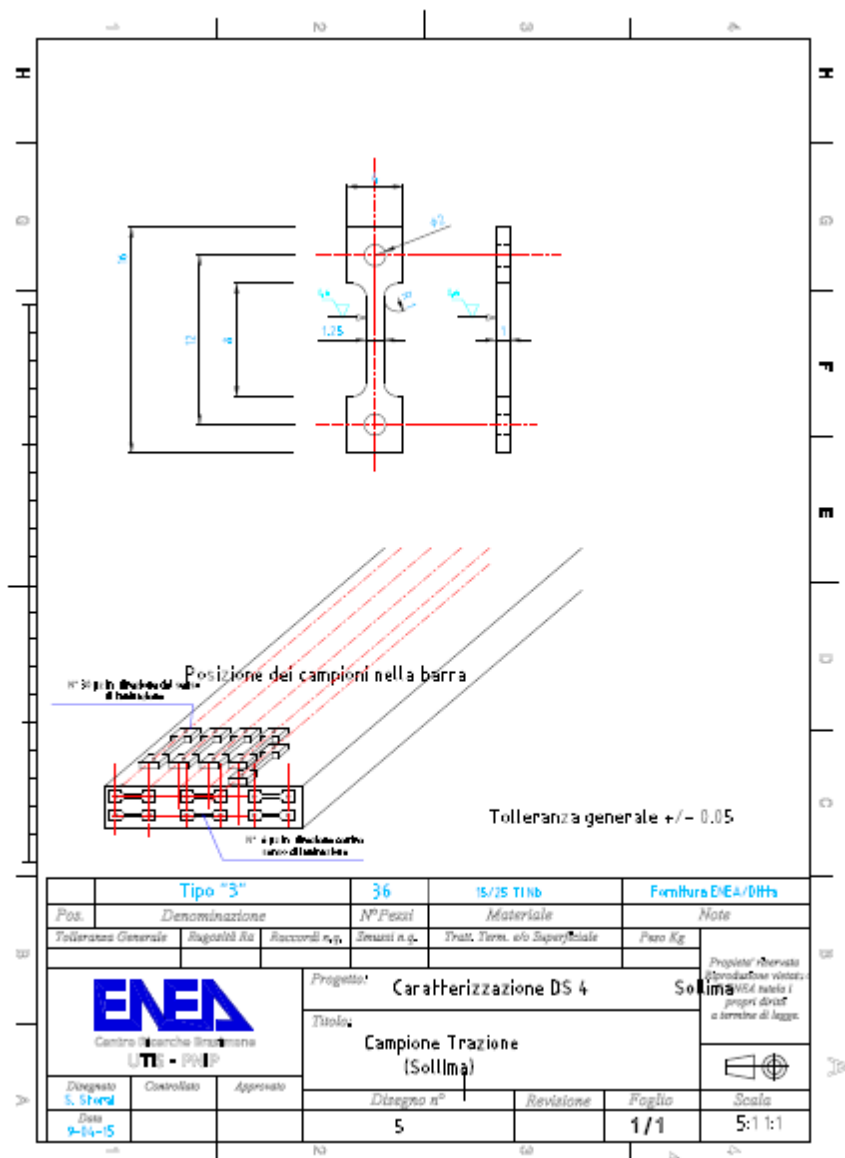



Fig. 20. Disegno costruttivo dei micro-provini forniti a UniPi

## 8.2 Creep biassiale

Verrà fornito materiale per fabbricazione di provini cilindrici per prove di creep biassiale. Le prove saranno condotte a 650°C. La matrice di prova verrà definita successivamente in funzione del sistema di pressurizzazione dei cilindretti (massima pressione interna che si riesce a raggiungere) e dal rapporto spessore/diametro che la tecnologia adottata consentirà di ottenere; a tal proposito è stato fornito a UniPi un listello di materiale forato per verificare la fattibilità dell'ottenimento del diametro esterno dei tubi per elettroerosione.

## 8.3 Analisi TEM coating

Si è richiesto a IIT (Istituto Italiano di Tecnologia) di ricoprire con Allumina Amorfa Monocristallina, tecnologia PLD (Pulsed Laser Deposition), una barretta di materiale da inviare poi ad UniPi per analisi al TEM dell'adesione del coating PLD al substrato DS4. Al fine di caratterizzare anche l'interazione sotto


 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 097	0	L	23	28

sollecitazione meccanica tra ricoprimento e substrato DS4 si sono ricoperti con lo stesso tipo di coating alcuni micro-provini tensile (v. punto 8.1).

## 9. CONCLUSIONI

Sono stati prodotti 80 Kg di acciaio DS4 e sono state eseguite le laminazioni a caldo e a freddo (incrudimento 20%). Sui laminati (sia allo stato solubilizzato che incrudito) si sono eseguite analisi ottiche, prove di durezza HV, prove di trazione. I Risultati mostrano un affinamento della dimensione del grano austenitico a seguito del processo di deformazione a freddo. Tale affinamento è più evidente in prossimità delle superfici esterne e giustifica la maggior durezza lì registrata. La dimensione del grano nel solubilizzato varia da 35 a circa 50 micron e nel laminato a freddo varia da 30 a 35 micron. Tali caratteristiche hanno influito sulle variazioni delle proprietà meccaniche registrate sul materiale prima e dopo la laminazione a freddo.

Nell'ambito del PAR 2015 si è provveduto alla realizzazione dei campioni per la caratterizzazione della lega; nello specifico tale caratterizzazione riguarderà le proprietà a corrosione (Pb fluente,  $10^{-5}$  wt% O<sub>2</sub>), la resistenza a creep (sia prove standard creep-rupture nei laboratori del Brasimone che biassiale a 650°C nei laboratori di Urbana, USA), l'irraggiamento con Ioni e l'interazione con coating PLD Allumina amorfa (IIT).

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 097	0	L	24	28

## 10. 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>

#### **\*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.

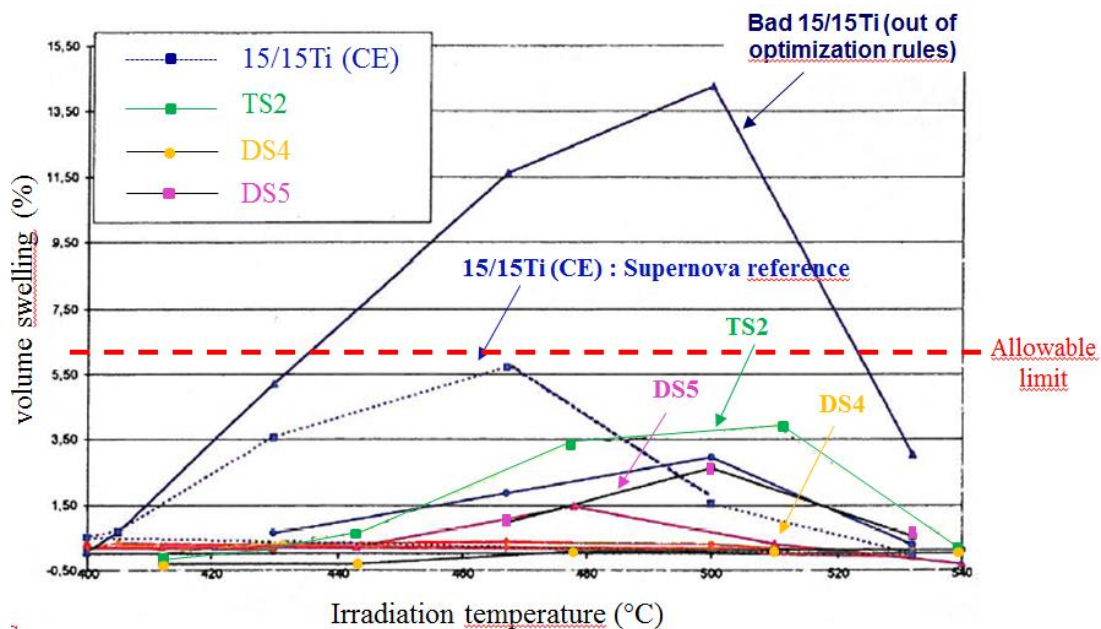


Fig. 1 Volume swelling as function of the Irradiation Temperature for several steels irradiated up to 89 dpa in Supernova experience [4]

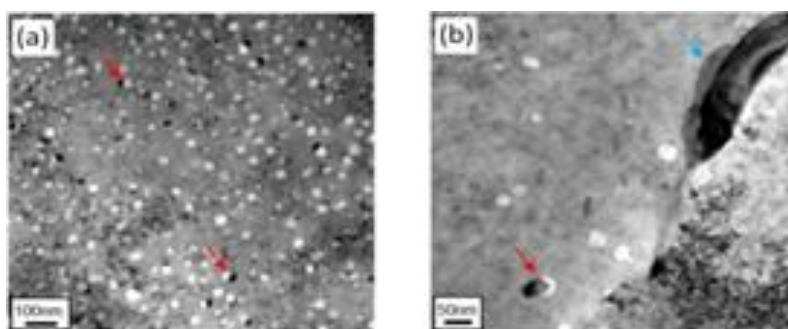


Fig. 2 Density of voids after irradiation; High in 15-15 Ti steel (a; left) Low in DS steels (b; right) [4]

## 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)

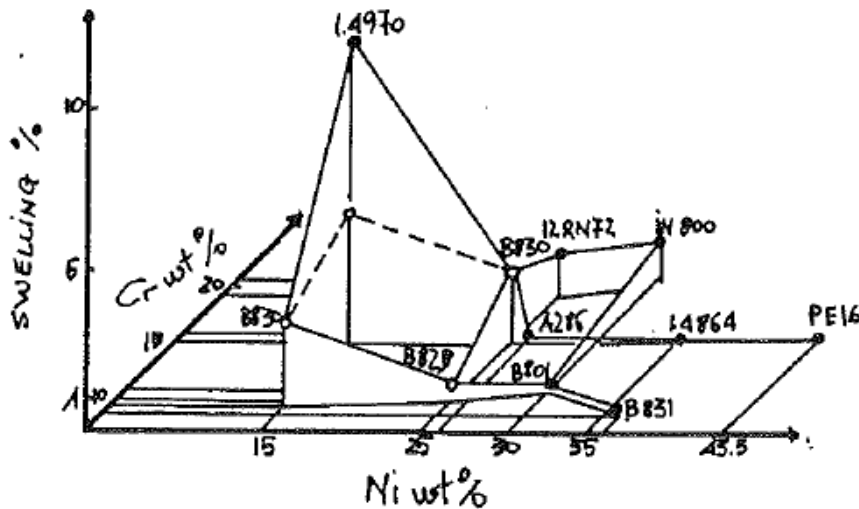


Fig. 3 Swelling ratio as function of Ni and Cr contents [2]

- 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:

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

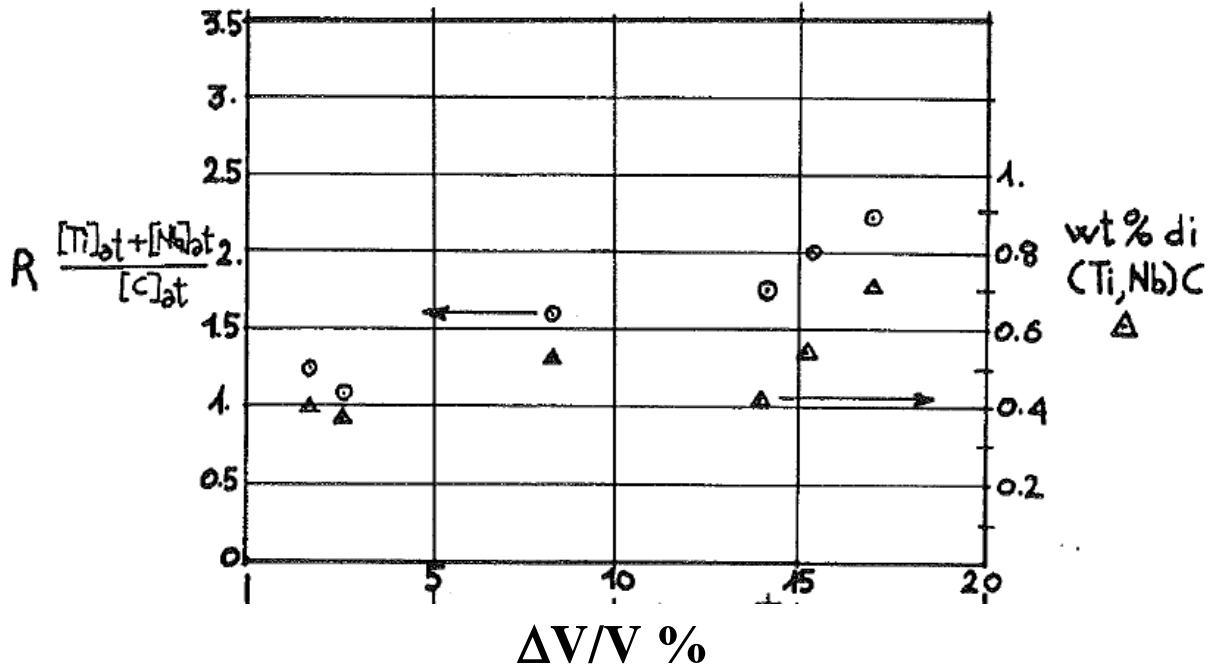



Fig. 4 Relation between stabilization ratio, weight percentage of primary precipitation and swelling attitude for a 15Cr-15Ni austenitic matrix irradiated at 450°C with an irradiation damage of 105 dpa [3]

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

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	ADPFISS – LP2 – 097	0	L	28	28

A series of samples will be manufactured in order to undergo ion irradiation; the geometry of the samples will be 20x10x1,3 mm<sup>3</sup>.

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*

Beam: 110 MeV 58Ni beam continuous (Tandem 10 MV, one stripper, by selecting the more probable ion) and the Tandem transmission of 40% with 1000 nA in FC2

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

Experimental setup TANDEM XTU-SIRAD with heated sample holder

Beamtime: 6 Days in order to achieve a dose up to 100 dpa

### *4. 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
- [2]. 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
- [3]. L. Pilloni, Internal ENEA Report, restricted distribution, 1987
- [4]. M. Le Flem and oth., Meeting on ENEA CEA Cooperation in support to ASTRID – November 28, 2013