

## **Streszczenie**

Założenia projektowe reaktorów jądrowych IV generacji stwarzają nowe wyzwania, którym muszą sprostać materiały konstrukcyjne. Główne czynniki wpływające na strukturalną integralność materiałów to wysoka temperatura pracy, intensywne promieniowanie jonizujące, agresywne środowisko korozyjne, złożone pole naprężeń oraz przewidywany długi czas eksploatacji, wynoszący min. 60 lat. Jednym z najbardziej obiecujących kandydatów do pracy w tak trudnym środowisku, są ferrytyczne stale wzmocnione dyspersyjnie tlenkami – tzw. stale typu ODS RAF (z ang. *Oxide Dispersion Strengthened Reduced Activation Ferritic*). Możliwość ich eksploatacji w opisanym, niezwykle wymagającym środowisku jest efektem kilku czynników. Za odpowiednią odporność korozyjną jest odpowiedzialny dodatek Cr, dzięki któremu na powierzchni materiału tworzy się stabilna, ochronna warstwa tlenku. Źródłem doskonałych właściwości mechanicznych jest kilka elementów, z których najważniejsza jest obecność wzmocniających nanocząstek tlenkowych.

Jednym z ograniczeń wpływającym na komercjalizację stali typu ODS jest złożony proces produkcyjny. Ze względu na niską rozpuszczalność oraz słabą zwilżalność tlenków przez płynną stal, standardowe metody odlewania nie mają zastosowania dla tego typu materiałów. Z tego względu, materiały te wytwarzane są z wykorzystaniem metod mechanicznej syntezy i konsolidacji proszków. Istnieje wiele metod konsolidacji (np. *Spark Plasma Sintering* - SPS, *Hot Isostatic Pressing* – HIP czy *Hot Extrusion* - HE). Każda z tych metod charakteryzuje się typową dla siebie kinetyką towarzyszącą jej procesów. Należy podkreślić, że zarówno skład chemiczny, jak i technika konsolidacji proszków są głównymi czynnikami determinującymi właściwości strukturalne i mechaniczne materiałów.

W niniejszej pracy skupiono się na zbadaniu wpływu zawartości chromu oraz rodzaju procesu konsolidacji na strukturę i wybrane właściwości mechaniczne stali typu ODS RAF. Wytworzono cztery materiały badawcze z różną zawartością chromu (9-12%) stosując dwie różne techniki konsolidacji (SPS oraz HIP). Wpływ techniki wytwarzania na właściwości materiału określono na podstawie badań stali z zawartością 12% Cr, wytworzonych za pomocą obu metod. W tej części pracy do badań włączono również stal 12% Cr konsolidowaną HE. W kolejnym etapie badań, próbki materiałów badawczych poddano implantacji jonowej w celu zasymulowania oddziaływania środowiska radiacyjnego. Charakteryzacja struktury materiałów przeprowadzona została za pomocą badań dyfrakcji rentgenowskiej XRD, skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) z analizą elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD), transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) oraz nisko-kątowego rozpraszania neutronów (SANS). Właściwości mechaniczne stali ODS zostały wyznaczone za pomocą techniki nanoindentacji, mikrotwardości oraz testów typu small punch - SPT.

Analiza uzyskanych wyników wykazała silną korelację pomiędzy zawartością Cr oraz techniką konsolidacji na właściwości strukturalne i mechaniczne materiałów. Stwierdzono, że dodatek 12% Cr zapewnia najwyższe parametry mechaniczne materiału. Zarówno zwiększenie, jak i zmniejszenie zawartości Cr prowadzi do pogorszenia parametrów mechanicznych na skutek zmian strukturalnych. Dodatkowo, udowodniono, że proces konsolidacji wpływa na główne cechy strukturalne materiału. Głównym czynnikiem wpływającym na odporność radiacyjną materiału jest czas procesu, który determinuje procesy dyfuzji i anihilacji defektów. Elementy te – podczas oddziaływania z promieniowaniem – działają jak studnie dla powstających defektów radiacyjnych.

## **Abstract**

The design of the generation IV nuclear reactors creates new challenges for construction materials. Very high temperature, intensive radiation flux, highly corrosive coolants, complex load fields, and long-term exploitation are the main factors that influence the structural integrity of the materials. One of the most promising candidates expected to meet all abovementioned criteria are Oxide Dispersion Strengthened (ODS) Reduced Activation Ferritic (RAF) steels. The ability to withstand these extremely harsh environments is related to several microstructural features of these materials. As a primary corrosion-resistant element, Cr is introduced into the ferrous matrix. Thus, fabricated alloy creates a stable, protective oxide film on its surface. Maintaining an excellent mechanical property is obtained by several features. One of each is the presence of nano precipitates composed of complex oxides.

One of the main ODS drawbacks is a complicated manufacturing process. Due to the poor solubility and wettability of oxide particles in liquid steel, standard casting methods are not applicable. Consequently, ODS steels are produced by implementing mechanical alloying (MA) and powder consolidation processes. Numerous manufacturing processes (such as Spark Plasma Sintering - SPS, Hot Isostatic Pressing – HIP and Hot Extrusion - HE) characterized by specific parameters and process kinetics exist. However, it must be highlighted that selection of chemical composition and the type of consolidation method is one of the main factors determining the material's structural integrity and mechanical properties. Hence, the primary factors of the abovementioned issues must be fully revealed and understood.

This work focuses on the influence of Cr content and the type of consolidation process on structural and selected mechanical properties of ODS RAF steels. The conducted research program includes manufacturing four ODS RAF steel plates with different Cr contents (9-18%Cr). This task was realized by implementing two different methods of consolidation (SPS and HIP). The impact of the consolidation process on the properties of the materials was obtained by studying 12% Cr ODS steel manufactured using the abovementioned techniques. Also, the HE process was used to consolidate 12% Cr ODS samples. The second goal of this work was to understand material's behavior under a simulated radioactive environment. This was accomplished by conducting ion irradiation. In the frame of the presented work, several structural and mechanical tests were conducted. Mechanical properties were determined by nanoindentation, micro-hardness, and small punch tests SPT. Structural characterization has been realized using GIXRD analysis, scanning electron microscopy SEM with electron backscattered diffraction EBSD method, transmission electron microscopy TEM observations, and small-angle neutron scattering SANS analysis.

Obtained results revealed a strong correlation between Cr content and the consolidation process on the structure and mechanical behavior of the materials. It was found that the addition of 12% Cr provides the highest mechanical properties of ODS. Lowering and increasing the Cr content leads to mechanical properties' deterioration, which was related to structural changes. Also, it has been proved that the consolidation process strongly influences the structure of the ODS steel. The crucial parameter of consolidation that determines the radiation resistance is the time of consolidation. This time limits the diffusion and annihilation of defects that act as defect sinks for radiation damage.