

SIMULAÇÃO DE UM DIFRATÔMETRO DE TENSÃO RESIDUAL NO IEA-R1

*Alexandre P. S. Souza¹, Luiz P. de Oliveira¹, Fabiano
Yokaichiya², Frederico A. Genezini³, Paulo de T. D. Siqueira⁴,
Margareth K. K. D. Franco¹*

¹Projeto do Reator Multipropósito Brasileiro – IPEN-CNEN/SP
Av. Professor Lineu Prestes, 2242
05508-000 São Paulo – SP
alexandre.souza@ipen.br

²Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie – HZB
Hahn-Meitner-Platz 1
14109 Berlin – Alemanha

³Centro do Reator de Pesquisas – IPEN-CNEN/SP

⁴Centro de Engenharia Nuclear – IPEN-CNEN/SP
Av. Professor Lineu Prestes, 2242
05508-000 São Paulo – SP

RESUMO

O reator nuclear IEA-R1, localizado no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), disponibiliza feixes de nêutrons para aplicação em técnicas de caracterização de materiais, atualmente contando com experimentos de difração de alta resolução e tomografia. Com o intuito de expandir os experimentos, aqui é apresentado um estudo prévio visando a implementação da técnica de tensão residual por difração de nêutrons. Tal escolha, deve-se à sua grande aplicabilidade às indústrias nuclear e aeronáutica, envolvendo estudos de fadiga e corrosão em ligas de Ni, Ti e aços submetidas à tensão. Além disso, as medições de tensão residual são também executadas em materiais cerâmicos, compostos intermetálicos e policristalinos. Este estudo prévio da viabilidade da implementação da técnica é baseado em simulações numéricas, em que são analisados os componentes necessários para a instalação de um difratômetro de tensão residual nas dependências do IEA-R1. Estudos sobre a geometria e componentes como filtros, monocromador, detector, fendas foram realizados por meio do método de Monte Carlo com o *software* McStas para estimar o posicionamento dos mesmos.

1. INTRODUÇÃO

O reator de pesquisa IEA-R1, localizado no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, vem atuando como a mais importante fonte contínua de nêutrons do Brasil durante os últimos sessenta anos. O IEA-R1, que é um reator do tipo piscina aberta com fluxo no núcleo de cerca de 5×10^{13} n/cm²s, opera com uma potência aproximada de 4, 5 MW durante 24 horas por semana. De acordo com o cenário atual e sua configuração, é possível implementar novos instrumentos no IEA-R1, uma vez que existem *beam holes* (BH) disponíveis.

Dentre as diversas técnicas que utilizam nêutrons na caracterização de materiais, destaca-se a determinação de tensão residual por meio da difração [1]. A análise da tensão residual em diferentes materiais policristalinos é um tema de grande importância para aplicações industriais, ciência dos materiais e engenharia [1-3]. Aspectos desta tensão, que estão intimamente ligados com o processo de deformação de objetos, possibilitam a determinação de características como durabilidade e resistência.

Técnicas de determinação de tensão residual por difração são vantajosas por se tratarem de métodos não destrutivos, em que o processo com nêutrons apresenta um maior grau de penetração para o estudo de materiais se comparado ao processo

com raio-X. A difração com nêutrons fornece informações úteis sobre o estresse microscópico ou o estresse intergranular por deformação plástica e fadiga, assim como pode ser usado para determinar textura e transição de fases no interior dos materiais [2,3]. Devido ao grande interesse no estudo de materiais na engenharia e na indústria, estudamos a viabilidade de instalação de um difratômetro de tensão residual no BH-10 do IEA-R1. Para verificar esta possibilidade de instalação, utilizamos o *software* McStas que simula o transporte de nêutrons por componentes ópticos e instrumentos, por meio do método Monte Carlo [4].

Este trabalho consiste na definição dos componentes do difratômetro, levando em consideração características físicas do reator e seu feixe de nêutrons. As simulações deste projeto básico, permite-nos vincular a geometria dos componentes do instrumento ao fluxo otimizado de nêutrons na posição da amostra. A análise de instrumentos “estado da arte” [1, 5-8] permite a determinação de requerimentos mínimos para a operação e funcionamento de um difratômetro de tensão residual [9]. Por meio desses requerimentos, verificamos quais configurações e componentes permitem a instalação de um difratômetro de tensão residual no IEA-R1.

2. DIFRATOMETRIA DE TENSÃO RESIDUAL

As tensões residuais em materiais podem ser determinadas por meio de métodos lineares e não-lineares, de acordo com os mecanismos geradores das deformações [10]. O método da medida de tensão residual por difração de nêutrons é classificado como linear, ou seja, assumimos que a deformação interplanar que ocorre no material obedece à lei de Hooke. A relação tensão (σ) – deformação (ε) para materiais isotrópicos é dada por:

$$\varepsilon = H \sigma, \quad (1)$$

onde a matriz H possui, em geral, 36 elementos associados às seis deformações e seis tensões no ponto de estudo. Tendo em vista a deformação da amostra nas seis direções, a lei de Bragg deve ser generalizada, e é dada por:

$$n\lambda = 2d^{\text{hkl}} \text{sen}(\theta^{\text{hkl}}), \quad (2)$$

onde n é um número inteiro, λ é o comprimento de onda do nêutron incidente no material, d^{hkl} é a distância interplanar da rede cristalina, $2\theta^{\text{hkl}}$ é o ângulo de *take-off* e hkl são os índices de Miller. Frequentemente, o método mais utilizado na determinação da tensão residual por difração de nêutrons é o chamado método da múltipla exposição [11]. Nesta metodologia, a relação entre deformação e tensão é escrita em função de um sistema de coordenadas ortonormais que coincidem com

os eixos principais da amostra. Esta por sua vez, sofre rotações azimutais (Φ) e polares (ψ) para cada medição dos nêutrons difratados, permitindo obter a relação:

$$\frac{\Delta d}{d_0} \sim \sigma \Phi \text{sen}^2(\psi) \quad (3)$$

onde $(\Delta d/d_0)$ fornece a variação percentual da distância interplanar de um grão para um dado par de ângulos ψ e Φ . A principal vantagem deste método está no estabelecimento da linearidade de $\Delta d/d_0$ como uma função de $\text{sen}^2(\psi)$, a qual permite-nos a obtenção de σ_Φ (tensão no plano azimutal). A determinação completa do tensor de deformação requer medições nas 6 direções independentes [9,12]. Dentro do arranjo experimental, as medidas em diferentes direções são possíveis por meio do uso de um goniômetro, que rotaciona e desloca o objeto estudado na mesa de amostra. Não obstante, as medidas desses ângulos de rotação e de $\Delta d/d_0$ viabilizam a determinação da matriz H.

3. SIMULAÇÕES

Atualmente o BH-10 abriga uma estrutura remanescente de um espectrômetro de três eixos desativado. Deste, grande parte de seus componentes e estrutura seguem preservados e aptos para a implementação de um difratômetro de tensão residual. Detectores de posição, fluxo e divergência são alocados no local do monocromador, no local da amostra (após a fenda primária e antes da fenda secundária) e no detector final. Não obstante, testa-se a sensibilidade dos resultados frente à variação das dimensões das fendas, que definem o volume de gauge nominal [12], e suas distâncias à amostra. Os casos investigados consistem em diferentes aberturas de *slits* primárias e secundárias, assim como suas distâncias ao centro da amostra (e goniômetro).

3.1. Arranjo experimental

A Figura 1 apresenta um desenho esquemático do caminho percorrido pelo feixe de nêutrons desde o *core* do reator, pelos componentes do instrumento, até o detector final após a amostra. A Tabela 1 apresenta os parâmetros dos componentes do difratômetro utilizados nas simulações [11].

Tabela 1 – Parâmetros dos componentes do difratômetro utilizados nas simulações

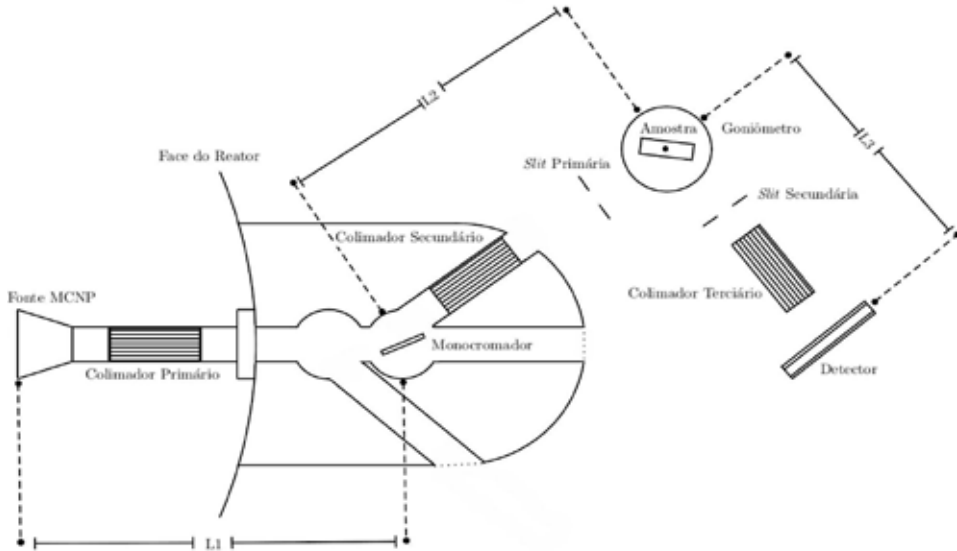
Componentes	Características
Colimador Primário (segundo estágio) Tipo: Soller	Seção transversal: $4,445 \times 4,1275 \text{ cm}^2$ Comprimento: 80 cm (25 cm) Divergência horizontal: $27'$ (divergência vertical: $1^\circ 27'$)
Monocromador	PG(002) $d = 3,354 \text{ \AA}$
Colimador Secundário Tipo: Soller	Seção transversal: $4,445 \times 4,1275 \text{ cm}^2$ Comprimento: 80 cm Divergência horizontal: $27'$
Amostra	Volume: 45 cm^3 ($5 \text{ cm} \times 3 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$)
Colimador terciário Tipo: Soller	Seção transversal: $4,445 \times 4,1275 \text{ cm}^2$ Comprimento: 45 cm Divergência horizontal: $48'$
Detector	Área: $30 \times 30 \text{ cm}^2$

Apesar do estudo apenas considerar os componentes já existentes no IEA-R1, testa-se também quais componentes poderiam ser alterados a fim de garantir melhores resultados (maior fluxo no local da amostra e menor divergência). O feixe de nêutrons utilizados nas simulações são inseridos no McStas por meio do componente “Virtual_mcnp_input()”, que lê um arquivo gerado previamente pelo código MCNP do núcleo do reator IEA-R1.

4. RESULTADOS

Dentro da configuração básica do difratômetro, observa-se que a escolha do monocromador é fundamental, uma vez que o ângulo de *take-off* (20°) é fixo, conforme descrito na Figura 1. Deste modo, faz-se necessário a utilização de um monocromador que favoreça a difração dos nêutrons mais abundantes do espectro do feixe inicial. De acordo com o detector virtual alocado antes do monocromador, verifica-se que o pico da distribuição de nêutrons térmicos corresponde ao comprimento de onda de $1,15 \text{ \AA}$. Apesar do monocromador utilizado difratar preferencialmente em $\lambda = 2,29 \text{ \AA}$, detecta-se o pico mencionado de $1,15 \text{ \AA}$ por meio de difrações de segunda ordem. A difração deste e de outros picos gera um efeito indesejado de feixe não-monocromático incidindo sobre a amostra. Por sua vez, as simulações também indicam que existe um excedente de nêutrons epitérmicos ($\lambda < 0,5 \text{ \AA}$), que ocasiona valores superestimados de fluxo em cerca de 84% na Tabela 2. De acordo com a literatura [9], o valor mínimo de fluxo no local da amostra deve ser $5 \times 10^4 \text{ n/cm}^2 \text{ s}$ e a FWHM (máxima largura meia-altura) máxima de $0,8^\circ$ (para um ângulo de espalhamento de 90°).

Figura 1 – Esquema do *layout* básico do difratômetro de nêutrons para medidas de tensão residual do IEA-R1. Distâncias Fonte–Monocromador, Monocromador–Amostra e Amostra–Detector são dadas, respectivamente, por 3,25 m, 1,65 m e 1,00 m.



Segundo a Tabela 2, é possível verificar que todos os casos com slits, cujas áreas são maiores que 25 cm^2 , atendem a exigência mínima de fluxo (já considerando os valores superestimados em 84%). Em todos os casos apresentados, a área do detector virtual utilizado para medir o fluxo no local da amostra possui 15 cm^2 . Somado a este fato, verifica-se que de modo geral, aproximadamente todos os nêutrons que passam pela slit primária passam posteriormente pelo local da amostra. Deste modo, os valores de fluxo com áreas de slits menores que 25 cm^2 podem ter seus valores melhorados, quando são considerados volumes de gauge menores. Isto é, pode-se diminuir a área do detector e aumentar o fluxo no local da amostra. Por outro lado, o sistema de colimadores e monocromador geram, de acordo com Caglioti [14], uma FWHM teórica de $1,66^\circ$. Nestas condições, verifica-se a necessidade de utilizar colimadores com menor divergência (maior número de placas paralelas) para diminuir o valor da FWHM.

Tabela 2 – Resultados das simulações de Monte Carlo para o fluxo de nêutrons

Área da <i>slit</i> 1 (mm x mm)	Distância <i>slit</i> primária- amostra (cm)	Fluxo (n/ cm ² s) na <i>slit</i> primária	Fluxo (n/cm ² s) na amostra
2 × 1	5	6,3 × 10 ⁶	8,3 × 10 ³
2 × 1	10	6,7 × 10 ⁶	8,9 × 10 ³
2 × 1	20	3,2 × 10 ⁷	2,0 × 10 ⁴
2 × 1	30	3,0 × 10 ⁷	2,0 × 10 ⁴
5 × 2,5	5	1,1 × 10 ⁸	9,0 × 10 ⁵
5 × 2,5	10	7,1 × 10 ⁷	6,0 × 10 ⁵
5 × 2,5	20	4,0 × 10 ⁸	3,3 × 10 ⁵
5 × 2,5	30	5,4 × 10 ⁷	4,5 × 10 ⁵
10 × 5	5	1,2 × 10 ⁸	4,1 × 10 ⁶
10 × 5	10	1,1 × 10 ⁸	3,7 × 10 ⁶
10 × 5	20	6,2 × 10 ⁷	2,1 × 10 ⁶
10 × 5	30	6,7 × 10 ⁷	2,2 × 10 ⁶
50 × 25	5	4,3 × 10 ⁷	3,6 × 10 ⁷
50 × 25	10	4,2 × 10 ⁷	3,5 × 10 ⁷
50 × 25	20	4,3 × 10 ⁷	3,6 × 10 ⁷
50 × 25	30	4,5 × 10 ⁷	3,6 × 10 ⁷

5. CONCLUSÕES

Por meio deste estudo prévio, concluímos que a instalação de um difratômetro de tensão residual no IEA-R1, utilizando somente os componentes disponíveis, é inviável. De acordo com os resultados podemos verificar que, para algumas configurações específicas, os valores de fluxos obtidos atendem as exigências mínimas para o correto funcionamento do difratômetro de tensão residual, segundo a literatura [9]. Entretanto, testes prévios da FWHM demonstram que o sistema deve possuir uma menor divergência. Também verificamos a necessidade de utilização de um filtro (a ser estudado) para diminuir o background de nêutrons epitérmicos, assim como eliminar os picos de outras ordens. A alteração do monocromador PG (002) para PG (004) também pode contribuir para evitar esta interferência. Futuramente, pretendemos simular estes casos para otimizar o sistema estudado e garantir as exigências de fluxo para menores dimensões de fendas, assim como garantir uma máxima divergência de 0,8°.

AGRADECIMENTOS

APSS e LPO agradecem o CNPq pelo suporte financeiro por meio dos processos 381565/2018-1 e 380183/2019-6, respectivamente.

REFERÊNCIAS

1. KIRSTEIN, O.; LUZIN, V.; BRULE, A.; NGUYEN, H.; TAWFIK, D. Kowari – OPAL's residual-stress diffractometer and its application to materials science and engineering. *Advanced Materials Research*, v. 41-42, p. 439-444, 2008.
2. BROWN, D.; BERNARDIN, J.; CARPENTER, J.; CLAUSEN, B.; SPERNJAK, D.; THOMPSON, J. Neutron diffraction measurements of residual stress in additively manufactured stainless steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 678, p. 291-298, 2016.
3. FITZPATRICK, M.; LODINI, A. *Analysis of residual stress by diffraction using neutron and synchrotron radiation*. Londres: Taylor & Francis, 2003.
4. LEFMANN, K.; Nielsen, K. A general software package for neutron ray-tracing simulations. *Neutrons News*, v. 10, p. 20-23, 1999.
5. BRULE, A.; Kirstein, O. Residual stress diffractometer Kowari at the Australian research reactor Opal: status of the project. *Physica B*, v. 385-386, p. 1040-1042, 2006.
6. KIRSTEIN, O.; BRULE, A.; NGUYEN, H.; Luzin, V. Kowari – The residual-stress diffractometer for engineering applications at Opal. *Materials Science Forum*, v. 571-572, p. 213-217, 2008.
7. BOIN, M.; Wimpory, R. E3: Residual stress neutron diffractometer at BER II. *Journal of large-scale research facilities*, v. 2, p. 1-8, 2016.
8. PIRLING, T.; BRUNO, G.; WITHERS, P. SALSA: Advances in residual stress measurement at ILL. *Materials Science Forum*, v. 524-525, p. 217-222, 2006.
9. PARANJPE, S. *et al.* Measurement of residual stress in materials using neutrons. In: TECHNICAL MEETING – INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA), 13-17 out. 2003, Viena/Áustria. *Proceedings [...]*. 2003.
10. BEER, F. *et al.* *Mecânica do materiais*. Porto Alegre: AMGH Editora, 2008.
11. STEUWER, A. *et al.* The $\sin^2\psi$ -method in pulsed neutron transmission. *Journal of Neutron Research*, v. 2-4, p. 289-294, 2001.

12. HUTCHINGS, M.; WITHERS, P.; HOLDEN, T.; LORRENTZEN, T. *Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction*. Londres: Taylor & Francis, 2005.
13. FUHRMANN, C. *Projeto e construção de um espectrômetro de cristal de três eixos para nêutrons e verificação do desempenho por meio da medida das relações de dispersão do cobre*. 1979. 91 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Energia Atômica (IEA), São Paulo, 1979. Disponível em: <http://repositorio.ipen.br/handle/123456789/9333>.
14. CAGLIOTI, G.; PAOLETTI, A.; RICCI, F. P. Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction. *Nuclear Instruments*, v. 3, p. 223-228, 1958.

