

Mgr inż. Agata Zaborowska

„Badanie wpływu defektowania radiacyjnego i wysokiej temperatury na właściwości amorficznych powłok tlenku glinu do zastosowań w koszulkach paliwowych reaktora typu LFR”

Streszczenie

Materiały stosowane w konstrukcji reaktorów jądrowych muszą charakteryzować się wyjątkową odpornością na wymagające środowisko eksploatacyjne, obejmujące m.in. działanie wysokiej temperatury, promieniowanie jonizujące oraz kontakt z agresywnym chemicznie chłodziwem. Ponadto materiały te muszą być zdolne do przenoszenia zarówno obciążeń statycznych, jak i dynamicznych, wynikających m.in. z operacji uruchamiania i wyłączania reaktora. Wymienione czynniki prowadzą do postępujących zmian strukturalnych, skutkujących degradacją właściwości materiałów i pogorszeniem ich funkcjonalności.

Szczególnie dużym wyzwaniem inżynierskim pozostaje dobór odpowiednich materiałów dla koncepcji reaktorów IV Generacji typu LFR (z ang. *Lead-cooled Fast Reactor*), w których zastosowanie ciekłego ołowiu, jako chłodziwa wiąże się z intensywną korozją wszystkich dostępnych stopów metalicznych. W związku z tym, rosnącym zainteresowaniem cieszą się powłoki ceramiczne, które dzięki chemicznej obojętności wykazują naturalną odporność na korozję w ołowiu. Przykładem takich rozwiązań są cienkie amorficzne powłoki tlenku glinu (Al_2O_3), osadzone metodą impulsowego osadzania laserowego (PLD), które oprócz odporności chemicznej wykazują szereg innych pożądanых właściwości, takich jak brak typowej dla ceramiki kruchości oraz wysoka adhezja do podłoża.

Pomimo licznych zalet, praktyczne wdrożenie nowych materiałów wymaga uprzedniego potwierdzenia trwałości ich właściwości użytkowych w docelowych warunkach eksploatacyjnych. **W niniejszej pracy przeprowadzono eksperymentalną ocenę wpływu kluczowych czynników degradacyjnych – temperatury oraz defektowania radiacyjnego – na strukturę i właściwości cienkich powłok Al_2O_3 osadzanych metodą PLD, rozpatrywanych, jako potencjalne rozwiązanie materiałowe dla konstrukcji reaktora LFR.** Materiał poddawano warunkom symulującym rzeczywiste środowisko pracy, a zmiany właściwości analizowano przy użyciu

technik takich jak nanoindentacja (w temperaturze pokojowej i podwyższonej), dyfrakcja rentgenowska (XRD; w temperaturze pokojowej i podwyższonej), wysokorozdzielcza transmisyjna mikroskopia elektronowa (HRTEM), dyfrakcja elektronów (SAED) oraz analiza funkcji rozkładu radialnego (RDF).

Przeprowadzone badania wykazały, że amorficzne powłoki Al_2O_3 osadzone metodą PLD wykazują wysoką stabilność w warunkach defektowania wiązką jonów (symulującą oddziaływanie strumienia neutronów) w temperaturze pokojowej. Wyniki testów *in situ* w warunkach podwyższonej temperatury ujawniły natomiast, że wraz ze zwiększaniem temperatury rośnie zdolność amorficznej powłoki do odkształceń plastycznych, co powiązano z mechanizmem reorganizacji wiązań międzyatomowych. Wykazano również, że wraz ze wzrostem temperatury zachodzi stopniowa ewolucja fazowa materiału, prowadząca do przejścia z fazy amorficznej do krystalicznej, przy czym inicjacja krystalizacji następuje w temperaturze około 700 °C po wielogodzinnej ekspozycji materiału na tę temperaturę.

Uzyskane wyniki wskazują, że przy zachowanej wysokiej odporności radiacyjnej, badane powłoki Al_2O_3 wykazują ograniczoną stabilność strukturalną w warunkach wysokotemperaturowych, co może stanowić barierę dla ich bezpośredniego zastosowania w technologii reaktora LFR. Zidentyfikowane ograniczenia wyznaczają kierunek dalszych badań, skoncentrowanych na poprawie trwałości materiału poprzez stabilizację struktury metodą domieszkowania.

Opisane w przedmiotowej pracy doktorskiej badania zainicjowane zostały w wyniku realizowanego projektu GEMMA, finansowanego przez Komisję Europejską.

Słowa kluczowe: powłoki tlenku glinu, materiały amorficzne, defektowanie strumieniem jonów, właściwości mechaniczne, stabilność termiczna, materiały do zastosowań jądrowych

Abstract

Materials dedicated to nuclear applications must exhibit exceptional resistance to demanding service conditions, including exposure to high temperatures, radiation, and chemically aggressive coolants. In addition to that, this material must sustain static and dynamic stresses that occur during standard and abnormal operation of the nuclear reactor. These factors typically lead to progressive structural changes in materials, resulting in property degradation and a consequent loss of functionality.

One of the most significant engineering challenges is the selection of materials for Generation IV reactors, particularly Lead-cooled Fast Reactors (LFRs), where the use of liquid lead as a coolant causes severe corrosion of all currently available metallic alloys. As a result, there is growing interest in ceramic coatings, which offer natural resistance to corrosion in liquid lead environments due to their chemical inertness. A particularly promising solution is the use of thin amorphous aluminum oxide (Al_2O_3) coatings deposited via Pulsed Laser Deposition (PLD), which, in addition to their high chemical inertness, demonstrate other desirable features, such as the absence of typical ceramic brittleness and strong adhesion to metallic substrates.

Despite these advantages, practical implementation requires prior validation of the coatings' structural and functional stability under reactor operating conditions. **This dissertation focuses on the experimental evaluation of two key degradation factors — temperature and radiation — on the structure and properties of PLD-deposited Al_2O_3 coatings, considered as a potential protective solution for LFR components.** For the purpose, material was subjected to conditions simulating reactor environment, and the resulting changes were characterized using techniques such as nanoindentation (at room and elevated temperatures), X-ray diffraction (XRD, at room and elevated temperatures), high resolution transmission electron microscopy (HRTEM), selected area electron diffraction (SAED), and radial distribution function (RDF) analysis.

The conducted research demonstrated that PLD-grown amorphous Al_2O_3 coatings exhibit high structural and mechanical stability under ion irradiation (used to emulate neutron damage) at room temperature. In turn, the results of *in situ* high-temperature tests revealed that the coating's ability

to undergo plastic deformation increases with temperature, which was attributed to the bond switching mechanism. Tests performed at elevated temperatures allowed also to monitor the phase evolution with increasing temperature, including the transition from an amorphous to a crystalline structure, with crystallization initiating at approximately 700 °C after prolonged exposure to this temperature.

The results suggest that while the coatings maintain excellent radiation resistance, their limited structural stability at high temperatures could hinder their direct implementation in LFR technology. The identified limitations define the direction for further research, focused on improving material durability through structural stabilization by means of controlled element doping.

The described research was initiated as a result of the multinational project GEMMA, financed by the European Commission.

Keywords: aluminum oxide coatings, amorphous materials, ion irradiation, mechanical properties, thermal stability, materials for nuclear applications