

TECHNOFUSIÓN
**ÁREA DE PRODUCCIÓN
Y
PROCESADO DE MATERIALES**
ACTIVIDADES

UC3M

M. A. Auger
V. de Castro
M. Eddahbi
T. Leguey
J. Martínez
M. A. Monge
A. Muñoz
R. Pareja
G. Salmi
B. Savoini

CIEMAT

P. Fernández
T. Hernández

UPM

M. Victoria

US

C. Arévalo

MATERIALES DE FUSIÓN

- ***Los materiales de la primera pared enfrentados al plasma: Plasma Facing Materials, PFMs***
- ***Los materiales estructurales: integrantes de la primera pared, la cámara de vacío, los componentes del sistema de refrigeración, etc***
- ***Los materiales funcionales: breeder, refrigerante, multiplicador de neutrones, materiales cerámicos***

OBJETIVOS DEL APPM:

- Desarrollar la capacidad de fabricar, en el marco del Programa Europeo, materiales de interés en fusión
- Producir y procesar materiales requeridos por los usuarios de *TechnoFusión*
- Fabricar materiales estructurales: aceros, aleaciones modelo Fe-Cr, V-Ti, etc (2-50 Kg)
- Producir aleaciones de Fe-Cr ODS, y aleaciones ODS y no ODS de W por HIP, SPS
- Fabricar cerámicas multifuncionales y realizar uniones cerámica/metal por HIP y SPS.
- Fabricar recubrimientos de W y cerámicas multifuncionales por la técnica de VPP, SPS
- Procesar materiales mediante tratamientos termo-mecánicos y de deformación severa

PRODUCCIÓN

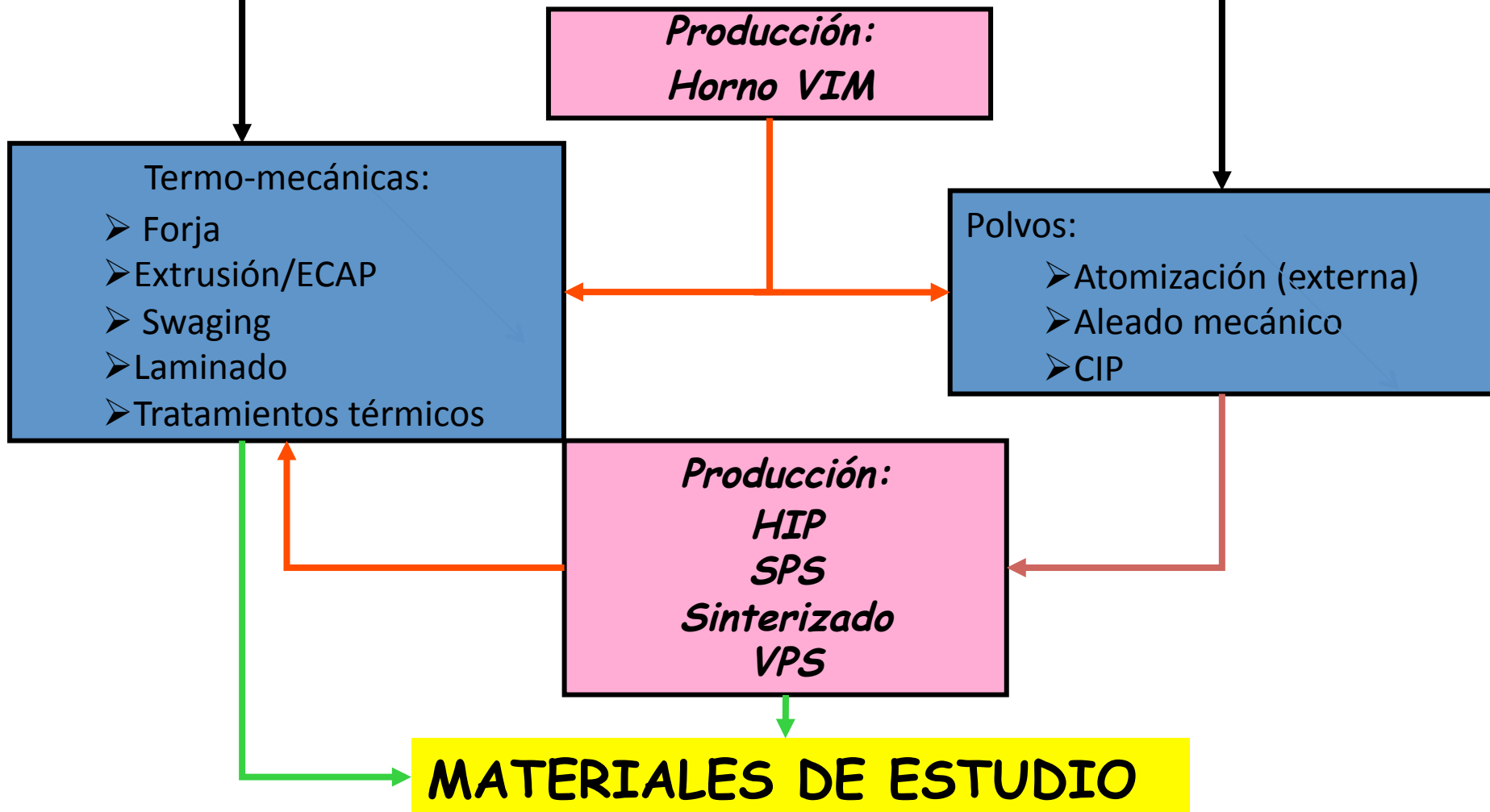
MATERIALES

- ***Aceros ODS y nano-estructurados***
- ***Aleaciones de Fe-Cr, ODS y no ODS***
- ***Aleaciones de W (ODS)***
- ***Materiales iónicos:***
- ***Materiales funcionales; FGMs***
- ***Recubrimientos***

TÉCNICAS

- ***VIM (vacuum induction melting)***
- ***HIP (hot isostatic pressing)***
- ***SPS (spark plasma sintering)***
- ***Sinterización convencional; en H₂***
- ***Plasma spray en vacío (VPS)***

TÉCNICAS DE PROCESADO



TÉCNICAS DE PRODUCCIÓN

1er Nivel

FABRICACIÓN DE MATERIALES BASE

Requerimientos:

- Producción de aleaciones de alta pureza
- Cantidades de ~2 - 50 kg
- Lingotes y colada continua en barras, láminas, ...

HORNO DE INDUCCIÓN EN VACÍO (VIM)

Materiales:

- Aceros
- Fe-Cr
- Otras aleaciones

Procesado:

- Tratamientos termomecánicos
- Atomización (externo)

TÉCNICAS DE PRODUCCIÓN

2º Nivel

SINTERIZAR, UNIR Y RECUBRIR, "FUNCIONALIZAR"

Requerimientos:

- Altas T y p, vacío y atmósfera controlada
- Metálicos e iónicos

HORNOS:

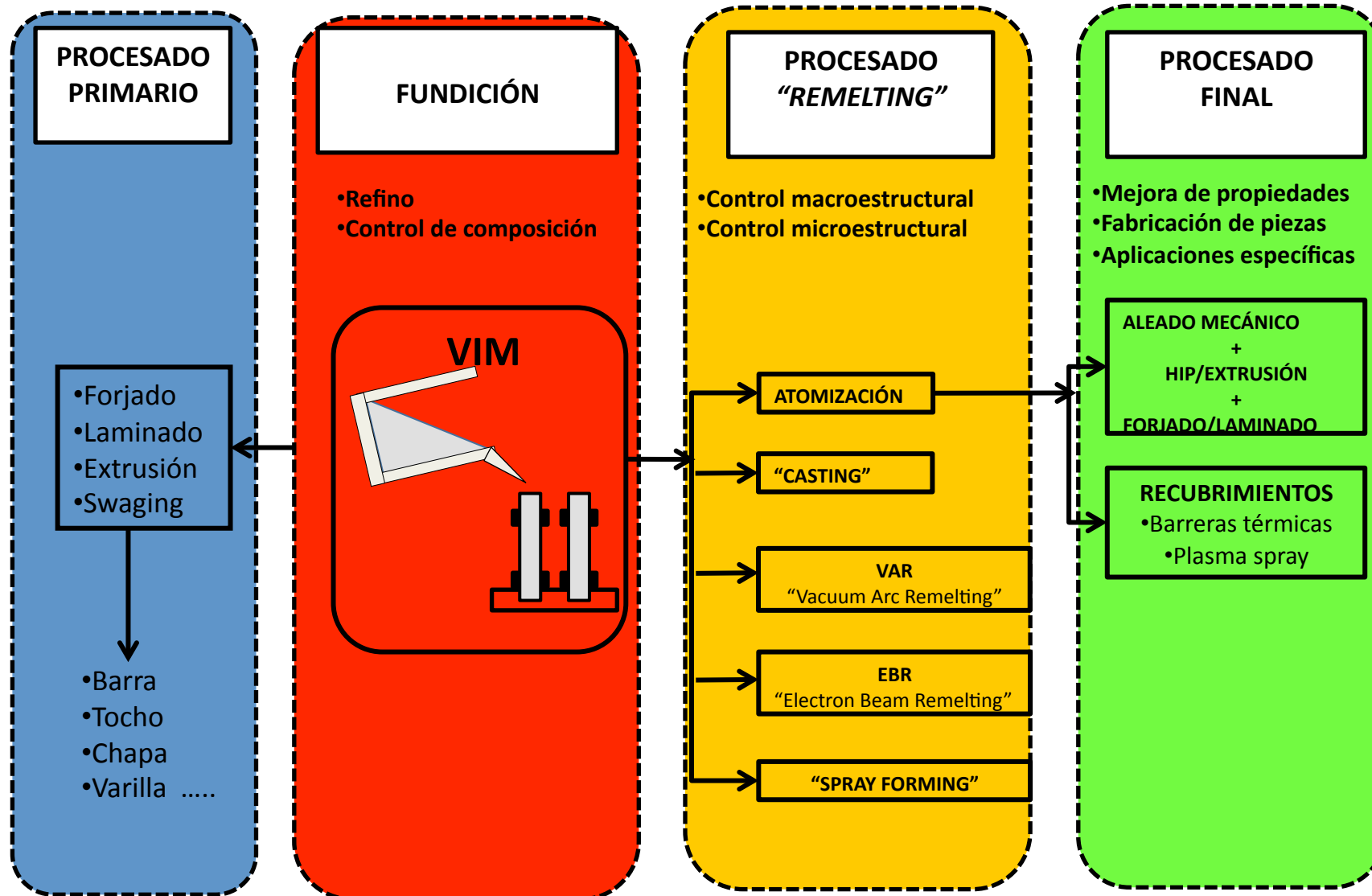
- **HIP**
- **SPS**
- **SINTERIZACIÓN CONVENCIONAL/VACÍO/H₂**
- **VPS**

Materiales:

- Aleaciones ODS nano-estructuradas
- Aleaciones de W
- Iónicos (carburos, nitruros, ...)
- Soldar/unir/funcionalizar

Procesados:

- Atomización (externo)
- Aleado mecánico
- Compactación en frío (CIP)



Aplicaciones de la técnica VIM en el procesado y fabricación de materiales

HORNO VIM

CARACTERÍSTICAS:

- Producción de aleaciones de alta pureza, con composición controlada, en alto vacío o atmosfera inerte libre de oxígeno.
- Desgasificación efectiva y ajuste preciso de la composición del *melt* por control independiente de la temperatura, vacío, atmósfera, presión y transporte de masa.
- Aplicaciones de investigación (1 – 100 kg).

VENTAJAS:

- Se evita la oxidación de elementos reactivos y se reduce la formación de partículas de óxidos
- Buen control de la composición y del contenido de elementos con alta presión de vapor
- Se eliminan impurezas gaseosas: O, N, H, ...
- Se eliminan impurezas volátiles: Sb, Bi, Se, Te,
- Homogeneización de la composición
- Carga masiva o fina durante operación

OPCIONALMENTE:

- Control de la atmósfera
- Homogeneización mediante agitación electromagnética o gas
- Control preciso de la temperatura para evitar reacciones del *melt* con el crisol
- *Casting* estático, continuo, o por centrifugación
- Control del casting eliminando escoria y óxidos
- Pirometría óptica

CONFIGURACIONES:

- Horizontal con puerta frontal
- Vertical con apertura en la parte superior

HORNO VIM

CARACTERÍSTICAS:

- Producción de aleaciones de alta pureza, con composición controlada, en alto vacío o atmosfera inerte libre de oxígeno.
- Desgasificación efectiva y ajuste preciso de la composición del *melt* por control independiente de la temperatura, vacío, atmósfera, presión y transporte de masa.
- Aplicaciones de investigación (1 – 100 kg).

VENTAJAS:

- Se evita la oxidación de elementos reactivos y se reduce la formación de partículas de óxidos
- Buen control de la composición y del contenido de elementos con alta presión de vapor
- Se eliminan impurezas gaseosas: O, N, H, ...
- Se eliminan impurezas volátiles: Sb, Bi, Se, Te,
- Homogeneización de la composición
- Carga masiva o fina durante operación

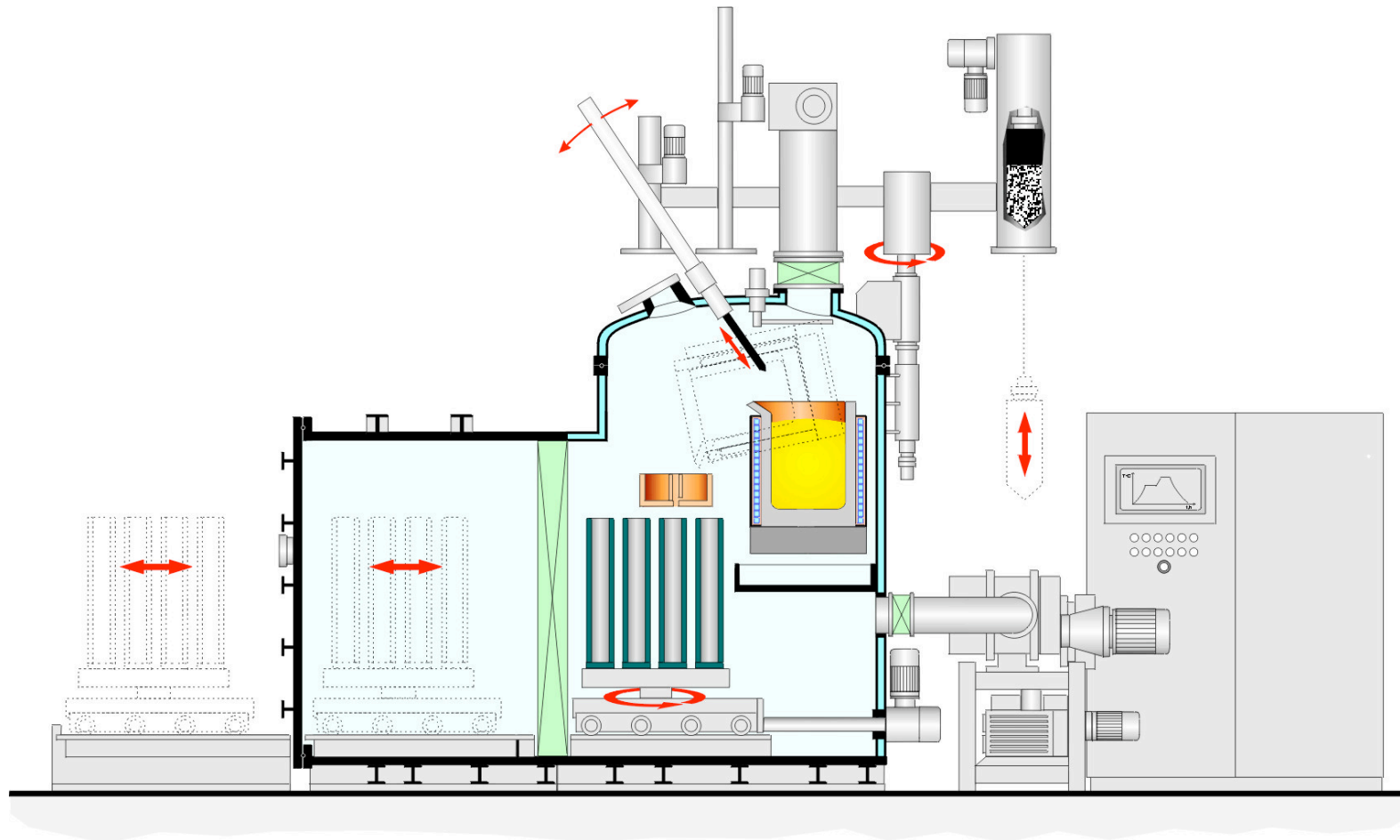
OPCIONALMENTE:

- Control de la atmósfera
- Homogeneización mediante agitación electromagnética o gas
- Control preciso de la temperatura para evitar reacciones del *melt* con el crisol
- *Casting* estático, continuo, o por centrifugación
- Control del casting eliminando escoria y óxidos
- Pirometría óptica

CONFIGURACIONES:

- Horizontal con puerta frontal
- Vertical con apertura en la parte superior

HORNO VIM





pict.1 VIM6III-HMC (horizontal mold chamber)

HORNO HIP QIH21 AVURE



Características:

- Temperatura 2200 °C
- Presión 414 MPa (60.000 psi)
- Zona caliente \varnothing 250 mm × 900 mm
- Lingotes de más de 5 kg

Aplicaciones:

- Consolidar y sinterizar
- Aleaciones ODS
- Unir (recubrimiento, soldadura, ...)
- Cerámicas estructurales y funcionales

Spark Plasma Sintering Furnace HP D 125



Características:

- Molde \varnothing 200 mm \times 300 mm
- Fuerza 250 kN
- Corriente 30 kA
- T_{\max} 2200 °C

Aplicaciones:

- Consolidar y sinterizar
- Aleaciones ODS
- Unir (recubrimiento, soldadura, ...)
- Materiales FGM, composites
- Cerámicas estructurales y funcionales
- Materiales nano-estructurados

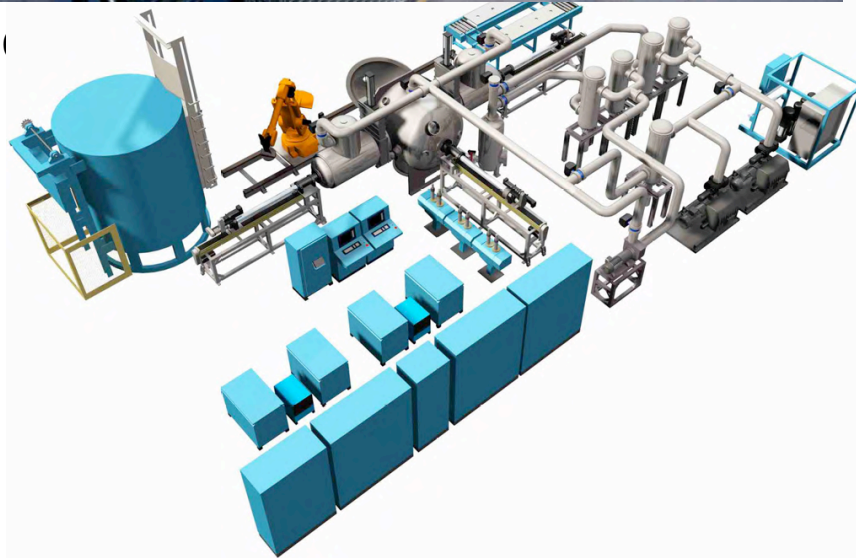


Características:

- Volumen de cámara 4 m³
- Longitud de la inyección del plasma 2 m
- Diámetro \varnothing 200 - 400 mm
- 4 inyectores
- Potencia 180 kW
- Area de recubrimiento hasta 700 × 700 mm²
- Espesores 20 μ m – 2 mm

Aplicaciones:

- Recubrimientos
- FGM



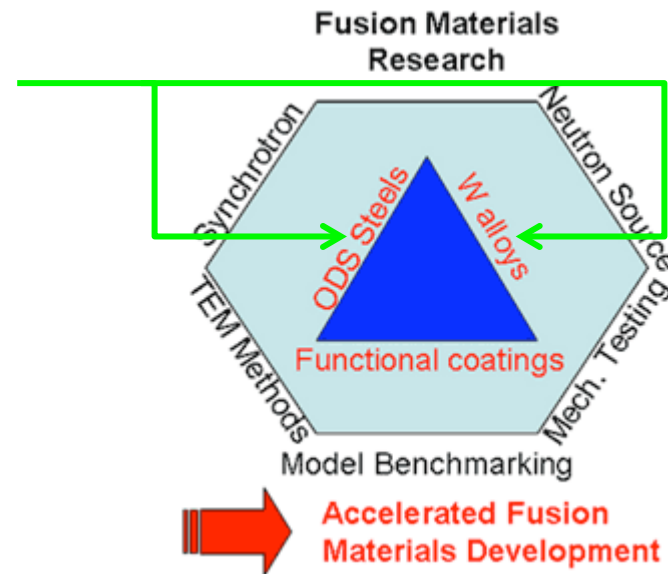
ACTIVIDADES (2009/10)

- *Establecer contactos con laboratorios interesados en la producción de materiales para fusión.*
- *Mantener actualizada la información sobre las actividades relacionadas con la fabricación y procesado de materiales de fusión.*
- *Formar especialistas en estas técnicas de producción y procesado.*
- *Participar en las actividades de fabricación y procesado de materiales propuestas dentro del programa europeo de materiales de fusión.*

➤ Contactos con laboratorios interesados en materiales de fusión

- Consorcio FEMaS-CA (Fusion Energy Materials Science, FP7 Coordination Action) <mailto:http://www.femas-ca.eu/main/main.php>

Actividades del APPM



- Departamento de Materiales. Universidad de Oxford (R.U.)
 - Técnicas de microanálisis por TEM, HRTEM, STEM
 - Análisis mediante sonda atómica (APT, Atom Probe Tomography)

➤ ***Contactos con laboratorios interesados en materiales de fusión***

- **Grupo del Prof. R. Faulkner, Departamento de Materiales. Universidad de Loughborough (R.U.)**
 - EUROFER ODS: aleado mecánico, consolidación por HIP, procesado ECAP y preparación probetas
- **Grupo de Dr. N. Baluc, Fusion Materials. CRPP-PSI, Villigen (Suiza)**
 - Técnicas del procesado de aleaciones de W
- **Dr. M. Rieth, IMF I-FZK. Karlsruhe (Alemania)**
 - Suministro de muestras de aleaciones de W
- **Dr. P. Trocellier, CEA-JANUS, Saclay (Francia)**
 - Muestras de Fe-12Cr y ODS Fe-12Cr para irradiación en JANUS
 - 10 MeV $^{56}\text{Fe}^{4+}$; 16 dpa

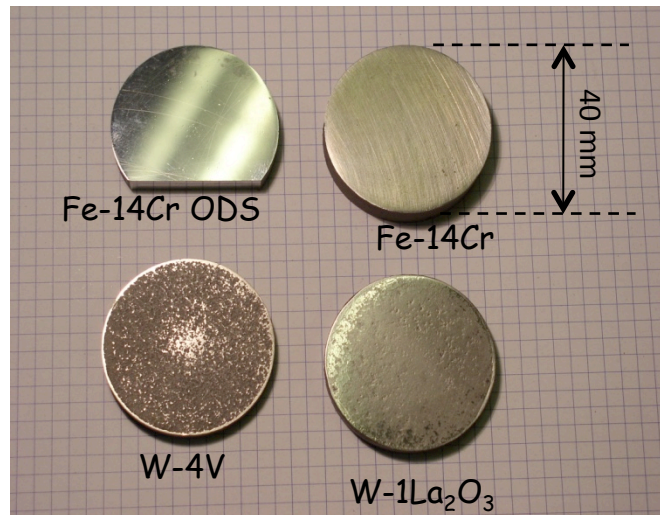
➤ Actividades relacionadas con técnicas de fabricación y procesado de materiales de fusión.

- Visita a FCT GmbH en Rauenstein (Alemania)
- Pruebas de fabricación de materiales con Spark Plasma Sintering (SPS)

Materiales:

- ❖ W-4V; W-1La₂O₃; W
- ❖ Fe-14Cr; Fe-14Cr-0.3Y₂O₃ (ODS)
- ❖ Fe-12Cr; Fe-12Cr-0.3Y₂O₃ (ODS)

Condiciones:



➔ T= 1100 °C; p=35 MPa

➔ T=2000 °C; p=36 MPa

➤ ***Formación especialistas en:***

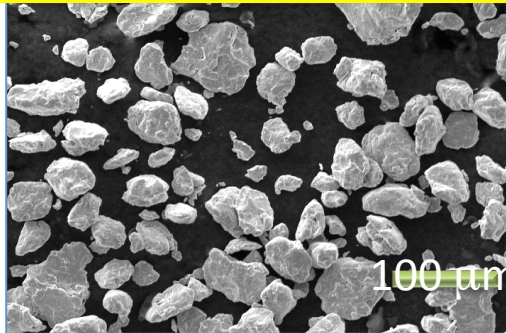
- Aleado mecánico de aleaciones ODS (Oxide Dispersion Strengthened)
- Consolidación por HIP (Hot Isostatic Pressing)
- Procesado mediante ECAP (Equal Channel Pressing)
- Técnicas de microanálisis por TEM
- Análisis mediante APT

➤ ***Actividades de fabricación y procesado de materiales dentro del programa europeo de materiales de fusión***

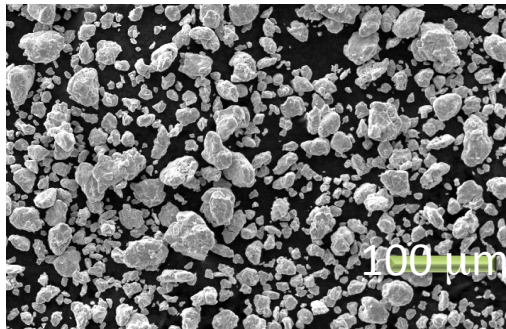
- Producción de aleaciones Fe-14Cr (ODS) nano-estructuradas
- Fabricación de aleaciones de W
- Procesado mediante ECAP de EUROFER y Fe-14Cr ODS
- Análisis de los materiales producidos:
 - Técnicas de microanálisis por TEM, HRTEM, EF-TEM, ...
 - Análisis mediante APT

ODS Fe14Cr milled in He: Production process

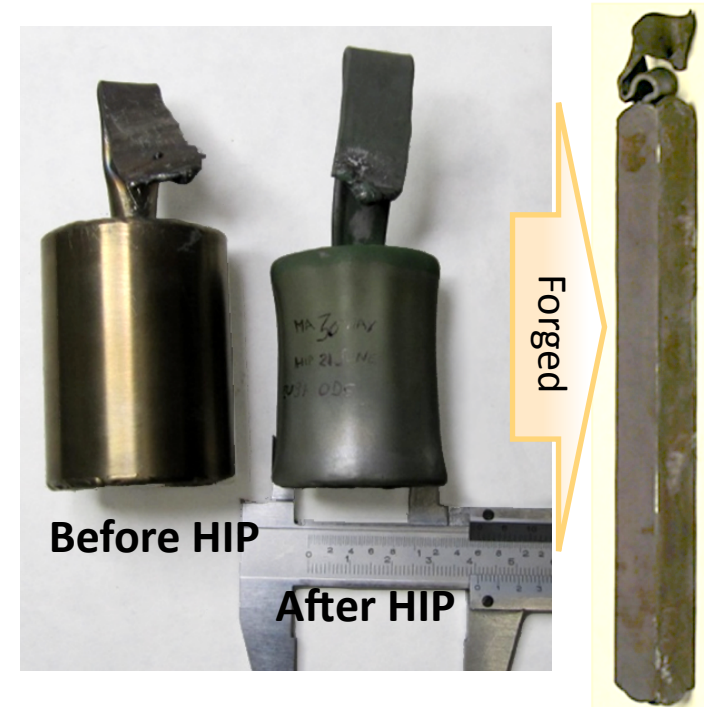
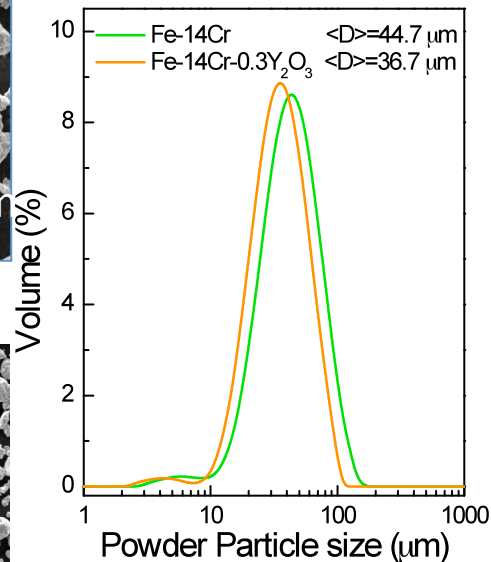
SEM micrographs of the alloyed powders



Fe-14Cr



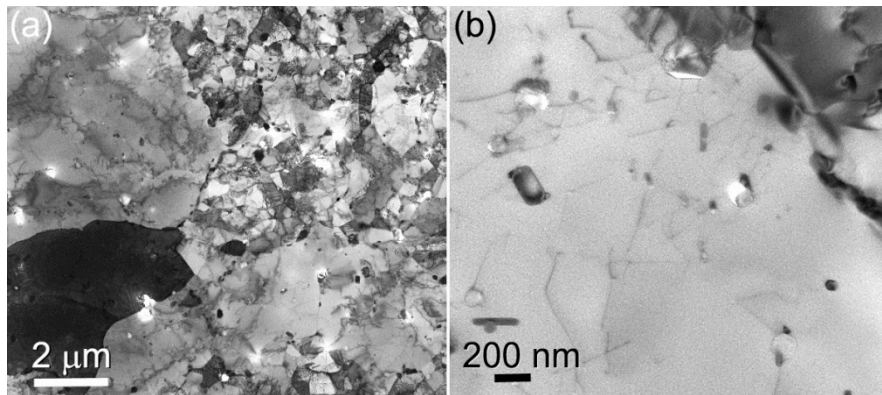
Fe-14Cr-0.3Y₂O₃



~ 0.35 kg of material

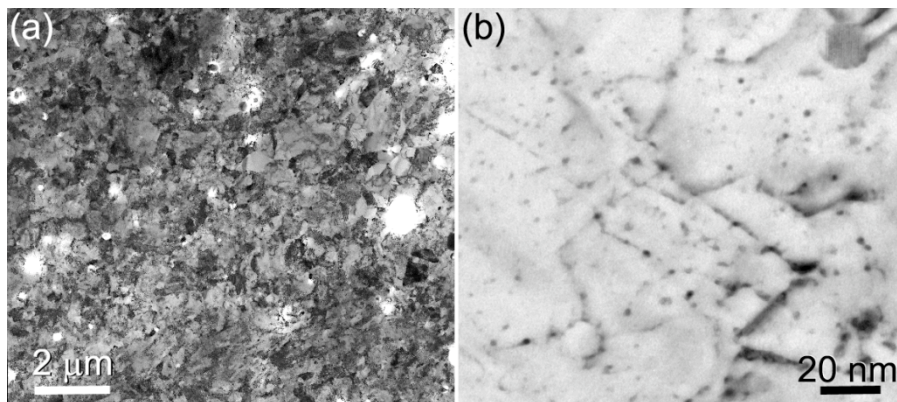
The powders were canned and degassed at 823 K for 24 h. After the HIP treatment at ~1323 K and 200 MPa for 2 h, the ingots were forged (~1323 K for Fe-14Cr and ~1373 K for ODS- Fe-14Cr-0.3 Y₂O₃)

ODS Fe14Cr milled in He: Microstructural characterization and mechanical properties



Forged Fe-14Cr heat treated at 1123 K for 2 h

- 1) Duplex grain structure: large ferrite grains ($\sim 3 - 7 \mu\text{m}$) + submicron ferrite grains ($\sim 380 \text{ nm}$).
- 2) Cr-rich precipitates ($\sim 50 - 400 \text{ nm}$), distributed inside the large ferrite grains and aligned along grain boundaries.
- 3) Small voids (likely containing entrapped gas).

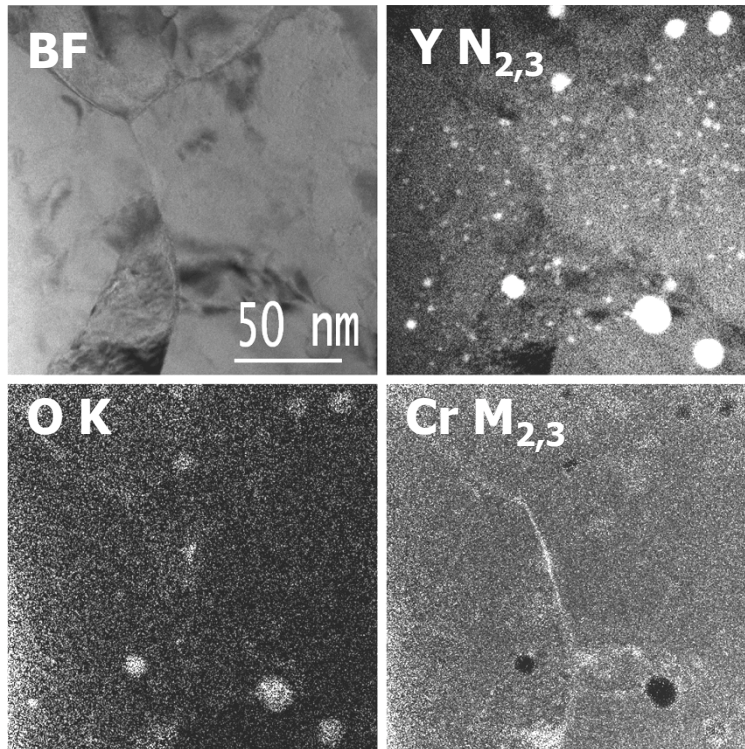


Forged ODS-Fe14Cr heat treated at 1123 K for 2 h

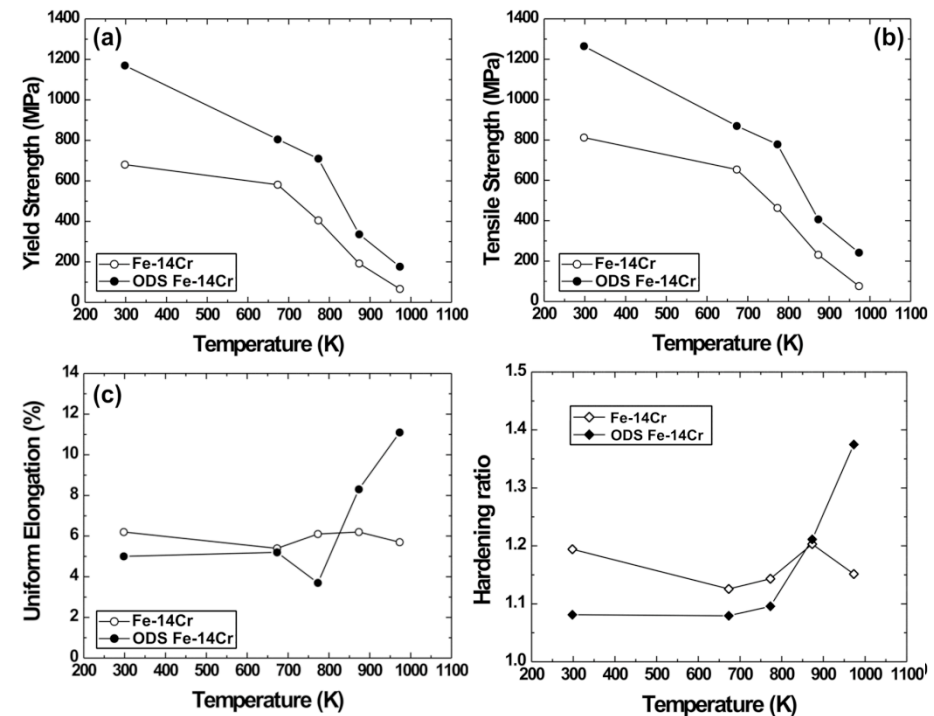
- 1) Homogeneous submicron structure of ferritic grains, apparently unrecovered ($\sim 360 \text{ nm}$).
- 2) Uniform distribution of Cr-rich precipitates.
- 3) Dispersion of Y-O rich nanoparticles.
- 4) Voids also observed, frequently associated to the nanoparticles.

ODS Fe14Cr milled in He: Nanoparticle characterization by EF-TEM

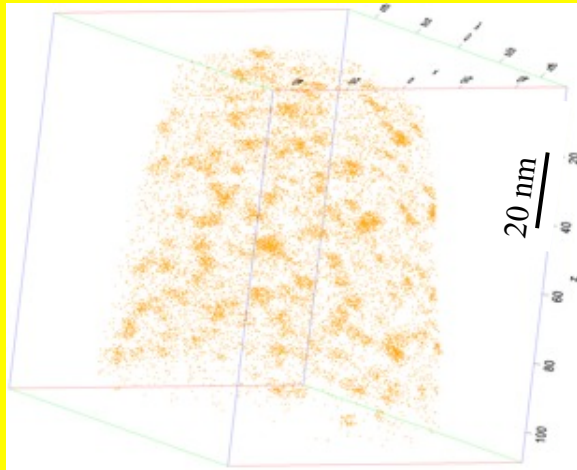
- **Particle density:** $(0.10 \pm 0.02) \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$ - $(1.5 \pm 0.3) \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$.
- **Particle chemistry:**
All the studied nanoparticles were Y-rich. Most particles had a core-shell structure consisting of an Y-O rich core and a Cr-rich shell.
- **Mechanical properties:**



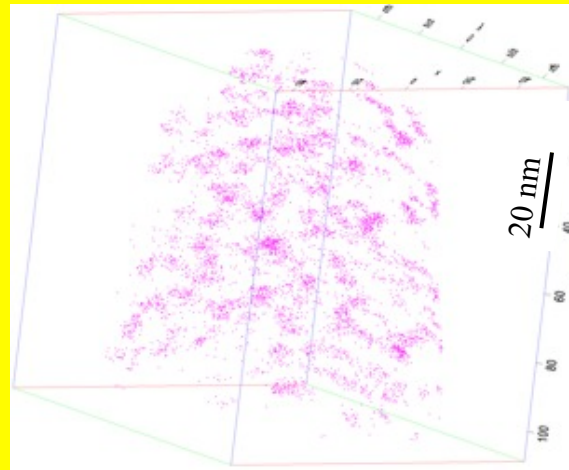
EF-TEM series showing nanoparticles with a core-shell structure in the ODS/Fe14Cr alloy.



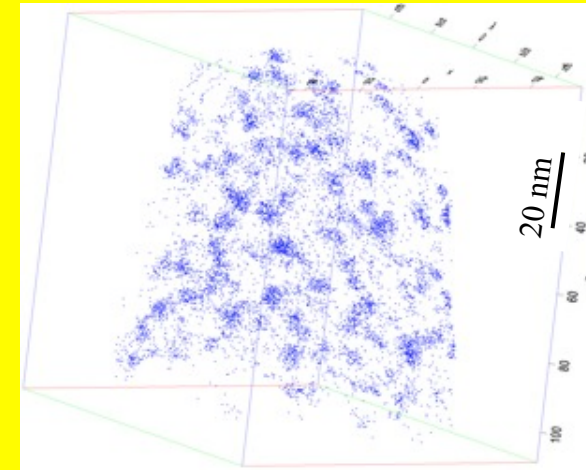
ODS Fe14Cr milled in He: Atom Probe Tomography



Y atoms



YO ions



CrO ions

- A very homogeneous dispersion of nanoparticles of complex Y-Cr oxides is obtained applying the present processing route.
- The APT results are in agreement with the EF-TEM images

Fabrication of W alloys by HIP

FABRICATION PROCEDURE

Blending

Mechanical
Alloying

Canned
+
Degassed

HIP
1573 K,
2h, 195 MPa

Alloys

W-1%La₂O₃

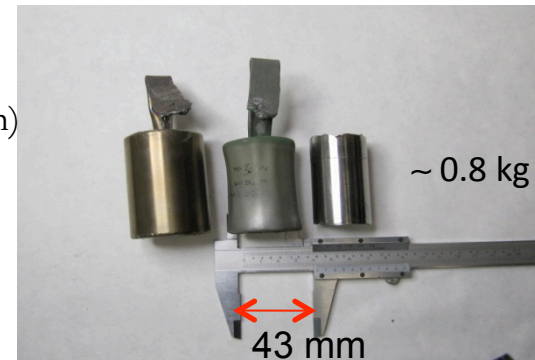
W-4%V-1%La₂O₃

W-4%V

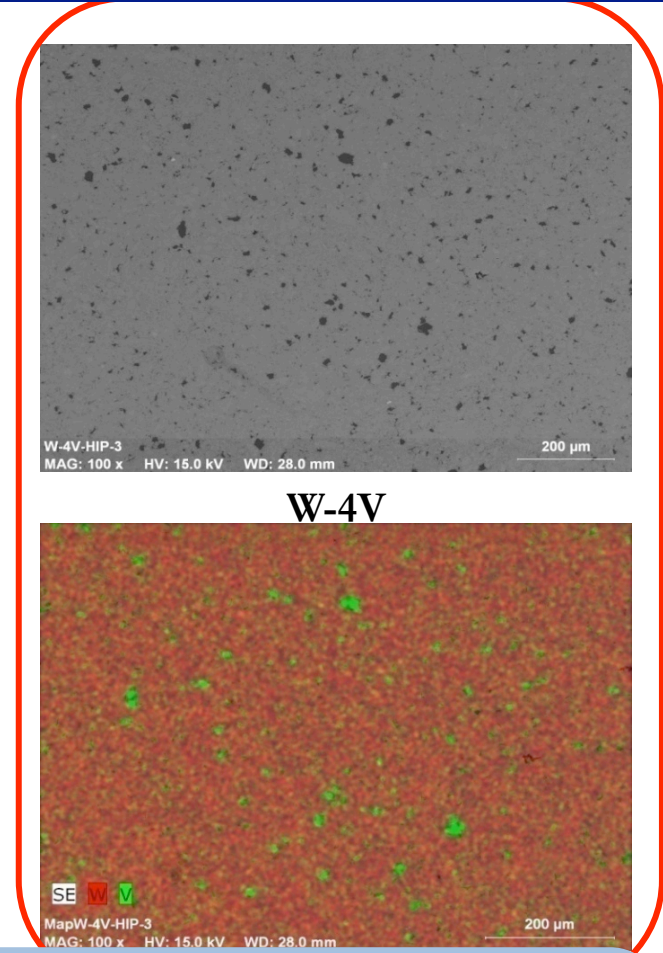
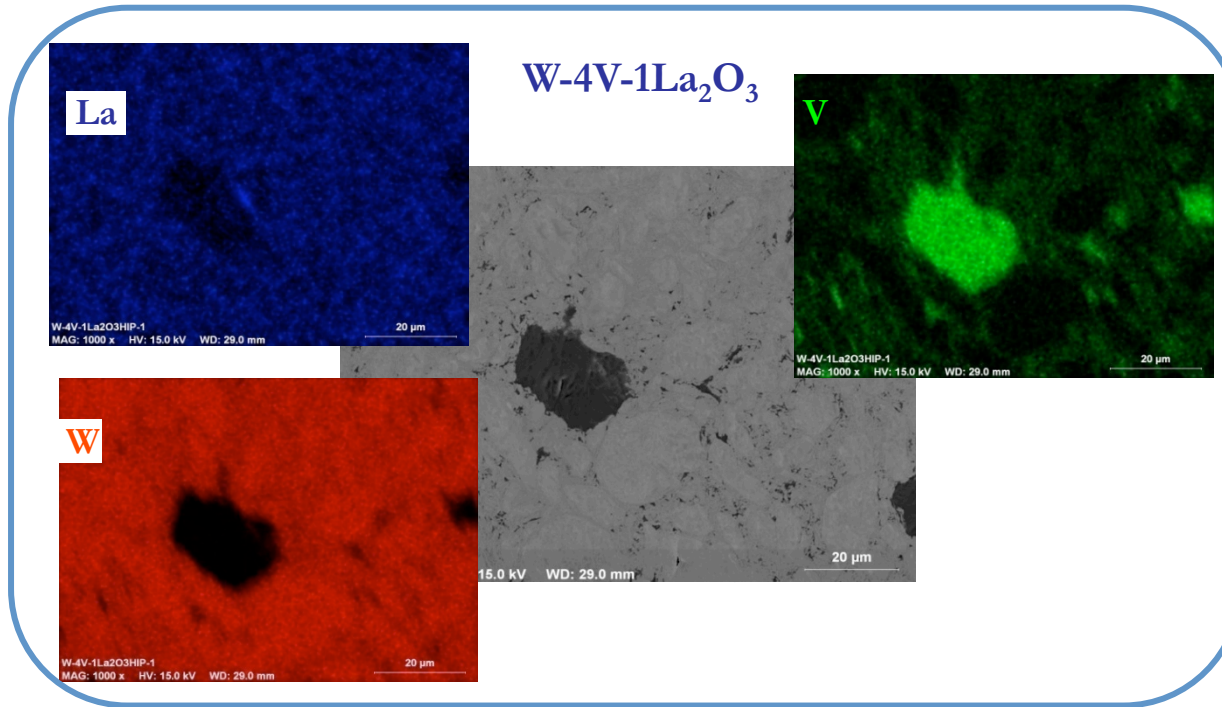
W-2%V

Mechanical alloying

- WC vessel & WC balls (∅ 10 mm)
- Ball-powder ratio: 4:3
- 10 hours in pure Ar



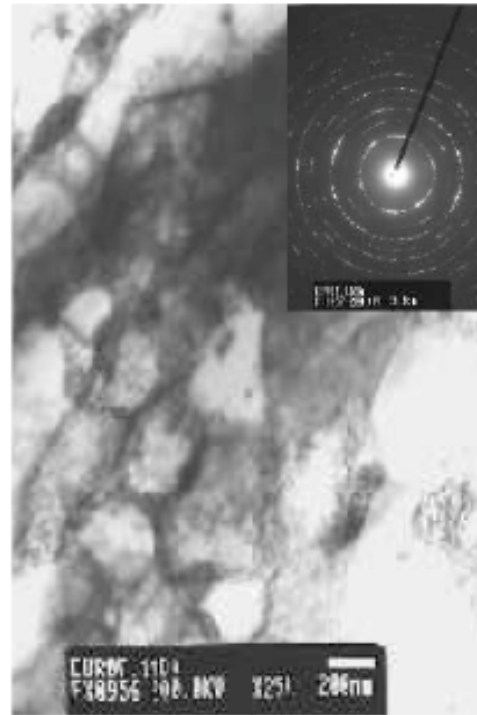
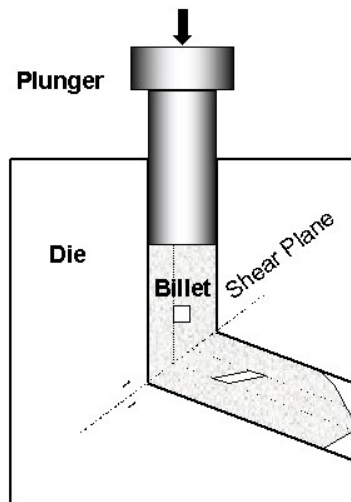
Fabrication of W alloys by HIP



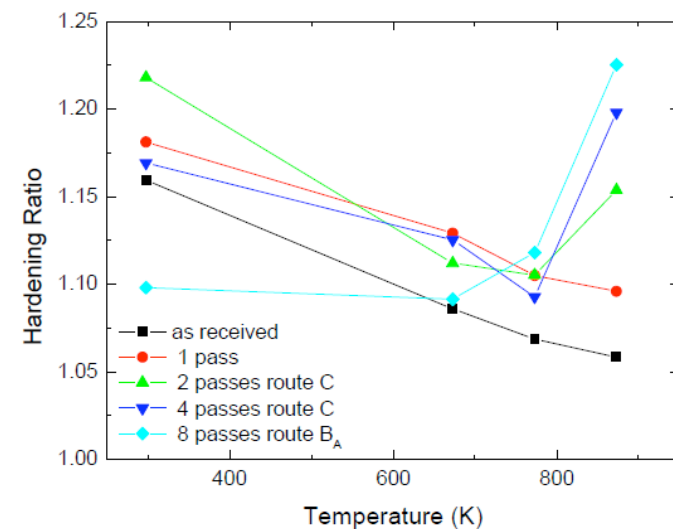
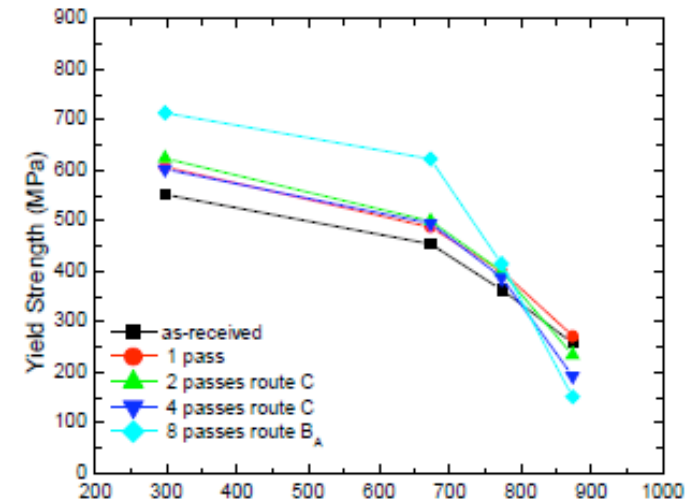
Alloy	ρ_{theo} (g/cm ³)	$\rho_{\text{exp}}/\rho_{\text{theo}}$ (%)
W-1La ₂ O ₃	18.9	90.6
W-4V-1La ₂ O ₃	17.3	97.7
W-4V	17.7	98.1
W-2V	18.5	95.6

- The V addition to W favors HIP sintering
- Fine V pools appear in W-V alloys distributed uniformly
- La in W-4V-1La₂O₃ is found homogeneously distributed in the W matrix
- In W-1La₂O₃ the oxide is found localized in pools with pores.

EUROFER procesado por ECAP a 823 K



- Refina el grano a < 500 nm (8 pasadas)
- Mejora relativa de las propiedades mecánicas





TECHNOFUSIÓN
ACTIVIDADES
ÁREA DE PRODUCCIÓN
Y
PROCESADO DE MATERIALES

UC3M

M. A. Auger
V. de Castro
M. Eddahbi
T. Leguey
J. Martínez
M. A. Monge
A. Muñoz
R. Pareja
G. Salmi
B. Savoini

CIEMAT

P. Fernández
T. Hernández

UPM

M. Victoria

US

C. Arévalo