

ESTUDO DA FLUÊNCIA DO AÇO INOXIDÁVEL 316 IMPLANTADO COM PARTÍCULAS ALFA DE 28 MeV. (*)

Georgi Lucki, Deise Aguiar Costa Correia (**)

Divisão de Danos de Radiação - IPEN-CNEN/ SP

C.P.-11.049 - CEP.01000-Cidade Universitária-São Paulo-S.P.

R E S U M O

É estudado o efeito do Hélio implantado na fragilização do aço inoxidável 316 por meio de testes de fluência em amostras finas com redução à frio. Os experimentos foram realizados em condições simuladas de operação de reatores de potência, i, é, a temperaturas de 650, 675, 700 e 750°C com tensões mecânicas de 100 e 200 M Pa, em vácuo melhor que 10^{-5} Torr. As implantações com partículas α de 28 MeV foram realizadas no ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP, com concentrações de 5 e 26 ppma. Os parâmetros de deformação total (ϵ_R) e o tempo de ruptura (t_R) mostram que a presença do Hélio tem influência destrutiva, evidenciada pela grande diminuição da ductilidade e consequentemente, do tempo operacional útil do material. É feito, igualmente, um estudo comparativo entre a irradiação neutrônica ($E \geq 1$ MeV) e a irradiação com partículas alfa.

(*) Chefe da Divisão de Danos de Radiação - IPEN-CNEN/SP

(**) Bolsista do IPEN-CNEN/SP

1. INTRODUÇÃO

A presença de gases na rede cristalina de metais e ligas, mesmo em pequenas quantidades, altera as suas propriedades elétricas, magnéticas e mecânicas, motivo pelo qual o estudo do seu comportamento na estrutura metálica tem grande importância. Esta importância cresce com o advento da tecnologia nuclear onde a interação entre os neutrons e os núcleos dos materiais dos elementos combustíveis, de revestimento e estrutural, não causa apenas deslocamentos atômicos - denominados Danos de Irradiação - mas também, produção de elementos estranhos. Das diversas espécies de "impurezas" produzidas pelas reações nucleares, os gases Hidrogênio e Hélio têm papel preponderante, pois podem causar drásticas, e em determinadas condições, catastróficas mudanças de propriedades físicas. Neste contexto, a preponderância da reação nuclear (n, α),

existente em todos os reatores nucleares, nos leva a fazer algumas considerações sobre o Hélio.

A fragilização de aços inoxidáveis devida à formação de He a partir da reação (n, α) é um problema intensamente estudado nos grandes centros de pesquisas nucleares. A consequência crítica da presença de He em metais e ligas é a rápida deterioração das propriedades mecânicas dos metais, tornando importante o estudo deste fenômeno destrutivo e a pesquisa de ligas mais resistentes à fragilização.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Foram realizadas na Divisão de Danos de Radiação do IPEN-CNEN/SP, duas séries experimentais^{(1) (2)} em aço inoxidável 316 por meio da fluência em diferentes condições de tensão aplicada, temperatura, dose de implantação e irradiação com neutrons. A taxa de fluência ($\dot{\Phi}$) é um parâmetro fortemente dependente da temperatura (T) e da energia de ativação (E_a - que é da ordem da energia de autodifusão⁽³⁾), e pode ser expressa por:

$$\dot{\Phi} \propto \exp (-E_a / k T)$$

A primeira série experimental foi constituída de dez amostras de 100 μm de espessura, com 50% de redução a frio com tensão de 200 MPa, sendo três delas (IN-1, IN-2, IN-5) irradiadas com neutrons rápidos ($E \geq 1$ MeV) no reator IEA-R1, a um fluxo integrado de $1,7 \times 10^{18}$ n/cm²; quatro amostras (IA-1, IA-2, IA-3 e IA-4) implantadas com partículas alfa de 28 MeV, através de um degradador⁽¹⁾ - a fim de garantir uma implantação homogênea na espessura da amostra - a concentrações de 5 e 26 ppma de He e três amostras de controle não irradiadas (20, 25 e 29). As figuras 1 e 2 visualizam o comportamento da fluência das amostras citadas.

A segunda série experimental foi realizada com onze amostras

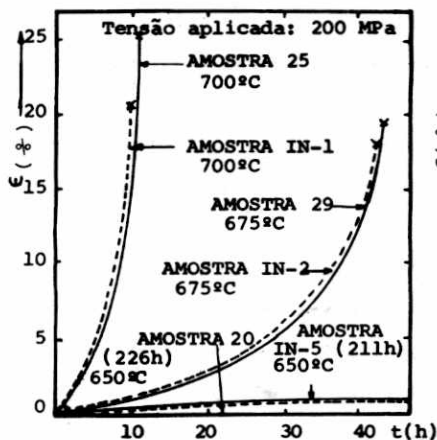


Fig.1. Curvas de Fluência das amostras de controle (20, 25 e 29) e irradiadas com neutrons (IN-1, IN-2 e IN-5).

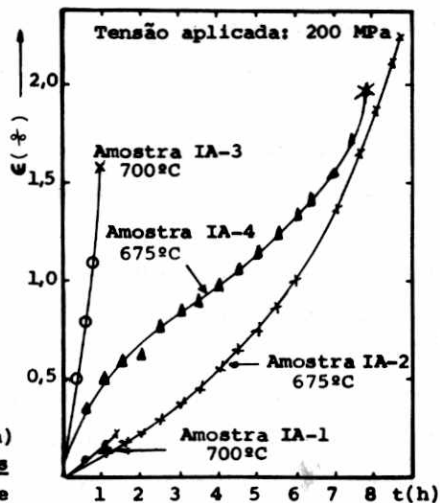


Fig.2. Curvas de fluência de amostras implantadas no ciclotron com 5ppm (IA-3, IA-4) e 26ppm (IA-1, IA-2) de He.

em aço do mesmo tipo com tensão de 100 MPa subdividida em dois lotes:-

- 1º lote) - sete amostras recozidas a 1.050°C durante 2 h em vácuo;
- 2º lote) - quatro amostras com 20% de redução a frio após o recozimento acima.

Duas amostras do 1º lote (RI-1, RI-2) e uma do 2º lote (RI-3), foram implantadas com 26 ppma no cíclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP. Os resultados dos testes de fluência são mostrados nas figuras 3 e 4.

A irradiação com neutrons rápidos foi realizada dentro do caço do reator, utilizando-se um dispositivo de irradiação descrito em (4), em vácuo de 10^{-2} Torr e uma temperatura média de 90°C devida ao aquecimento induzido pela radiação gama.

A implantação com partículas alfa foi feita em um dispositivo descrito na referência (1), acoplado a uma linha de feixe do cíclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP. Uma das características principais do dispositivo consiste na existência de um degradador giratório de energia, contendo 24 folhas de alumínio com espessuras de 100 a 300 μm para permitir uma implantação homogênea dentro dos 100 μm da espessura das amostras. As amostras são fixadas com indio em um porta-alvos de cobre para assegurar a estabilidade mecânica e dissipação térmica. O porta-alvos é refrigerado a água permitindo implantações em temperatura ambiente, sendo a área de implantação limitada por um colimador. As implantações de partículas alfa de 28 MeV foram realizadas com correntes de feixe de aproximadamente 0,8 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ em intervalos de tempo de 0,5 e 3 horas para atingir as concentrações de 5 e 26 ppma, respectivamente. Todas as amostras foram testadas em vácuo melhor que 10^{-5} Torr, em temperaturas de 650, 675, 700 e

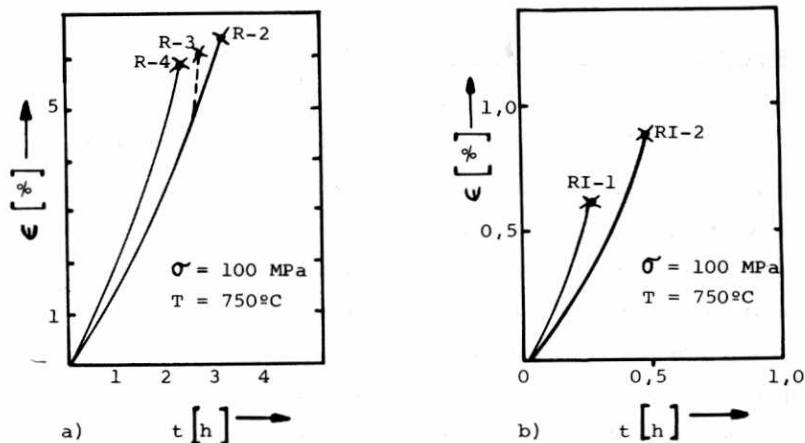


Fig.3. Curvas de fluência: a) amostras recozidas; b) amostras recozidas e implantadas com 26ppm de He.

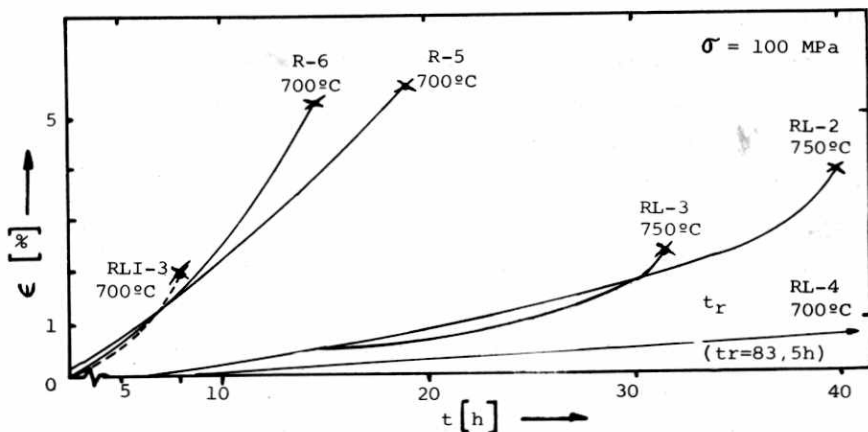


Fig.4. Curvas de fluência em: amostras recozidas (R-5 e 6); reduzidas a frio (RL-2, 3 e 4) e implantada com 26ppm de He (RL-3).

750°C com tensões aplicadas de 100 e 200 MPa.

3. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

Jung⁽⁶⁾ e outros, demonstraram que a utilização de amostras finas (100 μm de espessura - necessária para implantação homogênea de partículas alfa) não apresenta problemas quanto aos resultados obtidos em comparação com amostras padronizadas. Este fato permite a comparação dos dados obtidos neste trabalho com os dados da literatura, e portanto, avaliar o desempenho do material testado. Das curvas de fluência obtidas, com tensão aplicada de 200 MPa e temperaturas de 650, 675 e 700°C (figura 1), pode ser observado o efeito da temperatura no processo de fluência do material não irradiado e irradiado com neutrons, onde ambos apresentam curvas de fluência praticamente coincidentes, dentro do erro experimental e da reprodutibilidade, às obtidas por outros grupos utilizando dispositivos e materiais semelhantes (aços inoxidáveis)^{(5) (6)}. Os valores do tempo de ruptura atingem valores praticamente iguais havendo, nas amostras irradiadas com neutrons rápidos, uma tendência à ruptura com deformação menor. A resistência aos ambientes nucleares é característica dos aços inoxidáveis e justifica a ausência de mudanças estruturais marcantes para baixas doses de irradiação, como a deste trabalho ($1,7 \times 10^{18}$ n/cm²). Os efeitos destrutivos da irradiação, mensuráveis por meio da fluência aparecem com fluxos de 10^{20} à 10^{22} n/cm²⁽⁷⁾. O efeito da irradiação neutrônica é evidenciado na microestrutura pela presença de defeitos produzidos durante à irradiação. Um detalhe da microestrutura do material não irradiado é mostrado na micrografia obtida no MET (figura 5a). Esta microestrutura é formada por uma grande densidade de discordâncias, possíveis anéis de discordâncias e precipi

tados. O material irradiado com neutrons (figura 5b), possui uma microestrutura similar, com maior densidade de anéis de discor - dâncias e precipitados dentro dos grãos. A morfologia da superfí - cie do material não irradiado ao longo da espessura (figura 5 c) corresponde a um material fortemente deformado, constituído por grãos alongados na direção da laminação.

As amostras contendo Hélio introduzido por implantação de partículas alfa, em concentrações de 5 e 26 ppma, apresentam uma drástica redução no tempo de ruptura (t_r) e na deformação total (ϵ_r) em relação às amostras não irradiadas. A 700°C e 200 MPa, as amostras implantadas com 26 ppma de Hélio (IA-1) mostram uma per - da de ductilidade de quase uma ordem de grandeza em relação à implantada com 5 ppma (IA-3), apresentando valores comparáveis no tempo de ruptura. Em amostras implantadas e testadas a 675°C (IA-2 e IA-4) tanto os tempos de ruptura como as deformações totais atingem valores próximos, embora as concentrações de Hélio difi - ram de um fator aproximadamente 5. Neste caso, o efeito da con - centração de Hélio manifesta-se na taxa de deformação durante as primeiras horas em fluência, - menor na amostra (IA-4) com 5ppma. Este comportamento pode ser atribuído à influência da menor con - centração do Hélio no processo de difusão deste gás, resultando em menor formação de aglomerados (e ancoramento das discordânci - as) e apresentando consequentemente uma menor deformação inicial.

A análise dos resultados do segundo lote, representados nas fig. 3 e 4, das amostras recozidas e laminadas (RL-2 e 3) com 20% de redução a frio, mostra que a deformação é reduzida por um fa - tor ~ 2 e o tempo de ruptura cresce de um fator > 10 , quando com - parado com as amostras recozidas (R-2, 3 e 4). A presença de 26 ppma de He nas amostras; recozida, laminada (20%) e implantada (RLI) e nas recozidas e implantadas (RI), tem por efeito uma re

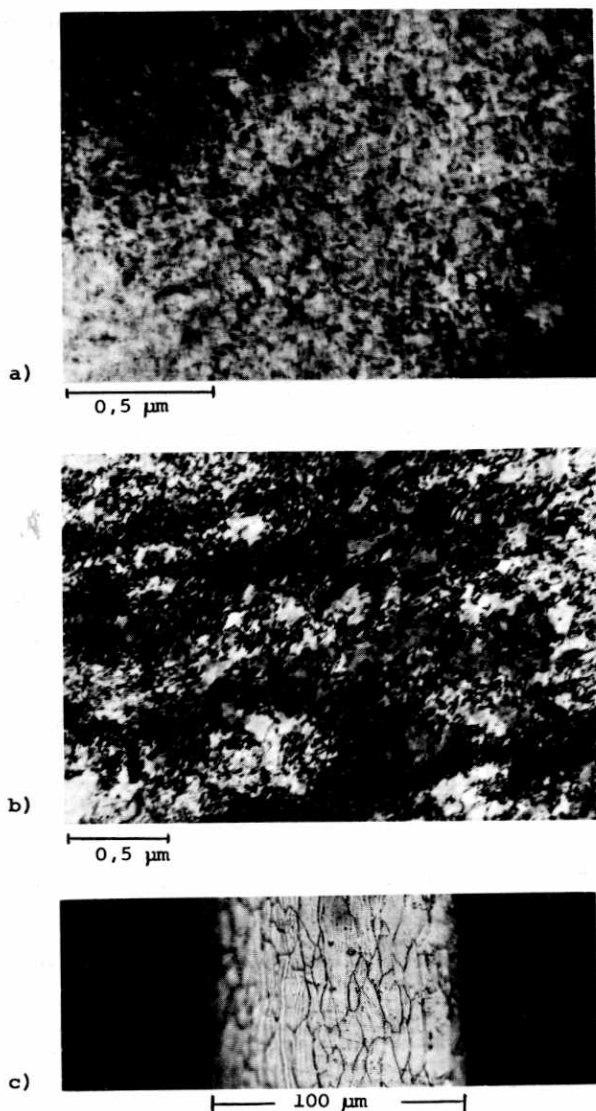


Figura 5 - a) microestrutura do material não irradiado com 50% de redução a frio;

b) material irradiado com neutrons rápidos ($\phi = 1,7 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$)

c) granulometria da amostra apresentando grãos com largura média de 8,3 μm.

dução ainda maior na deformação até a ruptura - aproximadamente um fator > 5 para as amostras RI-1 e 2, e um fator > 3 para a amostra RLI-3, evidenciando uma forte fragilização do material implantado.

4. CONCLUSÕES

A partir dos resultados experimentais podem ser feitas as conclusões seguintes:-

- 1) O efeito da temperatura é predominante para uma determina da tensão e irradiação. Um aumento de temperatura provoca uma redução no tempo da fratura e um aumento na deforma - ção até a ruptura (E_R). Um acréscimo de 50°C praticamente dobra a deformação.
- 2) A fluência do material irradiado com neutrons rápidos (flu xo integrado de $1,7 \times 10^{18} \text{ n/cm}^2$) não apresenta diferenças marcantes em relação às não irradiadas testadas nas mes - mas condições de tensão e temperatura, embora as suas microestruturas apresentem diferenças observáveis.
- 3) O efeito da presença de Hélio no material manifesta-se cla ramente na resposta macroscópica sob fluência com uma forte redução da ductilidade e tempo de ruptura, confirmando que o processo de fragilização ocorre mesmo com pequenas concentrações de He. Observações preliminares no MET indi cam que o material implantado não apresenta estágios de restauração observados em material irradiado com neutrons rápidos e no material de controle (não irradiado) testa - dos à mesma temperatura. O comportamento pode ser atribui do à ação de átomos de He e seus aglomerados, os quais ancoram as discordâncias e precipitados, inibindo a restau - ração estrutural.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Segura, E., Lucki, G., Costa, D.A., VI Congr. Bras. de Eng. e Cien. dos Materiais PUC, Rio de Janeiro, 9-12 Dez., 1984.
- 2) Segura, E., Lucki, G., I Congr. Geral de Ener. Nucl., Assoc. Bras. de Energ. Nuclear, 17-20 Março, 1986.
- 3) Costa Correia, D.A., Estudo da Fluência do Aço Inoxidável AISI 316 Irradiado com Neutrons Rápidos e Partículas Alfa, Dissertação de Mestrado a ser defendida, IPEN - CNEN/SP em 1987.
- 4) Brosson, P., Lucki, G., Rechemberg, H., Sordi, L. e Tiberghien, R., Publicação IEA, nº 22, 1970.
- 5) Sagues, A.A., - Publicação nº 1409, KFA-Julich, RFA, 1977.
- 6) Abou Zahra, A.A., Schroeder, H., - Publicação nº 109, KFA-Julich, RFA, 1981.
- 7) Bloom, E.E., Stiegler, O., - Effect of Radiation on Substructure and Mechanical Properties of Metals and Alloys. ASTM STP 529 - American Society for Testing of Materials, 1973.

A B S T R A C T

He - embrittlement effect on 316 type stainless steel by means of creep tests performed on annealed and cold worked thin specimens is analyzed. Experiments were performed at simulated power reactor working conditions, at temperatures of 650, 675, 700 and 750°C with applied stresses of 100 and 200 MPa, in vacuum better than 10^{-5} Torr. He - implantations were made at the cyclotron CV-28 of IPEN-CNEN/SP, using alpha - particle beam of 28 MeV, to concentrations of 5 and 26 appm. From values of rupture deformation ϵ_R and rupture time (t_R) it can be seen that creep has a strong detrimental effect visualized by the diminished ductility and consequently of the operational life time of the material. A comparison is made between fast neutron ($E \geq 1$ MeV) irradiated and alpha particle implanted samples.