

EFEITOS DA ADIÇÃO DE NIÓBIO E IRRADIAÇÃO NO AÇO INOXIDÁVEL AISI 321

Vicente Luiz Galli¹

Georgi Lucki²

COMISSÃO TÉCNICA - Metalurgia Física e Tratamentos Térmicos - COMFIT.

RESUMO

O objetivo deste trabalho é contribuir para a tecnologia de fabricação e caracterização de aços especiais com adições de Nb por meio de estudos de microdureza antes e após irradiações por nêutrons rápidos e comparar com estudos de resistividade elétrica antes, durante e após irradiações.

Efeitos da radiação, em um grande intervalo de temperatura, em um aço inox austenítico tipo AISI 321 com 0,05 e 0,1% em peso de Nb foram estudados antes e após irradiações por nêutrons rápidos com fluxo ao redor de 10^{17} n/cm² utilizando-se a técnica da microdureza Vickers, que é sensível às mudanças microestruturais produzidas por tratamentos térmicos, mecânicos e irradiações.

Os resultados indicam que picos de danos de radiação ocorrem ao redor de 480°C para o aço inox austenítico sem adições de Nb, ao redor de 500°C para o mesmo material com 0,05% em peso de Nb e ao redor de 570°C para o mesmo material com 0,1% em peso de Nb, que está de acordo com resultados obtidos por meio de resistividade elétrica.

- 1- Bacharel em Física. Técnico de nível superior em energia nuclear na Área de Danos de Radiação - IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
- 2- Doutor em Ciências pelo Instituto de Física da Universidade de São Paulo. Gerente da Área de Danos de Radiação do IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.



1. INTRODUÇÃO.

Existem alguns trabalhos sobre 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. Os mecanismos de endurecimento, aumento da resistência à corrosão e ao inchaço sob irradiação dos aços, são propriedades de interesse na tecnologia nuclear⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾.

Como os testes de tensão e compressão frequentemente usados para estudar as propriedades mecânicas, necessitam de grandes amostras e são relativamente difíceis de se realizar após a irradiação devido ao alto nível de contaminação radioativa. Em contraste com estes testes, medidas de microdureza são um método adequado para estudar estas propriedades como um primeiro passo, embora seja difícil interpretar os dados obtidos. Apesar desta técnica 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⁽⁴⁾.

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

Estudos anteriores antes e após irradiação neutrônica, por meio da microdureza e resistividade elétrica permitem a análise e a previsão de restrições ao uso de materiais estruturais, bem como uma caracterização dos mesmos em ambientes nucleares⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽⁷⁾.

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 ca-

racterísticas:

a) Reação alumino-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 ₂ - 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 ₂ - 8 ppm
Sn - 3 ppm	Fe - 10 ppm	Mg - 3 ppm
B - 5 ppm	Ti - 5 ppm	Al - 40 ppm

Preparo de Amostras. Desenvolveu-se toda uma infra-estrutura experimental para a fabricação de ligas metálicas de interesse à tecnologia nuclear, em escala de laboratório.

Foram preparados 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 de argônio.

Os lingotes dos tres lotes foram trefilados até 4 mm² de área de secção transversal e cortados em pedaços de 2 mm de comprimento.

Os materiais foram recozidos a 1000°C em atmosfera de argônio por 3 horas e resfriados rapidamente no final da normalização.

As várias finalidades desse recozimento e normalização são as seguintes:

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⁽⁸⁾.

Medidas de Microdureza. Após o processo de normalização, as amostras dos 3 lotes (sem Nb, com 0,05 e 0,1% em peso de Nb) foram submetidas a tratamentos térmicos com e sem irradiações, entre 300 e 650°C por 7 horas a pressão de 1 atm de argônio.

P. E. N.

As irradiações foram feitas na posição 1 do IPENR-1 (fluxo integrado de aproximadamente 10^{17} n/cm²).

Após a irradiação as amostras foram embutidas, polidas e atacadas quimicamente com "água régia", para o delineamento dos grãos, na seguinte proporção de reagentes:

ácido nítrico - 1 parte

ácido clorídrico - 5 partes

água destilada - 6 partes

A microdureza é definida como:

$$HV = P/A$$

onde HV é a microdureza

P é a carga

A é a área de contato

No caso da pirâmide tetragonal Vickers

$$HV = 1854,4 P/d^2$$

sendo P a carga aplicada em gf

d a diagonal da base da pirâmide em μm

HV a microdureza Vickers em Kgf/mm^2

Aplicou-se uma carga constante de 25 gf no interior dos grãos delineados em toda amostra, medindo-se a diagonal correspondente à base da pirâmide impressa. A microdureza foi determinada pelo valor médio das diagonais.

3. RESULTADOS

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

Medidas de microdureza, nas amostras no estado inicial, indicam que o Nb provoca um endurecimento quando adicionado em pequenas quantidades neste aço (figura 1).

Nota-se, através da figura 1, que para as amostras não irradiadas, a microdureza permaneceu constante para uma determinada composição em função da temperatura de recozimento de onde podemos concluir que não ocorreram mudanças estruturais perceptíveis durante esse tempo de recozimento de sete horas. Contudo nota-se um aumento da microdureza com o acréscimo no teor do nióbio.

Estudos de danos de radiação por meio de resistividade elétrica nesse mesmo material⁽⁹⁾, indicaram que picos de danos ocorreram ao redor de 495°C para o aço inoxidável austenítico tipo AISI 321 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 2).

Medidas de microdureza nas amostras submetidas a irradiação com fluxos ao redor de 10^{17} n/cm² mostram um mínimo em torno de 480°C para o aço inoxidável austenítico tipo AISI 321 sem Nb, em torno de 500°C para o mesmo aço com adição de 0,05% em peso de Nb e em torno de 570°C para o material com adição de 0,1% em peso de Nb (figura 3) o que mostra uma grande concordância com os resultados obtidos por meio de resistividade elétrica⁽⁹⁾.

Podemos então supor através das figuras 2 e 3, que durante a irradiação neutrônica há uma região de temperatura onde a supersaturação lacunar⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾ e os mecanismos de transformação de fase e aniquilação de defeitos⁽¹¹⁾ proporcionam um pico de dano caracterizado por um mínimo no parâmetro de microdureza, resultante destes processos aliados.

Nota-se ainda (figura 3) um discreto deslocamento do pico de dano para a região de altas temperaturas, em função do aumento da adição de nióbio, pois a precipitação de partículas de Nb na austenita, desempenha papel de inibidora do inchaço, pois mantém concentrações menores 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. - NHAR-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 a 9 de julho de 1976.

- X 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. Caracas, Venezuela.
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.

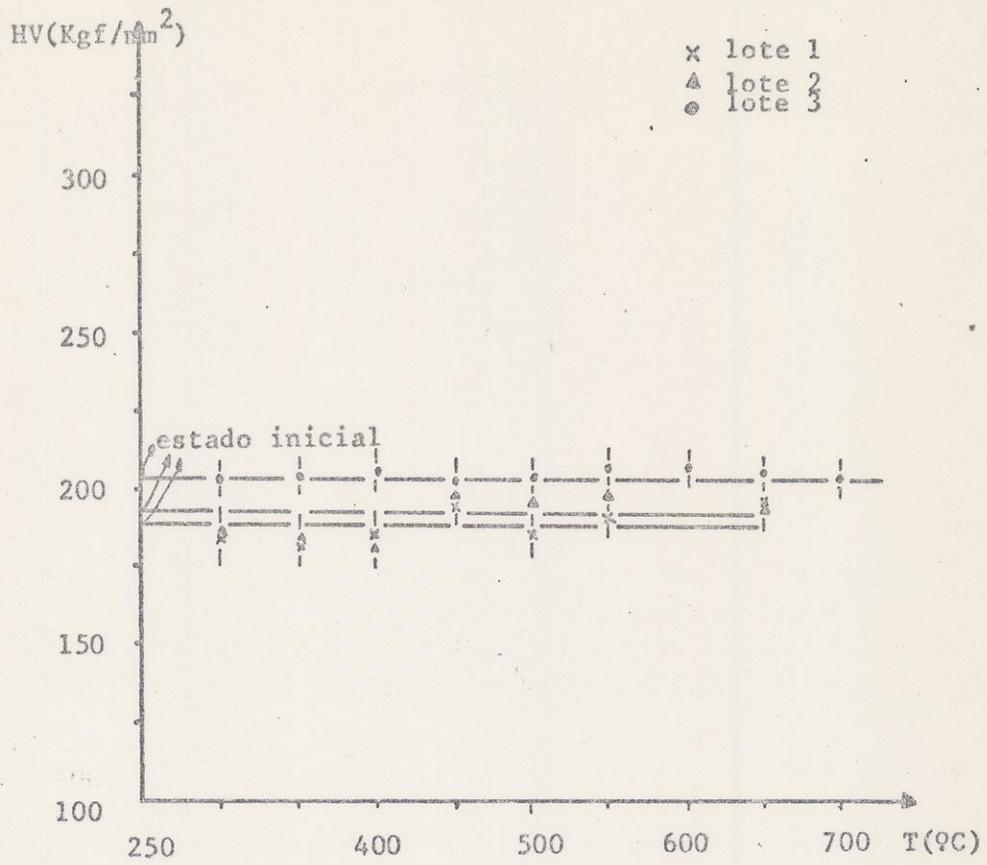


Figura 1. Microdureza em função da temperatura de recozimento e teor de Nb para o material não irradiado (lote 1 - aço inox sem Nb, lote 2 - aço inox com 0,05% em peso de Nb, lote 3 - aço inox com 0,1% em peso de Nb).

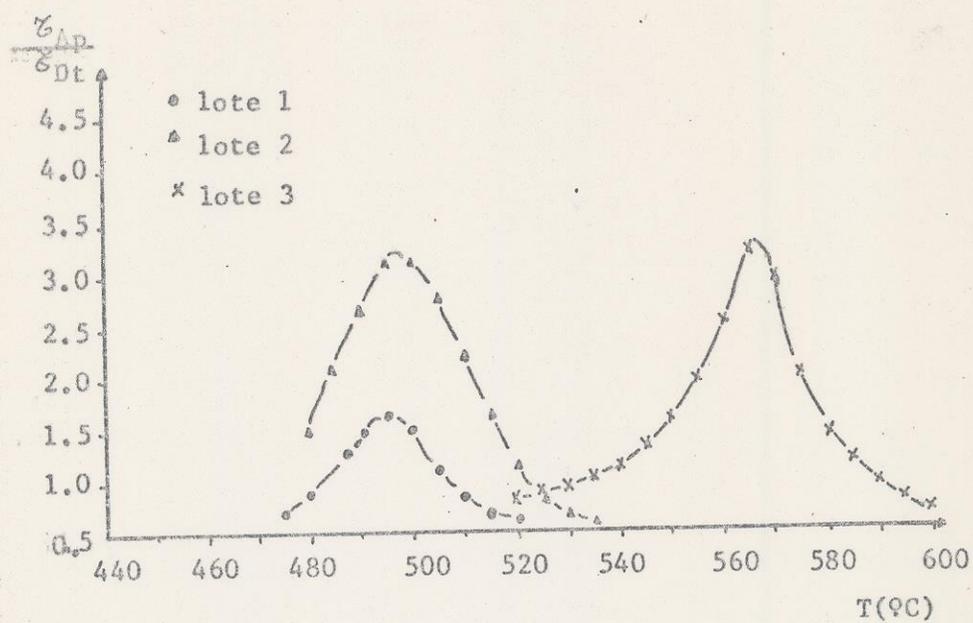


Figura 2. Variação do quociente entre as constantes de tempo após (τ_{Ap}) e durante (τ_{Dt}) a irradiação das curvas de relaxação isotérmica da resistividade elétrica com a temperatura de irradiação.

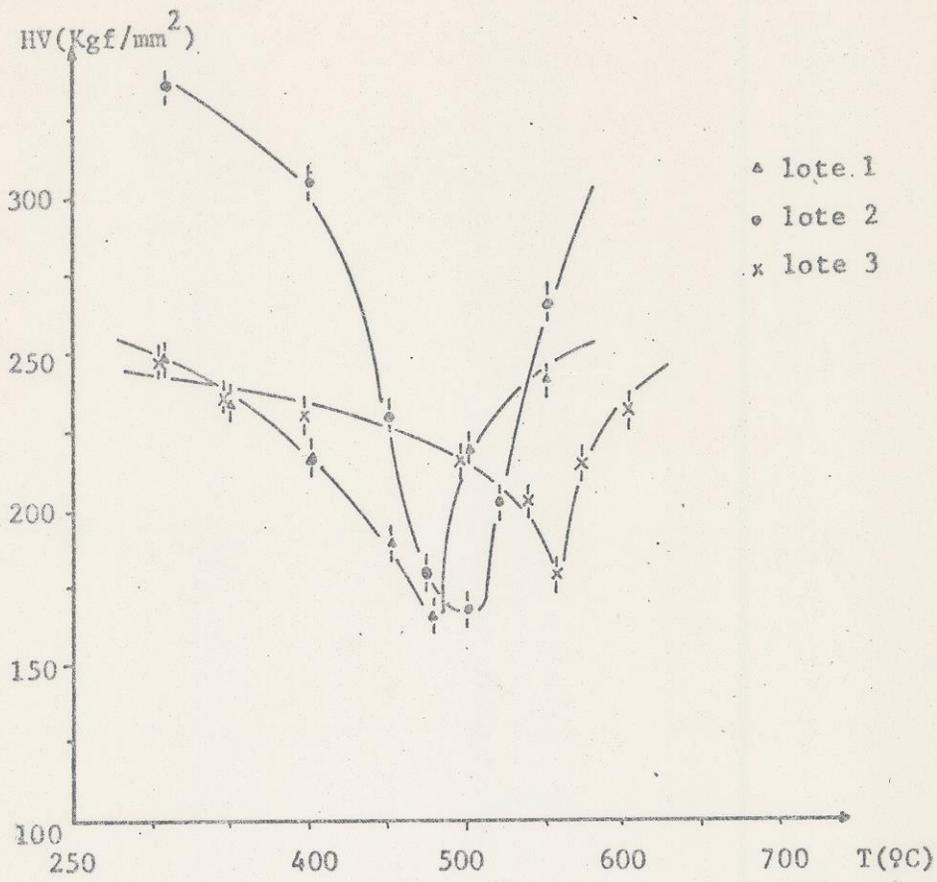


Figura 3. Variação da microdureza com a temperatura de irradiação e composição (lote 1 - aço inox 321 sem Nb, lote 2 - aço inox 321 com 0,05% em peso de Nb, lote 3 - aço inox 321 com 0,1% em peso de Nb).

ABSTRACT

The purpose of this work is to contribute to the technology of fabrication and characterization of special stainless steels with Nb additions by means of microhardness studies before and after fast neutron irradiation. A comparison is made with electrical resistivity studies before, during and after fast neutron irradiation.

Effects of radiation in a wide range of temperatures in austenitic stainless steel of type AISI 321 with 0.05 and 0.1 wt.% Nb were investigated after fast neutron irradiation with fluences about 10^{17} n/cm² employing the Vickers microhardness testing technique, which is sensitive to the microstructure changes produced by irradiation, as well as thermal and mechanical treatments.

Our results indicate that radiation damage peaks occur around 480°C for the austenitic stainless steel without Nb addition, around 500°C for the same material with 0.05 wt.% Nb and around 570°C with 0.1 wt.% Nb which is in agreement with the result obtained by means of electrical resistivity technique. An increase in microhardness can be seen as a result of Nb addition, at both compositions.