



22 a 27 de abril de 1990

ANAIS - PROCEEDINGS

EFEITO DA VARIAÇÃO DE FREQUÊNCIA DO CAMPO APLICADO E DA IRRADIAÇÃO NEUTRÔNICA NO COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DAS LIGAS FeNi E FeNiCrValdir Sciani
Georgi LuckiComissão Nacional de Energia Nuclear - SP
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Caixa Postal 11049 - Pinheiros
05499 - São Paulo - BrasilSUMÁRIO

A evolução da permeabilidade magnética inicial em ligas FeNiCr e FeNi foi da temperatura ambiente até uma temperatura acima da Temperatura de Curie, T_C , utilizando-se diferentes frequências do campo magnético ac aplicado. Verificou-se que T_C independe da frequência e que para $f < 200$ Hz o Efeito Hopkinson é mais pronunciado, existindo, para cada temperatura T , uma relação linear entre o valor da permeabilidade e a frequência. Recozimentos realizados durante a irradiação com nêutrons rápidos mostraram uma redução nos valores da permeabilidade, decorrente da quadratização da curva de histerese provocada pela irradiação. Experimentos realizados após a irradiação evidenciaram a restauração dos defeitos produzidos pela irradiação neutrônica.

ABSTRACT

The initial magnetic permeability from FeNiCr and FeNi alloys was followed during linear annealings between room temperature and a temperature above the Curie point T_C , making use of different frequencies of the applied ac magnetic field. It was observed that T_C is independent of the frequency and for $f < 200$ Hz the Hopkinson effect is pronounced. For each temperature T a linear relationship between the permeability and the frequency is verified. Annealings performed during fast neutron irradiation showed a remarkable decrease in the values of the initial permeability due to neutron-produced increase in the rectangularity of the magnetic hysteresis curve. Post-irradiation experiments showed a recovery of the irradiation-produced defects.

INTRODUÇÃO

O estudo das propriedades magnéticas de metais e ligas metálicas é de grande importância, visto sua vasta aplicação na tecnologia em geral. Este trabalho visa dar uma contribuição a este campo, com aplicação principalmente em ambientes nucleares, onde os aços inoxidáveis são largamente utilizados como materiais estruturais em reatores de potência. Neste contexto, as ligas de Fe e Ni, elementos presentes em aços, desempenham um papel relevante, no sentido de se adquirir informações a respeito do seu comportamento quando submetidas à irradiação.

Alguns trabalhos relativos ao estudo de danos de irradiação por meio de medidas magnéticas foram realizados pela Divisão de Danos de Radiação do IPEN-CNEN/SP, em ligas FeNi pura e com impurezas de Cr, Mo e Si. Foi determinada, por exemplo, a supersaturação de lacunas durante a irradiação com nêutrons rápidos por meio da desacomodação da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos isotérmicos (Efeito Magnético Posterior). A supersaturação de lacunas é uma das condições necessárias para a ocorrência de um fenômeno crítico, conhecido como cavidades, que resulta num inchaço e na falha prematura do material. Verificou-se que a adição de Mo causa um aumento na supersaturação, enquanto que o Cr causa uma diminuição nesta, para temperaturas menores que 470°C(1,2,3). A adição de Si causa uma notável diminuição nos valores da supersaturação, indicando a existência de um fortíssimo atenuador da concentração de lacunas durante a irradiação(2,3). Tais resultados são coerentes com os de Leitnaker e colaboradores(4), que concluíram que a presença de Si em aço inox 316 é uma das razões da inibição do inchaço.

O efeito das impurezas pode ser visto através da determinação da Temperatura de Curie, T_C , a qual depende muito mais da composição química do que de mudanças estruturais(2,3,5): sob irradiação neutrônica, T_C para a liga FeNi (50-50%atc.) varia de 504°C, enquanto que a adição de 2% de Si faz T_C cair de 504°C para 440°C, diminuindo, portanto, o intervalo ferromagnético da liga(2). A adição de impurezas diminui também a energia de ativação para o processo de reorientação de defeitos: a adição de 0,1% de Cr provoca uma diminuição da energia de ativação de 3,06 eV para 1,45 eV(1).

A aceleração da difusão durante a irradiação neutrônica foi analisada por Sciani e Lucki(6): para temperaturas menores que metade da temperatura de fusão, a difusão é acelerada pelas lacunas produzidas pela irradiação, existindo, portanto, uma supersaturação de lacunas que tende à unidade para temperaturas de aproximadamente metade da temperatura de fusão.

O objetivo deste trabalho é dar uma contribuição ao estudo das propriedades magnéticas de ligas de importância tecnológica, analisando-se o efeito da frequência do campo magnético ac aplicado e da irradiação neutrônica sobre a permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares.

PARTE EXPERIMENTAL

As amostras utilizadas no presente trabalho possuíam as seguintes composições nominais e tratamentos térmicos iniciais:

- a) FeNi (50-50 %at.): recozida a 900°C durante uma hora e
- b) FeNiCr (49,95-49,95-0,1 % at.): recozida a 860°C durante quinze horas. Os re

cozimentos foram efetuados em atmosfera de hidrogênio, sendo as amostras resfriadas lentamente no forno.

As amostras, de formato toroidal, com 0,5 mm de espessura, diâmetro externo de 17,4 mm e interno de 11 mm, foram colocadas em um suporte de alumínio, onde foram feitos dois enrolamentos (primário e secundário) de 45 espiras cada, com fio de cobre de 0,45 mm de diâmetro, isolados com lã de vidro. Pelo enrolamento primário do toróide assim construído, cujo núcleo era a amostra, foi injetada uma corrente elétrica alternada, produzindo um campo magnético de $\sim 9,5$ mOe. Este campo magnético induzia um sinal de algumas dezenas de microvolts, no enrolamento secundário que era enviado a um amplificador do tipo lock-in, junto com os ruídos parasitas. Deste espectro, o amplificador selecionava o sinal em fase com o injetado no primário, amplificando-o e transformando-o numa voltagem contínua, proporcional à permeabilidade magnética inicial(1,2).

A frequência da corrente injetada no enrolamento primário estava localizada no intervalo entre 25 Hz e 40 kHz. Para cada frequência utilizada, acompanhou-se a evolução da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares entre a temperatura ambiente e $\sim 530^{\circ}\text{C}$, temperatura esta maior que o Ponto de Curie. A taxa de aquecimento utilizada foi de $\sim 0,4^{\circ}\text{C/s}$. A temperatura era controlada por um programador de temperatura que recebia um sinal de um termopar de NiCr-Ni, colocado em contato térmico com o enrolamento do forno. A temperatura da amostra era determinada por um segundo termopar, também de NiCr-Ni, colocado em contato térmico com a amostra. O forno foi instalado dentro de um dispositivo que permitia a realização dos experimentos em atmosfera controlada. Todos os recozimentos foram efetuados em atmosfera de argônio. Um segundo dispositivo, com temperatura e atmosfera controlada, foi utilizado para a realização dos recozimentos lineares antes, durante e após a irradiação com nêutrons rápidos, no reator IEA-R1, com fluxo instantâneo de 5.10^{12} n/cm².s.

RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

Na figura 1 são mostradas curvas da permeabilidade magnética inicial da liga FeNiCr em função da temperatura durante recozimentos lineares para diferentes frequências da corrente elétrica alternada aplicada no enrolamento primário, ou seja, do campo magnético aplicado. Nota-se que, para uma determinada temperatura, o valor da permeabilidade cresce com o aumento da frequência. Em todas as curvas, a permeabilidade inicial cresce com o aumento da temperatura, possui um valor máximo antes da Temperatura de Curie e então diminui rapidamente a um valor próximo de zero. Este comportamento é conhecido como Efeito Hopkinson. Destas curvas, foi obtida uma Temperatura de Curie de $(500 \pm 3)^{\circ}\text{C}$, mostrando que até 40 kHz, a frequência não altera o intervalo ferromagnético da liga.

Os valores máximos da permeabilidade inicial, μ_0^m , em função da frequência do campo aplicado, podem ser vistos na figura 2. Nota-se para frequências menores que 1 kHz um aumento considerável nos valores de μ_0^m , crescimento este atenuado gradativamente até $\sim 17,5$ kHz, aumentando, a partir de então, a uma taxa constante até 40 kHz. A figura 3 mostra a parte inicial da curva da figura 2. Para frequências menores que 130 Hz observa-se uma dependência linear entre a permeabilidade magnética e a frequência do campo aplicado. Para frequências maiores existe um desvio deste comportamento. Na parte linear, considerando-se duas frequências f_1 e f_2 , e os valores máximos correspondentes da permeabilidade inicial, $\mu_0^m(f_1)$ e $\mu_0^m(f_2)$, a seguinte relação é válida:

$$\frac{\mu_0^m(f_2)}{\mu_0^m(f_1)} = \frac{f_2}{f_1} \quad (1)$$

Neste intervalo de frequência (para $f < 130$ Hz), a relação (1) pode ser estendida para qualquer temperatura T na região ferromagnética da liga, conforme pode ser visto na figura 4. As curvas cheias correspondem às obtidas experimentalmente. As curvas tracejadas correspondem a um melhor ajuste, a partir do conjunto de curvas experimentais, e são representadas, para cada temperatura T , pela equação:

$$\mu_0^T(f_2) = \frac{f_2}{f_1} \mu_0^T(f_1) \quad (2)$$

onde $\mu_0^T(f_2)$ e $\mu_0^T(f_1)$ correspondem aos valores da permeabilidade inicial em uma temperatura T , para as frequências f_2 e f_1 , respectivamente. Na figura 4 observa-se um excelente ajuste entre as curvas calculadas pela equação (2) e as obtidas experimentalmente, onde nota-se um pequeno desvio para a frequência de 200 Hz. Este desvio é bastante acentuado em 500 Hz. Tal resultado confirma o obtido na figura 3, onde com 200 Hz nota-se um desvio no comportamento linear do valor máximo da permeabilidade magnética inicial, sendo este desvio acentuado para 500 Hz.

Na figura 5 pode ser vista a relação $(\mu_0^T - \mu_0^{TA})/\mu_0^{TA}$ (TA = temperatura ambiente) em função da frequência do campo aplicado, para diversas temperaturas T . Até 450°C esta relação possui um máximo em ~ 1 kHz. Com o aumento da temperatura, este máximo ocorre em frequências cada vez menores: para $T = 480^\circ\text{C}$ o máximo ocorre em 800 Hz, para $T = 485^\circ\text{C}$ em 650 Hz e $T = 490^\circ\text{C}$ em 500 Hz. Para a temperatura de $(494 \pm 3)^\circ\text{C}$, correspondente aos valores máximos da permeabilidade magnética, μ_0^m , não existe este pico: a permeabilidade possui apenas um decréscimo acentuado até ~ 3,5 kHz. Esta inversão de comportamento para $f < 200$ Hz significa que somente na temperatura em que ocorre μ_0^m existe uma grande diferença na razão $(\mu_0^T - \mu_0^{TA})/\mu_0^{TA}$ em relação a uma temperatura menor, por exemplo, 490°C. Este fato mostra que o Efeito Hopkinson é muito mais pronunciado para frequências menores que 200 Hz, isto é, no intervalo de frequências no qual μ_0^m varia linearmente com a frequência, conforme a figura 3, e a permeabilidade inicial obedece a equação (2), conforme a figura 4.

Na figura 6 são mostradas curvas da permeabilidade magnética inicial da liga FeNi em função da temperatura durante recozimentos lineares realizados antes, durante e depois da irradiação com nêutrons rápidos, onde foi utilizada a frequência de 35 Hz para o campo magnético aplicado. Entre os recozimentos lineares foram efetuados recozimentos isotérmicos a temperaturas situadas no intervalo entre 420°C e 480°C. A curva (1) representa um recozimento linear efetuado antes da irradiação e a curva (2) um recozimento durante a irradiação. Nota-se uma diminuição marcante nos valores da permeabilidade magnética (~ 75%), decorrente da quadratização da curva de histerese provocada pela irradiação, mostrando a presença da ordem direcional. Outros estudos efetuados em FeNi⁽⁷⁾ permitem concluir que a irradiação com nêutrons rápidos acelera o processo de ordenação: em amostras irradiadas foi observada a ordem direcional, após tratamentos térmicos, a partir de 50°C. Neste caso, a ordenação se dá pela migração dos átomos da liga, facilitada pela presença dos vários defeitos introduzidos pela irradiação. A adição de Si e Mo na liga FeNi, além de diminuir o intervalo ferromagnético da liga, atenua a difusão e a ordem direcional⁽⁶⁾.

No intervalo de temperatura estudado, os defeitos criados pela irradiação prevalecem em relação aos criados termicamente: para temperaturas menores que metade da temperatura de fusão, a concentração de lacunas produzidas pela irradiação são maiores que as lacunas criadas termicamente, existindo, portanto, uma supersaturação de lacunas induzidas pela irradiação⁽⁵⁾.

Na figura 6, as curvas correspondentes aos experimentos realizados após a irradiação, (3), (4), (5) e (6), mostram a tendência de retornar aos valores de permeabilidade obtidos antes da irradiação, evidenciando a restauração dos defeitos produzidos pela irradiação neutrônica.

CONCLUSÕES

O efeito da variação da frequência do campo magnético aplicado e da irradiação neutrônica nas ligas FeNiCr e FeNi foi estudado através de medidas da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares.

Verificou-se que até 40 kHz, a frequência do campo aplicado não altera o intervalo ferromagnético da liga, obtendo-se uma Temperatura de Curie de $(500 \pm 3)^\circ\text{C}$ para a liga FeNiCr. Para frequências menores que 200 Hz o Efeito Hopkinson é mais pronunciado, existindo, para cada temperatura T no intervalo ferromagnético da liga, uma relação linear entre o valor da permeabilidade magnética inicial e a frequência do campo magnético aplicado.

Recozimentos realizados durante a irradiação com nêutrons rápidos mostram uma diminuição marcante nos valores da permeabilidade magnética inicial (~ 75%), decorrente da quadratização da curva de histerese magnética provocada pela irradiação, mostrando a presença da ordem direcional.

BIBLIOGRAFIA

1. SCIANI, V.-Estudo de Danos de Irradiação na Liga FeNi Pura e com Impurezas, por Meio de Medidas Magnéticas - SP - Dissertação de Mestrado - IPEN-CNEN/SP - 1978
2. VEISSID, N.-Estudo dos Efeitos da Irradiação Neutrônica sobre as Propriedades Ferromagnéticas em Ligas de FeNi - SP - Dissertação de Mestrado - IFUSP - 1980
3. VEISSID, N.; WATANABE, S.; LUCKI, G.-Neutron Irradiation Effect on Magnetic Properties of Cr-, Mo- and Si-doped FeNi-alloys.
IN: Journal of Nuclear Science and Technology, 21(3): 215-31, March 1984
4. LEITNAKER, J.M.; BLOOM, E.E.; STIEGLER, J.O.-The Effects of Minor Constituents on Swelling in Stainless Steel.
IN: Journal of Nuclear Materials, 49: 57-66, 1973/74
5. LUCKI, G.-Influência da Irradiação com Nêutrons sobre as Propriedades Magnéticas da Liga FeNi Pura e com Impurezas de Si e Mo - SP - Tese de Doutorado - IFUSP - 1971
6. SCIANI, V.; LUCKI, G.- Diffusion Enhancement in Fe-Ni Alloys During Fast-neutron Irradiation.
IN: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, A280: 564-7, August 1989

7. FERREIRA, I.-Efeito Magnético Posterior na Liga FeNi Pura e Dopada, sob Irradiação Neutronicas - SP - Dissertação de Mestrado - IFUSP - 1974

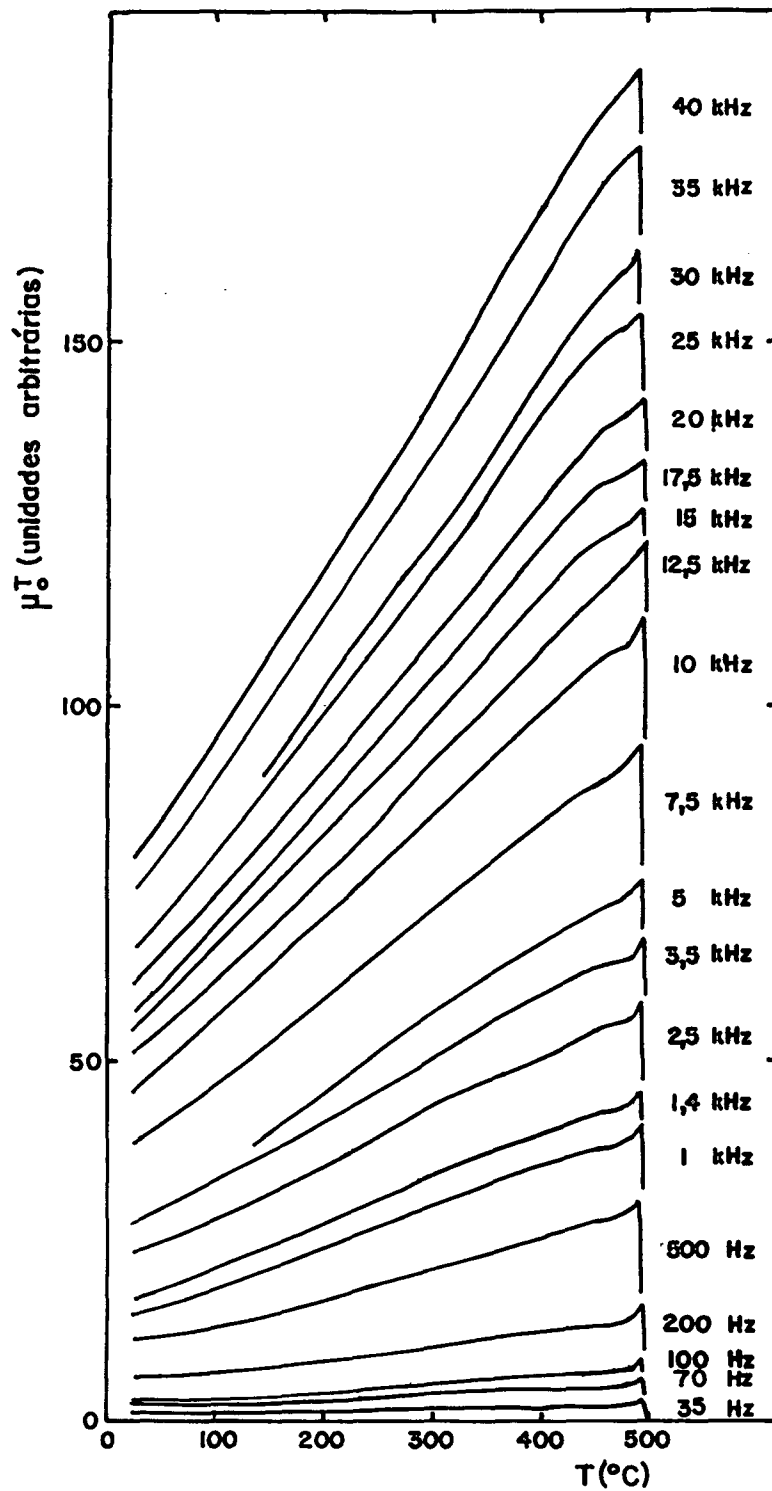


FIGURA 1: Permeabilidade magnética inicial da liga FeNiCr em função da temperatura para diversas frequências do campo aplicado.

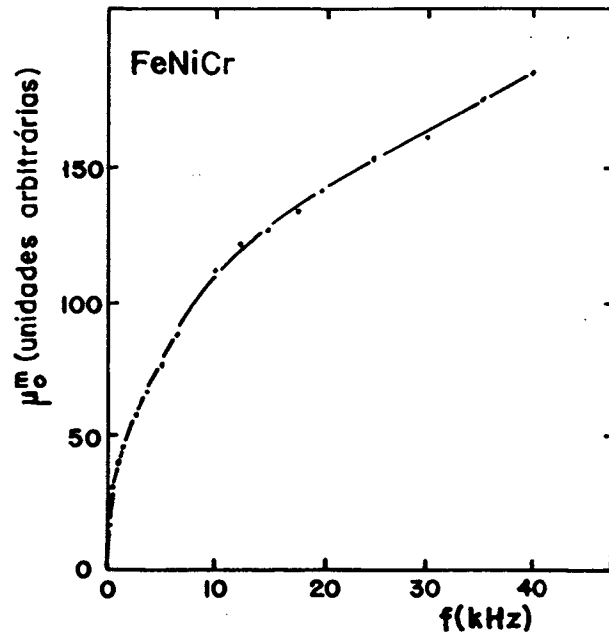


FIGURA 2: Valores máximos da permeabilidade magnética inicial em função da frequência do campo aplicado

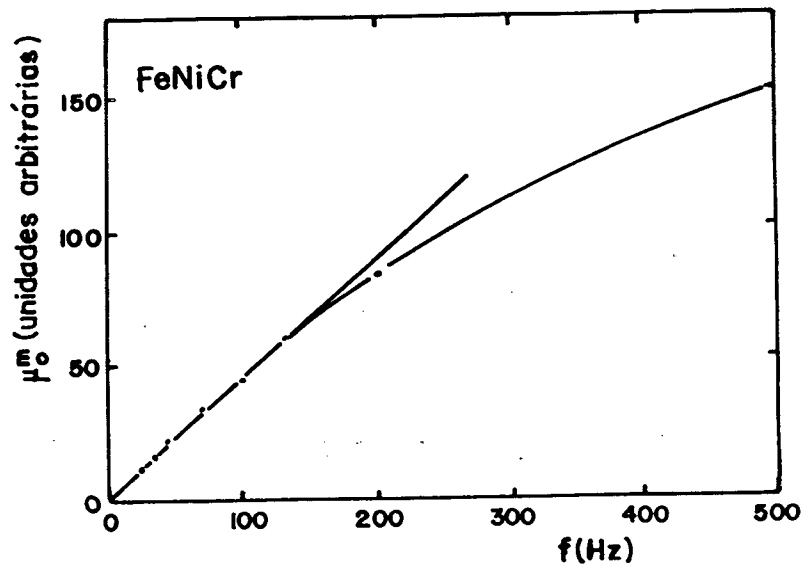


FIGURA 3: Valores máximos da permeabilidade magnética inicial em função da frequência do campo aplicado.

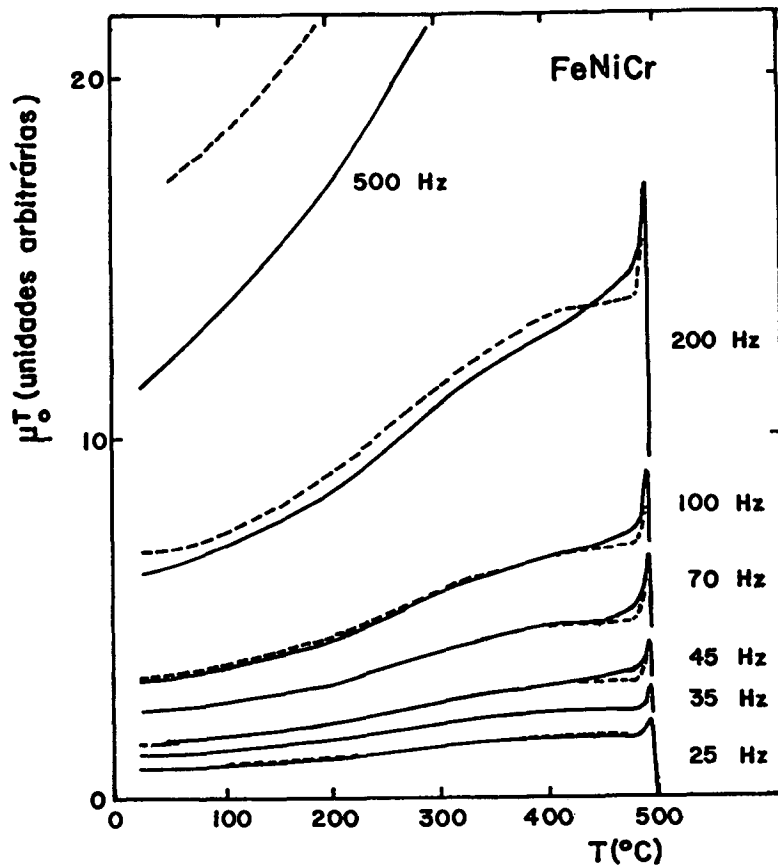


FIGURA 4: Permeabilidade magnética inicial da liga FeNiCr em função da temperatura para diversas frequências do campo aplicado. As curvas tracejadas representam um ajuste conforme a equação (2).

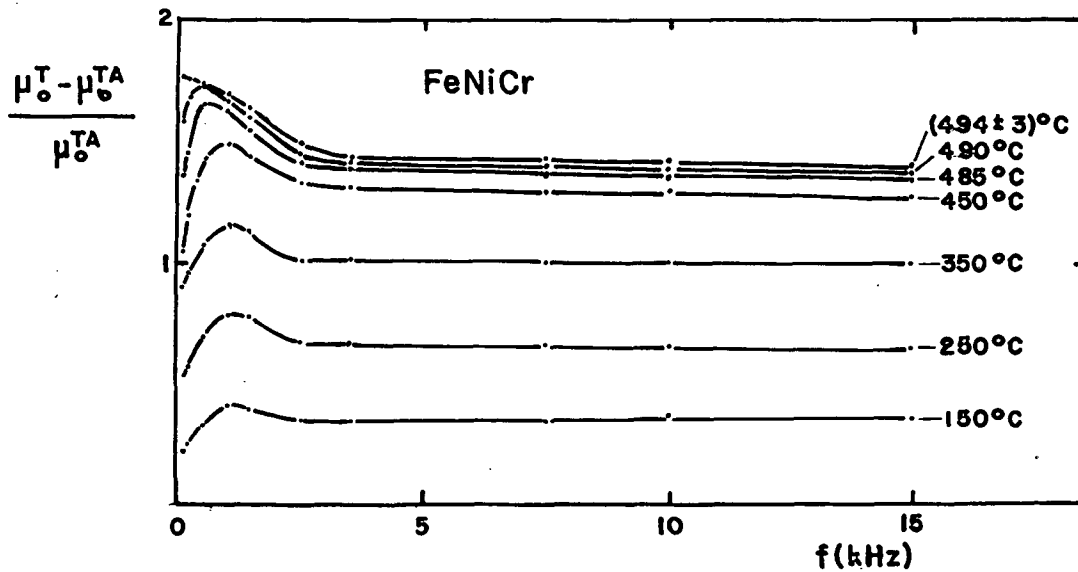


FIGURA 5: Amplitude de variação da permeabilidade magnética inicial da liga FeNiCr em função da frequência do campo aplicado, para diversas temperaturas.

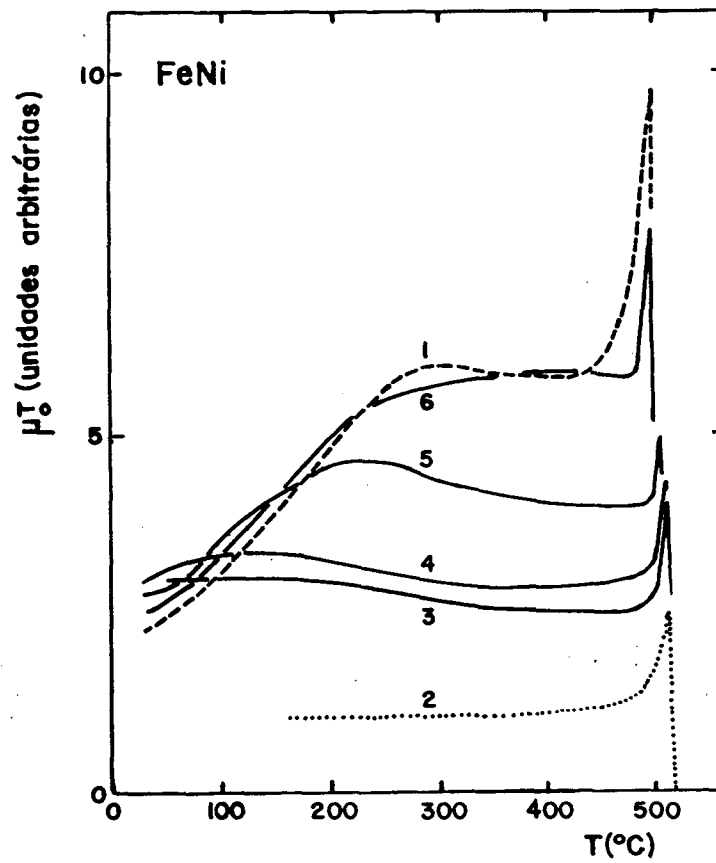


FIGURA 6: Permeabilidade magnética inicial da liga FeNi em função da temperatura em recozimentos lineares realizados antes (----), durante (.....) e após (—) a irradiação com nêutrons rápidos, utilizando-se uma frequência do campo aplicado de 35 Hz.