

# MUDANÇAS MICROESTRUTURAIS NO AÇO INOX TIPO AISI 316 IRRADIADO COM PARTÍCULAS ALFA DE 28 MeV.

Eddy Segura Pino  
Waldemar A. Monteiro

Comissão Nacional de Energia Nuclear - SP  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares  
Caixa Postal 11049 - Pinheiros  
05508 - 900 - São Paulo - Brasil

## RESUMO

As técnicas de simulação utilizando partículas energéticas de aceleradores na avaliação de materiais para reatores são um procedimento de grande versatilidade experimental, poupador de tempo e de baixo custo. Neste trabalho, são analisadas, por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET), as mudanças microestruturais induzidas no aço inox 316, deformado a frio, após irradiação com partículas alfa de 28 MeV, utilizando o ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP. Adicionalmente, são analisadas amostras pré-irradiadas e testadas em fluência a 650°C e 200 MPa de tensão uniaxial. Observou-se somente no interior dos grãos das amostras submetidas a tensões e em altas temperaturas, átomos de hélio aglomerados em pequenas bolhas junto a linhas de discordâncias e pequenos precipitados; já nos contornos de grão não foi possível observá-las pela técnica de MET, em razão da baixa concentração de hélio (26 ppma) e pelas fracas condições de contraste disponíveis. A presença do hélio nos contornos de grão foi, então, estimada pela presença da fragilidade do material irradiado durante os ensaios de fluência.

## INTRODUÇÃO

Os componentes estruturais na nova geração de reatores nucleares estarão submetidos a altas doses de nêutrons rápidos ( $E > 1\text{MeV}$ ), produzindo um aumento considerável dos danos de irradiação exigindo uma melhor escolha dos materiais para sua construção. Na tabela 1 são apresentados alguns dos requerimentos do material para futuros reatores [1].

Na irradiação com nêutrons é quase impossível isolar individualmente os efeitos que produzem os consequentes deslocamentos atômicos, o papel do hélio produzido por reações nucleares do tipo  $(n,\alpha)$  que dará origem à formação de bolhas acarretando a fragilização do material bem como as mudanças microestruturais que ocorrem durante a irradiação. Estes três principais aspectos supracitados acarretam a informação e a compreensão unequivoca dos efeitos da irradiação nos materiais. Neste contexto, o uso das técnicas de simulação utilizando partículas energéticas de aceleradores para avaliação de materiais de reatores é um procedimento de grande versatilidade experimental, um poupador de tempo e de baixo custo, que permite simular e analisar especificamente os efeitos da irradiação produzidos em um reator. No contexto final, os resultados obtidos por estas técnicas são

complementares e auxiliares nas avaliações obtidas na análise do material irradiado em um reator.

TABELA 1.- Alguns requerimentos do material para reatores (Aços) [1]

| Parâmetro      | Reator Rápido | Reator de Fusão |
|----------------|---------------|-----------------|
| T [°C]         | 300 -600      | 300 -500        |
| dpa/a          | ~50           | 10-30           |
| He[ppma]/ano   | ~10           | 200-600         |
| $\sigma$ [Mpa] | 60-120        | 60-200          |
| $\Delta V$ [%] | <5            | <10             |
| $\epsilon$ [%] | <1            | <1              |

Mas, por outro lado, a maior potencialidade destas técnicas de simulação é dada quando utilizada sob condições que ainda não podem ser normalmente

realizadas, como, por exemplo, avaliar e projetar materiais para os futuros reatores a fusão nuclear.

A fragilização dos materiais pela presença do hélio pode ser simulada através de irradiação com partículas alfa e posteriormente testando-se o material em ensaios de fluência mecânica a altas temperaturas.

O gás hélio tem uma baixa solubilidade nos metais e por esta característica, esperar-se-ia que um material com hélio poderia ser desgaseificado facilmente; infelizmente este é um processo difícil e o hélio somente pode ser liberado aquecendo-se o material a altas temperaturas, perto de seu ponto de fusão [ 2 ]. Este comportamento paradoxal é explicado pela tendência do hélio em precipitar-se dentro de armadilhas como vacâncias ou aglomerados de vacâncias, formando bolhas, as quais crescem com a temperatura e com as tensões mecânicas [ 1 ]. Os lugares preferenciais de nucleação destas bolhas são os precipitados, discordâncias e principalmente os contornos de grãos, produzindo nestes últimos um enfraquecimento da força coesiva intergranular do material. Nestas condições, a ductilidade do material fica comprometida e quando submetido a esforços mecânicos, pode apresentar ruptura prematura [2].

Neste trabalho são analisadas, por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET), as mudanças microestruturais no aço inox tipo 316 laminado a frio (redução de 20 %) após irradiação com partículas  $\alpha$  de 28 MeV utilizando um ciclotron do tipo CV-28. Adicionalmente são analisadas amostras pré-irradiadas e testadas em fluência mecânica com tensão uniaxial de 200 MPa, temperatura de 650 °C e em vácuo dinâmico.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste trabalho utilizou-se o aço inox tipo 316 com uma composição química dada na Tabela 2. O material inicial foi deformado a frio, seguido de recozimentos térmicos até atingir a forma de lâminas de 120 $\mu$ m de espessura. Estas lâminas foram posteriormente recozidas em vácuo a 1100°C durante uma hora e deformadas a frio em 20%, atingindo espessuras de aproximadamente 100 $\mu$ m. Este tipo de tratamento mecânico produz um alto grau de deformação com uma distribuição heterogênea de emaranhado de discordâncias, bandas de deformação e contornos de sub-grãos, conforme pode ser visto na figura 1. As amostras para os testes de fluência, com um comprimento nominal de 12mm e 2mm de largura, foram cortadas por meio de eletro-erosão. As amostras para a microscopia eletrônica de transmissão foram preparadas submetendo-se as lâminas finas a um polimento eletrolítico a jato, com uma solução de 78% de ácido perclórico e 12% de metanol, a uma temperatura de aproximadamente 0°C.

Para os testes de fluência mecânica, o hélio foi implantado por meio de irradiação a temperatura ambiente, com partículas alfa utilizando um ciclotron do tipo CV-28 do IPEN-CNEN/SP, atingindo uma concentração de 26 ppma. O sistema utiliza um dispositivo de irradiação com um sistema de degradação de energia que permitiu introduzir as partículas alfa com uma distribuição

volumétrica homogênea. Os testes mecânicos foram realizados em um dispositivo denominado coluna de fluência, que permite ensaiar amostras finas em ambiente controlado em temperaturas altas e tensão constante. Ambos os dispositivos, para implantação de partículas alfa e para medições de fluência, são descritos em [3].

A microestrutura do material inicial, implantado com alfas e testados em fluência foi analisada por meio de microscopia eletrônica de transmissão, utilizando o equipamento JEM 200C do IPEN-CNEN/SP, e a voltagem para observação foi de 200 kV.

TABELA 2.-Composição química do aço inox tipo 316 [ % em peso ]

|       |       |       |      |      |
|-------|-------|-------|------|------|
| Cr    | Ni    | Mo    | Mn   | Si   |
| 17,35 | 11,43 | 2,24  | 0,89 | 0,54 |
| C     | P     | S     | Fe   |      |
| 0,048 | 0,031 | 0,019 | bal. |      |

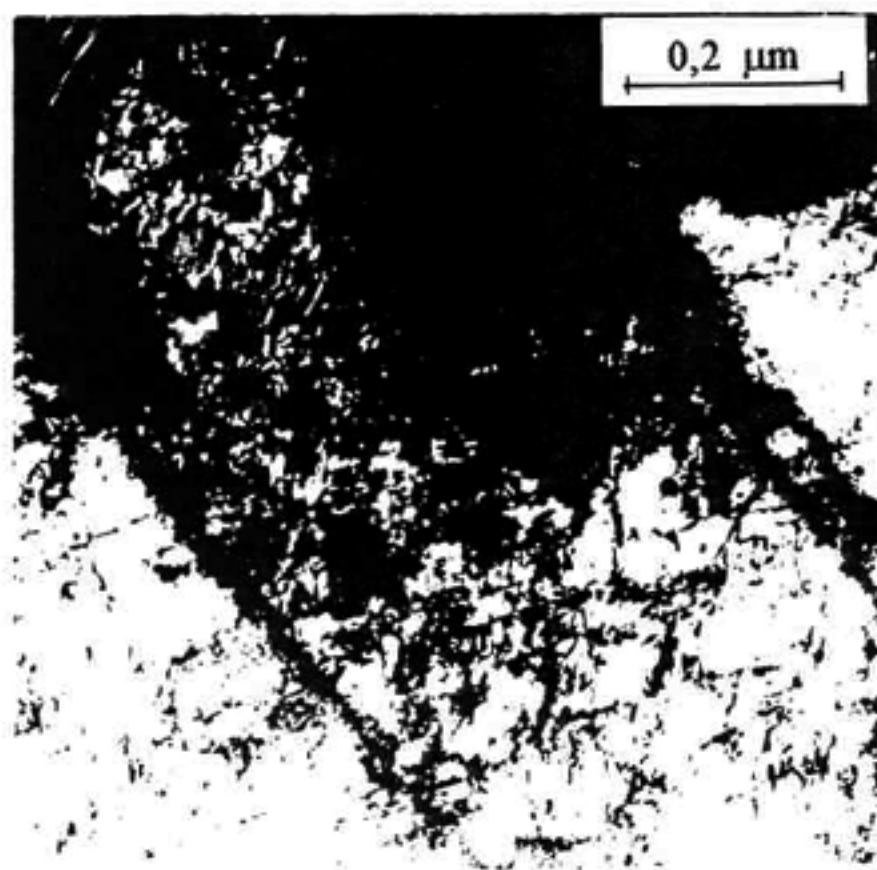


Fig.1.- Micrografia do aço inox 316 com 20 % de deformação a frio.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das medidas de fluência e as condições em que foram realizadas são dados nas figuras 2 e 3.

Dos resultados das medidas de fluência, mostrados nas figuras 2 e 3, pode-se evidenciar o processo de fragilização que sofre o material devido a presença do He implantado, através da drástica redução do tempo de ruptura ( $t_R$ ) e da redução percentual de deformação até a ruptura ( $\epsilon_R$ ). Para simular o comportamento do material em fluência é

desejável produzir o dano de irradiação incluindo a produção de hélio e a deformação em forma simultânea de modo que testes "in-pile" ou "in-beam" são os mais convenientes. Em ensaios pós-implantação, a temperatura do ensaio mecânico deve ser aproximadamente igual a temperatura da implantação. Isto é importante pelo fato de que a nucleação e o crescimento das bolhas de hélio são muito dependentes da temperatura, de modo que a condição requerida para as temperaturas deve preservar a microestrutura inicial para os ensaios de fluência[1].

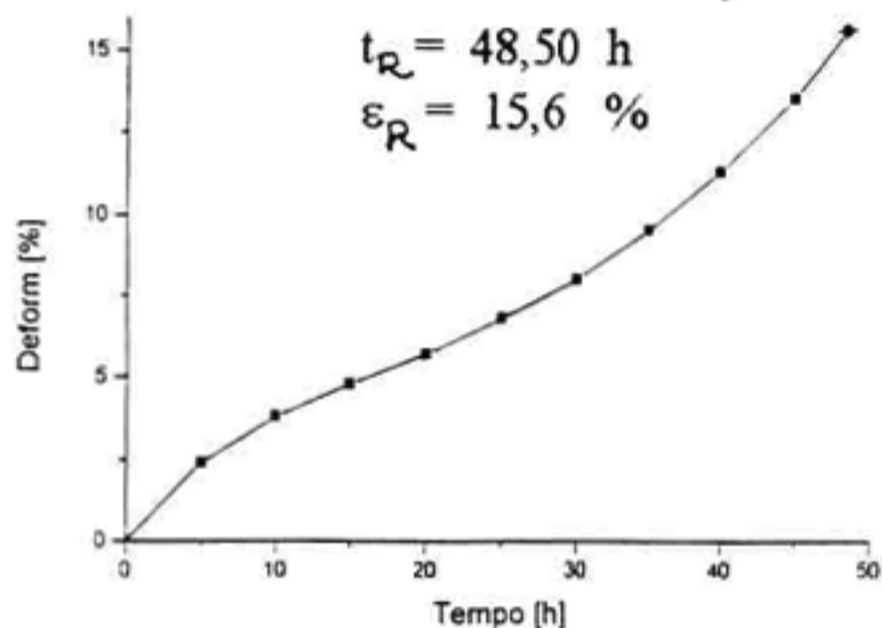


Fig.2.- Curva de fluência de amostra não irradiada e ensaiada a 650 °C e 200 MPa.

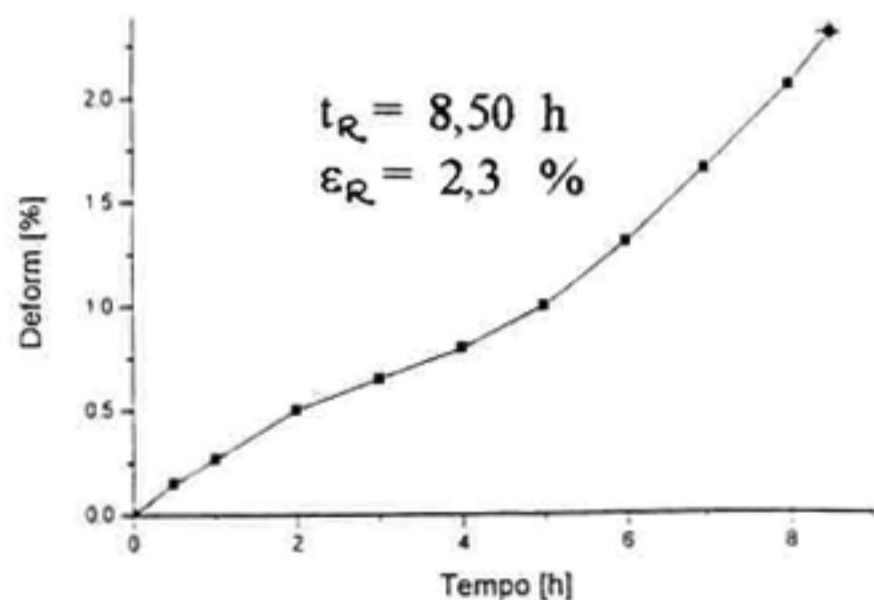


Fig.3.- Curva de fluência de amostra com 26 ppma de He, testada a 650 °C e 200 Mpa.

Mesmo que nossos experimentos pós-implantação não simulem adequadamente as condições dadas em um reator, os resultados obtidos da redução drástica do tempo de ruptura dão um sinal claro da fragilização induzida pela presença do hélio no material.

Na figura 1, pode ser vista a micrografia eletrônica mostrando a microestrutura do material inicial deformado a frio em 20 %. Observa-se a presença de emaranhados de discordâncias e em alguns locais a presença de anéis de discordância e pequenos precipitados, assim como bandas de escorregamento. Esta microestrutura é decorrente do tratamento termo-mecânico a que foi inicialmente submetido o material. A microestrutura mostrada nas figuras 4 e 5 corresponde ao aço inox 316 irradiado com partículas alfa até atingir uma concentração de hélio de 26 ppma e em seguida, ensaiado em fluência a 650 °C e tensão uniaxial de 200 MPa.

Na figura 4 é mostrado um aspecto geral da microestrutura do material com hélio e ensaiado em fluência. Observa-se a presença de bandas de deformação e subestrutura de discordâncias bem como pequenos precipitados distribuídos na microestrutura. Esta microestrutura é decorrente das condições iniciais do material somada aos efeitos da interação com partículas alfa de alta energia e aos efeitos da temperatura e da tensão que foi submetido o material durante o ensaio de fluência mecânica.

A figura 5 mostra um grande aumento, utilizando-se técnicas de processamento por computador, onde observa-se a formação de pequenas bolhas de hélio distribuídas dentro do grão do material e localizadas nas linhas de discordâncias e em pequenos precipitados. Nesta micrografia eletrônica, as linhas de discordâncias não estão nitidamente definidas, pois foi necessário subfoca-las para poder observar as microbolhas. A maioria das bolhas de hélio migraram para os contornos de grão e não foi possível observá-las pelas fracas condições de contraste nos contornos de grão. Pelas considerações supracitadas, pode-se supor que a criação de defeitos cristalinos, incluindo precipitados, no material inicial por meio de processos termo-mecânicos ou pela introdução de microcomponentes no material, poderia estabilizar uma maior quantidade de microbolhas nos grãos do material e desse modo, evitar a sua migração aos contornos de grão, onde sua presença induz a fragilização do material.[4]

## CONCLUSÕES

Nas micrografias eletrônicas das amostras de aço inox 316 com 20 % de deformação a frio (material inicial) observam-se emaranhados de discordâncias, anéis de discordâncias, pequenos precipitados e bandas de escorregamento. Esta microestrutura corresponde a de um material com um alto grau de deformação mecânica.

O material implantado com hélio e ensaiado em fluência mecânica apresenta a microestrutura do material inicial somado aos efeitos da interação do material com partículas alfa altamente energéticas além das tensões e altas temperaturas a que foi submetido o material durante os ensaios de fluência. Adicionalmente observam-se microbolhas de hélio localizadas em linhas de discordâncias e em pequenos precipitados. Nestas microestruturas não foi possível observar-se diretamente a

presença das bolhas do hélio nos contornos de grão devido a dificuldades de contraste e a resolução do equipamento disponível. Sua presença nos contornos de grão foi inferida através da fragilização encontrada no material irradiado e ensaiado em fluência mecânica quando comparada com o desempenho mecânico do material não irradiado e ensaiado mecânicamente nas mesmas condições.

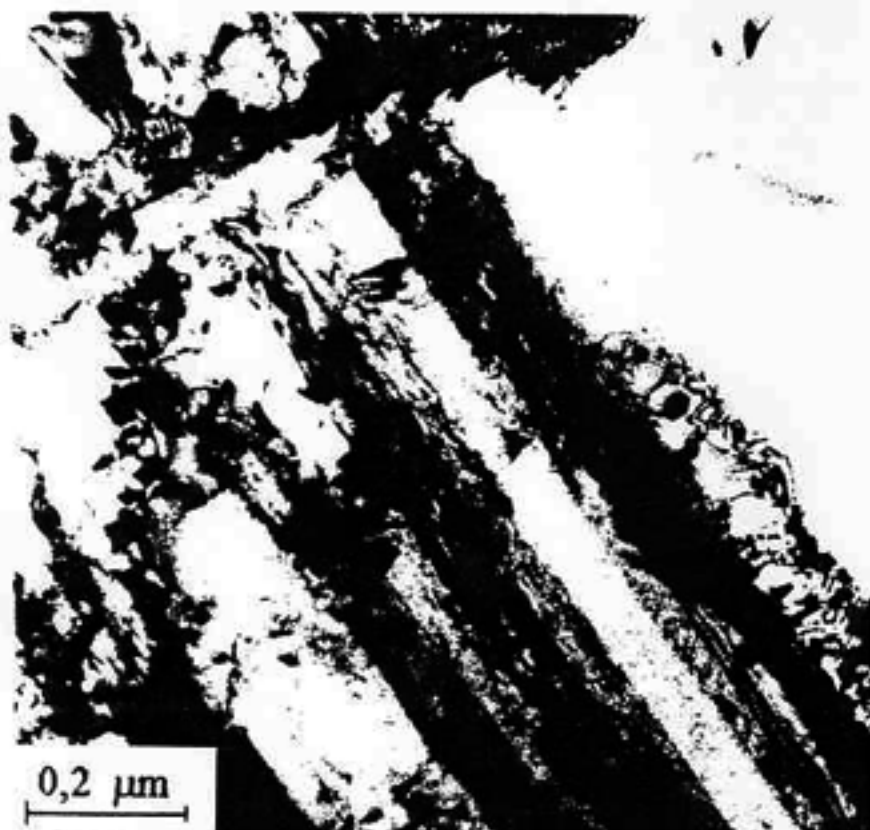


Fig. 4.- Micrografia eletrônica do aspecto geral da microestrutura do material com hélio e testado em fluência.

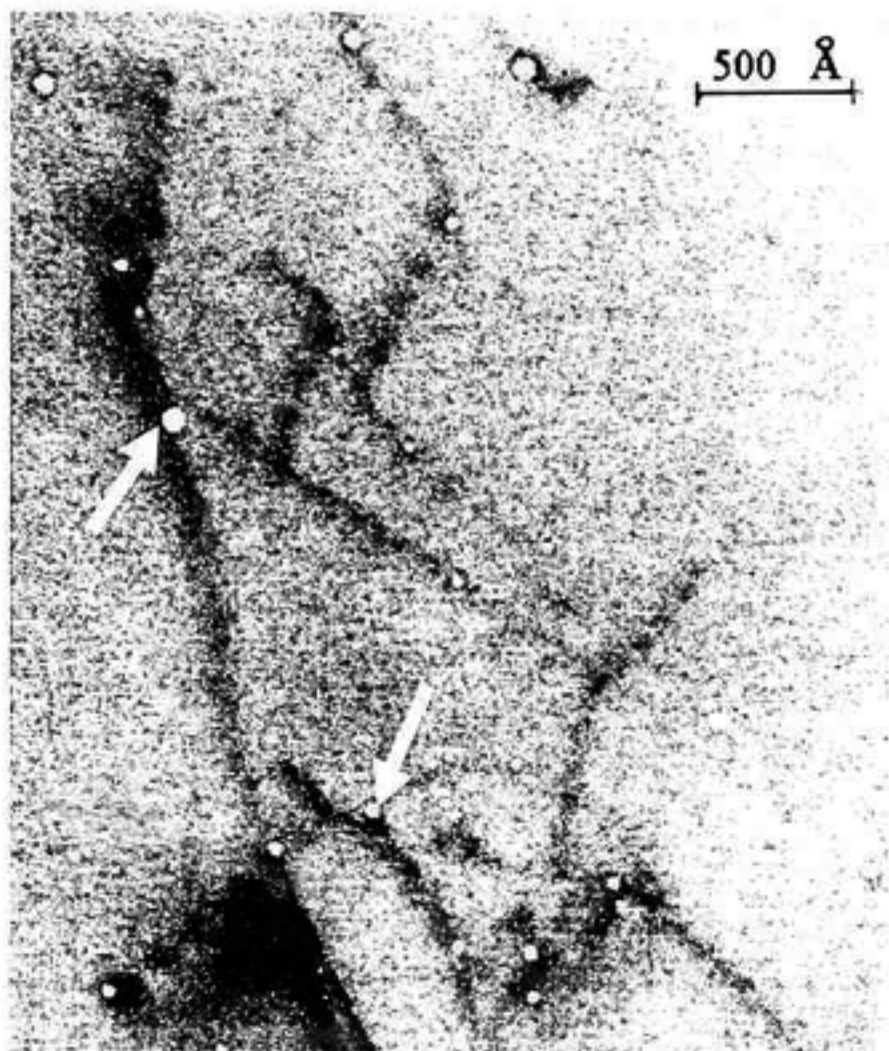


Fig.5.- Detalhe da micrografia eletrônica do material com hélio e ensaiada em fluência mecânica.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Ullmaier, H; Schilling, W. **Radiation Damage in Metallic Reactor Materials**. In Physics of modern Materials, Vol. 1, p 301- 397, IAEA (1980)
- [2] Ullmaier, H. , **Helium in Metals**, Radiation Effects, 78 , p 1 - 10 ,(1983).
- [3] Segura , E., **Light Ions Cyclotron Bombardment to Simulate Fast Neutron Radiation Damage in Nuclear Materials**, IV Simpósio Nipo-Brasileiro de Ciência e Tecnologia, Vol.4, p 154-160 ,(1984).
- [4]Kesternich, W. A., **Possible Solution of the Problem of Helium Embrittlement**, Journal of Nuclear Materials, 127, p 153 - 160,(1985).

## ABSTRACT

Accelerator simulation techniques, to evaluate and design reactor materials, have been shown to be versatile, time saving and of low cost when compared with material test reactors. In this work, TEM analyses were performed on a type 316 stainless steel with 20% of cold work, irradiated with 28 MeV alpha particles and creep tested. Micro helium bubbles fixed at dislocations and attached to small precipitates were observed in the matrix of the material. It was not possible to directly observe helium bubbles at the grain boundaries, but their presence was inferred by its embrittlement effect detected during the creep test.