

**SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE
FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A INFORMATIKY
ÚSTAV JADROVÉHO A FYZIKÁLNEHO INŽINIERSTVA**

Ing. Jana Šimeg Veterníková

Autoreferát dizertačnej práce

ŠTÚDIUM MATERIÁLOV PRE POKROČILÉ REAKTOROVÉ SYSTÉMY

Evidenčné číslo: FEI-10834-11556

na získanie vedecko-akademickej hodnosti

philosophiae doctor

v doktorandskom štúdijskom programe

5.2.31 Jadrová energetika

Bratislava, december 2012

Dizertačná práca bola vypracovaná v internej forme doktorandského štúdia na Ústave jadrového a fyzikálneho inžinierstva Fakulty elektrotechniky a informatiky Slovenskej technickej univerzity v Bratislave.

Predkladateľ: Ing. Jana Šimeg Veterníková
Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva, FEI STU, Ilkovičova 3
812 19 Bratislava

Školiteľ: Prof. Ing. Vladimír Slugeň, DrSc.
Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva, FEI STU, Ilkovičova 3
812 19 Bratislava

Oponenti: Prof. Ing. Jozef Janovec, DrSc.
Ústav materiálov, MTF STU, Bottova 25
917 24 Trnava

RNDr. Jan Kuriplach, CSc.
MFF Karlova Univerzita Praha,
Katedra fyziky nízkych teplôt,
V Holešovičkách 2, Cz-180 00 Praha, Česká republika

Autoreferát bol rozoslaný:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná:.....o.....h,

na Fakulte elektrotechniky a informatiky STU v Bratislave, Ilkovičova 3, v zasadačke dekana, blok A, 1. poschodie.

Prof. RNDr. Gabriel Juhás, PhD.

dekan fakulty
Slovenská technická univerzita v Bratislave
Fakulta elektrotechniky a informatiky

OBSAH:

1. ÚVOD	4
2. SÚČASNÝ STAV PROBLEMATIKY	5
2.1 POŽIADAVKY NA MATERIÁLY REAKTOROV 4. GENERÁCIE	5
2.2. SKÚMANÉ OCELE	6
2.3 RADIACNÉ POŠKODENIE MATERIÁLOV	9
3. CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE	11
4. EXPERIMENTÁLNE MERANIA	12
5. SÚHRN VÝSLEDKOV A NOVÝCH POZNATKOV	22
6. ZÁVERY PRE PRAX A ROZVOJ VEDNEJ DISCIPLÍNY.....	24
7. LITERATÚRA	25
8. ZOZNAM PUBLIKÁCIÍ AUTORA SÚVISIACÍCH S PROBLEMATIKOU DIZERTAČNEJ PRÁCE	27
9. SUMMARY	33

1. Úvod

Vývoj a výskum v oblasti nových reaktorových systémov je v súčasnosti zameraný na zvýšenie efektívnosti výroby energie a na zvýšenie bezpečnosti jadrových zariadení počas prevádzkovej, či havarijnej záťaže. Nová – štvrtá generácia jadrových reaktorov (GEN IV) vyžaduje nové alebo vylepšene konštrukčné materiály, ktoré by spĺňali zvýšené bezpečnostné a prevádzkové limity. Komponenty reaktorov GEN IV budú v porovnaní so súčasne prevádzkovanými reaktormi namáhané počas dlhšej životnosti (60 rokov a viac) vyššími teplotami (500 až 1000°C) a väčšiou radiačnou záťažou.

Práca sa zaoberá výskumom nových konštrukčných materiálov pre reaktory GEN IV a fúzny reaktor z hľadiska mikroštruktúry a jej zmeny po radiačnom poškodení simulovanom iónmi hélia (He^{2+}). Cieľom práce bolo pokúsiť sa vytvoriť komplexnú mikroštruktúrnú analýzu najperspektívnejších ocelí s optimalizovaným chemickým zložením. Výsledky tejto analýzy môžu byť čiastočne nápomocné pri výbere vhodného materiálu pre určitý komponent reaktora GEN IV, ako aj môžu pomôcť v prevencii proti štruktúrnym chybám spôsobeným vplyvom vnútorného napätia a radiačného poškodenia.

V práci bola skúmaná mikroštruktúra a reziduálne napätie nových komerčných ocelí (vrátane oxidmi disperzne spevnených ocelí) s využitím niekoľkých experimentálnych techník s dôrazom na pozitronovú anihilačnú spektroskopiu a metódu Barkhausenovho šumu. Týmito nedeštruktívnymi technikami sme v štruktúre pozorovali prítomnosť vakančných defektov a reorganizáciu magnetických domén popisujúcu reziduálne napätie. Uvedené techniky boli doplnené o deštruktívne testy Vickersovej tvrdosti.

Analýza radiačnej odolnosti vybraných materiálov bola zameraná najmä na:

- i) Štúdium výskytu defektov vakančného typu a nárast ich koncentrácie vplyvom iónovej implantácie pomocou pozitronových techník.
- ii) Pozorovanie rastu reziduálneho napätia spôsobeného nárastom defektov po implantácii s využitím metódy Barkhausenovho šumu.

Výsledky tejto analýzy môžu doplniť databázu vlastností nových komplexných zliatin a dať sofistikovanejšiu odpoveď na otázku, ktorá komerčná oceľ je najvhodnejšia pre reaktory štvrtej generácie (GEN IV), prípadne pre projektované fúzne zariadenia (DEMO, PROTO) z hľadiska odolnosti voči radiačnému poškodeniu.

2. SÚČASNÝ STAV PROBLEMATIKY

2.1 Požiadavky na materiály reaktorov 4. generácie

Myšlienka štvrtej generácie (GEN IV) jadrových reaktorov sa začala vyvíjať už koncom 90-tych rokov. Prvá komerčná prevádzka týchto reaktorov sa však očakáva najskôr v roku 2030, pretože ich výstavbu limituje výskum konštrukčných materiálov. Projekt GEN IV zahrňuje 6 perspektívnych konceptov jadrových reaktorov: tri rýchle reaktory (GFR – chladený plynom, LFR – chladený tekutým kovom, SFR – chladený sodíkom), vysokoteplotný reaktor, reaktor chladený tekutými soľami a nadkritický reaktor chladený vodou. Tieto jadrové systémy sú určené nielen na výrobu elektrickej energie s vyššou účinnosťou, ale generovaná tepelná energia sa môže aplikovať aj pri výrobe vodíka.

Nové typy reaktorov budú prevádzkované pri vyšších teplotách (~ 550 – 1 000°C) a vyššej výkonovej hustote počas dlhšieho obdobia (60 rokov +) ako súčasne prevádzkované jadrové elektrárne. Tento fakt vedie k vyššiemu tepelnému a radiačnému namáhaniu, ktorému konštrukčné materiály musia odolávať bez významného zhoršenia mechanických vlastností a prejavov porušenia integrity komponentov praskaním alebo lomom.

Rýchle reaktory (SFR, GFR, LFR) a fúzny reaktor budú zaťažené vysokým tokom rýchlych neutrónov, čo bude významne vplývať na mechanické vlastnosti, t.j. radiačné zväčšenie objemu, krehnutie a radiačný creep (tečenie). Hlavnou príčinou týchto procesov je tvorba otvorených objemových defektov pri spomaľovaní neutrónov v mriežke. Rovnako aj akumulácia atómov vodíka a hélia v štruktúre podporuje degradáciu materiálov.

Ostatné reaktory (MSR, SCWR, a HTR) sú termálne, a tak vplyv rýchlych neutrónov je menší v porovnaní s transmutáciou jadier spôsobenou tepelnými neutrónmi. Preto je dôležité podrobne zanalyzovať chemické zloženie konštrukčných materiálov a odstrániť prvky, ktoré sa jednak môžu pri jadrovej reakcii premeniť na prvky podporujúce krehkosť materiálu alebo majú dlhú dobu polpremeny. Prvými takýmito oceľami boli ferito-martenzitické ocele, tzv. redukované aktivovateľné ocele (RAFMs).

Najväčšia výzva pre konštrukčné materiály MSF, LFR a SFR reaktorov je ich korózna odolnosť, keďže ich chladiivo (roztavené soli, tekutý kov a sodík) vytvára vysoko korózne prostredie. V tomto smere majú výhodu reaktory HTR a GFR chladené inertným héliom. V reálnych podmienkach sa však v ňom nachádzajú nečistoty, čo môže viesť ku vzniku korózie. HTR reaktor je vytypovaný pre spojenie s výrobňou vodíka. Vo svete už existujú prvé projekty, napr. HTTR (Japonsko) a HTR-10 (Čína). Pre HTR budú teploty chladiiva musieť dosahovať až do 1 000°C, pretože vyššia výstupná teplota chladiiva zvyšuje efektívnosť procesu pri výrobe elektriny aj vodíka. Zároveň sa však kvôli prevádzkovej teplote znižuje množstvo vhodných konštrukčných materiálov [1]:

- | | |
|--|-------------|
| i) Feritické ocele | do 450°C, |
| ii) Feriticko-martenzitické ocele | do 650°C, |
| iii) Niklové zliatiny | do 1 050°C, |
| iv) Oxidmi disperzne spevnené zliatiny | do 1 110°C, |
| v) Keramické materiály | do 1 600°C, |
| vi) Volfrámové zliatiny | do 3 000°C. |

Konštrukčné materiály použité v reaktoroch GEN IV musia mať adekvátne mechanické, chemické a jadrovo-fyzikálne vlastnosti, ktoré sú zároveň vylepšené oproti súčasne používaným materiálom. Medzi tieto vlastnosti patria:

- i) Vysoká tepelná vodivosť.
- ii) Dostatočné zachovanie mechanických vlastností a odolnosť pri vysokých teplotách.
- iii) Nízky koeficient teplotnej dĺžkovej a objemovej expanzie.
- iv) Vysoká pevnosť a húževnatosť pri normálnej záťaži aj počas preťaženia.
- v) Vysoká odolnosť voči korózii.
- vi) Vysoká radiačná odolnosť.

V ďalšej kapitole budú rozoberané a porovnávané viaceré pokročilé materiály s cieľom analyzovať ich vhodnosť pre použitie v reaktoroch GEN IV.

2.2. Skúmané ocele

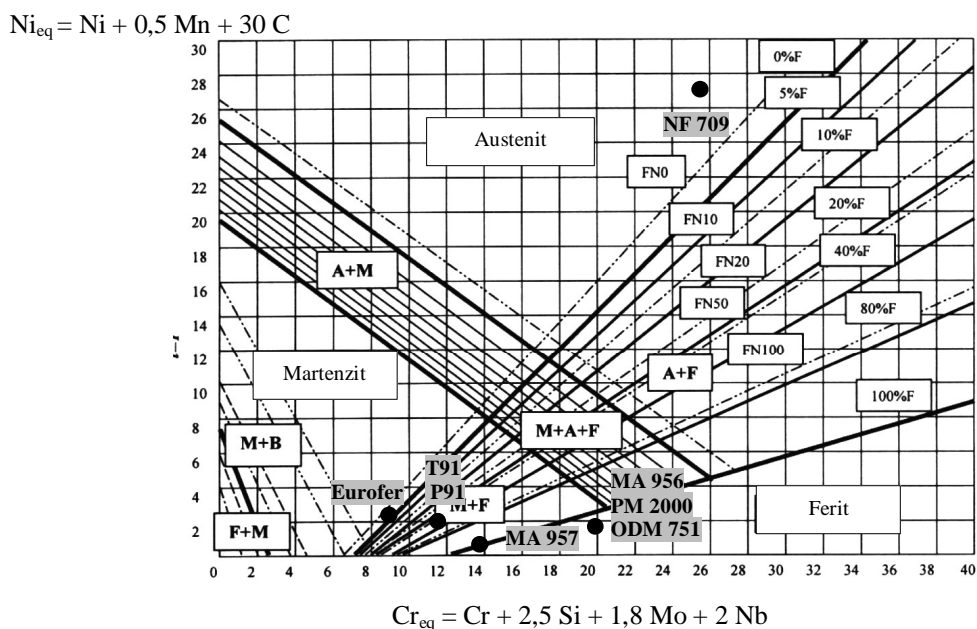
V rámci svojho doktorandského štúdia som skúmala vybrané komerčné ocele z hľadiska ich vlastností a vhodnosti ako konštrukčný materiál pre reaktory GEN IV. Chemické zloženie ocelí (Tab. 1) bolo optimalizované na základe spomenutých požiadaviek. Obsah niektorých prvkov (Nb, Mo, Ni), ktoré majú dlhšie žijúce rádionuklidy, bol zmenšený alebo úplne vylúčený. Obsah uhlíka bol zredukovaný na približne 0.1 hmot. %; a tak sa v štruktúre ocelí môže nachádzať len malé množstvo karbidov. Ocele pre GEN IV sú často vysoko legované chrómom. Predošlý výskum binárnych modelových Fe-Cr zliatin (Cr od 2 do 12 hmot. %) [1] ukázal, že najvhodnejší obsah chrómu je okolo 9-12 hmot. %, ktorý okrem dobrých mechanických vlastností garantuje aj dostatočnú koróznú odolnosť.

Tab. 1 Chemické zloženie skúmaných materiálov.

Ocele	ODS*					FS*			AS*
	MA 956	PM 2000	ODM 751	MA 957	Eurofer ODS	E97	T91	P91	NF 709
C	0.072	0.074	0.07	0.03	0.1	0.1	0.092	0.1	0.06
Mn	0.12	0.07	0.07	0.09	0.44	0.44	0.48	0.5	1
Si	0.04	0.03	0.06	0.04	0.05	0.05	0.15	0.45	-
Ni	0.07	0.03	0.02	0.13	-	-	0.09	0.05	25
Cr	19.5	19.1	16.2	13.7	8.8	8.8	8.32	9.12	20.3
Mo	0.1	0.13	1.74	0.03	0.003	0.003	0.86	0.96	1.5
Ti	0.33	0.49	0.66	1.00	-	-	-	-	0.05
Co	0.04	0.02	0.01	<0.01	-	-	-	-	-
Cu	0.03	0.01	0.02	-	-	-	-	-	-
Al	3.4	4.23	3.8	0.03	-	-	-	0.004	-
W	<0.01	<0.01	<0.01	-	1.1	1.1	0.01	-	-
Y₂O₃	0.5	0.5	0.5	0.3	-	-	-	-	-
Nb	0.01	0.01	0.01	-	0.002	0.002	0.06	0.06	0.26
V	0.02	0.01	0.02	-	0.2	0.2	0.2	0.21	-
Ta	-	-	-	-	0.14	0.14	-	-	-
N	0.04	-	0.03	-	0.01	0.01	0.055	0.04	-

* ODS – oxidmi disperzne spevnené, FS – feritické, AS – austenitické.

Zo Schaefflerovho diagram (Obr. 1) vidieť, že na základe chemického zloženia len jedna oceľ obsahuje inú štruktúru železa ako ferit. NF 709 je austenitická oceľ. Ostatné - feritické ocele sa však delia ešte do dvoch špeciálnych skupín na: oxidmi disperzne spevnené (ODS) ocele a ferito-martenzitické s temperovaným martenzitom (FM).



Obr.1 Schaefflerov diagram [2] a body znázorňujúce skúmané ocele.

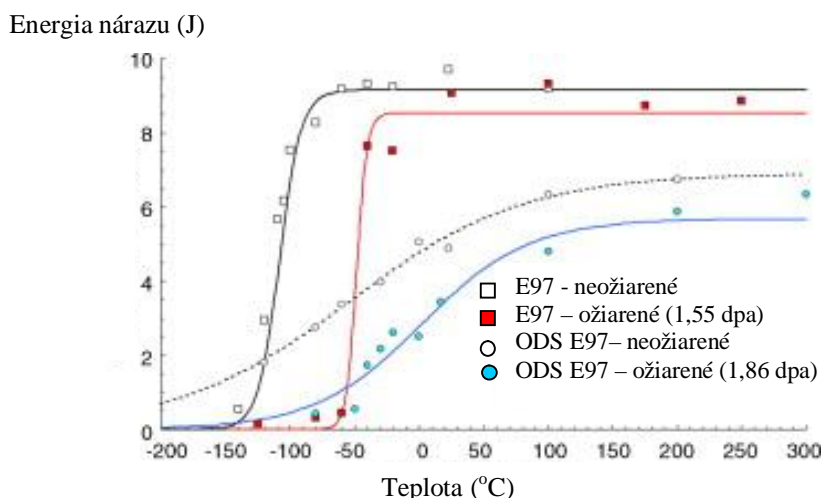
ODS ocele obsahujú nano-častice tvorené oxidmi yttria, titánu, hliníka alebo kremíka, ktoré garantujú lepšie mechanické, tepelné a korózne vlastnosti [3]. Tieto nano-častice sú v štruktúre usporiadané pomerne homogénne vďaka intenzívnemu mechanickému legovaniu ocelí, aj napriek čiastočnej segregácii vznikajúcej pri nasledujúcom tepelnom spracovaní. Väčšina našich skúmaných ODS materiálov bolo vytvorených z feritických ocelí pomocou horúceho extrudovania (HEx) pri teplote približne 1150°C a tlaku 103 MPa. Len ODS Eurofer je vytvorený z FM ocele E97 procesom horúceho izostatického stlačenia pri podobnom tlaku a teplote ako pre HEx.

Ocele MA 956 a PM 2000 (20Cr) majú takmer totožné chemické zloženie, čo by pri rovnakom procese výroby malo zabezpečiť rovnaké vlastnosti. Oceľ MA 957 (14Cr) je vlastnosťami podobná oceli MA 956, ale má vyššiu medzu ťahu a je odolnejšia voči lomu pri tečení (creepe) [4]. Oceľ MA 957 mala teplotu rekryštalizácie nižšiu o 100°C ako MA 956, čo tiež ovplyvnilo vznik rozdielu ich vlastností [5]. Medza ťažnosti ocele PM 2000 sa nachádza medzi MA 956 a MA 957 [6]. PM 2000 nie je pravdepodobne úplne rekryštalizovaná podobne ako MA 957.

Oceľ ODM 751 (16Cr) je typická tzv. cibul'ovou štruktúrou [7, 8]. Jej výroba podlieha patentu, preto o nej doteraz neexistuje veľa publikácií zaoberajúcich sa jej vlastnosťami alebo poradiačným správaním.

ODS Eurofer je vytvorený z Euroferu (E97) pridaním yttriových oxidov – Y_2O_3 . ODS Eurofer má väčšiu húževnatosť oproti E97 a jeho hranica pružnosti je väčšia o 50% [9]. Ďalšou výhodou ODS ocelí, čo preukázal ODS Eurofer verzus E97, je jeho vyššia medza v ťahu až o 35% (do 700°C) [10]. Klasický Eurofer však odoláva lepšie nárazu a jeho teplota prechodu medzi krehkým

a húževnatým lomom (DBTT) je nižšia, ako ukázal Charpyho test (Obr. 2) [10]. E97 si zachováva tieto vlastnosti lepšie aj po ožiarení.



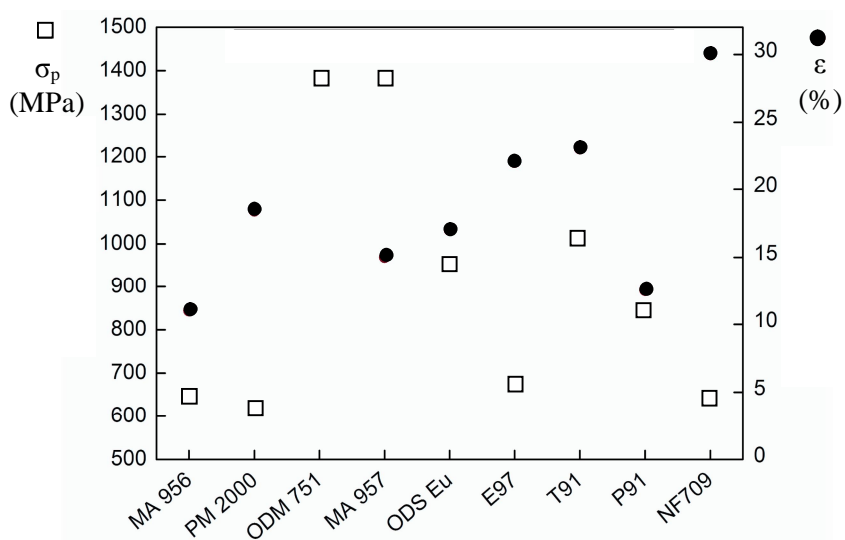
Obr. 2 Výsledky Charpyho testu pre ODS Eurofer a E97 pred a po ožiarení [11].

Eurofer má oproti ostatným FM oceliam – T91 a P91 lepšiu odolnosť voči radiačnému zväčšovaniu objemu, lepšie termo-mechanické a termo-fyzikálne vlastnosti. Do teploty 550°C sú jeho vlastnosti dokonca lepšie aj ako pre austenitické ocele (NF 709) [10].

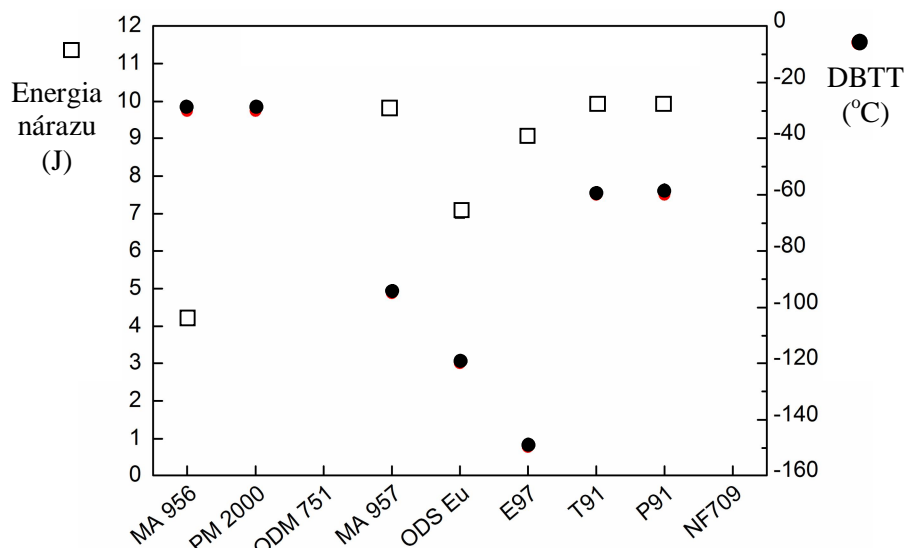
Oceľ T91 dokáže odolávať veľkej mechanickej a tepelnej záťaži [12]. Radiačné krehnutie tejto ocele a posun DBTT teploty nie je významný, preto je to vhodný materiál pre použitie v rádioaktívnom prostredí [13]. Oceľ P91 je modifikácia T91 vytvorená pre potrubia. P91 výborne odoláva dlhodobému tepelnému napätiu [12].

Austenitická oceľ NF 709 (Fe-20Cr-25Ni) má oproti inými austenitickými ocelami zlepšenú tepelnú odolnosť a odolnosť voči tečeniu (creepu) [14]. V štruktúre ocele NF 709 sa nachádza veľká koncentrácia nitridov (Nb, CrNb, Ti) alebo karbidov (Nb, Ti) [15].

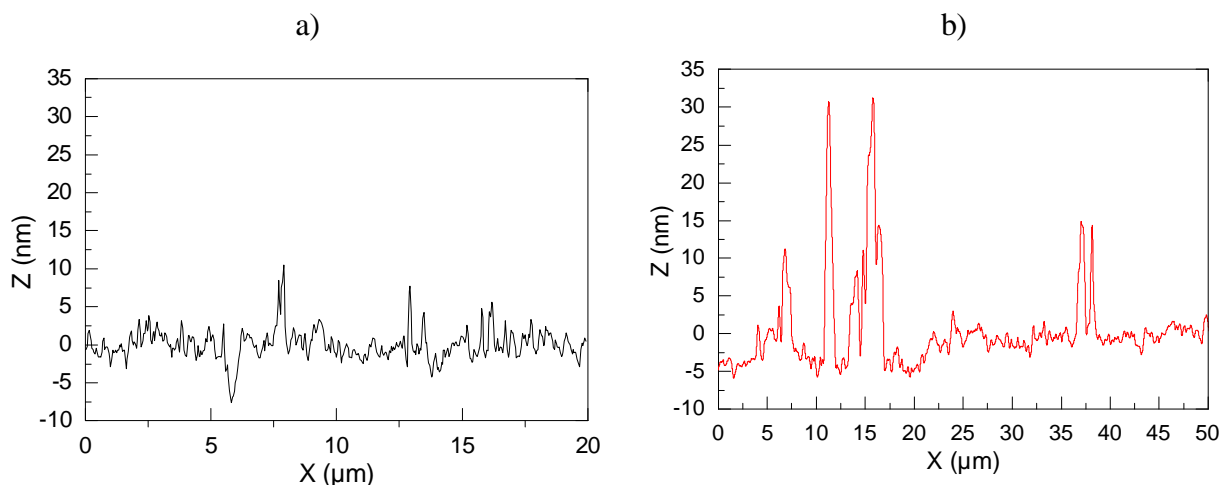
Na Obr. 3 a Obr. 4 je porovnanie skúmaných ocelí vzhľadom na ich mechanické vlastnosti získané z dostupnej literatúry [5 – 8, 16 – 19].



Obr. 3 Medza pevnosti (σ_p) a relatívne predĺženie (ϵ) pre skúmané ocele.



Obr. 4 Energia nárazu (húževnatosť) a DBTT teplota.



Obr. 5 Výsledky z AFM – drsnosť(z) neimplantovanej (a) implantovanej vzorky (b).

Naše vzorky ocelí majú malé rozmery (10 mm x 10 mm x 0.9 mm), ktorú sú ale dostatočné pre všetky vyšetrovacie metódy. Po rozrezaní boli vzorky brúsené a leštené za účelom odstrániť nečistoty a rezaním poškodenú zónu. Pomocou mikroskopu atómových síl (AFM [20]) sme zmerali drsnosť vzorky (Obr. 5) pre neimplantovanú (a) aj implantovanú vzorku (b). Implantovaná vzorka vykázala vyššiu drsnosť spôsobenú simulovaným radiačným poškodením.

2.3 Radiačné poškodenie materiálov

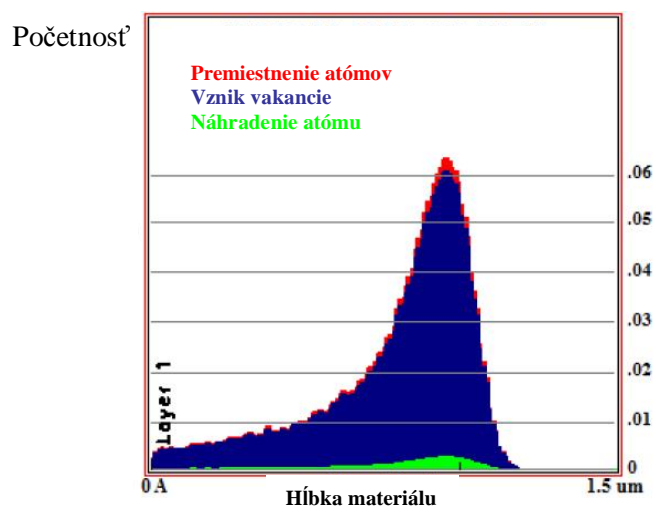
Vplyvom radiačného poškodenia sa menia mechanické vlastnosti materiálov, čo je iniciované veľkou zmenou mikroštruktúry, akumuláciou defektov (hlavne vakančného typu) a difúziou atómov vodíka alebo hélia v štruktúre. Hlavným cieľom tejto práce bolo pozorovať radiačnú odolnosť skúmaných vzoriek pomocou 2 fyzikálnych javov:

- i) zvýšenie výskytu vakančných defektov,
- ii) zväčšenie reziduálneho napätia v mikroštruktúre,

ktoré sú výsledkom kolízií častíc z prostredia (neutróny, alfa častice, atď.) a atómov mriežky.

Radiačné poškodenie sme získali pomocou implantácie iónov hélia (He^{2+}), ktoré má výraznejší Braggov peak ako implantácia iónmi vodíka (hmotnostne lepšie odpovedajúce neutrónom). Pomocou iónov hélia možno sledovať aj akumuláciu hélia v štruktúre a ním spôsobené krehnutie materiálu.

Implantácia bola vykonaná pomocou lineárneho urýchľovača patriaceho ÚJFI STU s energiou iónov do 500 keV a fluenciou 10^{18} iónov.cm⁻². Hĺbka implantácie dosiahla 1,2 μm a radiačné poškodenie pre danú hĺbku bolo približne 45 dpa. Implantácia bola nasimulovaná v programe SRIM [21] (Obr. 6).



Obr. 6 Hĺbkový profil implantácie vzorky vypočítaný v programe SRIM.

Radiačné poškodenie feritických ocelí (BCC štruktúry) by sa malo prejaviť formovaním malých bodových defektov, zatiaľ čo FCC štruktúra – austenitické ocele sú citlivejšie na akumuláciu veľkých vakančných klastrov a dislokačných kanálov s výsledkom výraznejšieho radiačného zväčšenia objemu. Pre austenitické ocele je typický nárast objemu 1% na 1 dpa; feritické ocele majú len 0,2 % / dpa [22].

3. CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE

Hlavným cieľom mojej práce je skúmanie fyzikálnych procesov ako nárast koncentrácie vakančných defektov a obmedzenie pohybu magnetických domén v štruktúre ocelí vplyvom implantácie iónov hélia. Tieto procesy čiastočne definujú radiačné poškodenie materiálov navonok viditeľné ako krehnutie a objemový rast materiálu. Pozorovateľná zmena mechanických vlastností si však vyžaduje obrovské poškodenie mikroštruktúry, ktoré počas nášho štúdia pravdepodobne nebude až tak výrazné (len v hĺbke $\sim \mu\text{m}$). Z pohľadu bezpečnosti a dostatočného predvídania porušenia integrity konštrukčných materiálov jadrových reaktorov, je dôležité sledovať aj malé zmeny v mikroštruktúre a tak optimalizovať životnosť materiálov.

V práci sú na sledovanie zmien mikroštruktúry použité nasledovné techniky:

- i) Pozitrónová anihilačná spektroskopia metóda doby života pozitronu (PALS),
- ii) Pozitrónová spektroskopia Dopplerovho rozšírenia (DBS),
- iii) Magnetické meranie Barkhausenovho šumu (MBN),
- iv) Vickersova tvrdosť (HV).

Na základe poznatkov z dostupnej literatúry boli vytvorené nasledovné predpoklady, ktoré sú v práci ďalej experimentálne overované a kvantifikované:

- i) *Koncentrácia vakančných defektov rastie po implantácii vzhľadom na vyrážanie atómov pri zrážkach s iónmi hélia.*
- ii) *ODS ocele sú citlivejšie na akumuláciu defektov oproti klasickým oceliam.*
- iii) *Vo feritických ODS oceliach a ferito-martenzitických oceliach s temperovaným martenzitom sa predpokladá vznik malých bodových defektov, zatiaľ čo v austenitickej oceli predpokladáme akumuláciu veľkých objemových defektov (vakančných klastrov) spôsobujúcich typické radiačné zväčšenie objemu.*
- iv) *Reziduálne napätie po implantácii viditeľne narastie, čo je dôsledkom akumulácie defektov v štruktúre.*
- v) *V ODS oceliach sa predpokladá výskyt vyššieho reziduálneho napätia vplyvom mechanického legovania a sintrovania.*
- vi) *Existuje závislosť mechanických vlastností od mikroštruktúry, ktorá sa prejaví tým, že ocele ODM 751, MA 957 a T91 s najväčšou pevnosťou v ťahu budú obsahovať najviac defektov (hlavne dislokácii).*

4. EXPERIMENTÁLNE MERANIA

6.1 Pozitrónová anihilačná spektroskopia metóda doby života pozitrónov (PALS)

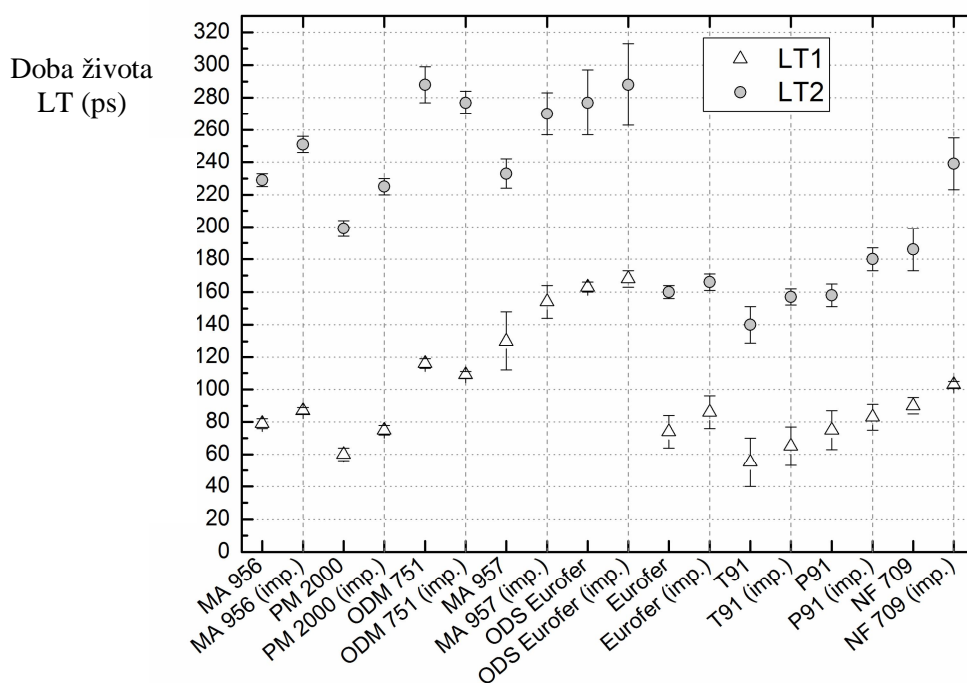
PALS je nedeštruktívna experimentálna technika, pomocou ktorej možno určiť v štruktúre veľkosť a koncentráciu defektov vakančného typu. Táto metóda využíva difúznú teóriu a poznatok, že doba života pozitrónov s veľkosťou vakančných defektov rastie.

Na meranie sme použili aparatúru zapojenú v móde “fast-fast“ [23] s FWHM parametrom 240 ps. Spektrá boli spracované podľa Štandardného modelu pre záchyt pozitrónov [24] v programe Lifetime9 [25], kde Fit variant (redukcia chi-kvadrátu) bola v rozsahu (1; 1,1).

Namerané PALS spektrum bolo rozdelené do 3 dôb života (LT). Najkratšia LT charakterizujúca anihiláciu pozitrónov v bezdefektnej časti štruktúry má hodnoty okolo 100 ps. Keď je jej hodnota väčšia (medzi 120 a 140 ps), znamená to, že pozitróny anihilovali nielen v bezdefektnej štruktúre, ale aj v mono-vakanciách alebo v dislokáciách, čo je typické aj pre ocele ODM 751, MA 957 a ODS Eurofer (Obr. 7).

Druhá doba života pozitrónov (LT2) charakterizuje anihiláciu v defektoch. Pre skúmané vzorky bola jej hodnota medzi 140 a 320 ps. V ODS materiáloch je LT2 ovplyvnená aj anihiláciou v nanočasticách Y_2O_3 (240 ps), čo približne činí 10% z LT2 [26].

Posledná doba života ($LT_3 > 500$ ps) vyjadruje anihiláciu pozitrónov vo vzduchu medzi vzorkou a zdrojom pozitrónov, ktorá nebola úplne odstránená pri korekcii zdroja. Táto LT je zanedbateľná, tvorí 1 až 2% z celkovej anihilácie, preto ju nebudeme uvažovať pri ďalšom vyhodnocovaní výsledkov.



Obr. 7 Doby života pozitrónov (LT) pre neimplantované a implantované (imp.) vzorky: LT1 - pre bezdefektnú štruktúru ovplyvnenú malými defektami a LT2 - pre vakančné defekty.

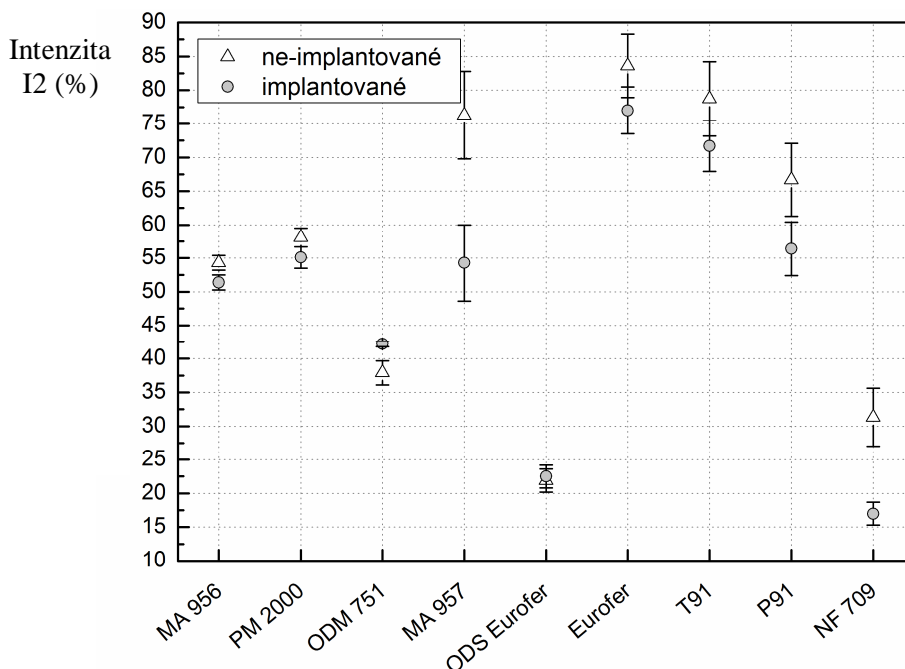
LT2 skúmaných ocelí možno rozdeliť do dvoch skupín. Pre všetky ODS ocele a austenitickú oceľ boli hodnoty LT2 veľké, čo naznačuje výskyt veľkých vakančných klastrov.

Pre FM ocele je LT2 v oblasti mono-vakancií a dislokácií. V neimplantovanej vzorke T91 boli nájdené prevažne skrutkové dislokácie (142 ps), všetky ostatné FM ocele obsahovali skôr hranové dislokácie (165 ps) [27].

Po implantácii bol evidentný nárast LT2, ktorý naznačil výskyt väčších defektov ako pred implantáciou. Najväčšie defekty boli nájdené v oceli ODS Eurofer, ktorá obsahuje majoritne vakančné klastre s 5 vakanciami (V5) pred implantáciou a so 6 vakanciami po implantácii (V6). Podobná veľkosť defektov bola nájdená pre ODM 751, v ktorom však zostali päť-vakancie (V5) aj po implantácii. MA 957 vykázal najväčší radiačný rast defektov z tri-vakancií (V3) na vakančné klastre so 4 alebo 5 vakanciami (V4 - V5). Nemožno však zabudnúť, že tieto tri ocele majú aj veľký výskyt dislokácií (viď LT1).

Menší nárast LT2 bol evidovaný pre MA 956 a PM 2000. MA 956 obsahuje tri-vakancie (V3) pred implantáciou a tri alebo štyri-vakancie po implantácii (V3 - V4). Poradiačné správanie ocele PM 2000 je podobné, i keď v neimplantovanej vzorke sme našli di-vakancie a po implantácii boli nájdené tri-vakancie. V oceli NF 709 vzrástli mono alebo di-vakancie (V1 - V2) na tri-vakancie (V3).

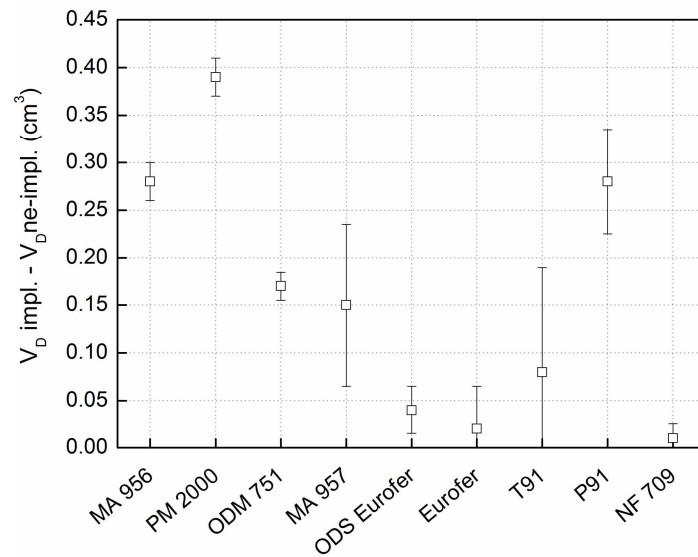
FM ocele mali rovnakú veľkosť defektov aj po implantovaní – mono-vakancie (V1) a dislokácie. Len P91 po implantácii mal hodnotu LT2 nad 180 ps, čo znamená aj určitý výskyt di-vakancií.



Obr. 8 Intenzita pozitronovej anihilácie v defektoch.

Intenzita pozitronovej anihilácie je pre druhú dobu života charakterizujúcu defekty (I2) zobrazená na Obr. 8. Hodnoty I2 (%) vyvrátili náš predpoklad o zväčšovaní koncentrácie defektov počas implantácie. Táto intenzita poklesla v každej oceli okrem ODS Euroferu (bola konštantná) a ODM 751 (nastal mierny nárast). Na základe výsledku pre I2 a LT2 však možno poznamenať, že koncentrácia defektov síce poklesla, ale veľkosť defektov narástla, čo zodpovedá akumulácii nových väčších objemových defektov počas implantácie alebo vzájomné spájanie menších defektov do defektov s väčšími rozmermi.

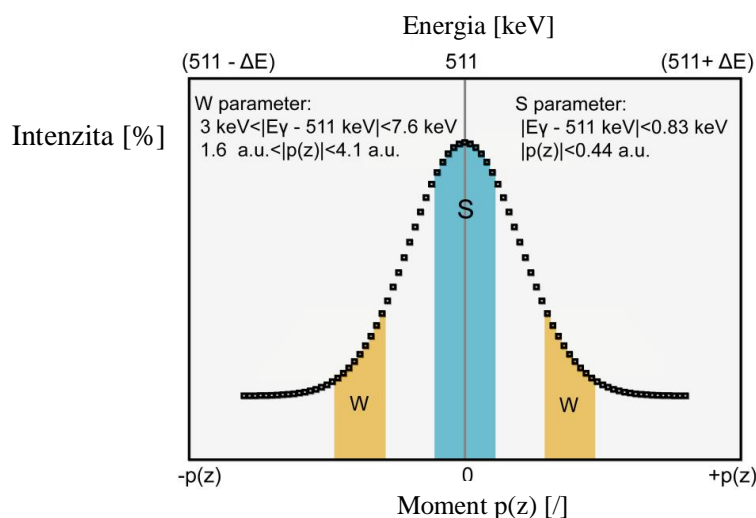
Z koncentrácie defektov a veľkosti defektov bol vypočítaný celkový objem týchto defektov za predpokladu, že majú sférický tvar. Porovnanie celkového objemu defektov pred a po implantáciou je znázornené na Obr. 9. Výsledky pre celkový objem defektov preukázali, že defekty sa v priebehu implantácie do štruktúry akumulujú, hoci ich koncentrácia sa v niektorých materiáloch zmenšila.



Obr. 9 Rozdiel celkového objemu defektov pred a po implantácii.

6.2 Pozitronová spektroskopia Dopplerovho rozšírenia(DBS)

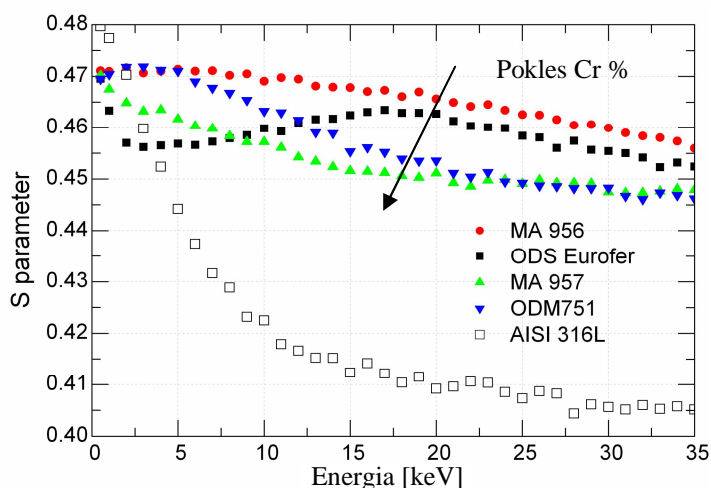
DBS technika je založená na zákone zachovania momentu v procese anihilácie. Pri anihilácii vzniknú 2 energetické kvantá s energiou $511 \text{ keV} \pm \Delta E$, kde ΔE je Dopplerov posun, ktorý závisí od momentu elektrónu s ktorým pozitron anihiloval [28]. Potom namerané anihilačné spektrum pozitronov sa mení v závislosti od miesta anihilácie v štruktúre. Zo spektra možno získať 2 parametre (Obr. 10): S parameter, ktorý definuje anihiláciu s vonkajším elektrónom a W parameter charakterizujúci anihiláciu s vnútorným elektrónom elektrónového obalu. V objemových defektoch kovov sa nachádzajú najmä voľné elektróny a tak s rastúcim množstvom defektov rastie parameter S a parameter W klesá [29].



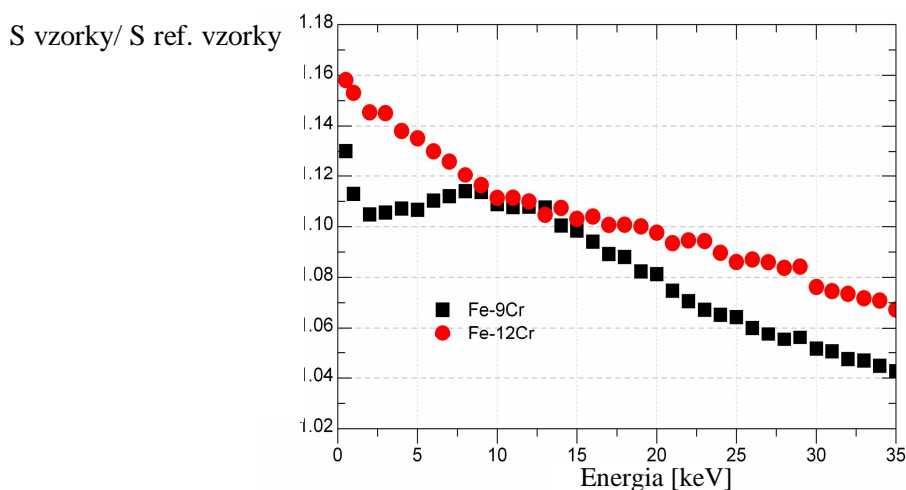
Obr.10 Anihilačné spektrum s parametrom S a W.

Anihilačné spektrum bolo detekované jedným HPGe detektorom s Gaussovou rozlišovacou funkciou 1,24 keV. Energie pre nastavenie S a W parametra sú zobrazené v Obr. 10. Zdrojom pozitronov bol monoenergetický zväzok pomalých pozitronov (Aalto Univerzita, Fínsko). Energiu pozitronov je možné nastaviť v rozsahu od 0,5 keV do 36 keV, čo dovoľuje získať hĺbkový profil defektov až do 1,6 μm . Táto technika je najvhodnejšia vzhľadom na pozorovanie implantovaných vzoriek, kde radiačne poškodená zóna dosahuje 1,2 μm . Pre porovnanie, v PALS anihiluje v poškodenej oblasti približne 20% pozitronov.

Výsledky sú zobrazené v závislosti S parametra od energie pozitronov, úmernej hĺbke materiálu (Obr. 11). Zaujímavé výsledky ukázali ODS ocele v neimplantovanom stave, kde prítomnosť defektov - teda S parameter rástol so zväčšovaním obsahu chrómu v celej vyšetrovanej hĺbke. Tento objav bol potvrdený meraním binárnych modelových zliatin Fe-Cr (9 a 12 hmot. % chrómu) (viď. Obr. 12).



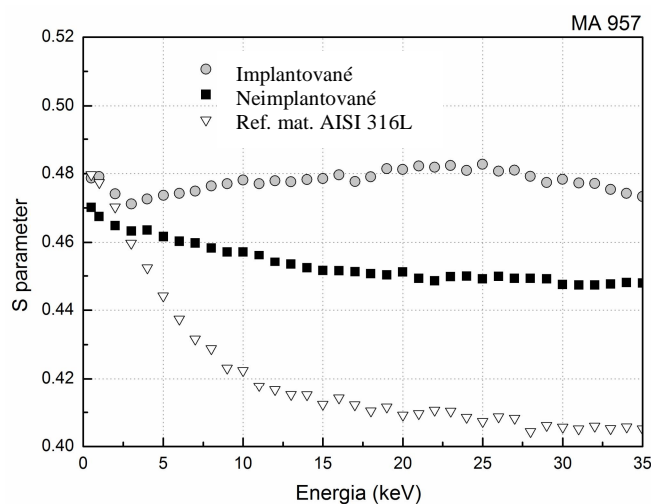
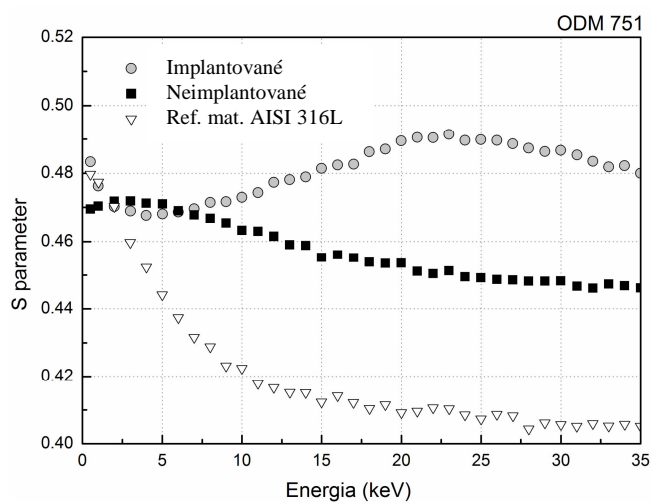
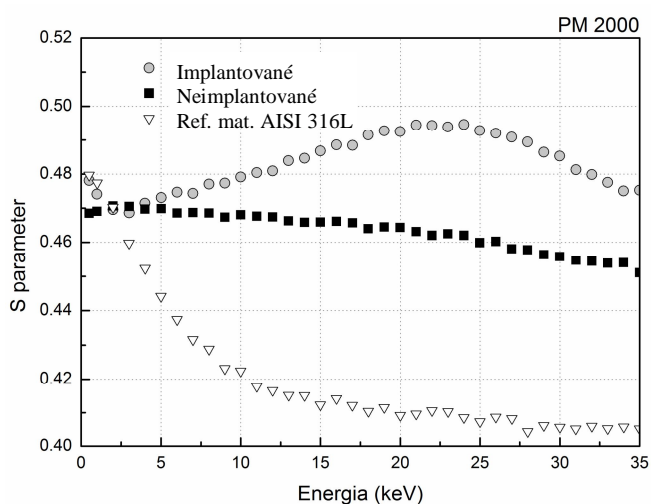
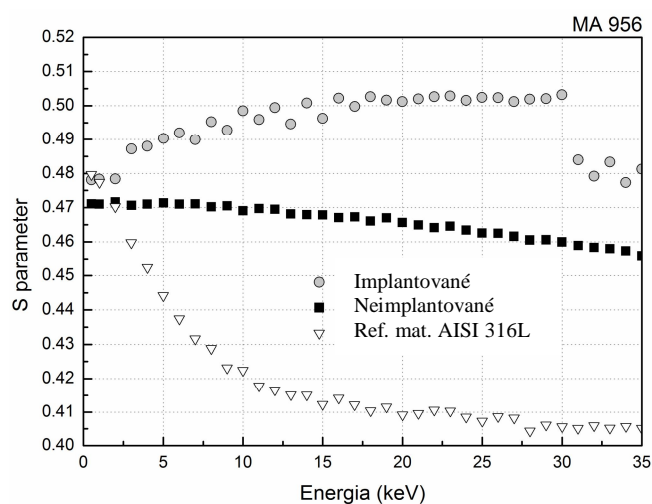
Obr.11 DBS výsledky pre ODS oceľ a referenčnú oceľ AISI 316L.

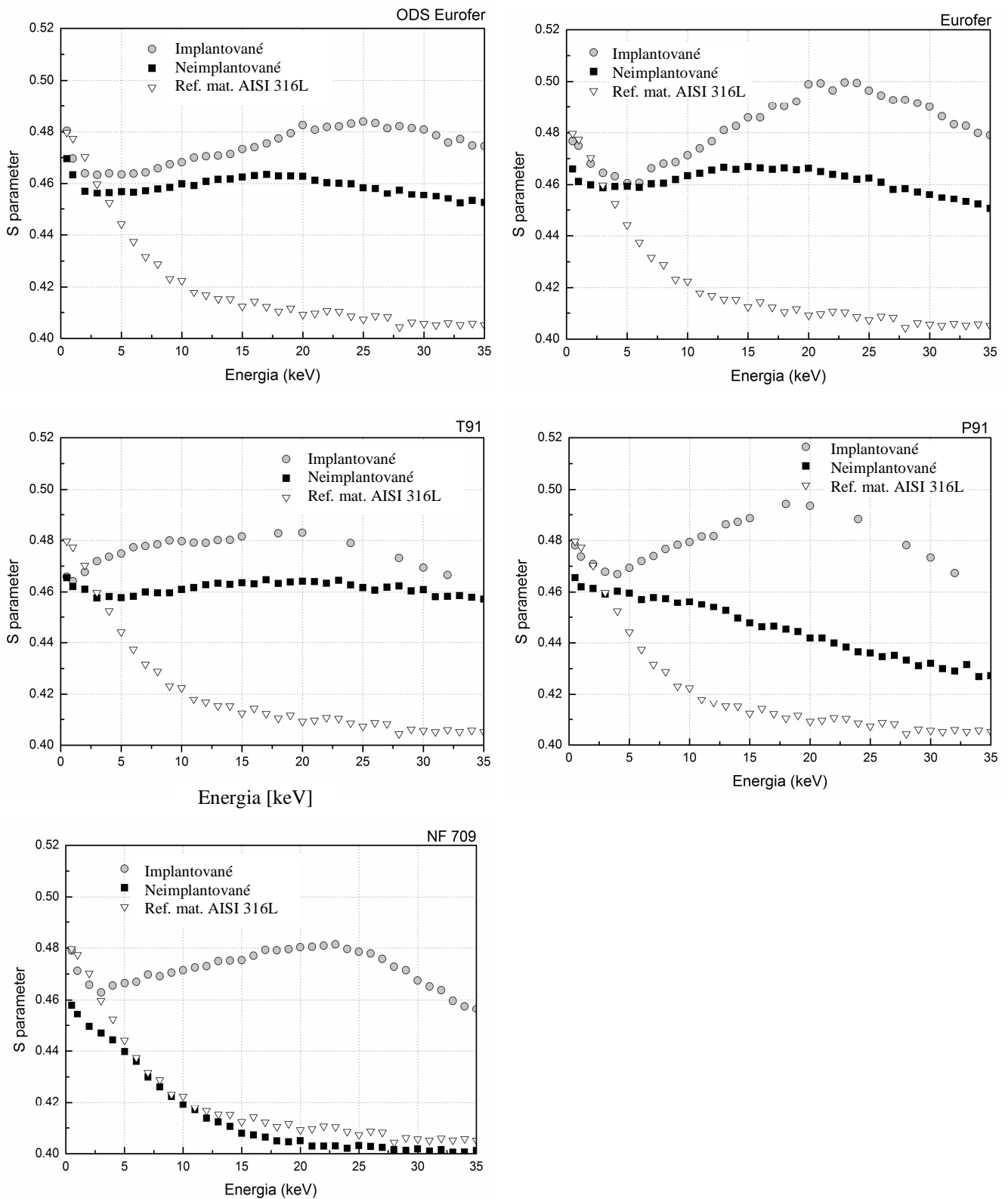


Obr.12 DBS meranie pre binárne modelové zliatiny Fe-9Cr a Fe-12Cr.

DBS merania boli doplnené o meranie referenčného materiálu AISI 316L (17Cr12Ni2Mo, austenitická oceľ), ktorý bol žíhaný počas 4 hodín pri 800°C za účelom minimalizovania defektov v štruktúre, preto tento materiál budeme považovať za takmer bezdefektný.

DBS meranie preukázalo, že aj austenitická oceľ NF 709 je takmer bezdefektná, pretože jej hĺbkový profil bol podobný ako pre referenčný materiál (Obr. 13), zatiaľ čo ostatné materiály obsahujú v týchto povrchových a podpovrchových vrstvách pomerne veľa defektov aj pred implantáciou. Tieto defekty boli pravdepodobne sformované pri mechanickom spracovaní vzoriek počas brúsenia a leštenia, čo ovplyvňuje drsnosť povrchu (viď. Obr. 5 – AFM) ale aj prítomnosť defektov.





Obr. 13 Porovnanie implantovaných a neimplantovaných vzoriek s referenčnou oceľou.

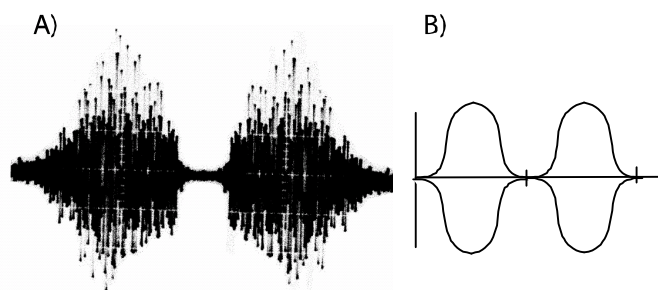
V Obr. 13 sú porovnané vzorky pred a pohélievej iónovej implantácii. Z parametrov S vidieť, že implantácia spôsobila v štruktúre akumuláciu defektov. S parameter implantovaných vzoriek dokonca zodpovedá implantačnej charakteristike vypočítanej pomocou programu SRIM, i keď Braggov peak (pre SRIM ~ 900 – 950 nm) je v skutočnosti v menšej hĺbke ~ 750 – 850 nm.

Materiál MA 956 má skokovú zmenu S parametra, čo je spôsobené veľkou degradáciou implantovanej vrstvy a jej odlupovaním od zvyšku materiálu (tzv. blistering efekt).

Najväčšia zmena S parametra bola nájdená pre NF 709, P91, ODM 751 a E97. Z porovnanie vidno, že najväčšiu odolnosť voči radiačnej akumulácii defektov majú ocele ODS Eurofer a T91.

6.3 Magnetické meranie Barkhausenovho šumu (MBN)

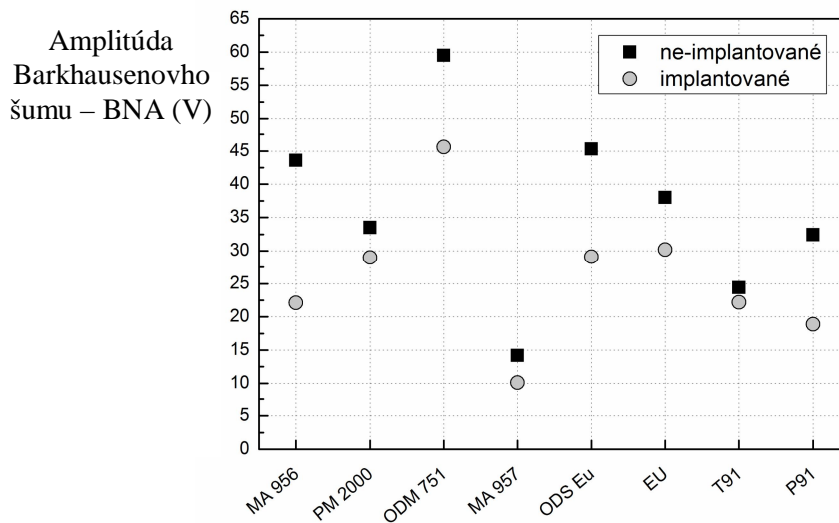
MBN je magnetická experimentálna technika citlivá na reziduálne napätie, chemické zloženie, tepelné spracovanie, prítomnosť defektov v štruktúre ako i aplikovanú záťaž materiálu. MBN pozoruje pohyb a natáčanie magnetických domén vo feromagnetických materiáloch vložených do externého magnetického poľa. Barkhausenov šum je možné pozorovať na hysteréznej slučke, ktorá nie je hladká, ale skladá sa z malých skokov vytvorených rotáciou domén alebo z posunutia Blochových stien v smere vonkajšieho poľa [30]. Defekty každého typu spôsobujú ukotvenie stien a tak je pohyb domén obmedzený, čo spôsobí zníženie výsledného signálu Barkhausenovho šumu (Obr.14).



Obr. 14 Barkhausenov signál (a), obálka Barkhausenovho signálu (b).

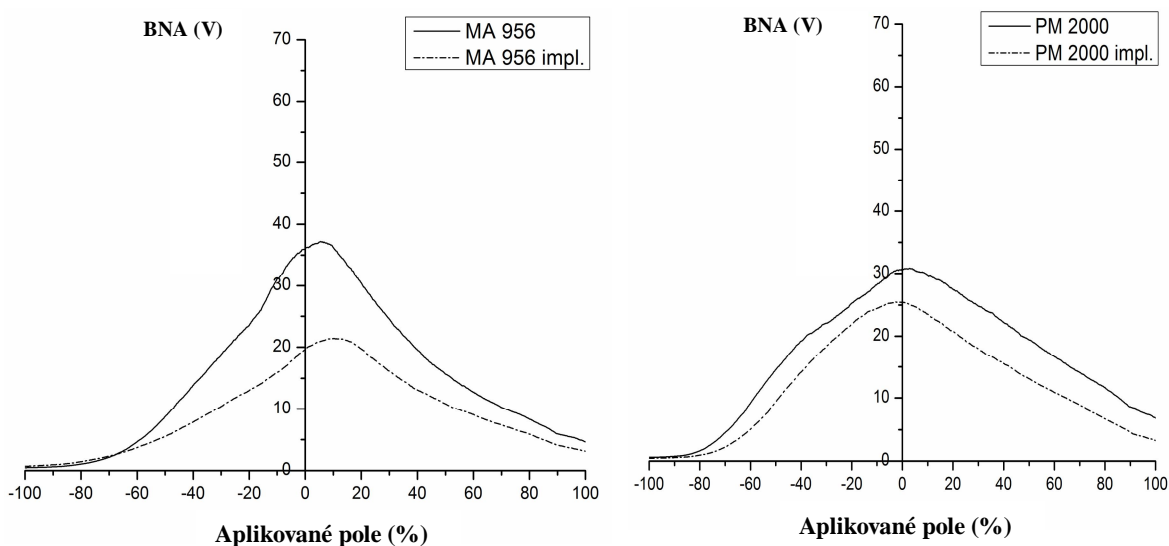
MBN výsledky sú vyhodnotené v maximálnej amplitúde Barkhausenovho šumu (BNA). Grafické zobrazenie výsledkov je dané obámkami signálu. Meranie bolo vykonané v JRC Inštitúte Európskej komisie, Holandsko za pomoci signálového analyzéra μ SCAN 500C a počítačovej karty PCI-6111E. Meranie bolo riadené operačným počítačom a vyhodnotené softvérom μ scan dodaným firmou Stresstech. Magnetizačná frekvencia bola 50 Hz, a tak vzorka bola testovaná až do hĺbky 1 cm. Magnetizačné napätie dosahovalo 3 Vpp (Voltov od peaku k peaku) a vzorkovacia frekvencia 2/2,5 kHz. Výstupný signál bol filtrovaný od 5 do 500 kHz. Relatívna odchýlka počas merania nepresiahla 8%.

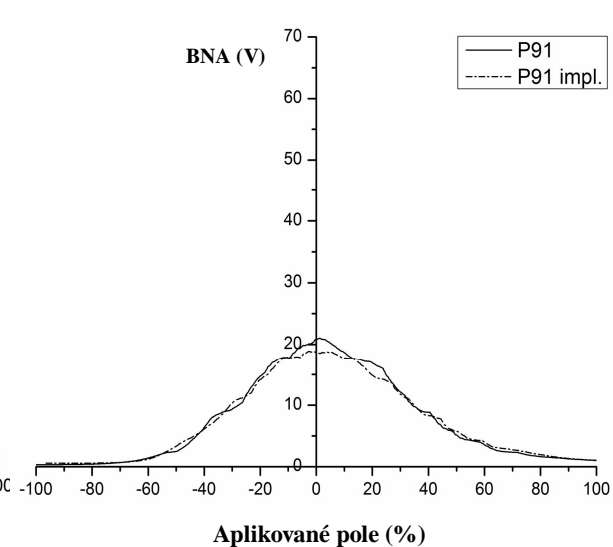
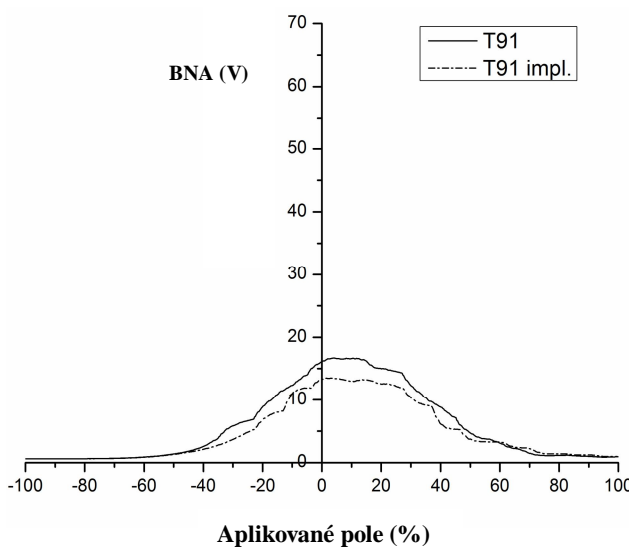
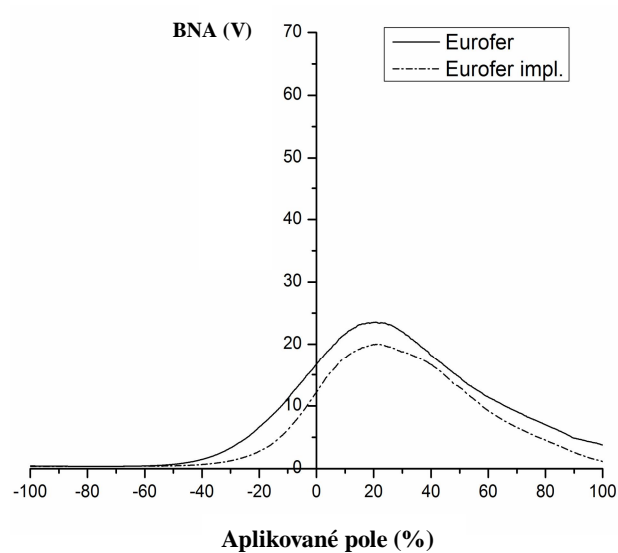
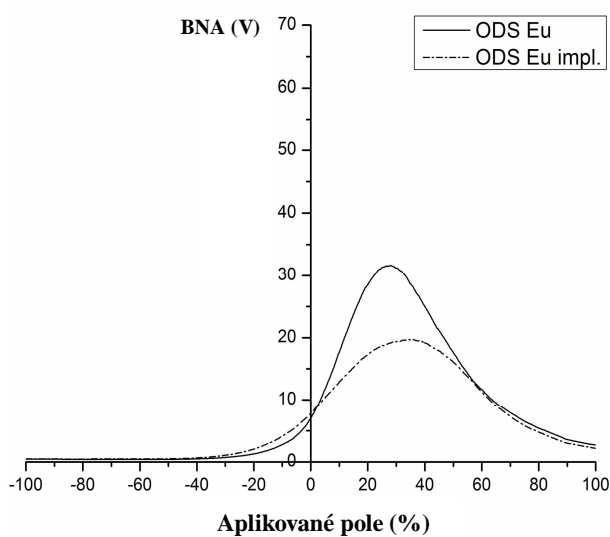
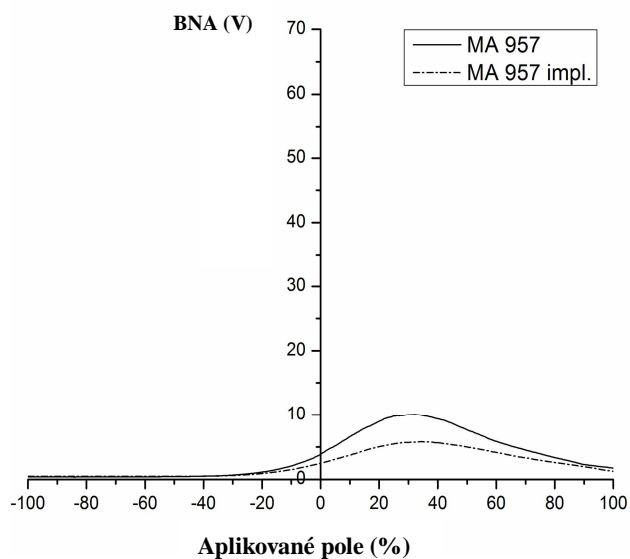
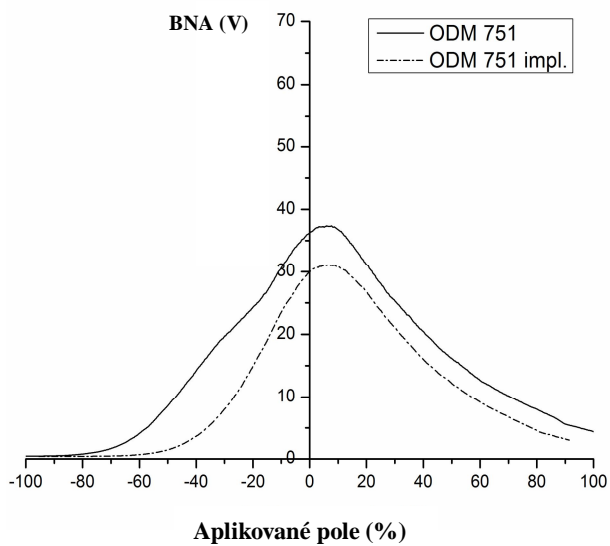
BNA amplitúdy sú zobrazené na Obr. 15 pre všetky skúmané ocele okrem nemagnetickej ocele NF 709. Z tohto obrázku vidno, že najmenšie reziduálne napätie a tak celkovo najmenší výskyt defektov všetkých druhov (vakencie, dislokácie, hranice zrn, precipitácie, segregácie a nečistoty) je v materiáli ODM 751 pred aj po implantácii. Naopak je to pre materiál MA 957. Najmenšia zmena reziduálneho napätia po implantácii bol nájdený pre FM oceľ T91. ODS Eurofer vykazuje 2. najmenšie reziduálne napätie v neimplantovanom stave. Po implantácii hodnota napätia patrí stále k najmenším hodnotám.



Obr. 15 MBN výsledky zobrazené amplitúdou Barkhausenovho šumu (ODS Eu – ODS Eurofer, Eu – Eurofer).

Zmena reziduálneho napätia vplyvom implantácie, t.j. zmena Barkhausenovho signálu, je ilustrovaná aj za pomoci obálok Barkhausenovho šumu (Obr. 16). Po implantácii je zmenšenie signálu očividné, čo spôsobilo aj zmenšenie amplitúdy (BNA). Amplitúda však zostala vzhľadom na magnetizačné pole nezmenená, čo svedčí o tom, že počas implantácie nenastala žiadna zmena štruktúry, len akumulácia objemových defektov. Poloha BNA udáva podiel magnetickej a nemagnetickej štruktúry v skúmanej vzorke. Z toho možno usúdiť, že nielen v FM oceliach sa nachádza nemagnetická zložka – pravdepodobne martenzit alebo zvyšok austenitu, ale aj ocele MA 957 a ODM 751 obsahujú viac nemagnetických častí štruktúry (karbidy, nitridy) v porovnaní s ostatnými ODS ocelami [31, 32].





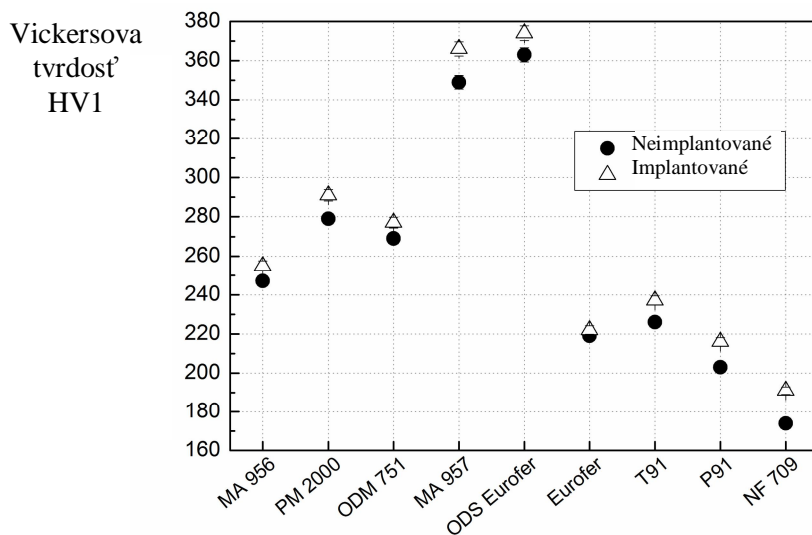
Obr. 16 Porovnanie implantovaných (impl.) a neimplantovaných vzoriek pomocou obálok Barkhausenovho šumu.

6.4 Meranie Vickersovej tvrdosti (HV)

Meranie tvrdosti sa často používa v praxi na zisťovanie krehkosti materiálu a určenie zmeny štruktúry vplyvom mechanického alebo radiačného zaťaženia [33]. Test tvrdosti sa vykonáva diamantovým vtláčacím telieskom, ktoré má pre Vickersovu tvrdosť tvar ihlanu so štvorcovou základňou. Meracie zariadenie ďalej obsahuje mikroskop s presnosťou približne ± 0.2 až $\pm 0.5 \mu\text{m}$ [34]. Týmto mikroskopom sa priamo vyšetruje oblasť vtláčku.

Meranie HV bolo prevedené pomocou zariadenia IndentaMet 1100 Series Tester na Ústave materiálov, MTF STU v Trnave. Naše meranie sme vykonali pre záťaž 1 kgf s časom pôsobenia 10 sekúnd. Merania sa opakovali pre každý materiál pred aj po implantácii 6-krát, z ktorých sa vypočítala priemerná hodnota. Relatívna odchýlka dosiahla 1% počas oboch meraní tvrdosti – pre implantované aj neimplantované vzorky, čo značí dobrú homogenitu materiálov.

Rozdiely tvrdostí implantovaných a neimplantovaných ocelí sú zobrazené na Obr. 17. Z výsledkov vidieť, že implantácia spôsobila tvrdnutie a zároveň krehnutie materiálov, ktoré nebolo až také výrazné. Nárast tvrdosti dosiahol 1 až 10%. Najmenší nárast bol pozorovaný pre Eurofer, ktorý nepreukázal žiadnu zmenu. Jeho ΔHV bol v rámci relatívnej odchýlky merania. Najväčší nárast tvrdosti bol evidovaný pre NF 709 (10%). Austenitické ocele sú citlivejšie na radiačné zväčšenie objemu a akumuláciu He ale H v štruktúre. V tomto materiáli bola zistená aj najväčšia akumulácia vakančných defektov (viď DBS výsledky). Ostatné vzorky mali rozdiel v tvrdosti medzi 3 a 6%. Vyššie hodnoty boli pozorované pre FM ocele T91 (5%), P91 (6%) a pre ODS ocel' – ODM 751 (5%). Menšie spevnenie je pre MA 956 (3%), ODS Eurofer (3%) a PM 2000 (4%).



Obr. 17 Vickersova tvrdosť (HV1) pre neimplantované a implantované vzorky.

5. SÚHRN VÝSLEDKOV A NOVÝCH POZNATKOV

Aplikované experimentálne techniky preukázali zmeny v štruktúre skúmaných ocelí spôsobených implantáciou iónov hélia, hoci vzájomné porovnanie výsledkov nie je úplne jednoznačné. Každá technika je citlivá na iný druh defektov a pozorovala materiál do inej hĺbky. Pozitronová anihilačná spektroskopia metóda doby života pozitronov (PALS) sledovala prítomnosť vakančných defektov do hĺbky cca 120 μm , pozitronová spektroskopia Dopplerovho rozšírenie (DBS) len do 1,6 μm . Magnetické meranie Barkhausenovho šumu (MBN) vyšetruvalo prítomnosť defektov všetkých typov (vakančné defekty vrátane) až do hĺbky 1 cm, podobne ako meranie Vickersovej tvrdosti (HV). Implantácia iónov hélia (He^{2+}) poškodila oblasť do 1,2 μm , preto najvhodnejšou metódou bolo práve DBS. Hoci radiačne poškodená oblasť bola len malá, všetky použité techniky boli schopné pozorovať zmeny v nej, aj keď ich citlivosť na túto oblasť a tak aj presnosť výsledkov sa líši.

Výsledky z aplikovaných techník preukázali, že defekty vakančného typu sa počas implantácie akumulovali vo všetkých skúmaných oceliach (PALS a DBS výsledky), rovnako ako sa zvyšovalo aj reziduálne napätie (MBN výsledky). Nárast tvrdosti po implantácii nebol až taký veľký, z čoho možno usúdiť, že hoci radiačná zmena mikroštruktúry bola významná, pre výraznú zmenu mechanických vlastností to stále nestačilo. Treba si uvedomiť, že radiačne poškodená oblasť bola naozaj veľmi malá a HV merania nie sú až také citlivé na tieto povrchové a podpovrchové vrstvy.

Z meraní je zrejmé, že najlepšiu radiačnú odolnosť vykazujú ocele ODS Eurofer a T91. Tieto materiály sú ďalej nasledované oceľou Eurofer 97. Z experimentu teda vidno, že radiačne najodolnejšie materiály majú 9 hmot. % chrómu.

Z porovnania ODS ocele (ODS Eurofer) a tej istej klasickej ocele (Eurofer 97), možno povedať, že podľa DBS výsledkov sú prekvapivo ODS ocele lepšie. Výsledky z PALS a HV nepreukázali veľké rozdiely pre jednotlivé materiály. Môžeme teda zhodnotiť, že náš predpoklad o väčšej citlivosti ODS ocelí na akumuláciu defektov sa nepotvrdil. Dokonca aj MBN technika našla väčšie reziduálne napätie v E97, čo môže byť spôsobené zostatkom martenzitu alebo austenitu po kalení a pravdepodobne nedostatočnom temperovaní. Jednoznačne však môžeme vyhlásiť, že mechanické legovanie ODS ocelí a yttriové nano-častice neprispievajú významne k zvyšovaniu počtu defektov v oceli a k rastu zvyškového napätia po procese výroby.

Zaujímavým objavom bola závislosť výskytu defektov ODS ocelí od obsahu chrómu. Čím väčšie množstvo chrómu ODS oceľ obsahovala, tým jej S parameter pre DBS naznačoval väčšiu prítomnosť defektov. To môže byť spôsobené väčšou krehkosťou materiálu pre ocele s vyšším obsahom chrómu, čo sa mohlo prejaviť pri brúsení a leštení ocelí, a tým mohli byť sformované tieto povrchové defekty. Závislosť od chrómu však potvrdili aj výsledky z PALS, konkrétne zmena celkového objemu defektov spôsobeného implantáciou, kde jedine oceľ PM 2000 nespĺňa toto kritérium. Je však celkom možné, že odolnosť voči radiačnej akumulácii defektov v ODS oceli závisí od obsahu chrómu. Tento predpoklad by sa však mal potvrdiť ďalším výskumom pre vyššie úrovne implantácii.

Najmenšiu radiačnú odolnosť preukázali ocele NF 709 a P91, ktoré obsahovali v základnom stave najnižšiu koncentráciu defektov. Tieto ocele reagovali podľa DBS výsledkov na implantáciu najradikálnejšie. To sa preukázalo i pri meraní tvrdosti.

Predpoklad ohľadom veľkej radiačnej citlivosti austenitickej ocele NF 709 sa potvrdil i napriek tomu, že zmena celkového objemu defektov pozorovaná PALS bola malá. To bolo pravdepodobne spôsobené malou počítočnou koncentráciou defektov alebo menšiou citlivosťou PALS na poškodenú oblasť. V NF 709 sme očakávali akumuláciu veľkých vakančných klastrov, čo sa aj potvrdilo, keďže FCC štruktúra je náchylnejšia k radiačnému rastu objemu. Nečakali sme však, že aj v ODS oceliach sa budú akumulovať podobne veľké defekty. Skúmané ODS ocele boli feritické, čo naznačuje skôr citlivosť na malé bodové defekty. Temperované ferito-martenzitické ocele preukázali akumuláciu mono-vakancií a čiastočne dislokácii.

Výsledky z pozitronových techník, Barkhausenovho šumu a aj z merania Vickersovej tvrdosti sa vo väčšej miere vzájomne zhodovali a boli schopné preukázať pravdivosť nášho odhadu, že ocele s najväčšími hodnotami medze pevnosti (MA 957, ODM 751, ODS Eurofer) obsahujú tiež najväčšie množstvo defektov (hlavne dislokácii), najväčšie reziduálne napätie a následne aj tvrdosť. Najnižšie reziduálne napätie bolo nájdené pre oceľ NF 709, ktorá mala najhoršie mechanické vlastnosti zo všetkých skúmaných ocelí. Táto oceľ mala dokonca najmenšiu aj radiačnú odolnosť.

6. ZÁVERY PRE PRAX A ROZVOJ VEDNEJ DISCIPLÍNY

Pokročilé reaktorové systémy, reaktory v rámci GEN IV a fúzny reaktor, musia spĺňať náročnejšie podmienky vzhľadom k dlhodobejšej bezpečnej prevádzke. Jedným z atribútov bezpečnej elektrárne sú vysoko odolné konštrukčné materiály, ktoré dokážu predísť poruchám ako radiačné tečenie, praskanie alebo nadlimitné krehnutie pri bežných prevádzkových podmienkach, ale aj pri abnormálnych stavoch a haváriách. Je preto dôležité testovať nielen mechanické vlastnosti týchto materiálov pred aj po ožiarení, ale treba sa zamerať aj na zmenu mikroštruktúry (nárast koncentrácie defektov a reziduálneho napätia), ktorá priamo vyvoláva zmeny vonkajších vlastností.

Cieľom mojej dizertačnej práce bolo pozorovať radiačnú odolnosť pokročilých materiálov za účelom určiť materiál s najvhodnejšími vlastnosťami pre reaktory GEN IV. Radiačná odolnosť materiálov bola skúmaná nedeštruktívnymi technikami, ktoré pozorovali črty a zmeny mikroštruktúry priamo. Študovali sme reziduálne napätie pomocou magnetickej metódy Barkhausenovho šumu a jeho zmeny vplyvom simulovania radiačného poškodenia iónmi hélia (He^{2+}).

Za výstupy použiteľné pre prax považujem:

- i) kvantifikáciu a kvalitatívny popis defektov vakančného typu v štruktúrach skúmaných ocelí. Bola potvrdená a zdôvodnená akumulácia defektov vplyvom radiačného poškodenia, čo spôsobilo nárast veľkostí defektov pri miernom zmenšení koncentrácie defektov.
- ii) Kvantifikáciu nárastu reziduálneho napätia vplyvom nových vakančných defektov sformovaných počas implantácie.

Z porovnania všetkých skúmaných ocelí (ODS ocele vrátane) sme zistili, že najodolnejším materiálom voči akumulácii defektov je ODS Eurofer nasledovaný temperovanou ferito-martenzitickou oceľou T91 a E97. Prekvapivé však bolo, že naše feritické ODS ocele vytvárali počas implantácie väčšie vakančné klástre, čo je skôr typické pre austenitické ocele. Predpokladali sme, že feritické ODS ocele s BCC štruktúrou budú rovnako ako temperované ferito-martenzitické ocele citlivé na malé bodové defekty (mono-vakancie a čiastočne dislokácie), ktoré formovali počas implantovania. Austenitická oceľ FCC vykázala vznik veľkých klastrov, ako sme očakávali.

Zmeny tvrdosti ocelí po implantácii neboli výrazné, preto možno povedať, že táto pomerne veľká zmena v mikroštruktúre podnietila len nevýznamnú zmenu vo vonkajších vlastnostiach ocelí. Napriek tomu bol počas experimentov preukázaný vzťah medzi mechanickými vlastnosťami ocelí a prítomnosťou defektov v štruktúre. Ocele s najvyššou pevnosťou majú najviac vakančných defektov (majoritne dislokácie) a rovnako aj najväčšie reziduálne napätie.

Táto práca môže byť nápomocná pri ďalšom skúmaní ODS ocelí, hlavne z hľadiska pochopenia rozdielov medzi nimi a temperovanými ferito-martenzitickými oceľami. Náš výskum tiež priniesol informáciu o prelínaní sa alebo dopĺňaní sa jednotlivých použitých techník. Zároveň bola preukázaná citlivosť pozitronových techník a metódy Barkhausenovho šumu na radiačné spracovanie ocelí.

7. LITERATÚRA

- [1] Hoffelner, W., High Temperature Materials. In: Proceeding of the Raphael Project – Eurocourse, Aix en Provence, Nov. 18-21, 2008.
- [2] Schaeffler, A. L., Constitution diagram for stainless steel weld metal, *Metal Progress* 56 (1949) 680.
- [3] Savolainen, K., Materials selection for high temperature applications, In: Laboratory of Engineering Materials Publications, Espoo, Helsinki University of Technology Department of Mechanical Engineering, 2005. TKK-MTR-4/05.
- [4] Klueh, R. L., Shingledecker, J. P., Swindeman, R. W., Hoelzer, D. T., Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys. *J. Nucl. Mater.* 341 (2005) 103.
- [5] Starr, F., The ODS Alloy High Temperature Heat Exchanger and Associated Work, Presentation, In: Proc. Workshop on Fe-Based ODS Alloys: Role and Future Applications, University of California, San Diego, 17 -18 Nov., 2010.
- [6] Chout, T. S., Bhadeshia, H. K. D. H., Recrystallization temperatures in mechanically alloyed oxide-dispersion-strengthened MA956 and MA957 steels, *Mat. Sc. and Eng. A189* (1994) 229.
- [7] Bennett, M. J., De Van, J. H., Tortorelli, P. F., The oxidation behavior of Iron Aluminides at 1300oC, In: Proc. The 3th International conference on microscopy of oxidation, Cambridge (UK), 16-18 Sep, 1996.
- [8] Special metals, Material data list, Incoloy alloy MA 956. [Online, cited June, 2010] <<http://www.specialmetals.com/documents/Incoloy%20alloy%20MA956.pdf>>.
- [9] Gelles, D. S., Microstructural examination of commercial ferritic alloys at 200 dpa, *J. Nucl. Mater.* 233-237 (1996) 293.
- [10] Lindau, R., Möslang, A., Rieth, M., Klimiankou, M., Materna-Morris, E., Alamo, A., Tavassoli, A. F., Cayron, C., Lancha, A.-M., Fernandez, P., Baluc, N., Schäublin, R., Diegelef, E., Filacchioni, G., Rensman, J.W., Schaaf, B., Lucon, E., Dietz, W., Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts, *Fusion Engineering and Design* 75–79 (2005) 989.
- [11] Lucon, E., Leemaers, A., Vandermeulen, W., *Fusion Eng. Des.* 82 (2007) 15.
- [12] Cumino, G., Cuonzo, S. D., Gianfrancesco, A. D., Tassa, O., Advanced high chromium ferritic steels for boiler components operating at high temperature, *Latin American Applied Research* 32 (2002) 229.
- [13] Ennis, P. J., Czyska-Filemonowicz, A., Recent Advances in Creep Resistant Steels for Power Plant Applications, *OMMI* 1 (2002) no.1.
- [14] Sourmail, T., Bhadeshia, H. K. D. H., Microstructural Evolution in Two variants of NF709 at 1023 and 1073 K, *Mettalurg. and Mat. Trans.* 36A (2005) 23.
- [15] Allen, T. R., Effects of Radiation on Materials ASTM Committee E-10 on Nuclear Technology and Applications, In: Proceeding of the 22nd Symposium on Effects of Radiation on Materials, Boston, June 8-10, 2004.
- [16] El-Genk, M. S., Tournier, J. M., A review of refractory metal alloys and mechanically alloyed-oxide dispersion strengthened steels for space nuclear power systems, *J. Nucl. Mater.* 340, Issue 1 (2005) 93.
- [17] De Castro, V., Leguey, T., Munoz, A., Monge, M. A., Fernández, P., Lancha, A. M., Pareja, R., Mechanical and microstructural behavior of Y2O3 ODS EUROFER 97, *J. Nucl. Mater.* 367 (2007) 196.
- [18] Kazimierzak, B., Prignon, M., Lecomte-Mertens, Ch., Coutsouradis, D., Fe base ODS alloy with improved mechanical strength, High temperature materials for power engineering,

Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, The Netherlands, 1990. EUR 12806. ISBN 0-7923-0925-1.

- [19] Lindau, R., Möslang, A., Schirra, M., Schlossmacher, P., Klimenkov, M., Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel, *J. Nucl. Mater.* 307-311 (2002) 769.
- [20] Binnig, G., U.S. Patent No. 4,724,318 (1988).
- [21] Ziegler, J. F., The stopping and range of ions in solids, Pergamon, New York, USA, p. 321, 1985. ISBN 10: 008021603X.
- [22] Almazouzi, A., Diazde de la Rubia, T., Singh, B. N., Victoria, M., Basic aspects of differences in irradiation effects between fcc, bcc and hcp metals and alloys, *J. Nucl. Mater.* 276 (2000) 295.
- [23] Petriska, M., Zeman, A., Slugen, V., Krsjak, V., Sojak, S., *Phys. Stat. Solidi. C* 60 (2009) 2465.
- [24] Hautojärvi, P., Corbel, C., Positron Spectroscopy of Defects in Metals and Semiconductors, In: Positron spectroscopy of solids, Societa Italiana di Fisica, IOS Press, Amsterdam, Netherlands, 1995. ISBN 90 5199 203 3.
- [25] Kansy, J., *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A* 374, 235 (1996).
- [26] Kršjak, V., Szaraz, Z., Hähner, P., Positron annihilation lifetime study of oxide dispersion strengthened steels, *J. Nucl. Mater.* 428 (2012) 160.
- [27] Slugeň, V., Safety of VVER-440 Reactors: Barriers Against Fission Products Release, Springer, New York, 2011. ISBN 978-1-84996-419-7.
- [28] Willardson, R. K., Weber, E. R., Stavola, M., Identification of Defects in Semiconductors, Academic press, Hardbound, p.376, 1998. ISBN-13: 978-0-12-752159-6.
- [29] Slotte, J., Rummukainen, M., Tuomisto, F., Markevich, V. P., Peaker, A. R., Jeynes, C., William, R., Evolution of vacancy-related defects upon annealing of ion-implanted germanium *Phys. Rev. B* 78 (2008) 085202.
- [30] Kleber, X., Hug-Amalric, A., Merlin, J., Evaluation of the Proportion of Phases and Mechanical Strength of Two-Phases Steels Using Barkhausen Noise measurements: Application to Commercial Dual-Phase Steel, *Metalurg. and Mater. Trans. A* 39 (2008) 1308.
- [31] Paľa, J., Bydžovský, J., Stoyka, V., Kováč, F., Barkhausen noise study of microstructure in grain oriented FeSi steels, *Journal of Electrical Engineering* 59 (2008) 58.
- [32] Perez-Benitez, J.A., Padovese, L.R., Capo-Sanchez, J., Anglada-Rivera, J., Investigation of the magnetic Barkhausen noise using elementary signals parameters in 1000 commercial steel, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 263 (2003) 72.
- [33] Jia, X., Dai, Y., Micro-hardness measurement and micro-structure characterization of T91 weld metal irradiated in SINQ Target-3, *J. Nucl. Mater.* 343 (2005) 212.
- [34] Microhardness measurement (Vickers and Knoop), ASTM E 384/ISO 657, ISO 4545. Information about measurement equipment. [Online, cited March 20, 2010] <www.itlinc.com>.

8. ZOZNAM PUBLIKÁCIÍ AUTORA SÚVISIACÍCH S PROBLEMATIKOU DIZERTAČNEJ PRÁCE

Monografie:

- [1] SLUGEŇ, V., MIKLOŠ, M., KRŠJAK, V., HINCA, R., BALLO, P., VETERNÍKOVÁ, J., Vysokoteplotné reaktory, ISK, Senec, 2006. ISBN 80-88682-68-1.

Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch:

- [1] SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., EGGER, W., PETRISKA, M., SOJAK, S., VETERNÍKOVÁ, J., Fe-Cr Alloys behavior after Helium Implantation, In: Journal of Nuclear Materials 409 (2011) 163.
- [2] VETERNÍKOVÁ, J., CHUDÝ, M., SLUGEŇ, V., EISTERER, M., WEBER, H.W., SOJAK, S., PETRISKA, M., HINCA, R., DEGMOVÁ, J., SABELOVÁ, V., Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy Study of Neutron Irradiated High Temperature Superconductors $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ for Application in Fusion Facilities, In: Journal of Fusion Energy 31 (2012) 89.
- [3] VETERNÍKOVÁ, J., DEGMOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., SLUGEŇ, V., TUOMISTO, F., RÄISÄNEN, J., KRŠJAK, V., PETRISKA, M., SOJAK, S., HINCA, R., STACHO, M., Non-destructive examination of helium implanted HTRs construction materials, In: Nuclear Engineering and Design 251 (2012) 354.
- [4] CHUDÝ, M., EISTERER, M., WEBER, H.W., VETERNÍKOVÁ, J., SOJAK, S., SLUGEŇ, V., Point defects in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ studied using positron annihilation, In: Superconductor Science and Technology 25 (2012) 5.
- [5] SLUGEŇ, V., HEIN, H., SOJAK, S., EGGER, W., PAVÚK, M., VETERNÍKOVÁ, J., PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., HINCA, R., Microstructural examination of reactor pressure vessel steels by positron annihilation point of view, In: Progress in Nucl. Energy 62 (2013) 1.

Vedecké práce v zahraničných recenzovaných časopisoch:

- [1] SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., PETRISKA, M., SOJAK, S., VETERNÍKOVÁ, J., Microstructural Study of High Irradiated Reactor Steels, In: Physica Status Solidi (C) 6 (2009) 2342.
- [2] SOJAK, S., KRŠJAK, V., SLUGEŇ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., PALS Investigation of Chromium Effect in Ferritic/Martensitic Steels Implanted with Helium, In: Physica Status Solidi (C) 6 (2009) 2346.
- [3] VETERNÍKOVÁ, J., CHUDÝ, M., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., DEGMOVÁ, J., SNOPEK, J., Investigation of Radiation Affected High Temperature Superconductors – YBCO, In: Physics Procedia 35 (2012) 145.
- [4] SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., TUOMISTO, F., Study of Residual Stress and Vacancy Defects in Oxide Dispersion Strengthened Steels, In: Physics Procedia 35 (2012) 98.
- [5] SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., EGGER, W., RAVELLI, L., PETRISKA, M., STANČEK, S., SKARBA, M., PRIPUTEN, P., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., In: Physics Procedia 35 (2012) 80.
- [6] PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., Digital Coincidence Doppler Broadening setup at FEI STU, In: Physics Procedia 35 (2012) 117.
- [7] VETERNÍKOVÁ, J. – KILPELÄINEN, S. – SKARBA, M. – TUOMISTO, F. – SLUGEŇ, V. – DEGMOVÁ, J. – SABELOVÁ, V. – SOJAK, S., Positron annihilation measurement performed on oxide-dispersion strengthened steels, In: Material Science Forum 733 (2013) 278.
- [8] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., Defect detection in Fe-Cr alloys by positron annihilation Doppler broadening spectroscopy, In: Material Science Forum 733 (2013) 270.
- [9] SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., DEGMOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., TUOMISTO, F., KRŠJAK, V., Vacancy type defects in oxide dispersion strengthened steels, In: Material Science Forum 733 (2013) 264.

- [10] PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., Software for digital coincidence Doppler broadening setup, In: Material Science Forum 733 (2013) 318.

Odborné a vedecké články v domácich nekarentovaných časopisoch:

- [1] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., PETRISKA, M., SOJAK, S., Konštrukčné ocele tlakovej nádoby vysokoteplotného reaktora, In: EE časopis pre elektrotechniku a energetiku 15 (2009) 79.
- [2] SOJAK, S., KRŠJAK, V., SLUGEŇ, V., EGGER, W., PETRISKA, M., STANČEK, S., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., Investigation of Chromium Effect in Ferritic/Martensitic Steels for Application in Fusion and Gen. IV Nuclear Power Plants, In: Špeciálne vydanie EE časopisu pre elektrotechniku a energetiku 15 (2009) 65.
- [3] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., Vysokoteplotný reaktor, In: EE časopis pre elektrotechniku a energetiku 15 (4/2009) 9.
- [4] DEGMOVÁ, J., KRŠJAK, V., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., Destructive & Non-Destructive Testing of Model Materials for NPP'S Applications, In: Špeciálne vydanie EE časopis pre elektrotechniku a energetiku 17 (2011) 112.
- [5] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., KILPELÄINEN, S., PAS Doppler Broadening Spectroscopy Application in Defects Detection in Alloys, In: Špeciálne vydanie EE časopis pre elektrotechniku a energetiku 17 (2011) 166.
- [6] VETERNÍKOVÁ, J., CHUDÝ, M., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., DEGMOVÁ, J., HINCA, R., A Study of Radiation Resistance of High Temperature Superconductors for Fusion Reactors, In: Špeciálne vydanie EE časopis pre elektrotechniku a energetiku 17 (2011) 185.

Príspevky publikované na medzinárodných vedeckých konferenciách:

- [1] KRŠJAK, V., SOJAK, S., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., Non Destructive Examination of Helium Implanted Fe-Cr Model Alloys, In Proc. of: ASME pressure vessels and piping conference, Prague, Czech Rep., July 25-30, 2009. ISBN 978-07918-3854-9.
- [2] VETERNÍKOVÁ, J., Porovnanie radiačnej odolnosti konštrukčných ocelí T91 pre novú generáciu tlakových nádob jadrového reaktora, In Proc. of: Mikulášské setkání mladé generace ČNS, Brno, Czech Republic, December 3-4, 2009. ISBN 978-80-02-02209-1.
- [3] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., HINCA, R., SOJAK, S., KILPELÄINEN, S., TUOMISTO, F., RÄISÄNEN, J. KRŠJAK, V., Comparison of T91 and P91 Steels Foreseen for High Temperature Reactors Using Positron Annihilation Techniques, In Proc. of: European Nuclear Conference, Barcelona, Spain, May 30 – June 2, 2010.
- [4] DEGMOVÁ, J., VETERNÍKOVÁ, J., SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., ACOSTA, B., Evaluation of the Role of Cr, Ni, Mn and Si in Reactor Pressure Vessel Steel, In Proc. Of: European Nuclear Conference, Barcelona, Spain, May 30 – June 2, 2010.
- [5] VETERNÍKOVÁ, J., DEGMOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., SLUGEŇ, V., TUOMISTO, F., Radiation Resistance of Construction Steels for High Temperature Reactors. In Proc. of: APCOM 2010, In Proc. of: the 16th International Conference, Malá Lučivná, Slovak Republic, June 16-18, 2010. ISBN 978-80-227-3307-6.
- [6] VETERNÍKOVÁ, J., DEGMOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., SLUGEŇ, V. TUOMISTO, F., RÄISÄNEN, J., Non-destructive Examination of Radiation Loaded HTRs Construction, In Proc. of: 5th International Conference on High Temperature Reactor Technology HTR 2010, Prague, October 18-20, 2010.
- [7] VETERNÍKOVÁ, J., DEGMOVÁ, J., TUOMISTO, F., Výskum ocelí spevnených disperznými oxidmi, In Proc. of: Mikulášské setkání mladé generace ČNS, Brno, Czech Republic, December 8-10, 2010. ISBN 978-80-02-02288-6.

- [8] BARTOŠOVÁ, I., VETERNÍKOVÁ, J. Použitie nedeštruktívnych techník pre výskum materiálov štvrtej generácie jadrových reaktorov, In Proc. of: Mikulášské setkání mladé generace ČNS, Brno, Czech Rep., December 8-10, 2010. ISBN 978-80-02-02288-6.
- [9] SLUGEŇ, V., SOJAK, S., EGGER, W., KRŠJAK, V., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., STACHO, M., Influence of Chromium in Defects Production in Fe-Cr Alloys, ICAPP 2011, In Proc. of: International Congress on Advanced in Nuclear Power Plants, Nice, France, May 2 – 6, 2011.
- [10] VETERNÍKOVÁ, J., DEGMOVÁ, J., KRŠJAK, V., SLUGEŇ, V., HINCA, R., PETRISKA, M., SOJAK, S., Barkhausen Noise Applying in Residual Stress Study of 9% Cr Ferritic/Martensitic Steels, In Proc. of: 9th International Conference on Barkhausen Noise and Micromagnetic Testing, Hejnice, Czech Rep., June 27-30, 2011. ISBN 978-952-67247-5-1.
- [11] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., KILPELÄINEN, S., Detekcia defektov vytvorených He a H Implantáciou v zliatine Fe-9Cr, In Proc. of: Mikulášské setkání mladé generace ČNS, Brno, Czech Republic, December 7-9, 2011. ISBN 978-80-02-02360-9.
- [12] VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., KILPELÄINEN, S., DEGMOVÁ, J., SLUGEŇ, V., Použitie nedeštruktívnych techník pri skúmaní konštrukčných materiálov pre palivové pokrytie GEN IV reaktorov, In Proc. of: Mikulášské setkání mladé generace ČNS, Brno, Czech Republic, December 7-9, 2011.
- [13] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., Application of Doppler Broadening Spectroscopy for Detection of Vacancy Defects, APCOM 2012, In Proc. of: of the 18th International Conference, Štrbské Pleso, Slovak Republic, June 20-22, 2012. ISBN 978-80-227-3720-3.
- [14] SLUGEŇ, V., KRYUKOV, A., SOJAK, S., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., HINCA, R., STACHO, M., Application of PAS and Charpy-V Tests At WWER Reactor Pressure Vessel Steels, APCOM 2012, In Proc. of: of the 18th International Conference, Štrbské Pleso, Slovak Republic, June 20-22, 2012. ISBN 978-80-227-3720-3.
- [15] SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., EGGER, W., RAVELLI, L., PETRISKA, M., STANČEK, S., SKARBA, M., PRIPUTEN, P., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., PLEPS Study of Thermal Annealing Influence on Binary Fe-11.62%Cr Alloys, In Proc. of: APCOM 2012, Proceedings of the 18th International Conference, Štrbské Pleso, Slovak Republic, June 20-22, 2012. ISBN 978-80-227-3720-3.
- [16] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., STANČEK, S., Positron Study of Implanted ODS Steels, APCOM 2012, In Proc. of: the 18th International Conference, Štrbské Pleso, Slovak Republic, June 20-22, 2012. ISBN 978-80-227-3720-3.

Príspevky publikované na domácich vedeckých konferenciách:

- [1] VETERNÍKOVÁ, J., MIKLOŠ, M., Použitie ferito-martenzických ocelí pri konštruovaní vysokoteplotných reaktorov, In Proc. of: Študentská vedecká a odborná činnosť, Bratislava, Slovak Republic, April 25, 2007. ISBN 978-80-227-2650-4.
- [2] SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., PETRISKA, M., STANČEK, S., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., Influence of Thermal Annealing on Defects Formation in Ferritic/Martensitic Steels, In Proc. of: ELITECH'10: 12th Conference of Doctoral Students. Bratislava, Slovak Republic, May 26, 2010. ISBN 978-80-227-3303-8.
- [3] SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., Materials for Gen III Reactors., In Proc. of: Réacteurs nucléaires génération 3: Université d'été franco-slovaque, Invited talk, Kočovce, September 13-17, 2010. ISBN 978-80-227-3381-6.
- [4] BARTOŠOVÁ, I., VETERNÍKOVÁ, J., Výskum konštrukčných materiálov štvrtej generácie jadrových reaktorov, In Proc. of: Študentská vedecká a odborná činnosť, Bratislava, Slovak Republic, May 4, 2011. ISBN 978-80-227-3508-7.

- [5] PECKO, S., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., ALLEGRO - plynom chladený rýchly reaktor, In Proc. of: Študentská vedecká a odborná činnosť, Bratislava, Slovak Republic, May 4, 2011. ISBN 978-80-227-3508-7.
- [6] PINŤA, J., VETERNÍKOVÁ, J., Výskum materiálu tlakovej nádoby reaktora typu VVER pomocou metódy pozitronovej anihilačnej spektroskopie, In Proc. of: Študentská vedecká a odborná činnosť, Bratislava, Slovak Republic, May 4, 2011. ISBN 978-80-227-3508-7.
- [7] SNOPEK, J., VETERNÍKOVÁ, J., Štúdium radiačného poškodenia supravodivého materiálu YBCO pomocou pozitronovej anihilačnej spektroskopie, In Proc. of: Študentská vedecká a odborná činnosť, Bratislava, Slovak Republic, May 4, 2011. ISBN 978-80-227-3508-7.
- [8] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., STANČEK, S., Study of Helium Implanted ODS Steels by Positrons, In Proc. of: ELITECH'12: 14th Conference of Doctoral Students, Bratislava, Slovak Republic, May 22, 2012. ISBN 978-80-227-3705-0.

Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií:

- [1] SOJAK, S., KRŠJAK, V., SLUGEŇ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., PALS Investigation of Chromium Effect in Iron Based Ferritic/Martensitic Steels Implanted with Helium, Book of Abstracts, 15th International Conference on Positron Annihilation (ICPA-15), Kalkata, India, January 18-23, 2009.
- [2] SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., PETRISKA, M., SOJAK, S., VETERNÍKOVÁ, J., Microstructural Study of High Irradiated Reactor Steels, Book of Abstracts, 15th International Conference on Positron Annihilation (ICPA-15), Kalkata, India, January 18-23, 2009.
- [3] SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., SOJAK, S., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., Contribution of Positron Annihilation Spectroscopy in Microstructural Study of Nuclear Reactor Steels, Book of Abstracts, International Workshop on Advanced Positron Beam Technology for Material Science, Algeria, March 15-18, 2010.
- [4] BOUHADDANE, A., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., VETERNÍKOVÁ, J., PETRISKA, M., BARTOŠOVÁ, I., Investigation of Materials for Fusion Power Reactors, Book of Abstracts, International Workshop & Summer School on Plasma Physics, Kiten, Bulgaria, July 5-10, 2010.
- [5] BARTOŠOVÁ, I., SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., SOJAK, S., PETRISKA, M., BOUHADDANE, A., Non-Destructive Research Methods Applied on Materials for the New Generation of Nuclear Reactors, Book of Abstracts, International Workshop & Summer School on Plasma Physics, Kiten, Bulgaria, July 5-10, 2010.
- [6] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., TUOMISTO, F., KRŠJAK, V., MÄKI, J.M., A Study of ODS and Ferritic/Martensitic Steels Microstructure with Applying of Nondestructive Techniques, Book of Abstracts, Nuclear Materials 2010, Karlsruhe, Germany, October 4-7, 2010.
- [7] KILPELÄINEN, S., SLUGEŇ, V., TUOMISTO, F., VETERNÍKOVÁ, J., Oxide Dispersion Strengthened Steels: A Comparison of Microstructure Features of Some Commercial Steels with Applying of Doppler Broadening Spectroscopy, Book of Abstracts, ENYGF 2011, Prague, Czech Republic, May 17-22, 2011. ISBN 978-80-02-02320-3.
- [8] KILPELÄINEN, S., PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., PAS Application in Defects Detection in Fe-9Cr and Fe-12Cr Alloys, Book of Abstracts, ENYGF 2011, Prague, Czech Republic, May 17-22, 2011. ISBN 978-80-02-02320-3.
- [9] PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., Digital Coincidence Doppler Broadening Setup at FEI STU, PSD-11, Book of Abstracts, Delft, The Netherlands, August 28 – September 2, 2011.
- [10] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., KILPELÄINEN, S., Comparison of He and H Effects in Fe-9Cr and Fe-12Cr Alloys with Using PAS Application in Defects Detection, Book of Abstracts, PSD-11, Delft, The Netherlands, August 28 – September 2, 2011.

- [11] SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., DEGMOVÁ, J., PETRISKA, M., SOJAK, S., Study of Residual Stress and Vacancy Defects in Oxide Dispersion Strengthened Steels, Book of Abstracts, PSD-11, Delft, The Netherlands, August 28 - September 2, 2011.
- [12] SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., EGGER, W., RAVELLI, L., PETRISKA, M., STANČEK, S., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., Different Chromium Content and Thermal Annealing Influence on Ions Implanted Fe-Cr Model Alloys, Book of Abstracts, PSD-11, Delft, The Netherlands, August 28 - September 2, 2011.
- [13] VETERNÍKOVÁ, J., CHUDÝ, M., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., DEGMOVÁ, J., PETRISKA, M., HINCA, R., Investigation of Radiation Affected High Temperature Superconductors – YBCO, Book of Abstracts, PSD-11, Delft, The Netherlands, Aug. 28 – Sept. 2, 2011.
- [14] SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., EGGER, W., RAVELLI, L., PETRISKA, M., STANČEK, S., SKARBA, M., PRIPUTEN, P., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., PLEPS Study of Thermal Annealing Influence on Binary Fe-11.62%Cr Alloys, Book of Abstracts, PPC-10, Smolenice Castle, Slovakia, September 5-9, 2011.
- [15] SLUGEŇ, V., VETERNÍKOVÁ, J., SABELOVÁ, V., DEGMOVÁ, J., HINCA, R., PETRISKA, M., SOJAK, S., Vacancy Type Defects in Oxide Dispersion Strengthened Steels, Book of Abstracts, PPC-10, Smolenice Castle, Slovakia, September 5-9, 2011.
- [16] PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., SLUGEŇ, V., SOJAK, S., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., Software for Digital Coincidence Doppler Broadening Setup, Book of Abstracts, PPC-10, Smolenice Castle, Slovakia, September 5-9, 2011.
- [17] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., Defects Detection in Fe-Cr Alloys with Using Positron Annihilation Doppler Broadening Spectroscopy, Book of Abstracts, PPC-10, Smolenice Castle, Slovakia, September 5-9, 2011.
- [18] VETERNÍKOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., SKARBA, M., TUOMISTO, F., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., Positron Annihilation Measurements Performed on Oxide-Dispersion Strengthened Steels, Book of Abstracts, PPC-10, Smolenice Castle, Slovakia, September 5-9, 2011.
- [19] SLUGEŇ, V., HEIN, H., SOJAK, S., VETERNÍKOVÁ, J., PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., PAVÚK, M., HINCA, R., Evaluation Reactor Pressure Vessel Steels by Positron Annihilation Point of View, Book of Abstracts, Development of New Structural Materials for Advanced Fission and Fusion Reactor Systems: 2nd Joint IAEA-EC Topical Meeting, Ispra, Italy, April 16-20, 2012.
- [20] SLUGEŇ, V., KRYUKOV, A., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SOJAK, S., SABELOVÁ, V., HINCA, R., PALS combined with Charpy-V tests, at WWER reactor pressure vessel steels, Book of Abstracts, ICPA 16 - 16th International conference on positron annihilation, Bristol, UK, August, 19-24, 2012.
- [21] SOJAK, S., SLUGEŇ, V., KRŠJAK, V., EGGER, W., RAVELLI, L., PETRISKA, M., STANČEK, S., VITÁZEK, K., STACHO, M., VETERNÍKOVÁ, J., HINCA, R., SABELOVÁ, V., PLEPS study of ions implanted and annealed Fe-11.62%Cr alloys, Book of Abstracts, ICPA 16 - 16th International conference on positron annihilation, Bristol, UK, August, 19-24, 2012.
- [22] VETERNÍKOVÁ, J., TUOMISTO, F., SLUGEŇ, V., DEGMOVÁ, J., PETRISKA, M., SABELOVÁ, V., SOJAK, S., STACHO, M., HINCA, R., Positron study of alpha particles effect on oxide-dispersion strengthened steels, Book of Abstracts, ICPA 16 - 16th International conference on positron annihilation, Bristol, UK, August, 19-24, 2012.
- [23] SABELOVÁ, V., KRŠJAK, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., TUOMISTO, F., Doppler Broadening Spectroscopy application for detection of radiation damage in Fe-Cr alloys, Book of Abstracts, ICPA 16 - 16th International conference on positron annihilation, Bristol, UK, August, 19-24, 2012.

Abstrakty príspevkov z domácich konferencií:

- [1] BARTOŠOVÁ, I., VETERNÍKOVÁ, J., Použitie nedeštruktívnych techník pre výskum materiálov novej generácie jadrových reaktorov, Book of Abstracts, Odborná konferencia Mladej generácie Slovenskej nukleárnej spoločnosti, Častá-Papiernička, April 28, 2011. ISBN 978-80-969943-3-5.
- [2] VETERNÍKOVÁ, J., KILPELÄINEN, S., DEGMOVÁ, J., SLUGEŇ, V., Výskum konštrukčných materiálov palivového pokrytia pre štvrtú generáciu reaktorov, Book of Abstracts, Odborná konferencia Mladej generácie Slovenskej nukleárnej spoločnosti, Častá-Papiernička, April 28, 2011. ISBN 978-80-969943-3-5.
- [3] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., KILPELÄINEN, S., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., Detekcia pomocou PAS v zliatinách Fe-9Cr a Fe-12Cr, Book of Abstracts, Odborná konferencia Mladej generácie Slovenskej nukleárnej spoločnosti, Častá-Papiernička, April 28, 2011. ISBN 978-80-969943-3-5.
- [4] VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., Výskum konštrukčných materiálov pre GEN IV, Book of Abstracts, Odborná konferencia sekcie WIN and RO Slovenskej nukleárnej spoločnosti, Častá-Papiernička, May 18, 2012. ISBN 978-80-969943-5-9.
- [5] SABELOVÁ, V., PETRISKA, M., VETERNÍKOVÁ, J., SLUGEŇ, V., TUOMISTO, F., Aplikácia spektroskopie Dopplerovskej rozšírenia na detekciu radiačného poškodenia Fe-Cr zliatin, Book of Abstracts, Odborná konferencia WIN and RO Slovenskej nukleárnej spoločnosti, Častá-Papiernička, May 18, 2012. ISBN 978-80-969943-5-9.

Citácie:

- [1] KÖGLER, R., ANWAND, W., RICHTER, A., BUTTERLING, M., OU, X., WAGNER, A., CHEN, C. L., Nanocavities formation and hardness increase by dual ion beam irradiation of oxide dispersion strengthened FeCrAl alloy, Journal of Nuclear Materials 427 (2012) 133. ISSN 0022-3115.
- [2] KRŠJAK, V., SZARAZ, Z., SNOPEK, J., HAEHNER, P., Non destructive characterization of the oxide dispersion strengthened steels, JRC Technical Reports, Joint Research Centre, the Netherlands, 2012. EUR 25266 EN. ISSN 1018-5593.

9. SUMMARY - STUDY OF MATERIALS FOR ADVANCED REACTOR SYSTEMS

This thesis is focused on the safe and long-term operation of the new nuclear reactors belonging to the GEN IV and fusion reactors. The most effective improvement of safety is attributable to the prevention of material failures before and after irradiation, i.e. creep, fatigue, cracks, etc. Therefore it is also necessary to study construction materials in terms of prior and post-irradiation cracking supported by the growth of residual stress and the accumulation of defects in construction steels during the process of manufacturing or the process of irradiation.

The main goal of my doctoral thesis was a radiation resistance study of these candidate materials and their comparison in order to determine the material with the most appropriate microstructural properties. Residual stress and the presence of vacancy defects in the microstructure of the steels were studied before and then after the ion implantation. The radiation-induced changes were observed by mainly non-destructive experimental techniques as positron annihilation spectroscopy and magnetic Barkhausen noise measurements. This experimental study was completed by Vickers hardness; therefore the thesis tries to form a complex microstructural analysis, which is focused on an accumulation of all structural defects in advanced reactor materials during helium ion implantation up to level 0.16 C.cm^{-2} ($\sim 45 \text{ DPA}$).

My scientific contribution can be found in deep experimental study of advanced materials focused on oxide-dispersion strengthened steels resulting in selection on optimal materials. The analyses of radiation resistance of advanced reactor steels (OD steels included) are focused on:

- i) The positron study of the vacancy-type defect presence and its increase due to atom knocking-on during the helium ion implantation.
- ii) The observation of the change of the residual stress by magnetic Barkhausen noise measurement caused due to the increase of defect concentration and impurities in the lattice during the helium ion implantation.

This study could be helpful for further investigation of ODS steels, mostly for the understanding of differences between them and tempered ferritic-martensitic steels. It also gives information about the intersection or complement of used experimental techniques. The sensitivity of non-destructive techniques (PALS, MBN) to radiation treatment was proven on first approach; therefore further measurements can be performed via them, i.e. samples affected by higher radiation level could be observed and the validity of raised assumptions due to this study could be confirmed.