

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
SECRETARIA DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**OBSERVAÇÃO DIRETA DA INTERAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS COM
DEFEITOS EM NIÓBIO IRRADIADO, POR MEIO DE MICROSCOPIA
ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO DE ALTA VOLTAGEM**

Mauro Pereira Otero

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
"Doutor em Tecnologia Nuclear".**

Orientador: Dr. Georgi Lucki

**São Paulo
1986**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

OBSERVAÇÃO DIRETA DA INTERAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS COM
DEFEITOS EM NIÓBIO IRRADIADO, POR MEIO DE
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO
DE ALTA VOLTAGEM

MAURO PEREIRA OTERO

Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau
de Doutor em Tecnologia Nuclear.

Orientador: Dr. Georgi Lucki



SÃO PAULO
1985

Dedico este trabalho:

à minha esposa, Maria A.V.Otero, pelos
constantes incentivos,
aos meus filhos, André, Alcione e Silas
que encheram minha vida de felicida-
des,
aos meus pais e a todos os meus irmãos.

No princípio criou Deus os céus e a Terra.

Gen.1:1.

Pela fé entendemos que os mundos pela palavra de Deus foram criados; de maneira que aquilo que se vê não foi feito do que é aparente.

Heb.11:3.

AGRADECIMENTOS

Quero expressar a minha gratidão:

ao Senhor pela minha vida e ânimo para o trabalho,
ao IPEN/CNEN-SP pela oportunidade que me concedeu para a realização desta tese, tornando possível um estágio no ANL-Argonne National Laboratory,

ao Dr. Georgi Lucki pela orientação e incentivos que sempre estiveram presentes durante a execução deste trabalho,

ao Prof.Dr. Fausto W.de Lima pelo seu demonstrado interesse na realização deste trabalho,

à AIEA-Agência Internacional de Energia Atômica pelas providências relativas ao estágio, principalmente pela concessão da bolsa de estudos,

ao Dr. Ben A. Loomis pela atenciosa orientação dispensada durante o estágio no MST-Material Science and Technology de ANL,

ao NRC-National Research Council, que representado pela Sra.Faith Ferguson, deu todas as instruções necessárias concernentes ao programa de estágio no ANL,

aos colegas da divisão TFD do IPEN/CNEN-SP que sempre estiveram prontos para a colaboração.

OBSERVAÇÃO DIRETA DA INTERAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS
COM DEFEITOS EM NIÓBIO IRRADIADO, POR MEIO DE
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO DE ALTA
VOLTAGEM.

Mauro Pereira Otero

RESUMO

O objetivo do presente trabalho, é dar uma contribuição ao conhecimento das interações de discordâncias móveis com defeitos (puntiformes, aglomerados e anéis) e dos efeitos destas interações nas propriedades mecânicas de monocristais de Nb.

Observou-se o efeito da adição de oxigênio e dos defeitos produzidos por irradiação nas propriedades mecânicas do Nb monocristalino em duas orientações distintas: $[441]$ e $[941]$. Houve um encruamento induzido por esses fatores nesses cristais.

Através de MET de alta voltagem, foi possível a observação da interação entre discordâncias deslizantes e os defeitos: o principal mecanismo de remoção de defeitos que resulta na formação de canais de discordâncias, foi o de arrasto (sweeping) ou varredura dos defeitos pelas discordâncias deslizantes. Os defeitos puntiformes são aglutinados em anéis pela passagem de discordâncias e deixados alinhados ao longo das intersecções das discordâncias com as superfícies da amostra. Propôs-se um diagrama esquemático para ilustrar como essa aglutinação opera.

Também observou-se o arqueamento das discordâncias em torno dos aglomerados de defeitos (bowing around).

A operação do sistema de deslizamento anômalo na deformação do Nb de orientação $[941]$ pôde ser verificada, e, apresentou-se um modelo ilustrativo de como opera essa deformação.

DIRECT OBSERVATION OF GLIDING DISLOCATIONS
INTERACTIONS WITH DEFECTS IN IRRADIATED
NIOBIUM SINGLE CRYSTAL BY MEANS OF THE HVEM.

Mauro Pereira Otero

ABSTRACT

The objective of this experimental work is to give a contribution to the understanding of the interactions of gliding dislocations with defects in irradiated niobium that result in the formation of dislocations channels.

The effect in the mechanical behaviour of [941]- and [441]- oriented Nb single crystals due to oxygen addition, neutron and electron irradiation was observed either by macroscopic deformation in a Instron machine or "in-situ" deformation in the HVEM-High Voltage Electron Microscope.

Some specimens were irradiated at IPNS-Intense Pulsed Neutron Source, at 325 K, with 5×10^{17} n/cm², others were irradiated with electrons in the HVEM.

The interactions between gliding dislocations with clusters point defects and dislocations were observed. The primary mechanism for removal of the clusters by the gliding dislocations was the "sweeping" of the clusters along with the gliding dislocations. As to the point defects, they were "swept" by the gliding dislocations and left as aligned loops close to the intersections of the gliding dislocations with the upper and lower specimen surfaces. For the illustration of this phenomena, a schematic drawing was made. The mechanism of "bowing-out" interaction of dislocations with defect clusters was also observed.

The reported anomalous slip observed to operate in

the [941]- oriented Nb was also directly observed and a qualitative explanation along with a schematic drawing was proposed. This would explain the softening observed after the yield stress in the [941]- oriented Nb deformed in the Instron machine.

The overall conclusion is that like oxygen addition, the irradiation-induced defects act as dispersed barriers to the motion of gliding dislocations and this will cause the irradiation hardening as observed in the Nb deformed at room temperature.

ÍNDICE

	<u>PÁGINA</u>
INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO I - CONSIDERAÇÕES SOBRE DANOS DE RADIAÇÃO EM MATERIAIS.....	6
1. Introdução.....	6
2. Mecanismos de Danos de Radiação.....	6
3. Efeito da radiação sobre as proprieda- des mecânicas dos materiais.....	11
4. Interação entre discordâncias móveis e defeitos (aglomerados de defeitos e anéis de discordâncias).....	24
4.1. Observação de defeitos por MET-micros- copia eletrônica de transmissão.....	24
4.2. Canais de discordâncias.....	27
4.3. Mecanismos de interação: discordâncias móveis-defeitos.....	29
4.3.1. Iniciação do canal.....	30
4.3.2. Eliminação dos aglomerados de defeitos.....	31
4.3.3. Interação discordância-anel de discordância.....	32
4.3.4. Experiências de deformação "in-situ" no MET.....	34
5. Danos de radiação com elétrons.....	37
5.1. Aspectos experimentais.....	37
5.2. Efeitos básicos da irradiação com elétrons.....	38
5.2.1. Processos de deslocamentos atômicos.....	38

5.2.2. Defeitos puntiformes.....	40
5.3. Aglomerados de defeitos puntiformes...	41
5.3.1. Aglomerados de intersticiais quando as lacunas são imóveis..	41
5.3.2. Aglomerados de intersticiais quando as lacunas são móveis...	42
CAPÍTULO II- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	44
1. Preparo de amostras.....	44
1.1. Crescimento de cristais.....	44
1.2. Preparação de amostras para a defor- mação.....	45
1.3. Tratamentos térmicos.....	50
1.3.1. Desgaseificação.....	50
1.3.2. Dopagem com 200 ppm em peso de oxigênio.....	54
1.4. Irradiação.....	56
2. Experimentos de deformação.....	57
2.1. Experimentos de deformação na Instron.....	57
2.2. Experimentos de deformação no METAV...	59
CAPÍTULO III-RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO	
PRELIMINAR.....	65
III-1. DEFORMAÇÃO NA MÁQUINA INSTRON.....	65
1. Introdução.....	65
2. Curvas de tensão-deformação, $\sigma \times \epsilon$	65
3. Morfologia das superfícies das amostras....	73
3.1. Traços de deslizamentos dos planos cristalinos.....	73
3.1.1. Nióbio [941], desgaseificado, não irradiado.....	73
3.1.2. Nióbio [941], desgaseificado,	

	irradiado até $\phi_t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$.	75
3.1.3.	Nióbio [941], dopado com 200 ppm em peso de oxigênio, irradiado até $\phi_t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$ e não irradiado.....	75
3.1.4.	Nióbio [441], desgaseificado, não irradiado e irradiado até $\phi_t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$	78
3.1.5.	Nióbio [441], dopado com 200 ppm em peso de oxigênio, não irradiado e irradiado até $\phi_t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$	78
3.1.6.	Nióbio [941], desgaseificado e irradiado até $\phi_t = 10^{19} \text{ n/cm}^2$...	81
3.2.	Modos de fratura.....	81
III-2.	EXPERIMENTOS "IN-SITU" NO METAV.....	86
1.	Introdução.....	86
2.	Deformação e observação de amostras irradiadas com nêutrons.....	86
2.1.	Formação dos canais de discordâncias..	86
2.2.	Observação seqüencial do movimento de discordâncias durante deformação...	89
3.	Interação discordância-discordância, discordância-aglomerado e discordância-defeito pontiforme.....	89
3.1.	Interação discordância-discordância...	93
3.2.	Interação discordância-aglomerado.....	93
3.3.	Interação discordância-defeitos pontiformes.....	94
3.4.	Fontes de discordâncias.....	97

4. Utilização do METAV como fonte de irradiação.....	99
4.1. Observação da irradiação com elétrons e deformação do Nb[941].....	99
CAPÍTULO IV- DISCUSSÃO FINAL.....	107
1. Introdução.....	107
2. Comportamento mecânico de um cristal metálico perfeito, com defeitos e com impurezas.....	107
3. Deformação do Nb[941] e Nb[441].....	109
3.1. Observação direta da interação discordância helicoidal-superfície no Nb[941].....	113
3.2. Efeito da irradiação eletrônica sobre os anéis de discordâncias e sobre as discordâncias helicoidais.....	119
3.2.1. Efeito da irradiação sobre os anéis de discordâncias.....	119
3.2.2. Efeito da irradiação eletrônica sobre as discordâncias helicoidais.....	121
3.3. Encruamento induzido pela irradiação neutrônica no Nb[441].....	125
4. Mecanismos de formação de canais de discordâncias.....	128
CONCLUSÕES.....	134
SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES.....	136
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	137

INTRODUÇÃO

O propósito geral deste trabalho é fornecer uma contribuição para o conhecimento dos efeitos da irradiação neutrônica e eletrônica sobre as propriedades mecânicas do nióbio - Nb. Essa contribuição é principalmente de cunho fundamental, uma vez que o material estudado é o Nb em sua forma monocristalina, onde se reduz consideravelmente o número de variáveis que apareceria no caso de se estudar um policristal.

Esse trabalho constitui-se basicamente de duas partes:

1) Experiências com amostras irradiadas e não irradiadas com nêutrons:

- a) deformação de amostras minúsculas na máquina Instron, com obtenção de curvas de tensão-deformação e análise morfológica das superfícies,
- b) deformação "in-situ" no METAV (Microscópio Eletrônico de Transmissão de Alta Voltagem), com comparações aos resultados obtidos em (a).

2) Experiências com amostras irradiadas com elétrons:

- a) Irradiação com os próprios elétrons do METAV a 900 keV, seguida de deformação "in-situ", na qual se determina a tensão de cisalhamento,
- b) comparação com os resultados de deformação de amostras irradiadas com nêutrons, obtidos por outros autores,
- c) observação "in-situ" e determinação das taxas de crescimentos de anéis de discordâncias.

Os itens (b) da primeira parte e (a) e (b) da segunda parte, constituem contribuições originais para o conhecimento das propriedades mecânicas do Nb.

Os objetivos específicos que permitirão atingir aquele

propósito geral deste trabalho serão: (1) observação "in-situ" das interações das discordâncias móveis com defeitos puntiformes e aglomerados de defeitos com conseqüente formação de "canais de discordâncias", (2) observação do mecanismo de remoção de aglomerados de defeitos nos canais de discordâncias, (3) comparação das direções dos canais de discordâncias observados nas deformações "in-situ" no METAV com as direções dos traços de deslizamentos de planos observados nas superfícies das amostras deformadas na Instron, (4) estudo do efeito da irradiação eletrônica sobre as discordâncias e o conseqüente efeito sobre as propriedades mecânicas e (5) determinação da taxa de crescimento de anéis de discordâncias.

Uma característica muito importante a ser considerada num projeto de instalação nuclear é o comportamento dos materiais nucleares diante das solicitações mecânicas que podem ser produzidas pelas tensões e pelas dilatações térmicas devidas às altas temperaturas, próprias de um ambiente de alta pressão, como é o caso de um reator de potência. Aliando-se a esses agentes físicos há o efeito da própria irradiação que tanto pode melhorar como piorar as qualidades mecânicas do material⁽¹⁾. Além disso, há que considerar as propriedades de absorção de nêutrons quando se analisa os materiais utilizados no encamisamento de combustíveis, tanto quanto aqueles que se destinam ao revestimento interno do reator.

Ao lado da tecnologia nuclear, já muito bem desenvolvida dos reatores que fornecem a energia resultante dos processos de fissão nuclear, desenvolve-se uma outra tecnologia que pretende tornar utilizável a energia resultante dos processos de fusão nuclear. Como a temperatura necessária para iniciar o processo de fusão nuclear é extremamente elevada⁽²⁾, a melhor opção que se apresentou até o momento, é a de manter o plasma em suspensão

por meio de campos magnéticos. Denomina-se de "primeira parede" de um reator de fusão nuclear, aquela que está mais próxima do plasma. Portanto, devido à sua localização física no reator de fusão, a primeira parede estará sujeita às altíssimas temperaturas provenientes da irradiação de calor do plasma e, por isso, o material que a constitui deve ter um alto ponto de fusão e também responder satisfatoriamente às solicitações mecânicas, provenientes principalmente de dilatações térmicas.

O efeito da irradiação tanto nos reatores de fissão como de fusão nucleares é o objeto de estudos de um dos ramos da tecnologia nuclear denominado de "Danos de Radiação". O estudo de danos de radiação é, portanto, uma atividade científica que se utiliza de métodos experimentais da Física para estudar os danos produzidos pela irradiação em metais e ligas metálicas em situações que simulem aquelas existentes num ambiente nuclear. O principal objetivo é conhecer o comportamento desses materiais num ambiente de irradiação e fornecer subsídios para uma seleção adequada daqueles materiais mais apropriados para uma instalação nuclear.

A irradiação pode influenciar o comportamento dos materiais de várias maneiras. Nos metais e ligas metálicas, o mecanismo mais geral que se aplica é aquele referente ao deslocamento do átomo de sua posição da rede cristalina, pelo fato de seu núcleo ter sido atingido por um nêutron rápido, por exemplo. Em geral, o átomo deslocado recebe energia suficiente para deslocar outros átomos em seu caminho e assim sucessivamente, ter-se-á como resultado um mecanismo denominado de "cascata de colisões". O número de átomos deslocados por cada nêutron depende de sua energia, que pode ser de algumas centenas de keV para os nêutrons rápidos. Para que um simples deslocamento atômico seja efetivado

há um mínimo de energia que deve ser transferido ao átomo atingido. Esta energia é denominada de energia de limiar e, em geral, é da ordem de 25 eV. O conjunto de deslocamentos atômicos na região de interação da partícula incidente com os átomos do material é denominado de "ponta térmica". A energia da partícula é transmitida aos átomos do material numa interação de cerca de 10^{-18} s seguindo aproximadamente uma distribuição tal como a de Maxwell-Boltzmann, elevando a temperatura local para cerca de 1000°C (3,4).

Essas pontas térmicas são volumes relativamente alongados na direção da partícula incidente, constituídos principalmente de defeitos puntiformes tais como lacunas e intersticiais.

Os defeitos puntiformes e suas associações tais como: bilacunas, biintersticiais, aglomerados de lacunas ou intersticiais (anéis de discordâncias), produzidos pela irradiação têm efeitos importantes sobre o material, especialmente sobre as deformações, que normalmente aparecem através de mecanismos de discordâncias. Os defeitos puntiformes formados pela irradiação restringem o movimento das discordâncias de uma maneira similar àquele de deformações a frio (introdução de defeitos) e de introdução de impurezas no material. Dessa forma, os efeitos mais importantes são geralmente um aumento na tensão de escoamento, σ_E , e uma redução na ductilidade, cujas relações com as doses de irradiação são complexas, pois dependem não somente do espectro da radiação como também da temperatura e da própria natureza do material.

A natureza exata do comportamento dos defeitos que produzem um aumento na tensão de escoamento, σ_E , dos metais e ligas não é muito bem conhecida e, nesse sentido, a utilização do METAV fornece uma possibilidade para a compreensão dos mecanismos de encruamento induzido pela irradiação. Mesmo com o desenvolvimento das técnicas de MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão), onde os aglomerados de defeitos produzidos pela irradia

ção são observados e analisados, há poucos trabalhos publicados que tentam correlacionar de modo quantitativo os aglomerados de defeitos com as mudanças nas propriedades mecânicas. A maioria desses trabalhos, estão voltados principalmente para os metais de estrutura cúbica de face centrada (cfc), especialmente o cobre. Nos últimos anos, porém, se observa um aumento no interesse em se estudar os efeitos da radiação nos metais e ligas de estrutura cúbica de corpo centrado (ccc).

Ao lado de muitos metais e ligas metálicas (tais como os aços inoxidáveis) que estão sendo estudados para fins de aplicação em tecnologia nuclear, encontram-se os metais refratários e suas ligas. Um dos metais refratários de estrutura ccc que poderá ser um constituinte de uma liga (como microligante nos aços inoxidáveis, por exemplo⁽⁵⁾) tanto para utilização no reator de fissão como nos futuros reatores de fusão, é o Nb. Suas propriedades mais importantes são: alto ponto de fusão (2.468°C), boa resistência à corrosão e boa condutibilidade térmica⁽⁶⁾.

Para aplicações em tecnologia dos dispositivos supercondutores, o Nb é o elemento puro de maior temperatura crítica (9,5 K) e forma ligas supercondutoras com Al e Sn com temperaturas críticas de 18,0 e 18,5 K, respectivamente. Aliado às características acima descritas, que justificam o seu estudo, há o fato de que as reservas brasileiras de Nb correspondem a 75 % das reservas mundiais, sendo que o minério pirocloro apresenta um teor médio de 2,5 % de Nb que é cerca de quatro vezes o teor do minério canadense, segundo maior produtor mundial⁽⁷⁾.

No capítulo I, são feitas algumas considerações sobre danos de radiação em materiais. A descrição dos monocristais de Nb usados no presente trabalho é feita no capítulo II. Os resultados obtidos são apresentados no capítulo III com uma discussão prévia. A discussão final dos resultados é feita no capítulo IV.

CAPÍTULO I

CONSIDERAÇÕES SOBRE DANOS DE RADIAÇÃO EM MATERIAIS

1. Introdução.

Devido ao grande interesse no estudo de danos de radiação em metais e ligas metálicas, a bibliografia pertinente a esse campo tem-se avolumado muito nos últimos anos. É praticamente impossível uma revisão histórica completa, mesmo quando se considera apenas o estudo de danos de radiação nos metais e ligas de estrutura cúbica de corpo centrado. Esta revisão bibliográfica jamais pretenderá ser completa e será apenas a construção de uma base fundamental para o presente trabalho.

Nesse sentido serão examinados alguns aspectos de trabalhos que principalmente se atêm aos seguintes tópicos: (a) mecanismos de danos de radiação, (b) efeito da radiação sobre as propriedades mecânicas dos materiais e (c) interação entre discordâncias móveis e defeitos (aglomerados de defeitos e anéis de discordâncias) com conseqüente formação de canais de discordâncias.

2. Mecanismos de Danos de Radiação.

São numerosos os autores que têm discutido os mecanismos de danos de radiação e, neste trabalho, a preocupação será descrever de forma qualitativa alguns dos aspectos mais importantes da teoria de danos que mais se relacionam com os efeitos sobre as propriedades mecânicas dos materiais.

Quando uma partícula energética tal como um nêutron com energia $E > 1 \text{ MeV}$ se move através de um sólido cristalino, ela colide com os átomos da rede cristalina e é capaz de desalojá-los de suas posições da rede. Um átomo deslocado dissipa a energia adquirida em colisões sucessivas com outros átomos da re-

de. Dependendo da energia adquirida no choque primário é possível inclusive, o deslocamento de um segundo átomo da posição da rede, tendo-se assim um choque secundário. Num processo como esse, uma parte substancial da energia é liberada para as posições vizinhas ao átomo atingido, como calor. Quando uma energia menor que aquela necessária para o deslocamento é transferida aos átomos, estes terão suas amplitudes de vibração aumentadas que bem correspondem àquelas que se obtém durante um aquecimento do material. Ao decaírem desse estado excitado, os átomos transferem suas energias aos átomos vizinhos sob a forma de calor e, dessa forma, ter-se-á uma região no cristal com temperatura mais elevada que é denominada de "ponta térmica"⁽⁸⁾. Como a dissipação da energia em forma de calor tem como consequência o equilíbrio térmico anterior, a ponta térmica praticamente não danifica o material, embora se acredite que seja possível produzir anéis de discordâncias com raios de 40 a 50 Å devido a uma possível deformação plástica local denominada de "ponta plástica" que é produzida por um aumento de pressão induzida pela ponta térmica⁽⁹⁾. Estes anéis localizados nessa região de ponta plástica, poderão manter sua existência se o processo de esfriamento da ponta térmica não for tal que inverta o processo de crescimento dos anéis, ou ainda se os mesmos se entrelaçarem durante a formação da ponta plástica.

Brinkman⁽¹⁰⁾ propôs um mecanismo de dano conhecido como "ponta de deslocamento" na qual há a formação de uma coroa de auto-intersticiais e um centro constituído por uma concentração de lacunas muito alta. Este mecanismo é ilustrado pela figura I-1. A ponta de deslocamento ocorre no fim da trajetória do átomo primário quando seu caminho livre médio se torna pouco menor do que as distâncias interatômicas. A estabilidade da ponta de deslocamento ainda é duvidosa. Seeger e Essmann⁽¹¹⁾ sugeriram que se os intersticiais entrarem em equilíbrio próximo da regi-

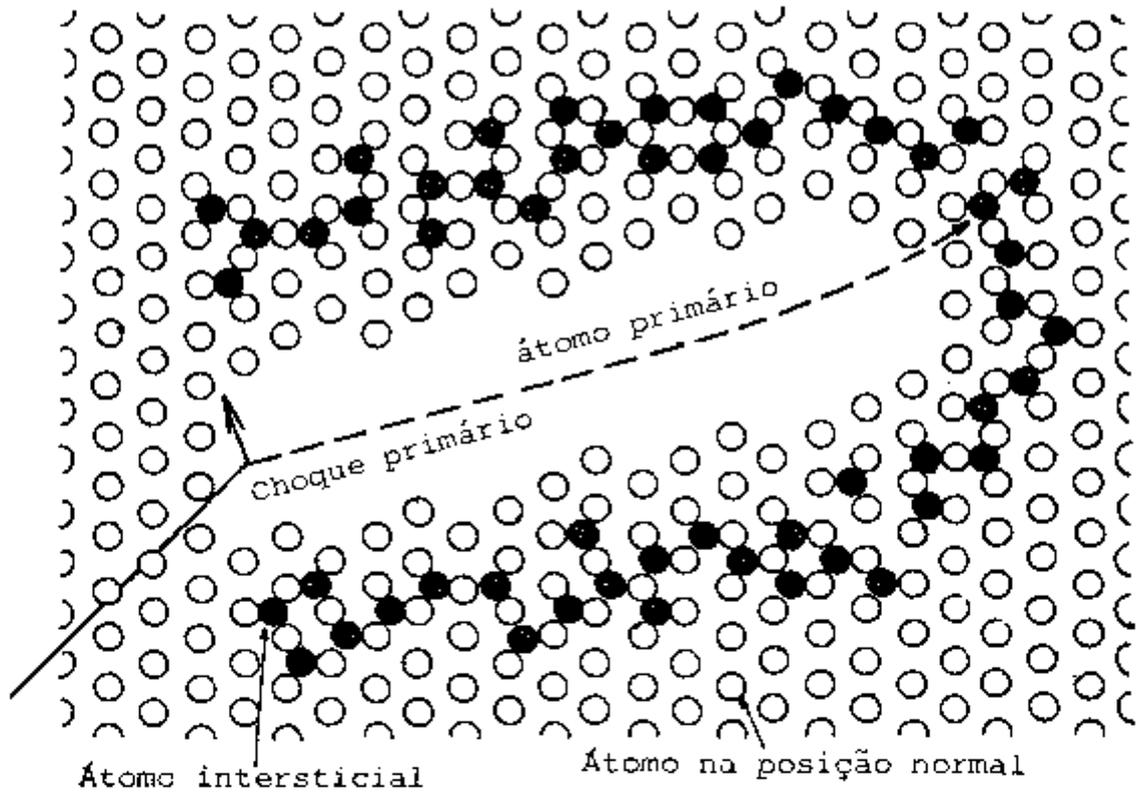


Fig. I-1. Representação esquemática de uma coroa de átomos intersticiais formados em torno de uma região rica em lacunas durante a formação de uma ponta de deslocamento, segundo Brinkman⁽¹⁰⁾.

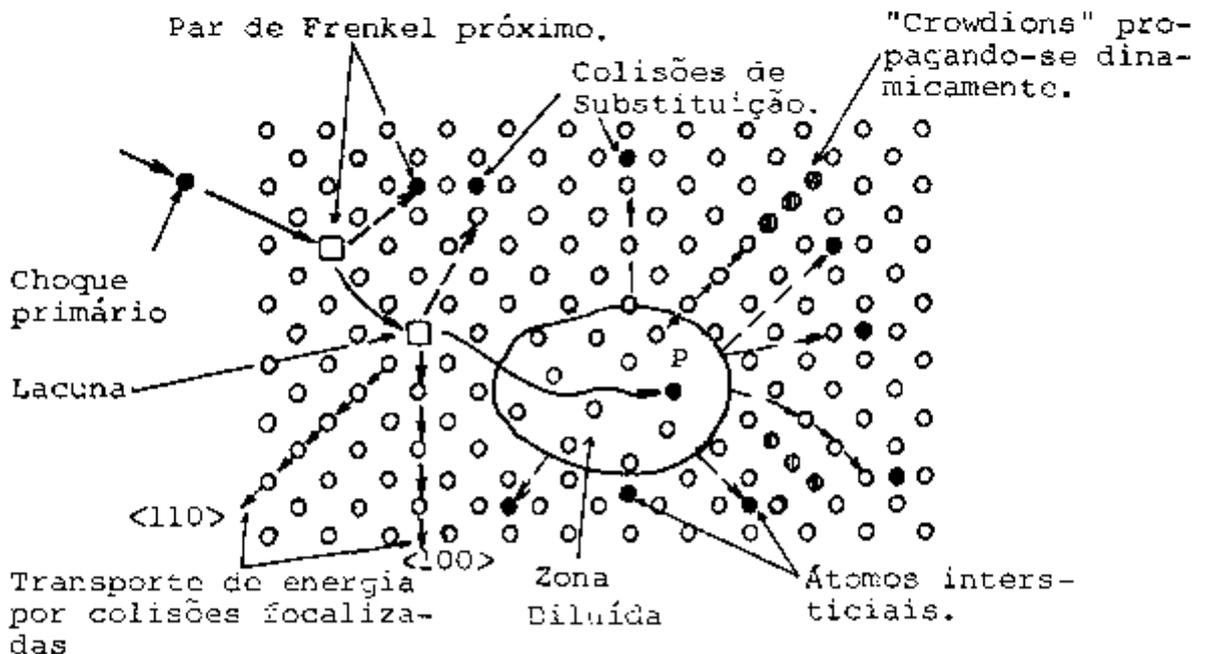


Fig. I-2. Representação esquemática de danos de radiação segundo Seeger⁽¹²⁾. P é o ponto onde o átomo primário pára.

ão rica em lacunas, a ponta de deslocamento será instável devido a uma aniquilação mútua entre lacunas e intersticiais e, conseqüentemente, nenhum dano de radiação seria produzido. Seeger⁽¹²⁾ antes havia proposto um outro mecanismo onde um átomo é deslocado para uma posição próxima de um outro átomo, formando um tipo de defeito denominado "crowdion" que se propaga dinamicamente ao longo de uma linha até uma posição de equilíbrio que é bem distante do local de sua origem. A propagação dinâmica do crowdion se dá preferencialmente em linha de empilhamento compacto de átomos, de forma a se ter um mecanismo de transporte de massa e energia denominado de "colisão focalizada". Este mecanismo está representado na figura I-2, na qual também se observa a representação de um segundo mecanismo igualmente proposto por Seeger e Essmann⁽¹¹⁾. Este mecanismo, denominado de "cadeia de substituição", essencialmente seria o seguinte: um átomo em movimento colidiria com um átomo da rede deslocando-o e ocupando o seu lugar naquela posição; o processo se propagaria numa cadeia, com o átomo deslocado, deslocando um terceiro e, assim, sucessivamente até que se tenha um átomo intersticial no fim da cadeia. Por meio desse mecanismo, haveria átomos intersticiais em equilíbrio em posições bem distantes da zona rica em lacunas da ponta de deslocamento. Segundo a teoria de Seeger, as zonas ricas em lacunas, denominada de "zona diluída", atuariam como barreiras para os movimentos de discordâncias.

Estudando as colisões focalizadas acima referidas, Leibfried⁽¹³⁾ salientou que se a colisão cruzar uma região da rede em desordem, haverá a produção de um defeito. Por exemplo, se a colisão tiver que cruzar uma região com falha de empilhamento, a linha de empilhamento compacto fica interrompida, surgindo para a colisão um espaço aberto na rede. Isto significa que o último átomo da linha não tem com quem se chocar, mas deixa seu lugar

vazio e caminha para uma posição intersticial (se tiver energia suficiente). Dessa forma, tem-se a produção de um par lacuna-intersticial que é denominado de "par de Frenkel". Este mecanismo pode ajudar a explicar os dois efeitos seguintes, já observados:

- a) o aumento no dano de radiação pelo trabalho a frio através do aumento na produção de pares de Frenkel e
- b) a fixação de discordâncias pela irradiação à baixa temperatura onde se supõe que cada par de Frenkel atua como ponto de fixação.

Assim é possível ter-se o seguinte processo: discordâncias introduzidas por laminação ou trefilação atuariam como descontinuidades na rede cristalina para as colisões focalizadas produzirem pares de Frenkel, que por sua vez seriam obstáculos para o movimento das próprias discordâncias.

Um mecanismo de dano de radiação que tem recebido aceitação também, é o de "movimento por canais" de partículas e átomos de alta energia através da rede. As características do movimento dos átomos ou partículas por canais, foram deduzidas por Robinson e Oen⁽¹⁴⁾ por meio de cálculos computacionais, levando em conta a estrutura cristalina do material.

Por este movimento por canais, o átomo ou partícula móvel é compelido a se deslocar através de canais da rede (por exemplo $\langle 110 \rangle$ no cfc) executando colisões com os átomos que se constituem como contornos do canal. Dessa forma, a energia do átomo é dissipada em pequenas e rápidas colisões. Este mecanismo parece não ser de muita importância para a criação de barreiras para o movimento de discordâncias, embora seja um fator importante para o cálculo de danos de radiação, conforme os mesmos autores argumentaram numa outra publicação⁽¹⁵⁾.

3. Efeito da radiação sobre as propriedades mecânicas dos materiais.

Como descrito acima, a radiação produz aglomerados de defeitos que se constituirão como elementos básicos para os modos de encruamento induzido pela radiação. Os aglomerados de defeitos, e também os anéis de discordâncias de natureza lacunar ou intersticial, atuam de alguma forma para impedir o livre movimento de discordâncias quando o sólido se encontra sob tensão. Holmes⁽¹⁶⁾ sugeriu um modelo bem simples para explicar o efeito da radiação sobre a tensão crítica de cisalhamento. Este modelo, está representado na figura I-3 e é denominado de "modelo das barreiras dispersas". Neste modelo, os aglomerados de defeitos estão localizados aleatoriamente nos planos de deslizamento com uma densidade proporcional à dose de radiação. A interação das discordâncias móveis com as barreiras dispersas origina um encruamento do material que é denominado na literatura de "encruamento pela rede cristalina" (lattice hardening) ou ainda "encruamento pelo atrito" (friction hardening).

Durante a deformação plástica, esses aglomerados atuam como barreiras para o movimento das discordâncias móveis. Como se vê na figura I-3, a aplicação de uma tensão de cisalhamento, τ_c , produz o movimento da discordância. Esta, movendo-se no seu plano de deslizamento, irá de encontro às barreiras que têm uma separação média, \bar{l} e, à medida que a tensão de cisalhamento é aumentada, a discordância ultrapassa a barreira indo para uma outra posição, representada pela linha tracejada. A aplicação da tensão origina uma força por unidade de comprimento da discordância com vetor de Burgers, b , igual a $\tau_c b$ e perpendicular à linha da discordância. Para uma separação média, \bar{l} , cada barreira estará sujeita a uma força, F_0 , devido à ação da discordância que é dada por:

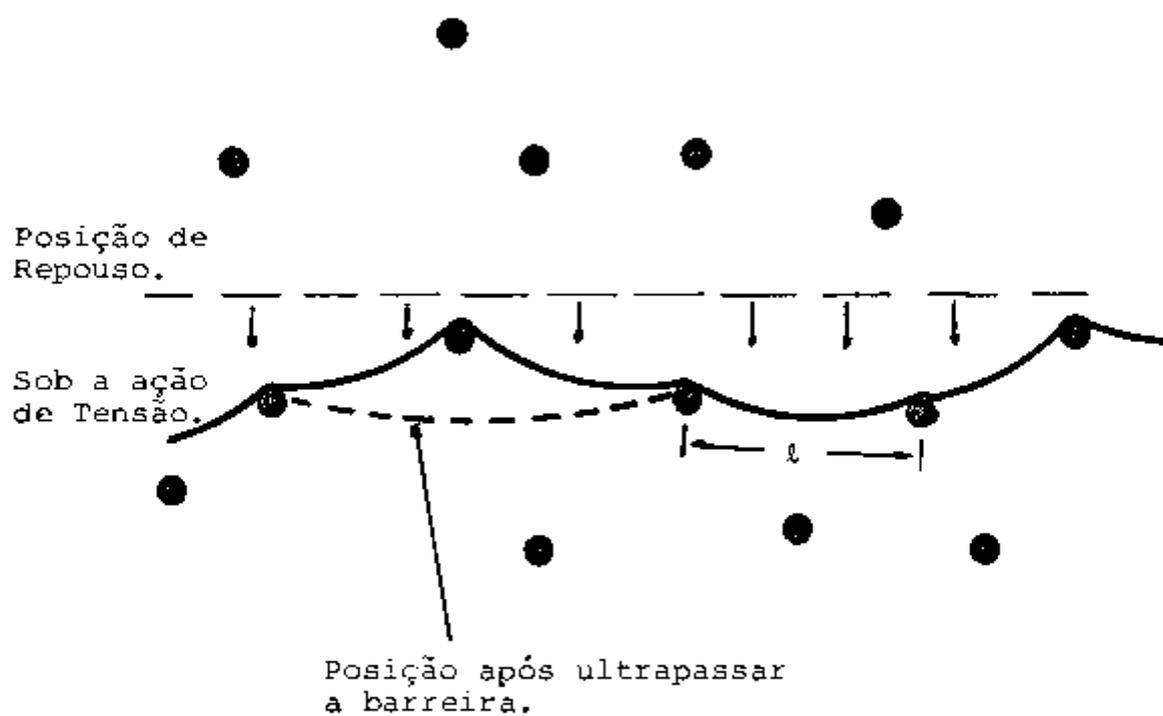


Fig.I-3. Interação de discordância com barreiras aleatoriamente dispersas num plano de deslizamento, segundo Holmes⁽¹⁶⁾.

$$F_0 = \tau_C b \bar{l} \quad (I-1)$$

onde o índice (0) representa que a força é considerada a 0 K, isto é, com os átomos da estrutura cristalina sem vibrações térmicas.

A um temperatura T, a barreira experimentará uma força adicional, devido às vibrações atômicas, F_T . Dessa forma, a expressão para a força total será:

$$F = F_0 + F_T = \tau_C b + F_T \quad (I-2)$$

A discordância ultrapassa a barreira quando a força sobre a mesma atinge um valor crítico dado por F_C , e, nestas condições, a tensão de cisalhamento crítica será dada por:

$$\tau_C = \frac{1}{b \bar{l}} (F_C - F_T) \quad (I-3)$$

Com isso Holmes mostrou que a tensão de cisalhamento crítica é inversamente proporcional à separação das barreiras. Isto significa que aumentando o número de barreiras, diminui a separação média entre elas e, conseqüentemente, aumenta a tensão crítica de cisalhamento. Neste modelo, a discordância simplesmente atravessa a barreira. Orowan⁽¹⁷⁾ havia chegado à mesma dependência de τ_C com \bar{l} , considerando um mecanismo no qual a discordância arqueia em torno da barreira. Sua expressão para a tensão crítica de cisalhamento é:

$$\tau_C = \frac{\alpha G b}{\bar{l}} \quad (I-4)$$

onde α é uma constante de proporcionalidade e G o módulo de cisalhamento. Como a densidade de aglomerados de defeitos é proporcional à dose de radiação, segue-se que em qualquer dos modelos acima, esta interfere na tensão crítica de cisalhamento, pois a separação, \bar{l} , diminui com o aumento da dose de radiação. A questão é determinar de que forma τ_C depende da dose.

Para as condições em que o número de barreiras por unidade de volume é proporcional ao fluxo integrado de nêutrons rápidos, ϕt , Holmes⁽¹⁶⁾ sugeriu que \bar{l} fosse dado por:

$$\bar{l} = \frac{C}{\sqrt{\phi t}} \quad (I-5)$$

que com (3) dará:

$$\tau_C = C\sqrt{\phi t} (F_C - F_T) \quad (I-6)$$

onde $C =$ constante. Por essa expressão, τ_C é proporcional à raiz quadrada do fluxo integrado, ϕt , onde ϕ é o fluxo instantâneo e t o tempo de irradiação.

Na expressão (6), observa-se também que τ_C depende da temperatura, porém nos trabalhos examinados daqui em diante, será considerado apenas o efeito do fluxo integrado, ou seja, o efeito da dose de radiação sobre o encruamento. Isto é perfeitamente válido, porque Blewitt e colaboradores⁽¹⁸⁾ mostraram pela análise cuidadosa de seus dados experimentais que a tensão crítica de cisalhamento, τ_C , pode ser escrita em função de fatores separados como:

$$\tau_C = g(\phi t)f(T) \quad (I-7)$$

onde $g(\dot{\epsilon}t)$ é independente de T e $f(T)$ independente de $\dot{\epsilon}t$. Essa independência de $g(\dot{\epsilon}t)$ e $f(T)$, está ilustrada na figura I-4, onde o logarítmo da tensão crítica de cisalhamento é colocado em função do logarítmo da temperatura para vários fluxos integrados de nêutrons. As curvas são aproximadamente paralelas, satisfazendo a condição de que $g(\dot{\epsilon}t)$ é independente da temperatura de ensaio. Seeger⁽¹²⁾, considerando as barreiras como pontas de deslocamento ou zonas diluídas, através de um tratamento mais sofisticado e de alguma forma diferente, obteve uma expressão analítica para τ_C cuja dependência predominante é com a raiz quadrada da dose, o que dava um reforço para a validade do modelo de Holmes⁽¹⁶⁾.

Blewitt e colaboradores⁽¹⁸⁾, estudando o efeito da irradiação de nêutrons rápidos sobre o monocristal de cobre, verificou que seus dados experimentais se ajustavam mais propriamente à expressão:

$$(\tau_C - 0,2)^3 = 3,5 \times 10^{18} \text{ nêutrons/cm}^2 \quad (I-8)$$

onde se vê, portanto, uma dependência de τ_C com a raiz cúbica do fluxo integrado, à temperatura ambiente.

Com esses dados experimentais, estes autores sugeriram um outro modelo de encruamento que foi denominado de "encruamento por fontes de discordâncias" (source-hardening). O encruamento por fontes de discordâncias seria um processo no qual os segmentos de discordâncias seriam fixados pelos obstáculos produzidos por radiação e assim impedidos de operarem como fontes de discordâncias do tipo Frank-Read. Por outro lado, o modelo de Holmes⁽¹⁶⁾, das barreiras dispersas, seria um processo no qual as discordâncias deixam as fontes de discordâncias e se movem em seus planos de deslizamentos indo de encontro aos obstá-

culos produzidos pela radiação, originando daí, o encruamento pelo atrito.

Thompson e Paré⁽¹⁹⁾, reunindo os dados experimentais de Blewitt e colaboradores⁽¹⁸⁾, Young⁽²⁰⁾, Diehl⁽²¹⁾ e Fischer⁽²²⁾ aos seus próprios num gráfico de escala log-log, representado na figura I-5, mostrou que a dependência de τ_C é com a raiz cúbica do fluxo integrado, o que favorecia a adoção do modelo das fontes de encruamento, embora o próprio Diehl⁽²¹⁾ em seu trabalho tenha adotado o modelo do encruamento pela rede cristalina. Diehl⁽²³⁾ fez gráficos da tensão de escoamento, σ_E , versus $(\phi t)^{1/2}$ e $(\phi t)^{1/3}$ para o monocristal de cobre em temperaturas de 300 e 90 K e verificou que a dependência de σ_E com $(\phi t)^{1/3}$, requeria um período de incubação a fim de se conseguir uma extrapolação para os valores de amostras não irradiadas. Ele preferiu o modelo de Holmes⁽¹⁶⁾, porque os valores da σ_E para baixos fluxos integrados ($\sim 2 \times 10^{17}$ n/cm²) se ajustavam àqueles obtidos para amostras não irradiadas e propôs um "efeito de saturação" associado ao modelo de Holmes⁽¹⁶⁾, para explicar o encruamento mais lento observado em altos fluxos integrados.

Mais tarde, Blewitt e Arenberg⁽²⁴⁾ em experiências de tensão-deformação "in-situ" com o cobre irradiado a 4,2 K, mostraram que a tensão de escoamento, σ_E , varia com a raiz cúbica do fluxo integrado, para ϕt na faixa de $2,5 \times 10^{14}$ a 10^{17} n/cm². Afirmaram que o melhor ajuste dos dados para uma função que envolva a raiz quadrada da dose, requeria efetivamente a adoção do efeito de saturação perto da dose de 5×10^{15} n/cm², o que acharam ser pouco provável. Porém num outro trabalho, Diehl⁽²⁵⁾, comentando os dados de Blewitt e Arenberg⁽²⁴⁾ indicou que a σ_E para amostras muito bem recozidas exibe uma dependência com a raiz quadrada da dose, enquanto que amostras deformadas exibe uma dependência com a raiz cúbica.

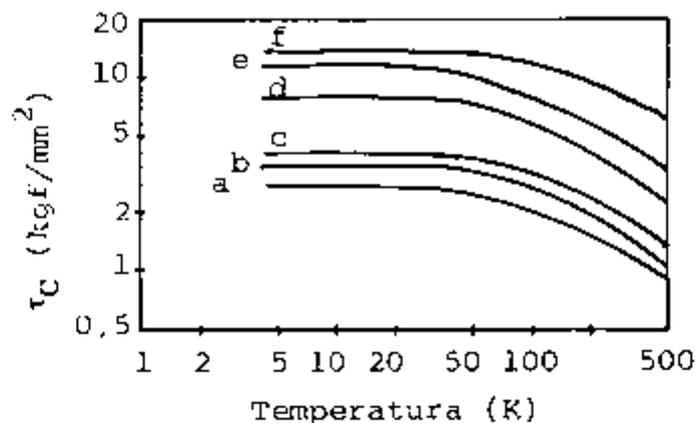


Fig.I-4. Verificação de $\tau_C = g(\dot{\epsilon})f(T)$ para τ_C em função da temperatura para vários fluxos integrados.

- a) 5×10^{17} n/cm², b) 1×10^{18} n/cm²,
 c) 2×10^{18} n/cm², d) 6×10^{18} n/cm²,
 e) $3,6 \times 10^{19}$ n/cm², e) 1×10^{20} n/cm².

No gráfico tem-se $\log \tau_C \times \log T$.
 Conforme Blewitt e colaboradores⁽¹⁸⁾

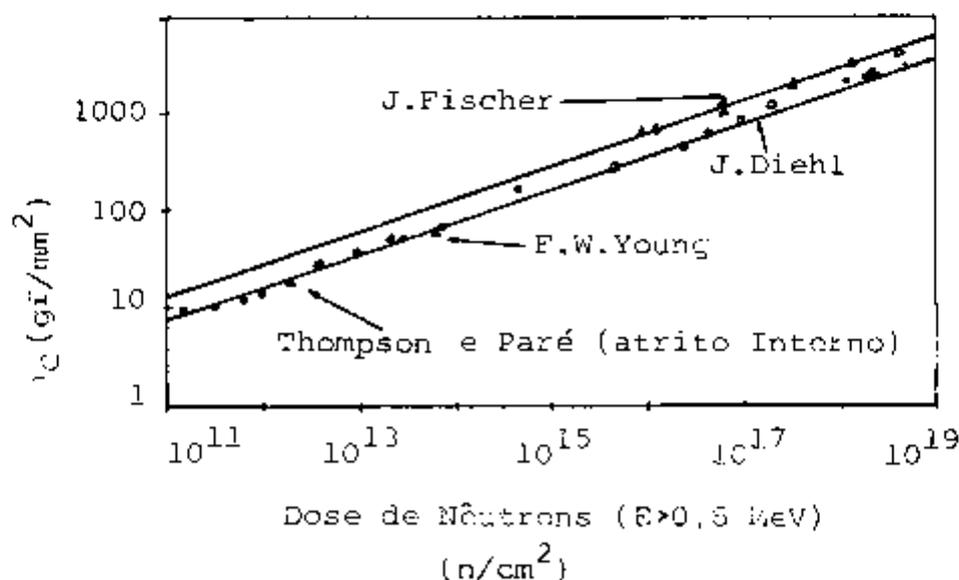


Fig.I-5. Tensão crítica de cisalhamento como função do fluxo de nêutrons rápidos, conforme Thompson e Paré⁽¹⁹⁾.

Foreman⁽²⁶⁾ considerou o caso em que a linha de tensão de uma discordância não é constante, mas varia logarithmicamente com o seu comprimento L e propôs a seguinte expressão para a tensão crítica de cisalhamento:

$$\tau_C = A \frac{Gb}{2\pi} \frac{1}{L} \left[\ln \frac{L}{r_0} + B \right] \quad (I-9)$$

onde: A é uma constante aproximadamente igual a 1,

G é o módulo de cisalhamento,

b é o vetor de Burgers,

L é o comprimento da linha de tensão,

r_0 é o raio do núcleo da discordância que se supõe ser igual a b e

B é uma constante que depende das tensões internas. A equação I-9, tem sido usada frequentemente para explicar o encruamento que para altas doses de radiação se aproxima mais da dependência com $(\phi t)^{1/3}$ do que com $(\phi t)^{1/2}$.

Baseado no argumento de Diehl⁽²⁵⁾, Blewitt e colaboradores⁽²⁷⁾ modificaram a expressão I-9 para a seguinte forma:

$$\tau_C = D_1 (D_2 + k\phi t)^{1/2} \left[\ln \frac{(D_2 + k\phi t)^{-1/2}}{b} + B \right], \quad (I-10)$$

onde: D_2 é o número de pontos de fixação (pinning points) inicialmente presentes, isto é, antes da irradiação,

$k\phi t$ é o número de pontos de fixação formados durante irradiação.

Nestas condições, os dados experimentais obtidos anteriormente⁽²⁴⁾ se ajustam perfeitamente à equação I-10 para altas doses onde D_2 torna-se desprezível. Blewitt e colaboradores chegaram à conclusão de que o modelo proposto por Holmes⁽¹⁶⁾ é o que governa o aumento na τ_C , sendo a irradiação neutrônica a res

ponsável pelos novos pontos de fixação no plano de deslizamento, dando a dependência de τ_c com a raiz quadrada da dose de irradiação.

A controvérsia sobre a dependência do encruamento com o fluxo integrado, girava principalmente em torno dos metais cfc representados pelo cobre, quer na forma monocristalina como policristalina. Os efeitos da radiação neutrônica nos metais ccc, têm mostrado que as propriedades mecânicas representadas pela tensão de escoamento, σ_E , têm exibido uma dependência com a dose de irradiação um tanto quanto diversificada. Por exemplo: (a) o monocristal de ferro, exibe uma dependência de τ_c com $(\phi t)^{1/2}$ somente para pequenos fluxos integrados, sendo que para fluxos integrados 3×10^{17} n/cm², se observa uma saturação que pode ser atribuída ao efeito da presença de cerca de 20 ppm em peso de carbono⁽²⁸⁾, (b) para o policristal ferrovac - E⁽²⁹⁾, a dependência é com $(\phi t)^{0,1}$ e $(\phi t)^{0,15}$, (c) para o policristal de molibdênio, a dependência é com a raiz quadrada⁽³⁰⁾ e (d) para o Nb o expoente de (ϕt) era 0,07 e 0,25 dependendo das condições iniciais da amostra⁽³¹⁾.

Quanto ao efeito da irradiação neutrônica na deformação plástica do Nb, será interessante rever alguns trabalhos.

Makin e Minter⁽³²⁾ estudando as propriedades mecânicas do Nb irradiado com nêutrons a um fluxo integrado de 10^{20} n/cm², observaram um aumento na σ_E induzida pela radiação de cerca de 26 % e uma redução ou mesmo um desaparecimento na queda do escoamento logo após a σ_E . Eles interpretaram esse resultado em termos do modelo de Holmes⁽¹⁶⁾. Um dos resultados do presente trabalho, é a determinação do efeito da radiação neutrônica sobre o monocristal de Nb em duas orientações distintas, como se verá em capítulo posterior.

Trabalhando extensivamente com Nb policristalino e Nb

monocristalino, Tucker⁽³³⁾ e Tucker e colaboradores⁽³⁴⁾ estudaram o efeito da radiação neutrônica na tensão de cisalhamento desse metal com fluxos integrados até 8×10^{18} n/cm². Consideraram de que forma as barreiras presentes no material não irradiado, barreiras - U, se combinam com aquelas produzidas pela radiação, barreiras - I, a fim de dar a tensão de cisalhamento, τ_C , observada. Consideraram dois casos:

a) as barreiras U e I atuando independentemente: neste caso, a tensão de cisalhamento resultante que atua na linha de discordância nas barreiras I no escoamento será $\tau = \tau_U$, onde τ_U é a tensão crítica de cisalhamento do material não irradiado. Dessa forma a equação I-1 fica:

$$\tau - \tau_U = \frac{F_I}{b \bar{l}_I} \quad (\text{I-11})$$

onde: F_I é a força necessária para que a discordância ultrapasse a barreira e

\bar{l}_I é a distância média entre as barreiras I. Considerando que haja n_I barreiras I por unidade de volume, todas com praticamente o mesmo diâmetro, d_I , \bar{l}_I pode ser escrito como:

$$\bar{l}_I = \frac{1}{\sqrt{n_I d_I}} \quad (\text{I-12})$$

com isso a equação I-11 fica:

$$\tau = \tau_U + \frac{F_I}{b} (n_I d_I)^{1/2} \quad (\text{I-13})$$

b) as barreiras atuando juntas: neste caso a equação será a mesma, porém \bar{l} será substituído por:

$$\bar{l} = \frac{1}{\sqrt{n_U d_U + n_I d_I}} \quad (\text{I-14})$$

onde: n_U é o número de barreiras U por unidade de volume e d_U o diâmetro de cada uma.

Nestas condições a equação I-1 fica:

$$\tau = \frac{\bar{F}}{b} (n_U d_U + n_I d_I)^{1/2} \quad (I-15)$$

onde F_0 foi substituída por \bar{F} , a força efetiva crítica. Desde que $\tau = \tau_U$ quando $n_I = 0$, a equação I-15 fica:

$$\tau^2 = \tau_U^2 + \frac{\bar{F}^2}{b^2} (n_I d_I) \quad (I-16)$$

Aplicando as equações I-13 e I-16 aos dados obtidos com amostras irradiadas, verificou-se um melhor ajuste da equação I-16 para a extrapolação dos dados de amostras não irradiadas. Isto sugeriu que as barreiras atuam juntas no impedimento do movimento das discordâncias. Concluiu-se que há um forte encruamento devido à interação discordância-barreira com uma força tão intensa que obriga as discordâncias a arquearem em torno das barreiras, conforme o modelo de Orowan⁽¹⁷⁾.

Um outro detalhe de importância observado é que parece haver uma correlação do encruamento com os aglomerados de defeitos de todos os tamanhos, embora em trabalho anterior, Makin e colaboradores⁽³⁵⁾ estudando o cobre haviam concluído que somente aglomerados com diâmetros menores que 50 Å contribuíam para o encruamento induzido pela radiação.

Uma forma de se verificar o efeito do tamanho dos aglomerados no encruamento induzido pela radiação seria modificar os seus respectivos diâmetros. Com este objetivo, Loomis e Gerber⁽³⁶⁾ estudaram o efeito de impurezas de oxigênio nos aglomerados de defeitos e no encruamento do Nb monocristalino irradiado com nêutrons com fluxos integrados até 4×10^{19} n/cm². Eles obser-

varam através de microscopia eletrônica de transmissão, amostras de Nb com 185, 68 e 10 ppm de oxigênio que exibiram diferentes concentrações e tamanhos de anéis de discordâncias e aglomerados de defeitos. Para fluxos integrados de 3×10^{17} , 10^{18} e $1,5 \times 10^{19}$ n/cm², as amostras com maiores níveis de impurezas de oxigênio, exibiam maiores concentrações de anéis com menores diâmetros e maior tensão de cisalhamento, τ_c . Para todos os níveis de impureza, a tensão de cisalhamento era proporcional à $(\phi t)^{1/2}$ até uma dose de 3×10^{17} n/cm² e aparentemente independente do nível de impureza. Para doses de 3×10^{17} a 10^{18} nêutrons/cm², τ_c apresentou uma queda que é característica da operação dos sistemas de deslizamentos. Para doses de 10^{18} a 4×10^{18} n/cm², todas as amostras apresentaram uma saturação para τ_c . Finalmente para doses maiores que 4×10^{18} n/cm², τ_c apresentou uma variação $\Delta\tau_c$, que era maior para os maiores níveis de oxigênio. As temperaturas de irradiação e das experiências de deformação estavam entre 30 e 50 °C. Loomis e Gerber⁽³⁶⁾ interpretaram esses resultados utilizando o modelo de encruamento pela rede, alegando que as manchas pretas (black spots) e os anéis de discordâncias observados no microscópio eletrônico eram os agentes do encruamento, isto é, as barreiras se opunham aos movimentos das discordâncias e que o encruamento induzido pela radiação era principalmente devido aos aglomerados e anéis com diâmetros menores que 70 Å.

Até o presente, o mecanismo de encruamento pelas barreiras tem sido plenamente aceito, porém a introdução de impurezas no metal ccc, ou mesmo a formação de auto-intersticiais pela radiação (neutrônica ou eletrônica) à baixa temperatura, por exemplo 4,2 K, tem suscitado uma controvérsia quanto à natureza do mecanismo de deformação também à baixa temperatura. A controvérsia se refere à questão se o mecanismo de deformação é de natureza intrínseca ou extrínseca. O mecanismo de natureza extrínseca

atribui a maior parte da dependência deformação-temperatura às impurezas residuais, enquanto que o mecanismo de natureza intrínseca sugere que o rápido aumento no encruamento à baixa temperatura resulta de uma alta resistência inerente à rede cristalina, aos movimentos de discordâncias em hélice. Esta resistência seria provocada pela presença das barreiras de Peirls-Nabarro (37) ou ainda pelas conversões termicamente ativadas de discordâncias helicoidais dissociadas de configurações presas (sessile) para livres (glissile).

Essa controvérsia surge porque há dois conjuntos de resultados experimentais que parecem apoiar ambas as conclusões: a) a introdução de átomos auto-intersticiais pela irradiação com elétrons à baixa temperatura ou de átomos intersticiais estranhos no ferro, produz um efeito de amolecimento quando deformado à baixa temperatura (77 K) que é altamente dependente da orientação do eixo de tensão^(38,39), b) a introdução de átomos intersticiais estranhos de um único tipo no Nb, produz um efeito contrário, isto é, um encruamento^(40,41).

Nagakawa e colaboradores⁽⁴²⁾, examinaram as diferenças entre os mecanismos de deformação à baixa temperatura do Fe e Nb objetivando contribuir para a resolução dessa controvérsia. Eles realizaram experiências de tensão-deformação a 30 K para amostras de Nb com duas orientações distintas do eixo de tensão $[441]$ e $[941]$, respectivamente, irradiadas com elétrons de 2 MeV e fluxo integrado de $3,1 \times 10^{17}$ elétrons/cm² à temperatura menor que 30 K. Com a interpretação das curvas de tensão-deformação e análise morfológica das superfícies dos cristais de Nb, concluíram que as diferenças observadas entre os seus dados experimentais para o Nb e os do Fe obtidos na literatura devem ser explicados em termos da consideração dos sistemas de deslizamentos.

Um "sistema de deslizamento" é comumente representado

pela direção e pelo plano no qual uma discordância desliza quando o cristal está sob tensão mecânica. Por exemplo: um deslizamento de uma discordância no plano (101) na direção $[11\bar{1}]$ é representado por $(101) [\bar{1}1\bar{1}]$.

O amolecimento do Fe, induzido pela irradiação ou ainda pela introdução de intersticiais estranhos deve ser explicado pelo fato de que o Fe se deforma pela operação de um sistema de deslizamento primário caracterizado por $(101) [\bar{1}1\bar{1}]$ com fator de Schmid igual a 0,499. Por outro lado, o encruamento observado pela introdução de átomos intersticiais no Nb, pode ser explicado pela operação de um sistema de deslizamento anômalo caracterizado por $(110) [\bar{1}1\bar{1}]$ com fator de Schmid igual a 0,244, apesar da existência de um sistema primário $(101) [\bar{1}1\bar{1}]$ com fator de Schmid igual a 0,499.

4. Interação entre discordâncias móveis e defeitos (aglomerados de defeitos e anéis de discordâncias).

4.1. Observação de defeitos por MET-microscopia eletrônica de transmissão.

A utilização de fontes de radiação tais como reatores nucleares de pesquisa, aceleradores de partículas (van de Graff, Cíclotron, Microscópio Eletrônico de Alta Voltagem, etc.) na introdução de defeitos nos materiais através dos mecanismos de danos de radiação, tem exigido a utilização de novos métodos de estudo além daqueles já tradicionais tais como experiências de tensão-deformação, resistividade, propriedade magnética, microscopia ótica, microdureza, etc. Essa exigência tem sido atendida com a utilização do MET na observação e análise direta dos defeitos produzidos, não somente por irradiação, mas também por processos mecânicos e térmicos.

Em 1959, esse método de estudo foi utilizado pela pri-

meira vez na observação direta dos danos de radiações em Al, Cu e Au^(43,44,45).

Os tipos de defeitos mais comumente observados numa estrutura cristalina através do microscópio eletrônico são: A) aglomerados de defeitos, B) anéis de discordâncias, C) discordâncias, D) falhas de empilhamento, E) cavidades e F) bolhas de gás.

A) Usualmente, os aglomerados de defeitos aparecem como pontos pretos na tela fosforescente do microscópio. Em alguns metais, podem ser observados após irradiação, enquanto que em outros, eles somente se desenvolvem após um período de tratamento térmico posterior à irradiação. Aumentando-se a temperatura ou o tempo de recozimento, os pontos escuros desaparecem e em seus lugares se desenvolvem anéis de discordâncias ou até mesmo cavidades e falhas de empilhamento. Os aglomerados de defeitos têm estrutura muito complexas, principalmente quando criados pela irradiação. Eles resultam da aglomeração de lacunas e ou intersticiais até atingir um tamanho que possa ser resolvido pela MET. Essa aglomeração é influenciada por um número de fatores, tais como a temperatura de irradiação, a pureza do material, o próprio material, etc.

Chen e colaboradores⁽⁴⁶⁾ observando os aglomerados de defeitos em Nb irradiado com nêutrons até $\phi t = 8 \times 10^{19}$ n/cm², $E > 0,1$ MeV, dividiram-nos em Aglomerados de Defeitos Pequenos - ADP e Aglomerados de Defeitos Grandes - ADG. A natureza dos ADG foi determinada como sendo intersticial com a aplicação da técnica da troca de sinal de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$, onde \vec{g} é o vetor de difração, \vec{b} é o vetor de Burgers do aglomerado e s é a distância da esfera de Ewald ao ponto da rede recíproca que dá a reflexão (s é paralelo ao feixe de elétrons). A atribuição do vetor de Burgers aos ADG, somente foi possível após um tratamento térmico entre 350 e 500 °C no qual eles se convertem de aglomerados para anéis de

discordâncias simples.

B) Os anéis de discordâncias consistem principalmente da aglomeração de lacunas ou intersticiais. No microscópio eletrônico, eles aparecem tendo uma estrutura bem definida. Quando atingem dimensões que podem ser resolvidos, apresentam-se realmente como anéis. Por outro lado, se as dimensões forem menores que 50 \AA ou menos, eles aparecem como estruturas caracterizadas pelo contraste preto-branco. O que distingue um aglomerado de de feito de um anel de discordância quando suas dimensões são menores que 50 \AA , é exatamente esse tipo de contraste. Há dois tipos básicos de anéis: a) anel deslizante (slip loop), quando o vetor de Burgers que o caracteriza está no plano do anel e b) anel prismático (prismatic loop), quando o vetor de Burgers é normal ao plano do anel. Anéis que se apresentam em estruturas mistas, geralmente é referido na literatura simplesmente como "anéis prismáticos". Com a aplicação da teoria de contraste de difração desenvolvida por Hirsch e colaboradores⁽⁴⁷⁾ é possível a determinação da natureza dos anéis de discordâncias - lacunar ou intersticial. A natureza cristalográfica de um anel de discordância é completamente caracterizada pela sua normal, \vec{n} , do plano do anel e pelo seu vetor de Burgers, \vec{b} . O anel será do tipo lacunar se $(\vec{n} \cdot \vec{b}) > 0$ e do tipo intersticial se $(\vec{n} \cdot \vec{b}) < 0$.

C) As discordâncias do tipo hélice (ou helicoidal) e cunha, aparecem no microscópio eletrônico como linhas escuras retas, curvas, quebradas e mistas. A determinação do vetor de Burgers de uma discordância, é feita com a utilização da aplicação de um dos resultados da teoria de contraste de difração. De acordo com essa teoria, a discordância é invisível na tela fosforescente do microscópio eletrônico quando as imagens são obtidas para certos valores do vetor de difração \vec{g} para os quais $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$.

D) As falhas de empilhamento, são defeitos caracteriza

dos pelas regiões do cristal em que os planos adjacentes não estão numa relação cristalográfica correta, e, devido a isso, definem interfaces na estrutura cristalina do material. Essas interfaces aparecem nas imagens do microscópio eletrônico como estruturas constituídas por conjuntos de linhas paralelas.

E) As cavidades (voids), são volumes vazios existentes no seio do material. São agregados de lacunas que atingem dimensões volumétricas discerníveis pela MET. As lacunas se aglomeram preferencialmente sob a ação de impurezas gasosas (hélio) e crescem à supersaturação lacunar que é causada pela forte atração de intersticiais próprios para as discordâncias. As cavidades aparecem nas imagens do microscópio eletrônico como regiões claras.

F) Um dos danos provocados pela irradiação do material com nêutrons é o átomo de hélio como resultado da reação nuclear (n, α). Devido à baixa solubilidade do He nos materiais, este se aglomera constituindo as bolhas de He. As bolhas de He aparecem como pontos claros na tela do microscópio eletrônico.

4.2. Canais de discordâncias.

Os "canais de discordâncias", são regiões planas limpas de defeitos, observadas no interior dos metais (irradiados ou temperados) deformados.

Antes da observação de aglomerados de defeitos pela MET, Cottrell⁽⁴⁸⁾ propôs que a deformação plástica de metais irradiados poderia ocorrer pelo deslizamento inicial de discordâncias varrendo alguns dos obstáculos criados pela radiação, fazendo com que a passagem de outras discordâncias do mesmo plano de deslizamento fosse facilitada, resultando assim uma avalanche de deslizamentos bem localizados. A primeira confirmação experimental direta de que os aglomerados de defeitos são removidos dos caminhos das discordâncias deslizantes foi feita por Green-

field e Wilsdorf⁽⁴⁹⁾ em monocristais de cobre irradiado com nêutrons e deformado. A confirmação da existência de canais de discordâncias em cobre irradiado foi feita por Seeger⁽¹²⁾ que sugeriu a correspondência entre os canais observados através de MET e as marcas dos traços de deslizamentos observados nas superfícies das amostras através do microscópio ótico.

Há muito tempo que se reconhece que a deformação plástica nos metais irradiados tende a se concentrar em bandas de deslizamentos distintas, separadas por regiões não deformadas. Essas bandas são constituídas por conjuntos de linhas de deslizamentos que correspondem aos planos da estrutura cristalina em que se dá os deslizamentos. Essas "marcas", foram observadas não somente nas superfícies de amostras de cobre, mas também no Al⁽⁵⁰⁾, Fe⁽⁵¹⁾, Mo⁽⁵²⁾ e Nb⁽⁵³⁾. Por exemplo, Wechsler e colaboradores⁽⁵³⁾ verificaram através de microscópio ótico que enquanto o Nb monocristalino não irradiado e deformado apresentava uma distribuição uniforme das linhas de deslizamentos, o mesmo material irradiado até um fluxo integrado de $4,2 \times 10^{17}$ n/cm² a 90 °C, apresentava conjuntos de linhas (bandas) separados por regiões não deformadas. Em quase todas as observações de canais de discordâncias pela MET, os traços do plano no qual um canal está contido são consistentes com os traços do plano de deslizamento observados nas superfícies por meio de microscopia ótica. Em algumas situações, a identificação das orientações cristalográficas dos planos dos canais é feita com o auxílio da teoria de contraste de difração⁽⁵⁴⁾ para determinar o vetor de Burgers da discordância móvel. Como o vetor de Burgers deve estar no plano do canal, a sua determinação e os traços do plano, determinam univocamente os índices desse plano. A teoria do contraste de difração prevê que discordâncias para as quais $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ (\vec{g} , vetor de difração e \vec{b} , vetor de Burgers) terão contrastes invisíveis ou

fracos. Assim, é possível determinar \vec{b} , com a obtenção de micrografias para vários vetores de difração \vec{g} de um mesmo campo de observação. Um exemplo da identificação de canais de discordâncias é encontrado no trabalho de Tucker⁽³¹⁾ onde um arranjo triangular de canais de discordâncias é identificado usando-se três vetores de difração \vec{g} . Com $\vec{g} = [01\bar{1}]$ e $\vec{g} = (\bar{1}10)$, as discordâncias apresentam-se bem visíveis, $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$, enquanto que com $\vec{g} = [10\bar{1}]$ elas são quase invisíveis, $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$. Considerando-se também o fato de que no Nb se tem a direção $\langle 111 \rangle$ muito bem identificada como sistema de deslizamento, e que a direção dos traços dos planos na superfície da amostra (determinada pela difração) era $\langle 112 \rangle$ os três planos dos canais foram caracterizados como planos $\{110\}$ cujas normais estão no plano (111) que era a superfície da amostra.

Esse método de identificação dos canais se aplica também para o caso de monocristais, porém, como se verá neste trabalho, a determinação dos índices dos planos dos canais para monocristais é mais simples porque se conhece de antemão a disposição cristalográfica dos planos na amostra.

Os canais de discordâncias têm sido observados em muitos metais irradiados ou temperados. Para metais irradiados, tem-se por exemplo, o Cu^(12,49,55,56,57), o Mo^(52,58,59), o Fe^(51,60) e o Nb^(31,33,61) e para os metais temperados, pode-se citar por exemplo, o Al^(62,63) e o Au⁽⁶⁴⁾.

4.3. Mecanismos de Interação: discordâncias móveis-defeitos.

De acordo com Smidt⁽⁶⁵⁾, o processo completo de formação de canais de discordâncias deve envolver os seguintes fatores: mecanismo de iniciação do canal, eliminação dos aglomerados de defeitos e encruamento ou outro processo que finaliza o desen

volvimento do canal.

4.3.1. Iniciação do canal.

Algumas considerações a respeito do problema de iniciação das bandas de deslizamento em materiais irradiados foram feitas por Makin e Sharp⁽⁶⁶⁾. Este mecanismo sugere que as discordâncias deslizantes (gliding dislocations) surgem de simples anéis de discordâncias que atuam como fontes ao se expandirem de acordo com o modelo de fontes de discordâncias do tipo Frank-Read. Makin e Sharp⁽⁶⁶⁾, consideraram que para o anel se expandir é necessária uma tensão dada por:

$$\tau = \frac{Gb}{2r} + \frac{\beta N^{1/2} m}{b} \quad (I-17)$$

onde: G é o módulo de cisalhamento, b é o vetor de Burgers, r é o raio do anel, N é o número de obstáculos (aglomerados) idênticos por unidade de área que cortam o plano de deslizamento, β é um fator que dá conta da efetividade da interação; $\beta = 1$ se todos os obstáculos são efetivos e m é a tensão de resistência de cada obstáculo. O primeiro termo do segundo membro da equação I-17 corresponde à tensão necessária para manter o anel em existência devido à linha de tensão e o segundo termo é a tensão por unidade de comprimento de linha de discordância necessária para superar a força de resistência dos obstáculos.

Um empilhamento de discordâncias se forma, à medida que mais anéis são produzidos pela fonte. Esse empilhamento exerce uma tensão de reação dada por $nGb/2r$ sobre a fonte. Os autores mostraram que para o Cu o número de discordâncias num empilhamento cresce rapidamente tão logo o primeiro anel tenha se expandido o suficiente para que o segundo anel surja. A tensão se aproxima assintoticamente de $\beta N^{1/2} m/b$ até que o empilhamento se for-

me, depois cai rapidamente. Seus cálculos mostram que uma vez que a tensão necessária para fazer com que o anel atravessasse o campo de obstáculos seja atingida, o empilhamento se forma quase que imediatamente e se expande para tensões decrescentes. O trabalho de Makin e Sharp⁽⁶⁶⁾ fornece subsídios que favorecem a adoção do modelo de encruamento pela rede (lattice hardening). Por meio deste modelo, os autores mostram que os defeitos dispersos produzem todas as características de deformação que antes eram usadas como evidências para o modelo de encruamento pelas fontes (source hardening).

4.3.2. Eliminação dos aglomerados de defeitos.

Um mecanismo de remoção dos aglomerados de defeitos seria aquele no qual a discordância arrastaria para as bordas do canal os aglomerados que encontrasse durante o seu movimento. Mas o conjunto de observações experimentais tem indicado que a densidade, o tamanho e a distribuição dos defeitos perto das margens do canal são praticamente os mesmos em regiões afastadas do canal^(55,67). Uma exceção é o trabalho de Bapna e colaboradores⁽⁶⁴⁾, onde foi observado para o caso do ouro temperado, uma densidade de pequenas falhas de empilhamento tetraédricas na área deformada próxima da parede do canal maior do que nas regiões afastadas do canal. Outra exceção mais recente é encontrada no trabalho de Loomis e Otero⁽⁶⁸⁾, onde os canais, limitados pela superfície da amostra, apresentam uma alta densidade de anéis alinhados ao longo da intersecção dos planos dos canais com as superfícies da amostra.

Um outro tipo de mecanismo supõe uma aniquilação dos aglomerados de defeitos de certa natureza por outros de natureza oposta⁽⁶⁷⁾, por exemplo: lacuna e intersticial. Se os aglomerados forem de natureza intersticial, por exemplo, eles seriam

aniquilados pelas lacunas criadas durante o movimento de discordâncias. Este processo parece ser duvidoso em vista da observação de canais no cobre irradiado e deformado a 4 K, onde a difusão atômica é mínima.

4.3.3. Interação discordância-anel de discordância.

Talvez uma atenção maior tenha sido dispensada aos movimentos nos quais a discordância, no seu movimento, interage com um anel para incorporá-lo em sua estrutura ou para convertê-lo numa configuração que o permita deslizar para fora da área do canal, ou ainda para alterar sua forma a fim de facilitar o seu desaparecimento. Surgiu uma hipótese de que um anel com vetor de Burgers tendo a mesma direção do vetor de Burgers da discordância pudesse ser parcialmente incorporado na discordância, porém como salientou Sharp⁽⁵⁵⁾ este mecanismo não daria conta de explicar o desaparecimento dos anéis cujos vetores de Burgers são inclinados ao plano de deslizamento.

A figura I-6, representa um tipo de interação entre uma discordância e um anel incompleto proposta por Strudel e Washburn⁽⁶⁹⁾ para o caso de uma rede cfc. Neste caso, o anel não se encontra no mesmo plano da discordância. O vetor de Burgers da discordância é $\vec{D}_B = a/2[1\bar{1}0]$ e o do anel é $\vec{D}_d = a/3[1\bar{1}1]$. Nessa interação é formada uma discordância parcial com vetor de Burgers $\vec{d}_B = a/6[1\bar{1}\bar{2}]$ que completa a interação com o anel gerando um segmento helicoidal com vetor de Burgers \vec{D}_B de acordo com a equação $\vec{D}_d + \vec{d}_B = \vec{D}_B$. O resultado final dessa interação é que a discordância apresenta seções espirais e o anel é destruído. Este modelo de interação explica perfeitamente os dados experimentais obtidos para o Al temperado a partir de 658 °C, onde se observa longas discordâncias com segmentos de espirais e regiões desprovidas de anéis⁽⁷⁰⁾.

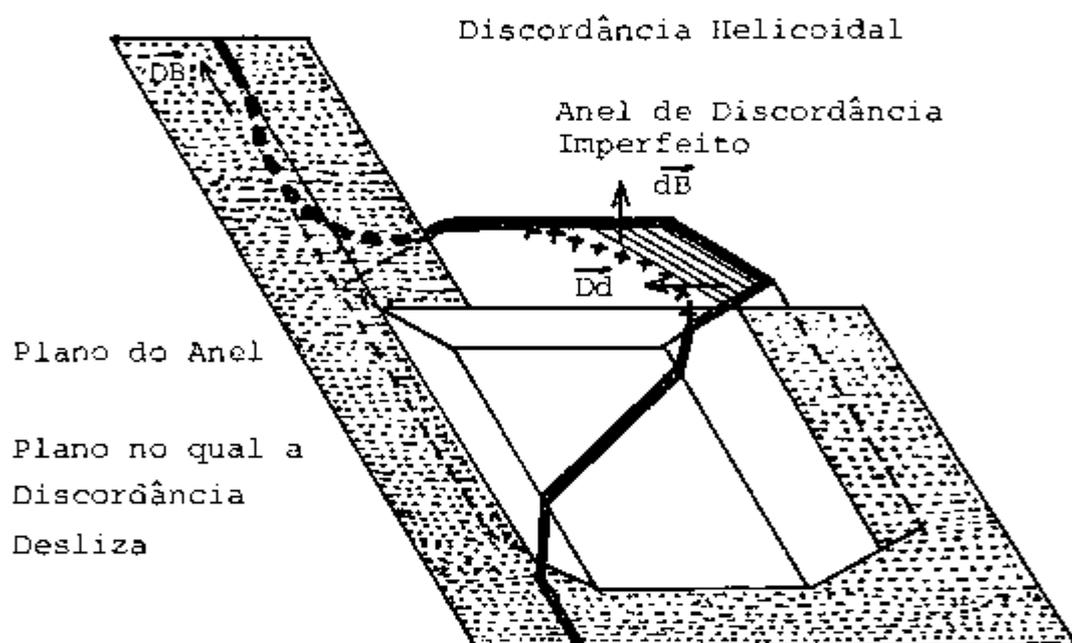


Fig.I-6. Interação entre uma discordância e um anel incompleto (ver texto), segundo Strudel e Washburn⁽⁷⁰⁾.

Um outro sistema de interação para metais cfc, foi proposto por Foreman e Sharp⁽⁷¹⁾. A figura I-7, ilustra o processo de remoção do anel. O resultado final da interação é que o anel ficou incorporado à discordância que continua seu movimento, deixando atrás de si uma área limpa.

Finalmente há um mecanismo bem diferente daqueles acima propostos. Tucker e colaboradores⁽⁶⁷⁾, propõem que a remoção dos aglomerados de defeitos e dos anéis seja devida a um aquecimento local proveniente da energia de deformação plástica. Para Nb, calcularam um aumento na temperatura de cerca de 80 °C, que é insuficiente para aniquilar os defeitos, se o calor for considerado distribuído uniformemente pela amostra. Se, por outro lado, o calor devido à deformação, for liberado preferencialmente sobre os aglomerados, o que os autores acham provável, as amplitudes de vibrações térmicas dos átomos que constituem os defeitos aumentaria consideravelmente e, conseqüentemente, haveria um êxodo dos átomos dos aglomerados de defeitos que faria com que estes desaparecessem.

4.3.4. Experiências de deformação "in-situ" no MET.

Uma das técnicas mais apropriadas para o estudo e observação direta do comportamento das discordâncias e o seu efeito sobre as propriedades mecânicas dos sólidos é a deformação "in-situ" no MET, utilizada neste trabalho. No entanto, o número de trabalhos publicados relativos ao uso desta técnica, é muito reduzido, mesmo em se tratando do uso de microscópio de 100 kV. Apenas como exemplo, pode-se citar o trabalho de Veselý⁽⁷²⁾ no qual ele observa que a escolha do sistema de deslizamento não só depende da orientação do eixo de tensão, como também da orientação da superfície da amostra (monocristal de Mo) deformada "in-situ" num MET de 100 kV. Ele conclui que os

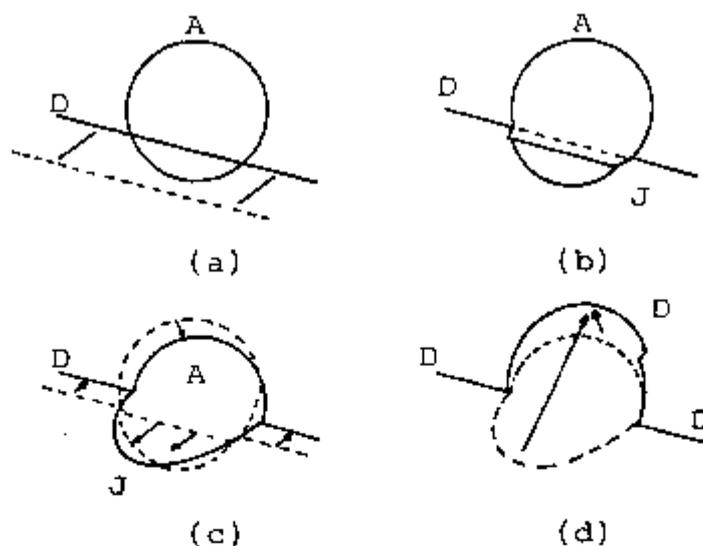


Fig.I-7. Quatro estágios de interação de uma discordância D , com um anel A . As linhas seccionadas representam a configuração prévia. Em (a) a discordância corta o anel e forma junções estáveis $J = A + D$ em dois pontos da intersecção (b). O deslizamento de ambas as partes do anel permite que as junções cresçam até juntarem-se e se estenderem em torno da metade do anel (c), o que minimiza a energia tanto para o anel como para a discordância. As duas metades do anel deslizam e juntam-se devido à atração entre elas (d). O anel é aniquilado e a discordância continua seu movimento. A discordância é suposta ser quase reta localmente, de modo que sua linha de tensão exerce uma força bem pequena sobre o anel durante a interação. Conforme Foreman e Sharp⁽⁷¹⁾.

sistemas de deslizamentos mais efetivos são aqueles nos quais os anéis de discordâncias perdem facilmente as suas componentes helicoidais para a superfície, deixando as componentes em cunha se propagarem através da amostra.

Devido a esse resultado importante, Veselý sugere que a lei de Schmid para a tensão de cisalhamento máxima resolvida seja corrigida por um fator sen^6 quando se considera os sistemas de deslizamentos em amostras muito finas. Dessa forma, a lei de Schmid passa a ser escrita como:

$$V = \text{sen}^6 \text{cos}^2 \text{cos} \lambda \quad (\text{I-18})$$

onde: V é o fator que determina a probabilidade de atuação do sistema de deslizamento,

δ é o ângulo entre o vetor de Burgers, \vec{b} , da discordância e a normal \vec{N} da superfície da amostra,

ϵ é o ângulo entre o vetor de Burgers \vec{b} e o eixo de tensão

λ é o ângulo entre a normal ao plano de deslizamento e o eixo de tensão.

Quanto ao uso do Microscópio Eletrônico de Transmissão de Alta Voltagem (METAV), nas experiências de deformação "in-situ", tem-se os trabalhos de Campany e colaboradores^(59,73). No primeiro trabalho, os autores descrevem a técnica, a preparação de amostras e os primeiros resultados da deformação "in-situ" para o monocristal de Mo. Nestes resultados, observaram que partículas de carbeto de molibdênio atuam como fontes de discordâncias e que estas, de acordo com Veselý, perdem suas componentes helicoidais para a superfície e as componentes em cunha movem-se rapidamente para as margens da amostra. Observaram também que discordâncias helicoidais com vetor de Burgers na mesma direção do deslizamento não desaparecem na superfície e suas velocidades

ao longo da amostra é cerca de seis vezes menor que as velocidades das discordâncias em cunha.

No segundo trabalho, estes autores confirmam os resultados de Veselý⁽⁷²⁾ observando que as interações entre as discordâncias durante a deformação é altamente dependente da geometria da amostra.

Os trabalhos mais recentes da deformação "in-situ" no METAV, são de Johnson e Hirsch⁽⁵⁷⁾ e de Hanamura e Jesser⁽⁷⁴⁾. O último refere-se à deformação "in-situ" do aço inoxidável tipo 316 irradiado com nêutrons e implantado com hélio. O objetivo era estudar o efeito dessas irradiações nos modos de propagação de trincas do material sob deformação.

O trabalho de Johnson e Hirsch⁽⁵⁷⁾ refere-se à deformação "in-situ" no METAV de monocristais de Cu irradiado com nêutrons a um fluxo integrado de 10^{18} n/cm², $E > 1$ MeV.

Até o presente, os únicos trabalhos publicados a respeito da deformação e irradiação "in-situ" no METAV de monocristais de Nb com as orientações [941] e [441] podem ser vistos nas referências 68, 75 e 76. Neste sentido, o presente trabalho pretende ser também uma contribuição.

5. Danos de radiação com elétrons.

5.1. Aspectos experimentais.

Nesta parte, a atenção será focalizada numa das alternativas de irradiação à disposição do pesquisador em danos de radiação. Trata-se da utilização do METAV como fonte de irradiação cuja utilização na simulação dos processos de danos de radiação iniciou a cerca de quinze anos⁽⁷⁷⁾.

As vantagens da utilização do METAV para os estudos de danos de radiação são: a) alto fluxo de elétrons, e portanto, alta taxa de deslocamento atômico (10^{-3} dpa/s comparada com 10^{-6}

dpa/s num reator nuclear), b) geralmente se tem deslocamentos atômicos simples (sem cascatas), c) observação "in-situ" de nucleação e crescimento de defeitos secundários e d) controle relativamente fácil das variáveis experimentais, tais como a orientação da amostra, a temperatura, a energia e o fluxo.

Um conhecimento preciso das condições experimentais no METAV, é essencial, embora apareçam dificuldades tais como: a) fluxo, cuja medida pode apresentar erros devidos a não uniformidade do feixe de elétrons, b) taxa de deslocamento. As equações de danos de radiação requerem o conhecimento da energia limiar de deslocamento atômico, T_d , que pode ser facilmente medida pela voltagem de limiar. No entanto, T_d varia e nem sempre é óbvio qual valor se deve usar. Este problema é muito mais sério quando o material estudado é uma liga metálica, porque os T_d 's dos elementos da liga são diferentes. c) efeito de superfície. O efeito de folhas finas, onde as superfícies são sumidouros dominantes, é bem conhecido. Condições volumétricas podem ser simuladas efetuando-se irradiações e observações em áreas bem grossas. d) preparo da amostra. As amostras devem ser preparadas cuidadosamente a fim de evitar a introdução de defeitos pela deformação originada durante o manuseio das mesmas.

5.2. Efeitos básicos da irradiação com elétrons.

5.2.1. Processo de deslocamento atômico.

A energia máxima transferida numa colisão elástica frontal de um elétron de energia E , massa m e momento p , com um átomo de massa M é dada por⁽⁷⁸⁾.

$$T_{\max} = \frac{(2p)^2}{2M} \quad (I-19)$$

Como os elétrons têm velocidade próxima da velocidade

da luz, c , pela cinemática relativística tem-se:

$$p^2 c^2 = E(E + 2mc^2) \quad (\text{I-20})$$

combinando-se as equações I-19 e I-20, segue-se que:

$$T_{\max} = \frac{2E(E + 2mc^2)}{Mc^2} \quad (\text{I-21})$$

Para colisões nas quais há um ângulo θ entre as direções do elétron incidente e do átomo atingido, a energia transferida será dada por:

$$T = T_{\max} \cos^2 \theta \quad (\text{I-22})$$

O próximo passo é estabelecer um critério para que haja o deslocamento atômico. Uma suposição grosseira, mas útil, é considerar o átomo preso em sua posição na rede cristalina, num poço de potencial quadrado e isotrópico de profundidade T_d .

T_d é a energia de limiar para que haja o deslocamento atômico. Para $T < T_d$, não haverá a criação de defeito, se, por outro lado $T > T_d$, a probabilidade de criação de defeito é 1.

Este modelo bem simples, foi introduzido por Kinchin e Pease⁽⁷⁹⁾ e serve perfeitamente para o caso em que se usa o microscópio eletrônico como fonte de irradiação, onde as energias transferidas pelos elétrons, T_{\max} , dificilmente são tais que provoquem deslocamentos secundários. Nestas condições, o número total de deslocamentos produzidos por choque primário de energia T , é:

$$N(T) = \frac{T}{2T_d}, \quad \text{para } T \geq 2T_d \quad (\text{I-23})$$

Para energias transferidas $T > T_d$, a concentração de deslocamentos produzidos ou pares de defeitos criados, por segundo, é dada pela taxa de deslocamentos $P = \phi_e S_e$, onde ϕ_e é o fluxo de elétrons e S_e a seção de choque para deslocamento atômico durante a irradiação eletrônica. Oen⁽⁸⁰⁾, utilizando cálculo computacional, tabelou os valores de S_e tanto para os núcleos pesados como para os mais leves. A seção de choque S_e para um choque primário no Nb irradiado com elétrons de 900 keV, é de cerca de 70 barns⁽⁸⁰⁾.

Após um tempo de irradiação, t , o dano é expresso por:

$$D = \phi_e S_e t, \quad (I-24)$$

que é usualmente referido em unidades de deslocamento por átomo, dpa (displacement per atom). Dano de radiação = 1 dpa, significa que em média cada átomo da estrutura cristalina foi deslocado pelo menos uma vez.

5.2.2. Defeitos puntiformes.

As variações das concentrações de átomos intersticiais C_i , e de lacunas, C_v , num regime de irradiação constante, são dadas por⁽⁸¹⁾:

$$\begin{aligned} \frac{dC_v}{dt} = & P(1-C_v)(1-Z_{iv}C_v) - Z_{iv}(M_i+M_v)C_iC_v \\ & - M_v C_{sv} C_v - Z_{va} M_v C_{sa} C_v \end{aligned} \quad (I-25)$$

$$\begin{aligned} \frac{dC_i}{dt} = & P(1-C_v)(1-Z_{iv}C_v) - Z_{iv}(M_i+M_v)C_iC_v \\ & - Z_{ia} M_i C_{sa} C_i \end{aligned} \quad (I-26)$$

Os primeiros termos correspondem às taxas de produção de defeitos que contribuem para a migração livre com os defeitos que escapam de uma recombinação espontânea caracterizada pelo número de posições de captura Z_{iv} . Os segundos termos são as taxas de desaparecimento de defeitos puntiformes pela aniquilação mútua devido à migração de intersticiais e lacunas com mobilidades M_i e M_v , respectivamente. Os terceiros termos representam o escape de cada defeito para as superfícies da amostra, onde a efetividade das superfícies como sumidouros para cada tipo de defeito é representada por C_{si} e C_{sv} . Os quartos termos são os desaparecimentos de cada defeito devido aos crescimentos de anéis de discordâncias do tipo intersticial, onde C_{sa} é a concentração de posições atômicas nos deslocamentos dos anéis e Z_{ia} e Z_{iv} os números de posições de capturas em torno de uma posição atômica.

5.3. Aglomerados de defeitos puntiformes.

5.3.1. Aglomerados de intersticiais quando as lacunas são imóveis.

A formação e crescimento de aglomerados de intersticiais ou anéis de intersticiais durante irradiação à baixa temperatura, onde as lacunas são imóveis, podem ser explicados pela consideração de dois mecanismos básicos: a) a nucleação homogênea e b) a nucleação heterogênea. De acordo com o primeiro mecanismo, o intersticial migra segundo a equação

$$f_i = f_0 \exp\left(\frac{S_i^m}{kT_a}\right) \exp\left(\frac{-E_i^m}{kT_a}\right) \quad (I-27)$$

onde: f = frequência de salto,

f_0 = frequência vibracional natural,

S_i^m = entropia de migração,

E_i^m = energia de migração,

k = constante de Boltzmann e

T_a = temperatura absoluta.

Essa migração do intersticial se dá até que ele seja:

1) aniquilado por uma lacuna ou 2) preso por outro intersticial, formando um embrião de um anel ou 3) incorporado a um anel, ocasionando o seu crescimento ou 4) absorvido por uma discordância. No começo da irradiação, antes que haja a nucleação dos anéis, os processos (1) e (2) predominam, enquanto que no fim da irradiação, quando se tem um grande número de anéis e lacunas, os processos (1) e (3) são dominantes. Há inclusive a possibilidade de se ter um estágio transitório de nucleação após o qual não se tem mais nucleação de anéis e os que estiverem presentes simplesmente crescem pelo mecanismo (3). Esta possibilidade, é confirmada neste trabalho.

O segundo mecanismo envolve além das considerações do primeiro mecanismo, o encontro dos intersticiais migrantes com aqueles presos em impurezas. A mesma teoria pode ser aplicada para o caso do segundo mecanismo, porém modificando-se a taxa de migração do intersticial considerando-se o tempo que ele fica preso na impureza.

5.3.2. Aglomerados de intersticiais quando as lacunas são móveis.

Em contraste com o que foi descrito acima, as lacunas são móveis num regime de alta temperatura. Uma consequência importante em que se tem lacunas e intersticiais em difusão acelerada durante a irradiação a alta temperatura, é que os estados de equilíbrio de suas concentrações são atingidos em um tempo bem mais curto do que o tempo de um experimento. Os fenômenos mais importantes que ocorrem durante uma irradiação a alta tempe

ratura são os seguintes: a) crescimento de anéis de discordâncias e de cavidades, b) migração de lacunas para as superfícies e c) escalada (climb) de discordâncias.

O processo de crescimento de cavidades é fortemente dependente, ou controlado, pelo crescimento dos anéis e pela escalada de discordâncias⁽⁷⁸⁾ que atuam como sumidouros para os intersticiais preferivelmente às lacunas. Uma vez ocorrida uma nucleação de lacunas, formando um aglomerado, este cresce até às dimensões de uma cavidade.

Não é objetivo deste trabalho o estudo da formação e crescimento das cavidades, embora estes fenômenos sejam importantes para as caracterizações mecânicas dos materiais.

CAPÍTULO II

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Preparação de amostras.

1.1 Crescimento de monocristais.

Nióbio policristalino na forma de varetas cilíndricas de diâmetro 6 mm foram adquiridas do MRC (Materials Research Corporation) com dados de análise fornecidos pelo fabricante mostrando que as impurezas principais eram 40 ppm em peso de C e 250 ppm em peso de Ta. Estas varetas policristalinas foram fundidas num forno de fusão por zona por feixe de elétrons na Divisão de Materiais dos laboratórios de Argonne National Laboratory-ANL. Durante a fusão, o vácuo era de 1 a 2×10^{-6} torr e a velocidade de varredura era de 25 cm por hora. As impurezas gasosas e as impurezas metálicas de baixo ponto de fusão foram num certo grau removidas. Obteve-se como resultado dessa fusão, várias varetas cilíndricas monocristalinas com diferentes orientações cristalográficas. Escolheu-se por meio da difração de raios X, duas varetas que apresentavam orientações mais próximas daquelas desejadas, isto é, o eixo do cilindro paralelo às direções [441] e [941] respectivamente.

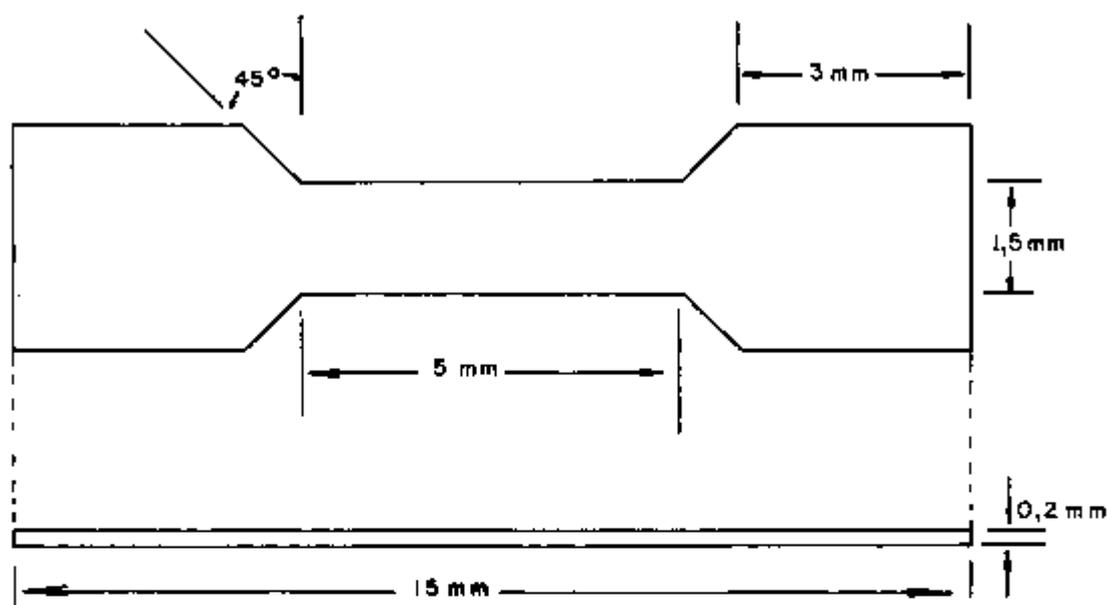
Essas duas varetas foram utilizadas como sementes para o crescimento de outros monocristais de mesma orientação. Muitas interrupções foram necessárias no sentido de se alinhar a orientação da vareta com as orientações desejadas. Este alinhamento, era feito pelo dobramento das varetas conforme os ângulos de desvios que se obtinha pela difração de raios X. A velocidade utilizada para esta segunda fase de obtenção dos monocristais era de 18 a 21 cm por hora. A orientação final dos monocristais estava dentro da faixa de $\pm 1^\circ$ daquelas de [441] e [941].

1.2. Preparação de amostras para deformação.

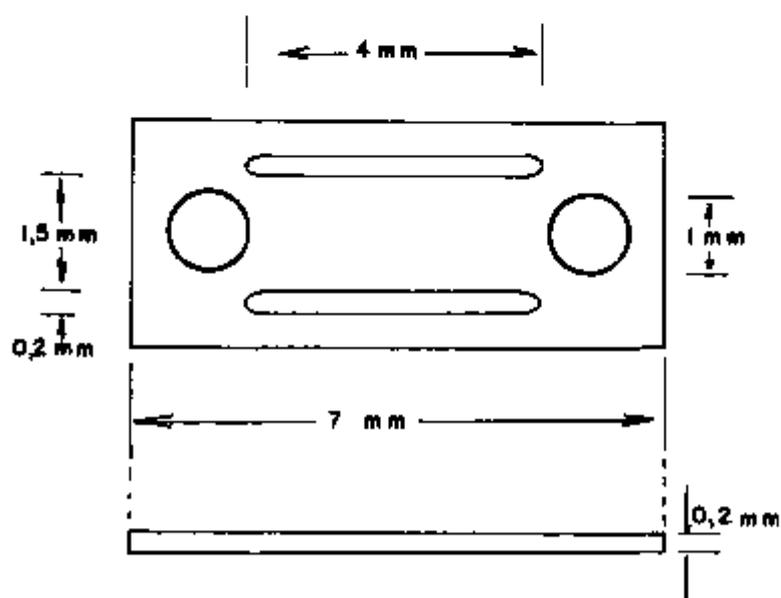
As barras monocristalinas foram em seguida cortadas em pedaços de aproximadamente 15 mm. Cada pedaço, foi cortado em fatias de aproximadamente 0,65 mm de espessura, com o auxílio de uma máquina de corte com discos de carborundum. Esse fatiamento é subsequente à definição da orientação obtida pela difração de raios X a fim de que se tenha as superfícies mais largas paralelas aos planos $(1\bar{1}0)$ e $(1\bar{2}\bar{1})$ para os monocristais $[441]$ e $[941]$ respectivamente. As fatias foram depois cortadas até uma largura de 3 mm e logo após encaminhadas para a máquina de eletro-erosão a fim de se obter a forma final apropriada para deformações tanto na máquina Instron quanto "in-situ" no METAV. A figura II-1, ilustra a forma geométrica e dá as dimensões das amostras.

As amostras foram polidas mecanicamente com o auxílio de lixas nº 600 até que a espessura se reduzisse a 0,5 mm e depois quimicamente até à espessura de 0,2 mm numa solução de uma parte de ácido fluorídrico (HF) para uma parte de ácido nítrico (HNO_3). Assim a espessura ficou reduzida para menos da metade da espessura original e, como foi revelado pela difração de raios X todas as deformações introduzidas durante o corte (fatiamento) foram removidas. As amostras de Nb de orientações $[441]$ e $[941]$, serão representadas por Nb $[441]$ e Nb $[941]$, respectivamente daqui para diante.

As figuras II-2 e II-3, ilustram as difrações de raios X, as projeções estereográficas e os esquemas geométricos obtidos a partir delas para as amostras de Nb $[441]$ e Nb $[941]$ respectivamente. Relativamente à disposição geométrica dos planos nessas amostras, a tabela II-1 dá uma lista de fatores de Schmid para os sistemas de deslizamentos possíveis e a figura II-4, um esquema de como eles são calculados.

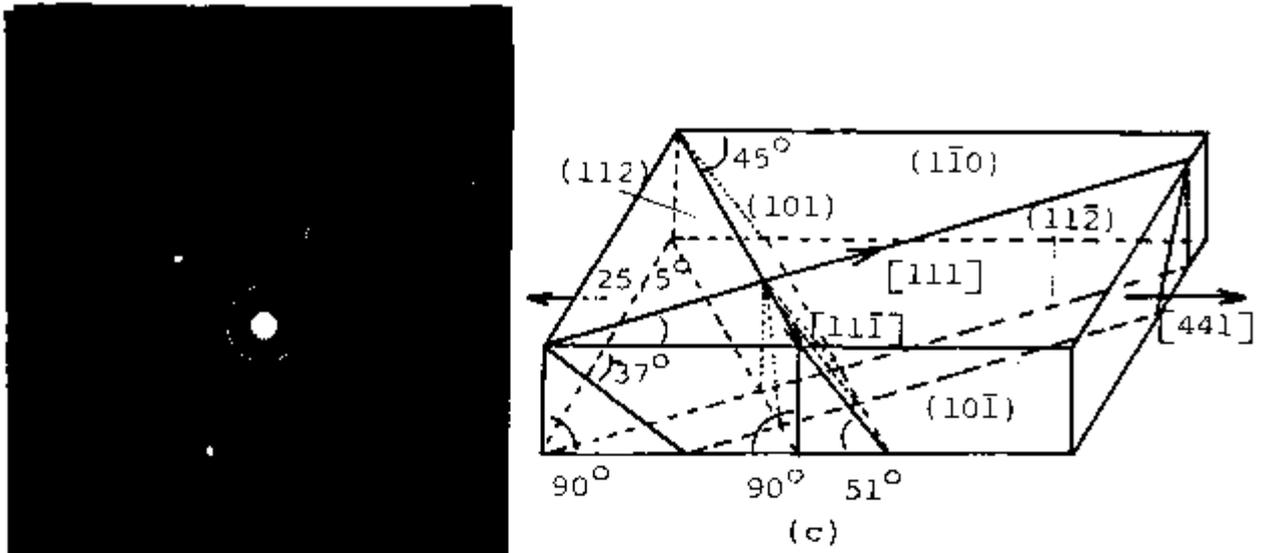


a) Forma e dimensões das amostras de Nb monocristalino para deformação na máquina Instron.

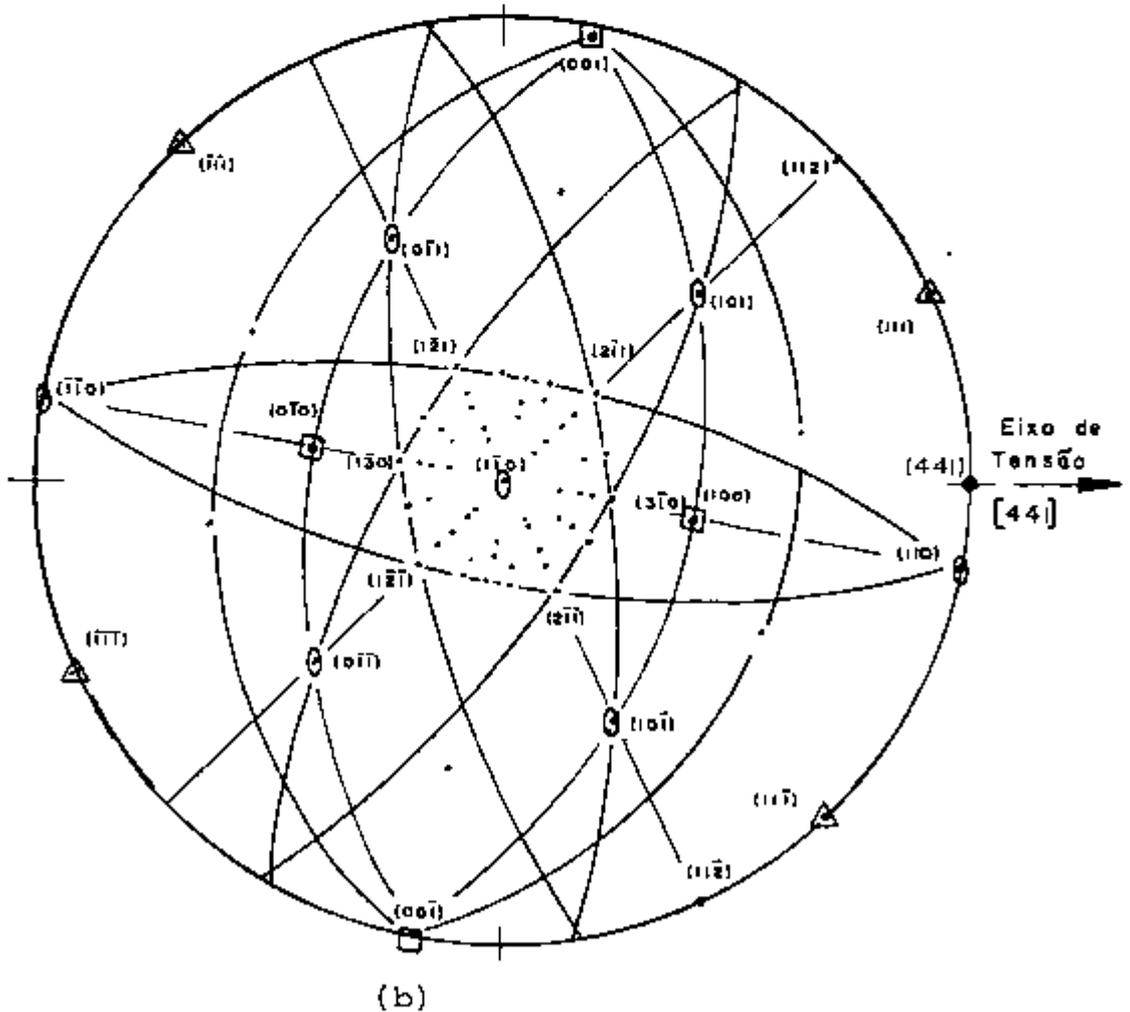


b) Forma e dimensões das amostras de Nb monocristalino para deformação "in-situ" no METAV.

Fig.II-1. Forma geométrica e dimensões das amostras de Nb monocristalino para deformação na máquina Instron e "in-situ" no METAV.

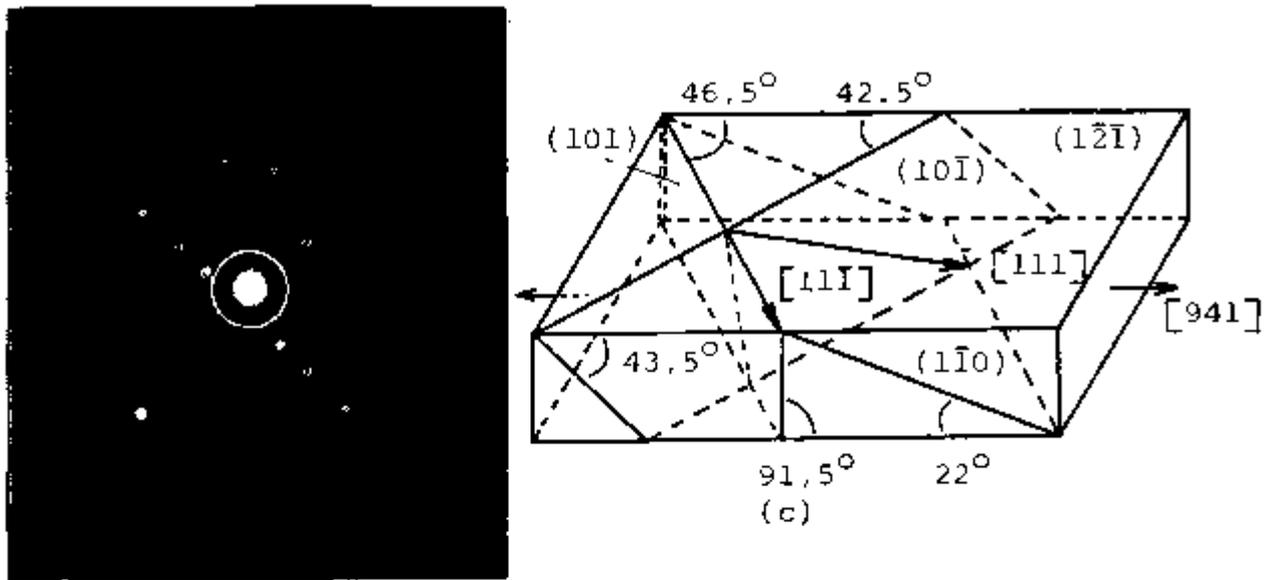


(a)

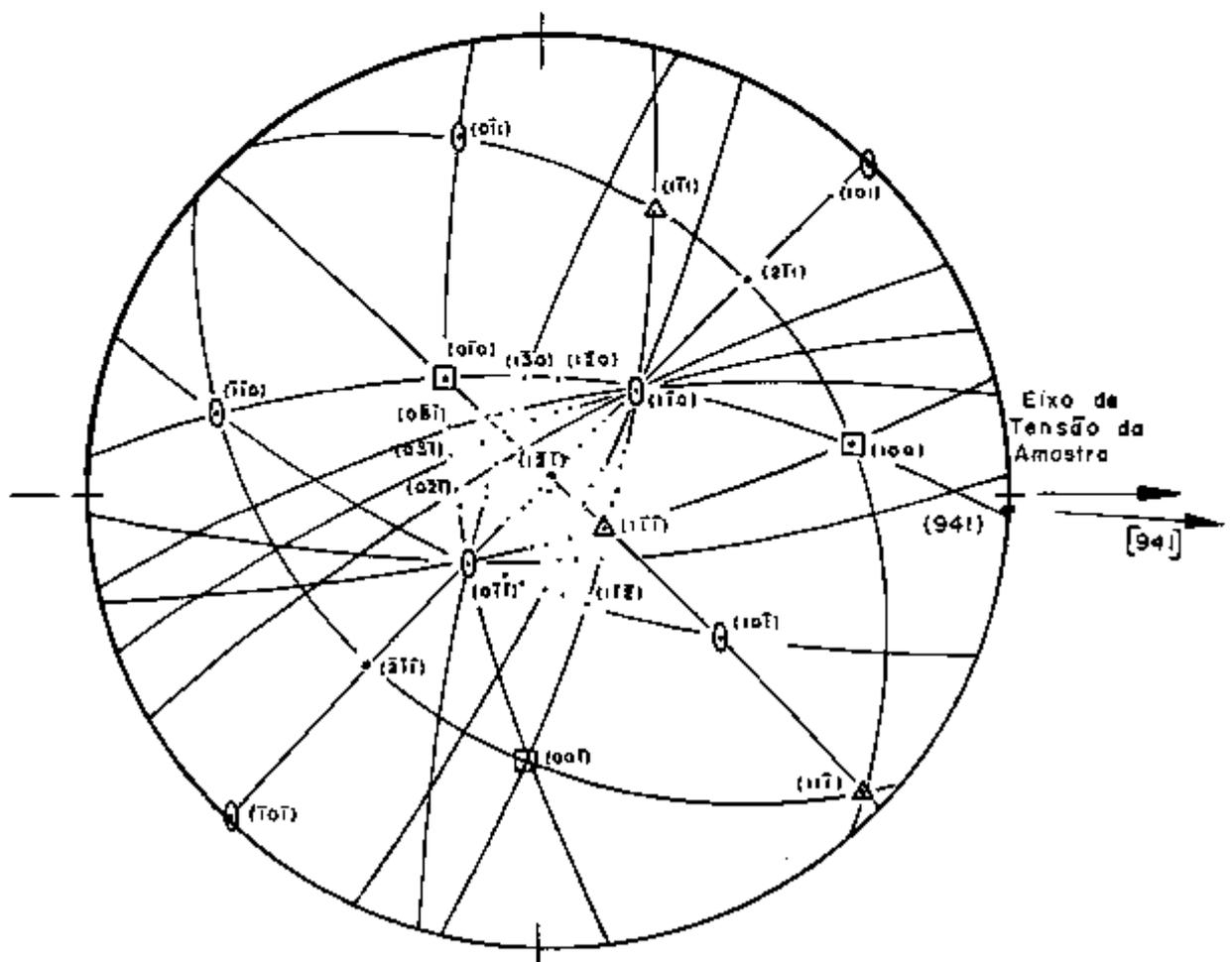


(b)

Fig. II-2. Determinação dos planos cristalográficos da amostra Nb[441]. (a) Difração de raios X, (b) projeção estereográfica e (c) representação esquemática da amostra com a disposição dos planos de deslizamentos.



(a)



(b)

Fig.II-3. Determinação dos planos cristalográficos da amostra Nb $[941]$. (a) Difração de raios X, (b) projeção estereográfica e (c) representação esquemática da amostra com a disposição dos planos de deslizamentos.

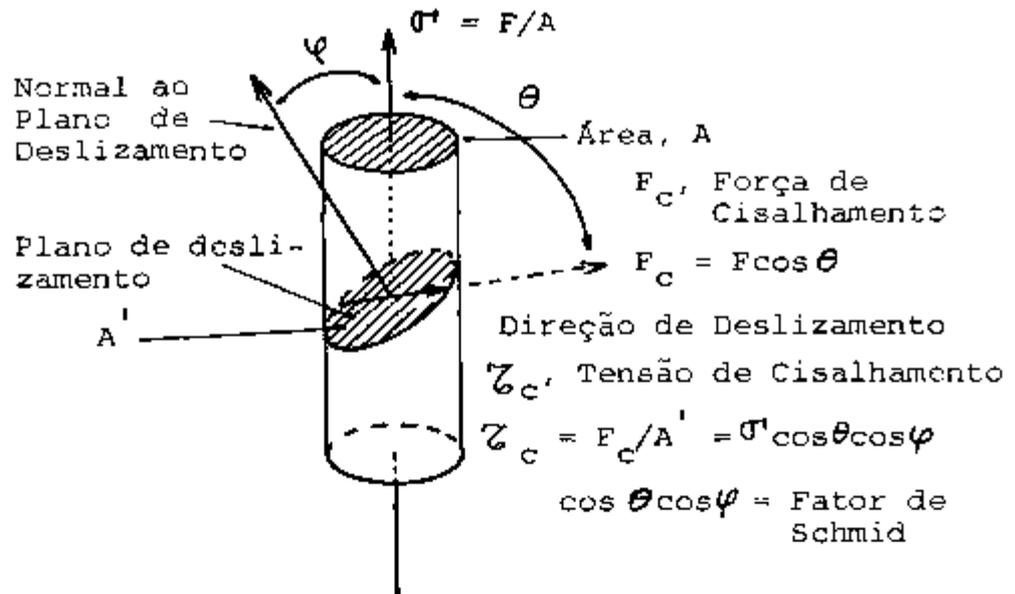


Fig.II-4 Determinação do Fator de Schmid para um monocristal.

TABELA II-1.

Lista dos fatores de Schmid para os possíveis sistemas de deslizamentos.

Nb[941]

[11 $\bar{1}$] SDP	[111] SDC	[1 $\bar{1}$ 1]	[1 $\bar{1}$ 1]
P(101) 0,499	C(10 $\bar{1}$) 0,470	(110) 0,351	(211) 0,212
P(112) 0,437	C(2 $\bar{1}\bar{1}$) 0,432	(21 $\bar{1}$) 0,325	(110) 0,205
(2 $\bar{1}$ 1) 0,425	(11 $\bar{2}$) 0,398	(121) 0,286	(101) 0,162
(011) 0,255	A(1 $\bar{1}$ 0) 0,296	(10 $\bar{1}$) 0,215	(1 $\bar{2}$ 1) 0,144
A(1 $\bar{1}$ 0) 0,244	(01 $\bar{1}$) 0,158	(011) 0,141	(1 $\bar{1}$ 2) 0,070
(1 $\bar{2}$ 1) 0,006	(1 $\bar{2}$ 1) 0,079	(1 $\bar{1}$ 2) 0,040	(01 $\bar{1}$) 0,042

Nb[441]

[111] SDP	[111] SDC	[1 $\bar{1}$ 1]	[1 $\bar{1}$ 1]
P(112) 0,500	C(11 $\bar{2}$) 0,387	(110) 0,149	(1 $\bar{1}$ 0) 0,100
P(101) 0,435	C(10 $\bar{1}$) 0,337	(121) 0,140	(2 $\bar{1}\bar{1}$) 0,093
(011) 0,433	(01 $\bar{1}$) 0,332	(21 $\bar{1}$) 0,126	(1 $\bar{2}$ 1) 0,079
(121) 0,250	(1 $\bar{2}$ 1) 0,192	(011) 0,093	(10 $\bar{1}$) 0,062
(2 $\bar{1}$ 1) 0,245	(2 $\bar{1}\bar{1}$) 0,191	(101) 0,056	(011) 0,037
A(1 $\bar{1}$ 0) 0,000	A(1 $\bar{1}$ 0) 0,000	(1 $\bar{1}$ 2) 0,022	(11 $\bar{2}$) 0,014

SDP-Sistema de Deslizamento Primário,

SDC-Sistema de Deslizamento Conjugado,

P-Plano de Deslizamento Primário, C-Conjugado e A-Anômalo.

Essas orientações, Nb[941] e Nb[441], foram selecionadas devido aos comportamentos mecânicos de deformação distintos observados. Para o Nb[941], o sistema de deslizamento mais observado é o $(1\bar{1}0)[11\bar{1}]$, apesar de seu fator de Schmid ser menor do que o do sistema de deslizamento primário $(101)[11\bar{1}]$. Devido a este fato, o sistema $(1\bar{1}0)[11\bar{1}]$ é chamado de sistema de deslizamento anômalo. Por outro lado, para o Nb[441], o comportamento mecânico é o esperado.

1.3. Tratamentos térmicos.

1.3.1. Desgaseificação.

As impurezas intersticiais N, O, H e C produzem um efeito considerável no comportamento mecânico dos metais ccc. Após o crescimento dos cristais na fusão por zona, estes intersticiais ainda apresentam concentrações típicas entre 100 e 1.000 ppm atômicas e, como é sabido, os experimentos típicos de irradiação produzem defeitos pontiformes intrínsecos com uma faixa de concentração de somente 1 a 100 ppm atômicas. Portanto, se se deseja obter informações a respeito do efeito das lacunas e dos auto intersticiais produzidos pela irradiação em materiais como o Nb, é absolutamente necessário reduzir o nível das impurezas intersticiais ao menor valor possível.

Pelo aquecimento a alta temperatura em alto vácuo, pode-se remover essas impurezas, pois elas possuem alta pressão de vapor e baixo ponto de fusão em relação aos do material a ser purificado.

Na figura II-5, tem-se uma representação esquemática da interligação dos equipamentos utilizados para o tratamento térmico. As amostras foram soldadas a ponto umas às outras através de pequenos pedaços de tântalo de alta pureza e dispostas entre os terminais elétricos no interior da câmara, conforme ilus-

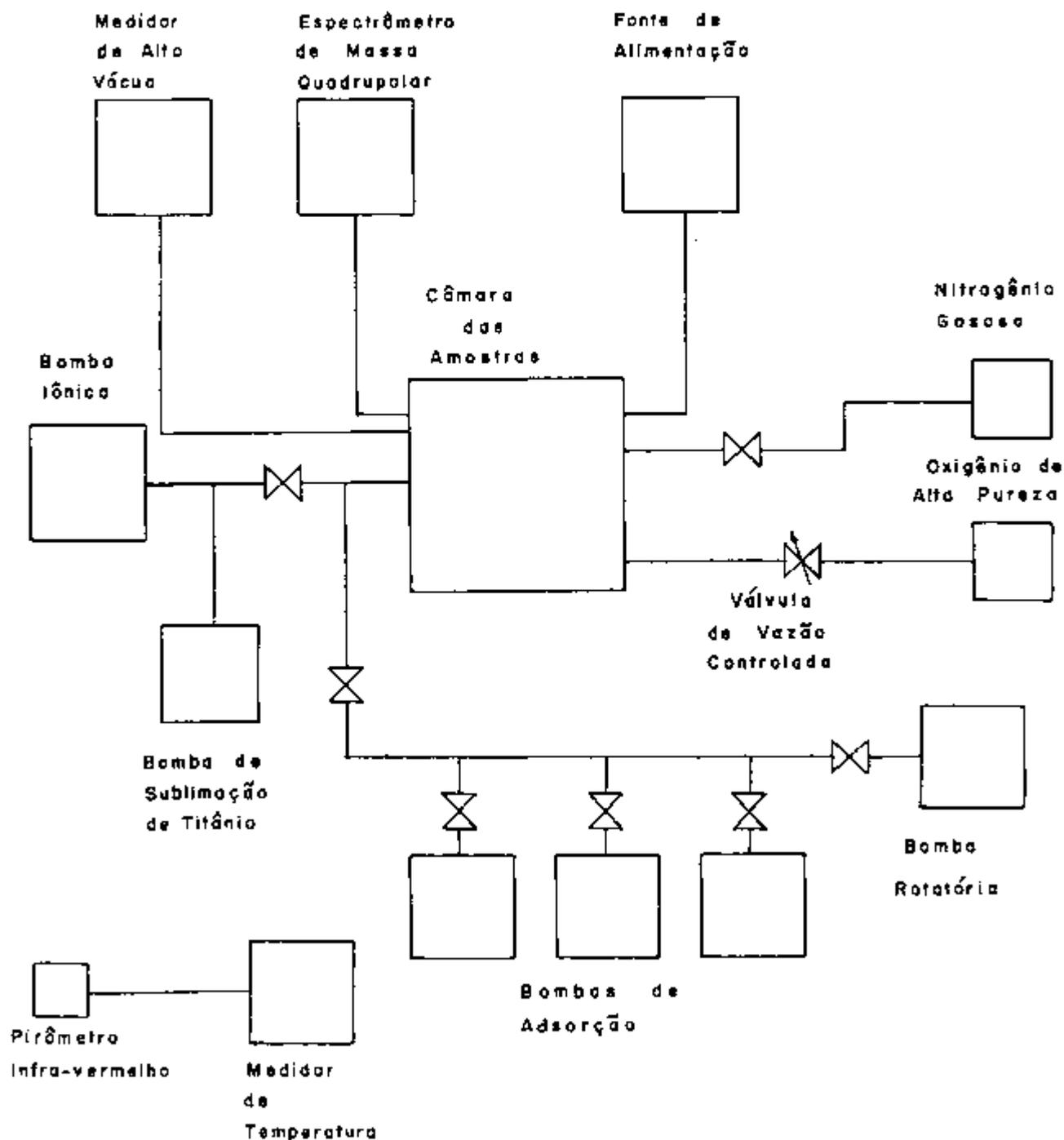


Fig.II-5. Representação esquemática das interligações entre os equipamentos utilizados no tratamento térmico das amostras.

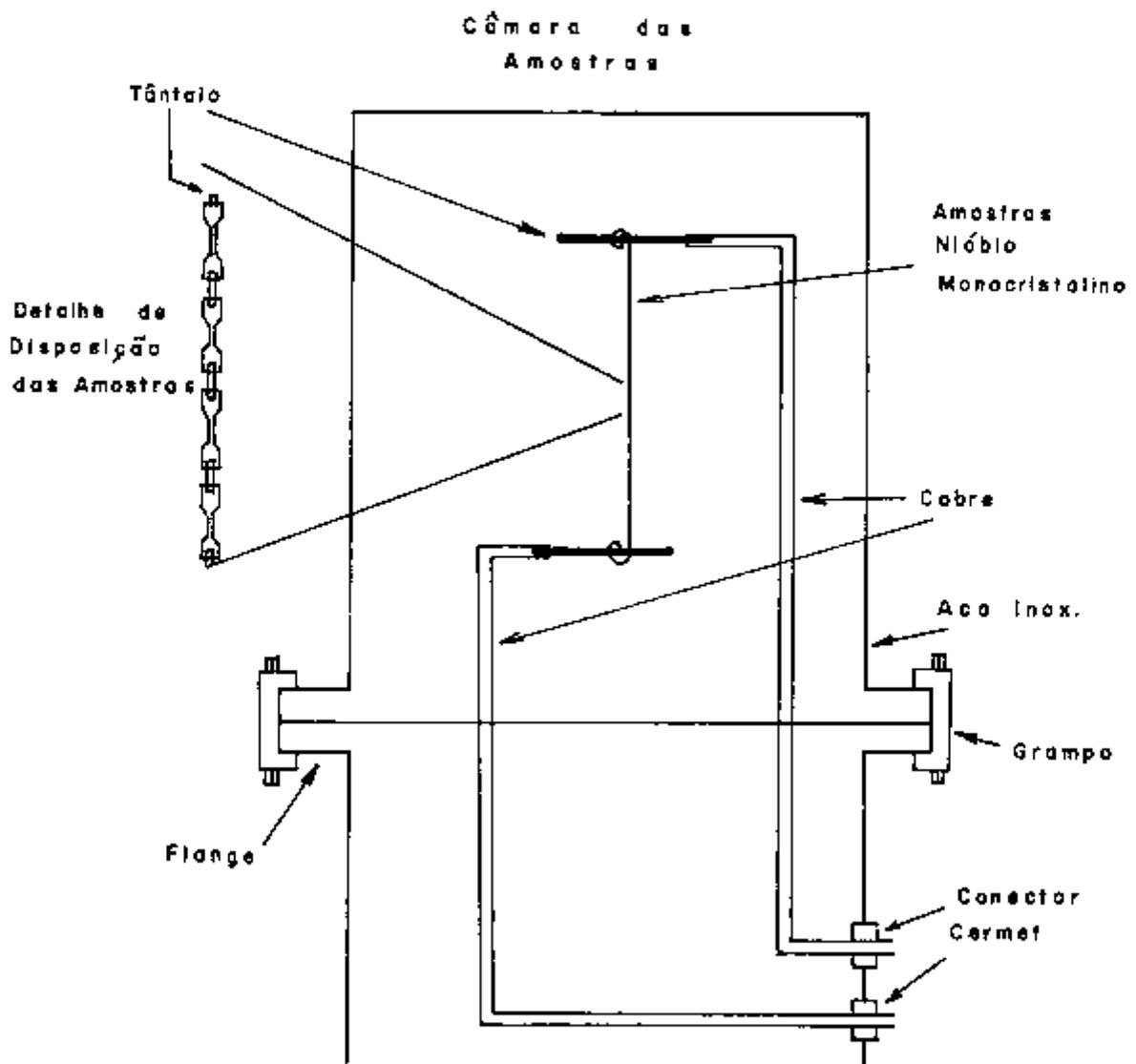


Fig.II-6. Representação esquemática da câmara e disposição das amostras para o tratamento térmico.

tra a figura II-6. Após fechada a câmara, com a utilização de juntas de cobre, iniciava-se o vácuo com a bomba de vácuo rotatória sem óleo, até um valor de pressão de $\sim 10^{-1}$ torr. Em seguida, preenchia-se as bombas de adsorção com nitrogênio líquido e, atingido o equilíbrio térmico, o vácuo era de $\sim 10^{-3}$ torr. A essa pressão, abria-se lentamente a válvula da bomba iônica que ficava ininterruptamente ligada, mantendo uma pressão de $\sim 10^{-10}$ torr. A válvula da bomba iônica era totalmente aberta quando a pressão atingia 5×10^{-6} torr. Nessa situação, fazia-se o aquecimento (bake-out) de toda a câmara, com o auxílio de resistências colocadas nas paredes externas a uma temperatura de aproximadamente 100°C a fim de remover todas as moléculas de ar ou água condensadas nas paredes internas do sistema durante a montagem das amostras. Após 12 horas de aquecimento e a uma pressão de $\sim 10^{-9}$ torr, desligava-se as resistências e fazia-se uma refrigeração com água que circulava no exterior da câmara e, ao mesmo tempo, ligava-se a bomba de sublimação de titânio. A uma pressão de 6×10^{-10} torr, começava-se o aquecimento das amostras por passagem de corrente contínua através das mesmas. A temperatura era monitorada com o auxílio de um pirômetro infravermelho. O aquecimento era feito lentamente, a fim de se evitar um aumento brusco da pressão. A 1.200°C e à pressão de $5,8 \times 10^{-9}$ torr, injetava-se oxigênio ultrapuro por meio de uma válvula de vazão controlada até à pressão de 5×10^{-6} torr durante 15 minutos. Fechava-se a válvula e mantinha-se a temperatura a 1.200°C durante uma hora. A essa temperatura, o oxigênio migra para o interior da amostra, combinando-se com os intersticiais C, N, H, etc., com a pressão caindo para 8×10^{-8} torr. Após esse recozimento, iniciava-se a desgaseificação elevando-se a temperatura até 1.900°C lentamente, a fim de prevenir um aumento brusco da pressão. A pressão total subia até $\sim 10^{-7}$ torr. A pressão parcial devida à li-

beração dos gases da amostra era medida e registrada por um espectrômetro de massa quadrupolar. Seus valores cobriam a faixa de $\sim 10^{-9}$ torr no início da desgaseificação até $\sim 10^{-10}$ torr no final da desgaseificação.

Em algumas experiências de desgaseificação, mediu-se a pressão parcial devida a apenas ao O. Seus valores cobriam a faixa de $\sim 10^{-10}$ a $\sim 10^{-11}$ torr. Esses valores de pressões parciais são dependentes da quantidade de amostras montadas no sistema. A figura II-7 ilustra uma curva de desgaseificação do Nb[441]. Observa-se nessa figura que para se obter uma pressão parcial devida ao O, praticamente constante, era necessário um recozimento com duração de aproximadamente 2 horas.

Após a desgaseificação, a corrente que aquecia a amostra era desligada. A temperatura caía de 1.900°C à temperatura ambiente e a pressão total caía de 2×10^{-8} torr para 5×10^{-9} torr. À temperatura ambiente e antes de se abrir a câmara, injetava-se oxigênio ultrapuro até que a pressão se elevasse a 5×10^{-6} torr. O objetivo desse procedimento, era formar uma película de óxido de nióbio que protegia as amostras evitando que as mesmas absorvessem gases da atmosfera, principalmente hidrogênio proveniente da umidade do ar.

Feita a injeção de oxigênio, fechava-se a válvula da bomba iônica, desligava-se a bomba de sublimação de Ti e injetava-se nitrogênio gasoso para que a pressão subisse à pressão atmosférica e, em seguida removia-se as amostras.

1.3.2. Dopagem com 200 ppm em peso de oxigênio.

Para se obter amostras com 200 ppm em peso de oxigênio, repetia-se todo o procedimento acima descrito, com a diferença de que a amostra era resfriada até 1.200°C após a desgaseificação. A essa temperatura, o oxigênio ultrapuro era injeta

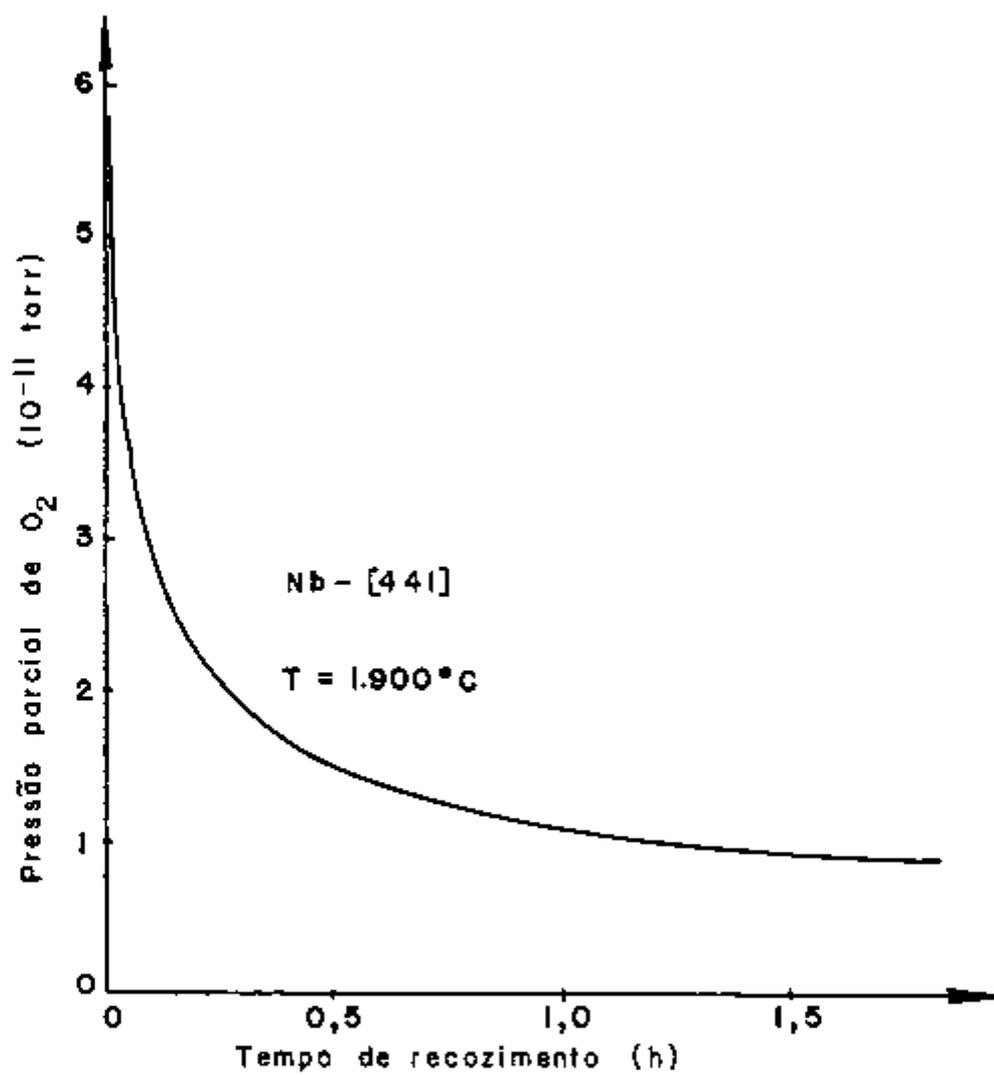


Fig.II-7. Curva de degaseificação de um monocristal de Nb.

do até que a pressão subisse para 5×10^{-6} torr. Essas condições eram mantidas por um período de aproximadamente 15 minutos.

Esse tempo de recozimento em atmosfera de oxigênio, é determinado pela expressão empírica⁽⁸²⁾:

$$t = \frac{[(1 + 1,31 \times 10^{-2} \exp(7.150/T_a))] \cdot C_O \cdot v}{1,29 \cdot A \cdot P_O} \quad (\text{II-1})$$

onde: C_O = concentração de oxigênio em % atômica,

v = volume da amostra em cm^3 ,

A = soma das áreas das superfícies da amostra em cm^2 ,

P_O = pressão total na câmara em torr,

T_a = temperatura em K.

Para transformar ppm em peso para % atômica, usa-se a relação:

$$C_O = \frac{5,8 \times 10^{-4} \cdot C_O(\text{ppm})}{\text{ppm}} \quad \% \text{ at.} \quad (\text{II-2})$$

No caso presente, 200 ppm em peso, correspondem a 0,116 % at.

O teor de oxigênio para as amostras desgaseificadas pode ser avaliado utilizando a expressão II-1. Para um recozimento de 2 h a uma pressão de $\sim 1,5 \times 10^{-8}$ torr e à temperatura de 1.900°C , a concentração de oxigênio nas amostras desgaseificadas, é de cerca de 10 ppm.

1.4. Irradiação.

Parte das amostras foram acondicionadas em cápsulas de alumínio puro e em atmosfera de hélio puro. As cápsulas foram introduzidas no dispositivo de irradiação do IPNS - Intense Pulsed Neutron Source, denominado de NSF (H2) - Neutron Scattering Facility (Hole 2) que está esquematicamente representado na figura

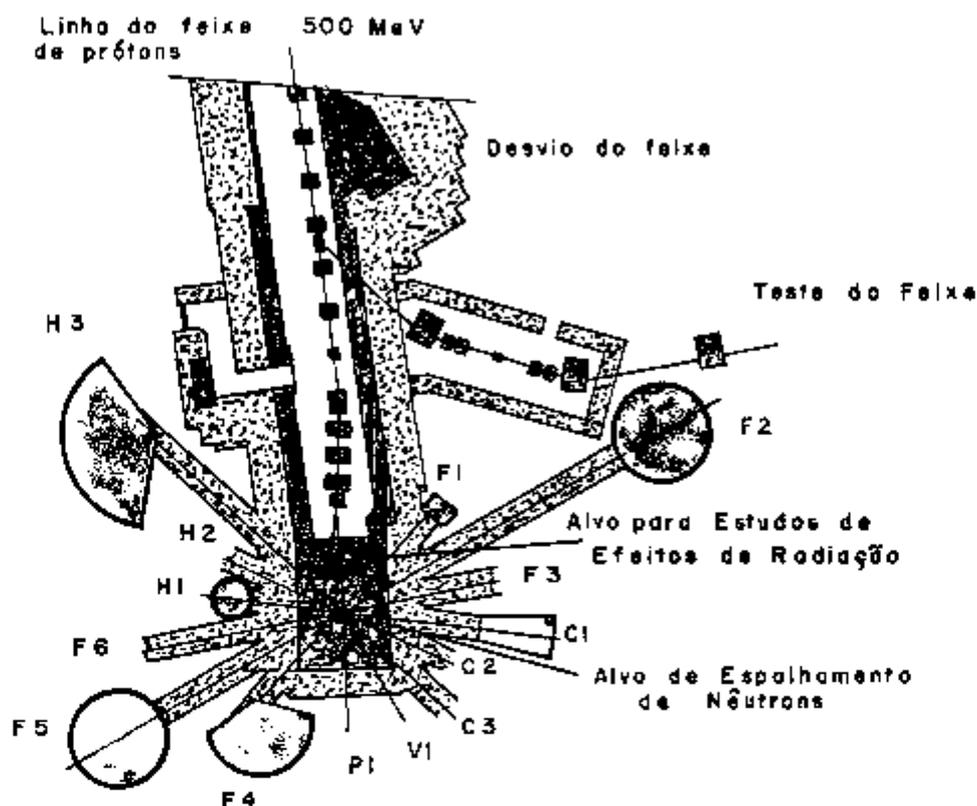
II-8. Conforme se vê nessa figura, um feixe de prótons de 500 MeV com uma corrente de $8,36 \mu\text{A}$ incide num alvo de ^{238}U produzindo um espectro de nêutrons com energia máxima de cerca de 44 MeV. O fluxo instantâneo máximo de $2 \times 10^{12} \text{ n/cm}^2\text{s}$ era obtido para energias em torno de 1 MeV. Utilizando-se esse fluxo instantâneo as irradiações se processaram durante cerca de 75 dias, sendo que durante esse período houve muitas interrupções irregulares. Com isso as doses (fluxos integrados) obtidas foram: a) fluência total média para todas as energias do espectro de nêutrons $= 1,9 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$ e b) fluência média para nêutrons de energia $> 0,1 \text{ MeV}$, $= 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$. Para efeito de estudos de danos de radiação, as amostras serão referidas como irradiadas até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$ ($E > 0,1 \text{ MeV}$).

Algumas amostras foram trazidas para o IPEN/CNEN-SP, onde foram irradiadas durante 5 meses no reator IEA-R1. O fluxo integrado médio foi de $1 \times 10^{19} \text{ n/cm}^2$ para nêutrons de energia $E = 1 \text{ MeV}$. Estas amostras serão referidas como irradiadas até $\phi t = 10^{19} \text{ n/cm}^2$ ($E = 1 \text{ MeV}$). Infelizmente estas amostras não tinham o formato apropriado para os experimentos de tensão-deformação. Elas foram deformadas apenas para comparar os comportamentos mecânicos e verificar os traços de deslizamentos. Algumas delas foram deformadas até à quase fratura, afim de se observar o modo de fratura, isto é, a relação da direção de fratura com as direções dos traços de deslizamentos. As temperaturas de irradiações foram as seguintes: 325 K no IPNS e 300 K no IEA-R1.

2. Experimentos de deformação.

2.1. Experimentos de deformação na Instron.

Após as irradiações e um período de um mês, necessário para o decaimento radioativo, iniciaram-se as experiências de deformação. As deformações foram realizadas na Instron com a utili



UTILIZAÇÃO

TUBO DO FEIXE

F1	Espectrômetro de Análise Cristalina
F2	Difratômetro de Pó para Propósitos Gerais
F3	Não Atribuído
C1	Difratômetro de Pequeno Ângulo
C2	Nêutrons Polarizados
C3	Projeto para Temperatura Ultra Baixa
F4	Espectrômetro de Baixa Resolução e Energias Intermediárias
F5	Difratômetro de Pó de Ambientes Especiais
F6	Não Atribuído
H1	Difratômetro para Monocristal
H2	Não Atribuído (Usado para Irradiar Amostras de Nb)
H3	Espectrômetro de Alta Resolução e Energias Intermediárias
V1	Experimentos com Nêutrons em He Líquido
R1	Cristato
R2	Cristato
P1	Não Atribuído

Fig. 11-8. Representação esquemática do local de irradiação neutrônica no IPNS-Intense Pulsed Neutron Source do ANL- Argonne National Laboratory.

zação de um dispositivo especial para amostras minúsculas. Esse dispositivo foi, posteriormente, fabricado nas oficinas mecânicas do IPEN/CNEN-SP e utilizado para a deformação das amostras irradiadas com 10^{19} n/cm². Na máquina Instron do MST-Material Science Technology do ANL, as amostras foram deformadas à taxa mínima de 5×10^{-4} mm/s, enquanto que na Instron do IPEN/CNEN-SP, a taxa mínima de deformação utilizada foi de $8,3 \times 10^{-4}$ mm/s. As deformações foram realizadas à temperatura ambiente, com exceção de duas delas que foram executadas à temperatura do nitrogênio líquido (77 K), para confirmação de um resultado da literatura⁽⁸³⁾.

Após as deformações, todas as amostras foram observadas e fotografadas no microscópio ótico Zeiss para o estudo da morfologia das superfícies. Para tanto, utilizou-se da técnica de interferência de contraste de Nomarski, tanto no ANL quanto no IPEN/CNEN-SP.

2.2. Experimentos de deformação no METAV.

Para os experimentos que foram executados no METAV, representado pela foto da figura II-9, todas as amostras foram afinadas até que se obtivesse a transparência aos elétrons (espessura entre 1.000 e 3.500 Å) em uma solução de HF + HNO₃ na proporção de 1:4. No estágio inicial do afinamento, o processo consistia em um polimento eletroquímico realizado em temperatura de 4 °C e tensão contínua de 4 V até que a região de interesse da amostra (gauge) se reduzisse à espessura de ~ 0,01 mm. No estágio final, a espessura era reduzida quimicamente utilizando-se a mesma solução. As extremidades das amostras eram cobertas com um verniz que resistia aos ataques químicos. A figura II-10, ilustra o aspecto final da amostra.

As amostras assim preparadas, eram montadas em um dis-

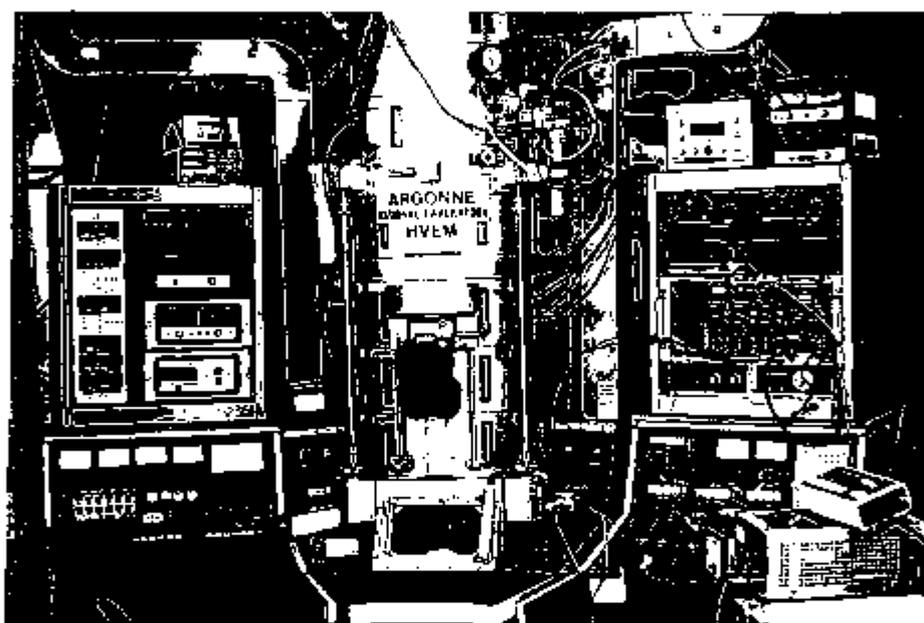


Fig.II-9. Microscópio Eletrônico de Transmissão de Alta Voltagem - METAV (1,2 MeV), do ANL-Argonne National Laboratory, onde foram realizados os experimentos de deformação "in-situ" e irradiações com elétrons de energia 900 keV.



Região de Interesse

Espessura: 1 μm , no centro
0,3 μm , próximo às bordas

Largura: 1000 μm

Comprimento: 2000 μm

Fig.II-10. Aspecto final de um cristal de Nb para observação no METAV, com as dimensões aproximadas da região de medida.

positivo especial que permitia tracionar e girar a amostra em dois ângulos em relação ao feixe eletrônico (double tilt). A figura II-11 mostra a foto do dispositivo completo.

Convém ressaltar que esse dispositivo foi utilizado pela primeira vez nos laboratórios de ANL por ocasião da realização deste trabalho, e, devido a isso, foi necessário fazer uma calibração do mesmo. Ele foi adquirido da Universidade de Cambridge - Inglaterra. A tração da amostra era feita por meio de um pequeno motor situado no próprio dispositivo, cuja velocidade e daí a taxa de deformação, era proporcional à tensão de corrente contínua aplicada em seus terminais. A figura II-12, é o resultado da calibração. Ela representa o deslocamento relativo dos dois pinos de fixação da amostra em função do tempo para duas tensões diferentes. Nos experimentos de deformação, utilizou-se de uma tensão de 5 V, o que dava, conforme o gráfico da figura II-12, uma taxa de deformação de 2×10^{-4} mm/s. Os experimentos no METAV, foram de dois tipos: a) observação e deformação de amostras não irradiadas, b) observação e deformação de amostras irradiadas com nêutrons e c) utilização do METAV como fonte de irradiação por determinados períodos seguidos de deformação. Nos dois casos, foram obtidas fotos sequenciais. As condições de irradiação no caso do item (c) foram: energia dos elétrons = 900 keV, densidade de corrente de elétrons entre 8,2 e 13,7 A/cm², fluxo de elétrons ~ 5×10^{19} elétrons/cm²s, taxa de danos de radiação de 1 a 2×10^{-3} dpa/s e raio efetivo do feixe de elétrons ~ 2 μm.



Fig.II-11. Dispositivo para deformação "in-situ"
no METAV.

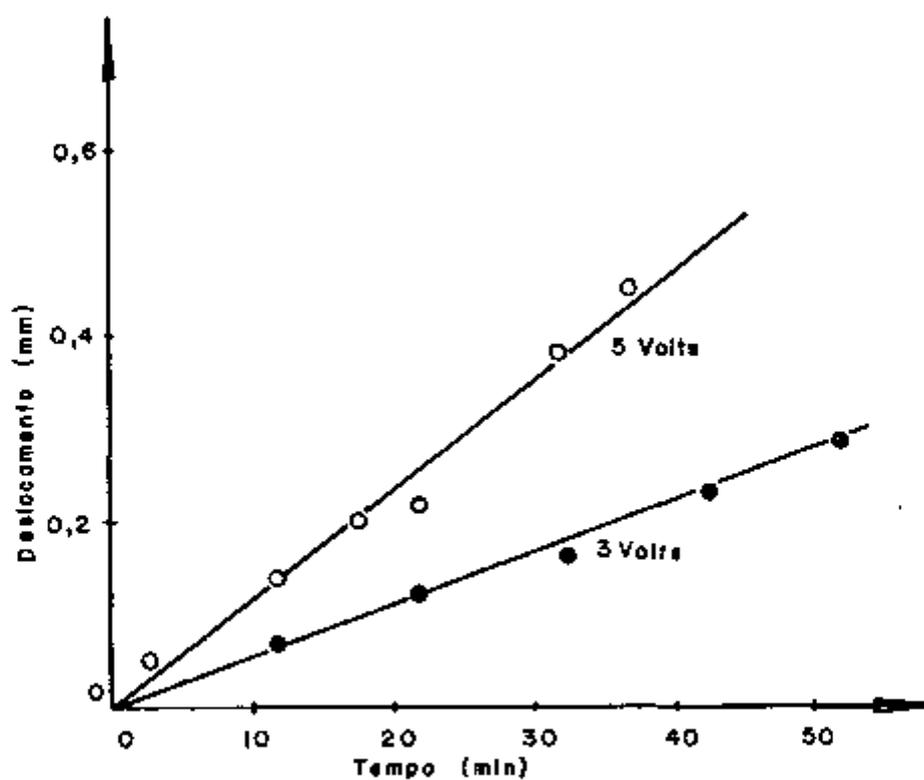


Fig.II-12. Curvas de calibração do dispositivo para deformação "in-situ" no METAV. A curva para 5 Volts, dá uma taxa de deformação de $\sim 2 \times 10^{-4}$ mm/s e a curva para 3 Volts, $\sim 1 \times 10^{-4}$ mm/s.

CAPÍTULO III

RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO PRELIMINAR

III-1. DEFORMAÇÃO NA MÁQUINA INSTRON

1. Introdução.

Neste capítulo, serão apresentados os resultados dos experimentos de deformação na máquina Instron, dando-se um destaque especial aos efeitos da radiação e da introdução de impurezas (oxigênio) nas propriedades mecânicas do Nb monocristalino. A deformação foi executada à temperatura ambiente com a aplicação de tensão paralela às orientações [441] e [941] respectivamente. Também serão apresentadas fotografias referentes às observações realizadas por meio de microscopia ótica da morfologia das superfícies das amostras.

A determinação da tensão de escoamento, σ_E , foi feita com a utilização de um critério universalmente adotado que consiste no seguinte: a tensão de escoamento, σ_E , é por definição, aquela que se obtém traçando-se pelo ponto correspondente a 0,2 % de deformação, uma paralela à região elástica da curva tensão-deformação. A intersecção desta paralela com a curva de tensão-deformação é a σ_E .

2. Curvas de tensão-deformação, $\sigma \times \epsilon$.

A figura III-1, mostra todas as curvas de tensão-deformação obtidas. Nessa figura, observa-se claramente o efeito da adição de oxigênio nas propriedades mecânicas do Nb monocristalino. Observa-se que σ_E é inferior à 5 kgf/mm^2 para as amostras desgaseificadas (~ 10 ppm em peso de oxigênio), cerca de 7 kgf/mm^2 para amostras parcialmente desgaseificadas (~ 100 ppm de

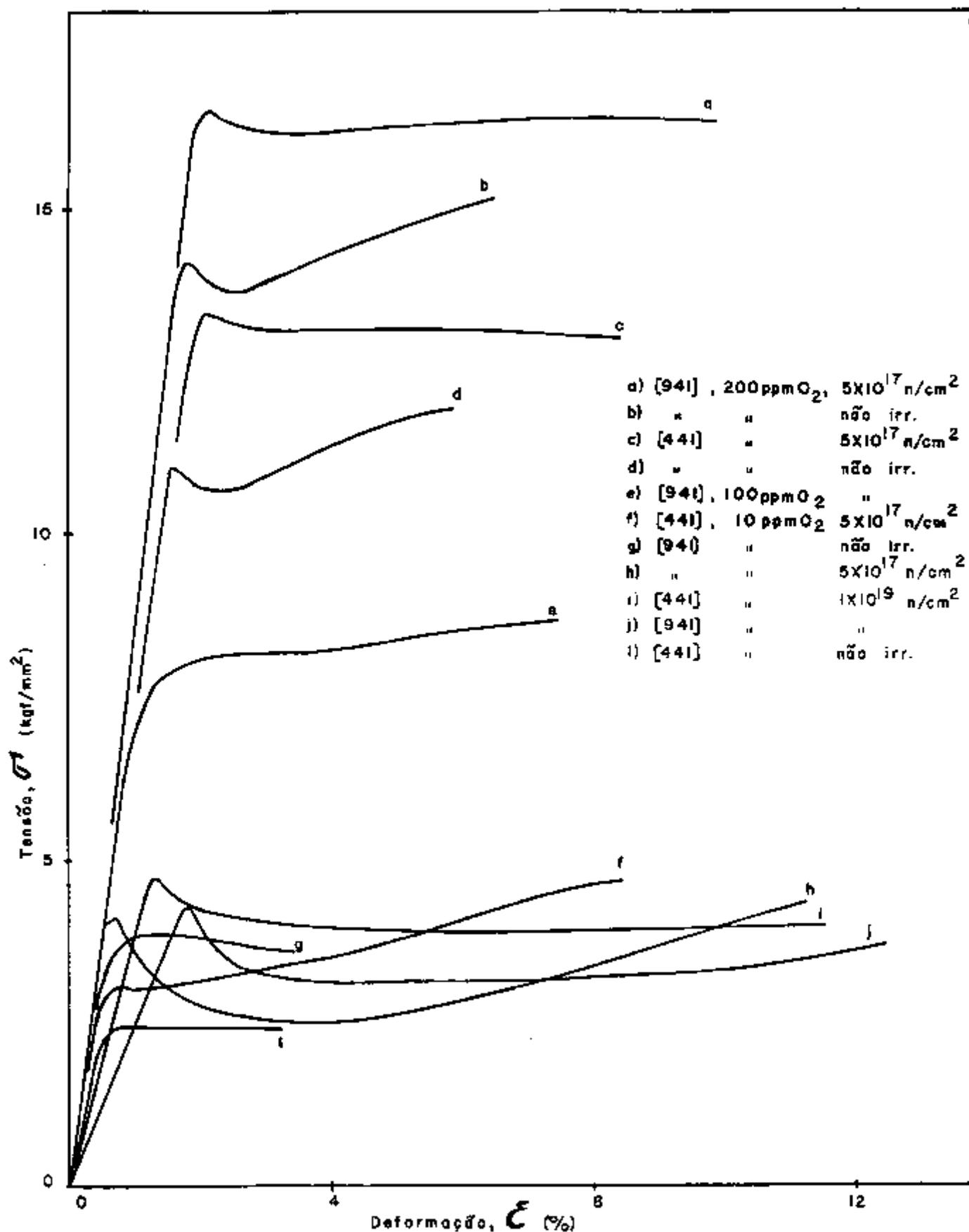


Fig.III-1. Curvas de tensão-deformação para monocristais de Nb nas orientações [441] e [941].

oxigênio) e acima de 10 kgf/mm^2 para amostras com 200 ppm de oxigênio.

A figura III-2, mostra a comparação das curvas de tensão-deformação, $\sigma \times \varepsilon$, para o Nb[441] desgaseificado nas seguintes condições: não irradiado, $\phi t = 0$, curva (a), irradiado com nêutrons, $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$, curva (b). Observa-se claramente o efeito da radiação neutrônica sobre a σ_E . Para as condições acima, as σ_E determinadas são respectivamente: 2,38 e 3,05 kgf/mm^2 . Em relação à amostra não irradiada, houve um aumento de 28 % na σ_E da amostra irradiada.

A irradiação também afeta o comportamento mecânico dos cristais na região plástica, logo após a σ_E . Assim, pode-se observar na figura III-2, que a amostra não irradiada é deformada até cerca de 2,5 % sem praticamente perda ou ganho de carga, isto é, a tensão permanece constante durante essa deformação. Para a amostra irradiada, observa-se uma pequena perda de carga ou escoamento até uma deformação de cerca de 1%. Daí, a deformação prossegue com a amostra exibindo um encruamento ou ganho de carga, praticamente linear com a deformação até cerca de 8,5 %, conforme se vê na figura III-1. Para a amostra Nb[441] irradiada até $\phi t = 10^{19} \text{ n/cm}^2$, o escoamento persiste até à deformação de 7,5 %, seguindo-se a partir daí, um leve encruamento que se mantém para além dos 12 % de deformação, conforme se vê na figura III-1.

A figura III-3, mostra a comparação das curvas de $\sigma \times \varepsilon$ para o Nb[941], desgaseificado nas seguintes condições: não irradiado, $\phi t = 0$, curva (a), irradiado a $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$, curva (b). Para esta orientação, os efeitos da radiação neutrônica sobre a σ_E , não é tão marcante. Os valores de σ_E determinados são respectivamente 3,65 e 4,02 kgf/mm^2 . Relativamente ao σ_E da amostra não irradiada, houve um aumento de 10 % no σ_E da amos-

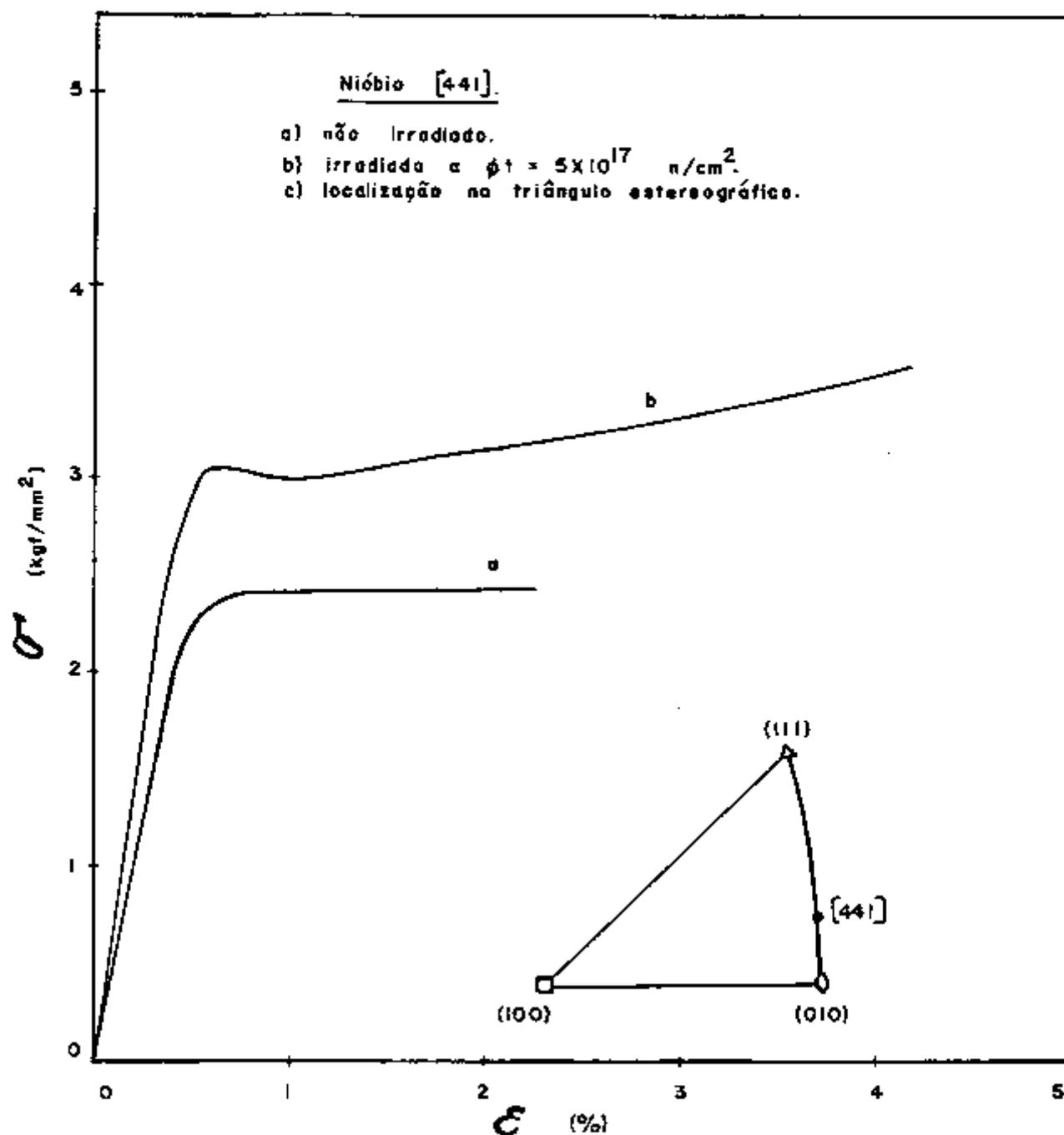


Fig. ICI-2. Comparação das curvas de tensão-deformação para o Nb[441].

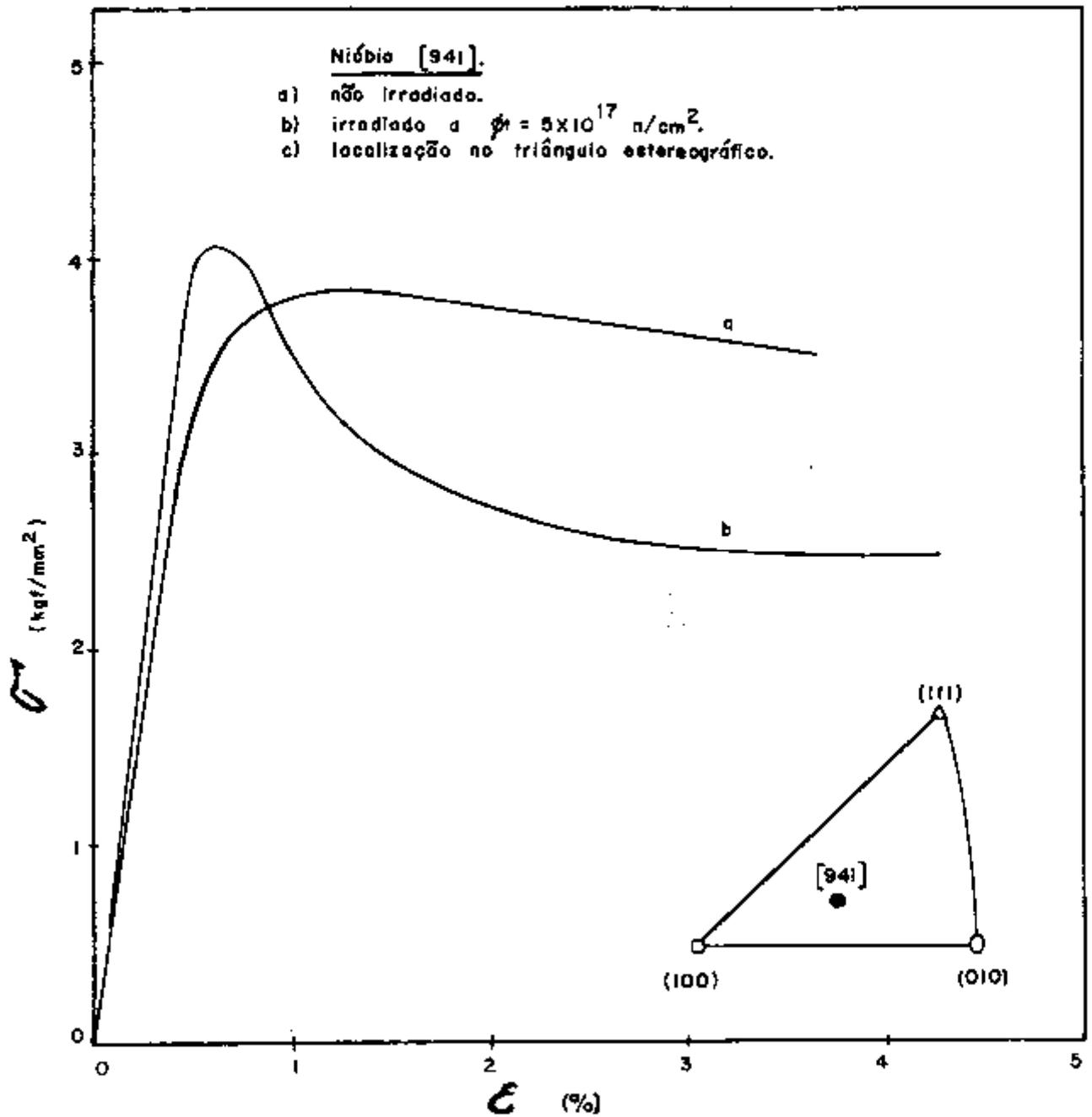


Fig.III-3. Comparação das curvas de tensão-deformação para o Nb[941].

tra irradiada.

Com relação ao comportamento na região plástica, a amostra irradiada, exibe um escoamento pronunciado que vai até uma deformação de 4 % seguida de um encruamento que persiste até cerca de 11 % de deformação, conforme figura III-1. Ainda com relação à figura III-1, o Nb[941] irradiado a $\phi t = 10^{19} \text{ n/cm}^2$ também exibe um escoamento até uma deformação de cerca de 8 % seguindo-se daí, um leve encruamento que persiste para além de 12 % de deformação.

A não inclusão das curvas i e j da figura III-1 nas figuras III-2 e III-3, respectivamente, deve-se ao fato de que os valores obtidos não são para serem comparados. O motivo é que essas amostras, irradiadas até uma fluência de 10^{19} n/cm^2 , não possuíam as formas geométricas padrão, conforme especificado na figura II-1a. Além disso, a taxa de deformação utilizada na máquina Instron do IPEN/CNEN-SP, era maior do que aquela da Instron do ANL, conforme está descrito no capítulo II.

O objetivo destas deformações era apenas a verificação do comportamento das curvas $\sigma \times \epsilon$ e a visualização fotográfica das amostras nas condições próximas à fratura.

Foi constatada uma forte anisotropia para o Nb através da dependência de σ_E com a orientação da amostra. Conforme se pode observar na figura III-1, obteve-se à temperatura ambiente valores de σ_E para o Nb[441] menores do que aqueles para o Nb[941] para amostras em todas as condições da figura III-1. Este resultado não coincide com os valores encontrados na literatura para a deformação à baixa temperatura (77 K)⁽⁸³⁾.

A fim de comparar as condições experimentais deste trabalho com aquelas da referência 83, fez-se a deformação de uma amostra de Nb[441] e de Nb[941] ambas desgaseificadas e não irradiadas, à temperatura do nitrogênio líquido (77 K). O

resultado está apresentado na figura III-4. Quanto aos comportamentos à baixa temperatura, há uma concordância com aqueles da literatura acima referida, isto é, o valor de σ_E para o Nb[441] é maior que o valor de σ_E do Nb[941]. Essa concordância se estende ao comportamento para os valores de tensão após σ_E , onde se observa um escoamento no cristal Nb[441] e um leve encruamento no Nb[941]. Os valores numéricos dos σ_E de cada uma dessas orientações, diferem ligeiramente daqueles da literatura, o que se explica porque as amostras utilizadas eram de forma geométrica diferente.

A tabela III-2, resume os resultados obtidos a partir das curvas de $\sigma \times \epsilon$.

TABELA III-2.

TENSÕES DE ESCOAMENTO, σ_E .

NIÓBIO MONOCRISTALINO.

Orientação do eixo de Tensão.	Tratamento térmico.	Irradiação ϕt (n/cm^2)	Tensão de escoamento, σ_E (kgf/mm^2)	Aumento na σ_E (%)	$\Delta\sigma_E$ (kgf/mm^2)
[941]	D	-	$3,65 \pm 0,01$	-	-
[941]	E	-	$14,5 \pm 0,1$	297	10,85
[941]	D	5×10^{17}	$4,02 \pm 0,01$	10	0,37
[941]	E	5×10^{17}	$16,5 \pm 0,1$	14	2,00
[441]	D	-	$2,38 \pm 0,01$	-	-
[441]	E	-	$10,9 \pm 0,1$	358	8,52
[441]	D	5×10^{17}	$3,05 \pm 0,01$	28	0,67
[441]	E	5×10^{17}	$13,3 \pm 0,1$	22	2,40

D = Desgaseificada (~ 10 ppm de oxigênio).

E = Dopada com oxigênio (200 ppm de oxigênio).

Obs. ppm em peso.

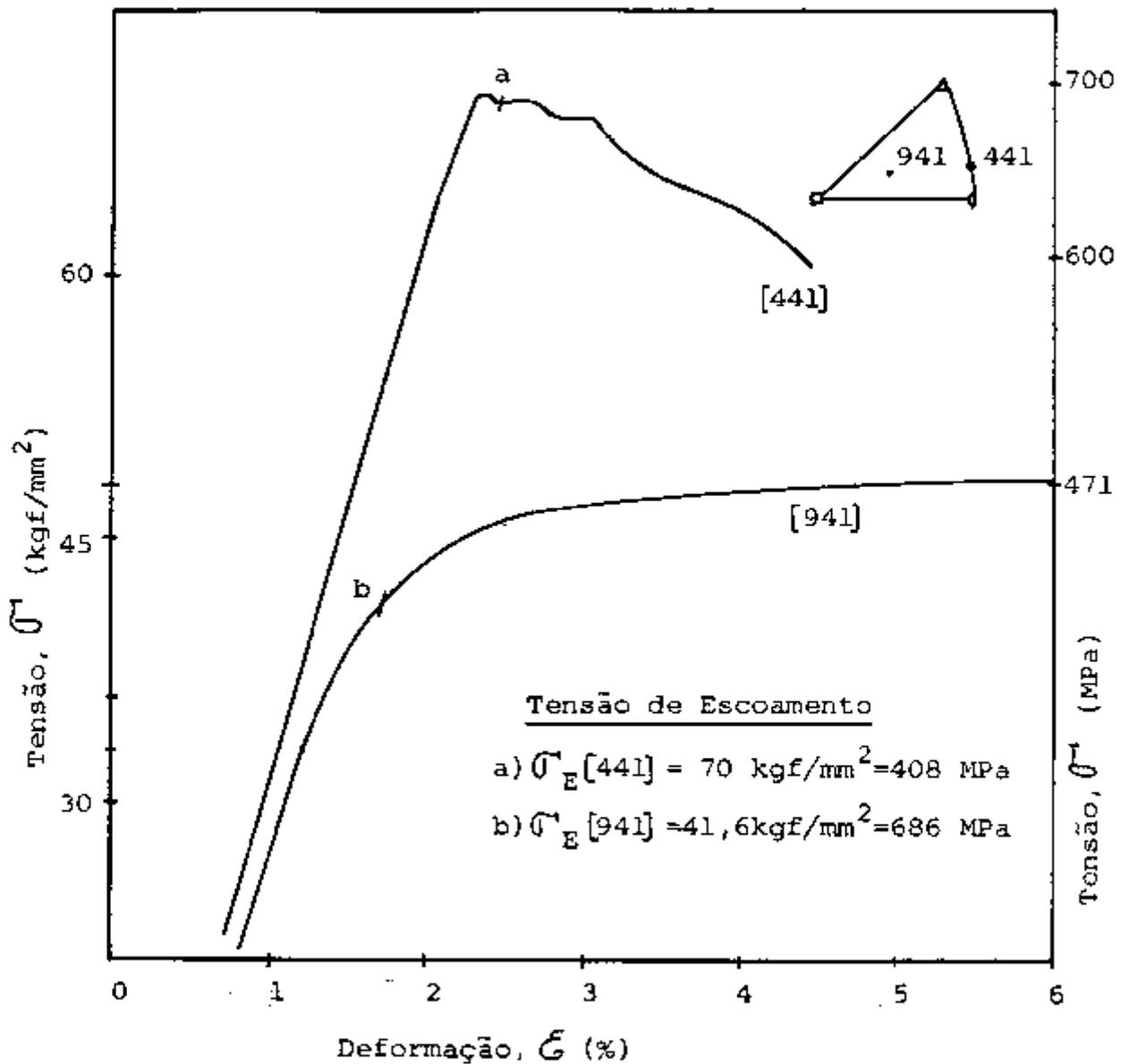


Fig.III-4. Deformação de monocristais de Nb de orientações [441] e [941], não irradiado, desgaseificado. Deformação feita na temperatura do nitrogênio líquido (77 K).

3. Morfologia das superfícies das amostras.

3.1. Traços de deslizamentos dos planos cristalinos.

A morfologia das superfícies das amostras foi examinada através de um microscópio ótico Zeiss, utilizando-se da técnica de interferência de contraste - Nomarski. Para cada amostra deformada, fez-se a difração de raios X como aquelas das figuras II-2 e II-3. As difrações de raios X das figuras II-2 e II-3, são para amostras recém preparadas, isto é, sem deformação. Isto pode ser verificado pela forma dos pontos brancos. Para amostras não deformadas, esses pontos devem ser circulares. No caso das amostras deformadas, os pontos brancos eram bem alongados. O principal objetivo de se fazer uma difração para cada amostra era determinar a orientação dos traços de deslizamentos dos planos.

3.1.1. Nióbio [941], desgaseificado, não irradiado.

A figura III-5, ilustra uma foto dos traços de deslizamentos observados na superfície de uma amostra de Nb[941] desgaseificada, não irradiada e deformada até ~ 8%. Uma característica bem comum, é que as linhas de deslizamentos são bem estreitas e uniformemente distribuídas ao longo da secção de medida (gauge length). Nesta foto aparecem os traços de deslizamentos ao longo do plano $(10\bar{1})$ e também ao longo do plano $(1\bar{1}0)$. Os traços correspondentes ao plano $(10\bar{1})$ são os mais espaçados e quebrados pela operação do sistema de deslizamento anômalo $(1\bar{1}0)[11\bar{1}]$. O sistema de deslizamento $(1\bar{1}0)[11\bar{1}]$ determinados pela observação da superfície lateral da amostra, é chamado de anômalo^(42,84), porque apesar de possuir um fator de Schmid (0,244) menor do que aquele do sistema $(101)[11\bar{1}]$ (0,499), é o que tem sido observado frequentemente em Nb de orientação do eixo de tensão próximo do centro do triângulo estereográfico.

Deve-se notar também que o plano de deslizamento anôma

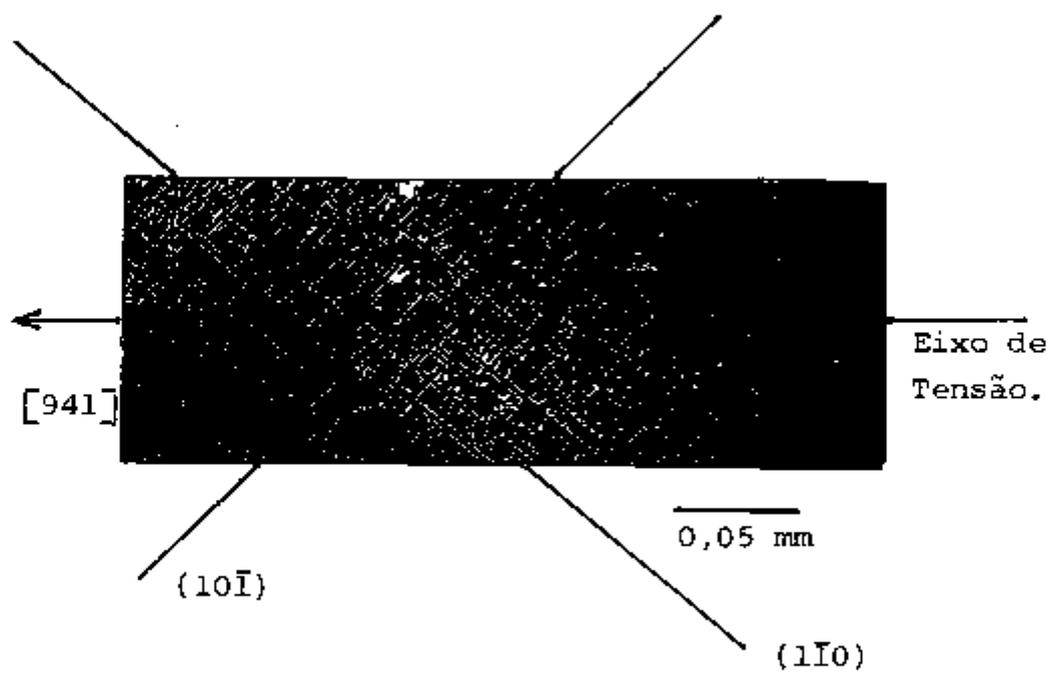


Fig.III-5. Morfologia da superfície do Nb[941] deformado até ~ 8%.
Amostra desgaseificada e não irradiada.

lo (1 $\bar{1}$ 0) é o único plano que contém duas direções de deslizamentos que são respectivamente [11 $\bar{1}$] e [111], sendo a primeira do sistema primário e a segunda do sistema conjugado, como se pode observar no esquema geométrico da figura II-3c.

3.1.2. Nióbio [941] desgaseificado, irradiado até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm².

O efeito da irradiação neutrônica sobre o Nb[941] desgaseificado e deformado até cerca de 10 % pode ser visto na figura III-6. Observa-se que a operação do sistema anômalo não é tão uniforme como no caso anterior, porque há algumas faixas onde não se vê as linhas de deslizamentos e, aquelas que são visíveis não apresentam uma definição como as da amostra não irradiada. Observa-se também a propagação da deformação devida à operação do sistema conjugado (10 $\bar{1}$)[111] caracterizada pelo aparecimento dos traços dos planos (10 $\bar{1}$) à medida que o ensaio de tensão-deformação se processava. A distribuição grosseira e não uniforme das bandas de deslizamentos é uma característica da morfologia das superfícies de metais encruados pela irradiação⁽⁸⁵⁾.

3.1.3. Nióbio [941] dopado com 200 ppm em peso de oxigênio, irradiado até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm² e não irradiado.

O efeito das impurezas na morfologia da superfície do Nb[941] dopado com 200 ppm de oxigênio e deformado até ~ 6,5 % é evidenciado na figura III-7 para a amostra irradiada com nêutrons. Não se observa a operação do sistema de deslizamento conjugado. Os traços presentes, referem-se aos planos (1 $\bar{1}$ 0). Estes, apresentam-se bem ondulados, o que, está relacionado com o encruamento induzido pelas impurezas de oxigênio, conforme ilustra a figura III-1. Bang e colaboradores⁽⁸⁶⁾, observaram que o sistema

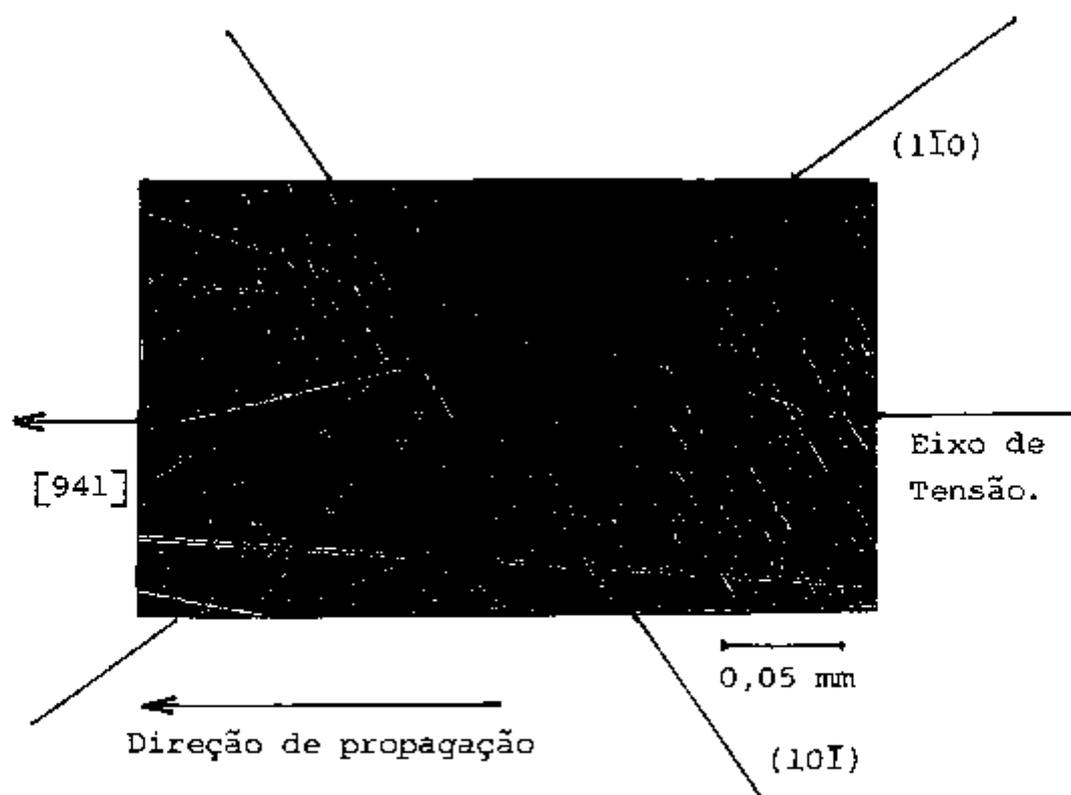


Fig.III-6. Morfologia da superfície do Nb[941] irradiada com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$. Deformado até ~ 8 %.

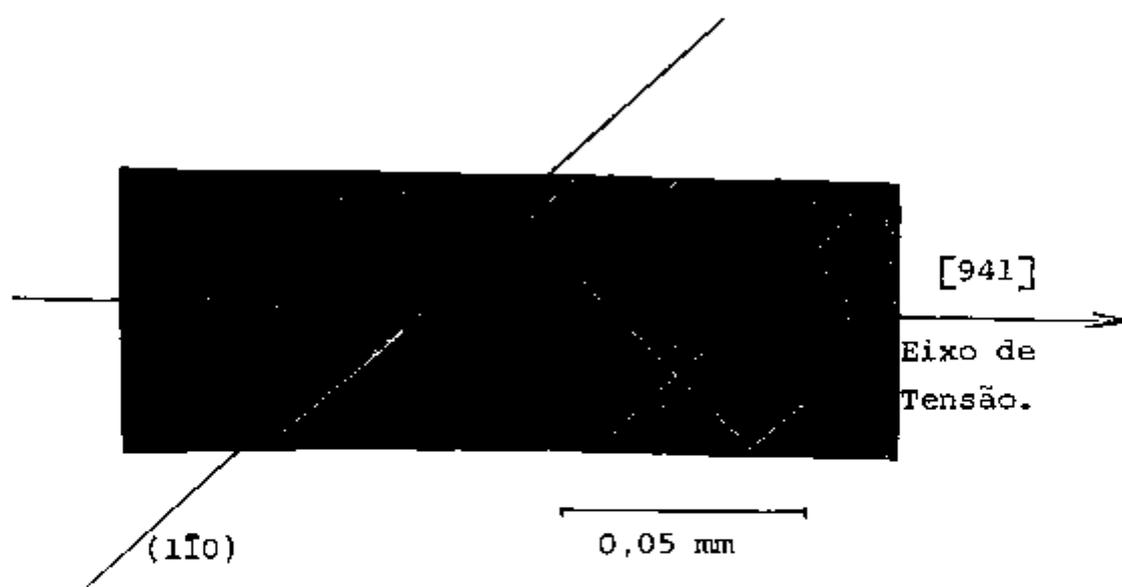


Fig.III-7. Morfologia da superfície do Nb[941] dopado com 200 ppm de oxigênio, irradiado com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm² e deformado até 6,5 %.

anômalo praticamente deixa de ser operativo para amostras de Nb dopadas com 400 ppm de oxigênio e que para quantidades maiores dessa impureza, o sistema primário passa a ser dominante. Para as amostras irradiadas, praticamente não se notou nenhuma diferença nas superfícies. O efeito do oxigênio é tão intenso que mascara os efeitos introduzidos pela irradiação.

3.1.4. Nióbio [441] desgaseificado, não irradiado e irradiado até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$.

Praticamente não se observou linhas de deslizamentos em amostras de Nb[441], desgaseificada, não irradiada e deformada até 2,5 %. Não foi possível de se obter um contraste dos traços de deslizamentos, talvez porque a deformação tenha sido pequena. Mesmo para as amostras irradiadas e deformadas até ~ 8%, o que se observava eram traços bem fracos e ondulados, conforme se vê na foto da figura III-8, ampliada 640 vezes, que correspondem aos traços dos planos (101) ou (112), uma vez que os sistemas de deslizamentos (101)[11 $\bar{1}$] e (112)[11 $\bar{1}$] possuem fatores de Schmid não muito diferentes, conforme se vê na tabela II-1.

3.1.5. Nióbio [441] dopado com 200 ppm em peso de oxigênio, não irradiado e irradiado até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$.

A figura III-9, mostra o aspecto da superfície de uma amostra de Nb[441] dopada com 200 ppm em peso de oxigênio não irradiada e deformada até ~ 6%. Para as amostras irradiadas, o aspecto da superfície era praticamente o mesmo. Neste caso, conforme se pode observar comparando as figuras III-7 e III-8, as linhas de deslizamentos ainda se apresentam onduladas embora mais estreitas, porém numa concentração muito maior. A irradiação neutônica a $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$, parece não ter alterado muito esse

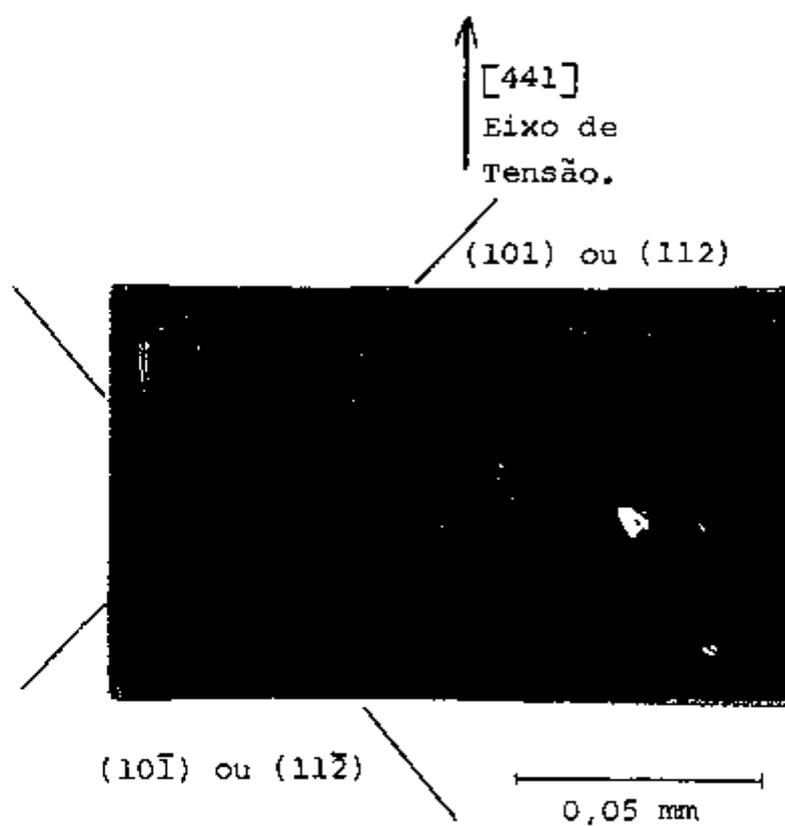


Fig.III-8. Morfologia da superfície de Nb[441] desgaseificada e irradiada até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm². Deformada até ~ 8 %.

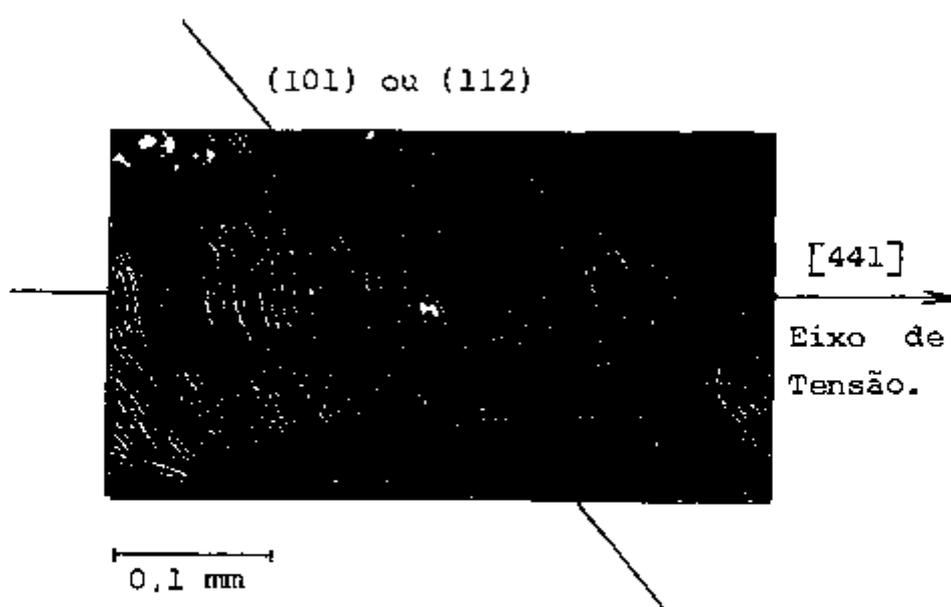


Fig.III-9. Morfologia da superfície de Nb[441] dopado com 200 ppm em peso de oxigênio, não irradiada e deformada até ~ 6 %.

padrão.

3.1.6. Nióbio [941] desgaseificado e irradiado até $\phi t = 10^{19}$ n/cm².

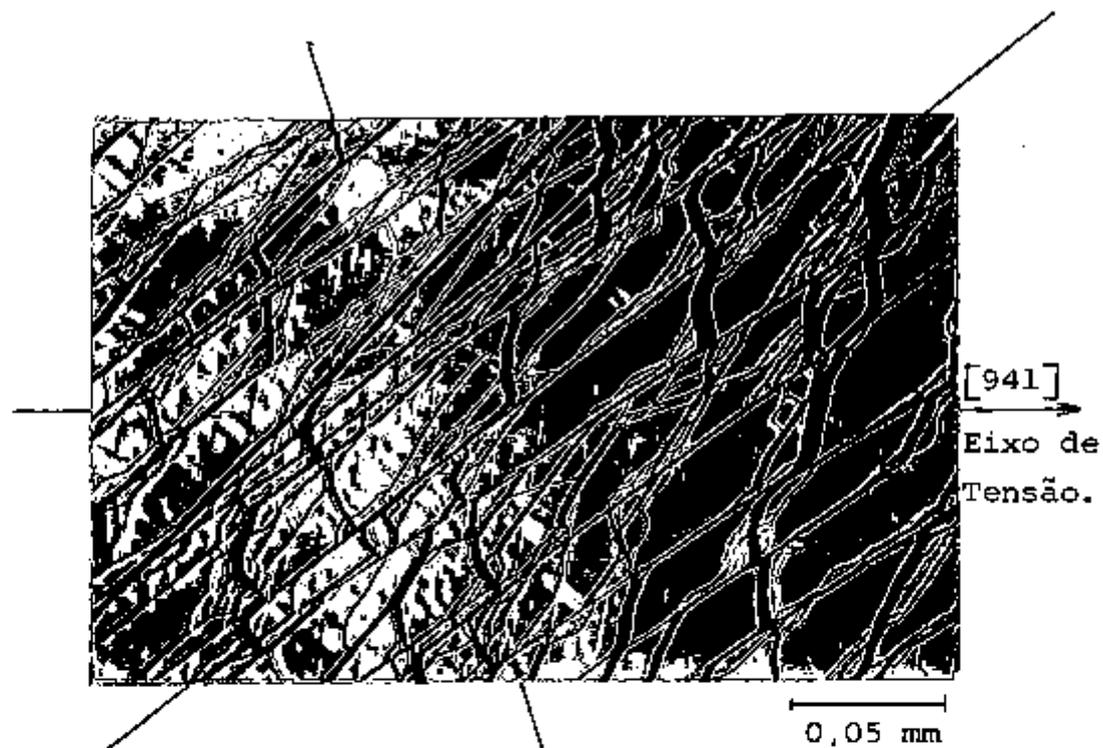
A figura III-10, ilustra as morfologias das superfícies larga (a) e estreita (b) da amostra de Nb[941] irradiada até $\phi t = 10^{19}$ n/cm² e deformada até cerca de 30 %. O efeito da irradiação neutrônica a essa dose, sobre os sistemas de deslizamentos é bem considerável, pois: i) observa-se claramente que entre os traços de deslizamentos dos planos, o cristal praticamente não sofre deformação, isto é, a deformação não é uniforme, ii) a operação de deslizamentos cruzados (cross slip), se estende por praticamente toda a amostra.

Com relação ao item (i), pode-se supor que uma vez iniciado um deslizamento, a tensão de cisalhamento necessária para que ele continue operando será muito menor do que aquela necessária para iniciar novos deslizamentos e, agora relacionado ao item (ii), a existência dos deslizamentos cruzados e os seus respectivos alargamentos, parecem indicar uma preservação daquelas regiões do cristal praticamente não deformada.

A irradiação neutrônica com este fluxo integrado à temperatura ambiente, não foi suficiente para inibir a operação do sistema anômalo, conforme confirmam os traços de deslizamentos das superfícies larga e lateral das micrografias da figura III-10 comparadas com o esquema geométrico da figura II-3c.

3.2. Modos de fratura.

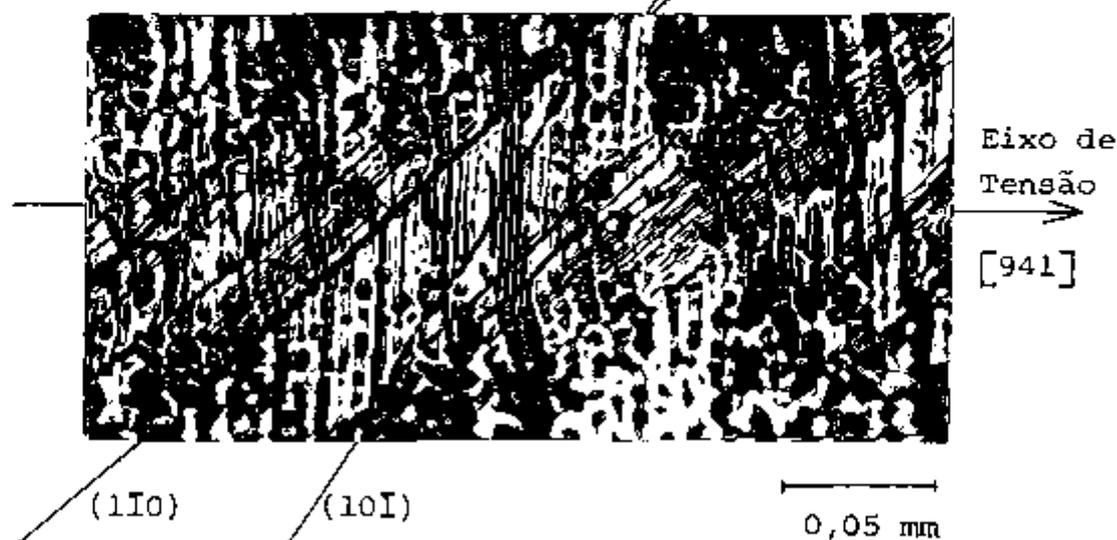
Algumas amostras de Nb monocristalino foram deformadas até à quase fratura. O comportamento dos cristais de Nb[941] desgaseificado, irradiados ou não, deformados até o início da fratura era praticamente o mesmo. O encruamento persiste até praticamente



(110)

(101)

(a) superfície larga.



(110)

(101)

(b) superfície estreita.

Fig.III-10. Morfologia das superfícies do Nb[941] degaseificado e irradiado até $\phi t = 10^{19} \text{ n/cm}^2$ e deformado até ~ 30 %.

uma deformação de cerca de 90 % para as amostras não irradiadas e cerca de 75 % para amostras irradiadas, após a qual, segue-se uma queda acentuada de carga e então a fratura.

A figura III-11, mostra uma micrografia de uma amostra de Nb[941] irradiada até $\phi t = 10^{19}$ n/cm² e deformada até à quase fratura. Uma análise comparativa das morfologias das superfícies larga e estreita mostrou que a direção em que se dá a fratura é a quela definida pelos traços dos planos (10 $\bar{1}$). Observa-se também o aparecimento das linhas correspondentes aos sistemas anômalo e primário com encurvamentos próximo da região de ruptura. Este resultado concorda perfeitamente com o observado na figura III-10, onde as linhas correspondentes aos planos (10 $\bar{1}$), sistema de desl \bar{z} zamento conjugado, aparecem alargando-se para uma deformação de 30 %.

Entre as amostras de Nb[441], o comportamento também, para o início da fratura, foi praticamente semelhante. Amostras não irradiadas, deformam até praticamente 70 % e amostras irradiadas até cerca de 50 %. Porém comparado com o Nb[941], a fratura se realiza de maneira bem diferente.

A figura III-12a, mostra que a fratura do Nb[441] irra-
diado até $\phi t = 10^{19}$ n/cm² se dá através de um estrangulamento na região de interesse. A largura da amostra nessa região, reduz-se cada vez mais, à medida que a deformação prossegue. As linhas de deslizamentos dos planos (101) ou (112), são estendidas e concen-
tradas na região do estrangulamento. Além disso, elas são encurva-
das de tal forma que na região do estrangulamento ficam quase pa-
ralegas ao eixo de tensão, conforme ilustra a figura III-12b.

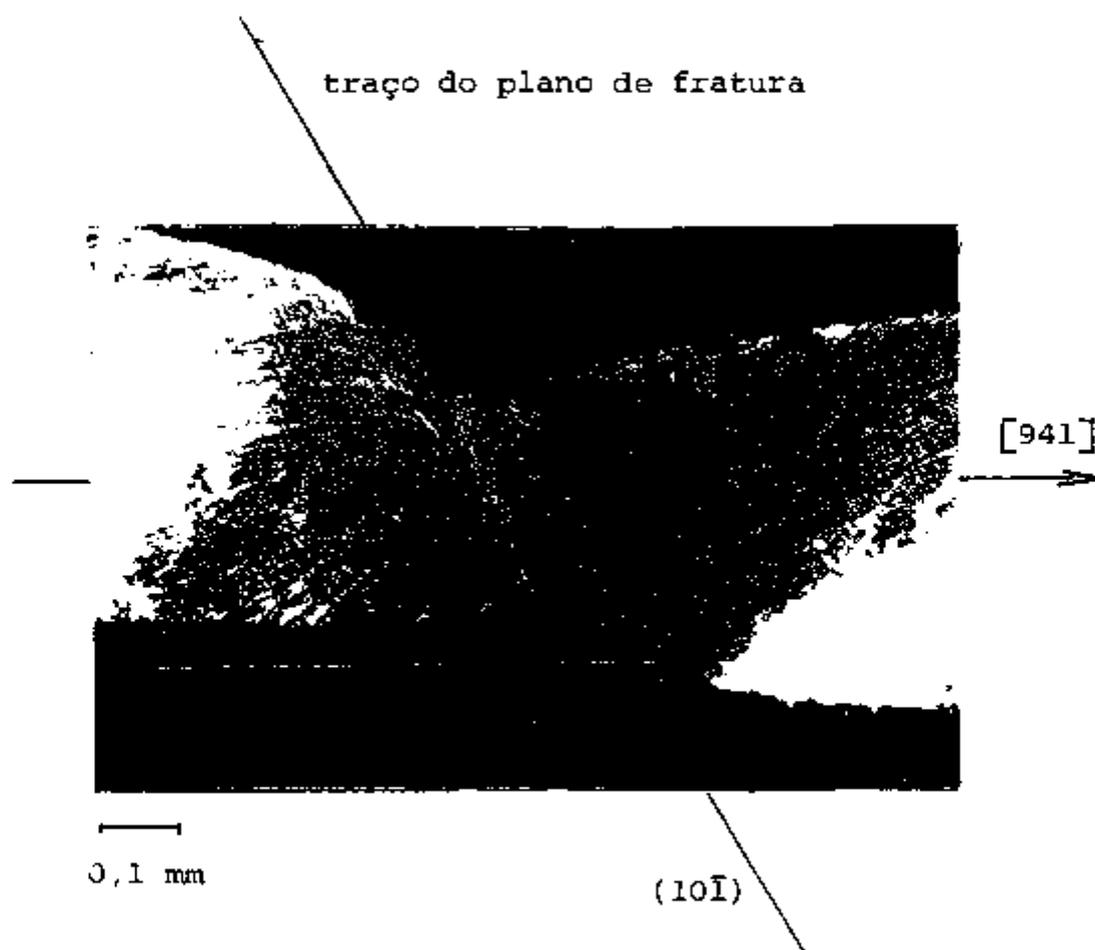
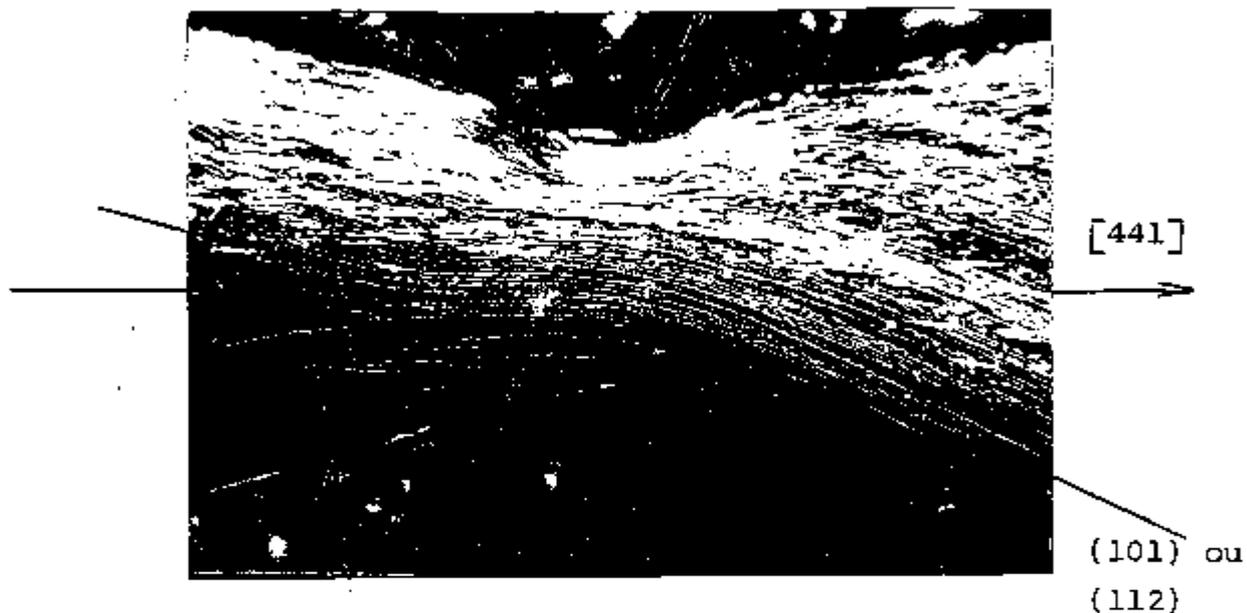
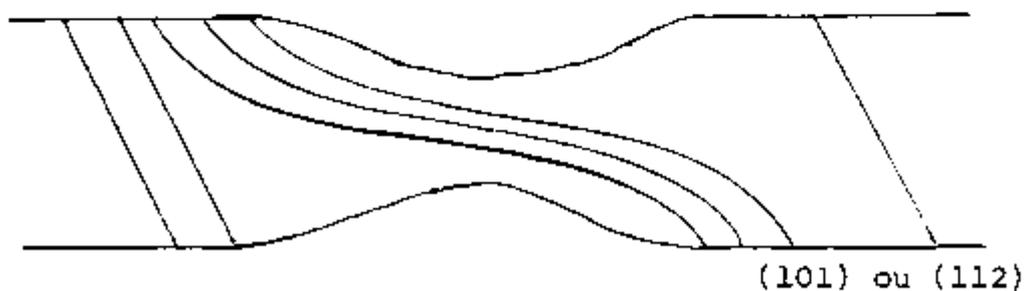


Fig.III-11. Amostra de Nb[941] desgaseificada e irradiada até $\phi t = 10^{19}$ n/cm². Deformação até à quase fratura.



0,1 mm

(a) estrangulamento devido à deformação até à quase fratura.



(b) representação esquemática das linhas correspondentes aos deslizamentos do plano (101) ou (112) que se observa em (a).

Fig. III-12. Amostra de Nb[441] desgaseificada e irradiada até $\phi t = 10^{19}$ n/cm². Deformação até à quase fratura.

III-2. EXPERIMENTOS "IN-SITU" NO METAV.

1. Introdução.

Os resultados dos experimentos executados no microscópio eletrônico de transmissão de alta voltagem, serão apresentados nesta parte. Estes experimentos consistiram no seguinte: a) deformação e observação de amostras irradiadas com nêutrons, b) irradiação com elétrons do próprio METAV, seguido de deformação e c) irradiação com elétrons do próprio METAV para estudo de crescimento de anéis de discordâncias.

As deformações e irradiações no METAV, foram executadas em temperatura ambiente, sendo a taxa de deformação de 2×10^{-4} mm/s.

2. Deformação e observação de amostras irradiadas com nêutrons.

Dos cristais de Nb irradiados com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm², somente aquele de orientação [441] desgaseificado é que pôde ser deformado e fotografado no METAV. Devido aos problemas de ordem técnica, não foi possível a obtenção de fotos das deformações dos demais cristais. Exceptuando-se os cristais [441] desgaseificado e irradiado, todos os demais fraturaram antes de se obter qualquer foto.

2.1. Formação dos canais de discordâncias.

A fig. III-13, mostra a micrografia de uma amostra de Nb[441] desgaseificada e irradiada com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm². Como resultado da deformação, há um intenso movimento de discordâncias que cruzam o campo visual da amostra de um lado a outro, deixando atrás traços paralelos nas superfícies superior e inferior. Pode-se supor que a formação desses traços paralelos se ja devida à quebra de uma camada de óxido muito fina existente

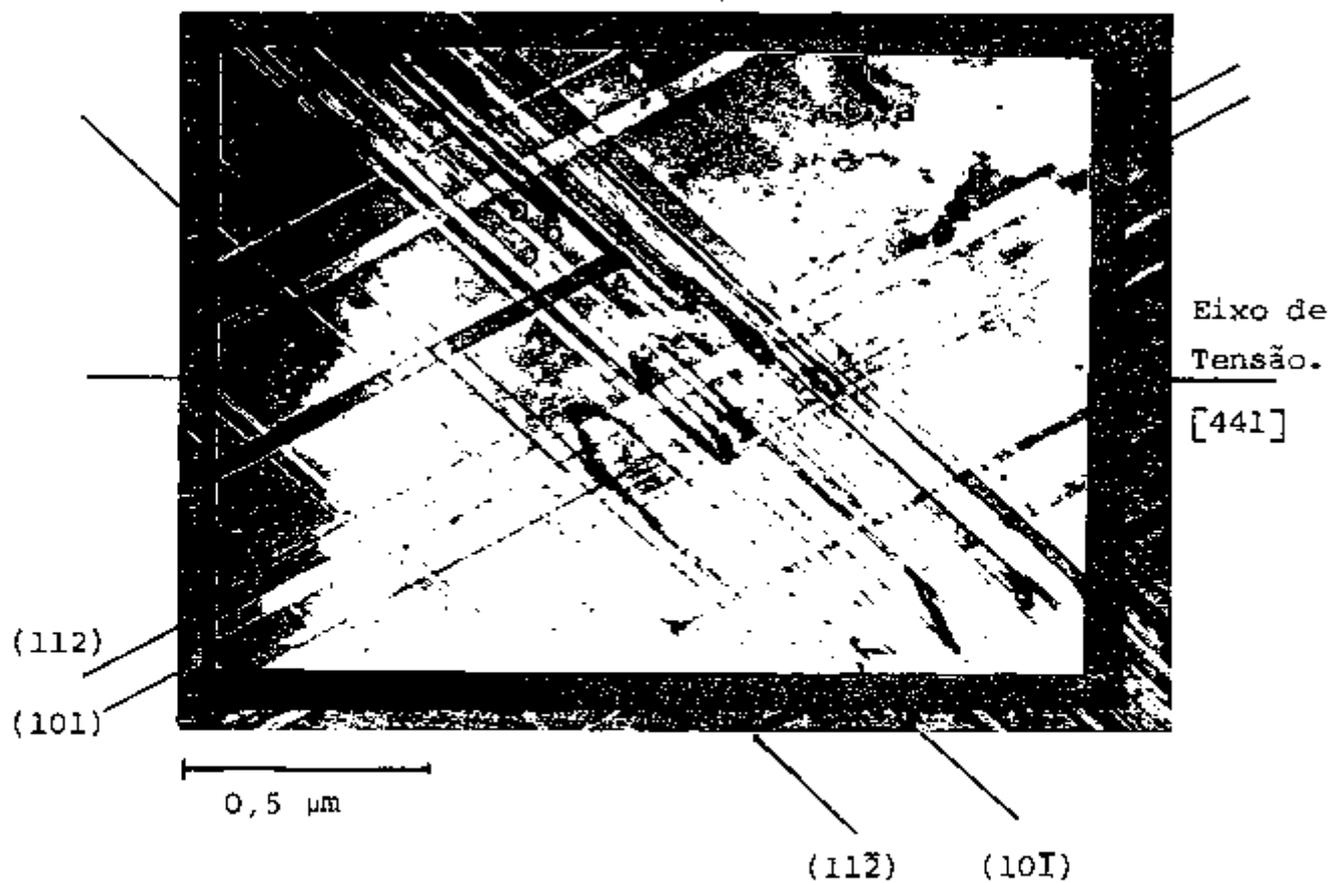


Fig.III-13. Deformação "in-situ" no METAV do Nb[441] desgasificado e irradiado com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm². Feixe de elétrons paralelo à direção $\vec{E} = [1\bar{1}0]$ com energia 800 keV.

tanto na superfície superior quanto na inferior. A quebra dessa camada de óxido seria realizada pelo movimento do ponto de intersecção das extremidades das discordâncias com as superfícies. Esta hipótese é confirmada pelo fato de que esses traços desaparecem durante o tempo de observação, o que pode ser atribuído a uma nova formação de óxido ao longo dos traços. Cada par de traço define um plano, no qual as discordâncias se movem. Esses planos são chamados de "planos canais" dos canais de discordâncias.

Como se conhece de antemão a disposição geométrica dos planos da amostra em relação ao eixo de tensão, a definição dos sistemas de deslizamentos é mais simples do que se as amostras fossem policristalinas. No caso de amostras policristalinas, a definição das direções dos canais de discordâncias e dos planos correspondentes é feita, conforme observado por Tucker⁽³¹⁾ e sugerido por Wechsler⁽⁷⁰⁾, utilizando-se da teoria de contraste de difração. Isto é feito pela determinação dos vetores de Burgers das discordâncias. Tal procedimento é necessário porque, como no caso das amostras de Tucker, as amostras são deformadas antes do afinamento. As bordas dos canais de discordâncias não se encontram nas superfícies da amostra, antes do afinamento, e, portanto, não têm orientação conhecida.

A definição dos índices de Miller dos planos da figura III-13, e conseqüentemente, a definição dos sistemas de deslizamentos operativos, não necessita do critério $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, mas de apenas um diagrama de difração da área fotografada e do conhecimento da orientação do cristal. Os sistemas de deslizamentos determinados são: a) dois sistemas primários $(112)[11\bar{1}]$ e $(101)[11\bar{1}]$ e b) dois sistemas conjugados $(11\bar{2})[111]$ e $(10\bar{1})[111]$. Estes sistemas de deslizamentos, são os mesmos observados nas amostras deformadas na máquina Instron, conforme ilustram as figuras III-7 e III-8.

2.2. Observação seqüencial do movimento de discordância durante deformação.

As figs. III-14, III-15 e III-16, mostram os conjuntos de micrografias obtidas em seqüência durante deformação de amostras de Nb[441] desgaseificada, não irradiada (fig. III-14) e irradiada até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm² (figs. III-15, III-16). As figs. III-14a, III-15a e III-16a, foram atribuídos o instante $t = 0$.

Os aglomerados de defeitos presentes nas amostras não irradiadas nos primeiros instantes da deformação, são produzidos por ocasião do preparo da amostra. Como já foi citado no capítulo II, o afinamento inicial das amostras para o METAV era feito por meio de polimento eletroquímico e o final por meio de apenas ataque químico. Em ambos os processos, a solução química era agitada afim de remover as bolhas de gases resultantes da reação química do ácido com o metal. A agitação da solução química, produzia movimentos de vai-e-vem na região de interesse da amostra que aumentava à medida que a espessura se reduzia e, conseqüentemente, é de se esperar que haja uma deformação com produção de discordâncias e também de aglomerados de defeitos. Para as amostras irradiadas, esta concentração de defeitos soma-se àquela produzida pela irradiação com nêutrons. A formação de aglomerados menores que aparecem nos instantes finais de deformação é devida aos movimentos de discordâncias e à irradiação com os elétrons do METAV. Este aspecto experimental será discutido mais adiante.

Os deslizamentos ou não das discordâncias nessas micrografias, pode ser deduzidos pelas comparações das posições das discordâncias relativamente a certos defeitos que permanecem estáticos durante a deformação.

3. Interação discordância-discordância, discordância-aglomerado e discordância-defeito puntiforme.

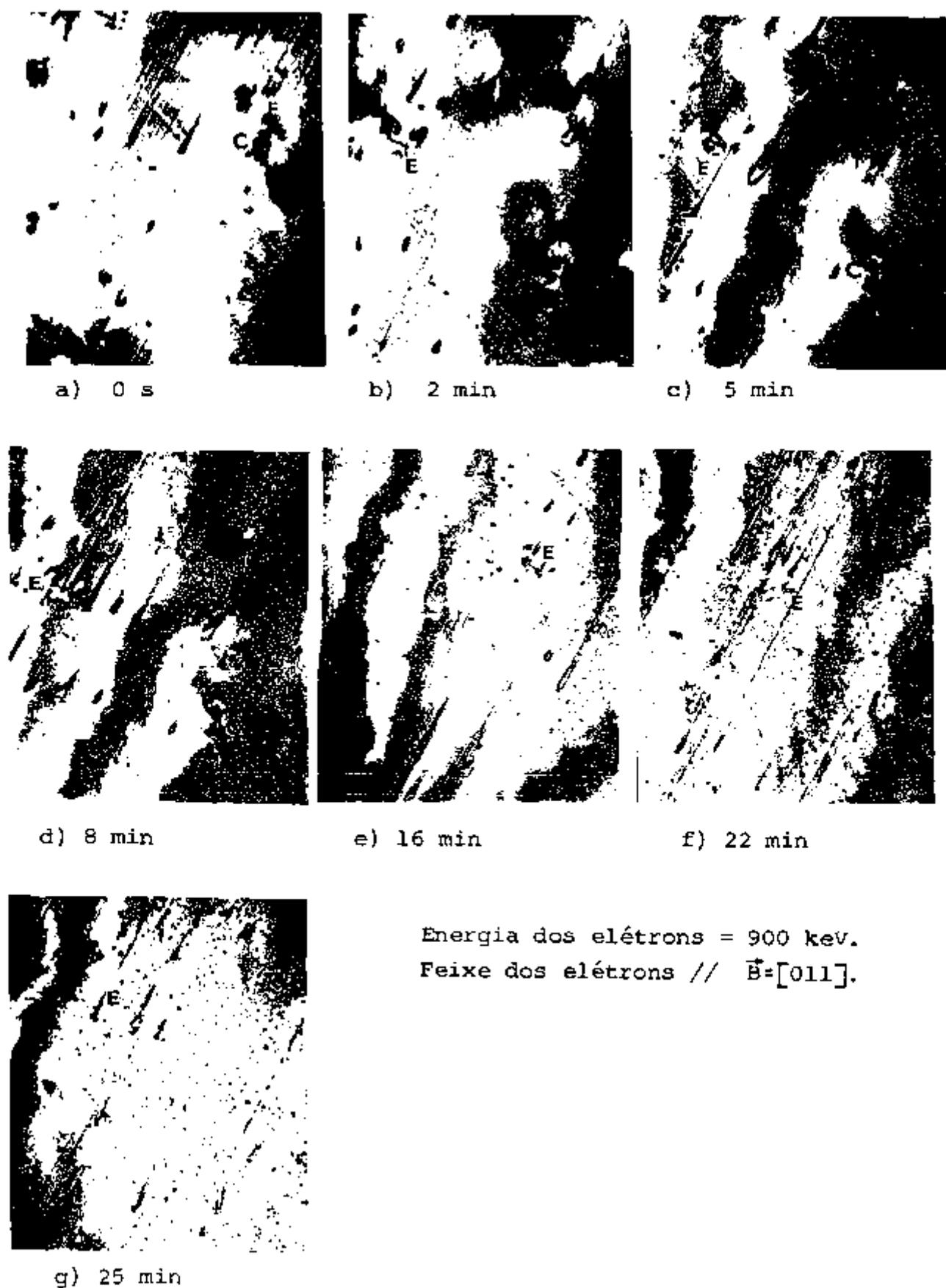


Fig.III-14. Micrografias obtidas em seqüência durante deformação "in-situ" de Nb[441] não irradiado. E e F, discordâncias. c - aglomerado.

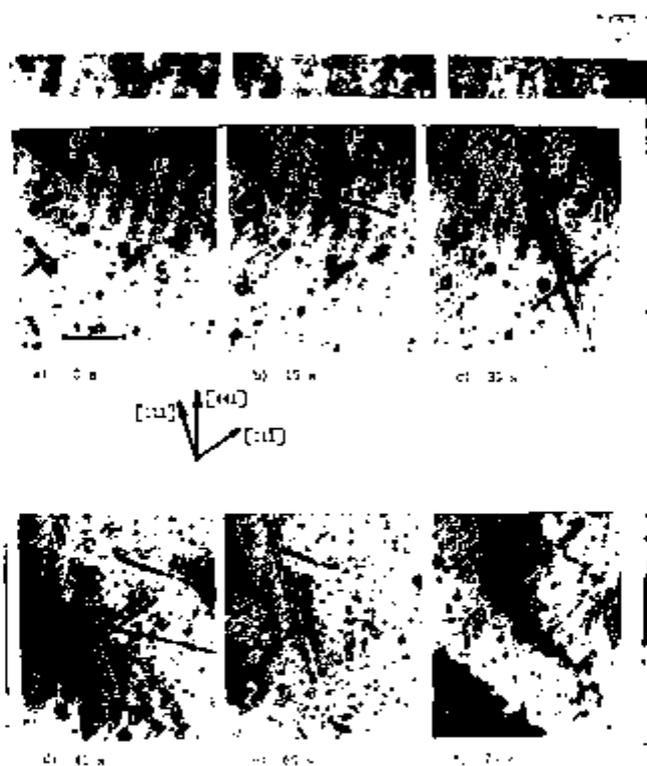


Fig.III-15. Sequência de micrografias obtidas durante deformação "in-situ" no METAV para o Nb[441] irradiado com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$. O feixe de elétrons paralelo à direção $[1\bar{1}0]$. Observe-se a remoção do aglomerado de defeitos f.

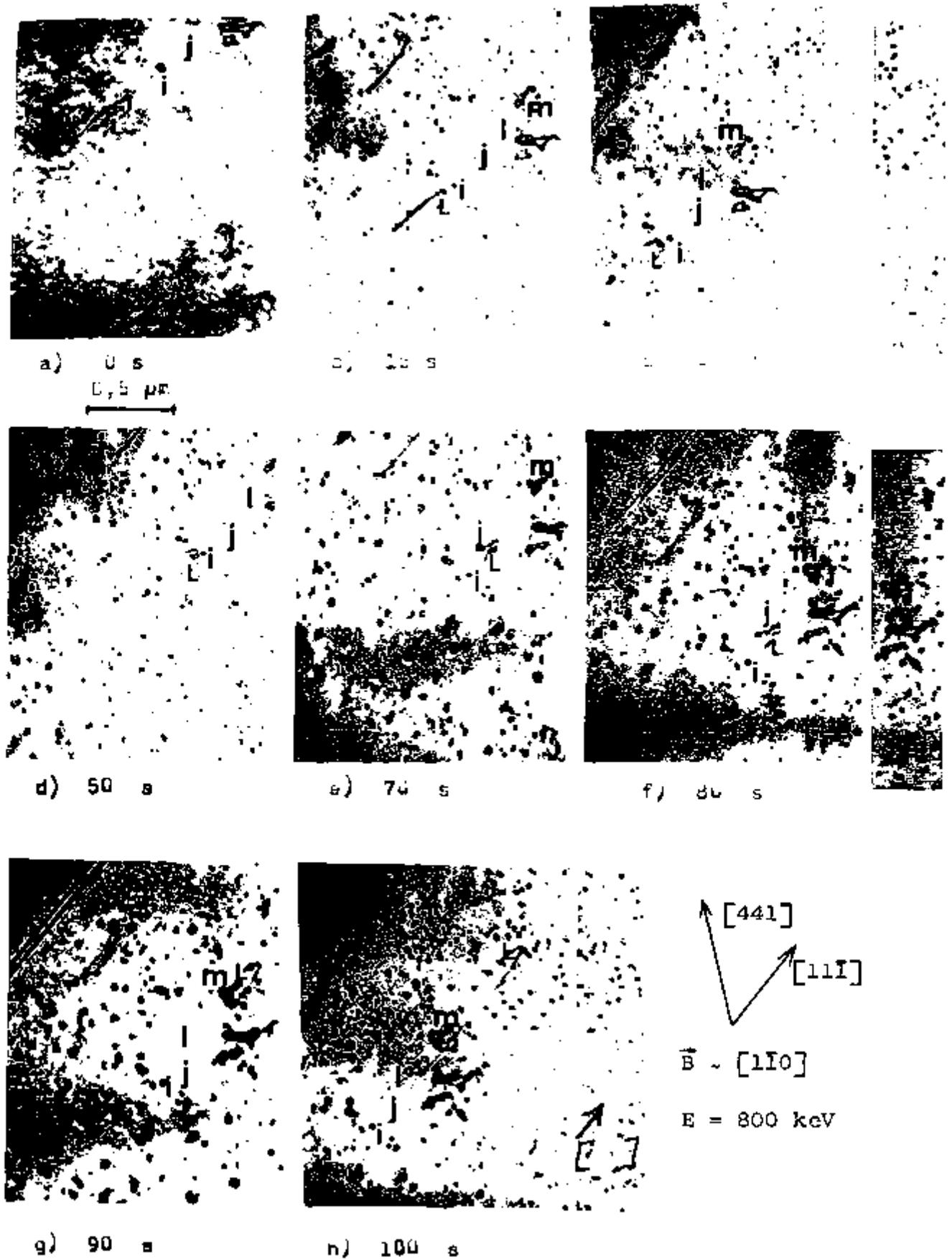


Fig. III-16. Sequência de micrografias obtidas durante deformação "in-situ" no METAV referente à amostra de Nb[441] ir radiada com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$.

3.1. Interação discordância-discordância.

Como resultado da deformação e conseqüente movimento das discordâncias é possível a observação das interações entre as discordâncias. A foto da figura III-13, foi obtida com o principal objetivo de se definir os planos que contém os canais de discordâncias, porém, mesmo nessa única foto, pode-se inferir que há uma interação entre as discordâncias A e B, por exemplo, que resulta no impedimento de seus movimentos, pelo menos até o valor da tensão aplicada por ocasião da obtenção da foto.

Uma observação mais nítida da interação discordância-discordância, é obtida no conjunto de micrografias da figura III-14. A discordância E, encontra-se ancorada pelas suas extremidades e é impedida de deslizar-se apesar de a amostra estar sob tensão, conforme se pode observar pela passagem de inúmeras discordâncias pelo campo visual. O seu tamanho é reduzido à medida que outras discordâncias a atravessam. Finalmente, ela é aniquilada por uma avalanche de discordâncias conforme se vê na fig. III-14f e III-14g. Embora essa descrição do aniquilamento tenha sido corroborada pela observação direta e mais detalhada durante a manipulação do METAV, há também a hipótese da contribuição à aniquilação devida à interação discordância-defeito puntiforme, sendo estes produzidos pelas passagens das discordâncias e também pela irradiação com os elétrons do próprio METAV.

3.2. Interação discordância-aglomerado.

Voltando à fig. III-13, pode-se inferir que há uma interação entre as discordâncias C e D com os aglomerados a e b respectivamente, cujo resultado é um impedimento no movimento das discordâncias. Uma interação semelhante é vista na fig. III-14a e III-14d, onde a discordância F permanece totalmente parada no aglomerado c, apesar da aplicação de tensão mecânica.

A Figura III-15, ilustra uma interação entre a discordância G e os aglomerados d , e e f . Inicialmente G encontra-se presa pelo aglomerado d . É possível verificar um arqueamento, de acordo com o modelo de Orwan⁽¹⁷⁾ já referido no capítulo II, da discordância G em torno de d , à medida que a deformação prossegue. Uma vez ultrapassada a barreira d , a discordância G passa pelo grupo de aglomerados e , como se eles não existissem. A hipótese é que os aglomerados e estão fora do canal de G , isto é, eles estão em outro planos. Nas figs. III-15 b, c, d e e, a discordância G se aproxima do aglomerado f . Na fig. III-15f, observa-se que G arrastou o aglomerado f , o que pode ser visto pela sua ausência e pelo arqueamento da parte de G próxima de f . A discordância H encontra-se totalmente ancorada pelos aglomerados de defeitos em todas as micrografias. O aumento na concentração dos aglomerados de diâmetros menores que se observa nessas micrografias, será discutido depois.

A fig. III-16, ilustra uma outra interação entre a discordância L e os aglomerados de defeitos i , j , l e m . A discordância L arqueia em torno de i e ultrapassa-o sem removê-lo. L interage com os aglomerados j e l removendo-os. Ela interage também com o grupo de aglomerados m produzindo uma pequena discordância, como se pode verificar na figura III-16h.

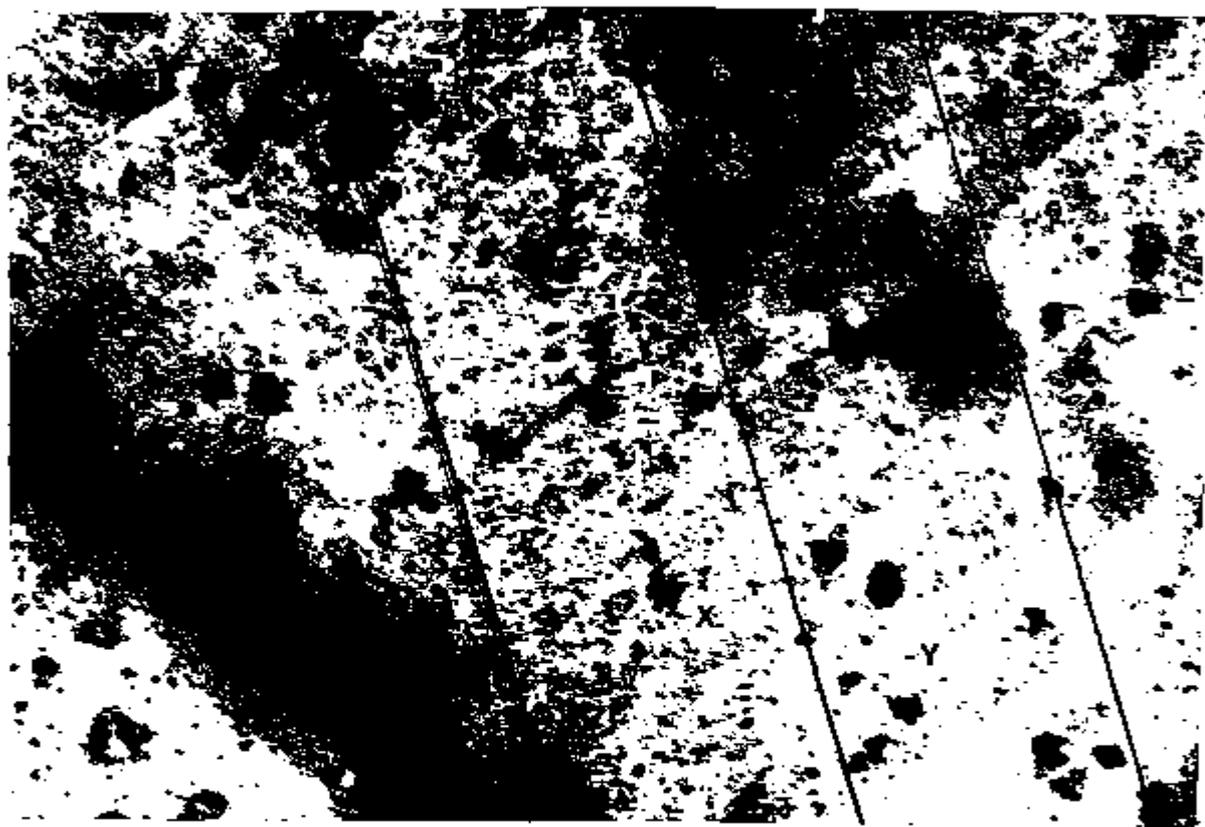
3.3. Interação discordância-defeitos puntiformes.

Os defeitos puntiformes são classificados como aqueles que possuem dimensões da ordem de grandeza da célula elementar. Com estas dimensões, eles não podem ser resolvidos pela MET e, conseqüentemente, não se pode observar diretamente uma interação entre discordâncias e defeitos puntiformes senão pelas suas conseqüências. Assim, o que se pode observar diretamente são os resultados desse tipo de interação.

As experiências de deformação "in-situ" foram realizadas utilizando elétrons de energia 800 e 900 keV. Essas energias são bem superiores do que a energia dos elétrons (~ 600 keV) que produzem a transferência da energia mínima para o deslocamento de um átomo de Nb da sua posição (~ 24 eV)⁽⁸⁷⁾. O motivo de se ter usado aquelas energias é porque não se conseguia a transmissão dos elétrons (a não ser muito próximo das bordas da amostra) com energia inferior a 600 keV. O objetivo era observar as interações em regiões mais espessas da amostra, a fim de minimizar os efeitos das superfícies.

Nas figs. III-14, III-15 e III-16, pode-se observar claramente um aumento na concentração de pequenos aglomerados que apresentam contraste branco-preto, sendo portanto classificados como anéis. Uma característica extremamente importante é o alinhamento desses anéis ao longo das direções de deslizamento das discordâncias. A fig. III-17, é uma ampliação da fig. III-15f para ilustrar melhor o alinhamento dos anéis e sua alta concentração nas regiões onde houve a passagem de grande quantidade de discordâncias. Assim observa-se que a faixa X da fig. III-17 é caracterizada por uma grande concentração de anéis, enquanto que essa concentração é bem pequena na faixa Y. Como se pode observar, esse alinhamento dos anéis se dá na intersecção dos planos das discordâncias com os planos das superfícies. De acordo com Loomis e Otero⁽⁶⁸⁾, estes anéis foram identificados como sendo de natureza intersticial e suas formações são atribuídas às interações entre as discordâncias deslizantes e os defeitos puntiformes criados pela irradiação tanto neutrônica como eletrônica.

No caso da fig. III-14, a amostra Nb[441] não irradiada, tem-se uma exposição aos elétrons mais longa que para as figs. III-15 e III-16. Os defeitos puntiformes neste caso, seriam os produzidos pelos elétrons somente. Estes defeitos puntiformes, são



1 μm

Fig. III-17. Ampliação da fig. III-15f para destacar a diferença entre as concentrações de anéis nas regiões X e Y. Na região X houve a passagem de grande número de discordâncias.

arrastados pelas discordâncias em movimento e são aglutinados para formar os pequenos anéis que são deixados pelas extremidades das discordâncias ao longo das intersecções dos canais com as superfícies.

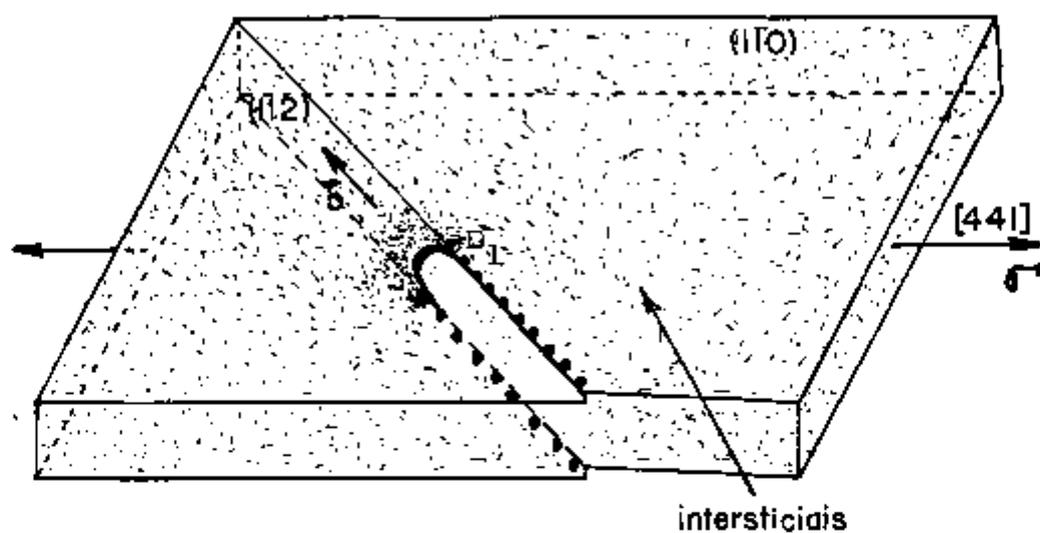
Para as amostras irradiadas com nêutrons até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$, correspondentes às figs. III-15 e III-16, a exposição aos elétrons é bem pequena e, portanto, os anéis que aparecem alinhados, são devidos essencialmente à aglutinação feita pelas discordâncias dos pequenos aglomerados de intersticiais criados pela irradiação neutrônica cujas dimensões são tais que não podem ser resolvidos pela MET.

A irradiação neutrônica cria núcleos de intersticiais que desempenham o papel de sumidouros para os intersticiais criados pelos elétrons. Isto pode ser confirmado pelo crescimento de aglomerados, conforme se vê na fig. III-16a-h, que fará parte de uma discussão posterior.

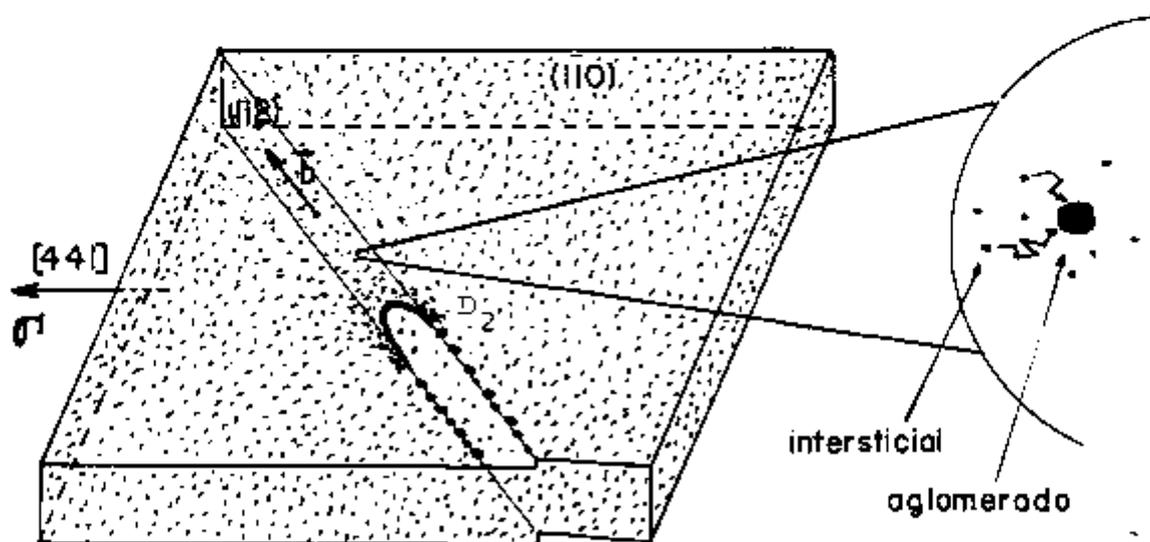
As figs. III-18a e III-18b, ilustram este modelo da interação da discordância-defeito puntiforme e a conseqüente formação dos anéis alinhados.

3.4. Fontes de discordâncias.

Uma outra informação extremamente importante refere-se à atuação de grandes aglomerados como fontes de discordâncias. Campany, Loretto e Smallman⁽⁵⁹⁾, observaram que partículas de carbono de molibdênio, numa experiência de deformação "in-situ" de monocristal de molibdênio, atuam como fontes de discordâncias. Nesse sentido, o que se observa na fig. III-15, é que os aglomerados h e g atuam como fontes de discordâncias à medida que a deformação se processa. Comparando a fig. III-15c com a fig. III-15d, observa-se por exemplo que o aglomerado h, emite a discordância J à medida que a tensão mecânica é aplicada. Este fato foi observado i-



(a) Amostra não irradiada.



(b) amostra irradiada com nêutrons.

Fig. III-18. Representação esquemática da aglutinação de defeitos puntiformes produzida pela passagem da discordância D_1 , amostra não irradiada e da discordância D_2 , amostra irradiada com nêutrons

númeras vezes, porém não foi possível a obtenção de fotos sequenciais, porque por ocasião da experiência, tentou-se filmar através de video-tape, não somente este fenômeno, mas também os demais fenômenos de interação descritos acima. A reprodução no aparelho de video-tape foi de péssima qualidade, não sendo possível qualquer resolução.

4. Utilização do METAV como fonte de irradiação.

4.1. Observação da irradiação com elétrons e deformação do Nb[941].

A fim de suprir a falta de dados a respeito da deformação de amostras de Nb[941] irradiadas com nêutrons, efetuou-se u ma experiência de irradiação com os elétrons do próprio METAV durante 1 hora, seguida de uma deformação de amostras de Nb[941] não irradiadas. A energia dos elétrons era de 900 keV com uma densidade de corrente entre 8,2 e 13,7 A/cm². Essa densidade de corrente proporcionava um fluxo por unidade de tempo de aproximadamente 5×10^{19} e/cm²s. A taxa de dano era de $\sim 1,3 \times 10^{-3}$ dpa/s.

A fig. III-19, mostra uma série de micrografias obtidas em seqüência enquanto se fazia a irradiação com o feixe de elétrons na direção $\vec{B} \sim [1\bar{1}\bar{1}]$ e $\vec{g} = [101]$; A foto (a) dessa figura representa a situação da amostra no instante inicial da irradiação. Nela se observa um grande número de discordâncias que são produzidas no cristal devido aos processos de afinamento e manuseio da amostra. Essa concentração é da ordem de 10^{17} discordâncias/cm². Para o aumento utilizado de 31.500 vezes e condições de difração $\vec{g} = [101]$ nessa foto, não se observa outros defeitos nas regiões entre as discordâncias, excepto alguns anéis de discordâncias esparsos, tais como os anéis 1, 2 e 3, por exemplo.

O que se observa nas fotos seguintes são os efeitos da irradiação eletrônica sobre as discordâncias, sobre os anéis de

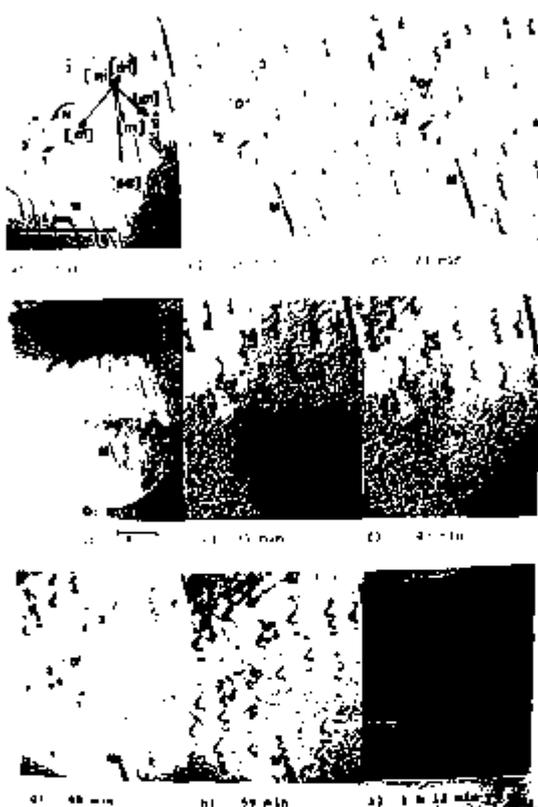


Fig. III-19. Seqüência de micrografias obtidas durante irradiação com elétrons a 900 keV segundo a direção $[111]$. A irradiação durou cerca de 1 hora. A micrografia (i), foi obtida quando aplicou-se uma tensão mecânica. O monocristal correspondente é o Nb $[941]$, desgaseificado e não irradiado com nêutrons.

discordâncias e também sobre os inúmeros defeitos que antes da irradiação não eram observados. A foto (d), serviu para medir o raio efetivo do feixe de elétrons. O raio efetivo já foi citado no capítulo II, como sendo de $\sim 2 \mu\text{m}$.

A discordância M, por exemplo, de aparência reta, passa a adquirir a forma espiral à medida que os defeitos puntiformes migram para ela. Esse mecanismo de alteração da discordância é chamado de "escalada" (climb). As discordâncias que adquirem essa forma de espiral devido ao mecanismo de escalada, são as de caráter helicoidal^(88,89). A discordância N é de caráter misto. Após alguns minutos de irradiação (cerca de 10 minutos), a discordância N perde sua componente, provavelmente helicoidal, para a superfície devido às tensões internas produzidas pela irradiação e se transforma numa discordância de caráter em cunha pura, O. O anel de discordância L, também de caráter misto, torna-se uma discordância de caráter em cunha, P, quando perde sua componente helicoidal para a superfície.

O fato de que as demais discordâncias de caráter helicoidal não deslizarem para a superfície, está ligado à direção dos seus vetores de Burgers. Estas discordâncias certamente têm vetores de Burgers numa direção tal que a correção sugerida por Veselý⁽⁷²⁾ é $\text{sen } \delta < 1$. De acordo com Veselý⁽⁷²⁾, as discordâncias mistas em amostras muito finas (para as quais há um ângulo δ entre a normal \vec{N} da superfície da amostra e o vetor de Burgers \vec{b}), quando sob a ação de tensão mecânica, perdem suas componentes helicoidais para a superfície da amostra, ficando a componente em cunha, livre para deslizar. Isto acontece quando a correção aos fatores de Schmid para amostras finas for $\text{sen } \delta \approx 1$, o que ocorre provavelmente para a discordância N e o anel L.

Após 16 minutos de irradiação (fig. III-19b), há o aparecimento de uma concentração extremamente grande de pequenos aglo

merados que se tornam alongados na direção $[10\bar{1}]$, isto é, suas projeções na micrografia têm a direção $[10\bar{1}]$.

Após aproximadamente 1 hora de irradiação, a região irradiada fica extremamente alterada, isto é, danificada. Decidiu-se então focalizar uma região onde se tem a presença de discordâncias afetadas pela irradiação e de discordâncias que não haviam sido afetadas, e aplicar uma tensão mecânica. O resultado, encontra-se na micrografia i da fig. III-19. Sob a ação da tensão mecânica, as discordâncias não afetadas pela irradiação, R, S, T, U, V, W e X, deslizam livremente nos planos de deslizamentos anômalo $(1\bar{1}0)$, enquanto que as discordâncias afetadas pela irradiação, N, O, Q, permanecem paradas. Um deslocamento posterior do foco para outras regiões próximas à região irradiada, mostrou um comportamento semelhante.

A comparação entre os comportamentos das discordâncias nessas duas situações, fornece uma evidência do efeito da irradiação sobre o comportamento mecânico do material. A região irradiada fica encruada pela presença dos defeitos e das tensões internas induzidas pela irradiação.

Quanto ao efeito da irradiação sobre os anéis de discordâncias, pode-se observar um crescimento à medida que a irradiação eletrônica se processa na direção $[1\bar{1}\bar{1}]$. Os anéis 1, 2 e 3 da fig. III-19 já referidos, apresentam uma taxa de crescimento de 23 ± 3 nm/dpa o que corresponde a $1,8 \pm 0,2$ nm/min, pois a uma taxa de dano de $1,33 \times 10^{-3}$ dpa/s, tem-se que 1 dpa = 12,53 minutos de irradiação.

A fig. III-20 mostra os gráficos de $D \times dpa$ para os anéis 1 e 2 da fig. III-19, onde D é o diâmetro maior do anel. A não coincidência das curvas é devida aos valores iniciais dos diâmetros dos anéis.

As taxas de crescimento de anéis de discordâncias

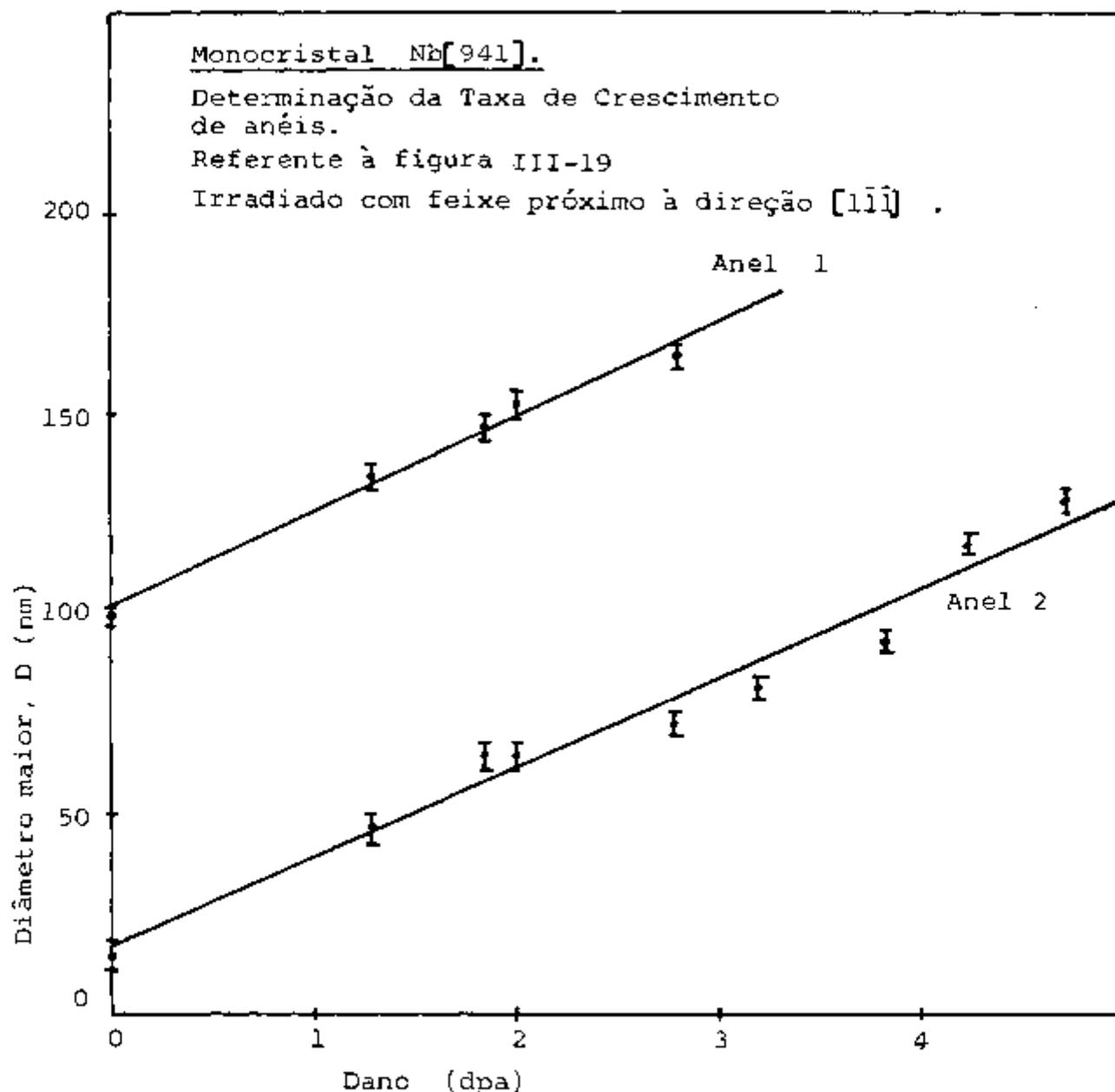


Fig. III-20. Determinação da taxa de crescimento de anéis para o Nb[941] desgaseificado, não irradiado com nêutros e irradiado no METAV a 900 keV, fluxo = $5 \times 10^{19} \text{ e/cm}^2 \text{ s}$. A taxa de crescimento para os anéis foi de $23 \pm 3 \text{ nm/dpa} = 1,8 \pm 0,2 \text{ nm/min}$.

são dependentes da direção de irradiação o que pode ser comprovado comparando-se os resultados obtidos através da seqüência de micrografias da fig. III-21 para o Nb[941] sendo irradiado numa direção próxima de [012], onde se mediu a variação dos diâmetros externos de alguns anéis. A curva da fig. III-22 é a variação de D para o anel 4 em função do dpa. O valor da taxa de crescimento é 19 ± 1 nm/dpa que é cerca de 17 % menor do que para a irradiação na direção [111].

Para o Nb[441] irradiado com nêutrons, Loomis e Otero determinaram um valor aproximado de 3,6 nm/min para a irradiação ao longo da direção [110]. Esse valor é o dobro daquele obtido para a direção [111] do Nb[941] não irradiado com nêutrons. Provavelmente, além da dependência com a direção de irradiação, a irradiação eletrônica facilita a aglomeração dos defeitos criados pela irradiação neutrônica.

Além disso, este último valor (3,6 nm/min) foi determinado após a deformação "in-situ", onde sem dúvida nenhuma, as discordâncias deslizantes contribuem para o crescimento dos anéis.

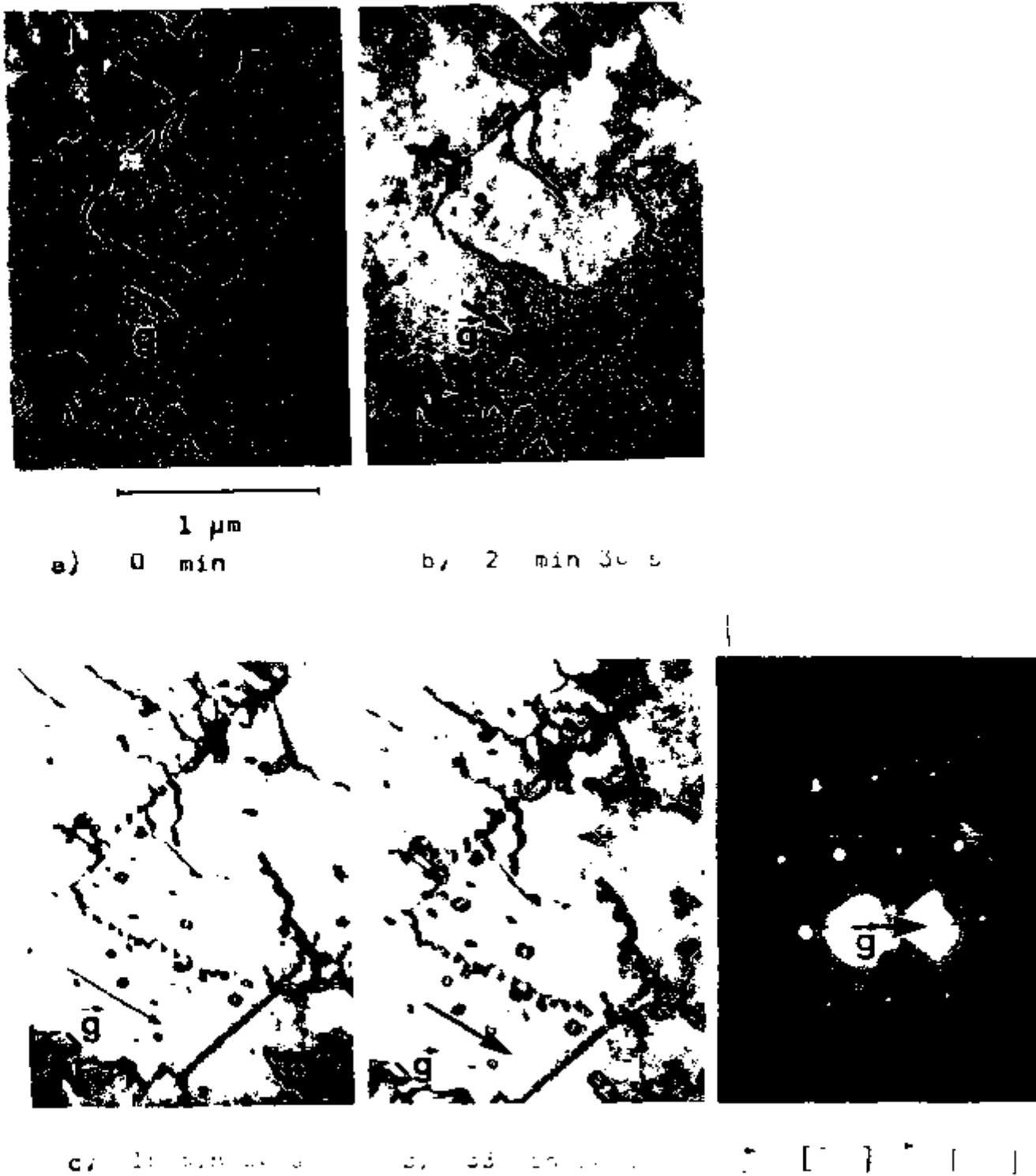


Fig.III-21. Efeito da irradiação eletrônica a 900 keV no Nb[941]. Crescimento de anéis de discordâncias para irradiação segundo a direção \vec{E} - [012]. A taxa de crescimento foi de 19 ± 1 nm/dpa. Nota-se que não há formação de novos anéis, senão o crescimento daqueles já existentes.

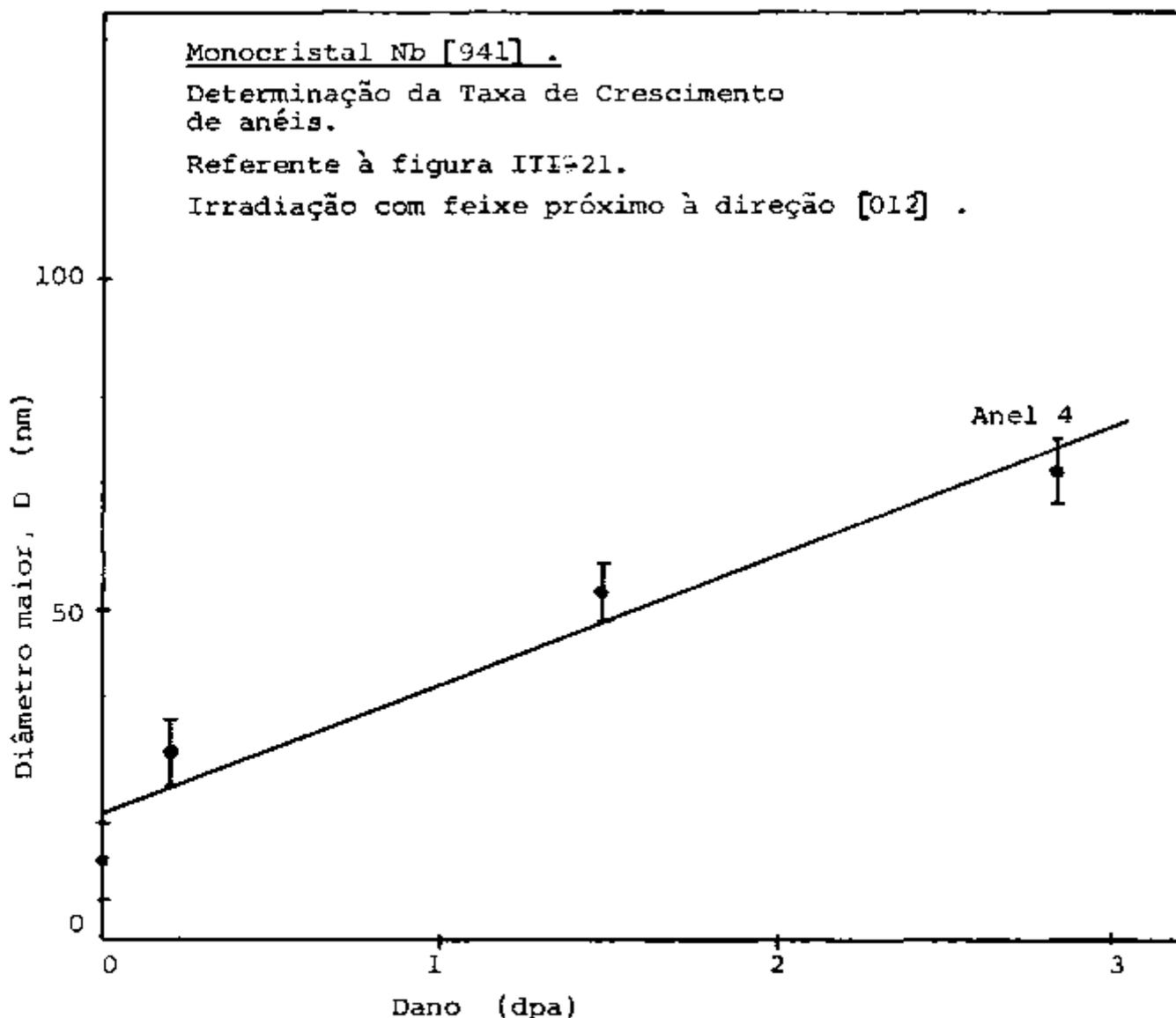


Fig. III-22. Determinação da taxa de crescimento de anéis para o Nb [941] desgaseificado, não irradiado com nêutrons e irradiado no METAV a 900 keV, fluxo = 5×10^{19} e/cm²s. A taxa de crescimento para os anéis foi de 19 ± 1 nm/dpa = $1,5 \pm 0,1$ nm/min.

CAPÍTULO IV

DISCUSSÃO FINAL

1. Introdução.

Neste capítulo pretende-se estabelecer uma relação entre os resultados obtidos na deformação macroscópica na máquina Instron com os resultados obtidos na deformação microscópica no METAV. Pretende-se discutir alguns aspectos que não foram discutidos no capítulo III, com base em trabalhos já publicados.

As discussões têm um caráter preliminar, servindo portanto como contribuição para outros trabalhos que, sem dúvida nenhuma se fazem necessários.

2. Comportamento mecânico de um cristal metálico perfeito, com defeitos e com impurezas.

Como é do conhecimento da maioria dos estudiosos de Ciência dos Materiais, a tensão de cisalhamento teórica máxima ($\tau_C = G/2\pi$, onde G = módulo de cisalhamento) é de cerca de 400 a 1.000 vezes maior que aquela que é observada na prática. Por isso, conclui-se que um cristal real não possui uma estrutura cristalina perfeita e que os deslizamentos observados não são devidos aos deslizamentos relativos entre planos cristalinos completos e perfeitos. Em 1934, Rowan, Polanyi e Taylor⁽⁹⁰⁾ introduziram o conceito de discordância em cunha e em 1939, Burgers sugeriu a discordância em hélice⁽⁹⁰⁾ para explicarem as discrepâncias entre os valores teóricos e práticos da tensão de cisalhamento, τ_C . Dessa forma, o valor de τ_C ou o valor de σ_E (obtido das curvas de tensão-deformação) são dependentes da densidade desses defeitos.

Outros tipos de defeitos afetam também a tensão de es-

coamento, σ_E . Como exemplo tem-se os intersticiais (próprios ou estranhos), as lacunas e os aglomerados desses defeitos que podem ser produzidos pela radiação, pela deformação mecânica e pelo tratamento térmico. Há também o efeito da adição de impureza, da orientação do cristal e da temperatura.

Não se pretende comparar os valores de σ_E obtidos neste trabalho com os valores publicados em outros trabalhos, porque eles são extremamente dependentes das condições iniciais das amostras. Não é intenção também que estes valores sejam propriedades mecânicas representativas para efeito de aplicação tecnológica. Eles se constituem como indicadores pela análise da variação de σ_E , $\Delta\sigma_E$, para estudar os efeitos de adições de impurezas e os efeitos de danos de radiação nas propriedades mecânicas. O conhecimento desses efeitos sim, é que podem ser extrapolados para os interesses de aplicação tecnológica.

Muitos autores têm estudado o efeito de impurezas nas propriedades mecânicas dos metais ccc. No Nb, em particular, pode-se citar Bang e colaboradores⁽⁸⁵⁾, Loomis e Gerber^(34,91), Vannoni e Arsenaut⁽⁹²⁾ e Van Torne e Thomas⁽⁹³⁾.

As curvas de σ x ϵ para amostras dopadas com oxigênio tinham um objetivo de justificar a escolha de cristais desgausificados para os estudos dos efeitos da radiação tanto neutrônica como eletrônica. No entanto, aproveitando esses dados, alguma discussão a respeito torna-se interessante.

Neste trabalho, nota-se que a adição de oxigênio nos cristais de Nb de orientações [441] e [941], induz um encruamento considerável no comportamento mecânico desses cristais quando deformados à temperatura ambiente. Com relação ao cristal [441] este resultado é o oposto a aquele observado à temperatura de 77 K. Bang e colaboradores⁽⁸⁵⁾ mostraram que a 77 K o Nb[441] quando dopado com impurezas exibe um amolecimento (softening),

enquanto que o Nb[941] exibe um encruamento (hardening). Esses fenômenos são chamados de "amolecimento por solução sólida" quando a dissolução de impurezas causa um decréscimo na tensão de escoamento, σ_E , e "encruamento por solução sólida" quando há um aumento nessa tensão. Estes fenômenos têm sido observados em um mesmo sistema a diferentes temperaturas: o amolecimento às baixas temperaturas ($T_a \sim 77$ K) e o encruamento às altas temperaturas ($T_a \sim 300$ K). A fig.IV-1, representa esses comportamentos.

3. Deformação do Nb[941] e Nb[441].

Para os metais ccc puros, por exemplo Mo, Ta, V, Nb e W que à temperatura de 77 K exibem uma tensão de escoamento, σ_E , menor do que os metais ccc com impurezas (ou defeitos criados pela irradiação) quando deformados segundo a direção paralela àquela do centro do triângulo estereográfico, Matsui e Kimura⁽⁹⁴⁾ sugeriram a operação associativa de dois mecanismos de deslizamentos. O primeiro mecanismo refere-se à interação de discordâncias helicoidais com as superfícies do cristal. É chamado de "efeito de superfície-ES". Sumariamente ele diz o seguinte: as discordâncias helicoidais dispostas obliquamente em relação à superfície, são constantemente alteradas pelo aparecimento de dobras (kinks) devidas a uma força de interação entre a discordância e a superfície (força imagem). Como a maioria das tensões necessárias para movimentar as discordâncias é devida à nucleação de dobras na própria discordância, o fornecimento ininterrupto dessas dobras pode reduzir grandemente as tensões necessárias para movimentar as discordâncias helicoidais. O segundo mecanismo é chamado de "deslizamento co-planar duplo-DCD". Este mecanismo se baseia no fato de que são formados "pares de dobras" nas intersecções entre discordâncias helicoidais de direções de deslizamentos dife-

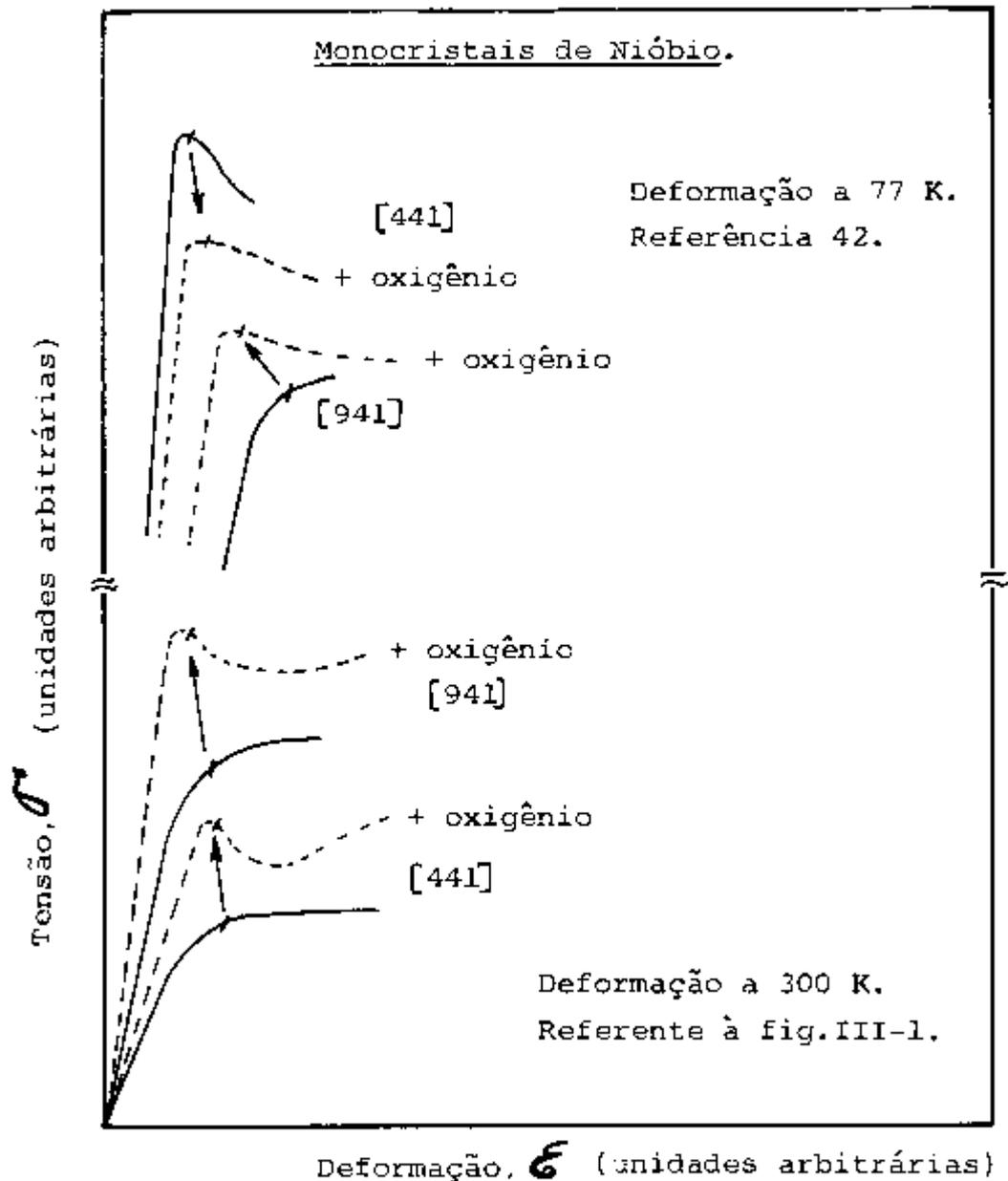


Fig.IV-1. Comportamento mecânico dos monocristais de Nb devido à adição de oxigênio às temperaturas ambiente (300K) e nitrogênio líquido (77K). A seta \rightarrow indica a mudança na tensão de escoamento, σ_E .

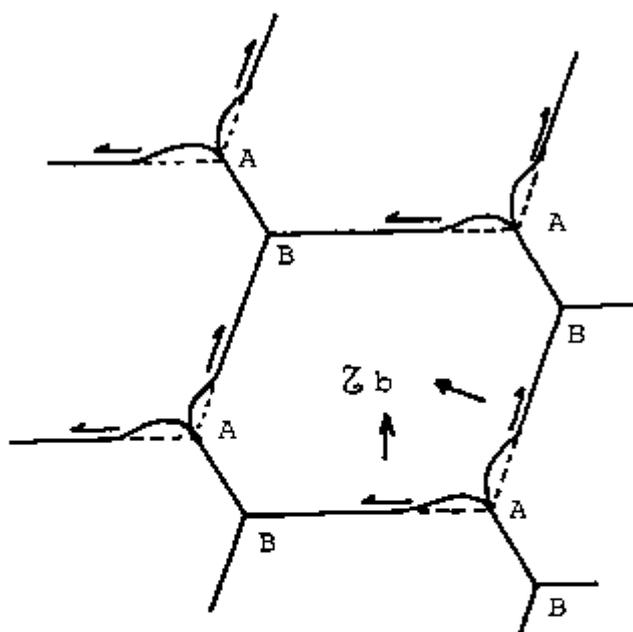
rentes devido a uma interação elástica mútua entre elas. Os pares de dobras se propagam ao longo das discordâncias helicoidais sob a ação de uma tensão aplicada, fazendo com que as discordâncias tenham os seus movimentos facilitados ao longo do plano que contém as dobras. Para melhor ilustração, este mecanismo está ilustrado na figura IV-2.

Uma combinação desses dois mecanismos seria o seguinte: a ativação do mecanismo ES se dá num plano de deslizamento conjugado com uma tensão, σ , pequena comparada com a tensão de escoamento, σ_E , necessária para mover as discordâncias do sistema primário. Uma vez ativado o mecanismo ES, este facilita o escoamento num outro plano que é o plano de deslizamento anômalo diferente do plano de deslizamento primário. Assim a tensão necessária para ativar o deslizamento anômalo que se vê na figura III-4 e III-9, é menor do que aquela necessária para ativar o deslizamento primário. A razão do mecanismo ES facilitar o deslizamento no plano anômalo, é porque ele opera preferencialmente segundo as direções de deslizamentos $[1\bar{1}\bar{1}]$ e $[111]$. No caso particular da estrutura cristalina representada pela figura III-3c, o plano de deslizamento $(1\bar{1}0)$ é o único que possui essas duas direções de deslizamentos.

Como resultado da associação desses dois mecanismos, tem-se um movimento co-planar de discordâncias através do movimento dos pares de dobras ao longo das mesmas, no plano de deslizamento anômalo.

A adição de impurezas e de defeitos criados pela irradiação neutrônica, desempenha o papel das barreiras ou obstáculos dispersos que dificultam os movimentos dessas discordâncias. Daí o encruamento observado tanto à baixa temperatura como à temperatura ambiente, conforme ilustrado na figura IV-1.

À baixa temperatura (77 K), os efeitos da adição de im



Modelo do Deslizamento Duplo num
mesmo plano.

Proposto por Matsui e Kimura

Fig.IV-2. Ilustração esquemática do deslizamento duplo num mesmo plano. O plano é o plano de deslizamento anômalo. As direções de propagação das dobras (kinks) e a tensão aplicada são mostradas pelas setas.

purezas intersticiais (oxigênio, por exemplo) e dos defeitos puntiformes criados pela irradiação no Nb[441] são similares àqueles observados no Fe⁽⁹⁵⁾. A operação do sistema de deslizamento anômalo nunca foi detetado no Fe cujo comportamento mecânico deve ser semelhante ao do Nb[441]. No Nb[441] o fator de Schmid para o sistema anômalo é zero, como se pode observar na tabela II-1, e, devido a isso, o Nb[441] deforma-se principalmente pela operação do sistema primário (112)[11 $\bar{1}$]. Para este cristal, supõe-se que o mecanismo de deformação plástica à baixa temperatura (77 K) seja controlado por uma redução na energia de nucleação de pares de dobras. Essa redução na energia de nucleação de pares de dobras seria promovida pela presença dos defeitos puntiformes⁽⁸³⁾, dando como resultado o amolecimento observado na figura IV-1.

Como se vê, os defeitos puntiformes desempenham papéis diferentes na deformação do Nb[441] e do Nb[941] a 77 K. No Nb[441] eles facilitam a nucleação de pares de dobras e no Nb[941] são obstáculos à propagação dos pares de dobras que são formados por outro mecanismo. Quanto às deformações à temperatura ambiente, os resultados são os normalmente esperados, conforme ilustrado pela figura IV-1.

3.1. Observação direta da interação discordância helicoidal-superfície no Nb[941].

Saka e colaboradores⁽⁹⁶⁾ observaram detalhadamente a operação dos mecanismos descritos acima para deformação "in-situ" do Mo, determinando que para esse metal de estrutura ccc do grupo VIa, ambos os mecanismos ES e DCD operam no estágio inicial de encruamento e resultando em geometrias de deslizamentos muito complexas. Para os metais ccc do grupo V do qual fazem parte o Nb, Ta e V, os autores comentam que apenas o mecanismo DCD é pro

vavelmente operativo, baseado nos dados obtidos por Louchet e Kubin⁽⁹⁷⁾ alegando que as diferenças sejam provavelmente devidas às condições das superfícies das amostras.

Neste trabalho, no entanto, detetou-se a operação do mecanismo ES. Observando-se a fig. III-19i e comparando-a com a figura IV-3, nota-se o efeito da superfície sobre as discordâncias X e V, por exemplo. A discordância V, tem uma de suas extremidades ancorada no ponto de intersecção, \mathcal{P} , que pertence simultaneamente aos planos de deslizamentos $(10\bar{1})$ e $(1\bar{1}0)$ em uma das superfícies da amostra. Quando se aplica uma tensão, σ , na direção $[941]$, a outra extremidade da discordância, \mathcal{Q} , inicia o movimento no plano $(10\bar{1})$ na direção $[10\bar{1}]$ até alinhar-se com a intersecção entre os planos $(10\bar{1})$ e $(1\bar{1}0)$. A partir daí, ambas as extremidades deslizam, e portanto, a discordância como um todo desliza no plano de deslizamento anômalo $(1\bar{1}0)$ na direção $[11\bar{1}]$.

Inicialmente a discordância tinha um caráter helicoidal pura. A aplicação da tensão, σ , produz uma componente de tensão de cisalhamento, τ_V , na direção $[10\bar{1}]$. Essa componente, produz um torque $\tau_V b_V$ (onde b_V é o vetor de Burgers) na região da discordância próxima ao ponto que não pertence aos planos $(10\bar{1})$ e $(1\bar{1}0)$. Nessa região, a discordância adquire um caráter misto com a região oposta ainda de caráter hélice. Quando a discordância alinha-se com a intersecção entre os planos, ela adquire novamente o caráter hélice puro e movimenta-se no plano $(1\bar{1}0)$ sob a ação da tensão de cisalhamento, τ_W , que corresponde à tensão de escoamento σ_E resolvida na direção $[11\bar{1}]$. Este processo aconteceu para as discordâncias W, T, U e S. Genericamente, a tensão de cisalhamento τ_C , pode ser avaliada pela curvatura produzida na discordância com o auxílio da expressão⁽⁹³⁾:

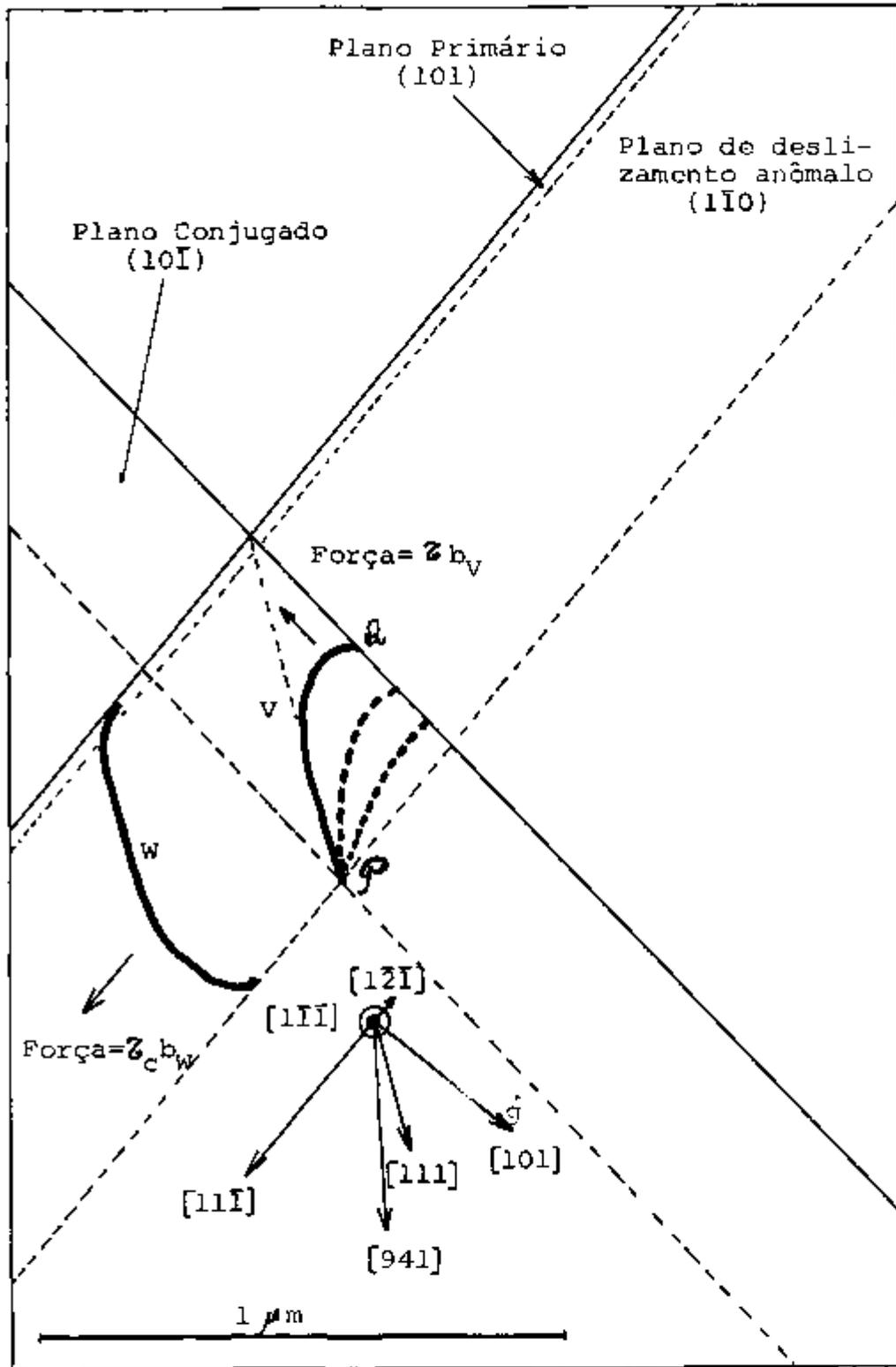


Fig. IV-3. Diagrama esquemático baseado na fig. III-19i, mostrando o mecanismo de Efeito de Superfície - ES. A discordância V , de caráter misto com vetor de Burgers b_v , desliza no plano conjugado $(10\bar{I})$, com sua extremidade inferior fixa no ponto P comum aos planos $(10\bar{I})$ e $(1\bar{I}0)$, até alinhar-se com a intersecção desses planos. A partir daí, desloca-se de maneira análoga à discordância W , no plano de deslizamento anômalo $(1\bar{I}0)$ na direção $[11\bar{I}]$.

$$\tau_C = \frac{Gb}{r} \quad (\text{IV-1})$$

onde: $r = r_p / \cos \xi$ é o raio de curvatura, sendo r_p sua projeção na micrografia e ξ o ângulo entre r_p e r , que é o mesmo ângulo entre os planos (110) e (111),

$G =$ módulo de cisalhamento $= 4.311 \text{ kgf/mm}^2$ (36),

$b =$ vetor de Burgers $= 2,85 \text{ \AA}$ (36)

A figura IV-4, é uma reprodução esquemática ampliada da fig. III-19i, ilustrando o processo de medida de r_p . Nessa mesma figura, a medida de e_p que é a distância entre os traços do plano (110), torna possível a determinação da espessura, e , da amostra. Obteve-se $e \approx 3.500 \text{ \AA}$. A determinação da espessura da amostra é feita novamente mais adiante.

A tabela IV-1, mostra os resultados dos cálculos obtidos para as tensões de cisalhamento e as tensões de escoamento. A relação entre essas duas tensões é dada por:

$$\sigma_E = \frac{\tau_C}{M} \quad (\text{IV-2})$$

onde M é o fator de Schmid.

Como se pode observar, a tensão de cisalhamento aplicada no sistema (101)[101] é maior do que para o sistema anômalo (110)[111]. Os valores das tensões de escoamento, σ_E , foram obtidos a fim de determinar a tensão de escoamento média, σ_E , que produziu aquelas componentes de tensão nos sistemas anômalo e conjugado.

Infelizmente não foi possível a obtenção de micrografias para direções do feixe de elétrons, \vec{B} , que permitisse observar e medir a tensão de cisalhamento ao longo do plano primário (101). De qualquer forma, supondo-se uma tensão de escoamento mé

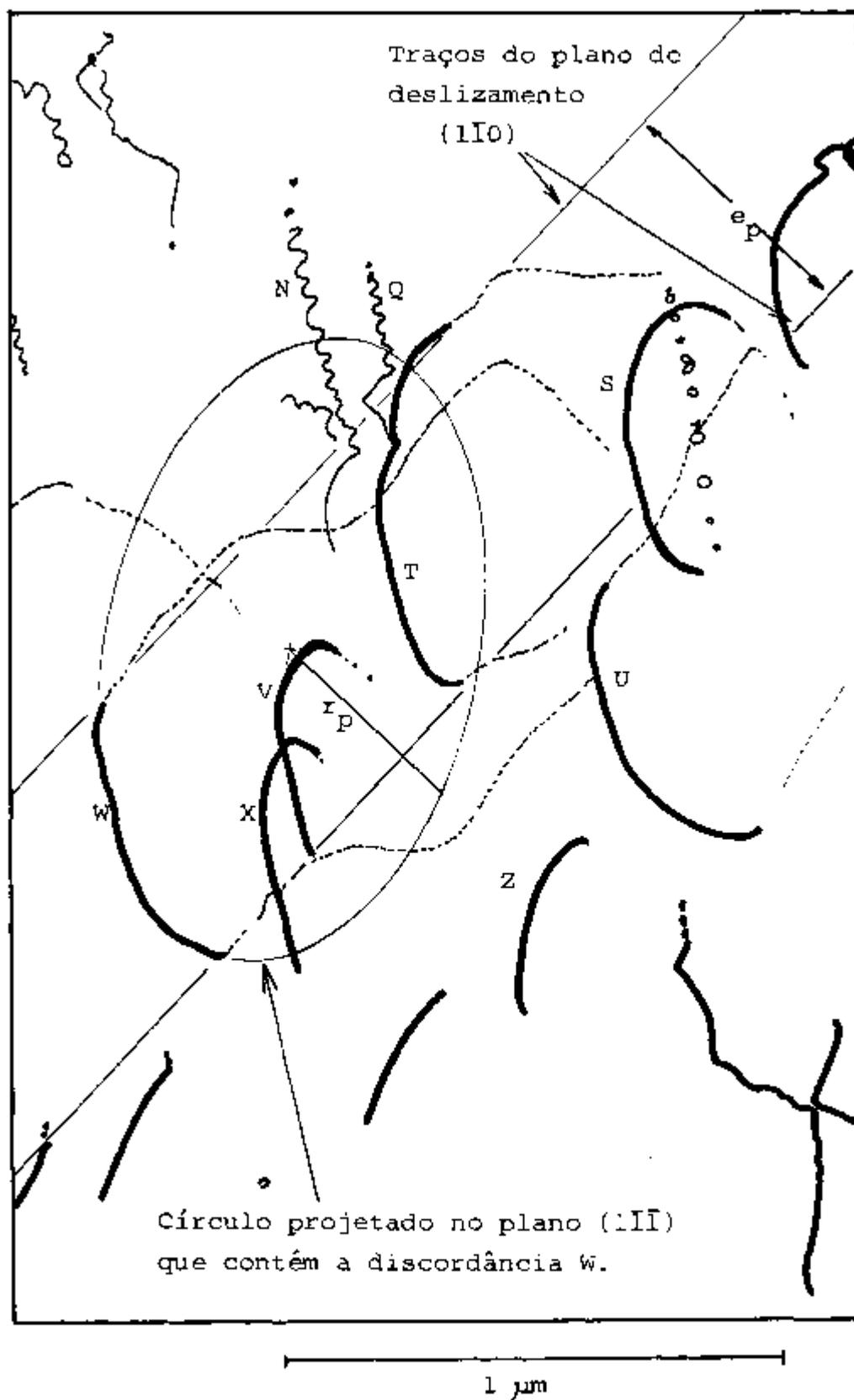


Fig.IV-4. Esquema ampliado obtido da fig. III-19i, para a determinação da tensão de cisalhamento τ_c . A ampliação total é 78.000 vezes.

TABELA IV-1

Determinação da tensão de escoamento, σ_E , por meio do arqueamento das discordâncias representadas na figura IV-4.

Discordância.	Sistema de Deslizamento.	Raio de curvatura, r. (10^{-4} mm)	Tensão de cisalhamento, τ_C (kgf/mm^2)	Tensão de escoamento, σ_E (kgf/mm^2)
W, T, U	(110)[11 $\bar{1}$]	5,03 \pm 0,02	2,44 \pm 0,01	9,76 \pm 0,04
V, X	(10 $\bar{1}$)[10 $\bar{1}$]	2,51 \pm 0,02	4,89 \pm 0,03	11,93 \pm 0,07
S	(101)[10 $\bar{1}$]	2,83 \pm 0,02	4,34 \pm 0,03	10,59 \pm 0,07

dia como sendo $10,76 \text{ kgf/mm}^2$, a tensão de cisalhamento no sistema (101)[11 $\bar{1}$], primário será:

$$\tau_p = 10,76 \times 0,5 \text{ kgf/mm}^2 = 5,38 \text{ kgf/mm}^2.$$

Como mostra a tabela IV-1, o sistema de deslizamento anômalo (110)[11 $\bar{1}$] é o que tem menor probabilidade de ser ativado, porque a tensão requerida é a menor de todas. Porém é o sistema mais observado, exatamente porque o sistema conjugado o assiste fornecendo-lhe as suas discordâncias.

A diferença entre o valor médio, $\sigma_E = 10,76 \text{ kgf/mm}^2$, com o medido para o Nb[941] desgaseificado e não irradiado, expresso na tabela III-1, $\sigma_E = 3,65 \text{ kgf/mm}^2$, é devida aos efeitos da irradiação eletrônica. Na região de medida de σ_E , figura III-19, havia uma "penumbra" de elétrons que produziu uma concentração de defeitos pontiformes. Estes defeitos atuam como barreiras aos movimentos das discordâncias, fazendo com que estas adquiram curvaturas mais fechadas, dando como resultado uma tensão

de escoamento maior.

Convém lembrar que os valores acima calculados para as σ_E , são menores do que os reais, pois não se levou em conta a correção sugerida por Veselý⁽⁷²⁾. Esta correção é praticamente a mesma para todos os valores calculados.

3.2. Efeito da irradiação eletrônica sobre os anéis de discordâncias e sobre as discordâncias helicoidais.

3.2.1. Efeito da irradiação sobre os anéis de discordâncias.

Makin⁽⁹⁸⁾, utilizando uma energia de 600 keV observou os crescimentos de anéis de discordâncias no cobre e alumínio concluindo que os defeitos responsáveis eram os produzidos pela irradiação eletrônica e que dentre estes defeitos, os intersticiais eram os que migravam para os anéis. Os anéis, em experiências anteriores, haviam sido determinados como sendo de natureza intersticial.

Trabalhos mais recentes vêm confirmar a natureza dos anéis de discordâncias que crescem durante irradiação eletrônica. Por exemplo, para o Ni^(99,100), para o Zr^(101,102) e para o aço inoxidável ferrítico⁽¹⁰³⁾.

Evidentemente, a irradiação produz tanto intersticiais quanto lacunas e a razão dos anéis de natureza intersticial crescerem, é devida essencialmente às diferenças entre as mobilidades das lacunas e dos intersticiais. No Nb, a migração livre dos intersticiais próprios tem sido verificada mesmo em temperaturas próximas de 4,5 K⁽¹⁰⁴⁾, enquanto que as temperaturas para o início da migração livre de lacunas, têm sido muito discutidas. Alguns trabalhos atribuem um início de migração livre de lacunas no Nb próximo de 250 K^(104,105). Outros sustentam que a migração livre começa em temperaturas acima de 620 K⁽¹⁰⁶⁾. De qual

quer forma, as experiências de irradiação eletrônica "in-situ" no METAV, mesmo a temperaturas ≥ 300 K, têm demonstrado que os anéis de discordâncias que crescem são de natureza intersticial.

O conhecimento da temperatura em regiões que estão sendo irradiadas é quase impossível, a menos que se tenha uma mudança de fase conveniente para calibração. Dados experimentais para as condições próximas daquelas deste trabalho, informam que para o Ni, há um aumento de cerca de 8°C ⁽⁷⁸⁾. Neste trabalho, a temperatura de irradiação pode ser considerada ~ 320 K.

Uma outra hipótese de que os anéis que crescem durante irradiação eletrônica são de natureza intersticial é atribuída à não nucleação de lacunas devido a ausência de zonas diluídas⁽¹⁰²⁾. As zonas diluídas que são produzidas durante irradiação neutrônica constituem-se como embriões para a nucleação de lacunas que a partir daí crescem até às dimensões de anéis. Em temperaturas de irradiação eletrônica nas quais não se tem super-saturação de lacunas, e estas podem migrar a longas distâncias, a migração se dá preferencialmente para as superfícies da amostra que são os mais importantes sumidouros para as lacunas.

Conforme já referido no capítulo I parágrafo 5.3, tomando-se como referência a fig. III-21, é possível observar que uma vez que se tenha presentes alguns anéis de discordâncias, estes crescem à medida que a irradiação eletrônica se processa sem que haja o aparecimento de outros anéis. Observe-se a figura III-21. Nesta figura, o anel 4 por exemplo, difícil de ser identificado como tal, cresce a uma taxa de $1,5$ nm/min de ~ 20 nm até ~ 70 nm. Nestas condições, os defeitos puntiformes criados pelos choques dos elétrons com os átomos, devem percorrer distâncias extremamente longas. Apenas para se ter uma idéia, considerou-se 6 anéis próximos do anel 4 para um cálculo grosseiro das distâncias que os defeitos devem percorrer. Um defeito produzi-

do numa determinada região entre esses anéis, deve percorrer em média $\bar{L} = \bar{l}/2a \approx 350$ distâncias interatômicas, onde \bar{l} é a separação média entre os anéis e a , o parâmetro da rede.

Nesta aproximação, considerou-se que o defeito se propaga em linha reta do ponto onde foi produzido até o anel, o que não corresponde à realidade, pois o defeito executa movimentos totalmente aleatórios. Conclui-se, no caso, que um defeito deve efetuar um percurso muito maior que 350 distâncias interatômicas. Como o intersticial tem maior mobilidade que a lacuna, e como diz Makin⁽⁹⁸⁾ "em geral o defeito de maior mobilidade precipita-se primeiro", pode-se supor que os defeitos responsáveis pelo crescimento dos anéis são intersticiais.

Quanto às lacunas, estas desempenham o papel de controlar o crescimento dos anéis de discordâncias intersticiais, o que é expresso por $Z_{iV}(M_i + M_V)C_iC_V$ da expressão (I-26). Kiritani e Takata⁽⁸¹⁾, utilizando este fato, puderam determinar as energias de ativação de migração de lacunas e intersticiais para o Al, Au, Ni e Fe, efetuando irradiações eletrônicas às várias temperaturas. Observaram que as taxas de crescimentos de anéis de intersticiais se reduzem com o aumento da temperatura e que estes existem mesmo em altas temperaturas (~ 650 K).

3.2.2. Efeito da irradiação sobre as discordâncias helicoidais.

As linhas de discordâncias do tipo helicoidal (screw dislocation) que aparecem na fig. III-19a, apresentam-se retilíneas antes da irradiação. Os intersticiais criados durante a irradiação migram para essas discordâncias dando origem ao processo de escalada (climb). Esse processo de escalada operando em discordâncias do tipo em cunha, causa uma translação das mesmas no interior do cristal numa direção perpendicular aos seus pla-

nos de deslizamentos. Porém, quando opera em discordâncias do tipo helicoidal, o resultado é que as discordâncias adquirem a forma de espiral.

Balluffi⁽⁸⁹⁾ apresentou uma série de mecanismos para a escalada de discordâncias helicoidais para o caso em que os defeitos são de natureza lacunar. Estes mecanismos foram utilizados para explicar uma experiência realizada com a observação de escalada de discordâncias helicoidais puras durante recozimentos a 100 °C de uma liga Al-5,1 % at.Mg temperada a partir de 500 °C⁽⁸⁹⁾. No caso, a escalada pode ser atribuída à migração de lacunas provenientes de uma grande concentração que foi congelada por ocasião da têmpera. A confirmação da hipótese de serem os defeitos, lacunas, para o caso em questão, deve-se às observações da redução de tamanho de anéis de discordâncias de natureza intersticial presentes em Al⁽⁸⁹⁾. Porém as condições de observação das amostras dessa liga num microscópio eletrônico provavelmente a 500 keV (o autor não especifica claramente), torna discutível a natureza do defeito que produz a escalada das discordâncias. A energia de limiar para a produção de defeitos pontiformes no alumínio é de cerca de 16 eV⁽¹⁰⁷⁾ e a energia mínima que os elétrons devem ter para choques primários com 16 eV no Al é de 166 keV⁽⁹⁸⁾. Portanto nas observações em microscopia eletrônica com elétrons de energia maior que 166 keV tem-se a produção tanto de lacunas como de intersticiais, sendo perfeitamente provável que a escalada de discordâncias seja devida aos intersticiais.

Neste trabalho, usa-se o termo "provável" porque não se fez nenhum experimento de caracterização da natureza dos defeitos que migram tanto para as discordâncias quanto para os anéis por dois motivos: o primeiro é que o aparelho de deformação não se prestava para experimentos de análises de defeitos com a

aplicação da teoria de contraste. As amostras eram de forma geométrica tal que algumas discordâncias moviam-se mesmo sem a aplicação de tensão, fato esse que torna impossível a aplicação da teoria de contraste; o segundo motivo é que é impossível aplicar a análise de defeitos durante a irradiação eletrônica⁽¹⁰²⁾. No entanto, baseado em vários trabalhos publicados, muitos deles bem recentes, e já referidos acima, é razoável supor que os defeitos puntiformes responsáveis pela escalada de discordâncias sejam os mesmos que contribuem para o crescimento dos anéis, ou seja, intersticiais próprios.

Como se sabe, há certos tipos de cristais que têm um alto grau de perfeição que são os chamados "whiskers" e que são obtidos por meio da escalada de apenas uma discordância helicoidal. Nesses cristais de largura de cerca de 1 μm , supõe-se a existência de apenas uma discordância que é incapaz de deslizar em nenhum plano de deslizamento e, devido a isso, as tensões de escoamento medidas se aproximam daquela calculada teoricamente.

Estudando a formação e as propriedades das discordâncias helicoidais em cristais de CaF_2 , Amelinckx⁽⁸⁸⁾ apresentou um mecanismo geométrico representado na fig. IV-5 para o crescimento de um "whisker" a partir de uma discordância helicoidal. Observando atentamente a seqüência da fig. III-19 e comparando-a com o esquema geométrico da figura IV-5, conclui-se que há a formação de um "micro-whisker" que é perfeitamente visível nas figs. III-19e e III-19g. É possível notar também que devido à irradiação, esses micro-whiskers desaparecem. Provavelmente são destruídos pela irradiação ou simplesmente deslizam para outras regiões da superfície. Segundo Amelinckx⁽⁸⁸⁾ os whiskers não são estáveis, podendo se deslizar para fora do cilindro formado pela escalada da discordância.

Um outro detalhe que é visto na fig. III-19i, refere-

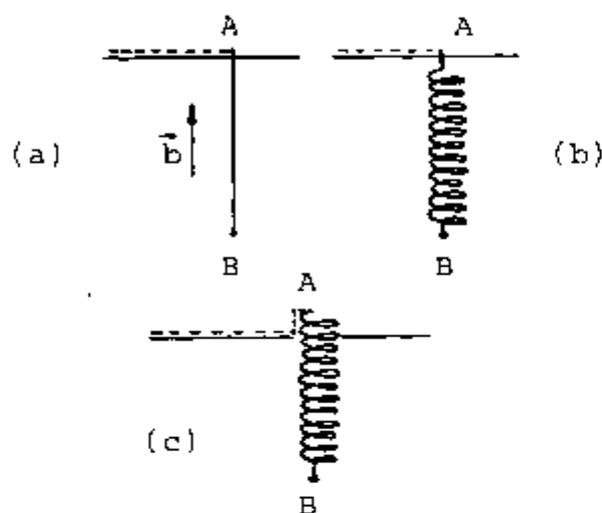


Fig. IV-5. Esquema geométrico da formação de um "whisker" a partir da escalada de uma discordância helicoidal. A linha horizontal cheia representa a superfície da amostra e a linha tracejada o deslocamento devido à discordância helicoidal AB de vetor de Burgers \vec{b} . Em (b), a discordância adquiriu a forma de espiral devido à adição de material. Em (c), alguns anéis da espiral foram atraídos para a superfície formando uma protuberância ou um "whisker". O "whisker" continua a crescer devido à adição de mais anéis em sua parte inferior. Segundo Amelinckx e colaboradores⁽⁸⁸⁾

se a uma série de anéis alinhados numa direção paralela à discor_dâncias. Esses anéis provavelmente foram originados a partir da interação de duas discordâncias helicoidais que adquiriram a forma de espiral. Amelinckx⁽⁸⁸⁾ apresentou um esquema geométrico representado na figura IV-6 que ilustra muito bem esse process_o.

Aliando-se ao papel desempenhado pelos defeitos como barreiras ou obstáculos dispersos aos movimentos das discordânci_{as} para explicar o encruamento induzido pela irradiação ou pela adição de impurezas intersticiais e também aos efeitos de superfícies que forçam os planos de deslizamentos conjugados a fornecer discordâncias para os planos de deslizamentos anômalos, deve-se considerar os efeitos da escalada de discordâncias e dos crescimentos de anéis.

3.3. Encruamento induzido pela irradiação neutrônica no Nb[441].

A maioria dos dados publicados tanto teóricos como experimentais a respeito do encruamento induzido pelas impurezas e pela irradiação neutrônica, referem-se aos metais cfc. Pelo modelo das barreiras dispersas de Holmes⁽¹⁶⁾, tem-se chegado a uma equação geral para a variação na tensão de escoamento, σ_E , dada por:

$$\Delta\sigma_E = \frac{\alpha Gb}{\bar{l}} \quad (\text{IV-3})$$

onde G é o módulo de cisalhamento, b é o vetor de Burgers, \bar{l} é a separação média entre as barreiras e α é um parâmetro que dá conta da interação discordância-defeito que é suposto ser constante.

Vários autores^(31,34,36) têm aplicado a equação IV-3 pa



Fig. IV-6. Conversão de uma parte de uma discordância helicoidal em anéis prismáticos. Originalmente havia duas discordâncias helicoidais paralelas que escalaram em sentidos opostos. As espirais de ambas interagiram formando anéis prismáticos. Conforme Amelinckx e colaboradores⁽⁸⁸⁾.

ra os metais ccc, efetuando em cada caso, modificações dependentes do tipo de barreira. Loomis e Gerber⁽³⁶⁾, usaram a equação IV-3 para aglomerados e anéis pequenos na forma:

$$\Delta\sigma_{\max} = \frac{K_1}{K_2} Gb [\sum n_i d_i]^{1/2} \quad (\text{IV-4})$$

onde n_i e d_i são as densidades e o tamanho dos aglomerados respectivamente, K_1 é uma medida da intensidade da barreira, K_2 é um fator aplicado devido à distribuição aleatória do espaçamento dos anéis e aglomerados e da fração desses defeitos que interagem com as discordâncias e $\Delta\sigma_{\max}$ é a variação na resistência máxima à tração, resolvida na direção do cisalhamento. Esses autores mostraram que para o caso do Nb monocristalino de orientação [941] com 10, 68 e 185 ppm em peso de oxigênio, irradiado com nêutrons rápidos ($E > 0,1$ MeV) que a equação IV-4 concorda com os valores experimentais somente se se considerar aglomerados com diâmetros $< 70 \text{ \AA}$. A constante foi determinada como sendo

$$\alpha' = K_1/K_2 = 0,46$$

Para as amostras de Nb[441] irradiadas até $\phi t = 5 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$, correspondentes aos instantes iniciais nas figs. III-15 e III-16, os diâmetros médios dos aglomerados foram determinados como sendo $\sim 4 \text{ nm}$ com uma densidade média de $2,7 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$, resultando daí, $[\sum n_i d_i]^{1/2} = 0,95 \times 10^3 \text{ mm}^{-1}$. Usando $G = 4,311 \text{ kgf/mm}^2$ (36) e $b = 2,85 \text{ \AA}$ (36), obtém-se para a equação IV-4.

$$\Delta\sigma_{\max} = 1,167 \alpha' \quad (\text{IV-5})$$

As variações $\Delta\sigma_{\max}$ são aproximadamente iguais às

variações σ_E . Assim, comparando-se a equação IV-5 com os valores de σ_E da tabela II-1, para o Nb[441], tem-se:

$$\alpha' = 0,67/1,167 = 0,57 \quad (\text{IV-6})$$

Tucker e Wechsler⁽³⁴⁾, estudando o encruamento no Nb policristalino irradiado com nêutrons com fluxos integrados entre $0,2$ e $4,4 \times 10^{18}$ n/cm² ($E > 1$ MeV), mostrou que α' está na faixa de $0,5$ a $0,8$ e que todos os aglomerados visíveis devem ser levados em conta, o que foi feito neste trabalho.

Há portanto, uma boa concordância entre o valor obtido neste trabalho com os valores da literatura.

α' está relacionado com a intensidade da reação produzida pelas barreiras (aglomerados, anéis, impurezas) aos movimentos das discordâncias. O valor de α' para o Nb[441], obtido aqui, resulta maior do que o valor determinado por Loomis e Gerber para o Nb[941]. Isto significa que a irradiação neutrônica produz um aumento na tensão de escoamento do Nb[441] maior do que na tensão de escoamento do Nb[941]. Os valores dos σ_E para as amostras desgaseificadas e irradiadas até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm² da tabela II-1, confirmam essa conclusão; pois:

$$\Delta\sigma_E[441] > \Delta\sigma_E[941] \quad (\text{IV-7})$$

Não se determinou o valor de α' para o Nb[941] irradiado, pelos motivos já expostos no parágrafo 2 do capítulo III-2.

4. Mecanismos de formação de canais de discordâncias.

Neste parágrafo serão discutidos os mecanismos de formação de canais de discordâncias observados nas figuras III-14,

III-15 e III-16.

Conforme foi discutido no capítulo I, vários mecanismos têm sido propostos para explicar a existência dos canais de discordâncias em metais irradiados ou temperados. Em geral atribui-se à formação desses canais, algum tipo de interação entre as discordâncias em movimento e os defeitos (puntiformes, aglomerados e anéis). Em resumo, os mecanismos são os seguintes: a) de arrasto ou varredura, b) de interações entre defeitos de naturezas opostas, c) incorporação do defeito à discordância, d) alteração na configuração do defeito e deslizamento do mesmo para fora do canal, e) cortes (chopping up) sucessivos dos defeitos e f) aumento na energia dos defeitos puntiformes que compõem um aglomerado ou anel devido ao calor de deformação plástica localizada.

A operação do mecanismo de arrasto ou varredura (sweeping up) dos defeitos foi observado ser efetivo sobre os defeitos de dimensões extremamente pequenas, provavelmente defeitos puntiformes, tais como pares de Frenkel. Pode-se supor, que a discordância no seu movimento agrupa os defeitos puntiformes fazendo com que a concentração dos mesmos à sua frente seja bem maior do que em outras regiões do cristal. Evidentemente haverá recombinação de lacunas e intersticiais resultando em aniquilamento de alguns defeitos. Haverá também o agrupamento dos excessos de intersticiais em anéis de intersticiais que podem ser deslocados para as extremidades da discordância e deixados ao longo de seu percurso. Estes anéis, passam a ser visíveis através de seus contrastes característicos de preto-branco. Loomis e Otero⁽⁶⁸⁾ são provavelmente os primeiros autores a publicar algo do gênero. Quanto à hipótese do aumento na concentração de defeitos na frente da discordância, há uma micrografia de Makin⁽¹⁰⁸⁾ para o cobre irradiado com nêutrons rápidos até

$\rho_t = 3,8 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$ e em seguida recozido por 1 hora a 350°C .

Naquela micrografia, aparece uma discordância suposta ter se movido durante o recozimento. Na direção de seu movimento, a concentração de anéis de discordâncias é maior na frente do que atrás da discordância.

Em contraste com os defeitos puntiformes, parece não haver o transporte dos aglomerados para as superfícies superiores ou inferiores da amostra. Alguns dos aglomerados são arrastados e, provavelmente incorporados segundo o mecanismo (c), à discordância. Durante observação no METAV, vez por outra, era possível ver uma discordância arrastar um aglomerado até uma certa distância para em seguida deixá-lo e continuar seu movimento. Porém, em geral, a maioria dos aglomerados era ignorada pela discordância o que se explica pela hipótese de que os aglomerados devem estar situados fora do plano de deslizamento de uma discordância.

Algo que parece não ter ficado claro no capítulo I é que os canais de discordâncias tais como são vistos em amostras deformadas e depois afinadas, são formados por conjuntos de planos paralelos onde cada plano do conjunto é chamado de "plano canal". O canal todo é limitado por dois planos do conjunto e pelas superfícies da amostra. Tendo isto em mente, o que se observa nas micrografias das figs. III-14 a III-16, é o deslizamento de apenas uma discordância em apenas um plano canal. Esta observação é importante porque pode parecer discutível a formação de um canal de discordâncias pela ausência dos defeitos, o qual na realidade tem dimensões volumétricas. Poder-se-ia perguntar, por exemplo: "Como pode uma discordância que varre um aglomerado aqui, outro além, produzir um canal de discordâncias?"

Na verdade, a formação de um canal exige a contribuição de inúmeras discordâncias deslizando em planos paralelos

próximos para a remoção dos defeitos.

Em amostra de Nb policristalino irradiado até $\phi t = 4 \times 10^{18}$ n/cm² (E > 1 MeV), e deformado até 6,6 % e em seguida afinado para observações em MET, Tucker e colaboradores⁽⁶⁷⁾ observando as descontinuidades de contornos de grão no cruzamento de um canal, calcularam que seriam necessárias (num caso particular) 4.800 discordâncias no canal para produzir uma descontinuidade observada. Baseados no número de planos canais existentes num determinado canal, determinaram que em média 3 discordâncias deslizam por plano canal. Essas 4.800 discordâncias, formavam um canal de largura ~ 4.000 Å. Considerando-se como caso extremo em que apenas 1 em cada 3 discordâncias remove 1 defeito, o número total de defeitos removidos num canal de 4.000 Å seria $n_1 = 4.800/3 = 1.600$.

Para a micrografia (a) da fig. III-16, por exemplo, tem-se:

$$e = e_p \operatorname{tg} \xi \quad (\text{IV-8})$$

onde: e = espessura da amostra,

e_p = largura medida entre os traços do plano canal da discordância L,

$\xi = \arccos [1\bar{1}0] \cdot [101] = \arccos(0.5) = 60^\circ = \text{ângulo entre os planos } (1\bar{1}0) \text{ e } (101) \text{ com } (1\bar{1}0) \text{ sendo a superfície da amostra e } (101) \text{ o plano canal.}$

Na micrografia (a), $e_p = 4 \text{ mm}/31.500 = 1,27 \times 10^{-4} \text{ mm} = 1.270 \text{ Å}$. Portanto $e = 2.200 \text{ Å}$. O volume de um canal de 4.000 Å de largura por 25.000 Å de comprimento é:

$$\begin{aligned} V &= 2.200 \times 4.000 \times 25.000 \text{ Å}^3 \\ &= 2,2 \times 10^{11} \text{ Å}^3 \end{aligned}$$

O número de defeitos por canal é dado por:

$$n_2 = n_i V \quad (\text{IV-9})$$

onde $n_i = 2,7 \times 10^{20} \text{ m}^{-3} = 2,7 \times 10^{-10} \text{ \AA}^{-3}$. Portanto, tem-se:

$$\begin{aligned} n_2 &= 2,7 \times 10^{-10} \text{ \AA}^{-3} \times 2,2 \times 10^{11} \text{ \AA}^3 \\ &\cong 59. \end{aligned}$$

Comparando-se n_2 com n_1 , verifica-se que $n_1 \gg n_2$. Isto significa que sem dúvida nenhuma haveria a formação de um canal com todos os defeitos removidos. O fato de não se observar a formação de um tal canal de discordâncias nas micrografias das figs. III-14 a III-16, é porque as tensões não eram aplicadas continuamente, mas por intervalos de tempo de 1 a 2s, o suficiente para desancorar uma discordância. Considerando-se as dimensões da região útil da amostra como especificada na figura II-11, e uma taxa de $2 \times 10^{-4} \text{ mm/s}$, a deformação produzida em 5 intervalos de 2 s cada, é dada por:

$$\begin{aligned} c &= \frac{\Delta l}{l_0} \times 100 \% \quad (\text{IV-10}) \\ &= \frac{2 \times 10^{-4} (\text{mm/s}) \times 10 \text{s}}{2 \text{mm}} \times 100 \\ &= 0,1 \% \end{aligned}$$

Essa deformação é bem menor do que aquela aplicada por Tucker e colaboradores⁽⁶⁷⁾ numa amostra macroscópica para produzir os canais de discordâncias observados.

Para as interações entre uma discordância e um aglomerado situado no plano canal da discordância que resultava numa não remoção do aglomerado, os mecanismos mais evidentes observados foram os sugeridos por Holmes⁽¹⁶⁾ - o aglomerado atuando como barreira - e por Orowan⁽¹⁷⁾ - a discordância arqueando (bowing around) em torno do aglomerado.

Cada vez que o aglomerado atuando como barreira ancorava a discordância, era necessário aplicar uma tensão por um intervalo de tempo bem curto para desancorá-la. Isto, em outras palavras, significa um encruamento induzido pelos agentes que produzem os defeitos, no caso presente, a irradiação neutrônica.

CONCLUSÕES

1. Nas condições; irradiado ou não irradiado com nêutrons, dopado ou não dopado com oxigênio, o nióbio monocristali no deformado à temperatura ambiente, exibe uma tensão de escoamento maior quando deformado segundo a direção [941] do que quando deformado segundo a direção [441].

2. A adição de 200 ppm em peso de oxigênio ao nióbio, aumenta a tensão de escoamento em cerca de 300 % para o Nb[941] e 360 % para o Nb[441].

3. A irradiação neutrônica até $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm², induz um encruamento de 10 % no Nb[941] e de 28 % no Nb[441]. O Nb[941] apresentou um escoamento para uma deformação além da tensão de escoamento em contraste com um encruamento gradual observado no Nb[441], ambos desgaseificados.

4. As direções dos traços de deslizamentos de planos nas superfícies das amostras deformadas na Instron correspondem àquelas observadas na deformação "in-situ" no METAV.

5. Foram diretamente observadas as seguintes interações:

a) discordâncias móveis com discordância ancorada, sendo esta última totalmente aniquilada,

b) discordâncias móveis com aglomerados de defeitos, sendo alguns removidos outros não,

c) discordâncias móveis com defeitos puntiformes (ou anéis não visíveis) resultando numa aglutinação dos mesmos para formar anéis de intersticiais que são deixados pela discordância móvel alinhados ao longo das superfícies da amostra.

Foi proposto um esquema geométrico (fig.III-18) para mostrar como essa aglutinação se processa. Com relação ao item (b), verificou-se a operação do modelo de Holmes⁽¹⁶⁾ - o aglo-

merado comportando-se como barreira ao movimento da discordância e também o modelo de Orowan⁽¹⁷⁾ - a discordância arqueando em torno da barreira.

6. A irradiação eletrônica a 900 keV produz o deslocamento dos átomos da estrutura cristalina que migram como auto-intersticiais para as discordâncias e para os anéis de discordâncias. As discordâncias afetadas pela irradiação adquirem forma espiral e não podem se mover quando o cristal está sob tensão mecânica, em contraste com aquelas não afetadas pela irradiação. Este fato, e mais o crescimento dos anéis, são um indício experimental da origem do encruamento induzido pela irradiação.

7. Na deformação "in-situ" no METAV do Nb[941], observou-se a operação do mecanismo de deslizamento anômalo. Foi proposto um modelo de como opera esse mecanismo na fig. IV-3. A discordância pertencente a um plano de deslizamento conjugado, é presa em uma de suas extremidades na intersecção entre os planos de deslizamento conjugado e de deslizamento anômalo. A outra extremidade desliza sob a ação de tensão de deformação, até que a discordância se alinhe completamente com a intersecção entre os planos. A partir desse alinhamento, a discordância toda desliza no plano de deslizamento anômalo. Pode-se supor que o escoamento observado no Nb[941] conforme o item (3) acima, se dê quando todas as discordâncias do plano conjugado passam para o plano de deslizamento anômalo.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES

1. Estudar o comportamento mecânico do Nb[941] desga-seificado e irradiado com nêutrons por meio da deformação "in-situ" no METAV.

2. Observar e estudar as interações das discordâncias com aglomerados para monocristais de ambas as orientações irradiados com nêutrons em várias doses maiores que $\phi t = 5 \times 10^{17}$ n/cm², por meio da deformação "in-situ" no METAV.

3. O mesmo do item (2), porém substituindo a irradiação pela adição de impurezas.

Esta técnica de deformação "in-situ" pode ser estendida a monocristais e até policristais de outros metais. Há a possibilidade de substituir o METAV por um MET de 200 keV (JEOL-200 do IPEN/CNEN-SP, por exemplo).

4. Utilizar a irradiação com prótons em substituição à irradiação neutrônica para o estudo das propriedades mecânicas de materiais monocristalinos e policristalinos para vários fluxos integrados, objetivando relacionar o encruamento induzido pela irradiação com o fluxo integrado. Analisar os defeitos criados pela irradiação com prótons através da MET.

5. O efeito do gás hélio proveniente da reação (n, α) em metais irradiados, é extremamente importante e, por isso, sugere-se também estudar o efeito da implantação de partículas α em materiais monocristalino e policristalino principalmente nas propriedades mecânicas. Determinar a concentração de He necessária para causar uma fratura intergranular, observando também os mecanismos de nucleação de bolhas de gás He.

6. Utilizar as mesmas técnicas descritas nos itens (4) e (5) para as amostras de Nb com adições de 0,5; 1,0 e 1,5 % de Zr.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. MURTY, K.L. Beneficial (!) effect of neutron irradiation on mechanical properties of mild steel in blue brittle range. Scrip.Metall., 18:87-9, 1984.
2. ULLMAIER, H. & SCHILLING, W. Radiation damage in metallic reactor materials. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Nuclear fusion research: proceedings of the seminars...held in Vienna, 1-2 February 1980, v.1. Vienna, 1980. p.301-97. (IAEA-SMR-46/105).
3. WÜSTER, H.O. The jet project and the European Fusion Research Programme. The Nucl.Eng., 25(3): 87-91, 1985.
4. THOMPSON, M.W. Defects and radiation damage in metals. Cambridge University, 1969.
5. CAMARGO E CARVALHO, M.U. Estudo de danos de radiação em um aço inoxidável austenítico tipo AISI 321 com adições de Nb, submetido a tratamentos térmicos, mecânicos e irradiações com nêutrons rápidos. São Paulo, 1980. (Dissertação de mestrado apresentada ao IPEN-CNEN/SP).
6. ENGLISH, C. The physical, mechanical and irradiation behaviour of niobium and niobium-base alloys. In: THE METALLURGICAL SOCIETY OF AIME. Niobium: proceedings of the international symposium...held in San Francisco, CA., 8-11 November 1981. Warrendale, PA, 1984. p.239-324.
7. RODRIGUES, J.A. Propriedades de tração do Nb policristalino com hidrogênio. São Carlos, 1980. (Dissertação de mestrado apresentada ao Instituto de Física e Química de São Carlos).
8. SEITZ, F. & KOEHLER, J.S. Displacement of atoms during irradiation. Solid State Physics, 2:307-448, 1956.
9. DIENES, G.J. & VINEYARD, G.H. Radiation effects in sol-

- ids. New York, Interscience, 1957.
10. BRINKMAN, J.A. On the nature of radiation damage in metals. J.Appl. Phys., 25(8): 961-70, 1954.
 11. SEEGER, A. & ESSMANN, U. The mechanisms of radiation-hardening of fcc metals by fast neutrons. In: SOCIETA ITALIANA DI FISICA. Radiation damage in solids: proceedings of the international school of physics "Enrico Fermi" XVIII course...held in Ispra, 5-24 September 1960. New York, Academic, 1962. p.717-52.
 12. SEEGER, A. On the theory of radiation damage and radiation hardening. In: UNITED NATIONS. Peaceful uses of atomic energy: proceedings of the 2nd international conference...held in Geneva, 1-13 September 1958, v.6. Geneva, 1958. p. 250-73.
 13. LEIBFRIED, G. Defects in dislocations produced by focusing collisions in fcc lattices. J.Appl.Phys., 31(1):117-21, 1960.
 14. ROBINSON, M.T. & OEN, O.S. The channeling of energetic atoms in crystal lattices. Appl.Phys.Lett., 2(2): 30-2, 1962.
 15. OEN, O.S. & ROBINSON, M.T. The effect of channeling on displacement cascade theory. Appl.Phys.Lett., 2(4):83-5, 1963.
 16. HOLMES, D.K. Radiation damage in non-fissionable metals. In: The interactions of radiation with solids: proceedings of the international summer school on Solid State Physics held at Mol, Belgium, 12-31 August 1963, Amsterdam, 1964. p.147-239.
 17. OROWAN, E. Discussion. In: THE INSTITUTE OF METALS. Symposium on internal stresses. Londres, 1947. p.451.
 18. BLEWITT, T.H.; COLTMAN, R.R.; JAMISON, R. E.; REDMAN, J. K.

- Radiation hardening of copper single crystals. J.Nucl. Mat., 2(4): 277-98, 1960.
19. THOMPSON, D. O. & PARÉ, V. K. Dose dependence of the dislocation breakaway stress in neutron-irradiated copper as measured by amplitude dependent internal friction. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab., May 1963 (ORNL-3480). p.65-71.
 20. YOUNG, F.W. Etch pit studies of dislocations in copper crystals deformed by bending: I. Annealed crystals; II. Irradiated crystals. J.Appl.Phys., 33(12): 3553-67, 1962.
 21. DIEHL, J. Proceedings of a symposium on radiation damage in solids and reactor materials. Venice, Italy, 1962. apud ref.19.
 22. FISCHER, V.J. Kritische Schubspannung neutronenbestrahlter Kupfer - und - Gold - Einkristalle. Z.Naturf., 17a: 603, 1962. apud ref. 19.
 23. DIEHL, J. Proceedings of a symposium on radiation damage in solids. Venice, Italy, 1962 apud ref.16 p.224.
 24. BLEWITT, T.H. & ARENBERG, C.A. Irradiation hardening at 4.2 K in irradiated copper. In: JAPAN INSTITUTE OF METALS. Proceedings of the international conference on the strength of metals and alloys held in Tokyo, September 1967. Tokyo, 1968. p.226.
 25. DIEHL, J. Discussion to paper by Blewitt and Arenberg. In: JAPAN INSTITUTE OF METALS. Proceedings of the international conference on the strength of metals and alloys held in Tokyo, September, 1967. Tokyo, 1968. p.231.
 26. FOREMAN, A.J.E. The bowing of a dislocation segment. Phil.Mag., 15(137): 1011-21, 1967.
 27. BLEWITT, T.H.; ARENBERG, G.A.; KLANK, A. C.; SCOTT, T. Radiation hardening in copper. In: KERNFORSCHUNGSANLAGE.

- Proceedings of the international conference on vacancies and interstitials in metals, held in Jülich, Germany, 23-28 September, 1968. v.2. Jülich, 1968. p.547-50.
28. DIEHL, J.; SEIDEL, G. P.; WELLER, M. Neutron irradiation hardening of iron single crystals containing small amounts of carbon. In: JAPAN INSTITUTE OF METALS. Proceedings of the international conference on the strength of metals and alloys held in Tokyo, September, 1967. v.9. Tokyo, 1968. p.219.
29. HINKLE, N.E.; SMITH, N. K.; WECHSLER, M.S. Tensile test on irradiated iron. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab., Feb. 1966. (ORNL-3949).
30. WRONSKI, A.S.; SARGENT, G.A.; JOHNSON, A.A. Irradiation hardening and embrittlement in body-centered cubic transition metals. In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Flow and fracture of metals and alloys in nuclear environments, 1965. (ASTM-STP-380). p.69.
31. TUCKER, R. P. The effect of neutron irradiation on plastic deformation in Nb single crystals. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab., 1966. (ORNL-TM-1583).
32. MAKIN, M.J. & MINTER, F. J. The mechanical properties of irradiated niobium. Acta Metall., 7:361-6, 1959.
33. TUCKER, R. P. Transmission electron microscopy and plastic deformation in neutron-irradiated niobium.(ORNL-2480),1969.
34. TUCKER, R.P.; OHR, S. M.; WECHSLER, M. S. Radiation hardening and transmission electron microscopy in niobium. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Radiation damage in reactor materials; proceedings of the international symposium on...held in Vienna, 2-6 June 1969, v.1. Vienna 1969. p.215-33.
35. MAKIN, M. J.; MINTER, F. J.; MANTHORPE, S. A. The correla-

- tion between the critical shear stress of neutron irradiated copper single crystals and the density of defect clusters. Phil. Mag., 13: 729-39, 1966.
36. LOOMIS, B. A. & GERBER, S. B. Effect of oxygen impurity on defect agglomeration and hardening of neutron-irradiated niobium. Acta Metall., 21:165-72, 1973.
37. KOVÁCS, I. & ZSOLDOS, L. Dislocation and plastic deformation. Hungary, Pergamon, 1973 (International series of monographs in natural philosophy, v.60).
38. SATO, A. & MESHII, M. Asymetry in yield stress and irradiation softening of high purity iron single crystals. Script.Metall., 8: 851-9, 1974.
39. COTTU, J. P.; PEYRADE, J. P.; CHOMEL, P.; GROH, P. Etude en traction de l'adoucissement du fer de haute purete par le carbone a basse temperature. Acta Metall., 26: 1.179-88, 1978.
40. ULITCHNY, M.G. & GIBALA, R. Mechanical properties of interstitial alloys of niobium. J.Less Common Met., 30: 177-80, 1973.
41. TAKAMURA, S. & OKUDA, S. Plastic deformation of vanadium and niobium single crystals after low temperature neutron irradiation. Rad.Effect., 33: 253-6, 1977.
42. NAGACAWA, J.; MESHII, M; LOOMIS, B.A. Effect of electron irradiation on the low temperature deformation of niobium. Script.Metall., 13: 241-4, 1979.
43. SMALLMAN, R. E. & WESTMACOTT, K. H. Structure of quenched and irradiated metals. J.Appl. Phys., 30(5):603-16, 1959.
44. SILCOX, J. & HIRSCH, P. B. Dislocation loops in neutron-irradiated copper. Phil.Mag., 4:1.356-74, 1959.
45. NOGGLE, T. S. Electron microscope observation of radia-

- tion damage in gold films. Bull. Am. Phys. Soc., 4:137, 1959.
46. CHEN, C. W.; CHANG, C. P.; ELEN, J. D.; MASTENBROEK, A. Transmission electron microscopy observation of interstitial clusters in neutron-irradiated niobium. Rad. Effects., 38:211-20, 1978.
47. HIRSCH, P. B.; HOWIE, A.; NICHOLSON, R. B.; PASHLEY, D. W. WHELAN, M.J. Electron microscopy of thin crystals. Butterworths, London, 1965.
48. COTTRELL, A. H. Point defects and mechanical properties of metals and alloys at low temperatures. In: THE INSTITUTE OF METALS. Vacancies and other point defects in metals and alloys. London, 1958. p.1. apud. ref. 34.
49. GREENFIELD, I. G. & WILSDORF, H. G. F. Effect of neutron irradiation on the plastic deformation of copper single crystals. J. Appl. Phys., 32(5): 827-39, 1961.
50. KELLY, E. M. Electron microscope study of slip bands in radiation-damaged aluminum crystals. Acta Metall., 3:101-2, 1955.
51. EYRE, B. L. Direct observation of neutron-irradiation damage in alpha iron. Phil. Mag., 7: 2.107-13, 1962.
52. BRIMHALL, J. L. The effect of neutron irradiation on slip lines in molybdenum. Trans. Met. Soc. AIME, 233:1.737-42, 1965.
53. WECHSLER, M.S.; TUCKER, R. P.; BODE, R. Radiation hardening in single crystal niobium- the temperature dependence of yieldin. Acta Metall., 17:541-51, 1969.
54. LORETTO, M. H. & SMALLMANN, R. E. Defect analysis in electron microscope. Chapman e Hall, 1975.
55. SHARP, J. V. Deformation of neutron-irradiated copper single crystals. Phil. Mag., 16: 77-96, 1967.

56. ESSMANN, U. & SEEGER, A. Phys.Stat.Sol., 4:177-97, 1964, apud ref. 34.
57. JOHNSON, E. & HIRSCH, P. B. "In-situ" straining in the HVEM of neutron-irradiated copper crystals. Phil.Mag., 43(1):157-70, 1981.
58. MASTEL, B.; KISSINGER, H. E.; LAIDLER, J. J.; BIERLEIN, T. K. Dislocation channeling in neutron-irradiated molybdenum. J.Appl.Phys., 34: 3.637-38, 1963.
59. CAMPANY, R. G.; LORETTO, M. H.; SMALLMAN, R. E. Dynamic observations during tensile deformation of molybdenum in the high electron microscope. Met.Science, July 1976. p.253-9.
60. EYRE, B. L. & BARTLETT, A. F. An electron microscope study of neutron irradiation damage in alpha iron. Phil.Mag., 12:261-72, 1965.
61. TUCKER, R. P.; & OHR, S. M. Direct observation of neutron irradiation damage in niobium. Phil.Mag., 16:643-6, 1967.
62. MADDIN, R. & COTTRELL, A. H. Quench hardening in aluminum single crystals. Phil.Mag., 46:735-43, 1955.
63. MORI, T. & MESHII, M. Plastic deformation of quench-hardened aluminum single crystals. Acta Metall., 17:167-75, 1969.
64. BAPNA, M. S.; MORI, T.; MESHII, M. The observation of slip channels in quenched gold. Phil. Mag., 17:177-84, 1968.
65. SMIDT JR., F. A. Dislocation channeling in irradiated metals. Washington, D.C., Naval Research Lab., June 1970. (NRL- 7078).
66. MAKIN, M. J. & SHARP, J. V. A model of 'lattice' hardening in irradiated copper crystals with the external

- characteristics of 'source' hardening. Phys.Stat.Sol., 9:109-18, 1965.
67. TUCKER, R. P.; WECHSLER, M. S.; OHR, S. M. Dislocation channeling in neutron-irradiated niobium. J.Appl.Phys. 40(1): 400-8, 1969.
68. LOOMIS, B. A. & OTERO, M. P. Dislocations sweeping of defects in neutron - and electron - irradiated niobium. J.Nucl.Mat., 122 & 123: 427-8, 1984.
69. STRUDEL, J. L. & WASHBURN, J. Direct observations of interactions between imperfect loops and moving dislocations in aluminum. Phil.Mag., 9: 491-506, 1964.
70. WECHSLER, M. S. Dislocation channeling in irradiated and quenched metals. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. The inhomogeneity of plastic deformation. chap.2, Metals Park, Ohio 1973.
71. FOREMAN, A. J. E. & SHARP, J. V. A mechanism for the sweeping-up of loops by glide dislocations during deformation. Phil.Mag., 19: 931-7, 1969.
72. VESELY, D. The study of deformation of thin foils of Mo under the electron microscope. Phys.Stat.Sol., 29: 675-83, 1968.
73. CAMPANY, R. G.; SMALLMAN, R. E.; LORETTO, M. H. Dynamic observations in the HVEM of the influence of crystal orientation on the deformation and fracture behaviour of molybdenum single crystals. Met.Science, Aug. 1976, p.261-72.
74. HANAMURA, T. & JESSER, W.A. The effect of neutron and He-irradiation on the crack modes of type 316 stainless steel. J.Nucl.Mat., 117:308-19, 1983.
75. OTERO, M. P. & LUCKI, G. Electron irradiation effect on single crystal of niobium.

- In: IV Japan-Brazil symposium on Science and Technology. v.4. p.163-70.
76. OTERO, M. P. & LUCKI, G. Efeito da irradiação neutrônica nas discordâncias e anéis de discordâncias em monocristais de Nb. Anais do 6º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 9-12 de Dezembro de 1984, Rio de Janeiro, PUC/RJ. p.49-52.
77. MITCHELL, T. F. & HOBBS, L. W. HVEM radiation damage studies: past, present and future. Cleveland, Ohio, Case Western Reserve University, July 1980, (CDO-2.119-23).
78. NORRIS, D. I. R. Electron irradiation damage in metals. In: COMMISSION OF THE EUROPEAN COMMUNITIES. Third course of the international school of electron microscopy, held at the 'Ettore Majoran', Erice (Trapani, Italy), 7-21 April 1973, Luxembourg, 1976. p.1.099-144.
79. KINCHIN, G. H. & PEASE, R. S. The displacement of atoms in solids by irradiation. Rep.Progr.Phys., 18:1-51, 1955.
80. OEN, O. S. Cross sections for atomic displacements in solids by fast electrons. Oak Ridge, Tenn., Oak Ridge National Lab., Aug. 1973 (ORNL-4897).
81. KIRITANI, M. & TAKATA, H. Dynamic studies of defect mobility using high voltage electron microscopy. J.Nucl.Mat. 67&70: 277-309, 1978.
82. FROMM, E. & JEHN, H. Reactions of niobium and tantalum with gases at high temperatures and low pressures. Vacuum, 19(4):191-7, 1969.
83. NAGAKAWA, J. & MESHII, M. The deformation of niobium single crystals at temperatures between 77 and 4,2 K. Phil.Mag., 44(5):1.165-91, 1981.
84. DUESBERY, M. S. & FOXALL, R. A. A detailed study of the

- eformation of high purity niobium single crystals. Phil.Mag., 20:719-51, 1969.
85. TAYLOR, G. & BOWEN, D. K. Effect of interstitial nitrogen on thermally activated flow in niobium single crystals. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS, Proceedings of the 2nd international conference on the strength of metals and alloys, held in Pacific Grove, CA, 30 Aug-4 Sept. 1970, v.I. p.78-82.
86. BANG, G. W.; NAGAKAWA, J.; MESHII, M. Solid solution and hardening in the Nb-O system. Script.Metall., 14: 289-92. 1980.
87. PHILLIPP, F.; Saile, B.; SCHMID, H.; URBAN, K. Energy and orientation dependence of atom displacement in bcc metals studied by high-voltage electron microscopy. Phys.Lett., 73A(2):123-6, 1979.
88. AMELINCKX, S.; BONTINCK, W.; DEKEYSER, W.; SEITZ, F. On the formation and properties of helical dislocations. Phil.Mag., 2(15):355-78, 1956.
89. BALLUFFI, R. W. Mechanisms of dislocation climb. In: UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY. The interactions between dislocations and point defects, held at Harwell, 4-12 July 1968, v.2. part III: dislocation climb. Harwell, Berkshire, 1968. p.286-323.
90. HIRTH, J.P. & LOTHE, J. Theory of dislocations. New York, McGraw-Hill, 1968.
91. LOOMIS, B. A. & GERBER, S. B. The yield stress of niobium and niobium-oxygen solid solutions. Script.Metall., 4: 921-4, 1970.
92. VANONI, F. & ARSENAULT, R. S. Low temperature neutron irradiation of niobium. Script.Metal., 10:1.109-14, 1976.

93. VAN TORNE, L. I. & THOMAS, G. Yielding and plastic flow in niobium. Act. Metall., 11:881-98, 1963.
94. MATSUI, H. & KIMURA, H. Anomalous {110} slip and the role of co-planar double slip in bcc metals. Script.Met., 9:971-8, 1975.
95. GROH, P.; VANONI, F.; MOSER, P. Low temperature radiation effects on deformation characteristics in iron. In: NATIONAL BUREAU OF STANDARDS. Proceedings of the international conference on defects and defect clusters in bcc metals and their alloys, held in Gaithersburg, Maryland, 14-16 August 1973, v.18. Gaithersburg, 1973. p.19-40.
96. SAKA, H.; NODA, K.; IMURA, T.; MATSUI, H.; KIMURA, H. HVEM in-situ observation of anomalous (101) slip in molybdenum. Phil.Mag., 34(1):33-48, 1976.
97. LOUCHET, F. & KUBIN, L. P. A possible explanation for the anomalous slip of bcc metals from "in-situ" experiments. Script.Metal., 9:911-6, 1975.
98. MAKIN, M. J. The formation and growth of loops in copper and aluminum in a high voltage electron microscope. In: UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY. The interactions between dislocations and point defects, held at Harwell 4-12 July, 1968, v.2 part III:dislocation climb. Harwell, Berkshire, 1968. p.396-412.
99. MILLER, K. M. Interstitial loop growth in HVEM-irradiated nickel foils. J.Nucl.Mat., 115:216-22, 1982.
100. COCHRANE, B.; FISHER, S. B.; MILLER, K.M.; GOODHEW, P.J. The quantitative analysis of loop-growth and void-swelling in nickel. J.Nucl.Mat., 120:79-87, 1984.
101. GRIFFITHS, M.; LORETTO, M. H.; SMALLMAN, R. E. Electron damage in zirconium-I. Defect structure and loop

- character. J.Nucl.Mat., 115:313-22, 1983.
102. CARPENTER, G. J. C. & WATTERS, J. F. A study of electron irradiation damage in zirconium using a high voltage electron microscope. J. Nucl.Mat., 96:213-26, 1981.
103. SUGANUMA, K. & KAYANO, H. Dislocation loops in electron irradiated ferritic stainless steel. Rad.Eff., 54:81-6, 1981.
104. HAUTOJARVI, P.; HUOMO, H.; SAARIAHO, P.; VEHANEN, A.; YLI-KAUPPILA, J. Vacancy recovery in irradiated niobium. J. of Phys., F13:1.415-27, 1983.
105. SIELEMANN, R.; METZNER, H.; BUTT, R.; KLAUMUNZER, S.; HAAS, H.; VOGL, G. Free migration of vacancies in niobium at 250 K. Phys.Rev., 25(8):5555-8, 1982.
106. TANIGAWA, S.; SHINTA, I.; IRYAMA, H. The study of vacancy clustering in deformed metals by positron annihilation. In: TAKAMURA, J. I.; DOYAMA, M.; KIRITANI, M. eds. Point defects and defects interactions in metals: proceedings of the Yamada conference V on...held in Kyoto, Japan, 16-20 November 1981. Tokyo, 1982, p.736-45.
107. JUNG, P. Average atomic-displacement energies of cubic metals. Phys.Rev., B23(2):664-70, 1981.
108. MAKIN, M. J. The long-range forces between dislocation loops and dislocations. Phil.Mag., 10:695-711, 1964.