

Memoria de Proyecto Fin de Máster de Física
Aplicada

**Estudio del efecto de la irradiación en aceros
inoxidables tipo 316**

César Yagüe Martín-Lunas

Facultad de Ciencias Físicas
Universidad Complutense de Madrid

ALUMNO: César Yagüe Martín-Lunas (cesar.yague@ciemat.es)

DIRECTORES: Dra. Mercedes Hernández Mayoral (CIEMAT)

Título: Estudio del efecto de la irradiación en aceros inoxidables 316

Title: Study of irradiation effect on the stainless steels type 316

Palabras clave: Microscopía electrónica de transmisión, Bucles de dislocación, acero austenítico, endurecimiento, irradiación neutrónica, corrosión bajo tensión asistido por la irradiación

Keywords: Transmission Electron Microscopy, Dislocation loops, austenitic steel, hardening, neutron irradiation, Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking

INDICE

1	Introducción	5
1.1	Descripción de los componentes internos. Materiales de los componentes internos de un reactor de agua ligera.....	5
1.2	Procesos de degradación: Corrosión bajo tensión y corrosión bajo tensión asistido por la irradiación.....	8
1.3	Daño por irradiación: Cascada de colisión. Evolución de la microestructura.....	11
1.4	El uso de la radiación con iones para comprender la irradiación con neutrones en los reactores de agua ligera.....	13
2	OBJETIVO Y ALCANCE.....	14
3	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET)	15
4	Metodología experimental.....	21
4.1	Materiales.....	21
4.2	Condiciones de irradiación.....	21
4.3	Caracterización con Microscopía Electrónica de transmisión.....	23
4.4	Preparación de las muestras para Microscopía Electrónica de transmisión.....	23
5	Resultados.....	27
5.1	Aleación modelo NiCr.....	27
5.2	Acero inoxidable 316 L	28
5.3	Acero Inoxidable 316 TT.....	30
6	DISCUSION.....	39
	Bibliografía	

Abstract

The alterations in the microstructure induced by neutron irradiation are important contributors to the behaviour of the internal components under operation in the nuclear reactor. Neutron irradiation induces defects in the microstructure in the form of dislocation loops as well as the redistribution of the solute atoms and impurities. In 300 series austenitic stainless steels, the common structural materials used in light water reactor (LWR) core components, the radiation produces property changes such as hardening, swelling or embrittlement that can be directly related to changes in the microstructure caused by radiation. The aim of the work presented here is to characterize the microstructure of some materials that have suffered irradiation damage in order to understand the behavior of these materials. Preliminary results obtained by Transmission Electron Microscopy (TEM) characterization of irradiated materials are presented. The materials have been irradiated with ions as a way of simulate neutron irradiation damage. Indications of the effect of dose and irradiation temperature have been obtained and are explained.

Resumen

Los cambios en la microestructura inducidas por la radiación neutrónica contribuyen de manera importante en el comportamiento de los componentes internos bajo operación de los reactores nucleares. La radiación neutrónica induce defectos en la microestructura en forma de bucles de dislocación y también la redistribución de átomos de soluto e impurezas. En la serie 300, los aceros inoxidable austeníticos, materiales estructurales comunes usados en los componentes del núcleo de los reactores de agua ligera, la radiación produce cambios en las propiedades tales como endurecimiento, hinchamiento, fragilización que pueden ser relacionadas con los cambios en la microestructura causados por la irradiación. El objetivo del trabajo que se presenta aquí es caracterizar la microestructura de algunos materiales que se han sometido a irradiación para contribuir a la comprensión del comportamiento de estos materiales bajo irradiación. Se exponen los resultados preliminares obtenidos mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) Los materiales se irradiaron con iones como una manera de simular el daño que produce la radiación neutrónica. Se han obtenido indicaciones del efecto de la dosis y de la temperatura de irradiación

1 Introducción

Una de las tendencias actuales que afecta a la producción de energía nuclear de fisión es la extensión de vida de las plantas nucleares que están actualmente en funcionamiento. Los materiales que se utilizan para los componentes de los reactores nucleares en servicio, sufren un proceso de envejecimiento, como consecuencia de las condiciones de operación: radiación neutrónica, alta temperatura, cargas cíclicas a alta presión y un ambiente corrosivo. Todo esto se traduce en un cambio de las propiedades mecánicas, tales como endurecimiento, hinchamiento, fragilización.

Los componentes internos de los reactores de agua ligera, (1) están esencialmente fabricados de aceros inoxidables austeníticos. Estos componentes juegan un papel importante ya que contienen el núcleo del reactor, ellos canalizan el flujo de agua dentro de la vasija, además soportan y guían la instrumentación necesaria para controlar y monitorizar el reactor, mantienen alineado el combustible, restringen su movimiento, mantiene la separación entre los elementos de combustible, asegura el flujo de refrigerante bajo la vasija hasta la cúpula y protege a la vasija contra la radiación neutrónica y gamma. (2)

1.1 Descripción de los componentes internos. Materiales de los componentes internos de un reactor de agua ligera.

En la (Figura 1), se presenta una descripción de los componentes internos de una vasija de un reactor de agua a presión. La estructura del núcleo inferior contiene los componentes más críticos debido al hecho, de que ellos soportan y mantienen el núcleo. Los componentes que están sometidos a mayor irradiación son los que están a la altura del núcleo. Estos componentes internos están compuestos por placas verticales (“baffle plates”) que tienen una forma prismática para adaptarse la forma cuadrada de los elementos de combustible, sujetas por tornillos a unos anillos horizontales (“formers”) que a su vez se conectan al barrilete cilíndrico y a la estructura prismática de las placas soporte, esto queda descrito en la (Figura 2).

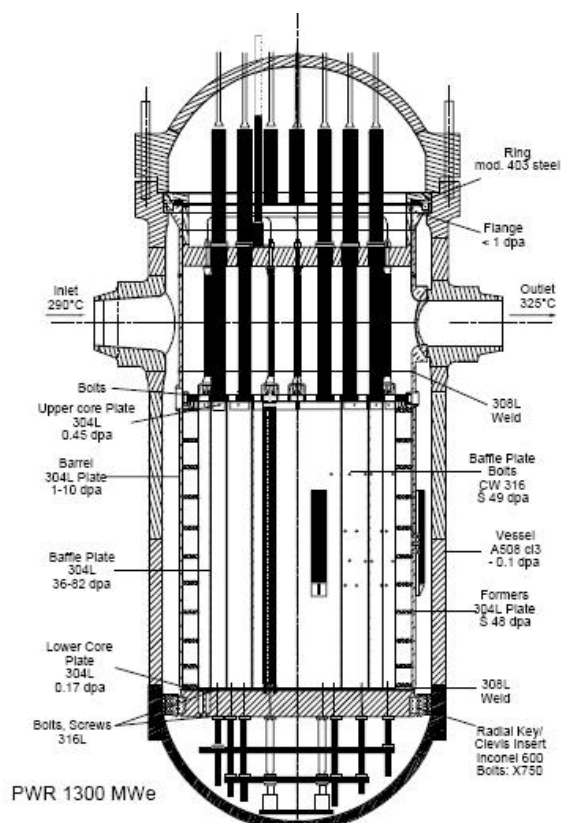


Figura 1. Vista general de la vasija y las estructuras internas de un reactor de agua a presión de 1300 MW. [COSU CT94-074 (1997) "Effect of irradiation on water reactor internals" Fianl Report EUR 17694 EN]

Los elementos que tienen mayor interés por sufrir corrosión, son la envuelta del núcleo, en los reactores de agua en ebullición, y los pernos utilizados en el barrilete de los reactores de agua a presión. En la mayoría de estos casos, estos componentes están fabricados con aceros inoxidables austeníticos tipo AISI 304 y AISI 316 trabajado en frío, respectivamente. Los aceros inoxidables austeníticos se eligieron para estas estructuras debido a que tienen una buena resistencia de corrosión al agua y a la fragilización por la irradiación neutrónica. La característica principal de los aceros inoxidables austeníticos es que mantienen su estructura austenítica a temperatura ambiente. El carbono es muy bajo (0,02% al 0,15%), el cromo oscila entre el 16 y el 20% y el níquel entre el 8 y el 14 %, aunque estos porcentajes pueden variar.

Pero en algunos lugares de los componentes internos, después de haber transcurrido una gran tiempo de operación, aparece el agrietamiento. Ver (Figura 3), en donde se muestra un perno de la central belga de Tihange, (3) en la que aparecen agrietamientos, debido a un nuevo mecanismo de corrosión, corrosión bajo tensión asistido por la irradiación. La alta dosis de la irradiación neutrónica en los reactores de agua ligera

hace que se origine la corrosión en los materiales en tales condiciones. De modo que cambian las propiedades mecánicas.

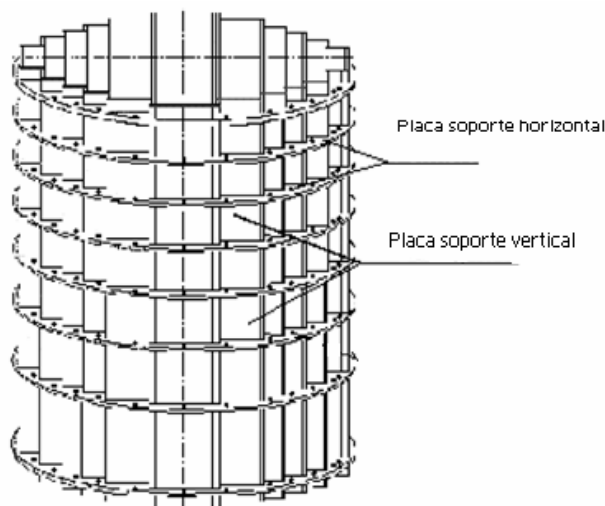


Figura 2. Placas soportes. [COSU CT94-074 (1997) "Effect of irradiation on water reactor internals" Final Report EUR 17694 EN]

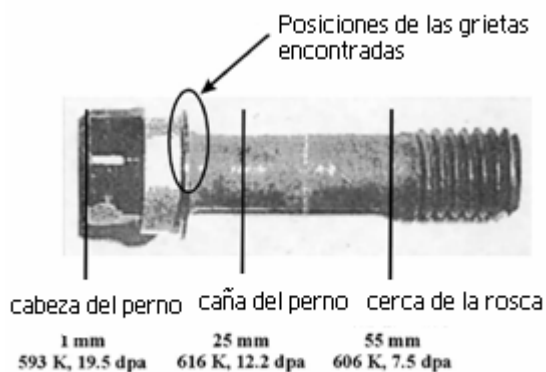


Figura 3. Tres posiciones diferentes fueron examinadas a lo largo de la longitud del perno. J. Nucl. Mater. 317 32-45

En la Tabla 1, se presenta un resumen de los materiales que se emplean en los componentes internos, en las centrales de Francia, Inglaterra y Alemania. En Francia los materiales empleados en la fabricación del barrilete, se utilizan placas soporte de acero 304L. En Alemania, los materiales que se emplean para los reactores KWU son aceros inoxidables austeníticos recocidos, estabilizados con Niobio, tienen por objeto reducir la sensibilización, es decir evitar el empobrecimiento(4)de cromo en el borde grano como consecuencia del aporte de calor en las soldaduras y por tanto evitar la susceptibilidad

del material a la corrosión. De modo que el carbono en estos aceros estabilizados forman precipitados con el Niobio y no con el cromo (4)

*Tabla 1. Composiciones químicas de los aceros inoxidable austeníticos empleados en placas soporte, barrilete de los reactores PWR europeos. COSU CT94-074 (1997)
“Effect of irradiation on water reactor internals” Final Report EUR 17694 EN*

	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Co	Cu	N	B
Z3CN 18-10 N controlled 304L France	≤ 0.04	≤ 2.0	≤ 1.0	≤ 0.03	≤ 0.04	9.0 - 10.0	19.0- 20.0	-	-	-	≤ 0.20	≤ 1	≤ 0.08	≤ 0.0018
304 (SA182) UK	0.04 - 0.08	≤ 2.0	≤ 1.0	≤ 0.03	≤ 0.04	8.0 - 11.0	18.0- 20.0	-	-	-	≤ 0.05	-	-	-
304 (SA240) UK	0.04 - 0.08	≤ 2.0	≤ 1.0	≤ 0.03	≤ 0.045	8.0 - 10.5	18.0- 20.0	-	-	-	≤ 0.05	-	≤ 0.10	-
X6CrNiNb 18-10 (1.4550 Germany)	≤ 0.04	≤ 2.0	≤ 1.0	≤ 0.02	≤ 0.035	9.0 - 12.0	17.0- 19.0	-	≤ 0.65	-	≤ 0.20	-	≤ 0.08	-

1.2 Procesos de degradación: Corrosión bajo tensión y corrosión bajo tensión asistido por la irradiación.

Se observa la presencia de agrietamientos intergranulares en los componentes internos de la vasija. Estos agrietamientos se deben esencialmente a la corrosión bajo tensión, ya que este tipo de degradación ocurre cuando se somete a cargas constantes. Este tipo de degradación lo sufren esencialmente los aceros inoxidable austeníticos y las aleaciones base níquel. La corrosión bajo tensión, provoca grietas intergranulares asociadas a la zona afectada por el calor de las soldaduras (Figura 4). La grieta se encuentra cercana a la zona de soldadura, es decir a la zona afectada por el calor de la soldadura. De modo, que para que se produzca un proceso de corrosión bajo tensión, necesitamos: un material susceptible, que las tensiones sean superiores a un umbral y deben ser de tracción, y que el ambiente sea suficientemente agresivo (Figura 5). Este tipo de corrosión, se da en las tuberías de los reactores de agua en ebullición y en la zona afectada por el calor. La soldadura va a sensibilizar el material y va a provocar un

empobrecimiento en cromo, además la soldadura produce tensiones residuales importantes y encima el agua del refrigerante, contiene O₂, agua oxigenada y especies radicalarias como consecuencia de la radiolisis del agua provocando un medio suficientemente agresivo.



Figura 4. Grieta intergranular. MINA 2008-09 CIEMAT

En concreto, la zona objeto de nuestro estudio son los materiales que se encuentran en el núcleo. Este es el objetivo del trabajo. En esta zona los materiales están sometidos al agua, presión, temperatura y además la irradiación. Aparece el tipo de corrosión al que centramos nuestro estudio, la corrosión bajo tensión asistido por la irradiación IASCC (Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking). (5) El aspecto particular de este tipo de corrosión, es que aparece en materiales no sensibilizados, es decir no se requiere aporte de calor, por ejemplo de una soldadura que provoque el empobrecimiento de cromo en borde de grano.

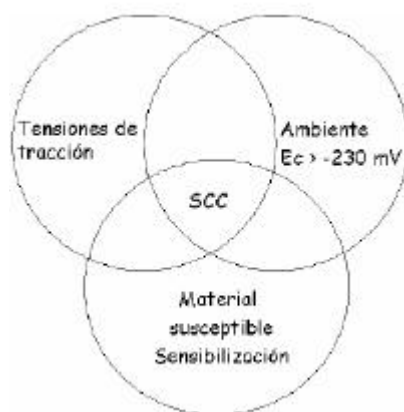


Figura 5. Esquema de la corrosión bajo tensión. SCC. MINA 2008-09 CIEMAT

Se conoce que para que un material sufra agrietamiento, por IASCC, este material debe acumular un cierto valor de fluencia neutrónica. En la (Figura 6) se representa cuando aparecen los primeros fallos en los reactores BWR y PWR.

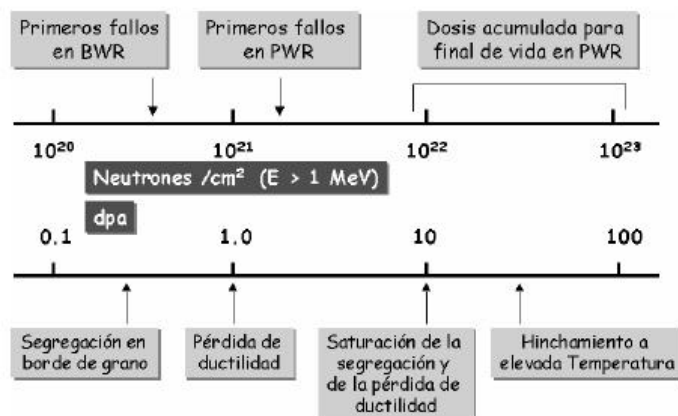


Figura 6. Valores umbrales de fluencia neutrónica desencadenantes de IASCC

Los efectos de la irradiación neutrónica modifican el material, en concreto el borde de grano. La radiación neutrónica produce dos efectos en el material: Por un lado, modifica la microquímica en el borde de grano y al mismo tiempo modifica la microestructura. La segregación inducida por radiación en borde de grano, responsable del cambio microquímico, se produce como consecuencia de las variaciones de los flujos de soluto tanto de vacantes como de intersticiales hacia los sumideros. Estas variaciones en el flujo de solutos tendrá como resultado un enriquecimiento o empobrecimiento de algunos de los elementos de la aleación en los defectos que actúan en los sumideros. Los elementos que difunden más lentamente a través del mecanismo de difusión de vacantes se enriquecerán (6) y los que difunden más rápidos sufrirán un empobrecimiento provocando un empobrecimiento en Cr, Fe, Mo y Mn en el borde de grano (Figura 7) y un enriquecimiento en Ni, Si y P, siendo dominante el empobrecimiento en cromo.

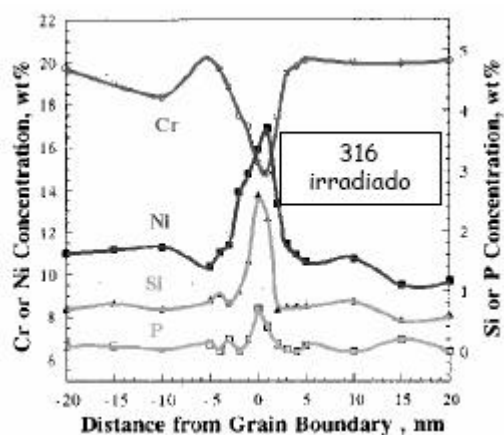


Figura 7. Variaciones de las concentraciones de Cr, Ni, Si y P en borde de grano

1.3 Daño por irradiación: Cascada de colisión. Evolución de la microestructura.

El daño de desplazamiento, lo generan los neutrones, al termalizarse, es decir pierden su energía mediante colisiones con los átomos de la red. Cada átomo desplazado por el primer impacto de un neutrón, desencadena una cascada de colisiones (7) entre átomos desplazados que originan una cadena de desplazamientos. Este átomo desplazado por un neutrón incidente, se denomina PKA (primary Knock-on Atom). La imagen representa cómo se genera una cascada de colisiones.(Figura 8)

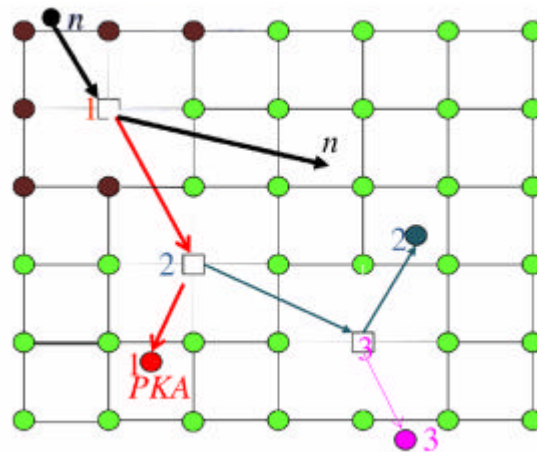


Figura 8. Cascada de colisiones

La cascada de colisiones produce una región central (8) con un gran número de posiciones vacantes en red (vacantes) rodeada por una nube de átomos auto-intersticiales (intersticiales). La mayoría de (9) estos defectos puntuales se recombinan entre ellos y desaparecen. Otros migran por el material o se aglomeran formando defectos extensos como dislocaciones, lazos de dislocación, aglomerados tridimensionales, defectos complejos asociados a impurezas,...etc. Este destino final de los defectos puntuales creados por cascada de colisiones depende de la temperatura del material, de su estructura y del contenido de impurezas. El resultado de la continua creación de defectos puntuales y (10) su migración es la alteración continua de la microestructura del material y en consecuencia de sus propiedades macroscópicas. El aumento de la densidad de dislocaciones endurece el material, así como la formación de aglomerados tridimensionales de vacantes y la formación de defectos complejos vacante/impureza. La formación de voids y burbujas de He pueden producir un aumento del volumen del material (swelling) y lo hacen frágil. El aumento de la concentración de

las vacantes puede disparar la velocidad de difusión de los elementos aleantes, pudiendo alterar drásticamente la homogeneidad de la composición del material al producir la segregación de ciertos elementos en defectos como fronteras de grano, dislocaciones, (RIS, radiation induced segregation), o la formación de precipitados (RIP, radiation induced segregation). Estos fenómenos también endurecen y fragilizan el material. Las imágenes siguientes muestran los defectos mencionados.

La irradiación con neutrones en los materiales puede producir daño por el desplazamiento de los átomos de su posición en la red. Cada desplazamiento de cada átomo crea un par vacante-posición intersticial. Estos defectos son inestables y la mayoría de ellos, se aniquilan por recombinación. Los defectos sobrevivientes se reordenan en configuraciones más estables tales como bucles de dislocación, redes de dislocación, precipitados y cavidades o migran a sumideros tales como bordes de grano, dislocaciones u otras interfases. La producción, aniquilación y la migración de estos defectos puntuales permite cambios en la microestructura y microquímica del material. Estos cambios varían con la composición química y los tratamientos termo-mecánicos y la temperatura de irradiación.

Bajo las condiciones de los reactores (11) de agua ligera, la microestructura producida por la irradiación parece cambiar significativamente para la temperatura de 300°C. Entre 275-300°C la estructura de defectos ante todo, consiste de pequeños “black spot” de un diámetro menor de 4 nm y de bucles de dislocación grandes de 4-20 nm de diámetro que son principalmente Bucles de Frank. Se observa que el tamaño de los bucles de dislocación incrementa con la dosis de irradiación como se podrá observar en la Figura 13. Entre 300-350°C la microestructura, consiste de grandes(12) bucles de Frank y redes de dislocaciones. También a altas dosis, las cavidades y huecos se forman a altas dosis y altas temperaturas. Las cavidades y huecos no se observan en aceros inoxidables irradiados por debajo de 300°C.

La irradiación a temperaturas por encima de 350°C, permite la formación de partículas de segunda fase, los carburos de metal son los precipitados más estables en los aceros inoxidables de la serie 300. La segregación inducida por irradiación de níquel y silicio permite la formación de Ni_3Si y $M_6Ni_6Si_7$

1.4 EL USO DE LA IRRADIACION CON IONES PARA COMPRENDER LA IRRADIACION CON NEUTRONES EN LOS REACTORES DE AGUA LIGERA.

Una forma de estudiar los fenómenos producidos por la radiación neutrónica es el empleo de iones pesados para inducir daño en el material. Los iones pesados producen un daño en cascada de desplazamiento similar al de los neutrones. El empleo de aceleradores de iones permite realizar un estudio sistemático de las variables que afectan en la radiación. Los experimentos se realizan en condiciones bien conocidas y controladas y se puede realizar estudios paramétricos de las variables de interés. Por otro lado, tienen la ventaja de que el material irradiado con iones no se activa, facilitando su manejo en el laboratorio.

La irradiación con iones pesados tiene, sin embargo, la desventaja de que el rango de penetración es menor que el de los neutrones, (13) y el daño queda confinado en los primeros nanómetros cercanos a la superficie del material bombardeada con iones.

La microestructura formada por la irradiación son similares en todos los aspectos; bucles de dislocación, distribución de tamaño de defectos, densidad de los black spot y densidad total de dislocaciones. El hecho de conseguir la misma microestructura y microquímica satisface el empleo de radiación iónica. Los mecanismos de deformación y el comportamiento de IASCC (irradiation assisted stress corrosión cracking) se ajustan bien con los experimentos de los materiales irradiados con neutrones.

En contraste con la irradiación neutrónica, la radiación iónica (iones pesados, iones ligeros, o electrones) juegan considerables ventajas en tanto en la longitud del ciclo como en el coste. La irradiación con iones rara vez, requieren más de unas pocas diez horas para alcanzar niveles de 1-5 dpa. La irradiación produce una pequeña o nula radiactividad, permitiendo la manipulación de muestras sin la necesidad de precauciones especiales.

2 OBJETIVO Y ALCANCE

Los cambios producidos en la microestructura contribuyen de forma importante al comportamiento de los materiales cuando se encuentran sometidos a radiación en el ambiente de un reactor nuclear. En este trabajo se presenta un estudio preliminar de la microestructura producida por la radiación iónica en una aleación modelo y dos aceros de tipo 316. El objetivo del estudio es caracterizar la microestructura inducida por la radiación mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) y así contribuir a la comprensión de los mecanismos de degradación que sufren estos materiales.

Para conseguir este objetivo se han estudiado tres materiales que se han sometido a irradiación con iones en diferentes condiciones. De esta forma se puede estudiar el efecto de la composición, de la dosis y de la temperatura de irradiación

3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (MET)

La Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) ha sido la herramienta principal que se ha utilizado en este estudio. Se trata de una técnica muy potente para el estudio del daño por irradiación en los materiales. Dado que la irradiación provoca cambios en la microestructura y también cambios en la composición, ambos aspectos los podemos cuantificar con esta técnica. Con esta técnica podemos ver bucles dislocaciones de naturaleza intersticial o vacante, fallas de apilamiento tetraédricas, burbujas y huecos todo en un rango de tamaños del orden de los nanómetros. TEM es capaz de ofrecer imágenes directas de forma rutinaria hasta 1 millón de aumentos y con una resolución mejor de 1 nm. Combinada con otras técnicas de análisis acopladas a un microscopio de transmisión puede proporcionar información sobre cambios locales en la microquímica a una escala muy fina.

Un microscopio electrónico de transmisión ()consiste en una fuente de electrones y un conjunto de lentes electromagnéticas colocadas en una columna que se encuentra en vacío de unos 10^{-7} torr o más. Una imagen del microscopio empleado en este estudio se presenta en la Figura 9. La fuente de electrones produce un haz coherente y paralelo de electrones, cuyo diámetro se puede modificar con un sistema de lentes condensadoras. Los electrones que atraviesan la muestra se focalizan en el plano focal posterior de la lente objetivo, formando el diagrama de difracción. Esta imagen se aumenta con otras lentes: la intermedia y la proyectora, llegando a ser de un millón de aumentos.

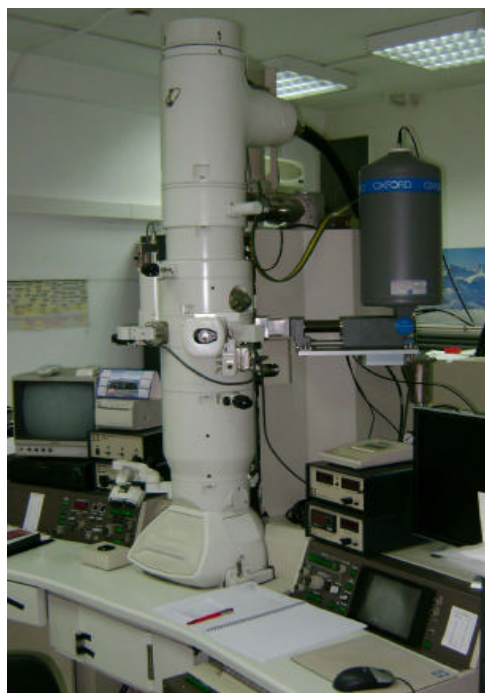


Figura 9: Imagen del microscopio electrónico de transmisión empleado en este estudio

Existen diferentes maneras de obtener la imagen. Si para formar la imagen se emplea el haz transmitido, que no ha sufrido dispersión, la imagen del objeto es oscura sobre un fondo brillante. Por otro lado, si se utilizan electrones dispersados para construir la imagen, ésta aparecerá brillante sobre fondo oscuro. Estas dos técnicas reciben los nombres de imágenes en campo brillante y en campo oscuro, respectivamente(16). Un esquema del camino de los electrones dentro de la columna del microscopio se presenta en la Figura 10, tomada de la referencia

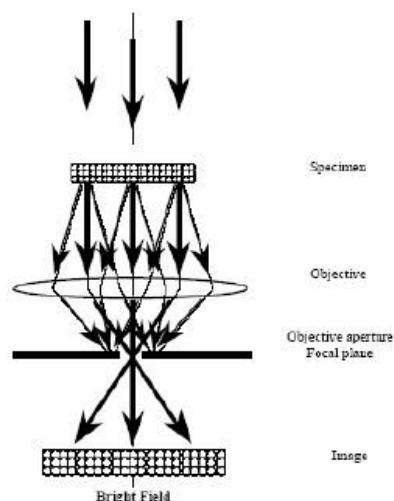


Figura 10. Esquema del diagrama de haces ilustrando la formación de campo claro.[Maya Marinova, Structural Characterization of materials in nanometer scale with the use of TEM]

Con respecto al modo de visualizar los defectos en los cristales, se trabaja insertando una apertura, llamada apertura de objetivo, en o cerca del plano focal posterior de la lente objetivo para garantizar que sólo uno de los haces contribuye a la formación de la imagen de electrones. Además, cuando(17) la longitud focal de la lente de difracción se reduce para formar la imagen del plano focal posterior de la lente objetivo, es decir para formar la imagen del diagrama de difracción, se inserta una apertura en el primer plano imagen de forma que el área de la muestra que da lugar al diagrama de difracción queda determinada, este modo de operación se llama difracción por selección de área (Selected Area Diffraction, SAD). Podemos trabajar en modo imagen o con los diagramas de difracción. En el caso de muestras cristalinas, si la lente de difracción se enfoca sobre el plano focal posterior de la lente objetivo, se forma un diagrama de difracción, mientras que si se forma una imagen del primer plano imagen con la lente de difracción, se obtiene una imagen aumentada de la muestra. Un esquema de camino de los caminos de los electrones en los dos modos de operación para producir imágenes o diagramas de difracción se muestran en la Figura 11 tomada de la referencia [David B. Williams and C. Barry Carter. Transmission Electron Microscopy]

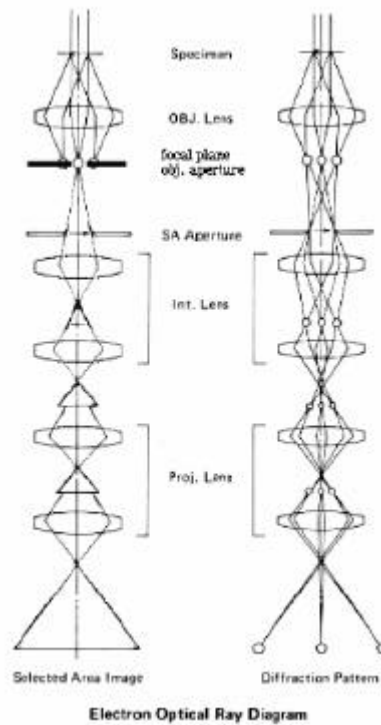


Figura 11. A) Esquema del diagrama de haces para producir una imagen en un microscopio electrónico de transmisión y b) esquema de diagrama de haces para producir un diagrama de difracción en un microscopio electrónico de transmisión [David B. Williams and C. Barry Carter. Transmission Electron Microscopy]

].

El modo de contraste empleado para formar la imagen de defectos en muestras cristalinas es el contraste por difracción. En particular se emplean las llamadas “condiciones de dos haces fuertes”, para lo cual hay que inclinar la muestra de forma que un conjunto de planos difractantes (hkl) estén en o muy cerca de la condición de Bragg. El haz difractado aparecerá en el diagrama de difracción con intensidad similar a la del haz transmitido; estos son los “dos haces”. Siempre hay otros haces presentes, pero con intensidades mucho menores. Un ejemplo de cómo se ven estas condiciones en el microscopio en modo difracción, se presenta en la Figura 12 tomada de la referencia [David B. Williams and C. Barry Carter. Transmission Electron Microscopy]

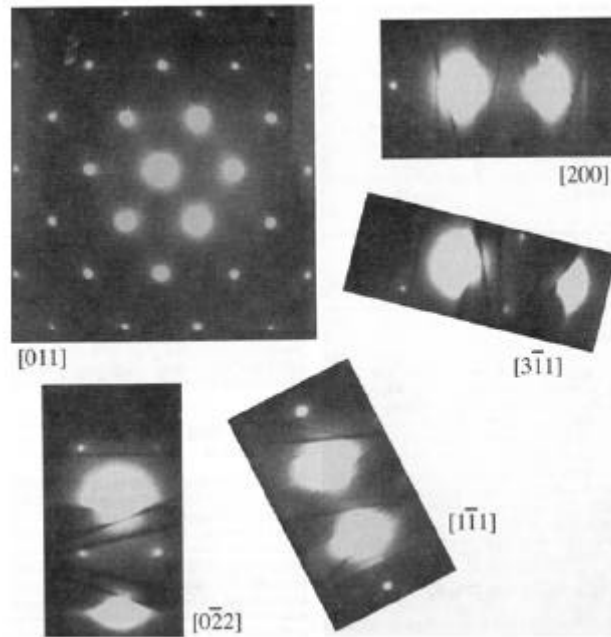


Figura 12. Condiciones de dos haces [David B. Williams and C. Barry Carter. Transmission Electron Microscopy].

Para observar dislocaciones y defectos producidos por la radiación del tipo de bucles de dislocación, uno de los métodos que más se emplea es la formación de imágenes en campo oscuro por haz débil (WBDF en sus siglas en inglés, que corresponden a “Weak Beam Dark Field”). Para ello se inclina la muestra de forma que en las regiones lejanas a las dislocaciones u otros defectos, los planos que difractan estén muy lejos de la condición de Bragg. El contraste bajo condiciones de haz débil procede de regiones de gran deformación en la red, muy cerca de la línea de la dislocación. Bajo estas condiciones, la imagen de la dislocación o de los bucles de dislocación, aparece en blanco sobre un fondo oscuro.

Conviene mencionar que a lo largo del trabajo, se utilizó la técnica de *rel rod* (14). Las fotos que se realizaron por esta técnica requieren mayor tiempo de exposición porque se usa un haz débil. Para ello, la muestra se gira unos grados para que se encuentre alejada del eje de zona.

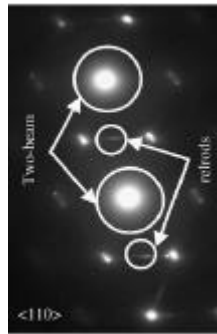


Figura 13. Técnica de rel rod. [Journal of Nuclear of materials 323 (2003) 18-28]

4 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

4.1 Materiales

Los materiales considerados en este estudio han sido los siguientes: la aleación modelo NiCr y el acero inoxidable tipo 316. Los aceros inoxidables son materiales complejos, tanto en microestructura como en composición. Una aproximación para el estudio de la problemática de estos materiales, es el uso de aleaciones modelo, cuya composición o microestructura se aproxime al material tecnológico. En este caso, se ha optado por el estudio de la aleación NiCr porque tiene una microestructura de tipo cúbica centrada en las caras (FCC) igual que los aceros inoxidables austeníticos. Se han estudiado dos aceros del tipo 316. Uno de ellos, que denominaremos 316 TT, fue sometido a un tratamiento térmico a 1050°C durante una hora y se enfrió al aire. El otro se denomina 316L. La composición de los materiales se recoge en la *¡Error! No se encuentra el origen de la referencia. 2*. Tanto la aleación modelo NiCr como el acero 316L fueron proporcionados dentro del proyecto europeo PERFORM60, mientras que el 316TT es un acero que se emplea usualmente en ensayos de laboratorio en el CIEMAT.

Tabla 2. Composiciones de los materiales NiCr. 316L y 316 TT

	% Cr	% Ni	% Si	% C	% N	% Mo	% Cu	% O	% P	% S	% Mn	% Fe
NiCr	17,85	82,15	–	0,0009	0,0008	–	–	–	–	–	–	Bal
316 L	17,60	12	0,59	0,028	0,08	2,39	0,066	0,003	0,01	0,01	–	67,22
316TT	16	9,5	1	0,03	0,10	2,5	–	–	0,045	0,03	2	68,795

4.2 Condiciones de irradiación

Se emplearon dos instalaciones diferentes para la irradiación con iones y también condiciones diferentes de irradiación. Por una parte, la aleación modelo, NiCr y el 316L se irradiaron con iones Ni⁺ de 5 MeV, a una temperatura de 200°C, en el Centro de Espectrometría Nuclear y de Masas (CSNSM) de la Universidad de Orsay, en París. Como se ha dicho, estas irradiaciones se realizaron dentro del Proyecto europeo PERFORM60 y las irradiaciones se realizaron en colaboración con los demás laboratorios participantes en el proyecto. Por otra parte, el 316 TT fue irradiado con

iones Fe de 3 MeV, a 350°C en el Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf (HZDR) en Dresde (Alemania), dentro de un proyecto propio del CIEMAT.

Tabla 2. Condiciones de irradiación de los tres materiales

Material	Dosis (iones/cm ²)	Energía y partícula incidente	Temperatura de irradiación (°C)
NiCr	1,73x10 ¹⁵	5 MeV, Ni ⁺	200
316 L	1,73x10 ¹⁵	5 MeV, Ni ⁺	200
316 TT	2x10 ¹⁴ 1x10 ¹⁵ 2x10 ¹⁵	3 MeV, Fe ⁺	350

Un aspecto importante es la energía con la que se irradia el material. Al irradiar con 100 keV, que es aproximadamente la energía de enlace del átomo en la red, el rango de penetración que se consigue es aproximadamente de 40 nm. Al ser el daño muy localizado, es fácil que los defectos se desplacen hacia la superficie, produciéndose una gran pérdida de los mismos. Para evitar estos efectos de superficie, irradiamos la muestra con mayor energía.

Para estimar el perfil de daño producido en los materiales, se utilizó el código TRIM (18). Se realizó el cálculo tanto para las muestras de 316 TT irradiado con Fe⁺ como para el 316 L y NiCr irradiados con Ni⁺ a 5 MeV. En la Figura 14 se presenta un ejemplo del perfil obtenido con este código. A partir de este tipo de figuras se calcula la profundidad a la que se produce el máximo daño. Otra información importante que se obtiene con este código es el valor de la dosis en términos de dpa, lo cual sirve para comparar con otros experimentos de irradiación y con las condiciones de irradiación con otras partículas.

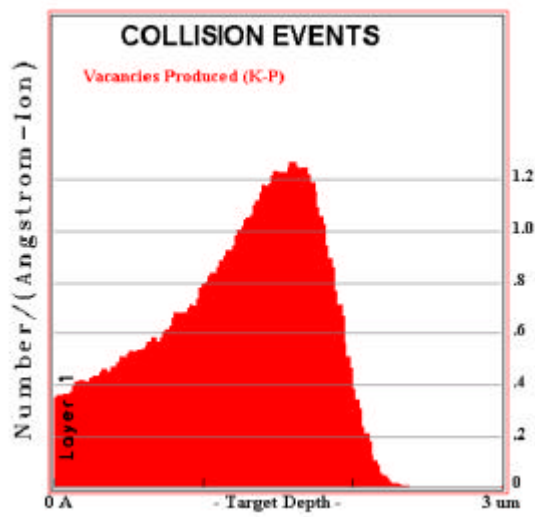


Figura 14. Perfil de daño, calculado con TRIM para el NiCr y 316 L con Ni^{+} a 5 MeV

4.3 Caracterización con Microscopía Electrónica de transmisión

La caracterización con microscopía de transmisión (MET) se ha realizado con un microscopio de la marca JEOL, modelo JEM-2010. Se trata de un microscopio con filamento de LaB_6 y con voltaje de aceleración de 200 keV. Las imágenes que se presentan se han obtenido en modo de WBDF y por la técnica de rel-rod.

La información cuantitativa se ha obtenido a partir de las imágenes de rel-rod, obteniéndose la densidad y la distribución de tamaños de los defectos de tipo bucles de Frank. La densidad se obtiene contando en varias fotografías, el número de defectos y dividiendo por el volumen de la zona analizada. Los tamaños de los defectos se han medido empleando el programa JMicrovision (19)

4.4 Preparación de las muestras para Microscopía Electrónica de transmisión

El primer paso, es obtener una placa delgada de unos milímetros de espesor. Para ello, empleamos una cortadora de disco de diamante de baja velocidad, con objeto de no introducir deformación en el material. Figura 15



Figura 15. Empleo de cortadora

Seguidamente, empleamos una pulidora, Fig 16 para reducir el espesor de la muestra con distintos tipos de lijas. A partir de 300 μm usamos la troqueladora para fabricar discos de 3 mm de diámetro.



Figura 16. Pulidora y troqueladora

Finalmente, se reduce el espesor con la ayuda de un tornillo micrométrico hasta llegar las 100 μm .

El material irradiado en Orsay se irradió en forma de discos de 3 mm y espesor de 100 μm . Mientras que los materiales irradiados en el HZDR se irradiaron en forma de placas de 10x10 mm y 100 μm de espesor. Una vez irradiada las placas, se troquelaron los discos de 3 mm y se procedió igual que en el caso anterior.

Una vez realizada la implantación de iones, las muestras se recibieron en el CIEMAT donde se prepararon las muestras para su observación mediante MET. El método convencional consiste en adelgazar las muestras mediante ataque electroquímico con

una mezcla de ácido perclórico al 5% en metanol a una temperatura de -60°C en un equipo del tipo Tenupol (20) hasta que las muestras son de un espesor del orden de 100 nm y el material es transparente a los electrones. El metal que va a ser pulido, en este caso, un acero inoxidable 316 TT, 316 L y NiCr, actúa como ánodo en una celda electrolítica. Los reactivos oxidantes van disolviendo la muestra y se va formando una capa viscosa, formada por los productos de la disolución. El espesor de esta capa no es constante, siendo mayor en los valles y por tanto de mayor resistencia eléctrica que la de la propia muestra. Las condiciones ideales para el electropulido, se basan en la formación de una capa viscosa entre el electrolito y la muestra, debido a que el reactivo oxidante al estar en ese medio viscoso puede permanecer mayor tiempo en contacto con la superficie a pulir. Previamente, se tuvo que elegir las condiciones óptimas del equipo, para ello hay que encontrar una zona de meseta entre el voltaje y la intensidad. El espesor de una muestra para TEM varía entre 20-30 nm en la zona más delgada hasta 150 nm en la zona más ancha, siendo ambas zonas transparentes a los electrones.

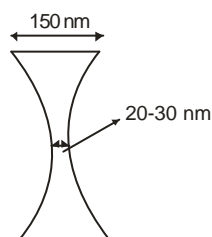


Figura 17. Zona visible a los electrones en la muestra de TEM

En el caso de las muestras irradiadas con iones pesados no es posible el empleo del método convencional, pues se eliminaría la zona dañada por los iones. Por esta razón, se empleó el siguiente método esquematizado en la Figura 18.

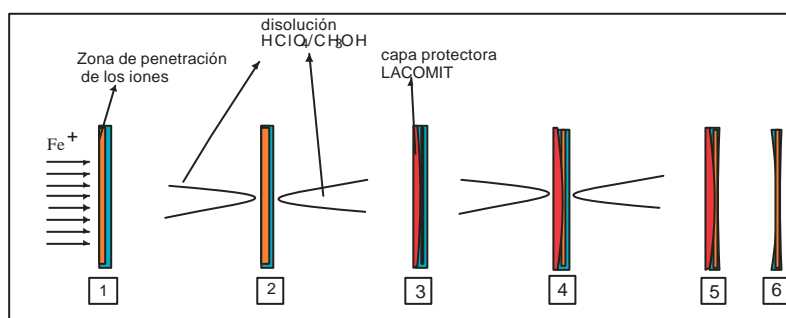


Figura 18. Esquema de preparación de la muestra.

se presenta un esquema del proceso seguido en la preparación de las muestras a partir de material irradiado con iones. En primer lugar, se somete la muestra a un electropulido de tiempo corto que denominamos “flash” para eliminar la zona más cercana a la

superficie. El tiempo de pulido en este paso debe ser lo suficientemente corto como para no eliminar la zona dañada. Después, la capa irradiada se protege con un tinte, a base de nitrocelulosa, de nombre comercial LACOMIT y se somete la muestra a electropulido por la superficie de la muestra que no fue irradiada, hasta la aparición de un pequeño orificio, en ese momento una célula cerrará las válvulas. Finalmente, la capa de LACOMIT se elimina con acetona y ya está lista la muestra para introducirla en el microscopio de transmisión.

En la Tabla 9 se detallan las condiciones en las que se llevó a cabo el electropulido de las muestras. Las condiciones fueron tales que la zona delgada de la muestra queda en una zona anterior a la de máximo daño.

Tabla 3. Condiciones de ataque del NiCr, 316L y del 316 TT

Material	Dosis (ion/cm²)	Voltaje (v)	T^a(°C)	Tiempo Flash (segundos)	Tiempo Perforación(s)	Espesor Inicial(μm)
NiCr	1,73x10 ¹⁵	30	-60	3	6 min 37 s	70
316 L	1,73x10 ¹⁵	30	-60	3	4 min 46 s	100
316 TT	2 10 ¹⁴	30	-60	3	7 min 40 s	100
316 TT	1 10 ¹⁵	30	-60	3	6 min 41 s	70
316 TT	2 10 ¹⁵	30	-60	3	11 min 07 s	100

Tabla 4. Estimación del espesor eliminado en las muestras

Material	Ni Cr	316L
Espesor inicial	70 μm	80 μm
Tiempo total para la perforación	6 min 17 s	4 min 46 s
Espesor eliminado	557 nm	839 m

5 RESULTADOS

5.1 Aleación modelo NiCr

En la Figura 19 se muestran dos imágenes obtenidas con MET de la microestructura de la aleación NiCr que ha sido irradiada con iones Ni^+ de 5 MeV a una temperatura de 200°C y una dosis de $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm². En la imagen A, se observan diferentes tipos de objetos que presentan un contraste blanco sobre fondo oscuro, pequeños puntos blancos, anillos elípticos y trazos rectos. Todos estos objetos son defectos que ha producido la radiación con iones, pues no se observaron en el material sin irradiar. Todos estos defectos son bucles de dislocaciones de diferentes tamaños y, quizá, de diferente naturaleza. Mediante el empleo de la técnica de rel rod, en este trabajo hemos identificado los bucles denominados de Frank, los cuales presentan una falla de apilamiento rodeada por una dislocación y hacen posible la formación de su imagen mediante dicha técnica. Un ejemplo de una imagen en la que se observan los bucles de Frank se presenta en la imagen B. Al comparar con la imagen A se puede comprobar cómo los trazos rectos que aparecen en la imagen en WBDF, se observan ahora con la técnica de rel rod. En este caso, se tratan, pues, de una familia de bucles de Frank.

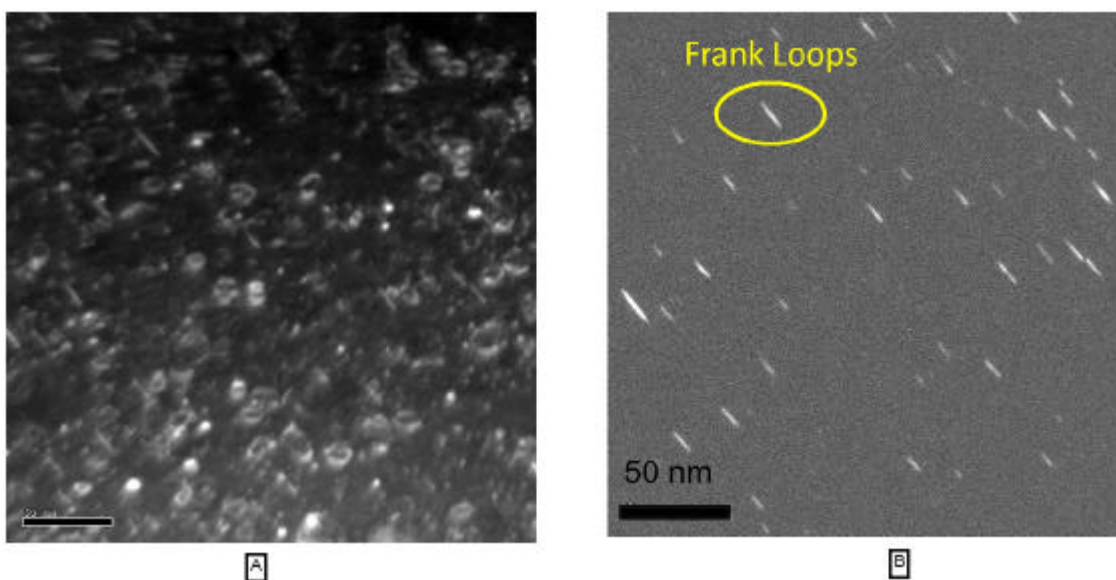


Figura 19. Imagen TEM (A) condición de doble haz cerca del eje de zona[110]. TEM (B) Bucles de Frank en NiCr dosis $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm², observados por la técnica “rel-rod”

De estas imágenes se obtienen datos cuantitativos como la densidad de defectos y su distribución de tamaños. Nos hemos centrado en la medida de bucles de Frank, que son

los que se han identificado por la técnica de *rel-rod*. La identificación y caracterización completa del resto de los defectos se realizará en el futuro. La densidad obtenida contando los defectos que aparecen en las imágenes y dividiendo por el volumen analizado resulta en $(4,7 \pm 0,9) \times 10^{15}$ defectos/cm³. La distribución de tamaños se representa en histogramas y de estas gráficas se obtiene el tamaño medio mediante ajuste a una lorentziana. En este caso el resultado ha sido de (21 ± 6) nm

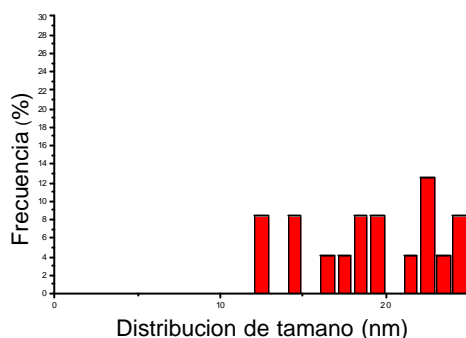


Figura 20. *Distribución de tamaños de los bucles de Frank observados en el NiCr irradiado con iones Ni⁺ a una dosis $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm².*

5.2. Acero inoxidable 316 L

En la Figura 21 se muestran dos imágenes obtenidas con MET de la microestructura del 316L irradiado con iones Ni de 5 MeV. En la Figura 20a, se muestra la imagen obtenida con el método WBDF. En ella se observa la presencia de puntos blancos que corresponden a los defectos creados por la radiación. Se utilizó la técnica *rel-rod* para visualizar los bucles de Frank, con objeto de cuantificar la densidad de los mismos y su distribución en tamaño. Una imagen obtenida con esta técnica se presenta en la figura 21

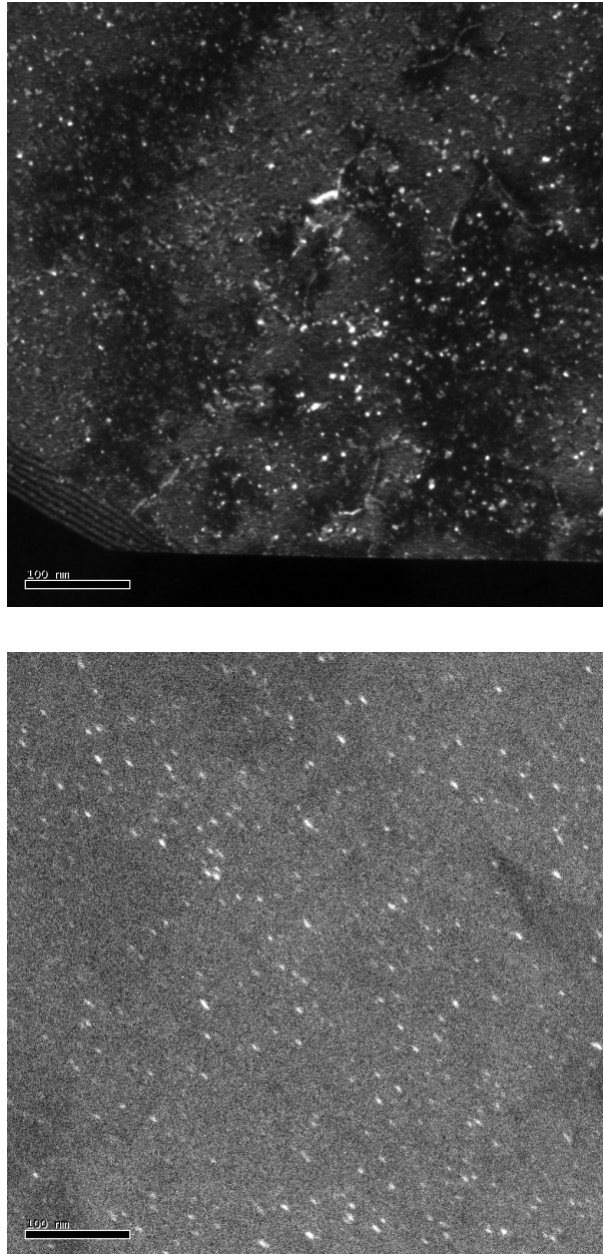


Figura 21. Imagen MET del 316L irradiado con Ni^+ de 5 MeV hasta una dosis de $1,73 \times 10^{15}$ iones/ cm^2

De este tipo de imágenes se obtuvo información cuantitativa: la densidad de bucles de Frank y su distribución de tamaños. La densidad es $(3,7 \pm 0,8) \times 10^{15}$ defectos/ cm^3 . La distribución de tamaños se muestra en forma de histograma en la Figura 22. A partir de este histograma se ha calculado que el tamaño medio de los defectos es de (7 ± 2) nm.

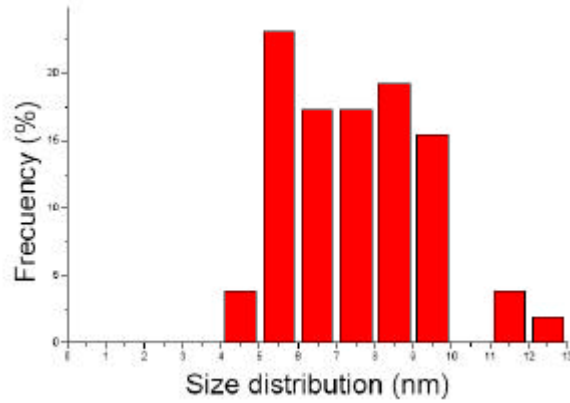


Figura 22. Distribución de tamaños de los bucles de Frank observados en el 316 L irradiado con iones Ni^+ a una dosis de $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm².

5.3 Acero Inoxidable 316 TT

En este material, previo a su estudio con MET, se realizó la caracterización metalográfica empleando un microscopio óptico Leica DFC 480 y un microscopio electrónico de barrido (MEB) Hitachi de 30 kV de aceleración, con un sistema de análisis incorporado por energías dispersivas de rayos X (EDX). Se estudiaron el tipo de inclusiones y el porcentaje de ferrita.

La preparación de la muestra para su estudio metalográfico, conlleva el empleo de una cortadora. La muestra se embute con una baquelita conductora y se desbasta, para su ataque posterior con el objetivo de revelar la microestructura de interés.

El material en estado de recepción presentaba una microestructura austenítica típica, con tamaño de grano con un $G=10,89$ (*ASTM E 112*). La muestra fue atacada para su revelado con HNO₃ 60%, 30 s 1,6V (*ASTM 407*)

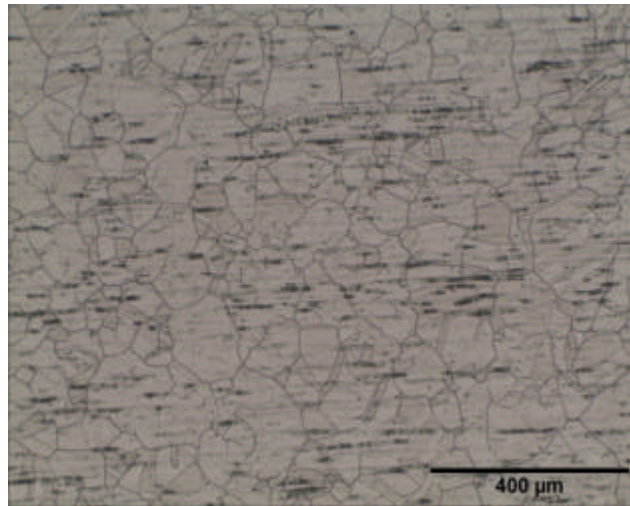


Figura 23. Tamaño de grano del 316 TT

Además se observaron inclusiones de MnS en el plano de laminación, que posiblemente se deban al proceso de fabricación. Estas inclusiones fueron analizadas por Microscopía electrónica de barrido, con un detector EDX, comprobando que tales inclusiones son de MnS.

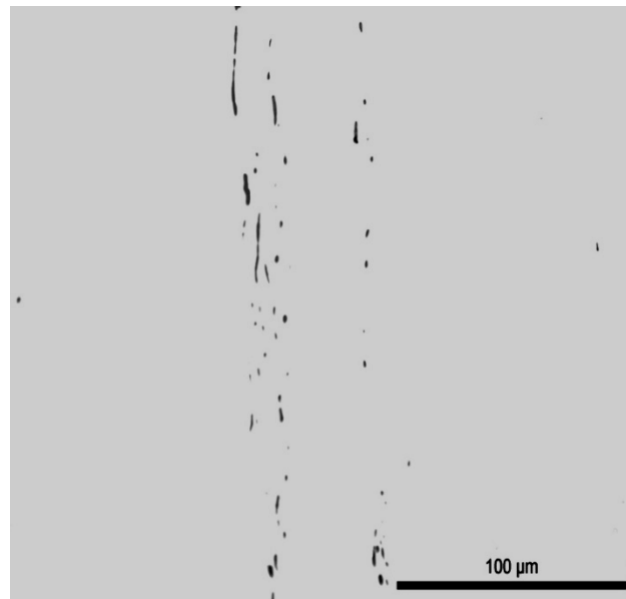


Figura 24. Microestructura del 316 TT por Microscopía óptica. Inclusiones de MnS en el plano de laminación.

Otro aspecto observado fue la presencia de ferrita δ . Un ejemplo se presenta en la Fig 25, se realizó un ataque electroquímico con NaOH (20 g de NaOH en 100 ml de H₂O, 4V durante 20 s, ASTM E 407). Posteriormente, se determinó el porcentaje de ferrita

en la superficie de la probeta, utilizando el programa Buehler OmniMet, utilizando la rutina de inclusiones en aceros. Figura 26

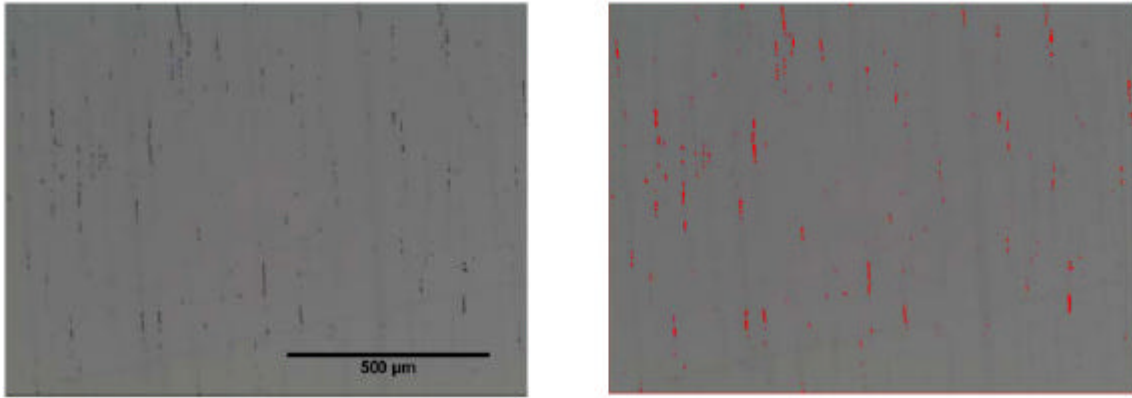
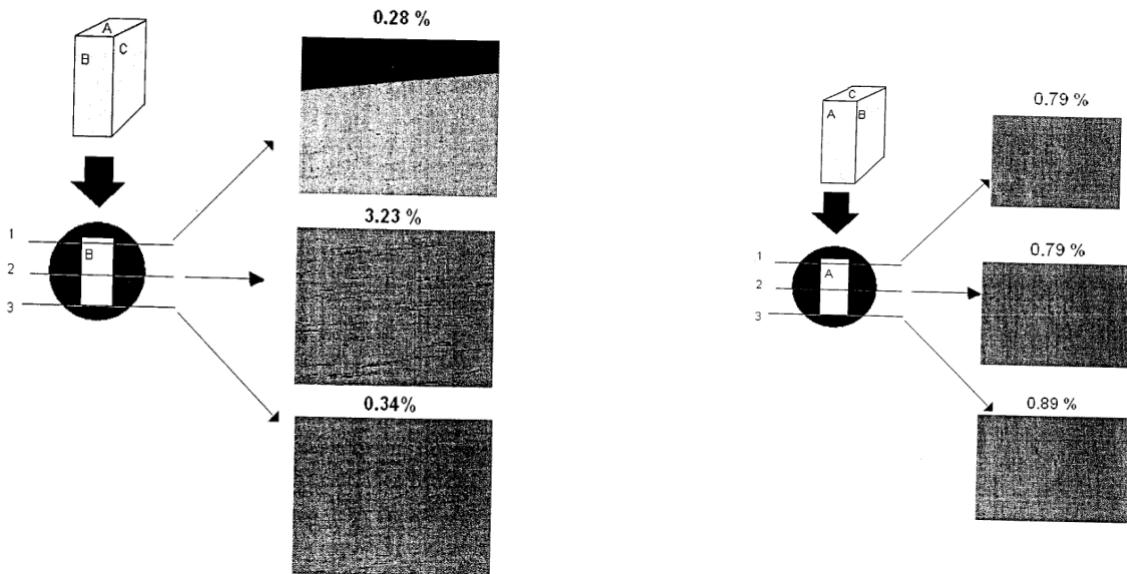


Figura 25. Foto 3 del plano B, en rojo la ferrita delta



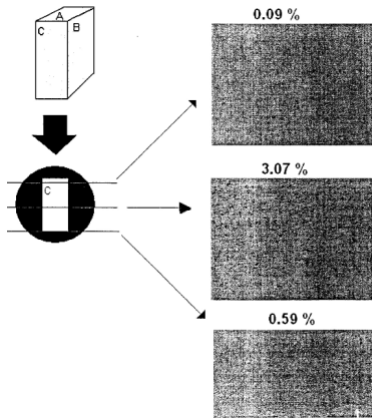


Figura 26. Porcentaje de ferrita en distintas zonas de los planos del 316 TT

A continuación se presenta la caracterización con MET. En primer lugar, se muestra una imagen de la microestructura del 316TT sin irradiar obtenida con MET. El material sin irradiar presenta fallas de apilamiento y redes de dislocaciones. Figura 27

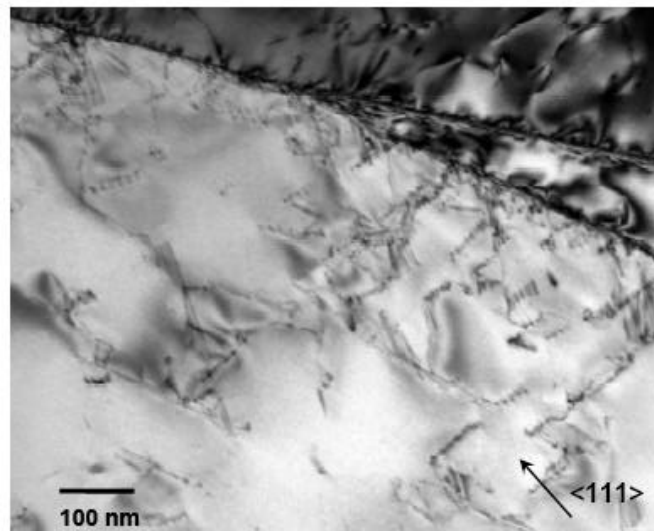


Figura 27. 316 TT en estado de recepción

A continuación pasamos a describir la caracterización del 316 TT después de su irradiación a diferentes dosis. Nos centraremos en la comparación del tamaño de los bucles de Frank y su densidad de defectos.

La Figura 28, muestra la microestructura del 316 TT irradiado con iones a una dosis de 2×10^{14} iones/cm². La fotografía superior muestra una imagen obtenida con WBDF, donde se observa la presencia de puntos blancos sobre fondo oscuro. La foto inferior se ha obtenido con la técnica del rod y en ella se observa una familia de bucles de Frank,

De esta imagen y otras similares, se obtuvieron datos cuantitativos de la densidad de defectos y de la distribución de tamaños, en forma de histograma, Figura 29. Según la gráfica se midió un tamaño medio de $(4,44 \pm 0,98)$ nm y una densidad de $(1,16 \pm 0,26) \times 10^{16}$ defectos/cm³

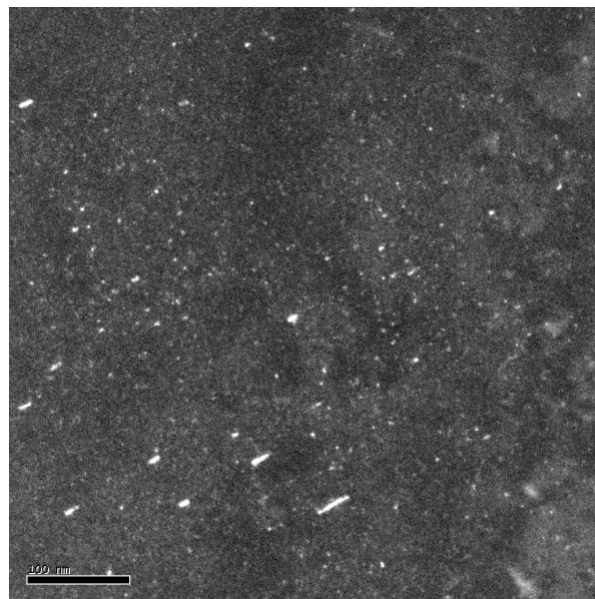
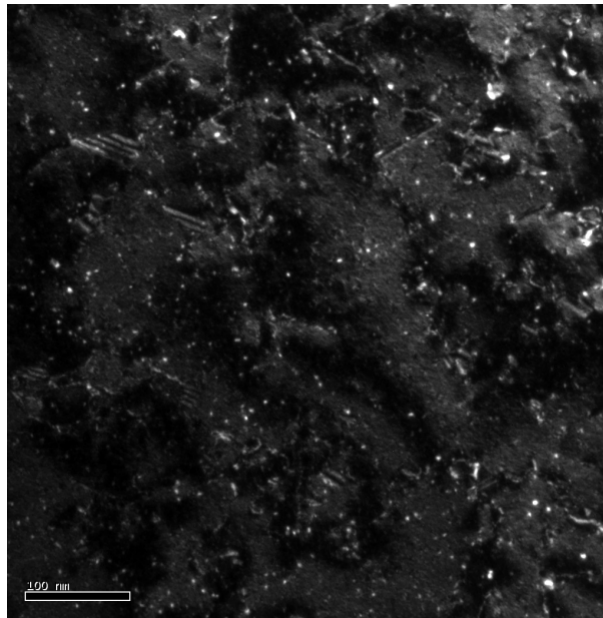


Figura 28. Imagen TEM del 316 TT a una dosis de 2×10^{14} iones/cm²

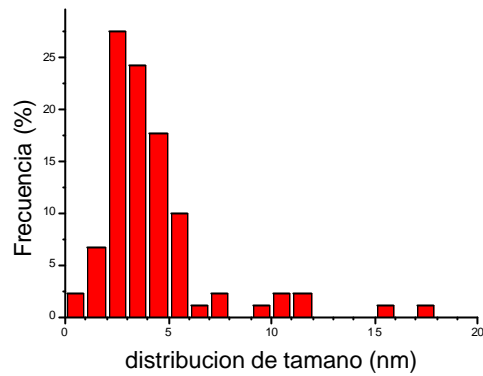
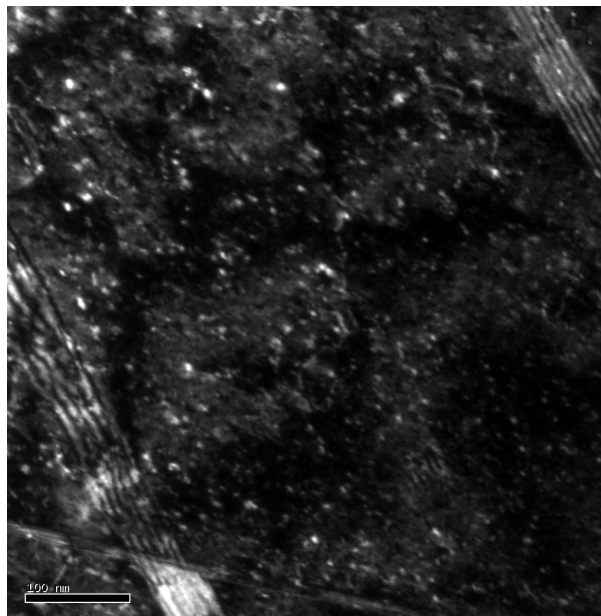


Figura 29. Distribución de tamaños de los bucles de Frank observados en el 316 TT irradiados con iones Fe^+ a una dosis de 2×10^{14} iones/cm²

En la Figura 30 se muestra la microestructura del 316 TT a una dosis de 1×10^{15} iones/cm² de iones Fe^+ . Al igual que en los casos anteriores, se utilizó la técnica rel rod, para visualizar los defectos de Frank. De la foto se obtuvieron datos cuantitativos sobre la distribución de tamaños y la densidad. En estas condiciones, el tamaño medio es $(5,27 \pm 1,80)$ nm tal como se observa del histograma de la Figura 31. La densidad de bucles de Frank es $(6,21 \pm 1,49) \times 10^{15}$ defectos/cm³



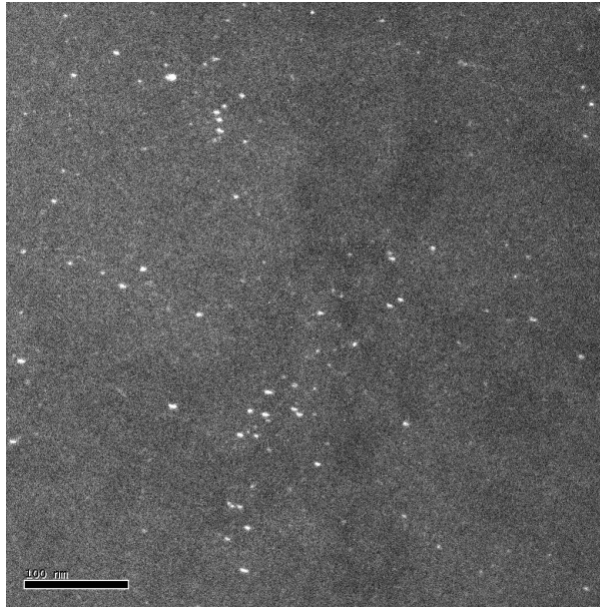


Figura 30. Imagen TEM del 316 TT a una dosis de 1×10^{15} iones/cm²

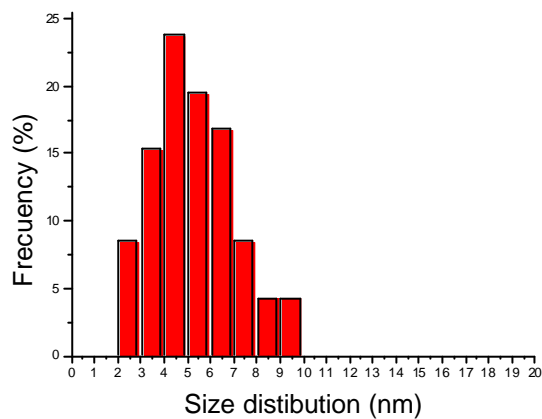


Figura 31. Distribución de tamaño de los bucles de Frank observados en el 316 TT irradiado con iones Fe^+ a una dosis de 1×10^{15} iones/cm².

La Figura 32, muestra la microestructura del 316 TT irradiado con iones a una dosis de 2×10^{15} iones/cm² con Fe^+ , el tamaño medio es $(14,18 \pm 9,97)$ nm Figura 33 y la densidad de bucles de Frank es $(2,18 \pm 0,4) \times 10^{15}$ defectos/cm³.

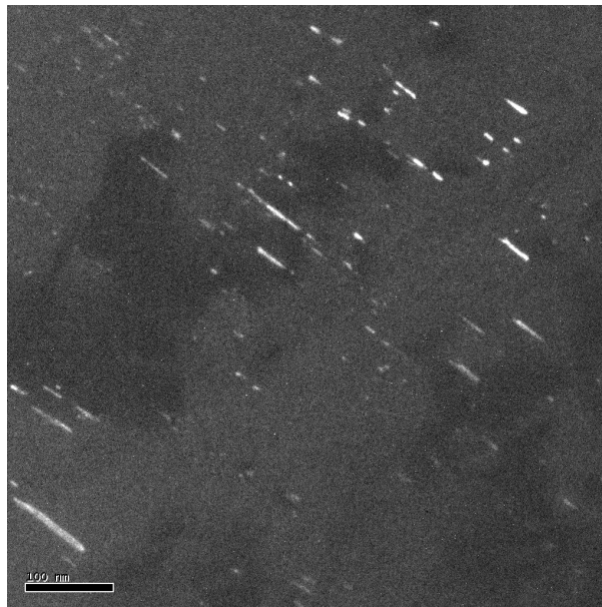
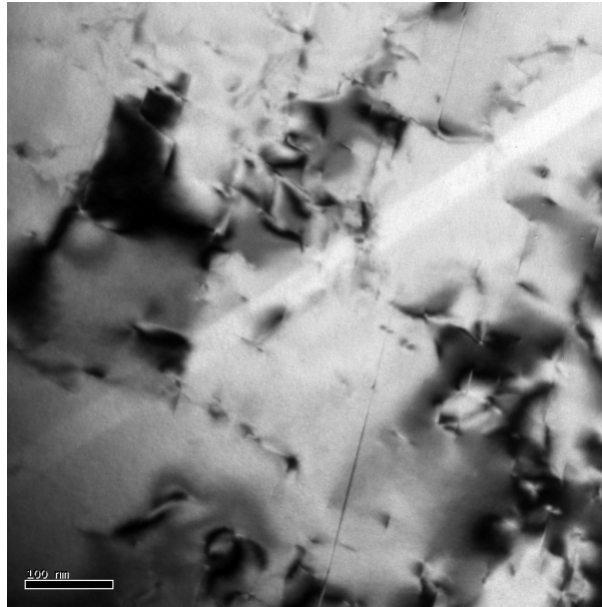


Figura 32. Imagen TEM del 316 TT a una dosis de 2×10^{15} iones/cm²

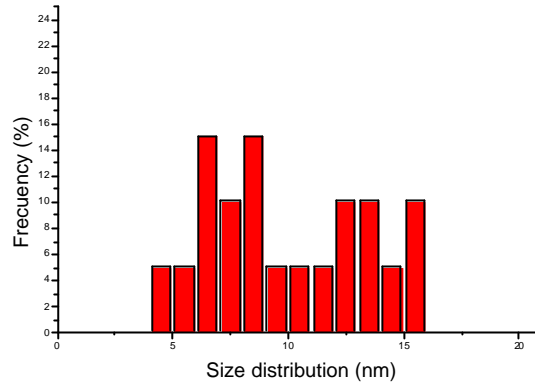


Figura 33. Distribución de tamaños de los bucles de Frank observados en el 316 TT irradiado con iones Fe^+ a una dosis de 2×10^{15} iones/cm².

6 DISCUSION

En este trabajo se ha presentado un estudio preliminar de caracterización microestructural por Microscopía Electrónica de Transmisión (MET). Se han estudiado tres materiales irradiados con iones bajo diferentes condiciones de irradiación.

El tipo de defectos encontrados en todos los materiales y condiciones de irradiación, han sido bucles de dislocaciones. En estos materiales, cuya estructura es cúbica centrada en las caras, los bucles de dislocaciones que produce la radiación son los llamados bucles de Frank y en este trabajo, la caracterización cuantitativa se ha centrado en este tipo de defectos, detectados con la técnica rel-rod, pues se atribuye a este tipo de defectos el endurecimiento de estos materiales causado por la radiación (2)

a. Comparación entre la aleación modelo y el 316L

La aleación modelo NiCr y el 316 L se irradiaron con iones Ni de 5MeV en las mismas condiciones de dosis y de temperatura, $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm² y 200°C. En la Fig 34 se presentan las imágenes obtenidas con la técnica rel rod. Cualitativamente, comparando las dos imágenes, se observa que

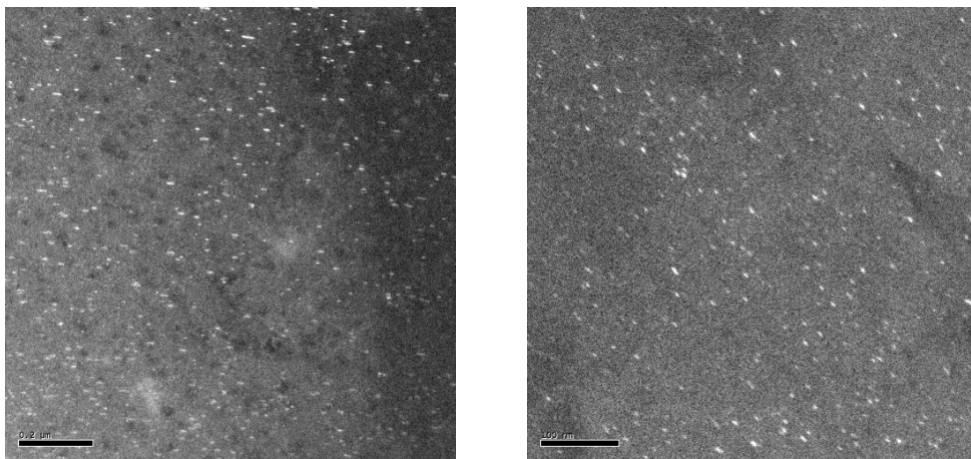


Figura 34. NiCr (Izquierda) y 316 L (derecha)

Los datos recogidos para este caso aparecen en la tabla .

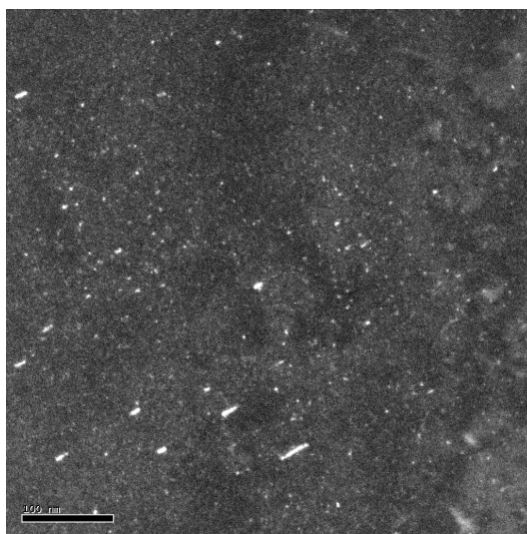
Datos recogidos para las aleaciones NiCr y 316L en las condiciones de $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm² y 200°C

Material	Tamaño Bucles de Frank (nm)	Densidad Bucles de Frank (iones/cm ³)
NiCr	(21,13 ± 6,4)	(4,74 ± 0,94) × 10 ¹⁵
316 L	(7,50 ± 1,76)	(3,70 ± 0,81) × 10 ¹⁵

La densidad de bucles de Frank en la aleación modelo, NiCr, es ligeramente mayor que en el 316L, mientras que el tamaño medio de los bucles de Frank es claramente mayor en la aleación modelo. Es posible que en el NiCr, al tratarse de una aleación modelo, existan menos precipitados o la densidad de dislocaciones sea menor que en el 316L. Esto implicaría una menor densidad de sumideros para los defectos puntuales, de forma que estos tendrían mayor probabilidad de formar aglomerados con otros defectos antes de desaparecer en los sumideros, que en el acero más complejo. Este hecho podría explicar también, el mayor tamaño de los defectos encontrados en la aleación modelo.

B Efecto de la dosis en el acero 316TT

En la Figura 34, se presentan las imágenes de los bucles de Frank, obtenidos en el material 316TT a tres dosis diferentes, para su comparación. Los datos cuantitativos se recogen en la Figura 34 y en la tabla 5



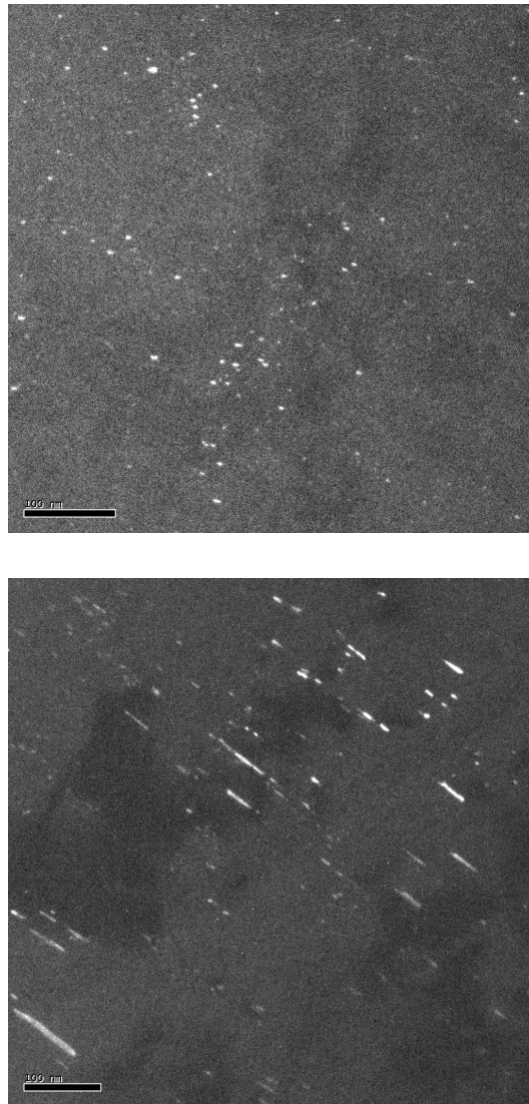


Figura 34. 316 TT a distintas dosis

Tabla 5. Datos recogidos para el 316 TT en sus 3 dosis de radiación

Material	Tamaño (nm)	Densidad (defectos/cm³)
316 TT Baja Dosis	4,44	$1,16 \times 10^{16}$
316 TT media Dosis	5,27	$6,21 \times 10^{15}$
316 TT alta Dosis	14,67	$2,18 \times 10^{15}$

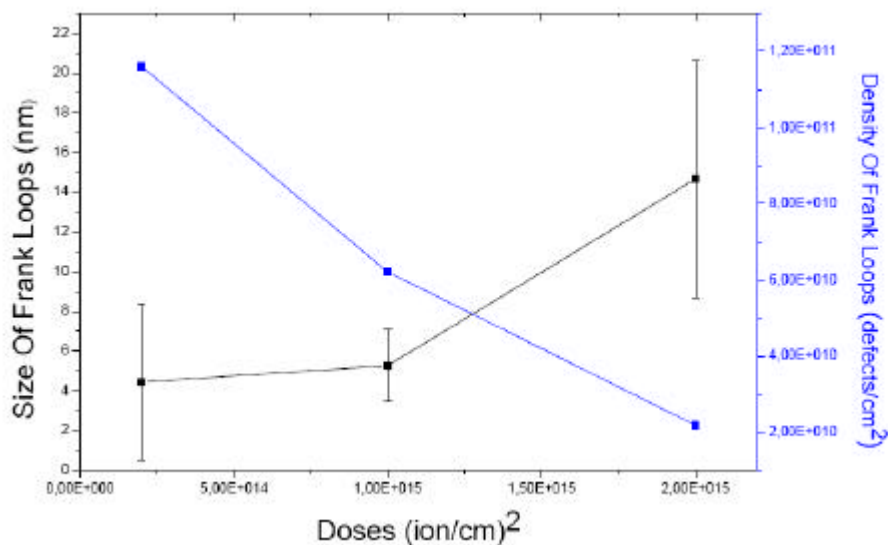


Figura 35. Evolución del tamaño de los bucles de Frank y su densidad de defectos de Frank con la dosis en el 316 TT

Como se puede observar en la Figura 35, al aumentar la dosis, el tamaño medio de los bucles de Frank aumenta, mientras que la densidad de defectos disminuye. El primer efecto de la dosis es crear defectos puntuales en el material. Estos defectos, de tipo vacante e intersticial, pueden recombinarse entre sí y desaparecer, o bien, difundirse por la red cristalina y al encontrarse con otros defectos formar aglomerados de defectos, dando lugar finalmente a defectos como son los bucles de Frank. A la dosis más baja se producen un determinado número de aglomerados. A medida que aumenta la dosis, se observa que el papel de los defectos puntuales creados es contribuir al crecimiento de los bucles de dislocaciones. A medida que aumenta el tamaño de los bucles de Frank, su densidad disminuye. Esta tendencia en la evolución de la microestructura con la dosis de irradiación, concuerda con lo encontrado por diferentes autores, tanto para materiales irradiados con iones como con neutrones, [Mazias, P.J. 1993]

Efecto de la temperatura de irradiación

Podemos hacer un estudio del efecto de la temperatura de irradiación entre el 316 L y el 316TT, cuya composición es muy similar. El primero se irradió a una dosis de $1,73 \times 10^{15}$ iones/cm² mientras que el 316 TT de alta dosis se irradió hasta 2×10^{15} iones/cm², estas dosis son muy similares. La irradiación se diferencia en la temperatura de irradiación, 200°C el 316L y 350°C el 316TT. También se diferencia en

el tipo de ión empleado en la irradiación, pero vamos a suponer como aproximación que el efecto de ambos iones es similar debido a que sus pesos atómicos son similares.

En la Figura 36 se muestran imágenes de estos dos materiales, para comparar cualitativamente la microestructura producida.

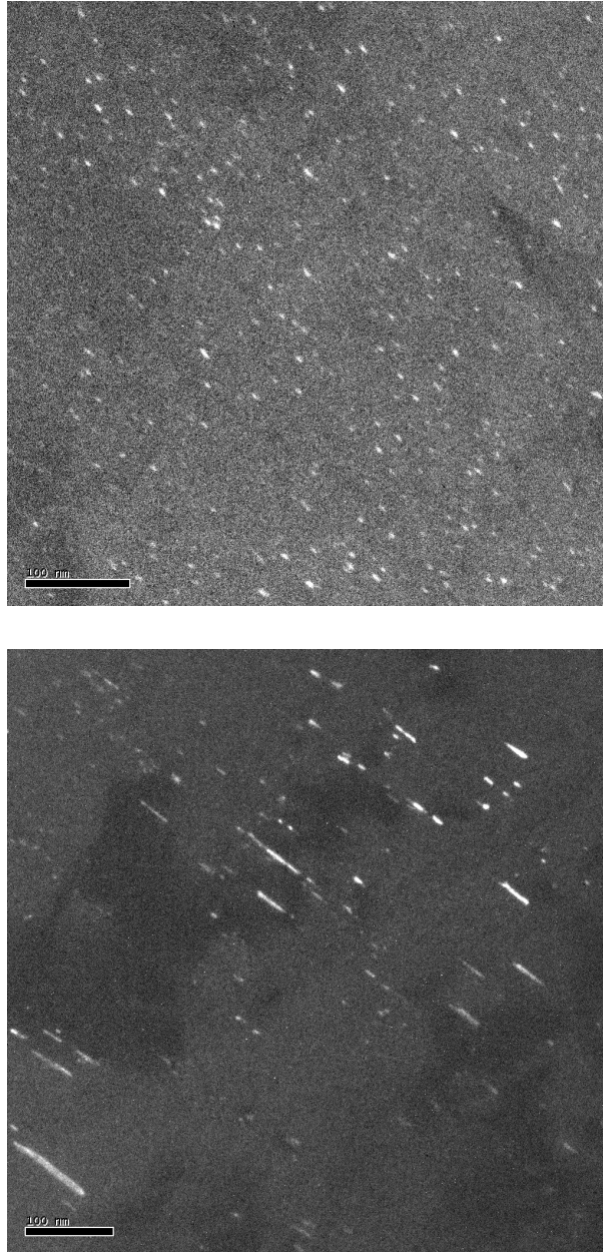


Figura 36.. Estudio del efecto de la temperatura de irradiación entre el 316 L y 316 TT

Tabla 6. Estudio del efecto de la temperatura de irradiación entre el 316 L y 316 TT

Material	Tamaño bucles de Frank (nm)	Densidad de Bucles de Frank (iones/cm ³)	Temperatura (°C)
316 L	7,50	3,70x10 ¹⁵	200
316 TT alta dosis	14,18	2,18 x10 ¹⁵	350

Tal como se observa en la Figura 36, a una dosis fija la densidad de bucles de Frank aumenta al disminuir la temperatura. Otra consecuencia, que podemos observar es que manteniendo constante la dosis, el tamaño de los bucles de Frank disminuyen al disminuir la temperatura de irradiación. Estos hechos experimentales coinciden con lo que publica G.E. Lucas, (JNM 206 (1993) 287-305)

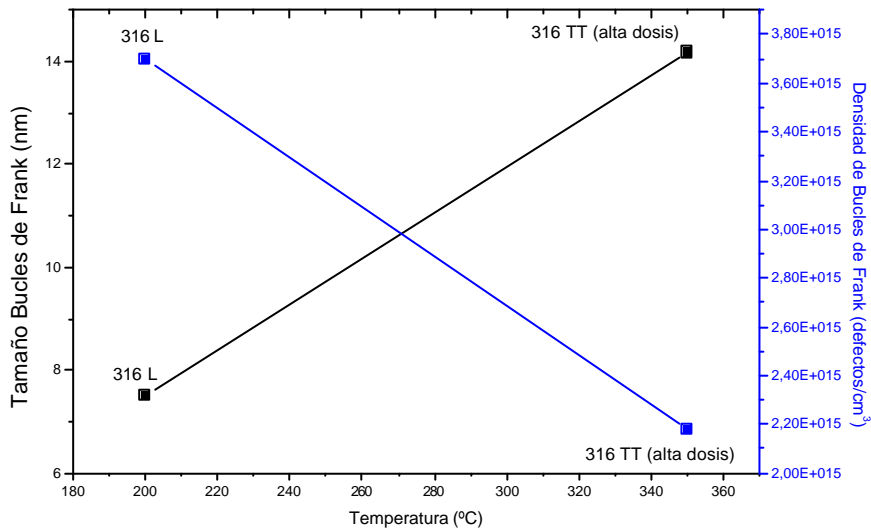


Figura 37. Efecto de la temperatura de irradiación en el 316L y 316 TT de alta densidad.

Agradecimientos.

Quiero hacer constar mi agradecimiento al Centro de Espectrometría Nuclear y de Masas (CSNSM) de la Universidad de Orsay y al centro HZDR de Dresde, por facilitar los materiales irradiados.

Bibliografía

- (1) [P.Petrequin, R. Pelli, P.Soulat 1997] Effect of irradiation on water reactor internals. Study contract COSU CT94-074 CEA (France) TECNATOM (Spain) VTT (Finland).
- (2) [M. Hernández Mayoral, M.J. Caturla 2010] Microstructure evolution of irradiated structural materials in nuclear power plants. Understanding and mitigation ageing in nuclear power plants. Woodhead Publishing series in energy.
- (3) [D.J.Edwards, E.P. Simonen, S.M. Bruemmer 2003] Influence of irradiation temperature and dose gradients on the microstructural evolution in neutron irradiated 316 SS. J. Nucl. Mater. 317 32-45
- (4) [D. Gómez Briceño 2006] Corrosión bajo tensión en reactores tipo LWR. CIEMAT
- (5) [D. Gómez Briceño, J. Lapeña 2003] Mecanismos de envejecimiento: Fragilización por irradiación y agrietamientos asistidos por el ambiente. Monografías de la SNE
- (6) [Bruemmer, J.I. Cole 1996] **Defining the metallurgical condition of irradiated Austenitic stainless Steels for LWR.EPRI**
- (7) [Was, Gary S. 2007] **Fundamentals of radiation materials. Springer**
- (8) [Tetsuo Shoji 1998] Current status and future of IASCC research. JNM 258-263
- (9) [John Gittus, 1978] Irradiation effects in crystalline solids. Applied Science Publishers LTD
- (10) [D.K.Tappin 1993] The characterisation of displacement-cascade collapse. Journal of nuclear materials. Journal of Nuclear Materials 205 92-97
- (11) [Was, Gary S.] The use of ion irradiation to understand neutron irradiation effect in light water reactor. EPRI

- (12) [Maziasz, P. J. 1993] Overview of microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel. J. Nucl. Mater. 205 118-145
- (13) [S.J.Zinkle, P.J Maziasz 1993] Journal of Nuclear materials 206 266-286
- (14) [Bulent H. Sencer, Gary S. Was 2003] Journal of Nuclear Materials 323 18-28
- (15) [Maya Marinova], Structural Characterization of materials in nanometer scale with the use of TEM.
- (16) [Dawn Chescoe 1990] The operation of Transmission and scanning electron microscopes
- (17) [David B.Williams]. *Transmission Electron Microscopy*. Plenum Press, New York, 1996
- (18) Ziegler, J. www.srim.org. *The stopping and range of ions in matter*. [Online]
- (19) JMicrovision V 1.2.7. www.jmicrovision.com
- (20) www.struers.com. TenuPol-5
- (21) [C.Pokor, Y. Brechet, P. Bubishi, J-P. Massoud 2004] Journal of Nuclear Materials 326 19-29
- (22) [G.E. Lucas 1993] Journal of Nuclear Materials 287-305

Un experimento pertenece al proyecto europeo Perform-60 y además presentamos la caracterización del 316 TT. En ambos experimentos, se han usado iones en lugar de neutrones para evitar el coste económico, los largos tiempos de radiación como también la ventaja de trabajar con muestras no activas.

El abajo firmante, matriculado en el Máster de Física Aplicada de ciencias Físicas, autoriza a la universidad Complutense de Madrid (UCM) a difundir y utilizar con fines académicos, no comerciales y mencionando expresamente a su autor el presente Trabajo de Fin de Máster:

Estudio del efecto de la irradiación en el 316

Realizado durante el curso académico 2010-2011 bajo la dirección de Mercedes Hernández Mayoral y con la colaboración externa de Dr. David Maestre en el departamento de Física de los materiales. Y a la Biblioteca de la UCM a depositarla en el archivo institucional E-prints Complutense con el objeto de incrementar la difusión, uso e impacto del trabajo en Internet y garantizar su preservación y acceso a largo plazo.

La publicación en abierto tendrá un embargo de:

- Ninguno.
- Un año

César Yagüe Martín-Lunas

Fdo