

# PMT3540 - Aula 7 - Estabilidade de fases sob irradiação

Cláudio Geraldo Schön

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais  
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

25 de julho de 2020

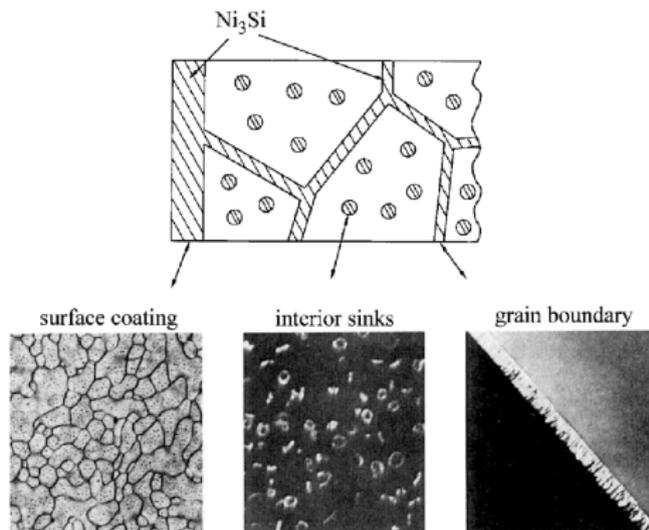
# Segregação induzida e Difusão asistida por irradiação

- RAD incrementa a cinética de transformação
- RIS aumenta a concentração de soluto em algumas regiões da microestrutura
- Ambos os fenômenos justificam o aparecimento de fases que não seriam observadas em condição de equilíbrio

## Ni – Si

$$r_{Si} < r_{Ni} \Rightarrow x_{Si}^{CG} > x_{Si}^{bulk}$$

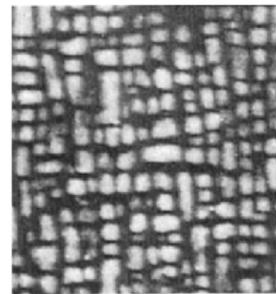
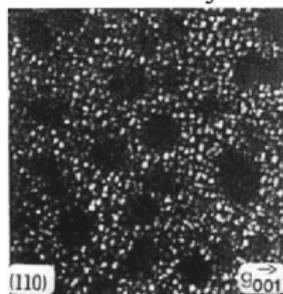
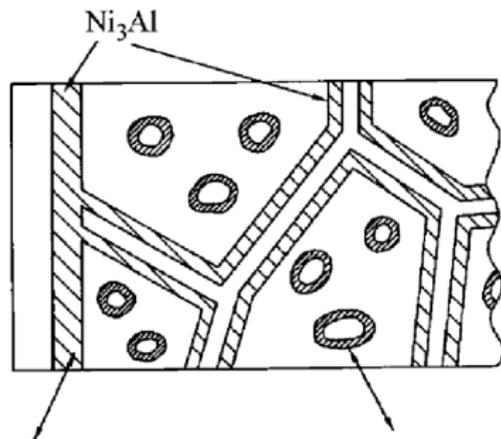
RIS provoca enriquecimento de Si em contornos de grão e outros sumidouros (como discordâncias ou a superfície livre).



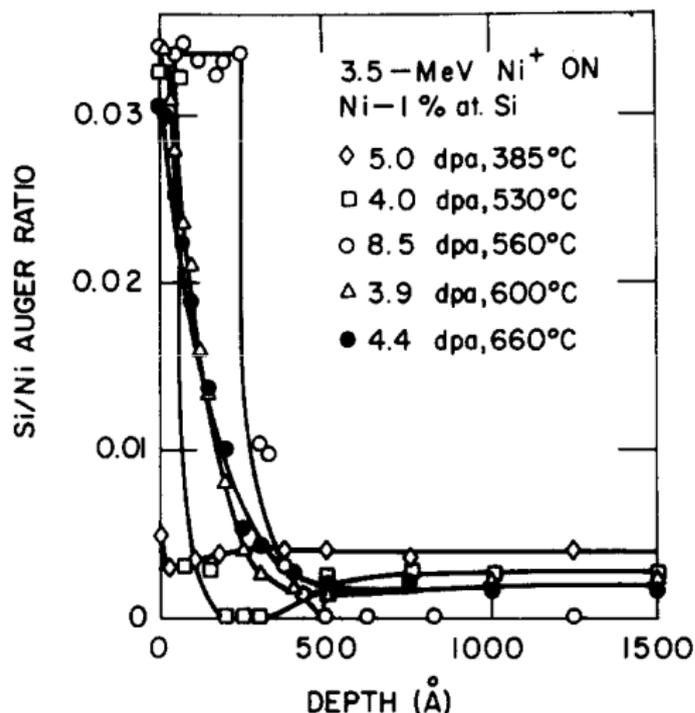
## Ni – Al

$$r_{Al} > r_{Ni} \Rightarrow x_{Al}^{CG} < x_{Al}^{bulk}$$

RIS provoca empobrecimento de Al em contornos de grão e outros sumidouros (como discordâncias ou a superfície livre).



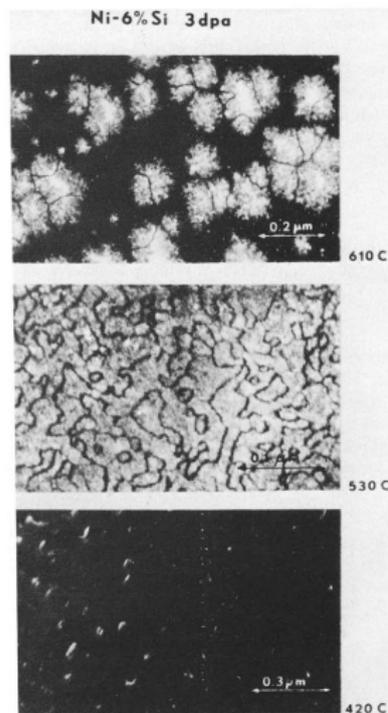
# Os resultados de Okamoto e Rehn



Irradiação de uma liga Ni – 1% Si com íons de Ni de 3.5 MeV em função da temperatura e da dose. A ordenada corresponde a altura relativa dos picos de Ni e Si no espectro Auger, e o valor 0.03 corresponde aproximadamente a 25% at. Si.

P. R. Okamoto, L. E. Rehn "Radiation-induced segregation in binary and ternary alloys" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 2 – 23.

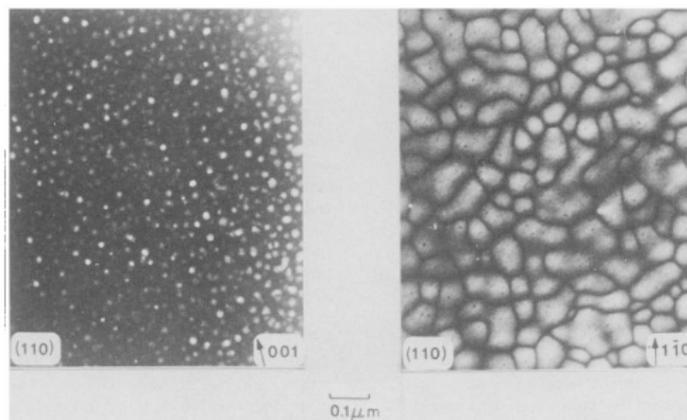
# Os resultados de Okamoto e Rehn



Imagens de campo escuro das reflexões da fase  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Si na superfície de uma liga Ni – 6% Si irradiada com íons de Ni de 3.5 MeV para uma dose total de 3 dpa (a uma taxa de  $4.5 \times 10^{-4}$  dpa s<sup>-1</sup>) em função da temperatura.

P. R. Okamoto, L. E. Rehn "Radiation-induced segregation in binary and ternary alloys" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 2 – 23.

# Os resultados de Okamoto e Rehn



Imagens de campo escuro das reflexões da fase  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Si próximo da superfície de uma liga Ni – 12,7% Si após tratamentos térmicos a 670°C / 72 minutos no estado não irradiado (esquerda) e irradiada com íons de Ni de 3.5 MeV (direita).

P. R. Okamoto, L. E. Rehn "Radiation-induced segregation in binary and ternary alloys" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 2 – 23.

# Os resultados de Okamoto e Rehn

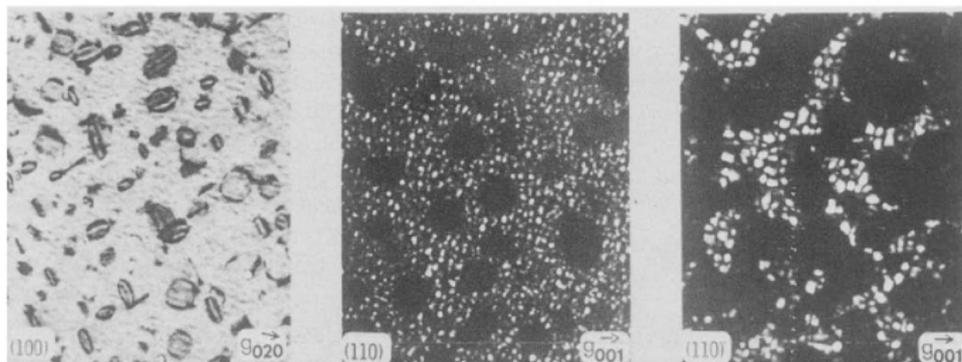


Imagem de campo claro (esquerda) de uma liga Ni – 12,8% Al irradiada a 550°C para uma dose de 1,8 dpa com íons de Ni com 3,5 MeV de energia, imagem de campo escuro das reflexões da fase  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al para a mesma amostra (centro) e para uma amostra com 8 dpa de dano (direita).

P. R. Okamoto, L. E. Rehn "Radiation-induced segregation in binary and ternary alloys" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 2 – 23.

# Modelo de Nelson, Hudson, Mazey

## NHM

Supondo uma taxa de deslocamentos  $K_0$  [dps  $s^{-1}$ ], definimos o fluxo de átomos que atravessam a interface precipitado/matriz como  $\zeta K_0$ . Consideramos então um precipitado esférico com raio  $r_p$  e deduzimos:

$$\frac{dV}{dt} = -4\pi r_p^2 \zeta K_0 \Omega$$

O balanço de massa ( $c$  = concentração de soluto na liga) é dado por:

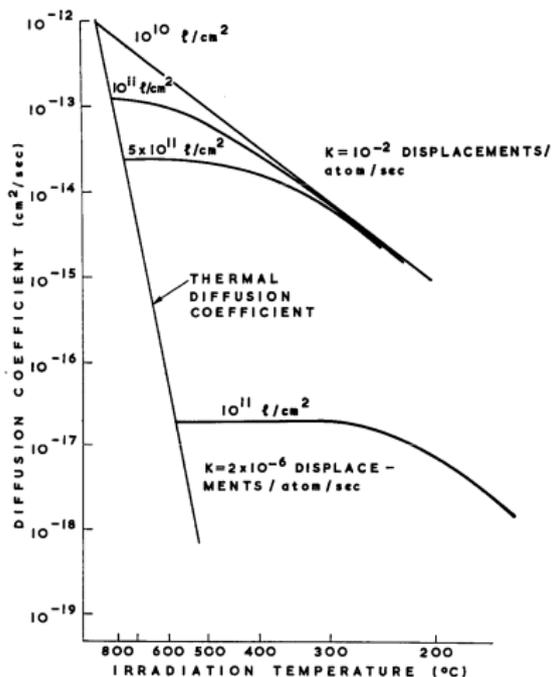
$$c = \frac{4\pi}{3} r_p^3 \rho_p c_p + c_s$$

onde  $\rho_p = \frac{N_p}{V}$  é a densidade de precipitados e  $c_s$  é a concentração de soluto na matriz.

R. S. Nelson, J. A. Hudson, D. J. Mazey "The stability of precipitates in an irradiation environment" *J. Nucl. Mater.* **44** (1972) 318

– 330.

# Consideração da RAD



Os autores fazem uma consideração do desenvolvimento da RAD em diferentes regimes, considerando dois casos limites, mas concluem que o melhor é considerar simulações computacionais representada pela figura ( $\ell$  = densidade de discordâncias = sumidouros).

# Balanço entre crescimento e dissolução

Crescimento de precipitados:

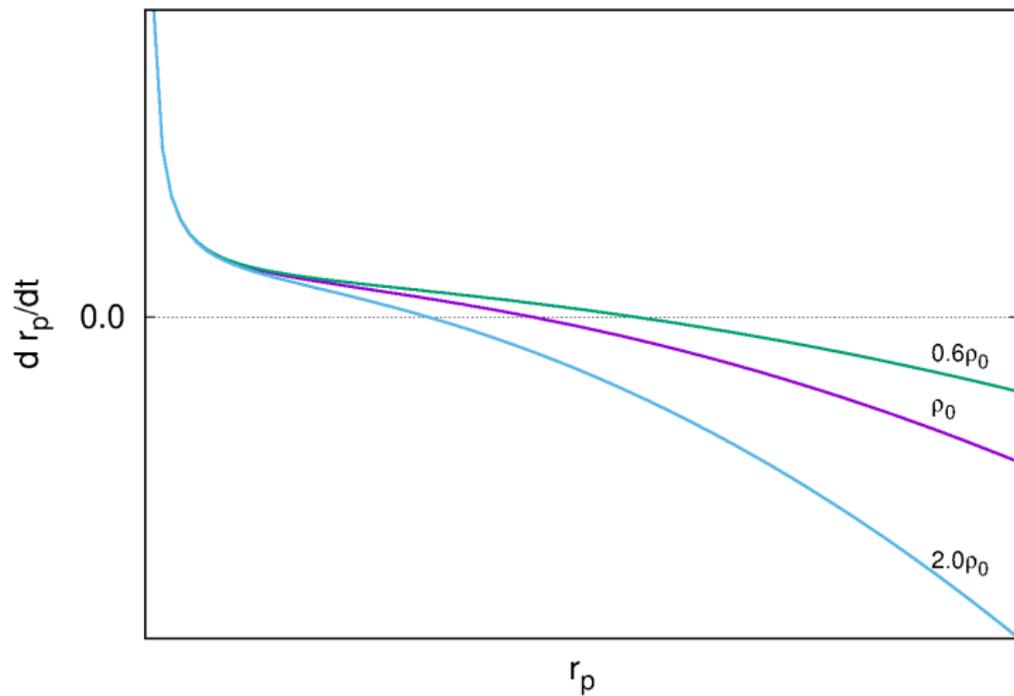
$$\frac{dV}{dt} = \frac{3(D + D') c_s r_p}{c_p}$$

Assumindo que o soluto se redistribui homogeneamente na matriz e combinando com o balanço de massa e resolvendo para  $r_p$ , se obtém:

$$\frac{dr_p}{dt} = -\zeta K_0 \Omega + \frac{3(D + D') c}{4\pi r_p c_p} - r_p^2 (D + D') \rho_p$$

# Solução

## Raio de equilíbrio estacionário



# O resultado de Wilkes

Modelo original (célula de raio  $L$  no qual o soluto é redistribuído homogeneamente).

$$L \Rightarrow \frac{4\pi L^3}{3} = \frac{1}{\rho_p}$$

Termo de fonte de soluto na segunda lei de Fick:

$$\frac{dc_s}{dt} = (D + D') \nabla^2 c_s + \zeta K_0$$

Condições de contorno:

$$\begin{cases} \left(\frac{\partial c_s}{\partial r}\right)_L = 0 \\ c_s(r_p) = c_e \end{cases}$$

onde  $c_e$  é a concentração de soluto da matriz em equilíbrio com o precipitado (hipótese do equilíbrio local).

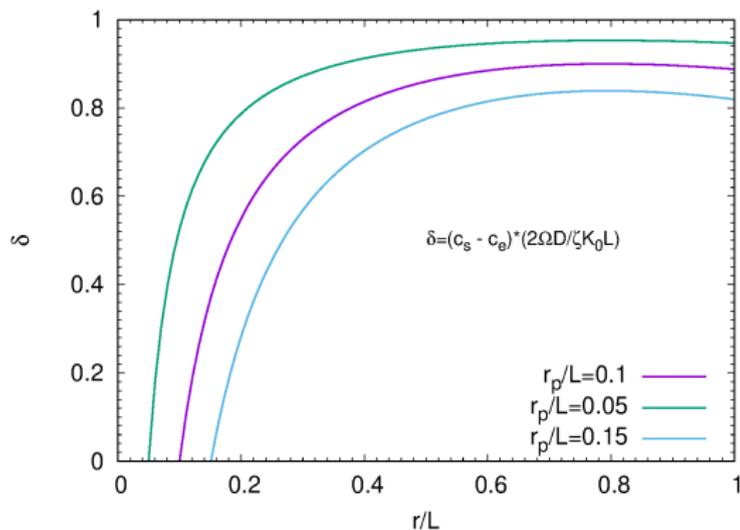
P. Wilkes "Phase stability under irradiation – a review of theory and experiments" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 166 – 175.

# O resultado de Wilkes

Solução:

$$C_s = C_e + \frac{\zeta K_0 r_p^2}{2\Omega(D+D')(L^3 - r_p^3)} \times$$

$$\times \left[ \frac{2L^3(r-r_p)}{r \times r_p} - r^2 + r_p \right]$$



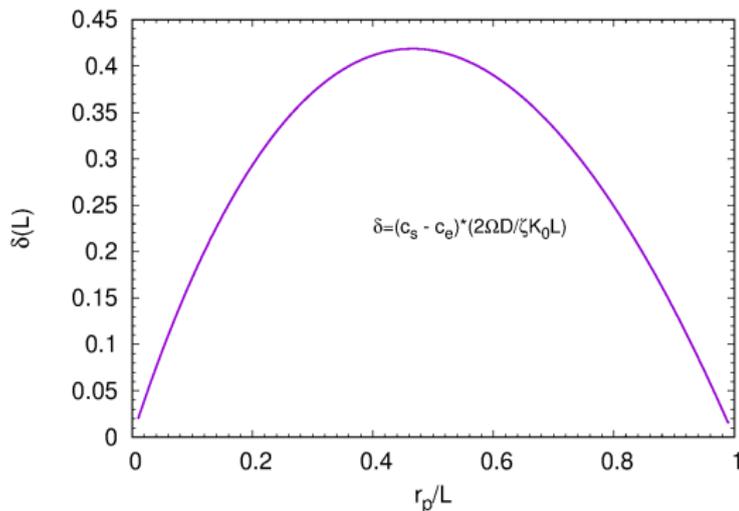
P. Wilkes "Phase stability under irradiation – a review of theory and experiments" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 166 – 175.

# O resultado de Wilkes

Solução:

Concentração na borda da célula no estado estacionário:

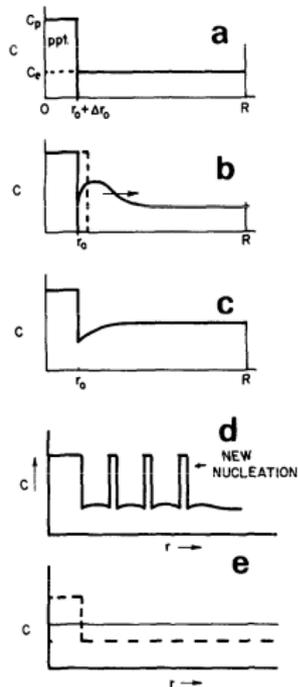
$$c_s(L) - c_e = \frac{L\zeta K_0}{2(D+D')} \times \left[ \frac{2\left(\frac{r_p}{L}\right) - 2\left(\frac{r_p}{L}\right)^2 + \left(\frac{r_p}{L}\right)^4}{1 - \left(\frac{r_p}{L}\right)^2} \right]$$



P. Wilkes "Phase stability under irradiation – a review of theory and experiments" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 166 – 175.

# O resultado de Wilkes

Uma proposta mais realista:



- Antes da irradiação, distribuição homogênea na matriz e no precipitado
- No início da irradiação forma-se um transiente próximo ao precipitado
- O estado estacionário se estabelece, com uma distribuição homogênea de soluto na matriz
- Eventualmente reprecipitação ocorre se a supersaturação permitir nucleação
- Eventualmente todo o precipitado se dissolve.

P. Wilkes "Phase stability under irradiation – a review of theory and experiments" *J. Nucl. Mater.* **83** (1979) 166 – 175.

# O tratamento de Russel

Superando algumas limitações do modelo NHM, Russel propõe um tratamento mais realista de uma cascata de dano em material com partículas. Segundo esse autor, átomos espalhados por uma cascata que, ao menos parcialmente, atinja uma partícula de precipitado podem:

- difundir de volta, retonando à partícula
- difundir e se precipitar em outra partícula
- ajudar a nuclear uma nova partícula
- permanecer em solução na matrix

H. C. Frost, K. C. Russel "Particle stability with recoil resolution" *Acta Metall.* **30** (1982) 953 – 960 and K. C. Russel "Phase instability under cascade damage irradiation" *J. Nucl. Mater.* **206** (1993) 129 – 138.

# Tratamento

Introduzindo  $G(r)$  como um termo de fonte não homogêneo.

$$\frac{\partial c_s}{\partial t} = (D + D') \nabla^2 c_s + G(r)$$

e assumindo as condições de contorno de NHM.

O autor assume o termo  $G(r)$  proposto por Gelles e Garner:

$$G(r) = \begin{cases} \frac{\zeta K_0}{4\pi R} [r_p^2 - (r - R)^2] & r_p \leq r \leq r_p + R \\ 0 & r > r_p + R \end{cases}$$

onde  $R$  é a máxima distância de ricochete.

# Solução

estado estacionário

Solução:

$$c_s(r) = c_e + \frac{\zeta K_0}{48R(D+D')} \left[ r^3 - r_p^3 - 4(r^2 - r_p^2) - 6(r_p^2 - R^2)(r - r_p) + (3r_p - R)(r_p + R)^3 \left( \frac{1}{r} - \frac{1}{r_p} \right) \right]$$

Os autores ainda fornecem uma expressão para o valor máximo da função que se localiza próximo da partícula.

$$c_{max} = c_e + \frac{\zeta K_0 R^2}{48(D+D')r_p} (4r_p - R)$$

# Solução

## Estados transientes

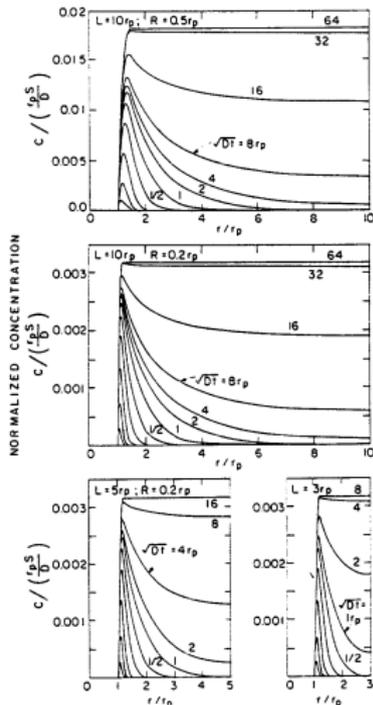
$$c(r, t, R) = \frac{\zeta K_0}{2rR(D+D')} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(1+L^2\alpha_n^2 \sin[\alpha_n(r-r_p)])}{[(L-r_p)L^2\alpha_n^2-r_p]\alpha_n^5} \times$$

$$\times \{1 - \exp[-\alpha_n^2(D+D')t]\} [\alpha_n^2 R(2r_p - R)$$

$$2 \cos(\alpha_n R) - 2r_p\alpha_n \sin(\alpha_n R) + 2]$$

onde  $\alpha_n$  ( $n = 1, 2, \dots$ ) são as raízes de :

$$\tan[\alpha(L - r_p)] = \alpha L$$



# Ordenação

## Ordem de longo alcance

Ordem de longo alcance (*long-range order*, LRO)

$$W_{AB} = \varepsilon_{AB} - \frac{\varepsilon_{AA} + \varepsilon_{BB}}{2} < 0$$

Importância:

- Diversas ligas comerciais são endurecidas por precipitados que, na verdade, são superreticulados ordenados → Ni<sub>3</sub>Al em superligas de níquel, Ni<sub>3</sub>Mo em aços Maraging, zonas de Guinier-Preston em ligas de alumínio.
- Compostos intermetálicos tem crescido em uso nas últimas décadas → aluminetos de níquel, aluminetos de titânio, aluminetos de ferro, silicetos de metais refratários.
- Superreticulados são particularmente sensíveis ao dano por irradiação.
- Entretanto a energia de formação é negativa → a ordem se recompõe rapidamente.

# Desordenação e ordenação

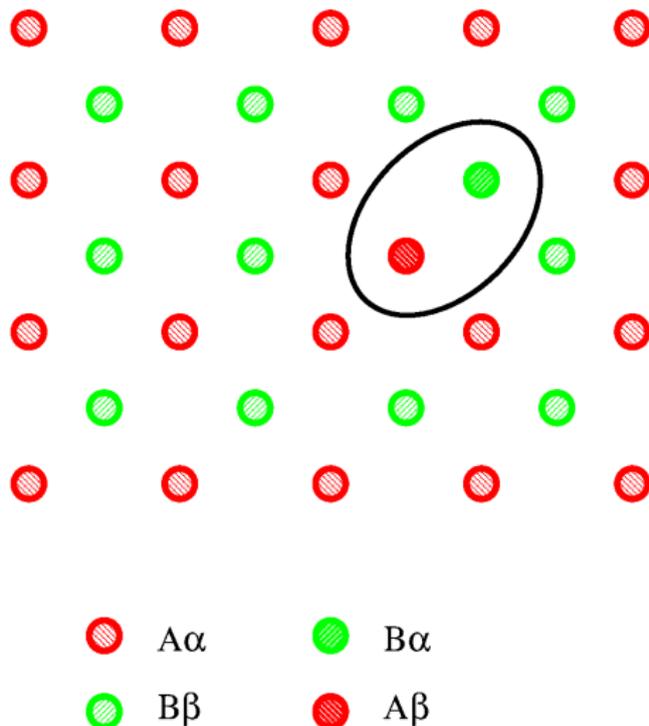
## Parâmetro de ordem

Defeitos puntiformes em superreticulados:

- Lacunas
- Intersticiais
- Defeitos de anti-sítio

Parâmetro de ordem:

$$\eta_{LRO} = \frac{\rho(A\alpha) - x_A}{1 - x_A}$$



## Aplicação do modelo NHM

Assumimos partículas esféricas e definimos  $\ell$  a espessura em que a desordenação ocorre e  $f$  a fração de soluto dissolvido e introduzimos:

$$\xi = \ell \times f$$

Definimos:

$$\frac{dV}{dt} = -4\pi r_p^2 \xi K_0$$

e

$$\frac{dr_p}{dt} = -\xi K_0 + \frac{3(D + D') c_s}{4\pi r_p c_p} - r_p^2 (D + D') \rho_p$$

Diferença  $\rightarrow \xi \approx 10$  nm, enquanto que  $\zeta \Omega \approx 10^{-4}$  nm.

# Evolução do parâmetro de ordem

Definimos:

$$\frac{d\eta_{LRO}}{dt} = \left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_i + \left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_T$$

Efeito da irradiação:

$$\left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_i = -\alpha K_0 \eta_{LRO}$$

sendo  $\alpha$  a razão entre produção de reposições e deslocamentos (tipicamente 10 a 100 para nêutrons).

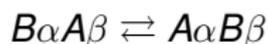
K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

# Evolução do parâmetro de ordem

Definimos:

$$\frac{d\eta_{LRO}}{dt} = \left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_i + \left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_T$$

Efeito térmico:



Converte um par “errado” ( $w$ ) em um par “certo” ( $c$ )

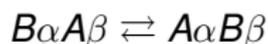
K.-Y. Liou, P. Wilkes “The radiation disorder model of phase stability” *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

# Evolução do parâmetro de ordem

Definimos:

$$\frac{d\eta_{LRO}}{dt} = \left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_i + \left( \frac{d\eta_{LRO}}{dt} \right)_T$$

Efeito térmico:



Converte um par “errado” ( $w$ ) em um par “certo” ( $c$ )

Constantes cinéticas:

$$K_c = \nu_c \exp\left(-\frac{\Delta H^*}{k_B T}\right)$$

$$K_w = \nu_w \exp\left(-\frac{\Delta H^* - \Delta H_{ord}}{k_B T}\right)$$

com  $\nu_c$  e  $\nu_w$  as frequências de salto das configurações certas e erradas,  $\Delta H^*$  barreira de ativação para o salto e  $\Delta H_{ord}$ , energia ganha na produção de ordem.

K.-Y. Liou, P. Wilkes “The radiation disorder model of phase stability” *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

# Evolução do parâmetro de ordem

## Solução

Usando o resultado de Novick e Weisberg, válido para  $\eta_{LRO} \approx 1$ :

$$\frac{1 - \eta_{LRO}}{1 - \eta_{LRO}^e} = \coth(kt + t_0)$$

onde  $\eta_{LRO}^e$  é o valor de equilíbrio do parâmetro de ordem.

A constante cinética  $k$ , na ausência de radiação, é dada por:

$$k = (\nu_c \nu_w)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{x_A}{x_B} \right)^{\frac{1}{2}} q_\beta \exp \left[ -\frac{(\Delta H^* - \Delta H_{ord})}{k_B T} \right]$$

onde  $q_\beta$  é o número de coordenação dos sítios  $\beta$ , em torno de um sítio  $\alpha$ .

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330 e A. S. Novick, L. R.

Weisberg "A simple treatment of ordering kinetics" *Acta Metall.* **6** (1958) 260 – 265.

# Evolução do parâmetro de ordem

## Solução

Liou e Wilkes adaptam o modelo de Novick e Weisberg incluindo lacunas e intersticiais e caminhos de difusão realistas para algumas estruturas ordenadas, nesse caso:

$$k = \left[ \nu_l c_l \exp\left(-\frac{\Delta H_{i0}^m}{k_B T}\right) (q_\alpha + q_\beta - 2) + \nu_i \sigma c_i \exp\left(-\frac{\Delta H_{i0}^m}{k_B T}\right) \right] \left(\frac{x_A}{x_B}\right)^{\frac{1}{2}} \times q_\beta \exp\left(-\frac{V_0}{2k_B T}\right)$$

com  $2\nu_l = (\nu_c \nu_w)_l^{\frac{1}{2}}$  e  $3\nu_i = (\nu_c \nu_w)_i^{\frac{1}{2}}$ ,  $V_0 = -14\Omega$  para cristais C.C.C. e  $-6\Omega$  para cristais C.F.C. e  $\sigma$  é um fator geométrico característico do mecanismo particular de difusão.

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330

# Evolução do parâmetro de ordem

## Solução

Os autores então apresentam uma solução geral com irradiação a partir da condição inicial  $\eta_{LRO}(t) = \eta_{LRO}^e$  para  $t = 0$ .

$$\eta_{LRO}(t) = 1 - p + \frac{p - q}{1 - \left[ \frac{(\eta_{LRO}^e + q - 1)}{(\eta_{LRO}^e + p - 1)} \exp(zt) \right]}$$

com

$$z = \left\{ \alpha^2 K_0^2 + 4k \left[ k + \frac{\alpha K_0}{(1 - \eta_{LRO}^e)} \right] \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$p = (-\alpha K_0 + z) \frac{(1 - \eta_{LRO}^e)}{2k}$$

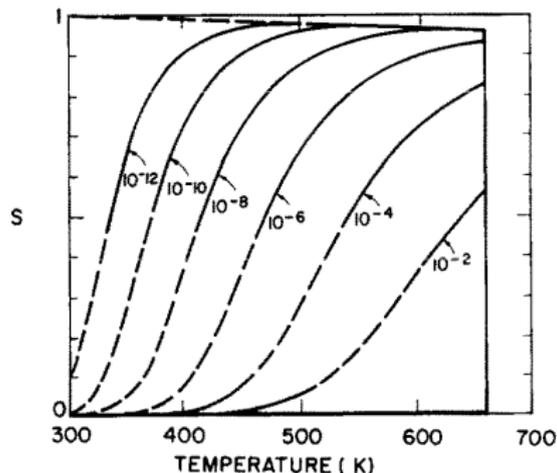
$$q = (-\alpha K_0 - z) \frac{(1 - \eta_{LRO}^e)}{2k}$$

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330

# Evolução do parâmetro de ordem

## Solução

$\text{Cu}_3\text{Au}$  em função da taxa de dano:



No estado estacionário:

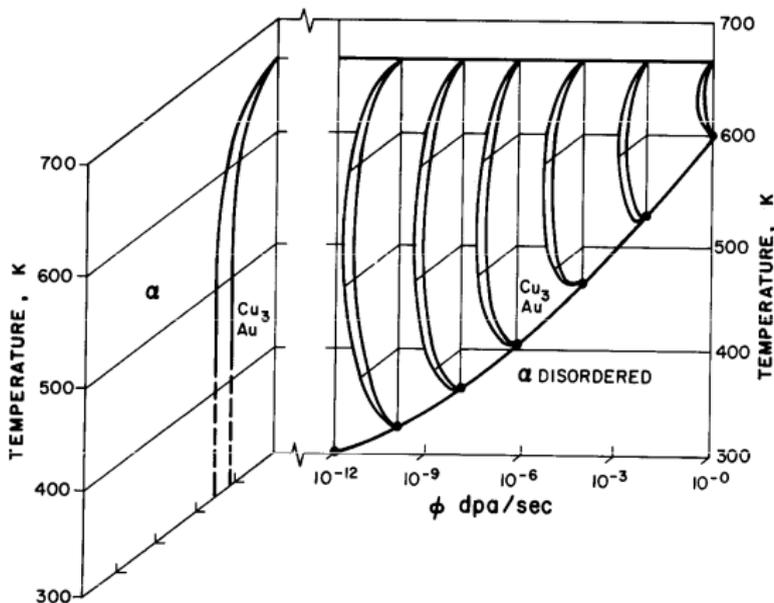
$$\begin{aligned}\eta_{LRO} &= 1 - p \\ &= 1 + (\alpha K_0 - z) \frac{(1 - \eta_{LRO}^e)}{2k}\end{aligned}$$

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330

# Evolução do parâmetro de ordem

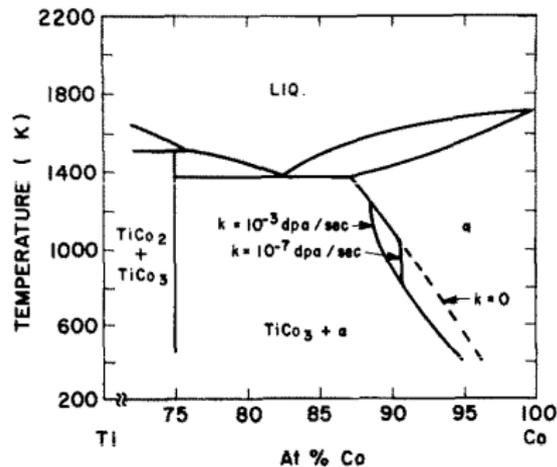
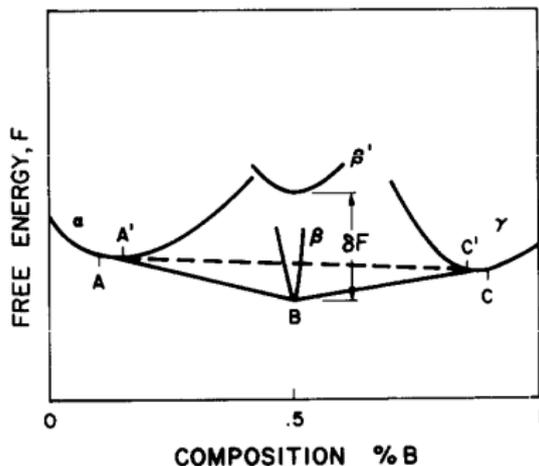
## Solução

$\text{Cu}_3\text{Au}$  em função da temperatura e da taxa de dano ( $\phi = K_0$ ).



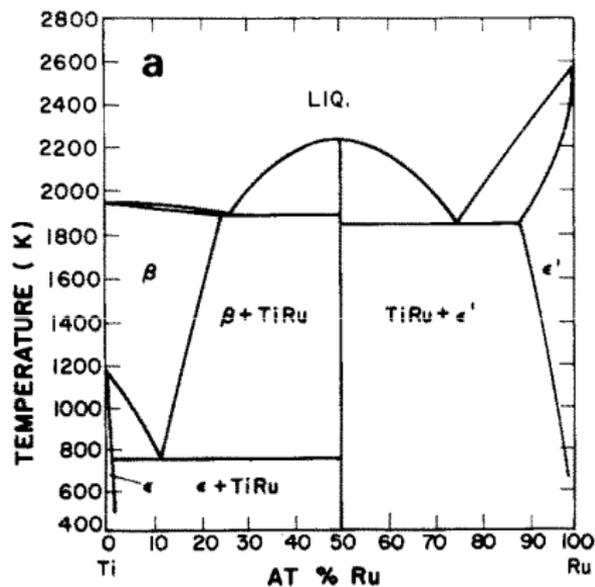
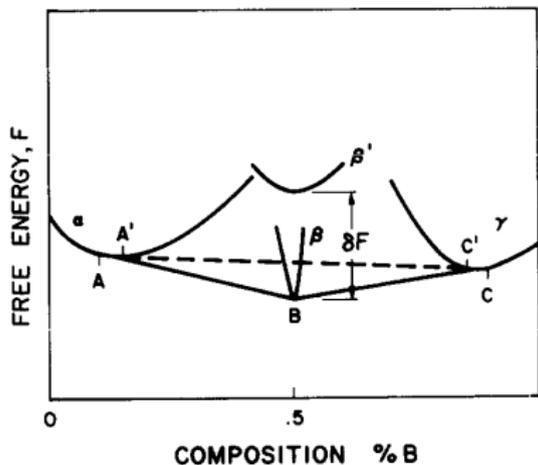
K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330

# Efeito sobre o equilíbrio de fases



K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

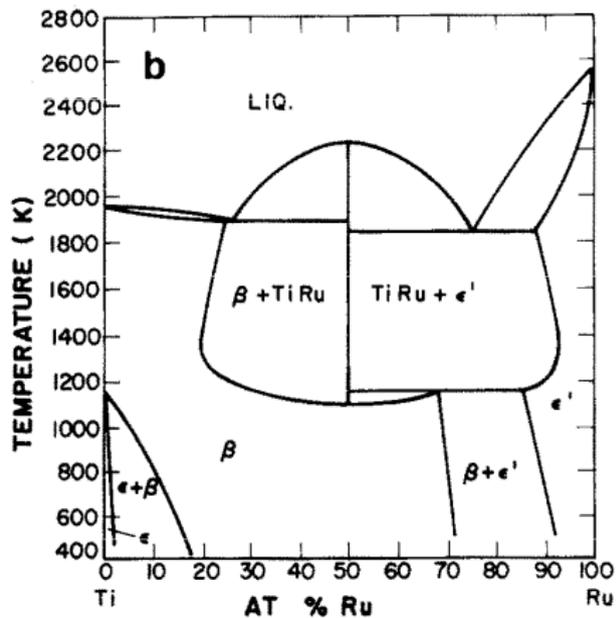
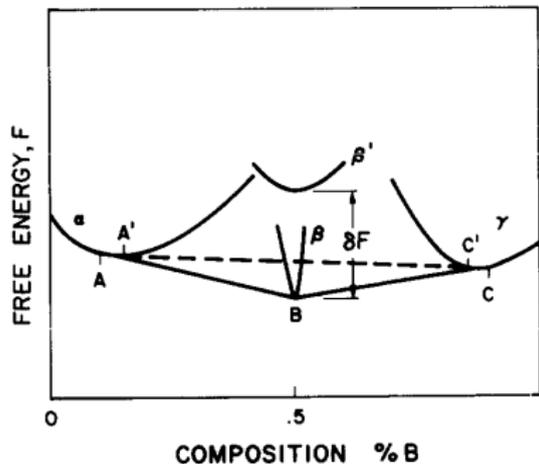
# Efeito sobre o equilíbrio de fases



(a) Equilíbrio

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

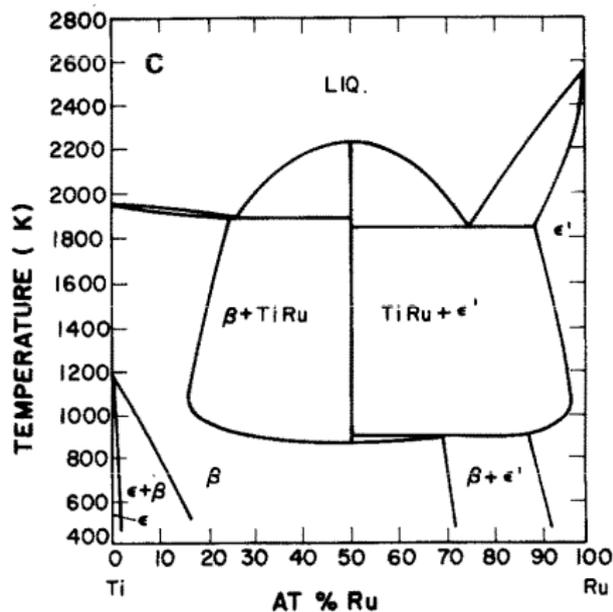
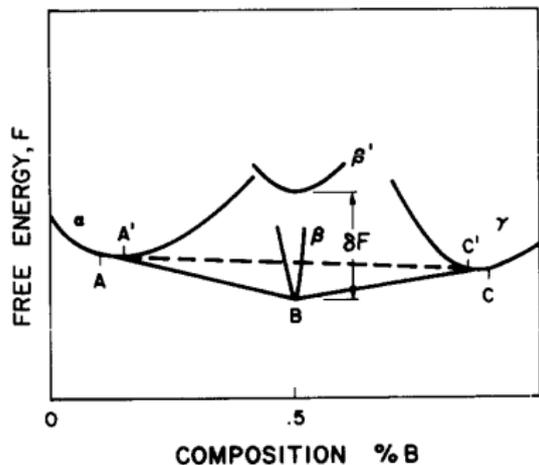
# Efeito sobre o equilíbrio de fases



(b)  $K_0 = 10^{-3} \text{ dpa s}^{-1}$

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

# Efeito sobre o equilíbrio de fases



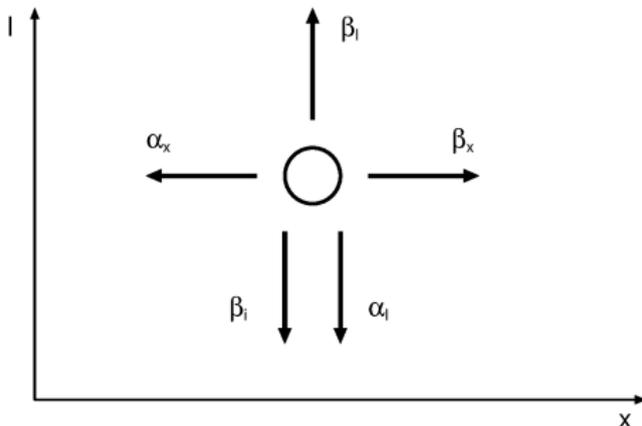
(c)  $K_0 = 10^{-7} \text{ dpa s}^{-1}$

K.-Y. Liou, P. Wilkes "The radiation disorder model of phase stability" *J. Nucl. Mater.* **87** (1979) 317 – 330.

# Nucleação de precipitados incoerentes

## Variáveis do modelo MR

O excesso de lacunas poder fornecer a força motriz para a precipitação de uma fase que não seria observada em equilíbrio.



$$\dot{x} = \beta_x(n, x) - \alpha_x(n, x)$$

$$\dot{n} = \beta_I(n, x) - \alpha_I(n, x) - \beta_i(n, x)$$

S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Maydet e Russel

## Desenvolvimento

Distribuição de equilíbrio de precipitados:

$$\rho^0(n, x) = \Omega_m^{-1} \exp \left[ -\frac{\Delta G^0(n, x)}{k_B T} \right]$$

onde  $\Omega_m$  é o volume molar e  $\Delta G^0(n, x)$  é a energia livre de um precipitado com  $n$  lacunas e  $x$  átomos de soluto.

O balanço detalhado impõe:

$$\beta_I(n-1, x) \rho^0(n-1, x) = \alpha_I(n, x) \rho^0(n, x)$$

$$\beta_X(n, x-1) \rho^0(n, x-1) = \alpha_X(n, x) \rho^0(n, x)$$

S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Maydet e Russel

## Desenvolvimento

Assumindo que os  $\beta$  variam muito lentamente e que as diferenças podem ser expressas como derivadas, obtemos:

$$\alpha_I(n, x) \approx \beta_I(n, x) \exp \left[ \frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G^0(n, x)}{\partial n} \right]$$

$$\alpha_x(n, x) \approx \beta_x(n, x) \exp \left[ \frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G^0(n, x)}{\partial x} \right]$$

A energia livre é:

$$\Delta G^0(n, x) = -xk_B T \ln S_x - nk_B T \ln S_I + \left(36\pi\Omega^2\right)^{\frac{1}{3}} \gamma x^{\frac{2}{3}} + \frac{\Omega E x \left(\frac{\delta-n}{x}\right)^2}{9(1-\nu)}$$

onde  $S_x$  e  $S_I$  são as supersaturacoes de soluto e de lacunas,  $\Omega$  é o volume molar do precipitado,  $\gamma$  é a tensão interfacial,  $E$  é o módulo de Young,  $\nu$  é o coeficiente de Poisson e  $\delta$  é definido como:

$$\delta = \frac{\Omega - \Omega_m}{\Omega_m}$$

S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Maydet e Russel

## Desenvolvimento

Desenvolvendo:

$$\dot{x} = \beta_x \left[ 1 - \exp \left( \frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G^0}{\partial n} \right) \right]$$

$$\dot{n} = \beta_l \left[ 1 - \frac{\beta_i}{\beta_l} - \exp \left( \frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G^0}{\partial x} \right) \right]$$

com

$$\frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G^0}{\partial n} = -\ln S_l - \frac{2\Omega E(\delta-n)}{9k_B T(1-\nu)x}$$

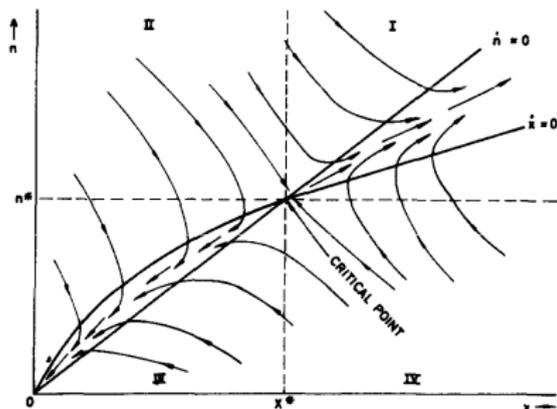
$$\frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G^0}{\partial x} = -\ln S_x + \frac{2(36\pi\Omega^2)^{\frac{1}{3}}\gamma x^{-\frac{1}{3}}}{3k_B T} - \frac{2\Omega E(\delta-n)}{9k_B T x(1-\nu)}$$

S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Maydet e Russel

## Resultados

Maydet e Russel analisam as equações cinéticas em termos de estabilidade → Ponto crítico.



$$\dot{n} = 0 \rightarrow n = x \left\{ \delta + \right.$$

$$\left. \frac{9k_B T(1-\nu)}{2\Omega E} \ln \left[ S_l \left( 1 - \frac{\beta_l}{\beta_l} \right) \right] \right\}$$

$$\dot{x} = 0 \rightarrow n = x \delta \left[ 1 + \frac{18(36\pi\Omega^2)^{\frac{1}{3}} \gamma(1-\nu)}{3\Omega E \delta^2 x^{\frac{1}{3}}} + \right. \\ \left. - \left( \frac{9k_B T(1-\nu)}{\Omega E \delta^2} \right) \ln S_x \right]^{\frac{1}{2}}$$

S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Maydet e Russel

## Resultados

Maydet e Russel analisam as equações cinéticas em termos de estabilidade → Ponto crítico.

Combinando:

$$x^* = -\frac{32\pi\gamma^3\Omega^2}{3(\Delta\phi)^3}$$

que corresponde ao raio crítico:

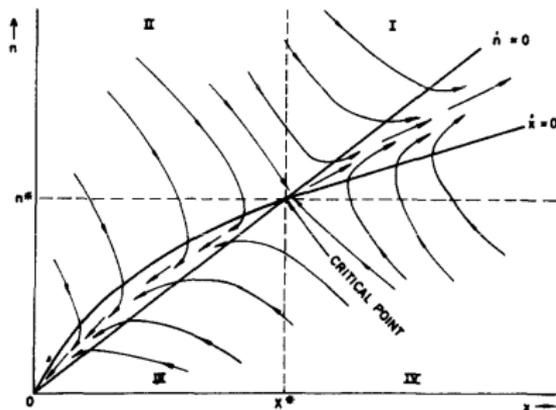
$$r^* = -\frac{2\gamma\Omega}{\Delta\phi}$$

com

$$\Delta\phi = -k_B T \ln S_x +$$

$$-\delta k_B T \left[ S_l \left( 1 - \frac{\beta_l}{\beta_l} \right) \right] +$$

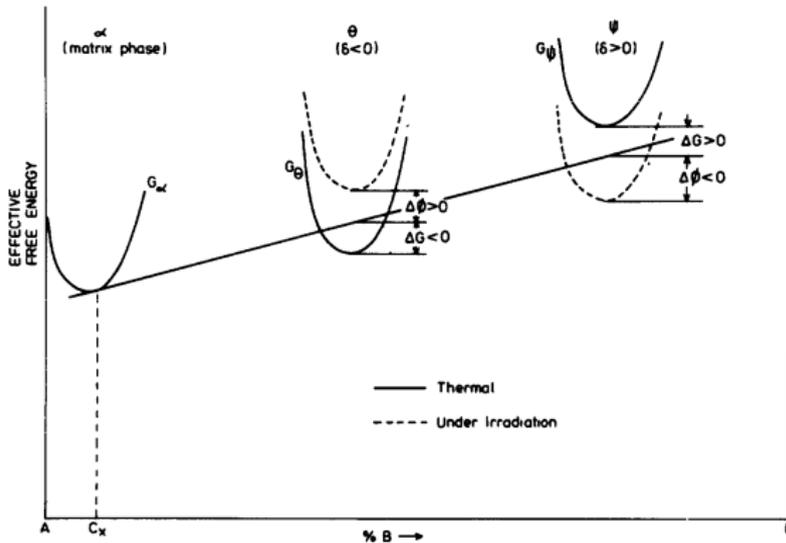
$$-\frac{\left[ k_B T \ln S_l \left( 1 - \frac{\beta_l}{\beta_l} \right) \right]^2 9k_B T (1-\nu)}{4E\Omega}$$



S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Maydet e Russel

## Efeitos sobre o equilíbrio de fases



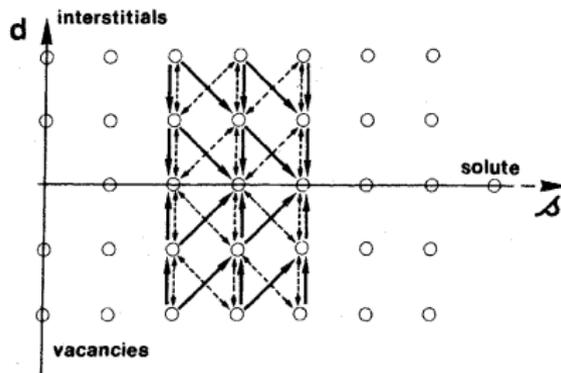
S. I. Maydet, K. C. Russel "Precipitate stability under irradiation: point defect effects" *J. Nucl. Mater.* **64** (1977) 101 – 114.

# O modelo de Couvin e Martin

Cauvin e Martin tratam o problema de uma forma um pouco diferente. Esses autores tratam o problema dos precipitados como “um conjunto de agregados em um mar de defeitos puntiformes, alguns dos quais podem ser aprisionados pela interface dos agregados”. Esse modelo, portanto, é mais adequado para tratar o caso de precipitados coerentes na matrix.

Variáveis:

- $\rho(d, s)$  : distribuição de agregados com  $s$  solutos e  $d$  defeitos aprisionados
- $+d$  : intersticiais
- $-d$  : lacunas



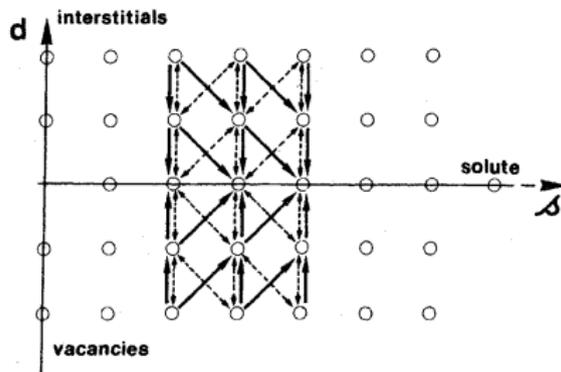
R. Cauvin, G. Martin “Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability” *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

# O modelo de Couvin e Martin

Processos elementares:

- a. absorção ou emissão de monolacunas
- b. absorção ou emissão de um soluto pelo mecanismo das lacunas (emissão ou absorção de um par lacuna - soluto)
- c. absorção ou emissão de um intersticial
- d. absorção ou emissão de um soluto pelo mecanismo intersticial



R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981) 3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Simplificações

Interação soluto - soluto é muito mais intensa que soluto - defeito, logo

$$\rho_t^{eq}(s) = N \exp \left[ -\frac{\Delta G(s)}{k_B T} \right] = \sum_{d=1}^{Z(s)} [\rho(+d, s) + \rho(-d, s)] + \rho(0, s)$$

onde  $\rho_t^{eq}(s)$  é a distribuição de equilíbrio de clusters de tamanho  $s$  no instante  $t$  e  $Z(s)$  é o número de sítios de aprisionamento de defeitos na interface do cluster de tamanho  $s$ , as distribuições dependente de defeitos são:

$$\rho(\pm d, s) = \rho_t^{eq}(s) \frac{Z(s)!}{d! [Z(s) - d]!} \left( \frac{p_{\pm}}{1 - p_{\pm}} \right)^d \frac{1}{N(s)}$$

onde  $N(s)$  é um fator de normalização e  $p_{\pm}$  é dado (limite de baixas probabilidades e interação fraca) por:

$$p_{\pm} = \Omega p(\pm 1, 0) \exp \left( -\frac{g_{\pm}}{k_B T} \right)$$

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Evolução do sistema

Fluxo de clusters no eixo do soluto:

$$J(\mathbf{s} \rightarrow \mathbf{s} + 1) = [\beta_+(\mathbf{s}) + \beta_-(\mathbf{s})] \rho_t(\mathbf{s}) + \\ - \sum_{d=1}^{Z(\mathbf{s}+1)} [\rho(+d, \mathbf{s} + 1) \alpha_+(\mathbf{s} + 1) + \rho(-d, \mathbf{s} + 1) \alpha_-(\mathbf{s} + 1)]$$

onde  $\beta_{\pm}$  são as taxas de incidência de solutos (pelos mecanismos intersticial e por lacuna) e os  $\alpha_{\pm}$  são as taxas de emissão de solutos pelos mecanismos intersticial e por lacunas

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981) 3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Evolução do sistema

Fluxo de clusters no eixo do soluto:

$$\begin{aligned}
 J(s \rightarrow s+1) = & [\beta_+(s) + \beta_-(s)] \rho_t^{eq}(s) + \\
 & - \left\{ \rho_t^{eq}(s+1) \alpha_+(s+1) \left[ (1 - p_+)^{-Z(s+1)} + 1 \right] + \right. \\
 & \left. + \rho_t^{eq}(s+1) \alpha_-(s+1) \left[ (1 - p_-)^{-Z(s+1)} - 1 \right] \right\} [N(s+1)]^{-1}
 \end{aligned}$$

onde  $\beta_{\pm}$  são as taxas de incidência de solutos (pelos mecanismos intersticial e por lacuna) e os  $\alpha_{\pm}$  são as taxas de emissão de solutos pelos mecanismos intersticial e por lacunas

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981) 3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Equação fundamental

Após alguma manipulação e algumas hipóteses simplificadoras, que permitem escrever os  $\alpha_{\pm}$  em função das outras variáveis os autores escrevem o fluxo como:

$$J(s \rightarrow s+1) = \rho_t(s) A(s) \left[ 1 - \frac{\rho_t(s+1)}{\rho_t(s)} \frac{\rho_t^{eq}(s)}{\rho_t^{eq}(s+1)} B(s) \right]$$

com

$$A(s) = \beta_+(s) + \beta_-(s)$$

e

$$B(s) = \frac{\left[ \frac{\beta_+(s)}{\beta_-(s)} \left( \frac{1-p_-}{1-p_+} \right)^{Z(s)} \right] + 1}{\left[ 1 + \frac{\beta_+(s)}{\beta_-(s)} \right] \left[ 1 + \left( \frac{1-p_-}{1-p_+} \right)^{Z(s)} - (1-p_-)^{Z(s)} \right]}$$

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Equação fundamental

Os autores propõem uma interpretação da equação de fluxo em termos de uma “mobilidade” ( $A(s)$ ) e de uma “força” generalizada que seria dada por:

$$\tilde{G}(s) = -k_B T \ln \tilde{\rho}_t(s)$$

onde

$$\frac{\tilde{\rho}_t(s)}{\tilde{\rho}_t(s+1)} = \frac{\rho_t^{eq}(s)}{\rho_t^{eq}(s+1)} B(s)$$

os autores alertam que não se deve interpretar  $\tilde{G}$  como um potencial no sentido estrito da termodinâmica, pois há contribuições cinéticas a  $B(s)$

R. Cauvin, G. Martin “Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability” *Phys. Rev. B* **23** (1981) 3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Equação fundamental

Os autores propõem uma interpretação da equação de fluxo em termos de uma “mobilidade” ( $A(s)$ ) e de uma “força” generalizada que seria dada por:

$$\tilde{G}(s) = -k_B T \ln \tilde{\rho}_t(s)$$

onde

$$\frac{\tilde{\rho}_t(s)}{\tilde{\rho}_t(s+1)} = \frac{\rho_t^{eq}(s)}{\rho_t^{eq}(s+1)} B(s)$$

os autores alertam que não se deve interpretar  $\tilde{G}$  como um potencial no sentido estrito da termodinâmica, pois há contribuições cinéticas a  $B(s)$

Os autores então, usando a condição de equilíbrio para os clusters, escrevem:

$$\frac{\tilde{\rho}_t(s)}{\tilde{\rho}_t(s+1)} = B(s) \exp\left(\frac{1}{k_B T} \frac{\partial \Delta G(s)}{\partial s}\right)$$

R. Cauvin, G. Martin “Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability” *Phys. Rev. B* **23** (1981)

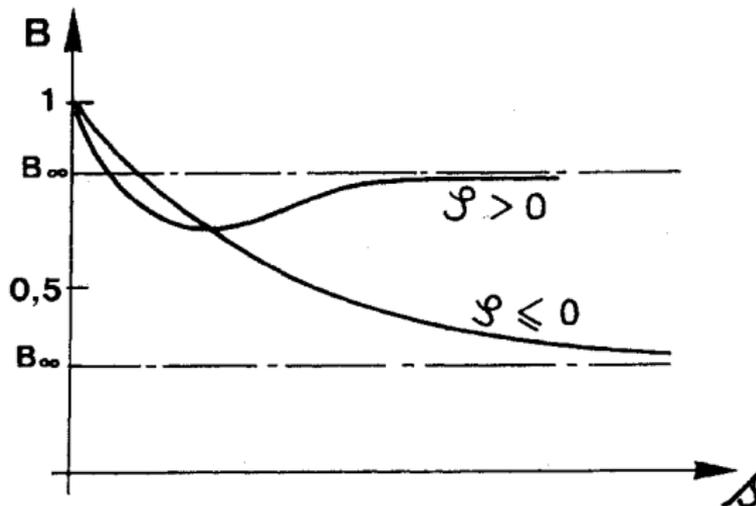
3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

Comportamento de  $B(s)$

Definindo a variável:

$$\vartheta = \frac{1 - \frac{\rho_+}{\rho_-}}{1 - \frac{\beta_+}{\beta_-}}$$

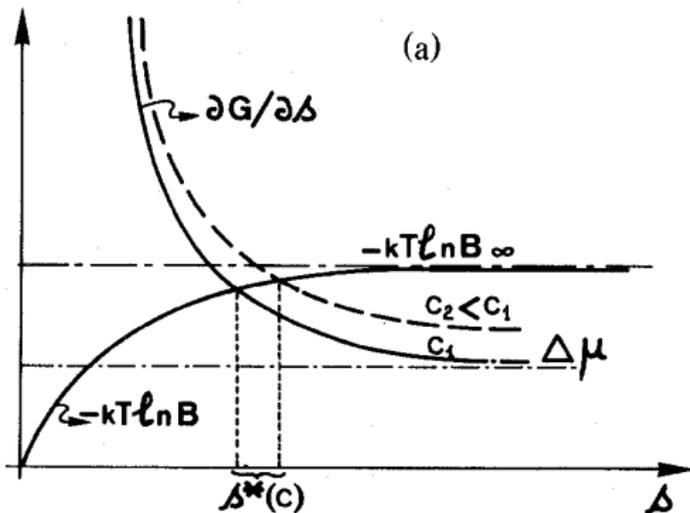


R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Núcleo crítico



$$\frac{\partial G(s)}{\partial s} = \Delta\mu(c) + \frac{2}{3}s^{-\frac{1}{3}}\gamma\phi$$

onde  $\Delta\mu$  é a diferença de potencial químico entre o cluster e a matriz e  $\phi$  é um fator de forma dependente da geometria do cluster.

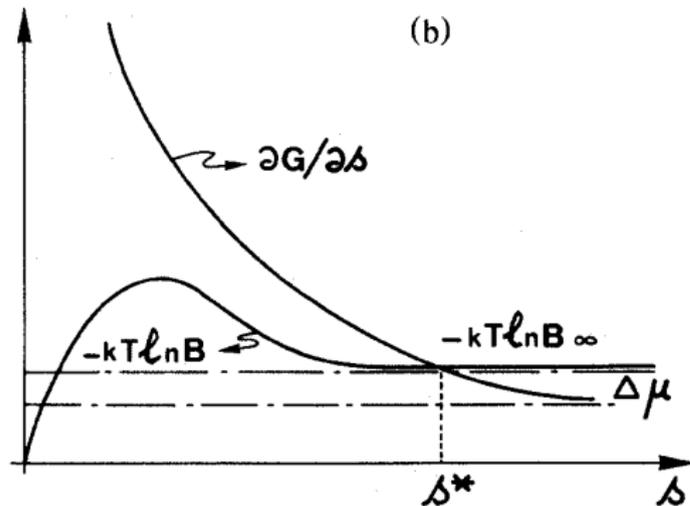
$$B_{\infty} = \begin{cases} \left(1 + \frac{\beta_{-}}{\beta_{+}}\right)^{-1} & \rho_{+} > \rho_{-} \\ \left(1 + \frac{\beta_{+}}{\beta_{-}}\right)^{-1} & \rho_{+} < \rho_{-} \\ \frac{1}{2} & \rho_{+} = \rho_{-} \end{cases}$$

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Núcleo crítico



$$\frac{\partial G(s)}{\partial s} = \Delta\mu(c) + \frac{2}{3}s^{-\frac{1}{3}}\gamma\phi$$

onde  $\Delta\mu$  é a diferença de potencial químico entre o cluster e a matriz e  $\phi$  é um fator de forma dependente da geometria do cluster.

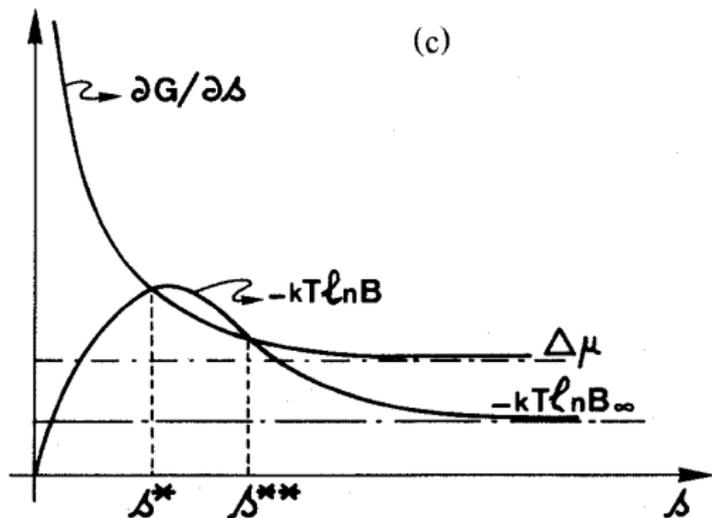
$$B_\infty = \begin{cases} \left(1 + \frac{\beta_-}{\beta_+}\right)^{-1} & \rho_+ > \rho_- \\ \left(1 + \frac{\beta_+}{\beta_-}\right)^{-1} & \rho_+ < \rho_- \\ \frac{1}{2} & \rho_+ = \rho_- \end{cases}$$

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

# O modelo de Cauvin e Martin

## Núcleo crítico



$$\frac{\partial G(s)}{\partial s} = \Delta\mu(c) + \frac{2}{3}s^{-\frac{1}{3}}\gamma\phi$$

onde  $\Delta\mu$  é a diferença de potencial químico entre o cluster e a matriz e  $\phi$  é um fator de forma dependente da geometria do cluster.

$$B_\infty = \begin{cases} \left(1 + \frac{\beta_-}{\beta_+}\right)^{-1} & \rho_+ > \rho_- \\ \left(1 + \frac{\beta_+}{\beta_-}\right)^{-1} & \rho_+ < \rho_- \\ \frac{1}{2} & \rho_+ = \rho_- \end{cases}$$

R. Cauvin, G. Martin "Solid solutions under irradiation. I. A model for irradiation induced metastability" *Phys. Rev. B* **23** (1981)

3322 – 3332.

Fim da primeira parte

# Amorfização induzida por irradiação

Favorecem a amorfização:

- Baixas temperaturas
- Altas taxas de deslocamento ( $\text{dpa s}^{-1}$ )
- Altos níveis de deslocamento (energia do PKA)
- Alta extensão das cascatas (tipo de projétil)

São resistentes à amorfização:

- Metais puros
- Soluções sólidas

Em geral, quanto maior a energia de formação do composto, maior é a tendência deste sofrer amorfização por conta do dano de irradiação, mas há compostos resistentes à amorfização.

K. C. Russel "Phase instability under cascade damage irradiation" *J. Nucl. Mater.* **206** (1993) 129 – 138.

# Parâmetros que controlam a amorfização

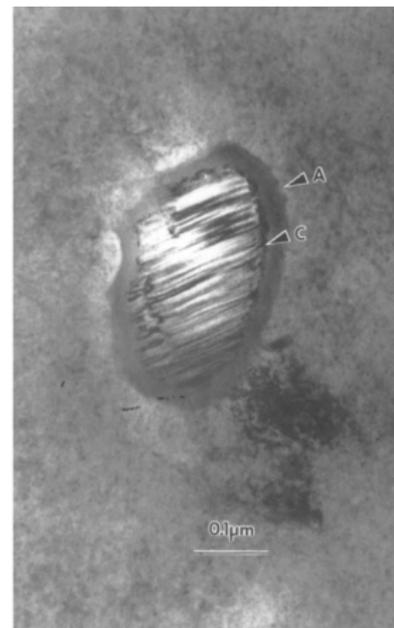
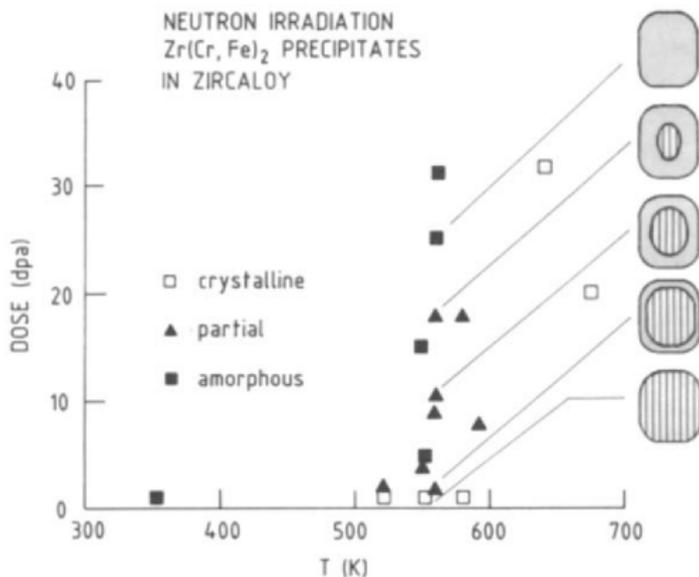
## Observações gerais:

- Há uma temperatura mínima para a ocorrência da amorfização
  - A temperatura crítica depende do tipo de projétil (maior para íons pesados, menor para elétrons)
- Há uma dose crítica para amorfização
  - Em baixas temperaturas  $\rightarrow$  independente de  $T$
  - Próximo da temperatura crítica  $\rightarrow$  aumenta exponencialmente
- Próximo da temperatura crítica  $\rightarrow$  parâmetro de ordem  $\approx 0,2$ , expansão volumétrica satura entre 2 e 5%
- Modelos (dinâmica molecular, atomísticos) sugerem que a saturação de defeitos (pares de Frenkel, que são mais difíceis de recombinar em compostos intermetálicos) é responsável pela amorfização.

K. C. Russel "Phase instability under cascade damage irradiation" *J. Nucl. Mater.* **206** (1993) 129 – 138.

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

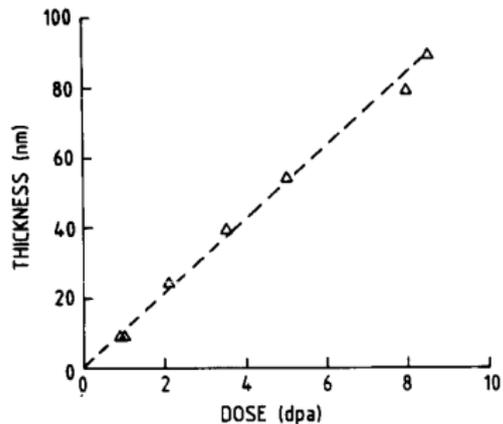
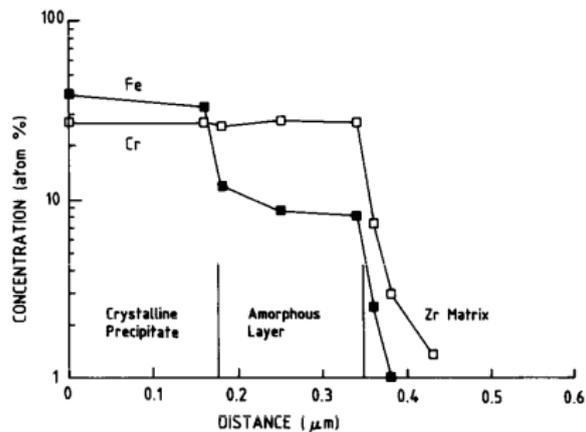
## Fenomenologia



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J. Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Fenomenologia



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J.*

*Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo

Motta e Lemaignan – amorfização:

$$\Delta G_{irr} > \Delta G_{am}$$

onde

$$\Delta G_{irr} = \Delta G_{st} + \Delta G_{des} + \Delta G_{def}$$

com  $\Delta G_{st}$  sendo o aumento de energia livre devido ao desvio da estequiometria,  $\Delta G_{des}$ , devido à desordem, e  $\Delta G_{def}$ , devido aos defeitos.

A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J.*

*Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo

Motta e Lemaignan – amorfização:

$$\Delta G_{irr} > \Delta G_{am}$$

onde

$$\Delta G_{irr} = \Delta G_{st} + \Delta G_{des} + \Delta G_{def}$$

com  $\Delta G_{st}$  sendo o aumento de energia livre devido ao desvio da estequiometria,  $\Delta G_{des}$ , devido à desordem, e  $\Delta G_{def}$ , devido aos defeitos.

Irradiação por nêutrons  $\rightarrow$  concentração de defeitos é negligível

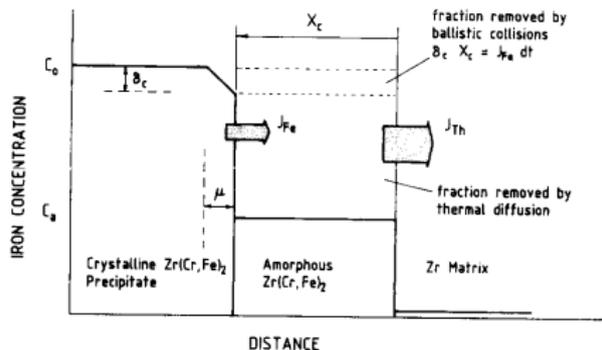
$\Rightarrow \Delta G_{def} \approx 0$ .

A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J.*

*Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J. Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

$$D_{Fe}^{Zr}, D_{Fe}^{am} \gg D_{Fe}^{bal} \gg D_{Fe}^{Zr(Cr, Fe)_2}$$

- $D_{Fe}^{Zr}$ : Difusividade do Fe na matriz,
- $D_{Fe}^{am}$ : Difusividade do Fe na fase amorfa,
- $D_{Fe}^{bal}$ : Difusividade balística do Fe,
- $D_{Fe}^{Zr(Cr, Fe)_2}$ : Difusividade do Fe no composto.

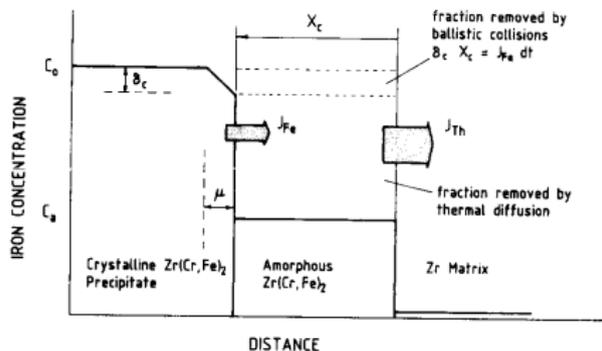
com

$$D_{Fe}^{bal} = \frac{1}{6} \Gamma \langle x \rangle^2$$

onde  $\Gamma = \phi \sigma_d \approx 5 \times 10^{-7} \text{ dpa s}^{-1}$  é a frequência de saltos balísticos e  $\langle x \rangle \approx 5 \text{ nm}$ .

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J. Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

O fluxo de átomos deslocados do composto em direção da camada amorfa:

$$J_+ = \frac{1}{2} \int_0^\mu C(x) \phi \sigma_d \left(1 - \frac{x}{\mu}\right) dx$$

onde  $\mu$  é o alcance médio dos átomos deslocados, o perfil de concentração no composto é dado por:

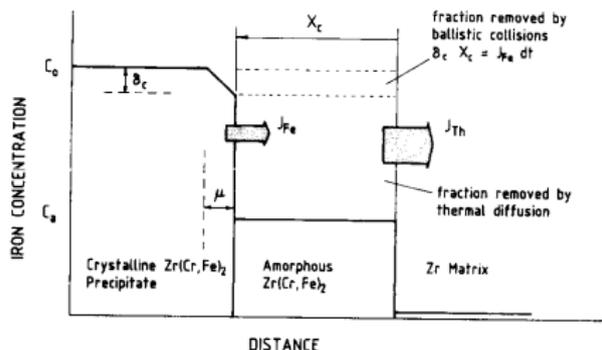
$$C(x) = C_0 - \left(1 - \frac{x}{\mu}\right) \delta C$$

Substituindo e integrando:

$$J_+ = \frac{1}{4} \mu \phi \sigma_d \left(C_0 - \frac{2}{3} \delta C\right)$$

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J. Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

O fluxo reverso é dado por:

$$J_- = \frac{1}{4} \mu \phi \sigma_d C_a$$

O fluxo combinado é:

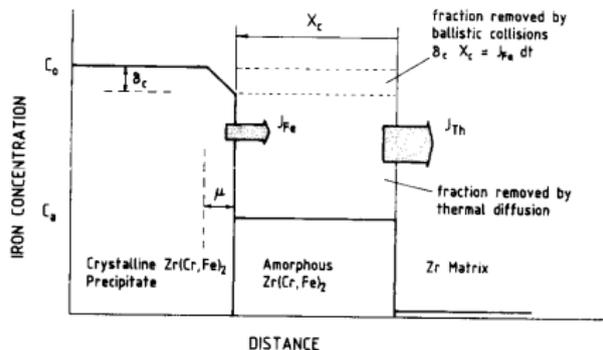
$$J_{Fe} = J_+ + J_- = \frac{1}{4} \mu \phi \sigma_d \left( C_0 - C_a - \frac{2}{3} \delta C \right)$$

O fluxo se relaciona com a espessura da camada amorfa como:

$$J_{Fe} t = X_c(t) \delta C$$

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J. Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

O fluxo reverso é dado por:

$$J_- = \frac{1}{4} \mu \phi \sigma_d C_a$$

O fluxo combinado é:

$$J_{Fe} = J_+ + J_- = \frac{1}{4} \mu \phi \sigma_d \left( C_0 - C_a - \frac{2}{3} \delta c \right)$$

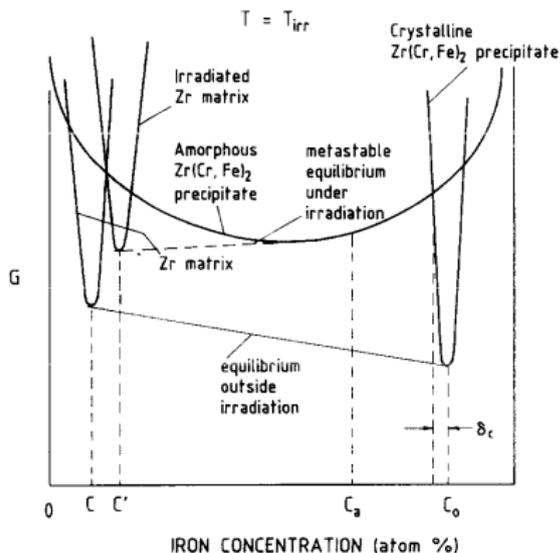
A espessura, portanto é dada por:

$$X_c(t) = \frac{1}{6} \mu \phi \sigma_d t \left[ \frac{3}{2} \frac{(C_0 - C_a)}{\delta c} - 1 \right]$$

como esperado, a espessura da camada é proporcional ao dano e usando alguns valores experimentais os autores estimam  $\delta c \approx 3\%$  at.

# Amorfização de $Zr(Cr, Fe)_2$ em Zircaloy

## Modelo



A. T. Motta, C. Lemaignan "A ballistic mixing model for the amorphization of precipitates in Zircaloy under neutron irradiation" *J. Nucl. Mater.* **195** (1992) 277 - 285.

Estimativa de  $\Delta G_{St}$ :

$$\Delta G_{St} = H_{St} - TS_{St}$$

Em primeira aproximação:

$$\Delta G_{St} = L_0 \delta c + k_B T [\delta c \ln \delta c + (1 - \delta c) \ln (1 - \delta c)]$$

Usando algumas hipóteses os autores estimam que um desvio de estequiometria de 3 % at pode justificar uma diferença de energia livre de 1 a 3  $\text{kJ mol}^{-1}$  entre o precipitado e a fase amorfa.

# Cladding the combustíveis

O elemento combustível é uma estrutura complexa, consistindo de diversas partes, em particular o combustível nuclear (seja  $\text{UO}_2$ , siliceto ou mesmo uma liga de urânio) deve ser isolado do ambiente do reator, seja para proteger o combustível da oxidação, seja para evitar que os produtos de fissão escapem ao ambiente → *cladding* (revestimento externo).

# Cladding the combustíveis

O elemento combustível é uma estrutura complexa, consistindo de diversas partes, em particular o combustível nuclear (seja  $\text{UO}_2$ , siliceto ou mesmo uma liga de urânio) deve ser isolado do ambiente do reator, seja para proteger o combustível da oxidação, seja para evitar que os produtos de fissão escapem ao ambiente  $\rightarrow$  *cladding* (revestimento externo).

Materiais para *cladding*:

- Alumínio (solução barata para reatores térmicos)
- Zircaloy (liga de zircônio com adições de Sn e outros metais, transparente a nêutrons, mas é cara pois o Háfnio, que é presente em teores naturais de 1 a 3%, tem que ser separado)
- Aços inoxidáveis (em particular AISI 348), solução antiga que pode eventualmente ser uma alternativa mais barata ao Zircaloy.

# Cladding the combustíveis

O elemento combustível é uma estrutura complexa, consistindo de diversas partes, em particular o combustível nuclear (seja  $\text{UO}_2$ , siliceto ou mesmo uma liga de urânio) deve ser isolado do ambiente do reator, seja para proteger o combustível da oxidação, seja para evitar que os produtos de fissão escapem ao ambiente  $\rightarrow$  *cladding* (revestimento externo).

Materiais para *cladding*:

- Alumínio (solução barata para reatores térmicos)
- Zircaloy (liga de zircônio com adições de Sn e outros metais, transparente a nêutrons, mas é cara pois o Háfnio, que é presente em teores naturais de 1 a 3%, tem que ser separado)
- Aços inoxidáveis (em particular AISI 348), solução antiga que pode eventualmente ser uma alternativa mais barata ao Zircaloy.

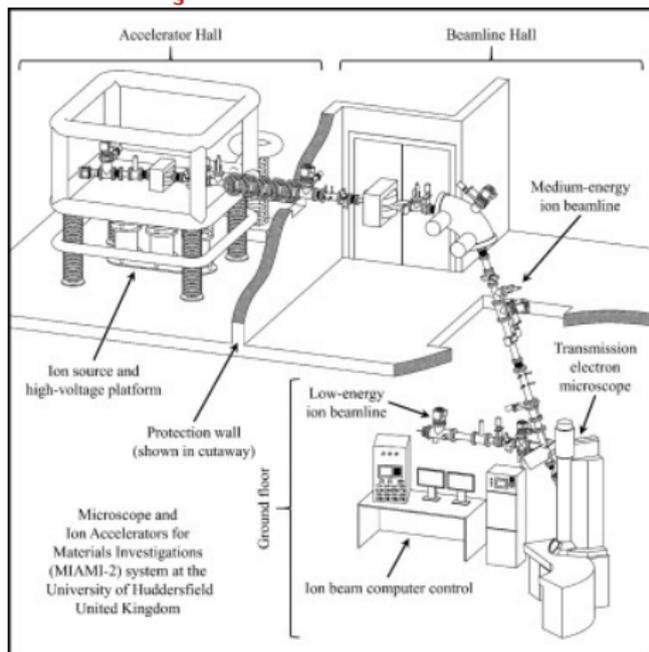
# Irradiação de aço AISI 348

Matheus Tunes defendeu um doutorado na Universidade de Huddersfield (Reino Unido) em que estudou a resistência ao dano por irradiação (usando íons pesados para simular dano neutrônico) em diversos materiais propostos para uso em *claddings*, dentre os quais, o aço AISI 348.

# Condições de irradiação

- Instalações: MIAMI-1 e MIAMI-2 (observação *in situ* do dano)
- $T$ : 1073K
- íons: Xe com 30 keV
- fluxo:  $4,2 \times 10^{-13}$  íons  $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$
- cálculo do dano: SRIM  $\rightarrow$  355 lacunas por íon impactante, pico a 10 nm
- Máximo dano: 46 dpa

## A Instalação MIAMI-2.

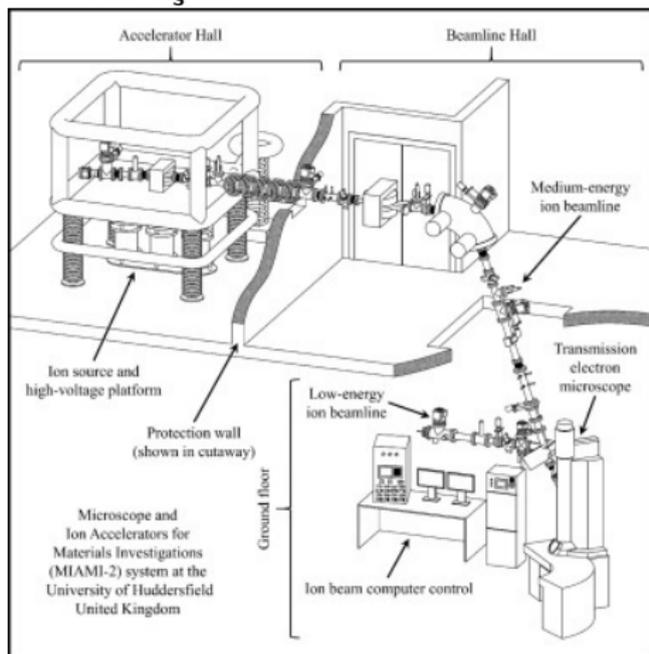


G. Graeves, A. H. Mir, R. W. Harrison, M. A. Tunes, S. E. Donnelly, J. A. Hinks "New Microscope and Ion Accelerators for Materials Investigations (MIAMI-2) system at the University of Huddersfield" *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. A* **931** (2019) 37 – 43.

# Condições de irradiação

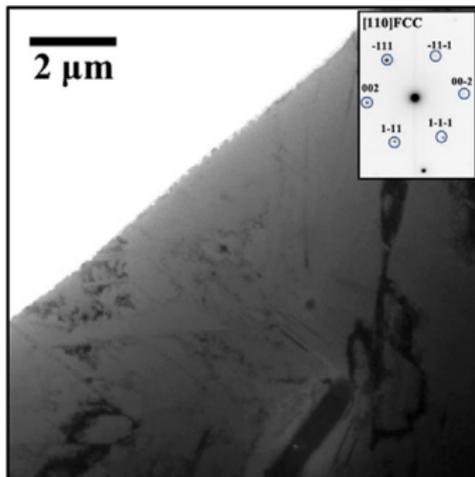
- Instalações: MIAMI-1 e MIAMI-2 (observação *in situ* do dano)
- $T$ : 1073K
- íons: Xe com 30 keV
- fluxo:  $4,2 \times 10^{-13}$  íons  $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$
- cálculo do dano: SRIM  $\rightarrow$  355 lacunas por íon impactante, pico a 10 nm
- Máximo dano: 46 dpa

## A Instalação MIAMI-2.



M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön  
 "Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360–371.

# Resultados



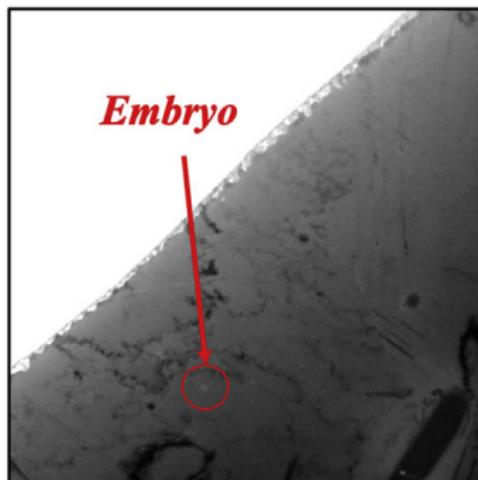
- 0 dpa: matriz austenítica

0 dpa

M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360 – 371.

# Resultados



- 0 dpa: matriz austenítica
- 3 dpa: primeiros precipitados aparecem

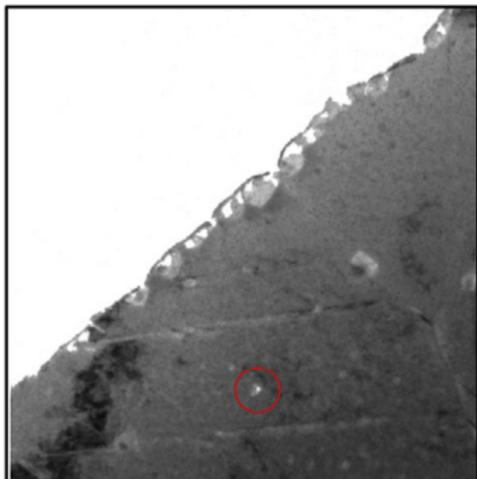
3 dpa  
 $7.8 \times 10^{15} \text{ ions} \cdot \text{cm}^{-2}$

M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados



7 dpa  
 $1.8 \times 10^{16} \text{ ions} \cdot \text{cm}^{-2}$

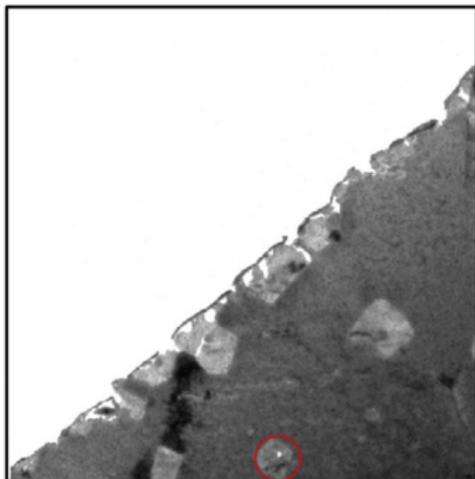
- 0 dpa: matriz austenítica
- 3 dpa: primeiros precipitados aparecem
- 7 dpa: precipitados crescem e se multiplicam

M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados



10 dpa  
 $2.8 \times 10^{16}$  ions·cm<sup>-2</sup>

- 0 dpa: matriz austenítica
- 3 dpa: primeiros precipitados aparecem
- 7 dpa: precipitados crescem e se multiplicam
- 10 dpa: microestrutura se estabiliza

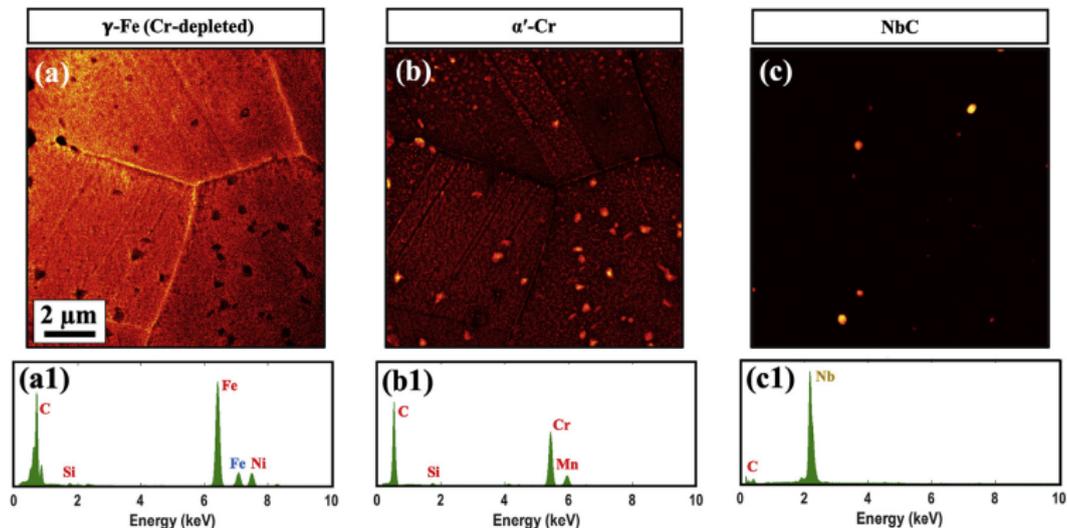
M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados

## Caracterização (46 dpa)



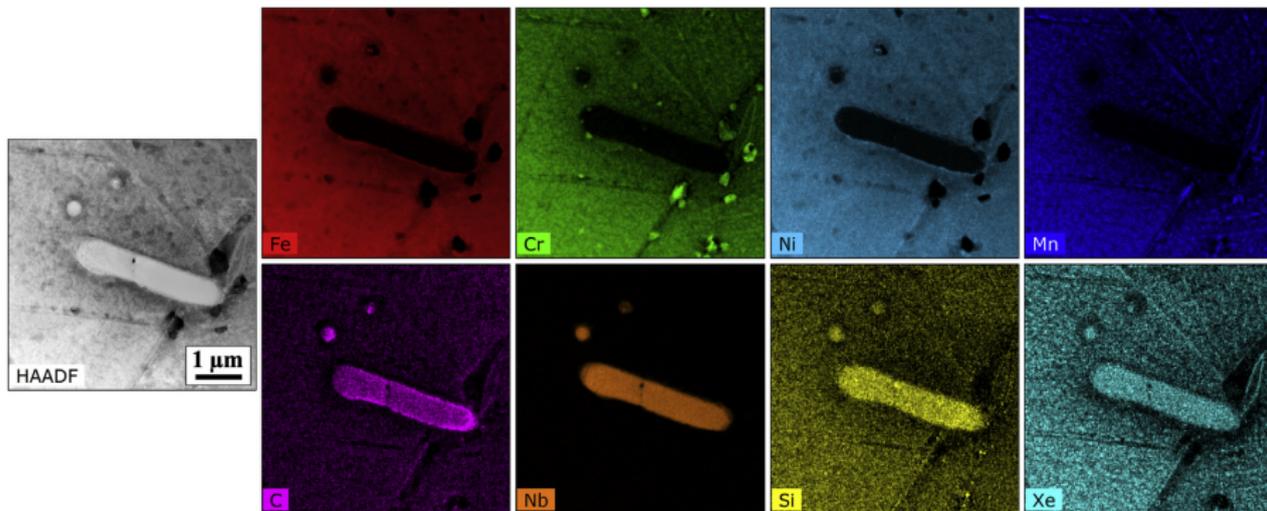
M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados

## Caracterização (partículas de NbC, 46 dpa)



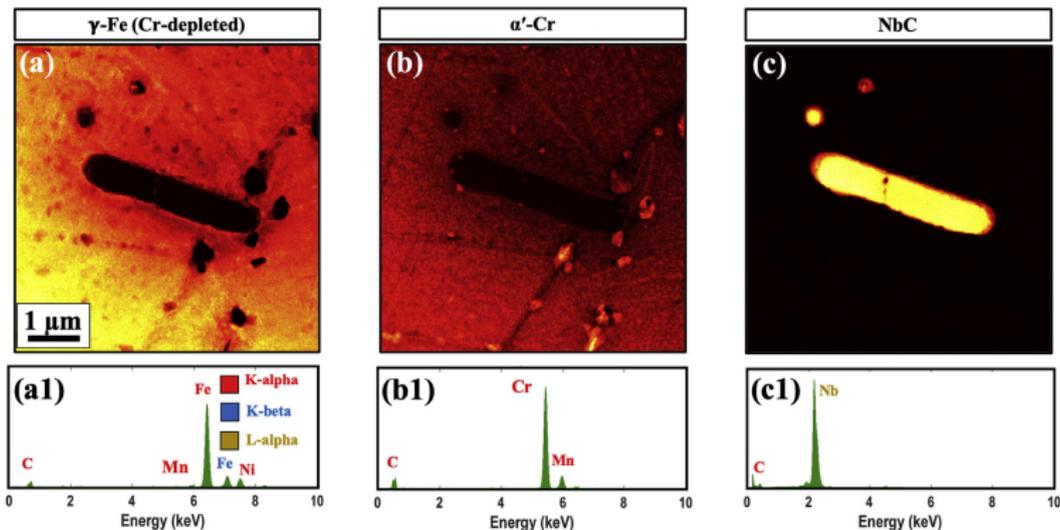
M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados

## Caracterização (partículas de NbC, 46 dpa)



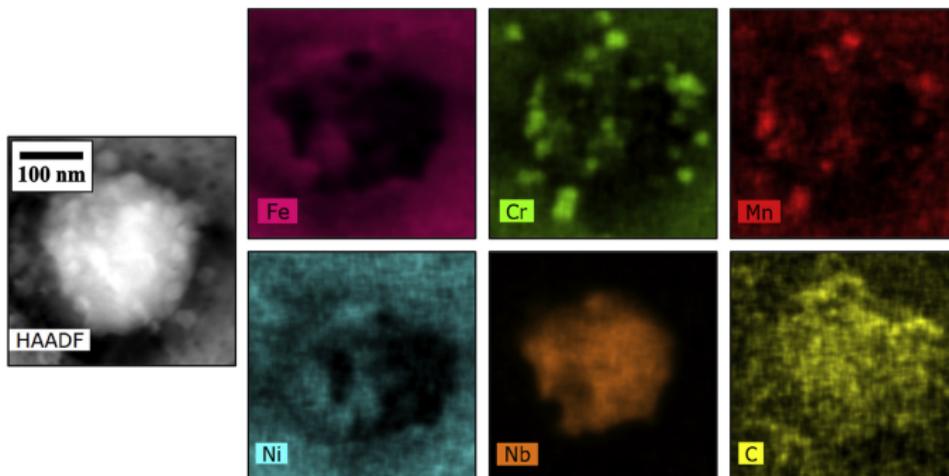
M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados

## Caracterização (partículas de NbC, 46 dpa)



### Precipitação de $M_{23}C_6$ associada ao NbC

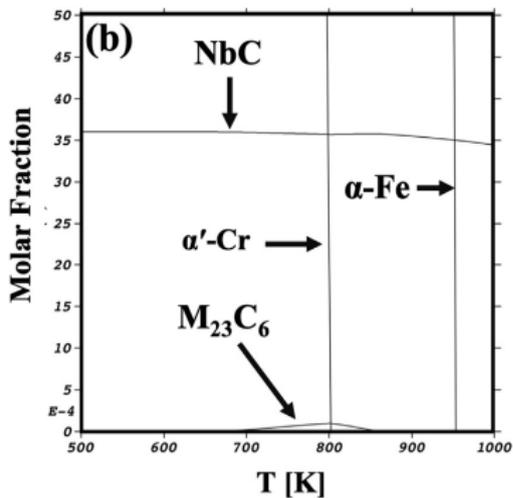
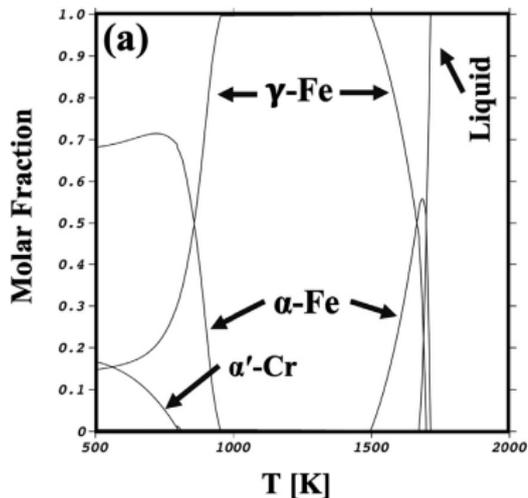
M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

# Resultados

## Equilíbrio do aço



M. A. Tunes, G. Greaves, T. M. Kremmer, V. M. Vishnyakov, P. D. Edmondson, S. E. Donnelly, S. Pogatscher, C. G. Schön

"Thermodynamics of an austenitic stainless steel (AISI 348) under *in situ* TEM heavy ions irradiation" *Acta Mater.* **179** (2019) 360

– 371.

## Dano por prótons e nêutrons em ligas de Zr

Francis *et al.* investigaram o comportamento de uma liga de Zr para uso nuclear (ZIRLO, 1 % Nb, 0,7 % Sn, 0,1 % Fe) irradiadas em condições distintas:

- por nêutrons, pós-irradiado em reator rápido com danos estimado em 18 dpa
- por prótons de 2 MeV a 350 °C em acelerador com danos estimados de 2, 5 e 7 dpa (estimados por SRIM).

Análise por TEM e por APT (*atom probe tomography*, somente com irradiação por prótons), em função da posição da agulha do APT os danos foram inferiores nesses experimentos, respectivamente 1, 3 e 4 dpa.

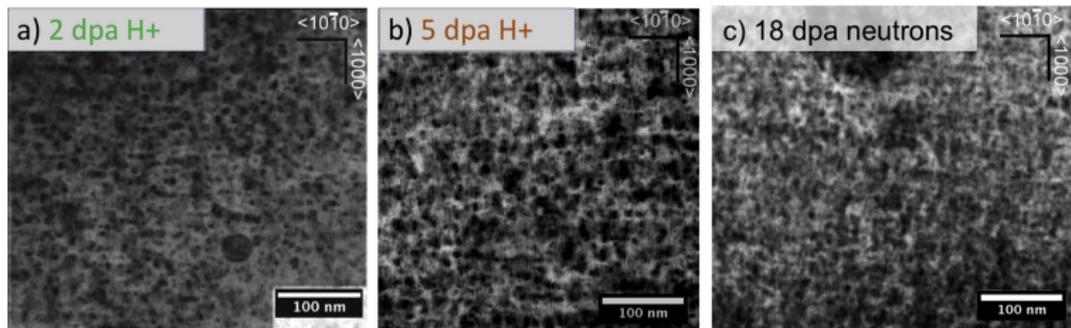
E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody,

M. Preuss "Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation" *Acta Mater.* **165** (2019)

603 – 614.

# Caracterização do dano

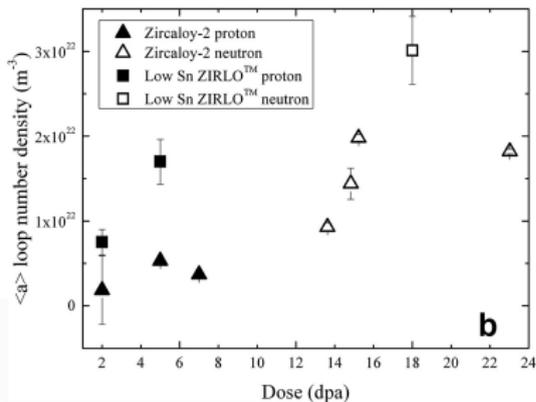
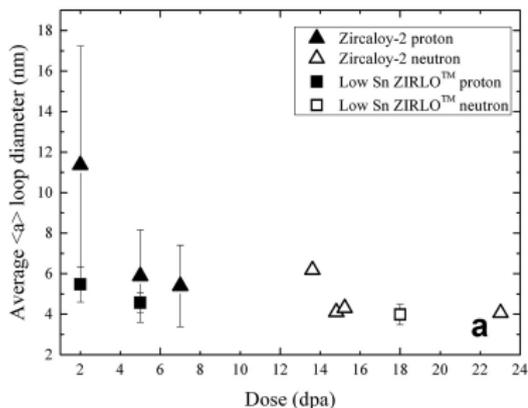
## Anéis “a”



E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, M. Preuss “Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation” *Acta Mater.* **165** (2019) 603 – 614.

# Caracterização do dano

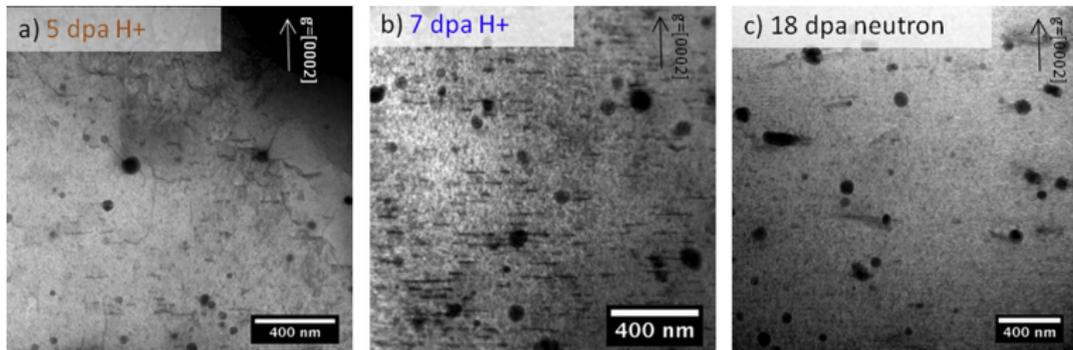
## Anéis "a"



E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, M. Preuss "Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation" *Acta Mater.* **165** (2019) 603 – 614.

# Caracterização do dano

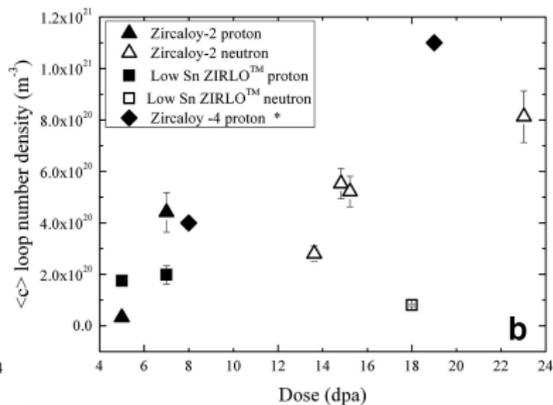
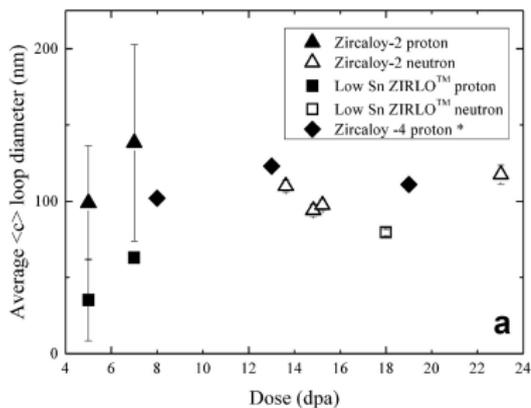
## Anéis “c”



E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, M. Preuss “Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation” *Acta Mater.* **165** (2019) 603 – 614.

# Caracterização do dano

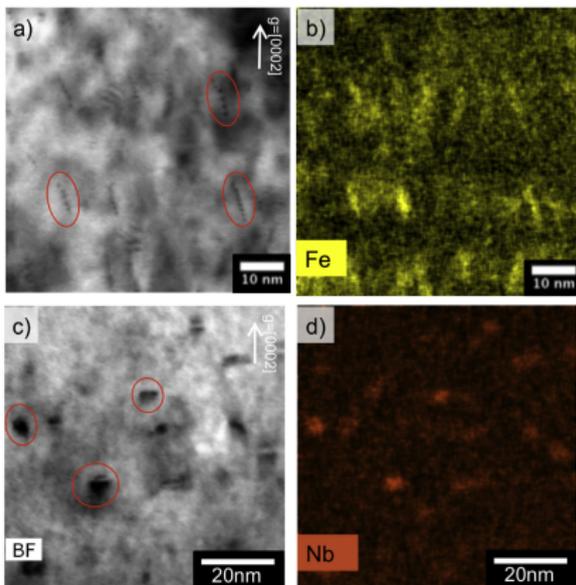
## Anéis "c"



E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, M. Preuss "Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation" *Acta Mater.* **165** (2019) 603 – 614.

# Caracterização do dano

## Precipitados (TEM)



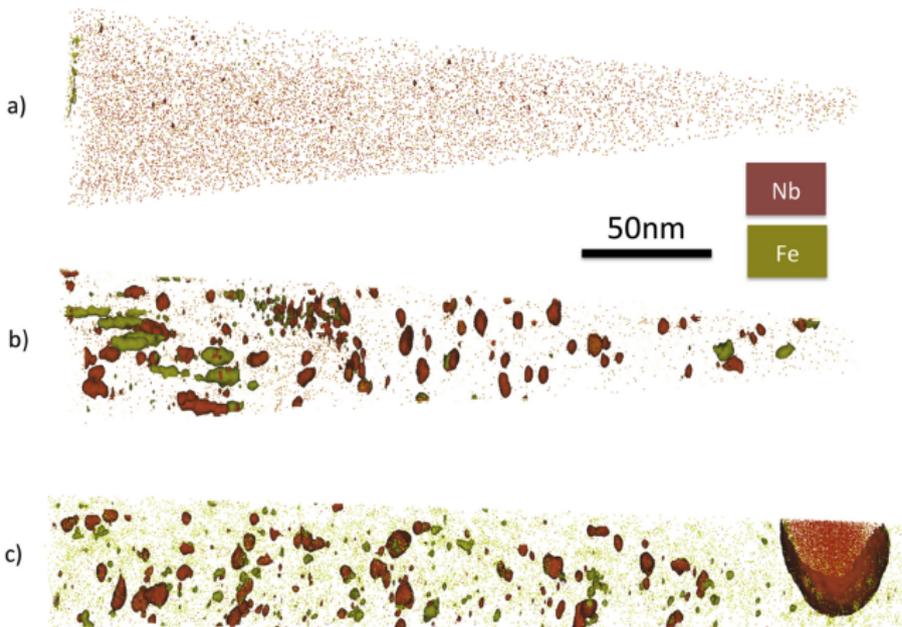
### Prótons, 2dpa:

- a. Precipitados de ferro, exemplos indicados por elipses
- b. Distribuição de Fe por EDS
- c. Precipitados de nióbio, exemplos indicados por elipses
- d. Distribuição de Nb por EDS

E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, M. Preuss "Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation" *Acta Mater.* **165** (2019) 603 – 614.

# Caracterização do dano

## Precipitados (APT)



### Prótons, APT:

- a. Não irradiado
- b. 1 dpa
- c. 4 dpa

E. Francis, R. Prasath Babu, A. Harte, T. L. Martin, P. Frankel, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, M. Preuss "Effect of Nb and Fe on damage evolution in a Zr-alloy during proton and neutron irradiation" *Acta Mater.* **165** (2019) 603 – 614.