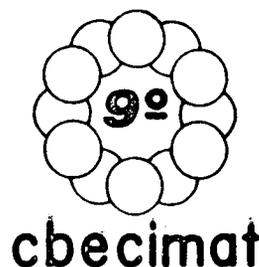




COMPORTAMENTO DA PERMEABILIDADE MAGNÉTICA INICIAL
DA LIGA FeNi IRRADIADA COM NÊUTRONS



Valdir Sciani
Georgi Lucki
Adelina Miranda
Comissão Nacional de Energia Nuclear
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares



SUMÁRIO

O comportamento da permeabilidade magnética inicial da liga FeNi (50-50% at.) foi caracterizado a partir de recozimentos lineares efetuados antes e depois da irradiação com nêutrons rápidos, utilizando diferentes frequências do campo magnético aplicado. Verificou-se na liga irradiada uma redução marcante na permeabilidade inicial bem como a aniquilação gradativa dos defeitos criados pela irradiação após sucessivos recozimentos lineares. A irradiação provocou um aumento da microdureza devido às lacunas criadas que foram aniquiladas com recozimentos em temperaturas entre 400 e 500°C.

INTRODUÇÃO

Ligas metálicas comumente utilizadas como materiais estruturais em reatores nucleares são expostas a altas fluências de nêutrons. A interação de um nêutron com a rede cristalina destes materiais estruturais ocasiona deslocamentos dos átomos de suas posições da rede e produz elementos diferentes ao da matriz cristalina através de reações de transmutação nuclear. Estas duas interações elementares entre o nêutron incidente e os átomos da rede são as responsáveis pelos danos de radiação observados macroscopicamente, que implicam na falha prematura do material.

Neste contexto, o objetivo do presente trabalho é caracterizar o comportamento da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares da liga FeNi irradiada com nêutrons utilizando-se diferentes frequências do campo magnético aplicado e utilizar esta caracterização para visualizar a aniquilação dos defeitos criados pela irradiação neutrônica. Evidências adicionais obtidas através de microdureza complementam esta visualização.

PARTE EXPERIMENTAL

As amostras utilizadas no presente trabalho possuem composição nominal FeNi (50-50% at.) e foram submetidas a um tratamento térmico inicial a 800°C durante uma hora em atmosfera de hidrogênio, seguido de um resfriamento lento no forno.

As amostras foram divididas em dois conjuntos:

- a) amostras de controle, não irradiadas e
- b) amostras irradiadas com nêutrons rápidos (E=1 MeV) no reator IEA-R1 a um fluxo integrado de $1 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$.

Com os dois conjuntos foram efetuadas medidas de permeabilidade magnética inicial e microdureza.

Para as medidas da permeabilidade magnética inicial foram utilizadas amostras de formato toroidal, com 0,5 mm de espessura, diâmetro externo de 17,4 mm e interno de 11 mm, onde foram feitos dois enrolamentos com 45 espiras cada. Pelo enrolamento primário do toróide foi injetada uma corrente elétrica alternada, com frequência no intervalo entre 35 Hz e 15 kHz, produzindo um campo magnético na amostra de 9,5 mOe.

Para cada frequência, acompanhou-se, com um amplificador do tipo lock in, a permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares entre a temperatura ambiente e 530°C a uma taxa de aquecimento de 0,4°C/s. A temperatura foi determinada por um termopar de NiCr-Ni, colocado em contato térmico com a amostra. Os recozimentos foram feitos em atmosfera de argônio. Detalhes experimentais adicionais podem ser vistos na ref. [1].

Para as medidas de microdureza foi utilizado um microscópio Zeiss com microdureza Vickers. As amostras possuíam formato retangular com aproximadamente 2,5 x 3,0 mm² e 0,5 mm de espessura. As medidas de microdureza foram feitas com cargas de 20, 25 e 30 gf. Antes das medições as amostras foram submetidas a um recozimento isotérmico (cada amostra a uma temperatura diferente) durante duas horas em vácuo dinâmico de 10⁻⁵ Torr no intervalo de temperatura entre a temperatura ambiente e 1.000°C. Cada resultado de microdureza apresentado representa uma média de 15 medições.

RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

Na figura 1 as curvas cheias representam a permeabilidade magnética inicial em função da temperatura durante recozimentos lineares para diferentes frequências do campo magnético alternado aplicado. Para maior clareza, na figura foram colocadas somente frequências até 500 Hz. Nota-se que, para uma determinada temperatura, a permeabilidade cresce com o aumento da frequência. Em todas as curvas a permeabilidade inicial cresce com o aumento da temperatura, possui um valor máximo antes da Temperatura de Curie e então diminui rapidamente a um valor próximo de zero (efeito Hopkinson). A Temperatura de Curie obtida foi de (505±3)°C, indicando que a frequência do campo não altera o intervalo ferromagnético da liga. As curvas tracejadas correspondem a um melhor ajuste, a partir das curvas experimentais, sendo representadas, para cada temperatura T, pela equação.

$$\mu_o^T(f_2) = \frac{f_2}{f_1} \mu_o^T(f_1) \quad (1)$$

onde $\mu_o^T(f_2)$ e $\mu_o^T(f_1)$ representa o valor da permeabilidade inicial em uma temperatura T, para frequências f_2 e f_1 , respectivamente.

Em 350 Hz existe um pequeno desvio, sendo este mais acentuado em 500 Hz.

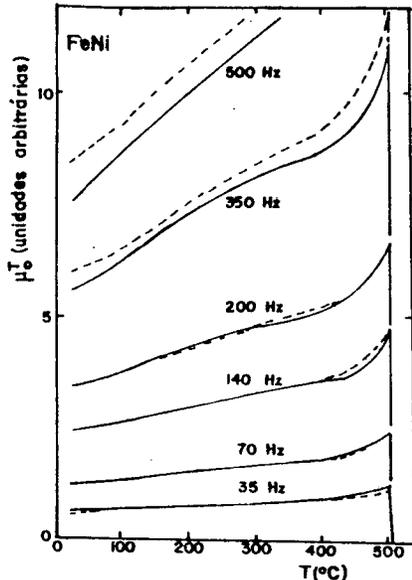


Fig. 1. Permeabilidade magnética inicial em função da temperatura para diversas frequências do campo aplicado. As curvas tracejadas representam um ajuste, conforme a equação (1).

A determinação do ponto em que se inicia este desvio pode ser feita analisando os valores máximos da permeabilidade inicial, μ_0^m , em função da frequência, conforme mostrado na figura 2. Para frequências menores que 220 Hz obtve-

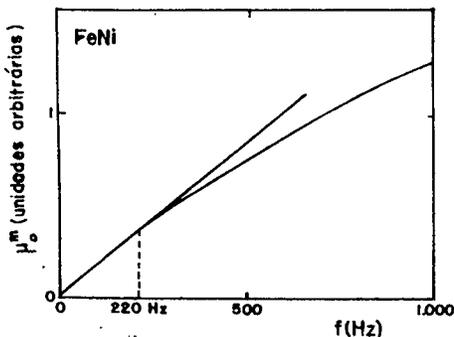


Fig. 2. Valores máximos da permeabilidade magnética inicial em função do campo aplicado para a liga não irradiada.

se uma dependência linear entre os valores máximos da permeabilidade inicial e a frequência do campo, ou seja, neste intervalo, para μ_0^m também aplica-se a equação (1). Assim, no intervalo ferromagnético da liga, para $f \leq 220$ Hz, existe uma relação linear entre o valor da permeabilidade inicial e a frequência do campo aplicado. A adição de 0,1% at. Cr faz este limite cair para 130 Hz [1].

Na figura 3 podem ser vistas curvas da permeabilidade inicial em função da temperatura durante uma série de recozimentos lineares efetuados após a irradiação com nêutrons rápidos com fluxo integrado de $1 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$, onde foi utilizada uma frequência de 35 Hz para o campo aplicado. Na curva (1), correspondente ao primeiro recozimento efetuado após a irra-

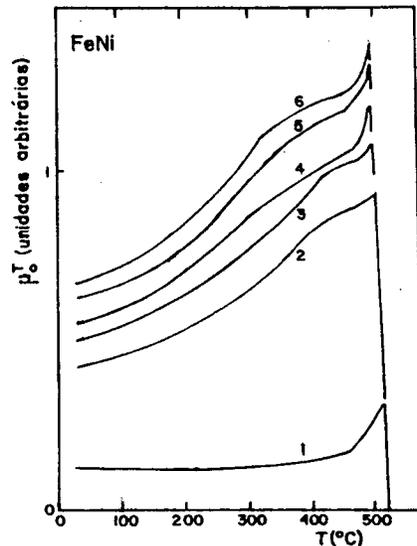


Fig. 3. Permeabilidade magnética inicial em função da temperatura após a irradiação com nêutrons ($\phi t = 1.10^{18} \text{ n/cm}^2$). Os números indicam a ordem dos recozimentos lineares.

dição, nota-se uma redução marcante nos valores da permeabilidade inicial, decorrente da quadratização da curva de histerese provocada pela irradiação. No segundo recozimento verificou-se um aumento nos valores da permeabilidade, o mesmo ocorrendo nos recozimentos subsequentes. A partir do sexto recozimento nenhuma variação significativa foi observada, sendo os valores da permeabilidade comparáveis aos da liga não irradiada. No intervalo de temperatura estudado os defeitos criados pela irradiação neutrônica prevalecem em relação aos criados termicamente: para temperaturas menores que metade da temperatura de fusão existe uma concentração de lacunas produzidas pela irradiação maior que as criadas termicamente, formando uma supersaturação de lacunas induzidas pela radiação [2]. Portanto, durante a série de recozimentos lineares efetuados após a irradiação ocorreu uma aniquilação gradativa das lacunas criadas pela irradiação, com restauração total do estado inicial a partir do sexto recozimento.

Na figura 4 são comparadas curvas de permeabilidade inicial em função da temperatura para diferentes frequências do campo aplicado em ligas não irradiada e após a aniquilação dos defeitos, existindo uma boa concordância em ambos os casos. Outra evidência sobre a aniquilação dos defeitos pode ser vista na figura 5, onde são mostrados os valores máximos da permeabilidade inicial após a aniquilação dos defeitos em função da frequência do campo aplicado. Nota-se que a equação (1) pode ser aplicada para $f \leq 230$ Hz, concordando com $f \leq 220$ Hz encontrado na liga não irradiada.

Medidas de microdureza Vickers, HV, em ligas não irradiadas e irradiadas com nêutrons em função da temperatura do recozimento isotérmico podem ser vistas na figura 6. Pela figura observa-se que a irradiação causa um acréscimo na dureza da liga de ~12%, que pode ser atribuído às lacunas produzidas pela irradiação. Estas lacunas são aniquiladas através de recozimentos entre 400 a 500°C, que pode ser visualizado através do decréscimo nos valores da microdureza até os valores da liga não irradiada.

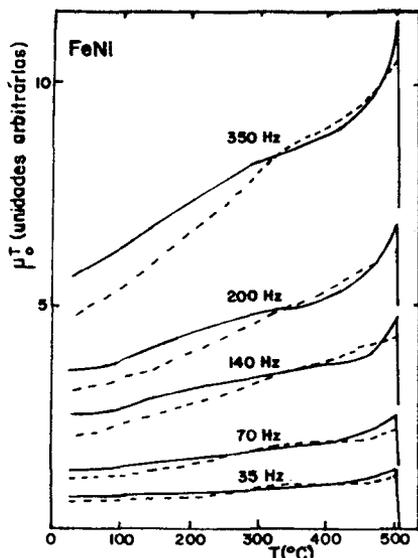


Fig. 4. Permeabilidade magnética inicial em função da temperatura para diferentes frequências.
 — liga não irradiada
 --- liga restaurada, após aniquilação dos defeitos.

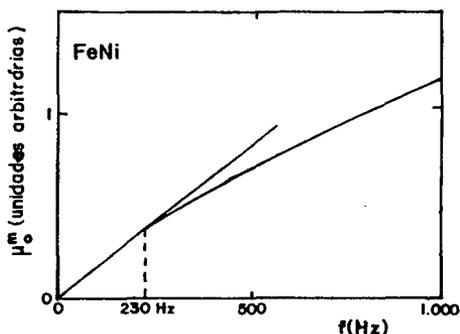


Fig. 5. Valores máximos da permeabilidade de magnética em função da frequência do campo aplicado após a aniquilação dos defeitos produzidos pela irradiação com nêutrons.

Como comparação, este intervalo, no caso do Ni quel, está compreendido entre 350 e 600°C [3].

CONCLUSÕES

Com o presente trabalho, pode-se dizer que em FeNi:

- até 15 kHz a frequência do campo aplicado não altera o intervalo ferromagnético da liga, obtendo-se $T_c = (505 \pm 9)^\circ C$.
- Para frequências menores que 220 Hz, para determinada temperatura T, existe uma relação linear entre a permeabilidade inicial e a frequência do campo aplicado.
- A aniquilação das lacunas produzidas pela irradiação pode ser visualizada acompanhando-se a evolução da permeabilidade inicial durante recozimento lineares.
- A irradiação causa um aumento na microdureza devido as lacunas criadas pela irradiação, que são aniquiladas através de recozimento entre 400 a 500°C.

e) A aniquilação das lacunas produzidas pela irradiação ocorre em um intervalo de temperatura semelhante ao do Níquel.

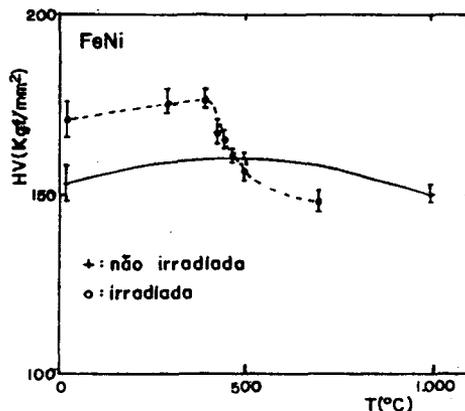


Fig. 6. Microdureza Vickers em função da temperatura do recozimento isotérmico efetuado durante duas horas nas amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons rápidos.

- Sciani, V. e Lucki, G., "Efeito da Variação de Frequência do Campo Aplicado e da Irradiação Neutrônica no Comportamento Magnético das Ligas FeNi e FeNiCr". Trabalho apresentado no 3º Congresso Geral de Energia Nuclear, Rio de Janeiro, 22 a 27 de julho de 1990.
- Sciani, V. and Lucki, G., "Diffusion Enhancement in Fe-Ni Alloy During Fast neutron Irradiation". *Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res.*, v. A280, 1889, pp. 564-567.
- Shriver, B.L. and Richardson, R.E., "The Effects of Neutrons Irradiation on the Microhardness of Nickel and Nickel - Carbon Solid Solution". *J. Nucl. Mater.*, v. 108-109, 1981. pp. 451-455.

SUMMARY

The behavior of the initial magnetic permeability of the FeNi (50-50 at.%) alloy was characterized during linear annealings before and after fast neutron irradiation ($E = 1$ MeV), making use of different frequencies of the applied alternating magnetic field. In the irradiated alloy a remarkable decrease of the initial permeability was observed as well as a gradual annihilation of the radiation-produced defects after successive linear annealings. The radiation simulated an increase in the microhardness due to radiation created vacancies which are annihilated by annealing at temperatures between 400 and 500°C.