

Stress residui in W depositato mediante plasma spray: effetto del substrato e delle modalità di processo

L. Ciambella, G. Maddaluno, R. Montanari, E. Pakhomova

Il tungsteno è un ottimo materiale per ricoprire componenti di prima parete e proteggerli dai danni derivanti dall'esposizione al plasma nei futuri reattori a fusione nucleare. Mediante la tecnica del Plasma Spray sono stati realizzati rivestimenti spessi di tungsteno su diversi substrati tra cui l'acciaio austenitico AISI 316L, l'acciaio martensitico AISI 420 e la lega di rame CuCrZr. La tecnica del Plasma Spray è stata usata per la semplicità, la possibilità di ricoprire superfici estese e di geometria complessa e i costi relativamente bassi. Questo lavoro descrive gli stress residui misurati con diffrazione dei raggi X nei diversi sistemi rivestimento-substrato ponendo particolare attenzione al ruolo dell'interfaccia. I risultati indicano chiaramente la fondamentale importanza di tale interfaccia e della sua ottimizzazione al fine della compatibilità termomeccanica tra tungsteno depositato e metallo del substrato.

Parole chiave: Reattori a fusione nucleare - Rivestimenti in W - Lega CuCrZr - AISI 316L - Plasma spray - Diffrazione dei raggi X

INTRODUZIONE

Per l'alto punto di fusione, le ottime proprietà termo-mecaniche e la buona conduttività termica il W è un materiale molto promettente per fabbricare armature atte a proteggere i componenti di ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor) dal danneggiamento dovuto al plasma [1-6]. Il W è attualmente usato nei tokamak JET [7] e ASDEX-U [8] come rivestimento sottile su substrati di CFC o di grafite.

Tuttavia, la realizzazione di giunzioni con altri metalli presenta seri problemi connessi all'elevato modulo elastico del W, alla sua fragilità ma soprattutto alla sua bassa espansione termica, per esempio $\alpha_{Cu} \approx 4 \alpha_W$ e $\alpha_{Fe-\alpha} \approx 3 \alpha_W$.

Questo lavoro riporta alcuni risultati di un'estesa campagna sperimentale volta a realizzare rivestimenti spessi di W su differenti substrati metallici. Per la realizzazione delle giunzioni è stato utilizzato il processo Plasma Spray (PS), data la sua semplicità, la possibilità di ricoprire superfici estese e complesse ed il costo relativamente basso. In particolare l'attenzione è focalizzata sulle tensioni residue

nel W depositato in funzione del substrato e della presenza di un idoneo interlayer. Le tensioni sono state misurate mediante diffrazione dei raggi X con prove effettuate anche in temperatura. I materiali usati come substrato sono la lega CuCrZr, l'acciaio austenitico AISI 316 L e l'acciaio martensitico AISI 420.

La lega CuCrZr è stata utilizzata in passato come materiale strutturale per componenti di reattori nucleari che si affacciano al plasma (Tore Supra e JET) e selezionata come materiale dissipatore di calore per parti del divertore del futuro reattore a fusione ITER [5]. Mock-up di ITER con rivestimenti in W di circa 5 mm di spessore su substrati tubolari in CuCrZr sono stati in grado di sostenere un notevole numero di cicli a fatica termica sotto l'azione di un flusso di calore di almeno 5 MW/m² [1-2]. La caratterizzazione microstrutturale e meccanica del rivestimento ha confermato le sue buone proprietà [9-11]. Chong et al. [12] hanno ottenuto risultati altrettanto promettenti.

Per reattori come DEMO i tubi di raffreddamento in lega di Cu non sono adeguati per la fluenza neutronica troppo alta così si pone il problema di realizzare rivestimenti di W anche su tubi di acciaio [13-14].

L. Ciambella, R. Montanari, E. Pakhomova

*Dipartimento di Ingegneria Industriale,
Università di Roma "Tor Vergata",
Via del Politecnico 1, 00133 Roma, Italia*

G. Maddaluno

*EURATOM-ENEA Fusion Association, C.R. Frascati, CP65,
00044 Frascati, Roma, Italia*

MATERIALI E METODI SPERIMENTALI

Il W è stato depositato mediante tecnica PS sulla lega CuCrZr (con e senza interlayer), sull'acciaio austenitico AISI 316L e sull'acciaio martensitico AISI 420. I dettagli sono riportati di seguito.

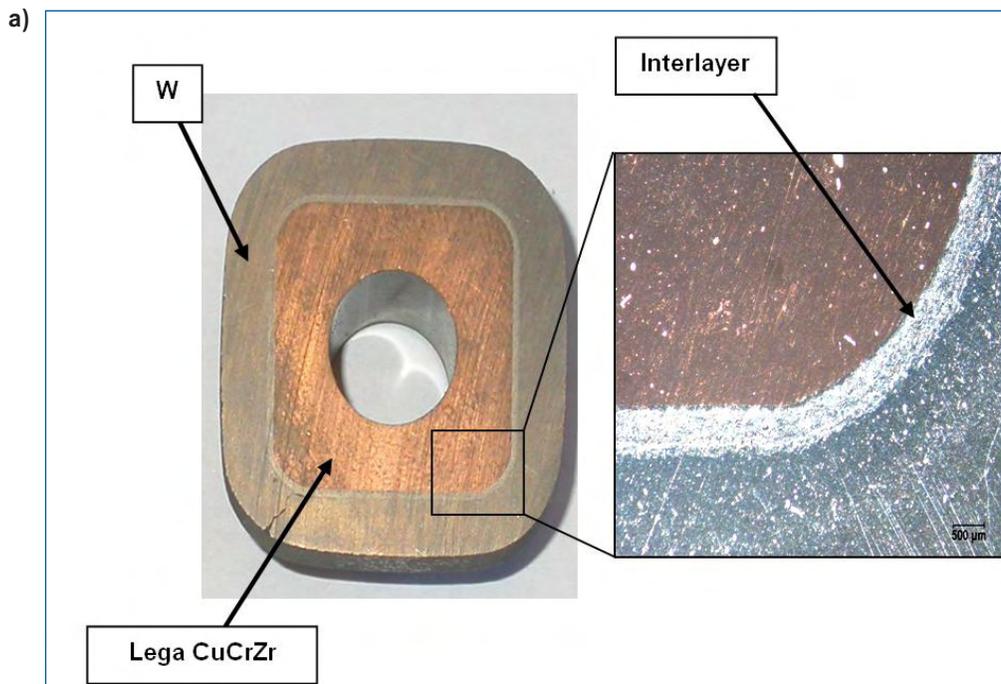
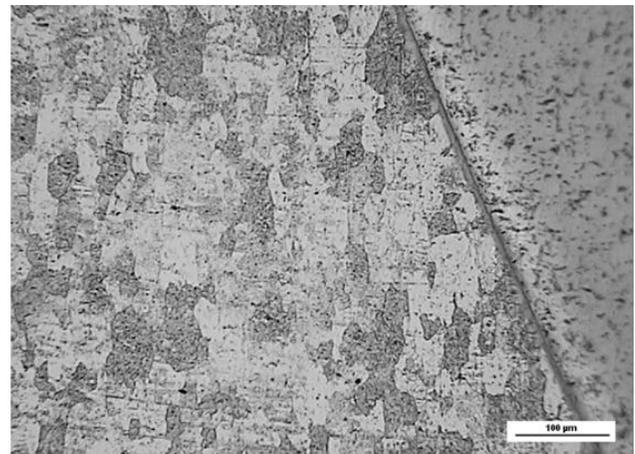
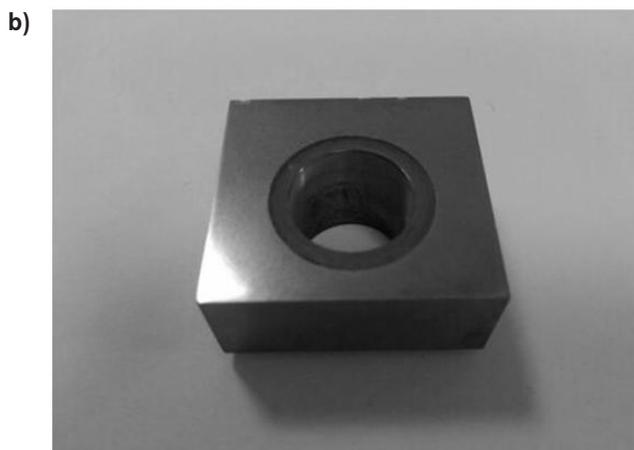


Fig. 1 - a) Rivestimento di W su CuCrZr con interlayer; b) senza interlayer.

Fig. 1 - a) W coating on CuCrZr with interlayer; b) without interlayer.



W-CuCrZr

La composizione della lega di Cu del substrato è: Cr 0.65, Zr 0.05, Cu il resto (% in peso). Sono stati depositati rivestimenti di almeno 5 mm di spessore su substrati tubolari (Fig.1 a-b).

Nel caso di deposizione con interlayer questo (spessore ~ 800 µm) è stato realizzato mantenendo la temperatura sotto 157 °C per prevenire un eccessivo invecchiamento della lega CuCrZr [6]. Il processo PS prevedeva i seguenti passi:

1 - il primo strato (~ 100 µm) di Ni puro direttamente sulla lega CuCrZr;

2 - il secondo strato (~ 350 µm) composto da una miscela di polveri di Al-12%Si e Ni-20%Al (100% di Al-12%Si vicino al Ni puro, 100% di Ni-20%Al sul lato opposto; le quantità relative sono state progressivamente variate del 5% nelle passate successive della torcia);

3 - il terzo strato (~ 350 µm) formato da una miscela di polveri con proporzioni gradualmente variate di Ni-20%Al e W (da 0 a 100% con passi del 5%).

Infine è stato spruzzato W puro fin quando non è stato raggiunto lo spessore finale del rivestimento. Le polveri di W

spruzzate erano costituite da una miscela di particelle con distribuzione bimodale delle dimensioni: piccole (~ 2 µm) e grandi (30 ÷ 50 µm). Lo spessore totale del rivestimento (interlayer + W) è risultata essere tra 4.5 e 5mm in tutti i pezzi realizzati.

W-AISI 316

E' stato realizzato un rivestimento con spessore di 3 mm su un substrato piano (Fig. 2) depositando un interlayer contenente lega Al-12%Si e W in composizione graduata (spessore totale di 500 µm):

strato 1 - 100% Al-12%Si;

strato 2 - 30% Al-12%Si - 70% W;

strato 3 - 15% Al-12%Si - 85% W;

strato 4 - 5% Al-12%Si - 95% W;

strato 5 - 100% W.

W-AISI 420

La composizione nominale dell'acciaio martensitico AISI 420 che costituisce il substrato è: C 0.13, Cr 13, Si 0.9, Mn 0.8, P 0.03, S 0.03, il resto Fe (wt.%).

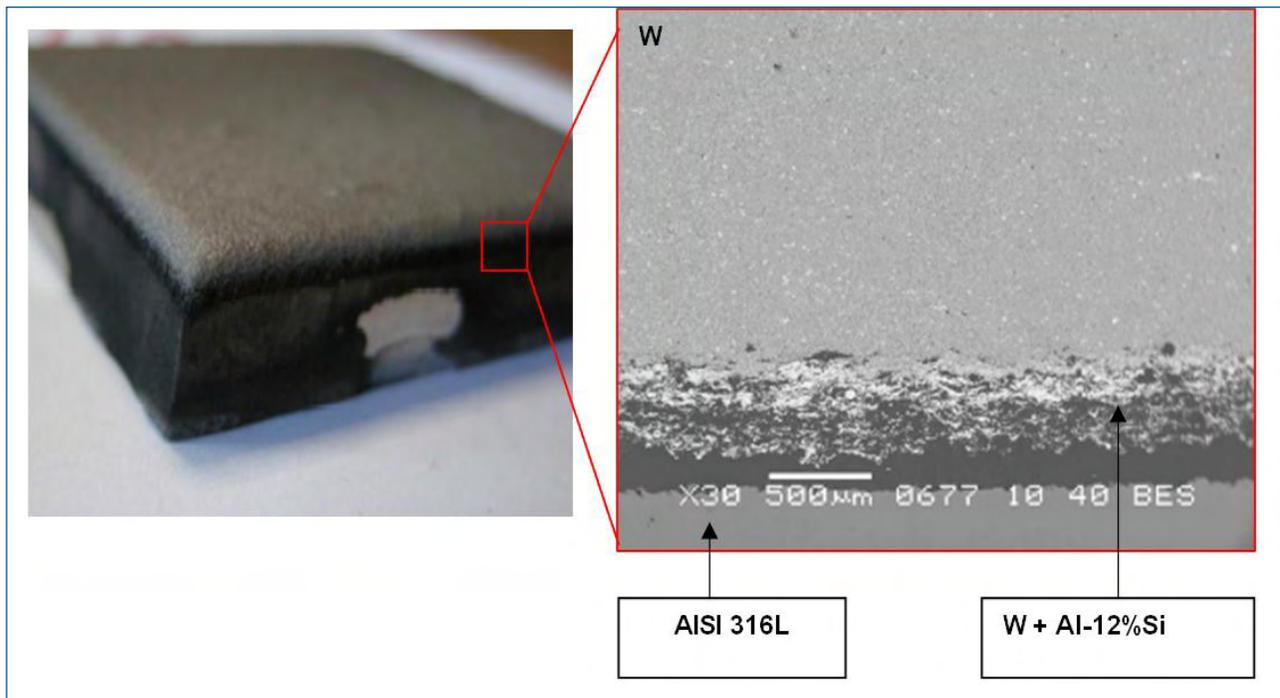


Fig. 2 - Rivestimento di W su AISI 316L.

Fig. 2 - W coating on AISI 316L.



Fig. 3 - Rivestimento di W su AISI 420.

Fig. 3 - W coating on AISI 420.

Dal momento che questi esperimenti erano preliminari alla deposizione di W su un tubo con alette per simulare un elemento di prima parete di DEMO, i campioni sono stati ottenuti da blocchi di acciaio (50 mm × 48 mm × 21 mm) lavorati per avere una sezione a T (Fig. 3). L'area totale ricoperta era di 24 cm².

I provini sono stati ricoperti adottando un bond coat di polvere di Al-12%Si con spessore medio di 350 µm. L'interlayer consiste invece di una miscela di W e acciaio AISI 316 in composizione gradualmente variabile con spessore medio di 230 µm. Infine è stato spruzzato W puro ottenendo uno spessore totale del rivestimento di circa 3 mm. Le polveri di W avevano una dimensione tra 20 e 35 µm. La deposizione è stata realizzata attraverso i seguenti passaggi:

- strato 1- 100% Al-12%Si;
- strato 2- 50% AISI 316 + 50% W;
- strato 3- 25% AISI 316 + 75% W;
- strato 4- 100% W.

I campioni utilizzati per le analisi con i raggi X sono stati ottenuti tagliando il materiale perpendicolarmente alla superficie libera del rivestimento.

Le misure di diffrazione dei raggi X sono state eseguite a temperature crescenti fino a 460°C in atmosfera di argon mediante una camera Anton Paar HT-16. Gli spettri sono stati registrati usando la radiazione Mo-K α ($\lambda = 0,71 \text{ \AA}$) con scansione passo-passo (passo 2θ di 0.05°, tempo di conteggio 2 s per passo) nell'intervallo angolare 15°-45°. I picchi di precisione delle riflessioni più intense sono stati acquisiti con passo angolare (2θ) di 0.005° e tempo di conteggio di 20 s per passo.

I campioni sono stati posizionati sul portacampioni riscaldante in modo che il fascio dei raggi X colpisse simultaneamente il substrato, l'eventuale interlayer ed il rivestimento di W. Dallo spostamento delle posizioni centrali dei picchi si sono ricavate le deformazioni proporzionali alle tensioni residue nei vari metalli.

Tabella 1 - Parametro di cella a , corrispondente file JCPDS-ICDD, e coefficiente di espansione termica α dei metalli che costituiscono substrato, strato intermedio e rivestimento.

Metallo	Al	Cu	Ni	Fe- α	Fe- γ	W
a (nm)	0.40494	0.36150	0.35238	0.28664	0.35966	0.31648
JCPDS-ICDD file	4-787	4-836	4-850	6-696	33-397	4-806
α [$^{\circ}\text{C}^{-1}$] $\times 10^6$	22.2	16.6	13.0	11.8	15.9	4.3

Table 1 - Cell parameter a , corresponding JCPDS-ICDD file, and thermal expansion coefficient α of metals forming substrate, interlayer and coating.

Fig. 4 - Spettri di diffrazione di W depositato su CuCrZr senza (a) e con interlayer (b). Le barre rappresentano le posizioni a 25 °C dei picchi calcolati.

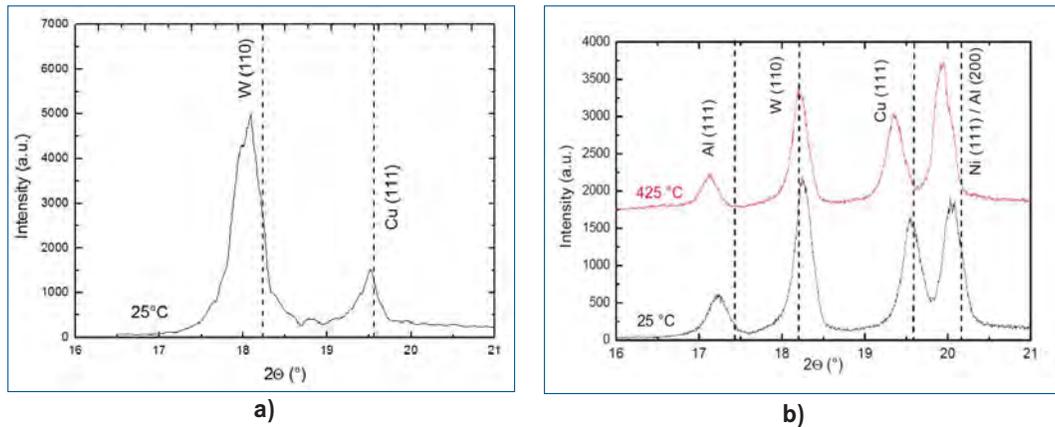


Fig. 4 - XRD spectra of W deposited on CuCrZr without (a) and with interlayer (b). The markers show the calculated peak positions at 25 °C.

	Al				W			
	25 °C		425 °C		25 °C		425 °C	
	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	17.235	17.450	17.135	17.312	18.245	18.236	18.210	18.222
d (nm)	0.2369	0.2338	0.2383	0.2359	0.2239	0.2238	0.2243	0.2242
ϵ	1.3×10^{-2}		1.0×10^{-2}		4.5×10^{-4}		4.5×10^{-4}	
	Cu				Ni			
	25 °C		425 °C		25 °C		425 °C	
	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	19.555	19.558	19.365	19.447	20.070	20.083	19.950	19.997
d (nm)	0.2090	0.2088	0.2111	0.2102	0.2037	0.2034	0.2049	0.2045
ϵ	9.6×10^{-4}		4.3×10^{-3}		1.5×10^{-3}		2.0×10^{-3}	

Tabella 2- Rivestimento di W su CuCrZr con interlayer: posizioni dei picchi sperimentali e calcolati di Al, W, Cu e Ni a 25 °C e 425 °C. Sono anche riportate le corrispondenti distanze interplanari e la deformazione dovuta a tensioni residue.

Table 2 - W coating on CuCrZr with interlayer: experimental and calculated peak positions of Al, W, Cu and Ni at 25 °C and 425 °C. Corresponding interplanar distances and strains due to residual stresses are also reported.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Effetto dell'interlayer

L'effetto di un idoneo interlayer si può comprendere confrontando gli stati tensionali nei provini di W depositato su CuCrZr con e senza interlayer. Per studiare le tensioni residue indotte dal processo di deposizione PS e la loro evoluzione a seguito di riscaldamento, si è focalizzata l'attenzione sulla porzione di spettro da 16° a 21° (2 Θ) perché qui sono presenti i principali picchi dei metalli di substrato, interlayer e rivestimento. In questo intervallo angolare sono state eseguite misure di grande precisione e le posizioni dei picchi sperimentali sono state con-

frontate poi con quelle calcolate prendendo le distanze interplanari d_{hkl} del database JCPDS-ICDD e tenendo conto dell'espansione termica dovuta alla variazione di temperatura. Eq. (1) descrive come il parametro di cella a varia con la temperatura:

$$(1) \quad a = a_0 (1 + \alpha \cdot \Delta T)$$

dove α è il coefficiente di espansione termica (Tabella 1) e ΔT la variazione di temperatura.

In Tabella 1 sono riportati il parametro di cella a , il file JCPDS-ICDD e il coefficiente di espansione termica α dei metalli di substrato, interlayer e rivestimento di tutti i materiali esaminati in questo lavoro. In Fig. 4 sono mostrati

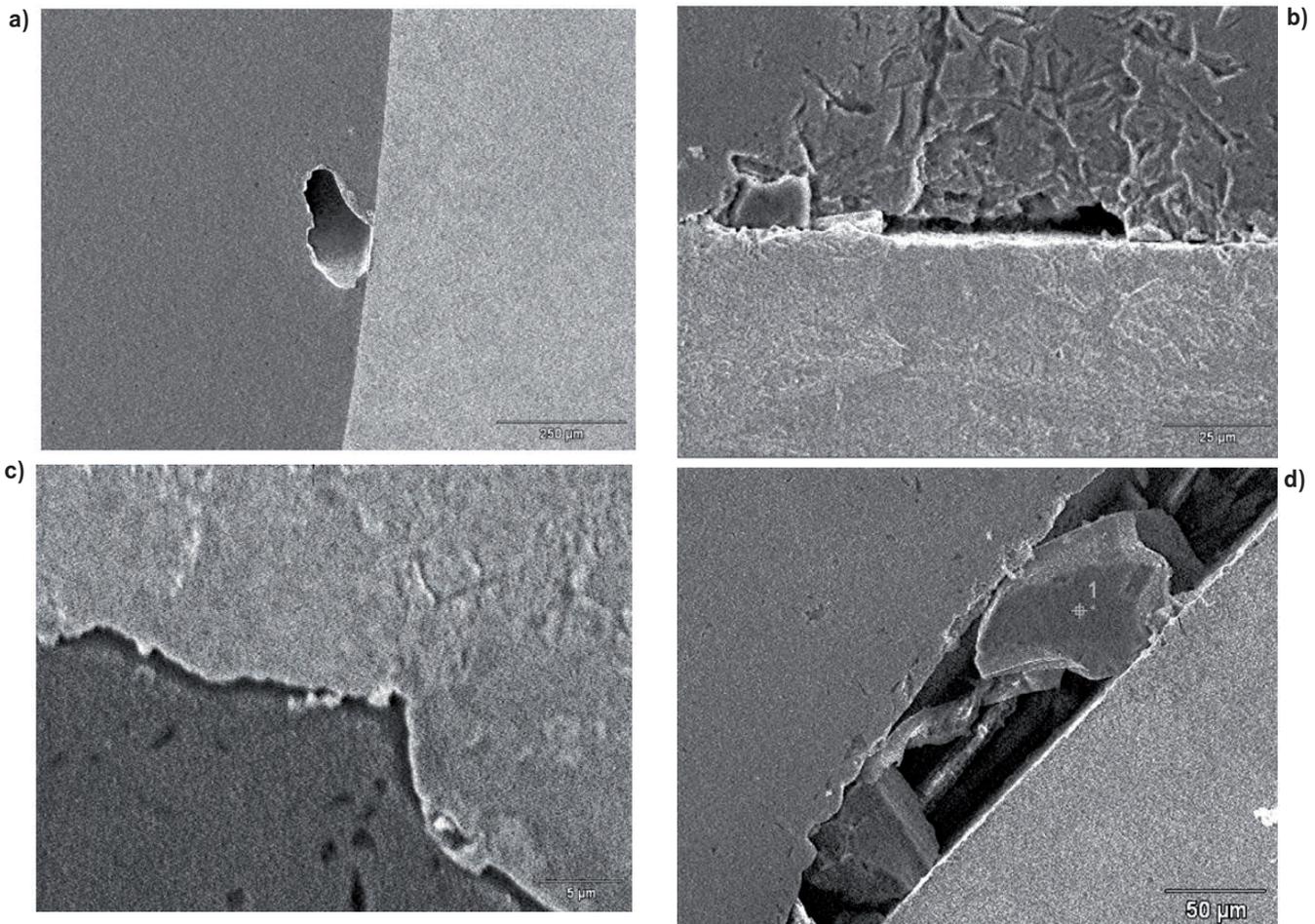


Fig.5 (a-d) - Difetti presenti all'interfaccia del rivestimento di W su CuCrZr senza interlayer.

Fig.5 (a-d) - W on CuCrZr without interlayer: interface defects.

gli spettri dei raggi X per il materiale senza (a) e con interlayer (b).

Si può osservare in Fig. 4 (b) come le posizioni dei picchi di Cu e W a 25 °C di fatto coincidano con quelle calcolate mentre spostamenti significativi interessano i picchi di Al e Ni. Questo significa che le tensioni sono concentrate nello strato intermedio mentre ne sono privi substrato e rivestimento. I picchi di Al e Ni sono spostati verso angoli più bassi quindi c'è uno stato di dilatazione lungo l'asse normale al provino.

Alla temperatura di 425 °C i picchi si spostano verso angoli minori. Per capire se lo spostamento è dovuto, oltre che all'espansione termica, anche ad una variazione delle tensioni residue è necessario confrontare le posizioni dei picchi sperimentali con quelle calcolate in quanto queste ultime tengono conto solo dell'espansione termica. Tabella 2 riassume i risultati del confronto e riporta le deformazioni dovute a tensioni residue determinate come variazioni relative delle distanze interplanari misurate sperimentalmente (d_{Sper}) rispetto a quelle calcolate (d_{Calc}):

$$(2) \quad \epsilon = \frac{d_{Sper} - d_{Calc}}{d_{Calc}}$$

Tabella 2 mostra come la deformazione di Al, sia a 25 °C che a 425 °C, sia circa di 2 ordini di grandezza superiore

a quelle di Cu e W. Anche la deformazione di Ni è superiore.

La deformazione di W è molto bassa (4.5×10^{-4}) a temperatura ambiente e non cambia a seguito del riscaldamento mentre quella di Cu cresce molto poco. Questi risultati indicano chiaramente che l'interfaccia tenera svolge correttamente la sua funzione nell'intervallo di temperatura esaminato.

La situazione è completamente diversa quando non è presente l'interlayer (Fig. 4 a).

Le posizioni dei picchi di W e Cu sono spostate rispetto a quelle calcolate. In Tabella 3 sono riportate le deformazioni: 9.83×10^{-3} per W e 2.87×10^{-3} per Cu. Questi valori sono molto maggiori di quelli determinati in presenza dell'interlayer.

Come mostrato chiaramente in Fig. 5 (a-d), l'interfaccia tra CuCrZr e W presenta inoltre numerosi difetti quali grossi pori (a), cricche estese (b-c), particelle incoerenti all'interno delle cricche (d). Le cricche in particolare si formano durante il raffreddamento per la grande differenza di espansione termica tra rivestimento e substrato. Pertanto si può concludere che l'interlayer è di fondamentale importanza per evitare che la grande differenza di espansione termica tra strato depositato e substrato dia luogo a cricche durante il processo di spruzzatura e a stati di

stress residui nei due metalli. Un'ideale scelta dei metalli e della loro stratificazione nell'interlayer, come quella tra CuCrZr e W, fa sì che questa agisca come un "assorbitore" delle tensioni residue a protezione del W.

	Cu		W	
	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	19.515	19.558	18.075	18.236
d (nm)	0.2094	0.2088	0.2260	0.2238
ϵ	2.87 x 10 ⁻³		9.83 x 10 ⁻³	

Tabella 3 - Rivestimento di W su CuCrZr senza interlayer: posizioni dei picchi sperimentali e calcolati di W e Cu. Sono anche riportate le corrispondenti distanze interplanari e la deformazione dovuta a tensioni residue.

Table 3 - W coating on CuCrZr without interlayer: experimental and calculated peak positions of W and Cu. Corresponding interplanar distances and strains due to residual stresses are also reported.

Effetto del substrato

In Fig. 6 vengono mostrati gli spettri X registrati sul sistema W-AISI 316L a 25, 200 e 400 °C.

Tabella 4 mostra le posizioni dei picchi misurate e calcolate, le corrispondenti distanze interplanari e le deformazioni presenti in W, Fe- γ e Al. Il picco del Si è troppo debole e non è osservabile.

Come già osservato nel W depositato su CuCrZr, anche nel caso dell'acciaio AISI 316 L i metalli di rivestimento,

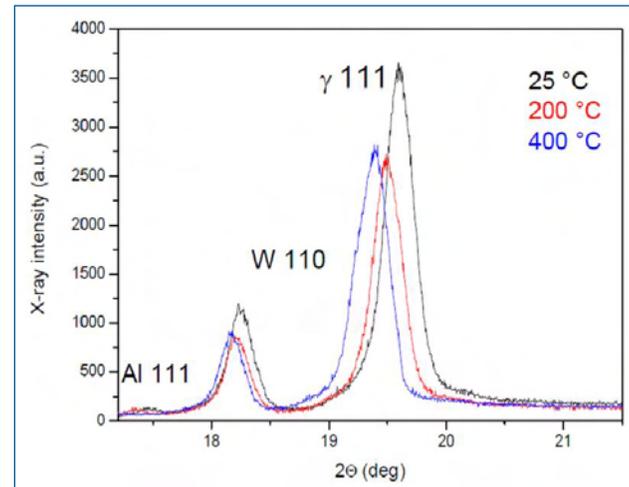


Fig.6 - Spettri di diffrazione di W depositato su AISI 316 L a 25, 200 e 400 °C.

Fig.6 - XRD spectra of W deposited on AISI 316 L recorded at 25, 200 and 400 °C.

interlayer e substrato presentano deformazioni differenti. Tuttavia in questo caso la deformazione del W non è trascurabile e a 400 °C raggiunge un valore di ~ 3 x 10⁻³, cioè circa un ordine di grandezza maggiore di quello del sistema W-CuCrZr (~ 5 x 10⁻⁴). Al contrario la deformazione nell'interlayer contenente Al è molto più bassa (4.28 x 10⁻⁴ vs. 1.3 x 10⁻²).

Questi risultati sono molto interessanti se si considera come avviene il distacco del rivestimento di W in questi sistemi. Le cricche si formano nel W vicino all'interlayer, quindi si propagano con un meccanismo di frattura fragile transgranulare verso il substrato. Il distacco diretto del W dall'inter-

Metallo	Al					
	25 °C		200 °C		400 °C	
T (°C)	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	17.460	17.4678				
d (nm)	0.2339	0.2338	0.2356	0.2347	-	0.2357
ϵ	4.28 x 10 ⁻⁴		3.84 x 10 ⁻³			
Metallo	Fe- γ					
	25 °C		200 °C		400 °C	
T (°C)	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	19.590	19.6874	19.490	19.630	19.390	19.5703
d (nm)	0.2087	0.2076	0.2097	0.2082	0.2108	0.2089
ϵ	5.30 x 10 ⁻³		7.20 x 10 ⁻³		9.10 x 10 ⁻³	
Metallo	W					
	25 °C		200 °C		400 °C	
T (°C)	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	18.240	18.236	18.220	18.2417	18.170	18.2253
d (nm)	0.2240	0.2238	0.2242	0.2239	0.2248	0.2241
ϵ	8.94 x 10 ⁻⁴		1.34 x 10 ⁻³		3.12 x 10 ⁻³	

Tabella 4- Rivestimento di W su AISI 316L: posizioni dei picchi sperimentali e calcolati di Al, Fe- γ e W. Sono anche riportate le corrispondenti distanze interplanari e la deformazione dovuta a tensioni residue.

Table 4 - W coating on AISI 316L: experimental and calculated peaks positions of Al, Fe- γ and W. Corresponding interplanar distances and strains due to residual stresses are also reported.

	Fe- α				W			
	25 °C		460 °C		25 °C		460 °C	
	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc	Sper	Calc
2 Θ	20.105	20.155	19.915	20.073	18.270	18.236	18.235	18.221
d (nm)	0.2034	0.2027	0.2053	0.2037	0.2236	0.2238	0.2240	0.2242
ϵ	3.45 x 10 ⁻³		7.85 x 10 ⁻³		-8.94 x 10 ⁻⁴		-8.92 x 10 ⁻⁴	

Tabella 5 - Rivestimento di W su AISI 420: posizioni dei picchi sperimentali e calcolati di Fe- α e W. Sono anche riportate le corrispondenti distanze interplanari e la deformazione dovuta a tensioni residue.

Table 5 - W coatings on AISI 420: experimental and calculated peaks positions of Fe- α and W. Corresponding interplanar distances and strains due to residual stresses are also reported.

layer ha luogo solo quando molte particelle non fuse di W e molti pori sono presenti all'interfaccia, altrimenti l'origine della frattura parte sempre dal rivestimento di W [15-16]. Studiando il comportamento a frattura del W depositato su substrati di vari acciai Ganne et al. [15] hanno verificato che esiste uno stress critico per la formazione della cricca di 275 \pm 50 MPa a prescindere dallo spessore del rivestimento e dal tipo di substrato. Il valore è in buon accordo con dati precedenti di Harry et al. [17]. Quindi, se si prende per il modulo di Young il valore $E = 82$ GPa [9] si calcola con la legge di Hooke una deformazione critica $\epsilon^* = 3.4 \times 10^{-3}$, valore prossimo a quello determinato mediante misure di diffrazione X a 400 °C.

Queste diverse distribuzioni delle tensioni residue nei due sistemi (W-CuCrZr e W-AISI 316L) corrispondono ad un diverso comportamento meccanico, in particolare nel caso dell'acciaio austenitico il distacco dello strato di W depositato ha luogo con estrema facilità. La stessa operazione di taglio del provino, preparatoria all'esame con i raggi X, ha causato in alcuni casi l'insorgere del danno.

Fig. 7 mostra gli spettri di diffrazione per il sistema W-AISI 420 e la Tabella 5 riassume i dati misurati e calcolati con le deformazioni in Fe- α e W. I picchi di Al e Si erano di intensità troppo bassa e non sono stati rilevati. Gli spettri mostrano due picchi vicini nell'intervallo angolare 18.5°-19.5° dovuti a ossidi che non sono di interesse per questo studio.

Nel sistema W-AISI 420 la deformazione del W è molto bassa e tale rimane anche dopo riscaldamento a 460 °C. La giunzione ha buone caratteristiche microstrutturali, cioè non sono presenti micro-cricche e particelle non fuse, e non ha luogo diffusione a lungo raggio degli elementi depositati [18]. La giunzione mostra inoltre una buona adesione e tenuta meccanica.

CONCLUSIONI

Il lavoro ha esaminato mediante diffrazione dei raggi X, con prove anche in temperatura, diversi casi di deposizione del W su substrati di interesse fusionistico. Dai risultati si possono trarre le seguenti conclusioni di ordine generale.

- 1 - L'interfacciamento diretto del W con un altro metallo non garantisce una giunzione resistente, come dimostrato dal confronto tra la deposizione su CuCrZr con e senza interlayer.
- 2 - Un buon comportamento termo-meccanico della giun-

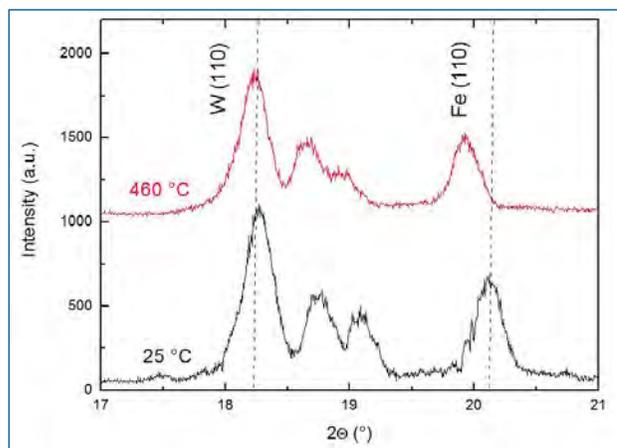


Fig. 7 - Spettri di diffrazione del rivestimento di W su AISI 420 a 25 °C e 460 °C. Le barre rappresentano le posizioni a 25 °C dei picchi calcolati.

Fig. 7- XRD spectra of W coatings on AISI 420 at 25 °C and 460 °C. The markers show the calculated peaks positions at 25 °C.

zione richiede l'interposizione di una stratificazione di altri metalli opportunamente scelti in modo da concentrare le tensioni elastiche nell'interlayer proteggendo così lo strato di W depositato.

- 3 - La scelta dei metalli che compongono l'interlayer dipende dal substrato specifico su cui viene fatta la deposizione. Il diverso comportamento dei due acciai esaminati ne è una chiara dimostrazione.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano il Sig. Benedetto Iacovone e il Sig. Piero Plini del Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università di Roma - Tor Vergata per la preparazione meccanica dei provini.

BIBLIOGRAFIA

- 1) B. RICCARDI, A. PIZZUTO, L. BERTAMINI, M. DIOTALEVI, G. VIEDIER, Atti del 16th IEEE/NPSS Symposium on Fusion Engineering, San Diego, USA (1997), p. 910.
- 2) B. RICCARDI, A. PIZZUTO, A. ORSINI, S. LIBERA, E.

- VISCA, L. BERTAMINI, F. CASADEI, E. SEVERINI, R. MONTANARI, R. VESPRINI, P. VARONE, G. FILACCHIONI, N. LITUNOVSKY, *Fusion Technology* (1998), p. 223.
- 3) M. ROEDIG, W. KUEHNLEIN, J. LINKE, M. MEROLA, E. RIGAL, B. SCHEDLER, E. VISCA, *Fusion Engineering Design* **61-62** (2002), p. 135.
 - 4) H. BOLT, V. BARABASH, W. KRAUSS, J. LINKE, R. NEU, S. SUZUKI, N. NYOSHIDA, *Journal of Nuclear Materials*, **329-333** (2004), p. 66.
 - 5) M. LIPA, A. DUROCHER, R. TIVEY, TH. HUBER, B. SCHEDLER, J. WEIGERT, *Fusion Engineering Design*, **469** (2005), p. 75.
 - 6) I. UYTENDHOUWEN, M. DECRETON, T. HIRAI, J. LINKE, G. PINTSUK, G. VAN OOST., *Journal of Nuclear Materials*, **365** (2007), p. 1099.
 - 7) H. MAIER, T. HIRAI, M. RUBEL, R. NEU, PH. MERTENS, H. GREUNER, CH. HOPF, G.F. MATTHEWS, O. NEUBAUER, G. PIAZZA, E. GAUTHIER, J. LIKONEN, R. MITTEAU, G. MADDALUNO, B. RICCARDI, V. PHILIPPS, C. RUSSET, C.P. LUNGU, I. UYTENDHOUWEN and JET EFDA contributors, *Nuclear Fusion*, **47** (2007), p. 222.
 - 8) A. HERRMANN, H. GREUNER, J.C. FUCHS, P. DE MARNÉ, R. NEU and ASDEX Upgrade team, *Physica Scripta*, **T138** (2009), 014059.
 - 9) B. RICCARDI, R. MONTANARI, M. CASADEI, G. CO-STANZA, G. FILACCHIONI, A. MORIANI, *Journal of Nuclear Materials*, **352** (2006), p. 29.
 - 10) R. MONTANARI, B. RICCARDI, R. VOLTERRI, L. BERTAMINI, *Materials Letters* **52** (2002), p. 100.
 - 11) S. KACIULIS, A. MEZZI, R. MONTANARI, N. UCCIARDELLO, R. VOLTERRI, *Surface and Interface Analysis*, **42** (2010), p. 1197.
 - 12) F.L. CHONG, J.L. CHEN, J.G. LI, *Journal of Nuclear Materials*, **363-365** (2007), p. 1201.
 - 13) J.H. YOU, T. HÖSCHEN, S. LINDIG, *Journal of Nuclear Materials*, **348** (2006), p. 94.
 - 14) A.D. IVANOV, A.K. NIKOLAEV, G.M. KALININ, M.E. RODIN, *Journal of Nuclear Materials*, **673** (2002), p. 307.
 - 15) T. GANNE, J. CRÉPIN, S. SERROR, A. ZAOUI, *Acta Materialia*, **50** (2002), p. 4149.
 - 16) Y. YAHIRO, M. MITSUHARA, K. TOKUNAKGA, N. YOSHIDA, T. HIRAI, K. EZATO, S. SUZUKI, M. AKIBA, H. NAKASHIMA, *Journal of Nuclear Materials*, **386-388** (2009), p. 784.
 - 17) E. HARRY, A. ROUZAUD, M. IGNAT, P. JULIET, *Thin Solid Films*, **332** (1998), p. 195.
 - 18) S.K. BALIJEPALLI, S. KACIULIS, G. MADDALUNO, R. MONTANARI, *Surface and Interface Analysis*, Published online in Wiley Online Library (wileyonlinelibrary.com) DOI 10.1002/sia.5388.

Residual stresses in tungsten deposited by plasma spraying: effect of substrate and processing methods

Keywords: Nuclear fusion reactors - W coatings - CuCrZr alloy - AISI 316L - Plasma spray - X-Ray Diffraction.

Owing to its high melting point, favourable thermo-mechanical properties and good thermal conductivity tungsten is a candidate material for the divertor armour of the international thermonuclear experimental reactor (ITER) [1-6]. W thin coatings on CFC and graphite substrates have been already used in JET [7] and ASDEX-U [8] tokamaks. However, its high elastic modulus, high brittleness and the high thermal expansion mismatch (e.g. $\alpha_{Cu} \approx 4 \alpha_W$ and $\alpha_{Fe-\alpha} \approx 3 \alpha_W$) make the joining of W with other metals really challenging.

This paper reports results of an experimental campaign carried out for investigating W thick coatings on different metal substrates. For realizing the joints, plasma spray (PS) technique has been used for its simplicity, possibility to cover complex extended surfaces and relatively low cost.

Particular attention was paid to study the effect of different substrates and a suitable interlayer on residual stresses in W. Residual stresses were measured by X-ray diffraction at room temperature and high temperature.

Deposition of W coatings has been performed on 3 different substrates: CuCrZr alloy (with and without interlayer), austenitic steel AISI 316 L, and martensitic steel AISI 420.

The CuCrZr alloy has been used in the past as structural material for actively cooled plasma facing components of nuclear reactors (Tore Supra and JET) and selected as heat sink material for divertor parts of ITER [5]. It was possible to manufacture mock-ups for ITER by depositing up to 5mm-thick W coatings on tubular substrates of CuCrZr, which were able to sustain a remarkable number of thermal fatigue cycles under high heat flux (up to 5 MW/m²) [1-2]. The microstructural and mechanical properties of this coating were extensively investigated and the results demonstrated its good characteristics [9-11]. Similar promising results have been obtained also by Chong et al [12].

For reactors like DEMO, the cooling tubes made of copper based alloys could not be used because of the high neutron fluence, so it is necessary to realize W coatings on tubes made of steel [13-14].

In order to determine residual stresses induced by PS process and the effect of increasing temperature, for each sample, XRD peak profiles have been recorded in the 2 θ angular range 16°- 21°. The spacings d_{hkl} measured from the

most intense reflections have been compared to the values d_{Calc} calculated taking into account the values reported in JCPDS-ICDD database and the thermal expansion:

$$(1) \quad a = a_0 (1 + \alpha \cdot \Delta T)$$

The strain ε was then obtained by the equation:

$$(2) \quad \varepsilon = \frac{d_{Sper} - d_{Calc}}{d_{Calc}}$$

The tests on the W-CuCrZr system with and without interlayer evidenced the fundamental importance of the interlayer. If there is the interlayer the residual stresses are present only in the interlayer. On the contrary, stresses are present in W and many defects like cracks and pores arise as a consequence of the different thermal expansion of the metals during cooling.

The tests on W deposited on steels evidenced that metals forming the interlayer and layering must be chosen with care. In the case of the W-AISI 316 L system the strain of W coating is not negligible reaching a value of $\sim 3 \times 10^{-3}$ after heating whereas the strain of Al interlayer is low.

In W-AISI 420 system the strain value for W is very low also after heating up to 460 °C. The joining exhibits good adhesion and microstructural characteristics.

From XRD tests performed on different W joints it is evident the importance of an appropriate interlayer for a good adhesion between W coatings and substrates. The quality of joints critically depends on the interlayer stratification in order to protect the W coating and concentrate residual stresses in the interlayer.