

EFEITO DA RADIAÇÃO ELETRÔNICA EM MONOCRISTAIS DE Nb

MAURO P. OTERO

GEORGI LUCKI

Divisão de Danos de Radiação

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP

RESUMO

Neste trabalho estuda-se o efeito da irradiação eletrônica sobre as amostras de Nb monocristalino. Utilizou-se como fonte de irradiação os próprios elétrons do microscópio eletrônico de alta voltagem (MEAV) de Argonne National Laboratory operando a 900 keV. Com experimentos de irradiação e deformação "in-situ", foi possível a observação de discordâncias já existentes na amostra e o efeito dos elétrons sobre as mesmas durante 59 minutos de irradiação. Uma deformação aplicada em seguida, destacou as diferenças nos comportamentos de discordâncias da região irradiada e da região não irradiada. As discordâncias da região irradiada permaneceram imóveis enquanto aquelas da região não irradiada apresentaram um movimento ao longo dos planos de deslizamento do tipo $\{101\}$. Determinou-se também a taxa de crescimento de anéis de discordâncias que apareceram em consequência da irradiação eletrônica.

INTRODUÇÃO

Uma das características mais importante a ser considerada num projeto de instalação nuclear é o comportamento dos materiais nucleares diante de solicitações mecânicas. Tensões mecânicas podem ser produzidas pela expansão dos materiais devido ao ambiente de alta temperatura e pressões. Aliando-se a esses parâmetros físicos há que se considerar os efeitos de danos de radiação que tanto podem melhorar como piorar a qualidade do material [1]. Além disso se devem levar em consideração as propriedades de absorção de nêutrons para os materiais a serem empregados como encausamento de combustíveis e nas paredes de proteção interna do reator. Devido aos problemas de danos de radiação e de eficiência dos elementos combustíveis, os materiais mais apropriados são os que apresentam baixa seção de choque.

Uma outra fonte de energia em estudos é o reator de fusão nuclear. As pesquisas estão sendo feitas no sentido de tornar aproveitável a energia resultante dos processos de fusão nuclear. Como a temperatura necessária para dar o início à fusão é extremamente alta,

a melhor, até o momento, é a de manter o plasma em flutuação por meio de campos magnéticos. A "primeira parede" de um reator de fusão, é a aquela que está mais próxima do plasma. Assim o material da primeira parede precisa ter um alto ponto de fusão e ser bom condutor de calor e boas características mecânicas. Entre muitos metais e ligas metálicas em estudos para tais propósitos, há o metal refratário chamado Nióbio (Nb). Ele tem um alto ponto de fusão (2.458°C), boa resistência a ataques químicos, boa condução térmica e uma seção de choque de absorção de nêutrons relativamente baixa.

O objetivo deste trabalho é dar uma contribuição para o conhecimento dos efeitos da irradiação neutrônica e eletrônica nas propriedades mecânicas do Nb.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Utilizando-se de um forno de fusão por zona foi crescido Nb monocristalino em forma de varetas de 6,3 mm de diâmetro com uma orientação axial paralela à direção [941] do triângulo de projeção estereográfica. Esta orientação foi escolhida devido às respostas de endurecimento e escoamento para uma aplicação de tensão ao longo da direção [941]. Essas varetas foram seccionadas de tal forma a se ter a superfície mais larga contendo o vetor de Burgers primário ($a/2[11\bar{1}]$) formando um ângulo de 45° com o eixo de tensão. A direção [941] é aquela próxima do centro do triângulo definido por [100] - [110] - [111] na projeção estereográfica. A figura 1 é um esquema da disposição geométrica dos planos cristalográficos da amostra. Foram confeccionadas amostras tanto para deformação na Instron como para deformação "in-situ" no MEAV. A figura 2 ilustra as dimensões dessas amostras. Todas as amostras foram polidas eletroliticamente em solução de $\text{HF} - \text{HNO}_3$ na proporção de 1:4 e, em seguida foram desgaseificadas com relação às impurezas de O_2 , N_2 e C a um vácuo de 10^{-6} torr a 2.200K ($\sim 1.900^{\circ}\text{C}$). Parte das amostras foi irradiada até um fluxo integrado de 5×10^{17} nêutrons/ cm^2 . As deformações na Instron se processaram à uma taxa de deformação de 5×10^{-4} mm/s, enquanto que as "in-situ" no MEAV foram feitas à uma taxa de 2×10^{-4} mm/s.

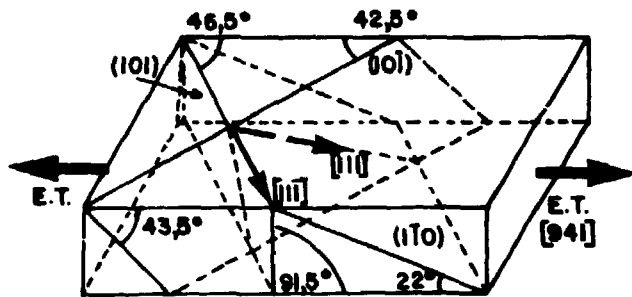


Figura 1. Principais sistemas de deslizamento nas amostras de Nb monocristalino de orientação [941].

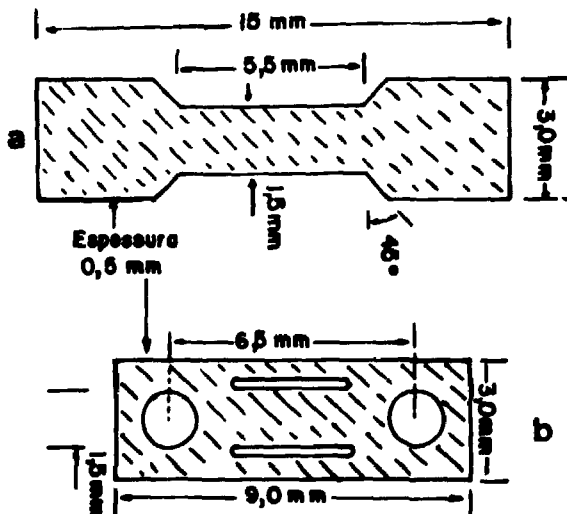


Figura 2. Forma geométrica e dimensões das amostras. (a) amostra para a Instron, (b) amostra para o MEAV.

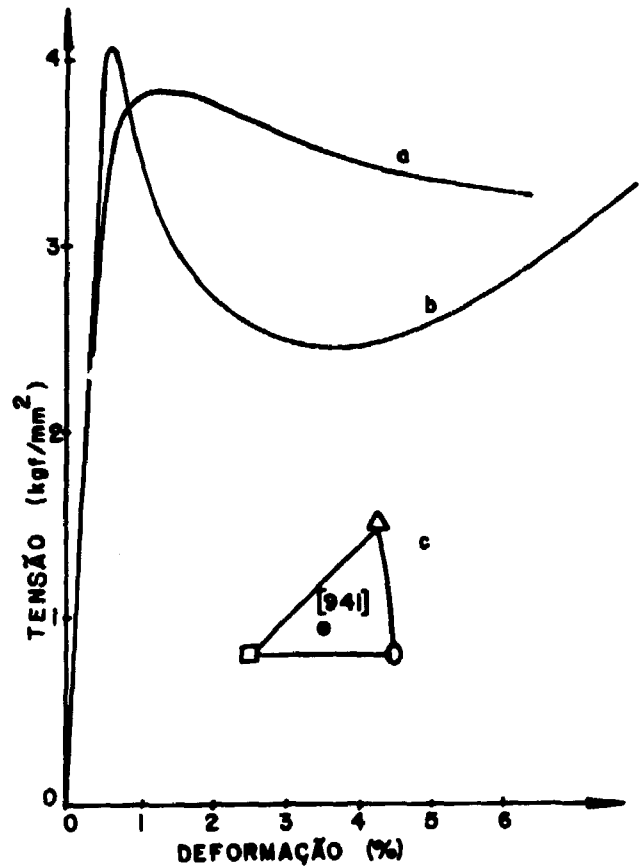


Figura 3. Curvas de Tensão X Deformação para Nb monocristalino. (a) não irradiado, (b) Irradiado a 325K com 5×10^{17} nêutrons/cm² ($E > 0,1$ MeV) e (c) posição do eixo de tensão no triângulo estereográfico.

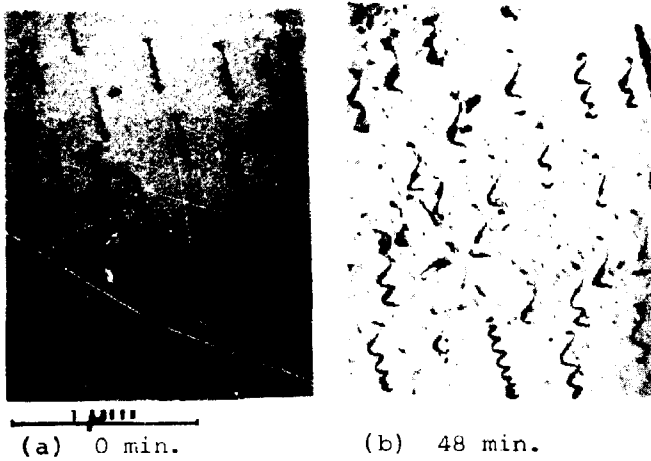
RESULTADOS E DISCUSSÕES

Curvas de tensão-deformação: Instron. As curvas de tensão-deformação para amostras irradiadas e não irradiadas são mostradas na figura 3. Pode-se ver que a irradiação neutrônica aumenta o limite de escoamento (LE) de 3,5 para 4,0 kgf/mm². Um aumento de 14%, portanto. Este mesmo efeito pode ser observado para amostras dopadas com oxigênio, tanto para as orientações [941] como para as orientações [441] [2]. Neste trabalho, deformação do Nb de orientação [941] desgaseificado (~ 10 ppm O₂), pode-se observar nas amostras irradiadas um escoamento na faixa de deformação de 0,2 a 4% seguido de um endurecimento além dos 4% de deformação enquanto que para as amostras não irradiadas, observa-se um escoamento persistente além do limite de escoamento até à fratura.

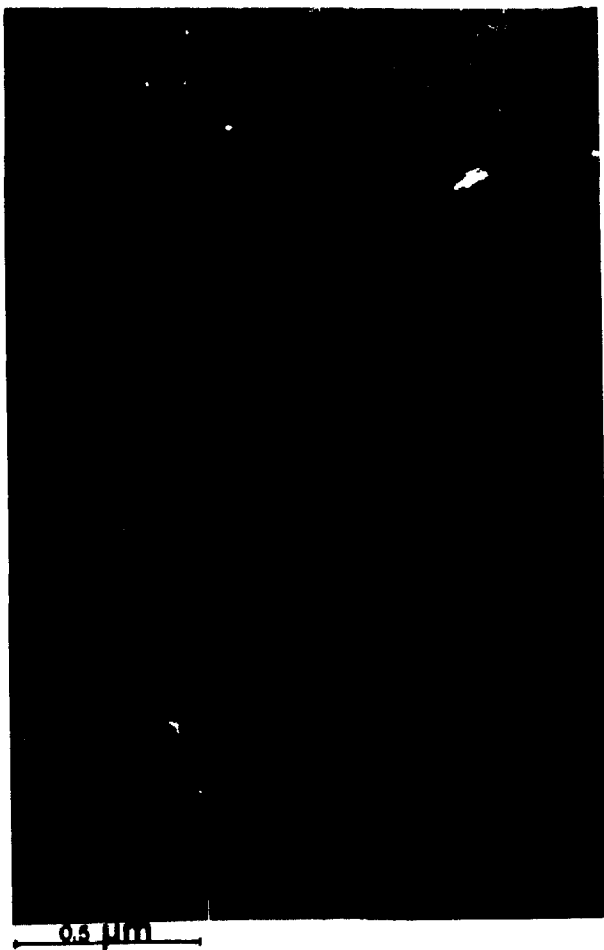
Irradiação eletrônica e deformação "in-situ" no MEAV. O efeito da irradiação eletrônica a 900 keV à temperatura ambiente é mostrada nas figuras 4 e 5. A figura 4 é uma série de micrografias correspondentes à irradiação eletrônica durante 59 minutos. A figura 4a foi obtida no instante inicial da irradiação, a figura 4b após 48 minutos e a figura 4c após 72 minutos com a aplicação de uma tensão. O efeito da irradiação eletrônica é marcante sobre

as discordâncias, as quais, de aspecto retilíneo passam à forma helicoidal pelo processo denominado escalada (climb) [3], [4] à medida que os defeitos criados por irradiação migram para elas. Esse é um comportamento característico de discordâncias do tipo hélice. Com a aplicação de tensão (fig.4c) nota-se que as discordâncias alteradas pela irradiação (discordâncias 1,2 e 3 na fig.4c) ficam presas enquanto que aquelas que não sofreram o efeito da irradiação movem-se livremente (discordâncias 4,5 e 6) com a aplicação de apenas 1 kgf/mm² de tensão, tensão essa calculada pelo arqueamento das discordâncias [5] e que concorda com os valores obtidos na curva de tensão-deformação (fig.3). Para fazer com que as discordâncias 1,2 e 3 se movam, seria necessária a aplicação de uma tensão muito maior que 1 kgf/mm². Isto evidencia claramente o efeito da irradiação sobre o LE observado na figura 3, e também aqueles observados em amostras irradiadas com $3,1 \times 10^{17}$ elétrons/cm², conforme demonstrado pelas experiências de Nakagawa e Meshii [6].

A figura 5 (a,b,c e d) mostra o efeito da irradiação eletrônica sobre os anéis de discordâncias. Nestas micrografias, notavelmente o efeito da irradiação sobre



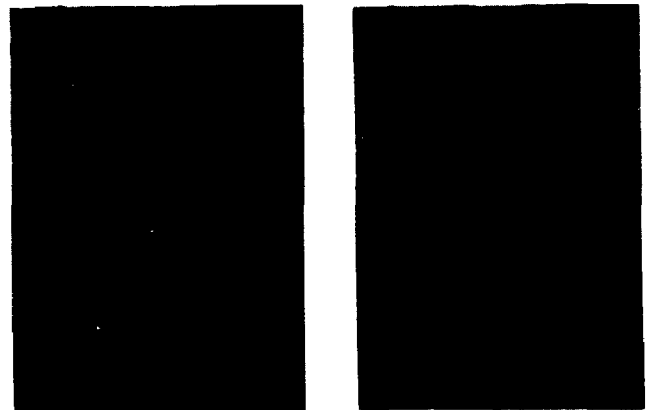
Direção do Feixe $\vec{B} = [111]$



(c) 72 min. - A_i - Área irradiada com elétrons a 900 keV. A_n - Área não irradiada.

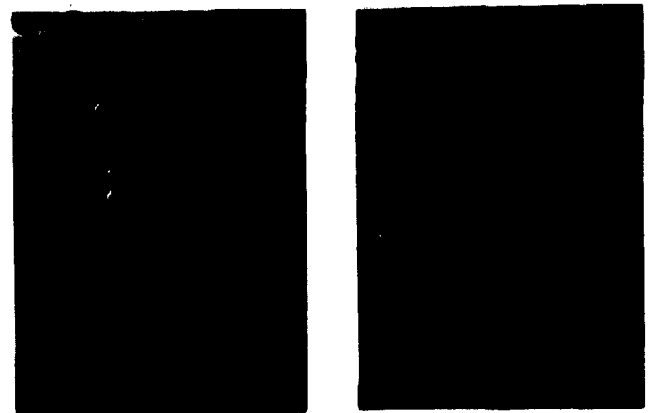
Figura 4. Efeito da irradiação eletrônica sobre as discordâncias.

néis A e B, por exemplo. Estes anéis crescem à medida que a irradiação se processa. O anel A, por exemplo, praticamente não era resolvido, inicialmente, mas após 2min30s de irradiação, é possível caracterizá-lo perfeitamente. Baseado nessas micrografias e nas intermediárias (não publicadas aqui), determinou-se uma taxa de crescimento dos anéis de 2 nm/min. Para o Nb de orientação [441], essa taxa foi de 3 nm/min [7]. O crescimento dos anéis e as modificações das discordâncias podem ser atribuídos às difusões de auto-intersticiais que são produzidos pelos deslocamentos atômicos devido às interações dos elétrons com os átomos da rede. A energia de limiar para deslocamentos atômicos no Nb por um elétron de alta energia é de 24 eV. Assim os pares de Frenkel são criados no Nb para elétrons com energias superiores a 650 keV [8]. Os defeitos são reconhecidamente auto-intersticiais, porque as lacunas não migram às longas distâncias no Nb à temperaturas muito inferiores a 620K [9].



(a) 0 min. (b) 2 min.30 s

Direção do feixe $\vec{B} = [012]$



(c) 16 min.30 s

(d) 33 min.30 s

Figura 5. Efeito da irradiação eletrônica nas discordâncias e crescimento de anéis de discordâncias A e B, p.exemplo. Energia dos elétrons 900 keV, no METAV-microscópio eletrônico de transmissão de alta voltagem.

CONCLUSÕES

Este estudo permitiu verificar o efeito da irradiação eletrônica sobre as propriedades mecânicas do Nb. Os danos de radiação foram tais que discordâncias retilíneas tornaram-se helicoidais devido à migração de defeitos puntiformes para elas. As discordâncias alteradas são impedidas de se locomover quando o material está sob tensão mecânica. Isto explica o aumento no LE induzido pela irradiação. Outros tipos de defeitos que também poderão contribuir para o endurecimento do material são os anéis de discordâncias. Estes crescem pelo efeito da irradiação e se tornam, portanto, obstáculos maiores para o movimento das discordâncias, dificultando os deslizamentos dos planos cristalográficos.

REFERÊNCIAS

- |1| Murty, K.L., "Beneficial (!) Effect of Neutron Irradiation on Mechanical Properties of Mild Steel in Blue Brittle Range", Scripta Metallurgica 18, pp.87-9, 1984.
- |2| Otero, M.P., Loomis, B.A., and Lucki, G., "Interactions of Gliding Dislocations with Dislocations Loops and Point Defects in Neutron and Electron-Irradiated Single Crystal of Nb", VIII Conferencia Interamericana en Tecnologia de Materiales, Junio de 1984, San Juan-Puerto Rico
- |3| Amelinckx, S., Bontinck, W., Dekeyser, W., and Seitz, F., "On the formation and properties of helical dislocations", Phil. Mag. 2, p.355, 1957.
- |4| Kovács, I., and Zsoldos, L., "Dislocations and Plastic Deformations", International Series of Monographs in Natural Philosophy, vol.60, General Editor: D. Ter Haar pp.142, 143.
- |5| Van Torne, L., I., and Thomas, G., "Yielding and Plastic Flow in Nb", Acta Metall., vol.11, aug.1963., p.881.
- |6| Nagakawa, J., e Meshii, M., "The Deformation of Nb Single Crystals at Temperatures Between 77 and 4.2K", Phil. Mag. A, vol 44, nº 5, pp.1165-1191, 1981.
- |7| Loomis, B.A., e Otero, M.P., "Dislocation Sweeping of Defects in Neutron- and Electron-Irradiated Niobium", Third Topical Meeting on Fusion Reactor Materials, Albuquerque, New Mexico, Sept., 19-22, 1983.
- |8| Phillipp, F., Saile, B., Schmid, H. e Urban, K., "Energy and Orientation Dependence of Atom Displacement in BCC Metals Studied by High-Voltage Electron Microscopy", Phys. Lett., vol.73A, nº2, p.123, 1979.
- |9| Tanigawa, S., Shinta, I., e Iriyama, H., "The Study of Vacancy Clustering in Deformed Metals By Positron Annihilation" Yamada Conference em Defeitos Puntiformes e Interação de Defeitos em Metais, Institute of Materials Science, University of Tsukuba, Sakura-mura, Ibaraki 305, Japão, Publicado pela Universidade de Tóquio.