



## FRAGILIZAÇÃO DO AÇO INOX TIPO 316 PELA PRESENÇA DO GÁS HÉLIO

EDDY SEGURA PINO  
WALDEMAR A. MONTEIROCOMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - SP  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
Caixa Postal 11049 - Pinheiros  
05508 - São Paulo - BRASILSUMÁRIO

Os efeitos da presença do gás hélio nas propriedades mecânicas dos materiais é analisado no aço inox tipo 316 com 20% de deformação a frio. Amostras finas ( $\approx 100\mu\text{m}$ ) são irradiadas com partículas alfa de 28MeV de energia no ciclotron compacto CV-28 IPEN-CNEN/SP, utilizando um dispositivo de implantação que permite obter uma distribuição volumétrica homogênea de hélio no material. Testes de fluência (Creep) a 675 e 750 graus Celsius e tensão uniaxial de 200MPa foram realizados para analisar o desempenho mecânico do material. Adicionalmente, análises microestruturais utilizando microscopia eletrônica de transmissão (TEM) foram realizadas no material inicial e no implantado e testado a fluência. Com os resultados obtidos, procurou-se correlacionar as mudanças microestruturais, localização das microbolhas de hélio e os parâmetros de fluência para analisar o comportamento do material.

ABSTRACT

The effect of helium on the mechanical properties of materials was analysed on type 316 stainless steels with 20% of cold work. Specimens of thickness of  $\approx 100\mu\text{m}$  were irradiated with a 28MeV alpha particle beam of the Compact Cyclotron CV-28 IPEN-CNEN/SP, using an experimental arrangement that produce an homogeneous volumetric distribution of implanted helium in the material. The mechanical behaviour of the material was analyzed through creep tests at 675 and 750°C with stresses of 200MPa. Additional microscopic analyses with TEM in the inicial and creep test material were performed. With the results obtained, it was made an inter-relation analyses between the microstructure changes, the distribution and localization of the micro helium bubbles and the creep parameters in order to analyse the mechanical behaviour of the material.

## INTRODUÇÃO

A presença de pequenas concentrações do gás hélio nos metais produz um efeito prejudicial nas suas propriedades mecânicas e a fragilização observada em altas temperaturas é um problema sério quando estes materiais são usados como componentes estruturais em reatores nucleares (1).

O gás hélio pela sua baixa solubilidade nos metais, tem uma forte tendência de precipitar-se formando bolhas as quais crescem em altas temperaturas e tensões mecânicas. Os lugares preferenciais de nucleação destas bolhas são os precipitados, discordâncias e principalmente os contornos de grãos produzidos, nestes últimos, em enfraquecimento que leva a uma ruptura prematura do material (2).

No presente trabalho o comportamento do hélio em ligas metálicas é estudado através de testes de fluência realizados em temperaturas de 675 e 750°C e tensões de 200MPa com amostras de aço inox tipo 316 com 20% de deformação a frio e pré-implantadas com 26 ppm de hélio. O material inicial é implantado e testado a fluência e analisado com microscopia eletrônica de transmissão a fim de correlacionar as mudanças microestruturais com a localização e distribuição das microbolhas de hélio e os parâmetros de fluência. Desse modo pode-se induzir a possibilidade de projetar certas microestruturas no material que possam evitar ou reduzir o efeito da fragilização induzido pela presença do hélio.

## PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

O material inicial foi aço inox, tipo 316, com 20% de redução a frio em forma de lâminas de  $\approx 100\mu\text{m}$  de espessura. Destas lâminas foram cortadas amostras para os testes de fluência com dimensões de 11mm de comprimento efetivo e 2mm de largura. A composição química deste material é dada na tabela 1.

TABELA 1 - Composição química (% peso)

Cr	Ni	No	Mn	Si	C	P	S	Fe
17,35	11,43	2,24	0,89	0,54	0,048	0,031	0,019	bal.

O hélio foi introduzido por meio de implantação de partículas alfa no cíclotron CV-28 IPEN-CNEN/SP atingindo uma concentração homogênea de 26ppma.

Estas implantações foram realizadas utilizando um dispositivo de irradiação com um sistema de degradação da energia das partículas alfa para obter uma distribuição volumétrica homogênea do hélio no material. Os testes foram realizados com um dispositivo denominado coluna de fluência que permite realizar testes com amostras finas e medir a deformação delas com alta resolução. Maiores detalhes de ambos os dispositivos são dados em (3).

As análises microestruturais do material inicial, implantado e testados em fluência, foram realizadas utilizando-se microscopia de transmissão (TEM).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das medidas de fluência e as condições em que foram realizadas são dados na tabela 2.

TABELA 2 - Resultados dos testes de fluência com amostras de aço inox tipo 316 e 20% de deformação a frio.

PARÂMETROS				RESULTADOS	
Amostra (lote)	C (He) (ppma)	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)	Deformação (%)
MO-1	-	675 ± 2	200 ± 5	48,50±0,01	15,6 ± 0,1
MI-1	26	675 ± 2	200 ± 5	8,50±0,01	2,3 ± 0,1
MO-2	-	750 ± 2	200 ± 5	31,60±0,01	2,3 ± 0,1
MI-2	26	750 ± 2	200 ± 5	2,20±0,01	0,2 ± 0,1

Dos resultados de fluência evidencia-se o processo de fragilização que produz a presença do hélio, ainda em pequenas quantidades, através da drástica redução dos tempos de ruptura e das porcentagens de deformação comparadas com o desempenho do material não irradiado.

Como por exemplo, nos testes de fluência a 750°C as amostras do material não irradiado quebram em aprox. 32 horas deformando-se aprox. 2%. Por outro lado, as amostras com 26 ppma de hélio e testadas na mesma temperatura, quebram em aprox. 2 horas após deformar-se aprox. 0,2%. A variação destes parâmetros em quase uma ordem de grandeza pode ser atribuída ao efeito de fragilização produzido pela presença do hélio no material.

Na figura 1, temos a micrografia eletrônica mostrando a microestrutura do aço inox 316 com 20% de deformação a frio (material inicial), onde pode-se constatar a presença de emaranhados de discordâncias, bem como bandas de escorregamento relacionadas com a laminação do material. Em alguns locais observa-se também a presença de anéis de discordância e pouca precipitação.

As microestruturas seguintes estão relacionadas com as amostras de aço inox 316 com 20% de deformação a frio, que sofreram implantação de 26ppma de hélio e em seguida foram testadas a fluência com tensão de 200MPa na temperatura de 750 graus centígrados.

São apresentadas micrografias eletrônicas das microestruturas deste material onde temos a presença marcante das microbolhas formadas pela nucleação do hélio.

Na figura 2 temos o aspecto geral da microestrutura do material ensaiado com presença de bandas de deformação com discriminação de discordâncias presentes relativamente ao material de partida. Notam-se ainda precipitados pequenos dispersos pela microestrutura.

A figura 3 mostra a microestrutura onde podemos observar detalhes da interação entre linhas de discordâncias, precipitados e microbolhas formadas. Como sabe-se, para melhor observar a presença das microbolhas em uma microestrutura, deve-se desfocar a imagem da região observada ao microscópio eletrônico, para ser possível a sua identificação, isto é, para ter-se o contraste presente dos referidos defeitos. Como pode-se constatar, a distribuição das mesmas ocorre preferencialmente em linhas de discordâncias que permaneceram na matriz devido ao ancoramento com precipitados finos do tipo MC (4,5).

As linhas de discordâncias não estão perfeitamente em contraste devido exatamente ao fato de que foi necessário subfocar para poder-se constatar a presença das microbolhas. Os aspectos microestruturais aqui apresentados evidenciam os lugares preferenciais de nucleação destas microbolhas o qual permite induzir a possibilidade de poder criar elementos da microestrutura no material inicial por meio de tratamentos térmicos ou mecânicos ou adicionando-se microcomponentes, que aprisionam as microbolhas e desse modo evitar que atinjam os contornos de grãos, onde sua presença é negativa por diminuir a ductilidade do material.

#### CONCLUSÕES

O comportamento mecânico do material foi analisado através de testes de fluência, em amostras de aço inox com 20% de deformação a frio, em altas temperaturas e tensão uniaxial de 200MPa.

Os resultados obtidos evidenciam o processo de fragilização do material pela drástica redução dos tempos de ruptura e porcentagens de deformação.

A análise microestrutural realizada no material testado a fluência em altas temperaturas constata a presença de microbolhas de hélio localizadas nas linhas de discordâncias que permanecem na matriz por efeito do ancoramento em precipitados finos. Portanto, uma adição de microligantes que formem carbeto finos do tipo MC dispersos homogeneamente na matriz do material, poderiam fixar as microbolhas de hélio evitando sua acumulação nos contornos de grãos.

As análises microestruturais mostram ser de grande utilidade para interpretar os mecanismos de nucleação, crescimento e distribuição das microbolhas que produzem o processo de fragilização do material em altas temperaturas na presença do hélio.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ULLMAIER, H., Helium in Metals. Radiation Effects, 78:1-10, 1983.
2. SCHROEDER, H., High Temperature Embrittlement of metals by helium. Radiation Effects, 78:297-324, 1983.
3. SEGURA, E., e outros, Light ions Cyclotron bombardment to simulate fast neutrons radiation damage in nuclear materials. IV Simposio Nipo-Brasileiro de Ciência e Tecnologia, Vol. IV, 1984, 154-162.
4. KESTERNICH, W. A., Possible Solution of the Problem of Helium Embrittlement. Journal of Nuclear Materials, 127: 153 - 160, 1985.
5. SCHROEDER, H., e outros, Helium effects on the creep and fatigue Resistance of Austenitic Stainless Steel at high Temperatures. Nuclear Engineering and Design/Fusion, 2:65-95, 1985.



Figura 1 - Micrografia eletrônica do aço inox tipo 316 com 20% de deformação a frio.



Figura 2 - Micrografia eletrônica de aço inox tipo 316 com 20% de deformação a frio, pré-implantado com 26ppma de hélio e testado em fluência a 750°C; Aspecto geral da microestrutura.

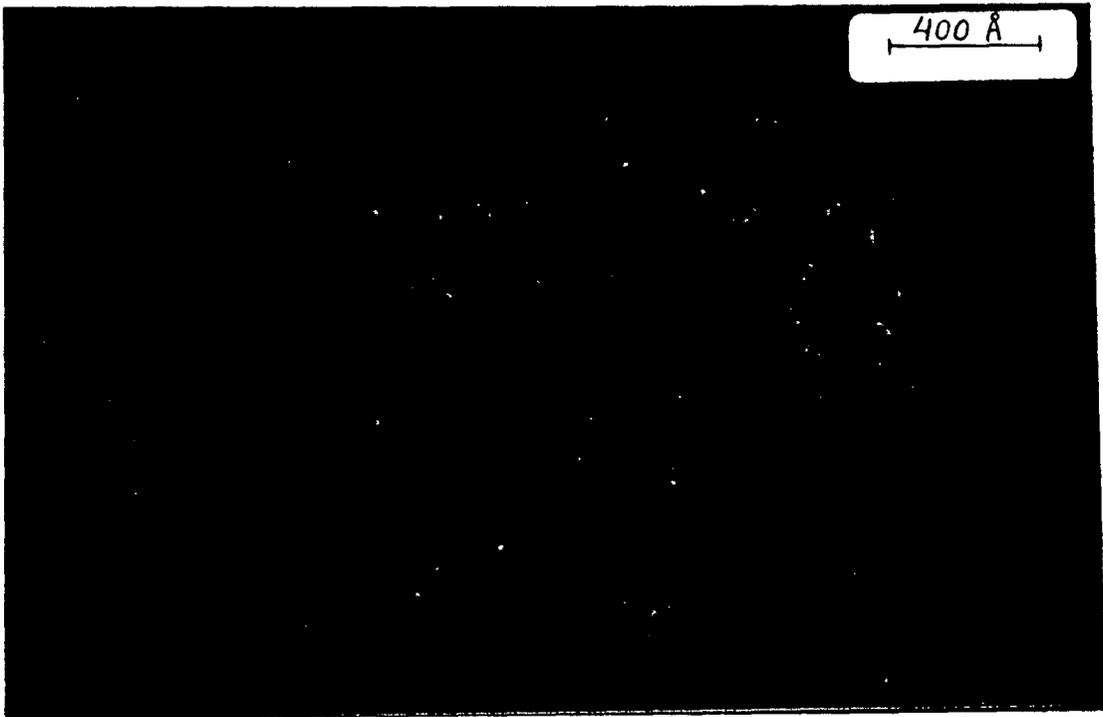


Figura 3 - Micrografia eletrônica do aço inox tipo 316 com 20% de deformação a frio, pré-implantado com 26ppma de hélio, testado em fluência a 750°C, mostrando a localização das microbolhas do hélio na matriz do material.