



ANAIS  
4º. Congresso Brasileiro  
de Engenharia e  
Ciência dos Materiais



CBECIMAT

Deptº. de Engenharia Mecânica - UFSC  
Dezembro de 1980

Trabalho/Paper Nº... A-19... PP. 195-202...

Patrocínio

ABCM - ABM - CNEN - CNPq. - SESU/MEC - UFSC

MEDIDAS DE MICRODUREZA NO AÇO INOX TIPO AISI 321 COM ADIÇÕES DE NÍOBIO ANTES  
E APÓS IRRADIAÇÃO NEUTRÔNICA

Vicente Luiz Galli

Área de Danos de Radiação - IPEN - São Paulo

Georgi Lucki

Gerente da Área de Danos de Radiação - IPEN - São Paulo

SUMÁRIO - São apresentados dados sobre a influência da radiação neutrônica na microdureza do aço inox tipo AISI 321 com 0,05 e 0,1% em peso de Nb. Medidas de microdureza foram efetuadas entre 300 e 650°C, antes e após irradiações com fluxo integrado ao redor de  $10^{17}$  n/cm<sup>2</sup>. Os resultados indicam que picos de danos de radiação ocorrem ao redor de 480°C para o aço no estado original, em torno de 500°C para a composição com 0,05% em peso de Nb e ao redor de 570°C para a composição com 0,1% em peso de Nb.

SUMMARY - Data about the influence of neutron irradiation on the microhardness of stainless steel of type AISI 321 with 0.05 and 0.1 wt.% Nb additions are presented. The microhardness measurements were made in the range of 300 to 650°C, before and after fast neutron irradiation with fluences about  $10^{17}$  n/cm<sup>2</sup>. Our results indicate that radiation damage peaks occur around 480°C for the stainless steel of type AISI 321 without Nb addition, around 500°C for the composition with 0.05 wt.% Nb addition and around 570°C for the composition with 0.1 wt.% Nb addition. Microhardness data are in agreement with those obtained by means of electrical resistivity measurements, performed at the same conditions.

## 1. Introdução

Vários são os trabalhos sobre as aplicações dos aços inoxidáveis austeníticos Ni-Fe-Cr em temperaturas elevadas (usinas elétricas, reatores de potência, etc...), mas pouco se fala de mudanças microestruturais e consequentes alterações nas propriedades mecânicas desses materiais durante irradiações<sup>(1)(2)</sup>. Os mecanismos de endurecimento, aumento da resistência à corrosão e ao inchaço sob irradiação dos aços, são propriedades de interesse na tecnologia nuclear<sup>(3)</sup>.

Considerando que não é possível a observação direta dos efeitos das adições de Nb nas propriedades do material, tenta-se através de estudos de microdureza uma melhor compreensão dos efeitos dos mecanismos de precipitação em amostras pré-tratadas térmica, mecanicamente e irradiadas com nêutrons rápidos.

Apesar da técnica de microdureza apresentar resultados empíricos, estes são úteis através da relação com outras propriedades de interesse que são mensuráveis somente por técnicas mais caras, complicadas e demoradas<sup>(4)</sup>.

Estudos anteriores antes, durante e após irradiações neutrônicas, por meio de resistividade elétrica, permitem a previsão de restrições ao uso de materiais assim como a caracterização dos mesmos em ambientes nucleares.

Procura-se através deste trabalho contribuir para o desenvolvimento de técnicas de fabricação e caracterização de aços especiais microligados com Nb por meio de estudos de microdureza, propriedade esta sensível às mudanças microestruturais decorrentes de pré-tratamentos térmicos, mecânicos e irradiações.

As adições de nióbio nesses tipos de aços podem representar uma melhoria nas propriedades de dureza, resistência à corrosão, resistência ao inchaço (sob irradiação) e outras propriedades mecânicas.

## 2. Materiais e Métodos

O material em estudo é um aço inoxidável austenítico tipo AISI 321 de procedência nacional de seguinte composição:

Cr - 17,88% em peso; Ni - 11,02% em peso; Ti - 0,39% em peso;

C - 0,08% em peso.

O nióbio, também de origem nacional, foi recebido com as seguintes características:

a) reação alumínio-térmica de óxido de nióbio ( $Nb_2O_5$ ) - CBMM - Cia. Brasileira de Metalurgia e Mineração;

b) seis fusões em forno de feixe eletrônico com vácuo de  $10^{-5}$  torr na última fusão;

c) análise

Ag - 3 ppm	Co - 40 ppm	O <sub>2</sub> - 105 ppm
Si - 35 ppm	Ta - 800 ppm	Mo - 35 ppm
W - 50 ppm	C - 80 ppm	S - 4 ppm
Ni - 10 ppm	Pb - 5 ppm	H <sub>2</sub> - 8 ppm
Sn - 3 ppm	Fe - 10 ppm	Mg - 3 ppm
B - 5 ppm	Ti - 5 ppm	Al - 40 ppm

Preparou-se tres lotes de amostras:

lote 1 - aço inox 321 sem Nb

lote 2 - aço inox 321 com 0,05% em peso de Nb

lote 3 - aço inox 321 com 0,1% em peso de Nb.

Essas adições foram feitas em forno de indução a 1450°C em atmosfera corrente de argônio.

Os lingotes dos tres lotes foram trefilados até 4 mm<sup>2</sup> de área de secção transversal e cortados em pedaços de 2 mm de espessura.

O material foi recozido a 1000°C em atmosfera de argônio por 3 horas e resfriado rapidamente.

As várias finalidades desse recozimento são:

- 1) aliviar as tensões mecânicas;
- 2) melhorar a conformabilidade;
- 3) aumentar a ductilidade, particularmente restaurar a condição normal do aço após o trabalho a frio;
- 4) eliminar a heterogeneidade química;
- 5) alterar a microestrutura e desenvolver uma estrutura mais desejável para dureza;
- 6) melhorar todas as propriedades mecânicas<sup>(8)</sup>.

Após o processo de normalização, as amostras dos tres lotes (sem Nb, com 0,05 e 0,1% em peso de Nb) foram submetidas a tratamentos térmicos com e sem irradiação entre 300 e 650°C por 7 horas a pressão de 1 atm de argônio. A temperatura era controlada por um termopar Ni-CrNi.

As irradiações foram feitas na posição 1 do IPENR-1 (fluxo integrado ao redor de  $10^{17}$  n/cm<sup>2</sup>).

As amostras foram embutidas, polidas e atacadas quimicamente com "água régia" na seguinte proporção de reagentes:

ácido nítrico - 1 parte  
 ácido clorídrico - 5 partes  
 água destilada - 6 partes

A microdureza dos materiais foi medida a temperatura ambiente com um fotomicroscópio III da Carl Zeiss, e era determinada pelo valor médio de dez identações de pirâmide com carga aplicada de 25 gf no interior dos grãos delineados.

### 3. Resultados

Na figura 1 nota-se que há um ligeiro acréscimo no valor da microdureza a medida que aumentamos o teor de nióbio para as composições não irradiadas.

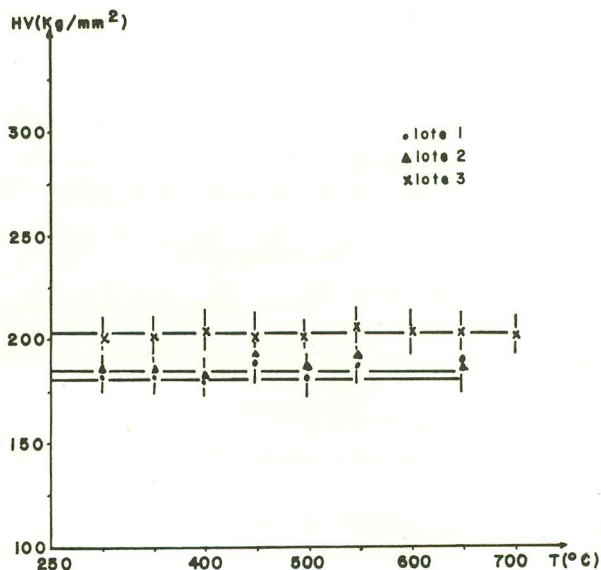


Figura 1. Microdureza em função da temperatura de recozimento e teor de Nb para o material não irradiado.

lote 1 - aço inox sem nióbio

lote 2 - aço inox com 0,05% em peso de Nb

lote 3 - aço inox com 0,1% em peso de Nb



Observa-se ainda nesta figura, que a microdureza para cada composição não variou em função da temperatura de recozimento de 7 horas sem irradiação.

A figura 2 contém as medidas para as amostras submetidas a irradiação (fluxo integrado aproximado a  $10^{17}$  n/cm<sup>2</sup>) e verifica-se que ocorrem mínimos de microdureza localizados ao redor de 480°C para o aço sem Nb, em torno de 500°C para o aço com 0,05% Nb e ao redor de 570°C para o aço com 0,1% em peso de Nb.

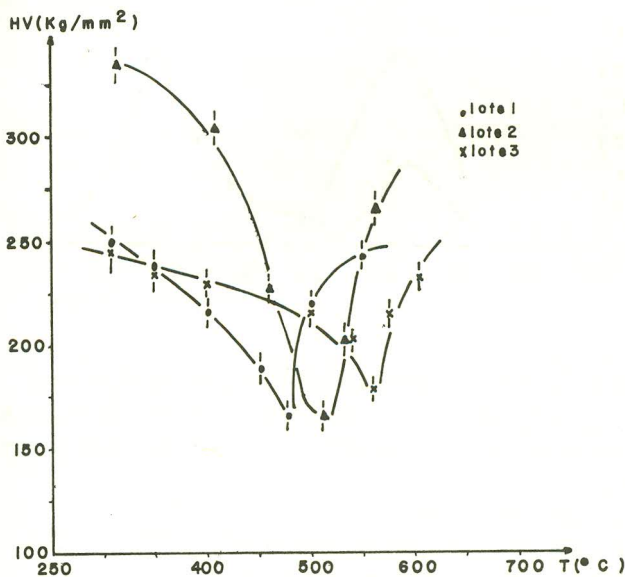


Figura 2. Variação da microdureza com a temperatura de irradiação e composição.

lote 1 - aço inox sem Nb

lote 2 - aço inox com 0,05% em peso de Nb

lote 3 - aço inox com 0,1% em peso de Nb

Podemos ainda observar que há um deslocamento desse mínimo para maiores temperaturas a medida que aumentamos a adição de nióbio no aço.

Estudos de danos de radiação por meio de resistividade elétrica<sup>(9)</sup> nesse mesmo material, indicaram que picos de danos ocorreram ao redor de

495°C para o aço no estado original, ao redor de 500°C para a composição com adição de 0,05% em peso de Nb, e ao redor de 565°C para a composição com adição de 0,1% em peso de Nb (figura 3), o que mostra uma boa concordância com resultados obtidos nesse trabalho.

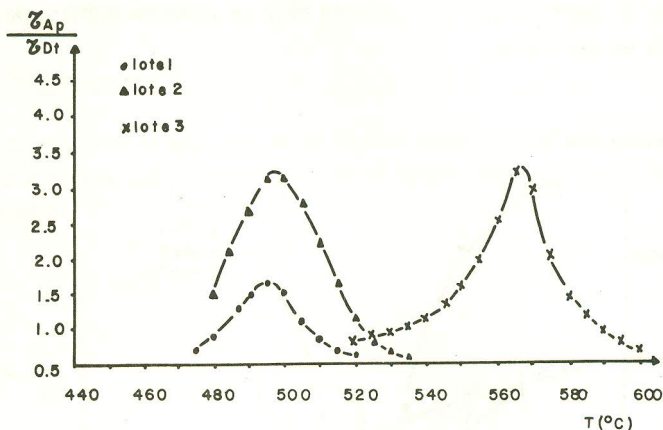


Figura 3. Variação do quociente entre as constantes de tempo após ( $\tau_{Ap}$ ) e durante ( $\tau_{Dt}$ ) a irradiação das curvas de relaxação isotérmicas da resistividade elétrica com a temperatura de irradiação.

lote 1 - aço inox sem Nb

lote 2 - aço inox com 0,05% em peso de Nb

lote 3 - aço inox com 0,1% em peso de Nb

#### 4. Conclusões

O nióbio quando adicionado em pequenas quantidades provoca um endurecimento neste tipo de aço.

Mudanças estruturais perceptíveis não ocorreram durante o tempo de recozimento de 7 horas sem irradiação.

Durante a irradiação neutrônica há uma região de temperatura onde a supersaturação lacunar<sup>(9)</sup> (10), os mecanismos de transformação de fase e aniquilação de defeitos<sup>(11)</sup> proporcionam um pico de dano caracterizado por um mínimo no parâmetro de microdureza, resultante destes proces-

sos aliados.

O deslocamento do pico de dano (mínimo da microdureza) para regiões de altas temperaturas, em função da adição de Nb é devido a precipitação de partículas de Nb na austenita pois desempenha papel de inibidora do inchaço, mantendo menores concentrações de lacunas, menor supersaturação lacunar, retardando assim o processo de dano.

Pode-se através desta técnica, estudar e prever com satisfatória confiabilidade, restrições ao uso de materiais de interesse determinando-se as regiões de temperatura onde o dano por irradiação por nêutrons rápidos torna-se mais pronunciado.

#### Bibliografia

- (1) Nasu, S.; Fukai, K.; Tanifuji, T. - Journal of Nuclear Materials 78(1978), p. 254-256.
- (2) Suszczynski, E. F.; Cabral, U. Q. - Contribuição técnica nº 1155. Apresentada ao XXVIII Congresso Anual da ABM; Salvador BA; junho de 1973.
- (3) Pedraza, A. J.; Pedraza, D.F. - Metalurgia - ABM, V. 36(1980), p.11-16.
- (4) Petty, E.R. Hardness testing. In: Bunshah, R.F., ed Measurement of mechanical properties, pt.2 New York, Interscience, 1971 (Techniques of metal research, v.5, pt.2). p.157-221.
- (5) Pokrovskij, A.S.; Malkov, V.V. - NIAR-P-10(276). 1976. 21p.
- (6) Lucki, G.; Veissid, N.; Sciani, V.; Otero, M.P. - Contribuição técnica apresentada ao XXXI Congresso Anual da ABM; Belo Horizonte MG; 4-9 julho de 1976.
- (7) Lucki, G.; Chambron, W.; Verdone, J.; Watanabe, S. - IV Conferência Interamericana de Tecnologia de Materiais. 27 de junho a 4 de julho de 1975.
- (8) Zakharov, B. - Heat treatments of metals. Peace Publishers Moscow 1962. p.113.

- (9) Camargo, M.U.C. - Dissertação de mestrado - IPEN - setembro de 1979.
- (10) Olander, D.R. - Fundamental aspects of nuclear reactor fuel elements. Published by Technical Information Center Energy Research and Development Administration. 1976.
- (11) Damask, A.C.; Dienes, G.J. - Point Defects in Metals, Gordon and Breach Science Publishers, Inc. - N. York. 1971.