

## Tesis de Posgrado

# Daño por radiación en zinc

Iriart, Carmen Josefina

1986

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Físicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

**Cita tipo APA:**

Iriart, Carmen Josefina. (1986). Daño por radiación en zinc. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.  
[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_1996\\_Iriart.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1996_Iriart.pdf)

**Cita tipo Chicago:**

Iriart, Carmen Josefina. "Daño por radiación en zinc". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1986.  
[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_1996\\_Iriart.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1996_Iriart.pdf)

**EXACTAS** UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



**UBA**

Universidad de Buenos Aires

Tesis 1996  
ej. 1

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES  
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

Tema de Tesis  
DAÑO POR RADIACION EN ZINC

Autor  
Carmen Josefina Iriart

Director de Tesis  
Dr. Héctor Carlos González

Lugar de Trabajo  
Departamento de Materiales  
Comisión Nacional de Energía Atómica

Tesis presentada para optar al título de Doctora en Ciencias Físicas

1986

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido realizado en los laboratorios de la Sección Propiedades Mecánicas Bajo Irradiación, perteneciente a la División Daño por Radiación del Departamento de Materiales, y en el reactor RA-1, todos ellos de la Comisión Nacional de Energía Atómica de la Argentina, que fué una de las instituciones que lo apoyó. También recibió el apoyo de la Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires.

Deseo expresar mi agradecimiento al Dr. Héctor C. González, quien dirigió este trabajo, por sus consejos y sugerencias, en los que aportó sus conocimientos y experiencia en el tema Daño por Radiación en Metales.

Agradezco también la colaboración de los miembros del Departamento de Materiales y del Departamento de Reactores de la CNEA. Igualmente, agradezco a mi Consejero de Estudios, Dr. Eduardo Caselli, y a los miembros del Departamento de Física de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales de la Universidad de Buenos Aires, por la ayuda que me brindaron.

**A mis padres**

## INDICE

1. Introducción	1
1.1. Daño por radiación: Desplazamientos atómicos en un sólido cristalino producidos por partículas energéticas	5
1.1.1. Número de desplazamientos atómicos	7
1.1.2. Distribución espacial de los defectos: Formación de anillos de dislocación	8
1.2. Efectos del daño por radiación en las propiedades mecánicas de los metales	14
1.2.1. Endurecimiento inducido por irradiación con neutrones rápidos	16
1.2.2. Inestabilidad con la deformación post-irradiación de los aglomerados de defectos puntuales producidos por irradiación	22
1.3. Recuperación del daño por radiación en metales	25
1.4. Plan de trabajo	34
2. Procedimiento experimental	35
2.1. Crecimiento de probetas monocristalinas de zinc y de magnesio	36
2.2. Irradiaciones con neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido	39
2.3. Ensayos de tracción uniaxial a 77 K	42
2.4. Seguimiento de la formación de líneas de deslizamiento en la superficie de monocristales de zinc y de magnesio	45
2.5. Recocidos a bajas temperaturas de monocristales de zinc	45
3. Resultados	48
3.1. Comportamiento plástico de monocristales irradiados	49
3.1.1. Monocristales de zinc	51
3.1.2. Monocristales de magnesio	56
3.2. Endurecimiento inducido por irradiación	63

3.3. Fractura de monocristales de zinc irradiados	68
3.3.1. Monocristales con el deslizamiento basal favorecido	71
3.3.2. Monocristales con la fractura por "despegue basal" favorecida	75
3.3.3. Monocristales con la fractura por "despegue prismático" favorecida	76
3.4. Recuperación del daño por radiación en zinc: Mediciones de la tensión crítica resuelta de corte a 77K en monocristales irradiados	78
3.4.1. Localización de etapas de recuperación	79
3.4.2. Obtención de valores de energía de activación	79
4. Discusión	91
5. Conclusiones	99
Referencias	103
Apéndice: Datos característicos del zinc	109

# 1. INTRODUCCION

Los efectos producidos en los sólidos cristalinos por la radiación de partículas energéticas, capaces de desplazar átomos de sus posiciones normales en la red, son de gran importancia tecnológica, y constituyen una parte del conocimiento de las propiedades físicas de los sólidos. El estudio de estos efectos corresponde a un campo de la física del estado sólido al que se conoce como "daño por radiación" [1-7].

El daño por radiación se puede clasificar en tres tipos. El primero es el de la excitación electrónica, la cual constituye la principal fuente de pérdida de energía de las partículas cargadas cuando atraviesan un sólido. En materiales aislantes, estos efectos de ionización son muy importantes; mientras que en sólidos buenos conductores, como es el caso de los metales, cualquier ionización desaparece en forma inmediata.

El segundo tipo de daño por radiación es el del desplazamiento atómico, en el que los átomos son desplazados de sus sitios en la red cristalina, dando lugar a la formación de defectos puntuales intrínsecos: intersticiales y vacancias [5]. La cantidad de átomos desplazados y su distribución espacial son variables que determinan las diferencias entre el daño producido al irradiar un sólido con partículas cargadas, y el producido al irradiarlo con neutrones rápidos o con fragmentos de fisión.

El tercer tipo de daño por radiación es el de la transmutación, que se produce cuando se irradia un material con neutrones, cuyo resultado es la formación de defectos puntuales extrínsecos.

Tanto los defectos puntuales intrínsecos como los extrínsecos afectan las propiedades de los cristales irradiados. Algunos defectos intrínsecos se aniquilan por recombinación, y otros forman aglomerados, o interactúan con las impurezas presentes inicialmente en el cristal y con los productos de las transmutaciones, si los hubiera. Se tienen entonces diferentes tipos de agrupamien-



tos de defectos puntuales presentes en un sólido irradiado, varios de los cuales tiene efectos significativos en sus propiedades físicas, y en especial en sus propiedades mecánicas. Las migraciones de los defectos puntuales y, en consecuencia, la formación de aglomerados o de complejos de defectos e impurezas, dependen de la temperatura del material. Además, la velocidad de ciertos procesos de gran importancia tecnológica es controlada por la difusión; y ésta puede ser acelerada por la presencia de una sobresaturación de defectos. De este modo, la cinética de los procesos está gobernada no solo por los parámetros fundamentales de los defectos, sino que también por factores como la temperatura de irradiación, el flujo de partículas y su flujo integrado o dosis.

Desde un punto de vista básico, para entender lo que sucede a nivel atómico es necesario realizar ciertas simplificaciones, como son: estudiar materiales puros, monocristalinos; congelar los defectos mediante irradiaciones a bajas temperaturas; etc. Aún así, los procesos son muy complejos. Por este motivo se han desarrollado numerosas técnicas para investigar defectos en cristales, basadas en el estudio de diferentes propiedades sensibles a la presencia de los defectos puntuales en las diferentes configuraciones espaciales en que se puedan encontrar. Una combinación de todas estas técnicas ha probado ser necesaria para llegar a una única respuesta a las preguntas concernientes a las propiedades de los defectos [8]. Entre las numerosas técnicas utilizadas se pueden citar [4,5,7] : resistividad eléctrica, difracción de rayos X, difracción de neutrones, microscopía electrónica de transmisión, microscopía de campo iónico, espectroscopía Mössbauer, aniquilación de positrones, plasticidad, energía almacenada, fricción interna, y otras.

El uso de metales en los reactores nucleares ha incrementado el interés de estudiar en ellos el daño por radiación y su efecto en sus propiedades mecánicas. Entre los efectos producidos por la radiación en los metales usados en los reactores,

que son de mayor importancia tecnológica, se pueden mencionar :

- el incremento de la temperatura de transición frágil-dúctil de los aceros, en los recipientes a presión de los reactores de potencia, como el de Atucha [9,10];
- la termofluencia biaxial en las vainas de Zircaloy de los elementos combustibles [10-13];
- la variación dimensional o crecimiento del Zircaloy en la calandria y en los tubos a presión de los reactores tipo Candú, como el de Embalse de Río 3º [10-15].

Los estudios básicos del daño por radiación en metales se han centrado especialmente en aquellos con estructuras cúbicas centradas en las caras (c.c.c.) y en el cuerpo (c.c.), aún cuando algunos miembros de la familia de metales con estructura hexagonal compacta (h.c.), como el zirconio, el berilio y el magnesio, y sus aleaciones, tienen aplicación en los reactores dadas sus propiedades nucleares particulares [3]. En los últimos veinte años se ha prestado mucha atención a los efectos de la radiación neutrónica en las propiedades mecánicas del zirconio y sus aleaciones [10-15], mientras que la información que se encuentra en la literatura sobre este tipo de estudios en otros metales con estructura h.c. está confinada a trabajos en magnesio [16-21] y zinc [19,22-26], que en su mayoría son bastantes recientes. Surge de aquí, un interés especial en estudiar los efectos de la radiación en las propiedades mecánicas de los metales con estructura h.c., al que se suman los mecanismos específicos de deformación y la anisotropía de estos metales.

En este trabajo se estudió el daño por radiación en un metal con estructura h.c. : el zinc. Se buscó contribuir a una mejor comprensión del daño por radiación en metales con estructura h.c., y al conocimiento de las características de la interacción entre las dislocaciones y los defectos creados por irradiación, que es de mucha importancia en lo que hace a los efectos de la radiación en las propiedades mecánicas de estos metales. El tipo de daño por radiación predominante en los cristales de zinc sometidos a

estudio fué el de desplazamiento atómico, siendo el número de transmuciones inferior al número de impurezas presentes antes de la irradiación. Se investigaron los efectos de la radiación neutrónica en el comportamiento plástico y en la fractura de monocristales de zinc de alta pureza, a temperatura de nitrógeno líquido. Con el fin de complementar los resultados obtenidos en zinc, se estudiaron, también, los efectos de la radiación neutrónica en el comportamiento plástico de monocristales de magnesio de alta pureza, cuya estructura es h.c., como la del zinc, y su ductilidad es mucho mayor que la de éste a temperatura de nitrógeno líquido. Por último, se estudiaron algunos de los procesos termicamente activados que involucran a los defectos creados por irradiación en zinc, utilizando para ello una técnica de plasticidad.

#### 1.1. Daño por radiación : Desplazamientos atómicos en un sólido cristalino producidos por partículas energéticas

La producción de daño por desplazamientos atómicos, al irradiar una red cristalina con partículas energéticas, significa que éstas pueden transferir suficiente energía como para desplazar por lo menos un átomo de su sitio, dejando a éste vacío, es decir, produciendo un par intersticial-vacancia o par de Frenkel. Para cada dirección existirá una energía crítica ( $E_d$ ), llamada energía umbral de desplazamiento, por debajo de la cual el átomo desplazado retorna a su sitio luego de interactuar con los átomos vecinos, ninguno de los cuales resulta desplazado. Por otro lado, si un átomo de la red recibe en una colisión una energía mayor que  $E_d$ , él y uno o más de sus vecinos podrán ser desplazados de sus sitios. Para la mayoría de los cálculos se asume que  $E_d$  es aproximadamente 25 eV para todos los metales; aunque mediciones relativamente recientes han mostrado que esta energía crece con el número atómico ( $Z$ ) [3,7,30]. Por ejemplo, en policristales de zinc ( $Z = 30$ ) se ha obtenido un valor de 13,5 eV para la energía  $E_d$ , mientras que en un metal con número atómico mayor como el tungsteno ( $Z = 74$ ), el valor medido ha sido de 45 eV [30].

El camino libre medio ( $\lambda_d$ ) de un neutrón energético para provocar un desplazamiento atómico está dado por [19] :

$$\lambda_d = (C \Sigma)^{-1} \quad (1.1)$$

donde C es la densidad de átomos y  $\Sigma$  es la sección eficaz de colisión elástica de un neutrón (aproximadamente constante en metales como zinc [31] y cobre [31,32], para energías del neutrón incidente entre 0,2 y 1,6 MeV). En zinc  $\lambda_d$  es aproximadamente 4,5 cm, en tanto que en cobre es de 3,7 cm, en un amplio intervalo del espectro de neutrones rápidos. El neutrón al no tener carga colisiona casi por choque directo; las partículas cargadas, en cambio, pierden gran parte de su energía excitando electrones del cristal. Se tiene entonces que, mientras un neutrón con una energía de 1 MeV tiene un camino libre medio de 4,5 cm en zinc, un electrón de 1 MeV es frenado totalmente en un espesor de 1 mm del mismo metal, y un ión de zinc con la misma energía se frena en menos de 0,1 mm.

A todo átomo que es desplazado de su sitio en una red cristalina, por medio de una colisión elástica con una partícula energética, se lo llama átomo primario. Cuando la energía transferida al átomo primario es suficiente para ionizarlo, entonces éste interactúa en forma coulombiana con los electrones de cristal, y disipa su energía principalmente por colisiones inelásticas. Cuando la energía del ión decae, éste captura sus electrones y se vuelve neutro. A partir de este momento, el átomo primario interactúa por medio de colisiones elásticas con los átomos de la red, produciendo defectos puntuales. Se puede demostrar [19] que la energía a la cual el ión se vuelve neutro está dada por:

$$E_c \sim A \text{ (keV)} \quad (1.2)$$

donde A es el número de masa. Se tiene entonces que el valor estimado de la energía de transición entre colisiones inelásticas y elásticas del átomo primario es de aproximadamente 65 keV en zinc. Al proceso completo desde el momento en que se forma un átomo pri-

mario hasta que no se producen más desplazamientos se lo conoce como cascada de colisiones.

### 1.1.1. Número de desplazamientos atómicos

Kinchin y Pease [33], y posteriormente Robinson [34], estimaron el número de desplazamientos en una cascada de colisiones. Según ellos el número promedio ( $\nu(E)$ ) de desplazamientos producidos por un átomo primario con energía  $E$  está dado por

$$\nu(E) = \begin{cases} 0 & \text{si } E < E_d \\ 1 & \text{si } E_d < E < 2E_d \\ \frac{f E}{2E_d} & \text{si } E \geq 2E_d \end{cases} \quad (1.3)$$

donde  $f$  es un factor de eficiencia de desplazamiento que vale aproximadamente 0,8 [35,36]. Este número de átomos desplazados es un límite máximo que corresponde a irradiaciones a 0K, donde no ocurren reagrupamientos ni recombinaciones de vacancias e intersticiales termicamente activados.

La cantidad de energía que puede ser transferida a un átomo en una colisión depende de la energía de la partícula incidente y de las masas de las dos partículas. Asumiendo una colisión elástica, se tiene la siguiente expresión para la energía máxima ( $E_{\text{máx}}$ ) que puede ser transferida al átomo de la red:

$$E_{\text{máx}} = \frac{4 M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} E_0 \quad (1.4)$$

donde  $M_1$  es la masa de la partícula incidente,  $M_2$  es la masa del átomo de la red y  $E_0$  es la energía de la partícula incidente. Esta ecuación no es válida para partículas relativistas como los electrones de alta energía. La energía media transferida ( $\bar{E}$ ) está dada por:

$$\bar{E} = E_{\text{máx}}/2 \quad (1.5)$$

En la tabla 1.1 se encuentran los valores de la energía  $E_0$  de varios tipos de partículas incidentes, que son necesarios para transferir una energía promedio de 13,5 eV y de 65 keV a los átomos de un cristal de zinc. Surge de esta tabla que, si se irradia una muestra de zinc con electrones de 0,5 MeV, solo se van a formar pares de Frenkel; en tanto que la radiación de neutrones rápidos, cuyas energías sean cercanas a 1 MeV, puede formar cascadas de alta energía en este metal.

Tabla 1.1

Valores de la energía  $E_0$  de diferentes partículas incidentes, requeridos para transferir un promedio de 13,5 eV y de 65 KeV a átomos de zinc.

Partícula Incidente	$E_0$ para transferir 13,5 eV	$E_0$ para transferir 65 KeV
Atomo de zinc	27 eV	130 KeV
Neutrón	455 eV	2,17 MeV
Electrón	0,53 MeV	62,5 MeV

### 1.1.2. Distribución espacial de los defectos: Formación de anillos de dislocación

La distribución espacial de los defectos en una cascada de colisiones fué considerada por Brinkman [37,38] entre 1954 y 1956,

quien formuló la llamada teoría del "pico de desplazamiento". Calculó el camino libre medio de un átomo primario en función de su energía, usando una teoría de colisiones individuales. Según Brinkman, cuando el ión inicialmente desplazado de su sitio se vuelve neutro, realiza entonces la llamada "cascada de desplazamientos atómicos", formando fundamentalmente intersticiales y vacancias. A medida que la energía del átomo primario disminuye, su camino libre medio ( $\lambda$ ) también disminuye. Cuando  $\lambda$  se hace igual a la distancia interatómica de la red cristalina, entonces, el átomo, si posee suficiente energía, desplaza varios átomos y forma una vacancia múltiple rodeada de una capa de átomos intersticiales (Fig. 1-1). A este arreglo de átomos se lo conoce como "pico de desplazamiento". Se llama a la energía a la cual ocurre esto, energía de transición ( $E_{tr}$ ).

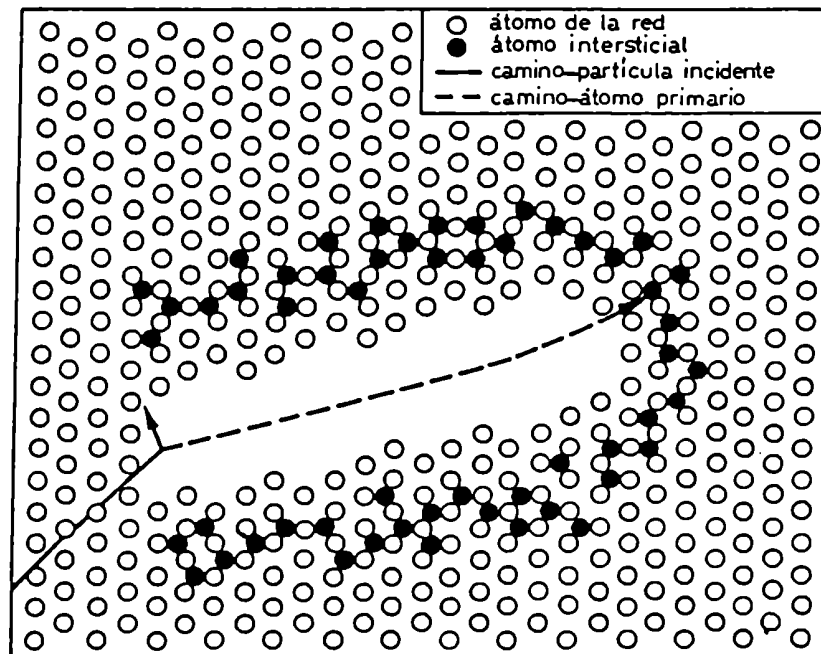


Fig. 1-1. Representación esquemática del "daño por radiación": átomos intersticiales alrededor de una vacancia múltiple en el "pico de desplazamiento", según Brinkman [37].

Las deformaciones que introduce en la red cristalina el arreglo de la Fig.1-1 pueden relajarse mediante el retorno de los intersticiales a sus sitios en la red, de modo que la permanencia del daño tendría que ser muy breve.

Seeger [39,40] en 1958 introdujo una modificación al modelo de Brinkman, utilizando un concepto desarrollado por Silsbee [41]. La idea es que las filas compactas de átomos en el cristal son capaces de transferir materia fuera de la cascada de colisiones. El transporte de materia tiene lugar cuando la situación intersticial de átomo en la red se propaga en forma dinámica en las filas más compactas de átomos, con poca disipación de energía. Seeger considera que no todos los intersticiales permanecen en la capa de la Fig.1-1 a 0 K, sino que pueden viajar lejos en la forma indicada (crowdions dinámicos). De este modo, la red no será restaurada tan fácilmente, y persistirán zonas menos densas que la red original. A estas zonas se las llama "zonas diluidas" o "zonas de Seeger" (Fig.1-2), y su tamaño típico es  $\leq 1$  nm. Las zonas diluidas han sido estudiadas por microscopía de campo iónico en algunos metales [42,43], y los resultados obtenidos avalan la forma postulada por Seeger. Luego de las modificaciones sugeridas por Seeger, Brinkman [44] calcula la energía de transición  $E_{tr}$  para varios metales y obtiene por ejemplo 4 keV para el cobre. En el caso del zinc, vecino en la tabla periódica del cobre, se ha estimado un valor de 3,5 keV para la energía  $E_{tr}$  [19]. El arreglo de la Fig.1-2 colapsará rápidamente formando un arreglo espacial más estable: anillo de dislocación, para irradiaciones a 0 K y a temperaturas aún mayores. De esta forma, se puede esperar que en un metal como el zinc se formen anillos de dislocación en planos basales, como el que está esquematizado en la Fig.1-3, provenientes de las zonas diluidas producidas por irradiación. En la Fig.1-4 se ha representado en forma esquemática una cascada de colisiones en zinc irradiado con neutrones rápidos a bajas temperaturas.



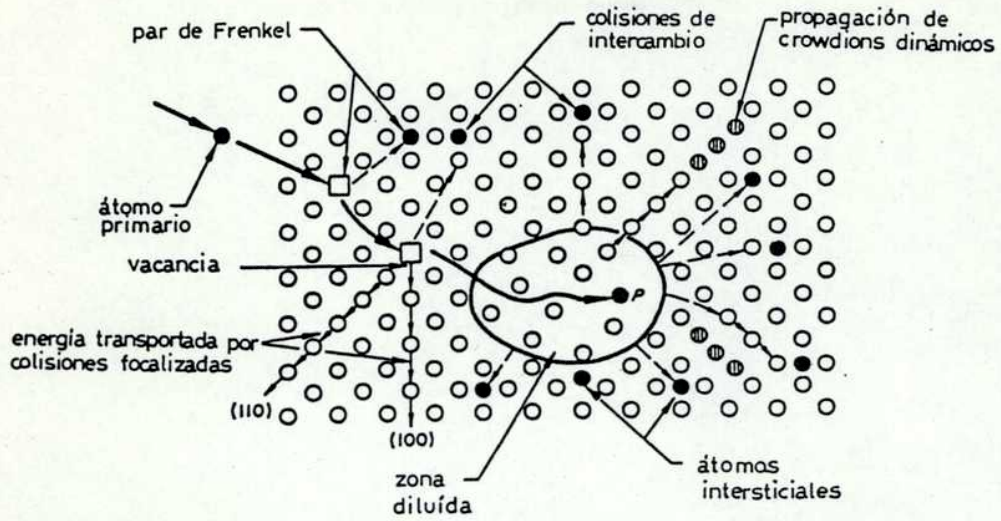


Fig. 1-2. Representación esquemática del "daño por radiación": "zona diluida" y sus alrededores en un cristal cúbico centrado en las caras, según Seeger [39,40]. P es la posición donde el átomo primario queda detenido.

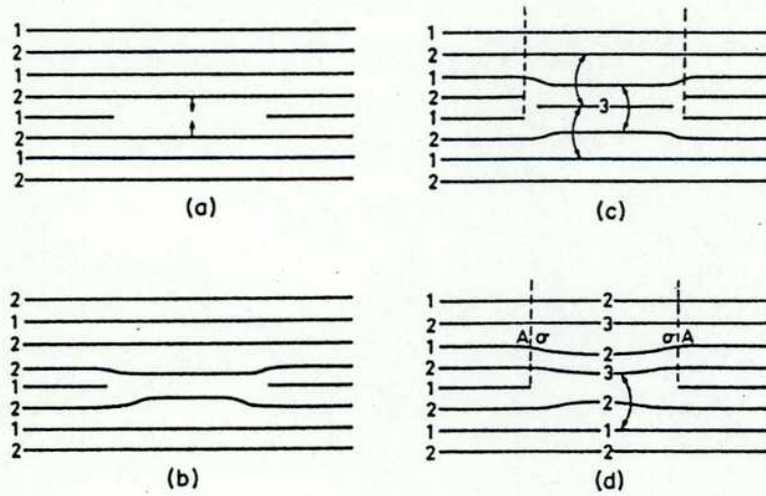


Fig. 1-3. Formación de un anillo de dislocación a partir de una "zona diluida" que colapsó en zinc irradiado: (a) cavidad con forma de disco; (b) cavidad con forma de disco deformada; (c) formación de una falla de apilamiento de alta energía dentro del anillo de dislocación; y (d) formación de una falla de apilamiento de baja energía dentro del anillo de dislocación [45].

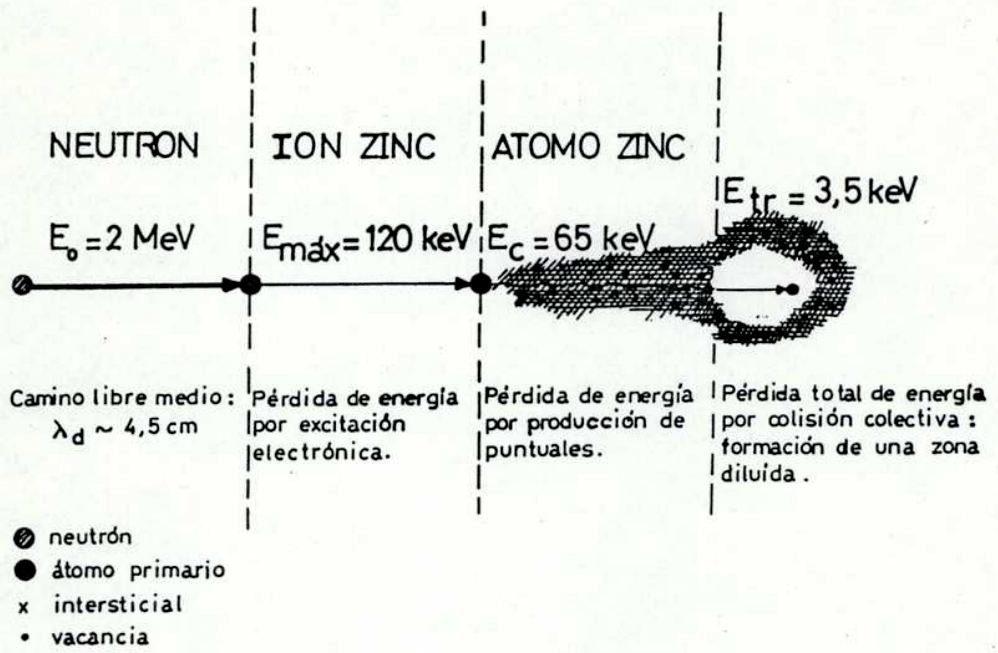


Fig. 1-4. Representación esquemática de una cascada de colisiones en una red de zinc, producida por un átomo de la red desplazado por un neutrón con una energía de 2 MeV.

Si se irradia a temperaturas a las que los defectos puntuales son móviles, como sucede en algunos experimentos de microscopía electrónica de transmisión (MET), se debe agregar a la formación de los anillos de dislocación provenientes de las zonas diluidas, la formación de anillos adicionales por nucleación homogénea y heterogénea (en impurezas), tanto de intersticiales como de vacancias. En 1959, Silcox y Hirsch [46] observaron por MET puntos negros en cobre irradiado y supusieron que eran anillos de vacancias. Posteriormente, Makin y col. [47,48] obtuvieron las primeras curvas de distribución del tamaño de anillos (vacancias e intersticiales), en cobre irradiado con dosis de neutrones rápidos mayores que  $1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$  a 27°C. En 1963, Makin [49] identificó los anillos con diámetros menores que 5 nm como de vacancias, y los de diámetros mayores como de intersticiales. Wilkens y Ruhle [50], en 1966, iniciaron experimentos de estereo-microscopía, y establecieron que todos los anillos eran de vacancias; mientras que McIntyre [51], en 1967, observó solamente anillos de intersticiales. De este modo, otros autores como Ipohorski y Brown [52] continuaron con la identificación de anillos de dislocación en cobre irradiado.

Las irradiaciones de materiales, en especial metales, a temperaturas correspondientes a las etapas de recuperación IV y V (vacancias móviles y disociación de zonas diluidas) dan lugar a una gran variedad de aglomerados de defectos, que incluyen anillos de dislocación. A dosis suficientemente altas, estos anillos crecen y, eventualmente, forman una red de dislocaciones. La desaparición de estas estructuras complejas de defectos requiere temperaturas suficientemente altas [7].

## 1.2. Efectos del daño por radiación en las propiedades mecánicas de los metales

Los efectos de la radiación en las propiedades mecánicas de los metales son muy variados, y muchos de ellos son problemas potenciales para la operatividad de los reactores nucleares. Algunos de estos efectos son: el endurecimiento y la fragilización [53] ; el crecimiento [10-15] ; la termofluencia y la fractura [10-13] ; y la hinchazón [54] .

El interés de este trabajo está centrado en el comportamiento plástico y la fractura de metales nominalmente dúctiles con estructuras compactas, como el zinc y el cobre, cuyas estructuras son h.c y c.c.c., respectivamente. Las primeras observaciones de los efectos de la radiación en el comportamiento plástico de los metales, al someterlos a un ensayo de tracción uniaxial, fueron realizados por Blewitt y col.[55], Diehl y col.[56,57], y Makin y col.[47, 58], en cobre de alta pureza irradiado con neutrones rápidos. Las características esenciales de los efectos de la radiación neutrónica son, en este caso: (a) incremento de la tensión de fluencia; (b) incremento inferior de la tensión de fractura con respecto al incremento de la tensión de fluencia; (c) decrecimiento del coeficiente de endurecimiento por trabajado; y (d) decrecimiento de la elongación o deformación plástica macroscópica a la fractura (Fig.1-5). Todas estas características son similares a las de otros metales irradiados, cualquiera sea su estructura cristalina. El consenso general es que el ítem (a) en metales con estructuras compactas es debido a la interacción de las dislocaciones con los aglomerados de defectos producidos por irradiación [39,59,60]. Estos aglomerados actúan como obstáculos al movimiento de las dislocaciones, dando lugar al endurecimiento inducido por irradiación. Los ítems (b) a (d) son diferentes manifestaciones de otro fenómeno , relacionado también con la interacción de las dislocaciones con los defectos creados por irradiación, que consiste en la remoción de estos defectos cuando las dislocaciones pasan por los planos de deslizamiento,

dando lugar a la formación de canales libres de defectos [53,61,62].

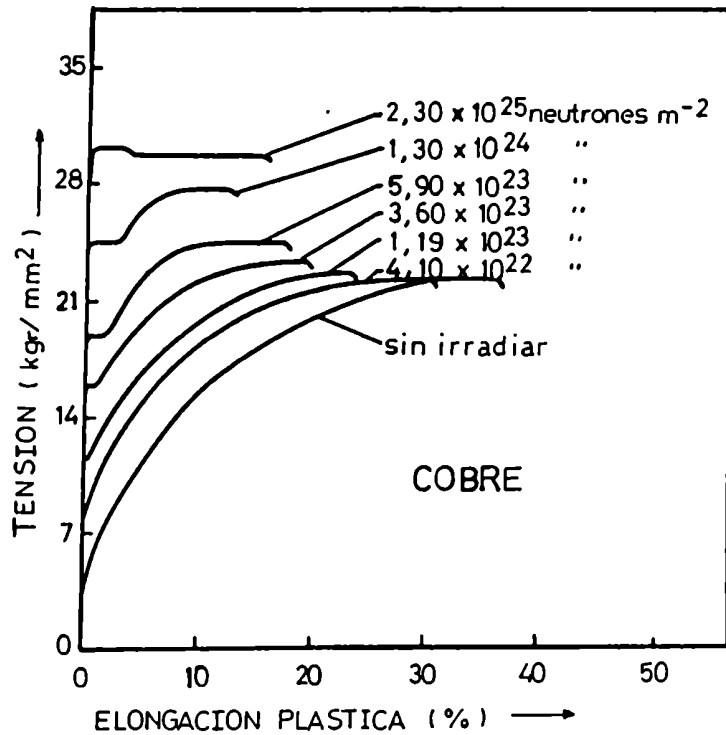


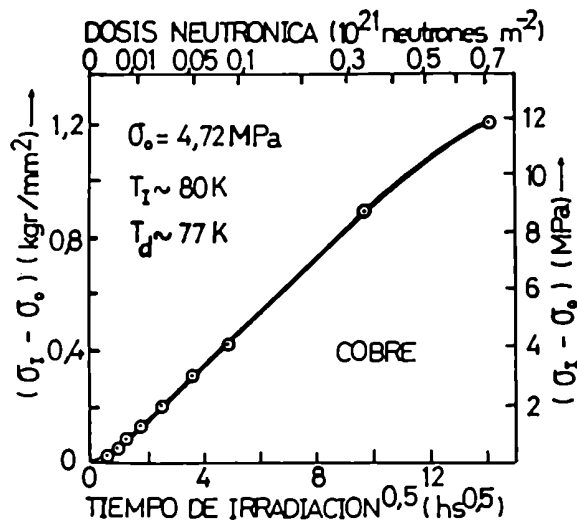
Fig. 1-5. Curvas de tensión vs. deformación de policristales de cobre deformados a 20°C luego de haber sido irradiados con neutrones rápidos [53].

El endurecimiento por irradiación y el efecto de ablandamiento con la deformación son de gran importancia en un problema de interés tecnológico como es la fragilización de los aceros por irradiación. Los aceros se endurecen por efecto de la radiación, y presentan además un incremento en la temperatura de transición frágil-dúctil. También se observa un decrecimiento en la energía absorbida por la fractura, relacionado con la localización de la deformación al formarse canales libres de defectos [53,63].

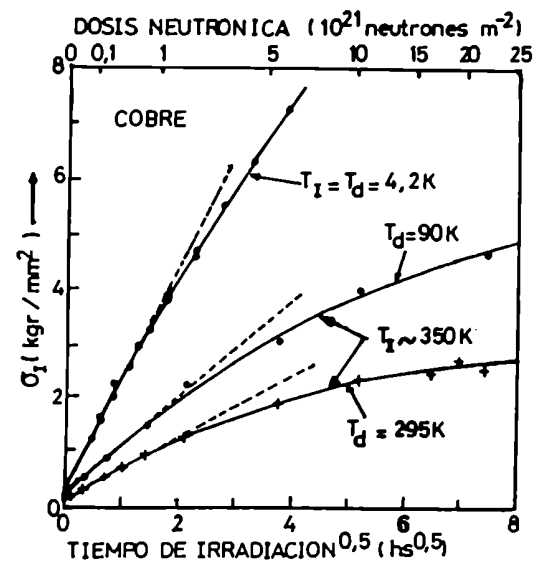
### 1.2.1. Endurecimiento inducido por irradiación con neutrones rápidos

La propiedad mecánica que presenta el cambio más significativo en un metal, cuando se lo irradia con neutrones rápidos, es la tensión crítica resuelta de corte (TCRC) en monocristales, o la tensión de fluencia en policristales. Es así que en un monocristal de zinc irradiado durante 7 horas en el reactor RA-1 de la CNEA (flujo:  $\phi = 1 \times 10^{16}$  neutrones  $m^{-2}$ ), a temperatura de nitrógeno líquido, se observa que la TCRC medida a 77K cambia su valor de 0,20 MPa, antes de la irradiación, a 8 MPa, luego de la misma; lo que significa un incremento de aproximadamente 40 veces el valor inicial [19].

Las primeras mediciones de la dependencia de la TCRC con la dosis neutrónica fueron realizadas por Blewitt y col. [64-66] en cobre, a partir del año 1950. Midieron la TCRC ( $\sigma_I$ ) a 4,2 K, 77K y 300 K, luego de irradiar las muestras con dosis neutrónicas ( $\phi t_I$ ) entre  $1 \times 10^{21}$  y  $1 \times 10^{24}$  neutrones  $m^{-2}$ , y encontraron que  $\sigma_I$  es una función lineal de  $(\phi t_I)^{1/3}$  y de  $T^{1/2}$ , donde T es la temperatura de medición. Seeger [39] mostró en 1958 que los datos de Blewitt se ajustan también a una dependencia lineal de  $\sigma_I$  con  $(\phi t_I)^{1/2}$ , y que además  $\sigma_I^{2/3}$  es una función lineal de  $T^{2/3}$ ; y propuso un modelo de barreras dispersas para explicar el endurecimiento producido por irradiación. Diehl y col. [56] realizaron en 1963 mediciones del endurecimiento inducido por irradiación neutrónica en cobre, a bajas temperaturas, y encontraron que se cumple la dependencia de la TCRC con la dosis propuesta por Seeger (Fig.1-6). Posteriormente, González [19,20,23] midió, "in situ", la dependencia de la TCRC (medida a 77K) con la dosis neutrónica, en monocristales de cobre (Fig.1-6), zinc (Fig.1-7) y magnesio (Fig.1-8), irradiados con dosis por debajo de  $1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido; y obtuvo en los tres casos una dependencia lineal de  $\sigma_I$  con  $(\phi t_I)^{1/2}$ .



(a)



(b)

Fig. 1-6. Dependencia de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_1$ ) con la dosis de neutrones rápidos ( $\phi t_1$ ) recibida por monocristales de cobre.  $T_i$ : temperatura de irradiación,  $T_d$ : temperatura de deformación. (a)  $\phi t_1 < 1 \times 10^{21} \text{ neutrones m}^{-2}$  [19,23]; (b)  $\phi t_1 > 1 \times 10^{19} \text{ neutrones m}^{-2}$  [56].

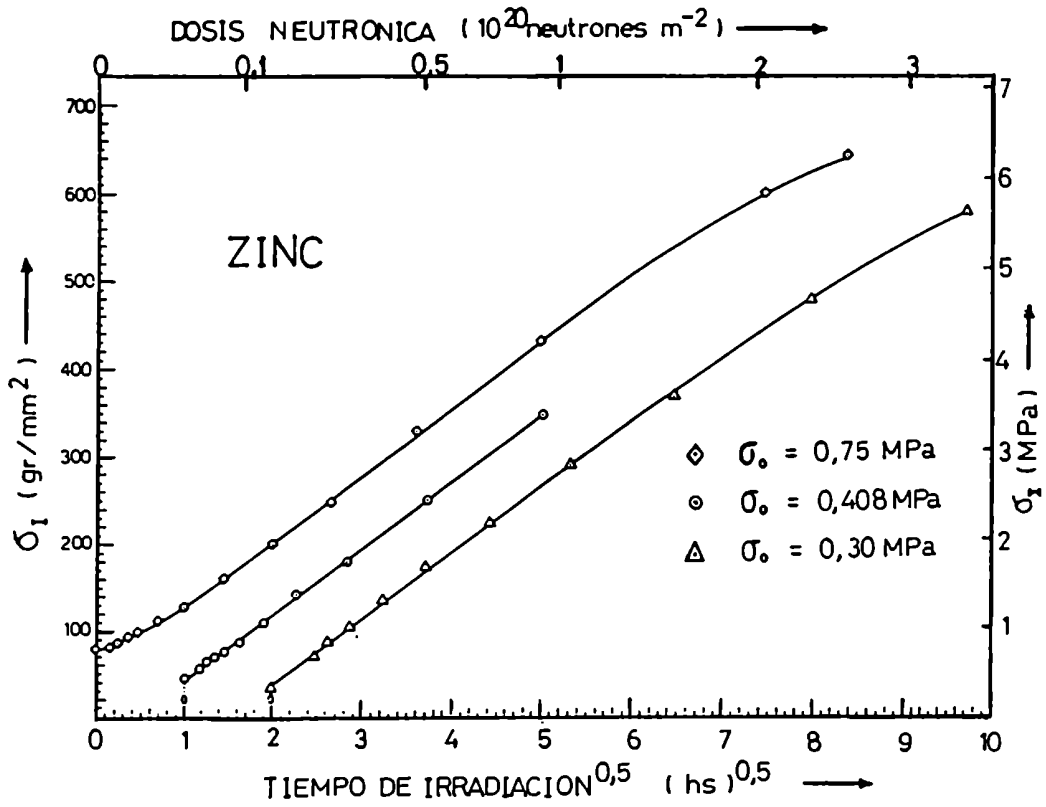


Fig. 1-7. Dependencia de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_1$ ) con la dosis de neutrones rápidos ( $\Phi t_1$ ) recibida por monocristales de zinc [19,23]. Temperatura de irradiación: 78-81 K, temperatura de deformación: 77 K.



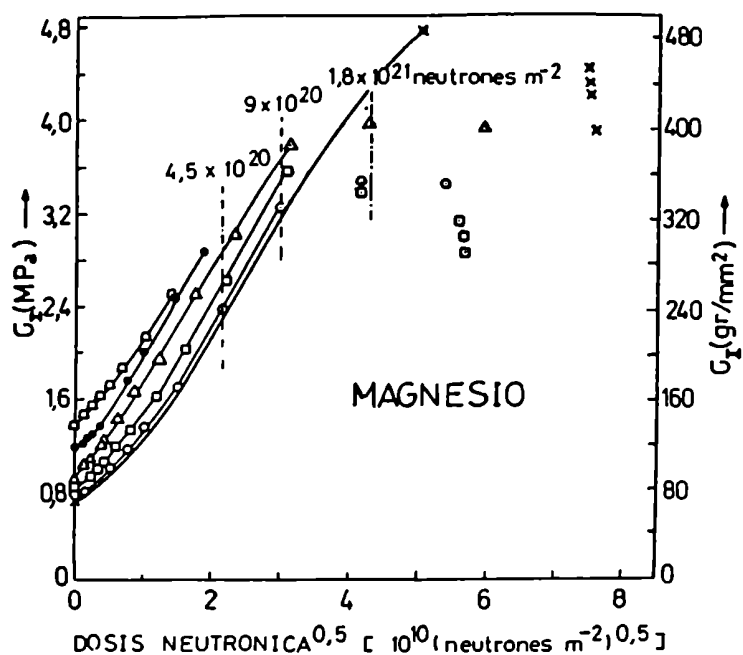


Fig. 1-8. Dependencia de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_I$ ) con la dosis de neutrones rápidos ( $\phi t_I$ ) recibida por monocristales de magnesio [19,20]. Temperatura de irradiación: 78-81 K, temperatura de deformación: 77 K.

Los resultados anteriores pueden escribirse como :

$$\sigma_I = g(\phi t_I) \cdot f(T) \quad (1.6).$$

Estos experimentos, y otros de MET como los realizados por Makin y col. [48,66] en cobre irradiado, sugieren que, a bajas temperaturas y a dosis relativamente bajas, los principales responsables del endurecimiento por irradiación neutrónica son los aglomerados de vacancias ( $< 5 \text{ nm}$ ) que provienen de las zonas diluidas. Estos aglomerados se comportan como barreras al movimiento de las dislocaciones. Bajo la influencia de una tensión aplicada, la li-

nea de una dislocación se curvará alrededor de los obstáculos o los cortará (Fig.1-9). En el primer caso el proceso será atómico [68], mientras que en el segundo la activación térmica jugará un rol importante [69]. En ambos casos, la TCRC de irradiación (como si los obstáculos estuvieran solos) será [70] :

$$\sigma_i = \alpha \frac{\mu b}{\ell} \quad (1.7)$$

donde  $\mu$  es el módulo de corte,  $b$  es el vector de Burgers de la dislocación,  $\ell$  es la distancia promedio entre las barreras medida sobre la dislocación, y  $\alpha$  es una constante que es una medida de la fuerza de los obstáculos en unidades de dos veces la tensión de línea:  $\mu b^2/2$ .

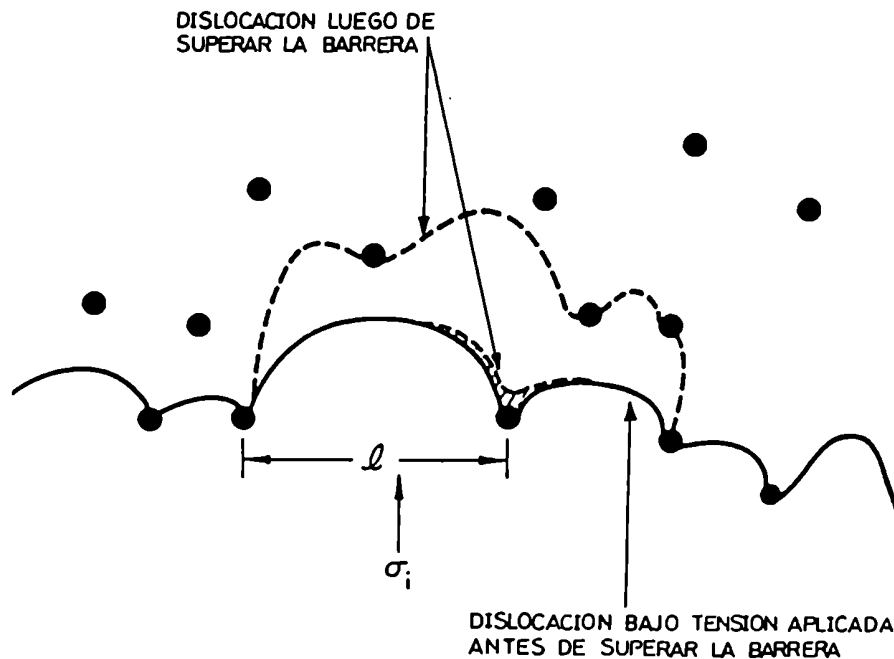


Fig. 1-9. Segmento de una dislocación en un campo de barreras dispersas, distribuidas al azar en su plano de deslizamiento [5].

Friedel [70] en 1956 dá la siguiente expresión para  $\lambda$  bajo tensiones moderadas:

$$\lambda = \left( \frac{\mu b}{d \rho_b \sigma_i} \right)^{1/3} \quad (1.8),$$

donde  $d$  es el diámetro promedio de las barreras y  $\rho_b$  es la densidad de barreras. De las ecuaciones (1.7) y (1.8) se obtiene :

$$\sigma_i = \alpha^{3/2} \mu b (\rho_b d)^{1/2} \quad (1.9).$$

Cuando no hay superposición de cascadas, es decir, a dosis neutrónicas bajas, se puede suponer:

$$\rho_b = \chi C \Sigma (\phi t_1) \quad (1.10),$$

donde  $\chi$  es el número de barreras por colisión elástica de un neutrón,  $C$  es la densidad de átomos,  $\Sigma$  es la sección eficaz de colisión elástica de un neutrón, y  $(\phi t_1)$  es la dosis de neutrones rápidos. En muchos metales, los efectos de saturación con la dosis recibida a bajas temperaturas se presentan por encima de  $2 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$ , al medir la variación de la resistividad eléctrica [71]; en cambio, en mediciones del endurecimiento con la dosis neutrónica, los efectos de saturación se observan a partir de  $5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  [19,20,23,56]. De las ecuaciones (1.9) y (1.10) resulta para dosis bajas :

$$\sigma_i \propto (\phi t_1)^{1/2} \quad (1.11),$$

en coincidencia con los resultados experimentales.

La tensión de irradiación se adiciona algebraicamente con la componente atómica de la TCRC inicial ( $\sigma_0$ ), pero no es exactamente aditiva con su otra componente que corresponde a mecanismos térmicamente activados [19,23].

### 1.2.2. Inestabilidad con la deformación post-irradiación de los aglomerados de defectos puntuales producidos por irradiación

Un fenómeno relacionado con la interacción entre las dislocaciones y los defectos producidos por irradiación, es la desaparición de parte de estos defectos cuando una dislocación pasa por un plano de deslizamiento, facilitando el pasaje de otra dislocación por el mismo plano. Este proceso se repite y hace que la mayor parte de los defectos, que se encuentran en una banda angosta de deformación, desaparezcan. Esto dá lugar a una avalancha de dislocaciones, canalizada en una banda, hasta que los mecanismos de endurecimiento con la deformación dificultan su movimiento, y el proceso se repite en una región vecina. Es así que cuando se produce este fenómeno, la deformación es considerablemente más localizada. Blewitt y col. [55] observaron que la deformación plástica en monocristales de cobre irradiados era inhomogénea, y que se caracterizaba por la formación de bandas de deslizamiento muy gruesas donde la deformación es importante, separadas por regiones sin deformar. En contraste con ésto, la distribución de líneas de deslizamiento en monocristales de cobre sin irradiar es homogénea.

La formación de canales libres de defectos por el pasaje de dislocaciones se presenta tanto en metales irradiados como templados, cualquiera sea su estructura cristalina [72]. La presencia de estos canales ha sido observada por MET en metales como cobre [61,62], molybdeno [73] y niobio [74]. En la Fig.1-10 se pueden observar, en varias micrografías obtenidas por Sharp [61,62] en cobre irradiado con neutrones rápidos y luego deformado a temperatura ambiente, canales libres de defectos correspondientes a dos sistemas de deslizamiento. La correspondencia entre las líneas de deslizamiento y los canales libres de defectos fué establecida por Sharp, mediante la preservación de los contornos de la superficie al preparar las láminas delgadas que observó por MET (Fig.1-11). Además, estableció que se incrementa la de-

formación por plano de deslizamiento activado, cuando se forman estos canales.

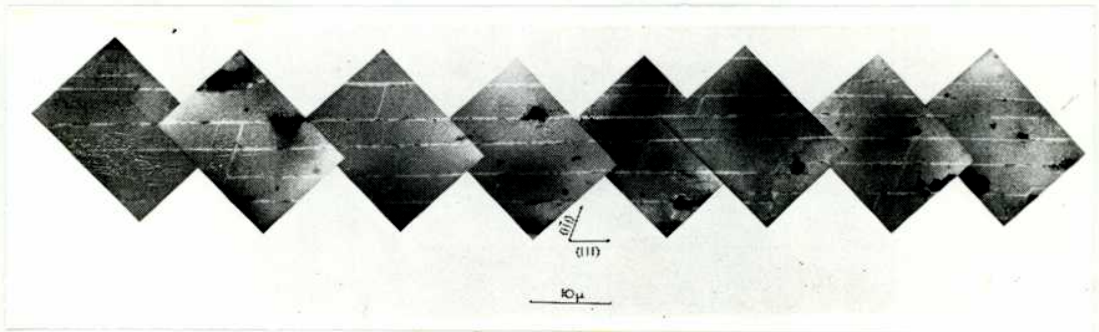


Fig. 1-10. Canales libres de defectos en un monocristal de cobre irradiado con una dosis de neutrones rápidos de  $1 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$  y deformado a temperatura ambiente (elongación 4 %). Sección  $[101]$ . Las flechas indican las trazas de los planos primarios  $(111)$  y de deslizamiento cruzado  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$   $[61]$ .

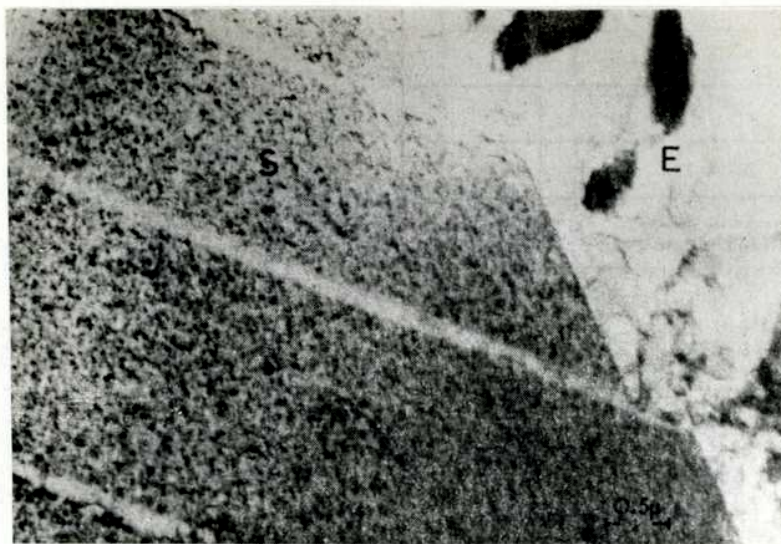


Fig. 1-11. Correspondencia entre líneas de deslizamiento en la superficie y canales libres de defectos, en cobre irradiado con neutrones rápidos y luego deformado. La superficie de la muestra (S) fué sometida a un plateado electrolítico (E) luego de la deformación, antes de preparar la lámina delgada que se observó con un microscopio electrónico de transmisión [62].

El ablandamiento con la deformación y la disminución de la deformación macroscópica a la fractura, como resultado de la inestabilidad de los defectos producidos por irradiación, se presentan en forma muy pronunciada en algunos metales. Un ejemplo interesante de ablandamiento con la deformación plástica es el que presentan monocristales de magnesio irradiados con dosis mayores que  $1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , y deformados en nitrógeno líquido. En este caso, se observan caídas de la tensión muy importantes, cada una de las cuales está asociada con la formación de por lo menos un nuevo paquete de líneas de deslizamiento en la superficie de los cristales, sin que se modifique la deformación macroscópica a la fractura [18-21]. En cambio, en monocristales de zinc irradiados con las mismas dosis neutrónicas, y deformados también en nitrógeno líquido, la fractura se produce luego de una deformación plástica macroscópica prácticamente indetectable [19, 23, 25].

### 1.3. Recuperación del daño por radiación en metales

Cuando un sólido contiene una concentración de defectos en exceso respecto del equilibrio, entonces, si las condiciones lo permiten, estos defectos reaccionarán de modo de reducir la energía libre del sólido. El decaimiento inducido por temperatura, de la variación de una propiedad debida a la presencia de defectos, se conoce generalmente como recuperación.

Los estudios de recuperación constituyen una herramienta muy útil para entender daño por radiación en metales. Existen dos tipos de estudios de recuperación: los isócronos y los isotérmicos. Los estudios isócronos consisten en medir el cambio de una propiedad física en función de la temperatura de recocido, luego de realizar pulsos de recocido de la misma duración. Los estudios isotérmicos se basan también en medir la variación de una propiedad física, pero en este caso en función del tiempo de recocido a una misma temperatura. En metales con estructuras c.c.c. y c.c. se han realizado gran cantidad de estudios de recuperación del daño por radiación; mientras que estos estudios en metales con estructura h.c. son menos numerosos.

A partir de los datos de recuperación de la resistividad eléctrica en metales irradiados, se han establecido etapas de recuperación, que corresponden a migraciones y recombinación de los defectos puntuales presentes en diferentes configuraciones espaciales. En la Fig.1-12 se tiene una curva esquemática del recuperado isócrono de la resistividad eléctrica, en la que se indican las etapas de recuperación correspondientes a la mayoría de los metales irradiados con neutrones rápidos. La importancia de cada etapa en un metal, así como sus límites y la aparición de subetapas, dependen tanto del tipo y temperatura de irradiación, como de la dosis recibida por la muestra y la propiedad física medida. En las Figs.1-13, 1-14 y 1-15 se encuentran varios recuperados isócronos de la resistividad eléctrica, obtenidos en zinc irradiado a temperatura de helio líquido (4,2-4,5K), con electrones, partículas  $\alpha$  y neu-

trones energéticos, respectivamente. La comparación de los resultados que se encuentran en estas tres figuras, dá una idea de las diferencias que existen entre los daños producidos al irradiar un metal con distintas partículas energéticas, así como al variar la dosis recibida por el mismo. Las diferencias de sensibilidad que presentan las mediciones de la resistividad eléctrica, la TCRC y el parámetro  $c$ , en cada una de las etapas de recuperación en zinc irradiado con neutrones rápidos (ver Figs. 1-15 y 1-16), son una prueba de la necesidad de utilizar diversas técnicas para estudiar los procesos responsables de la recuperación del daño por radiación.

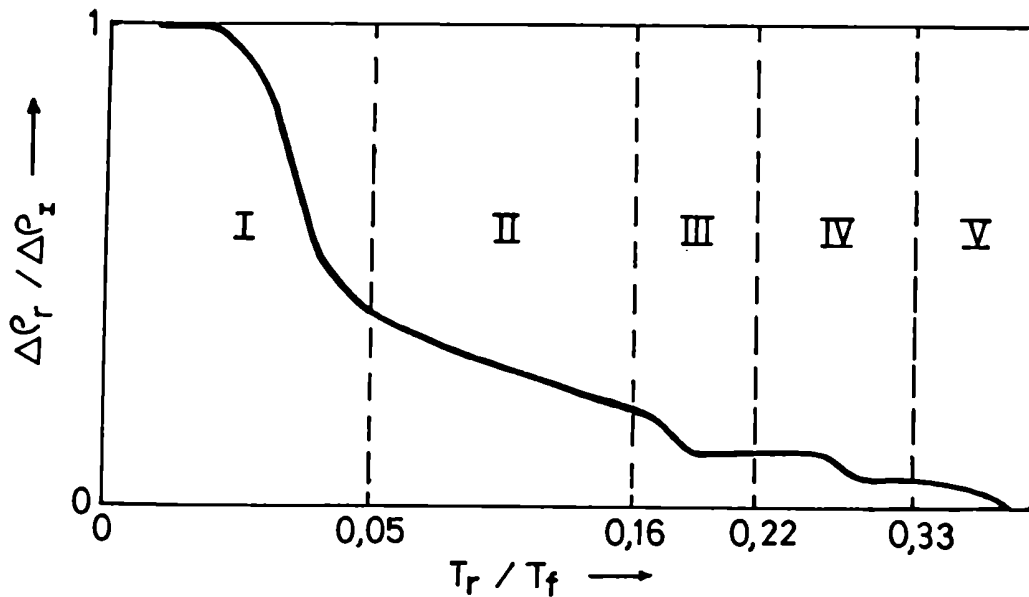


Fig. 1-12. Curva esquemática del recuperado isócrono de la resistividad eléctrica, en la que se indican las etapas de recuperación del daño por radiación que corresponden a gran parte de los metales.  $T_f$ : temperatura de fusión del metal. [7]



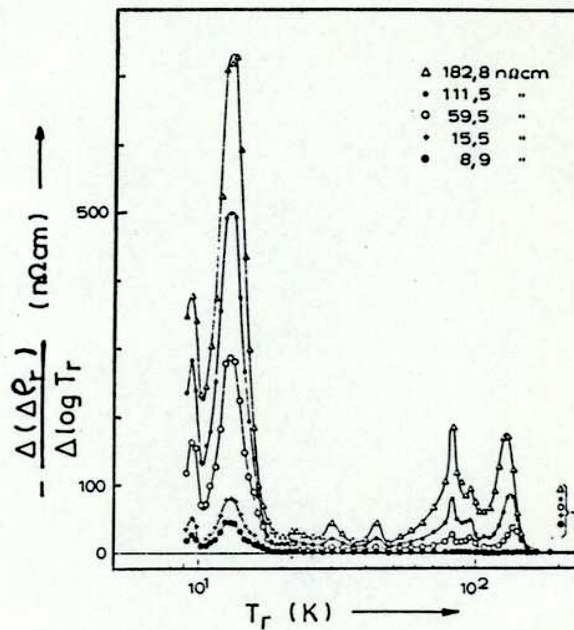
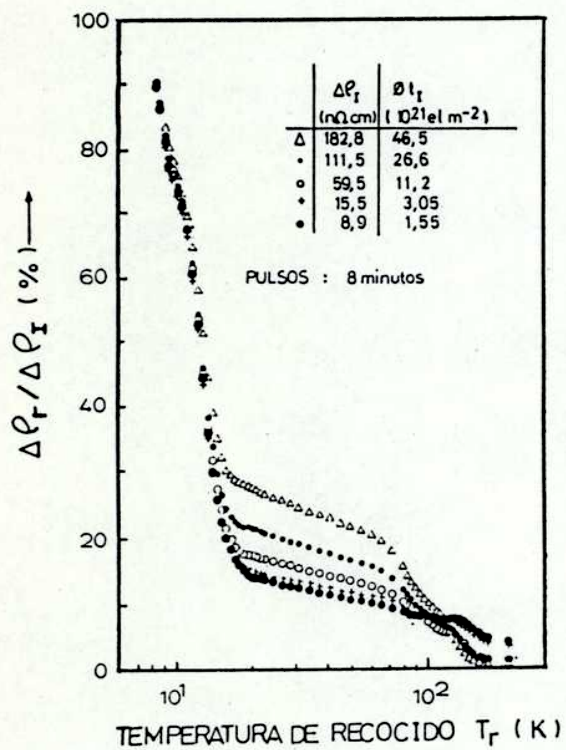


Fig. 1-13. Recuperado isócrono de la resistividad eléctrica de zinc irradiado a temperatura de helio líquido (4,2-4,5 K) con electrones de 2,5 MeV [75].

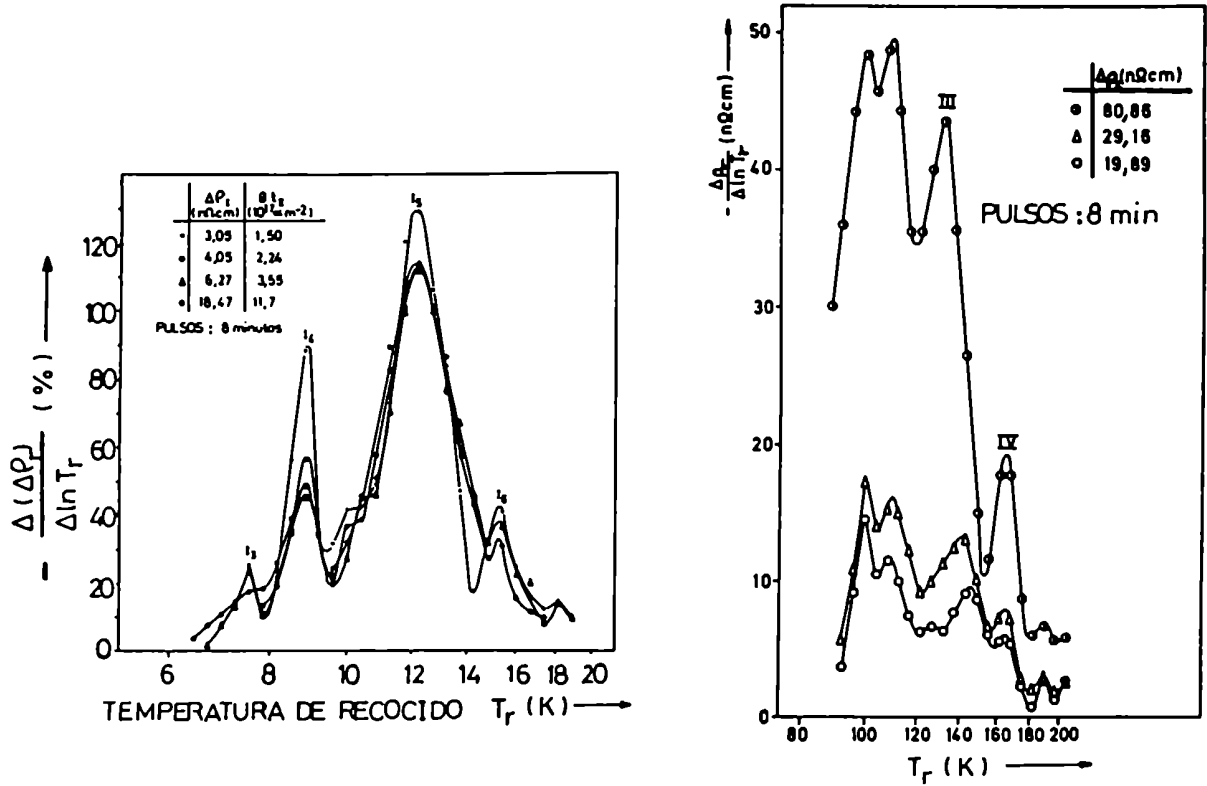


Fig. 1-14 Recuperado isócrono de la resistividad eléctrica de zinc irradiado en helio líquido (4,2-4,5 K) con partículas  $\alpha$  de 6,1 MeV [76,77] .

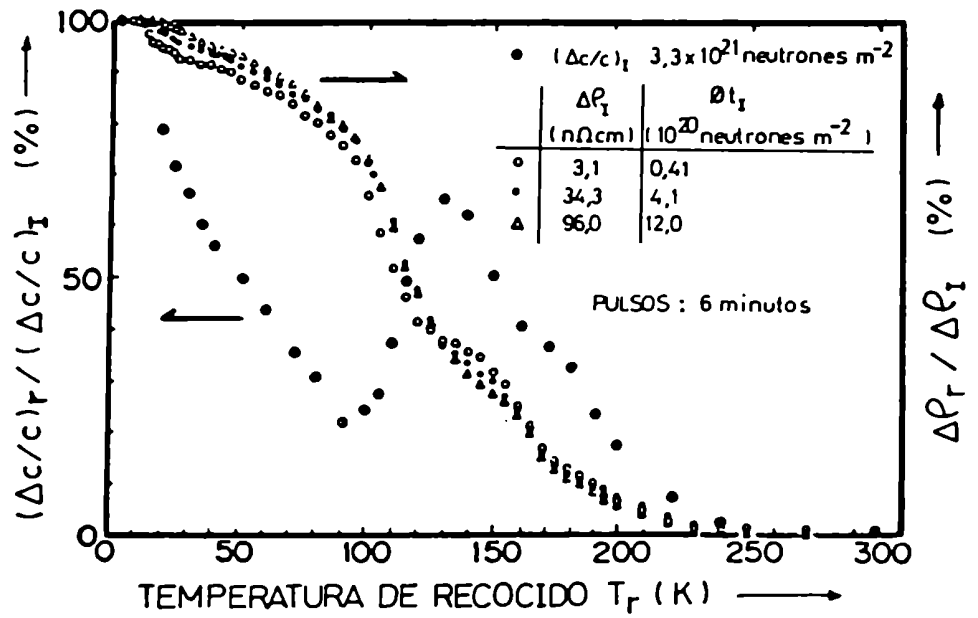
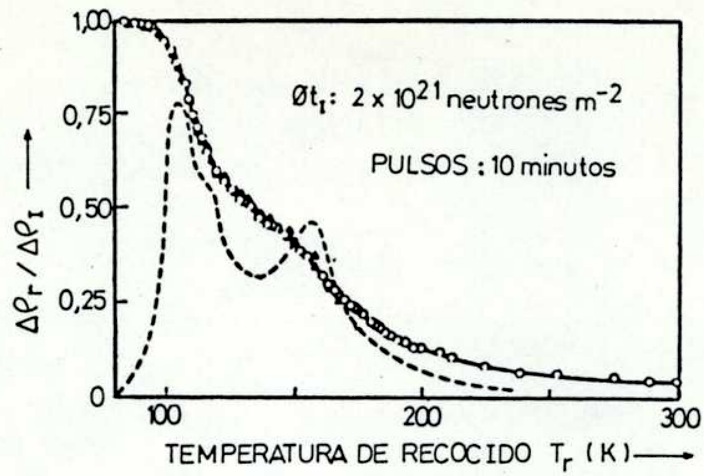
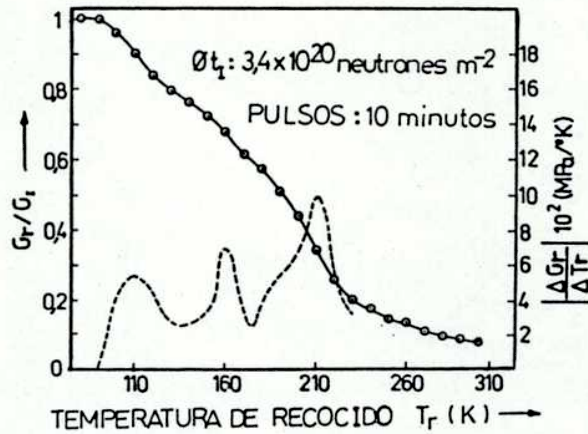


Fig. 1-15. Recuperado isócrono de la resistividad eléctrica de zinc irradiado a temperatura de helio líquido (4,2-4,5 K) con neutrones rápidos ( $E > 0,1$  MeV) [78].



(a)



(b)

Fig. 1-16. Recuperación del daño por radiación en zinc irradiado con neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido (78-81 K): (a) mediciones de la resistividad eléctrica a temperatura de nitrógeno líquido [79]; (b) mediciones de la tensión crítica resuelta de corte a 77 K [24,25].

En mediciones de la resistividad eléctrica en zinc irradiado con electrones de 2,5 MeV a 4,5 K [75] se observan tres etapas de recuperación: la etapa I (4 a 20 K) con una subetapa  $I_E$  que depende de la dosis recibida; la etapa II (20 a 105 K) con subetapas en 85 K y 98 K; y por último la etapa III (105 a 160 K) que también depende de la dosis (Fig.1-13). El estudio de la etapa I en zinc irradiado con partículas  $\alpha$  de 6,1 MeV a 4,2 K [77], midiendo la resistividad eléctrica, presenta subetapas (Fig.1-14), pero ninguna de ellas tiene una dependencia con la dosis, como ocurre con la subetapa  $I_E$  en cobre irradiado [80,81]. En el caso de zinc irradiado con neutrones rápidos a 5 K [78], la etapa I es prácticamente inexistente si se la compara con la de zinc irradiado con electrones (ver Fig.1-13 y Fig.1-15). Los resultados disponibles sugieren la ausencia de migración de intersticiales en la etapa I de zinc irradiado con neutrones rápidos [78] y con partículas  $\alpha$  [77]; en tanto que en zinc irradiado con electrones energéticos hay evidencias de migración de largo alcance de los intersticiales en esta etapa, sin que se haya podido establecer si se trata de una migración tridimensional o unidimensional [75,82].

En la tabla 1.2 se encuentran valores de energía de activación, obtenidos en zinc irradiado con neutrones rápidos [78] y con partículas  $\alpha$  [76,77] midiendo la resistividad eléctrica, que corresponden a las etapas III y IV de recuperación. Otros experimentos de recuperación realizados en zinc templado [83], han dado un valor de  $(0,44 \pm 0.03)$  eV para la energía de migración de vacancias ( $E_m^V$ ). Este valor de energía de migración es consistente con evaluaciones realizadas en base a mediciones efectuadas a alta temperatura [80] :  $E_{mB}^V = 0,43$  eV (migración fuera del plano basal) y  $E_{mA}^V = 0,51$  eV (migración en el plano basal). Estos trabajos sugieren que la etapa III en zinc se debe a la migración de cierto tipo de intersticiales, muy probablemente intersticialidades, y que la etapa IV es debida a la migración de vacancias. Esta interpretación de las etapas III y IV en zinc, así como la ausencia de evidencias de migración de intersticiales en la etapa I para el caso de irradiaciones con neutrones y con partícu-

las  $\alpha$ , están en concordancia con el modelo de dos intersticiales (2i) que sostiene Seeger [80], y no así con el modelo que interpreta a las reacciones de los defectos en metales irradiados en términos de una sola configuración de defectos intersticiales que migra en la etapa I (modelo de un intersticial (1i) [81]).

Tabla 1.2

Valores de energía de migración de defectos ( $E_m$ ), obtenidos a partir de mediciones de la resistividad eléctrica en zinc irradiado con diferentes partículas energéticas.

Etapa	Temperaturas de recocido (K)	$E_m$ (eV)	Tipo de radiación
III	90 - 120	$0,20 \pm 0,02$	Neutrones rápidos [79]
	122 - 136	$0,35 \pm 0,02$	Partículas $\alpha$ [76,77]
	136 - 143	$0,37 \pm 0,02$	
	143 - 150	$0,39 \pm 0,02$	
IV	150 - 170	$0,50 \pm 0,03$	Neutrones rápidos [79]
	157 - 165	$0,46 \pm 0,03$	Partículas $\alpha$ [76,77]

La controversia existente en la interpretación del daño por radiación se puede resumir de la siguiente manera [80] :

- El modelo de 1i atribuye la etapa III, en todos los metales, a la migración de vacancias. En contraste, el modelo de 2i considera que no es posible explicar la etapa III, en todos los metales, en términos de la migración de las vacancias, y que en la mayoría

de ellos, esta etapa se debe a la migración de intersticiales.

- En ciertos aspectos el modelo de  $2i$  es una generalización del modelo de  $1i$ , al que comprende como un caso especial; mientras que en otros aspectos, los dos modelos se contraponen. Un ejemplo de esto es que ambos modelos coinciden en que la intersticialidad en la dirección  $\langle 100 \rangle$ , en los metales con estructura c.c.c., es una configuración estable, pero difieren en forma considerable en su energía de migración.

- Si bien en numerosas situaciones, los procesos físicos postulados por los dos modelos son radicalmente diferentes, sus predicciones de fenómenos observables no lo son.

De todas las etapas de recuperación, la que menos dificultad presenta para su interpretación es la etapa V. Esta se puede explicar en términos de la disociación de aglomerados de vacancias y de intersticiales, seguida de la aniquilación de vacancias e intersticiales. La etapa V concluye con la remoción de todo el daño producido por irradiación. La etapa II no se presenta en general en metales de alta pureza, mientras que se acentúa en metales impuros. Se la atribuye a la liberación de intersticiales atrapados en impurezas.

#### 1.4. Plan de trabajo

El trabajo se divide en las siguientes partes :

- Estudio de los efectos de la radiación neutrónica en las propiedades mecánicas del zinc (comportamiento plástico, tipo de deformación, tipo de fractura).
- Estudio de los efectos de la radiación neutrónica en las propiedades mecánicas del magnesio (comportamiento plástico, tipo de deformación).
- Evaluación del tamaño de las barreras responsables del endurecimiento por irradiación neutrónica en zinc. Estudio de la interacción de estas barreras con las dislocaciones.
- Estudio de la recuperación del daño por radiación en zinc . Obtención de valores de energía de activación, asociados con las etapas III, IV y V de recuperación del daño en zinc, utilizando técnicas de plasticidad.

Las tareas que comprende este trabajo se realizaron en la División Daño por Radiación del Departamento de Materiales de la CNEA. El trabajo forma parte de un programa de investigación del daño por radiación en metales, en especial en aquellos con estructura h.c., que se inició hace unos años en la CNEA [14,15,18-21, 23-29]. Las irradiaciones de los cristales estudiados se llevaron a cabo en el criostato a nitrógeno líquido que se encuentra instalado en el reactor RA-1 de la CNEA [27].



## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se utilizaron monocristales de zinc y monocristales de magnesio, en ambos casos de alta pureza, crecidos con forma de probetas de tracción. Los cristales fueron irradiados a temperatura de nitrógeno líquido (78-81 K) en el criostato instalado en el reactor RA-1 de la CNEA. Las probetas de zinc recibieron dosis de neutrones rápidos de hasta  $3 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , y las de magnesio recibieron dosis de hasta  $1,2 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$ . Una vez irradiados, los cristales fueron almacenados en nitrógeno líquido durante una semana para permitir que decaiga su actividad. Luego, se los sometió a tracción uniaxial en nitrógeno líquido (77K). Las probetas de magnesio y una parte de las de zinc fueron traccionadas hasta rotura, y en algunas de ellas se siguió con microscopio óptico la formación de líneas de deslizamiento en su superficie. Otra parte de los cristales de zinc fué utilizada para realizar estudios de recuperación, para lo cual las probetas fueron recocidas a bajas temperaturas ( 80-300 K ) y se midió su TCRC a 77 K entre pulsos de recocido.

### 2.1. Crecimiento de probetas monocristalinas de zinc y de magnesio

Se crecieron monocristales de zinc y de magnesio con forma de probetas de tracción, en atmósfera de argón puro, mediante una técnica de Bridgman modificada [19-21,23-25]. Las probetas de zinc fueron preparadas con material de alta pureza provisto en forma de barras por Johnson-Matthey (99,9993%) y por Koch Light Laboratories (99,9999%). Para las probetas de magnesio, se emplearon granallas de este metal de alta pureza (99,9942%), provistas por Johnson-Matthey. Se utilizaron crisoles fabricados con grafito de alta pureza y grano fino, lo que permite un buen acabado superficial de las probetas, que fueron maquinados en dos mitades. El crecimiento se realizó con el crisol inclinado, formando un ángulo de 60°

con el plano horizontal, y con un horno cuyo gradiente era de 20K/cm en la zona a la temperatura de fusión del metal (692K en el caso del zinc, y 924K en el del magnesio), al que se hizo avanzar a una velocidad de 2,2 cm/h. Luego de concluir cada crecida, los monocristales fueron colocados en una cama de lucite y se los separó utilizando una sierra ácida. Los cristales de zinc fueron pulidos en una solución preparada con:

200 gr de  $\text{CrO}_3$   
10 gr de  $\text{SO}_4\text{Na}_2$   
85  $\text{cm}^3$  de  $\text{NO}_3\text{H}$   
1000  $\text{cm}^3$  de  $\text{H}_2\text{O}$  ,

y los cristales de magnesio fueron pulidos en una solución a 4°C de:

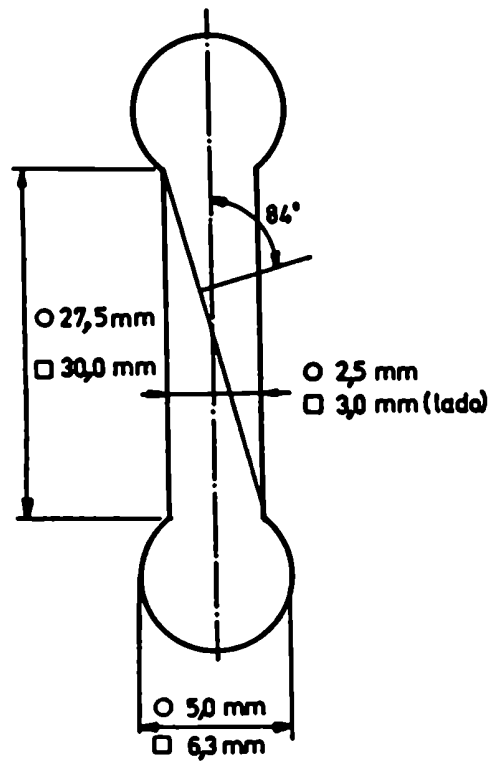
70  $\text{cm}^3$  de alcohol  
30  $\text{cm}^3$  de  $\text{NO}_3\text{H}$  .

En ambos metales se obtuvo una superficie espejada, que permitió observar las líneas de deslizamiento con nitidez.

Se prepararon dos tipos de probetas (Fig.2-1): unas de sección cuadrada de 3 mm de lado y 30 mm de largo, y otras cilíndricas de 2,5 mm de diámetro y 27,5 mm de largo. En ambos casos las probetas fueron crecidas con cabezas esféricas de 6,35 y 5 mm de diámetro, respectivamente. El área de la sección transversal del cuerpo de los cristales se determinó con un error del 7 %.

En el crecimiento de los monocristales de zinc se utilizaron semillas con diferentes orientaciones cristalográficas. Las orientaciones de estas semillas fueron elegidas tomando en consideración las propiedades mecánicas de zinc descritas en la literatura [84-88]. La determinación de las orientaciones cristalográficas de los monocristales se realizó mediante la técnica de Laue [89] con un error de  $\pm 1^\circ$ .

La tensión crítica resuelta de corte (medida a 77K) de los monocristales crecidos fué de 0,2 a 0,4 MPa en el caso de los de zinc, y de alrededor de 1,30 MPa en los de magnesio.



- $\circ$  Sección circular
- $\square$  Sección cuadrada

Fig. 2-1. Probeta de tracción.

## 2.2. Irradiaciones con neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido

Las irradiaciones se realizaron a temperatura de nitrógeno líquido (78-81 K), en la facilidad criogénica instalada en el reactor de agua liviana RA-1 de la CNEA [27]. Una vez irradiados los cristales, se los retiró del criostato y se los almacenó en nitrógeno líquido durante una semana para permitir que decaiga su actividad.

El RA-1 es un reactor heterogéneo. Consiste de una serie de elementos combustibles sumergidos en un tanque con agua liviana, y grafitos en su parte central y exterior. El agua liviana es el medio moderador, mientras que los grafitos son medios reflectores. El control de la potencia del reactor se realiza con cuatro barras de cadmio.

El tubo de irradiación del criostato es de aluminio, y se encuentra instalado en el reactor de modo que se puedan colocar las muestras entre los elementos combustibles, a una distancia de 1 mm de los mismos y a la altura de su punto medio (Fig.2-2). A las muestras llega un espectro de fisión bastante puro, al que se suman los neutrones provenientes de los elementos combustibles más alejados que han sido moderados. En la zona donde se colocan las muestras, la distribución del flujo de neutrones rápidos (energía mayor que 0,5 MeV) es constante. La relación entre el flujo de neutrones rápidos y el flujo de neutrones térmicos en esta zona es 1,27, mientras que en el reflector central es 0,7. El flujo de neutrones rápidos en el criostato se determinó a partir de la TCRC a 77 K de monocristales de zinc irradiados. Para realizar tal determinación, se comparó la TCRC, medida como función del tiempo de irradiación, con las curvas de tensión crítica de corte vs. dosis neutrónica del zinc que se encuentran publicadas [19,23].

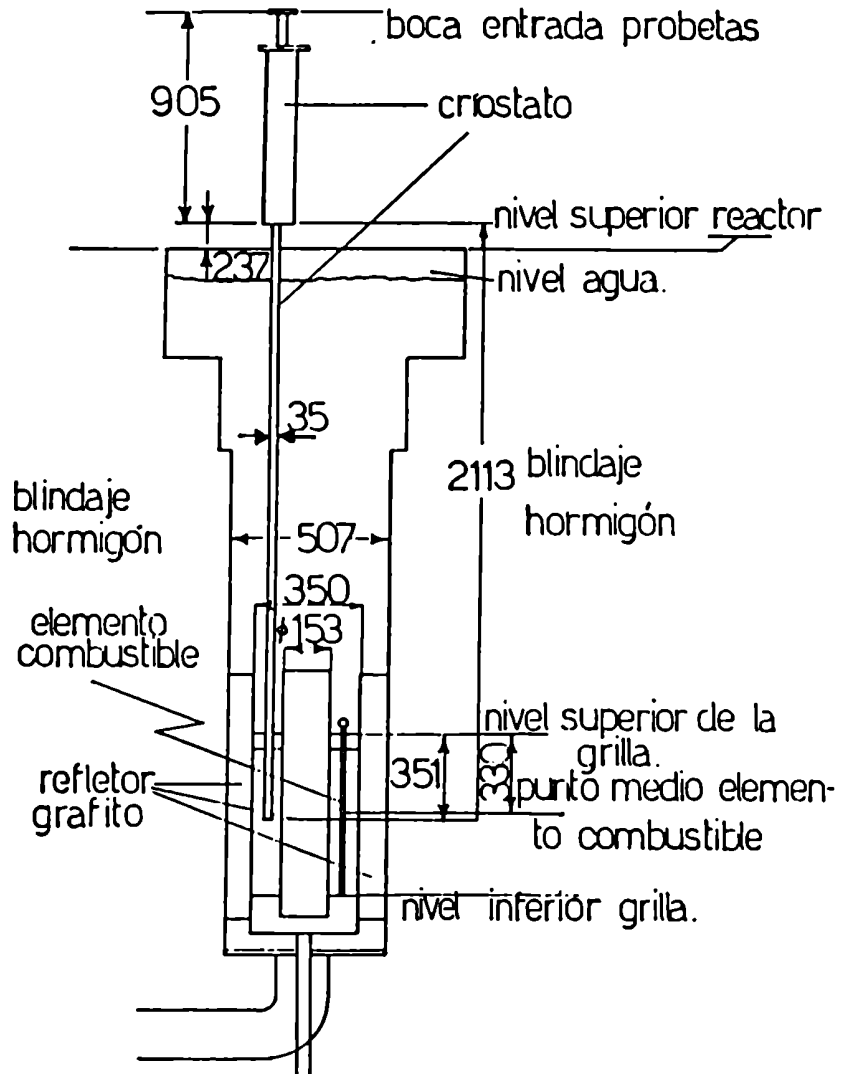


Fig. 2-2. Vista en corte del reactor RA-1 de la CNEA, donde se puede apreciar la ubicación del criostato a nitrógeno líquido instalado en él.

El nivel del flujo de neutrones rápidos del reactor en el criostato fué de  $1 \times 10^{16}$  neutrones  $m^{-2} \text{seg}^{-1}$  en todas las irradiaciones realizadas (corresponde a una potencia del reactor de 40 kW).

El criostato es básicamente un condensador a reflujo. Su esquema se encuentra en la Fig. 2-3.

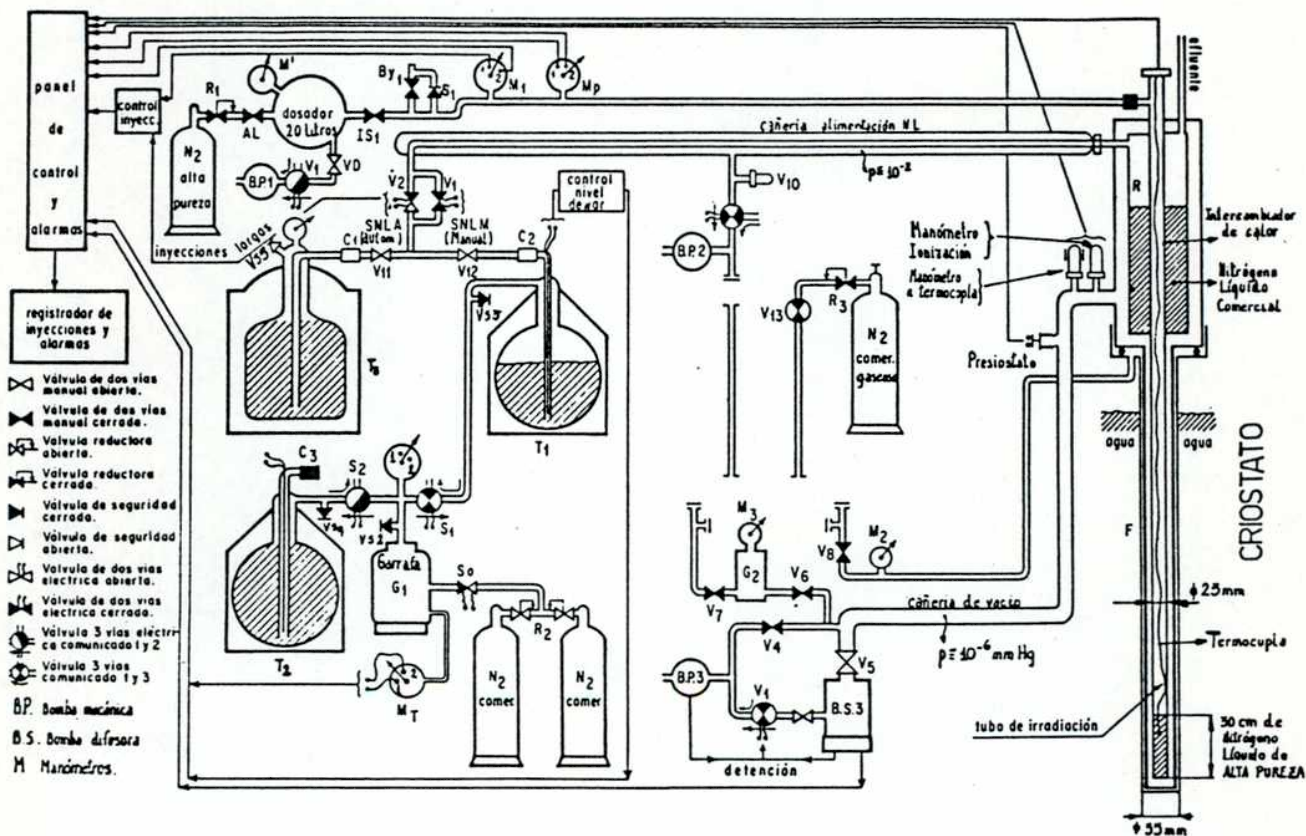


Fig. 2-3. Esquema del criostato a nitrógeno líquido instalado en el reactor RA-1 de la CNEA.

Una vez colocadas las muestras, se hace vacío en el tubo de irradiación y se inyecta nitrógeno gaseoso de alta pureza. Este nitrógeno se condensa en un intercambiador con nitrógeno líquido comer -

cial que se encuentra por encima del reactor. Es de gran importancia que la concentración de oxígeno dentro del tubo de irradiación sea baja, porque de no ser así se puede llegar a producir una explosión en el criostato [19]. Para evitar accidentes, el criostato cuenta con diversas alarmas y sistemas de seguridad [27].

### 2.3. Ensayos de tracción uniaxial a 77 K

Las probetas fueron sometidas a ensayos de tracción uniaxial en una máquina de ensayos universales marca Instron (Modelo TTM). Las tracciones se realizaron en forma invertida, con una velocidad del cabezal de  $3,3 \mu\text{m seg}^{-1}$ . El montaje y la deformación de cada probeta se realizaron de modo que ésta permaneciese en todo momento sumergida en nitrógeno líquido (77 K). Para facilitar la colocación de las mordazas en nitrógeno líquido, las mismas fueron diseñadas y fabricadas especialmente para este trabajo ( Fig.2-4 y Fig.2-5).

La máxima carga que se puede medir en el equipo de tracción utilizado está limitada por la celda de carga, que en este trabajo fué de  $100 \text{ kg}^{\rightarrow}\text{r}$ , y por la escala (desde 0,2 hasta  $100 \text{ kg}^{\rightarrow}\text{r}$  para la celda de  $100 \text{ kg}^{\rightarrow}\text{r}$ ). La sensibilidad de cada escala es : carga máxima de la escala / 100. La carga aplicada se graficó en función del tiempo en un registrador con velocidad de papel variable entre 1 y 1000 mm/min.



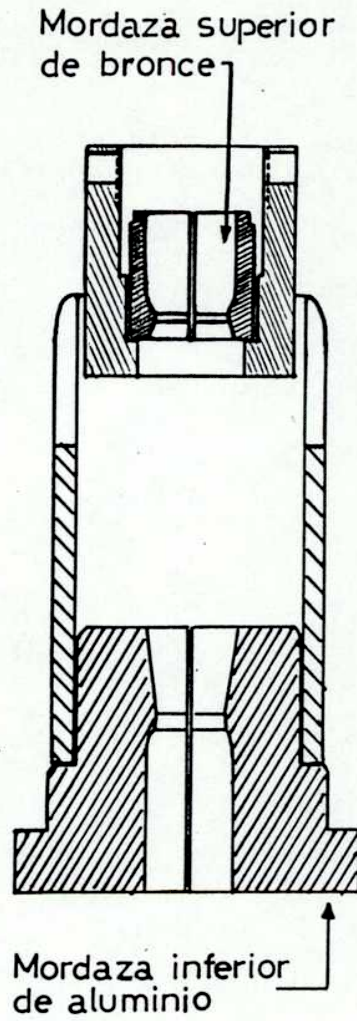


Fig. 2-4. Esquema de las mordazas utilizadas para traccionar las probetas en nitrógeno líquido.

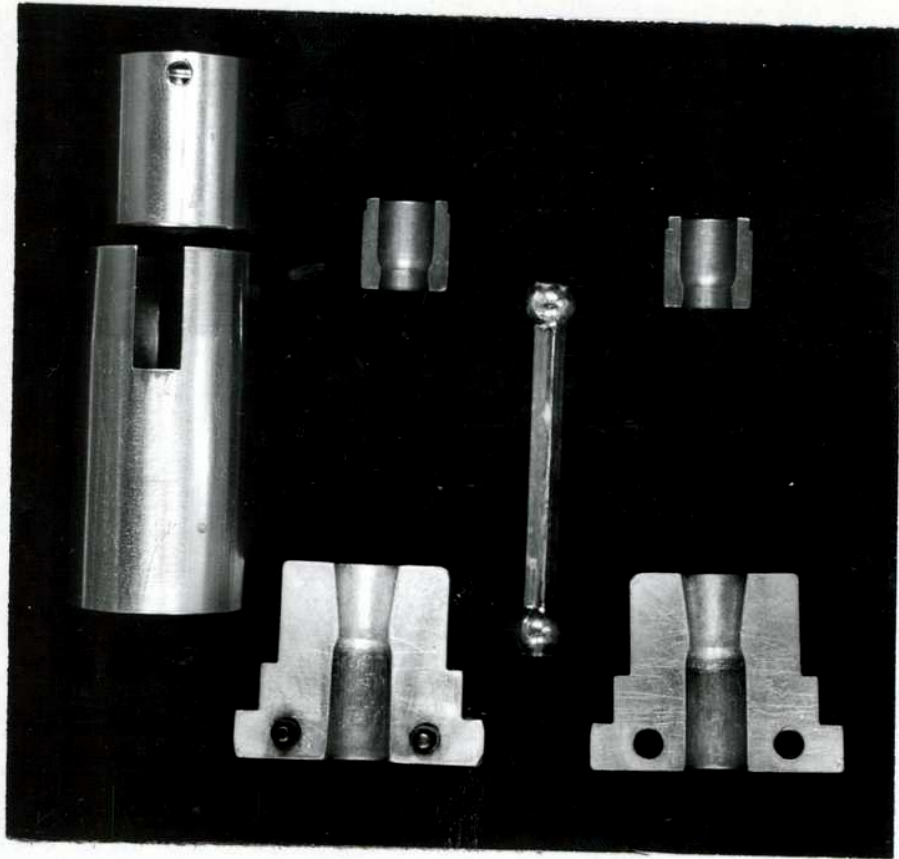


Fig. 2-5. Probeta monocristalina de zinc y mordazas utilizadas para su tracción.

#### 2.4. Seguimiento de la formación de líneas de deslizamiento en la superficie de monocristales de zinc y de magnesio

Se realizó la observación con microscopio óptico de las líneas de deslizamiento en la superficie de monocristales de zinc y de magnesio, deformados a 77 K luego de ser irradiados en nitrógeno líquido, y se obtuvieron fotomicrografías. Las observaciones se hicieron con los cristales sumergidos en nitrógeno líquido, para evitar que se modificase el estado de defectos por medio de procesos termicamente activados. Se obtuvieron buenas imágenes con un aumento de 90x, cuando el espesor del nitrógeno líquido sobre la superficie observada fué inferior a 3 mm.

#### 2.5. Recocidos a bajas temperaturas de monocristales de zinc

Para recocer las probetas de zinc se utilizó un equipo cuyo esquema se encuentra en la Fig.2-6. En este equipo, la capacidad calorífica del bloque de cobre es muy grande en comparación con la de la probeta, de modo que la introducción de ésta no modifica apreciablemente la de temperatura del mismo. La temperatura del bloque de cobre se regula mediante la combinación de los efectos producidos al verter nitrógeno líquido y al hacer circular corriente por el alambre calefactor que se encuentra en el interior del bloque. El control de la corriente que circula por el alambre calefactor se realiza con un regulador de temperatura marca Eurotherm, al que llega la señal de una termocupla de Chromel-Alumel, envainada en acero inoxidable, ubicada en el bloque de cobre. Antes de cada pulso de recocido, se coloca a la probeta entre dos piezas de cobre, y luego se las introduce en un tubo de cobre. Las piezas de cobre cumplen la función de mejorar la conductividad térmica entre la probeta y el bloque de cobre. Solidaria a una de las piezas de cobre, se encuentra una termocupla de Chromel-Alumel envainada en acero inoxidable, cuya señal se hace llegar al regulador durante el pulso de recocido.

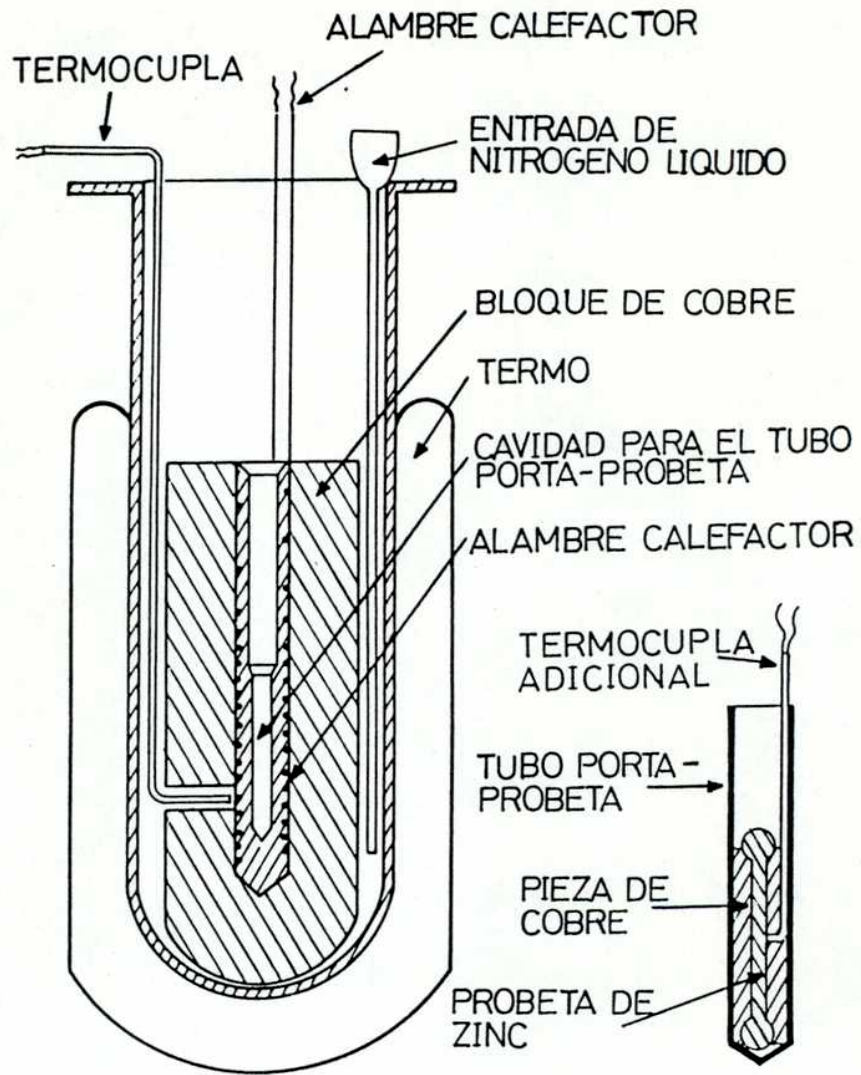


Fig. 2-6. Diagrama esquemático del sistema de recocido; La temperatura del bloque de cobre se regula mediante los efectos combinados de hacer circular corriente por el alambre calefactor e inyectar nitrógeno líquido.

El pulso de recocido presenta un tiempo de demora en llegar a la temperatura de recocido. Se eligió como tiempo de recocido  $t_r = 0$  al instante en que la probeta llega a una temperatura que está 2,5 K por debajo de la temperatura de recocido. Los errores con que se midieron la temperatura y el tiempo de recocido fueron de  $\pm 0,25$  K y  $\pm 20$  seg, respectivamente.

Luego de cada pulso de recocido, la probeta de zinc fué montada en la máquina de tracción y se midió su TCRC a 77 K. El montaje de la probeta se realizó en nitrógeno líquido. Dado que en una secuencia de recocido se utiliza siempre el mismo espécimen, la deformación plástica introducida en cada medición de la TCRC fué tan pequeña como fué posible (elongación:  $\frac{\Delta l}{l_0} \sim 10^{-3}$ ).

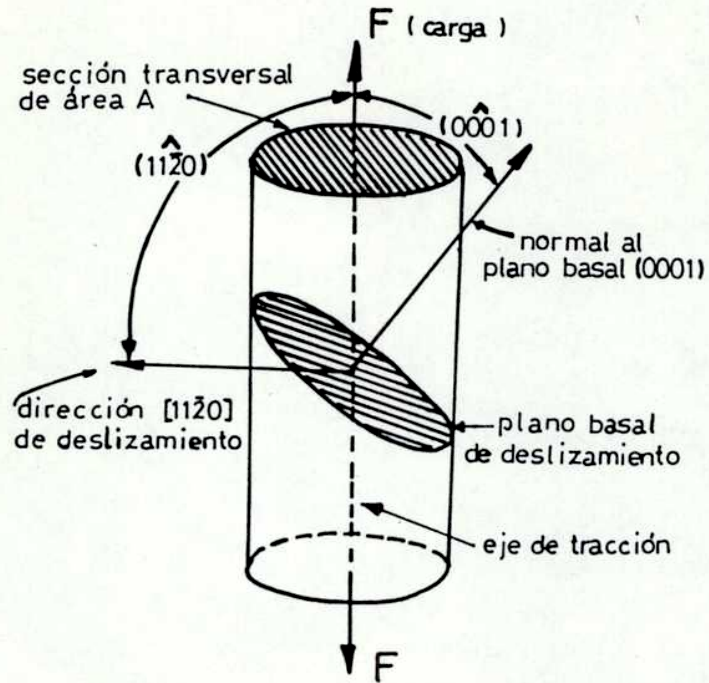
## 3 . RESULTADOS

Se estudió el comportamiento plástico a 77 K de monocristales de zinc y de monocristales de magnesio, ambos de alta pureza, irradiados con diferentes dosis de neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido. Se compararon los endurecimientos inducidos por irradiación neutrónica en monocristales de zinc y de cobre, a 77 K, y se obtuvo información sobre los defectos responsables del endurecimiento por irradiación en zinc, y sobre su interacción con las dislocaciones. Se estudiaron además los efectos de la radiación neutrónica en la fractura de monocristales de zinc a 77 K. Por último, se realizaron estudios de recuperación del daño por radiación, midiendo la TCRC a 77 K en monocristales de zinc que recibieron dosis neutrónicas por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . A partir de los resultados obtenidos en los experimentos de recuperación en zinc, se localizaron picos de recuperación y se obtuvieron los valores de las energías de activación asociadas con los procesos termicamente activados que son responsables de estos picos.

### 3.1. Comportamiento plástico de monocristales irradiados

Se estudió el comportamiento plástico a 77 K de monocristales de zinc y de magnesio con orientaciones cristalográficas que presentan, sin irradiación, deslizamiento basal exclusivamente. En estos cristales, la dirección de deslizamiento es, de las tres direcciones  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , aquella a la que le corresponde la tensión resuelta máxima (Fig.3-1). La velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}$ ) al inicio de cada ensayo de tracción tuvo valores entre  $2,5 \times 10^{-4}$  y  $4,7 \times 10^{-4} \text{ seg}^{-1}$ , según la orientación cristalográfica de los especímenes estudiados.





TENSION RESUELTA DE CORTE SOBRE EL PLANO BASAL  
EN LA DIRECCIÓN [1120] :

$$\sigma = \frac{F}{A} \cos(\hat{0001}) \cos(\hat{1120})$$

Fig. 3-1. Sistema de deslizamiento basal en una probeta monocristalina cilíndrica de un metal con estructura hexagonal compacta.



### 3.1.1. Monocristales de zinc

En la Fig.3-2 se encuentra el triángulo de orientación de cristales hexagonales, en el que se han indicado las características de la deformación plástica de los monocristales de zinc según su orientación cristalográfica. Las orientaciones cristalográficas elegidas en este caso son aquellas que presentan deslizamiento basal y cuyas velocidades de deformación  $\dot{\epsilon}$  varían poco en un ensayo de tracción hasta rotura a 77K [87].

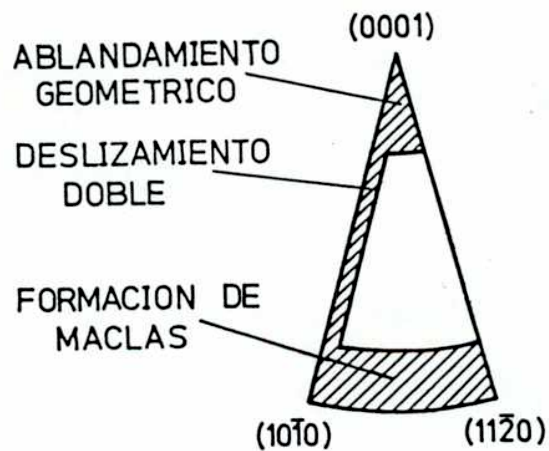


Fig. 3-2. Triángulo de orientación de cristales hexagonales: Los monocristales de zinc con su eje de tracción en la zona rayada presentan desviaciones más o menos fuertes del deslizamiento basal [87].

Se encontró que la TCRC a 77K se incrementa con la dosis de neutrones rápidos recibida por las probetas monocristalinas de zinc, y que no depende de la orientación cristalográfica de las mismas. Es así que para una dosis de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  este incremento fué de 9,5 MPa en especímenes con una TCRC a 77 K de alrededor de 0,20 MPa antes de su irradiación. En todas las probetas estudiadas, el deslizamiento se produjo en el sistema basal.

En la Fig.3-3 se encuentran algunas curvas representativas de las curvas de tensión resuelta de corte ( $\sigma$ ) vs. deformación resuelta de corte ( $a$ ), obtenidas a 77K en monocristales de zinc irradiados con dosis neutrónicas de hasta  $3 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ . Para obtener estas representaciones, a partir de las curvas de carga ( $F$ ) vs. elongación ( $\Delta l$ ), se asumió que los planos basales rotaron en forma homogénea a todo lo largo de los cuerpos de las probetas durante los ensayos de tracción (ver más adelante fotomicrografías). Se tomaron puntos muy próximos de las curvas  $F$  vs.  $\Delta l$  y se procesaron los datos de la forma:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \cos(00\hat{0}1)_0 \left[ 1 - \left(\frac{l_0}{l}\right)^2 \text{sen}^2(11\hat{2}0)_0 \right]^{0,5} \quad (3.1)$$

$$a = \left\{ \left[ \frac{l}{l_0 \cos(00\hat{0}1)_0} \right]^2 - \left[ \frac{\text{sen}(11\hat{2}0)_0}{\cos(00\hat{0}1)_0} \right]^2 \right\}^{0,5} - \frac{\cos(11\hat{2}0)_0}{\cos(00\hat{0}1)_0} \quad (3.2)$$

donde  $l$  es la longitud efectiva del cuerpo de la probeta ( $l = l_0 + \Delta l$ ),  $l_0$  es longitud efectiva inicial,  $A_0$  es el área inicial de la sección transversal del cuerpo del cristal,  $(00\hat{0}1)_0$  es el ángulo inicial entre el polo  $(0001)$  del plano basal y el eje del cristal, y  $(11\hat{2}0)_0$  es el ángulo inicial entre el polo  $(11\bar{2}0)$ , que corresponde a la dirección de deslizamiento, y el eje del cristal (Fig.3-1).

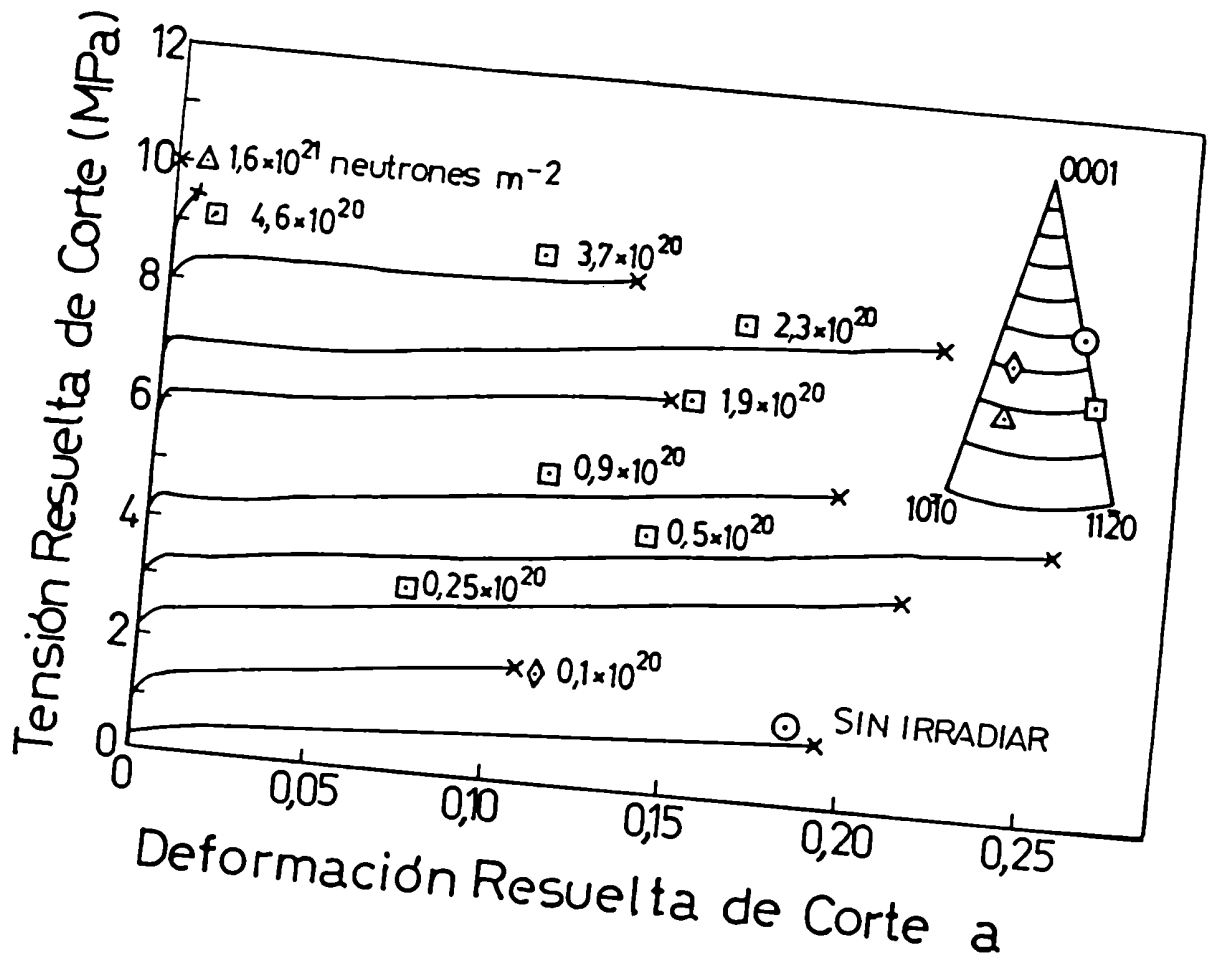


Fig. 3-3 Curvas de tensión resuelta de corte vs. deformación resuelta de corte a 77 K de monocristales de zinc irradiados con diferentes dosis de neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido.

La forma general de las curvas  $\sigma$  vs.  $a$  resultó independiente de las orientaciones cristalográficas de los cristales estudiados. El coeficiente de endurecimiento por trabajado mecánico decreció con la dosis neutrónica recibida por las probetas de zinc, observándose ablandamiento con la deformación, luego de entrar en fluencia, en probetas irradiadas con dosis altas. Este comportamiento es similar al que presentan monocristales de cobre [19,59] y de magnesio [21] irradiados con dosis neutrónicas similares. La porción final de todas las curvas  $\sigma$  vs.  $a$  presentó un coeficiente de endurecimiento por trabajado entre 3 y 4,5 MPa en cristales de zinc sin irradiar, y entre 5,5 y 6,2 MPa en cristales irradiados. Para dosis por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , la ductilidad fué aproximadamente la misma para la mayor parte de los cristales traccionados ( $0,10 < a_F < 0,26$ ). Para dosis mayores, la ductilidad decreció en más de un orden de magnitud ( $a_F < 0,01$ ).

Se estudió la formación de líneas de deslizamiento con la deformación a 77 K, en la superficie de un monocristal de zinc irradiado con una dosis de neutrones rápidos de  $3,7 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  en nitrógeno líquido. En la Fig.3-4 se encuentran fotomicrografías obtenidas en una zona del cuerpo de la probeta luego de distintos niveles de deformación. Se observó desde el inicio, y durante todo el proceso de deformación hasta rotura, una distribución homogénea de líneas de deslizamiento paralelas, que corresponden a planos basales. Para valores de la deformación resuelta de corte mayores que 0,03 no se observó un incremento sustancial del número de líneas de deslizamiento. Esto sugiere que a partir del éste nivel de deformación, el deslizamiento se produce en zonas activadas previamente, y solo en menor manera por activación de nuevas zonas. Este comportamiento es similar al observado por Seeger [87] a 77 K en monocristales de zinc sin irradiar.

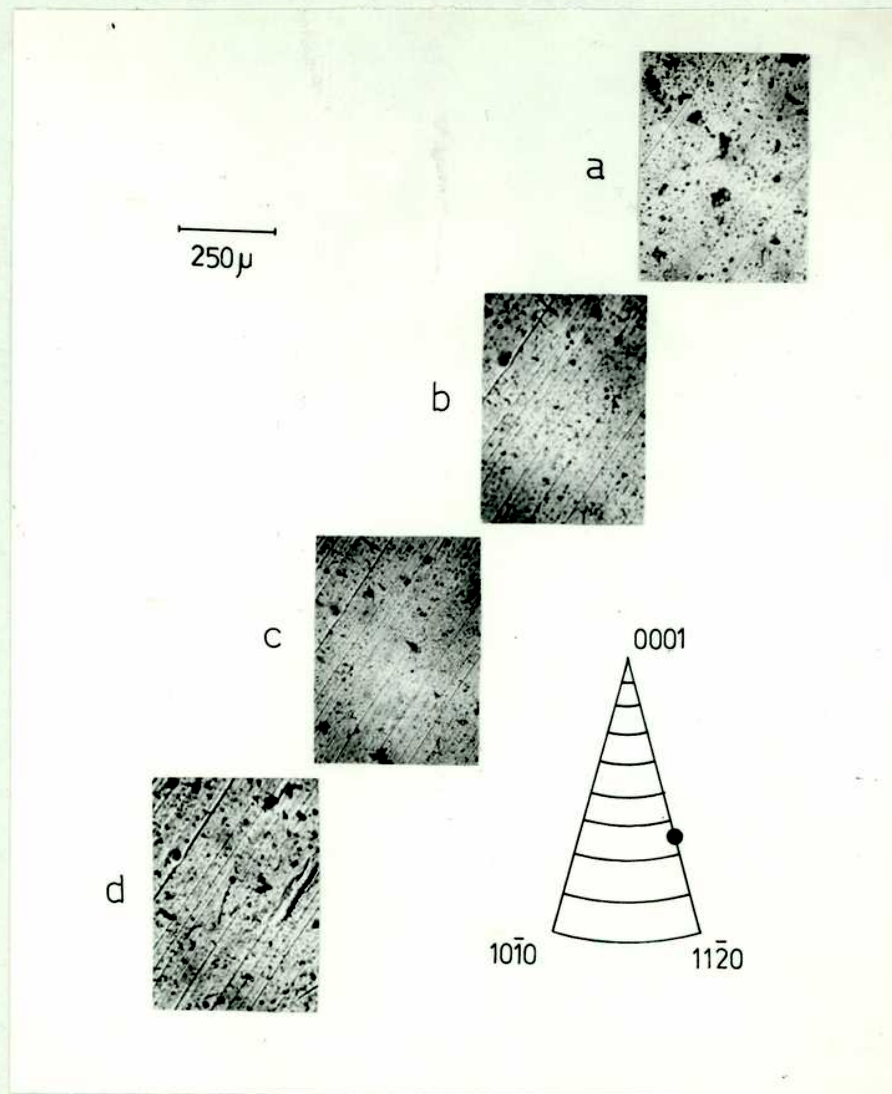


Fig. 3-4. Líneas de deslizamiento en la superficie de un monocristal de zinc irradiado con una dosis de neutrones rápidos de  $3,7 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido, en función de la deformación resuelta de corte  $\alpha$ . La deformación del cristal fué realizada a 77 K. (a)  $\alpha = 0,01$  ; (b)  $\alpha = 0,03$  ; (c)  $\alpha = 0,07$  ; (d)  $\alpha = 0,14$  .

### 3.1.2. Monocristales de magnesio

En las probetas estudiadas (Figs.3-5 y 3-6), la deformación se produjo por deslizamiento en planos basales. Al igual que en el zinc, la TCRC a 77 K se incrementó con la dosis neutrónica, en forma independiente de la orientación cristalográfica de las probetas.

En la Fig.3-5 se encuentran algunas curvas de tensión resuelta de corte vs. deformación resuelta de corte, que son representativas de las curvas obtenidas a 77 K en probetas cilíndricas deformadas hasta su rotura. En este caso se asumió que, a todo lo largo del cuerpo de las probetas, la rotación de planos fué homogénea, aún cuando ésto no es exactamente cierto al inicio de la deformación. La ductilidad fué aproximadamente la misma en todos los cristales deformados, no observándose dependencia con la dosis neutrónica recibida. La deformación resuelta de corte al producirse la fractura fué de alrededor de 1,70. Tampoco se observó dependencia con la dosis neutrónica en la forma de la última parte de las curvas ( $a > 0,60$ ) y en la tensión de fractura de las probetas con la misma orientación cristalográfica.

Para dosis neutrónicas por encima de  $5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , se observó un comportamiento plástico anómalo a deformaciones de corte inferiores a 0,60. Este comportamiento anómalo se caracteriza por ablandamiento con la deformación, y se hace muy pronunciado a dosis altas. Las probetas que recibieron dosis neutrónicas superiores a  $1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$  presentaron un punto de fluencia con una caída aguda de la tensión, seguida por otras caídas de la tensión menos pronunciadas. Como se puede apreciar en la Fig.3-6, la tensión resuelta de corte de todas las probetas deformadas luego de recibir dosis neutrónicas por encima de  $5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  alcanza su valor mínimo, de aproximadamente 5 MPa, cuando la deformación resuelta de corte es mayor que 0,03. Esto muestra que no es posible establecer un mínimo de la tensión luego de la primera caída en el punto de fluencia.

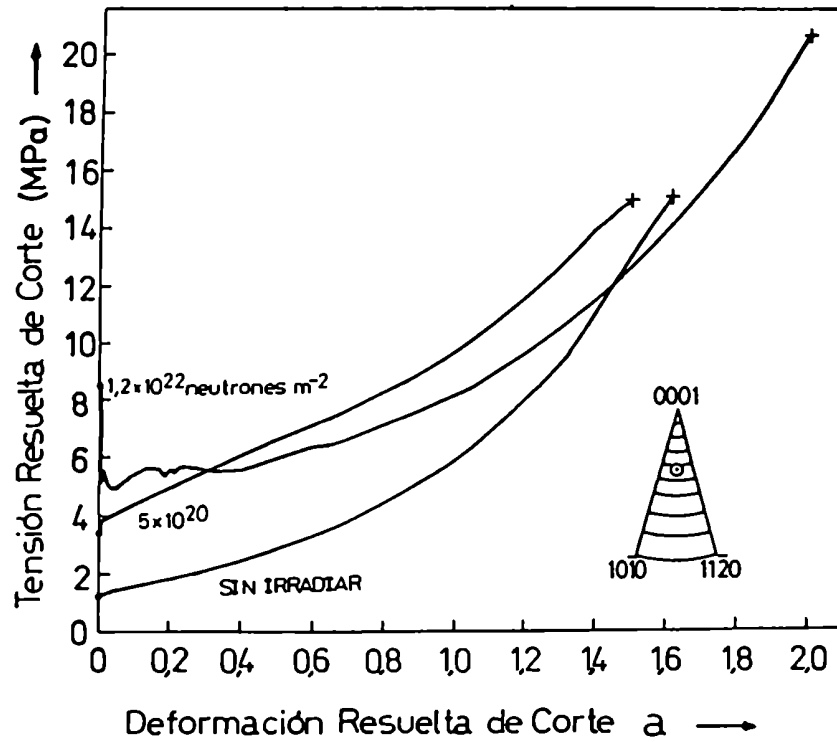


Fig. 3-5. Curvas de tensión resuelta de corte vs. deformación resuelta de corte a 77 K de monocristales de magnesio irradiados con diferentes dosis de neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido.

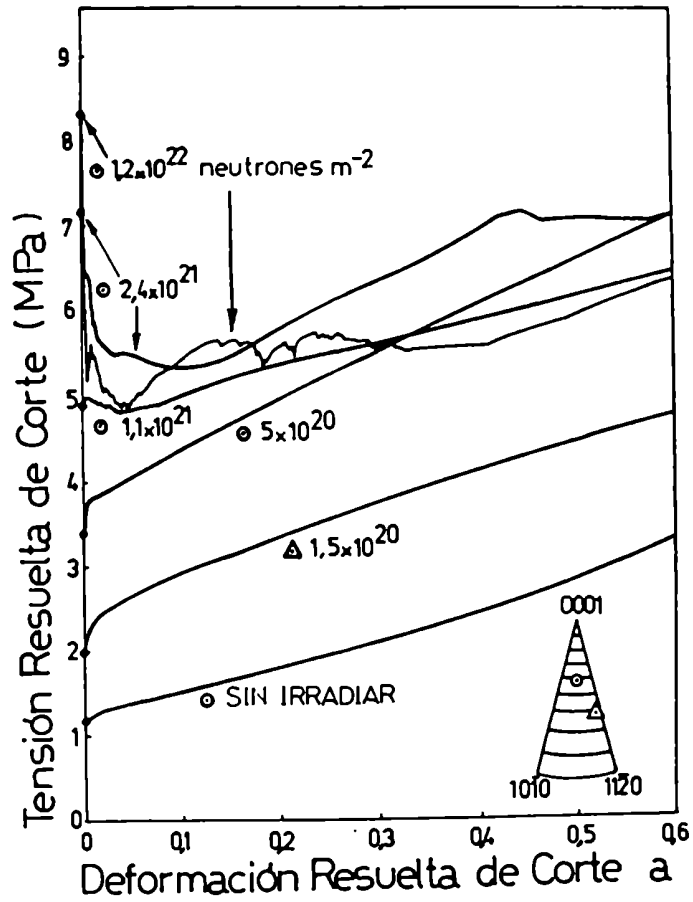


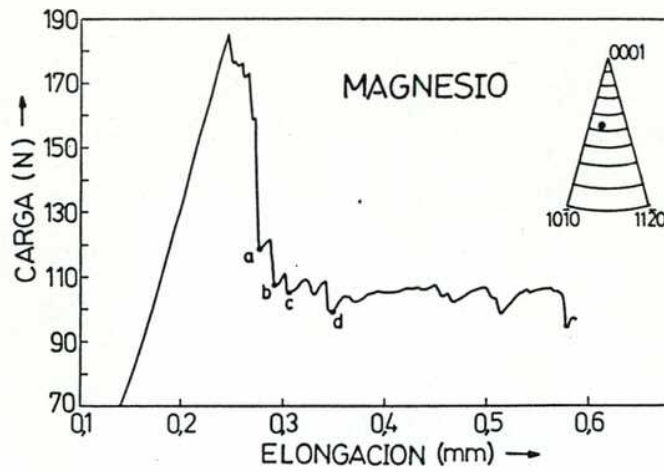
Fig. 3-6. Primera parte de las curvas de tensión resuelta de corte vs. deformación resuelta de corte a 77K de monocristales de magnesio irradiados con diferentes dosis de neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido.



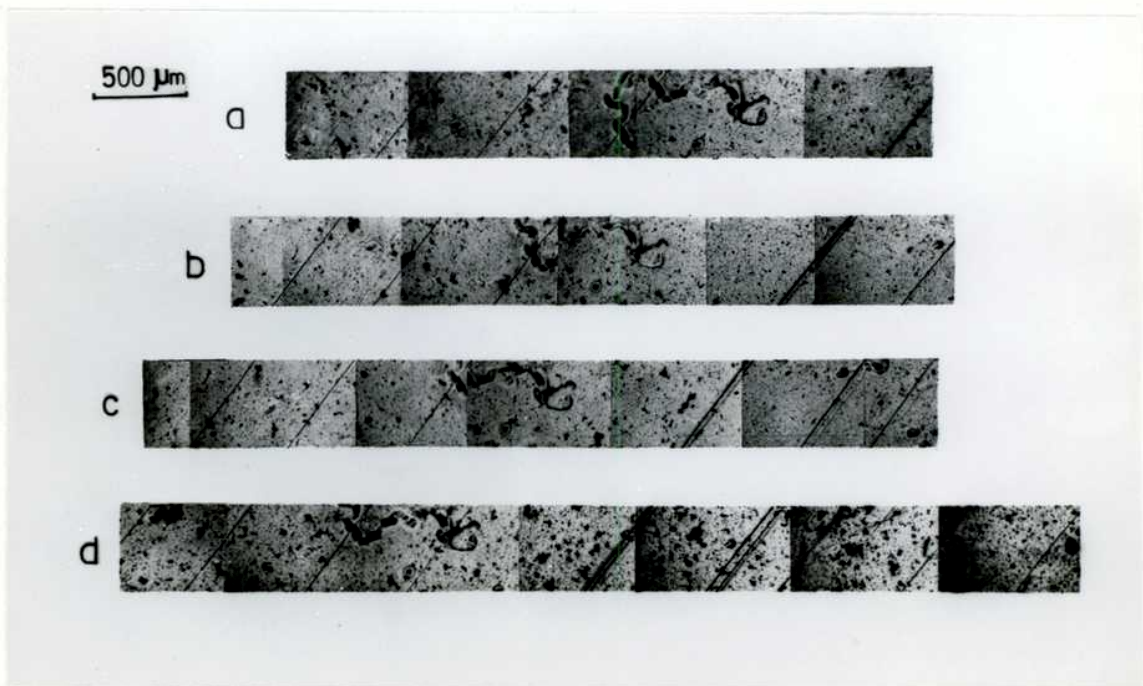
Se estudió la formación de las líneas de deslizamiento en una probeta cilíndrica irradiada con una dosis de neutrones rápidos de  $5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . Se observaron líneas de deslizamiento a lo largo de todo el cuerpo de la probeta, luego de la fluencia, inhomogeneamente distribuidas en la primera parte del proceso de deformación. Al comienzo, la densidad de líneas de deslizamiento fué mayor cerca de las cabezas de la probeta, siendo este comportamiento similar al que presentan los especímenes sin irradiar. También se estudió la formación de líneas de deslizamiento en una probeta de sección cuadrada, irradiada con una dosis neutrónica de  $1,2 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$ . La curva de tracción de esta probeta presentó caídas de la tensión muy pronunciadas (Fig.3-7). La deformación se inició en este caso en uno de los extremos del cuerpo del cristal y continuó hacia el otro, observándose la formación de paquetes de líneas de deslizamiento separados unos 300 a 500  $\mu m$  unos de otros (Fig.3-7). Recién se observaron líneas de deslizamiento a lo largo de todo el cristal cuando la deformación de corte fué:  $a = 0,08$  ( $\Delta l / l_0 = 3\%$ ), en una distribución de líneas muy inhomogénea con una densidad muy elevada cerca de las cabezas.

En la Fig.3-7 queda claramente establecido que cada caída de la tensión, en un ensayo de tracción de un monocristal de magnesio irradiado con dosis neutrónicas altas, está relacionada con la formación de uno o más paquetes de líneas de deslizamiento.

La Fig.3-8 muestra dos vistas perpendiculares de la probeta de magnesio irradiada con una dosis neutrónica de  $1,2 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$  y cuya curva de  $\sigma$  vs.  $a$  se encuentra en la Fig.3-5, luego de su rotura. Como se puede ver este cristal presenta una rotación homogénea de planos. Una fotomicrografía de una zona representativa del cuerpo de la probeta se encuentra en la Fig. 3-9, en la que se aprecia una distribución homogénea de líneas de deslizamiento. Estas características de la deformación son comunes a todas las probetas de magnesio, irradiadas y sin irradiar, deformadas a 77 K hasta rotura.

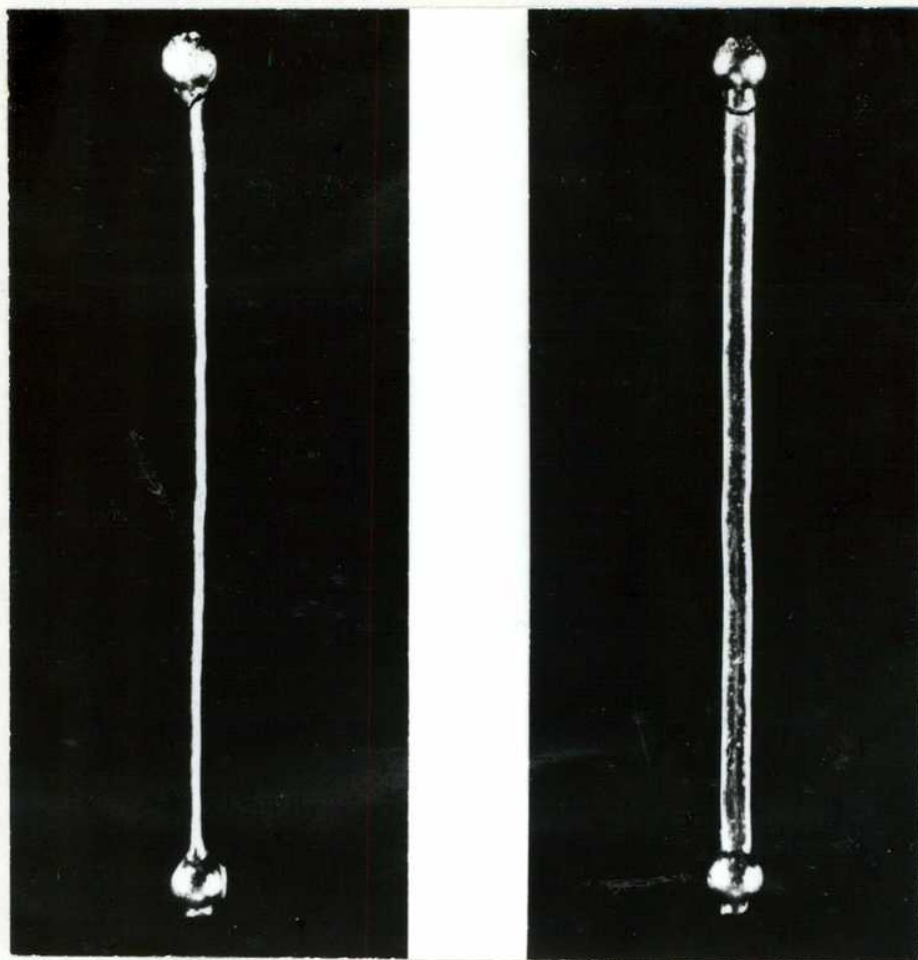


(a)



(b)

Fig. 3-7. Ablandamiento con la deformación a 77 K en un monocristal de magnesio irradiado con una dosis de neutrones rápidos de  $1,2 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$  en nitrógeno líquido: (a) curva carga vs. elongación; (b) fotomicrografías obtenidas en los puntos que están indicados con las letras a, b, c y d en la curva de (a).



10 mm

Fig. 3-8. Efecto de la rotación de planos en monocristales de magnesio irradiados con neutrones rápidos: Dos vistas perpendiculares de una probeta cilíndrica irradiada con una dosis de  $1,2 \times 10^{22}$  neutrones  $m^{-2}$  y deformada hasta rotura (ver Fig. 3-5).



500  $\mu\text{m}$

Fig. 3-9. Líneas de deslizamiento en la superficie de la probeta de magnesio de la Fig. 3-8.

### 3.2. Endurecimiento inducido por irradiación

En la Fig.3-10 se ha graficado la TCRC medida a 77 K en probetas de zinc diferentes, luego de recibir dosis neutrónicas de hasta  $1,1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , en función de la dosis elevada al exponente un medio. Se obtuvo una dependencia lineal, en coincidencia con los resultados obtenidos por González [19,23] en zinc irradiado, también con dosis neutrónicas bajas en nitrógeno líquido.

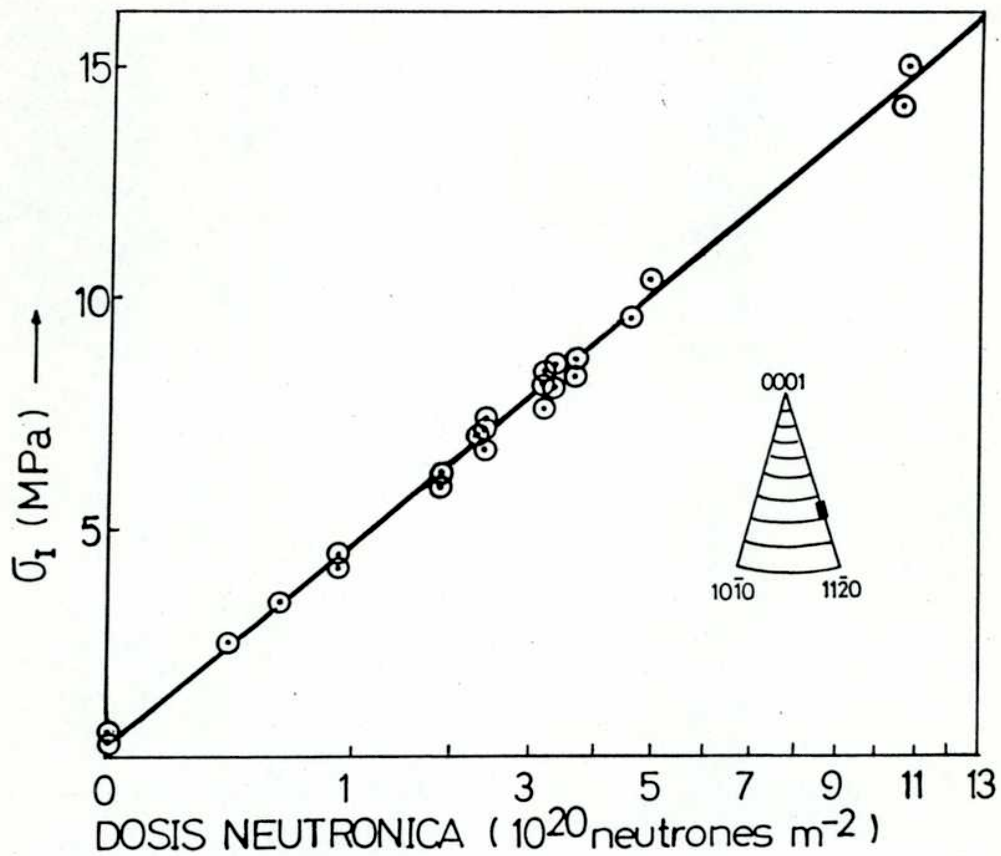


Fig. 3-10. Tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_I$ ) en función de la dosis de neutrones rápidos recibida por monocristales de zinc, irradiados y deformados a temperatura de nitrógeno líquido.

Esto indica que el endurecimiento inducido por irradiación neutrónica en zinc es el resultado de la presencia de los aglomerados de vacancias provenientes de las zonas diluidas, que actúan como barreras al movimiento de las dislocaciones. Para obtener información sobre las características de estas barreras, y su interacción con las dislocaciones, se tomó a otro metal, el cobre, como referencia. Se lo eligió por tratarse de un material en el que se han realizado numerosos estudios del daño por radiación, en especial del endurecimiento producido por irradiación neutrónica [19,23,46-52,55-62,64-67]. Además, se tuvo en cuenta que el cobre y el zinc son vecinos en la tabla periódica, y que existen cálculos realizados por Brinkman [37,38] que permiten esperar un daño similar en ambos metales.

Se compararon los endurecimientos a 77 K inducidos por irradiación neutrónica en zinc y cobre, utilizando un modelo de barreras dispersas, con una expresión como la de la ec.(1.9):

$$\sigma_i = \alpha^{3/2} \mu b (\rho_b d)^{1/2} \quad (3.3)$$

donde  $\sigma_i$  es el incremento de la TCRC a 77 K,  $\mu$  es el módulo de corte,  $b$  es el vector de Burgers,  $\rho_b$  es la densidad de barreras,  $d$  es el diámetro promedio de las barreras, y  $\alpha$  es una constante que mide la fuerza de los obstáculos en unidades de dos veces la tensión de línea:  $\mu b^2/2$ . Tomando los valores de  $\mu$  y  $b$  que se encuentran en la literatura [70] y calculando la densidad  $\rho_b$  con la ec.(1.10), asumiendo que el número de barreras por colisión elástica de un neutrón es el mismo en zinc y en cobre, se obtiene la siguiente relación entre el diámetro y la fuerza de los obstáculos en ambos metales cuando se los irradia con las mismas dosis neutrónicas:

$$\frac{(\alpha^3 d)_{Zn}}{(\alpha^3 d)_{Cu}} \approx 2 \left[ \frac{\sigma_{iZn}}{\sigma_{iCu}} \right]^2 \quad (3.4).$$



Para evitar la dispersión introducida en los cálculos por las diferencias entre las dosis neutrónicas recibidas por los cristales que se comparan, se hace necesario irradiarlos simultáneamente. Se irradiaron simultáneamente dos monocristales : uno de zinc (99,9993 %) y otro de cobre (99,9999 %), con una dosis de neutrones rápidos de  $1,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  y a temperatura de nitrógeno líquido. Los incrementos de la TCRC medida a 77 K fueron de 4,5 MPa en zinc y de 7,1 MPa en cobre. Reemplazando estos valores en la ec.(3.4) se obtiene:

$$\frac{(\alpha^3 d)_{Zn}}{(\alpha^3 d)_{Cu}} \sim 1 \quad (3.5).$$

Esta relación muestra que el endurecimiento inducido por irradiación neutrónica en zinc es el resultado de la presencia de barreras similares a las formadas en cobre irradiado con la misma dosis neutrónica y a la misma temperatura.

De la misma forma en que se obtuvo información de las barreras producidas por irradiación en zinc, se puede obtener información de las barreras en otros metales irradiados con neutrones rápidos. Se realizó la comparación de los endurecimientos producidos por irradiación neutrónica en zinc y magnesio, irradiados simultáneamente en nitrógeno líquido, y se utilizó la expresión de la ec. (3.3). Alentó la realización de este tipo de estudios en magnesio, la dependencia con la dosis neutrónica obtenida al medir la TCRC a 77K en monocristales irradiados en nitrógeno líquido, utilizando una máquina dura fuera del reactor en este trabajo (Fig.3-11), o midiendo "in situ" en una máquina blanda en un trabajo realizado por González [19,20]. En este caso se tiene que el diámetro y la fuerza de los obstáculos en zinc y magnesio satisfacen la siguiente relación, cuando se los irradia con la misma dosis de neutrones rápidos:

$$\frac{(\alpha^3 d)_{Zn}}{(\alpha^3 d)_{Mg}} \approx 0,2 \left[ \frac{\sigma_{iZn}}{\sigma_{iMg}} \right]^2 \quad (3.6).$$

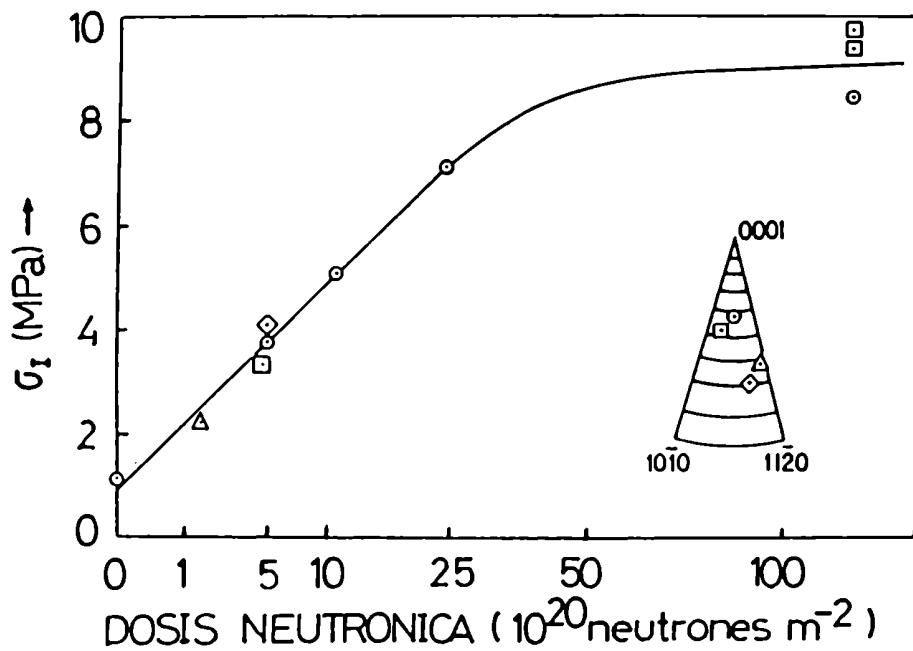


Fig. 3-11. Tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_I$ ) en función de la dosis de neutrones rápidos recibida por monocristales de magnesio, irradiados y deformados a temperatura de nitrógeno líquido. Para dosis por encima de  $5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  se consideró la tensión máxima del punto de fluencia.



En la tabla 3.1 se encuentran los resultados obtenidos al irradiar con tres dosis neutrónicas diferentes. Como se puede ver, el tamaño y la fuerza de los obstáculos en zinc y magnesio están relacionados de la siguiente forma:

$$\frac{(\alpha^3 d)_{Zn}}{(\alpha^3 d)_{Mg}} \sim 3 \quad (3.7).$$

Esta relación muestra que tanto el tamaño como la fuerza de las barreras son menores en magnesio que en zinc. Así todo, la naturaleza de las barreras producidas por irradiación neutrónica es la misma en ambos metales.

Tabla 3.1

Endurecimiento por irradiación con neutrones rápidos en monocristales de zinc y de magnesio, a temperatura de nitrógeno líquido.

Dosis neutrónica ( $10^{20}$ neutrones $m^{-2}$ )	$\sigma_i$ (MPa)		$(\alpha^3 d)_{Zn} / (\alpha^3 d)_{Mg}$
	Magnesio	Zinc	
1,5	1	4,5	4
5	2,7	10	2,7
	2,6		3
10,7	3,8	13,8	2,6

### 3.3. Fractura de monocristales de zinc irradiados

Cuando un monocristal de zinc es sometido a tracción uniaxial a 77 K se produce su fractura fácilmente, por despegue en planos basales y en planos prismáticos [84,85,87] .

Según su orientación cristalográfica, los monocristales de zinc se pueden clasificar en dos grupos con diferentes superficies de fractura [85,86]. En uno de estos grupos, los monocristales fracturan por despegue en un plano basal de la matriz original (Fig.3-12). A este tipo de fractura se la llama fractura por "despegue basal". En el otro grupo, los monocristales presentan una superficie escalonada, con facetas que se pueden agrupar en dos conjuntos y que forman ángulos aproximadamente rectos unas con otras. El conjunto de facetas más importante está formado por planos prismáticos de la matriz original y por planos basales de maclas formadas durante la deformación. El otro conjunto de facetas se encuentra formado por planos basales del cristal original. Asumiendo que la fractura se inicia en un plano primático, o en un plano basal de una macla que es practicamente paralelo a éste, se llama a este último tipo de fractura, fractura por "despegue primático. En la Fig.3-13 se pueden apreciar las características de la superficie de fractura de un monocristal con una orientación cristalográfica dada por:  $(00\hat{0}1) = 88^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 6^\circ$  y  $(10\hat{T}0) = 25^\circ$ , que fracturó por despegue prismático.

En el estudio de los efectos de la radiación neutrónica en la fractura del zinc, se usaron tres clases de orientaciones cristalográficas: unas favorecen un deslizamiento basal extenso, otras favorecen una fractura rápida por despegue basal, y las restantes favorecen una fractura rápida por despegue primático.

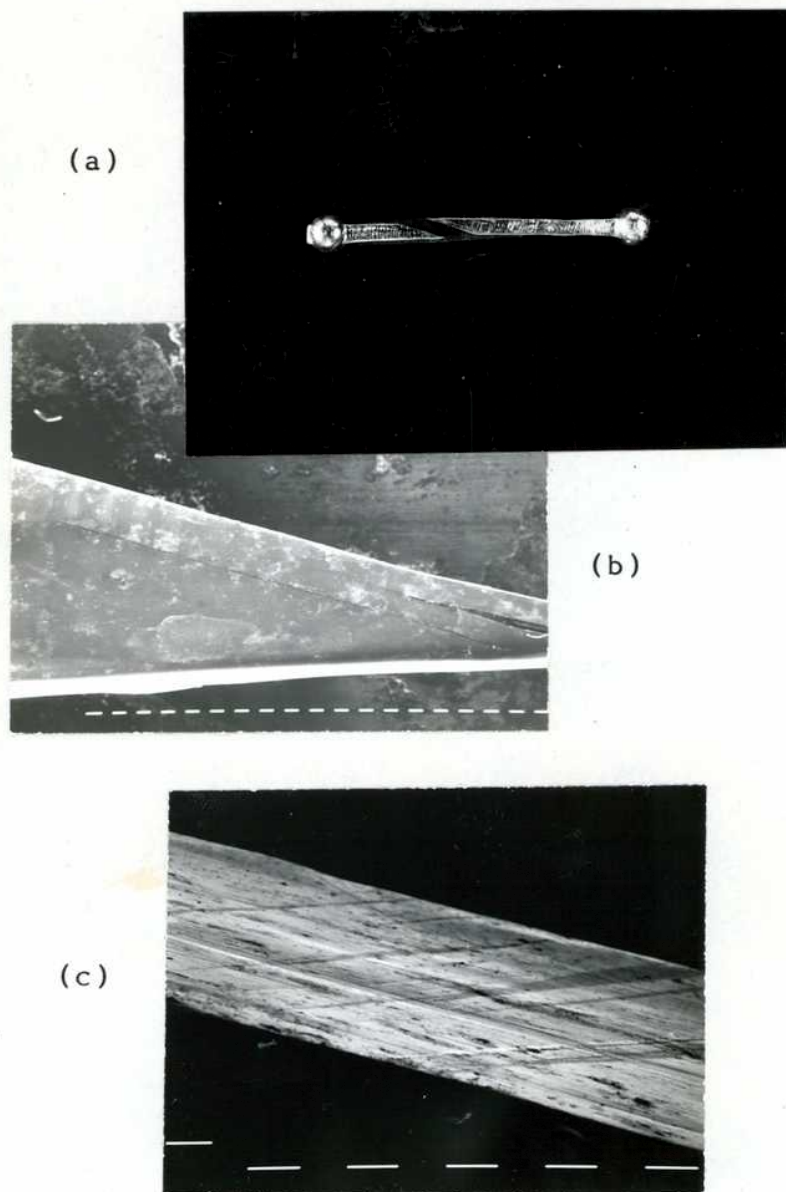


Fig. 3-12. Fractura por "despegue basal" de un monocristal de zinc cuya orientación cristalográfica es:  $(00\hat{0}01) = 67^\circ$  y  $(1\hat{1}\bar{1}\bar{2}0) = 23^\circ$ , deformado a 77K : (a) probeta rota; (b) cuerpo de la probeta en la zona de la fractura; y (c) superficie de fractura. Segmento blanco: 100  $\mu\text{m}$ .

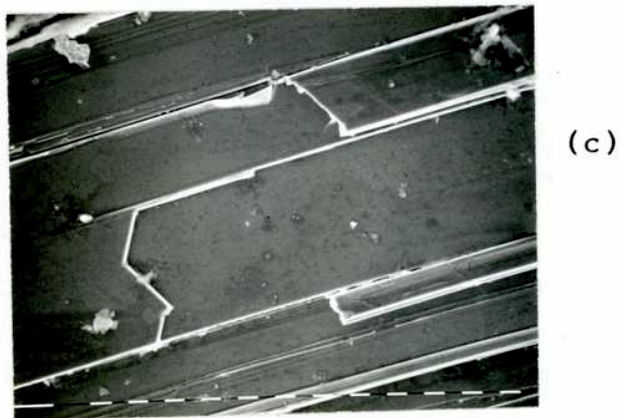
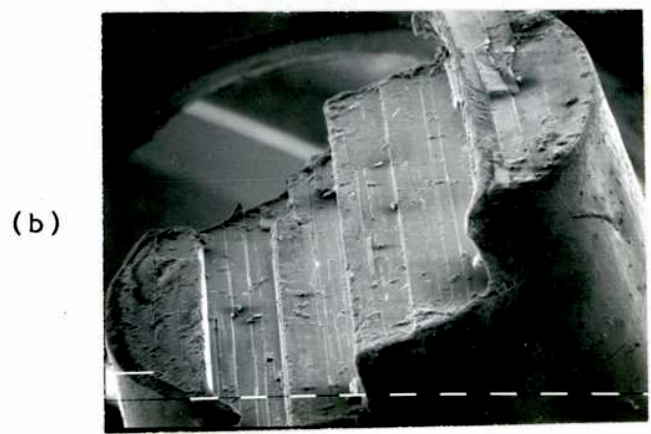
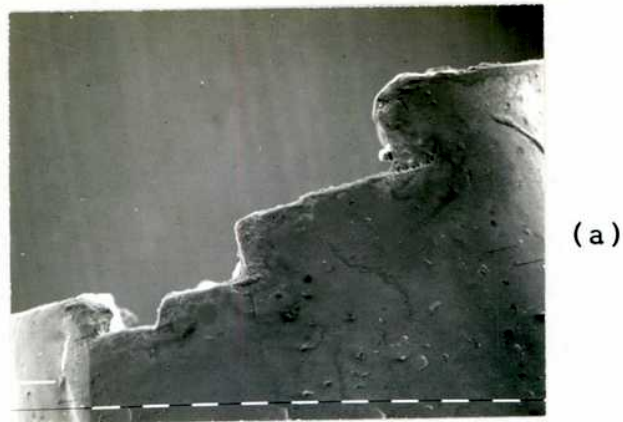


Fig. 3-13. Fractura por "despegue prismático" de un monocristal de zinc cuya orientación cristalográfica es:  $(0001) = 38^\circ$  y  $(11\bar{2}0) = 6^\circ$ , deformado a 77 K: (a) y (b) cristal en la zona de la fractura, segmento blanco = 100  $\mu\text{m}$ ; (c) vista perpendicular a un plano de despegue, segmento blanco = 10  $\mu\text{m}$ .

### 3.3.1. Monocristales con el deslizamiento basal favorecido

La ubicación del eje de las probetas de zinc, en un triángulo de orientación de cristales hexagonales como el de la Fig.3-2, a la que corresponde la mejor condición para el deslizamiento basal se encuentra en el meridiano que contiene a los polos  $(0001)$  y  $(11\bar{2}0)$ . Se calculó la orientación cristalográfica óptima con los valores de la tensión normal al plano de despegue al producirse la fractura ( $\sigma_{NF}$ ) en monocristales de zinc dados por Barret [84] (para el plano basal  $\sigma_{NF}^{0001} = 1,86$  MPa, y para el plano prismático  $\sigma_{NF}^{10\bar{1}0} = 17,65$  MPa), y ésta resultó:  $(00\hat{0}1) = 74^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 16^\circ$ . Se utilizaron probetas monocristalinas de zinc con sus ejes de tracción localizados en el meridiano que pasa por los polos  $(0001)$  y  $(11\bar{2}0)$  formando un ángulo  $(00\hat{0}1)$  entre  $63^\circ$  y  $70^\circ$ .

Se encontró que la ductilidad fué aproximadamente la misma en todas las probetas irradiadas con dosis de neutrones rápidos por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , a pesar que a esta dosis la TCRC medida a 77K crece casi 45 veces respecto de su valor antes de la irradiación. En este caso, la deformación a la fractura ( $a_F$ ), de practicamente todas las probetas deformadas, se encontró dentro del intervalo:  $0,10 < a_F < 0,26$ . En las probetas irradiadas con dosis neutrónicas mayores que  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , la ductilidad decreció en más de un orden de magnitud ( $a_F < 0,01$ ). Estos resultados muestran que la dosis de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  es una dosis de transición en la ductilidad del zinc a 77 K. Esta transición está claramente puesta de manifiesto en la Fig.3-14, donde se ha graficado la deformación de corte a la fractura de monocristales de zinc, traccionados a 77 K, en función de la dosis neutrónica recibida por éstos.

Todos los cristales con orientaciones próximas a:  $(00\hat{0}1) = 65^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 25^\circ$ , fracturaron por despegue en un plano basal de la matriz original. Los cristales con sus ejes cercanos a:  $(00\hat{0}1) = 70^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 20^\circ$ , que recibieron dosis por debajo de  $2 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , fracturaron también por despegue basal; mientras que los cristales

con esta orientación irradiados con dosis mayores presentaron una superficie de fractura escalonada, similar a la descrita para la fractura por despegue prismático en zinc sin irradiar. Esta última superficie de fractura está formada por dos tipos de facetas: unas fueron identificadas como planos basales del cristal original, y las otras pueden ser tanto planos prismáticos del cristal original como planos basales de maclas que son prácticamente paralelos con aquellos (las facetas no pudieron ser diferenciadas con el método óptico de identificación utilizado).

En la Fig.3-15 se ha graficado la tensión normal al plano de fractura  $\sigma_{NF}$  a 77K, en función de la dosis de neutrones rápidos recibida por dos grupos de probetas monocristalinas de zinc con orientaciones :  $(00\hat{0}01) = 65^\circ$ ,  $(1\hat{1}\tilde{2}0) = 25^\circ$ ; y  $(00\hat{0}01) = 70^\circ$ ,  $(1\hat{1}\tilde{2}0) = 20^\circ$ . Para aquellos cristales que fracturaron por despegue prismático se graficó la tensión normal al plano prismático del cristal original en el que aparentemente se inició la fractura. La tensión  $\sigma_{NF}$  se incrementó con la dosis, tanto en los casos de fractura por despegue basal como en los de fractura por despegue prismático. Se observó además una marcada dependencia de la tensión  $\sigma_{NF}$  con la orientación cristalográfica de las probetas estudiadas.

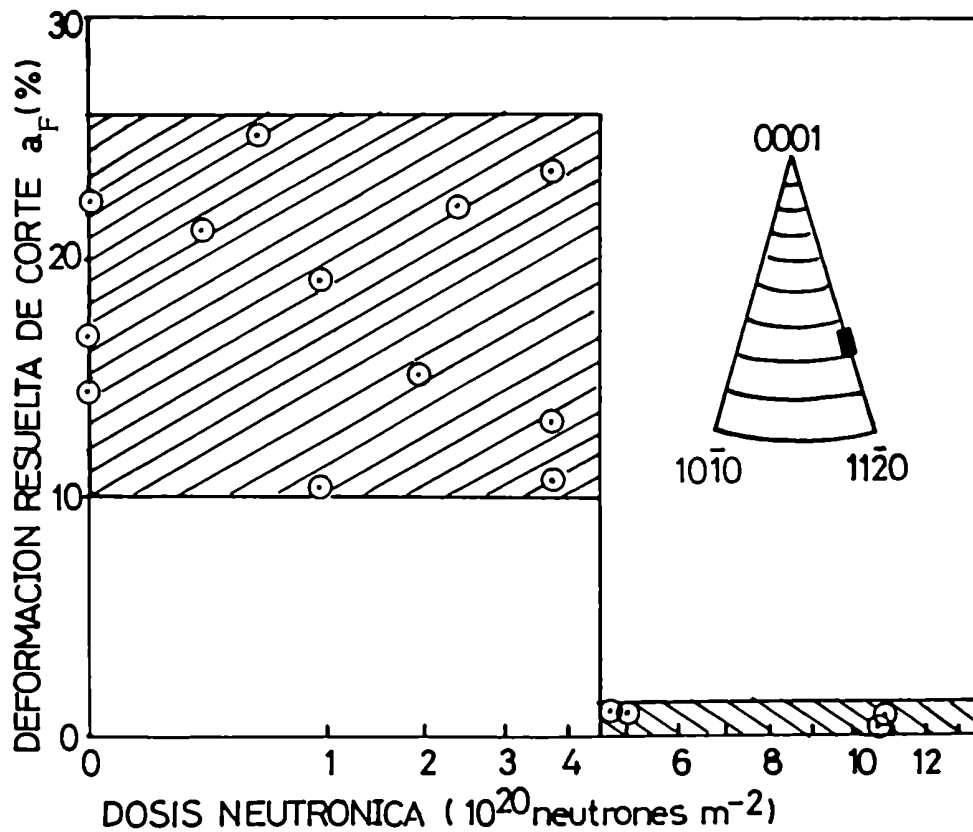


Fig. 3-14. Deformación resuelta de corte al producirse la fractura ( $a_F$ ) en función de la dosis de neutrones rápidos recibida por monocristales de zinc, con el deslizamiento basal favorecido por su orientación cristalográfica, que fueron irradiados y deformados en nitrógeno líquido.

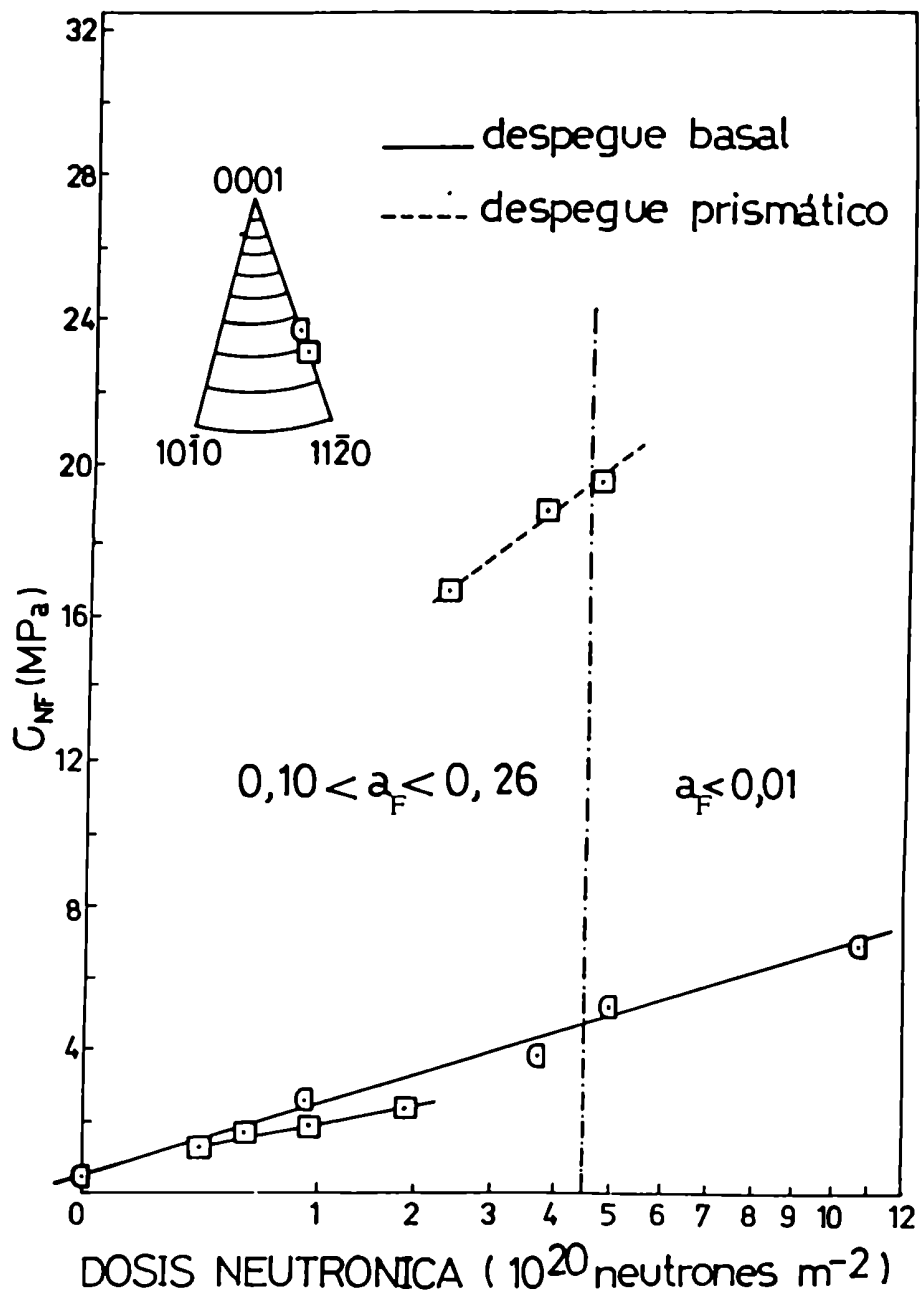


Fig. 3-15. Tensión normal al plano de despegue al producirse la fractura ( $\sigma_{NF}$ ) vs. dosis de neutrones rápidos, en monocristales de zinc cuyas orientaciones cristalográficas favorecen el deslizamiento basal, que fueron irradiados y deformados a temperatura de nitrógeno líquido.



### 3.3.2. Monocristales con la fractura por "despegue basal" favorecida

Se utilizaron monocristales de zinc cuya orientación cristalográfica era:  $(0\hat{0}01) = 20^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 71^\circ$ . En este caso el eje de tracción de la probeta se encuentra próximo al polo  $(0001)$ . La relación entre la tensión normal al plano basal y la tensión resuelta de corte en el sistema basal de deslizamiento se ha incrementado considerablemente en estos cristales respecto de aquellos con el deslizamiento basal favorecido.

Todas las probetas traccionadas fracturaron por despegue basal. En aquellos cristales irradiados con dosis de neutrones rápidos mayores que  $5 \times 10^{19}$  neutrones  $m^{-2}$  no se detectó deformación plástica previa a la fractura. Se obtuvo una dependencia de la tensión  $\sigma_{NF}^{0001}$  con la dosis neutrónica más significativa que la obtenida en los cristales con el deslizamiento basal favorecido (ver Fig.3-15 y Fig.3-16). Los cristales que recibieron dosis neutrónicas por encima de  $2 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  presentaron tensiones de fractura  $\sigma_{NF}^{0001}$  entre 14 y 18 MPa. Estos valores de la tensión de fractura son aproximadamente los mismos que los obtenidos por Stafel y Wood [88] a 195 K en monocristales de zinc no irradiados, en ausencia de deslizamiento basal.

### 3.3.3. Monocristales con la fractura por "despegue prismático" favorecida

Se utilizaron tres conjuntos con orientaciones cristalográficas que favorecen la fractura por despegue prismático: el primero con  $(00\hat{0}1) = 90^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 30^\circ$ , el segundo con  $(00\hat{0}1) = 88^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 6^\circ$ , y el tercero con  $(00\hat{0}1) = 73^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 28^\circ$ . En los dos primeros de estos conjuntos, el deslizamiento y el despegue basal están geométricamente inhibidos.

Todos los cristales fracturaron por despegue prismático. El despegue se produjo en aquellos planos, del conjunto de planos prismáticos del cristal, cuya tensión normal es máxima, o en planos basales de maclas que son prácticamente paralelos a éstos. En ningún caso se detectó deslizamiento. La tensión de fractura  $\sigma_{NF}^{10I0}$  creció con la dosis neutrónica (Fig.3-16). La tensión  $\sigma_{NF}^{10I0}$  fué de 12 MPa en un cristal sin irradiar del primer conjunto, y alcanzó un valor de 32 MPa en otro cristal del mismo conjunto irradiado con una dosis neutrónica de  $1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ . Estos valores son algo inferiores a los obtenidos en cristales del segundo conjunto irradiados con las mismas dosis de neutrones rápidos (Fig.3-16). En dos cristales del tercer conjunto, irradiados con dosis diferentes por encima de  $1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , la tensión  $\sigma_{NF}^{10I0}$  fué de 34 MPa (Fig.3-16).

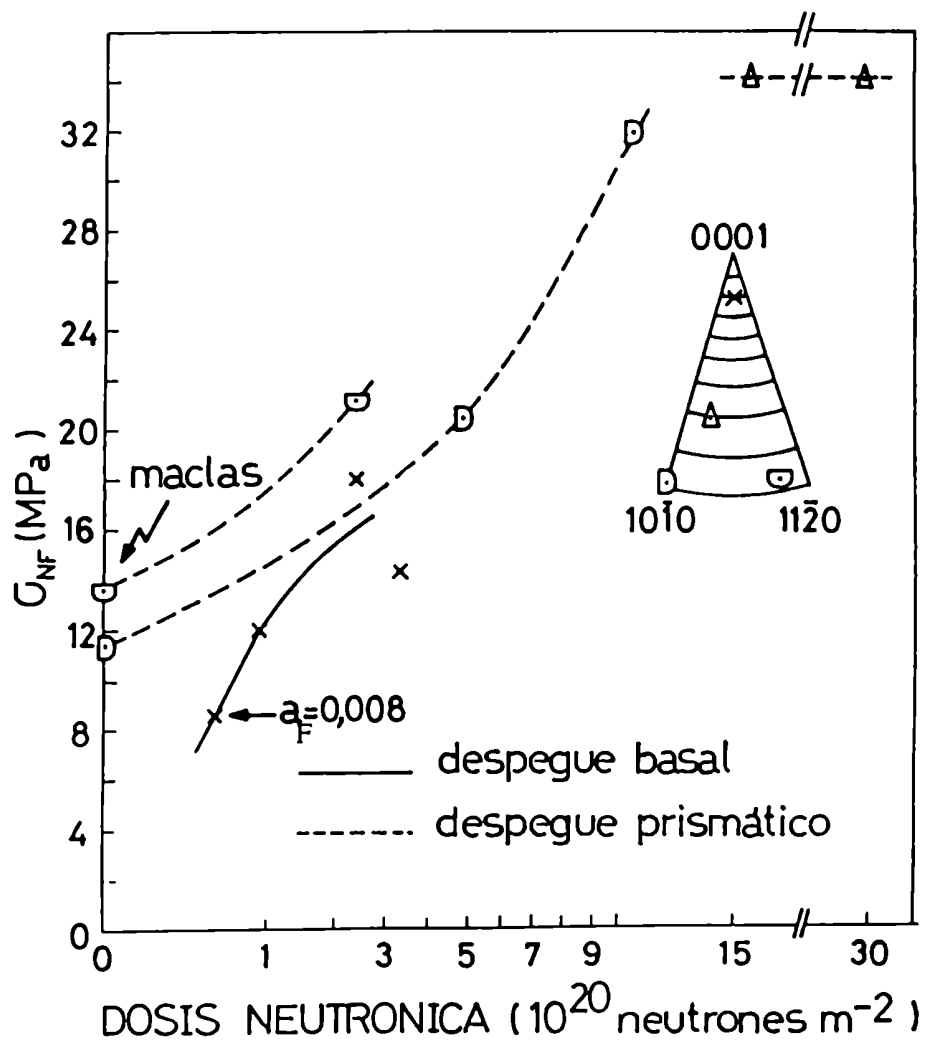


Fig. 3-16. Tensión normal al plano de despegue al producirse la fractura ( $\sigma_{NF}$ ) vs. dosis de neutrones rápidos, en monocristales de zinc con orientaciones cristalográficas que favorecen el "despegue basal" o en su lugar el "despegue prismático", que fueron irradiados y deformados a temperatura de nitrógeno líquido. Únicamente en los cristales señalados con flechas se detectó deformación macroscópica.

### 3.4. Recuperación del daño por radiación en zinc : Mediciones de la tensión crítica resuelta de corte a 77 K en monocristales irradiados

Se realizaron experimentos de recocido en los que se midió la TCRC a 77 K en monocristales de zinc, irradiados con neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido. Se utilizaron probetas monocristalinas cuya orientación cristalográfica era:  $(00\hat{0}1) = 67^\circ$ ,  $(11\hat{2}0) = 23^\circ$ . Estos cristales presentan un deslizamiento basal extenso a 77 K cuando se los irradia con dosis de neutrones rápidos por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , mientras que fracturan luego de deformaciones pequeñas cuando se los tracciona después de haber recibido una dosis mayor en nitrógeno líquido (ver ítem 3.3.1). Para evitar la fractura de las probetas de zinc al realizar las secuencias de recocido, se eligieron dosis de neutrones rápidos por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  en los estudios de la recuperación del daño por radiación en zinc. Se obtuvieron recuperados isócronos de la TCRC, que permitieron ubicar en forma precisa los intervalos de temperatura donde se pueden estudiar algunos de los procesos responsables de la recuperación del daño por radiación utilizando para ello técnicas de plasticidad. Se obtuvieron recuperados isotérmicos de la TCRC, y se determinaron a partir de ellos valores de energía de activación de algunos de los procesos que involucran a los defectos creados por irradiación neutrónica en zinc.

### 3.4.1. Localización de etapas de recuperación

En un trabajo previo [24,25] se obtuvieron recuperados isócronos de la TCRC a 77 K de monocristales de zinc irradiados con neutrones rápidos a temperatura de nitrógeno líquido. En ese trabajo se utilizó siempre la misma probeta en cada secuencia de recocido entre 80 y 300 K (Fig.3-17). Se localizaron tres etapas de recuperación: etapa III entre 80 y 140 K, etapa IV entre 140 y 175 K, y por último etapa V por encima de 175 K. En este trabajo se obtuvieron también recuperados isócronos de la TCRC a 77 K en zinc irradiado con neutrones rápidos, pero, a diferencia del trabajo anterior, se utilizó una probeta diferente en cada una de las etapas. Los resultados obtenidos en este caso se encuentran en la Fig.3-18. En ambos trabajos, los picos de recuperación más importantes están ubicados alrededor de 110, 160 y 210 K.

### 3.4.2. Obtención de valores de energía de activación

Para obtener valores de energía de activación de procesos en zinc irradiado con neutrones rápidos, se realizaron recocidos isotérmicos y se midió la TCRC a 77 K, entre pulsos de recocido, en probetas monocristalinas irradiadas en nitrógeno líquido. En la Fig.3-19 se encuentran tres curvas de recuperación isotérmica correspondientes a las etapas III, IV y V de recuperación en zinc, que permiten apreciar en forma comparativa la importancia de la recuperación de la TCRC en cada una de estas etapas. En las Figs. 3-20, 3-21 y 3-22 se encuentran curvas de recuperación isotérmica a temperaturas próximas a 110, 160 y 210 K, respectivamente. Cada conjunto de curvas fué obtenido utilizando probetas de zinc irradiadas con la misma dosis neutrónica, de modo de tener la misma estructura de defectos en todas ellas. A partir de estos datos de recuperación se determinaron valores de energía de activación de procesos responsables de la recuperación del daño por radiación en zinc.

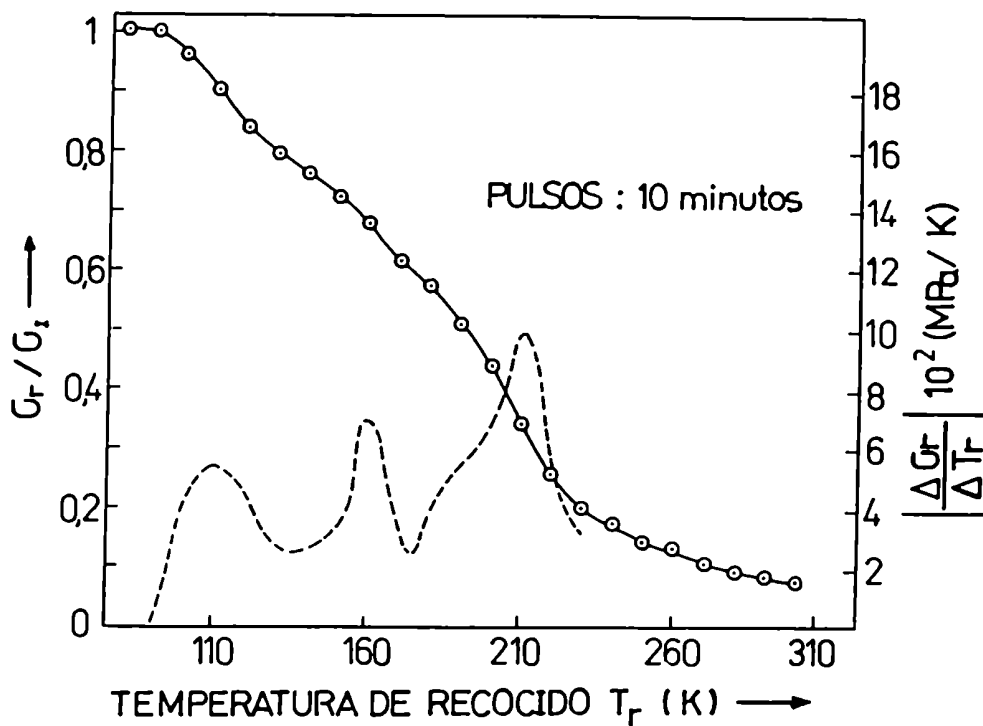
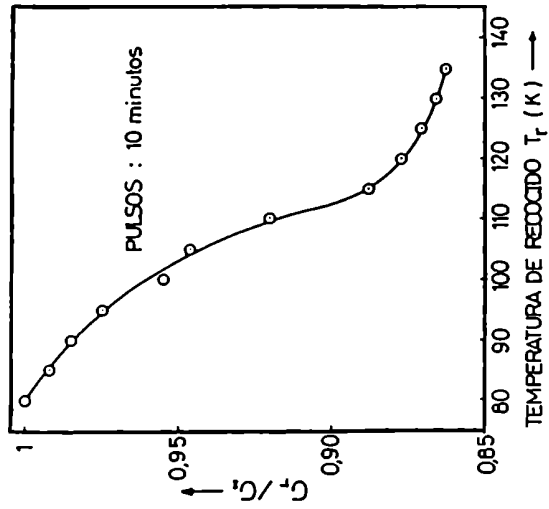
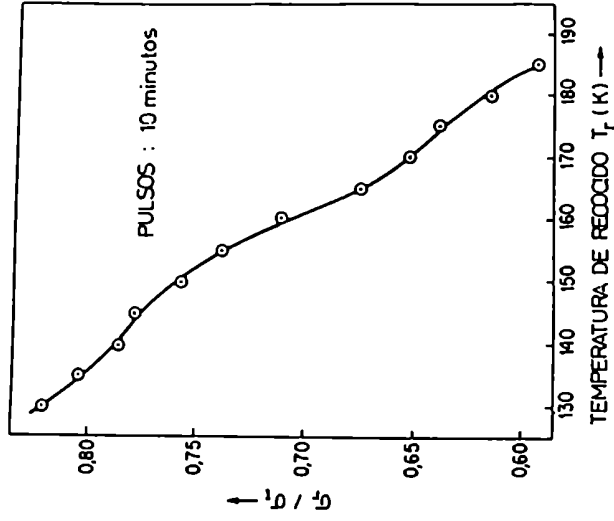
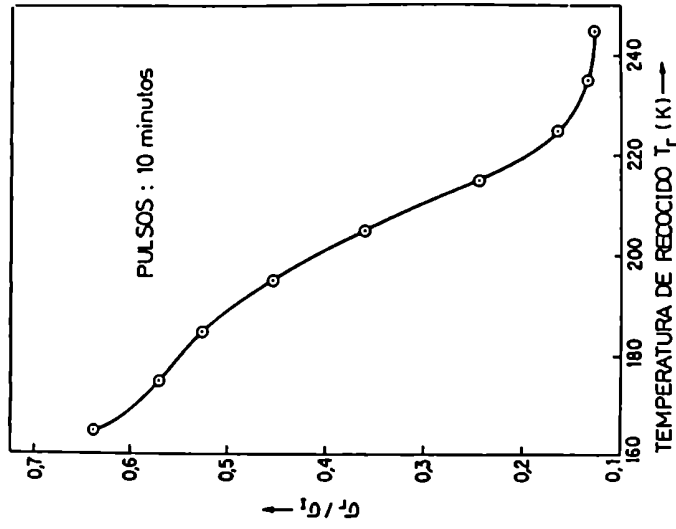


Fig. 3-17. Recuperado isócrono de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_r$ ) de un monocristal de zinc irradiado con una dosis de neutrones rápidos de  $3,4 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido.  $\sigma_i$ : TCRC luego de la irradiación y antes de recocer. Temperatura de referencia: 77 K . [24,25]



(a)

(b)

(c)

Fig. 3-18. Recuperados isócronos de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_c$ ) de monocristales de zinc irradiados con una dosis de neutrones rápidos de  $2,3 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido. Se utilizó un cristal diferente para cada etapa: (a) etapa III; (b) etapa IV; (c) etapa V.  $\sigma_0$ : TCRC luego de la irradiación y antes del recocido. Temperatura de referencia: 77 K.

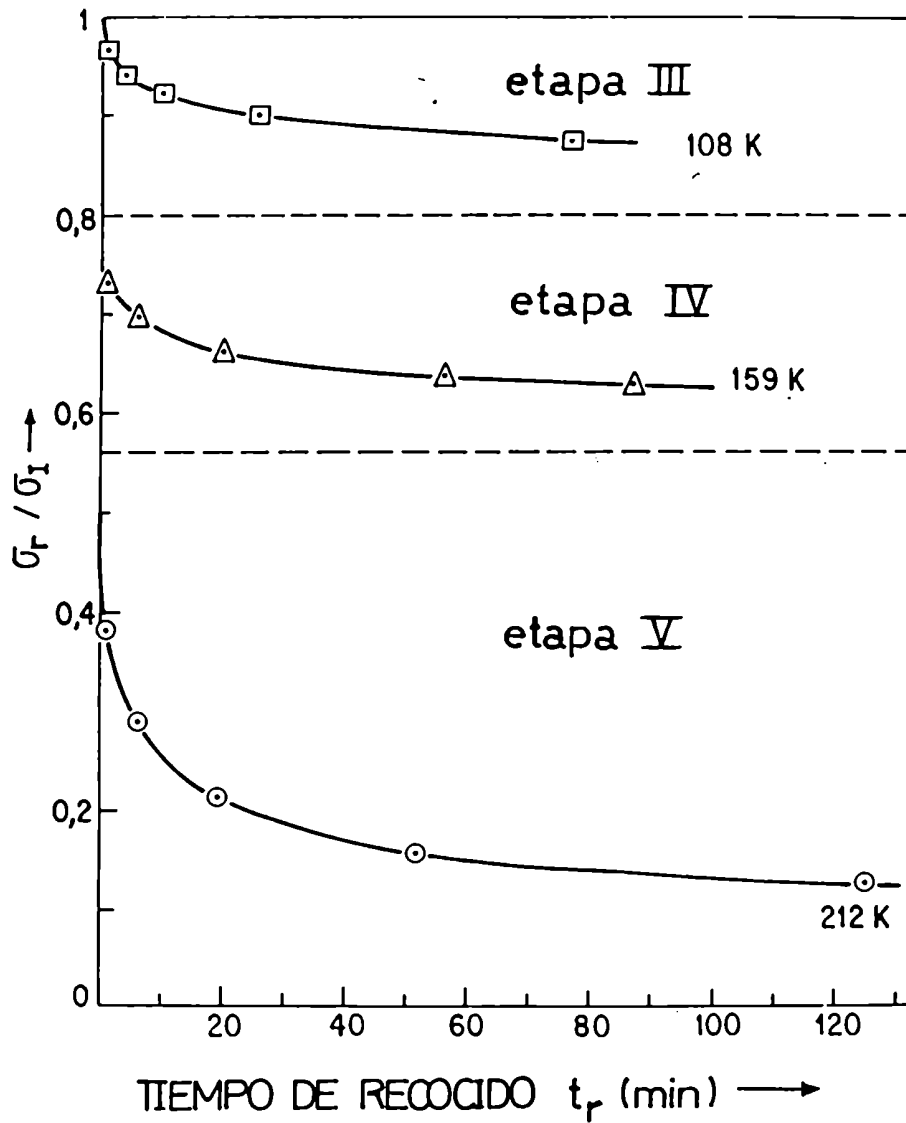


Fig. 3-19. Recuperados isotérmicos de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_r$ ) de tres monocristales de zinc irradiados con dosis de neutrones rápidos inferiores a  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido, que corresponden a las etapas III, IV y V de recuperación del daño por radiación en zinc.  $\sigma_I$ : TCRC luego de la irradiación y antes de recocer. Temperatura de referencia: 77 K.



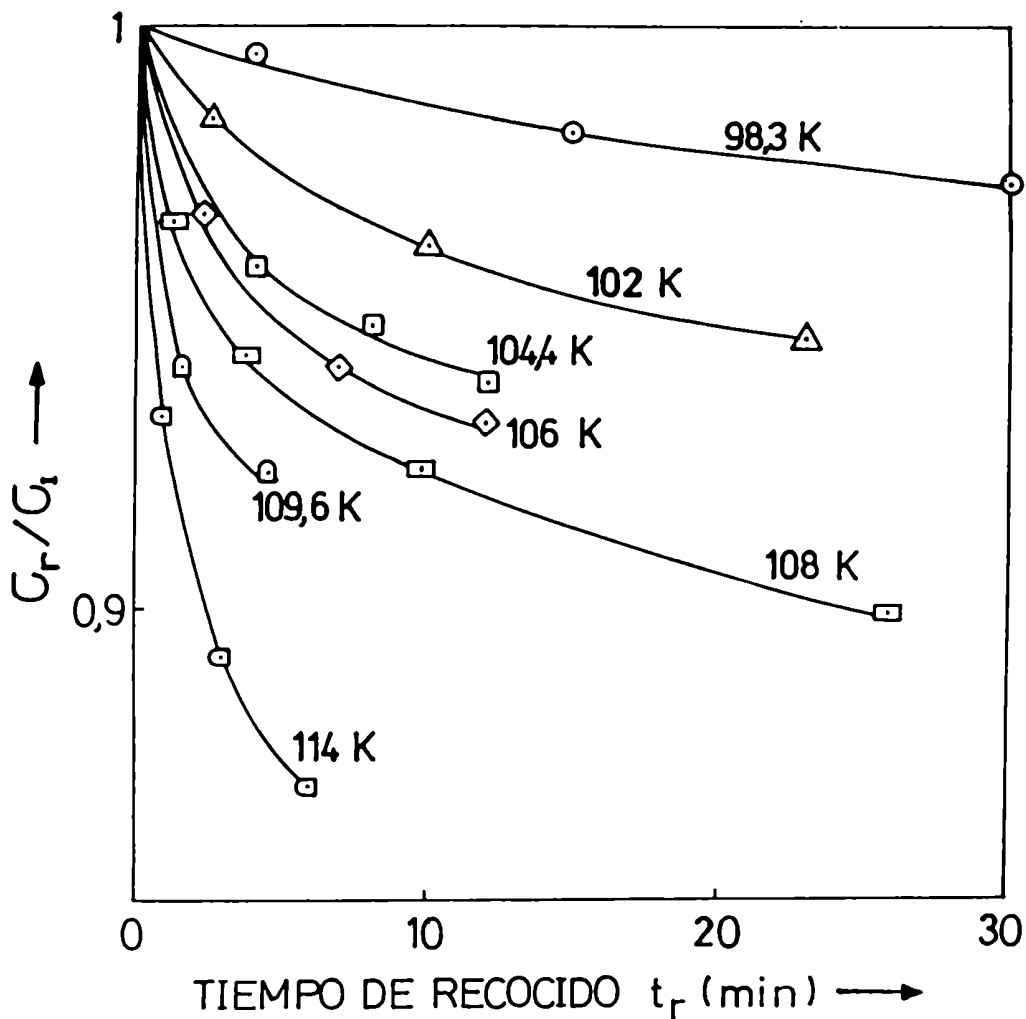


Fig. 3-20. Recuperados isotérmicos de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_r$ ) de monocristales de zinc irradiados con una dosis de neutrones rápidos de  $3,4 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido, correspondientes a la etapa III de recuperación del daño por radiación en zinc. Se utilizó un cristal diferente para cada curva de recuperación.  $\sigma_i$ : TCRC luego de la irradiación y antes de recocer. Temperatura de referencia: 77 K.

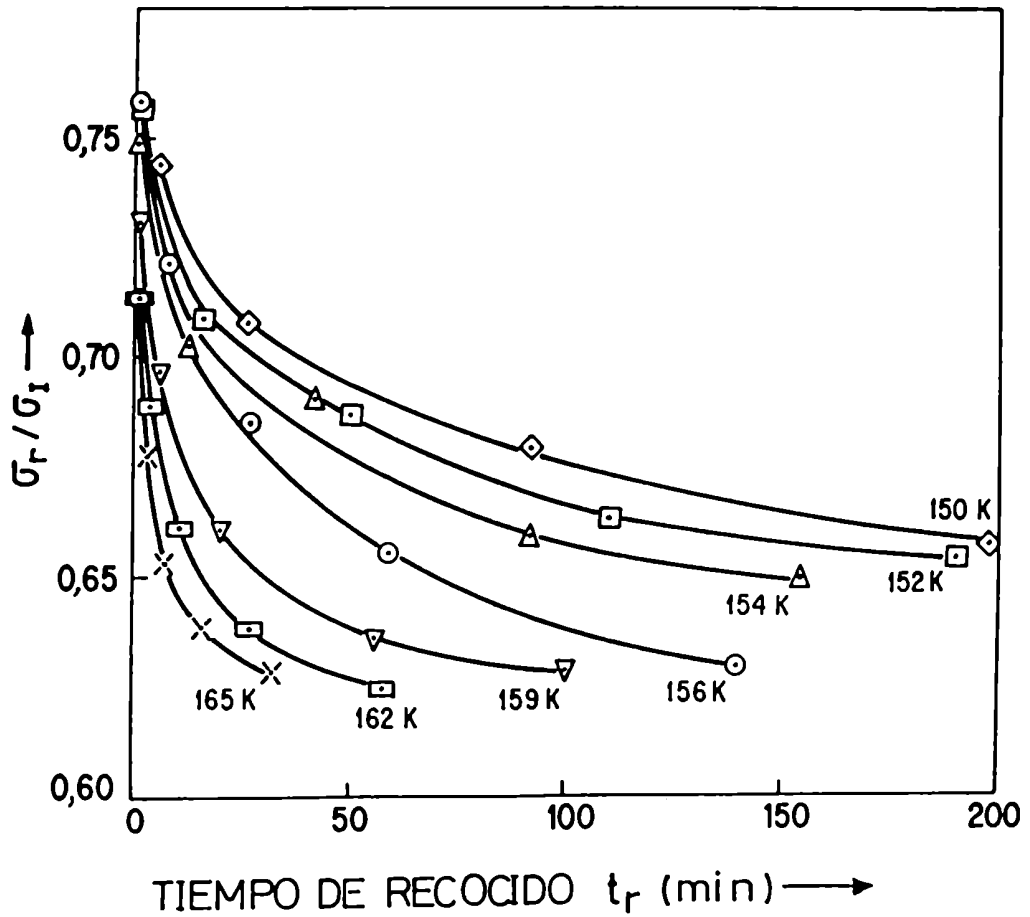


Fig. 3-21. Recuperados isotérmicos de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_r$ ) de monocristales de zinc irradiados con una dosis de neutrones rápidos de  $2,4 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido, correspondientes a la etapa IV de recuperación del daño por radiación en zinc. Se utilizó un cristal diferente para cada curva de recuperación.  $\sigma_1$ : TCRC luego de la irradiación y antes de recocer. Temperatura de referencia: 77 K.

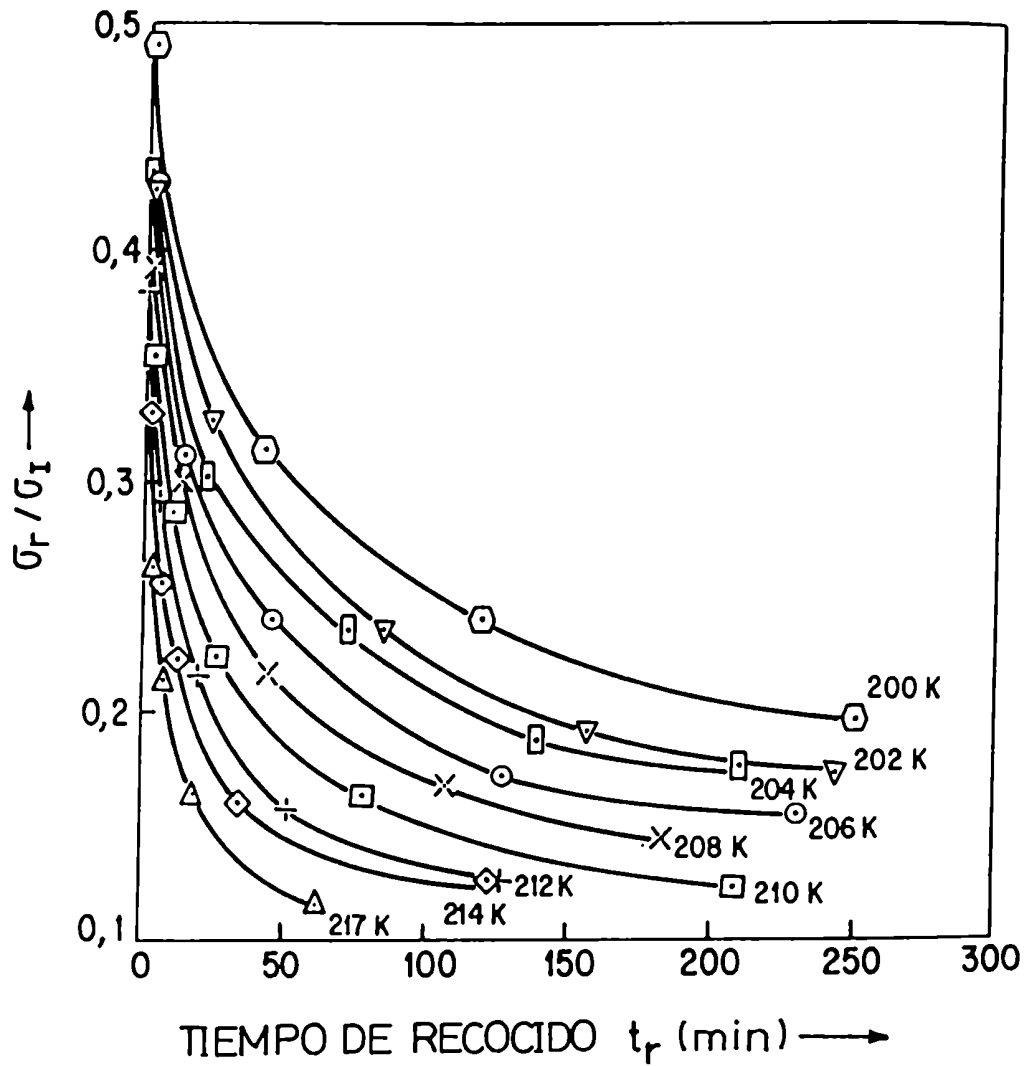


Fig. 3-22. Recuperados isotérmicos de la tensión crítica resuelta de corte ( $\sigma_r$ ) de monocristales de zinc irradiados con una dosis de neutrones rápidos de  $2,3 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$  a temperatura de nitrógeno líquido, correspondientes a la etapa V de recuperación del daño por radiación en zinc. Se utilizó un cristal diferente para cada curva de recuperación.  $\sigma_I$ : TCRC luego de la irradiación y antes de recocer. Temperatura de referencia: 77 K.

Se asumió que en cada pico de recuperación de la TCRC hay un único proceso involucrado, en el que desaparece un cierto tipo de defectos que se encuentran en exceso en el cristal. Cada recuperación isotérmica se puede describir con una expresión de la forma :

$$\int_{c_0}^c \frac{dc}{F(c)} = e^{-E/kT_r} t_r \quad (3.8)$$

[3,5] donde  $c$  es la concentración en exceso de los defectos responsables de la recuperación,  $F(c)$  es un función continua de la concentración  $c$ ,  $E$  es la energía de activación del proceso,  $T_r$  es la temperatura de recocido,  $t_r$  es el tiempo de recocido y  $k$  es la constante de Boltzman. Si se supone que para un dado nivel de la recuperación del incremento de la TCRC producido por irradiación, se tiene la misma estructura de defectos en las probetas recocidas a temperaturas próximas a la temperatura del pico de recuperación que se está estudiando, entonces se cumple:

$$t_r = A e^{E/kT_r} \quad (3.9)$$

donde  $A$  depende del nivel de recuperación. De la ec.(3.9) surge que si se grafica el logaritmo natural de  $t_r$  vs. la recíproca de  $T_r$ , correspondiente a un dado nivel de recuperación de la TCRC de las curvas isotérmicas que encuentran en las Figs. 3-20, 3-21 y 3-22, y los puntos representados se ajustan a una recta, se puede entonces determinar la energía de activación del proceso, que en cada caso sea el responsable de la recuperación, a partir de la pendiente de esta recta. En las Figs. 3-23, 3-24 y 3-25 se ha graficado el logaritmo natural de  $t_r$  en función de la recíproca de  $T_r$ , para varios niveles de recuperación de los conjuntos de curvas de de las Figs. 3-20, 3-21 y 3-22, respectivamente. Como se puede ver, se obtuvieron líneas rectas en todos los casos. Las rectas fueron trazadas aplicando el método de cuadrados mínimos.

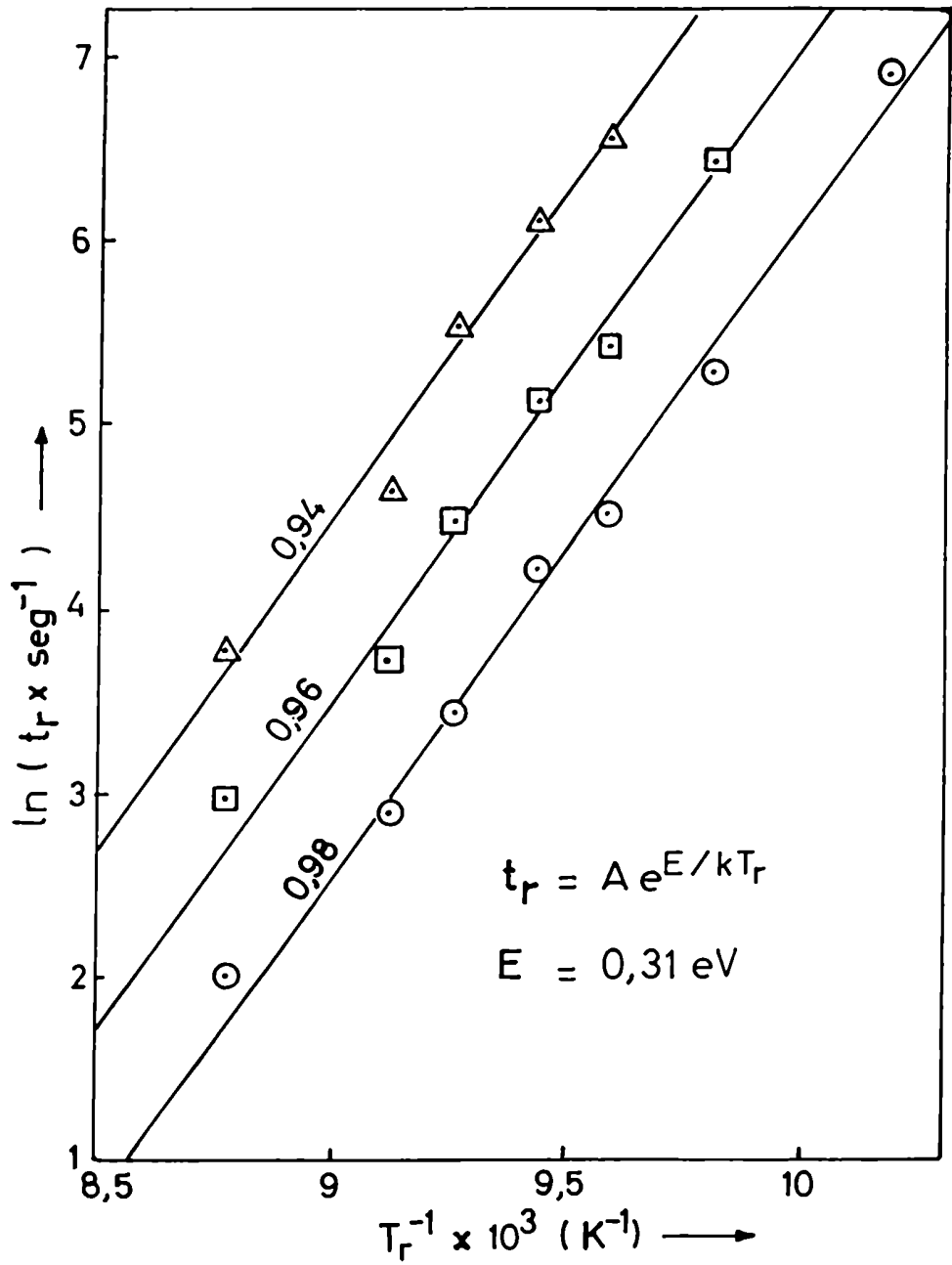


Fig. 3-23. Etapa III: Determinación fenomenológica de los valores de energía de activación (E) correspondientes a las curvas de recuperación isotérmica de la Fig. 3-20. En cada recta se indica el valor de  $\sigma_r/\sigma_1$  al que corresponden los puntos graficados.

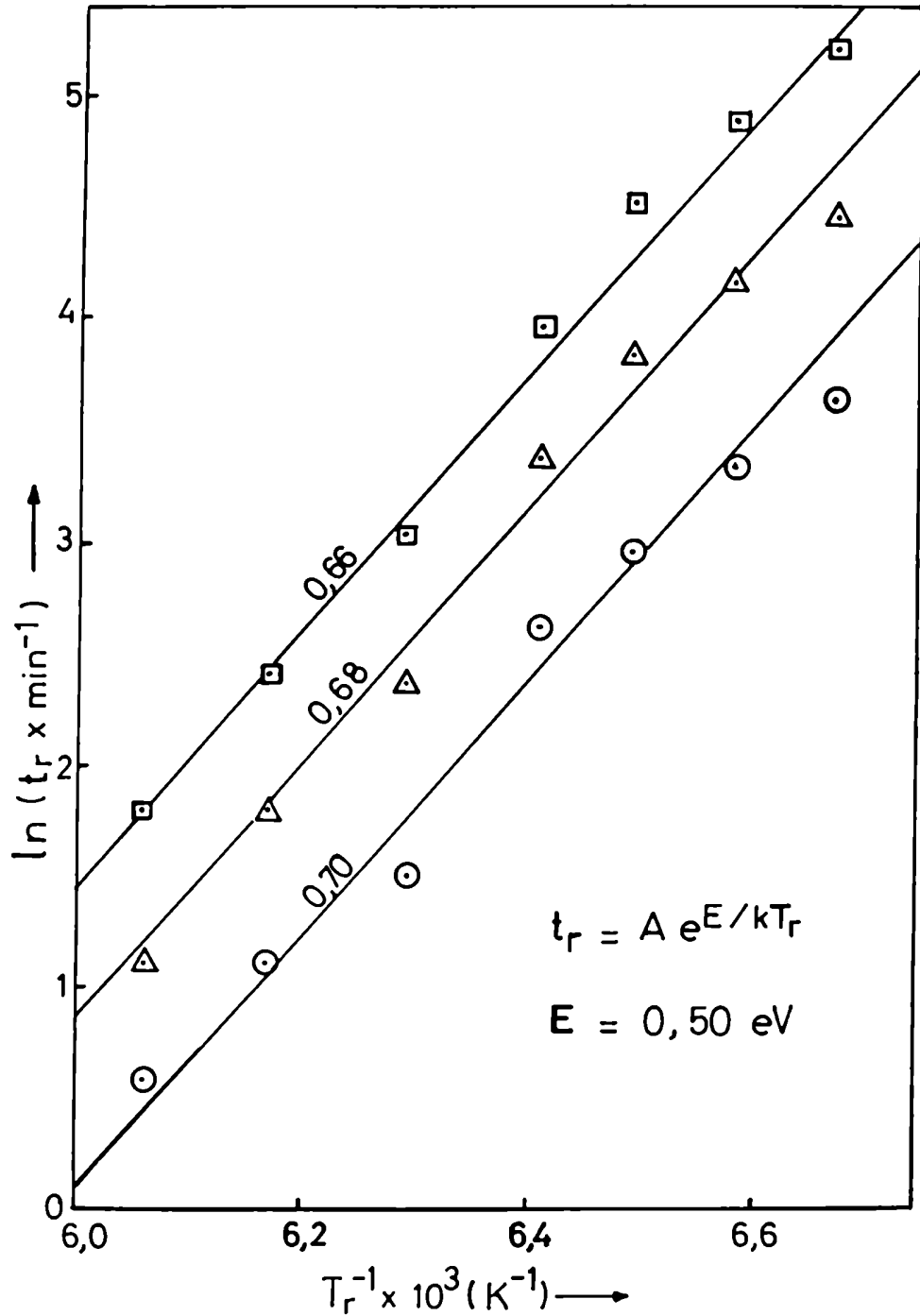


Fig. 3-24. Etapa IV: Determinación fenomenológica de los valores de energía de activación (E) correspondientes a las curvas de recuperación isotérmica de la Fig. 3-21. En cada recta se indica el valor de  $\sigma_r/\sigma_1$  al que corresponden los puntos graficados.

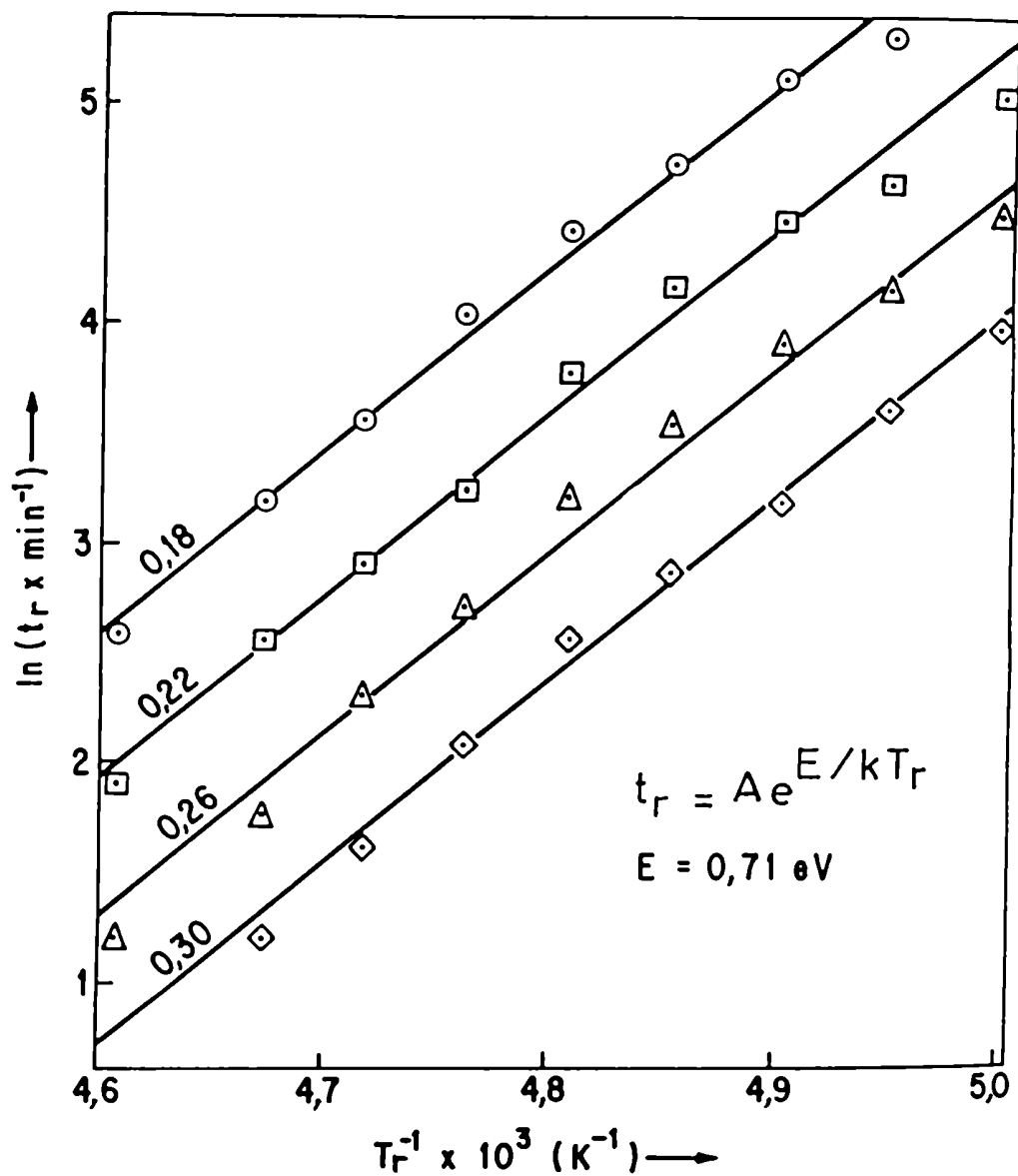


Fig. 3-25. Etapa V: Determinación fenomenológica de los valores de energía de activación (E) correspondientes a las curvas de recuperación isotérmica de la Fig. 3-22. En cada recta se indica el valor de  $\sigma_r/\sigma_l$  al que corresponden los puntos graficados.

Se obtuvieron los valores de energía de activación que se encuentran en la tabla 3.2 .

Tabla 3.2

Valores de energía de activación (E), obtenidos a partir de mediciones de la tensión crítica resuelta de corte en monocristales de zinc irradiados con neutrones rápidos.

Etapa	Temperaturas de recocido (K)	E (eV)
III	98 - 114	$0,31 \pm 0,03$
IV	150 - 165	$0,50 \pm 0,03$
V	200 - 217	$0,71 \pm 0,03$

El empleo de otros métodos, como el de Meechan-Brinkman y el de cambio de temperatura [3,5], para determinar valores de energía de activación a partir de recuperaciones isotérmicas de la TCRC en zinc irradiado con neutrones rápidos, solo sirvió para obtener los órdenes de magnitud de las energías de activación asociadas con los picos de recuperación ubicados en 110, 160 y 210 K.



## 4. DISCUSSION

Se verificó hasta la dosis de neutrones rápidos de  $1,1 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , que la TCRC a 77 K de monocristales de zinc irradiados a temperatura de nitrógeno líquido es una función lineal de la dosis elevada al exponente un medio, y que además es independiente de la orientación cristalográfica de las probetas. La misma dependencia de la TCRC a 77 K con la dosis neutrónica se encontró en magnesio, en donde además se observó que, por encima de  $2,5 \times 10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , el endurecimiento inducido por irradiación se satura. Estos resultados sugieren que, a bajas temperaturas y a bajas dosis, el endurecimiento producido por irradiación en estos dos metales hexagonales compactos se debe fundamentalmente a la presencia de aglomerados de vacancias originados en las llamadas zonas diluidas [37-39], cuyo número es proporcional a la dosis recibida. Estos aglomerados actúan como barreras al movimiento de las dislocaciones, dando lugar al endurecimiento observado. Para establecer la características de estas barreras en zinc, se irradiaron simultáneamente monocristales de zinc y de cobre, ambos de alta pureza, y se compararon los endurecimientos en estos metales. Se encontró que la relación entre los incrementos de la TCRC a 77 K es similar a la relación entre los módulos de corte en zinc y cobre. Este resultado experimental permitió establecer, utilizando para ello un modelo de barreras dispersas [23,70], que el tamaño y la fuerza de los obstáculos son similares en ambos metales. Esta similitud fué predicha por Brinkman [37,38] mediante cálculos teóricos. Se compararon además los endurecimientos producidos por irradiación en monocristales de zinc y de magnesio irradiados simultáneamente, y se encontró que las barreras en estos metales son similares, siendo las barreras en magnesio inferiores en tamaño y fuerza.

En cobre se han obtenido datos experimentales que muestran que el endurecimiento inducido por irradiación neutrónica a bajas temperaturas se debe, en su mayor parte, a la presencia de aglomerados de vacancias pequeños ( $< 5 \text{ nm}$ ). La mayoría de estos aglomerados son po-

co visibles por MET [49,67]. A partir de los datos del endurecimiento, se puede esperar que también en zinc las barreras producidas por irradiación neutrónica a 77 K sean aglomerados de vacancias pequeños. Los experimentos de recuperación del daño por radiación en zinc indican que, a temperaturas mayores que 175 K, estos aglomerados desaparecen, y es por este motivo que toda experiencia de MET tendiente a su observación debe realizarse a bajas temperaturas, con las dificultades experimentales que ésto lleva consigo.

El decrecimiento del coeficiente de endurecimiento por tabajado mecánico con la dosis neutrónica recibida, que se presenta luego de la fluencia en monocristales de zinc irradiados y traccionados en nitrógeno líquido, también se observa en monocristales de magnesio [18-21] y de cobre [19,59] irradiados y traccionados en condiciones similares a las del zinc. En todos estos metales se observa ablandamiento con la deformación cuando se los irradiado con dosis mayores que  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . Este comportamiento plástico puede ser asociado con el fenómeno de formación de canales libres de aglomerados de defectos por el pasaje de las dislocaciones [61,72], cuyos efectos comienzan a ser significativos por encima de la dosis mencionada.

El fenómeno de formación de canales libres de defectos con la deformación plástica ha sido detectado por MET [61,62,72-74,90,91] en cobre, renio, molibdeno, hierro, vanadio, niobio, Zicaloy-4 y acero inoxidable 304, irradiados con neutrones rápidos, y en aluminio y oro, templados. Sharp [61,62] estableció la correspondencia entre los canales libres de defectos, y las líneas de deslizamiento en la superficie de un cristal de cobre irradiado. También encontró que este fenómeno va acompañado por el incremento de la deformación por plano de deslizamiento activado. Esta es una característica muy importante de la deformación en los monocristales de magnesio irradiados con dosis neutrónicas mayores que  $10^{21}$  neutrones  $m^{-2}$ , a temperatura de nitrógeno líquido. En este caso se encontró que cada una de las caídas de la tensión, que se presentan luego de la fluencia en un ensayo en una máquina dura, está asociada con la for-

mación de por lo menos un nuevo paquete de líneas de deslizamiento basal, separado unos 300 a 500  $\mu\text{m}$  de los restantes paquetes. Además, se ha observado visualmente un escalón en la superficie de un monocristal de magnesio que fué deformado en varias oportunidades a 77 K utilizando una máquina blanda, luego de ser irradiado con dosis neutrónicas por encima de  $10^{21}$  neutrones  $\text{m}^{-2}$  [19, 20]. Si se comparan estos resultados en magnesio con los que han sido obtenidos en cobre [55,61,62], irradiado con las mismas dosis neutrónicas, se ve que la concentración de la deformación en bandas localizadas, y las manifestaciones de la inestabilidad de los defectos con la deformación plástica en las curvas de tracción, son mucho más pronunciadas en magnesio que en cobre. Esto sugiere que las características del fenómeno de formación de canales libres de defectos por el pasaje de las dislocaciones dependen del tipo de estructura del metal, estando relacionadas con el número de familias de planos de deslizamiento equivalentes en cada estructura. En el caso del zinc, cuya ductilidad es considerablemente menor que la ductilidad del magnesio y la del cobre a la misma temperatura, la concentración de la deformación en una zona hizo que se tuvieran, con muy poca deformación plástica macroscópica, las condiciones suficientes para que se produjera la rotura de todas las probetas que fueron deformadas luego de recibir dosis neutrónicas mayores que  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $\text{m}^{-2}$  en nitrógeno líquido. Por último, es interesante señalar que la inestabilidad de los defectos producidos por irradiación con la deformación plástica es la reponsible de que aparezcan efectos de saturación a dosis relativamente bajas, en las diversas mediciones de la dependencia del endurecimiento inducido por irradiación neutrónica con la dosis recibida, en metales como magnesio, zinc y cobre [19,20,23,56,71].

Los efectos más importantes de la radiación neutrónica en las características de la fractura de los monocristales de zinc que fueron deformados a 77 K son: el incremento de la tensión de fractura con la dosis recibida por las probetas; y la aparición

de una dosis de transición en la ductilidad de las probetas con el deslizamiento basal favorecido. El incremento de la tensión de fractura con la dosis neutrónica se explica en término de que el movimiento de las dislocaciones es una condición necesaria para que se produzca la fractura. Como se vió anteriormente, la radiación neutrónica produce aglomerados de defectos que actúan como barreras al movimiento de las dislocaciones, dando lugar al incremento de la TCRC, y produciendo, en este caso, el incremento de la tensión de fractura observado en las probetas irradiadas. Los resultados obtenidos indican que la cantidad de deformación que puede admitir un monocristal de zinc, sin que rompa, depende de la tensión normal al plano de despegue durante la deformación. Los valores de 18 MPa y de 34 MPa parecen ser lo límites máximos a 77 K de las tensiones de fractura normales a los planos de despegue, basal y primático, respectivamente, en zinc irradiado con neutrones rápidos. La dosis de transición en la ductilidad del zinc a 77 K es la de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . Debajo de esta dosis, la ductilidad de las probetas monocristalinas de zinc con el deslizamiento basal favorecido no depende de la dosis neutrónica recibida; mientras que por encima de la misma, la ductilidad de estas probetas disminuye en más de un orden de magnitud. Como ya se dijo, se puede atribuir este cambio de la ductilidad al fenómeno de formación de canales libres de defectos por el pasaje de las dislocaciones, cuyos efectos comienzan a ser significativos por encima de la dosis de transición. Para concluir, se puede decir que los resultados experimentales muestran que los aglomerados de defectos, y su inestabilidad con la deformación plástica, modifican la tensión de fractura y la cantidad de formación plástica macroscópica que admite un cristal de zinc a 77 K antes de romper, pero que la radiación neutrónica no cambia el mecanismo de fractura en sí mismo.

Los estudios de la recuperación del daño por radiación neutrónica en zinc fueron realizados midiendo la TCRC en probetas irradiadas con dosis neutrónicas bajas, muy por debajo de aquellas dosis a las que se han detectado efectos de saturación en mediciones de la resistividad eléctrica [71,92], y por debajo de la dosis de transición de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . Se localizaron tres etapas de recuperación, con sus picos más importantes en 110, 160 y 210 K. El intervalo de temperatura, en unidades de la temperatura de fusión, y la fracción de la TCRC que se recupera en la primera de estas etapas en zinc son aproximadamente los mismos que los correspondientes a la etapa III de recuperación en monocristales de cobre irradiados a 4,2 K [56]. Tanto en zinc como en cobre, la recuperación más importante de la TCRC ocurre en las dos últimas etapas.

Las etapas observadas en zinc también han sido localizadas midiendo la resistividad eléctrica [78,79] y el espaciado del eje c [78] en este metal luego de irradiarlo con neutrones rápidos, aunque solo las dos primeras (etapas III y IV) han sido analizadas en profundidad. Además, se han realizado estudios de las etapas III y IV en zinc irradiado con electrones energéticos [75] y con partículas  $\alpha$  [76,77], utilizando técnicas de resistividad eléctrica. En cambio, la etapa V en zinc no ha recibido mucha atención, debido a que las técnicas que se usan más frecuentemente para investigar defectos en metales están basadas en mediciones de la resistividad eléctrica, y ésta es muy poco sensible a la presencia de los defectos responsables de esta etapa [76-79].

Los valores de energía de activación obtenidos en las etapas III y IV del zinc, a partir de las mediciones de la TCRC realizadas en este trabajo en probetas monocristalinas irradiadas con neutrones rápidos, son consistentes con los obtenidos midiendo la resistividad eléctrica en zinc irradiado con neutrones rápidos [79] y con partículas  $\alpha$  [76,77]. En estas dos etapas, algunas de las curvas de recuperación isotérmica de la TCRC presentaron un comportamiento plástico anómalo. Así todo, el estudio realizado en las etapas III y IV es una evidencia positiva de la validez

de la técnica de plasticidad utilizada para obtener valores de energía de activación en zinc irradiado con neutrones rápidos por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . El fenómeno de formación de canales libres de defectos por el pasaje de las dislocaciones, que tiene lugar al deformar las probetas irradiadas, no afectó las determinaciones realizadas en las probetas de zinc que recibieron dosis de neutrones rápidos por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . Por encima de esta dosis, la inestabilidad de los defectos con la deformación plástica es importante, lo que hace que no se puedan realizar estudios de la recuperación del daño por radiación mediante mediciones de la TCRC.

La energía de activación de 0,31 eV, obtenida para el pico de recuperación localizado en 110 K en la etapa III del zinc, puede ser atribuida a la migración de cierto tipo de defectos intersticiales en la dirección del eje c; tratándose muy probablemente de intersticialidades [77]. El valor de 0,50 eV, obtenido alrededor de 160 K en la etapa IV del zinc, coincide con los valores de las energías de migración de vacancias que se encuentran en la literatura [80,83].

Para entender la etapa V en zinc es útil tener en cuenta el endurecimiento por irradiación y su recuperación en cobre. Como ya se dijo, el endurecimiento a bajas dosis en zinc y cobre se debe fundamentalmente a la presencia de barreras al movimiento de las dislocaciones, que son similares en ambos metales. Makin [47, 49,67] realizó trabajos de microscopía electrónica en cobre irradiado a 300 K, con dosis de neutrones rápidos superiores a las de este trabajo en zinc, que mostraron que estas barreras son aglomerados de vacancias pequeños ( $< 5$  nm). Estos aglomerados se disocian en la etapa V con energías de activación que son aproximadamente iguales a la energía de autodifusión en cobre ( $\sim 2$  eV). Además, los resultados obtenidos por Makin sugieren que en cobre irradiado hay aglomerados de vacancias submicroscópicos ( $< 2$  nm) que se disocian con energías de activación entre 1 y 1,5 eV. Es así que si se compara el valor de 0,71 eV, que se obtuvo en este trabajo, con las energías de autodifusión en zinc (0,95 eV

para la difusión paralela al eje  $c$  y  $1\text{ eV}$  para la difusión en el plano basal [80]) se puede atribuir el pico de recuperación ubicado en  $210\text{ K}$  a la disociación de aglomerados de vacancias muy pequeños. Muy probablemente, se trata de aglomerados submicroscópicos. Es importante señalar que para llegar a esta conclusión se tuvo en consideración que las mediciones fueron realizadas en zinc irradiado con dosis neutrónicas bajas, lo que hace que el número de anillos de intersticiales formados por nucleación sea despreciable respecto del número de zonas diluidas producidas por la radiación de neutrones rápidos. La recuperación de aproximadamente el  $40\%$  de un endurecimiento apreciable, producido por irradiación en zinc, muestra que los aglomerados de vacancias muy pequeños son barreras efectivas para el movimiento de las dislocaciones a  $77\text{ K}$  en este metal. El espectro del daño por radiación, obtenido con dosis neutrónicas bajas y con las vacancias inmóviles a la temperatura de irradiación, fué lo que permitió en este trabajo establecer la importancia de este tipo de defectos en el endurecimiento producido por irradiación en zinc.



## 5. CONCLUSIONES

- 1- El endurecimiento producido por irradiación con neutrones rápidos en zinc y en magnesio, a bajas temperaturas y a bajas dosis, se debe a la presencia de aglomerados de vacancias originados en las zonas diluidas. Estos aglomerados actúan como barreras al movimiento de las dislocaciones.
- 2- El tamaño y la fuerza de los obstáculos creados por irradiación neutrónica en zinc son similares a los de los obstáculos en cobre irradiado en las mismas condiciones.
- 3- Para poder observar los aglomerados de vacancias, producidos por irradiación neutrónica en zinc a temperatura de nitrógeno líquido, es necesario realizar MET a bajas temperaturas. La total recuperación de la TCRC que se produjo a temperatura ambiente en las probetas de zinc irradiadas, así lo indica.
- 4- Para dosis de neutrones rápidos por debajo de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , los aglomerados de defectos producidos por irradiación son estables con la deformación plástica en zinc a 77 K. La ductilidad de las probetas de zinc irradiadas con dosis bajas es la misma que en el caso sin irradiación. Esto sugiere que el mecanismo de fractura no cambia con la radiación neutrónica.
- 5- Por encima de la dosis de  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ , los defectos creados por irradiación neutrónica en zinc son inestables con la deformación plástica a 77 K. El fenómeno de formación de canales libres de defectos por el pasaje de las dislocaciones acentúa la inhomogeneidad de la deformación, y hace que las probetas de zinc traccionadas a 77 K admitan muy poca deformación plástica macroscópica antes de su rotura.

- 6- Es necesario el movimiento de las dislocaciones para que se produzca la fractura en zinc deformado a 77 K. El incremento de la tensión de fractura con la dosis neutrónica que se obtuvo en todos los monocristales de zinc, cualquiera sea su orientación cristalográfica, es una evidencia de ello.
- 7- La inestabilidad de los defectos con la deformación plástica no permite que se utilicen técnicas de plasticidad para estudiar procesos de recuperación a bajas temperaturas en zinc irradiado con dosis neutrónicas mayores que  $4,5 \times 10^{20}$  neutrones  $m^{-2}$ . Por debajo de esta dosis, se empleó una técnica de plasticidad para obtener energías de activación de procesos en zinc, que dió buenos resultados.
- 8- Los picos de recuperación de la TCRC en zinc irradiado con neutrones rápidos, localizados alrededor de 110, 160 y 210 K, se deben a procesos cuyas energías de activación son 0,31, 0,50 y 0,71 eV, respectivamente.
- 9- El proceso responsables de la recuperación de la TCRC que se produjo alrededor de 110 K en la etapa III del zinc, puede ser interpretado en términos de la migración de cierto tipo de defectos intersticiales; muy probablemente, se trata de intersticialidades que migran en la dirección del eje c. La energía de activación medida en la etapa IV del zinc, alrededor de 160K, permite atribuir la recuperación que se produce a esta temperatura, a la migración de las vacancias.
- 10- La disociación de los aglomerados de vacancias originados en las zonas diluidas es la responsable de la recuperación de la TCRC medida alrededor de 210 K en la etapa V del zinc. El valor de 0,71 eV, obtenido en este caso, es menor que las energías de autodifusión en zinc. Esto sugiere que estos aglomerados de vacancias son submicroscópicos (<2nm).

11- Los aglomerados de vacancias submicroscópicos son barreras efectivas al movimiento de las dislocaciones en zinc deformado a 77 K. Esto queda puesto en evidencia en la importante disminución del endurecimiento inducido por irradiación que ocurre alrededor de 210 K, en zinc irradiado con dosis de neutrones rápidos bajas en nitrógeno líquido.

*Romero J. M.*  
*Alfaro*

REFERENCIAS

- [1] G.H.Vineyard y G.J.Dienes, Radiation Effects in Solids, Interscience Publishers Inc., New York 1957.
- [2] L.T.Chadderton, Radiation Damage in Crystals, Methuen and Co.Ltd., London 1965.
- [3] B.T.Kelly, Irradiation Damage to Solids, Pergamon Press, Cambridge 1966.
- [4] Y.Quéré, Défauts Ponctuels dans les Métaux, Masson et Cie. Editeurs, Paris 1967.
- [5] M.W.Thompson, Defects and Radiation Damage in Metals, University Press, Cambridge 1969.
- [6] J.Gittus, Irradiation Effects in Crystalline Solids, Applied Science Publishers Ltd., London 1978.
- [7] D.O.Northwood, Radiation Damage in Materials Science, Serie de Lecturas , CNEA, Buenos Aires, abril 1979, International Atomic Energy Agency (IAEA), Viena 1979.
- [8] Rev.Mod.Phys. 47 , supl.Nº 3 (1975).
- [9] Irradiation Effects on Structural Alloys for Nuclear Reactor Applications, ASTM STP 484 (1970).
- [10] Effects of Radiation on Structural Materials, ASTM STP 683 (1978).
- [11] D.L.Douglass, The Metallurgy of Zirconium, IAEA, Suplemento, Viena 1971.
- [12] Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 633 (1977).
- [13] D.O.Northwood, Atomic Energy Rev.15, 547 (1977).
- [14] H.C.González, A.M.Fortis y T.H.Blewitt, J.of Nucl.Mat. 108-109, 485 (1982).
- [15] H.C.González, A.M.Fortis y G.D.H.Coccoz (a ser publicado).
- [16] J.Hillairet, L.Trabut y R.Le Diouron, CEA-R-4033 (1970).

- [17] J.C.Nicoud, CEA-R-4134 (1971).
- [18] C.Pomar, T.H.Blewitt y E.A.Bisogni, Phys.Stat.Sol.(a) 10, 519 (1972).
- [19] H.C.González, Tesis de Doctorado en Física, Instituto de Física J.Balseiro, Universidad Nacional de Cuyo, San Carlos de Bariloche 1973.
- [20] H.C.González, Phys.Stat.Sol.(a) 86, 169 (1984).
- [21] H.C.González y C.J.Iriart, Phil.Mag.A 52, 243 (1985).
- [22] F.W.Kunz y A.N.Holden, Acta Met.2, 816 (1954).
- [23] H.C.González y E.A.Bisogni, Phys.Stat.Sol.(a) 62, 351 (1980).
- [24] C.J.Iriart, Tesis de Licenciatura en Cs. Físicas, Facultad de Cs.Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires, Buenos Aires 1980.
- [25] C.J.Iriart, A.M.Fortis y H.C.González, Acta Met.32, 389 (1984).
- [26] H.C.González y C.J.Iriart, Phil.Mag.A (aceptado).
- [27] H.C.González, T.H.Blewitt y E.A.Bisogni, Micromáquina de Tracción y Criostato que Operan en el Reactor RA-1, CNEA, Nt 29/76 (1976).
- [28] A.M.Fortis, E.Mezzabolta y H.C.González, Facilidad de Irradiación para Altas Temperaturas RA-1 y Dispositivo para Medición "In Situ" de Crecimiento por Irradiación, CNEA, Nt23/83 (1983).
- [29] H.C.González, A.M.Fortis y E.Mezzabolta, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Sect.A 239 (3), 592 (1985).
- [30] P.Vajda, Rev.Mod.Phys.49, 481 (1977).
- [31] D.J.Hughes y R.B.Schwarz, U.S.AEC Report BNL-352 (2nd.ed), Brookhaven National Laboratory, New York 1958.
- [32] Biblioteca Multigrupo ABN-set (K.F.K), Kernforschungszentrum Karlsruhe.

- [33] G.H.Kinchin y R.S.Pease, Report on the Progress in Physics 18, 1 (1955).
- [34] M.T.Robinson, Phil.Mag.12, 741 (1965).
- [35] P.Sigmund, Appl.Phys.Lett.14, 114 (1969).
- [36] M.T.Robinson y I.M.Torrens, Phys.Rev.B 9, 5008 (1974).
- [37] J.A.Brinkman, J.of Appl.Phys.25, 961 (1954).
- [38] J.A.Brinkman, Am.J.of Phys.24, 246 (1956).
- [39] A.Seeger, Proc.Second Internat.Conf.on Peaceful Uses of Atomic Energy 6, United Nations, New York 1958 (p.250).
- [40] A.Seeger, Proc.of Symposium on Radiation Damage in Solids and Reactor Materials 1, IAEA, Viena 1962 (p.101).
- [41] R.H.Silsbee, J.of Appl.Phys.28, 1246 (1957).
- [42] D.N.Seidman, J.of Phys.F 3, 393 (1973).
- [43] D.N.Seidman, Radiation Damage in Metals, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 1976 (p.55).
- [44] J.A.Brinkman, Fission Damage in Metals, Rendiconti della Scuola Internazionale de Fisica "E.Fermi", Ac.Press 1962.
- [45] A.Berghezan, A.Foudeux y S.Amelinckx, Acta.Met.9, 464 (1961).
- [46] J.Silcox y P.B.Hirsch, Phil.Mag.4, 1356 (1959).
- [47] M.J.Makin, A.D.Whaphan y F.J.Minter, Phil.Mag.6, 465 (1961).
- [48] M.J.Makin, A.D.Whaphan y F.J.Minter, Phil.Mag.7, 285 (1962).
- [49] M.J.Makin y S.A.Manthorpe, Phil.Mag.8, 1725 (1963).
- [50] M.Wilkens y M.Ruhle, Symposium on the Nature of Small Defects, AERE Report-R5265, 365 (1966).
- [51] K.G.McIntyre, Phil.Mag.15, 205 (1967).
- [52] M.Ipohorski y L.M.Brown, Phil.Mag.22, 931 (1970).
- [53] M.S.Wechsler, Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals 2, Proc.of an Internat.Conf.held at Gatlinburg, Tenn.,

- October 6-10, 1975, M.T. Robinson y F.W. Young Jr. (eds.), ERDA Report CONF-751006-P2, Washington 1975 (p.991).
- [54] The Physics of Irradiation Produced Voids, Harwell Report AERE-R7934, Ed. R.S. Nelson 1975.
- [55] T.H. Blewitt, R.R. Coltman, R.E. Jamison y J.K. Redman, J. of Nucl. Mat. 2, 277 (1960).
- [56] J. Diehl, Chr. Leitz y W. Schilling, Phys. Lett. 4, 236 (1963).
- [57] J. Diehl, Radiation Damage in Solids and Reactor Materials, IAEA, Viena 1962 (p.129).
- [58] M.J. Makin y F.J. Minter, Acta Met. 8, 691 (1960).
- [59] T.H. Blewitt y T.J. Koppelaar, Radiation Effects in Metals, Gordon and Breach, New York 1967 (p.561).
- [60] J. Diehl, Vacancies and Interstitials in Metals, Proc. of Internat. Conf. held at Julich, Germany, 23-28 September 1968, Wiley, New York 1970 (p.739).
- [61] J.V. Sharp, Phil. Mag. 16, 77 (1967).
- [62] J.V. Sharp, Proc. Fourth European Regional Conference on Electron Microscopy, Roma 1968 (p.417).
- [63] F.A. Nichols, Report WAPD-T-2493 (1972).
- [64] T.H. Blewitt y R.R. Coltman, Phys. Rev. A 82, 769 (1951).
- [65] R.E. Jamison y T.H. Blewitt, Phys. Rev. A 91, 237 (1953).
- [66] D.K. Holmes, J.K. Redman, T.H. Blewitt y R.R. Coltman, Bull. Am. Phys. Soc. 11, 130 (1956).
- [67] M.J. Makin, F.J. Minter y S.A. Manthorpe, Phil. Mag. 13, 729 (1966).
- [68] E. Orowan, Proc. Symp. Internal Stresses in Metals and Alloys, The Institute of Metals, London 1948 (p.451).
- [69] W. Frank, Phys. Stat. Sol. 26, 197 (1968).
- [70] J. Friedel, Les Dislocations, Gauthier-Villars, Paris 1956.



- [71] T.H.Blewitt, R.R.Coltman y C.E.Klabunde, Solid State Annual Report ORNL-2614, 65 (1959).
- [72] M.S.Wechsler, The Inhomogeneity of Plastic Deformation, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 1973 (p.19).
- [73] B.Mastel, H.E.Kissinger, J.J.Laidler y T.K.Bierlein, J.Appl. Phys.34, 3637 (1963).
- [74] R.P.Tucker, M.S.Wechsler y S.M.Ohr, J.Appl.Phys.40, 400 (1969).
- [75] H.Vandenborre, J.Nihoul y L.Stals, Crytal Lattice Defects 5, 89 (1974).
- [76] J.Roggen, J.Cornelis, J.Nihoul y L.Stals, Phil.Mag.35, 1205 (1977).
- [77] J.Roggen, J.Nihoul, J.Cornelis y L.Stals, J.of Nucl.Mat. 69-70, 700 (1978).
- [78] H.Maeta, S.Takamura y S.Okuda, Phys.Lett.A 75, 131 (1979).
- [79] J.Nihoul, Phys.Stat.Sol.3, 2061 (1963).
- [80] A.Seeger, Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals 1, Proc.of an Internat.Conf.held at Gatlinburg, Tenn., October 6-10, 1975, M.T.Robinson y F.W.Young Jr. (eds.), ERDA Report CONF-751006-P1, Washington 1975 (p.493).
- [81] W.Schilling, P.Ehrhart y K.Sonnenberg, Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals 1, Proc.of an Internat.Conf. held at Gatlinburg, Tenn., October 6-10, 1975, M.T.Robinson y F.W.Young Jr. (eds.), ERDA Report CONF-751006-P1, Washington 1975 (p.470).
- [82] B.Schönfeld y P.Ehrhart, Phys.Rev.B 19, 3905 (1979).
- [83] J.P.Simon, P.Vostray, J.Hillairet y P.Vajda, Phys.Stat.Sol. (b) 64, 277 (1974).
- [84] C.Barret, Structure of Metals, McGraw-Hill Book Co., New York 1952 (p.386).
- [85] A.Deruyttère y G.B.Greenough, J.Inst.Metals 84, 337 (1955-56).

- [86] L.C.Weiner y M.Gensamer, J.Inst.Metals 85, 441 (1956-57).
- [87] A.Seeger y H.Trauble, Z.Metallkunde 51, 435 (1960).
- [88] E.J.Stafel y D.S.Wood, Fracture of Solids, Metallurgical Society Conference, Maple Valley, Washington, August 21-24, 1962, Interscience Publishers, New York 1963 (p.521).
- [89] B.D.Cullity, Elements of X-Rays Diffraction, Addison-Wesley 1967.
- [90] D.Mills y C.E.Coleman, The Inhomogeneity of Plastic Deformation, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 1973 (p.53).
- [91] R.L.Fish, J.L.Straalsund, C.W.Hunter y J.J.Holmes, Effects of Radiation on Substructure and Mechanical Properties of Metals and Alloys, ASTM STP 529, American Society for Testing Materials 1973 (p.149).
- [92] T.H.Blewitt, R.R.Coltman, P.K.Holmes y T.S.Noggle, Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Wiley, New York 1957 (p.603).
- [93] Metals Handbook-Ninth Edition 2, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 1979 (P.824).
- [94] G.A.Shirn, E.S.Wajda y H.B.Huntington, Acta.Met. 1, 513 (1953).
- [95] F.E.Jaumot y R.L.Smith, Trans.AIME 206 , 137 (1956).

APENDICE

Datos característicos del zinc

Símbolo: Zn

Número atómico:  $Z = 30$

Número de masa:  $A = 65$

Número de isótopos: 12

Peso atómico: 65,37 gr

Estructura electrónica:  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2$

Estado de oxidación: 2

Valencia: 2

Densidad (25°C) [93] :  $\delta = 7,133 \text{ gr cm}^{-3}$

Densidad de átomos (25°C) [93] :  $6,57 \times 10^{22} \text{ át cm}^{-3}$

Estructura cristalina [84] : hexagonal compacta

- Parámetros de la red:

c = 0,49470 nm

a 0,26648 nm

- Relación c/a : 1,8556

Temperatura de ebullición [93] : 1180 K

Temperatura de fusión [93] : 692 K

Calor específico (20°C) [93] : 382 J/kg

Calor latente de fusión [93] : 100,9 kJ/kg

Calor latente de vaporización [93] : 1,782 MJ/kg

Coefficientes de expansión térmica lineal en monocristales (0 a 100°C) [93]:

- Dirección del eje c : 61,5  $\mu\text{m/mK}$

- Dirección de un eje a 15  $\mu\text{m/mK}$

Conductividad térmica [93] : 113 W/mK

Coefficientes de autodifusión  $D_0$  [94,95] :

- Paralela al eje c :  $D_{o//} = 0,1 \text{ cm}^2 \text{ seg}^{-1} = 1 \times 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ seg}^{-1}$
- Perpendicular al eje c :  $D_{o\perp} = 0,5 \text{ cm}^2 \text{ seg}^{-1} = 5 \times 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ seg}^{-1}$

Energías de autodifusión [80] :

- Paralela al eje c :  $E_{//}^{\text{AD}} = 0,95 \text{ eV}$
- Perpendicular al eje c :  $E_{\perp}^{\text{AD}} = 1,00 \text{ eV}$

Energías de migración de vacancias [80] :

- Fuera del plano basal :  $E_{\text{mB}}^{\text{V}} = 0,43 \text{ eV}$
- En el plano basal :  $E_{\text{mA}}^{\text{V}} = 0,50 \text{ eV}$

Sistema de deslizamiento más importante [84] :  $\langle 11\bar{2}0 \rangle \{0001\}$

Vector de Burgers [84] :

$$\vec{b} = \frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$$

$$b = 0,26648 \text{ nm}$$

Formación de maclas [84] :

- Planos de maclado :  $\{10\bar{1}2\}$
- Direcciones de maclado :  $\langle 10\bar{1}1 \rangle$

Módulo de corte [70] :  $\mu = 3,7 \times 10^{11} \text{ dina cm}^{-2} = 3,7 \times 10^4 \text{ MPa}$

Energía umbral de desplazamiento atómico [30] :  $E_d = 13,5 \text{ eV}$

Sección eficaz de colisión elástica de un neutrón con energía de 1 MeV [31]  $\Sigma = 3,4 \text{ Barn}$