

Effetto di trattamenti termomeccanici su acciaio EUROFER97 per applicazioni in reattori a fusione nucleare

G. Stornelli, M. Rallini, C. Testani, R. Montanari, A. Di Schino

L'acciaio EUROFER97 è stato riconosciuto in Europa come l'acciaio di riferimento per sezioni di impianti nucleari ad alta densità di irraggiamento. In questo lavoro sono stati studiati gli effetti del trattamento termo-meccanico sul rafforzamento del materiale in seguito a laminazione a freddo con successivo trattamento termico su scala pilota. In particolare, è stato analizzato l'effetto del trattamento termo-meccanico sulla microstruttura, sulla durezza e sulla tensione di snervamento. Sono stati investigati tre tassi di riduzione a freddo (30%, 40%, 50%); per ognuno di questi, sono state scelte tre diverse temperature di trattamento termico nell'intervallo da 550 °C a 750 °C. La tensione di snervamento è stata ricavata da prove di indentazione strumentata FIMEC. L'analisi microstrutturale mostra una completa ricristallizzazione del materiale dopo trattamento termico con dimensione finale del grano su scala sub-micrometrica. Le caratteristiche del materiale sono state confrontate con quelle che si ottengono con il processo tradizionale identificando delle condizioni di trattamento che permettono un miglioramento sia della durezza che del carico di snervamento rispetto alle condizioni tradizionali.

KEYWORDS: EUROFER97, TRATTAMENTI TERMOMECCANICI, ACCIAI AD ATTIVAZIONE RIDOTTA, PROVA FIMEC.

INTRODUZIONE

Gli acciai ferritico-martensitici ad attivazione ridotta (RAFM) sono una classe di acciai candidati alla costruzione di parti strutturali nei futuri reattori nucleari a fusione e reattori a fissione di IV generazione (1-3). EUROFER97 è ritenuto in Europa l'acciaio RAFM di riferimento (1) per il modulo TBM (test *blanket module*) in ITER (4), nonché uno dei potenziali materiali per la prima parete di DEMO e altre parti strutturali sottoposte ad elevata energia di irraggiamento: *blanket*, *divertor* e *vessel* (5-8). Una delle principali esigenze per la costruzione di reattori a fusione nucleare è quella di garantire un semplice stoccaggio dei rifiuti radioattivi dopo la dismissione dell'impianto (9, 10). A tal proposito, alcuni elementi di lega tipici degli acciai commerciali Cr-Mo, sono stati sostituiti con elementi equivalenti che mostrano un decadimento da radiazione indotta più rapido (11, 12). Le principali differenze sono la sostituzione del Mo con W e del Nb con Ta e V e inoltre, elementi come Ni, Nb, Mo, Cu e N sono mantenuti in quantità più bassa possibile (13, 14).

Nei futuri reattori a fusione nucleare, i materiali strutturali dovranno resistere ad elevati carichi neutronici (il picco

Giulia Stornelli, Roberto Montanari

Dipartimento di Ingegneria Industriale, Università di Roma
"Tor Vergata", Italia

Marco Rallini

Dipartimento di Ingegneria Civile e Ambientale, Università degli Studi di
Perugia, Italia

Claudio Testani

CALEF-ENEA CR-Casaccia, Italia

Andrea Di Schino

Dipartimento di Ingegneria, Università degli Studi di Perugia, Italia

dello spettro di fusione è di 14MeV (15)) che, combinati alle elevate temperature e alti stress, rendono l'ambiente di lavoro fortemente aggressivo (6, 16).

Quando i neutroni prodotti da reazioni nucleari (neutroni ad alta energia) impattano sul materiale, si creano delle cascate di spostamenti atomici e viene prodotta una grande quantità di elio e idrogeno dalle reazioni di trasmutazione nucleare (17). I difetti cristallini (*coppie di Frenkel*) prodotti dagli spostamenti atomici si accumulano durante il funzionamento del reattore portando alla formazione di vuoti, loop di dislocazioni, precipitati e seconde fasi (16, 18). Tali effetti modificano fortemente la microstruttura portando ad una instabilità dimensionale e ad un progressivo degrado delle proprietà meccaniche.

Inoltre, gli effetti causati dall'irraggiamento sono fortemente dipendenti dalla temperatura di esercizio e dal livello di danno indotto nel materiale (dpa) (19, 20): alle basse temperature ($<0,4 T_M$, T_M =temperatura di fusione espressa in Kelvin), già con bassi tassi di danno (da 0,001 a 0,1 dpa), i difetti cristallini formati sotto irraggiamento bloccano il moto delle dislocazioni e il materiale risulta fortemente incrudito. Con un incremento di temperatura e per danni da 0,1 a 10 dpa si assiste a diversi fenomeni. Per più basse temperature si verificano segregazione e precipitazione, e il materiale va incontro a corrosione localizzata e degrado delle proprietà meccaniche. All'aumentare della temperatura invece, è notevole l'effetto del rigonfiamento strutturale, di creep da irraggiamento e crescita anisotropa. Infine, a temperature molto elevate ($>0,5 T_M$) viene promossa la ricombinazione

per attivazione termica dei difetti cristallini (coppie di Frenkel); tuttavia l'He prodotto dalle trasmutazioni nucleari può migrare sui bordi grano o riempire i vuoti, portando a fratture intergranulari e riduzione di duttilità (21, 22).

L'acciaio RAFM Eurofer97 è tradizionalmente prodotto attraverso un processo di laminazione a caldo seguito da due step di trattamento termico (5, 23) consistente in una austenizzazione a 980 °C per 30 minuti con raffreddamento in aria e quindi rinvenimento a 760 °C per 90 minuti (8), d'ora in poi questo processo sarà richiamato come "tradizionale" nel confronto con le varianti sperimentate nel corso dell'attività. Come risultato di tale processo, grazie alla elevata temprabilità del materiale (conseguenza dell'elevato tenore di cromo), si ottiene una microstruttura formata da lamelle martensitiche (24) ricche in carburi M₂₃C₆. Tali carburi risultano uniformemente distribuiti lungo i bordi del grano austenitico primitivo (PAG) e lungo i bordi delle lamelle martensitiche originate a partire da questo (23). La presenza di tali carburi contribuisce a inibire lo scorrimento dei bordi grano per effetto Zener garantendo una adeguata resistenza al creep da irraggiamento (10).

Una analisi dettagliata dell'effetto dello stato di precipitazione (carburi), sulla microstruttura e sulle proprietà, dell'acciaio EUROFER97 prodotto secondo il processo tradizionale sopra descritto è riportata in dettaglio in letteratura (10) e (25). Un esempio della microstruttura ottenuta con il tradizionale processo di produzione di EUROFER97 è riportato in Fig.1.



Fig.1 - Microstruttura dell'acciaio EUROFER97 ottenuta con il tradizionale processo di produzione / EUROFER97 steel microstructure obtained with the traditional production process

Alla luce della sperimentazione di irraggiamento fatta finora, EUROFER97 mostra buone prestazioni nell'intervallo di temperature da 350 °C a 550 °C (23, 27). Il miglioramento della stabilità microstrutturale alle alte temperature (28) permetterebbe di operare con EUROFER97 a temperature maggiori di 550 °C (29). Varie linee di ricerca sono attive finalizzate ad allargare l'intervallo di temperatura idoneo alla messa in servizio di tale materiale (30, 31). Tali ricerche tengono conto del fatto che il limite superiore di temperatura è imposto dalla resistenza al creep da irraggiamento e dal rigonfiamento. La soluzione ad oggi proposta per innalzare tale limite consiste nella produzione di EUROFER 97 sfruttando il meccanismo di rafforzamento attraverso la presenza di ossidi dispersi in matrice (ODS). EUROFER97-ODS viene fabbricato aggiungendo in lega meccanicamente pol-

veri di ossido di ittrio (Y_2O_3 al 0,3% in peso) (1, 27, 32). La presenza di ossidi su scala nanometrica e una granulometria fine dell'acciaio (33-36) porta ad un incremento delle prestazioni a temperature superiori a 550 °C (37).

Per quello che riguarda invece il limite inferiore di temperatura (350 °C), esso è legato ad una perdita di duttilità. Per temperature di esercizio minori di 350 °C, a causa delle cascate di spostamenti atomici indotti da irraggiamento, si ha lo spostamento verso valori maggiori, della temperatura di transizione duttile fragile (DBTT) (27, 38). Abbassare la temperatura di DBTT prima dell'irraggiamento permetterebbe dunque di abbassare la temperatura minima di esercizio.

E' noto che l'unico meccanismo in grado simultaneamente di abbassare la DBTT senza una riduzione delle proprietà tensili (Fig.2) è quello dell'affinamento del grano (39, 40, 41).

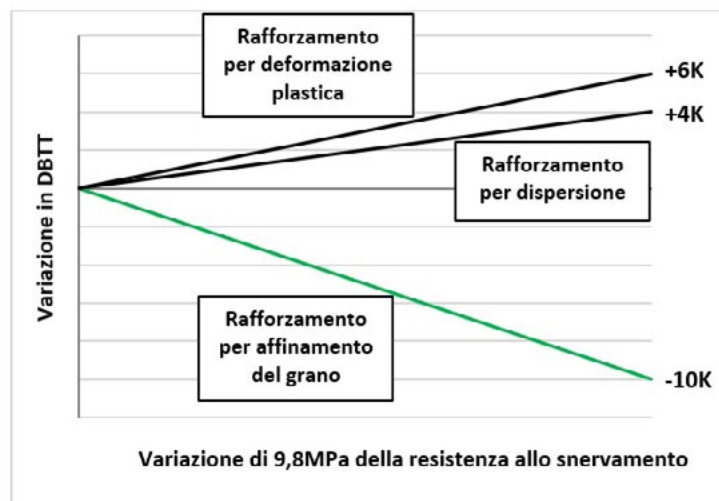


Fig.2 - Effetto dei meccanismi di rafforzamento per gli acciai sulla temperatura di transizione duttile-fragile (DBTT) / Effect of steel strengthening mechanisms on brittle-ductile transition temperature (DBTT)

In particolare una microstruttura fine, su scala micro e nanometrica, presenta numerosi potenziali vantaggi per le applicazioni nucleari (27). Infatti, è stato mostrato in letteratura che un affinamento della microstruttura aumenta la resistenza al danno da irraggiamento perché le interfacce dei bordi grano sono siti preferenziali di ricombinazione dei difetti cristallini (3). Allo stesso modo, la maggiore superficie di bordo grano ha l'effetto di garantire una più omogenea distribuzione di He che risulta anche più diluito sulle superfici dei micro e nanograni stessi, con conseguente riduzione della suscettibilità all'infragilimento da He (3, 42).

In letteratura, molti autori hanno trattato l'effetto di diversi trattamenti termo-meccanici sulla resistenza all'irraggiamento dell'acciaio EUROFER97 (es. (15, 16, 17)).

Sono state studiate diverse strategie per la riduzione della

dimensione del grano su EUROFER97 sia in fase di austenizzazione sul grano austenitico primario (PAG), sia sulla fase di rinvenimento (42, 8, 23).

L'obiettivo di questa ricerca è quello di investigare l'effetto di un trattamento termo-meccanico sulla microstruttura dell'acciaio EUROFER97, con lo scopo di migliorare le proprietà tensili e valutare la possibile applicazione nel settore della fusione nucleare. Questo lavoro riporta i primi risultati che descrivono gli effetti del processo di laminazione a freddo e successivo trattamento termico.

MATERIALI E METODI

La composizione chimica nominale dell'acciaio EUROFER97 è riportata in Tab.1 (24).

Tab.1 - Composizione chimica nominale dell'acciaio EUROFER97 (% in massa) (Fe a bilanciare) / Nominal chemical composition of EUROFER97 steel (mass %) (Fe to balance).

Cr	Ni	Mo	Mn	Ti	V	Nb	W
8,93	0,022	0,0015	0,47	0,009	0,2	0,002	1,07
Ta	Cu	C	Si	P	S	B	N
0,14	0,003	0,12	0,06	<0,005	0,004	<0,001	0,018

Il materiale nelle condizioni di fornitura (trattamento tradizionale / spessore della lamiera 10 mm) è stato laminato a freddo su impianto pilota e successivamente trattato termicamente. In particolare il materiale è stato sottoposto a tre diversi tassi di riduzione a freddo CR (30%, 40% e 50%). Il trattamento termico è stato svolto nell'intervallo di temperature da 550 °C a 750 °C, in atmosfera protetta di Argon per

1 ora.

Le temperature dei trattamenti termici permettono di operare in campo ferritico.

Per ogni tasso di riduzione sono state investigate tre temperature di trattamento (Tab.2). Per compensare l'incrudimento indotto dai diversi CR, sono state adottate tre diverse temperature di trattamento per i diversi CR.

Tab.2 - Parametri termo-meccanici per EUROFER97 / Thermo-mechanical parameters for EUROFER97.

CR	T1 [°C]	T2 [°C]	T3 [°C]	T [h]
30%	650	700	750	1
40%	600	650	700	1
50%	550	600	650	1

Sui campioni così trattati, sono state eseguite delle prove FIMEC (*Flat-top cylinder Indenter for MEchanical Characterization*) e misure di durezza Vickers ($HV_{0.05}$) al fine di valutare l'incrudimento del materiale e l'effetto del trattamento termico.

tungsteno sinterizzato (43). Durante la prova vengono registrati con continuità il carico applicato (q) e la profondità di penetrazione (h). Dividendo il carico per l'area della punta è possibile ottenere curve pressione-penetrazione, di cui un esempio in Fig.3 (a). Un'immagine dell'impronta lasciata dalla punta cilindrica su un campione di EUROFER97 è mostrata in (b).

Il test FIMEC è una prova di indentazione strumentata condotta con una punta cilindrica (diametro 1mm) in carburo di

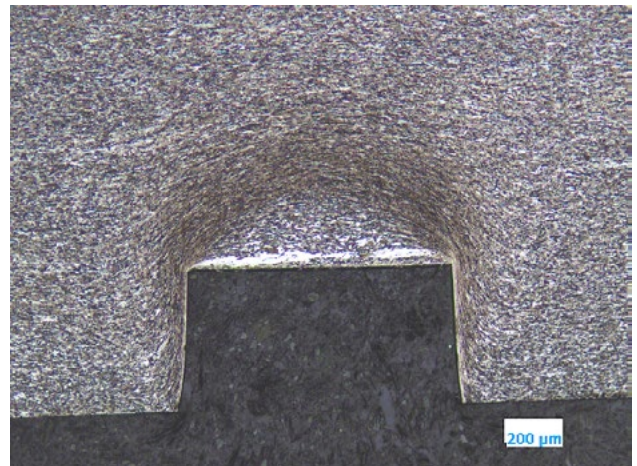
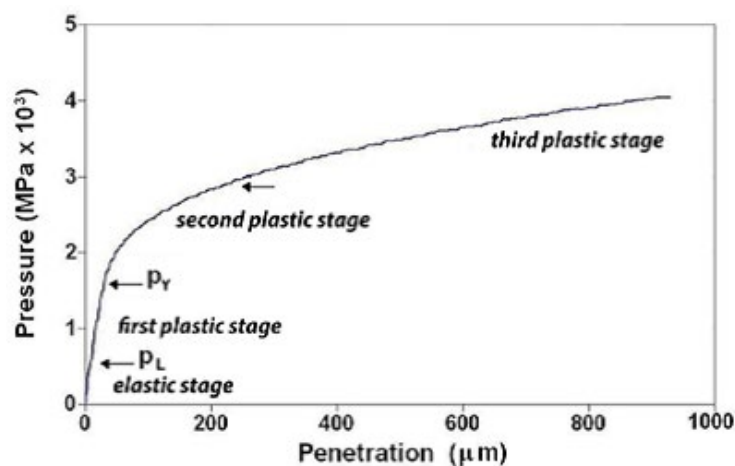


Fig.3 - Esempio di curva FIMEC, pressione vs. penetrazione, da (43) (a); Impronta della punta cilindrica in un campione di EUROFER97 (b) / Example of FIMEC curve, pressure vs. penetration, by (43) (a); imprint of the cylindrical punch in a EUROFER97 sample (b)

Tale curva sperimentale può essere divisa in quattro stadi (44): un primo tratto elastico (fino a p_y) e tre tratti plastici. Il primo tratto elastico termina in corrispondenza della pressione p_y dove compare una deformazione permanente del materiale. Per valori di pressione maggiore a p_y la curva mostra una marcata diminuzione della pendenza a cui corrisponde la protrusione del materiale intorno all'indentatore. Nell'ultimo stadio, per alti valori di pressione, l'andamento

è pressoché costante ed è caratterizzato da un importante flusso plastico del materiale. Nel caso in cui si effettui la prova con una velocità di penetrazione pari a 0,1 mm/min è possibile confrontare direttamente i risultati della prova FIMEC con quelli delle prove di trazione eseguite con velocità di deformazione di $10^{-3}s^{-1}$ (44); in tali condizioni la tensione di snervamento σ_y di un materiale metallico è data dalla relazione (43,45):

$$\sigma_y = \frac{P_y}{3} \quad 1)$$

Se si opera con una punta standard (diametro 1 mm) e si penetra a una profondità massima di 1 mm (44), i valori della tensione di snervamento ricavati dalla prova FIMEC sono particolarmente riproducibili e confrontabili con i valori ricavati dalle prove di trazione; la differenza tra le prove è sempre inferiore al 7% (43) e questo rende la prova fortemente affidabile.

In questo lavoro, le prove FIMEC sono state condotte sul materiale sia dopo laminazione a freddo sia dopo ogni trattamento termico. È stata sfruttata la relazione [1] impiegando una punta cilindrica con diametro pari ad 1 mm e sono state eseguendo tre misure per ogni campione.

La microstruttura è stata analizzata attraverso microscopia elettronica a scansione ad alta risoluzione (FE-SEM Zeiss, Gemini Supra 25) dopo attacco Vilella. In casi selezionati sono state eseguite misure attraverso microscopia elettronica a trasmissione (TEM JEOL -JEM 2010) su sezioni sottili. Per preparare il campione sottile da osservare al TEM, un campione di spessore 1 mm è stato lappato fino a raggiungere lo spessore di 450-400 μm , e lucidato fino a $1/4 \mu m$ di sospensione diamantata. Successivamente, è stato effettuato un assottigliamento chimico (fino ad uno spessore di 300 μm) con una soluzione di 50 cm^3 H_2O_2 - 30 cm^3 H_3PO_4 e 10 cm^3 H_2O seguito da un assottigliamento elettrolitico (fino ad uno spessore di 40-60 μm) con una soluzione

di 1000 cm^3 $CH_2OC_3H_7CH_2OH$ e 10 cm^3 $HClO_4$ (75%), nelle condizioni di 18 V a -8 °C. Successivamente, ne è stato ricavato un disco di diametro 3 mm che è stato ulteriormente assottigliato al centro utilizzando una pulitrice Fischione a doppio getto, interrompendo l'operazione appena prima della perforazione. Infine, il campione è stato nuovamente immerso nella soluzione elettrolitica nelle stesse condizioni utilizzate per l'assottigliamento elettrolitico, fino a perforare il campione.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Effetto della laminazione a freddo

L'effetto dei diversi CR sull'acciaio EUROFER97 è riportato in Fig.4. Le curve sono il risultato della prova FIMEC eseguite su campioni per i tre CR (30%, 40% e 50%). I punti 1, 2 e 3 sono i punti p_y dove termina il primo stadio plastico per i tre tassi di riduzione, rispettivamente, 30%, 40% e 50%. L'aumento di CR favorisce l'incrudimento del materiale. Passare dal 30% al 40% del tasso di laminazione contribuisce ad un notevole effetto di incrudimento, mentre l'incremento fornito dalla riduzione del 50% non appare altrettanto significativo. La Fig.5 riporta l'andamento di σ_y in funzione di CR. Passando da CR=30% a CR=40%, l'incremento del carico di snervamento è di circa 25 MPa contro l'aumento di circa 5 MPa ottenuti dopo CR=50%.

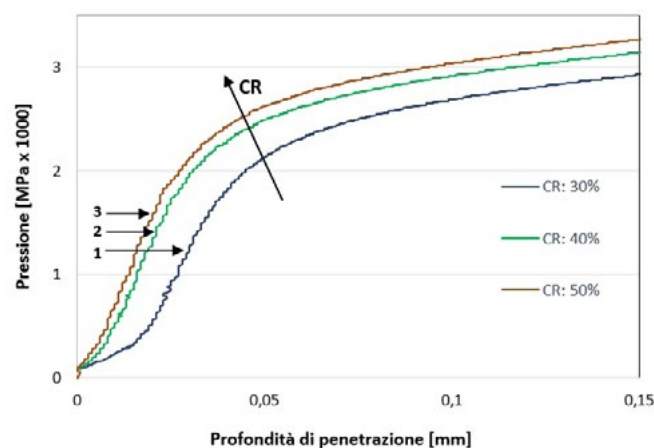


Fig.4 - Curve FIMEC ottenute dall'acciaio EUROFER97 laminato a freddo con tre diversi tassi di riduzione (CR=30%, CR=40%, CR=50%) / FIMEC curves carried out on cold rolled EUROFER97 steel for three different reduction ratios (CR=30%, CR=40%, CR=50%)

In Fig.5 è riportato anche l'andamento della durezza (HV5) che conferma l'andamento di σ_y .

Come prevedibile, sia la durezza sia la σ_y aumentano a seguito del processo di laminazione a freddo: i valori iniziali

ottenuto con il processo tradizionale (CR=0 %) sono, rispettivamente, circa 200 HV (46) e 530 MPa (47) i quali crescono progressivamente con CR fino ad arrivare a circa 280 HV₅ e 580 MPa.

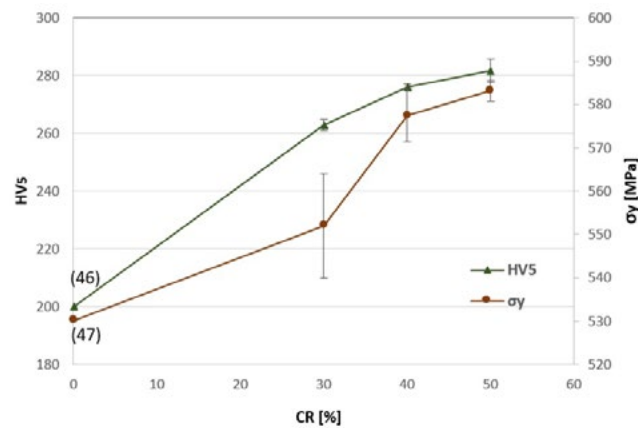


Fig.5 - Effetto di CR sulla tensione di snervamento e sulla durezza dell'acciaio EUROFER97 / Effect of CR on yield strength and hardness of EUROFER97 steel.

In Fig.6 sono riportate le immagini SEM relative al materiale sottoposto ai tre diversi tassi di laminazione. La laminazione provoca una variazione della struttura di partenza (vedi Fig.1) caratterizzata da PAG e pacchetti di lamelle decorati da carburi. I grani diminuiscono la loro dimensione media e assumono una forma sempre più allungata man mano che cresce il tasso di deformazione CR.

Le osservazioni metallografiche spiegano le variazioni delle proprietà meccaniche poiché una struttura più fine del grano unitamente ad un aumento della densità delle dislocazioni, che non è stata direttamente determinata in questo lavoro ma che è abbondantemente prevedibile a seguito di deformazione plastica a freddo, comportano un incremento di durezza e resistenza allo snervamento.

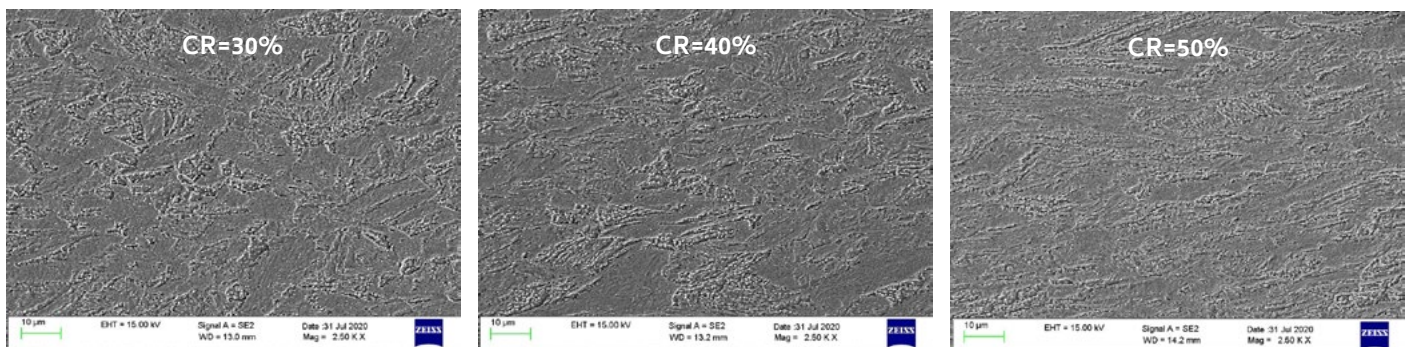


Fig.6 - Immagini SEM dopo attacco Vilella dell'acciaio EUROFER97 dopo laminazione a freddo con tre tassi di deformazione / SEM images after Vilella etching of EUROFER steel after cold rolling with three reduction ratios.

Effetto dei trattamenti termici

Orientandoci su dati di letteratura (26) i parametri (temperatura e tempo) dei trattamenti termici sono stati scelti in modo tale da operare in campo ferritico inducendo recupero e ricristallizzazione ma evitando la crescita del grano che nell'acciaio EUROFER97 presenta anche l'inconveniente della crescita abnorme di alcuni grani a spese di quelli limitrofi. Questo fenomeno non è ancora stato com-

pletamente compreso e spiegato ed esistono a riguardo diverse teorie, tuttavia è opinione condivisa che il fenomeno sia comunque legato alla presenza di giunti speciali di coincidenza (48) che hanno una mobilità maggiore dei comuni bordi di grano.

L'effetto del complessivo processo termo-meccanico (laminazione a freddo più trattamento termico) sulla durezza dell'acciaio EUROFER97 è riportato in Fig.7 L'effetto

di indurimento prodotto dalla laminazione a freddo è parzialmente recuperato in seguito al trattamento termico, la durezza diminuisce all'aumentare della temperatura di trattamento. Tali durezza, tuttavia, risultano ancora superiori al valore ottenuto con il processo tradizionale (200 HV (46)) a conferma dell'effetto di rafforzamento del trattamento termomeccanico eseguito.

Lo stesso andamento è visibile anche per i valori di σ_y ottenuti dalla prova FIMEC riportati in Fig.8. Tuttavia, non tutte le condizioni di trattamento termo-meccanico eseguite

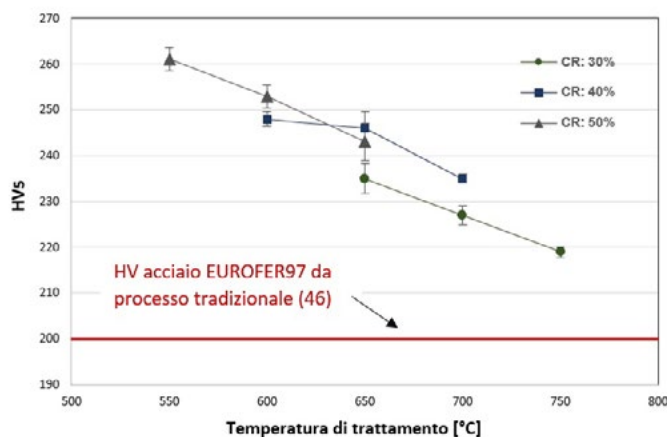


Fig.7 - Effetto del trattamento termico e del tasso di riduzione a freddo sulla durezza dell'acciaio EUROFER97 / Effect of treatment temperature and cold reduction (CR) ratios on hardness of EUROFER97 steel.

In Fig.9 sono riportate le micrografie SEM dell'acciaio EUROFER97 dopo i tre diversi tassi di laminazione e trattamento termico a 650 °C. Le figure mostrano una microstruttura formata da una popolazione di grani di dimensioni sub-micrometriche all'interno dei grani di forma allungata. La struttura dei nuovi grani sub-micrometrici è meglio evidenziata in Fig.10 (a) a maggiore ingrandimento. Oltre all'immagine SEM, a titolo di esempio in Fig.10 è mostrata per una specifica condizione di trattamento termo-meccanico (CR=40% / 650 °C) una micrografia TEM (b) e la distribuzione della dimensione dei grani cristallini determinata da quest'ultima (c). L'immagine TEM permette di osservare una microstruttura completamente ricristallizzata (priva di dislocazioni) con dimensione del grano sub-micrometrica. Infatti, la distribuzione (Fig. 10 (c))

garantiscono un miglioramento della σ_y rispetto al processo tradizionale, suggerendo che il fenomeno dell'incrudimento si avvicini ad una soglia di saturazione rendendo inutile adottare CR maggiori del 50%. A questo proposito di fianco alle considerazioni di efficacia del trattamento termo-meccanico nell'affinamento della microstruttura si deve considerare anche il fatto che in caso di impiego industriale, minore è il tasso di riduzione a freddo CR richiesto e più vantaggioso economicamente è il trattamento stesso.

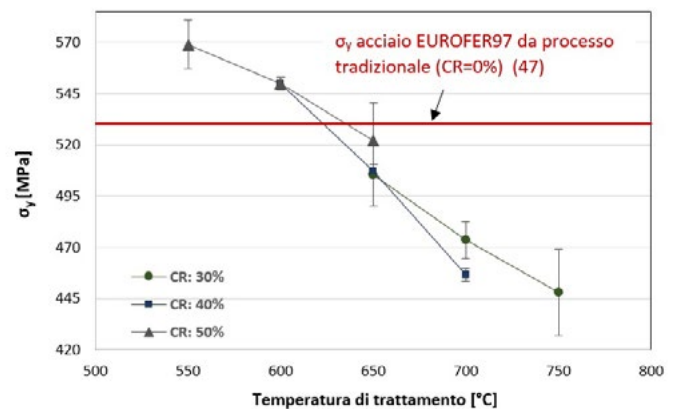


Fig.8 - Effetto del trattamento termico e del tasso di riduzione a freddo sulla tensione di snervamento dell'acciaio EUROFER97 / Effect of treatment temperature and cold reduction (CR) ratios on yield strength of EUROFER97 steel.

evidenzia una dimensione media del grano di 0,23 μm con deviazione standard di 0,12 μm .

Al momento non è ancora stata eseguita un'analisi microstrutturale completa che permetta di comprendere tutti gli aspetti che determinano le proprietà meccaniche misurate nei campioni sottoposti ai diversi trattamenti termo-meccanici. Tale analisi è in corso con misure di diffrazione dei raggi X e una campagna sistematica di osservazioni TEM. In ogni caso si possono confrontare le strutture corrispondenti alle condizioni che danno i migliori (CR=50%, 550 °C) e i peggiori (CR=30%, 750 °C) risultati in termini di proprietà meccaniche. La Fig.11 mostra chiaramente come le migliori prestazioni meccaniche corrispondano ad una struttura più fine.

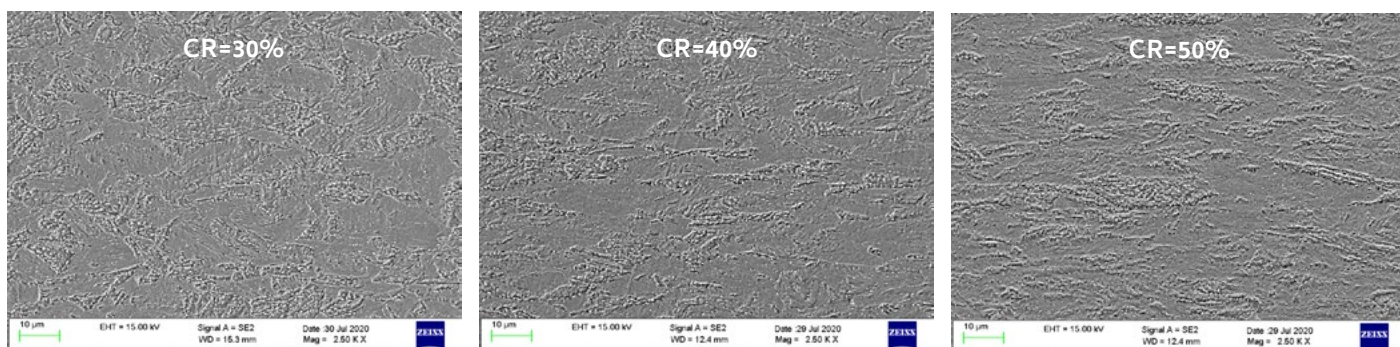


Fig.9 - Immagini SEM dopo attacco Vilella dell'acciaio EUROFER97 dopo laminazione a freddo con tre tassi di deformazione e trattamento termico a 650 °C. / SEM images after Vilella etching of EUROFER steel after cold rolling with three CR plus heat treatment at 650 °C

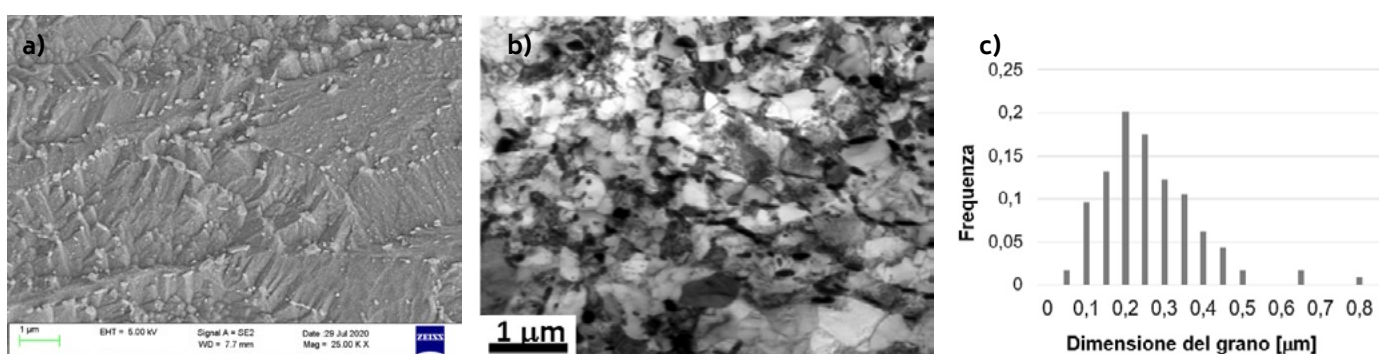


Fig.10 - EUROFER97 (CR=40% / 650 °C): immagine SEM (a), TEM (b) e distribuzione della dimensione dei grani determinata dalla micrografia TEM (c) (numero di grani considerati: 1000) / EUROFER97 (CR=40% / 650 °C): SEM image (a), TEM (b) and distribution of grain size determined from TEM micrograph (c) (number of considered grains: 1000).

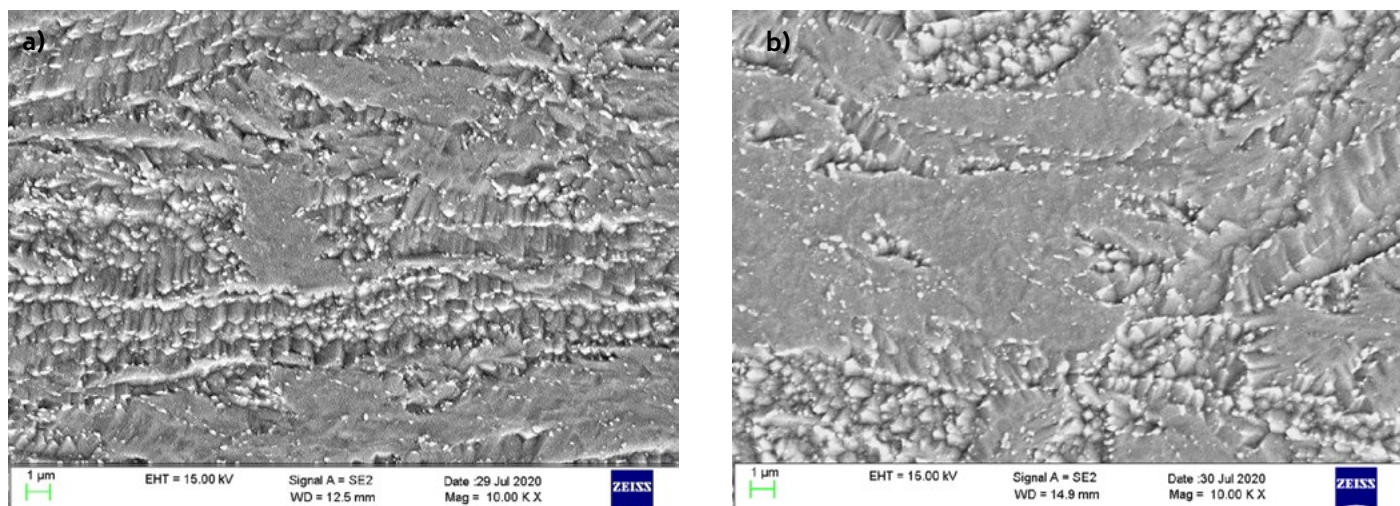


Fig.11 - Confronto tra le microstrutture corrispondenti alle condizioni di trattamento termo-meccanico che danno i migliori (CR=50%, 550 °C) (a) e i peggiori (CR=30%, 750 °C) (b) risultati in termini di proprietà meccaniche / Comparison between the microstructures corresponding to the thermo-mechanical treatment conditions that give the best (CR = 50%, 550 °C) (a) and the worst (CR = 30%, 750 °C) (b) results in terms of mechanical properties.

CONCLUSIONI

In questo articolo è riportato l'effetto della laminazione a freddo e di successivi trattamenti termici eseguiti sull'acciaio ad attivazione ridotta (RAFM) EUROFER97. Sono stati studiati tre diversi tassi di riduzione a freddo (CR) (30%, 40%, 50%) e tre diverse temperature di trattamento per ciascun rapporto CR nell'intervallo di temperature tra 550 °C e 750 °C. I risultati mostrano che l'acciaio EUROFER97 è sensibile alle condizioni di trattamento applicate e la durezza HV5 del materiale risulta incrementata in tutte le condizioni di CR e di ricottura rispetto al valore di durezza del materiale tradizionale (HV=200). Per la resistenza a snervamento solamente le condizioni con CR=40% e 50% hanno permesso di superare il carico di snervamento del materiale trattato con ciclo tradizionale ($\sigma_y=530$ MPa). Quindi, prendendo in considerazione sia i valori di durezza HV₅ che quelli di carico di snervamento σ_y , appare che il ciclo più promettente in termini di miglioramento delle proprietà ottenibili, bilanciato con le difficoltà tecnologiche di trasferibilità industriale, sia quello con CR=50% e successivo trattamento termico a 550 °C (che ha fornito

valori di durezza e carico di snervamento, rispettivamente, di HV5=260 e $\sigma_y=570$ MPa).

Il risultato più interessante ottenuto a valle della laminazione a freddo e del trattamento termico di ricristallizzazione è stato quello di affinare fortemente la microstruttura. L'analisi metallografica ha permesso di osservare una microstruttura con grani sub-micrometrici con distribuzione della dimensione del grano con dimensione media 0,23 μm e deviazione standard di 0,12 μm .

I risultati ottenuti sono promettenti per applicazioni di fusione nucleare e sono da considerarsi il punto di partenza per ulteriori investigazioni, al fine di comprenderne il reale effetto del trattamento termo-meccanico studiato sulle prestazioni meccaniche e da irraggiamento dell'acciaio EUROFER97.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano l'Ing. Pietro Agostini (ENEA) per il supporto, i Sigg. Benedetto Iacovone e Piero Plini del Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università di Roma "Tor Vergata" per l'assistenza nelle prove FIMEC.

BIBLIOGRAFIA

- [1] M. Rieth, M. Schirra, A. Falkenstein et Al. EUROFER97 , Tensile, Charpy and Structural Tests, Report FZKA6911, Eurofusion programme, Forschungszentrum Karlsruhe g.m.b.h., Karlsruhe, 2003
- [2] Ceri A. Williams, Emmanuelle A. Marquis, Alfred Cerezo, George D.W. Smith. Nanoscale characterisation of ODS–Eurofer 97 steel. An atom-probe tomography study. *Journal of Nuclear Materials*. 2010; 400: 37–45
- [3] K.D. Zilnyk, V.B. Oliveira, H.R.Z. Sandim, A. Möslang, D. Raabe. Martensitic transformation in Eurofer-97 and ODS–Eurofer steels: A comparative study. *Journal of Nuclear Materials*. 2015; 462: 360–367
- [4] A.-A.F. Tavassoli, A. Alamo, L. Bedel, L. Forest, J.-M. Gentzbittel, J.-W. Rensman, E. Diegele, R. Lindau, M. Schirra, R. Schmitt, H.C. Schneider, C. Petersen, A.-M. Lancha, P. Fernandez, G. Filacchioni, M.F. Maday, K. Mergia, N. Boukos, Baluc, P. Spatig, E. Alves, E. Lucon. Materials design data for reduced activation martensitic steel type EUROFER. *Journal of Nuclear Materials*. 2004; 329–333: 257–262
- [5] A. Di Schino, C. Testani, L. Pilloni. Effect of thermo-mechanical parameters on the mechanical properties of Eurofer97 steel for nuclear applications. *Open Engineering*. 2018; 8: 349–353
- [6] Xiang Chen, Arunodaya Bhattacharya, Mikhail A. Sokolov, Logan N. Clowers, Yukinori Yamamoto, Tim Graening, Kory D. Linton, Yutai Katoh, Michael Rieth. Mechanical properties and microstructure characterization of Eurofer97 steel variants in EUROfusion program. *Fusion Engineering and Design*. 2019; 146: 2227–2232
- [7] R. Montanari, G. Filacchioni, B. Iacovone, P. Plini, B. Riccardi. High temperature indentation tests on fusion reactor candidate materials, *Journal of Nuclear Materials*. 2007; 367–370: 648–652
- [8] Ermile Gaganidze, Ferenc Gillemot, Ildiko Szenthe, Michael Gorley, Michael Rieth, Eberhard Diegele. Development of EUROFER97 database and material property handbook. *Fusion Engineering and Design*. 2018; 135: 9–14

- [9] European fusion development agreement – EFDA, Fusion electricity: a roadmap to the realization of fusion energy. 2012
- [10] P. Fernandez, A.M. Lancha, J. Lapena, M. Hernandez-Mayoral. Metallurgical characterization of the reduced activation ferritic/martensitic steel Eurofer'97 on as-received condition. *Fusion Engineering and Design*. 2001; 58–59: 787–792
- [11] Steven J. Zinkle, Anton Möslang. Evaluation of irradiation facility options for fusion materials research and development. *Fusion Engineering and Design*. 2013; 88: 472–482
- [12] A.-A.F. Tavassoli, E. Diegele, R. Lindau, N. Luzginova, H. Tanigawa. Current status and recent research achievements in ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*. 2014; 455: 269–276
- [13] K. Mergia, N. Boukos. Structural, thermal, electrical and magnetic properties of Eurofer 97 steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2008; 373: 1–8
- [14] A. Kohyama, A. Hishinuma, D.S. Gelles, R.L. Klueh, W. Dietz, K. Ehrlich. Low-activation ferritic and martensitic steels for fusion application. *Journal of Nuclear Materials*. 1996; 233-237: 138–147
- [15] Michael Gorley, Eberhard Diegele, Sergei Dudarev, Gerald Pintsuk. Materials engineering and design for fusion—Towards DEMO design criteria. *Fusion Engineering and Design*. 2018; 136: 298–303
- [16] R.W.Cahn, P.Haasen, E.J.Kramer. *Material science and technology, nuclear material*, vol 10B. 1994
- [17] Oliver J. Weiß, Ermile Gaganidze, Jarir Aktaa. Quantitative characterization of microstructural defects in up to 32 dpa neutron irradiated EUROFER97. *Journal of Nuclear Materials*. 2012; 426: 52–58
- [18] Gary S. Was. *Fundamentals of Radiation Materials Science - Metals and Alloys*. 2007
- [19] E. V. Gladkikh, K. S. Kravchuk, A. S. Useinov, A. A. Nikitin, and S. V. Rogozhkin. A Study of the Effect of Ion Irradiation on the Mechanical Properties of Eurofer 97 Steel. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2019; 13: 48–52
- [20] G. Filacchioni, R. Montanari, M.E. Tata, L. Pilloni, Structural and mechanical properties of welded joints of reduced activation martensitic steels, *Journal of Nuclear Materials*. 2002; 307–311: 1563–1567
- [21] Steven J. Zinkle and Jeremy T. Busby, *Structural materials for fission & fusion energy*. *Materialstoday*. 2009; 12: 11
- [22] H. Schroeder, H. Ullmaier. Helium and hydrogen effects on the embrittlement of iron- and nickel-based. *Journal of Nuclear Materials*. 1991; 179-181: 118-124
- [23] A. Puype, L. Malerba, N. De Wispelaere, R. Petrov, J. Sietsma. Effect of processing on microstructural features and mechanical properties of a reduced activation ferritic/martensitic EUROFER steel grade. *Journal of Nuclear Materials*. 2017; 494: 1-9
- [24] H. Zhang, B. Long, Y. Dai. Metallography studies and hardness measurements on ferritic/martensitic steels irradiated in STIP. *Journal of Nuclear Materials*. 2008; 377: 122–131
- [25] M. Klimenkov, R. Lindau, E. Materna-Morris, A. Möslang. TEM characterization of precipitates in EUROFER 97. *Progress in Nuclear Energy*. 2012; 57: 8-13
- [26] V.B. Oliveira, H.R.Z. Sandim, D. Raabe. Abnormal grain growth in Eurofer-97 steel in the ferrite phase field. *Journal of Nuclear Materials*. 2017; 485: 23-38
- [27] R. Lindau, A. Moslang, M. Rieth, M. Klimiankou, E. Materna-Morris, A. Alamo, A.A. F. Tavassoli, C. Cayron, A.M. Lancha, P. Fernandez, N. Baluc, R. Schaublin, E. Diegele, G. Filacchioni, J.W. Rensman, B.v.d. Schaaf, E. Lucon, W. Dietz, Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. *Fusion Engineering and Design*. 2005; 75–79: 989–996
- [28] S. Yamashita, K. Oka, S. Ohnuki, N. Akasaka, S. Ukai. Phase stability of oxide dispersion-strengthened ferritic steels in neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*. 2002; 307–311: 283–288
- [29] R.L. Klueh, J.P. Shingledecker, R.W. Swindeman, D.T. Hoelzer. Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys. *Journal of Nuclear Materials*. 2005; 341: 103–114
- [30] Hilger, I.; Boulnat, X.; Hoffmann, J.; Testani, C.; Bergner, F.; De Carlan, Y.; Ferraro, F.; Ulbricht, A. Fabrication and characterization of oxide dispersion strengthened (ODS) 14Cr steels consolidated by means of hot isostatic pressing, hot extrusion and spark plasma sintering. *J. Nucl. Mater.* 2016, 472, 206–214
- [31] J. Fu, J.C. Brouwer, R.W.A. Hendrikx, I.M. Richardson, M.J.M. Hermans. Microstructure characterisation and mechanical properties of ODS Eurofer steel subject to designed heat treatments. *Materials Science & Engineering*. 2020; A 770: 138568
- [32] Testani C, di Nunzio PE, Salvatori I. Manufacturing of ODS RAFM Steel: Mechanical and Microstructural Characterization. *MSF* 2016;879:1639–44
- [33] Alessandra Fava, Roberto Montanari, Maria Richetta, Claudio Testani, Alessandra Varone. Analysis of Strengthening Mechanisms in Nano-ODS Steel Depending on Preparation Route. *Journal of Material Sciences & Engineering*. 2018; 7: 4

- [34] R. Schaeublin, T. Leguey, P. Spatig, N. Baluc, M. Victoria. Microstructure and mechanical properties of two ODS ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*. 2002; 307–311: 778–782
- [35] N. Baluc, D.S. Gelles, S. Jitsukawa, A. Kimura, R.L. Klueh, G.R. Odette, B. van der Schaaf, Jinnan Yu. Status of reduced activation ferritic/martensitic steel development. *Journal of Nuclear Materials*. 2007; 367–370: 33–41
- [36] Steven J. Zinkle. Advanced materials for fusion technology. *Fusion Engineering and Design*. 2005; 74: 31–40
- [37] M. De Sanctis, A. Fava, G. Lovicu, R. Montanari, M. Richetta, C. Testani, A. Varone. Temperature dependent mechanical behaviour of ODS steels. *Materials Science Forum*. 2018; 941: 257–262
- [38] J. Rensmana, E. Lucon, J. Boskeljon, J. van Hoepen, R. den Boef, P. ten Pierick. Irradiation resistance of Eurofer97 at 300°C up to 10 dpa. *Journal of Nuclear Materials*. 2004; 329–333: 1113–1116
- [39] Pickering, F. B., and T. Gladman. "Metallurgical developments in carbon steels." ISI special report. 1963
- [40] Di Schino, A.; Alleva, L.; Guagnelli, M. Microstructure evolution during quenching and tempering of martensite in a medium C steel. *Mater. Sci. Forum*. 2012; 715–716: 860–865
- [41] Di Schino, A.; Di Nunzio, P.E.; Turconi, G.L. Microstructure Evolution during Tempering of Martensite in a Medium-C Steel. *Mater. Sci. Forum*. 2007; 558: 1435–1441
- [42] L. Piloni, C. Cristalli, O. Tassa, I. Salvatori, S. Storai. Grain size reduction strategies on Eurofer. *Nuclear Materials and Energy*. 2018; 17: 129–136
- [43] B. Riccardi, R. Montanari. Indentation of metals by a flat-ended cylindrical punch. *Materials Science and Engineering*. 2004; 381: 281–291
- [44] R. Montanari, A. Varone, F. Bonollo, P. Ferro. Il test FIMEC per valutare la qualità di giunti saldati in acciaio duplex UNS S31803. *La metallurgia italiana*. 2020
- [45] H. Y. Yu, M. A. Imam, B. B. Rath. Study of the deformation behaviour of homogeneous materials by impression tests. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*. 1985; 20: 636–642
- [46] Schuring, E W, and Hofmans, H E. Metallographic characterisation of EUROFER97 plate and bar materials. Netherlands. 2000
- [47] P. Fernandez, A.M. Lancha, J. Lapena, M. Serrano, M. Hernandez-Mayoral. Metallurgical properties of reduced activation martensitic steel Eurofer_97 in the as-received condition and after thermal ageing. *Journal of Nuclear Materials*. 2002; 307–311: 495–499
- [48] F. John Humphreys, Max Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second Edition, 2004

Effect of thermo-mechanical treatment on EUROFER 97 steel for nuclear fusion application

EUROFER97 steel is recognized in Europe as the reference steel for sections of high radiation density nuclear plants. In this work the effects of thermo-mechanical treatment on the strengthening of the material after cold rolling with subsequent heat treatment were studied on pilot scale. In particular, the microstructure was analyzed and the effect on hardness and yield stress was investigated. Three cold reduction rates were tested (30%, 40%, 50%) and, for each of these, three different treatment temperatures were investigated in the range from 550 °C to 750 °C. The yield stress was derived from FIMEC instrumented indentation tests. The microstructural analysis shows a complete recrystallization of the material after heat treatment, with the final grain size on a sub-micrometric scale. The characteristics of the material were compared with those obtained with the traditional process identifying treatment conditions that allow an improvement in both hardness and yield strength compared to traditional conditions.

KEYWORDS: EUROFER97, THERMOMECHANICAL TREATMENTS, REDUCED ACTIVATION STEELS, FIMEC TEST.