



Agenzia Nazionale per le Nuove Tecnologie,  
l'Energia e lo Sviluppo Economico Sostenibile



*Ministero dello Sviluppo Economico*

## RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

# Caratterizzazione di materiali e componenti per il nucleare da fissione mediante tecniche neutroniche

*R. Coppola*

Report RdS/2011/95

CARATTERIZZAZIONE DI MATERIALI E COMPONENTI PER IL NUCLEARE DA FISSIONE  
MEDIANTE TECNICHE NEUTRONICHE

R. Coppola - ENEA

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Area: Governo, Gestione e sviluppo del sistema elettrico nazionale

Progetto: Nuovo nucleare da fissione: collaborazioni internazionali e sviluppo competenze in materia nucleare

Responsabile Progetto: Paride Meloni, ENEA

**Titolo**

**Caratterizzazione di materiali e componenti per il nucleare da  
fissione mediante tecniche neutroniche**

**Descrittori**
**Tipologia del documento:** Rapporto Tecnico

**Collocazione contrattuale:** Accordo di programma ENEA-MSE: tema di ricerca "Nuovo nucleare da fissione"

**Argomenti trattati:**
**Sommario**

L'attività ha consistito nella caratterizzazione di materiali e componenti per il nucleare da fissione mediante tecniche neutroniche utilizzate presso il Reattore ad Alto Flusso dell'ILL-Grenoble. Sono stati studiati acciai strutturali e materiali metallici a rinforzo ceramico (ODS) sottoposti a invecchiamento termico e prove meccaniche, al fine di valutarne la resistenza negli impianti e migliorarne le prestazioni. In base alla caratterizzazione microstrutturale ottenuta da tali misure neutroniche il risultato di queste prove ha fornito una prima valutazione dell'affidabilità dei materiali studiati in condizioni di servizio, costituendo la necessaria base tecnico-scientifica di un sistematico programma di prove, da svilupparsi negli anni successivi per contribuire alla qualifica di materiali e componenti nucleari sotto alte dosi di irraggiamento. L'analisi dei dati neutronici è stata condotta in collaborazione con l'Università Politecnica delle Marche, che ha consentito di mettere a punto un metodo innovativo di calcolo per ottenere dai risultati delle prove neutroniche informazioni microstrutturali di rilevanza per l'impiego di tali materiali in condizioni di esercizio

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

REV.	DESCRIZIONE	DATA	REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE
2			NOME		
			FIRMA		
1			NOME		
			FIRMA		
0	EMISSIONE	16/09/11	NOME	R. Coppola	M. Tarantino
			FIRMA		
					P. Meloni

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	NNFISS – LP3 - 023	0	L	2	6

## Sommario

Introduzione.....	3
Metodologia sperimentale utilizzata.....	3
Materiali studiati.....	4
Risultati ottenuti .....	4
Collaborazione con l'Università Politecnica delle Marche.....	5
Conclusioni.....	6

## Introduzione

L'attività ha consistito nella caratterizzazione di materiali e componenti per il nucleare da fissione mediante tecniche neutroniche utilizzate presso il Reattore ad Alto Flusso dell'ILL-Grenoble. Sono stati studiati acciai strutturali e materiali metallici a rinforzo ceramico (ODS) sottoposti a invecchiamento termico e prove meccaniche, al fine di valutarne la resistenza negli impianti e migliorarne le prestazioni. In base alla caratterizzazione microstrutturale ottenuta da tali misure neutroniche il risultato di queste prove ha fornito una prima valutazione dell'affidabilità dei materiali studiati in condizioni di servizio, costituendo la necessaria base tecnico-scientifica di un sistematico programma di prove, da svilupparsi negli anni successivi per contribuire alla qualifica di materiali e componenti nucleari sotto alte dosi di irraggiamento. L'analisi dei dati neutronici è stata condotta in collaborazione con l'Università Politecnica delle Marche, che ha consentito di mettere a punto un metodo innovativo di calcolo per ottenere dai risultati delle prove neutroniche informazioni microstrutturali di rilevanza per l'impiego di tali materiali in condizioni di esercizio.

## Metodologia sperimentale utilizzata

La caratterizzazione dei materiali nucleari studiati è stata eseguita presso il reattore ad alto flusso dell'Institut Laue Langevin (ILL) di Grenoble utilizzando fasci collimati di neutroni di bassa energia (25 meV) che consentono studi diagnostici dei materiali senza danneggiarli.

E' stata principalmente utilizzata la diffusione neutronica ai piccoli angoli (SANS: *small-angle neutron scattering*): tale tecnica fornisce precise informazioni sui difetti microstrutturali (precipitati, microvuoti) presenti nei materiali e consente di distinguere microdifetti di tipo magnetico e non-magnetico. E' stata anche utilizzata la diffrazione neutronica ad alto angolo per prove preliminari di:

- identificazione delle fasi cristallografiche presenti nei materiali studiati
- misure di tensioni residue in saldature.

Tali tecniche neutroniche forniscono informazioni complementari a quelle che si ottengono con le convenzionali tecniche di laboratorio (diffrazione X, microscopia), con il vantaggio di

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	NNFISS – LP3 - 023	0	L	4	6

essere non-distruttive, di poter rivelare la presenza di elementi leggeri quali l'idrogeno, di consentire lo studio delle proprietà magnetiche dei materiali.

## Materiali studiati

Sono stati principalmente studiati acciai ferritico/martensitici per impieghi nucleari, con e senza rinforzo di dispersoidi ceramici (ODS, oxide dispersion strengthened), tipicamente particelle di Yttria  $Y_2O_3$ . La maggior parte di questi materiali è stata fornita dal Karlsruhe Institut for Technology (KIT) con il quale si è stabilita da tempo una proficua collaborazione. Si riportano qui di seguito le varie tipologie di campioni studiati con le tecniche neutroniche di cui sopra:

- acciai ferritico/martensitici di tipo 9Cr, tra cui leghe con arricchimento di B destinate alla simulazione del danno da radiazione nei sistemi ADS; i campioni sono stati studiati sia nella condizione “tal quale” sia dopo rinvenimento, sia dopo invecchiamento termico a basse temperature ( $< 300^\circ\text{C}$ )
- nanopolveri sperimentali, ottenute tramite alligazione meccanica, di acciai 9 Cr ODS (con contenuto di Yttria 0.3 wt%) sottoposte a rinvenimenti termici nell'intervallo  $750^\circ\text{C}$ - $1150^\circ\text{C}$
- acciai 9 Cr ODS sottoposti a invecchiamenti termici ad  $800^\circ\text{C}$  fino a 4000h, a lavorazione a freddo e a saldatura
- acciai 14 Cr con contenuto di Ti variabile fino a 0.4 wt%, sottoposti a trattamenti termici fino a  $1300^\circ\text{C}$ .

## Risultati ottenuti

I principali risultati sono stati ottenuti dalle misure SANS, eseguite su tutti i materiali riportati al punto di cui sopra. Per ogni campione studiato, corrispondente ad un dato materiale e ad un dato trattamento termo-meccanico, è stata determinata la sezione d'urto neutronica e da questa, tramite elaborazione dei dati sperimentali, le caratteristiche metallurgiche quali frazione volumica e dimensione media delle disomogeneità microstrutturali osservate. In

sintesi, per quanto riguarda gli acciai ferritico/martensitici invecchiati a bassa temperatura i dati sperimentali denotano una stabilità della microstruttura anche per lunghi tempi di trattamento e scarsi fenomeni di precipitazione; il rinvenimento produce, come prevedibile, precipitazione di carburi. Per quanto riguarda gli acciai di tipo ODS i risultati delle misure SANS indicano marcate variazioni con il variare dei parametri considerati e cioè contenuto di Cr, presenza di Ti, temperature di rinvenimento o di invecchiamento, trattamenti termomeccanici e saldature. Tali variazioni vengono correlate con la formazione di nuove fasi di precipitati, quali in particolare precipitati di Ti, e con l'evoluzione della distribuzione dimensionale dei dispersoidi di Yttria. Si riscontrano inoltre significative variazioni non solo nella presenza dei microdifetti ma anche nella struttura stessa a larga scala della matrice metallica, che appare strettamente correlata con il contenuto di Cr e il metodo di produzione del materiale. Dato che le misure SANS non forniscono da sole indicazioni sulla composizione chimica dei microdifetti osservati, questi risultati andranno correlati con i risultati di microscopia elettronica in corso presso KIT. Tuttavia, misure di diffrazione neutronica ad alto angolo, eseguite sui medesimi campioni studiati tramite SANS, hanno contribuito all'identificazione di alcune delle fasi cristallografiche presenti in tali materiali. Infine, su un particolare tipo di campione saldato mediante tecnica laser è stata eseguita una mappatura delle tensioni residue in prossimità della saldatura, ottenendo risultati in buon accordo con le previsioni delle simulazioni numeriche.

Per motivi tecnici legati alla effettiva disponibilità delle risorse assegnate le attività sperimentali presso il reattore di Grenoble sono state concluse nei termini di consuntivazione previsti mentre il completamento dell'analisi dei risultati e la loro correlazione con prove complementari eseguite nell'ambito di altri programmi richiederanno un periodo di 4-8 settimane indicativamente, dati il numero e la complessità dei campioni di interesse tecnologico che è stato possibile studiare.

## **Collaborazione con l'Università Politecnica delle Marche**

Il contributo dell'Università Politecnica delle Marche a tale attività ha consistito soprattutto nella messa a punto di metodi innovativi di analisi dei dati neutronici, principalmente dei risultati SANS. In particolare è stato adattato un codice di calcolo di utilizzo generale ("GENFIT") ai risultati specificamente ottenuti dagli acciai, dove sono presenti sia

 <b>Ricerca Sistema Elettrico</b>	<b>Sigla di identificazione</b>	<b>Rev.</b>	<b>Distrib.</b>	<b>Pag.</b>	<b>di</b>
	NNFISS – LP3 - 023	0	L	6	6

microdifetti sia variazioni della microstruttura su larga scala. I risultati ottenuti con tale metodo consentono di migliorare l'affidabilità con cui si determinano i parametri di rilevanza metallurgica. Inoltre alcuni ricercatori di tale Università hanno partecipato alle campagne di misura eseguite al reattore di Grenoble.

## Conclusioni

Il completamento delle attività tecnico-scientifiche relative all'obiettivo LP3-14 ha consentito di realizzare una campagna di prove diagnostiche neutroniche (tramite SANS e diffrazione neutronica) per caratterizzare la microstruttura di acciai ferritico/martensitici con e senza rinforzo ODS in funzione dei trattamenti termomeccanici e della composizione del materiale di partenza. Il completamento dell'analisi dati, con le relative implicazioni tecnologiche, è in corso e sarà concluso a breve, appare comunque evidente per quanto riguarda gli ODS che variazioni anche minime nella composizione del materiale di partenza possono comportare marcate differenze nell'evoluzione sotto trattamenti termomeccanici, mentre per una data composizione la microstruttura appare stabile fino ad alte temperature. Con la collaborazione dell'Università Politecnica delle Marche è stato possibile inoltre affinare i metodi di analisi dati in modo da ottenere informazioni più accurate dalle varie campagne di misura. L'insieme di questi risultati costituisce una indispensabile base di conoscenze per affrontare nel seguito lo studio dei cambiamenti microstrutturali nei medesimi materiali nucleari sottoposti ad alte dosi di irraggiamento.