

Willian Martins Pasini

**Fenômenos de precipitação assistidos por
irradiação nos aços inoxidáveis austeníticos
AISI 348 e AISI 316L**

Porto Alegre

2016

Willian Martins Pasini

**Fenômenos de precipitação assistidos por irradiação nos
aços inoxidáveis austeníticos
AISI 348 e AISI 316L**

Trabalho de Diplomação em Engenharia apresentado ao Departamento de Metalurgia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como pré-requisito necessário para obtenção do título de Engenheiro Metalurgista

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Escola de Engenharia - Departamento de Metalurgia
Engenharia Metalúrgica

Orientador: Prof. Dr. Paulo F. P. Fichtner

Porto Alegre

2016

Willian Martins Pasini

Fenômenos de precipitação assistidos por irradiação nos aços inoxidáveis austeníticos AISI 348 e AISI 316L/ Willian Martins Pasini. – Porto Alegre, 2016-
66 p. : il. (algumas color.) ; 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Paulo F. P. Fichtner

Trabalho de Diplomação – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Escola de Engenharia - Departamento de Metalurgia
Engenharia Metalúrgica, 2016.

1. Aço inoxidável austenítico. 2. Danos por irradiação. 3. Irradiação com íons para produção de danos. 4. Fenômenos de precipitação. I. Paulo F. P. Fichtner. II. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. III. Escola de Engenharia. IV. Fenômenos de precipitação assistidos por irradiação em aços inoxidáveis austeníticos AISI 348 e AISI 316L

Willian Martins Pasini

**Fenômenos de precipitação assistidos por irradiação nos
aços inoxidáveis austeníticos
AISI 348 e AISI 316L**

Trabalho de Diplomação em Engenharia apresentado ao Departamento de Metalurgia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como pré-requisito necessário para obtenção do título de Engenheiro Metalurgista

Trabalho aprovado. Porto Alegre, 04 de Julho 2016:

Prof. Dr. Paulo F. P. Fichtner
Professor Orientador

Prof. Dr. Telmo R. Strohaecker
Professor Responsável

Prof. Dr. Antônio C. F. Vilela
Professor Responsável

Porto Alegre
2016

Este trabalho é dedicado às crianças adultas que, quando pequenas, sonharam em se tornar cientistas.

Agradecimentos

Agradeço a Universidade Federal de Rio Grande do Sul, pelo ensino de qualidade proporcionado pelos professores do Departamento de Metalurgia fundamentais para a formação de Engenheiro Metalurgista.

Agradeço ao Prof. Paulo F. P. Fichtner, e a equipe de estudantes e técnicos do Laboratório de Implantação Iônica e Centro de Microscopia Eletrônica, que contribuíram para realização desta pesquisa.

Ao Prof. Vilela e Prof. Telmo em nome dos laboratórios que coordenam, pela utilização dos equipamentos e a supervisão no decorrer do trabalho.

Agradeço aos amigos e colegas do curso de Engenharia Metalúrgica e a equipe do Handebol da UFRGS, que estiveram comigo durante o período da faculdade

Agradecimento em especial aos meus colegas de apartamento, o futuro engenheiro metalurgista Mateus Sotelo Menezes e ao Msc. Jhon Alexander Peñafiel pela paciência e auxílio no desenvolvimento deste relatório.

Profundo agradecimento aos meu pais, Irineu e Neli, pelo carinho, aconselhamentos e sempre apoiarem esta caminhada, junto com meus irmãos Christian e Yuri que mesmo distantes estão sempre presentes e a minha namorada Amanda pelo carinho, cumplicidade e paciência no decorrer dos anos.

"We physicists can dream up and work out all the details of power reactors based on dozens of combinations of the essentials, but it's only a paper reactor until the metallurgist tells us whether it can be built and from what. (...)"

—Dr. Norman Hillberry

(former director of Argonne National Laboratory, 1957–1961)

Resumo

Aços inoxidáveis austeníticos são classes de materiais normalmente utilizadas em núcleos de reatores nucleares, onde as condições de operação introduzem altos níveis de danos por irradiação nestes componentes. O uso de reatores de teste para entendimento do comportamento do material é uma técnica eficiente, porém de alto custo e demora, essas restrições são barreiras ao avanço do conhecimento de danos por radiação. Nesta pesquisa a estabilidade estrutural de aços austeníticos inoxidáveis será investigada, com a simulação das condições de danos semelhantes ao fluxo de nêutrons com o uso de íons acelerados em um intervalo de tempo significativamente menor. Aços AISI 316L e AISI 348 foram irradiados com íons pesados (Au - 5 MeV) até uma dose na ordem de 40 dpa em uma faixa de temperatura de 300-450°C para provocar alterações microestruturais. Após a irradiação as amostras foram caracterizadas e apresentaram alterações nas microestruturas, apresentando alterações nos fenômenos de precipitação. As microestruturas obtidas, assemelham-se às irradiadas com nêutrons em reatores reais, o que viabiliza o estudo de estabilidade com o feixe de íons.

Palavras-chave: Aço inoxidável austenítico. Danos por irradiação. Irradiação com íons para produção de danos. Fenômenos de precipitação.

Abstract

Austenitic Stainless Steels compose a class of materials usually used in nuclear reactors cores that work the operations conditions, where there is intense radiation damage upon the components due to exposure. The use of test reactors for understanding of the material behavior is an efficient technique; however it takes a lot of time and is expensive. These restrictions are barriers to the knowledge development of radiation damage. In this research, Stainless Steels structural stability will be investigated, creating similar damage conditions as the neutron flux using irradiated ions in a much shorter amount of time. AISI 316L and AISI 348 Steels were irradiated with heavy ions (Au – 5Mev) until a a dose at the order of 40 dpa, at 300-450 celsius to induce microstructural changes. After the irradiation, the samples were characterized and revealed modification in their microstructure and on the precipitation phenomenon. The obtained microstructures resemble to the ones irradiated with neutrons in real reactors, which enable the study about ion beam stability.

Keywords: Austenitic stainless steel. Radiation damage. heavy ion irradiation. Precipitation phenomenon.

Lista de ilustrações

Figura 1 – Seção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni ($T=750^{\circ}\text{C}$)	16
Figura 2 – Empobrecimento de cromo na fronteira de grão devido a precipitação de carbonetos rico em cromo ($M_{23}C_6$)	16
Figura 3 – Diagrama TTP para o aço inoxidável AISI 316	17
Figura 4 – Comparação na mudança tensão de escoamento do AISI 316 irradiadas em três reatores de fluxos nêutrons distintos. Enquanto há pouca correlação em termos de fluência de nêutrons, as alterações correlacionam-se bem através do número de deslocamentos por átomo (dpa).	20
Figura 5 – Representação esquemática do fenômeno de segregação induzida por irradiação produzida pelo fluxo de vacâncias e interstícios para pontos dissipadores	23
Figura 6 – Aspecto morfológico do precipitado $M_{23}C_6$: a) Precipitação do carboneto em contorno de grão, no aço 25Cr–24Ni–0.27Ti–0.034C (%massa) envelhecido 5 h a 750°C ; b) Precipitação do carboneto associado a discordâncias em um aço 18Cr–12Ni (%massa) após 80 h a 700°C sobre tensionamento	25
Figura 7 – Diferentes modos de precipitação aços inoxidáveis austeníticos para carbonetos: a)Precipitação em fronteira de grão $M_{23}C_6$ (grosseira) e TiC (fina); b)Precipitação de TiC associada a discordâncias; c)Precipitação de TaC intragranular e em falhas de empilhamento	26
Figura 8 – Composições químicas de precipitados induzidos por irradiação	27
Figura 9 – Estrutura cristalina do $Ni_3Si - \gamma'$	29
Figura 10 – Diagrama DTP para a fase $Ni_3Si - \gamma'$ em aços inoxidáveis austeníticos irradiados (marcadores geométricos preenchidos indicam a presença da segunda fase para o ponto analisado)	29
Figura 11 – Morfologia e distribuição da fase $Ni_3Si - \gamma'$ em um aço AISI 316 irradiado, a) e c) Micrografias eletrônica de transmissão de campo claro; b)e d) Micrografias eletrônica de transmissão de campo escuro	30
Figura 12 – Estrutura cristalina da fase G	31
Figura 13 – Partícula da fase G, associada a uma cavidade/bolha em um aço inoxidável austenítico	32
Figura 14 – Diagrama DTP para a fase G em aços inoxidáveis austeníticos irradiados (marcadores geométricos preenchidos indicam a presença da segunda fase para o ponto analisado)	32
Figura 15 – Aspecto morfológico de "agulha" dos fosfetos induzidos por irradiação em um aço inoxidável austenítico e o diagrama DTP para formação de fosfetos induzidos por irradiação (marcadores geométricos preenchidos indicam a presença da segunda fase para o ponto analisado)	33

Figura 16 – Representação da diferença na morfologia dos danos causada por diferentes tipos de partículas irradiadas a energia de 1 MeV de energia em uma liga de Ni	35
Figura 17 – Cinética de precipitação no aço AISI 316, na temperatura de 400°C, considerando os fenômenos de segregação induzida e aumento de difusividade, após ação de danos de 10 dpa (a)segregação unicamente do Cr e Ni (b) segregação de Cr, Ni, Mn e Si.	39
Figura 18 – Perfil de distribuição dos átomos de Hélio pré-injetados	44
Figura 19 – Perfil de vacâncias produzidas segundo o modelo K-P para uma liga modelo (Fe-18Cr-12Ni, valores de E_d modificados de acordo com a ASTM E521-96) utilizando feixe de Au a 5 MeV	45
Figura 20 – Representação gráfica do suporte para irradiações com aquecimento	47
Figura 21 – Contraste entre a região irradiada e não irradiada após revelação	49
Figura 22 – Micrografia óptica da região de conflito (irradiado - lado esquerdo superior e não irradiado - lado direito inferior)	50
Figura 23 – Micrografia eletrônica de varredura da região de conflito (irradiado - lado esquerdo inferior e não irradiado - lado direito superior)	50
Figura 24 – Micrografia óptica da região não irradiada	51
Figura 25 – Micrografia óptica da região irradiada	51
Figura 26 – Micrografia Eletrônica de Varredura da região não irradiada	52
Figura 27 – Micrografia Eletrônica de Varredura da região irradiada	52
Figura 28 – Micrografia eletrônica de varredura com contraste de composição	53
Figura 29 – Micrografia eletrônica de varredura com contraste de composição	54
Figura 30 – Difração de área selecionada - AISI 316L solubilizado	55
Figura 31 – Difração de área selecionada - AISI 316L irradiado 40 dpa - 450°C	55
Figura 32 – Micrografia com feixe alinhado para formação da imagem das partículas de segunda fase responsáveis pelo sinal de difração específica do ponto A no espectro de difração de área selecionada	56
Figura 33 – Micrografia utilizando contraste de difração down–zone, exemplo de franje de moiré destacado na imagem	56
Figura 34 – Curvas de precipitação para o Carboneto $M_{23}C_6$	57
Figura 35 – Representação esquemática da nucleação do carboneto $M_{23}C_6$ na interface com o carboneto NbC	59
Figura 36 – Micrografia eletrônica de varredura da estrutura mista $M_{23}C_6//NbC$	60

Lista de tabelas

Tabela 1 – Composição química do AISI 348 (% em massa)	18
Tabela 2 – Propriedades Mecânicas do AISI 348	18
Tabela 3 – Comparação entre as técnicas com partículas carregadas e reatores de teste	37
Tabela 4 – Vantagens e desvantagens de cada classe de partículas carregadas	37
Tabela 5 – Composição química da barra (% em massa)	42
Tabela 6 – Composição química da chapa (% em massa)	42
Tabela 7 – Tratamento térmico: Descrição de parâmetros e equipamentos utilizados	42
Tabela 8 – Parâmetros para implantação de Ar	43
Tabela 9 – Parâmetros para implantação de He	43
Tabela 10 – Análise de composição química das fases em contraste	53
Tabela 11 – Análise química da estrutura mista	54

Sumário

1	INTRODUÇÃO	14
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	Materiais para aplicação nuclear	15
2.1.1	Aços inoxidáveis austeníticos para aplicações nucleares	15
2.1.2	Precipitação durante envelhecimento a temperatura elevadas	17
2.1.3	AISI 348 - Aço inoxidável austenítico estabilizado ao Nb	18
2.2	Danos de irradiação em aços inoxidáveis austeníticos	18
2.3	Comparação entre o AISI 348 e outros aços da série 300, em aplicações nucleares	21
2.4	Estabilidade microestrutural sob irradiação	22
2.5	Segregação e difusão induzida por irradiação	22
2.6	Transformações de fases facilitadas por irradiação	23
2.6.1	Precipitação dos carbonetos ricos em cromo $M_{23}C_6$	24
2.6.2	Precipitação do carboneto de nióbio (NbC)	25
2.7	Transformações de fases induzidas por irradiação	27
2.7.1	Mecanismo de precipitação induzida por irradiação	27
2.7.2	Formação da fase γ' (Ni_3Si)	29
2.7.3	Formação da fase G ($Nb_6Ni_{16}Si_7$)	31
2.7.4	Formação de fosfetos	33
2.8	Diferentes técnicas para o estudos de danos por irradiação	33
2.9	Irradiação	34
2.10	Irradiação com íons para simulações de danos.	36
2.11	Estabilidade microestrutural da liga sob irradiação iônica	38
2.12	Modelagem termodinâmica e cinética da precipitação em aços inoxidáveis austeníticos assistida por irradiação	38
2.13	Simulação computacional da interação de íons com a matéria	39
3	MATERIAIS E MÉTODOS	41
3.1	Análise química e tratamentos térmicos	41
3.1.1	Material - AISI 348	41
3.1.2	Material - AISI 316L	42
3.2	Irradiação e implantação iônica	43
3.2.1	Implantação de átomos de gás inerte para simular subprodutos de fissão	43
3.2.2	Irradiação com feixe de íons pesado para produção de danos	44
3.3	Caracterização das amostras irradiadas	47

3.3.1	Metalografia, Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura . . .	47
3.3.2	Microscopia Eletrônica de Transmissão	48
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
4.1	Análises via microscopia óptica e eletrônica de varredura	49
4.2	Contraste de composição (BSE) e análise química (EDS)	53
4.3	Análises via Microscopia Eletrônica de Transmissão	54
4.4	Fenômenos de precipitação facilitados por irradiação	57
4.5	Fenômenos de precipitação induzidos por irradiação	60
5	CONCLUSÕES	62
6	TRABALHOS FUTUROS	63
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64

1 Introdução

O programa nuclear da marinha brasileira possui diferentes estágios de execução desde o domínio do ciclo do combustível nuclear até o total desenvolvimento de uma planta nuclear nacional incluindo o reator. O projeto do Elemento Combustível (EC) do reator necessita seguir as normas vigentes da Comissão Nacional de Energia Nuclear, atendendo os limites de segurança e critérios de desempenho, utilizando um processo de fabricação qualificado, reprodutível para garantir a segurança em operação e as condições de licenciamento (MELO, M.J., CORREA, O. V., KUNIOSHI, C.T., 2012).

Os projetos de ECs comumente utilizam ligas de Zircônio, aços inoxidáveis ou outros aços especiais. O Brasil por não deter a tecnologia em escala industrial para fabricação de ligas a base de Zircônio, utilizará como elemento de revestimento o aço inoxidável estabilizado ao nióbio (AISI 348). Outros aços inoxidáveis austeníticos como o AISI 316 são amplamente usados como componentes estruturais em aplicações nucleares. Nestes ambientes os materiais ficam expostos a diferentes tipos de irradiação afetando diretamente sua microestrutura e, são estas alterações que por muitas vezes determinam o tempo de vida em operação do componente. Portanto é fundamental que o comportamento destes aços sob radiação seja totalmente entendido (GARNER, F.A., 2012).

As pesquisas sobre os efeitos de irradiação são tradicionalmente realizadas em reatores nucleares de teste, seguido por caracterização das amostras pós-irradiação. Os reatores de ensaio disponíveis para a comunidade científica são poucos e possuem diversas barreiras para sua utilização, neste contexto o uso de feixe de íons energéticos para simular a produção de danos produzidos pelos nêutrons e os subprodutos de fissão, irradiações com partículas carregadas mostra-se uma alternativa promissora para a investigação da estabilidade estrutural e versátil pois permite alterações de parâmetros experimentais (WAS, G.S. *et al*, 2014).

A exposição ao fluxo de nêutrons afeta a estabilidade das ligas, possibilitando a nucleação e crescimento (ou dissolução) de precipitados. Os fenômenos de precipitação assistidos por radiação já foram relatados em diversos aços inoxidáveis, e estudos possibilitam a reprodução deste fenômeno utilizando feixe de íons em ligas comerciais austeníticas. O objetivo deste trabalho é investigar a estabilidade estrutural da matriz austenítica e os fenômenos de precipitação nos aços AISI 348 e AISI 316L, simulando os danos de nêutrons com uso de partículas carregadas.

2 Revisão Bibliográfica

2.1 Materiais para aplicação nuclear

As propriedades características dos diferentes tipos de materiais para aplicações estruturais em reatores nucleares podem ser alteradas de forma significativa quando o componente é submetido à irradiação. As alterações induzidas devido à criticidade do ambiente de trabalho podem ocasionar alterações dimensionais, fragilização catastrófica ou perdas de resistência. Estas alterações limitam e determinam a vida útil dos componentes em reatores nucleares. Nos aços inoxidáveis da série 300, por exemplo, alterações nas propriedades devido aos efeitos da irradiação podem estar diretamente relacionadas a mudanças na microestrutura, e a outros fatores como a fluência e fenômenos de corrosão. Portanto, a compreensão da evolução microestrutural durante a irradiação permite a seleção e desenvolvimento de ligas cujo comportamento microestrutural é mais estável, sendo o entendimento do comportamento do material sob irradiação fundamental para o desenvolvimento de ligas que possam resistir aos efeitos adversos da irradiação, garantindo a integridade do material (MAZIASZ, P.J. 1993).

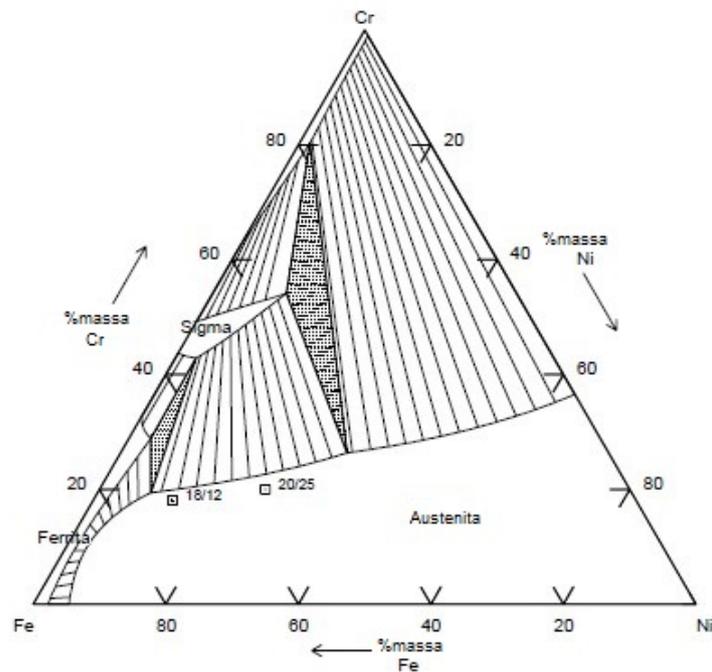
2.1.1 Aços inoxidáveis austeníticos para aplicações nucleares

Os aços inoxidáveis austeníticos são uma classe de material extremamente importante para tecnologia de reatores nuclear, bem como uma das ligas de engenharia mais utilizadas em projetos. Seus principais constituintes químicos são os elementos ferro, cromo e níquel. Esta classe de aços apresenta estrutura cristalina cúbica de face centrada a temperatura ambiente, devido aos efeitos das adições de Ni que estabilizam a fase austenítica (Figura 1), fase responsável por determinar as propriedades físicas e mecânicas o (MAZIASZ P. J., BUSBY J. T., 2012; KRAUSS, G., 2005).

São considerados aços inoxidáveis, porque possuem elevados teores de Cr (mín 12%) em solução sólida o que possibilita a passivação da superfície para a resistência a corrosão em diferentes ambientes e temperaturas. A temperaturas elevadas, superiores à 500°C, dependendo do tempo de processamento térmico que o componente é submetido, pode ocorrer a precipitação de $M_{23}C_6$ (M=Cr,Fe,Mo,Ni) nos contornos de grão diminuindo a quantidade de Cr dissolvido na matriz austenítica, afetando de forma negativa a resistência a corrosão, ilustrado na Figura 2. (KRAUSS, G. 2005; MCGUIRE, M.F., 2008)

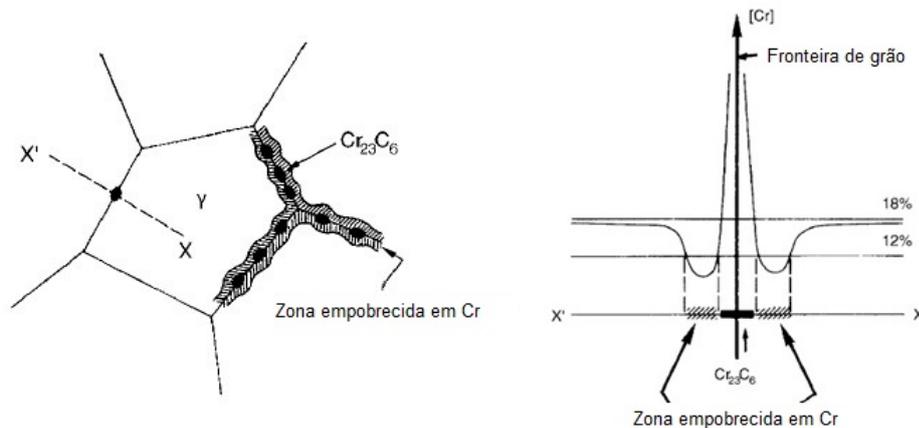
Os aços inoxidáveis são ligas comerciais complexas, com diferentes adições e combinações de elementos químicos como Mo, Mn, Si, Ti e Nb, para modificar as propriedades mecânicas de acordo com a finalidade em que a liga foi projetada. Os aços comerciais

Figura 1: Seção isotérmica do diagrama ternário Fe-Cr-Ni ($T=750^{\circ}\text{C}$)



Fonte: Adaptado SOURMAIL, T., 2001

Figura 2: Empobrecimento de cromo na fronteira de grão devido a precipitação de carbonetos rico em cromo (M_{23}C_6)



Fonte: Adaptado MCGUIRE, M., 2008

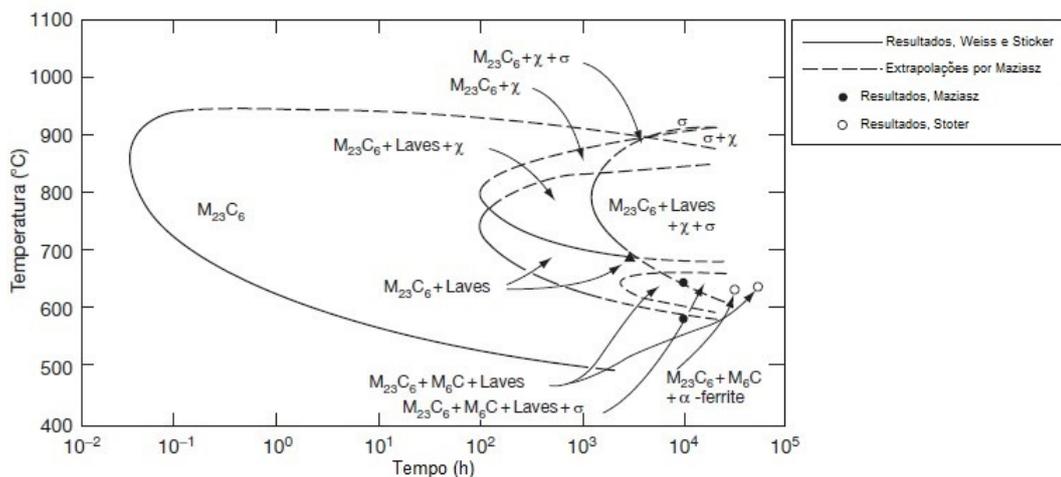
comumente utilizado em aplicações nucleares incluem os aços inoxidáveis austeníticos de composição 18Cr-12Ni (AISI 304, AISI 316, AISI 321 e AISI 348, CF8, CF8M, CF8C). Estes aços possuem boas combinações de resistência e ductilidade a temperaturas elevadas e criogênicas, com excelente resistência à fadiga, e são mais frequentemente usadas na condição solubilizada, com os elementos de liga totalmente dissolvidos na fase de austenítica com pouca ou nenhuma precipitação (MAZIASZ P. J., BUSBY J. T., 2012).

2.1.2 Precipitação durante envelhecimento a temperatura elevadas

Geralmente, os aços inoxidáveis austeníticos apresentam fase austenítica estável da temperatura ambiente até cerca de 400°C, temperatura na qual a matriz pode começar a sofrer alterações devido ao envelhecimento térmico por longos períodos. O envelhecimento faz com que a liga austenítica solubilizada decomponha-se em novas fases de carbonetos e/ou intermetálicos e uma matriz austenítica mais estável. (MCGUIRRE, M., 2008; CHANDLER, H., 2010)

A decomposição de uma liga de Fe-Cr-Ni, típica de aço inoxidável tipo 316, é mostrado no diagrama de Tempo-Temperatura-Precipitação (TTP) na Figura 3. Dependendo das condições de projeto de um reator específico, as curvas de precipitação tornam-se importantes para a compreensão do comportamento microestrutural do componente (MAZIASZ P. J., BUSBY J. T., 2012).

Figura 3: Diagrama TTP para o aço inoxidável AISI 316



Fonte: Adaptado MAZIASZ P. J., BUSBY J. T., 2012

Como indicado na Figura 3, o envelhecimento prolongado de aço 316 a 550°C e a temperaturas superiores tendem a produzir a precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ na matriz e ao longo das fronteiras de grão, enquanto a exposição a 600-750°C, eventualmente, causa a precipitação do carboneto M_6C , fase de Laves (Fe_2Mo) e fase sigma ($FeCr$). A temperaturas superiores a 900-950°C, não ocorre a precipitação das fases mencionadas. A formação de fases como o carboneto $M_{23}C_6$, rico em cromo, é prejudicial para a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis, desta maneira, para limitar essa formação, adições de Ti ou Nb fazem com que ocorra a formação de carbonetos MC durante processamento térmico em detrimento dos carbonetos $M_{23}C_6$, mantendo o cromo em solução sólida, entretanto estas adições podem acelerar a formação de fases intermetálicas (MAZIASZ P. J., BUSBY J. T., 2012; KRAUSS, G. 2005).

2.1.3 AISI 348 - Aço inoxidável austenítico estabilizado ao Nb

Tabela 1: Composição química do AISI 348 (% em massa)

Material	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Co	Ta + Nb	Fe
AISI 348	0,08 máx	2,0 máx	1,0 máx	0,04 máx	0,03 máx	17,0 19,0	9,0 13,0	0,20 máx	Nb+Ta \geq 10xC Ta máx = 0,1	Bal

Fonte: ASM Handbook

O aço AISI 348 é um aço inoxidável austenítico da série 300 com adições especiais de Ta e Nb (estabilização) em sua composição química (Tabela 1). Devido a estabilização ao nióbio, este aço possui como principal característica a resistência à corrosão em temperaturas elevadas. Quando submetidos a temperaturas na faixa de 500-900°C, aços menos nobres da série 300, como o AISI 304, tendem a formar precipitados de carboneto de cromo na região do contorno de grão, deixando o material susceptível à corrosão intergranular, anteriormente ilustrado na Figura 1. A estabilização ao nióbio inibe a formação do carboneto de cromo e, conseqüentemente, aumenta a resistência contra este tipo de corrosão. (KRAUSS, G., 2005; BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R., 2006)

Os aços inoxidáveis austeníticos estabilizados ao nióbio possuem excelente solubilidade, característica comum aos aços austeníticos, além de elevadas propriedades mecânicas que garantem boa ductibilidade, sendo recomendado para alguns processos de conformação a frio. A aplicação do aço AISI 348 está voltada principalmente para ambientes que envolvam meios corrosivos e temperaturas elevadas. Atualmente, tem sido utilizado para a confecção de tubos de revestimento para o EC do reator nuclear no projeto do submarino nuclear da Marinha do Brasil. Os valores típicos de propriedades mecânicas para o aço AISI 348 em barra de seção transversal inferior a 13mm na condição recozida são apresentados na Tabela 2. O AISI 348 apresenta uma microestrutura austenítica recristalizada com uma pequena quantidade de carbonetos de nióbio dispersos. (APERAM SOUTH AMERICA; RESENDE, R.P., 2015)

Tabela 2: Propriedades Mecânicas do AISI 348

Limite de escoamento	Limite de resistência	Alongamento	Dureza
205 MPa	515 MPa	30%	95 (máx) HRB

Fonte: ASM Handbook

2.2 Danos de irradiação em aços inoxidáveis austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos utilizados como revestimento no elemento combustível nuclear ou demais componentes estruturais em reatores nucleares devem suportar condições extremas de trabalho. Dependendo do tipo de reator, as temperaturas normais de trabalho podem variar de 50 a 370°C, e em reatores específicos, temperaturas de pico podem chegar na ordem de 700°C durante a operação. Sob estas condições, os materiais

devem também resistir à ação corrosiva de subprodutos de fissão e do fluxo dos líquidos do sistema de resfriamento (GARNER, F.A., 2012).

Dependendo do componente e do tempo de trabalho, pode haver também níveis significativos de tensões atuando sobre o corpo em estudo, não exercendo somente influências na propagação de trincas, mas também podendo impactar na estabilidade dimensional do material devido à fenômenos como a fluência térmica, deformação por irradiação, e os fenômenos de precipitação. Dessa forma, sabe-se que a irradiação de nêutrons pode afetar fortemente a microestrutura de aços inoxidáveis e ligas de altos teores de níquel, com fortes consequências nas propriedades físicas, mecânicas, estabilidade dimensional e integridade estrutural (ZINKLE, S.J., *et al.*, 1993; GARNER, F.A., 2012).

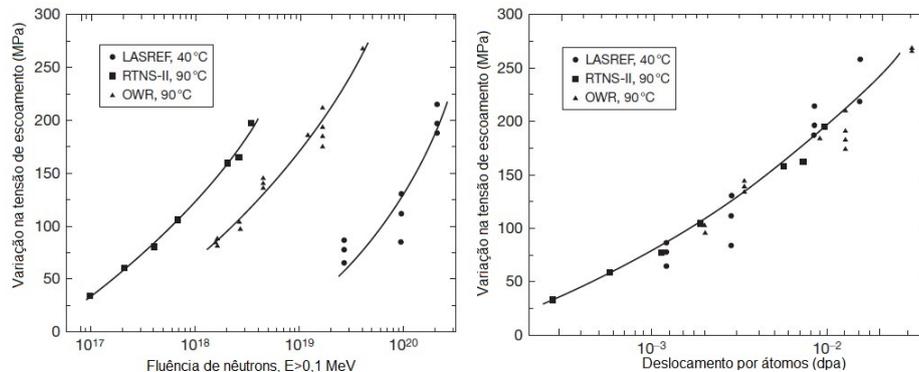
A principal força motriz das alterações estruturais ocasionadas pela irradiação surge principalmente a partir de colisões de nêutrons com átomos da matriz. Quando o material é exposto à irradiação, ocorre a transferência de energia entre os nêutrons incidentes e os constituintes da matriz. Se a energia transferida for maior do que a energia de ligação dos átomos na estrutura cristalina, haverá deslocamentos atômicos na estrutura. Os deslocamentos podem ocorrer de forma individual resultante da colisão de um nêutron de baixa energia com um único átomo ou de maneira mais frequente, onde a colisão primária envolve uma transferência de energia maior e ocorre uma "cascata" de danos localizada o que implica em colisões subsequentes átomo a átomo (WAS, G.S., 2007)

Para os componentes estruturais de reatores nucleares, convencionou-se expressar a quantidade de danos acumulados em termos do número de deslocamentos por átomo (dpa), ou seja, uma exposição ao fluxo de nêutrons de 10 dpa significa que cada átomo deslocou-se uma média de 10 vezes de sua posição inicial na rede cristalina. As doses acumuladas nos reatores variam de acordo com o tempo de vida útil dos componentes e do tipo de fluxo do reator. O conceito de deslocamento por átomo (dpa) é muito útil, uma vez que o processo (de) não tem dependência direta dos diferentes tipos de fluxo de nêutrons, permitindo a comparação dos dados gerados em vários espectros (Figura 4), desde que o mecanismo de dano em questão seja gerado a partir de deslocamentos, e não de outros mecanismos que possam acontecer (GARNER, F.A., 2012).

O procedimento padrão para o cálculo de dpa unificado internacionalmente é o modelo NRT, embora outras definições de dpa foram usadas, como os modelos de Kinchin-Pease, Half-Nelson, APD francesa, etc. Os fatores de conversão entre o modelo NRT e modelos mais antigos de dpa concordam dentro de 20% de desvio (GARNER, F.A., 2012).

As alterações microestruturais induzidas por irradiação em aços inoxidáveis austeníticos incluem, a produção de uma alta densidade de anéis de discordâncias, influência nos fenômenos de precipitação, cavidades e segregação química nos contornos de grão. Os dados experimentais mostram algumas relações entre os efeitos da temperatura de irradiação e o fluxo de irradiação nas mudanças microestruturais (MAZIASZ, P.J., 1993).

Figura 4: Comparação na mudança tensão de escoamento do AISI 316 irradiadas em três reatores de fluxos nêutrons distintos. Enquanto há pouca correlação em termos de fluência de nêutrons, as alterações correlacionam-se bem através do número de deslocamentos por átomo (dpa).



Fonte: Adaptado GAMER, F.A., 2012

Durante a operação, os níveis de danos acumulados em alguns componentes podem atingir mais de 100 dpa, o que pode implicar em modificações significativas no comportamento estrutural dos aços inoxidáveis austeníticos. Portanto, a compreensão da evolução microestrutural induzida por radiação é importante para estimar a vida útil dos componentes, compreender os modos e mecanismos de falha, e facilitar o desenvolvimento de materiais avançados resistentes à radiação. (GARNER F.A., 2012)

Os dados microestruturais obtidos em aços inoxidáveis austeníticos irradiados com nêutrons são convenientemente classificados em três regimes de temperatura: baixa temperatura, alta temperatura e altíssima temperatura. (MAZIASZ, P.J., 1993; ZINKLE, S.J., *et al*, 1993)

- "Baixa temperatura": Estende-se desde a temperatura onde ocorre o início da movimentação de vacâncias até temperaturas onde se verificam que agrupamentos de vacâncias oriundas das cascatas de deslocamento se tornam termicamente instáveis. Para os aços inoxidáveis austeníticos irradiados, este regime de baixa temperatura ocorre de 50°C até cerca de 300°C, onde a mobilidade e a estabilidade térmica dos defeitos depende de fatores como tempo de irradiação, temperaturas para a migração de vacâncias e outros defeitos.

Os aspectos microestruturais observados neste regime são pequenos aglomerados de defeitos pontuais, discordâncias. As densidades de defeitos observáveis são quase independentes da temperatura de irradiação no regime de baixa temperatura. Outros aspectos microestruturais, resultados de fenômenos de irradiação, como cavidades e precipitação comumente não são observados neste regime. O grau de segregação de soluto induzida por radiação é mínimo, devido à mobilidade limitada

- "Alta temperatura": Encontram-se as condições típicas de irradiação de nêutrons, cobre a faixa de temperaturas de 300°C a cerca de 700°C. A evolução microestrutural durante a irradiação no regime de alta temperatura é complexa, onde alterações normalmente presentes incluem cavidades (bolhas de gás inerte e/ou espaços vazios), discordâncias, e influência direta nos fenômenos de precipitação. Doses superiores a 10 dpa são muitas vezes necessárias para chegar a um "estado estacionário" da microestrutura neste regime, devido às interações entre os componentes individuais microestruturais. A densidade de defeitos pontuais é insignificante, pois os efeitos da segregação de soluto induzida por radiação podem ser muito significativos no regime. Os detalhes específicos da evolução microestrutural são sensíveis a inúmeros parâmetros, incluindo taxa de danos, composição da liga e taxa de formação de hélio (He) por transmutação.
- "Altíssima temperatura": corresponde a temperaturas acima de cerca de 700°C, todos os grupos de defeitos induzidos por radiação exceto as bolhas de gás inertes, são termicamente instáveis. Portanto, a microestrutura neste regime de temperatura é essencialmente idêntica à encontrada em aços não irradiados tratados termicamente nas mesmas temperaturas mesma temperatura.

2.3 Comparação entre o AISI 348 e outros aços da série 300, em aplicações nucleares

A principal vantagem para a utilização do aço AISI 348 na indústria nuclear é devido a sua radioatividade residual inferior, comparado a outros aços, devido aos seus baixos níveis de impurezas, especialmente Co. No entanto, após longos períodos em serviço em reatores, estes aços apresentam radioatividade significativa, alertando para o fato de que redução de impurezas não garante a total segurança no manuseio do material pós-irradiação. O aço AISI 348 comporta-se bem sob irradiação, sem diferenças muito significativas de outros aços da série 300, especialmente AISI 316, que é comumente empregado em ambientes nucleares. Estes dois aços são menos propensos do que o aço AISI 304 a transformações de fases induzidas por irradiação. Entretanto o AISI 348 é superior ao AISI 316 na resistência à corrosão intergranular e apresenta maior vida em fluência, devido a formação de carbonetos durante o tratamento térmico de estabilização (GARNER, F.A., GREENWOOD, L.R., 2007)

Todos os aços da série 300, na faixa de temperatura de interesse para aplicação nuclear, são propensos a segregação induzida por radiação, dando origem a instabilidades de fase que podem levar à formação de precipitados na matriz. O elemento Ni é a principal fonte de geração tanto de hélio quanto de hidrogênio, através das reações de transmutação,

quando o material é exposto a doses relativamente elevadas de irradiação. (GARNER, F.A., GREENWOOD, L.R., 2007; MAZIASZ, P.J., 1993)

2.4 Estabilidade microestrutural sob irradiação

A estabilidade microestrutural de aços inoxidáveis austeníticos sob irradiação é de grande importância tecnológica devido a sua utilização em funções críticas nos núcleos de reatores. Neste contexto, fenômenos envolvendo a decomposição da fase austenítica em outras fases, devido a irradiação são estudadas. As fases resultantes da evolução da matriz austenítica podem ser agrupadas em categorias como: fases induzida por irradiação, fases modificadas pela irradiação e fases facilitadas por irradiação (WAS, G.S., 2007).

As fases induzidas por irradiação incluem γ' , G e M_XP , e são precipitados que somente aparecem nos aços do grupo 18Cr-12Ni sob irradiação. O grupo modificado por irradiação é composto por fases que ocorrem devido à irradiação e ao processamento térmico (MAZIASZ, P.J., 1989; WAS, G.S., 2007).

A categoria facilitada por irradiação consiste em fases que ocorrem regularmente durante o processamento térmico, mas quando combinada à irradiação são formadas com maior velocidade e/ou em maior quantidade a temperaturas inferiores as convencionais via tratamento térmico. Fases nesta categoria incluem carbonetos M_6C , $M_{23}C_6$ e MC e fases σ , χ e intermetálicos (MAZIASZ, P.J., 1993; WAS, G.S., 2007).

O aparecimento destas fases pode ser relacionado aos efeitos da irradiação sobre a estabilidade da fase. O maior efeito da irradiação sobre a precipitação em aços inoxidáveis é devido ao enriquecimento de soluto, através de segregação induzida por radiação. A irradiação de aços inoxidáveis austeníticos faz com que ocorra uma segregação de Si e Ni em regiões específicas, como contornos de grão, e muitas das fases que aparecem sob irradiação são ricas em um ou ambos elementos. (WAS G.S., 2007)

2.5 Segregação e difusão induzida por irradiação

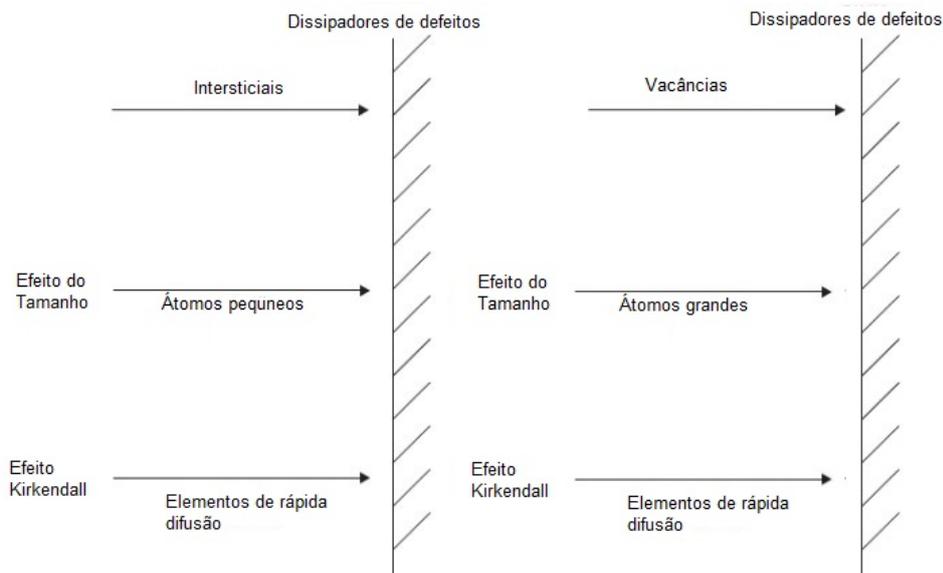
O fenômeno de segregação ocorre quando as diferentes espécies químicas constituintes da liga difundem aproximando-se ou afastando-se de regiões de maior energia. A evolução microestrutural dos componentes durante a irradiação a temperaturas elevadas é determinada pela segregação, entre outros fatores. O fenômeno de segregação induzida por radiação é um processo de difusão em uma situação fora das condições de equilíbrio, ilustrado na Figura 5, que pode ocorrer como consequência dos seguintes fatores:

- A forte interação entre solutos e defeitos pontuais (vacâncias e átomos intersticiais), gerados durante a irradiação, resulta no transporte conjunto de átomos de soluto

pelos fluxos de defeitos pontuais.

- Ao Efeito Kirkendall Inverso, situação onde espécies químicas de mais rápida difusão movimentam-se na direção contrária do fluxo de vacâncias induzidas por irradiação, difundindo para regiões de contornos de grão. Em contrapartida, as concentrações das espécies químicas de difusão lenta aumentam nessas regiões.

Figura 5: Representação esquemática do fenômeno de segregação induzida por irradiação produzida pelo fluxo de vacâncias e intersticiais para pontos dissipadores



Fonte: Adaptado SMALLMAN R.E., NGAN A.H.W., 2014

O efeito combinado desses fatores faz com que a irradiação tenha uma influência direta e fundamental nos fenômenos de precipitação a temperaturas inferiores. (SMALLMAN R.E., NGAN A.H.W., 2014 ; KLUEH R.L., HARRIES D.R., 2001)

Nos aços austeníticos estabilizados ao Nb a irradiação tem influência significativa nos fenômenos de precipitação, facilitando a formação de carbonetos, possivelmente NbC e induzindo transformações de fases na matriz austenítica, possivelmente fase G.

2.6 Transformações de fases facilitadas por irradiação

Os fenômenos de precipitação facilitados por irradiação acontecem devido o aumento das taxas de difusão dos constituintes químicos, quando os mesmos estão sobre efeitos da irradiação. Na ausência de irradiação, a difusão nos metais é impulsionada pelo movimento termicamente ativo de vacâncias em equilíbrio térmico (Equação 2.1), onde c_v^0 é a concentração de vacâncias nas condições de equilíbrio térmico e D_v é o respectivo coeficiente de difusão.

$$D_{eq} = c_v^0 D_v^0 \quad (2.1)$$

A irradiação aumenta drasticamente a concentração e a mobilidade das vacâncias, juntamente com a mobilidade dos átomos intersticiais, alterando a difusão total no sistema (Equação 2.2) onde c_i é a concentração de elementos intersticiais e D_i seu respectivo coeficiente de difusão, e c_v e D_v são os novos valores, referentes as vacâncias nas novas condições do sistema ($c_v > c_v^0$ e $D_v > D_v^0$).

$$D_{irr} = c_v D_v + c_i D_i \quad (2.2)$$

As alterações resultantes da irradiação na mobilidade atômica dos elementos constituintes da liga acabam por permitir que certas espécies químicas sejam arrastadas para regiões de nucleação heterogênea, por intersticiais e que outros constituintes químicos de difusão lenta aumentem seu percentual de concentração em regiões sumidouros de vacâncias. Este fenômeno conjunto acaba facilitando a formação de precipitados, em situações onde a cinética de precipitação é praticamente nula em circunstâncias normais. (VOLGIN, A. , 2012)

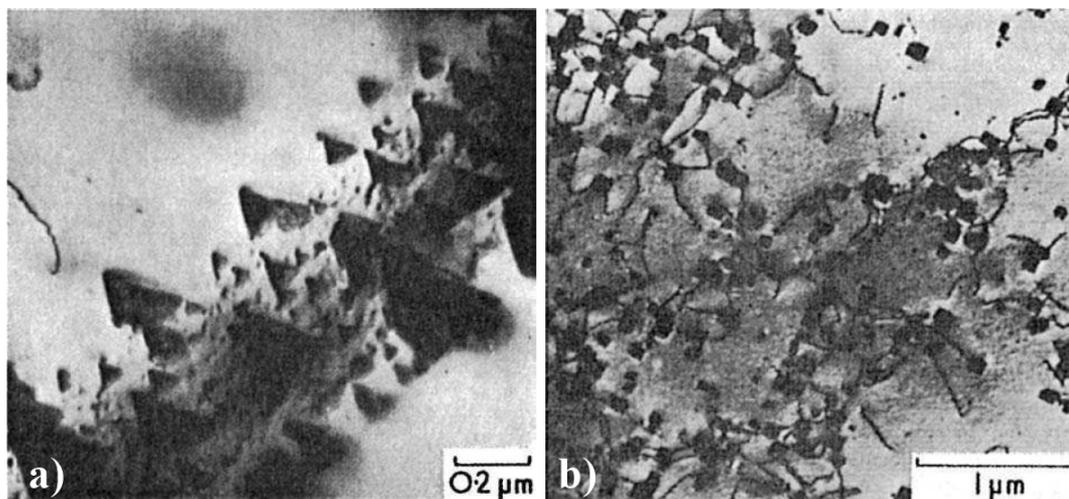
2.6.1 Precipitação dos carbonetos ricos em cromo $M_{23}C_6$

Os aços inoxidáveis austeníticos geralmente contêm entre 18-30% em massa de cromo, de 8-20% em massa de níquel e entre 0,03-0,1% em massa de carbono. O limite de solubilidade de carbono, para um aço inoxidável austenítico não estabilizado é de cerca de 0.05% em massa a 800°C, com o aumento da temperatura sua solubilidade aumenta e nas temperaturas de tratamento térmico de recozimento, (1100°C) o carbono constituinte da liga, encontra-se totalmente em solução sólida, o resfriamento rápido desta faixa de temperatura resultará em uma solução sólida de austenita supersaturada à temperatura ambiente. No entanto, o arrefecimento lento ou reaquecimento no intervalo 500-800°C irá levar à rejeição de carbono a partir da solução supersaturada, formando os carbonetos $(Fe,Cr)_{23}C_6$ (KRAUSS, G., 2005; BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R. ,2006).

Este tipo de precipitação pode ter efeitos adversos sobre as diferentes propriedades do componente, como o comprometimento da ductilidade a baixas temperaturas, ou o efeito mais significativo é o esgotamento do elemento Cr das regiões adjacentes aos limites de grão. Desta maneira a camada de óxido passiva de superfície nessas regiões é fortemente comprometida, como resultado, o aço é muito mais propenso a ataque corrosivo. (BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R. ,2006)

O carboneto $M_{23}C_6$ tem sua nucleação preferencial em contornos de grão, contornos de macla, intragranular, nesta ordem. Em aços estabilizados ao Nb, às vezes é observado a nucleação/crescimento em torno dos carbonetos de nióbio. A Figura 6 ilustra a morfologia do carboneto $M_{23}C_6$ (SOURMAIL T., 2001).

Figura 6: Aspecto morfológico do precipitado $M_{23}C_6$: a) Precipitação do carboneto em contorno de grão, no aço 25Cr–24Ni–0.27Ti–0.034C (%massa) envelhecido 5 h a 750°C; b) Precipitação do carboneto associado a discordâncias em um aço 18Cr–12Ni (%massa) após 80 h a 700°C sobre tensionamento



Fonte: BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R. ,2006

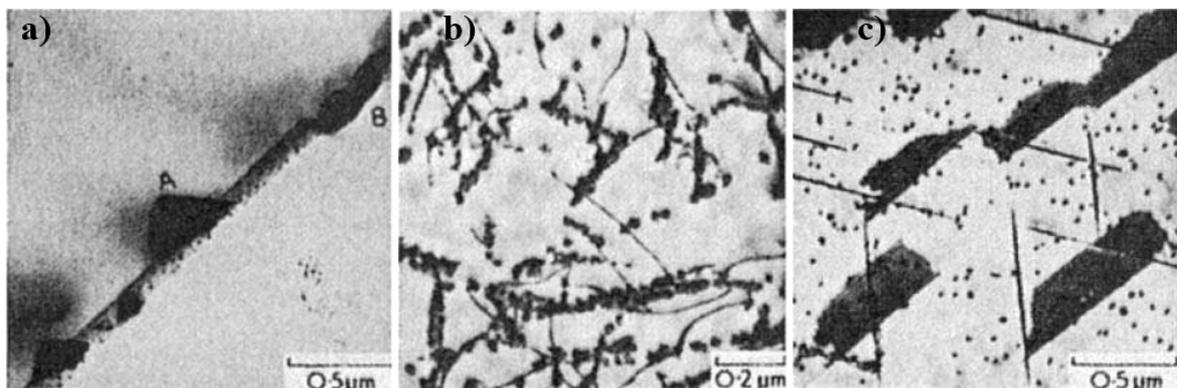
2.6.2 Precipitação do carboneto de nióbio (NbC)

A formação de carbonetos MC, em aços inoxidáveis austeníticos, ocorre quando elementos com forte afinidade pelo carbono como (Ti, Nb, V, Zr, Ta) são adicionados à liga como propósito de estabilizá-la contra a corrosão intergranular através de um tratamento térmico de estabilização durante várias horas, antes de ser colocado em serviço. Nos aços austeníticos estabilizados ao nióbio a maior parte do carbono é esgotada pela precipitação do NbC em temperaturas superiores a de dissolução do carboneto $M_{23}C_6$, que quando precipitado diminuiria o teor de Cr em solução sólida na matriz austenítica, alterando as propriedades de resistência a corrosão (KRAUSS, G., 2005; BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R. ,2006).

A possibilidade de formar NbC, finamente dispersos na matriz, tem uma vantagem adicional uma vez que estes precipitados permanecem inalterados a temperaturas na faixa 500-750°C, e assim proporcionam um ganho na propriedades mecânicas a temperaturas elevadas. O desenvolvimento dos aços austeníticos, resistentes a fluência, é estreitamente relacionado as propriedades destas dispersões de carbonetos. A formação de NbC na austenita é convenientemente estudada, submetendo o aço a um tratamento térmico de alta temperatura (1100-1300°C), seguido por um rápido resfriamento até à temperatura ambiente. O fenômeno de precipitação ocorre através do envelhecimento por diversas horas a 900°C. Os carbonetos formados apresentam estrutura cristalina CFC (Fm-3m) e sua precipitação pode ocorrer associada a diferentes pontos de nucleação (ilustrado na Figura 7): Fronteiras de grão; discordâncias; falhas de empilhamento; (BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R. ,2006).

- Associado a fronteiras de grãos, pontos preferenciais para nucleação, uma vez que o cromo (Cr) difunde mais rapidamente na austenita do que o Nb ou Ti, o carboneto $M_{23}C_6$ normalmente se forma primeiro, portanto é necessário realizar a completa estabilização da liga austenítica em temperatura superior a temperatura de dissolução dos carbonetos $M_{23}C_6$.
- Associado a discordâncias, desta forma atua como importante mecanismo para a precipitação de fases de equilíbrio. Deve-se notar também que parte significativa da resistência à deformação deste grupo de ligas é devido a nucleação de carbonetos de liga nas discordâncias geradas pela deformação a temperaturas elevadas. Uma vez que o parâmetro de rede de austenita é 20-25%, menor do que a dos carbonetos, o fluxo de vacâncias em direção aos precipitados é necessário para reduzir as tensões internas resultantes do crescimento das partículas.
- Associado a falhas de empilhamento como discos finos com orientação em relação a matriz $\{111\}\gamma$. Estas fases crescem substancialmente durante o envelhecimento, a 700°C . Análises mostram que os discos são nucleados preferencialmente em regiões associadas a região de escalagem de discordâncias, que durante o fenômeno de recuperação geraram uma fonte contínua de vacâncias. O resultado final é uma matriz com discos de NbC finamente dispersos, precipitados com esta morfologia específica podem acontecer associados a discordâncias.
- Precipitação intragranular, ocasionalmente observada, mas é a mais rara morfologia encontrada. Aparentemente sua nucleação é associada a "clusters" átomo/vacância de soluto. Conseqüentemente, eles só são obtidos após tratamentos térmicos que resultam em supersaturação de vacâncias na matriz austenítica.

Figura 7: Diferentes modos de precipitação aços inoxidáveis austeníticos para carbonetos: a) Precipitação em fronteira de grão $M_{23}C_6$ (grosseira) e TiC (fina); b) Precipitação de TiC associada a discordâncias; c) Precipitação de TaC intragranular e em falhas de empilhamento

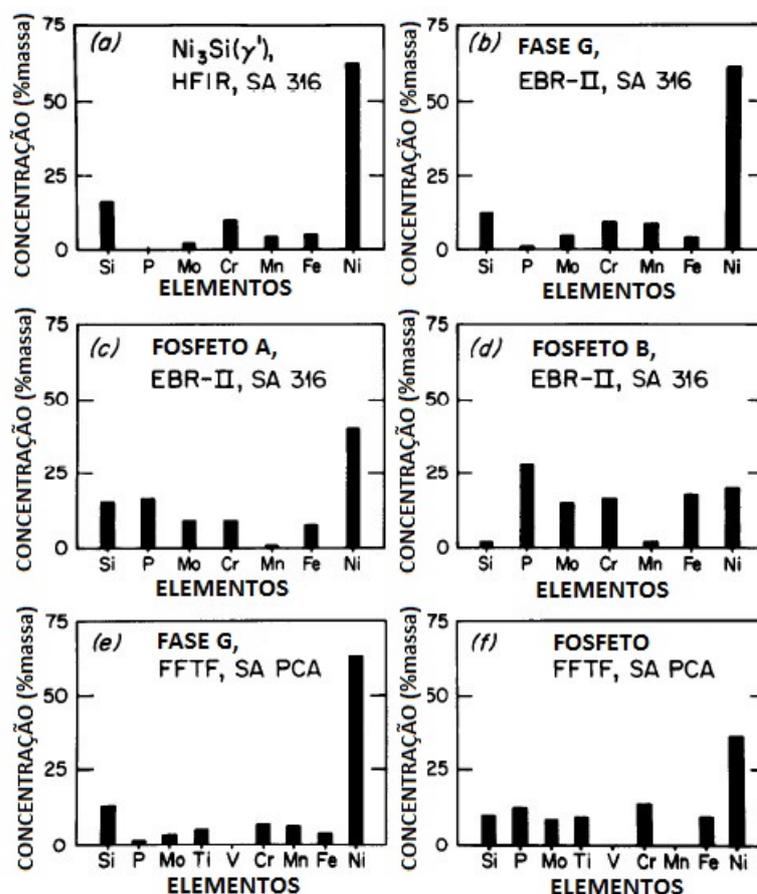


Fonte: BHADSHIA H.K.D.H., HONEYCOMBE R., 2006

2.7 Transformações de fases induzidas por irradiação

As fases Ni_3Si (γ'), G e fosfetos são muitas vezes induzidas em aços inoxidáveis do tipo 316 por irradiação de nêutrons, ou em inoxidáveis austeníticos estabilizados. O envelhecimento térmico destes mesmos aços produz várias combinações de carbonetos e/ou fases intermetálicas, mas não as fases induzidas por irradiação. Estas fases foram estudadas em diferentes tipos de aços, reatores, fluxos de nêutrons. A composição química dessas fases são bem variadas conforme Figura 8. (MAZIASZ P.J., 1989)

Figura 8: Composições químicas de precipitados induzidos por irradiação



Fonte: Adaptado MAZIASZ, P.J., 1989

2.7.1 Mecanismo de precipitação induzida por irradiação

O fenômeno de precipitação induzido por irradiação ainda não está totalmente esclarecido, as pesquisas sugerem que este tipo de precipitação ocorre devido a nucleação heterogênea, como consequência do fenômeno de segregação induzida por radiação para as regiões sumidouros de vacâncias, como contornos de grão, discordâncias, cavidades e/ou bolhas de gás inerte. Quando a concentração local de Ni e Si torna-se maior do que a solubilidade do soluto limite a nucleação ocorre.

A abordagem teórica foi inicialmente sugerida por Wiedersich, Okamoto e Lam (WOL). Este modelo descreve uma evolução de defeitos usando equações diferenciais parciais, representada abaixo para a descrição de um modelo de liga binária A-B, representadas nas equação na sequência.

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = \vec{\nabla}[-(d_{Ai} - d_{Bi})\alpha\Omega C_i \vec{\nabla} C_A + D_i \vec{\nabla} C_i] + K_0 - R \quad (2.3)$$

$$\frac{\partial C_v}{\partial t} = \vec{\nabla}[-(d_{Av} - d_{Bv})\alpha\Omega C_v \vec{\nabla} C_A + D_v \vec{\nabla} C_v] + K_0 - R \quad (2.4)$$

$$\frac{\partial C_A}{\partial t} = \vec{\nabla}[D_A \alpha \vec{\nabla} C_A + \Omega C_A (d_{Ai} \vec{\nabla} C_i - d_{Av} \vec{\nabla} C_v)] \quad (2.5)$$

Considerando:

- C_A , C_i e C_v , os valores locais de concentração de átomos A, elementos intersticiais e vacâncias;
- d_{Av} , d_{Bv} , d_{Ai} e d_{Bi} , os valores de difusividade dos átomos A e B para os mecanismos vacante e intersticial;
- α , como fator termodinâmico devido as diferenças entre o gradiente de potencial químico e o gradiente de concentração;
- Ω , o volume atômico médio;
- K_0 , taxa de produção de vacâncias e intersticiais
- R , taxa de recombinação de vacâncias e intersticiais

O lado direito destas equações significa que os fluxos de defeitos são acionados por gradientes de concentração de átomos A e B, bem como por seus próprios gradientes de concentração. O fluxo de átomos é impulsionado pelo gradiente de potencial químico e pelo gradiente de concentração de defeitos. Algumas conclusões podem, contudo, ser dadas a partir da resolução das equações anteriores (Eq. 2.3, Eq 2.4, Eq. 2.5):

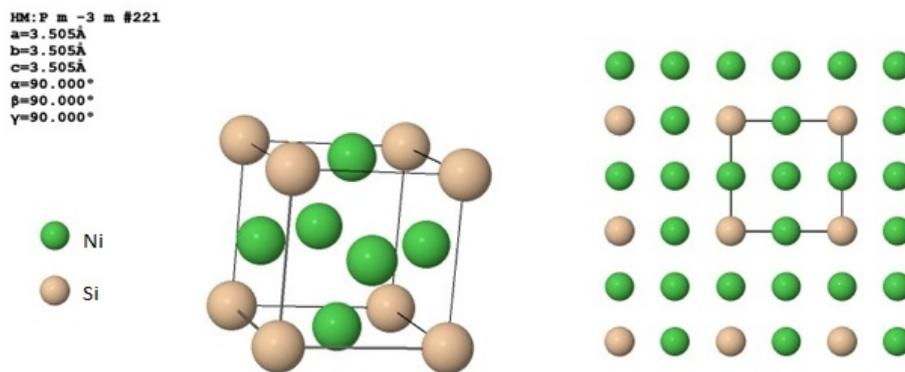
$$\vec{\nabla} C_A = \frac{N_A N_B d_{Bi} d_{Ai}}{\alpha (d_{Bi} N_B D_A - d_{Ai} N_A D_B)} \left(\frac{d_{Av}}{d_{Bv}} - \frac{d_{Ai}}{d_{Bi}} \right) \vec{\nabla} C_v \quad (2.6)$$

Onde D_A e D_B são os coeficiente médios de difusão de A e B. A equação anterior (Eq 2.6) indica que a concentração de átomos de A varia de acordo com os valores de $\vec{\nabla} C_v$ e a relação $(\frac{d_{Av}}{d_{Bv}} - \frac{d_{Ai}}{d_{Bi}})$. Portanto, se a concentração de vacâncias diminuir difundindo para uma região dissipadoras de defeitos, o elemento A é enriquecido nesse dissipador se $(\frac{d_{Ai}}{d_{Bi}} > \frac{d_{Av}}{d_{Bv}})$. Durante a irradiação, as regiões dissipadoras de defeitos são continuamente enriquecidas com átomos de A e quando o limite de solubilidade de A em B é atingido a precipitação ocorre (VOLGIN, A., 2012).

2.7.2 Formação da fase γ' (Ni_3Si)

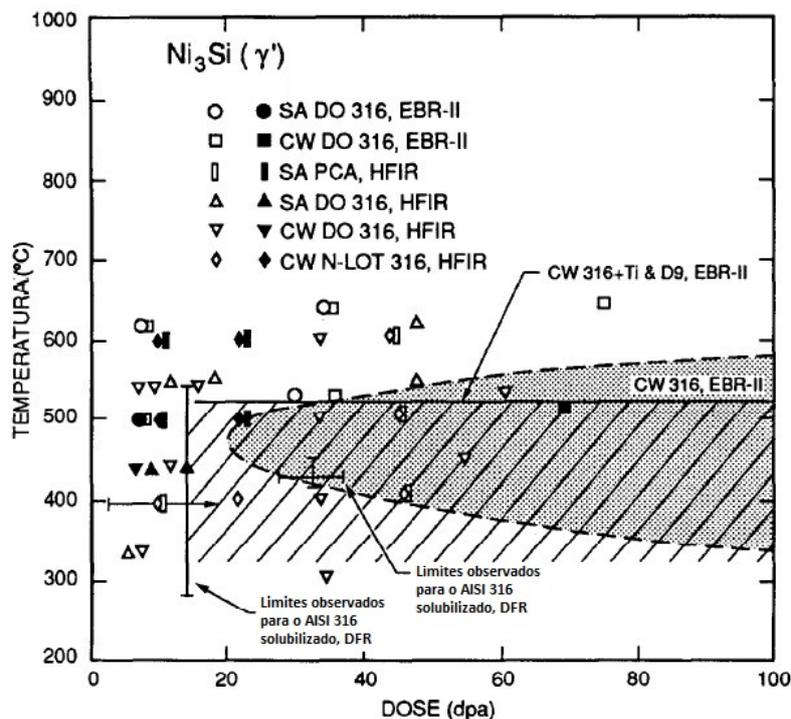
A fase Ni_3Si (γ') foi encontrada pela primeira vez em 1977-78 no AISI 316 irradiado com nêutrons. É um composto intermetálico do tipo A_3B , com estrutura cristalina $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$ e parâmetro de rede de 0,35nm (Figura 9). A composição da fase foi mostrada na Figura 8. A Figura 10 apresenta o diagrama de Dose-Temperatura-Precipitação (DPT) com dados coletados de muitos pesquisadores sobre o precipitado Ni_3Si (MAZIASZ, P.J., 1989)

Figura 9: Estrutura cristalina do Ni_3Si - γ'



Fonte: Inorganic Crystal Structure Database

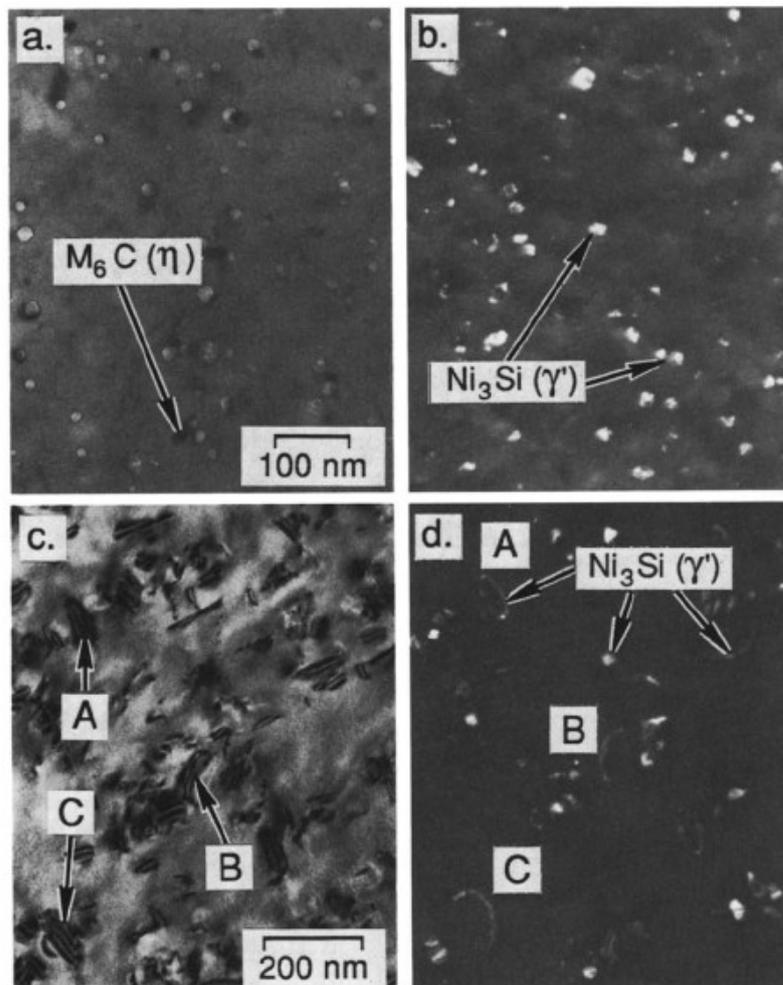
Figura 10: Diagrama DTP para a fase Ni_3Si - γ' em aços inoxidáveis austeníticos irradiados (marcadores geométricos preenchidos indicam a presença da segunda fase para o ponto analisado)



Fonte: Adaptado MAZIASZ, P.J., 1989

A cinética de formação da fase Ni_3Si (γ') durante a irradiação em aços inoxidáveis austeníticos é sensível a composição química, temperatura de operação do reator, tipo de fluxo do reator e tratamento termomecânico prévio. Trabalhos publicados reportam que a cinética de precipitação é geralmente maior em aços trabalhados a frio, do que na situação onde o aço encontra-se recozido e solubilizado. A precipitação ocorre geralmente a doses acima de um valor mínimo de 5 dpa, e geralmente aumenta com a dose. Microestruturalmente a fase Ni_3Si (γ') forma-se como finas partículas (5-50 nm), ou clusters muitas vezes associada com a rede de discordâncias (Figura 11) e algumas vezes associadas a cavidades (MAZIASZ P.J., 1989).

Figura 11: Morfologia e distribuição da fase Ni_3Si - γ' em um aço AISI 316 irradiado, a) e c) Micrografias eletrônica de transmissão de campo claro; b) e d) Micrografias eletrônica de transmissão de campo escuro

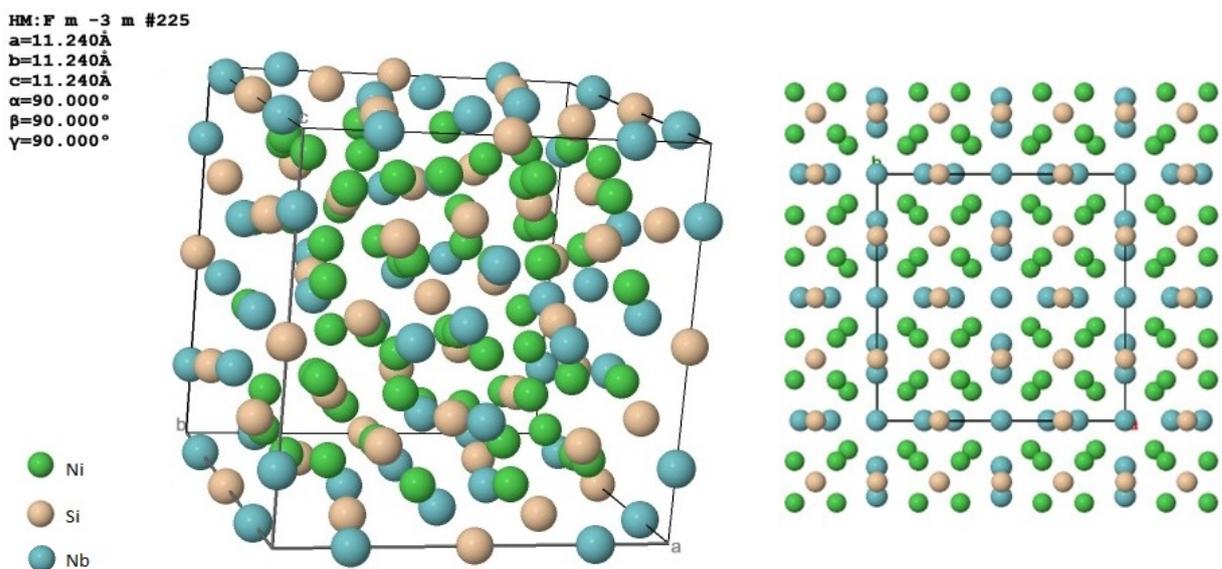


Fonte: MAZIASZ, P.J., 1989

2.7.3 Formação da fase G ($\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$)

Fase G é um precipitado rico em silício formado em aços inoxidáveis estabilizados com Ti ou Nb. Relatada pela primeira vez em 1956, no aço inoxidável endurecível por precipitação A286, com conteúdo variável (0 a 2.3% massa) de Ti e Al. Nos aços da série AISI 300 acredita-se formar somente sob irradiação. Em aços de composição química com 20Cr-25Ni é possível sua precipitação via processamentos térmicos convencionais, no intervalo de temperatura de 500-850°C. A fase G tem uma fórmula geral $\text{D}_6\text{A}_{16}\text{C}_7$ onde A e D são elementos de transição, e C um elemento do Grupo IV. A é geralmente níquel, D nióbio ou titânio, entretanto quantidades de Fe e Cr podem substituir o Nb ou Ti, C geralmente é Si, com estrutura cristalina CFC, parâmetro de rede de 1.12 nm e 116 átomos por célula unitária. O grupo espacial para esta estrutura é Fm $\bar{3}$ m (Figura 12) (SOURMAIL, T., 2001).

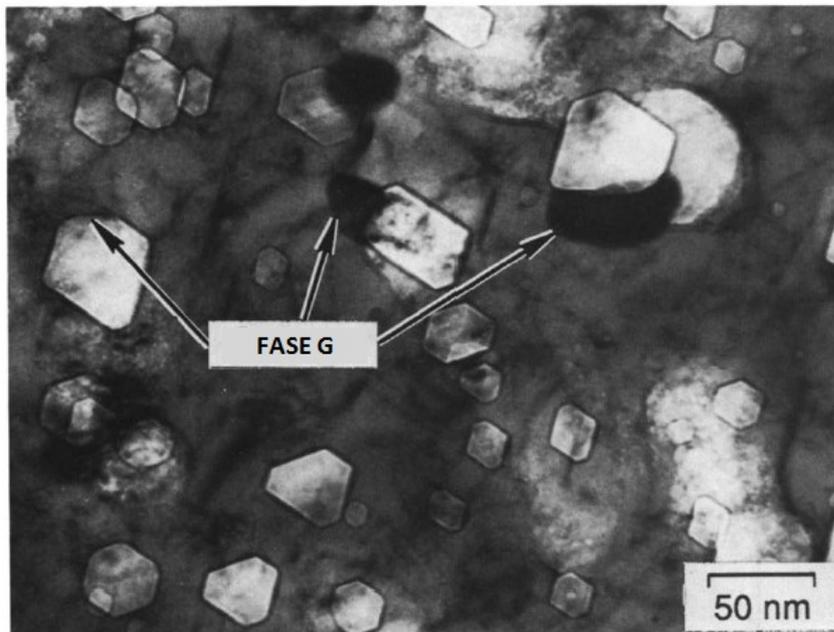
Figura 12: Estrutura cristalina da fase G



Fonte: Inorganic Crystal Structure Database

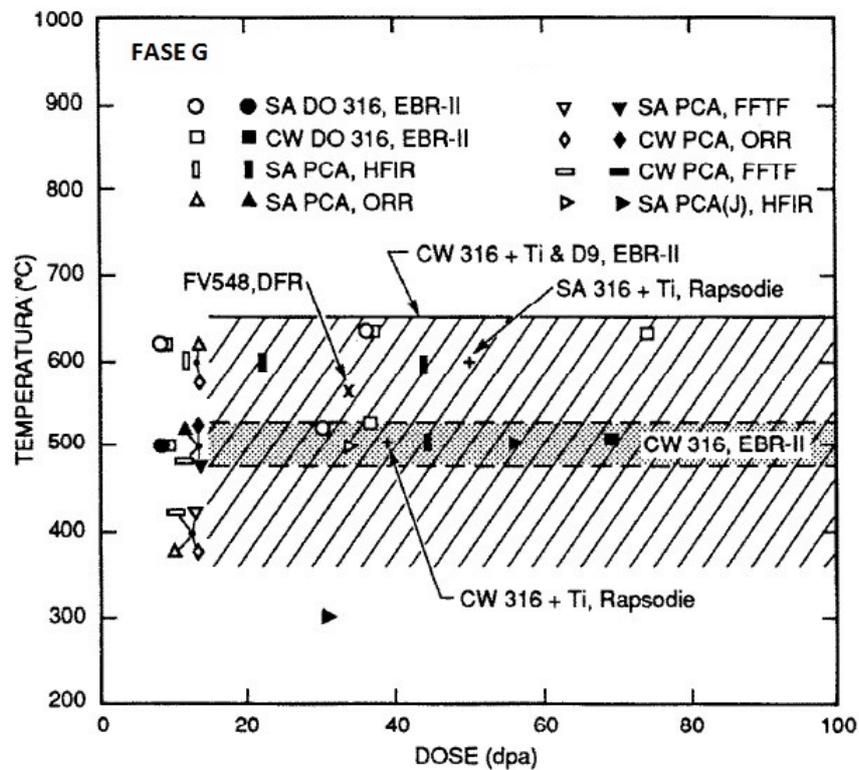
Microestruturalmente, a nucleação da fase G geralmente ocorre associada a cavidades e bolhas na matriz, conforme a Figura 13. As diferenças nos parâmetros de difração e morfologia que diferem a fase G das fases M_{23}C_6 e M_6C , são sutis. Para uma melhor identificação utiliza-se análise de espectroscopia de raio-X por dispersão de energia nas partículas extraídas da matriz por réplica com filme de carbono para análise dos precipitados. A Figura 14 mostra um diagrama com informações coletadas sobre diferentes condições em que a fase G foi estudada (MAZIASZ, P.J., 1989).

Figura 13: Partícula da fase G, associada a uma cavidade/bolha em um aço inoxidável austenítico



Fonte: MAZIASZ, P.J., 1989

Figura 14: Diagrama DTP para a fase G em aços inoxidáveis austeníticos irradiados (marcadores geométricos preenchidos indicam a presença da segunda fase para o ponto analisado)

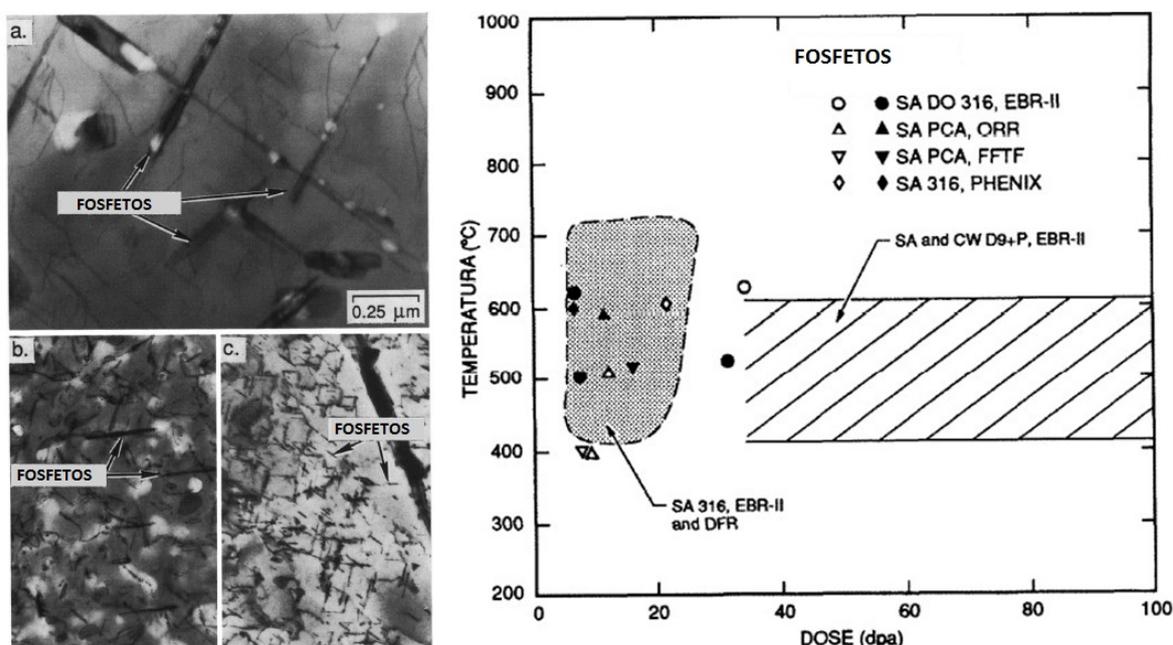


Fonte: Adaptado MAZIASZ, P.J., 1989

2.7.4 Formação de fosfetos

Fosfetos aciculares, foram os primeiros dos precipitados induzidos por irradiação observados nos aços inoxidáveis austeníticos em 1972-1974, por vezes referidos como “fosfetos agulhas” (Figura 15). Anos mais tarde, essas agulhas foram estudadas com técnicas de EDS, e identificadas com a análise de difração (Fe_2P). Existem outras estruturas de fosfetos de composição química Fe_3P e FeP . Microestruturalmente estas “agulhas” são muitas vezes associadas a grandes espaços vazios, a Figura 15 reporta observações de fosfetos em vários aços austeníticos irradiados (MAZIASZ P.J., 1989).

Figura 15: Aspecto morfológico de "agulha" dos fosfetos induzidos por irradiação em um aço inoxidável austenítico e o diagrama DTP para formação de fosfetos induzidos por irradiação (marcadores geométricos preenchidos indicam a presença da segunda fase para o ponto analisado)



Fonte: Adptado MAZIASZ, P.J., 1989

2.8 Diferentes técnicas para o estudos de danos por irradiação

Os avanços no conhecimento sobre os efeitos da irradiação em materiais são tradicionalmente realizados por irradiações de amostras em reatores de pesquisa, seguido pela caracterização pós-irradiação. Conseguir prever a evolução do material exposto a irradiação diminui a necessidade de um conjunto de experiência cobrindo diferentes parâmetros. Entretanto os avanços do conhecimento nessa área de estudo, algumas vezes são barrados pelas limitações dos reatores de testes em todo o mundo, dificultando a abordagem para simulações de condições extremas (WAS, G.S. *et al*, 2014).

Os reatores de teste disponíveis a comunidade científica podem chegar no máximo a uma taxa de 20 dpa/ano, desta maneira não possibilita a formação de danos de irradiação significativamente mais rápido do que em reatores comerciais, impossibilitando que a pesquisa de danos da radiação "chegue à frente" dos problemas descobertos durante a operação (WAS, G.S., 2015).

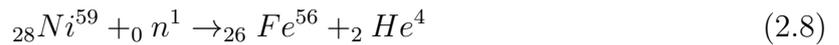
Para contornar essas limitações se fez necessário desenvolver novas metodologias experimentais onde possa simular em tempo viável condições extremas como valores superiores a 100 dpa. Destacam-se como soluções para esta problemática, uma abordagem mais teórica utilizando termodinâmica computacional e uma abordagem mais experimental com o uso de feixe de íons para a simulação de altas doses de danos.

2.9 Irradiação

A origem do fenômeno de degradação dos materiais sob irradiação está na colisão de nêutrons com os átomos da estrutura do material. Os nêutrons são liberados durante as reações de fissão do combustível, dentro do núcleo do reator. Uma parte desses nêutrons mantém a reação de fissão, enquanto outra parte escapa em direção as partes internas do núcleo. Nêutrons não possuem carga elétrica como também não induzem ionizações significativas nos materiais, as interações dos nêutrons com a matéria são majoritariamente de natureza elástica ou são capturados por um outro núcleo. No que diz respeito a nêutrons rápidos (energias na ordem de MeV) o processo dominante é a criação de defeitos por colisões elásticas, desta maneira transferindo energia para o alvo (MURTY, K.L., CHARIT, I., 2013).

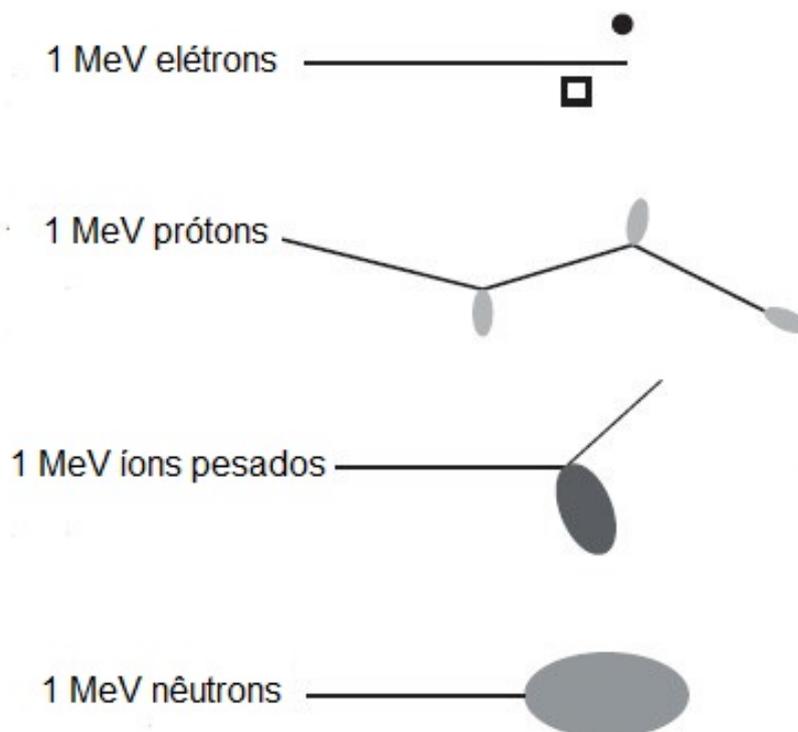
A energia necessária para o deslocamento de um átomo de sua posição na estrutura cristalina depende de cada material, e esta energia de deslocamento (E_d) é definida como a energia mínima necessária para deslocar permanentemente um átomo de sua posição normal na rede. Assim, se a E_1 transferida na colisão de um nêutron é menor do que E_d , o átomo mantém a sua posição e a energia é convertida em aquecimento. Quando E_2 é maior do que E_d é transferida ao alvo, assim os átomos do alvo são ejetados de suas posições na matriz cristalina. Tal deslocamento produz uma vacância e o átomo ejetado torna-se um átomo intersticial na matriz. Tal par de vaga-intersticial é chamado um par Frenkel. Se a energia transferida é suficientemente elevada, o átomo em si torna-se um projétil (Primary Knocked-on Atoms - PKA) e induz o deslocamento subsequente dos átomos gerando as chamadas cascatas de deslocamento, (ou cascata de danos) ela mesmo é dividida em sub-cascatas. Estas sub-cascatas são produzidas até a dissipação total de energia dos projéteis (VOLGIN, A., 2012).

Como foi mencionado antes, os nêutrons podem também interagir com os núcleos de material irradiado e dar origem a uma reação de transmutação (por exemplo, produção He). Para os aços inoxidáveis austeníticos a reação típica que ocorre é dada por:



Estas reações induzem a ativação do material o que dificulta a sua manipulação pós-irradiação. Como uma alternativa para este problema de radioatividade dos materiais (e também por causa do custo elevado da irradiação de nêutrons), neste contexto diferentes grupos de pesquisa avaliam o comportamento dos materiais utilizando feixe de partículas carregadas. No entanto, existem algumas diferenças entre as irradiações realizadas com nêutrons, elétrons ou íons (Figura 16)(VOLGIN, A., 2012, WAS, G.S. 2015).

Figura 16: Representação da diferença na morfologia dos danos causada por diferentes tipos de partículas irradiadas a energia de 1 MeV de energia em uma liga de Ni



Fonte: Adaptado WAS, G.S., AVERBACK, R.S., 2012

2.10 Irradiação com íons para simulações de danos.

Uma solução promissora para o problema é a utilização de irradiação de íons como um substituto para a irradiação com nêutrons. A irradiação com partículas carregadas pode produzir altas taxas de danos, 10^4 vezes maior do que um reator convencional pode atingir, com insignificante ou nenhuma radioatividade residual o que possibilita a fácil manipulação, reduzindo o custo associado com a caracterização. Outra vantagem é o controle dos parâmetros experimentais (temperatura, taxa de danos, o nível de danos) que é muito melhor do que em reatores de testes. A irradiação com partículas carregadas tem vários desafios, o mais significativo é o efeito da taxa de danos acelerada sobre a microestrutura resultante, e a necessidade de explicar reações de transmutação importantes que ocorrem no reator. A produção de gás por transmutação pode ser simulada por pré-injeção, ou por implantação de gás simultânea com a criação de danos (WAS, G.S., 2015).

As situações que tangem a equivalência da microestrutura final após a irradiação iônica, onde a taxa de danos mais elevada pode ser "compensada" pelo aumento do transporte de defeitos na microestrutura, Mansur descreve as fórmulas para este fenômeno, propondo equações "invariantes" (Equação 2.9 e Equação 2.10) que são usadas para o ajuste das temperaturas de irradiação de modo que a microestrutura resultante é semelhante a microestrutura irradiada com nêutrons, apesar das diferentes taxas de dpa. A principal ideia por trás deste fenômeno é que quando uma variável de irradiação é modificada, na sequência, as outras devem ser alteradas para manter uma quantidade invariante, o número de defeitos recombinados por unidade de volume (N_R) (Eq. 5.3), ou o manter constante o número de defeitos absorvido em regiões sumidouros de vacâncias (N_S) (Eq. 5.4). (FLUSS, M. J.; HOSEMANN, P; MARIAN J., 2012)

$$T_2 - T_1 = \frac{\frac{kT_1^2}{E_m^v} \ln \frac{\varphi_1}{\varphi_2}}{1 - \frac{kT_1}{E_m^v} \ln \frac{\varphi_1}{\varphi_2}} \quad (2.9)$$

$$T_2 - T_1 = \frac{\frac{kT_1^2}{E_m^v + 2E_f^v} \ln \frac{\varphi_1}{\varphi_2}}{1 - \frac{kT_1}{E_m^v + 2E_f^v} \ln \frac{\varphi_1}{\varphi_2}} \quad (2.10)$$

Considerando:

- T_2 , temperatura da irradiação com partículas carregadas (K);
- T_1 , temperatura da irradiação no reator de nêutrons (K);
- k , constante de Boltzmann (eV/K);
- φ_1 , taxa de danos no reator de nêutrons (dpa/s) ;

- φ_2 , taxa de danos do feixe de partículas carregadas (dpa/s);
- E_m^v , Energia de migração de vacância (eV);
- E_f^v , Energia de formação de vacância (ev);

A utilização de partículas carregadas, deve preferencialmente seguir as normas de padrões de ensaio ASTM E521-96, limitada a estudos de mudanças microestruturais realizadas com íons de baixo poder de penetração. As informações obtidas podem ser usadas para calcular as variações que resultariam da irradiação de nêutrons. Geralmente, esta informação é de grande valor para deduzir os mecanismos fundamentais de danos da radiação para uma ampla variedade de materiais e diferentes condições de irradiação. O grau de conformidade dos resultados com as reais condições de trabalho podem variar de baixo a quase exato. A intenção é produzir uma correspondência de um ou mais aspectos entre irradiações de nêutrons e irradiações de partículas carregadas (ASTM E521-96).

As tabelas a seguir resumem aspectos comparativos entre o uso de partículas carregadas e reatores de teste para o estudo de danos por irradiação (Tabela 3), as vantagens e desvantagens de cada tipo de partícula (Tabela 4).

Tabela 3: Comparação entre as técnicas com partículas carregadas e reatores de teste

Variaáveis	Feixe de íons	Reatores de teste
Dose e taxa de danos	Variável (dpa \gg reator comercial)	Similar a reator comercial
Energia	Depende do tipo de partícula	Nêutrons (E>14 MeV)
Produtos de fissão	Separados (implantados)	Reações de transmutação
Radioatividade residual	Baixa ou nenhuma	Alta
Custo	Relativamente baixo	Relativamente alto
Ensaaios simultâneos	Corrosão, SCC, fratura	Possível (difícil realização)

Fonte: WAS, G.S., 2015 (Adaptado)

Tabela 4: Vantagens e desvantagens de cada classe de partículas carregadas

Partícula	Vantagens	Desvantagens
Elétrons	Fonte de emissão simples (TEM) Amostra padrão de TEM Curto tempo de irradiação	Energia limitada a 1 MeV Ausência de cascata de danos Alto ΔT nas Eq. Mansur Difícil controle da temperatura
Íons leves	Tempo moderado de irradiação ΔT mín. nas Eq. Mansur Boa profundidade de penetração	Radioatividade residual Pequena cascata de danos
Íons Pesados	Curto tempo de irradiação Densa cascata de danos	Pequena penetração Alto ΔT nas Eq. Mansur Alteração da composição química

Fonte: WAS, G.S., 2015 (Adaptado)

2.11 Estabilidade microestrutural da liga sob irradiação iônica

A irradiação de materiais com partículas carregadas leva o material partindo da situação de equilíbrio termodinâmico à experimentar fenômenos foras das condições de equilíbrio, onde as preocupações normalmente caem sobre a segregação de elementos químicos fora do estado de equilíbrio, juntamente com a criação de defeitos pontuais e seu fluxo para regiões dissipadoras de defeitos. Em muitos casos, estes fluxos e a segregação, resultam no enriquecimento ou empobrecimento de solutos nestas regiões (WAS, G.S., AVERBACK, R.S., 2012).

A instabilidade da fase, durante a exposição ao feixe de íons levam a modificações devido à segregação de soluto induzida ou facilitada por irradiação podendo nuclear novas fases como também a dissolução e amorfização de precipitados resultante das colisões balísticas e por cascatas de deslocamento energéticos. A radiação pode induzir a formação de fases frágeis ao longo dos limites dos grãos e de outros defeitos, reduzindo a ductilidade e tenacidade à fratura. Para apoiar a análise de observações experimentais e fornecer uma compreensão física fundamental e fazer previsões, modelos computacionais foram desenvolvidos para estudar a evolução microestrutural induzida por radiação. Os esforços de modelagem centraram-se na evolução de cavidades, segregação induzida por radiação (RIS) e precipitação (WAS, G.S., 2015).

2.12 Modelagem termodinâmica e cinética da precipitação em aços inoxidáveis austeníticos assistida por irradiação

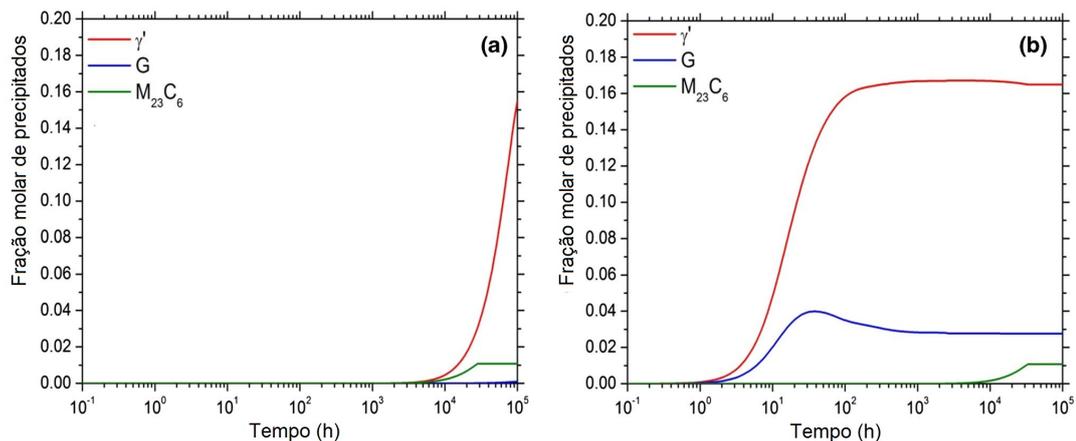
Usando software para simulação termodinâmica tenta-se incorporar aos parâmetros de entrada nos modelos computacionais de precipitação as alterações físico-químicas causadas pela irradiação. Sendo assim, torna-se possível investigar a formação de precipitados intermetálicos segundo a evolução química da liga após os fenômenos de segregação induzida e as alterações nos coeficientes de difusão por causa da irradiação, entretanto sem qualquer dependência espacial aos danos por radiação (TAN, L., *et al*, 2016; SHIM, J.H. *et al*, 2014).

Shim, juntos com seus colaboradores, recentemente utilizando desta abordagem, simula o comportamento de duas amostras uma delas com a composição de um aço inoxidável AISI 316 e outra composição modificada estabilizada ao titânio (AISI 316 + Ti), submetidas a ação de danos, correspondente a 5 dpa, 10 dpa, e 20 dpa. O modelo trata a cinética das modificações microestruturais com base nas teoria de nucleação e crescimento (SHIM, J.H. *et al*, 2014).

Em regiões próximas a fortes dissipadores de defeitos, como contornos de grãos, discordâncias, ou cavidades, a segregação induzida pode proporcionar a força motriz

termodinâmica para a formação de precipitados induzidos localmente estáveis. A Figura 17 apresenta um dos resultados obtidos pelas pesquisas que utilizam da abordagem da modelagem termodinâmica computacional (TAN, L. *et al*, 2016).

Figura 17: Cinética de precipitação no aço AISI 316, na temperatura de 400°C, considerando os fenômenos de segregação induzida e aumento de difusividade, após ação de danos de 10 dpa (a) segregação unicamente do Cr e Ni (b) segregação de Cr, Ni, Mn e Si.



Fonte: Adaptado TAN, L. *et al*, 2016

Os resultados obtidos apresentam a fase induzida por irradiação γ' (Ni_3Si) como fase presente em maior quantidade para composições típicas dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 316, entretanto nas simulações realizadas, considerando a composição da liga modificada com adição de Ti, a fase G aparece como principal precipitado induzido por irradiação nas simulações (TAN, L., *et al*, 2016; SHIM, J.H. *et al*, 2014).

2.13 Simulação computacional da interação de íons com a matéria

O software SRIM (Stopping and Range of Ions in Materials) é um programa, baseado em um modelo estatístico, amplamente utilizado para calcular os parâmetros relevantes para experimentos como implantações iônica e demais processos que abordam a interação de íons com a matéria. O modelo leva em consideração a transferência de energia entre o íon acelerado e o material alvo. O SRIM, possui uma biblioteca básica com dados de alguns materiais alvos, de frequente uso na pesquisa, como possibilita ao usuário fornecer a composição química e densidade do material que deseja utilizar como também permite o desenvolvimento de um alvo multi-camadas para a simulação (ZIEGLER, J. *et al*, 2008).

O software permite calcular a distribuição tridimensional final dos íons e também os fenômenos associados a perda de energia do íon para o alvo: danos, pulverização, ionização, e produção phonons. Todas as cascatas de danos são seguidas em detalhe. O programa foi feito de modo que pode ser interrompido a qualquer momento, e, em seguida, retomado

mais tarde. Parcelas do cálculo podem ser exibidas, salvas e impressas quando necessário. Desta forma, tem papel fundamental no cálculo de danos devido a exposição à irradiação comumente conhecida como deslocamentos por átomo (dpa) e na determinação do alcance de penetração dos íons no alvo para simular os produtos de transmutação (ZIEGLER, J. *et al*, 2008; STOLLER, R.E., *et al*, 2013).

3 Materiais e Métodos

Neste trabalho, investigou-se a estabilidade da fase austenítica no que diz respeito aos fenômenos de precipitação nos aços AISI 348 e AISI 316L quando submetidos a irradiação com o uso de partículas carregadas, visando validar a utilização do feixe de íons para simular a evolução microestrutural de aços para aplicações nucleares.

As condições de contorno para as irradiações do AISI 348 foram determinadas para que os resultados obtidos possam ser comparados com amostras do AISI 348 irradiadas no Advanced Test Reactor (ATR) no Idaho National Laboratory (INL). (THOMAS, L.E., BEESTON, J.M., 1982)

As amostras irradiadas no ATR, mantiveram-se expostas durante 8,7 anos a uma temperatura média de 350°C acumulando danos na ordem de 30 a 40 dpa e aproximadamente 500 appm (atomic part per milion) de He resultado das reações de transmutação. Estes parâmetros serviram como base para os dois diferentes conjuntos de irradiações realizados para a simulação de danos utilizando feixe de Au com energia de 5 MeV.

O primeiro conjunto de amostras (AISI 348 A), com uma quantidade de He pré-injetada inferior a necessária foi utilizado para a calibração do experimento. Somente com os valores experimentais do primeiro conjunto foi possível determinar as condições do segundo ensaio (AISI 348 B), respeitando as condições da equação de invariância de Mansur (Equação 2.10).

As condições de irradiações para os experimentos com aço AISI 316L foram determinadas para uma avaliação da estabilidade do campo austenítico sobre ação de altas taxas e doses de danos com a pré-injeção de Ar na matriz (1% atômico).

3.1 Análise química e tratamentos térmicos

3.1.1 Material - AISI 348

As amostras do aço AISI 348 utilizadas nesta pesquisa foram retiradas de uma barra de 12 mm de secção transversal, fornecida pela Marinha do Brasil, da qual os tampões de fechamento do encamisamento do EC são usinados. A composição química da barra fornecida é apresentada na Tabela 5. As amostras para a realização do ensaio foram devidamente dimensionadas em disco de 3 mm de secção transversal e 0,2 mm de espessura, para facilitar as etapas de preparação para análise via microscopia eletrônica de transmissão.

Tabela 5: Composição química da barra (% em massa)

Material	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Co	Ta + Nb	Fe
Barra	0,044	0,97	0,51	0,035	<0,01	17,24	9,46	0,16	0,04 0,54	Bal
AISI 348	0,08 máx	2,0 máx	1,0 máx	0,04 máx	0,03 máx	17,00 19,00	9,00 13,00	0,20 máx	$\geq 10xC$ Ta máx=0,1	Bal

Fonte: Laboratório de análises químicas do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo - SP

3.1.2 Material - AISI 316L

As amostras do AISI 316L, com composição química determinada via espectroscopia de emissão óptica, realizada na máquina Spectro no Grupo de Análise de Falhas do Laboratório de Metalurgia Física da UFRGS, conforme a Tabela 6, foram estampadas, na sala de preparação de amostras do Laboratório de Implantação Iônica, no Instituto de Física da UFRGS utilizando um estampador específico da marca Gatan, para preparação de amostra para microscopia eletrônica de transmissão, em discos de 3 mm de secção transversal, diretamente de uma chapa de 0,25mm de espessura.

Tabela 6: Composição química da chapa (% em massa)

Material	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
Chapa	0,03	0,18	0,52	0,016	0,02	17,13	12,06	2,50	Bal
AISI 316L	0,03 máx	2,0 máx	1,0 máx	0,04 máx	0,03 máx	16,00 18,00	10,00 14,00	2,00 3,00	Bal

Fonte: Laboratório de Metalurgia Física - Grupo de Análise de Falhas, UFRGS, Escola de Engenharia - Porto Alegre

Os discos passaram pelas etapas de tratamento térmico, descritas na Tabela 7, e polimento especular da superfície, utilizando lixas metalográficas de SiC (320# a 4000#) em politriz automática e acabamento final com pastas de diamante ($3 \mu\text{m}$ e $1/4 \mu\text{m}$), na sala de preparação de amostras do Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS, para que esteja nas condições ideais, conforme prevê a norma ASTM E521-96.

Tabela 7: Tratamento térmico: Descrição de parâmetros e equipamentos utilizados

Parâmetros	AISI 348 A AISI 316 L	AISI 348 B
Temperatura	1050°C 1100°C	1300°C
Tempo	30 min 120 min	45 min
Atmosfera	Vácuo	$N_{2(g)}$
Resfriamento	Fora do forno, em vácuo	Água
Forno	Forno mufla (convencional)	Forno mufla de alta temperatura
Localização	Laboratório. de Implantação Iônica Instituto de Física - UFRGS	Laboratório de Siderurgia Centro de Tecnologia - UFRGS

3.2 Irradiação e implantação iônica

3.2.1 Implantação de átomos de gás inerte para simular subprodutos de fissão

Gases nobres como, Ar, Xe, Kr, e He podem ser sub-produtos das reações de fissão no núcleo de um reator nuclear, portanto para uma melhor adequação a uma situação real de ensaio é aconselhável pré-implantar quantidades de gás inerte. A Tabela 8, mostra os valores de energia utilizados para a implantação de Ar, para simular um subproduto de fissão.

Para o simular as condições do ATR é necessário determinar a quantidade de íons de Hélio para implantação, transformando os valores em a.p.p.m. em um valor de concentração em átomos/cm³, para o cálculo considerou-se a densidade do AISI 348 8 g/cm³, o que equivale a 8.689x10²² átomos/cm³ na matriz austenítica (Fe-18Cr-12Ni). Desta forma a quantidade de átomos de He para obter o equivalente a 500 a.p.p.m. é 4.345x10¹⁹ átomos/cm³

A maneira mais simples para expressar um perfil de concentração de uma implantação iônica é uma distribuição Gaussiana, conforme a Equação 3.1 expressa em função dos parâmetros R_p e ΔR_p são fornecidos pelo software SRIM (Tabela 9), onde N_m é a concentração de pico, expressa em função dos valores da fluência de implantação. As implantações de He e Ar foram realizadas no acelerador HV de 500kV a temperatura ambiente, com corrente do feixe $i < 0.5 \mu A$, realizando primeiro as etapas de energias mais altas, no Laboratório de Implantação Iônica do Instituto de Física da UFRGS.

$$N(x) = N_m \exp\left[-\frac{(x - R_p)^2}{2(\Delta R_p)^2}\right] \quad (3.1)$$

$$N_m = \frac{\Phi}{\sqrt{2\pi}\Delta R_p} \quad (3.2)$$

Tabela 8: Parâmetros para implantação de Ar

Ar	R_p (nm)	ΔR_p (nm)	Φ (átomos/cm ²)
100 keV	45,1	20,1	5x10 ¹⁴
200 keV	89,5	34,8	1,9x10 ¹⁵
450 keV	197,3	63,9	5x10 ¹⁵

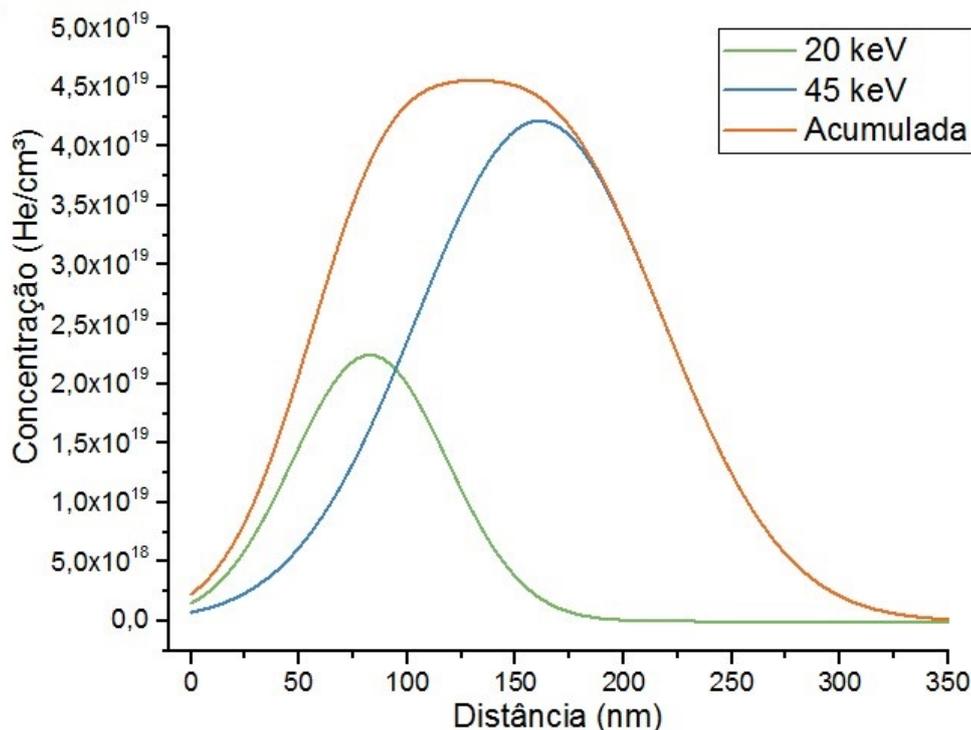
Tabela 9: Parâmetros para implantação de He

He	R_p (nm)	ΔR_p (nm)	Φ (átomos/cm ²)
20 keV	82,7	35,6	2x10 ¹⁴
45 keV	161,1	56,8	6x10 ¹⁴

Após as implantações de gás inerte, as amostras foram tratadas termicamente na temperatura de 500-550°C durante 2 horas em forno mufla em tubo de sílica em vácuo,

para a formação de uma distribuição de bolhas na região de observação por microscopia eletrônica de transmissão. O somatório das duas concentrações de He implantadas resultam em valores de concentração na ordem de 500 a.p.p.m.. (Figura 18), necessários para a tentativa de reprodução das condições do ATR.

Figura 18: Perfil de distribuição dos átomos de Hélio pré-injetados

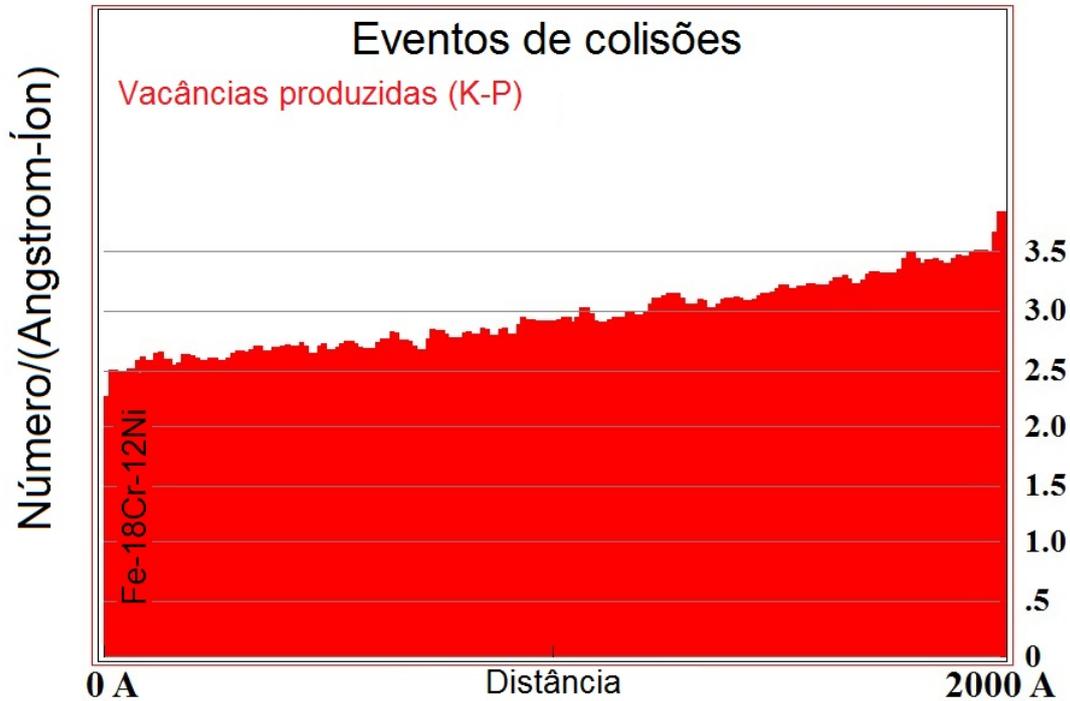


3.2.2 Irradiação com feixe de íons pesado para produção de danos

Quando se deseja realizar comparações diretas entre os dados de íons e nêutrons, com o auxílio do software SRIM, o modelo de interação de Kinchin-Pease (K-P) deve ser selecionado e se faz necessário modificar as energias mínimas de deslocamento de acordo com a norma ASTM E52196 (Fe, Cr e Ni considerar $E_d=40$ eV) e considerar como zero a energia de ligação de rede.

O software fornece um valor de vacâncias produzidas pelas colisões, o coeficiente de vacâncias neste trabalho representado por σ_D , onde as vacâncias produzidas pelas colisões equivalem a átomos que foram deslocados de suas posições no retículo cristalino (Figura 19). Com os valores de vacâncias produzidas pela simulação é possível através de um modelo simplificado determinar a fluência de irradiação necessária para chegar ao valor de danos (dpa) desejado.

Figura 19: Perfil de vacâncias produzidas segundo o modelo K-P para uma liga modelo (Fe-18Cr-12Ni, valores de E_d modificados de acordo com a ASTM E521-96) utilizando feixe de Au a 5 MeV



A fluência de irradiação (Φ) para produção de danos é diretamente proporcional a quantidade de deslocamentos produzidos. Onde a constante de proporcionalidade depende das características do material alvo (AISI 348) e do tipo de íon e energia utilizado para a produção das colisões (Au).

$$dpa = \left(\frac{\sigma_D}{\rho}\right) \times \Phi \times 10^8 \quad (3.3)$$

Para a produção de danos na ordem de 30 a 40 dpa, na região observável através de microscopia eletrônica de transmissão, considerando os valores de densidade, $\rho=8.689 \times 10^{22}$ átomos/cm³ e coeficiente de vacâncias $\sigma_D = 3.25$, as amostras foram irradiadas até integralizar uma fluência de $\Phi = 1.0 \times 10^{16}$ átomos/cm²

O primeiro conjunto de irradiações teve como objetivo de avaliar a metodologia e estabilidade do feixe de Au a temperaturas superiores a 300°C e também para determinar experimentalmente a taxa de danos para as condições do ensaio, obtendo todas as variáveis de entrada para a equação da invariância de Mansur (2.10), desta forma possibilitando o cálculo da temperatura do segundo conjunto irradiações, para que a microestrutura do AISI 348 irradiado com feixe de íons possa ser corretamente comparada a microestrutura resultante irradiada no ATR.

As irradiação no ATR acumulou danos na ordem de 40 dpa durante 8,7 anos, portanto será considerado para efeito de cálculo $\varphi_1=1 \times 10^{-7}$ dpa/s e a taxa de danos

para o feixe de Au a 5 MeV, uma vez que o feixe manteve-se estável nas primeiras 6 h correspondendo a uma dose de 20 dpa, desta forma considerou-se para o cálculo da equação de Mansur $\varphi_2=1 \times 10^{-3}$ dpa/s.

Sabe-se que a taxa de danos (dpa/s) para feixes de íons é mais elevada que as taxas de danos em reatores convencionais, desta forma é necessário uma compensação nos parâmetros experimentais para manter invariante e preservar o número de defeitos por unidade de volume que foram recombinados ou o número de defeitos absorvidos em regiões aniquiladoras de defeitos. Determinou-se a temperatura do segundo conjunto de irradiações de acordo com a Equação 2.10, situação em que se mantém constante as condições de aniquilação de defeitos em regiões de alta energia, uma vez que os fenômenos de precipitação são diretamente ligados a esse parâmetro.

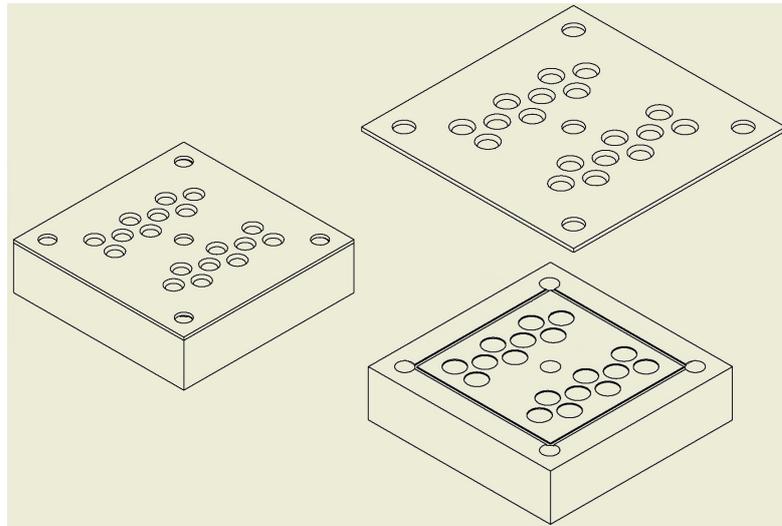
Substituindo os valores característicos do ATR ($T_1=350^\circ$ e φ_1) e o correspondente valor de φ_2 determinou-se a temperatura na qual será a segunda irradiação $T_2=420^\circ\text{C}$. Entretanto optou-se por realizar as irradiações nas temperaturas $T_3=400^\circ\text{C}$ e $T_4=450^\circ\text{C}$ para obter um intervalo de temperatura (mín-máx) entorno da temperatura T_2 .

Nas amostras de AISI 316L foram realizadas um conjunto de irradiações em duas doses distintas e diferentes temperaturas. Os ensaios foram realizados em temperaturas de $300\text{-}450^\circ\text{C}$ variando 50°C entre cada irradiação e nas doses de 20 dpa e 40 dpa, com a finalidade de realizar um mapeamento da evolução microestrutural sobre ação de partículas carregadas em uma faixa de temperatura.

Os ensaios mencionados para produção de deslocamentos na matriz austenítica foram realizados no acelerador Tandem de 3 MV, utilizando o porta amostra de aquecimento, no Laboratório de Implantação Iônica do Instituto de Física da UFRGS. Para o posicionamento das amostras junto ao porta amostras de aquecimento resistivo, projetou-se um suporte em alumínio que possibilitou a irradiação simultânea de até 18 amostras (Figura 20).

A geometria do suporte foi projetada de modo a acomodar as amostras em 2 fileiras cada uma com 9 rebaxos de 3 mm de diâmetro e 0.15 mm de profundidade. A máscara de fechamento foi desenhada com um orifício de 2.1 mm de diâmetro e um chanfro de 60° para evitar influências das bordas da máscara na superfície irradiada.

Figura 20: Representação gráfica do suporte para irradiações com aquecimento



Fonte: Autor

3.3 Caracterização das amostras irradiadas

Após as irradiações caracterizaram-se as amostras através de técnicas de microscopia, utilizaram-se as técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura para a caracterização de possíveis alterações na cinética de precipitação no que diz respeito a presença de fases favorecidas por irradiação. Técnicas de microscopia eletrônica de transmissão foram utilizadas para caracterização da formação de bolhas de gás inerte, estudo/caracterização de possíveis fases não identificadas com as técnicas microscopia eletrônica de varredura e caracterização de demais danos por irradiação (e.g. discordâncias, falhas de empilhamento tetraédricas).

3.3.1 Metalografia, Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura

Revelou-se a microestrutura para análise metalográfica das amostras do primeiro conjunto de irradiação, utilizando água régia glicérica. Utilizou-se de microscopia óptica para a caracterização das fronteiras de grãos austenítica, presença e morfologia de partículas de segunda fase na região irradiada.

As técnicas de microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas nas mesmas amostras caracterizadas via microscopia óptica, como complemento das análises de morfologia de fases, o que possibilitou análises em maiores magnificações. Caracterizou-se a superfície após a irradiação, através das técnicas de imageamento de contraste de composição com a utilização de elétrons retro-espalhados, para identificação de fases distintas e determinação dos pontos para análise da composição química utilizando espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDS).

As microscopias ópticas foram realizadas no microscópio BX-51 da Olympus (Lentes de 5x, 20x, 50x, 100x) da sala de preparação de amostras, no Laboratório de Implantação Iônica e as microscopias eletrônicas de varredura foram realizadas no microscópio Zeiss EVO MA10, no Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS, para as análises utilizou-se as tensões de 10kV e 20kV.

3.3.2 Microscopia Eletrônica de Transmissão

As amostras para análises via MET foram preparadas após a irradiação, na sala de preparação de amostras do Laboratório de Implantação de Iônica da UFRGS, através de polimento mecânico, utilizou-se pastas de diamante ($3\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$, $1/4\mu\text{m}$) para o polimento/desbaste até a espessura de aproximadamente $40\mu\text{m}$, na etapa seguinte de preparação as amostras foram polidas/desbastadas no equipamento de polimento iônico de precisão, utilizando plasma de argônio de baixa energia e baixo ângulo ($1-5\text{ KeV}$ e $4^\circ-6^\circ$) até perfurar totalmente a amostra.

A região nas bordas do furo realizado no polimento ficam suficientemente finas tornando-se transparentes aos elétrons do microscópio, o sinal dos elétrons transmitidos carrega informações específicas do material possibilitando a formação de imagens com diferentes tipos de contrastes (massa e difração). A interação dos elétrons do feixe com a estrutura cristalina da amostra possibilita também caracterização dos padrões de difração das fases presentes, as análises foram realizadas no microscópio eletrônico de transmissão JEOL 2010 (200 kV), no Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS.

4 Resultados e Discussão

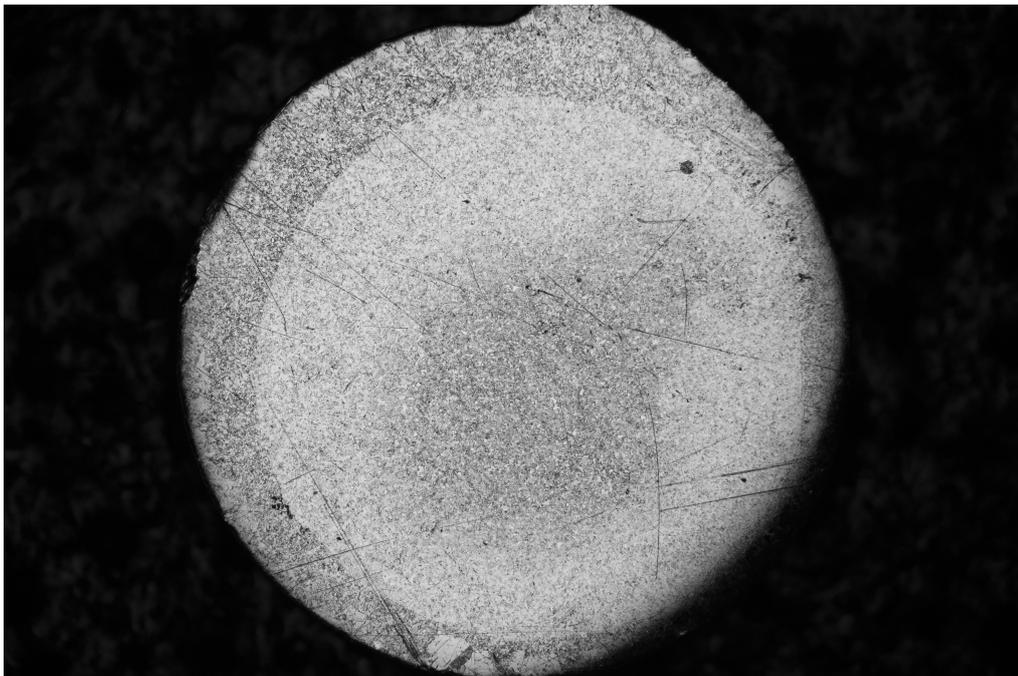
As mudanças microestruturais apresentadas no capítulo de resultados e discussão, foram classificadas em dois grupos distintos, o grupo que abrange os fenômenos de precipitação facilitados por irradiação (AISI 348 A) e o grupo que investiga a formação de fases induzidas por irradiação (AISI 348 B e AISI 316L), através de microscopia eletrônica de transmissão.

4.1 Análises via microscopia óptica e eletrônica de varredura

Nas imagens obtidas por microscopia óptica observou-se um diferente contraste, no ataque revelador entre a região central da amostra, que sofreu irradiação e a região que das bordas da amostra que devido a geometria do porta amostra utilizado não recebe irradiação durante o experimento (Figura 21).

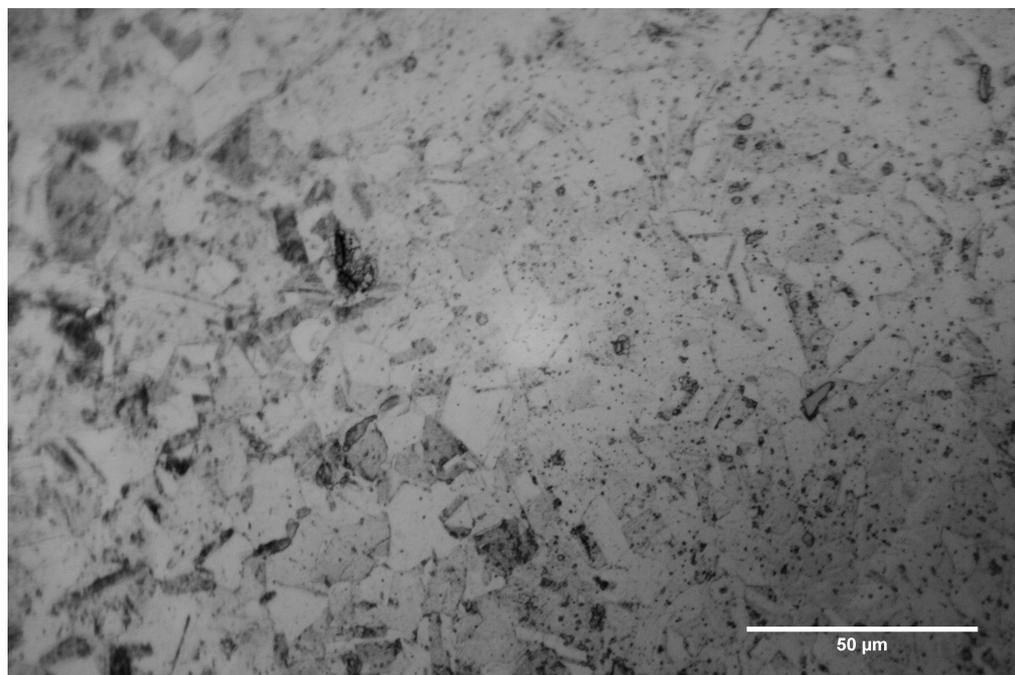
As imagens em maiores magnificações obtidas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura mostram uma diferença na quantidade de precipitados entre a região irradiada e não irradiada (Figura 22 - Figura 27), o que possibilita inferir que a irradiação exerce influência direta nos fenômenos de precipitação do aço AISI 348.

Figura 21: Contraste entre a região irradiada e não irradiada após revelação



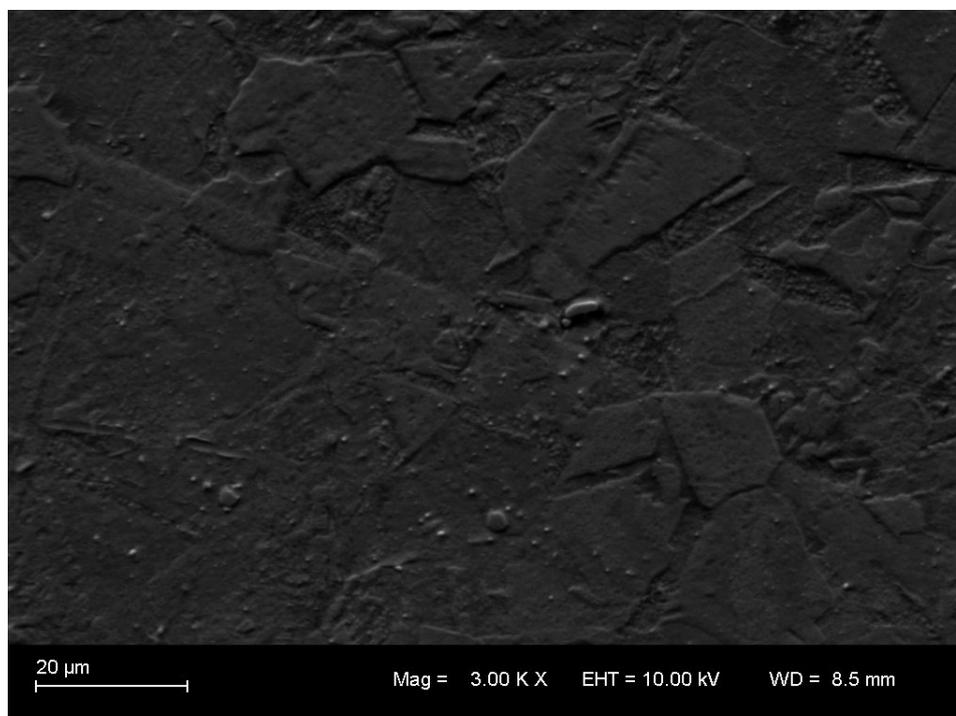
Reagente revelador: Água régia glicérica.

Figura 22: Micrografia óptica da região de conflito (irradiado - lado esquerdo superior e não irradiado - lado direito inferior)



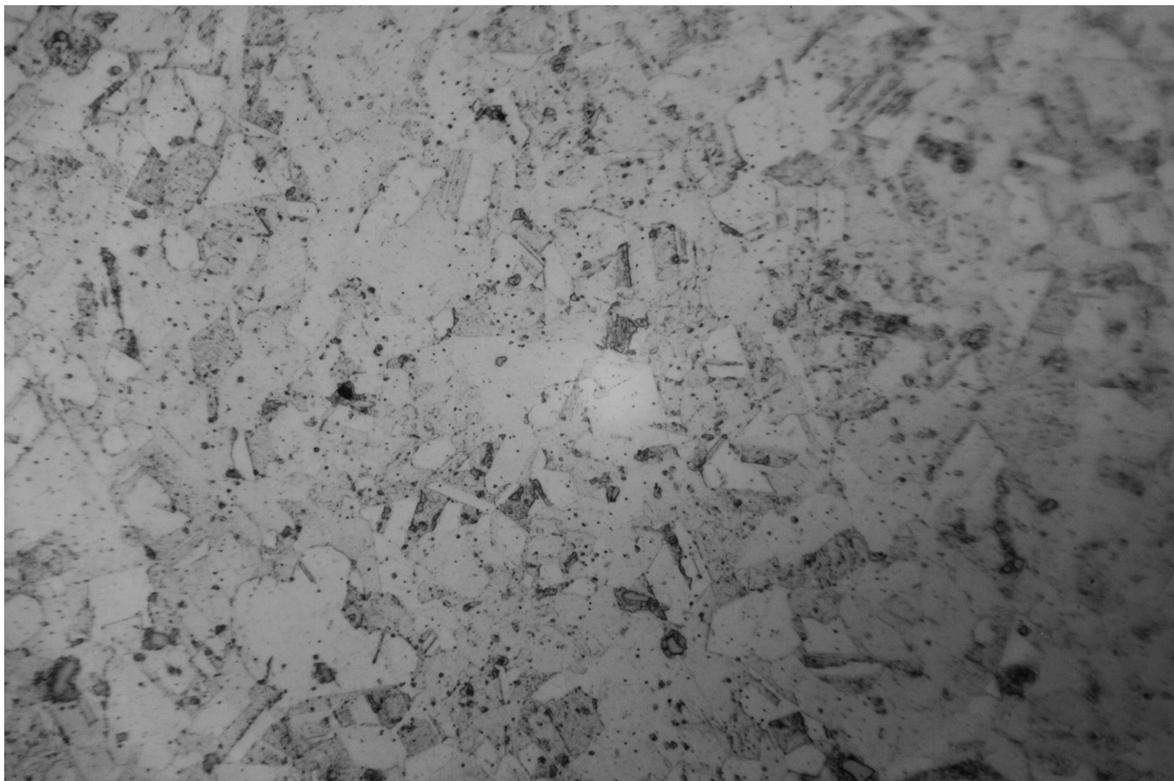
Reagente revelador: Água régia glicérica.

Figura 23: Micrografia eletrônica de varredura da região de conflito (irradiado - lado esquerdo inferior e não irradiado - lado direito superior)



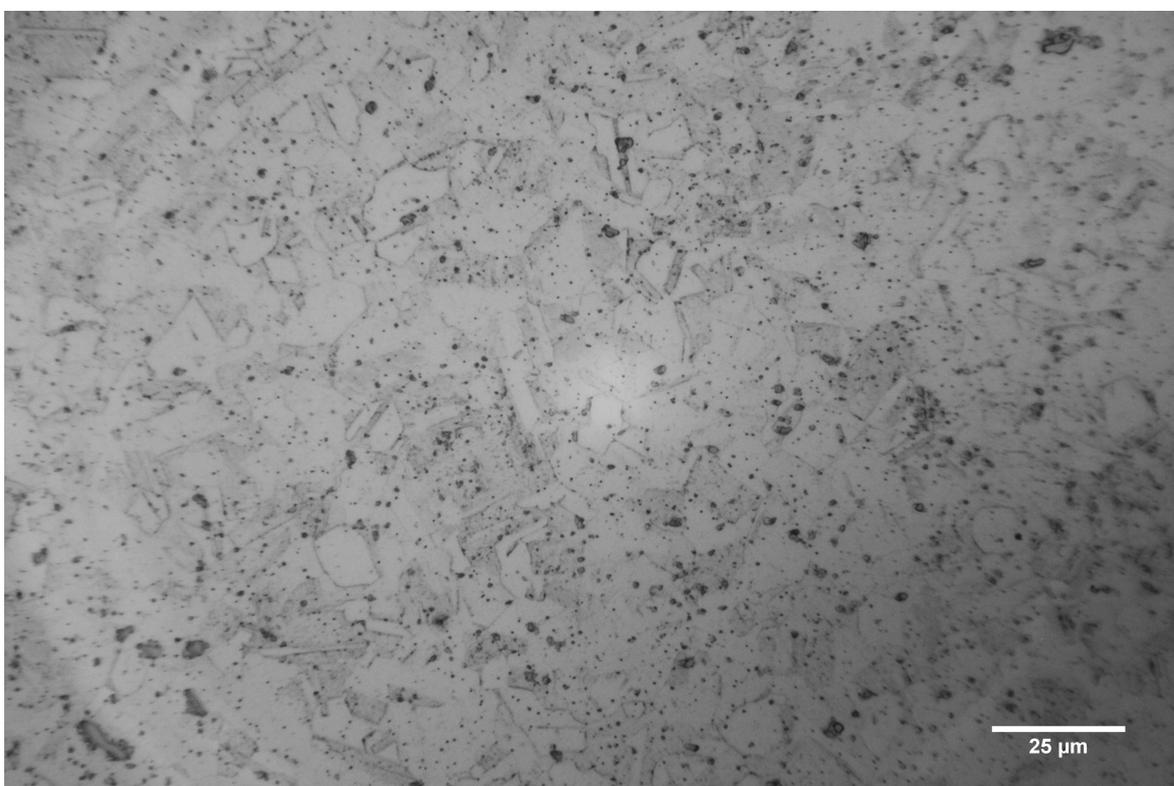
Reagente revelador: Água régia glicérica.

Figura 24: Micrografia óptica da região não irradiada



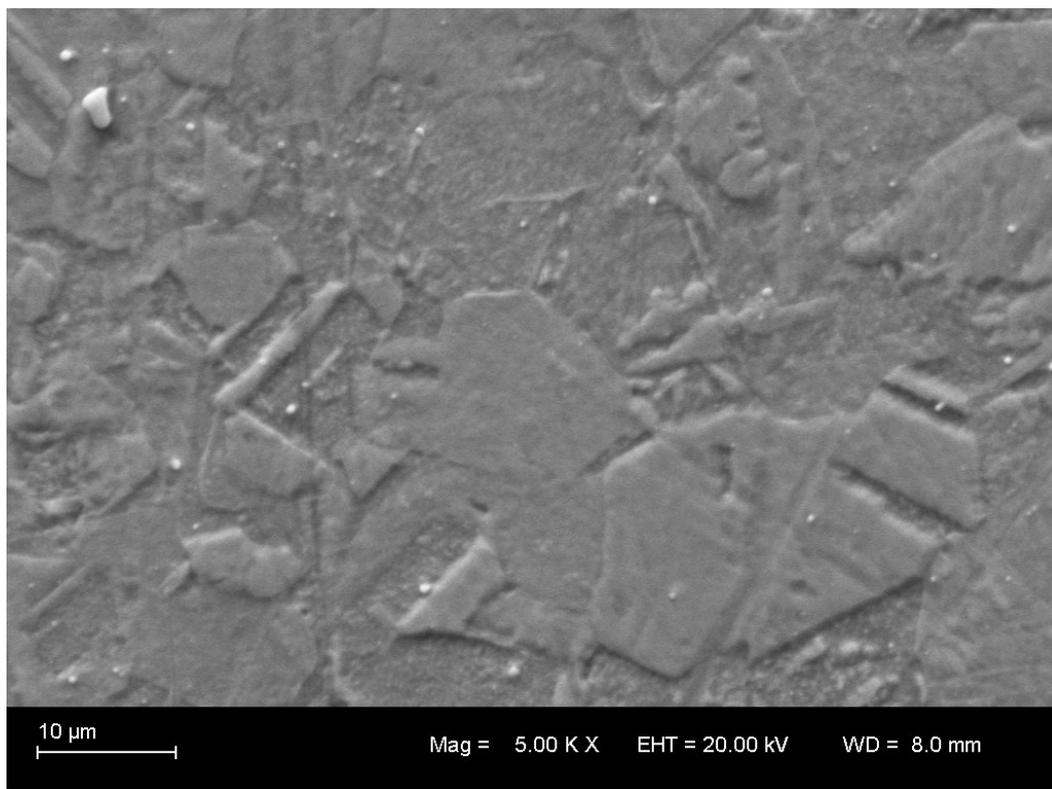
Reagente revelador: Água régia glicérica.

Figura 25: Micrografia óptica da região irradiada



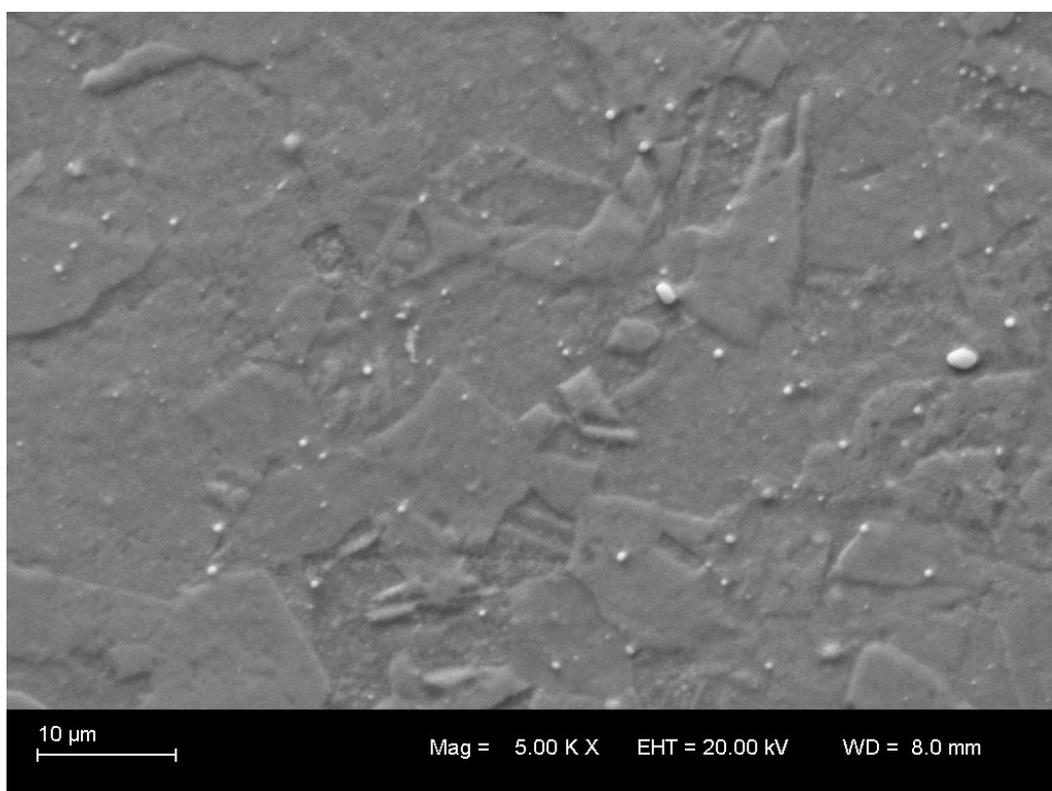
Reagente revelador: Água régia glicérica.

Figura 26: Micrografia Eletrônica de Varredura da região não irradiada



Reagente revelador: Água régia glicérica.

Figura 27: Micrografia Eletrônica de Varredura da região irradiada



Reagente revelador: Água régia glicérica.

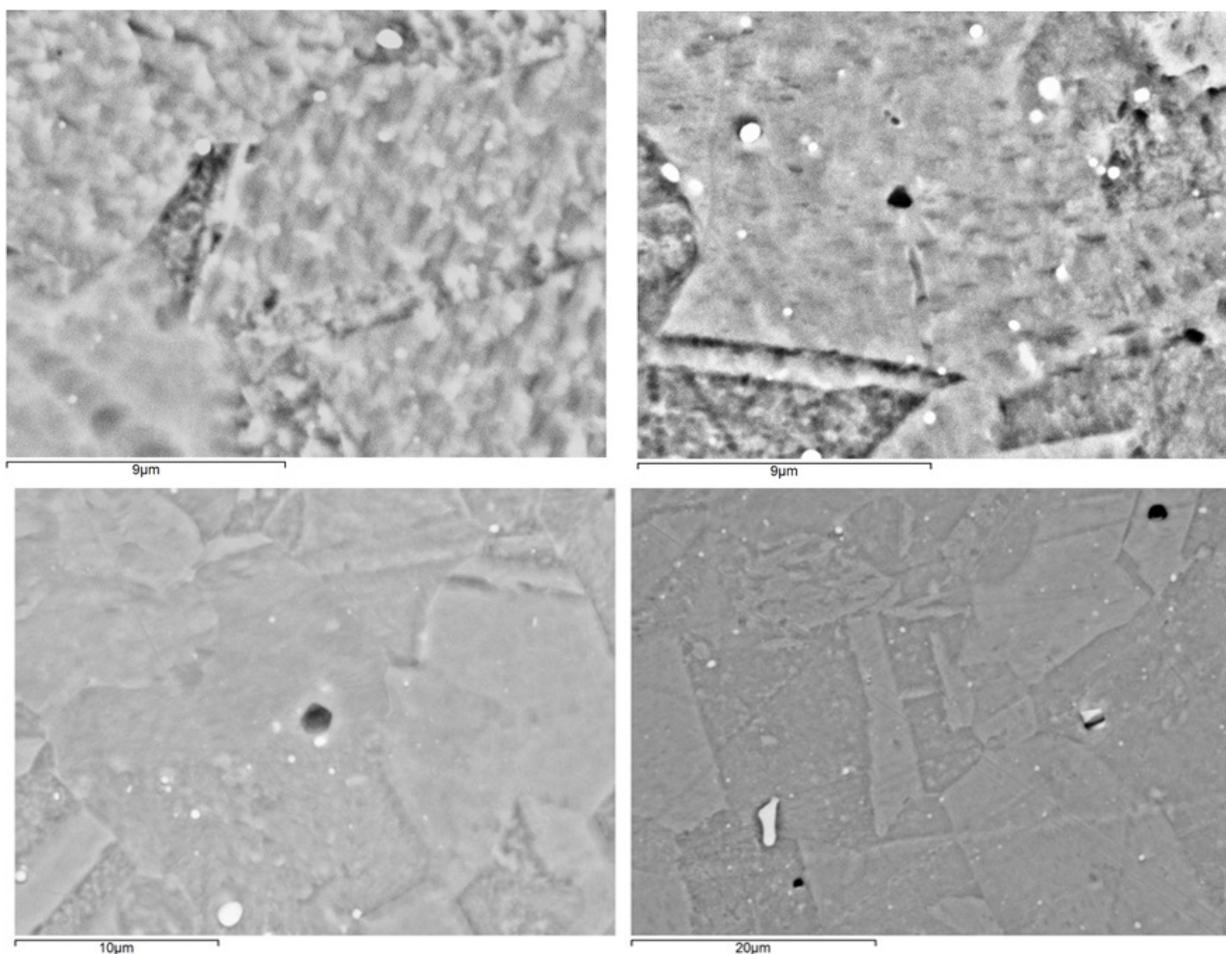
4.2 Contraste de composição (BSE) e análise química (EDS)

As micrografias eletrônicas de varredura para aquisição de imagens com contraste de composição, através do uso de sinais de elétrons retro-espalhados identificaram-se 4 regiões de contrastes distintos (Figura 28) onde realizaram-se análise química pontual das possíveis fases, por espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDS). Os valores de composição químicas das possíveis fases em diferentes contrastes, apresentadas na Figura 28, foram resumidos na Tabela 10

Tabela 10: Análise de composição química das fases em contraste

Comp. %massa	C	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Fase Branca	15,0 \pm 2,6	7,4 \pm 3,36	0,43 \pm 0,1	23,7 \pm 11,5	4,5 \pm 2,1	49,1 \pm 16,6
Fase Escura	14,9 \pm 3,3	15,8 \pm 0,5	1,4 \pm 0,3	57,9 \pm 3,6	7,0 \pm 1,2	N/C

Figura 28: Micrografia eletrônica de varredura com contraste de composição



Realizou-se o imageamento em maior magnificação na estrutura mista (Figura 29), presente no quadro inferior direito da Figura 28, como também a análise de composição química pontual dessa estrutura particular (Tabela 11).

Figura 29: Micrografia eletrônica de varredura com contraste de composição

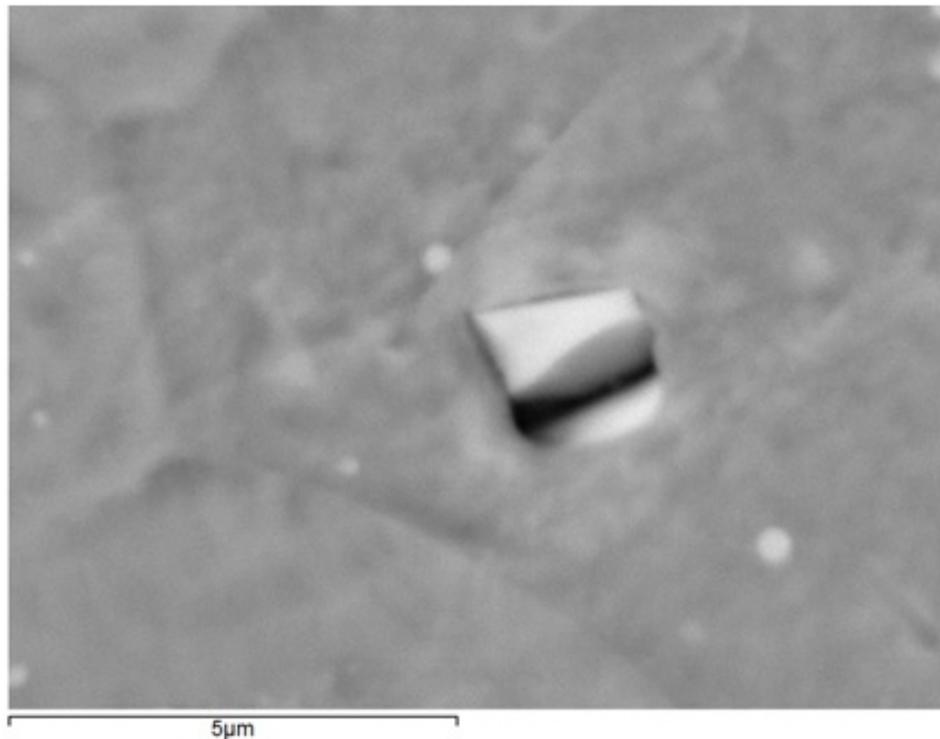


Tabela 11: Análise química da estrutura mista

Comp. (%massa)	C	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Lado Branco	14,2	0,6	7,4	N/C	23,3	2,6	47,6
Lado Escuro	17,7	0,2	12,6	0,9	42,4	4,9	19,5

4.3 Análises via Microscopia Eletrônica de Transmissão

As amostras irradiadas nas temperaturas de $T_3=400^\circ\text{C}$ e $T_4=450^\circ$, com 500 a.p.p.m. de He pré-injetados para a tentativa de reprodução da evolução microestrutural do AISI 348 irradiado no ATR, não foram possíveis pois a microestrutura inicial da amostra de AISI 348 a ser irradiada com íons não encontrava-se totalmente solubilizada (precipitação intensa), situação oposta a apresentada no trabalho com aço AISI 348 do INL.

As amostras do aço AISI 316L solubilizado (Figura 30) após as irradiações apresentaram alterações em sua microestrutura, revelaram alterações nos sinais de difração, indicando a existência de partícula de segunda fase (Figura 31). Durante a análise alinhou-se o feixe do microscópio para que somente os sinais referentes ao ponto A no espectro de difração de área selecionada contribuíssem para a formação de uma nova imagem (Figura 32). As imagens em que o feixe do microscópio foi alinhado para a condição de imageamento em "down-zone" possibilitou a identificação de regiões apresentando franjas de moiré (Figura 33).

Figura 30: Difração de área selecionada - AISI 316L solubilizado



Figura 31: Difração de área selecionada - AISI 316L irradiado 40 dpa - 450°C

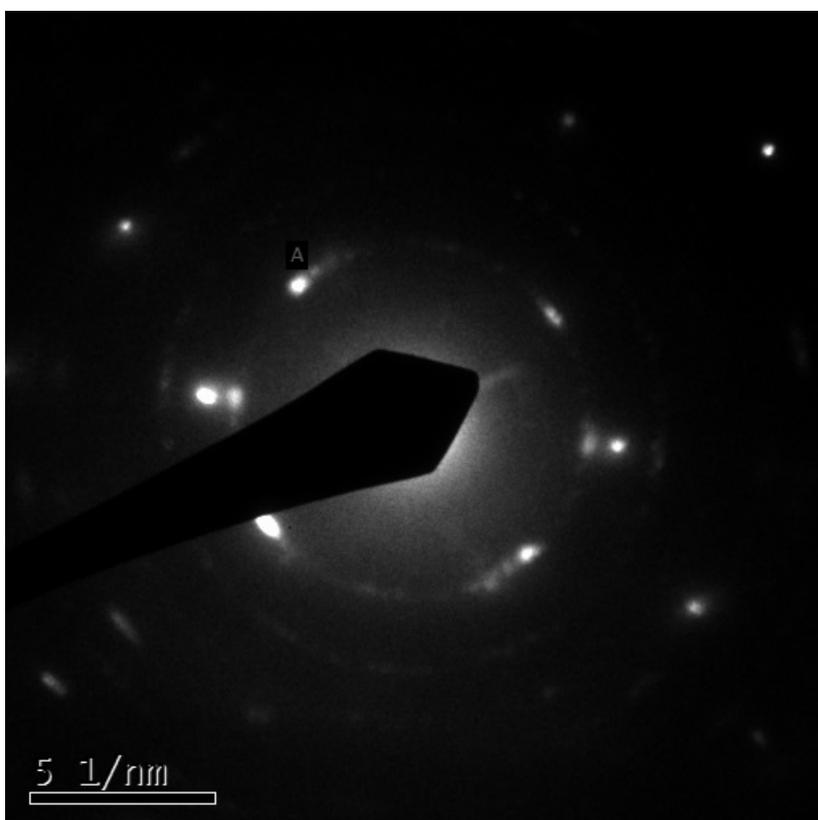


Figura 32: Micrografia com feixe alinhado para formação da imagem das partículas de segunda fase responsáveis pelo sinal de difração específica do ponto A no espectro de difração de área selecionada

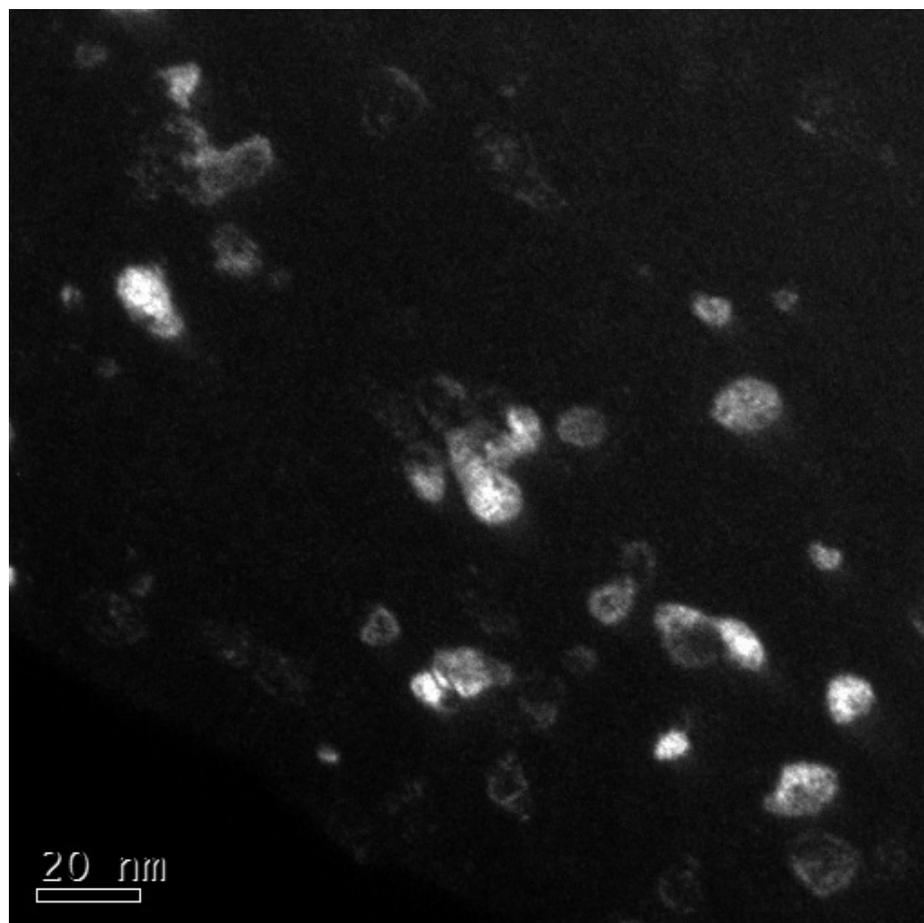
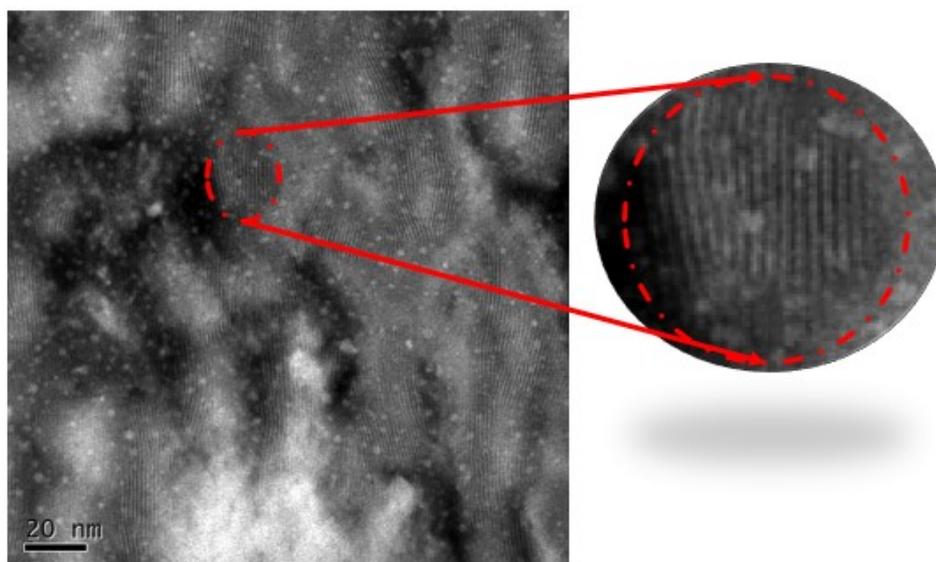


Figura 33: Micrografia utilizando contraste de difração down-zone, exemplo de franje de moiré destacado na imagem

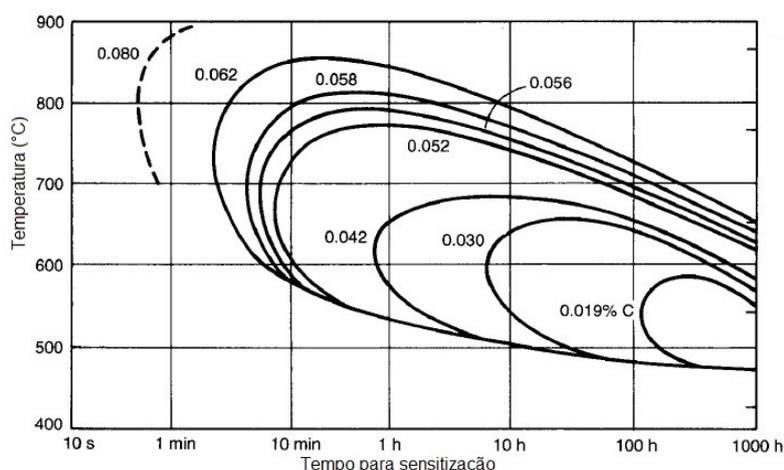


4.4 Fenômenos de precipitação facilitados por irradiação

As micrografias apresentadas anteriormente (Figuras 21 a 27) apresentam uma diferença na quantidade de precipitados presentes entre o lado que sofreu irradiação e o que não sofreu irradiação. Os aspectos morfológicos dos precipitados em ambos os lados da região de conflito são semelhantes, diferindo as vezes em tamanho sustentando a hipótese de que o aumento na densidade de precipitados é devido a influência da irradiação na cinética de precipitação de uma fase, que pode ocorrer exclusivamente por processamento térmico.

As amostras do primeiro conjunto, já dimensionadas em discos de 3 mm seção e 0,2 mm de espessura, antes dos ensaios com feixe de íons foram tratadas termicamente a 1050°C durante 30 min em forno a vácuo e resfriadas ao ar. A temperatura em que o recozimento foi realizado e o percentual de carbono do material irradiado $\%[\text{C}]=0,044$ não possibilita a formação de carboneto do tipo M_{23}C_6 , uma vez que a 1050°C está acima de sua temperatura de solubilização e durante o resfriamento ao ar as amostras não entram no intervalo de precipitação para a respectiva faixa de carbono (Figura 34)

Figura 34: Curvas de precipitação para o Carboneto M_{23}C_6



Fonte: MCGUIRE, M. F., 2008

Entretanto, por tratar-se de um aço inoxidável austenítico estabilizado ao Nb, o processamento térmico realizado não dissolve os precipitados NbC que estejam presentes. A solubilidade dos carbonetos em aços inoxidáveis austeníticos estabilizados segue a Equação 4.1 (coeficientes genéricos), para o caso de estabilização a solubilidade é dada pela Equação 4.2, (MCGUIRE, M. F., 2008) portanto para a total dissolução dos carbonetos de Nb, para a composição química do aço utilizado nesta pesquisa seria necessário uma temperatura de 1268°C aproximadamente. Portanto as condições microestruturais da amostra antes da irradiação seriam a matriz austenítica com uma pequena quantidade de carbonetos de nióbio, o que está de acordo com as micrografias da região não irradiada.

$$\log[M][C] = A - \frac{H}{RT} \quad (4.1)$$

$$\log[Nb][C] = 4.55 - \frac{9350}{T} \quad (4.2)$$

Os aços inoxidáveis austeníticos de modo geral não apresentam fenômenos de precipitação a temperaturas inferiores a 500° como mostra a Figura 34. No caso específicos dos aços inoxidáveis austeníticos estabilizados ao Nb, o tratamento térmico indicado para a precipitação exclusiva de NbC, acontece após diversas horas a temperaturas superiores a 900°C. (CHANDLER, H., 2010).

As amostras de AISI 348, irradiadas a 350°C apresentaram um aumento na quantidade de precipitados dispersos no interior de seus grãos. Entretanto, entre as possíveis fases que possam resultar da decomposição do campo austenítico, em menores temperaturas, ocorrem somente após longos períodos de processamento térmico para temperaturas superiores a 425°C (CHANDLER, H., 2010). Desta forma, as alterações microestruturais observadas nas amostras submetidas a irradiação não são resultados exclusivamente dos tempos de exposição das amostras as respectivas temperaturas.

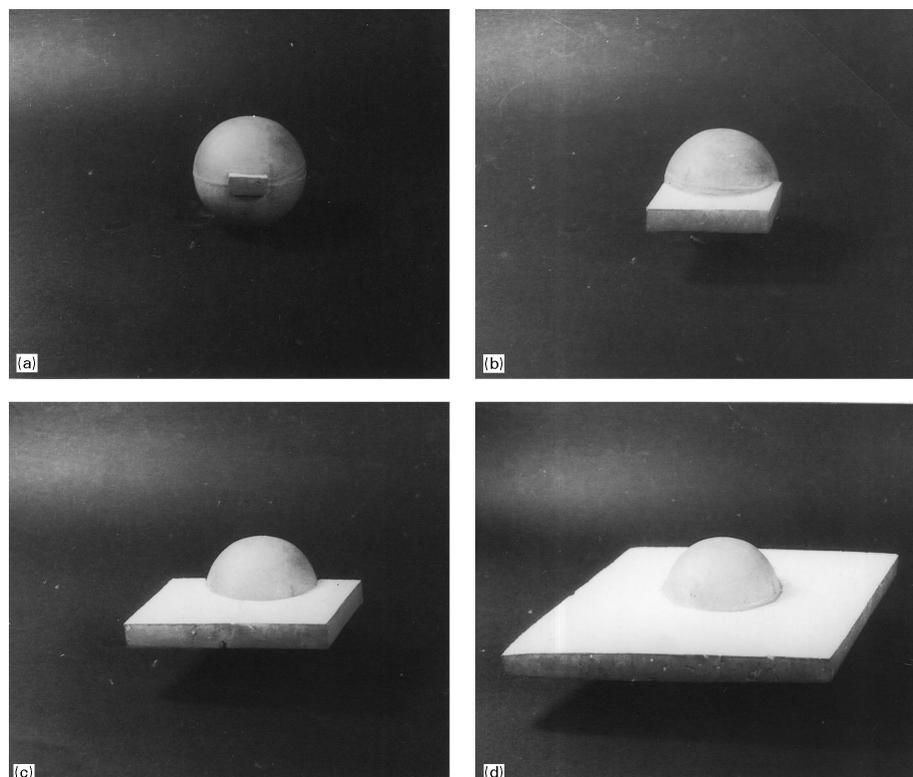
A explicação para o fenômeno de precipitação observado está diretamente relacionado a irradiação, durante o experimento as amostras de AISI 348 foram bombardeadas com íon de Au em alta energia, cuja massa atômica é na ordem de 4 vezes maior que a massa média dos átomos constituintes do aço inoxidável. Considerando o regime de colisão elástica após a transferência de energia (superior a E_D), a colisão das partículas com a matriz cristalina movimentam os átomos de suas posições na rede, alterando significativamente os coeficientes de difusão dos elementos constituintes da liga e gerando uma quantidade de defeitos significativa que atuam como pontos de nucleação heterogênea. Quando a transferência de energia entre as colisões das partículas aceleradas com a rede cristalina do alvo não ultrapassa o valor de mínimo de energia E_d , o átomo na rede cristalina não é ejetado de sua posição inicial, logo a energia transferida é transformada em energia térmica na rede o que também pode atuar como uma parcela facilitadora na mobilidade dos átomos durante a irradiação.

As micrografias eletrônicas de varreduras, para contraste de composição química apresentam duas regiões com contrastes distintos do contraste da matriz. A análise química pontual por espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDS) indica uma forte presença de Nb, nas partículas "brancas" de aspecto morfológico esférico, indicam também forte presença de Cr, Fe e Ni nas partículas "escuras" com sinais de resposta que diferem do sinal da matriz para esses elementos pesados, de morfologia distinta da fase "branca". Ambas fases apresentam sinal de carbono semelhante, entretanto consideravelmente maior que o sinal emitido pela matriz (aproximadamente 3x maior).

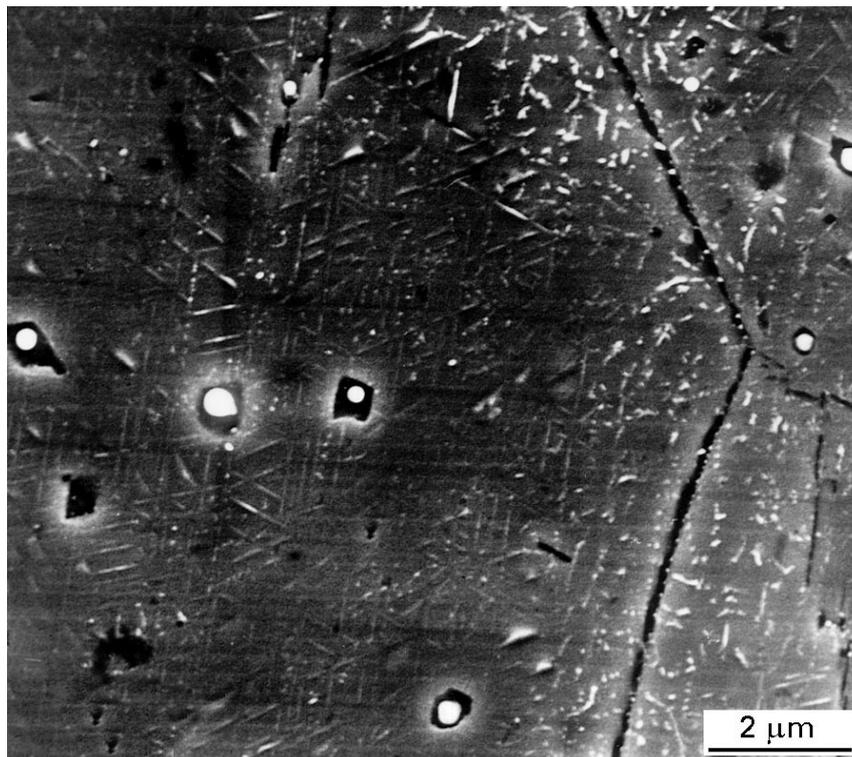
Os precipitados de coloração branca, acredita-se tratar do carboneto de nióbio NbC devido aos sinais de Nb e C no EDS e morfologia esférica (Figura 7), semelhante aos precipitados remanescentes na parte não irradiada. As fases de contraste escuro, apresentam morfologia compatível (semelhante a Figura 6) e forte sinal de resposta para elementos constituintes do carboneto $M_{23}C_6$, o que sugere identificação positiva, uma vez que a cinética de precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ é mais rápida que a cinética de precipitação do carboneto NbC na faixa de temperatura entre 500-700°C.

A micrografia apresentada na Figura 29, apresenta uma estrutura que aparentemente é composta pelas duas fases, identificadas neste trabalho como NbC e possível $M_{23}C_6$. A micrografia obtida pode tratar de um caso específico de nucleação e crescimento, situação em que o $M_{23}C_6$ nucleia na interface entre as partículas não dissolvidas de NbC e a matriz austenítica, antes da irradiação. Entretanto, não é possível afirmar se este fenômeno é o ilustrado na Figura 29. A representação esquemática da nucleação pode ser observada na Figura 35, e a Figura 36 ilustra através de micrografia eletrônica de varredura tal fenômeno (SASMAL B., 1997).

Figura 35: Representação esquemática da nucleação do carboneto $M_{23}C_6$ na interface com o carboneto NbC



Fonte: SASMAL B., 1997

Figura 36: Micrografia eletrônica de varredura da estrutura mista $M_{23}C_6//NbC$ 

Fonte: SASMAL B., 1997

Com base nos argumentos citados acima e nos tópicos levantados na revisão bibliográfica, pode-se inferir que a irradiação tem o papel de agente facilitador dos fenômenos de precipitação uma vez que causa o aumento da mobilidade dos átomos constituintes, e aumenta a quantidade de pontos de nucleação heterogênea, justificando a precipitação em condições termodinâmicas e cinética não são favoráveis.

4.5 Fenômenos de precipitação induzidos por irradiação

A investigação sobre a formação da fase G induzida por irradiação, reportada no estudo desenvolvido pela equipe do ATR-INL, não pôde ser avaliada corretamente devido à incompatibilidade da microestrutura inicial do AISI 348 irradiado no Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS. A taxa de resfriamento, em água utilizada no tratamento térmico de solubilização da barra de 12 mm seção 100 mm de comprimento a 1300°C e atmosfera N_2 , não foi suficiente para manter a matriz na condição solubilizada. Impossibilitando os estudos de difração, uma vez que os espectros de difração de área selecionada para a amostra não irradiada já apresentava anéis de difração intensos.

Entretanto, as micrografias e os espectros de difração coletados do AISI 316L, mostram que a solubilização a 1100°C das amostras já dimensionadas em discos de 3 mm de seção e espessura de 0,25 mm foi efetiva, não identificando a presença de anéis de difração (segunda fase) nas amostras não irradiadas (Figura 31), contudo os dados

de difração de área selecionada após a irradiação de 40 dpa a temperatura de 450°C apresentam a formação de anéis, comprovando a existência de uma segunda fase presente na matriz (Figura 31).

As micrografias com os diferentes contrastes de difração (Figura 32 e Figura 33) possibilitou visualizar de uma possível precipitação fina ou cavidades (pequenos círculos claros) que juntamente com o ponto A, mais intenso na difração de área selecionada, pode ser responsável pela formação dos anéis de difração. Nas imagens também identifica-se regiões com contrastes de franjas de moiré, condição que acontece quando há sobreposição de planos com parâmetros de rede de dimensões próximas.

As informações coletadas na literatura, tanto de pesquisas realizadas em reatores nucleares (comercial ou teste), quando de aceleradores de partículas carregadas e simulação termodinâmica computacional, reportam a formação das fases induzidas por irradiação (G e γ') para o aço AISI 316L. A fase G é reportada por nuclear orientada ao acaso com a matriz, o que justificaria a formação de anéis na difração de área selecionada. A fase γ' possui estrutura cristalina CCC e parâmetro de rede 0,35nm e a matriz austenítica é CFC com parâmetro de rede 0,36nm, o que pode ser responsável pela formação das franjas de moiré. Apesar disso ainda não é possível afirmar com certeza a verdadeira natureza das fases observadas.

5 Conclusões

As irradiações com feixe de Au a 5 MeV, na faixa de temperatura de 300-450°C nos aços AISI 316L solubilizado e AISI 348 recozido, afetaram de maneira considerável a estabilidade microestrutural da fase austenítica em ambos aços. Aumentando a densidade de precipitados na matriz (NbC e possivelmente $M_{23}C_6$) no AISI 348 e induziu a nucleação de precipitados no AISI 316L.

A irradiação atua como um elemento facilitador afetando os fenômenos de precipitação. Desta forma, os resultados apresentados neste trabalho confirmam a possibilidade de utilização da irradiação de íons para o estudo de estabilidade das ligas, desta maneira incentiva o desenvolvimento de uma sistemática para utilização deste feixe de maneira mais efetiva para o estudo de danos em materiais.

6 Trabalhos futuros

- Sistemática para estudo da estabilidade da matriz austenítica utilizando feixe de íons Fe de alta energia ou outro elemento majoritário dos aços inoxidáveis;
- Comparação da estabilidade do material para uma mesma dose de deslocamentos produzido por diferentes tipos de partículas carregadas;
- Investigação da estabilidade microestrutural, utilizando feixe de Au para outros tipos de aços desenvolvidos especialmente para aplicação nuclear;

7 Referências Bibliográficas

APERAM SOUTH AMERICA. Biblioteca técnica: AISI 347/347H Aço Inoxidável Austenítico Estabilizado ao Nióbio. Disponível em: <http://brasil.aperam.com/wp-content/uploads/2015/11/AISI-347-347H-A%C3%A7o-Inoxid%C3%A1vel-Austen%C3%ADtico-Estabilizado%C3%A7%C3%A3o-Niobio.pdf>

American Society for Testing and Materials. **E521 96**: Standard Practice for Neutron Radiation Damage Simulation by Charged-Particle Irradiation. West Conshohocken, 2015.

BHADESHIA, H.K.D.H., HONEYCOMBE R. . Stainless Steel. In:_____ **Steels, Microstructure and Properties**. 3th Ed. Oxford:Butterworth-Heinemann, 2006, Ch 12. p.259-287.

CHANDLER, H.. Austenitic Stainless Steel. In:_____ **Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels**. 6th Ed. ASM:Materials Park, Ohio, 2010, p.724-759.

Encontro e Exposição Brasileira de tratamento de superfície, 14., 2012, Rio de Janeiro, **Anais Estudo do Processo de Eletropolimento de Tubos de Aço Inoxidável AISI 348L**, São Paulo:ABTS, 2012.

FLUSS, M. J., HOSEMANN, P., MARIAN, J., Charged-Particle Irradiation for Neutron Radiation Damage Studies. **Characterization of Materials**, 2012 p.1–17

GARNER F. A., **Assessment of XM-19 as a Substitute for AISI 348 in ATR Service**, Idaho Falls:INL, 2007, 22p.

GARNER, F. A. . Radiation Damage in Austenitic Steels. In:KONINGS,R.J.M.**Comprehensive Nuclear Materials**. 1st Ed. Oxford:Elsevier, 2012, V4. Ch 02. p.33-97.

KLUEH, R.L., HARRIES, D.R. . Interracial Segregation and Precipitation During Irradiation. In:_____ **High-Chromium Ferritic and Martensitic Steels for Nuclear Applications**. 1st Ed. West Conshohocken:ASTM, 2001, Ch 10. p.103-113

KRAUSS, G.. Stainless Steel. In:_____ **Steels: Processing, Structure, and Performance**. 1st Ed. ASM:Materials Park, Ohio, 2005, Ch 23. p.495-535.

MAZIASZ, P.J. Formation and stability of radiation-induced phases in neutron-irradiated austenitic and ferritic steels. **Journal of Nuclear Materials**, Volume 169, 1989, p.95-115.

MAZIASZ, P.J.. Overview of microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steels. **Journal of Nuclear Materials**, Volume 205, 1993, p.118-145,

MAZIASZ, P. J., BUSBY J. T.. Properties of Austenitic Steels for Nuclear Reactor Applications. In: KONINGS, R. J. M. **Comprehensive Nuclear Materials**. 1st Ed. Oxford: Elsevier, 2012, V2. Ch 09. p.267-285.

MCGUIRE, M. Austenitic Stainless Steel. In: _____ **Stainless Steels for Design Engineers**. 1st Ed. ASM: Materials Park, Ohio, 2008, Ch 23. p.69-91.

MURTY, K.L., CHARIT, I.. Fundamental of Radiation Damage. In: _____ **An Introduction to Nuclear Materials: Fundamentals and Applications**. 1st Ed Wiley-VCH: Nevertheless, 2013.

REZENDE, R. P. **Soldagem de juntas tubulares de aço inoxidável austenítico AISI 348 para varetas combustíveis em reatores nucleares**. 2015. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

SMALLMAN, R.E., NGAN, A.H.W. . Point Defect Behaviour. In: _____ **Modern Physical Metallurgy**. 8th Ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2014, Ch 06. p.251-285.

SHIM, J.H., KARADENIZ, P.E., KOZESCHNIK E., WIRTH B. D., **Modeling precipitation thermodynamics and kinetics in type 316 austenitic stainless steels with varying composition as an initial step toward predicting phase stability during irradiation**, *Journal of Nuclear Materials*, Volume 462, July 2015, Pages 250-257

SOURMAIL T.. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. **Materials Science and Technology**, Vol. 17, Issue 1, 2001, p.1-14

STOLLER, R.E., TOLOCZKO M.B., WAS, G.S., CERTAIN, A.G., DWARAKNAT, S., GARNER, F.A., **On the use of SRIM for computing radiation damage exposure**, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, Volume 310, 1 September 2013, Pages 75-80

TAN, L. *et al.*, Microstructural Evolution of Type 304 and 316 Stainless Steels Under Neutron Irradiation at LWR Relevant Conditions. **The Journal of The Minerals, Metals Materials Society**, Volume 68, Issue 2, 2016, p.517-529

THOMAS L.E., BEESTON J.M., The microstructure of neutron irradiated type-348 stainless steel and its relation to creep and hardening. **Journal of Nuclear Materials** Volume 107, Issue 2, 1982 p.159-167

VOLGIN, A., **Characterization and understanding of ion irradiation effect on the microstructure of austenitic stainless steels**, 2012, 245f., Tese (Doutorado), Université de Rouen, Rouen, 2012.

WAS, G.S.. Phase Stability Under Irradiation. In: _____ **Fundamentals of Radiation Material Science**. 1st Ed. Berlin:Springer, 2007, Ch 09. p.433-490.

WAS G.S. *et al.* Emulation of reactor irradiation damage using ion beams. **Scripta Materialia**, Volume 88, 2014, p.33-36

WAS G.S. Challenges to the use of ion irradiation for emulating reactor irradiation. **Journal of Materials Research**, Volume 30, Issue 9, 2015, p.1158-1182

WAS G. S., AVERBACK, R. S.. Radiation Damage Using Ion Beams. In:KONINGS,R.J.M. **Comprehensive Nuclear Materials**. 1st Ed. Oxford:Elsevier, 2012, V1. Ch 07. p.195-221.

ZINKLE, S.J., MAZIASZ, P.J., STOLLER, R.E., Dose dependence of the microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel. **Journal of Nuclear Materials**, Volume 206, Issue 2, 1993, p.266-286,

ZIEGLER, J.F., BIRSACK, J.P., ZIEGLER, M.D.. **SRIM - The Stopping and Range of Ions in Matter**. 1st Ed. Morrisville:Lulu Press, 2008