

COMPARAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS AISI 304 E 348 L*

Celso Antonio Teodoro* , Valdir Sciani**, José Augusto Perrotta* e Georgi Lucki*
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN –SP)

Centro de Engenharia Nuclear (CEN)
*Divisão de Engenharia do Combustível

**Laboratório de Ciclotrons -TTC

Caixa Postal 11049; CEP 05422-970, Pinheiros; São Paulo – SP; Brasil

*e-mail: cteodoro@net.ipen.br

RESUMO

O estudo dos danos da radiação em metais e ligas metálicas utilizadas como materiais estruturais em reatores nucleares tem um significado estratégico para a tecnologia nuclear, pois trata da avaliação através de simulação do desempenho destes materiais em condições de trabalho em reatores de potência. Para tal, torna-se necessário o conhecimento de propriedades físicas relevantes destes materiais, propriedades estas sensíveis às mudanças microestruturais. O objetivo do presente trabalho é apresentar algumas propriedades mecânicas e elétricas, tais como, tração, microdureza e resistividade do aço inoxidável AISI 348 L*, que é empregado como material estrutural nos tubos de revestimento das varetas de elementos combustíveis em reatores PWR, e sua comparação com o aço AISI 304. O aspecto morfológico da fratura após ensaios de tração foi verificado através de microscopias: óptica; eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão.

Palavras-Chave: danos de radiação, materiais estruturais, reatores de potência, aço inoxidável.

I. INTRODUÇÃO

Os materiais utilizados em reatores nucleares além de estarem sujeitos a condições agressivas, tais como, ambientes corrosivos, esforços mecânicos, altos gradientes térmicos, etc. suportam uma condição adicional de altas fluências de partículas energéticas, que causam mudanças em sua estrutura cristalina, alterando conseqüentemente suas propriedades mecânicas. H. Ullmaier e W. Schilling [1] revisam alguns aspectos mais importantes relacionados com os danos da radiação em materiais metálicos, que implicam em operações de segurança e de economia em reatores nucleares. Desta maneira, é essencial adquirir o máximo possível de conhecimento dos mecanismos dos danos de radiação e usar estas informações no sentido de desenvolver ligas mais resistentes à radiação.

Deste ponto de vista, a Divisão de Engenharia do Núcleo do IPEN-CNEN/SP vem desenvolvendo um programa de caracterização de aços inoxidáveis austeníticos para aplicações em reatores PWR. O estudo dos danos da radiação no ambiente do reator constitui uma das etapas deste programa, além do efeito do gás Hélio, que é criado em materiais estruturais pela reação (n,α) e, por causa de

sua solubilidade extremamente baixa [2], tende a aglomerar em bolhas em altas temperaturas, causando a fragilização, que leva à ruptura prematura do material [3].

A escolha do aço AISI 348L* no lugar do AISI 304 como candidato à utilização como material estrutural em reatores se deve às adições de Nb e N em sua composição como uma possibilidade de aumento da resistência mecânica e uma diminuição da corrosão intergranular. Isto se deve ao fato do aço AISI 304 ter um teor normal de C (0,058% em peso), o que contribui para a precipitação de $Cr_{23}C_6$ nos contornos de grão, evidenciando uma forte corrosão intergranular, o que é extremamente prejudicial do ponto de vista estrutural. Daí, a necessidade de se produzir um material com boas propriedades mecânicas e diminuir a precipitação desses carbonetos indesejáveis nos contornos de grão. Optou-se inicialmente por um material com baixo teor de C, o que diminuiria a precipitação do $Cr_{23}C_6$. A diminuição do teor de C levaria a uma perda significativa da resistência mecânica, sendo então proposto um novo material, que teria um baixo teor de C (para a diminuição dos precipitados $Cr_{23}C_6$), e possuiria uma resistência maior do que a do aço AISI 304. Então, adicionou-se Nb (%Nb =

10%C), que em solução sólida aumentaria significativamente a resistência mecânica. Além disso, adicionou-se N, para compensar, ainda mais, a perda de resistência mecânica, devido à diminuição do teor de C, conforme já comentado anteriormente. Então o aço AISI 348 L*, sendo um aço modificado, tem provavelmente, além de baixa precipitação de carbonetos do tipo $Cr_{23}C_6$ uma resistência mecânica maior do que ao aço AISI 348 L (sem a adição de N).

O objetivo do presente trabalho é caracterizar o aço inoxidável AISI 348 L*, empregado como material estrutural nos tubos de revestimento de varetas dos elementos combustíveis em reatores PWR e sua comparação com o aço inoxidável AISI 304, também utilizado para este propósito. São apresentados resultados experimentais correspondentes ao material antes de ser irradiado, considerado como condição padrão. Foram acompanhadas algumas propriedades mecânicas e elétricas, tais como, tração, microdureza e resistividade elétrica. A morfologia da zona de fratura do corpo-de-prova após os ensaios de tração foi verificada através de microscopia eletrônica de varredura.

II. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A composição química dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 348 L* utilizados no presente trabalho pode ser vista na tab. 1.

TABELA 1. Composição Química dos Aços (% em peso)

Elemento	AISI 304	AISI 348 L*
C	0,058	0,029
Si	1,01	0,38
Mn	0,7	1,74
P	0,016	0,003
S	<0,01	0,003
Cr	18,80	17,81
Ni	8,46	10,12
Nb + Ta		0,36
N		0,069
Co		0,02

O material original foi recebido em forma de barras forjadas retangulares, de dimensões (4x6x20) cm, com acabamento bruto. Destas barras, foram cortadas, no sentido longitudinal, amostras de aproximadamente 1 mm cada, que foram laminadas a uma espessura de 100 μ m, sendo retiradas fitas de 17 mm de largura e 60 mm de comprimento. Durante a laminação, para aliviar as tensões internas devido ao encruamento do material, foram feitos recozimentos intermediários a 900°C durante 3 horas em vácuo dinâmico de 10^{-5} Torr. A seguir, foram cortadas amostras, por eletroerosão (evitando-se, desta maneira, a introdução de deformações no material) e os corpos-de-prova resultantes foram submetidos a um tratamento térmico inicial a 900°C durante 3 horas em vácuo dinâmico de 10^{-5} Torr. Os corpos-de-prova foram submetidos a ensaios de tração, microdureza, resistividade elétrica e

microscopia eletrônica de varredura (MEV) na região da fratura.

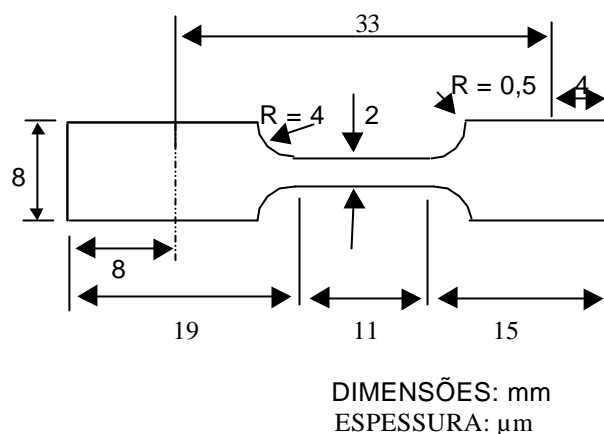


Figura. 1. Esquema do Corpo-de-prova Utilizado no Presente Trabalho.

Ensaio de Tração. O desenho esquemático dos corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração pode ser visto na Fig. 1. O comprimento útil do corpo-de-prova foi considerado como 11 mm. Os ensaios foram realizados em uma máquina Instron, modelo 5567, com célula de carga de 1 kN.

Microdureza. As medidas de microdureza foram realizadas em um microdurômetro Otto Wolpert Werke, com carga de 100 g. Para tal, os corpos-de-prova, embutidos em resina epoxi, foram lixados na sequência, desde a lixa de grana 240 até a de 600. Em seguida, foram polidos em pasta de diamante, na sequência de 6, 3 e 1 μ m. Após o polimento, eles foram atacados eletroliticamente na solução de ácido oxálico (10% em peso) durante 1,5 min, na corrente de 1 A/cm².

Resistividade Elétrica. O corpo-de-prova utilizado nas medidas de resistividade elétrica é o mesmo representado na Fig. 1. Neste caso, foi empregado o método de quatro fios, mostrado na Fig. 2.

Foram soldados, a ponto, dois fios nas extremidades da amostra, onde foi aplicada uma corrente elétrica contínua. Por outros dois fios, soldados também a ponto a uma distância de 10 mm no comprimento útil do corpo-de-prova, foi medida a voltagem elétrica gerada. As medidas foram feitas no sentido direto e inverso de aplicação da corrente, eliminando, assim, as tensões parasitas. Portanto, a voltagem final era a média das duas voltagens medidas.

Foram utilizadas correntes contínuas de 30, 50, 80, 100 e 200 mA.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os corpos-de-prova utilizados nos ensaios de tração foram examinados no microscópio eletrônico de varredura Philips XL-30/MEF, para verificação do tipo de fratura (intergranular ou transgranular). A observação foi feita na zona de fratura do corpo-de-prova após ensaio de tração e na direção transversal à direção de laminação.

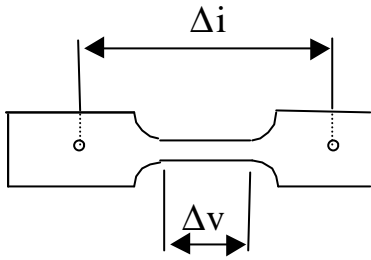


Figura 2. Método de Quatro Fios Empregado nas Medidas de Resistividade Elétrica.

III. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

Na tab. 2 podem ser vistos os valores encontrados para a tensão de escoamento, tensão de ruptura, e alongamento para os aços inoxidáveis AISI 304 e 348 L*. Cada valor experimental obtido representa a média em quatro corpos-de-prova.

TABELA 2. Tensão de Escoamento, Tensão de Ruptura e Alongamento para os Aços Inoxidáveis AISI 304 e 348 L*.

Material	σ_e (Mpa)	σ_r (Mpa)	ϵ (%)
304	164,11 ± 7,51	464,58 ± 21,21	68,12 ± 4,77
348 L*	190,72 ± 7,59	498,92 ± 19,75	52,71 ± 3,14

Na tab. 3 podem ser vistos os valores de microdureza dos aços inoxidáveis 304 e 348 L*. Cada valor representa a média obtida de quatro corpos-de-prova, sendo que, em cada corpo-de-prova foram realizadas cinco medidas.

TABELA 3. Valores de Microdureza para os Aços Inoxidáveis AISI 304 e 348 L*.

Material	Microdureza (HV _{0,1})
AISI 304	189,7 ± 2,4
AISI 348 L*	199,3 ± 2,2

Conforme visto na tab. 2, os valores da tensão de escoamento e de ruptura para o aço AISI 348 L*, são maiores que os do AISI 304, e o valor do alongamento é menor. Isto indica uma maior ductilidade do aço AISI 304, confirmado também pelos valores de microdureza obtidos (tab. 3), que é menor para o aço AISI 304.

O aumento da microdureza foi também verificada no aço inoxidável austenítico AISI 321 devido à adição de pequenas quantidades de Nb (0,1% em peso) [4]. Contudo, o importante será a segunda etapa do presente trabalho, que é a comparação com o material após a implantação de partículas alfa em cíclotron.

Na tab. 4 são apresentados os valores da resistividade elétrica dos aços inoxidáveis 304 e 348 L*.

Cada valor representa a média obtida de quatro corpos-de-prova, sendo que, em cada corpo-de-prova foram realizadas cinco medidas.

Estes valores são compatíveis com os citados em Metals Handbook [5] para o aço AISI 304, de 80,2 $\mu\Omega\text{cm}$ a 28,0°C e de 75,5 $\mu\Omega\text{cm}$ a 26,2°C para o aço AISI 347.

TABELA 4. Valores da Resistividade Elétrica para os Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI 304 e 348 L*.

Material	ρ ($\mu\Omega\text{cm}$)
AISI 304	85,82 ± 8,02
AISI 348 L*	79,53 ± 7,43

Embora o aço AISI 347 não seja objeto de estudo do presente trabalho, a sua composição química é semelhante à do aço AISI 348 L* (com N).

As Fig. 3 e 4 mostram a morfologia da zona de fratura para os aços inoxidáveis AISI 304 e 348 L*, respectivamente.

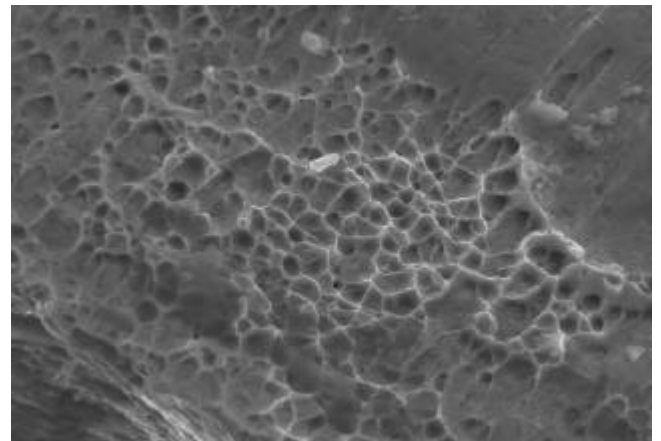


Figura 3. Aspecto Morfológico da Fratura do Aço AISI 304, na Direção Transversal à Laminação. 2000 X.

Nota-se a presença de dimples nos dois aços, evidenciando uma fratura transgranular, o que, do ponto de vista de material estrutural em reatores, é desejável.

A maior quantidade de dimples observada no aço AISI 348 L* (Fig. 4) é provavelmente devido ao efeito do N, que age como refinador do tamanho de grãos.

As Fig. 5 e 6 mostram as microestruturas obtidas através de microscopia eletrônica de transmissão para o aço AISI 304. Observa-se uma quantidade razoável de discordâncias, principalmente nas proximidades do contorno de grão. Na Fig. 5, as discordâncias estão alinhadas em diversos grupos.

As Fig. 7 e 8 mostram as microestruturas obtidas através de microscopia eletrônica de transmissão para o aço AISI 348 L*. Observa-se uma quantidade de discordâncias semelhantes ao aço AISI 304, porém elas não estão alinhadas.

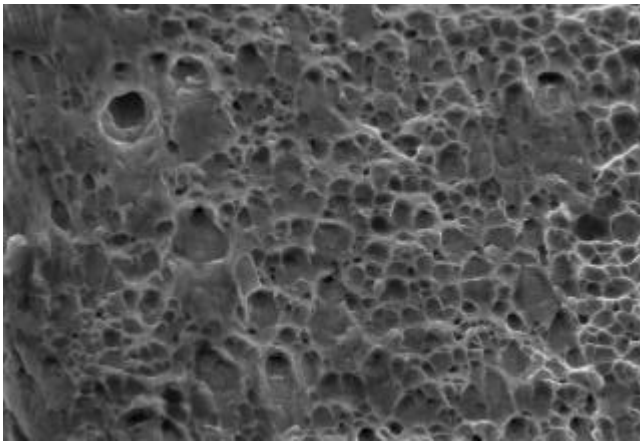


Figura 4. Aspecto Morfológico da Fratura do Aço AISI 348 L*, na Direção Transversal à Laminação. 2000 X.



Figura 5. Microestrutura do Aço AISI 304, na Direção Transversal à Laminação. 13400 X.

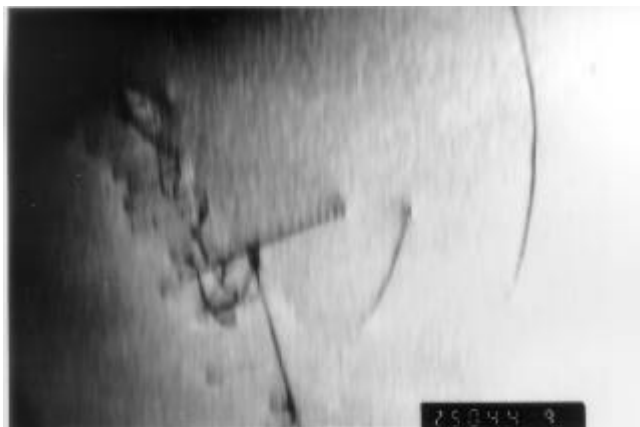


Figura 6. Microestrutura do Aço AISI 304, na Direção Transversal à Laminação. 20700 X.

Numa segunda fase, estes resultados serão comparados aos obtidos após a implantação de partículas alfa em ciclotron, simulando, desta maneira, a presença de hélio gerada pela reação (n,α) em reatores nucleares e os danos da radiação (deslocamentos por átomos – dpa).

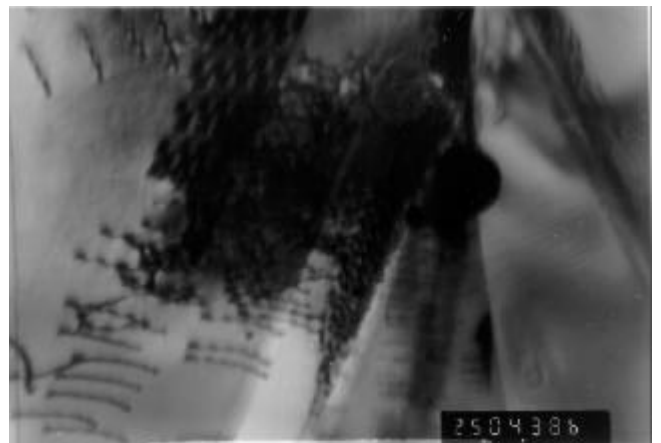


Figura 7. Microestrutura do Aço AISI 348 L*, na Direção Transversal à Laminação. 20700 X



Figura 8. Microestrutura do Aço AISI 348 L*, na Direção Transversal à Laminação. 20700 X.

IV. CONCLUSÕES

No presente trabalho foi feita uma caracterização das propriedades mecânicas e elétricas, tais como, tração, microdureza e resistividade elétrica dos aços AISI 304 e 348 L*. Também foi verificada a zona de fratura dos corpos-de-prova após o ensaio de tração na direção transversal à laminação por meio de microscopia eletrônica de varredura.

Após ensaio de tração, a microestrutura foi observada nos aços AISI 304 e 348 L* na direção transversal à laminação através de microscopia eletrônica de transmissão.

As propriedades mecânicas (tensões de escoamento, de ruptura e microdureza) do aço AISI 348 L* são maiores do que as do aço AISI 304, enquanto que o alongamento é menor. Isto evidencia uma maior ductilidade para o aço AISI 304.

A resistividade elétrica é compatível com a literatura pesquisada para os aços AISI 304 e 347.

A escolha do aço AISI 348 L*, em relação ao aço AISI 304, torna-se conveniente, pois o baixo teor de C, promove uma diminuição de precipitados de $Cr_{23}C_6$ nos contornos de grão, inibindo a corrosão intergranular. Por

outro lado, a resistência mecânica foi melhorada em função da adição de Nb e N.

Numa segunda etapa, as propriedades dos aços AISI 304 e 348 L* serão caracterizadas na condição pós-irradiada e comparadas com as da condição pré-irradiada. A irradiação será realizada com a implantação de partículas α e prótons, em ciclotron, a qual ocasionará danos de radiação de interesse na estrutura do material.

V. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Ullmaier, H. & Schilling, W. **Radiation damage in metallic reactor materials**. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Nuclear fusion research: proceedings of the seminars...held in Vienna, 1-2 February, 1980. Vol. 1, Vienna, 1980, p. 301-97. (IAEA-SMR-46/105).

[2] Driesch, H.J. von den & Jung, P. **An investigation of the solubility of helium in nickel**. High Temp.-High Press., vol. 12, p. 635-41, 1980.

[3] Schroeder, H.; Kesternich, W. & Ullmaier, H. **Helium effects on the creep and fatigue resistance of austenitic stainless steel at high temperatures**. Nucl. Des./Fus., vol. 2, p. 65-85, 1985.

[4] Camargo, M.U.C. **Estudo de danos de radiação em um aço inoxidável austenítico tipo 321 com adições de Nb, submetido a tratamentos térmicos, mecânicos e irradiações com nêutrons rápidos**. São Paulo: 1996. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares-CNEN/SP, 1996.

[5] **Reactor Handbook** (2 ed.), vol. 1. Materials. Interscience Publishers, Inc., New York, 1960.

ABSTRACT

The study of radiation damage in metals and metallic alloys used as structural materials in nuclear reactors has a strategic meaning to the nuclear technology because it treats of performance of these materials in conditions that simulate the conditions of work in power reactors. Then it becomes necessary to know the essential physical properties of these materials, properties that are sensitive to the microstructural changes that occurred during the irradiation. The purpose of this work is to present some properties of the stainless steel AISI 348 L*, as mechanical (stress-strain and microhardness) and electrical (resistivity). The AISI 348 L* is used as structural material in the rod coating pipes of fuel elements in PWR reactors and the properties was compared with those of AISI 304 in same conditions. The morphology of the fractured zones after tensile tests was observed using SEM, TEM and optical microscopy.