

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

ESTUDO DA FLUÊNCIA DO AÇO INOXIDÁVEL AISI-316 IRRADIADO
COM NÉUTRONS RÁPIDOS E PARTÍCULAS ALFA

DEISE AGUIAR COSTA CORRÊA

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Tecnologia Nuclear.

Orientador: Dr. Georgi Lucki

SÃO PAULO

1985

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

**ESTUDO DA FLUÊNCIA DO AÇO INOXIDÁVEL AISI-316 IRRADIADO
COM NÊUTRONS RÁPIDOS E PARTÍCULAS ALFA**

DEISE AGUIAR COSTA CORRÊA

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Tecnologia Nuclear.

Orientador: Dr. Georgi Lucki



SÃO PAULO
1986

Dedico este trabalho:

ao meu esposo Wilson e
aos meus pais Delamar e Téia

pelos incentivos, apoio e compreensão.

AGRADECIMENTOS

Os meus agradecimentos se estendem:

ao IPEN-CNEN/SP, pela oportunidade concedida para a realização deste trabalho,

ao Dr. Georgi Lucki, por sua orientação e pelo interesse demonstrado durante o desenvolvimento desse trabalho,

ao Dr. Eddy Segura, pelo apoio indispensável à concretização desse trabalho,

ao Prof. Dr. Fausto W. de Lima, pelo contínuo interesse demonstrado,

ao Prof. Dr. Hans Ullmaier e ao Grupo de Propriedades Mecânicas do IFF-KFA, Jülich, República Federal da Alemanha, pela doação do sistema de medição de fluência e amostras,

ao Grupo da Divisão de Ensaios e Controle de Qualidade (MMQ) do Departamento de Metalurgia Nuclear, pela assistência prestada nas análises microestruturais,

ao Grupo Operacional do Cíclotron do IPEN-CNEN/SP, pelas irradiações efetuadas,

aos demais colegas integrantes da Divisão de Danos de Radiação (TFD) e do TE, pelo apoio e amizade demonstrada,

as amigas Gaiane Sabudjan e Tiyo Okada, pelos incentivos e carinho demonstrado.

ESTUDO DA FLUÊNCIA DO AÇO INOXIDÁVEL AISI-316 COM
NÊUTRONS RÁPIDOS E PARTÍCULAS ALFA

Deise aguiar Costa Corrêa

RESUMO

O objetivo do presente trabalho é estudar o comportamento em fluência do aço inoxidável do tipo 316 com 50% de redução a frio em diferentes condições de temperatura e tensão aplicada, após a irradiação neutrônica e a implantação de partículas Alfa.

Foram realizados experimentos de fluência em amostras: não irradiadas, irradiadas no reator de pesquisa IEA-R1 com um fluxo integrado de $8,6 \cdot 10^{17}$ n/cm² de nêutrons rápidos ($E \geq 1$ MeV), e implantadas com partículas Alfa no ciclotron CV-28 com concentrações de 5 e 26 ppma de Hélio, com tensões aplicadas de 200 MPa e 300 MPa, a temperaturas entre 650 °C e 700 °C.

As curvas de deformação versus tempo para esse tipo de aço mostram que o estágio estacionário é pouco definido, com a taxa de fluência aumentando continuamente até ocorrer a ruptura do material.

O estudo da influência do aumento da tensão de 200 MPa para 300 MPa, a uma mesma temperatura, foi realizado. Pode ser concluído que este aumento produz uma diminuição de aproximadamente 70% no tempo de ruptura do material, com

praticamente nenhuma influência na deformação total.

Amostras foram testadas a diferentes temperaturas (650, 675 e 700 °C) e a uma mesma tensão aplicada de 200 MPa, sendo observado que um aumento na temperatura de 50°C produz uma diminuição de 98,9% no tempo de ruptura e quase duplica a deformação total.

Em amostras irradiadas com nêutrons foram realizados testes de fluência nas mesmas condições de temperatura e tensão das amostras não irradiadas. Comparando-se os resultados obtidos, pode ser concluído que existe uma tendência de fragilização devida à irradiação neutrônica, porém não sendo observadas grandes mudanças estruturais devido ao baixo fluxo integrado de neutrons rápidos.

Observações microestruturais e metalográficas foram realizadas no material antes e após os testes de fluência.

O efeito do gás Hélio devido a reação nuclear (n, α) em reatores foi simulado por implantação de partículas Alfa no ciclotron. Pode ser observado que o gás Hélio produz uma redução média no tempo de ruptura e na deformação total de 90% em comparação aos resultados do material não implantado. Neste trabalho também é realizado um breve estudo do efeito de diferentes concentrações de Hélio implantado no comportamento mecânico do material em diferentes temperaturas. Pode ser observado que, para as amostras testadas em tensões de 200 MPa e 700 °C, um aumento de 5 ppma de Hélio para 26 ppma produz uma perda na ductilidade de quase uma ordem de grandeza com diferença desprezível no tempo de ruptura.

THE STUDY OF CREEP IN STAINLESS STEEL IRRADIATED WITH
FAST NEUTRON AND ALFA PARTICLES.

Deise Aguiar Costa Corrêa

ABSTRACT

The objective of the present work is to study the creep behavior of the 316 type stainless steel 50% cold worked in different conditions of temperature and applied stress, after neutron radiation and Alfa particles implantation. For this experiment, non-irradiated samples, samples irradiated in the research reactor IEA-R1 with fast neutron ($E \geq 1$ MeV) up to a fluence of $8.6 \cdot 10^{17}$ n/cm², and samples implanted with Alfa particles in the cyclotron CV-28 with Helium concentrations of 5 and 26 appm, were creep tested with applied stresses of the 200-300 MPa at temperatures between 650 °C and 700 °C.

The deformation versus time curves were plotted and it was observed that the second stage is not well defined, with the creep rate increasing continuously until the occurrence of failure of the material.

The study of the effect of increase from 200 MPa to 300 MPa at the same temperature was performed. It can be concluded that this increase produces an approximately 70% reductions in the fracture time of the material, with practically no influence in the total deformation.

Samples were tested at different temperatures (650, 675 and 700°C) at a same applied stress (200 MPa). It has been observed that a temperature of 50°C produces 98,9% of reduction in the fracture time and almost doubles the total deformation.

On neutron irradiated samples, creep tests were performed at the same temperature and stress of the non irradiated samples. Comparing the results obtained a tendency of embrittlement due to the neutron irradiation can be observed; no remarkable structure changes were detected due to small fast neutron.

Microstructural and metallographic observations were performed before and after each creep test.

The effect of Helium due to (n, α) nuclear reactions in reactors was simulated by means of Alfa particles implantation at cyclotron. It can be observed that Helium produces a 90% average reduction in the fracture time and in the total deformation of the Alfa implanted samples, in comparison with non-irradiated material. In this work, a brief study of the effect of the Helium concentration in the mechanical behavior of the material at different temperatures was also performed. With the creep tested samples at 200 MPa - 700°C, an increase in the concentration from 5 appm to 26 appm produces a ductility loss of about one order of magnitude with negligible difference in the fracture time.

ÍNDICE

| | PÁGINA |
|---|--------|
| PRÓLOGO | 1 |
| CAPÍTULO I. CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS..... | 5 |
| I.1. DEFEITOS EM METAIS..... | 5 |
| I.1.1. INTRODUÇÃO..... | 5 |
| I.1.2. DEFEITOS PUNTIFORMES-ASSOCIAÇÃO DE DEFEITOS..... | 10 |
| I.1.3. DEFEITOS PUNTIFORMES EM EQUILÍBRIO TERMODINÂMICO..... | 14 |
| I.1.4. CRIAÇÃO DA DEFEITOS PUNTIFORMES..... | 18 |
| I.1.5. MOBILIDADE E RESTAURAÇÃO DE DEFEI- TOS PUNTIFORMES..... | 25 |
| I.1.6. FORMAÇÃO DE CAVIDADES..... | 28 |
| I.1.7. DISCORDÂNCIAS..... | 29 |
| I.1.8. PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS DURANTE A IRRADIAÇÃO NEUTRÔNICA..... | 35 |
| I.2. FLUÊNCIA EM SÓLIDOS..... | 39 |
| I.2.1. INTRODUÇÃO..... | 39 |
| I.2.2. DEPENDÊNCIA DA TAXA DE DEFORMAÇÃO COM A TEMPERATURA..... | 42 |
| I.2.3. DEPENDÊNCIA DA TAXA DE FLUÊNCIA COM A TENSÃO..... | 44 |
| I.2.4. DIAGRAMAS DE FLUÊNCIA E MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO NOS MATERIAIS..... | 47 |
| CAPÍTULO II. PARTE EXPERIMENTAL..... | 51 |
| II.1. DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO..... | 51 |

| | |
|--|-----|
| II.1.1. EQUIPAMENTO PARA REALIZAR MEDI- | |
| ÇÕES DE FLUÊNCIA..... | 51 |
| II.1.2. DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO..... | 57 |
| II.1.3. DISPOSITIVO PARA IMPLANTAR PAR- | |
| TÍCULAS ALFA..... | 60 |
| II.2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL..... | 63 |
| II.2.1. AMOSTRAS UTILIZADAS..... | 63 |
| II.2.2. IRRADIAÇÃO DAS AMOSTRAS COM NÊU- | |
| TRONS..... | 65 |
| II.2.3. IMPLANTAÇÃO DAS AMOSTRAS COM PAR- | |
| TÍCULAS ALFA..... | 67 |
| II.2.4. MONTAGEM DAS AMOSTRAS PARA OS TES- | |
| TES DE FLUÊNCIA..... | 68 |
| II.2.5. CALIBRAÇÃO DA MOLA E DO SENSOR IN- | |
| DUTIVO DE DESLOCAMENTO..... | 70 |
| II.2.6. DETERMINAÇÃO DO PERFIL TÉRMICO DO | |
| FORNO..... | 74 |
| II.2.7. PROCEDIMENTOS PARA OS TESTES DE | |
| FLUÊNCIA..... | 75 |
| II.2.8. PREPARAÇÃO DA AMOSTRAS PARA OBSER- | |
| VAÇÕES METALGRÁFICAS E DE MICROS- | |
| COPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO.... | 78 |
| CAPÍTULO III. RESULTADOS OBTIDOS..... | 79 |
| III.1. MICROESTRUTURA..... | 79 |
| III.2. TESTES DE FLUÊNCIA..... | 83 |
| III.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO.. | 90 |
| CAPÍTULO IV. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS..... | 99 |
| CAPÍTULO V. CONCLUSÕES..... | 109 |
| SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS..... | 113 |

| | |
|---------------------------------|-----|
| APÉNDICE..... | 114 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... | 117 |

PRÓLOGO

A fabricação de futuras gerações de reatores nucleares adiciona novas exigências em relação aos materiais utilizados na construção destes dispositivos energéticos. Os componentes estruturais dos reatores estão sujeitos a esforços mecânicos, altas temperaturas, a ambientes corrosivos e, ainda, estão expostos a altos fluxos de partículas energéticas, os quais produzem variações em suas estruturas. Estas perturbações microscópicas influem nas propriedades macroscópicas dos materiais, como na resistência à deformação, na ductilidade e na estabilidade dimensional, que são parâmetros importantes a serem considerados na aplicação tecnológica dos metais⁽¹⁾. O efeito destrutivo produzido pela irradiação denomina-se Dano de Radiação e é um fator de terminativo na segurança e nos custos operacionais dos dispositivos energéticos nucleares. O dano de radiação manifesta-se na formação de pares de Frenkel, aglomerados de lacunas, aglomerados de intersticiais, anéis de discordâncias, precipitados e bolhas de Hélio^(2,3,4). Desta maneira, é essencial adquirir um conhecimento dos efeitos dos danos de radiação e utilizar essas informações

para a fabricação de ligas resistentes a radiação.

O comportamento dos materiais utilizados como componentes estruturais de reatores nucleares é fortemente influenciado pela presença do gás Hélio produzido por meio da reação (n, α) . Sob a ação de nêutrons, os constituintes do material transmutam para outros isótopos produzindo Hélio no processo. Este gás inerte é praticamente insolúvel nos metais^(5,6) e esse comportamento conduz à formação de bôlhas de Hélio no material, principalmente em temperaturas altas onde a mobilidade dos átomos de Hélio é maior, propiciando-se assim a formação de aglomerados. As bôlhas de Hélio em metais, especialmente aquelas que se localizam nos contornos de grãos, podem conduzir a uma fratura intergranular prematura quando o material é solicitado, afetando desse modo, a ductilidade do material. A esse efeito denomina-se de fragilização do material devido ao Hélio^(7,8,9).

Para estudar o efeito do Hélio nas propriedades dos materiais utiliza-se a técnica de simulação dos efeitos produzidos por nêutrons, bombardeando o material com um feixe de partículas Alfa acelerado no cíclotron. Este método possui vantagens experimentais quando comparado a irradiação com nêutrons, já que, permite implantar grandes concentrações de Hélio no material em apenas algumas horas de irradiação com partículas Alfa; seriam necessários anos de irradiação nos reatores de potência e de pesquisa. Outra vantagem do método de simulação é que as amostras irradiadas com partículas energéticas atingem nível de radioatividade muito menor do que as irradiadas com nêutrons, permitindo, desse modo, sua manipulação após poucas horas de decaimento.

A propriedade mecânica estudada neste trabau

lho é a fluência, a qual adquire um significado tecnológico especial em temperaturas maiores que a metade da temperatura de fusão do material.

Por outro lado, a resposta do material em relação a fluência é afetada pela radiação e, portanto, esse comportamento deve ser levado em consideração no projeto e operação de futuras gerações de reatores nucleares.

Alguns aços inoxidáveis austeníticos cumprem com os critérios técnicos de seleção para aplicações nucleares⁽¹⁰⁾, sendo considerados preferencialmente como materiais estruturais e de revestimento devido as suas excelentes qualidades de resistência à corrosão e resistência à fluência em temperaturas altas^(11,12).

Estudos prévios realizados em materiais deformados a frio^(10,13,14) mostram que este tratamento mecânico pode melhorar o comportamento em fluência de metais e que, em ambientes nucleares, este reduz a formação de cavidades e portanto o efeito do inchaço no material devido à irradiação.

Dada a importância tecnológica dos aços inoxidáveis austeníticos, o presente trabalho tem como objetivos estudar o comportamento em fluência do aço inoxidável austenítico tipo 316, fortemente deformado (50% de redução a frio), testados em diferentes temperaturas e tensões e, adicionalmente, usando técnicas de simulação, estudar o efeito do Hélio nesse tipo de aço inoxidável em relação à perda de ductilidade que apresentam os materiais estruturais na presença desse gás inerte.

Com a finalidade de atingir esses objetivos foi proposto para este trabalho:

- preparar a infra-estrutura que permite a realização de testes de fluência em amostras metálicas finas uti

lizadas em técnicas de simulação dos efeitos da irradiação neutrônica, usando-se feixe de íons leves acelerados no cíclotron.

- irradiar amostras com nêutrons rápidos no reator IEA-R1 e estudar o efeito da irradiação neutrônica no comportamento mecânico do aço inoxidável tipo 316.

- implantar amostras com diferentes quantidades de gás Hélio utilizando-se feixes de partículas Alfa acelerados no cíclotron CV-28, com o propósito de simular o comportamento desse gás no material, no qual é produzido pela irradiação com nêutrons por meio da reação (n, α) . O efeito desse gás é estudado mediante testes de fluência em diferentes condições de temperatura e de tensão.

- realizar observações com o microscópio eletrônico de transmissão e de varredura para determinar as mudanças microestruturais devidas à irradiação e correlacionar essas variações com a resposta mecânica do material (fluência) em diferentes temperaturas e tensões.

CAPÍTULO I

CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

I.1. DEFEITOS EM METAIS

I.1.1. INTRODUÇÃO

Qualquer desvio da estrutura periódica perfeita de um cristal é uma imperfeição. Os cristais reais são sempre imperfeitos em algum aspecto, mesmo em monocristais produzidos em laboratórios com técnicas altamente sofisticadas não é possível evitar a introdução de algum defeito.

As imperfeições mais frequentes encontradas em um cristal real são geometricamente classificadas em pontiformes, lineares, de superfície e de volume.

Dos defeitos pontiformes, o mais simples é a lacuna, a qual é a ausência de um átomo ou íon da posição de menor energia (poço de potencial) na rede cristalina. Este é criado em um cristal pela transferência de um átomo de um lugar

da rede cristalina a uma posição interior do cristal ou para a superfície do material. Se o átomo deslocado durante a formação da lacuna fica localizado em uma posição intersticial, posição não normalmente ocupada por um átomo, a este defeito denomina-se intersticial e o sistema lacuna-intersticial formado chama-se Par de Frenkel. Átomos diferentes aos do cristal constituem as impurezas, as quais podem substituir alguns átomos da rede ou se localizar em posições intersticiais.

Além dos defeitos puntiformes, existem as discordâncias, que são perturbações da rede que se estendem por várias distâncias atômicas e são representativas dos defeitos lineares. Os defeitos de superfície são constituídos pelos contornos de grãos e defeitos de empilhamento no arranjo cristalino. Dos defeitos volumétricos, os mais frequentes são os aglomerados de intersticiais, aglomerados de lacunas (as cavidades) e precipitados de impurezas.

As principais propriedades de um material, como propriedades elétricas, magnéticas, ópticas e mecânicas não dependem unicamente da matriz constituinte do material mas ainda dependem do tipo, da concentração e da distribuição de defeitos que este contém. A presença de defeitos interfere no movimento livre das discordâncias, e, ambos são responsáveis pelas alterações nas propriedades dos materiais. Como ilustrações das modificações que os defeitos podem introduzir nas propriedades dos materiais, são mostrados na figura 1 a variação da condutividade do Germânio como função da temperatura para diferentes concentrações de Arsênio adicionado como impureza; na figura 2 a resposta mecânica de um teste de tensão versus deformação de um monocristal puro de Ferro e de uma liga de Ferro com 1% de

Carbono e, na figura 3 o efeito mecânico induzido pela irradiação com nêutrons em um aço inoxidável durante um teste de fluência.

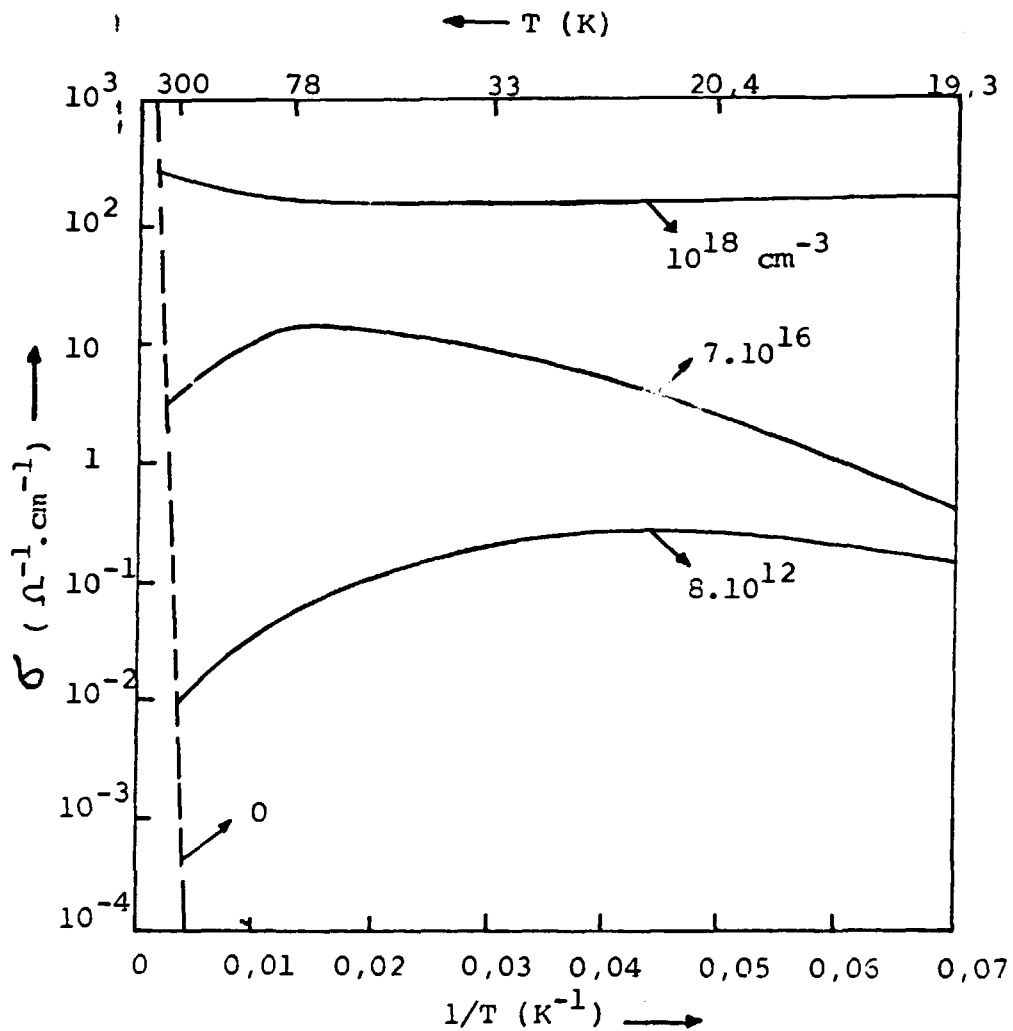


FIGURA 1. VARIAÇÃO DA CONDUTIVIDADE DO GERMÂNIO COMO FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ARSÊNIO⁽¹⁵⁾.

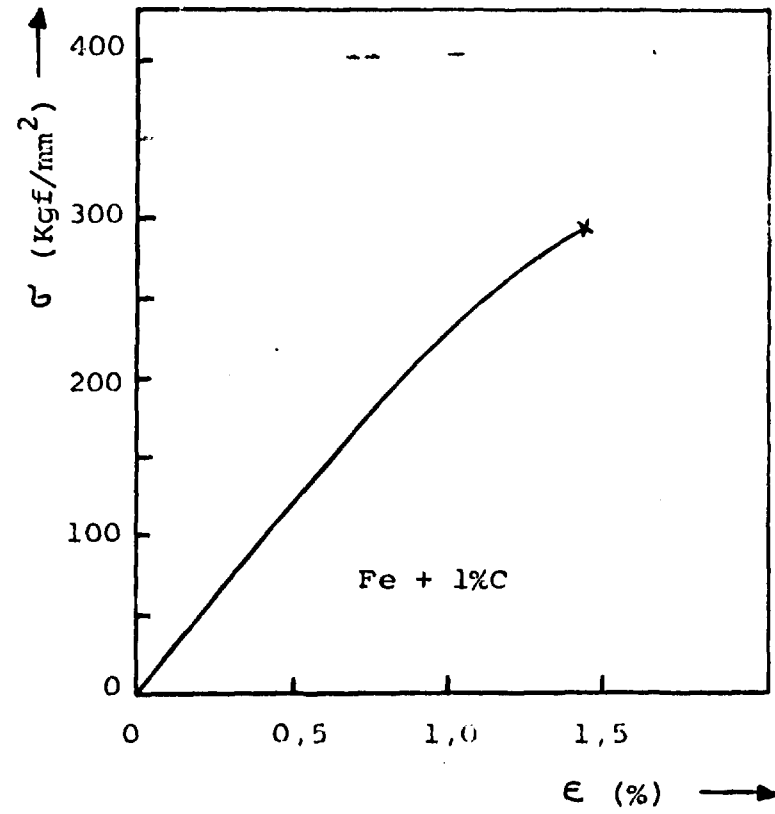
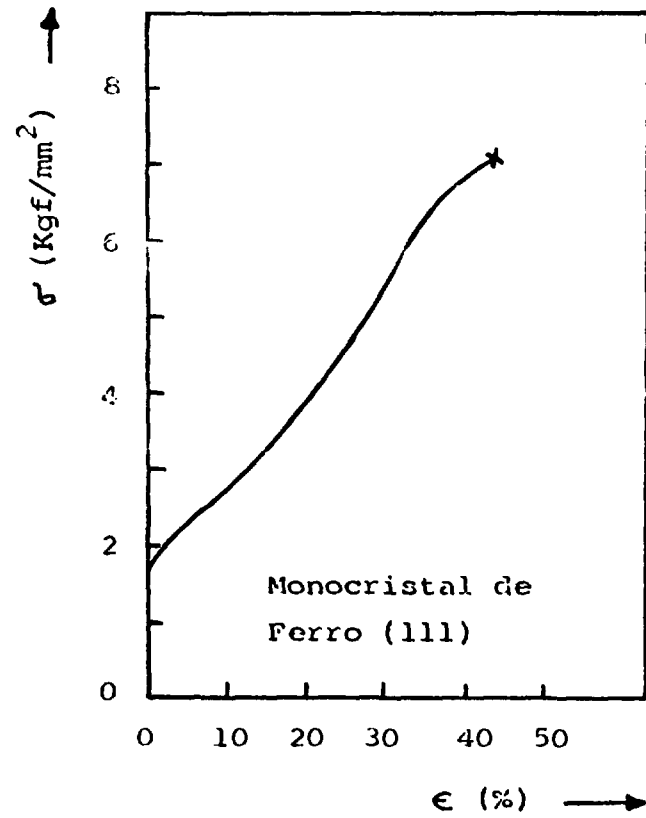


FIGURA 2. CURVAS DE TENSÃO-DEFORMAÇÃO EM MONOCRISTAL PURO DE FERRO E EM FERRO COM 1% DE CARBONO (15) .

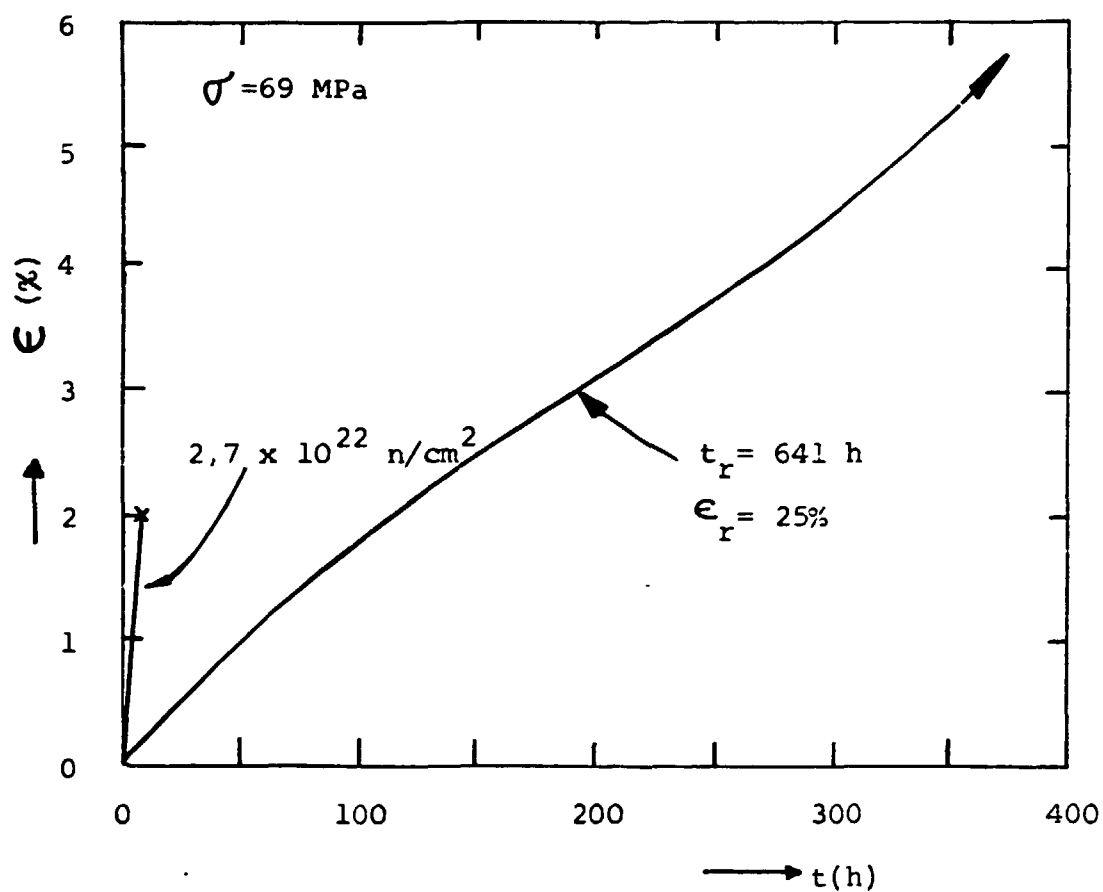


FIGURA 3. EFEITO DA IRRADIAÇÃO COM NÊUTRONS RÁPIDOS NO COMPORTAMENTO DA RUPTURA DEVIDO A FLUÊNCIA DO AÇO INOXIDÁVEL TIPO 316 RECOZIDO, TESTADO A 750°C (16).

I.1.2. DEFEITOS PUNTIFORMES - ASSOCIAÇÃO DE DEFEITOS

Diz-se que uma imperfeição é puntiforme se a perturbação da periodicidade da rede cristalina está localizada numa região da ordem de grandeza da célula elementar. Um dos defeitos puntiformes é a lacuna que é a ausência de um átomo da posição normal da rede cristalina. Átomos ou íons podem ser deslocados de suas posições normais da rede por meio de efeitos térmicos, energia fornecida por deformação plástica ou pela interação do material com partículas altamente energéticas como elétrons, nêutrons, íons acelerados ou radiações eletromagnéticas como radiação Gama e Raio-X.

Átomos do cristal localizados em posições não normais da rede cristalina são denominados intersticiais. As configurações mais comuns de intersticiais são: o bi-intersticial (dum-bell), o intersticial de corpo centrado e o "crowdion", mostrados esquematicamente na figura 4.

Na configuração bi-intersticial, um intersticial desloca um átomo vizinho situado em uma posição normal da rede cristalina e com ele forma um haltere centrado na posição normal. Na configuração intersticial de corpo centrado, o átomo intersticial ocupa o local de maior espaço numa célula unitária cúbica de face centrada. O "crowdion" representa uma configuração linear de intersticiais segundo uma direção cristalina de empilhamento, onde se encontram $n+1$ átomos sobre n posições.

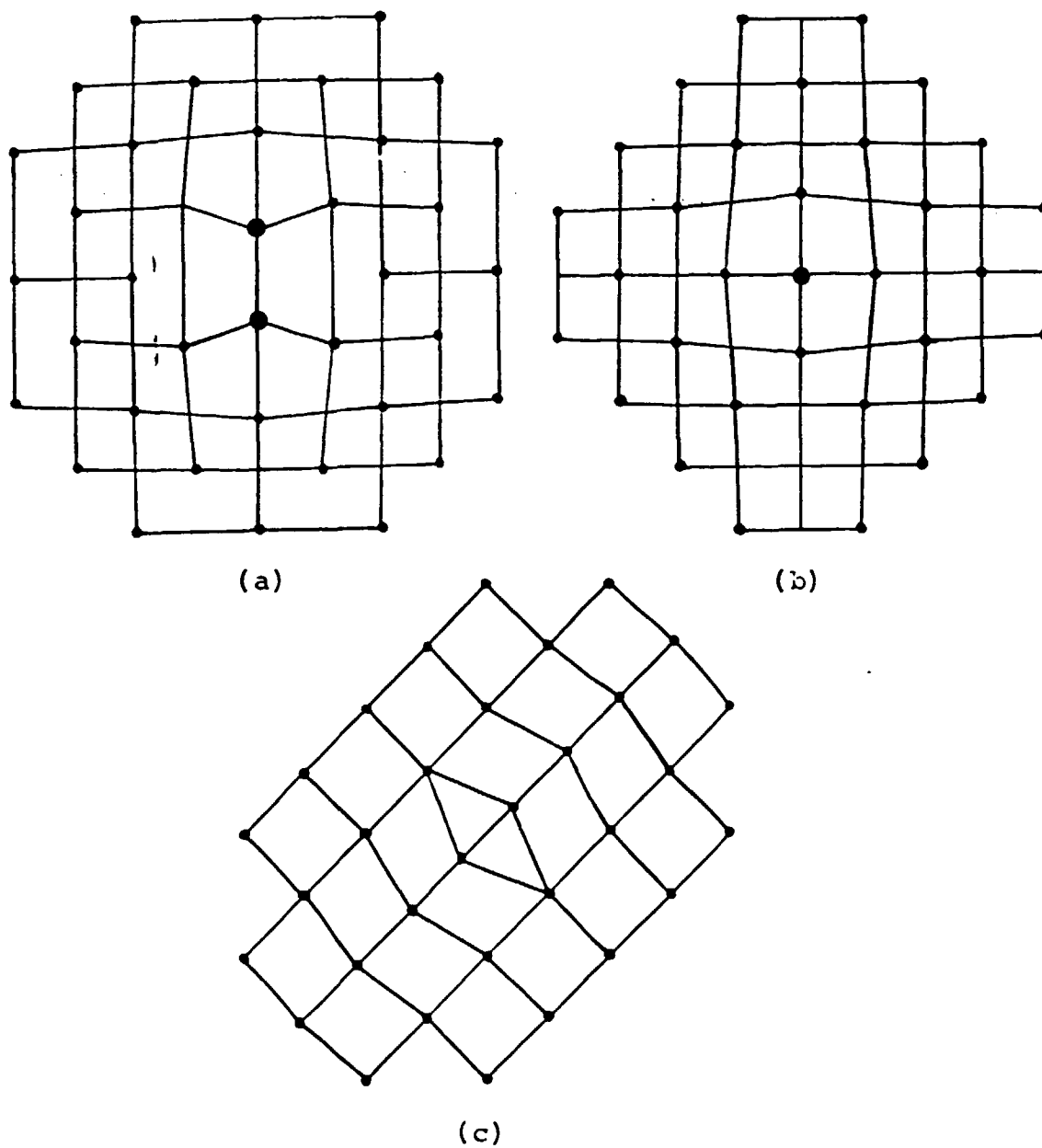
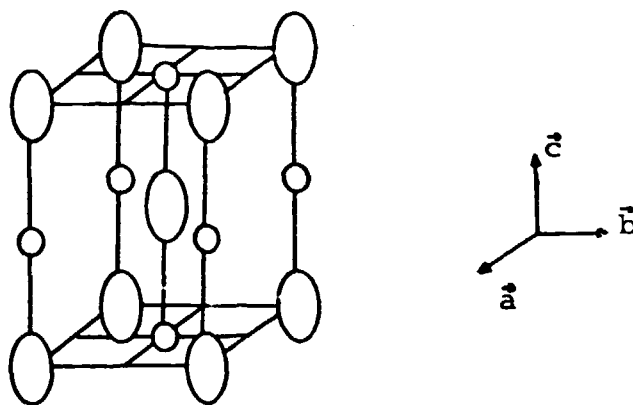


FIGURA 4. CONFIGURAÇÃO DOS INTERSTICIAIS: (a) CONFIGURAÇÃO BI-INTERSTICIAL $\langle 100 \rangle$. (b) CONFIGURAÇÃO INTERSTICIAL DE CORPO CENTRADO. (c) CONFIGURAÇÃO "CROWDION" $\langle 100 \rangle$ ⁽¹⁷⁾.

Quando em um cristal, um átomo ou um íon da rede cristalina é transferido a uma posição não normalmente ocupada por um átomo, forma-se um intersticial e uma lacuna denominados Par de Frenkel. Após a formação dos pares de Frenkel o intersticial pode estar localizado muito perto da lacuna que mediante pequena agitação térmica pode voltar a sua posição original ou estar além do denominado raio de recombinação formando um defeito estável.

Átomos diferentes aos da matriz são denominados impurezas e podem ocupar posições normais da rede tornando-se impurezas substitucionais ou ainda se localizarem em posições não normais da rede denominadas impurezas intersticiais. Os átomos de pequeno raio atômico como o Hidrogênio, Carbono, Nitrogênio e Oxigênio são átomos favoráveis a se introduzirem nas posições intersticiais. Como exemplos, são mostrados na figura 5 a estrutura martensítica de uma liga de Ferro, onde os átomos de Ferro podem estar sujeitos a ligeiros deslocamentos na direção do eixo c os quais são representados por meio de faixas e ainda são mostradas as posições intersticiais dos átomos de Carbono, e na figura 6 a estrutura do Nitreto de Ferro, Fe_4N , do tipo cúbica de face centrada.

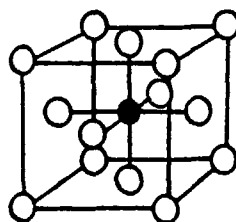
Os defeitos puntiformes, sob determinadas condições energéticas, podem interagir mutuamente entre eles. Se uma lacuna e um intersticial interacionam, produz-se uma aniquilação dos defeitos, com o intersticial ocupando uma posição normal da rede. Duas lacunas podem unir-se formando uma dilacuna, que é o mais simples dos aglomerados. O processo de aglomeração de lacunas pode continuar se as condições energéticas assim o permitirem, até atingir um sistema múltiplo de lacunas denomina



○ faixa de posição para átomos de Ferro.

○ posições prováveis para átomos de Carbono.

FIGURA 5. ESTRUTURA MARTENSÍTICA DE ACORDO COM LIPSON E PARKER (18).



○ átomos de Ferro.

● átomo de Nitrogênio.

FIGURA 6. ESTRUTURA DO NITRETO DE FERRO γ (18).

do cavidade (void). Similarmente, intersticiais podem combinar-se entre si formando aglomerados de intersticiais. Alguns dos defeitos importantes em metais são mostrados esquematicamente na figura 7.

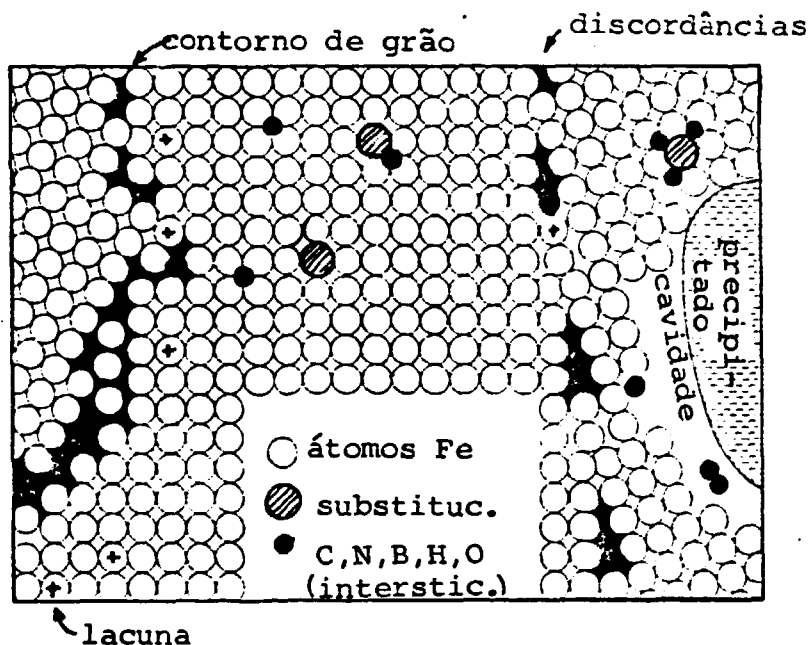


FIGURA 7. REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DE ALGUNS DEFEITOS E DE SEUS AGLOMERADOS EM METAIS (19).

I.1.3. DEFEITOS PUNTIFORMES EM EQUILÍBRIO TERMODINÂMICO

A formação de defeitos pontiformes nos cristais requer certa energia. Uma análise do estado termodinâmico de um cristal com defeitos mostra um aumento em sua ener

gia interna e uma variação em sua entropia configuracional. A entropia configuracional aumenta por existirem diferentes arranjos de distribuição de defeitos puntiformes possíveis em posições disponíveis da rede cristalina. Em uma dada temperatura, a energia livre deve ser mínima para uma certa concentração de defeitos quando é atingida a condição de equilíbrio termodinâmico. As condições termodinâmicas para atingir o equilíbrio podem ser determinadas pelo balanço dos termos da energia interna e entropia.

Considerando-se o cristal como um todo em equilíbrio com sua vizinhança, em uma temperatura constante, T , e que o volume do cristal é invariável, a função de energia apropriada a esse sistema é a energia livre de Helmholtz ⁽²⁰⁾:

$$F = U - T S \quad (1)$$

assim, sendo E_f a energia para produzir um defeito, a energia livre do cristal, F , contendo n defeitos será:

$$F = n E_f - T S \quad (2)$$

onde S representa a entropia configuracional que pela mecânica estatística é dada por:

$$S = k \ln W \quad (3)$$

onde W é o número de maneiras em que n defeitos podem ser dispostos em N lugares da rede cristalina, expresso por:

$$W = \frac{N!}{(N - n)! n!} \quad (4)$$

Desta maneira, a entropia configuracional, S , será:

$$S = k \ln W = k \ln \left(\frac{N!}{(N-n)! n!} \right) \quad (5)$$

Como N é um número grande de posições da rede cristalina, é possível nesse caso aplicar a aproximação de Stirling para o logaritmo do fatorial de um número grande:

$$\ln x! \cong x \ln x - x \quad (6)$$

Usando esta relação na equação 5, tem-se:

$$S = k \left[N \ln N - (N-n) \ln (N-n) - n \ln n \right] \quad (7)$$

Substituindo-se a relação 7 na 2 e minimizando a energia livre, F , do cristal em relação ao número de defeitos, tem-se:

$$\frac{\partial F}{\partial n} = 0 = E_f - k T \left(\ln \frac{N-n}{n} \right) \quad (8)$$

Então:

$$\frac{n}{N-n} = \exp (- E_f / k T) \quad (9)$$

Como normalmente o número de defeitos é muito menor que o número de posições que podem ser ocupadas ($n \ll N$), a fração atômica de um defeito isolado será:

$$\frac{n}{N} = \exp (- E_f / k T) \quad (10)$$

Desta relação observa-se que a concentração de defeitos aumenta rapidamente com o aumento da temperatura. No cálculo da equação 10 somente a entropia configuracional foi considerada. De uma forma geral, esta equação deve conter a contribuição da entropia dada pela vibração da rede cristalina, pois, quando um defeito é formado, ocorrem variações das frequências vibracionais ao redor do defeito, as quais contribuem à entropia total. Esta contribuição é representada por S_f e é dada pela relação:

$$S_f = k \ln \frac{\nu''}{\nu} \quad (11)$$

onde ν é a frequência vibracional da rede sem defeitos e ν'' a frequência vibracional da rede com o defeito. A contribuição da entropia S_f para a concentração de defeitos é da forma:

$$\exp (S_f / k) \quad (12)$$

Assim, a concentração de defeitos em equilíbrio termodinâmico será:

$$\frac{n}{N} = \exp \left(\frac{S_f}{k} \right) \exp \left(\frac{-E_f}{kT} \right) \quad (13)$$

Como a concentração de equilíbrio de intersticiais e de lacunas pode ser considerada independentemente, assim, as concentrações de intersticiais e de lacunas similarmente são dadas pela equação 13.

I.1.4. CRIAÇÃO DE DEFEITOS PUNTIFORMES

O número de defeitos em equilíbrio termodinâmico em temperaturas normais, nem sempre é o suficiente para o estudo dos defeitos e de seus efeitos nas propriedades dos materiais. Portanto, em certos casos, deve-se aumentar consideravelmente suas concentrações, conservando-os em equilíbrio metaestável por um tempo suficiente para que se possa fazer medições de alguma grandeza física relacionada com a concentração desses defeitos. Para atingir tais concentrações de defeitos nos materiais, utilizam-se processos térmicos, deformação plástica e irradiação (21).

Defeitos produzidos termicamente:

Os defeitos puntiformes nos materiais podem ser produzidos termicamente e o número de defeitos aumenta com o aumento da temperatura. Experiências realizadas em metais cúbico de face centrada mostram que a concentração de lacunas em temperaturas próximas ao ponto de fusão é da ordem de 10^{-3} a 10^{-4} e a concentração de intersticiais é desprezível (22).

Uma técnica adequada para produzir lacunas em concentrações apreciáveis e de mantê-las no material é a tempera, que consiste em aquecer o material a uma temperatura alta e resfriá-lo rapidamente a uma temperatura suficientemente baixa

onde a migração das lacunas seja desprezível, "congelando" dessa maneira o número de lacunas produzidas em altas temperaturas. Tecnicamente, o processo de resfriamento do material não é instantâneo, permitindo que algumas lacunas migrem podendo ocorrer aniquilações ou associações destas.

Defeitos produzidos por deformação plástica

A deformação plástica nos cristais ocorre por deslizamento, onde uma parte do cristal se desloca sobre uma parte adjacente. A superfície na qual o deslizamento se efetiva é normalmente um plano, denominado plano de deslizamento e em uma direção chamada de direção de deslizamento. O deslizamento é de natureza altamente anisotrópica tanto no plano como na direção em que ocorre. Os deslizamentos ocorrem preferencialmente ao longo de planos cristalográficos com índices de Miller pequenos, como nos planos $\{111\}$ em metais c.f.c. e $\{110\}$, $\{112\}$ e $\{123\}$ nos metais c.c.c. . Na maioria dos casos, a direção de deslizamento coincide com a de maior empilhamento atômico como $\langle 110 \rangle$ em metais c.f.c. e $\langle 111 \rangle$ em metais c.c.c. (23).

A deformação de um cristal por deslizamento não é homogênea, grandes deslocamentos por cisalhamento ocorrem em poucos planos de deslizamentos que se encontram amplamente separados, de maneira que as partes do cristal que se encontram entre esses planos permanecem essencialmente sem deformação. Uma condição básica para que se produza um deslizamento é que no plano de deslizamento e na direção de deslizamento a componente da tensão de cisalhamento atinja um valor crítico.

Outro meio de deformação plástica é por maclação (twinning), onde a parte deformada do cristal é uma ima-

gem especular da parte não deformada. Este tipo de deformação é observado nas estruturas cúbica de corpo centrado e na hexagonal compacta⁽¹⁷⁾. Tanto o deslizamento quanto a maclação são produzidos pelo movimento das discordâncias na rede cristalina. Sob determinadas condições da estrutura de um cristal, as discordâncias em movimento podem gerar defeitos puntiformes por vários mecanismos. O mecanismo mais simples é aquele onde duas discordâncias em cunha de sinais opostos movimentam-se em sentidos contrários na mesma direção⁽²⁴⁾. Quando elas terminam em planos adjacentes ocorre aniquilação. Entretanto, se terminarem separadas por um plano, tem-se a formação de um novo plano atômico contendo uma lacuna, ocorrendo assim a aniquilação de duas discordâncias e a formação de uma lacuna. Se as duas discordâncias terminam no mesmo plano, tem-se a formação de um intersticial. Uma representação esquemática desses mecanismos é mostrada na figura 8.

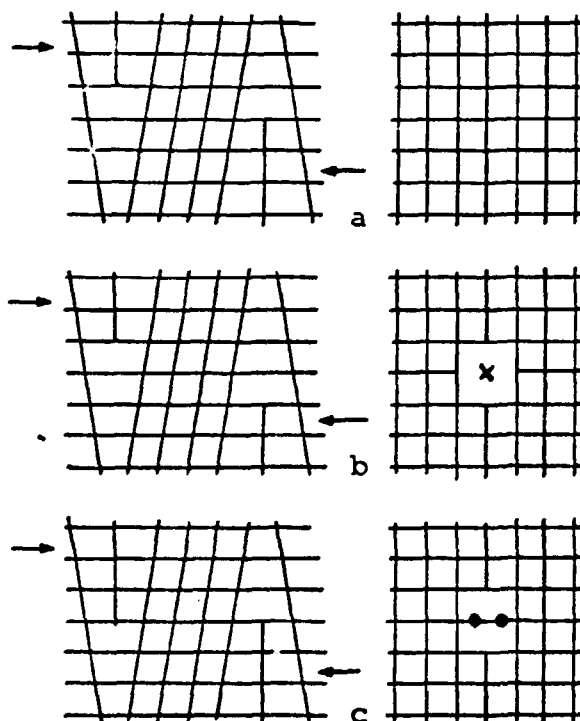


FIGURA 8. ANIQUILAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS TIPO CUNHA
COM A FORMAÇÃO DE: a) REDE PERFEITA. b) LACUNA.
c) INTERSTICIAL⁽²⁴⁾.

Defeitos produzidos por irradiação:

Um dos efeitos da interação dos materiais com nêutrons, íons e elétrons altamente energéticos ou com radiação eletromagnética como Raio X e radiação Gama é a formação de defeitos puntiformes, a qual depende das condições em que a irradiação é feita. Os efeitos que a irradiação pode produzir nos materiais dependem da energia, carga, massa e fluxo de partículas incidentes e das características do material utilizado como alvo (25).

Poucas dezenas de elétron -Volts de energia transferida a um átomo do alvo são suficientes para deslocá-lo de sua posição na rede cristalina. Para a maioria dos metais, a energia mínima necessária para deslocar um átomo de sua posição na rede está compreendida entre 10 e 40 eV (26). Esta energia mínima denomina-se de energia de Wigner ou energia de limiar (Threshold-energy). Se na colisão elástica com uma partícula incidente um átomo da rede receber uma energia maior que a energia de limiar, o átomo será deslocado de sua posição e, caso possua suficiente energia de recuo este pode atravessar algumas distâncias atômicas de sua posição original e localizar-se em uma posição não normal da rede. Quando isso ocorre, ter-se-á a ausência de um átomo na posição normal da rede ou uma lacuna e um átomo localizado entre os espaços da rede ou um intersticial e o sistema assim formado de uma lacuna e um intersticial denomina-se Par de Frenkel. Supondo que um átomo A desloque um átomo B e este por sua vez desloque um átomo C, o qual não tem energia suficien

te para deslocar outro átomo, o átomo A pode ocupar a posição do átomo B, o B a do átomo C e C ir a uma posição intersticial. Neste caso, ter-se-á a formação de um Par de Frenkel distante. Quando a energia é transportada através de uma direção de empilhamento sem que ocorram substituições, tem-se uma colisão focalizada. Um mecanismo similar a colisão focalizada é o "crowdion" dinâmico onde a energia e um intersticial na configuração "crowdion" são transportados a grandes distâncias do ponto de impacto⁽²⁷⁾. Quando um nêutron desloca um átomo da rede transferindo uma energia muito maior que a energia de limiar, o átomo deslocado pode deslocar outros átomos por colisões secundárias, os quais, por sua vez, podem criar deslocamentos por colisões terciárias e assim sucessivamente, resultando em um processo denominado colisões em cascata, mostrado esquematicamente na figura 9.

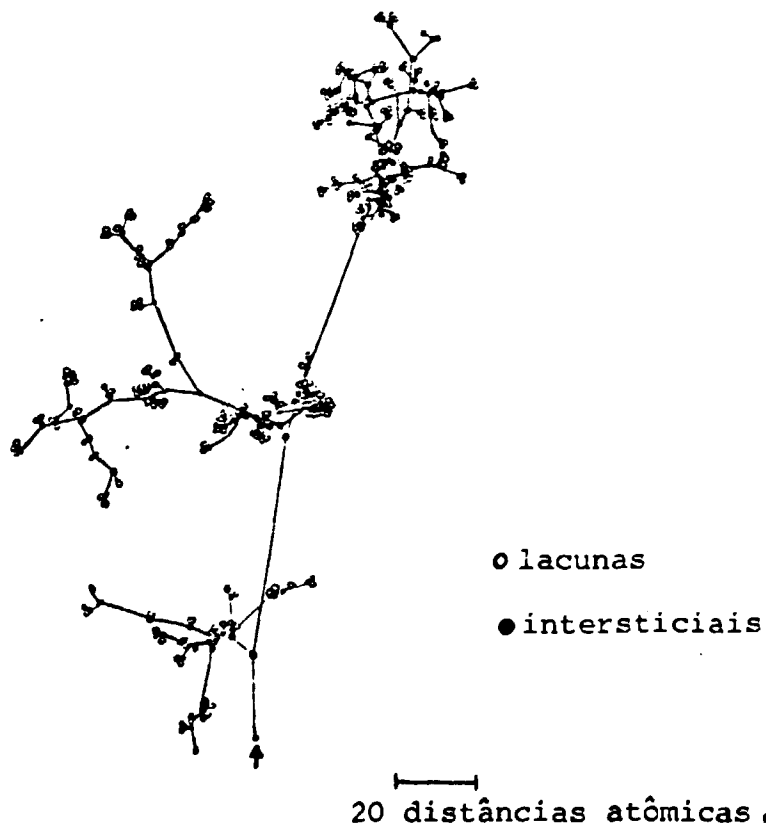


FIGURA 9. LACUNAS E INTERSTICIAIS PRODUZIDOS NO GERMÂNIO POR CHOQUE FRONTAL DE NÊUTRONS COM 10.000 eV, BASEADO NOS CÁLCULOS DA TEORIA EM CASCATA⁽²⁴⁾.

O resultado de uma avalanche de deslocamentos é uma pequena região com muitas lacunas circundadas por intersticiais denominada de zona diluída. Em metais, esse processo pode ocorrer em irradiações com nêutrons, mas não acontece em irradiações com elétrons, os quais produzem apenas Pares de Frenkel.

Quando irradia-se com partículas de alta energia, a energia recebida pelo átomo da rede durante a colisão pode ser muito grande, nesse caso, o excesso de energia pode ser distribuído entre os átomos vizinhos formando uma região perturbada denominada ponta de temperatura. As pontas de temperatura podem ser de dois tipos: as pontas térmicas, onde os átomos não saem de suas posições e as pontas de deslocamentos, onde a energia compartilhada é suficiente para deslocar átomos de suas posições da rede cristalina⁽²⁸⁾. Os múltiplos efeitos que se derivam da irradiação com nêutrons trazem como consequência dificuldades na produção controlada de defeitos puntiformes. Uma representação esquemática dos principais defeitos introduzidos durante a irradiação com nêutrons é mostrada na figura 10.

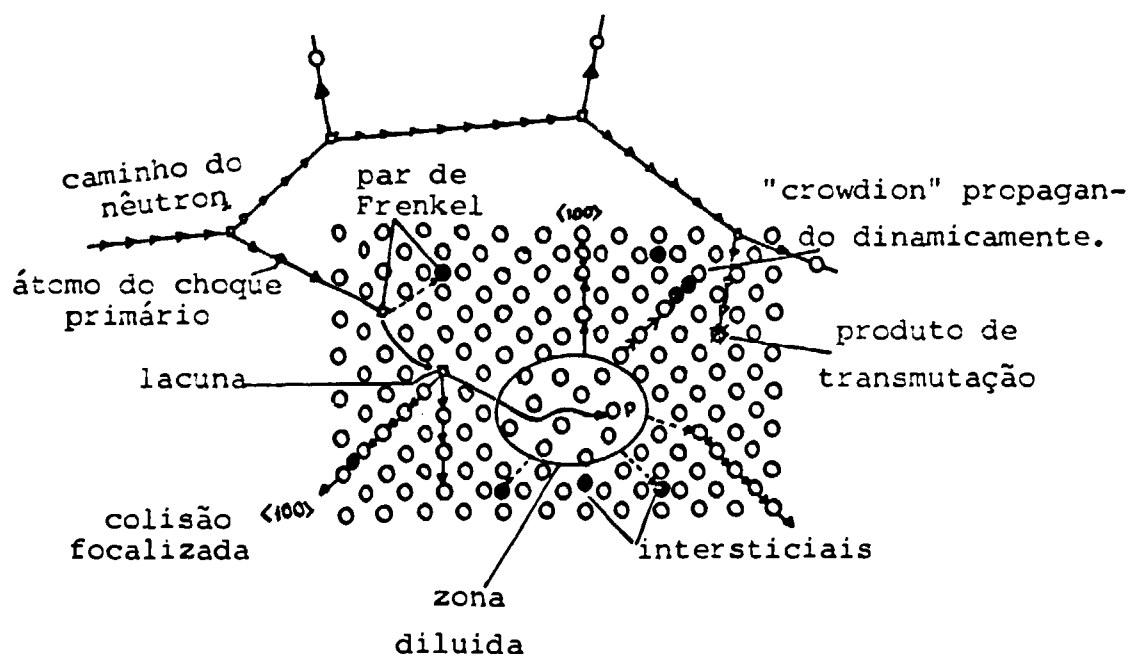


FIGURA 10. REPRESENTAÇÃO DOS EVENTOS QUE PODEM OCORRER DURANTE INTERAÇÃO DOS NÊUTRONS COM UMA REDE METÁLICA⁽²⁹⁾.

Experimentalmente, o estudo da influência que os defeitos puntiformes e seus aglomerados podem produzir nas propriedades dos materiais realiza-se criando tais defeitos por meio de radiação com nêutrons, elétrons e íons energéticos.

Os elétrons com alta energia, ao redor de 1 MeV, possuem baixa energia de recuo, mas têm suficiente energia de colisão para deslocar um átomo de sua posição da rede e produzir um Par de Frenkel por elétron, não havendo a formação de cascatas. A irradiação com elétrons energéticos permite, experimentalmente, determinar parâmetros específicos de deslocamentos atômicos da rede cristalina, devido ao fato de que o material irradiado possui apenas pares de Frenkel e não regiões com danos complexos⁽²⁴⁾.

A irradiação com nêutrons é de suma importância na tecnologia de reatores nucleares por ser a principal responsável pelo fenômeno denominado Danos de Radiação (Radiation Damage) nos componentes estruturais desses dispositivos energéticos. Este tipo de irradiação ainda produz Hélio e Hidrogênio dentro do material por meio das reações (n, α) e (n, p) ⁽¹⁾. Devido a insolubilidade do Hélio nos metais, associada a uma difusão acelerada que ocorre em altas temperaturas, este gás tende a aglomerar-se e a localizar-se principalmente nos contornos de grãos, levando à fragilização prematura dos materiais irradiados.

A irradiação com íons de alta energia, acelerados em dispositivos como ciclotrons, é usada em estudos experimentais, por meio de técnicas de simulação dos efeitos da irradiação produzidos por nêutrons. Estas técnicas de simulação permitem produzir, em algumas horas, danos equivalentes a alguns anos de irradiação em reatores nucleares, e, a implantação com partículas α , permite simular a formação de Hélio que é produzi-

do por meio das reações (n, \downarrow) nos metais e ligas.

I.1.5. MOBILIDADE E RESTAURAÇÃO DOS DEFEITOS PUNTIFORMES

Nas dimensões atômicas, um defeito para alterar sua posição dentro da estrutura cristalina tem de superar uma barreira de potencial. Após um certo número de saltos e ao passar na vizinhança de um outro defeito tal como uma discordância, um contorno de grão ou um outro defeito puntiforme, este pode interagir com tal defeito ocorrendo uma associação reversível denominada de captura ou ainda um processo irreversível chamado de aniquilação do defeito.

A migração de defeitos nos processos de restauração pode ser estudada por meio da Mecânica Estatística e da teoria da Cinética Química⁽³⁰⁾, sendo previsto que, a uma temperatura, T, a taxa de variação de uma concentração, C, de defeitos obedece uma lei do tipo:

$$\frac{dC}{dt} = f(T) F(C) \quad (14)$$

onde f(T) é um fator proporcional ao coeficiente de difusão do defeito, o qual depende somente da temperatura e varia de acordo com a lei de Arrhenius:

$$f(T) = f_0 \exp(-E_m / kT) \quad (15)$$

sendo k a Constante de Boltzmann, f_0 uma constante, E_m a energia

de ativação para a migração do defeito e $F(C)$ uma função que depende do processo de migração considerado. Em alguns casos particulares $F(C)$ pode ser expresso na forma de $F(C) \sim C^n$, sendo n denominado ordem do processo. O processo é de primeira ordem ($n=1$) para defeitos aniquilados na superfície e de segunda ordem ($n=2$) para recombinações entre intersticiais e lacunas⁽²¹⁾.

A restauração dos defeitos é devida, completamente ou em parte a migração dos defeitos pontiformes, onde estes podem desaparecer migrando a sumidouros fixos ou por recombinação. Um exemplo característico de recombinação é a aniquilação lacuna-intersticial.

O estudo da cinética de relaxação dos defeitos é feito utilizando-se recozimentos térmicos no material, em suas modalidades isotérmico, isócrono e linear e medindo-se uma propriedade física sensível às mudanças estruturais como medidas de resistividade elétrica, por exemplo⁽³¹⁾.

Estudos de restauração em metais puros irradiados com elétrons de alguns MeV de energia em temperaturas baixas, mostram que tanto lacunas como intersticiais começam a migrar em temperaturas de algumas dezenas de graus Kelvin. O aumento da agitação térmica favorece a migração dos defeitos e produz desse modo uma total restauração de um metal puro irradiado em temperaturas ao redor de 500 a 600 K⁽³²⁾.

Na figura 11 são mostrados, como exemplo, os diferentes estágios de recuperação do Cobre. Os estágios de recuperação são interpretados de acordo com o modelo denominado de restauração através de intersticiais, da seguinte maneira:

Estágio I: recombinação por meio de deslocamentos livres de intersticiais e lacunas. Simultaneamente ocorre a forma

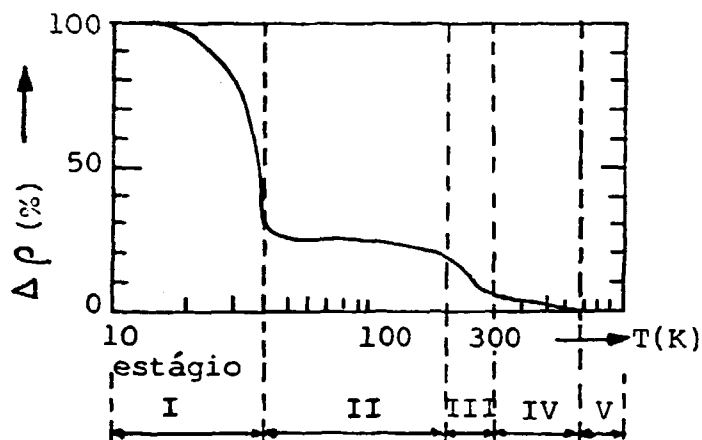


FIGURA 11. ESTÁGIOS DE RESTAURAÇÃO DO COBRE⁽³³⁾.

ção de aglomerados de intersticiais e um efeito de ancoramento (trapping) dos intersticiais pelas impurezas.

Estágio II: crescimento dos aglomerados de intersticiais e dissociação dos intersticiais de impurezas.

Estágio III: recombinação devido ao deslocamento livre das lacunas nos aglomerados de intersticiais e simultaneamente um processo de aglomeração de lacunas.

Estágio IV: crescimento dos aglomerados de lacunas e dos aglomerados de intersticiais.

Estágio V: dissociação dos aglomerados de lacunas e recombinação dessas lacunas nos aglomerados de intersticiais⁽³³⁾.

A restauração em ligas complexas ocorre por mecanismos similares aos dos metais puros, entretanto, a presença de outras fases e outros tipos de defeitos participam dos processos de recuperação, modificando-os.

I.1.6. FORMAÇÃO DE CAVIDADES

Um dos efeitos principais da irradiação em sólidos cristalinos é o deslocamento de átomos de suas posições da rede, resultando na formação de intersticiais e lacunas. Em determinadas condições de temperatura e concentração de defeitos induzidos pela irradiação, estes, tendem a se associarem formando grupos cada vez mais complexos, como os aglomerados de intersticiais e as cavidades (voids). O fenômeno destrutivo da formação de cavidades foi descoberto em 1966 com irradiação neutrônica em aço inoxidável⁽³⁴⁾ e imediatamente comprovado em outros metais e ligas. A formação e crescimento de cavidades resultam em um inchaço (swelling) caracterizado como uma variação do volume do material e também produzindo mudanças em suas propriedades mecânicas. Tais efeitos são críticos em materiais utilizados em reatores rápidos após alguns anos de operação, sendo portanto, de grande interesse o estudo sobre a natureza da nucleação das cavidades e dos processos de crescimento, a fim de selecionar materiais mais estáveis para a aplicação na tecnologia de reatores.

A formação de cavidades também acontece em temperaturas nas quais lacunas e intersticiais são móveis, ocorrendo aniquilações por recombinação mútua de pares lacuna - intersticial e absorções por sumidouros (sinks) tais como discordâncias. O crescimento de cavidades exige três condições:

- 1ª. Existência da supersaturação lacunar

2ª. Que as lacunas migrem para as cavidades antes de serem aniquiladas por intersticiais, assim, a formação de cavidades ocorre em um intervalo de temperatura limitado, o qual, para aço inoxidável irradiado com nêutrons é aproximadamente de 360 °C a 650 °C (35)

3ª. É necessário a presença de sumidouros seletivos para os defeitos puntiformes, absorvendo mais intersticiais que lacunas, resultando em um fluxo maior de lacunas do que de intersticiais para uma cavidade. Existem evidências de que as discordâncias desempenham esse papel seletivo, com a consequência de que a formação de cavidades dependerá do comportamento das discordâncias e dos defeitos puntiformes.

A formação de cavidades ocorre na maioria dos metais e ligas e com qualquer tipo de irradiação que provoca deslocamentos de átomos (36).

I.1.7. DISCORDÂNCIAS

O conceito de discordâncias em cristais foi desenvolvido por Orowan (37), Polanyi (38) e Taylor (39) com o propósito de explicar o fato observado em monocristais de que os valores da tensão de escoamento são 10^2 a 10^5 vezes menores do que os calculados, considerando-se que todos os átomos em um plano deslizam simultaneamente em um arranjo rígido sobre átomos do plano atômico adjacente. O valor baixo da tensão de escoamento é explicado postulando-se que ocorre um deslocamento ao longo de uma frente de cisalhamento a qual move-se através do plano de

deslizamento. A frente de cisalhamento é uma linha de imperfeição denominada discordância.

Muitas técnicas subsequentemente desenvolvidas para a observação direta de discordâncias confirmam tal hipótese e estudos como a interação entre discordâncias, combinações destas, de como as discordâncias se movimentam através dos cristais, formação de anéis ao redor de obstáculos, densidade de discordâncias e outros, têm sido realizados devido a importante influência em diferentes propriedades do material, particularmente na tensão de escoamento, na condutividade elétrica e na condutividade térmica. A densidade de discordâncias é definida em termos do número de discordâncias que interceptam uma secção aleatória do cristal por centímetro quadrado, podendo ser determinada por microscopia eletrônica de transmissão ou por métodos de contraste das discordâncias por ataques com soluções ácidas (etch-pit methods). A densidade de discordâncias possui uma ordem de grandeza que gira em torno de 10^2 discordâncias por cm^2 no Germânio até 10^{11} a 10^{12} discordâncias por cm^2 em cristais de metais altamente deformados. A deformação plástica produz grande aumento da densidade de discordâncias.

A estrutura de uma discordância do tipo cunha é mostrada na figura 12, onde a deformação pode ser imaginada como sendo produzida pela introdução de um plano extra de átomos que termina dentro do cristal. O mecanismo responsável pelo movimento de uma discordância em cunha através do cristal é análogo a passagem de uma dobra ou prega através de um tapete e é mostrado esquematicamente na figura 14 (a).

Zonas de compressão e de tensão acompanham uma discordância em cunha, onde, nas proximidades desta, o cris

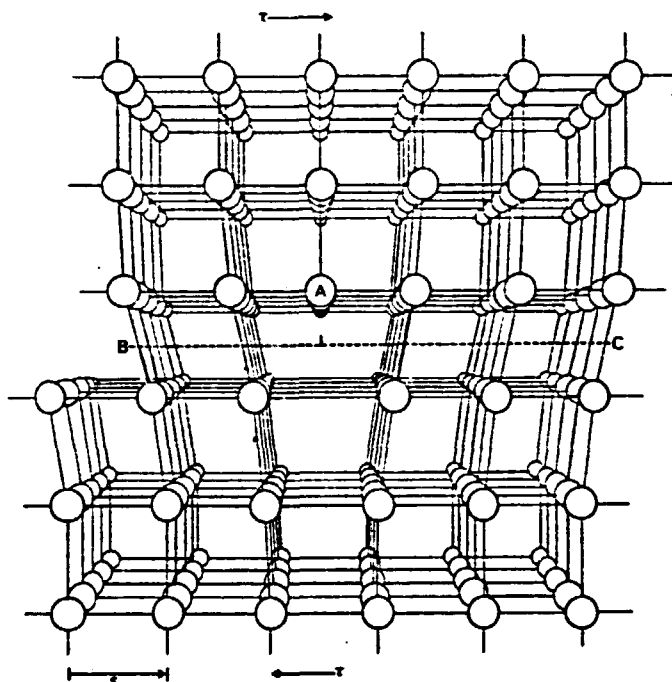


FIGURA 12. ESTRUTURA DE UMA DISCORDÂNCIA EM CUNHA. ⁽²²⁾

tal é altamente deformado.

A discordância helicoidal, ilustrada na figura 13, pode ser visualizada como sendo produzida por um corte de faca numa parte do cristal e por um cisalhamento paralelo à aresta deste corte de um espaço atômico. Uma representação esquemática da formação da discordância helicoidal por cisalhamento é mostrada na figura 14 (b).

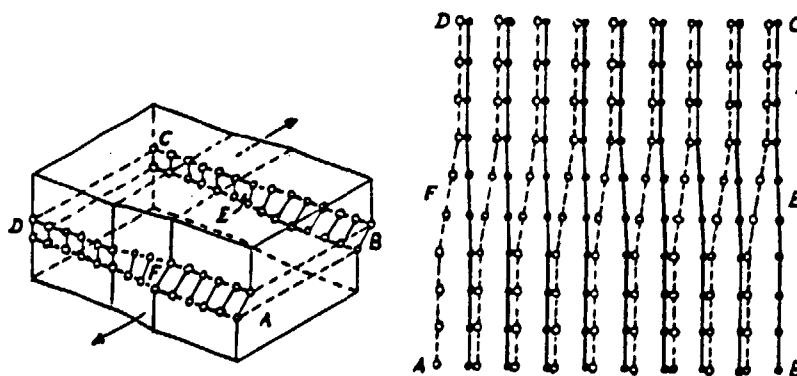


FIGURA 13. ESTRUTURA DE UMA DISCORDÂNCIA HELICOIDAL ⁽²²⁾.

Discordâncias mistas podem ser formadas com componentes de discordâncias tipo cunha e helicoidal, tendo na maior parte das vezes um caráter intermediário (figura 14 (c)).

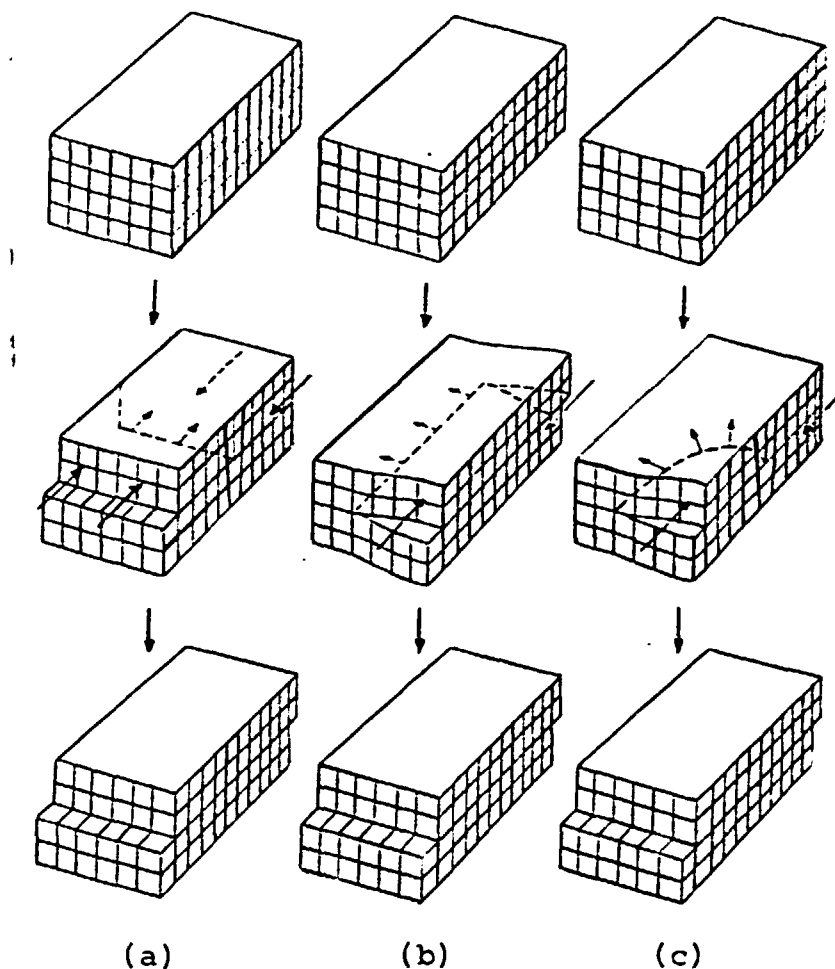


FIGURA 14. FORMAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS POR CISALHAMENTO:
 (a) DISCORDÂNCIA EM CUNHA. (b) DISCORDÂNCIA HELICOIDAL. (c) DISCORDÂNCIA COM COMPONENTES DE DISCORDÂNCIAS EM CUNHA E HELICOIDAL (40).

Um dos mecanismos de multiplicação de discordâncias durante deformação plástica é a Fonte de Frank-Read, mostrada na figura 15. Esta consiste em um segmento de discordân

cia preso em cada extremidade em algum defeito, como por exemplo em precipitados. Esta fonte pode gerar um grande número de espiras concêntricas de discordâncias sobre um único plano, produzindo deslizamentos e aumento na densidade de discordâncias durante deformações plásticas.

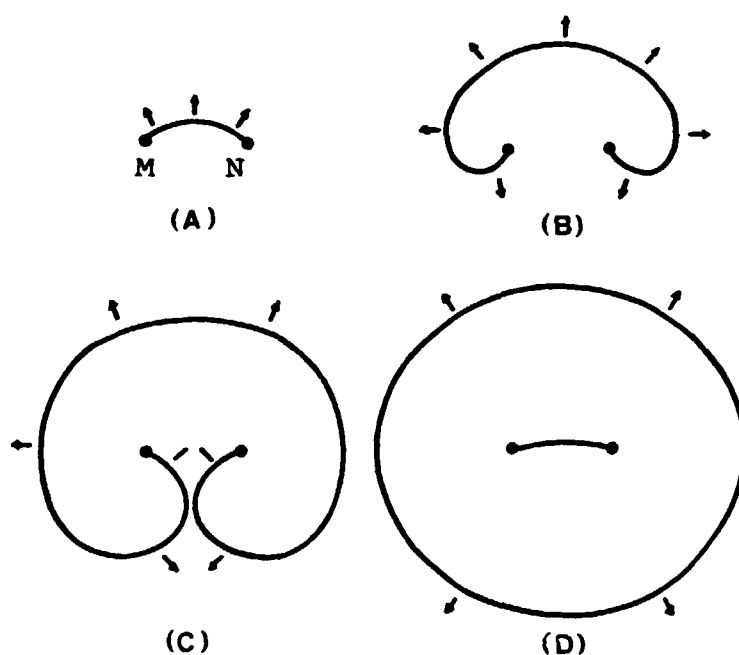


FIGURA 15. MECANISMO FRANK-READ PARA A MULTIPLICAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS MOSTRANDO ESTÁGIOS SUCESSIVOS NA PRODUÇÃO DE UMA CURVA FECHADA DE DISCORDÂNCIA PELO SEGMENTO MN DE UMA LINHA DE DISCORDÂNCIA (22) .

Anéis de discordâncias são observados em metais e em outros cristais. Estes são formados quando ocorre um deslizamento em uma área limitada de um plano de deslizamento, o contorno da região deslizada é um anel de discordância. Outra maneira de formar anéis é quando, durante o movimento de discordân

cias, estas encontram obstáculos, como um pequeno precipitado. Uma parte da discordância continua seu movimento e outra parte fica, em forma de anel, ao redor do obstáculo.

Pode ainda ocorrer que, durante o movimento de uma discordância, esta encontre um precipitado e fique fixada nele (pinning effect) até que adquira energia suficiente para liberar-se e continuar seu deslizamento.

Existem alguns meios de aumentar a resistência mecânica de um material. Como o movimento das discordâncias determina a facilidade ou não da deformação de um material, um meio de aumentar a resistência mecânica é bloquear o movimento das discordâncias introduzindo-se átomos diferentes aos da matriz ou partículas diminutas de uma segunda fase na rede cristalina que aprisione as discordâncias. Um outro meio é aumentar a densidade de discordâncias do material por meio de deformações plásticas, que resulta no impedimento de seus movimentos, formando um emaranhado de discordâncias. No endurecimento de aços por exemplo, partículas de Carbetto de Ferro são precipitadas no Ferro e bloqueiam as discordâncias. A resistência dos materiais em estado de solução sólidas diluídas resulta do aprisionamento das discordâncias pelos átomos do soluto. A resistência de um material cristalino cresce com o aumento da deformação plástica, sendo denominado de encruamento e ocorre devido ao aumento da densidade de discordâncias e à grande dificuldade de uma discordância mover-se por um plano de deslizamento atravessado por muitas discordâncias. O endurecimento pela deformação plástica do material é frequentemente utilizado para aumentar a resistência dos materiais. O fator importante no endurecimento pela deformação é o arranjo das discordâncias e não somente a densidade total.

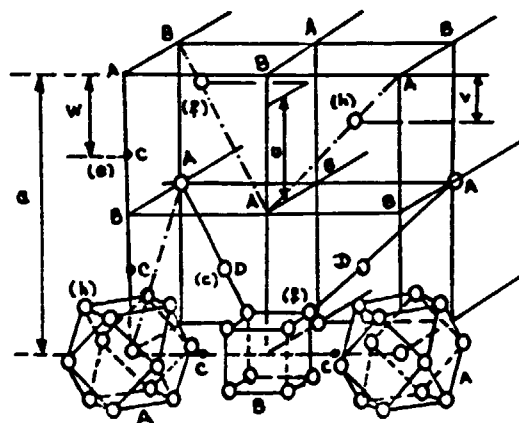
As discordâncias são também criadas em um cristal durante o processo de solidificação. Por exemplo, uma discordância em cunha forma-se quando existe uma não concordância na orientação de partes adjacentes do cristal em crescimento.

I.1.8. PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS DURANTE A IRRADIAÇÃO NEUTRÔNICA

Em metais puros, sob condições apropriadas de temperatura, fluxo de nêutrons, etc, a irradiação neutrônica induz a formação de defeitos puntiformes e de seus aglomerados. Em ligas metálicas complexas como aços inoxidáveis, além desses defeitos, a irradiação com nêutrons pode causar a precipitação de diferentes fases sólidas, consequência de uma ação combinada entre o aumento de temperatura do material, deslocamentos de átomos e aceleração da difusão, consequentes da irradiação e da temperatura de irradiação.

Quando um aço é aquecido a temperaturas nas quais a mobilidade atômica é apreciável, o Carbono pode liberar-se de seu estado inicial e formar uma segunda fase no metal. Se o aço é envelhecido, isto é, aquecido a temperaturas elevadas durante longos períodos de tempo, o Carbono reage com os elementos da matriz, formando compostos do tipo M_xC_y , onde M representa um metal. Estes compostos são insolúveis na fase austenítica, formando precipitados que podem localizar-se dentro dos grãos ou em seus contornos. A presença de precipitados, principalmente no contorno de grão, debilita a força coerciva do contorno, manifes

tando-se como um efeito de fragilização e podendo alterar a ductilidade do material. Os carbonetos formados são geralmente do tipo $M_{23}C_6$, os quais possuem uma estrutura cúbica complicada cuja célula unitária contém 92 átomos metálicos localizados nas posições denominadas A e B (figura 16), ainda existindo átomos de Cr no centro de cada cubo (posição D), sendo no total, 8 átomos na posição D para 92 átomos metálicos.



- Átomos metálicos: A, B ou C
- Átomos de Carbono: C

FIGURA 16. ESTRUTURA DO CARBONETO $M_{23}C_6$ (18).

Quando se excede a essa relação, ocorre uma mudança de fase para uma estrutura do tipo M_3C . Os carbonetos M_6C possuem estruturas complexas, com simetria cúbica e célula unitária

ria contendo 95 átomos metálicos, mostrados na figura 17.

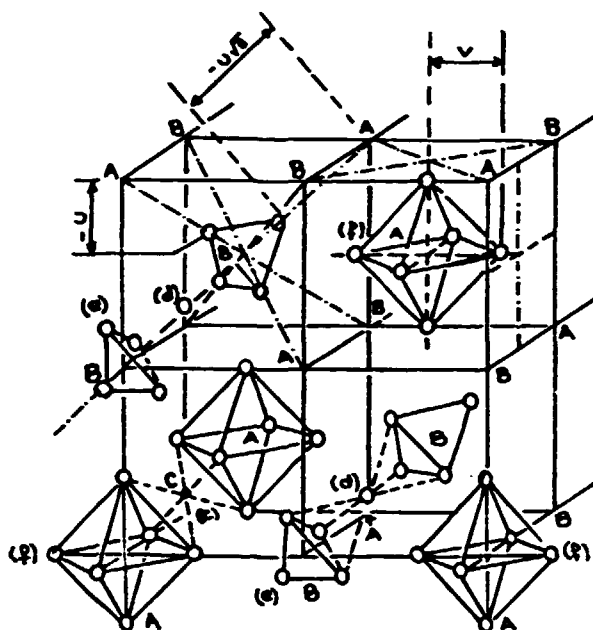


FIGURA 17. ESTRUTURA DO CARBONETO $M_6C^{(18)}$.

A irradiação neutrônica acelera os processos de difusão que controlam a mobilidade das espécies atômicas na rede e, portanto, a cinética que precede a reação de precipitação. A precipitação de Carbonetos ocorre para temperaturas mais baixas e em menores intervalos de tempo que aqueles necessários para o envelhecimento na ausência de irradiação. Assim, a irradiação aumenta a velocidade da reação de precipitação quando tais processos são termodinamicamente favorecidos.

Para o aço inoxidável do tipo 316 em tempe

raturas entre 400 °C e 900 °C e exposições desse aço a fluxos integ_{ra}dos de nêutrons entre 10^{21} e 10^{22} n/cm², ocorre a precipitação de carbonetos além da formação de cavidades⁽⁴¹⁾. Em temperaturas maiores que 900°C a precipitação de carbonetos é termodinamicamente desfavorecida pelo processo de dissociação e em temperaturas menores que 400 °C, os processos de difusão são demasiadamente lentos para causar precipitações observáveis mesmo num longo intervalo de tempo de irradiação.

;

I.2. FLUÊNCIA EM SÓLIDOS

I.2.1. INTRODUÇÃO

Fluência é a contínua deformação plástica dos materiais quando estes permanecem, por prolongados períodos de tempo, submetidos a temperatura e carga ou tensão constantes. Esta deformação pode eventualmente terminar em fratura do material como consequência das variações geométricas que ocorrem devido a mudanças microestruturais.

A fluência, como processo termicamente ativado, manifesta-se em qualquer temperatura mas, tecnologicamente, os efeitos desse processo são importantes em temperaturas próximas ou superior à metade da temperatura de fusão do material⁽⁴²⁾.

As aplicações tecnológicas dos metais e ligas metálicas em altas temperaturas estão limitadas pelas variações dimensionais produzidas pela fluência. Portanto, os efeitos resultantes da deformação por fluência justificam amplamente o estudo sistemático desse processo.

Na figura 18, são apresentadas curvas típicas de fluência, dadas em deformação versus tempo, de um metal puro testado em temperatura superior a metade da temperatura de fusão do material e a diferentes tensões.

Nesta figura, a tensão aplicada ($\bar{\sigma}_B$) possui

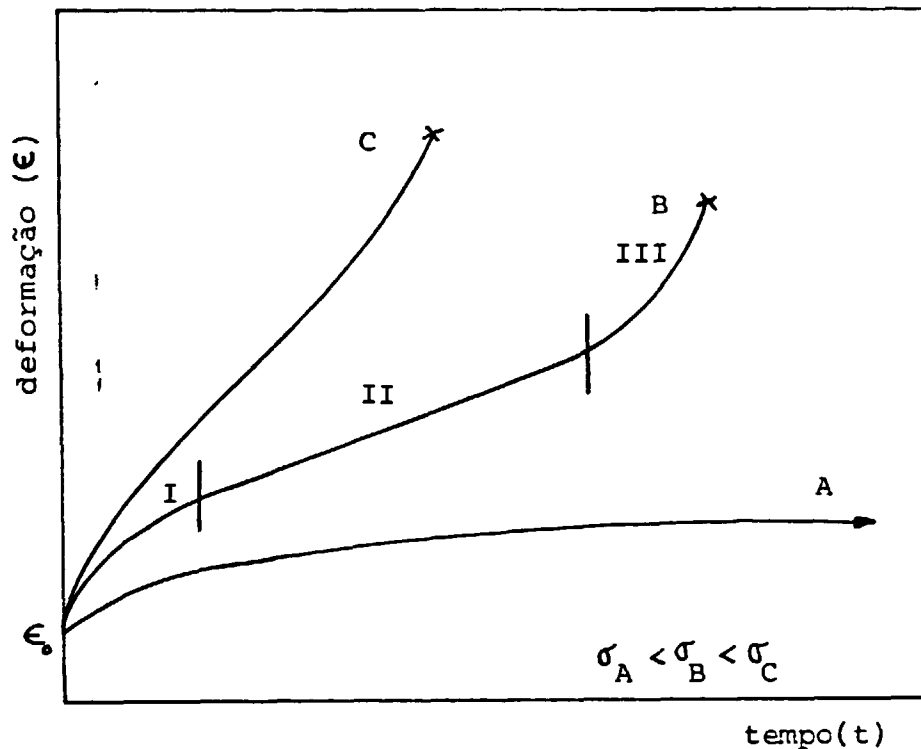


FIGURA 18. CURVAS TÍPICAS DE FLUÊNCIA A DIFERENTES TENSÕES⁽⁴³⁾.

um valor próximo ao da metade do valor da tensão de escoamento (σ_y) e o comportamento do material corresponde ao mostrado na curva B. Quando a tensão é aplicada, ocorre uma deformação instantânea ϵ_0 no material. Após a deformação instantânea, a taxa de deformação, $\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$, diminui em curto intervalo de tempo,

até atingir um valor mínimo. A este período denomina-se de estágio primário ou transiente (parte I da curva B). Esta taxa de de

formação mínima corresponde ao início do estágio secundário (parte II da curva B), onde esse valor se mantém constante como consequência de atingir-se um estado de equilíbrio dinâmico microestrutural do material. No estágio terciário (parte III da curva B), a taxa de deformação aumenta como consequência da redução marcante da secção transversal, terminando na ruptura do material.

Em baixas tensões, figura 18 - curva A, em alguns materiais ocorre somente o primeiro estágio devido a uma deformação lenta induzida pela tensão. Se a tensão aplicada é suficientemente alta, figura 18 - curva C, o estágio estacionário é rápido e o terciário é muito marcante, levando a uma fratura prematura do material. Estas condições de fluência são evitadas pelos resultados catastróficos que apresentam.

Fenomenologicamente, no processo de fluência, a taxa de deformação depende das variáveis: temperatura (T), tensão (σ) e microestrutura (μ), isto é,

$$\dot{\epsilon} = f(T, \sigma, \mu) \quad (16)$$

a variável μ inclui os parâmetros do material como módulo de elasticidade, estrutura cristalina, energia de falha de empilhamento e outros parâmetros como tamanho de grão, de subgrão, densidade de discordâncias, que resultam do tratamento termomecânico que sofrem os materiais em sua fabricação e sua preparação final para serem utilizados. Assim, a variável μ é uma função da temperatura e da tensão e, esta dependência introduz complicações quando se deseja incluir essa variável μ para caracterizar o estado estrutural do material e considerar o seu efeito global na fluência dos materiais.

I.2.2. DEPENDÊNCIA DA TAXA DE DEFORMAÇÃO COM A TEMPERATURA

A fluência é um processo termicamente ativado⁽⁴²⁾ e, numa ampla faixa de temperatura, a taxa de deformação por fluência ($\dot{\epsilon}$) é proporcional a uma expressão do tipo Arrhenius

$$\dot{\epsilon} \propto \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right) \quad (17)$$

onde E_a é a energia de ativação para fluência, k é a Constante de Boltzmann e T a temperatura na escala absoluta. Em metais puros, para temperaturas superiores a metade da temperatura de fusão, $0,5 T_f$, a energia de ativação para fluência é comparável a energia de ativação para autodifusão⁽⁴⁴⁾. Este comportamento é mostrado na figura 19. A taxa de deformação por fluência está relacionada com a energia de ativação para autodifusão por:

$$\dot{\epsilon} \propto \left[D_0 \exp\left(\frac{-E_{SD}}{kT}\right) \right] \quad (18)$$

onde D_0 é uma constante, k é a Constante de Boltzmann, T a temperatura absoluta e E_{SD} a energia de autodifusão.

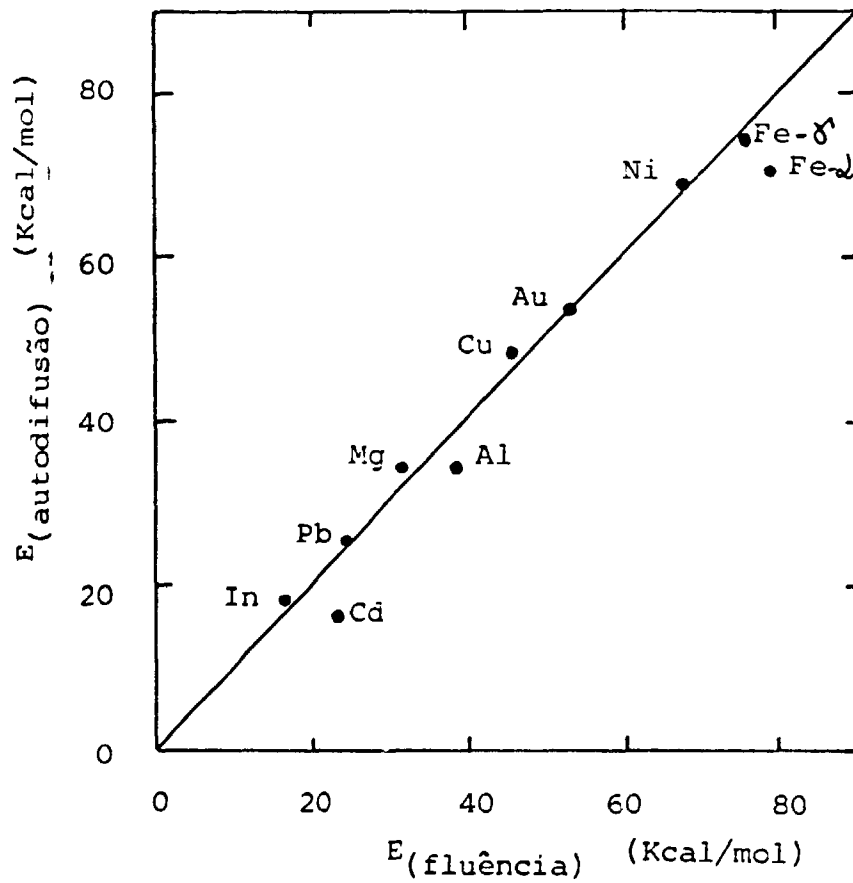


FIGURA 19. COMPARAÇÃO ENTRE AS ENERGIAS DE ATIVAÇÃO PARA A FLUÊNCIA E DE AUTODIFUSÃO PARA ALGUNS METAIS⁽⁴⁴⁾.

I.2.3. DEPENDÊNCIA DA TAXA DE FLUÊNCIA COM A TENSÃO

Outro parâmetro que influi na taxa de deformação por fluência é a tensão aplicada, principalmente em temperaturas maiores que $0,5 T_f$. Nesta faixa de temperatura e para tensões na faixa de $10^{-5} < \frac{\sigma}{G} < 10^{-3}$, onde G é o módulo de elasticidade por cisalhamento, a taxa de deformação por fluência é proporcional a:

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma^n \quad (19)$$

onde o expoente n , para baixas tensões aplicadas, é normalmente igual a 1, correspondente ao intervalo I da figura 20. Este tipo de fluência é denominado de fluência de Nabarro-Herring. Para os metais puros de estrutura c.f.c., n varia entre 4 e 5,5 e entre 4 e 7 para os c.c.c. (intervalo II da figura 20).

Para altas tensões, têm sido propostas diferentes formas matemáticas para relacionar a taxa de deformação por fluência e a tensão aplicada. Zurkov e Sanfirova⁽⁴⁶⁾ propuseram a seguinte relação:

$$\dot{\epsilon} \propto \exp(\beta\sigma) \quad (20)$$

onde β é independente da tensão mas, varia com a temperatura e com as variáveis estruturais (intervalo III da figura 20).

Garofalo⁽⁴⁷⁾ propôs uma relação do tipo:

$$\dot{\epsilon} \propto \sinh (\beta \sigma)^n \quad (21)$$

onde n é uma constante. Esta relação, para tensões baixas, torna-se:

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma^n \quad (22)$$

e, para tensões altas assume a forma:

$$\dot{\epsilon} \propto \exp (\beta \sigma) \quad (23)$$

a qual é similar a relação proposta por Zurkov e Sanfirova.

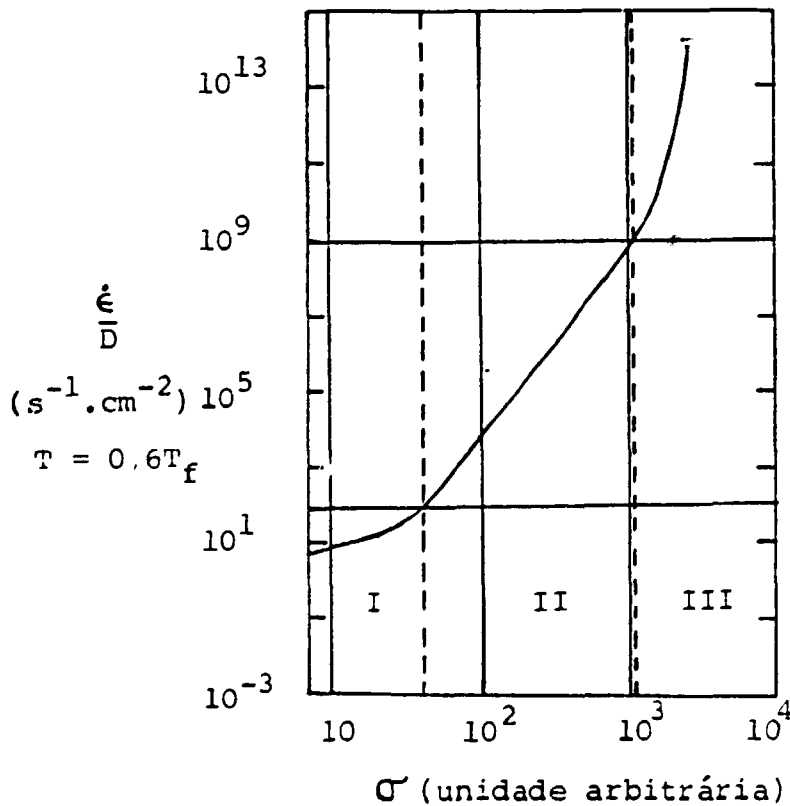


FIGURA 20. INFLUÊNCIA DA TENSÃO NA TAXA DE FLUÊNCIA ESTACIONÁRIA PARA UM METAL PURO⁽⁴⁵⁾.

Relações similares a estas têm sido propostas por Weertman⁽⁴⁸⁾ e por Barrett-Nix⁽⁴⁹⁾. Uma comparação das relações propostas por Weertman, Barrett-Nix e Garofalo com dados experimentais do comportamento do Alumínio altamente puro em tensões altas, é mostrada na figura 21. Neste caso específico, a relação de Weertman é a que mais se aproxima aos resultados experimentais.

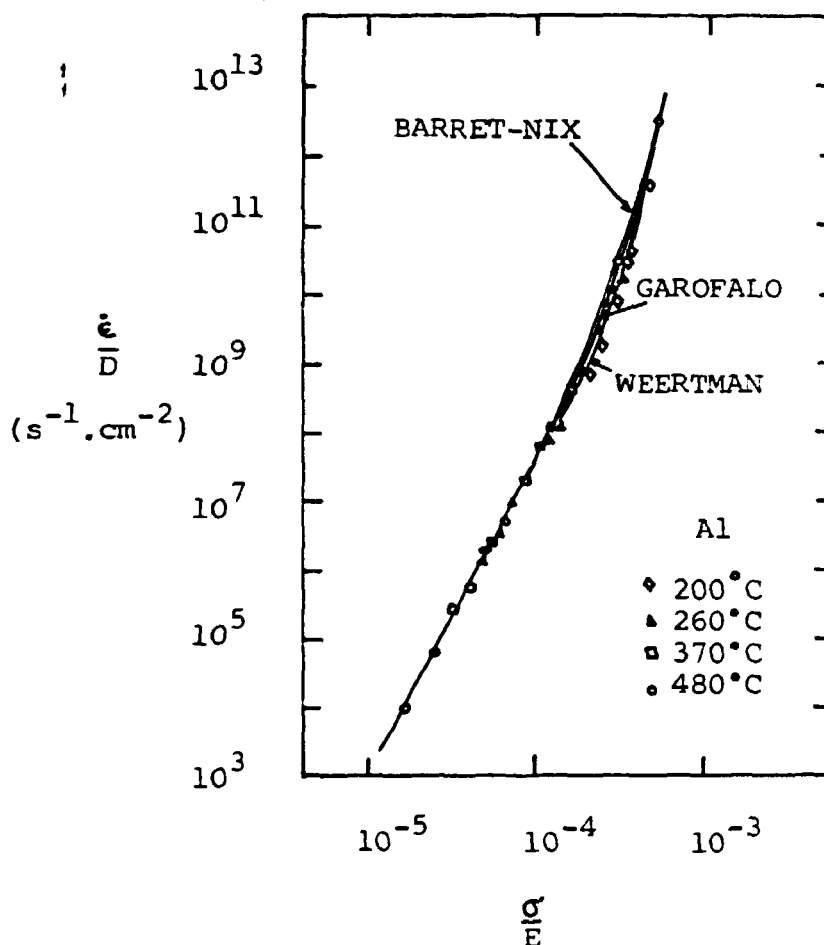


FIGURA 21. COMPARAÇÃO ENTRE DIFERENTES TEORIAS DE FLUÊNCIA COM O COMPORTAMENTO DA FLUÊNCIA EM ALUMÍNIO PURO EM TENSÕES ALTAS⁽⁴⁵⁾.

II.2.4. DIAGRAMAS DE FLUÊNCIA E MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO NOS MATERIAIS

Os mecanismos que determinam a deformação do material podem ser mostrados por meio dos denominados Diagramas de Fluência (Creep Diagram). O Diagrama de Fluência para Níquel é mostrado na figura 22 e em cada uma das áreas desse diagrama estão contidos os mecanismos predominantes relativos a temperatura e tensão aplicadas.

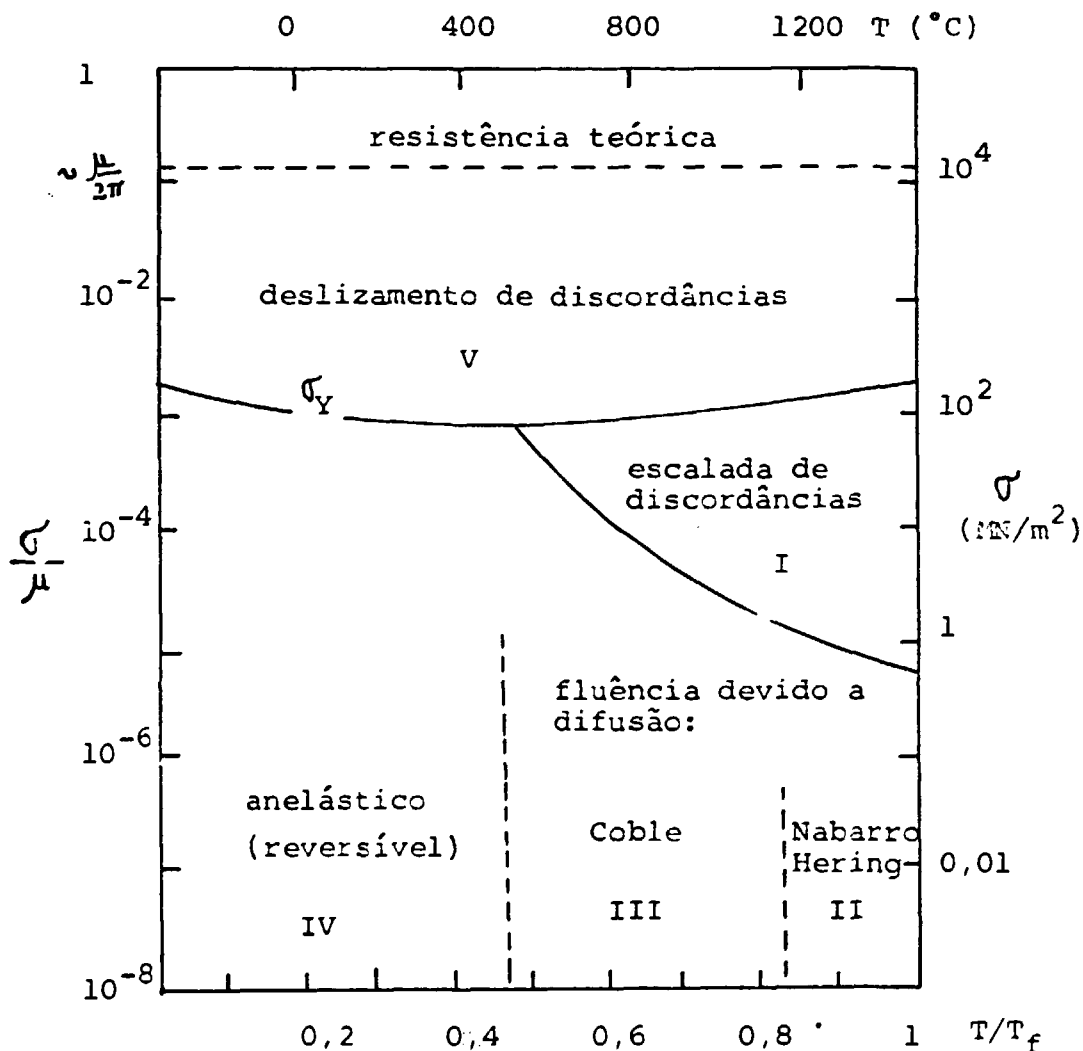


FIGURA 22. DIAGRAMA DE FLUÊNCIA PARA NÍQUEL, TAMANHO DE GRÃO DE $100 \mu\text{m}$, DADO POR ASHBY⁽⁵⁰⁾.

Para altas tensões, maiores que a tensão de escoamento (σ_Y) e em todo intervalo de temperatura considerado, o mecanismo predominante é o deslizamento de discordâncias nos planos cristalinos preferenciais.

Para tensões menores que a tensão de escoamento e em temperaturas baixas ocorre o processo reversível de anelasticidade. Neste processo, a deformação total ϵ e o tempo t após a aplicação da carga estão relacionados por:

$$\epsilon = \epsilon_e + \epsilon_o [1 - \exp(-t/\tau)] \quad (24)$$

onde ϵ_o e τ são constantes, ϵ_e a deformação puramente elástica do material e $\epsilon_o [1 - \exp(-t/\tau)]$ é a deformação anelástica. Esta relação mostra que a deformação anelástica é zero imediatamente após a aplicação da tensão e posteriormente aumenta com o tempo. Outra propriedade da deformação anelástica é a sua reversibilidade de quando é retirada a tensão aplicada. O comportamento do processo anelástico é mostrado esquematicamente na figura 23.

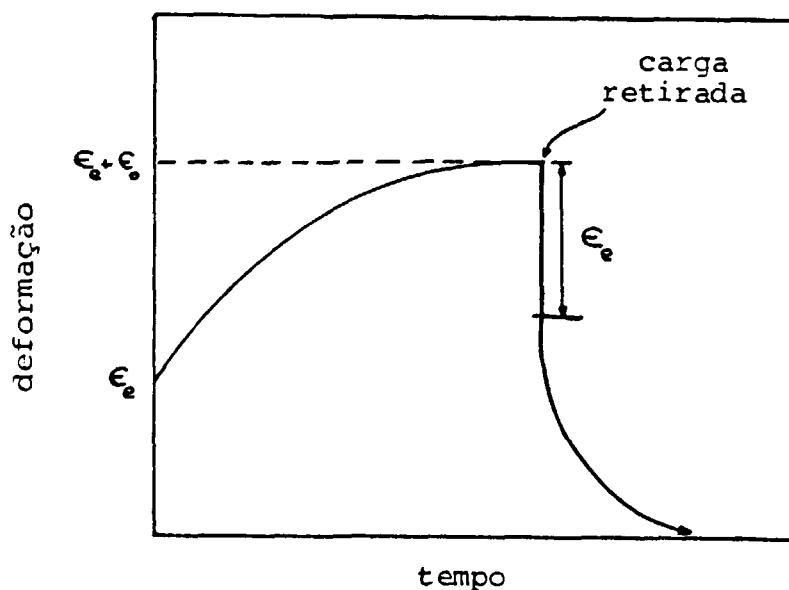


FIGURA 23. CURVA ESQUEMÁTICA TÍPICA DE FLUÊNCIA ANELÁSTICA, MOSTRANDO A RECUPERAÇÃO APÓS SER RETIRADA A TENSÃO APLICADA⁽⁴⁵⁾.

Em temperaturas altas e valores médios da tensão aplicada, o processo de deformação é determinado pela migração de átomos orientados pela tensão. A esse processo denomina-se de fluência de Nabarro-Herring, os quais propuseram um modelo baseado na migração de lacunas das superfícies superior e inferior de um grão para seus lados, considerando-se que seus contornos são fontes ou sumidouros de lacunas em temperaturas altas. O tipo de relação obtida por Nabarro-Herring^(51,52) para a fluência no regime estacionário é dado por:

$$\dot{\epsilon} \propto \frac{D_{SD} \sigma b^3}{kTL^2} \quad (25)$$

onde D_{SD} é o coeficiente de autodifusão, k é a constante de Boltzmann, T a temperatura absoluta, L o diâmetro do grão e b é o parâmetro de rede. Esta relação de dependência mostra uma deformação proporcional ao coeficiente de autodifusão e linearmente dependente da tensão. Tal relação foi verificada experimentalmente e é somente válida para tensões muito baixas e temperaturas próximas do ponto de fusão.

Em temperaturas médias e tensões baixas o processo de difusão ocorre mais intensamente ao longo dos contornos de grão do que através dos grãos. A esse mecanismo denomina-se fluência de Coble, onde a taxa de deformação depende predominantemente do coeficiente de difusão ao longo dos contornos de grãos, o qual possui um valor de 0,5 a 0,7 vezes o coeficiente de autodifusão.

Para temperaturas altas e grandes tensões, porém menores que a tensão de escoamento, atinge-se a área do diagrama de fluência, na qual o mecanismo que mais contribui à

taxa de deformação é a escalada de discordâncias (climb) sobre os obstáculos que encontram durante seu movimento^(45,50).

CAPÍTULO II

PARTE EXPERIMENTAL

II.1. DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

II.1.1. EQUIPAMENTO PARA REALIZAR MEDIÇÕES DE FLUÊNCIA

Para as provas mecânicas de fluência em amostras metálicas finas utilizou-se:

- Dispositivo para a realização de medições mecânicas denominado Coluna de Fluência.

- Amplificador linear, modelo MBS5207 da Elan, acoplado ao sensor de deslocamento indutivo tipo LVDT (Linear Variable Differential Transducer), modelo W10K da Hottinger Baldwin Messtechnik GMBH.

- Sistema de vácuo com possibilidade de atingir até a pressão de 10^{-7} Torr, modelo 100-300M da Edwards.

- Estabilizador de tensão de 220V, modelo 300TR da Tec trol.

- Regulador de temperatura Programável, tipo RT3000 da Setaram.

- Registrador de dois canais, modelo 7100 da Hewlett - Packard.

- Multímetro digital Hewlett-Packard, modelo 3465B.

Para os testes de fluência em amostras metálicas finas foi utilizado um dispositivo denominado Coluna de Fluência, projetado e construído no Departamento de Estado Sólido, grupo de Provas Mecânicas sob Altas Doses de Irradiação do Centro de Pesquisas Nucleares de Jülich (KFA - Jülich), Alemanha, cujos elementos constituintes são mostrados esquematicamente na figura 24.

O sistema de suporte desse dispositivo é formado por duas varetas de sustentação dos demais elementos da coluna, construídos da liga Invar, as quais são soldadas a uma flange de alto vácuo. Esta flange possui conectores de saída para as conexões elétricas e para o sistema mecânico. A aplicação da carga mecânica na amostra realiza-se por meio de um sistema formado por uma mola, um vernier, que é o dispositivo de medida de deslocamento da mola, e varetas de conexão; uma que acopla o sistema mola-vernier ao suporte superior da amostra e outra que interliga a mola com o sistema que permite tensioná-la. O sistema que tensiona a mola e, portanto, que determina a carga aplicada na amostra, é formado por um suporte e uma roldana que regula o comprimento da vareta entre o suporte e a mola, determinando o grau de deformação da mola. A mobilidade desta vareta, sem que afete o ambiente interno da coluna, é possível devido a existência de um acoplamento sanfonado interligando esta à flange superior. O sistema de referência, que permite avaliar as deformações tanto da mola como da amostra, é formado por uma vareta da qual uma das extremidades é fixada no suporte inferior da amos-

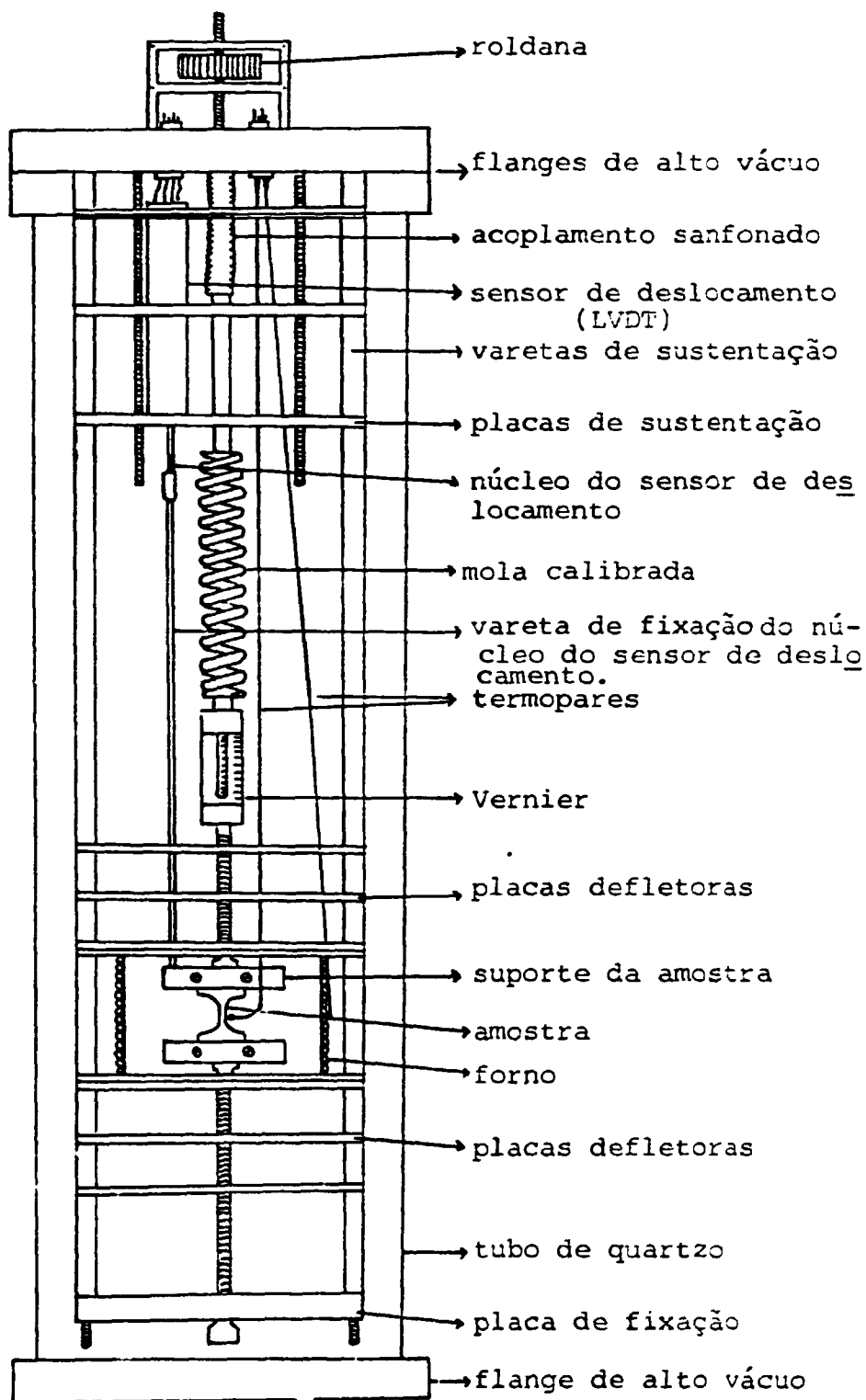


FIGURA 24. REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA COLUNA DE FLUÊNCIA.

tra e o outro extremo atravessa centralmente a placa fixada no final das varetas de suporte da coluna e cujo comprimento pode ser regulado utilizando-se uma roldana.

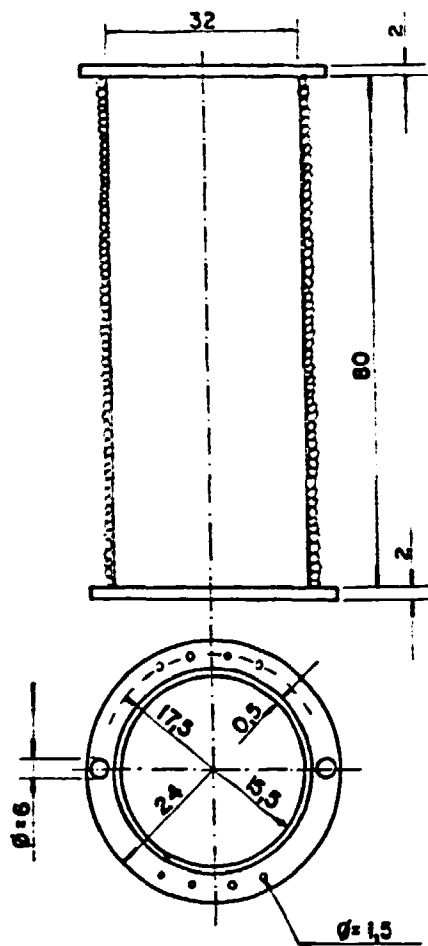
A deformação da amostra é monitorada por meio de um sensor indutivo de deslocamento do tipo LVDT (Linear Variable Differential Transducer). O corpo do sensor é fixado na parte superior da coluna mediante chapas de sustentação e o caroço magnético localiza-se dentro do corpo do sensor e é conectado ao suporte superior da amostra por meio de uma vareta fina de Invar. Uma deformação da amostra provoca um deslocamento do caroço dentro do corpo do sensor, o qual induz um sinal elétrico proporcional ao deslocamento ocorrido.

O sistema de aquecimento necessário nos testes de fluência em temperaturas altas, consta de um forno elétrico miniaturizado, de um dispositivo de regulagem e de termopares.

O forno elétrico é constituído de um tubo cilíndrico de aço inoxidável com parede de 0,5 mm de espessura, no qual se encontra enrolado o elemento aquecedor. As dimensões e geometria deste forno são mostradas nas figuras 25 e 26. Este forno foi projetado e construído na Divisão de Danos de Radiação (TFD) do IPEN-CNEN/SP, com as dimensões que permitissem inseri-lo na coluna de fluência e atingir temperaturas na faixa requerida nos testes (700°C).

O elemento aquecedor é uma resistência do tipo Thermocoax, formado por um fio central da liga Ni-Cr 80/20 com um isolamento de Óxido de Magnésio e recoberto com uma capa de Inconel.

A figura 27 mostra esquematicamente uma seção do elemento aquecedor.



Dimensões em : mm
 Espessura da parede : 0,5 mm

FIGURA 25. DIMENSÕES E GEOMETRIA DO FORNO ELÉTRICO.

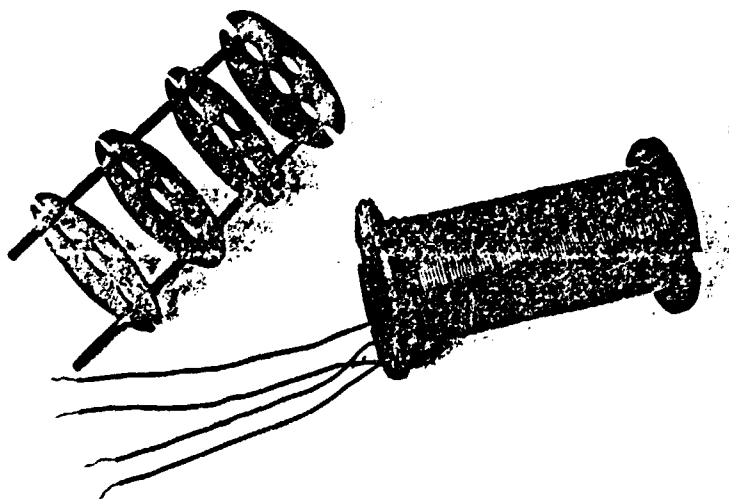


FIGURA 26. FORNO ELÉTRICO E PLACAS DEFLETORAS.

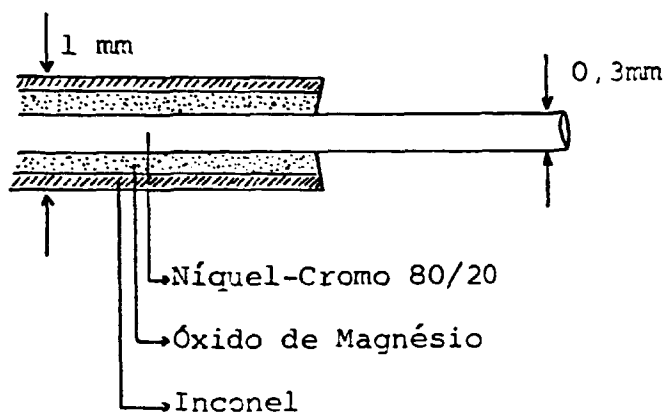


FIGURA 27.1 SECÇÃO DO ELEMENTO AQUECEDOR.

Para se obter uma temperatura constante, necessária aos testes de fluência, utilizou-se um regulador de temperatura programável que permitiu realizar aquecimentos lineares da temperatura ambiente até a temperatura de teste e manter esta temperatura com uma variação de $\pm 1^\circ\text{C}$ durante todo o experimento. Como sensores térmicos foram utilizados termopares de NiCr - Ni. O termopar que monitora a temperatura da amostra é isolado com um encapamento de fibra de vidro em uma das extremidades (ponta quente) e colocado na região central em contato com a amostra, enquanto que o termopar utilizado na regulação, também com isolamento de fibra de vidro, é fixado na parte central e externa do forno. A estabilidade da temperatura durante operação foi otimizada utilizando-se um jogo de placas defletoras colocadas em ambos os extremos do forno elétrico e com isolamento térmico externo à coluna.

Todos os elementos da coluna são inseridos em um tubo de quartzo de 90 cm de comprimento e 57 mm de diâmetro externo, com parede de 2,5 mm de espessura. Esse tubo contém,

acopladas em suas extremidades, flanges de alto vácuo, as quais permitem: superiormente, interligar este à flange que sustenta os elementos da coluna e, inferiormente, o acoplamento ao sistema de vácuo. O sistema total formado pelos elementos da coluna e o tubo de quartzo que os contém é denominado Coluna de Fluência.

Nas condições operacionais dessa coluna, a estabilidade da temperatura interna é otimizada isolando-se externamente o tubo de quartzo, na região do forno elétrico, com um revestimento de amianto e folhas de Alumínio.

II.1.2. DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO

O dispositivo utilizado para a irradiação com nêutrons das amostras metálicas finas é o mesmo usado em trabalhos prévios^(21,30,31) realizados na Divisão de Danos de Radiação (TFD) do IPEN - CNEN/SP. Os componentes principais deste dispositivo e a maneira como este é colocado na posição de irradiação no reator IEA-R1 são mostrados esquematicamente na figura 28.

O sistema de irradiação é formado por um tubo cilíndrico de Alumínio fechado em sua extremidade inferior, possuindo na parte superior um cabeçal no qual está inserido um tubo flexível, que permite acoplá-lo a um sistema de fixação mecânica e colocá-lo na posição de irradiação no caroço do reator.

As amostras a serem irradiadas são colocadas dentro do tubo de irradiação, na altura do plano médio do caroço do reator, suspensas por um suporte. Na figura 29 podem ser vistos detalhes do dispositivo de irradiação.

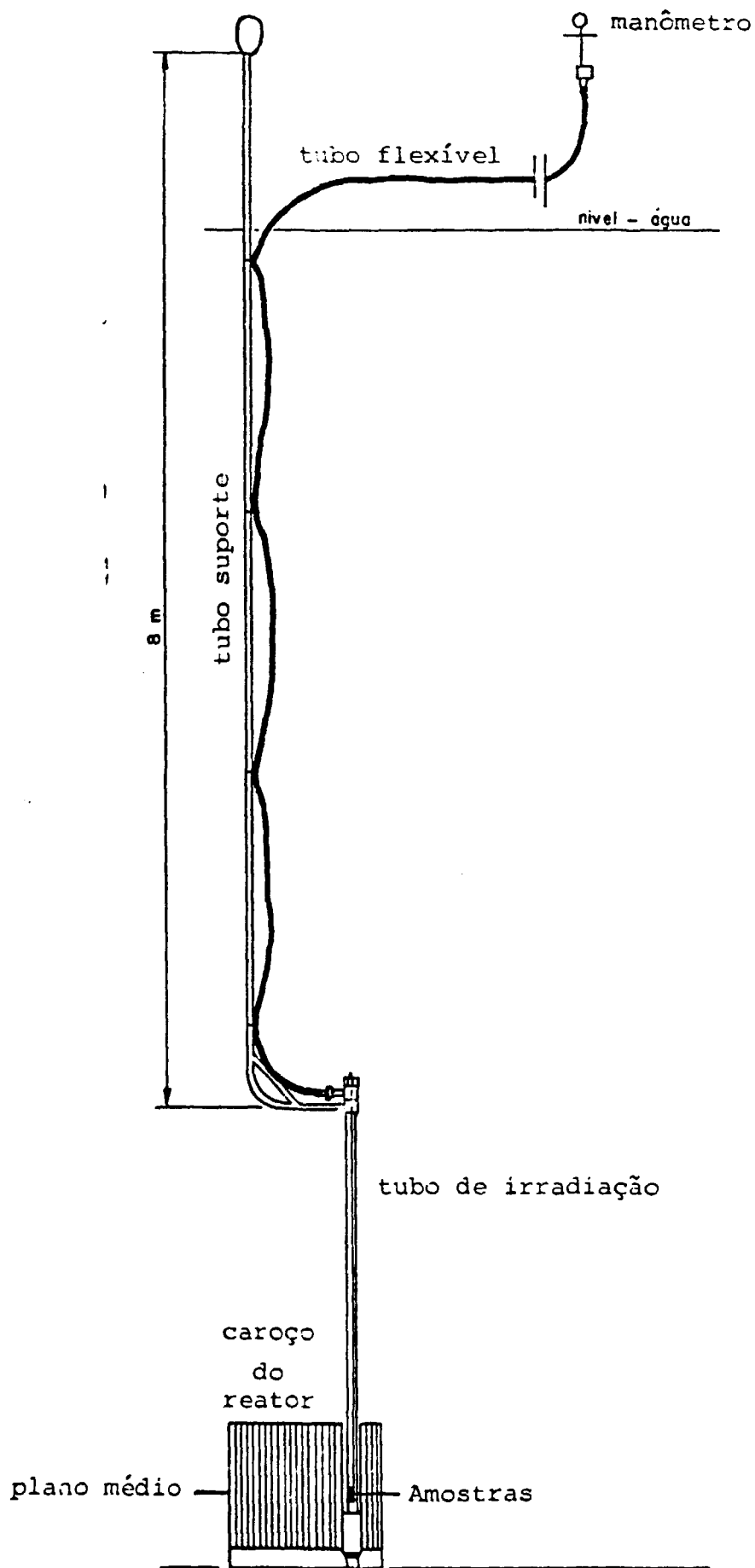
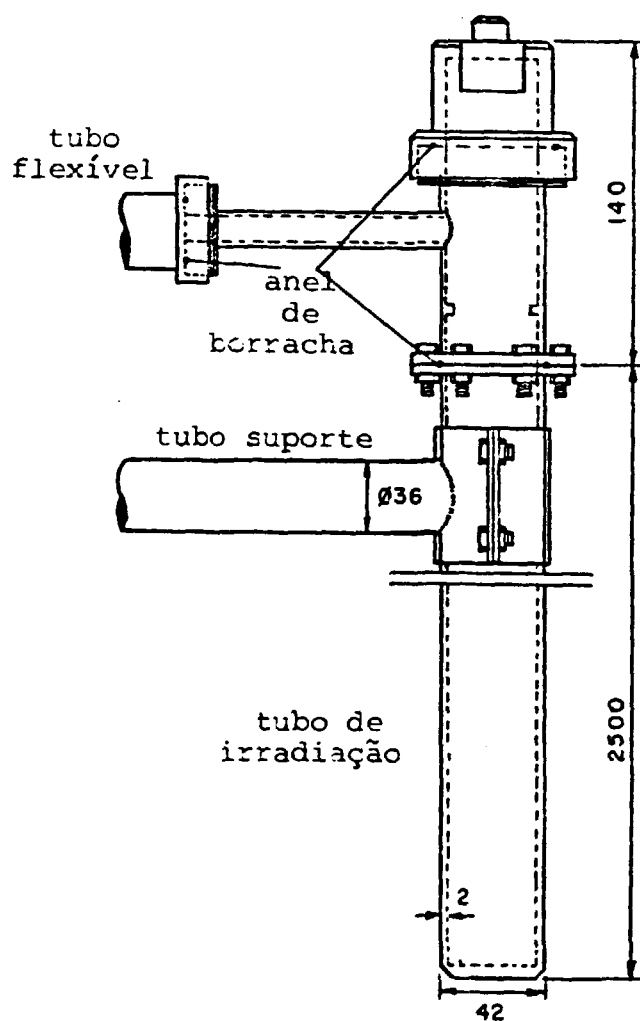


FIGURA 28. MONTAGEM DO DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO DENTRO DO CAROÇO DO REATOR IEA-R1.



dimensões em mm

FIGURA 29. DETALHE DO DISPOSITIVO DE IRRADIAÇÃO COM NÊUTRONS, MOSTRANDO O TUBO-SUPORTE E AS FLANGES PARA AS CONEXÕES ELÉTRICAS E ATMOSFERA CONTROLADA.

O tubo flexível é de borracha sintética com um revestimento de malha de aço, possuindo uma extremidade aco-

plada ao tubo de irradiação e a outra, em um conector múltiplo em forma de T, conforme consta da figura 30.

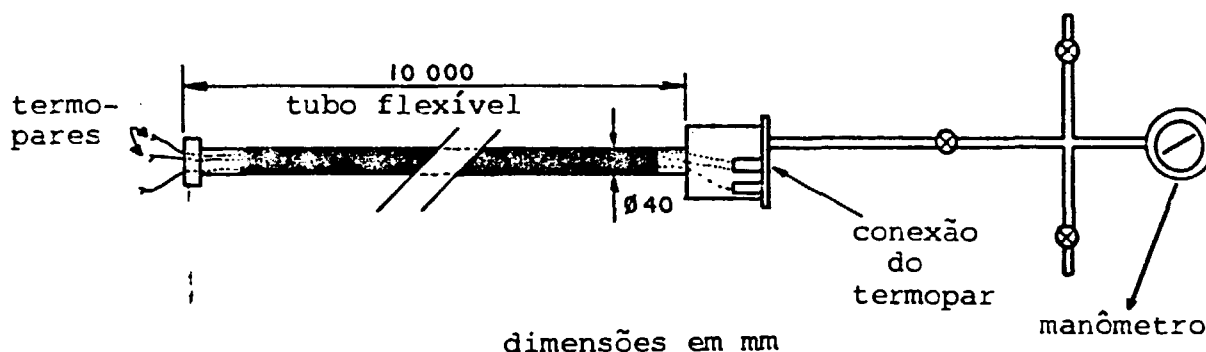


FIGURA 30. TUBO FLEXÍVEL, COM SEUS ACOPLAMENTOS.

Pelo conector em forma de T, e através do tubo flexível, é possível modificar as condições ambientais na qual se realiza a irradiação das amostras, injetando-se gases como Hélio ou Argônio ou evacuando-se o sistema. A monitoração da temperatura de irradiação (aquecimento Gama) é feita utilizando-se termopares de NiCr - Ni.

II.1.3. DISPOSITIVO PARA IMPLANTAR PARTÍCULAS ALFA

O gás Hélio é introduzido nas amostras de aço inoxidável por meio da técnica de implantação de partículas Alfa utilizando-se o ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP. Na figura 31 é mostrada uma representação esquemática do arranjo experimental usado para implantar Hélio em amostras finas de aço inoxidável.

vel a serem utilizadas em testes de fluência após implantação e adicionalmente são apresentados alguns valores típicos de uma implantação nesse material.

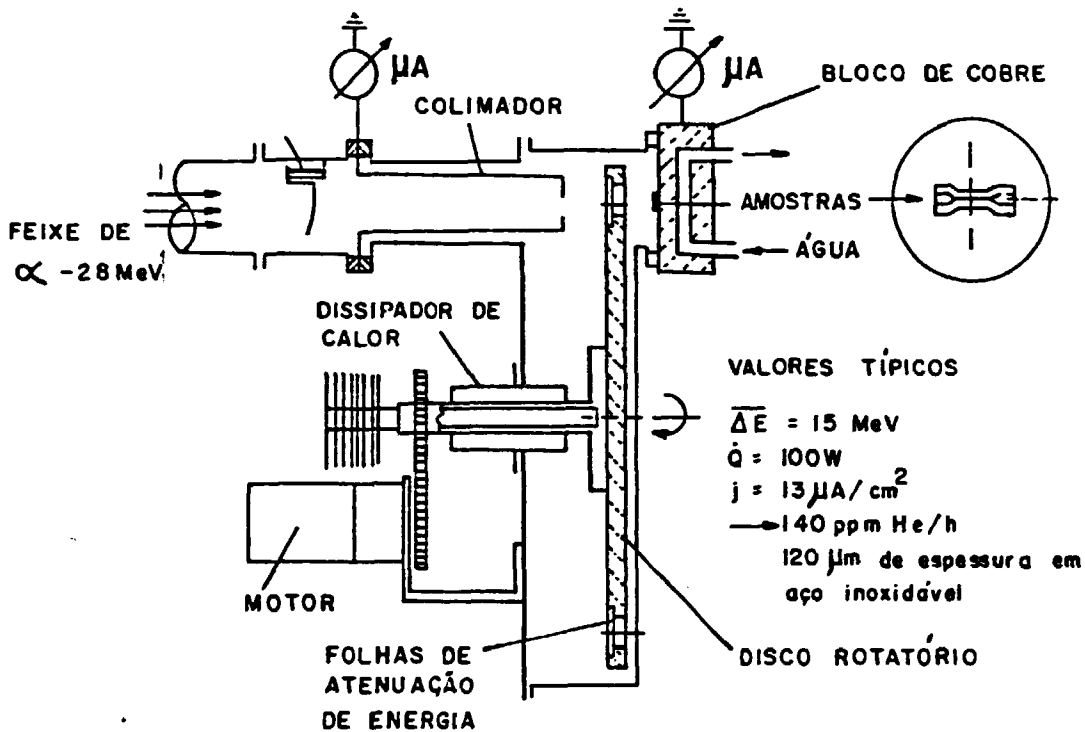


FIGURA 31. ARRANJO EXPERIMENTAL PARA A IMPLANTAÇÃO DE HÉLIO EM AMOSTRAS FINAS.

Na figura 32 são mostradas esquematicamente, os elementos principais do dispositivo de implantação, o qual é constituído por uma janela de colimação do feixe, construída de Alumínio e refrigerada com água, que torna possível delimitar a área a ser irradiada. Um elemento importante desse dispositivo é o atenuador de energia, que permite obter uma distribuição homogênea do Hélio em todo o volume da amostra. Este é composto por 24 folhas de Alumínio com espessuras que variam entre 100 a 300 μm para o caso de implantar amostras de aço inoxidável com 100

μm de espessura. As folhas de Alumínio são fixadas em um disco rotatório, também de Alumínio, impulsionado por um motor e acoplado a um dispositivo que permite dissipar o calor do sistema de atenuação de energia. Outro constituinte importante do dispositivo de implantação é o suporte de amostras, o qual é formado por um bloco de Cobre refrigerado com água, que permite a realização de implantações em temperatura ambiente. As amostras a serem implantadas são soldadas com Índio no bloco de Cobre na direção da linha do feixe. O Índio fornece estabilidade mecânica às amostras e um bom contato térmico entre as amostras e o bloco para uma eficiente dissipação térmica durante a irradiação.

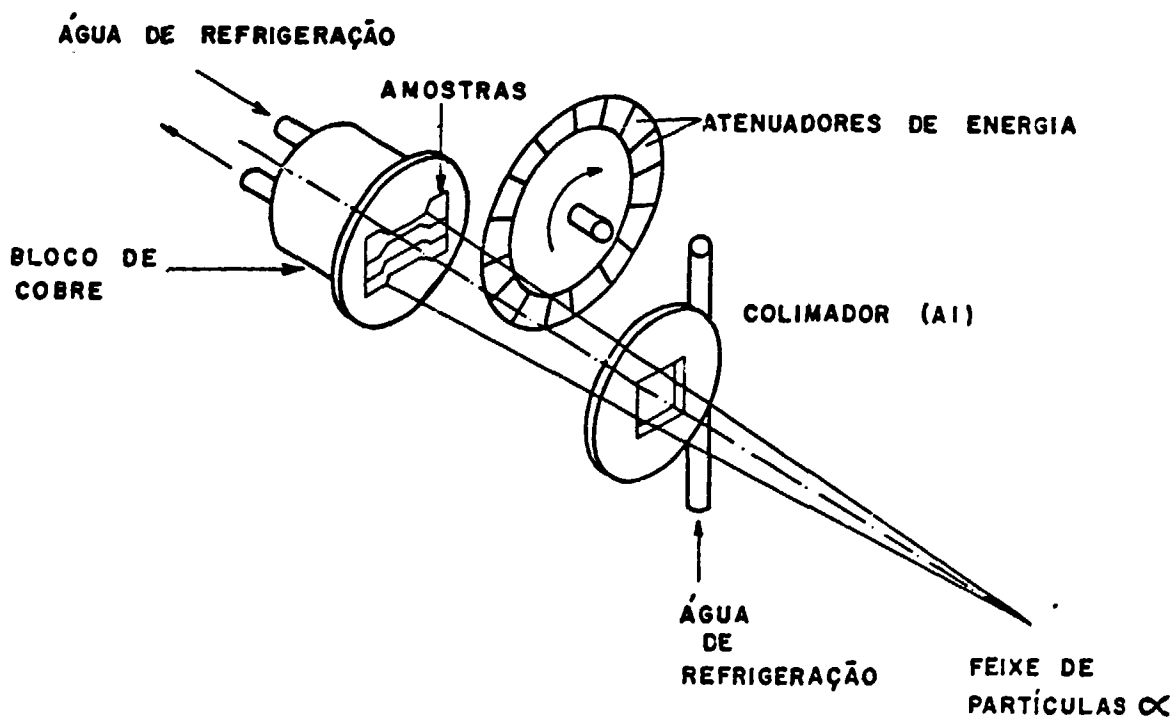


FIGURA 32. REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO DISPOSITIVO PARA IMPLANTAR HÉLIO.

II.2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

II.2.1. AMOSTRAS UTILIZADAS

Os aços inoxidáveis austeníticos são amplamente utilizados na tecnologia nuclear devido às suas propriedades de resistência à corrosão, resistência mecânica em altas temperaturas e estabilidade em longos tempos de operação. Os aços do tipo 316 são freqüentemente utilizados como materiais estruturais e de revestimento em reatores de potência. Dada a sua importância tecnológica, no presente trabalho são estudadas amostras de aço inoxidável austenítico do tipo 316, da firma Hamilton, fornecidas pelo KFA-Jülich. Na tabela 1 é dada a composição química destas amostras.

TABELA 1

COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO TIPO 316.

| Ni | Cr | Mo | Mn | Si | C | S | P | Fe |
|-------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|------------------|
| 11,43 | 17,35 | 2,24 | 0,89 | 0,54 | 0,048 | 0,019 | 0,031 | completa 100% |

% em peso

O material original foi cortado em chapas e laminado até uma espessura de aproximadamente $200\ \mu\text{m}$, seguido de um recozimento a $1050\ ^\circ\text{C}$ durante 1 hora em vácuo menor que 10^{-5} Torr. Este material recozido foi trefilado até serem obtidas folhas com espessura final de $100\ \mu\text{m}$, atingindo assim 50% de redução. Amostras com a geometria e dimensões mostradas na figura 33 foram cortadas por eletroerosão.

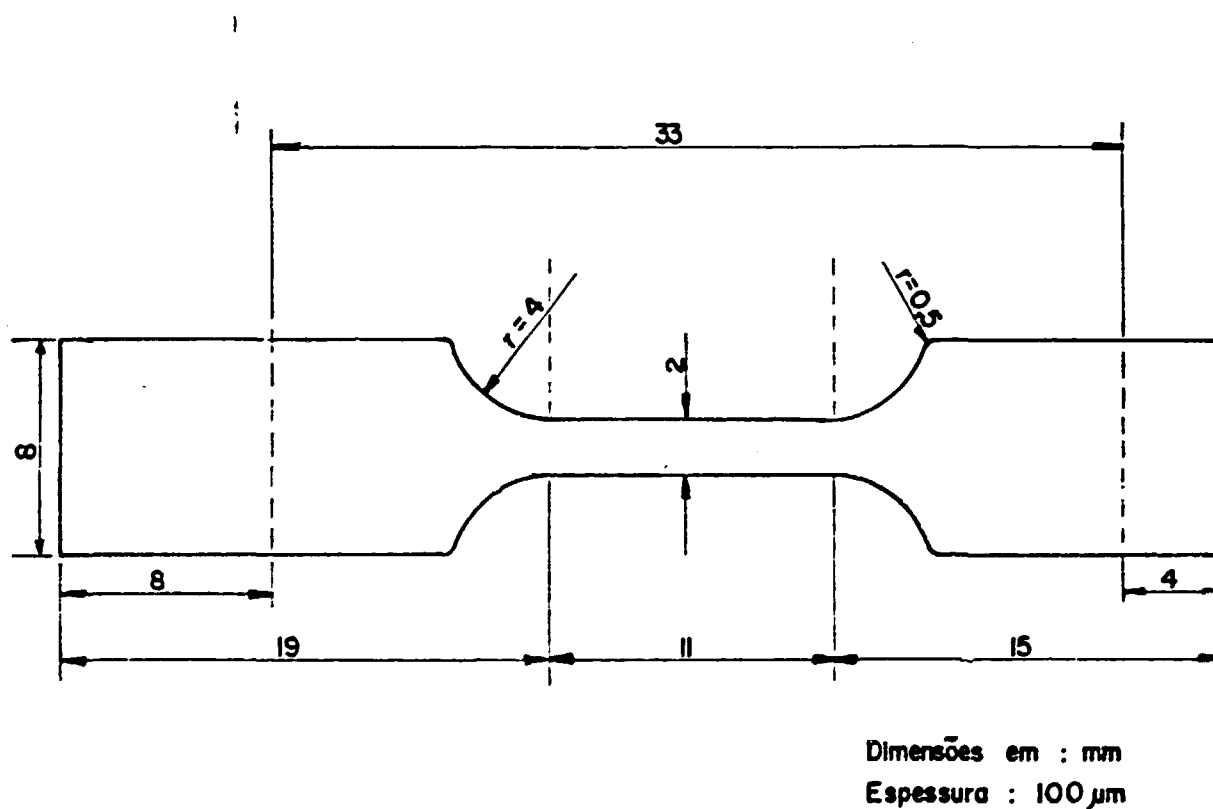


FIGURA 33. FORMA E DIMENSÕES DAS AMOSTRAS DE AÇO INOXIDÁVEL TIPO 316 COM 50% DE REDUÇÃO A FRIO.

II.2.2. IRRADIAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras de aço inoxidável tipo 316 foram irradiadas com nêutrons rápidos de energia $E \approx 1$ MeV no reator IEA-R1 do IPEN-CNEN/SP. Esta irradiação foi realizada durante 48 horas, a uma temperatura média de 87°C devida ao aquecimento Gama, em vácuo de 10^{-2} Torr, totalizando um fluxo integrado de $8,6 \cdot 10^{17}$ n/cm².

Um conjunto de 10 amostras foi colocado em um suporte composto por duas placas de Alumínio. A disposição das amostras no suporte é mostrado esquematicamente na figura 34. O suporte foi fixado em uma vareta de Alumínio e introduzido no tubo de irradiação, numa posição tal que o plano médio das amostras coincida com o plano médio horizontal do caroço do reator. A posição ocupada pelo dispositivo de irradiação no caroço do reator é identificada pelo número 36 e está esquematizada na figura 35. A temperatura de irradiação devida ao aquecimento produzido pela radiação Gama (γ -heating) foi monitorada com um termopar fixado dentro do suporte, junto às amostras.

Após o período de irradiação, a maior parte do decaimento radioativo das amostras ocorreu dentro do dispositivo de irradiação imerso na piscina do reator. Posteriormente ao decaimento das amostras, até estas atingirem níveis permissíveis para a sua manipulação, foram iniciados os testes de fluência.

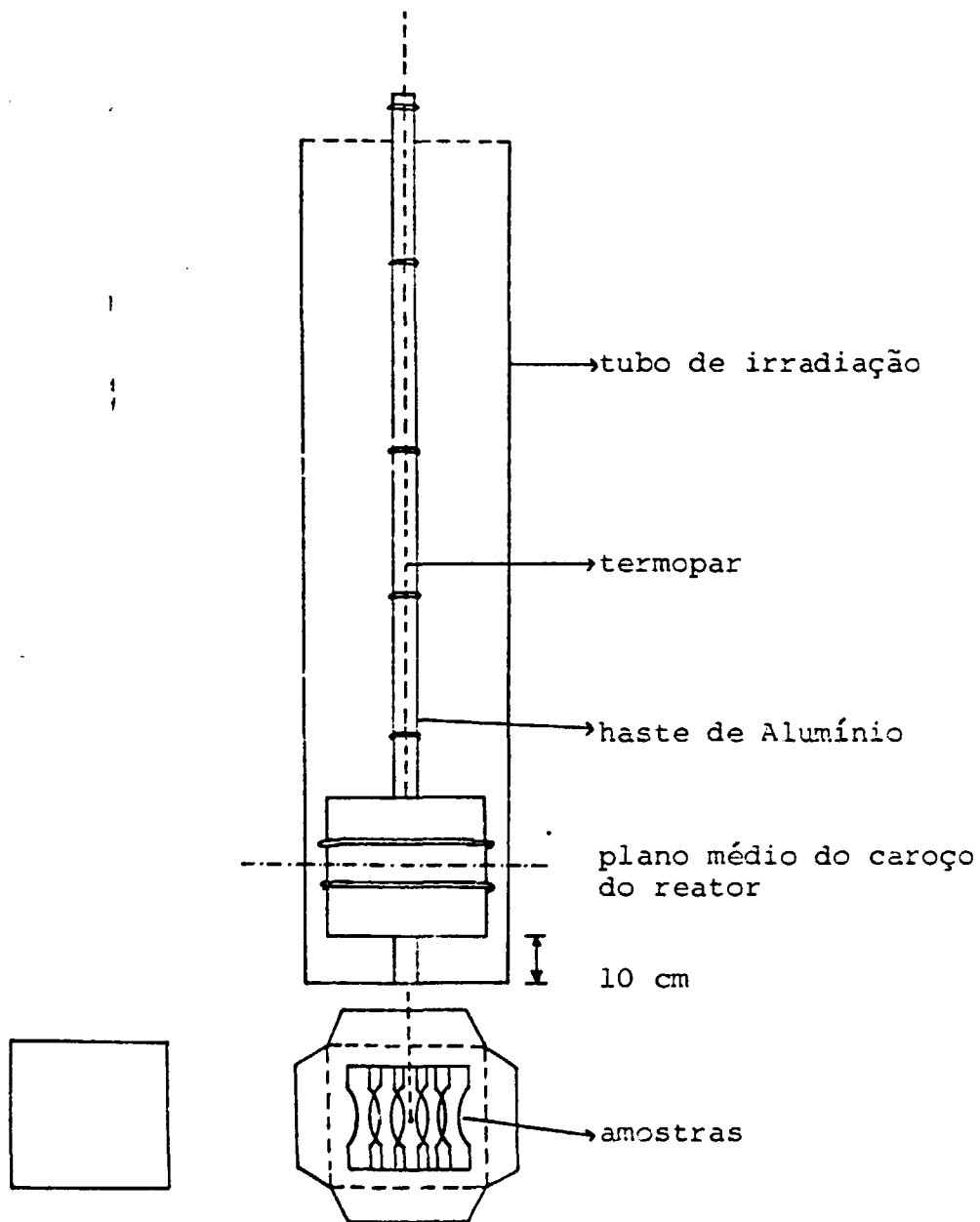
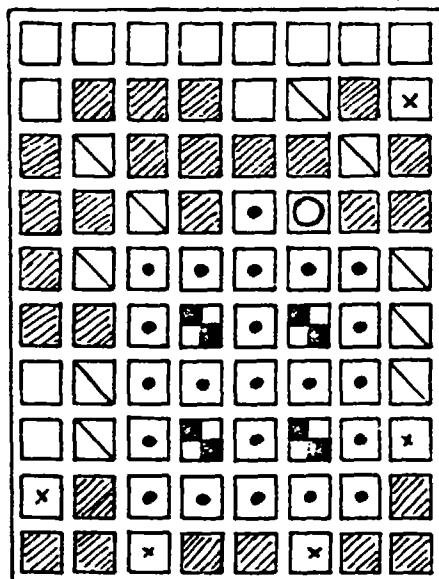


FIGURA 34. SUPORTE DE AMOSTRAS PARA IRRADIAÇÃO NO REATOR IEA-R1.



- ◉ Combustível
- ▨ Refletor
- ⊠ Barras de segurança
- ▧ Posições para irradiação
- ⊗ Instrumentação
- ⊙ GRESIL-2 - Posição nº36
(posição de irradiação)

FIGURA 35. POSIÇÃO DE IRRADIAÇÃO NO REATOR IEA-R1.

II.2.3. IMPLANTAÇÃO DAS AMOSTRAS COM PARTÍCULAS ALFA

As implantações do Hélio nas amostras de aço inoxidável foram realizadas utilizando-se um feixe de partículas Alfa de 28 MeV do ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP. Duas amostras

por vez foram fixadas com Índio no porta-alvo e implantadas simultaneamente em temperatura ambiente e em vácuo de aproximadamente 10^{-5} Torr. As amostras foram irradiadas com uma corrente média de $0,8 \text{ A/cm}^2$, das quais 6 amostras com um tempo de irradiação de 05 hora e outras 6 amostras durante 3 horas, atingindo concentrações de 5 appm e de 26 appm de Hélio nas amostras, respectivamente.

O controle da homogeneidade do Hélio implantado foi realizado utilizando-se filmes fotográficos.

II.2.4. MONTAGEM DAS AMOSTRAS PARA OS TESTES DE FLUÊNCIA

A montagem de amostras finas, tanto as irradiadas como as não irradiadas, em seu suporte é realizada utilizando-se um dispositivo de montagem, o qual é mostrado na figura 36.

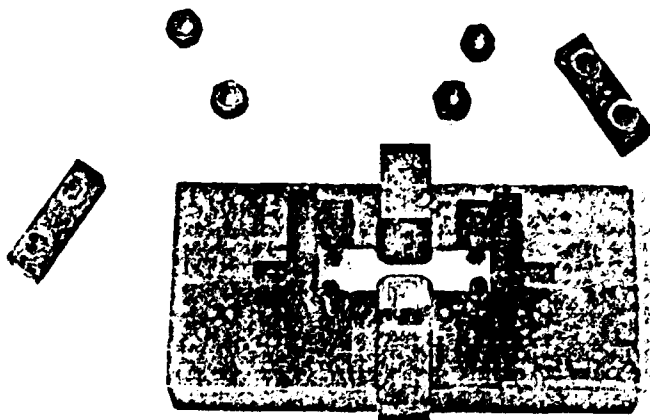


FIGURA 36. DISPOSITIVO DE MONTAGEM E O SUPORTE DE AMOSTRAS.

Este dispositivo permitiu a realização da montagem com menores riscos de deformar a amostra e tornou possível o alinhamento da amostra em seu suporte, de maneira que o eixo longitudinal desta coincidia com o eixo do sistema de aplicação da tensão em testes uniaxiais.

O suporte da amostra é feito de liga Invar e é formado por duas peças que prendem, entre elas, cada extremidade da amostra. Após a montagem da amostra em seu suporte, eram colocados dois protetores laterais que forneciam estabilidade mecânica ao conjunto e permitiam o transporte e a sua montagem na coluna de fluência. Na figura 37 é mostrada, esquematicamente, a disposição final das amostras após a montagem.

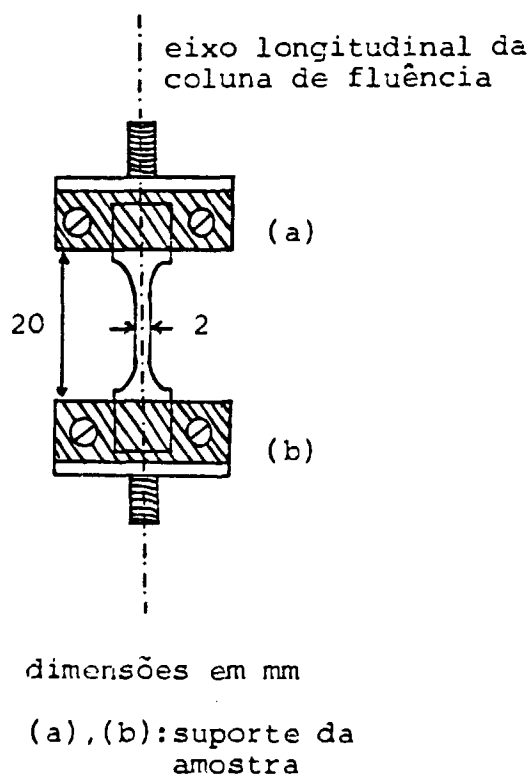


FIGURA 37. DISPOSIÇÃO FINAL DA AMOSTRA EM SEU SUPORTE.

No caso de amostras implantadas com partículas Alfa foram necessários somente alguns dias para atingirem os níveis permissíveis de radioatividade e serem manipuladas. Para as amostras irradiadas com nêutrons, as quais possuíam alta atividade e necessitavam de um intervalo de tempo maior de decaimento, foi necessário construir uma câmara de proteção, formada por paredes de tijolos de chumbo e um visor de vidro de chumbo usado na manipulação de material radioativo, como mostra a figura 38. A montagem dessas amostras em seu suporte foram realizadas no interior dessa câmara, seguindo os procedimentos estabelecidos pelo serviço de proteção radiológica.

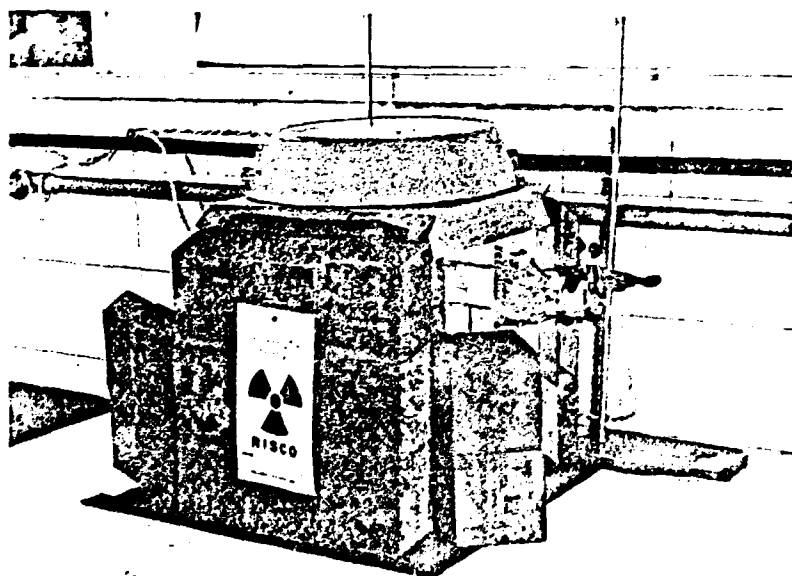


FIGURA 38. CÂMARA DE CHUMBO COM VISOR.

II.2.5. CALIBRAÇÃO DA MOLA E DO SENSOR INDUTIVO DE DESLOCAMENTO

Nas condições de vácuo em que normalmente a coluna de fluência opera e principalmente devido a secção transversal reduzida das amostras utilizadas ($2,0 \times 0,1$) mm², são necessárias somente cargas de 2 a 6 Kgf para se atingir tensões de 10 a 30 Kgf/mm² (100 a 300 MPa), intervalo este de tensão frequentemente utilizado na pesquisa de materiais. Estas cargas são fornecidas por molas, as quais foram projetadas considerando-se dois aspectos: um que ela forneça a força necessária para o teste e o outro, que ao mesmo tempo mantenha a tensão constante durante todo o experimento de fluência. As condições dimensionais que a mola deve satisfazer para fornecer tensão constante em um teste de fluência são dadas no apêndice 1.

As molas são calibradas utilizando-se pesos aferidos e um vernier com precisão de décimos de milímetro. As curvas de calibração obtidas são mostradas na figura 39, cujos valores foram ajustados pelo método dos mínimos quadrados, o que nos permitiu determinar as constantes das molas, as quais são: para a mola número 2 de 468 gf/mm, e para a mola número 5 de 319 gf/mm.

Para a calibração do sensor de deslocamento indutivo tipo LVDT, utilizou-se o amplificador linear MBS 5207 e um micrômetro que permite medir deslocamentos do sistema mecânico do sensor com uma precisão da ordem de microns. As respostas elétricas correspondentes a esses deslocamentos foram ampliadas linearmente e quantificadas digitalmente em um multímetro. A curva de calibração do sensor utilizado é mostrada na figura 40. Os valores da calibração foram ajustados pelo método dos mínimos quadrados, obtendo-se o fator de amplificação de 218 mV/mm.

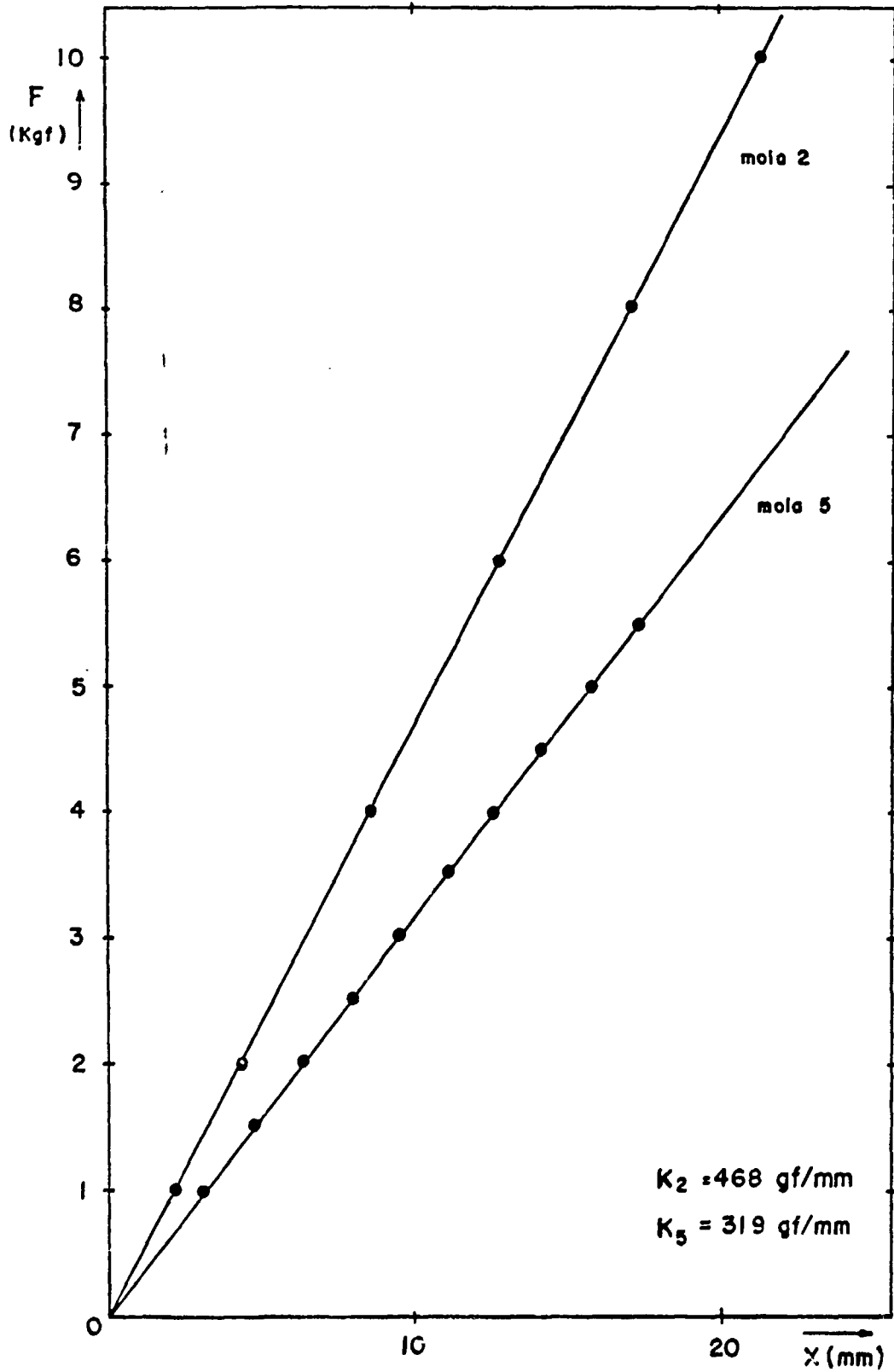


FIGURA 39. CURVAS DE CALIBRAÇÃO DAS MOLAS.

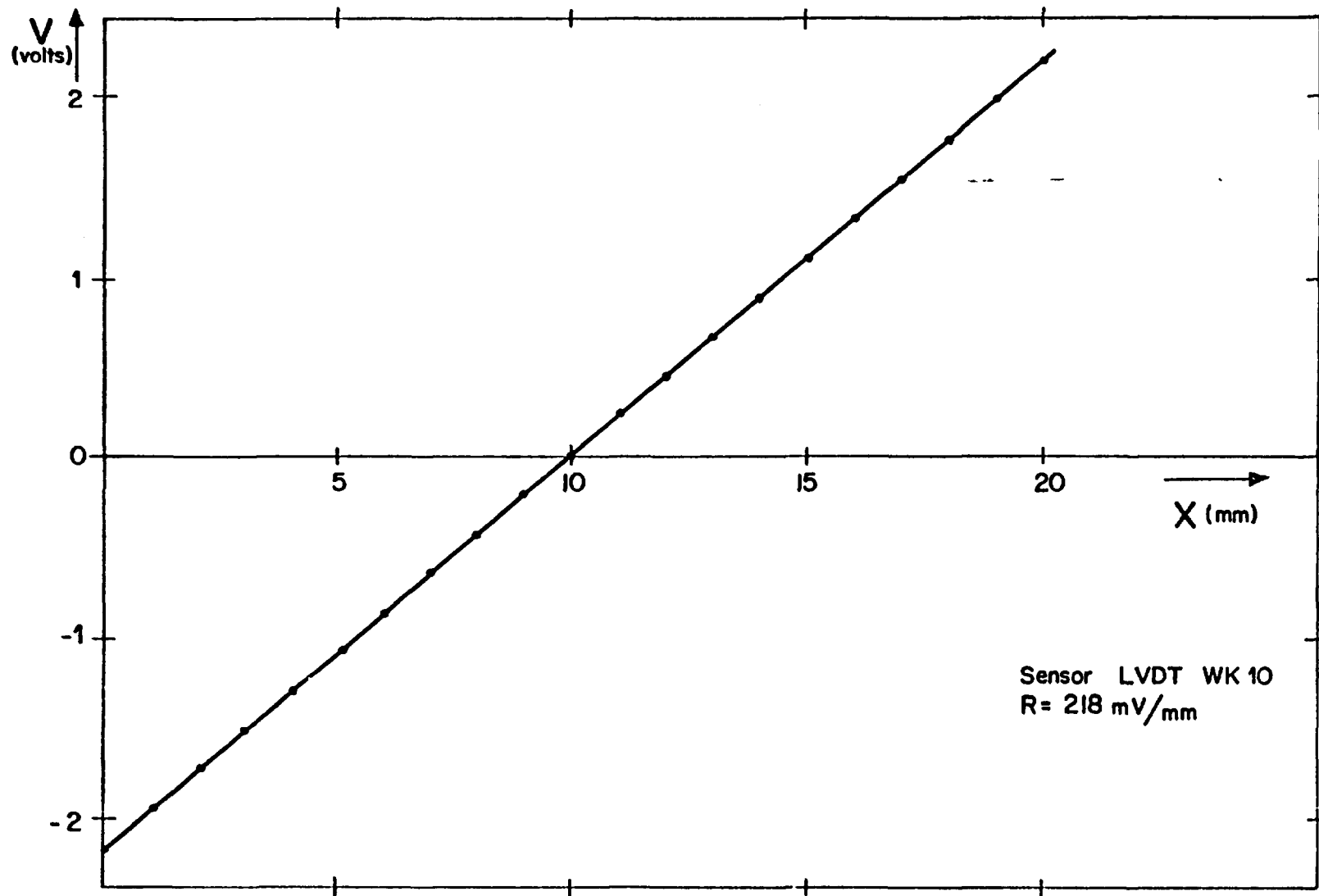


FIGURA 40. CURVA DE CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE DESLOCAMENTO.

II.2.6. DETERMINAÇÃO DO PERFIL TÉRMICO DO FORNO

Os testes de fluência são realizados em condições de temperatura constante. Nos experimentos realizados, esta condição foi atingida utilizando-se um forno elétrico com uma geometria que fornece uma temperatura constante ao longo de todo o comprimento da amostra. A eficiência e o perfil térmico do forno elétrico foram determinados em testes preliminares. O perfil térmico foi levantado usando-se um conjunto de termopares, cujos terminais (pontas quentes) foram fixados simetricamente em relação ao plano médio, sobre o eixo longitudinal do forno. Na figura 41 pode ser visto o perfil térmico do forno. Observa-se que a variação da temperatura é de $\pm 2^\circ\text{C}$ numa faixa de 20 mm da parte central do forno.

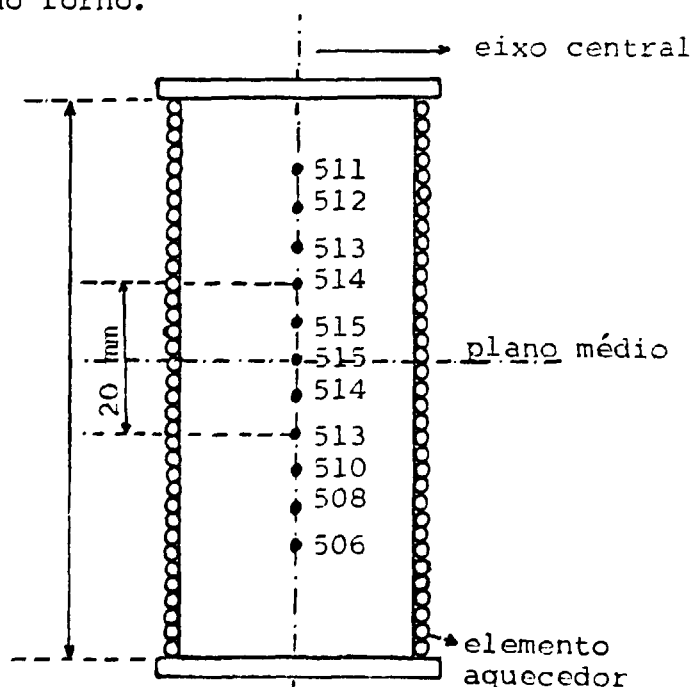


FIGURA 41. PERFIL TÉRMICO DO FORNO.

II.2.7. PROCEDIMENTOS PARA OS TESTES DE FLUÊNCIA

Antes dos testes de fluência eram realizadas as seguintes operações:

- controle do isolamento elétrico do forno e dos termopares e posicionamento destes em relação a amostra,
- controle do funcionamento do sensor de deslocamento indutivo na taxa adequada para as medidas de fluência e
- controle do sistema de fixação mecânica dos diversos elementos integrantes da coluna de fluência.

Todos os testes de fluência foram realizados em vácuo menor que 10^{-5} Torr. Este vácuo foi atingido no tempo aproximado de duas horas, usando-se um sistema de alto vácuo.

O aumento de temperatura de cada amostra foi feito de forma linear, de modo que a temperatura de teste era atingida em 1 hora. Foi possível a realização desse procedimento devido a utilização de um programador de temperatura. Após ser atingida a temperatura de medida de fluência e antes de ser aplicada a carga na amostra, a região aquecida era mantida nessa temperatura durante 20 minutos para garantir a estabilização térmica do conjunto. A aplicação da carga na amostra efetuou-se por meio do sistema tensivo da coluna de fluência e a deformação da amostra foi monitorada pelo sensor indutivo de deslocamento. Durante os testes de fluência, os valores da deformação e a temperatura da amostra foram registrados em um registrador de dois canais. Paralela-

mente, leituras diretas dos valores desses parâmetros foram feitas, utilizando-se um multímetro digital.

O procedimento para os testes de fluência em amostras irradiadas com nêutrons foram similares aos utilizados em amostras não irradiadas e as implantadas com partículas α , com a diferença de que para as primeiras foram necessárias algumas medidas de segurança e de proteção radiológica. Para isto, construiu-se uma estrutura de blindagem ao redor da coluna com tijolos de concreto e de chumbo e aço, como mostra a figura 42.

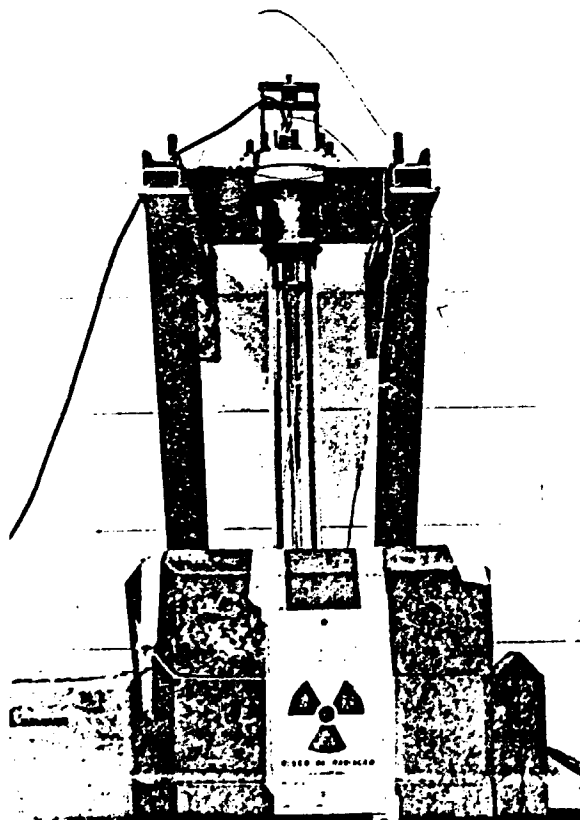
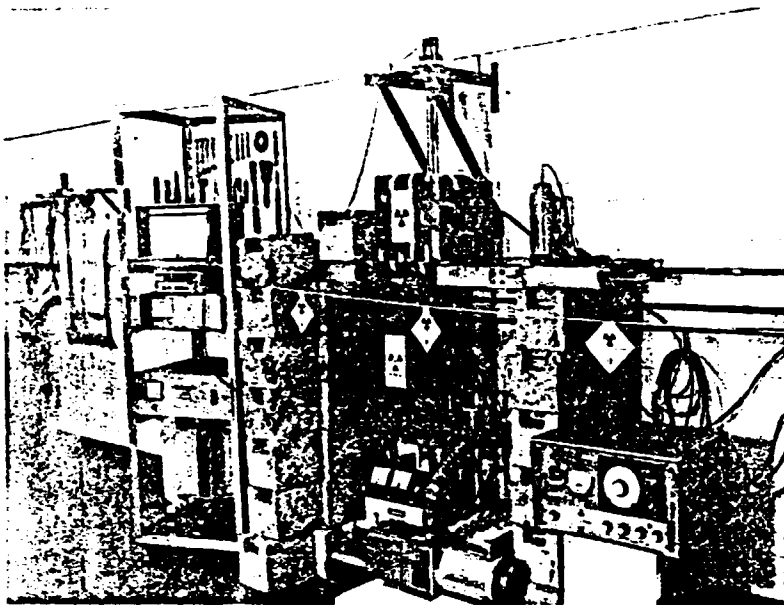


FIGURA 42. PROTEÇÕES DE TIJOLOS DE CONCRETO E DE CHUMBO UTILIZADAS DURANTE OS TESTES DE FLUÊNCIA EM AMOSTRAS IRRADIADAS COM NÉUTRONS.

II.2.8. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA OBSERVAÇÕES METALOGRAFICAS E DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

Para as observações metalográficas ao longo da espessura das amostras, chapinhas do material de $(10 \times 0,1) \text{ mm}^2$ foram embutidas em resina acrílica e a seguir passadas em lixas de SiC na seguinte seqüência granulométrica: 180, 240, 320, 400 e 600. A seguir, foi feito polimento com Óxido de Cromo contendo partículas de $1 \mu\text{m}$, com Alumina de $0,3 \mu\text{m}$ e finalmente com Alumina de $0,05 \mu\text{m}$, todas em suspensão aquosa. Terminado o processo de polimento, as amostras foram lavadas com água destilada, álcool e secadas com ar quente.

Devido ao alto grau de deformação plástica do material, os delineamentos dos contornos de grãos nas amostras foram realizados usando-se técnicas eletrolíticas. A solução utilizada continha: 60% de HNO_3 e 40% de água destilada. O processo eletrolítico foi realizado com 2 V de tensão e 4 A de corrente durante 27 segundos.

O preparo das amostras para as observações com microscópio eletrônico de transmissão foi realizado efetuando-se um polimento eletrolítico a jato. A solução usada foi 80% de Ácido Perclórico e 20% de Metanol, com 15 V de tensão e 200 mA de corrente a uma temperatura de $\sim 0^\circ\text{C}$.

CAPÍTULO III

RESULTADOS OBTIDOS

III.1. MICROESTRUTURA

As condições iniciais do aço inoxidável tipo 316 com 50% de redução a frio foram determinadas utilizando-se técnicas metalográficas e de microscopia eletrônica de transmissão.

Uma observação prévia da morfologia superficial das amostras mostra uma superfície brilhante, característica de materiais fortemente deformados.

Observações no microscópio óptico Zeiss, modelo POL III, foram realizadas ao longo da espessura das amostras (100 μm). Um exemplo de uma das zonas observadas é mostrado na figura 43. Observa-se que os grãos são alongados na direção de trefilação, evidenciando a morfologia de um material com alto grau de deformação plástica. Realizando-se as contagens do número de grãos contidos em diferentes posições da espessura das amostras, obteve-se em média 12 grãos, o que equivale a uma lar-

gura média em cada grão de aproximadamente 9 μm .



FIGURA 43. MORFOLOGIA GRANULOMÉTRICA DAS AMOSTRAS.

A microestrutura do material em condições iniciais é mostrada na figura 44, as quais foram observadas utilizando-se um microscópio eletrônico de transmissão de 200 KV, JEM-200C.

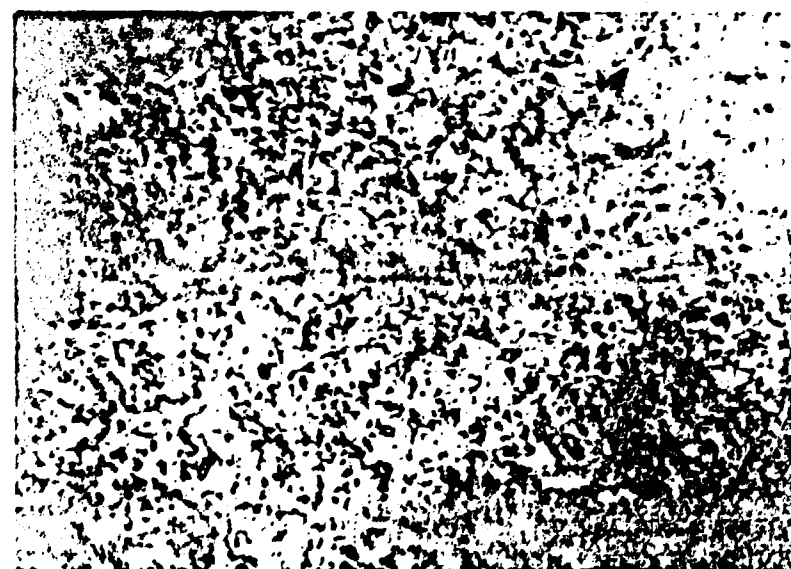
Na figura 44(a) observam-se grãos alongados e bem definidos devido ao processo de laminação a que foi submetido o material. Na figura 44(b) evidencia-se uma junção tripla de grãos bem definidos, zonas claras e escuras devido a problemas de contraste que é característica de materiais altamente deformados, não sendo ainda observados precipitados nos contornos de grãos. A figura 44(c) é uma vista ampliada de uma região do interior do grão, onde se observa uma alta densidade de discr-



(a)



(b)



(c)

FIGURA 44. MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL TIPO 316 COM 50% DE REDUÇÃO A FRIO.

dâncias, possíveis anéis de discordâncias e alguns precipitados. Em resumo, a microestrutura inicial do material é composta de grãos alongados, bem definidos, contendo uma alta densidade de discordâncias e precipitados em seu interior.

A microestrutura do material inicial irradiado com um fluxo integrado de $8,6 \cdot 10^{17}$ n/cm² de nêutrons rápidos é mostrada na figura 45.



(a)

5 μ m

(b)

0,5 μ m

FIGURA 45. MICROESTRUTURA DO MATERIAL, IRRADIADO COM NÊUTRONS RÁPIDOS.

Nesta figura observa-se basicamente uma microestrutura similar a do material não irradiado, isto é, presença de grãos alongados e zonas de grande contraste, características de materiais fortemente deformados. Um detalhe ampliado do interior de um grão, figura 45 (b), mostra que o efeito da irradiação manifesta-se microestruturalmente por um aumento no número de anéis de discordâncias e de precipitados.

III.2. TESTES DE FLUÊNCIA

Todos os testes de fluência foram realizados em vácuo de 10^{-5} Torr, numa gama de temperatura de 650 °C a 700 °C e tensões de 200 MPa e 300 MPa. Os parâmetros dos testes de fluência e os resultados representativos obtidos em uma série de experimentos realizados nas amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons e partículas Alfa são mostrados na tabela 2. Os valores das taxas de deformação média foram calculados utilizando-se a relação:

$$\langle \dot{\epsilon} \rangle = \frac{\text{deformação ao atingir a fratura}}{\text{intervalo de tempo até a fratura}} \quad (26)$$

Curvas representativas dos testes de fluência realizados em amostras em condições iniciais a diferentes temperaturas e tensões são mostradas nas figuras 46 e 47 e igualmente, na figura 48 são dadas as curvas de fluência obtidas nos testes realizados nas mesmas condições de temperatura e de tensão, em amostras irradiadas com nêutrons com um fluxo integrado

de $8,6 \cdot 10^{17}$ n/cm². As primeiras curvas obtidas em testes de fluência realizados em amostras implantadas com Hélio e testadas nas mesmas condições de temperatura e de tensão dos casos anteriores, são mostrados na figura 49.

TABELA 2

RESULTADOS DOS TESTES DE FLUÊNCIA.

| TESTES DE FLUÊNCIA | | | | | | |
|--------------------|----------|---------|-------------|---------------------------------------|-------------------------|--|
| PARÂMETROS | | | RESULTADOS | | | |
| Amostras | C_{He} | Tensão | Temperatura | Deformação para fratura: ϵ_t | Tempo de ruptura: t_r | Taxa de deformação média: $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ |
| Nº | (ppma) | (MPa) | (C) | (%) | (h) | (h ⁻¹) |
| 20 | -- | 200 ± 6 | 650 ± 2 | 12,2 ± 0,2 | 226,00 ± 0,01 | (5,40 ± 0,07).10 ⁻⁴ |
| 29 | -- | 200 ± 6 | 675 ± 2 | 19,5 ± 0,3 | 43,30 ± 0,01 | (4,49 ± 0,07).10 ⁻³ |
| 25 | -- | 200 ± 6 | 700 ± 2 | 25,6 ± 0,4 | 10,50 ± 0,01 | (2,44 ± 0,04).10 ⁻² |
| 5 | -- | 300 ± 9 | 650 ± 2 | 12,4 ± 0,2 | 74,50 ± 0,01 | (1,70 ± 0,03).10 ⁻³ |
| I-5 | -- | 200 ± 6 | 650 ± 2 | 11,6 ± 0,2 | 211,00 ± 0,01 | (5,50 ± 0,07).10 ⁻⁴ |
| I-2 | -- | 200 ± 6 | 675 ± 2 | 18,1 ± 0,2 | 42,20 ± 0,01 | (4,29 ± 0,05).10 ⁻³ |
| I-1 | -- | 200 ± 6 | 700 ± 2 | 20,5 ± 0,3 | 9,50 ± 0,01 | (2,20 ± 0,03).10 ⁻² |
| AI-4 | 05 | 200 ± 6 | 675 ± 2 | 2,00 ± 0,02 | 7,80 ± 0,01 | (2,62 ± 0,03).10 ⁻³ |
| AI-3 | 05 | 200 ± 6 | 700 ± 2 | 1,60 ± 0,02 | 1,00 ± 0,01 | (1,60 ± 0,02).10 ⁻² |
| AI-2 | 26 | 200 ± 6 | 675 ± 2 | 2,30 ± 0,02 | 8,60 ± 0,01 | (2,70 ± 0,03).10 ⁻³ |
| AI-1 | 26 | 200 ± 6 | 700 ± 2 | 0,20 ± 0,01 | 1,40 ± 0,01 | (1,40 ± 0,01).10 ⁻³ |

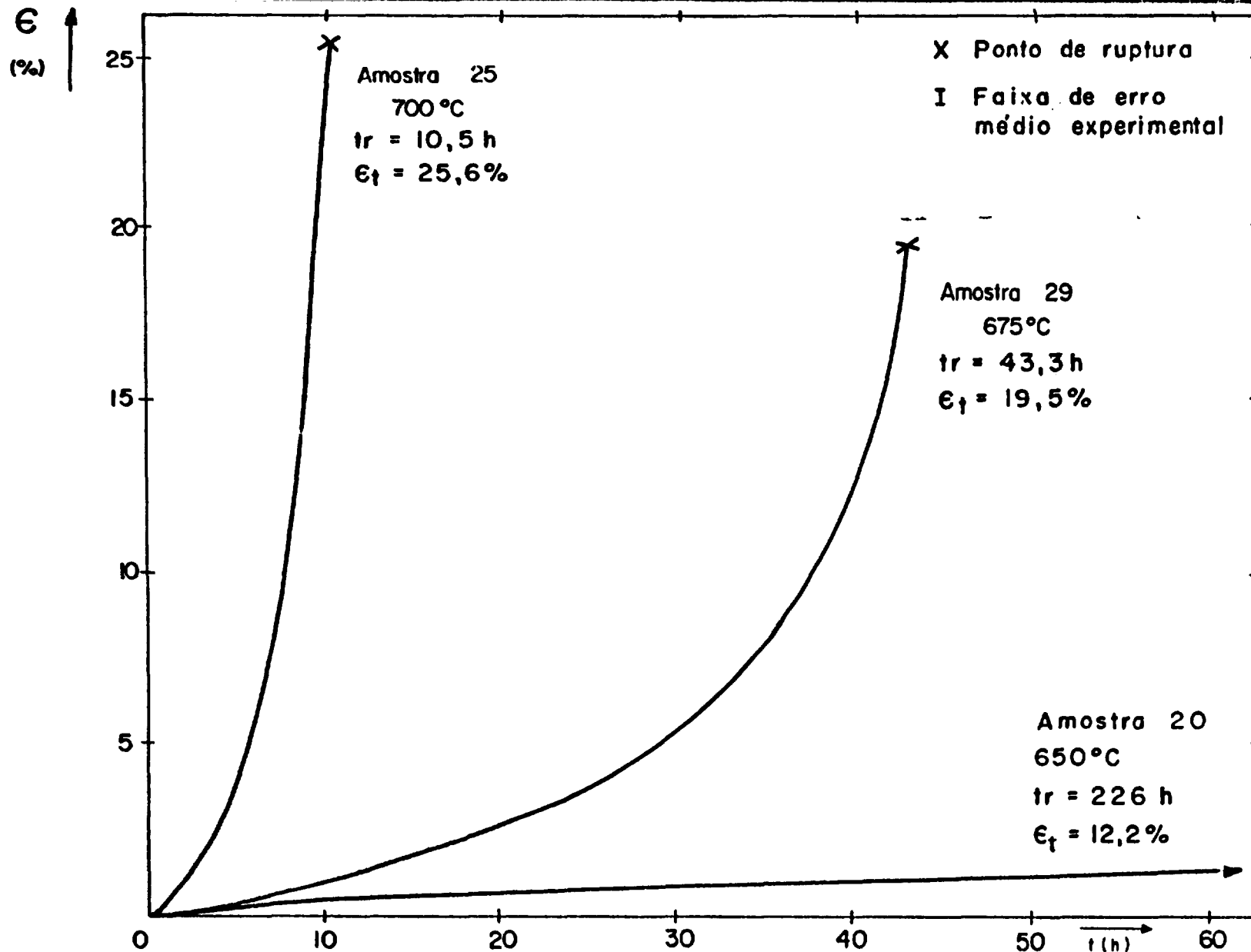


FIGURA 46. CURVAS DE FLUÊNCIA DE AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS, TESTADAS A 200 MPa EM DIFERENTES TEMPERATURAS.

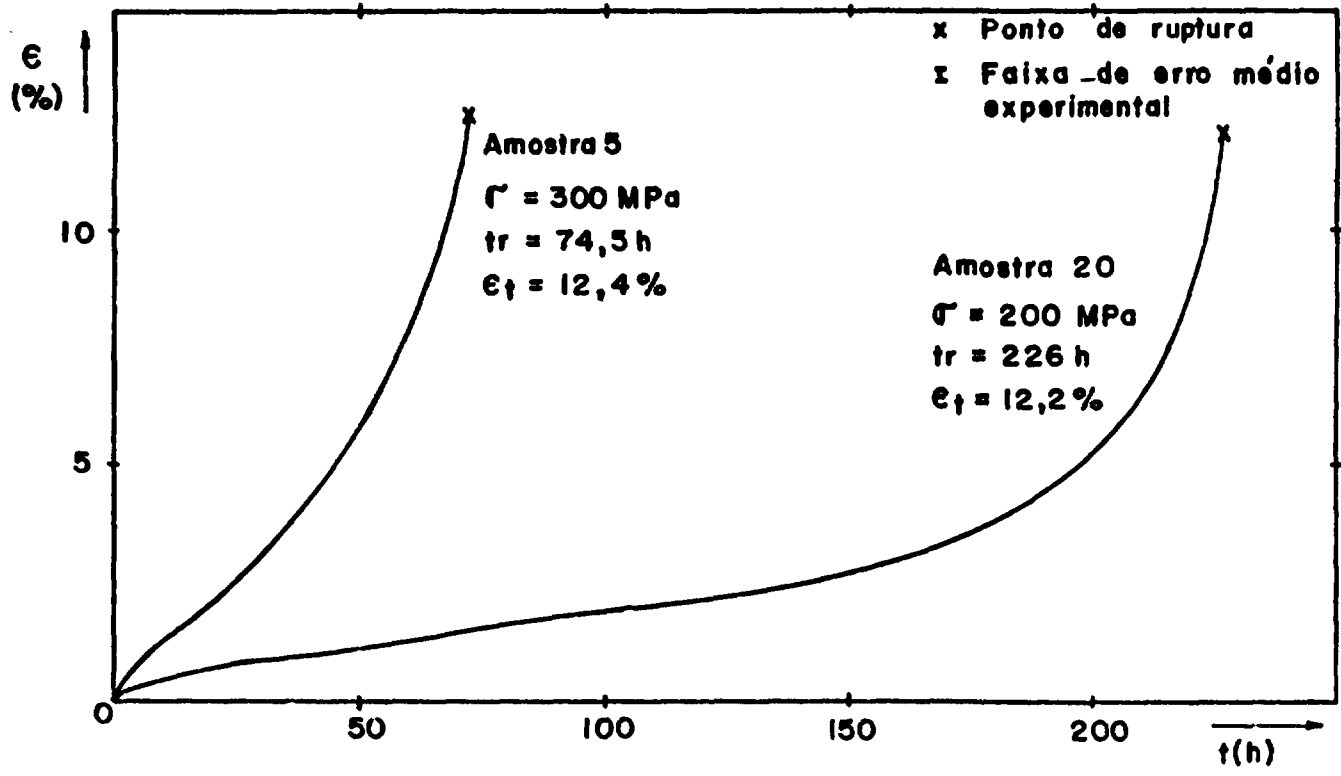


FIGURA 47. CURVAS DE FLUÊNCIA DE AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS, TESTADAS A 650 °C EM DIFERENTES TENSÕES.

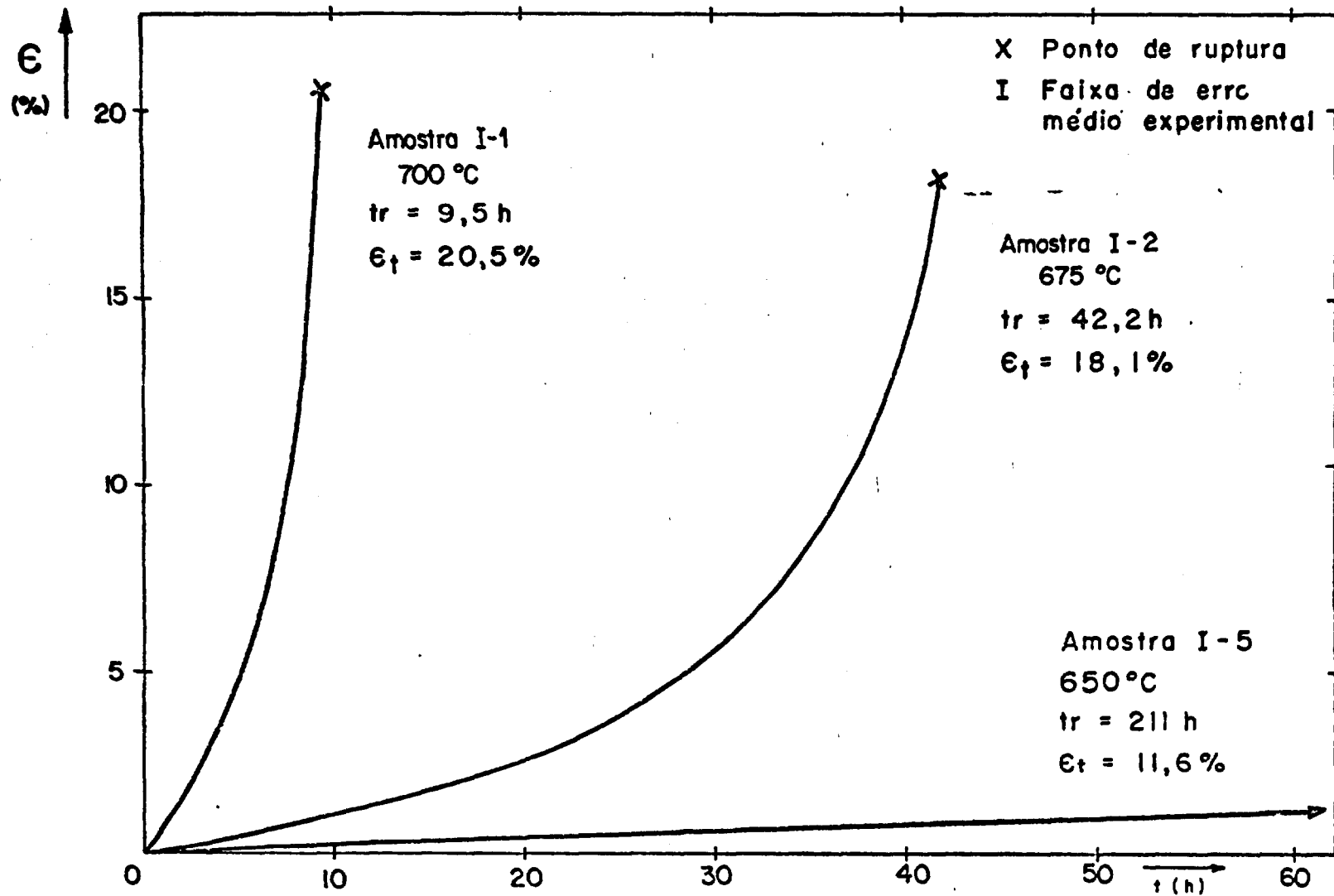


FIGURA 48. CURVAS DE FLUÊNCIA DE AMOSTRAS IRRADIADAS COM NÊUTRONS, TESTADAS A 200 MPa EM DIFERENTES TEMPERATURAS.

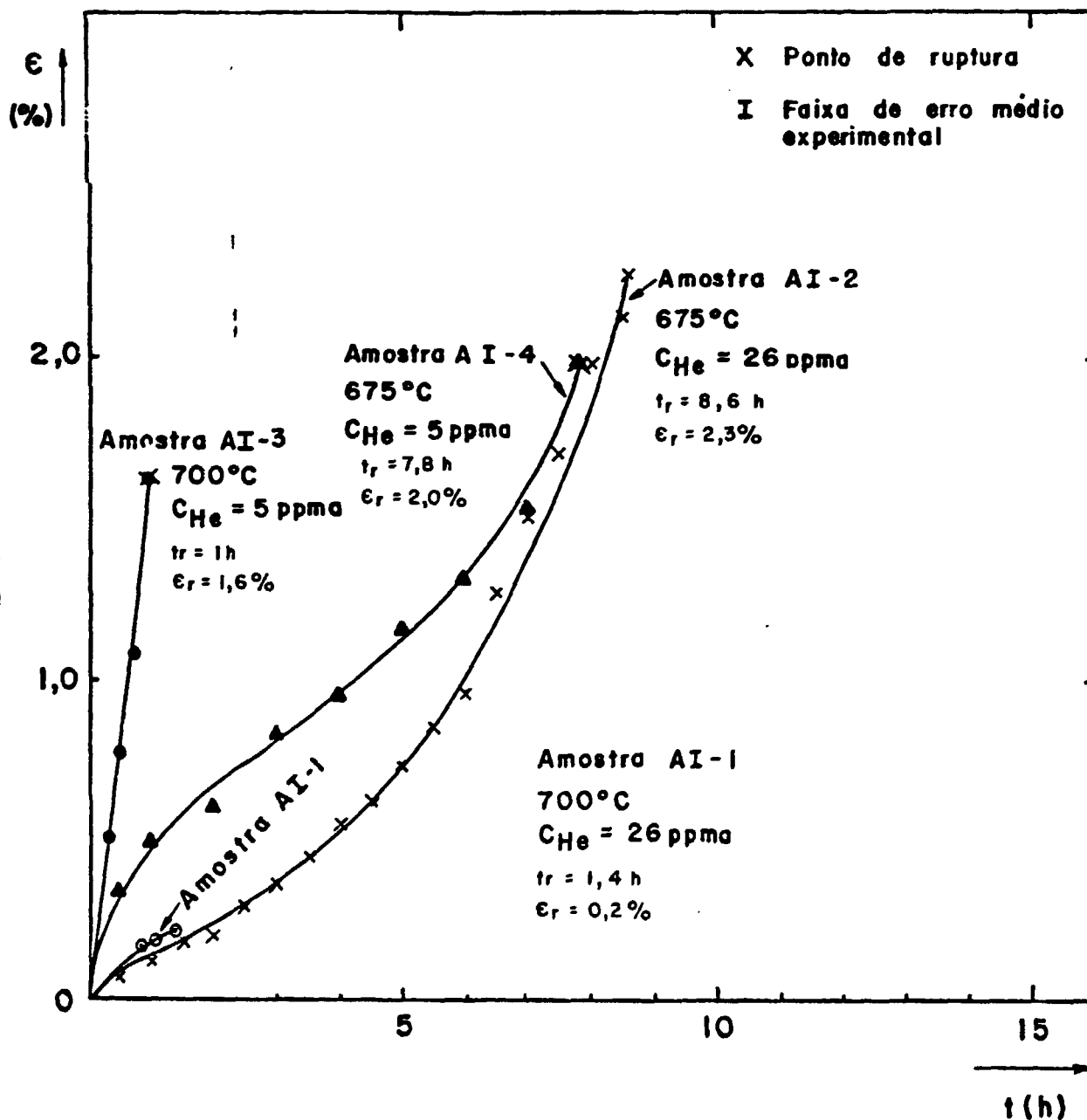


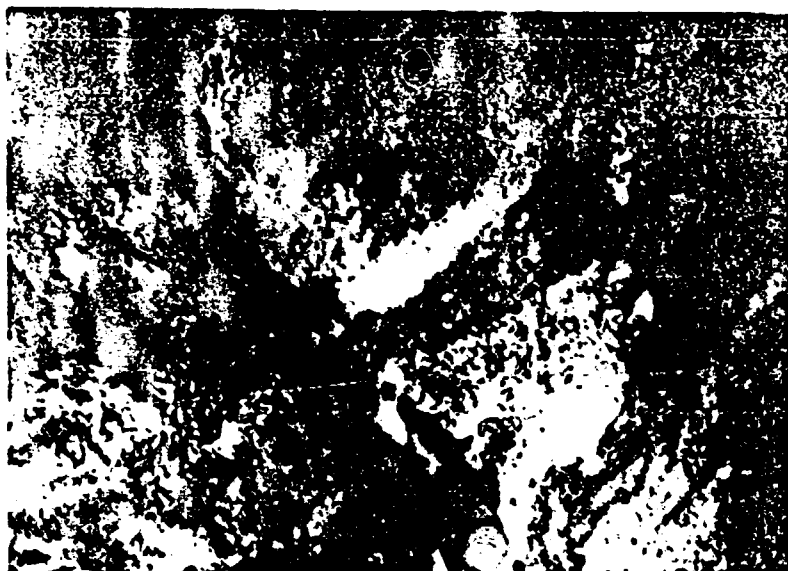
FIGURA 49. CURVAS DE FLUÊNCIA DE AMOSTRAS IMPLANTADAS COM PARTÍCULAS ALFA, TESTADAS A 200 MPa EM DIFERENTES TEMPERATURAS E COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE HÉLIO.

III.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

Algumas das observações microscópicas realizadas em regiões próximas às zonas de fratura das amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons, testadas em diferentes temperaturas e a 200 MPa são mostradas nas figuras subsequentes. Alguns exemplos da microestrutura observada nas amostras não irradiadas e testadas a 650 °C são mostrados na figura 50. Na figura 50 (a) observam-se: a presença de precipitados no contorno de grão, zonas com alta deformação e formação de estruturas celulares. Na figura 50 (b), zonas altamente deformadas e subgrãos com alguns precipitados são observados. A figura 50(c) é um detalhe da figura 50 (b), onde se observam zonas escuras como efeito de contraste e no interior dos subgrãos alguns precipitados e discordâncias ancoradas a eles.

Para as amostras não irradiadas e testadas a 675 °C, alguns exemplos da microestrutura observada são mostrados na figura 51.

Na figura 51(a) é observada uma "rede" de discordâncias no interior do subgrão e precipitados dentro e nos contornos do subgrão. A figura 51 (b) mostra uma distribuição de precipitados maiores e bem definidos no subgrão e no contorno. Observam-se ainda grandes áreas em restauração e regiões que permanecem com alto grau de deformação. Na figura 51 (c) observa-se o crescimento de subgrãos em âmbos os lados de um contorno de grão e nota-se claramente a presença de precipitados no interior dos subgrãos.



(a)



(b)

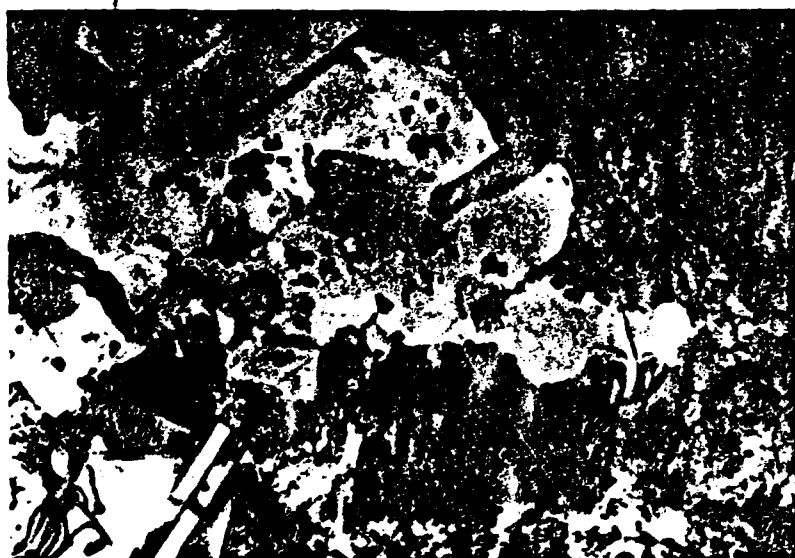


(c)

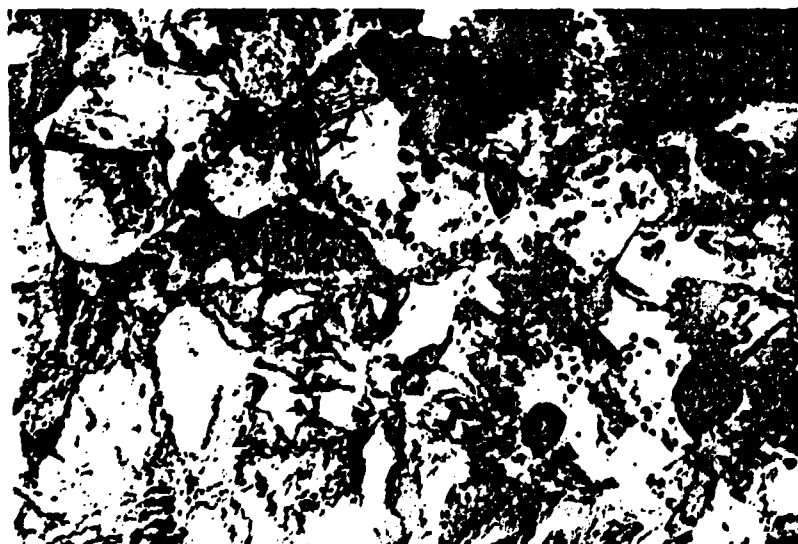
FIGURA 50. MICROESTRUTURA DAS AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS E TESTADAS A 650 °C. (AMOSTRA Nº 20)



(a)

1 μm 

(b)

1 μm 

(c)

5 μm

FIGURA 51. MICROESTRUTURA DAS AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS E TESTADAS A 675 °C. (AMOSTRA Nº 29)

Alguns exemplos da microestrutura observada nas amostras não irradiadas e testadas a 700 °C são mostrados na figura 52 .



(a)

1 μm



(b)

0,5 μm

FIGURA 52. MICROESTRUTURA DAS AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS E TESTADAS A 700 °C. (AMOSTRA Nº 25)

Na figura 52 (a) tem-se no interior do subgrão um grande número de precipitados de diferentes tamanhos, onde existe uma interação entre esses precipitados e as discordâncias presentes. Observam-se ainda áreas altamente deformadas e o avanço do subgrão para essa área encruada no processo de restauração. Na figura 52 (b) mostra-se um detalhe ampliado de um subgrão na qual podem ser observados claramente os precipitados de diversos tamanhos, alguns deles com discordâncias ancoradas.

Para as amostras irradiadas com nêutrons e testadas a 650°C são mostradas, na figura 53, algumas das observações microestruturais realizadas.

Na figura 53 (a) tem-se subgrãos claros e escuros como consequência da reflexão e do contraste. Os subgrãos são bem definidos. Os precipitados localizam-se tanto no interior como no contorno do subgrão. Na figura 53 (b) pode-se ver um detalhe ampliado de um subgrão, no qual são observados precipitados bem definidos e de diferentes tamanhos e algumas discordâncias ancoradas nos precipitados (pinning effect). Nota-se ainda a presença de discordâncias no contorno do subgrão.

Alguns exemplos da microestrutura observada nas amostras irradiadas com nêutrons e testadas a 675°C são mostrados na figura 54.

Na figura 54 (a) são observados grandes áreas restauradas e precipitados maiores distribuídos no interior do subgrão, os quais estão interagindo com discordâncias. Na figura 54 (b) têm-se a presença de uma "rede" de discordância e precipitados no interior do subgrão. As zonas escuras são problemas de contraste e possível consequência do preparo das

mostras.



(a)

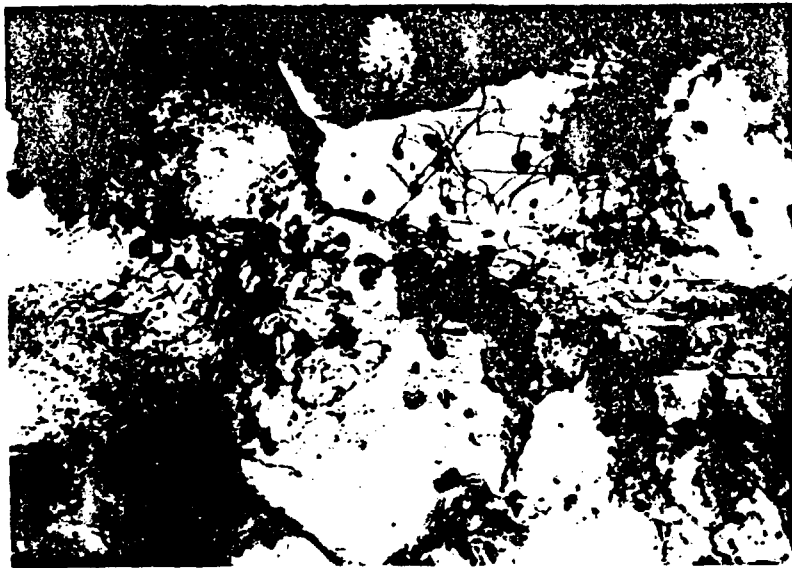
5 μm



(b)

0,5 μm

FIGURA 53. MICROESTRUTURA DAS AMOSTRAS IRRADIADAS COM NÊUTRONS E TESTADAS A 650 °C. (AMOSTRA Nº I-5)



(a)

1 μm



(b)

1 μm

FIGURA 54. MICROESTRUTURA DAS AMOSTRAS IRRADIADAS COM NÊUTRONS E TESTADAS A 675 °C. (AMOSTRA Nº I-2)

Para as amostras irradiadas com nêutrons e testadas a 700 °C, algumas das observações microestruturais realizadas são mostradas na figura 55.



(a)

1 μm



(b)

1 μm

FIGURA 55. MICROESTRUTURA DAS AMOSTRAS IRRADIADAS COM NÊUTRONS E TESTADAS A 700 °C. (AMOSTRA I-1)

Na figura 55 (a) observa-se grande redução do número de discordâncias no interior do subgrão. Tem-se ainda poucos precipitados dentro do subgrão, com a maioria deles localizados nas proximidades ou nos subcontornos. Alguns precipitados menores, localizados no interior dos subgrãos, estão com discordâncias ancoradas. Na figura 55 (b) observam-se dois subgrãos num processo de formação de um único subgrão e precipitados grandes e bem definidos.

CAPÍTULO IV

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A espessura de 100 μm das amostras utilizadas neste trabalho está determinada em função da penetração máxima das partículas Alfa de 28 MeV de energia inicial no aço inoxidável. Por outro lado, os resultados dos testes de fluência em amostras finas reproduzem o comportamento das amostras maciças em fluência. Esta afirmação está fundamentada nos trabalhos prévios realizados por P. Jung e colaboradores⁽⁵³⁾, os quais determinaram que os resultados dos testes de fluência realizados em amostras finas, com espessuras maiores que 25 μm , são equivalentes aos resultados obtidos com amostras maciças (bulk specimens).

Os testes de fluência foram realizados em amostras de aço inoxidável tipo 316 com 50% de redução a frio, com tensões de 200 MPa e 300 Mpa e temperaturas entre 650 °C e 700 °C. As tensões utilizadas no presente trabalho são menores que a tensão de escoamento (Yield Stress) obtida em aço inoxidável tipo 316⁽⁵⁴⁾.

As curvas representativas dos testes de fluência realizados em diferentes temperaturas e tensões em amos

tras nas condições iniciais são mostradas nas figuras 46 e 47. Para as amostras irradiadas com nêutrons e testadas nas mesmas temperaturas e tensões do caso anterior, são dadas na figura 48 e para as amostras implantadas com partículas Alfa com diferentes concentrações de Hélio, as curvas de fluência são mostradas na figura 49. Os dados obtidos e calculados destas curvas constam da tabela 2.

As curvas de fluência obtidas mostram um comportamento similar em relação às suas formas, isto é, apresentam um estágio de Fluência estacionário não bem definidos, principalmente nos testes em temperaturas altas e a taxa de deformação aumenta continuamente até atingir a ruptura. Este comportamento é característico dessa classe de aços (7, 54).

A influência da tensão no comportamento das amostras testadas na mesma temperatura é mostrada na figura 47. Observa-se que a deformação total permanece praticamente inalterada enquanto que o aumento na tensão de 100 MPa produz uma diminuição no tempo de ruptura de $\approx 70\%$ e, conseqüentemente, um aumento na taxa de deformação calculada (tabela 2). Portanto, pode ser considerado que o efeito da tensão nesse tipo de aço inoxidável, medido na mesma temperatura, tem pouca influência na deformação total e influi sensivelmente no tempo de ruptura.

A influência da temperatura nos testes de fluência realizados a 200 MPa em amostras não irradiadas é mostrada na figura 46. Dessa figura e dos valores dados na tabela 2 pode ser concluído que o aumento da temperatura produz uma sensível diminuição no tempo de ruptura (t_R) e um aumento na deformação total (ϵ_T). Pode-se observar que um aumento de 50 °C na temperatura de teste aproximadamente dobra o valor da deformação to

tal.

Com a finalidade de comparar os resultados obtidos e avaliar a confiabilidade do dispositivo utilizado nas medições de fluência, são apresentados na tabela 3 os resultados da amostra número 25 e os resultados obtidos por A. A. Abou Zahra e H. Schoeder⁽⁵⁴⁾ e por A. Sagües⁽⁷⁾ em testes de fluência realizados em aço inoxidável DIN 1.4970, o qual é equivalente ao aço utilizado neste trabalho.

Da comparação entre os resultados da amostra 25, que possui 50% de redução a frio, e da amostra da referência 54*, com 13% de redução a frio, testadas na mesma temperatura e em tensões próximas, observa-se que tanto a deformação total como o tempo de ruptura, e portanto a taxa de deformação média, apesar da diferença de redução a frio, são concordantes. Por outro lado, quando se compara os resultados obtidos para a amostra 25 com os resultados das amostras da referência 54** e referência 7, as quais tiveram inicialmente 13% de redução a frio e após foram recozidas durante 24 horas a 800 °C, observa-se uma diminuição de ~ 60% na deformação total e um aumento de ~ 900% no tempo de ruptura. Portanto, testes realizados em tensões próximas e na mesma temperatura em amostras com diferentes porcentagens de deformação mecânica (C.W.) mostram que tanto a deformação total como o tempo de ruptura permanecem em um valor comparável, o que não ocorre quando os resultados de uma amostra deformada a frio é comparado com os resultados de amostras recozidas.

Comparando-se as curvas da figura 56 e os dados da tabela 2 obtidos nos testes de fluência realizados em amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons, medidas sob mesmas condições de temperatura e tensão, observa-se que as cur-

TABELA 3.

RESULTADOS COMPARATIVOS DA AMOSTRA Nº25 COM OUTROS TRABALHOS.

| TESTES DE FLUÊNCIA | | | | | |
|--------------------|---------------------------|------------------------|--|-----------------------------------|--|
| | PARÂMETROS | | RESULTADOS | | |
| Amostras Nº | Tensão: σ (MPa) | Temperatura: T (°C) | Deformação para fratura: ϵ_t (%) | Tempo de ruptura: t_r (h) | Taxa de deformação média: $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ (h ⁻¹) |
| 25 | 200±6 | 700±2 | 25,6±0,4 | 10,50±0,01 | (2,44±0,04).10 ⁻² |
| 54* | 206 | 700 | 22,33 | 12,12 | 1,8 · 10 ⁻² |
| 54** | 206 | 700 | 9,89 | 121,25 | 8,1 · 10 ⁻⁴ |
| 7 | 216 | 700 | 8,30 | 122,00 | 6,8 · 10 ⁻⁴ |

nº25, amostra com 50% de redução a frio.

* referência nº54, amostra com 13% de redução a frio.

**referência nº54, amostra com 13% de redução a frio e recozimento posterior durante 24 horas a 800°C.

referência nº 7, amostra com 13% de redução a frio e recozimento posterior durante 24 horas a 800°C.

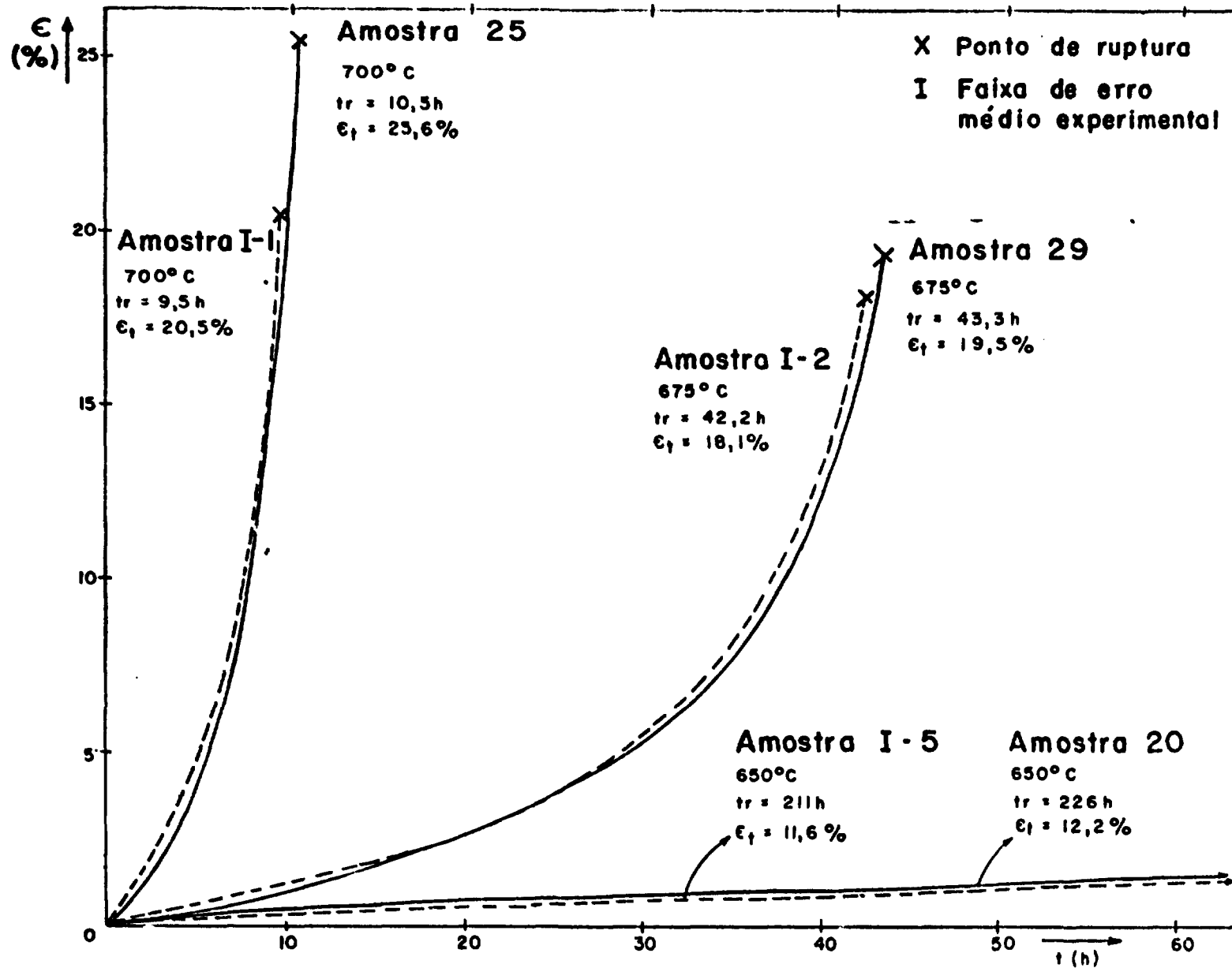


FIGURA 56. CURVAS DE FLUÊNCIA DE AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS E IRRADIADAS COM NÊUTRONS, TESTADAS A $\bar{\sigma} = 200\text{ MPa}$ E EM DIFERENTES TEMPERATURAS.

vas são praticamente coincidentes, possuindo uma maior diferença nas regiões próximas ao ponto de ruptura, principalmente para as amostras testadas a 700°C. Por outro lado, após uma análise detalhada dos dados das curvas em diversos pontos destas e em cada temperatura, foi determinado que as diferenças não ultrapassam a uma porcentagem de 15% a 20%, exceto aos valores próximos do ponto de ruptura. Estas porcentagens estão incluídas na reprodutibilidade obtida nos testes de fluência realizados, a qual não ultrapassa a um limite máximo de 20%, valor este obtido igualmente em trabalhos prévios^(7,54) realizados com dispositivos de medida iguais. A diferença existente entre os valores da deformação total das amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons no ponto de ruptura, principalmente para as amostras testadas a 700°C, indica uma certa tendência de fragilização devido a irradiação neutrônica. Porém, a irradiação a que foram submetidas as amostras não produziu um efeito marcante no comportamento do material em fluência devido ao baixo fluxo integrado de nêutrons ($\phi = 8,6 \cdot 10^{17} \text{ n/cm}^2$). Este resultado é concordante ainda com os estudos prévios realizados em amostras de aço inoxidável irradiado com nêutrons, os quais indicam que o efeito da irradiação nas propriedades mecânicas torna-se detectável a partir de um fluxo integrado da ordem de 10^{22} n/cm^2 (2,4,12,23,29,55,56,57).

Com a finalidade de analisar o tipo de fratura das amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons e testadas em diferentes temperaturas, foram realizadas observações com um microscópio óptico em diversas regiões da zona de fratura. Destas observações determinou-se que a fratura é do tipo transgranular tanto para as amostras não irradiadas como para as irra

diadas com nêutrons, o que mostra que a irradiação com o fluxo integrado utilizado também não afetou no tipo de fratura.

Considerações qualitativas da microestrutura das amostras de aço inoxidável tipo 316 com 50% de redução a frio, em condições iniciais, indicam que esta corresponde a de um material altamente deformado, contendo grãos alongados, zonas claras e escuras, que são consequência do alto grau de deformação, alta densidade de discordâncias e alguns precipitados e anéis de discordâncias no interior do subgrão.

O material após irradiação é microestruturalmente similar ao material não irradiado; o efeito da irradiação manifesta-se por um aumento na densidade de anéis de discordâncias e de precipitados.

As observações qualitativas da microestrutura das amostras não irradiadas e testadas em fluência a diferentes temperaturas indicam a ocorrência do processo de restauração, o qual normalmente apresenta-se em materiais testados em fluência, isto é, formação de subgrãos, de estruturas celulares, de rede de discordâncias dentro do subgrão, precipitados no interior e nos contornos do subgrão. São ainda observadas zonas de alto contraste devido a deformação que permanece no material.

Algumas variações marcantes são observadas em amostras testadas em temperaturas altas (700 °C), onde os subgrãos estão quase que completamente sem discordâncias, os precipitados estão localizados nos contornos de grãos e apenas algumas discordâncias permanecem ancoradas em precipitados no interior do subgrão.

A microestrutura observada qualitativamente nas amostras irradiadas com nêutrons e testadas em fluência em

um intervalo de temperatura de 650 °C a 700 °C, resulta da influência combinada do efeito da temperatura e da irradiação, de modo que, a 650 °C observam-se zonas encruadas, subgrãos bem definidos, precipitados bem definidos localizados no interior do subgrão e algumas discordâncias interagindo com eles. A 675 °C, observam-se grandes áreas em restauração e precipitados maiores no interior do subgrão, os quais estão interagindo com algumas discordâncias. Observam-se ainda estruturas formadas por "rede" de discordâncias com precipitados no interior do subgrão. Na temperatura mais alta em que foram testadas as amostras (700 °C), observam-se uma grande redução da quantidade de discordâncias no interior do subgrão e a presença de precipitados menores com discordâncias ancoradas dentro do subgrão. Portanto, a microestrutura observada nas amostras irradiadas com nêutrons corresponde ao resultado do efeito combinado dos diversos processos de restauração de um material altamente deformado e submetido à fluência e do efeito da irradiação neutrônica que influi principalmente na formação e distribuição dos precipitados, assim como na distribuição e localização das discordâncias.

Comparando-se as curvas da figura 57 e os dados da tabela 2 para as amostras não irradiadas e amostras com Hélio introduzido por implantação de partículas Alfa com concentrações de 5 e 26 ppma, testadas sob mesmas condições de temperatura e tensão, observa-se que estas apresentam um comportamento em fluência caracterizado por uma redução de ~ 90% no tempo de ruptura (t_R) e na deformação total (ϵ_T) em relação ao material não irradiado.

Das amostras implantadas e testadas a 200 MPa e 700 °C, a amostra implantada com 26 ppma de Hélio (AI-1)

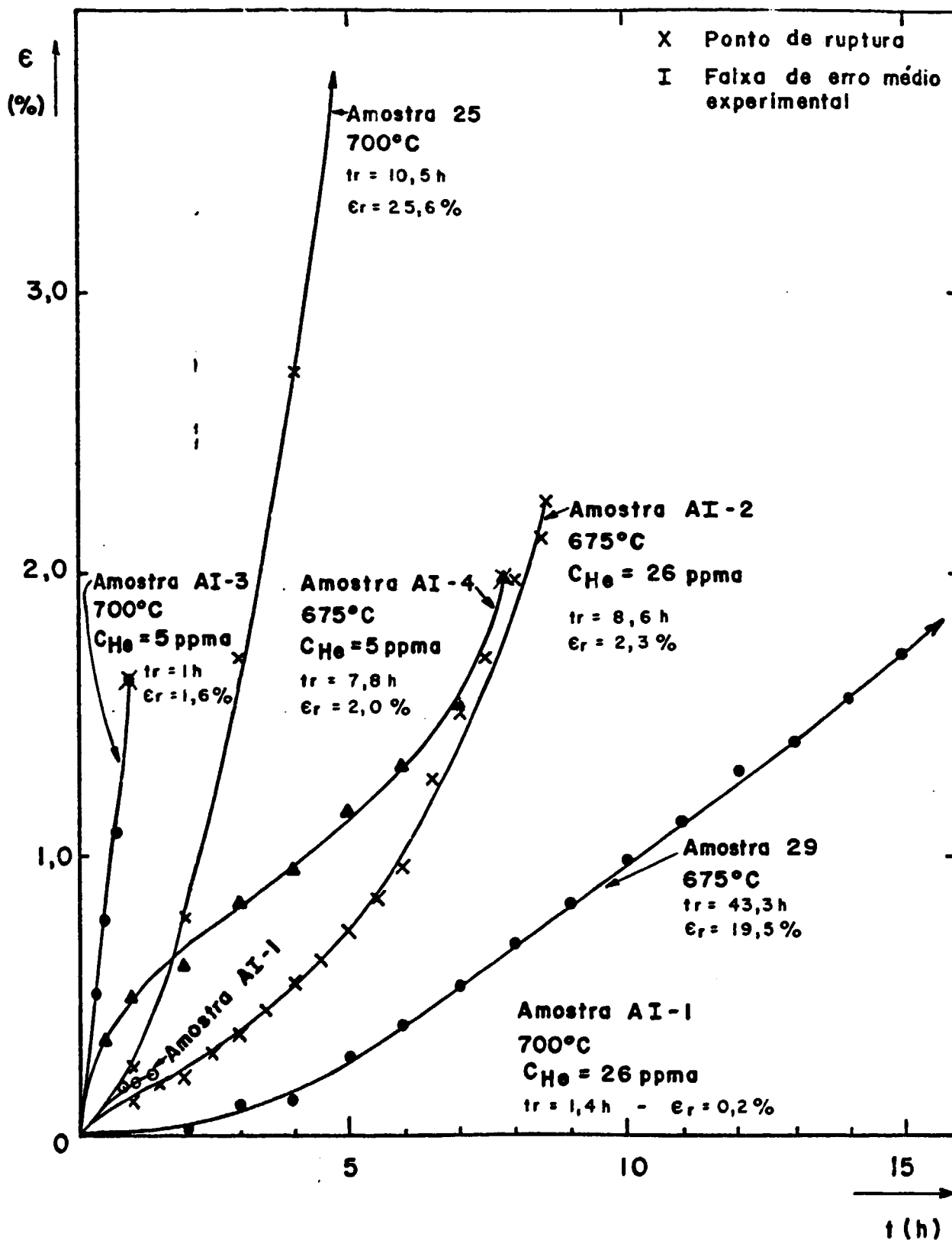


FIGURA 57. CURVAS DE FLUÊNCIA DE AMOSTRAS NÃO IRRADIADAS E IMPLANTADA COM PARTÍCULAS ALFA COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE HÉLIO, TESTADAS A $\sigma = 200 \text{ MPa}$ EM DIFERENTES TEMPERATURAS.

mostra uma perda de ductilidade de quase uma ordem de grandeza em relação à implantada com 5 ppma de Hélio (AI-3), enquanto que o tempo de ruptura em ambos atingem valores da mesma ordem de grandeza.

No material implantado e testado a 200 MPa e 675 °C (AI-2 com 26 ppma e AI-4 com 5 ppma de Hélio) os tempos de ruptura e as deformações totais atingem valores similares ainda que as concentrações de Hélio difiram em um fator de aproximadamente 5 vezes. O efeito da concentração de Hélio para essa temperatura e tensão manifesta-se na taxa de deformação durante as primeiras horas em fluência na amostra com 5 ppma de Hélio em relação a amostra com 26 ppma. Pode ser considerado que esse comportamento deve-se a influência da menor concentração de Hélio no processo de difusão deste gás e das mudanças microestruturais que ocorrem no material em fluência nessa tensão e temperatura.

Algumas observações preliminares com o microscópio eletrônico de transmissão foram realizadas nas amostras com 5 ppma e 26 ppma de Hélio, testadas a 200 MPa e em temperaturas de 675 °C e 700 °C. Estas indicam que o material implantado não apresenta os estágios de restauração observados nas amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons, testadas nas mesmas condições de temperatura e tensão. Este comportamento pode ser atribuído à ação dos átomos de Hélio ou de pequenos aglomerados deste gás, os quais dificultam a mobilidade das discordâncias e precipitados, inibindo a restauração estrutural.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

O comportamento em fluência do aço inoxidável tipo 316 com 50% de redução a frio foi estudado com tensões aplicadas de 200 MPa e 300 MPa e temperaturas entre 650 °C e 700 °C, em amostras não irradiadas, irradiadas com nêutrons e implantadas com partículas Alfa. A irradiação das amostras foi realizada com nêutrons rápidos ($E \geq 1$ MeV) com um fluxo integrado de $8,6 \cdot 10^{17}$ n/cm². Para as implantações foi utilizado um feixe de partículas Alfa acelerado no ciclotron CV-28, obtendo-se concentrações de 5 e de 26 ppma de Hélio nas amostras. Dos resultados obtidos pode-se concluir que:

1. As curvas de fluência das amostras testadas, principalmente em temperaturas mais altas mostram um estágio estacionário pouco definido e a taxa de fluência aumenta continuamente até atingir a ruptura. Este comportamento é característico dessa classe de aços (Fig. 46 e 47).

2. O aumento da tensão de 200 MPa para 300 MPa nos testes de fluência a uma mesma temperatura produz uma diminuição de $\sim 70\%$ no tempo de ruptura, enquanto que a de-

formação total permanece praticamente inalterada (Fig. 47).

3. O efeito da temperatura nos testes de fluência realizados a uma tensão de 200 MPa em amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons é tal que um aumento na temperatura produz uma diminuição de 98,9% no tempo de ruptura e um aumento na deformação total. Observou-se que um aumento de 50 °C na temperatura de teste aproximadamente dobra o valor da deformação total (Fig. 46).

4. Dos resultados obtidos nos testes de fluência em amostras não irradiadas comparados com os resultados em amostras irradiadas com nêutrons, testadas nas mesmas condições de tensão e de temperatura e, considerando-se a reprodutibilidade, conclui-se que a dose de nêutrons com que foram irradiadas as amostras não produziu um efeito marcante no comportamento em fluência desse tipo de aço, no intervalo de temperatura e de tensão em que foram realizados os testes. No entanto, as diferenças encontradas entre os valores das deformações totais das amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons sugerem uma tendência de fragilização devido a irradiação neutrônica, mesmo com fluxo integrado relativamente pequeno ($\phi = 8,6 \cdot 10^{17} \text{ n/cm}^2$) (Tab.2).

5. Da comparação dos resultados obtidos neste trabalho com os da literatura, conclui-se que o sistema de medição de fluência (coluna de fluência) possui um alto grau de confiabilidade, estabilidade mecânica e térmica e um grau de reprodutibilidade comparável a dos sistemas de medições que utilizam equipamentos iguais e técnicas similares.

6. Da comparação entre as microestruturas observadas nas amostras de aço inoxidável não irradiadas e após irradiação neutrônica conclui-se que o efeito da dose de nêu-

trons utilizada é tal que produz um aumento na densidade de discordâncias, na quantidade de anéis de discordâncias e de precipitados no interior do grão (Figs.50, 51, 52, 53, 54 e 55).

As microestruturas observadas das amostras não irradiadas e irradiadas com nêutrons, testadas em fluência na mesma tensão e em diferentes temperaturas, correspondem aos diferentes estágios de restauração de um material altamente deformado e testado em fluência nesse intervalo de temperatura, isto é, formação de subgrãos, de rede de discordâncias, de estruturas celulares e mudança na distribuição dos precipitados e das discordâncias. A dose de irradiação neutrônica a que foram submetidas as amostras produz a formação de subgrãos bem definidos e de precipitados maiores e bem definidos, embora alguns precipitados permaneçam menores e interagindo com discordâncias (ancoramento) no interior do subgrão.

7. Da comparação entre os resultados dos testes de fluência em amostras não irradiadas e implantadas com concentrações de 5 e de 26 ppma de Hélio conclui-se que o Hélio introduzido produz uma redução média de 90% no tempo de ruptura e na deformação total em relação ao material não irradiado. Este comportamento é uma confirmação de que o processo de fragilização se faz presente mesmo com pequenas concentrações de Hélio.

O efeito da concentração de Hélio no comportamento em fluência para as amostras testadas a 200 MPa e 700°C é tal que um aumento de 5 ppma para 26 ppma de Hélio implantado nas amostras produz uma perda de ductilidade de quase uma ordem de grandeza, enquanto que os tempos de ruptura permanecem na mesma ordem. Para as amostras com 5 ppma e 26 ppma de Hélio, testadas a 200 MPa e a 675°C, os tempos de ruptura e as deforma

ções totais atingem valores similares. Neste caso, o efeito da concentração de 5 ppma de Hélio conduz a uma maior taxa de deformação durante as primeiras horas em fluência em relação as amostras com 26 ppma de Hélio, efeito este resultante da influência dessa menor concentração no processo de difusão do gás Hélio e das mudanças microestruturais decorrentes do processo de fluência nessa tensão e temperatura (Fig. 57).

SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Correlacionar o efeito da direção da tensão aplicada com a densidade e distribuição de defeitos no material e com a resposta mecânica do material.

- Em materiais altamente deformados realizar medições de microdureza e correlacionar esses resultados com a microestrutura observada por microscopia eletrônica de transmissão e com os resultados dos testes de fluência.

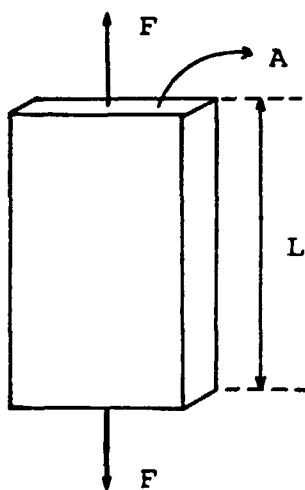
- Realizar observações sistemáticas da microestrutura das amostras implantadas com Hélio e correlacionar o efeito do gás introduzido com o comportamento mecânico do material.

- Realizar implantações de partículas Alfa em concentrações até a saturação, determinando o comportamento mecânico em diversos estágios de concentração, inclusive o ponto de saturação.

APÊNDICE

CONDIÇÕES DIMENSIONAIS DA MOLA PARA ATINGIR A CONDIÇÃO DE TENSÃO
CONSTANTE DURANTE UM TESTE DE FLUÊNCIA

Considerando a condição de conservação de volume em uma amostra em forma de paralelepípedo, que sofre uma deformação axial devido uma força F , tem-se:



$$A_0 L_0 = AL \quad (27)$$

onde A_0 é a secção transversal inicial, L_0 o comprimento inicial, A a secção transversal e L o comprimento após aplicar a força, F , mediante uma mola.

A variação no comprimento é dada por:

$$\Delta L = L - L_0 \quad (28)$$

Substituindo-se (28) em (27), tem-se:

$$A_0 L_0 = A(L_0 + \Delta L) \quad (29)$$

A relação entre as áreas será:

$$\frac{A_0}{A} = \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) = (1 + \epsilon) \quad (30)$$

onde $\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$ é a deformação.

Para que seja aplicada uma força F na amostra, a mola deforma-se em um Δl_0 , assim:

$$F_0 = -K\Delta l_0 \quad (31)$$

onde K é a constante da mola.

Como a força, F_0 , deforma a amostra em um L , a força efetiva, F , na amostra será:

$$F = -K(\Delta l_0 - \Delta L) = -K\Delta l_0 \left(1 - \frac{\Delta L}{\Delta l_0}\right) \quad (32)$$

Usando a relação (31), tem-se:

$$F = F_0 \left(1 - \frac{\Delta L}{\Delta l_0}\right) \quad (33)$$

A tensão inicial na amostra, na qual é aplicada a força F_0 é $\sigma_0 = \frac{F_0}{A_0}$ e após a deformação da amostra será: $\sigma = \frac{F}{A}$ (34)

Substituindo-se as relações (30) e (33) em

(34), tem-se:

$$\bar{\sigma} = \frac{F_o}{A_o} \left(1 - \frac{\Delta L}{\Delta l_o} \right) \left(1 + \frac{\Delta L}{L_o} \right) \quad (35)$$

ou

$$\bar{\sigma} = \sigma_o \left(1 - \frac{\Delta L}{\Delta l_o} \right) \left(1 + \frac{\Delta L}{L_o} \right) \quad (36)$$

Fazendo-se a expansão do segundo termo e considerando-se somente aproximações de primeira ordem, obtém-se:

$$\bar{\sigma} = \sigma_o \left(1 + \frac{\Delta L}{L_o} - \frac{\Delta L}{\Delta l_o} \right) \quad (37)$$

Da relação (37), a condição que permite obter tensão constante é:

$$\Delta l_o = L_o$$

Portanto, afim de manter a tensão constante em um processo de deformação a condição exigida é que a mola, que fornece a força, deve ser deformada em um comprimento igual ao comprimento de medida inicial da amostra.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ULLMAIER, H. & SCHILLING, W. Radiation damage in metallic materials. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Physics of modern materials: lectures presented at Spring College on..., in Treste, March 29 - June 24, 1978. v.1, p. 301-97.
2. HARRIES, D.R. Neutron irradiation-induced embrittlement in type 316 and other austenitic steels and alloys. J. Nucl. Mater., 82:02-21, 1979.
3. GILBERT, E.R. In-reactor creep of reactor materials. React. Technol., 14(3):258-85, 1971.
4. VOOK, F.L. Effects of radiation on materials. Phys. Today, 28:34-40, 1975.
5. VON DEN DRIESCH, H.J. & JUNG, P. Investigation on the solubility of helium in nickel. High Temp. High Pressures, 12:635-41, 1980.
6. PHILIPPS, V.; SONNENBERG, K. & WILLIAN, J.M. Diffusion of helium in nickel. J. Nucl. Mater., 107:271-9, 1982.
7. SAGÜES, A.A. Characterization of the high temperature fracture of the He-implanted 1.4970 austenitic stainless steel. Jülich, Kernforschungsanlage, Mar. 1977. (JUL-1409).
8. SAGÜES, A.A.; SCHROEDER, H.; KESTERNICH, W. & ULLMAIER, H. The influence of helium on the high temperature. Mechanical properties of an austenitic stainless steel. J. Nucl. Mater. 78:289-98, 1978.

9. KRAMER, D.; BRAGER, H. ; RHODES, C.G. & PARD, A.G. Helium embrittlement in type 304 stainless steel. J. Nucl. Mater. 25:121-31, 1968.
10. WIRTZ, K. On lectures on fast reactors. Karlsruhe, Kernforschungszentrum, 1973. p.187.
11. CLADSON, T.T.; SINCLAIR, E.E.; FROST, B.R.T.; BOLTAX, A.; PEARLMAN, H.; SPALARIS, C.N. & WEIR JR., J.R. Fundamental behaviour of structural materials in fast reactor environments. In: UNITED NATIONS, New York. Peaceful uses of atomic energy, proceedings of the 4th conference on..., held in Geneva, 6-16 Sep. 1971. p.459-77.
12. HIGGY, H.R. & HAMMAD, F.H. Effect of fast neutron irradiation on mechanical properties of stainless steels: AISI types 304, 316 and 347. J. Nucl. Mater. 55:177-86, 1975.
13. BOHM, H.; DIENST, W.; KUMMERER, K. Arbeiten zur Brennelement entwicklung für den Schnellen Brutreaktor SNR-300. Karlsruhe, Kernforschungszentrum, 1974. (KFK-1999).
14. VAIDYA, M.V. & EHRLICH, K. Radiation induced recrystallization its cause and consequences in heavy ion irradiated 20% cold-draw steels of type 1.4970. J. Nucl. Mater., 113:149-62, 1983.
15. ULLMAIER, H. Ferienkurs'1979. Institute of Solid State Physics. KFA - Jülich, 1979. (apostila de curso, em alemão).
16. BLOOM, E.E. Irradiation embrittlement and core in fuel cladding and core components. In: BRITISH NUCLEAR ENERGY SOCIETY. Proceedings of the conference held in

- London, 1972/73. p. 93-105.
17. THOMPSON, M.W. Defects and radiation damage in metals. Cambridge, University, 1969.
 18. HUME-ROTHERY, W. Estrutura das ligas de ferro. São Paulo, Edgar blucher, 1968.
 19. SWALIN, A.R. Thermodynamics of solids. New York, Wiley, 1962.
 20. LIDIARD, A.B. Thermodynamic and kinetics of point defects on theory of imperfect crystalline solids. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Theory of imperfect crystalline solids: Trieste Lectures 1970: international course held in Trieste, Italy, 12 Jan.-10 Apr. 1970. p. 339-408.
 21. SCIANI, V. Estudo de danos de irradiação na liga FeNi pura e com impurezas por meio de medidas magnéticas. São Paulo, 1978. (Dissertação de Mestrado, Instituto de Energia Atômica).
 22. KITTEL, C. Introdução à física do estado sólido. 5 ed. Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1978.
 23. MAYDET, S.I. & RUSSEL, K.C. Precipitate stability under irradiation effects. J. Nucl. Mater., 64:101-14, 1977.
 24. DAMASK, A.C. & DIENES, G.J. Point defects in metals. New York, Gordon & Breach Science, 1971.
 25. LEIBFRIED, G. Introduction into radiation damage theory on the interaction of radiation with solids. In: Solid state physics: proceedings of the international summer school on... held in Mol, Belgium, August 12-31, 1963. Amsterdam, North-Holland, 1964. p.1-32.
 26. FRIEDEL, J. Defauts pontuels et irradiation. In: WITT, C. de; DREUFUS, B.; GRENNES, P.G. de Physique des basses

- temperatures. New York, Gordon & Breach, 1964. p. 551-574.
27. SEEGER, A. The nature of radiation damage in metals. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Radiation damage in solids and reactor materials: Proceedings of the symposium on..., held in Venice 7-11 May 1962. 1963. p. 101-27.
28. BILLINGTON, D.S. & CRAWFORD, J.H. Radiation damage in solids. Oxford, University, 1961.
29. STIEGLER, J.O. & MANSUR, L.K. Radiation effects in structural materials. Annu. Rev. Mater. Sci., 9:405-54, 1979.
30. LUCKI, G. Influência da irradiação com nêutrons sobre as propriedades magnéticas da liga FeNi pura e com impurezas de Si e Mo. São Paulo, 1971. (Tese de Doutorado, Instituto de Energia Atômica).
31. OTERO, M.P. Estudo e caracterização das ligas de FeNi e NiCr (80-20)% em peso, durante e após irradiação neutrônica pelo método de resistividade. São Paulo, 1978. (Dissertação de Mestrado, Instituto de Energia Atômica).
32. SCHILLING, W.; BURGER, G.; ISEBECK, K. & WENZIL, H. Annealing in the electrical resistivity of irradiated FCC metals on vacancies and interstitials in metals. Amsterdam, North-Holland, 1969.
33. SEGURA, E. Untersuchung von Frenkeldefekter in Tieftemperaturbestrahten in Gold mit Hilfe der Diffusen Röntgenstreuung. Jülich, Kernforschungsanlage, 1978. (KFA-1518) (Tese de Doutorado).
34. CAWTHORNE, C. & FULTON, E.J. The nature of small defect clusters. Nature, 216:575-90, 1967.

35. NORRIS, D.I.R. Voids in irradiated metals (Part 1). Rad. Eff. 14:1-37, 1972.
36. NORRIS, D.I.R. Voids in irradiated metals (Part 2). Rad. Eff. 15:1-22, 1972.
37. OROWAN, E. Z. Phys. 89:634-35, 1934.
38. POLANYI, M. Z. Phys. 89:660-62, 1934.
39. TAYLOR, G.I. Proc. Roy. Soc. A145:362-65, 1934.
40. VAN VLACK, L.H. Elements of materials science. 2ed. Reading, Mass. Addison-Wesley, 1966.
41. OLANDER, D.R. Fundamental aspects of nuclear fuel elements. Springfield, Va., Technical Information Center, ERDA, 1976.
42. WOOD, W.A. The study of metal structure and their mechanical properties. Oxford, Pergamon, 1971.
43. GILLAM, E. Materials under stress. London, Butterworths, 1969.
44. WEERTMAN, J. & WEERTMAN, J.R. Mechanical properties strongly temperature dependent. In: CHAN, R.W. ed. Physical metallurgy. London, Pergamon 1967. p. 793-817.
45. SHERBY, O.D. & BURKE, P.M. Mechanical behaviour of crystalline solids at elevated temperature. Prog. Mater. Sci., 13(7):324-90, 1967.
46. ZURKOV, S.N. & SANFIROVA, T.P. Fundamental of creep in metals. Zh. Tech. Fiz., 28:1719-31, 1958.
47. GAROFALO, F. Fundamental of creep and rupture in metals. Trans. AIME, 227:351-70, 1963.
48. WEERTMAN, J. Steady-state creep through dislocation climb. J. Appl. Phys., 28:362-4, 1957.
49. BARRET, C.R. & NIX, W.D. A model state creep based on the motion of jogged screw dislocation. Acta Metall., 13:

- 1247-53, 1965.
50. SCILLING, W. Ferienkurs'79. Physik der Licierung. Jülich, Kernforschungsanlage, 1979. (apostila de curso, em alemão).
 51. NABARRO, F.R.N. Steady state creep of metals at high temperatures. Phil. Mag. 16:231-40, 1967.
 52. HERRING, C. Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. J. Appl. Phys., 21:437-45, 1950.
 53. JUNG, P.; SAGUES, A.A.; SCHROEDER, H. & AUER, H.J. Creep and creep rupture of thin stainless steel specimens. J. Nucl. Mater., 74:348-50, 1978.
 54. ABOU ZAHRA, A.A. & SCHROEDER, H. The influence of thermo-mechanical treatment on the creep behaviour of DIN1.4970 austenitic stainless steel at 973K. Jülich, Kernforschungszentrum, Apr. 1981. (LUL-Spez-109).
 55. HOLMES, J.J.; ROBBINS, R.E.; BRIMHALL, J.L. & MASTEL, B. Elevated temperature irradiation hardening in austenitic stainless steel. Acta Metall., 16:955-67, 1968.
 56. BLOOM, E.E. & STIEGLER, J.O. Effect of irradiation on the microstructure and creep-rupture properties of type 316 stainless steel. In: Effects of radiation on substructure and mechanical properties of metals and alloys. American Society for Testing and Materials, ASTM STP 529, 1973, p. 360-382.
 57. KESTENBACH, H.J.; KRAUSE, W. & SILVEIRA, T.L. Creep of 316 stainless steel under high stresses. Acta Metall. 26:661-70, 1978.