



# I Congresso Geral de Energia Nuclear

Rio de Janeiro, 17 a 20 de Março de 1986

## ANAIS - PROCEEDINGS

### INFLUÊNCIA DO RECOZIMENTO À VÁCUO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO NIÓBIO POLICRISTALINO ULTRAPURO COM E SEM IRRADIAÇÃO NEUTRÔNICA

Waldemar Alfredo Monteiro  
Arnaldo H. Paes de Andrade

Departamento de Metalurgia Nuclear  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares  
CNEN/SP - São Paulo

#### SUMÁRIO

Amostras de Nióbio elaboradas por meio de fusão por feixe eletrônico e laminadas a frio a 96% de redução foram recozidas à 1150°C por 2 horas, em dois tipos de vácuo (melhor que 10<sup>-5</sup> torr): vácuo estático (amostras foram tratadas em cápsulas de quartzo sob vácuo e seladas), vácuo dinâmico (amostras foram tratadas em sistema que dispõe de vácuo contínuo). O tamanho de grão foi cerca de 6 μm. Parte destas amostras foi irradiada com neutrons rápidos (E ≥ 0,1 MeV) a 140°C a uma fluência de 1,3 x 10<sup>18</sup> neutrons/cm<sup>2</sup>. As propriedades mecânicas dos 5 lotes de amostras do nióbio foram comparadas: (a) só laminado, (b) laminado, recozido em vácuo estático (b') laminado, recozido em vácuo estático e irradiado, (c) laminado, recozido em vácuo dinâmico (c') laminado, recozido em vácuo dinâmico e irradiado.

Os ensaios de tração foram efetuados em corpos de prova do tipo "sub-size" e a subestrutura de discordâncias foi observada por microscopia eletrônica de transmissão. Os resultados obtidos indicam que o tipo de vácuo empregado tem uma influência marcante na resistência mecânica do material recozido. O material tratado em vácuo estático é mais "duro" que aquele tratado em vácuo dinâmico. O comportamento no encruamento porém não é afetado.

A contribuição da baixa dose de irradiação neutrônica é de um pequeno aumento na resistência mecânica dos materiais recozidos.

Os resultados obtidos podem ser explicados pelo efeito que impurezas do tipo intersticiais, principalmente oxigênio e nitrogênio, tem nas propriedades dos metais refratários.

#### ABSTRACT

Electron beam melted Niobium specimens, 96% reduction in area by rolling were annealed at 1150°C for 2 hours in two kinds of vacuum atmospheres, static and dynamic vacuum. In the treatment in static vacuum the specimens are sealed under vacuum in quartz capsules. In dynamic vacuum the specimens are treated in a continuum operation vacuum system. Both vacuum are better than 10<sup>-5</sup> torr. Grain size after treatment was about 6 μm. Some of these specimens were irradiated with fast neutrons (E ≥ 0,1 MeV) at 140°C to a fluence of 1.3 x 10<sup>18</sup> n/cm<sup>2</sup>. The mechanical properties of 5 lots were compared (a) the original cold-rolled state (b) cold-rolled annealed in static vacuum (b') cold-rolled annealed in static vacuum and irradiated, (c) cold-rolled, annealed in dynamic vacuum (c') cold-rolled, annealed in dynamic vacuum and irradiated. Tensile tests were done in sub-size specimens. The results indicates that the type of vacuum atmosphere has a strong influences in the strength of the annealed material. The work-hardening behavior is not affected. The low-dose neutron irradiation results in a small increase in the strength of the annealed material. The results can be explained by the effect that interstitial impurities (O and N) have on the properties of refractory metals.

## 1. INTRODUÇÃO

O comportamento mecânico sob irradiação neutrônica do nióbio e de suas ligas tem sido estudado nos últimos 25 anos (1). O grande interesse nesse material é a sua resistência mecânica em temperaturas elevadas e boa ductilidade a temperaturas baixas. Isto tem incentivado o seu uso na indústria nuclear como material estrutural em aceleradores de partículas (TOKAMAK, por exemplo) bem como na indústria aeroespacial. O nióbio também apresenta uma baixa seção de choque de absorção de neutrons.

Os comportamentos supra citados sofrem uma influência adicional (efeito sinérgico) quando da presença de átomos de impureza intersticiais (C, H, O, N) no material (2) figura 1.

O efeito da irradiação é o de endurecer o material, com a grandeza do aumento sendo dependente da temperatura de irradiação e da fluência neutrônica. Acompanhando esse aumento em resistência, ocorre uma perda apreciável na ductilidade (3).

O objetivo do presente trabalho é o de apresentar novos aspectos ao comportamento acima mencionado, além do fato de se estudar um material de interesse nuclear que existe de forma abundante no Brasil (19 em reservas naturais no ocidente).

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

Foram utilizadas barras de nióbio de alta pureza ("electron beam melted"), apresentando teores de átomos intersticiais de 50 ppm de oxigênio, 25 ppm de carbono, 15 ppm de nitrogênio e 15 ppm de hidrogênio (4). Este material (diâmetro inicial = 6,5 mm) foi laminado a frio, em passes sucessivos, até 250  $\mu$ m, tendo ao final 96% de redução em área. Destas tiras metálicas foram estampados corpos de prova de tração de tamanho reduzido. Alguns corpos de prova foram recozidos a 1150°C por duas horas ou em vácuo dinâmico ou em vácuo estático (pressão menor que  $10^{-5}$  torr). Parte destes dois lotes foi então irradiada, com um fluxo de neutrons rápidos (energia maior que 0,1 MeV) de  $8 \times 10^{12}$  n/cm<sup>2</sup>.s, tendo ao final uma fluência total de  $13 \times 10^{18}$  n/cm<sup>2</sup>, na piscina do reator IEAR-1 do IPEN/SP (a temperatura de irradiação, devido ao aquecimento por raios  $\gamma$  foi de 140°C). Os corpos de prova foram ensaiados em uma máquina universal de ensaios e a análise microestrutural das amostras tracionadas foi feita por microscopia eletrônica de transmissão.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela 1 apresenta os valores do limite de escoamento, limite de resistência, alongamento plástico e expoente de encruamento obtidos das curvas tensão-deformação dos ensaios realizados (figura 2). Nos ensaios com nióbio só laminado, observa-se a maior resistência mecânica encontrada, isto é devido à presença inicial de uma rede de células de discordâncias no material e que tem um papel primordial no comportamento da deformação em tração além da presença de impurezas intersticiais ( curva a).

No nióbio laminado e recozido, quer seja em vácuo dinâmico ou vácuo estático, observa-se um apreciável ponto de escoamento que está relacionado com a interação das discordâncias presentes com as segregações de impurezas intersticiais. Observa-se um limite de resistência bem maior para os CPs de nióbio recozidos em vácuo estático, o que evidencia uma quantidade maior de impurezas intersticiais presentes no material introduzidas durante o recozimento. Temos então uma resistência mecânica maior no material recozido sob vácuo estático embora o comportamento de encruamento não seja afetado (figura 2, curvas b e c).

A contribuição da baixa dose de irradiação com neutrons rápidos nas propriedades mecânicas do material recozido é de um pequeno aumento na sua resistência mecânica.

A figura 3 apresenta uma área do material só laminado e deformado por tração, observa-se um grande emaranhado de discordâncias e em algumas regiões pode-se identificar células presentes. A figura 4 apresenta uma região do material laminado e recozido em vácuo estático deformado por tração. Há formação de estrutura celular intensa (diâmetro  $\sim 0,4 \mu\text{m}$ ), dentro de um grão. As células apresentam no seu interior uma rede de discordâncias interagindo com inúmeros aglomerados de defeitos (em grande parte de impurezas intersticiais). A figura 5 mostra uma região do material laminado, recozido em vácuo dinâmico e deformado por tração, vê-se uma rede celular que não tem um número tão elevado de discordâncias nem tampouco de aglomerados de defeitos.

A análise microestrutural evidencia também um engrossamento acentuado dos contornos de grão do material recozido e uma grande interação destes com discordâncias durante os processos de escorregamento. Com os dados obtidos nos ensaios mecânicos e com as observações microestruturais realizadas podemos concluir que o baixo encruamento do material recozido não é muito afetado nem pelo tipo de vácuo nem pela irradiação.

#### 4. BIBLIOGRAFIA

- (1) STUART, H., ed. - Niobium, Proceedings of the International Symposium, The Metallurgical Society of AIME, U.S.A., 1984.
- (2) MAKSIMOVICH, G.G. et al. - Influence of residual gas pressure in annealing on the properties of niobium and its alloys. In: Soviet Materials Science 18 (3): 257-261, Jun. 1982.
- (3) MAKIN, M.J. e MINTER, F.J. - The Mechanical Properties of Irradiated Niobium In: Acta Metallurgica, 7: 361-366, Jun. 1959
- (4) FOTEDAR, H.L. e MONTEIRO, W.A. - Effect of fast Neutron Irradiation on the recovery and recrystallization of Niobium. In: Journal of Nuclear Materials, 67\_ 24-32, Jun/July 1977.

TABELA 1. Parâmetros Mecânicos Convencionais

C.P.	L.R. (kgf/mm <sup>2</sup> )	L.E. (kgf/mm <sup>2</sup> )	EXPOENTE DE ENCRUAMENTO, n	ALONGAMENTO PLÁSTICO, (%)
a	67,2	56,2	0,070	3,0
b	43,8	36,4	0,072	14,3
b'	45,2	39,5	0,058	14,4
c	25,6	20,7	0,080	19,2
c'	30,4	25,9	0,085	15,4

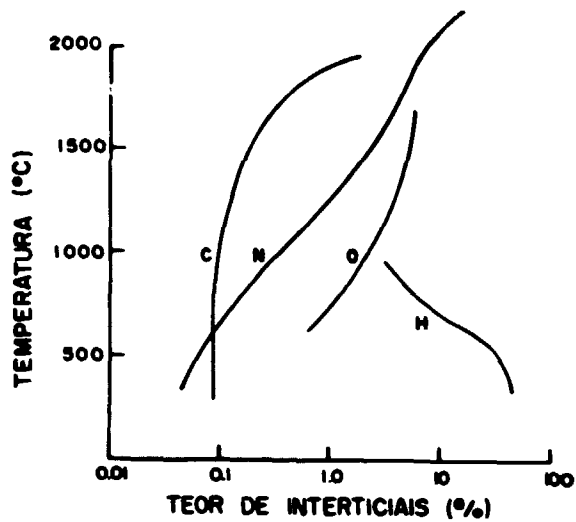


Figura 1 - Solubilidade de elementos intersticiais em nióbio em função da temperatura.

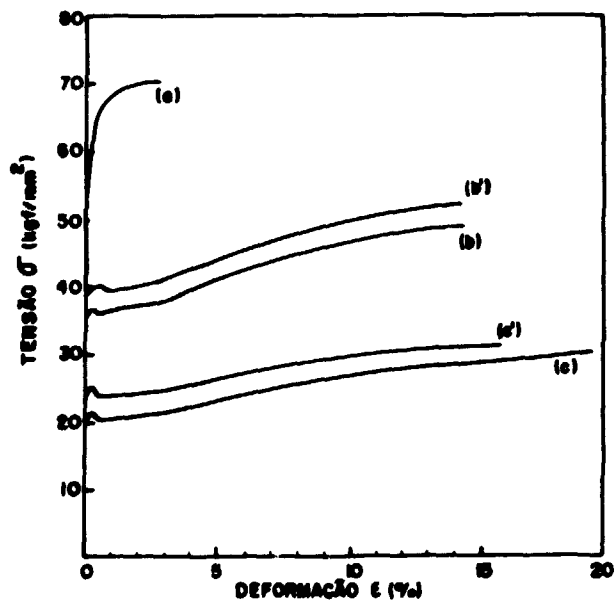


Figura 2 - Curvas tensão x deformação do nióbio. (a) só laminado, (b) laminado, recozido em vácuo estático, (b') laminado, recozido em vácuo estático e irradiado, (c) laminado, recozido em vácuo dinâmico, (c') laminado, recozido em vácuo dinâmico e irradiado.



Figura 3 - Material (a); aumento 20.000 X.



Figura 4 - Material (b); aumento 25.000 X.

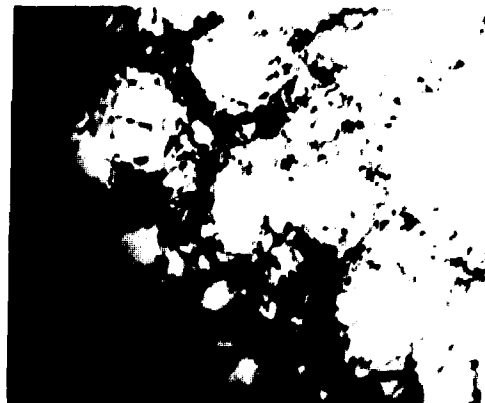


Figura 5 - Material (c); aumento 30.000 X.