

“Caracterización de los efectos del He implantado en los materiales de fusión EUROFER97 y EU-ODS EUROFER mediante nanoindentación y microscopía electrónica de transmisión”

Tesis Doctoral

Autor: Marcelo Roldán Blanco

Universidad Rey Juan Carlos

Directores: María del Pilar Fernández Paredes (CIEMAT) y Joaquín Rams Ramos (URJC)

Resumen

Hoy en día se sabe que, en términos generales, la irradiación causa una degradación de las propiedades de los materiales ya sean físicas, ópticas o mecánicas. Desde el punto de vista de la fusión nuclear de confinamiento magnético, y más en concreto del de los materiales estructurales que formarán parte del futuro reactor de fusión se conoce que van a estar sometidos a un ambiente muy severo: altas temperaturas entre 250 y 550 oC (650 oC para el caso de los ODS), cargas cíclicas y sobre todo a la presencia de la irradiación neutrónica durante su vida en servicio.

Dentro de la familia de los materiales candidatos para ser materiales estructurales, se encuentran los aceros ferríticos martensíticos de activación reducida (RAFM) en concreto los aceros estudiados en esta tesis doctoral denominados EUROFER97 y EU-ODS EUROFER. La selección de estos materiales como candidatos se basa principalmente en su reducido potencial de activación, su buena resistencia a la corrosión y especialmente a su baja tasa de transmutación de He e H.

La irradiación neutrónica causará daño tanto por desplazamientos atómicos (dpa) como por los gases de transmutación (He e H), que modificarán la microestructura del material, degradando las propiedades del mismo. Se espera que debido a los neutrones de 14 MeV que se generarán por la reacción nuclear de fusión, se originen dentro del material en torno a 10-15 appm de He/dpa y 40-50 appm H/dpa, con un daño por desplazamiento final de entre 50 y 70 dpa, lo que equivale a una cantidad muy elevada de He e H que se encontrará presente en el interior de estos materiales.

Debido a la degradación de propiedades mecánicas generada por el He, se han realizado numerosas investigaciones a lo largo de los últimos 50 años con el fin de ampliar conocimientos acerca de los mecanismos de nucleación y desarrollo de los defectos propios de este gas. Se sabe que el He es prácticamente insoluble en los metales y tiende a migrar y formar clústeres que pueden desarrollarse y formar burbujas cuyo tamaño, densidad, presión, lugar de nucleación etc. dependerá de muchas variables experimentales, como la forma de introducir el He en el material, energía de las partículas incidentes (iones de He, neutrones...), concentración atómica del He, temperatura, velocidad de generación, naturaleza del material, daño por desplazamiento producido, etc.

El estudio y entendimiento de los efectos del He en las propiedades de los materiales se caracteriza por la gran cantidad de variables con las que se puede abordar esta investigación lo que le infiere una gran complejidad. Con el objetivo de contribuir a un mejor entendimiento de los efectos del He en las propiedades mecánicas y la microestructura de los materiales estructurales EUROFER97 y EU-ODS EUROFER, se diseñaron implantaciones con He bajo diferentes condiciones experimentales (temperatura, energía de los iones y forma de implantación), así como la aplicación de un tratamiento térmico de recocido a muestras previamente implantadas con el fin de estudiar la nucleación, crecimiento y destino de los defectos generados por la implantación. Además, se pretendía validar la técnica de nanoindentación como técnica adecuada para el estudio de los efectos del He en las propiedades mecánicas, operando con los diferentes modos de análisis como son el método cuasi estático y el de medida continua de la rigidez, además de profundizar en los artefactos propios de las técnicas.

Los resultados obtenidos en esta tesis doctoral se han dividido en cuatro capítulos. Los cuales se describen a continuación:

Capítulo 4: En este capítulo se presenta un estudio exhaustivo de los aceros EUROFER97 y EU-ODS EUROFER en estado de recepción mediante nanoindentación, haciendo especial énfasis en entender los efectos como el de tamaño de la indentación o el de apilamiento. Se evaluaron los métodos de trabajo disponibles en el nanoindentador: cuasi estático y método de la medida continua de la rigidez. Los resultados reflejan una gran robustez de la técnica, siendo apropiada para utilizarla como herramienta de caracterización de materiales irradiados.

Capítulo 5: En esta sección se muestran los resultados referentes a las implantaciones realizadas a temperatura ambiente a alta energía. Se implantaron muestras de acero EUROFER97 y EU-ODS EUROFER con una configuración denominada con perfil de escalera con energías de 2 a 15 MeV (en pasos de 1 MeV), alcanzando una concentración atómica final máxima de 750 appm para la energía de 2 y mínima de 350 appm para la energía de 15 MeV. Los resultados han mostrado un mayor aumento de los valores de dureza en el acero EUROFER97 que en el acero EU-ODS EUROFER.

Capítulo 6: Con el fin de estudiar el efecto de la temperatura en la evolución de las cavidades (burbujas), generadas por la implantación de He sin que haya de manera simultánea generación de daño por irradiación se aplicó un tratamiento térmico de recocido a 450 °C durante 100 h en muestras implantadas con el perfil de escalera (capítulo 5). Posteriormente se procedió a un análisis microestructural de ambos materiales, analizando dos lamelas de FIB divididas en 3 zonas con concentración de He diferente. Del mismo modo se analizó mediante nanoindentación, los posibles cambios en los valores de dureza debidos a los cambios microestructurales observados en TEM. La evolución microestructural resultó ser muy diferente comparando ambos materiales: en el acero EU-ODS EUROFER se observó un crecimiento del tamaño de las cavidades en las zonas de máximo contenido en He, sin embargo, el acero EUROFER97 experimentó un aumento de nucleación, manteniendo el diámetro de las cavidades muy similar. Respecto a los valores de dureza se midió un incremento de los valores de dureza en ambas aleaciones, siendo el del EUROFER97 mucho más pronunciado.

Capítulo 7: Por último, con el objetivo de estudiar el efecto sinérgico entre implantación de He y temperatura, se procedió a una serie de implantaciones de He a diferentes temperaturas (temperatura ambiente, 350, 450 y 550 °C respectivamente) con una energía de aceleración de los iones de 40 keV. En estos experimentos se implantó la misma concentración atómica máxima de He que la obtenida en las implantaciones con perfil de escalera (~750 appm). De modo análogo que en los capítulos anteriores se realizó un estudio microestructural mediante TEM utilizando lamelas de FIB de cada condición experimental para ambos aceros. Además, se llevó a cabo un análisis nanomecánico mediante nanoindentación utilizando en este caso el método de la rigidez continua en la superficie normal a la implantación, cuyos resultados muestran un aumento de los valores de dureza con la temperatura en ambos materiales.

A pesar de los importantes resultados que se derivan de esta Tesis doctoral, todavía queda mucho camino por delante para descifrar completamente los enigmas científicos que encierra el He en las propiedades de los materiales y cómo poder mitigarlos.