

CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS SA508 CL3 PARA VASOS DE PRESSÃO DE REATORES PWR

Georgi Lucki*, José A Perrotta, Alexei Kuznetsov, Luiz F.C. Pedrosa de Lima, Celso A. Teodoro, Vera L.R. Salvador, Nelson B. de Lima, Nildemar A. de Pereira

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN/CNEN-SP
Travessa R, 400 – Cidade Universitária – Butantã
5508-900 São Paulo SP Brasil
*glucki@net.ipen.br

RESUMO

O estudo metalográfico de dois aços SA508 Cl.3, um da ELETROMETAL (Brasil-denominado AE), e outro fabricado pela VITCOVICE (Checoslováquia-denominado AV), mostra que estes possuem inicialmente microestruturas martensítica e bainítica, respectivamente, devidas aos diferentes tratamentos térmicos recebidos. As análises químicas, dos fabricantes e do IPEN, não registram discrepâncias significativas nas suas composições. As microscopias, óptica e eletrônica de varredura, evidenciam a presença de precipitados de 0,1-0,5 μm ; um sistema adicional de precipitados com 1-10 nm, foi detectado no microscópio eletrônico de transmissão. Foram medidas as durezas Rockwell (carga: 60 kgf) e Vickers (carga: 1 kgf/mm²), ambas projetando um Limite de Resistência à Tração de 600-630 MPa, o que está em concordância com os valores dos fabricantes dos aços AE (568MPa) e AV (605 MPa). A análise cristalográfica revelou a presença de uma nítida anisotropia nas direções cristalográficas dos grãos. Medições do módulo de Young e do atrito interno foram realizadas entre as temperaturas, ambiente e 350°C, obtendo-se valores correlacionados da Tensão de Escoamento, coerentes com os dados pelos fabricantes, nas temperaturas citadas. Os resultados acima constituem a fase inicial do estudo. Na próxima etapa o material será irradiado com neutrons rápidos no reator IEA-R1m, em alta temperatura e atmosfera controlada, simulando as condições de trabalho de reatores de potência.

Palavras-chave: caracterização de materiais; vaso de pressão; microestrutura; propriedades físicas.

I. INTRODUÇÃO

A microestrutura inicial do vaso de pressão (VP) de um reator PWR é considerada como um dos principais fatores que influenciam na fragilização deste material, modificada posteriormente pela irradiação neutrônica [1]. Os parâmetros microestruturais (tamanho de grão, estrutura martensítica/bainítica, precipitados de carbonetos e nitretos) revelaram uma influência forte, tanto nas características mecânicas iniciais, como no grau de degradação das mesmas durante a irradiação [2]. Em particular, o refino de grão diminui o deslocamento da temperatura de transição dúctil-frágil, (TTDF), sob irradiação neutrônica nos aços ferríticos de baixo carbono, sendo que o menor efeito da irradiação foi observado em aços com estrutura de martensita/bainita revenida [3]. Os dados acumulados até hoje, sobre a influência da

microestrutura na sensibilidade à irradiação mostram a possibilidade de projetar as tendências e suas taxas, em alguns processos relativamente conhecidos (precipitação do cobre e do carbono) em condições de difusão acelerada durante a irradiação [1,4,5]. Neste trabalho foram analisadas as microestruturas, incluindo a textura, das amostras de duas chapas forjadas do aço AS 508 cl.3, produzidas por fabricantes diferentes e submetidas a diferentes tratamentos térmicos. A ênfase foi dada à análise das diferenças microestruturais em consequência dos tratamentos térmicos e das composições químicas diferentes. As propriedades mecânicas fornecidas pelos fabricantes na qualificação das chapas, e resultados obtidos neste trabalho com as amostras destas chapas, foram correlacionadas com os resultados da análise microestrutural.

II. O MATERIAL – PROPRIEDADES BÁSICAS

Os estudos foram realizados em aço ferrítico ASME-SA508 cl.3, de baixa liga e classe nuclear, amplamente utilizado na construção de vasos de pressão de reatores nucleares. Os materiais (chapas forjadas planas) foram produzidos pela ELETROMETAL (Brasil-denominado AE) e pela VITKOVICE (Checoslováquia-denominado AV). Os pedaços do material AE e AV foram cortados das placas no

estado fornecido pelos fabricantes. Da tabela 1 constam as análises químicas feitas pelos fabricantes e pelo IPEN. No IPEN foi utilizada a técnica de fluorescência de raios-x (Wave Dispersion – X-Ray Fluorescence, WD-XRF). O teor de carbono e enxofre foi determinado pela cromatografia gasosa.

TABELA 1. Composição Química (% p.) do Aço SA508 Cl.3, Produzido no Brasil (AE) e na Checoslováquia (AV).

Material	Origem de dados	C	Cu	P	Ni	Mn	Cr	Si	Mo	La	Co	Pb
AE	Eletrometal	0,18	0,02	0,006	0,73	1,32	0,01	0,23	0,49	-	0,02	-
	IPEN	0,18	0,028	0,011	0,71	1,32	0,009	0,22	0,51	0,018	0,015	0,011
AV	Vitkovice	0,22	0,05	0,007	0,69	1,33	0,11	0,19	0,49	-	0,005	-
	IPEN	0,21	0,055	0,012	0,68	1,36	0,085	0,20	0,48	<0,001	<0,001	0,0083

Material	Origem de dados	S	Al	V	Zn	Sn	As	Ta	N	Nb	Sb
AE	Eletrometal	0,001	0,020	<0,01	-	0,0023	0,0030	0,0099	0,0070	0,01	0,0018
	IPEN	-	-	0,0025	0,0021	-	-	-	-	0,0013	-
AV	Vitkovice	0,003	0,019	0,01x	-	0,005	0,004	0,01	0,009	0,01	0,004
	IPEN	-	-	0,0039	<0,0010	-	-	-	-	<0,0010	-

Material	Origem de dados	Ti	Ce	W	H ₂
AE	Eletrometal	0,001	-	-	-
	IPEN	<0,0010	<0,0010	<0,0010	-
AV	Vitkovice	0,01	-	-	2,53 ml/100g
	IPEN	0,0053	0,0033	0,0011	-

A seguir é relatado o histórico dos tratamentos térmicos segundo os fabricantes:

Tratamento Térmico do Material AE:

Normalização; (austenitização) entre 900-940°C, durante 7 horas, resfriado ao ar.

Têmpera; (austenitização) entre 870-940°C, durante 7 horas, temperado em água.

Revenido; entre 630-680 C, durante 12 horas, resfriado ao ar.

A microestrutura do aço AE é a de martensita revenida. Com tamanho de grão 8, o que corresponde ao diâmetro nominal de 22 µm [5,6].

Tratamento Térmico do Material AV:

Têmpera; (austenitização) entre 870 – 905 C ; durante 3,33 horas, temperado em água.

Revenido; entre 660-675 C, durante 4,75 horas, resfriado ao ar.

A microestrutura do aço AV é a de bainita revenida, com tamanho de grão 9, o que corresponde ao diâmetro nominal de 16 µm [5,7].

As amostras dos aços AE e AV foram cortadas a partir das placas forjadas no estado fornecido pelos fabricantes, com os planos e direções dos cortes definidos na Figura 1.

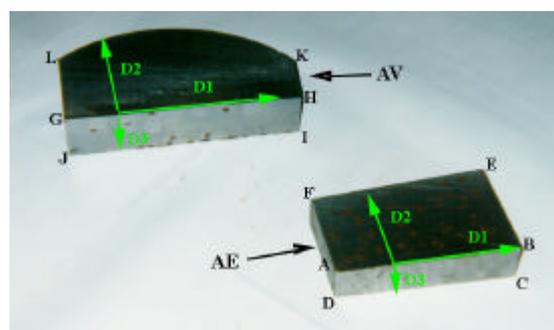


Figura 1. As placas dos aços AE e AV com a indicação adotada para os planos e direções de corte.

Em cada placa foram feitos dois cortes nos planos descritos abaixo:

Material AE:

Corte 1 – no plano ABCD

Corte 2 - no plano ABEF

Material AV:

Corte 1 - no plano GHIJ

III. PREPARO DE AMOSTRAS

Corte 2 - no plano **GHKL**, incluindo a área do arco **KL**

Os cortes foram feitos na serra de fita, em chapas com 2 a 7 mm de espessura. A seguir, a superfície de cada chapa foi fresada, sendo que o acabamento final foi feito em retífica com rebolo diamantado. Desta forma foram obtidas chapas com bom paralelismo entre as faces, com tolerância de espessuras variando entre 0,2 e 0,3 mm. O corte final, para os diversos ensaios foi feito com disco de diamante. Na Fig. 2 está esquematizada a amostra miniaturizada para ensaios de tração, recortada por eletroerosão.

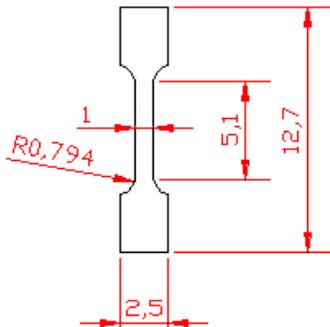


Figura 2. Amostra de tração – espessuras de 0,22 a 0,66 (dimensões em mm).

IV. METODOLOGIA EXPERIMENTAL – DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.

ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Nas Fig. 3 a 10 são mostradas as microestruturas dos aços AE e AV. As amostras foram atacadas durante 10 a 20 segundos pela seguinte solução química: 95% de álcool etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) - 5% de ácido nítrico (HNO_3)

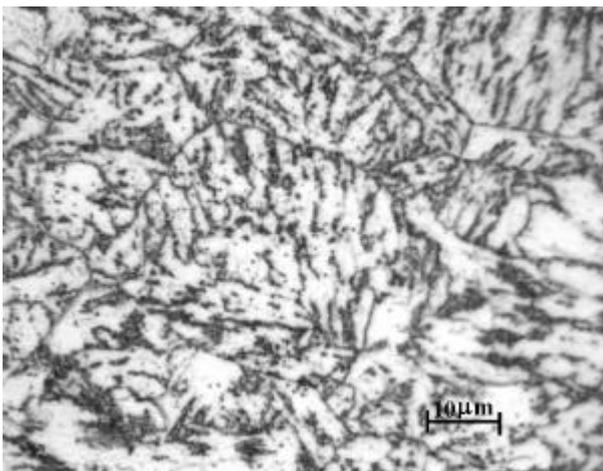


Figura 3. Microestrutura do aço AE (microscópio óptico)

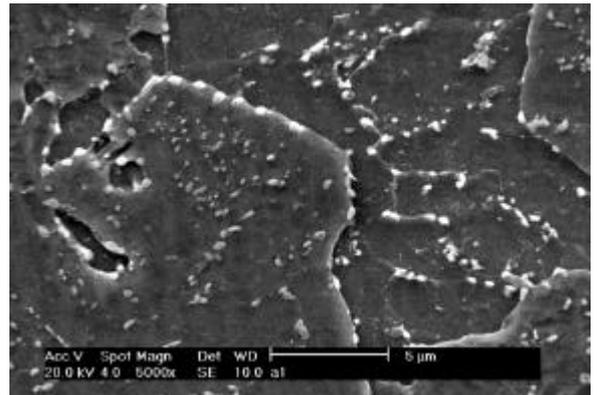


Figura 4. Microestrutura do aço AE (mic.eletr.de varr.)

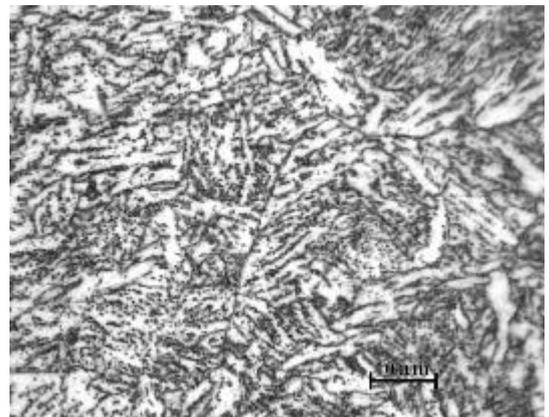


Figura 5. Microestrutura do aço AV (microscópio óptico)

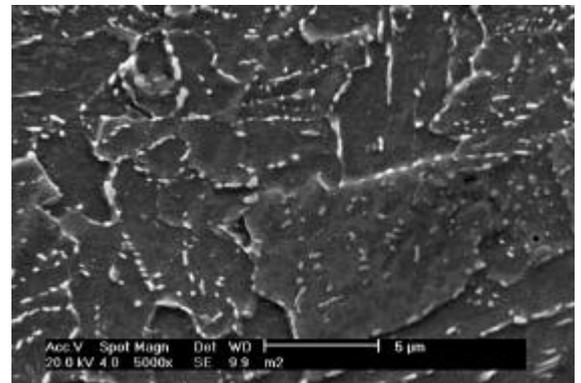


Figura 6. Aço AV, micrografia eletrônica de varredura.

As micrografias apresentadas acima revelam uma microestrutura típica de bainita/martensita revenida [8]. É observada a presença de precipitados com tamanhos de 0,1 a 0,5 μm , tanto nos contornos de grão como nas estruturas aciculares da matriz. Visualmente, (Fig. 4 e 6), a concentração destes precipitados é maior no aço AV do que no aço AE, fato que pode ser atribuído às diferenças nos tratamentos térmicos.

Uma análise microestrutural das imagens obtidas pelo microscópio eletrônico de transmissão, com aumento maior, revelou um sistema adicional de precipitados com tamanho da ordem de 1 a 10 nm, conforme evidenciado nas Figuras 7 e 8. Os procedimentos, de identificação cristalográfica e da composição destes precipitados, estão em andamento.

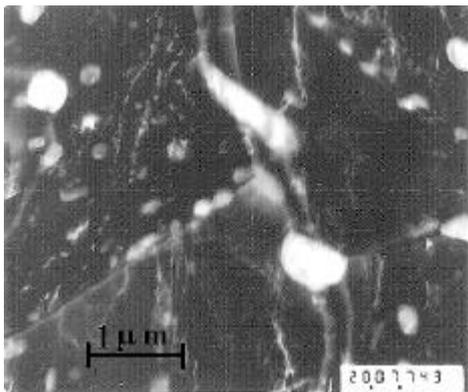


Figura 7. Micrografia eletrônica de transmissão-aço AE

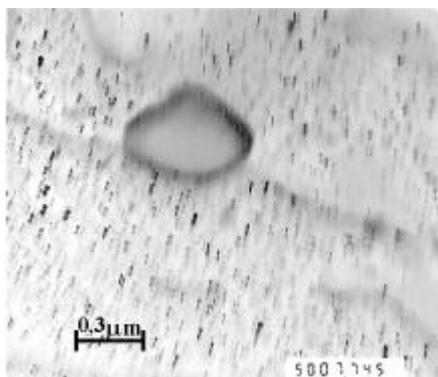


Figura 8. Microestrutura do aço AE, mostrando um sistema de precipitados de 1 – 10 nm.

MEDIDAS DE DUREZA – PROPRIEDADES DE TRAÇÃO.

Foram feitos dois tipos de medidas nos aços estudados, a saber: Rockwell na escala A (carga de 60 kgf)

e Vickers (carga de 1kgf/mm²). A dureza Rockwell foi medida no durômetro Testor HT 1; a dureza Vickers no durômetro M-Testor da marca OTTO WOLPERT WERKE. Foram ensaiadas várias regiões dos materiais AE e AV no estado recebido pelos fabricantes, com séries de medidas para cada material e cada tipo de dureza. Ambos os aços mostraram uma boa homogeneidade espacial na dureza Rockwell. O espalhamento dos resultados de medidas da dureza Vickers foi relativamente grande (da ordem de 5%), o que pode ser atribuído às cargas menores (não reprodutibilidade das indentações) bem como aos erros introduzidos durante as medidas. Da Tabela 2 constam os valores médios da dureza com os respectivos desvios padrão.

TABELA 2. Dureza dos aço AE e AV

Material	Rockwell		Vickers	
	HRA	Desvio padrão	HV 1	Desvio padrão
AE	55	1	192	10
AV	57	1	196	7

Observa-se uma boa concordância, entre os valores obtidos pelas tabelas de conversão, para os dois tipos de dureza. De acordo com as tabelas de conversão, o limite de resistência à tração está em torno de 600-630 MPa para os aços estudados [9,10]. Esta faixa, apesar de ficar um pouco acima, é coerente com os resultados fornecidos pelos fabricantes, conforme consta das Tabelas 2 e 3.

TABELA 3. Propriedades de Tração dos Aços AE e AV, Segundo Fabricantes, na Temperatura Ambiente.

Material	Limite de Escoamento, σ_{vs} (MPa)	Limite de Resistência à Tração, σ_{uts} (MPa)	Redução em Área (%)	Alongamento (%)
AE	434	568	30,4	74,1
AV	446	605	28	70

TABELA 4. Propriedades de Tração Fornecidas pelos Fabricantes, para Aços AE (350°C) e AV (360°C).

Material	Limite de Escoamento, σ_{vs} (MPa)	Limite de Resistência à Tração, σ_{uts} (MPa)	Redução em Área (%)	Alongamento (%)
AE	384	537	29,2	77,2
AV	398	568	24	67

MEDIDAS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE.

As medidas do módulo de elasticidade e do atrito foram feitas pelo método dinâmico da aplicação de força usando o equipamento DMA 242 (Dynamic Mechanical Analyzer) da Netzsch [11].

Na Fig. 13 são apresentados os resultados da variação do módulo de Young E (curvas E_{AE} , E_{AV}) e do atrito interno

Q^{-1} (curvas $tn\delta_{AE}$, $tn\delta_{AV}$), como função da temperatura. Os ensaios foram realizados com as amostras retiradas dos planos indicados na Fig. 1, cortadas nas direções D1, D2 e D3, definidas na mesma figura. O modo de carga cíclica aplicada consistiu na flexão de três pontos (three point bending), com amplitude de 60 μ m e frequência de 1 Hz.

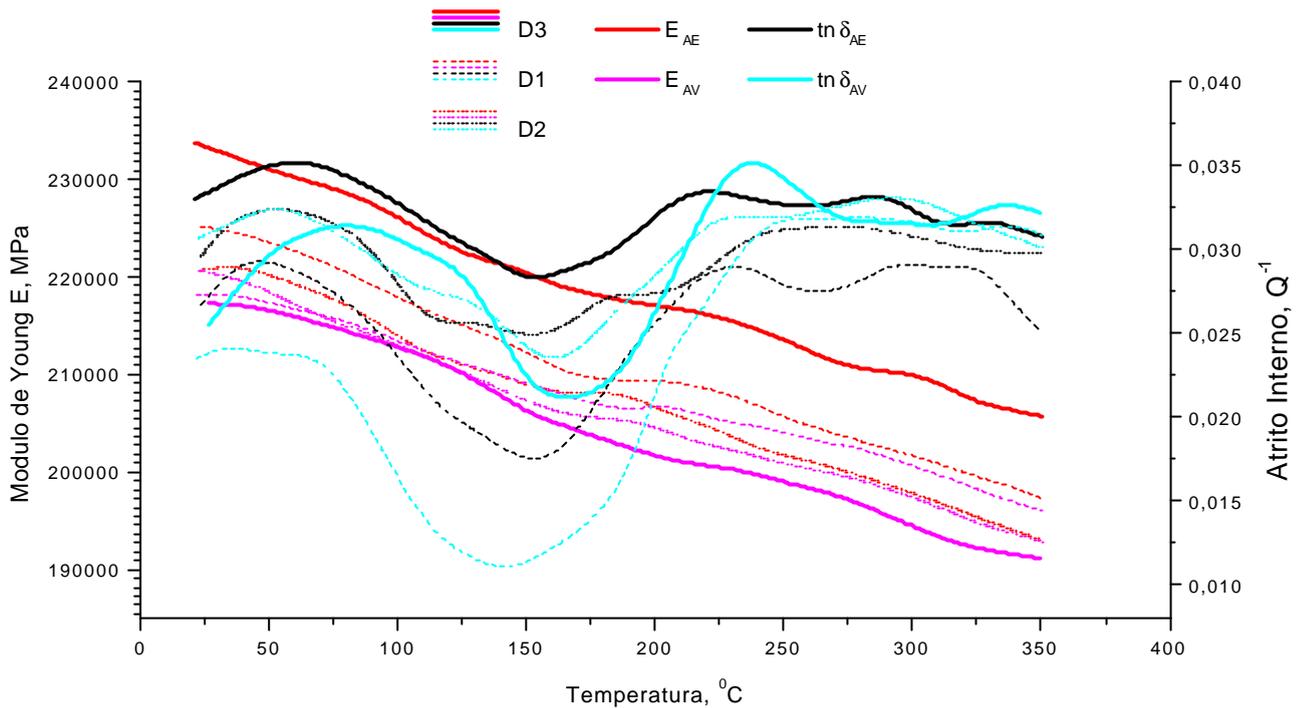


Figura 9. Variação do Módulo de Young E (curvas E_{AE} , E_{AV}) e do atrito interno Q^{-1} (curvas $tn\delta_{AE}$, $tn\delta_{AV}$), em função da temperatura das das amostras dos aços AE e AV cortadas nas direções D1, D2 e D3..

Uma análise das curvas da Figura 9, põe em evidência as seguintes tendências básicas:

- O módulo de Young E decresce com o aumento da temperatura.
- Para o aço AE, o módulo de Young E depende da direção de corte da amostra; no caso do aço AV esta dependência se torna mais pronunciada a partir de 150°C.
- As curvas do atrito interno Q^{-1} , para ambos os aços e todos os cortes de amostras, possuem picos nas temperaturas de 40 e 80°C.

Os valores do módulo de Young são coerentes com os valores da tensão de escoamento, nas temperaturas correspondentes, apresentados nas Tabelas 3 e 4.

ANÁLISE ESTRUTURAL POR RAIOS-X.

Com o objetivo de determinar a textura do material de ensaio foi feita uma análise estrutural por meio de raios-X. Os ensaios foram realizados no difratômetro de raios_X da Rigaku, com fonte de Mo- $K_{\alpha 1}$. O comprimento de onda dos raios-X incidentes é de 0,7093 Å. Foi utilizado o método de reflexão de Schulz para determinar a textura dos aços estudados [12].

As figuras de polo são representadas na Figuras 10 e 11. Uma análise qualitativa das figuras de polo permitiu fazer as seguintes conclusões:

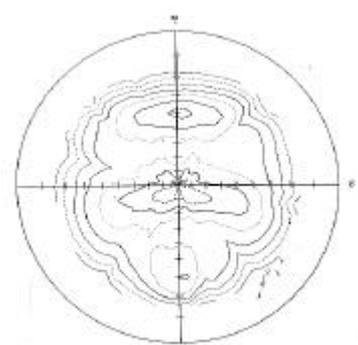


Figura 10. Figura de polo do aço AE. Ângulo 2θ igual a 19,80°, correspondente ao ângulo de Bragg para reflexões no plano cristalográfico (110).

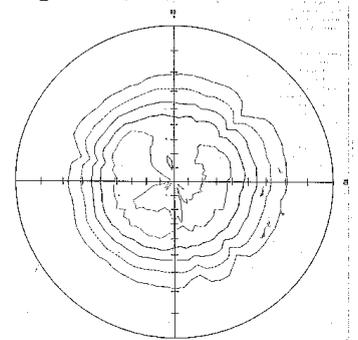


Figura 11. Figura de polo do aço AV. Ângulo $2\theta = 20,10^\circ$, correspondendo ao ângulo de Bragg no plano (110).

1) - as direções cristalográficas dos grãos são distribuídas homogeneamente nos planos GLKH (aço AV) e AFEB (aço AE), (vide Fig. 1).

2) - nos aços AE e AV foi evidenciada uma textura na direção D3, que corresponde à direção cristalográfica <111>. A análise quantitativa das distribuições de direções cristalográficas, nestes materiais, está em andamento.

V - CONCLUSÕES

Os resultados obtidos, juntamente com as discussões, estabelecem as características iniciais (pré-irradiação) dos materiais estudados. A microestrutura, a dureza e as propriedades de tração das amostras serão reestudadas depois da irradiação com neutrons e/ou com outras partículas, conforme os objetivos do trabalho. O escopo final do trabalho proposto é a determinação das mudanças estruturais que ocorrem nas condições de difusão acelerada durante a irradiação, para simular as severas condições de trabalho dos reatores PWR. Para tanto, os resultados, a serem obtidos, após a irradiação serão correlacionados com os do presente trabalho, com o fito de identificar os processos de degradação estrutural (danos da radiação) do material e estabelecer métodos de seleção de materiais mais adequados à Tecnologia Nuclear.

VI - REFERÊNCIAS

[1] Boothby, R.M. Hipsley, C.A. Gorton, O.K. and Garwood, S.J. **Materials and Fabrication Requirements for APWR Systems**, Nucl. Energy, n.4, p. 229-238, 1995.

[2] Steel, L. E. **Neutron Irradiation Embrittlement of Reactor Pressure Vessel Steels**, IAEA, Vienna, 1975.

[3] Suzuki, K. **Reactor Pressure Vessel Materials in: Neutron Irradiation Effects in Reactor Pressure Vessel Steels and Weldments**, IAEA, International Working Group on Life Management of Nuclear Power Plants, Working Document, Vienna, 1998.

[4] Alekseenko, N.N. Amaev, A. Gorynin, I. Nikolaev, V. **Radiation Damage of Nuclear Power Plant Pressure Vessel Steels**, American Nuclear Society, La grange Park, Illinois, 1997.

[5] ASTM E 112-88. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. 1988.

[6] Data Book. – **Placas Forjadas. Material ASME 508 Cl.3. Relatório Interno nº R11-01-2131-HB-02**. CNEN-SP/COPEP, 1996.

[7] Inspection Certificate. **Inspection nº 015680/01, Part 8**, Vitkovice, Ostrava, CSFR, 1994.

[8] **Atlas of Microstructures of Industrial Alloys**. Metal Handbook, 8-th Edition, vol. 7, 1980.

[9] ASTM E 140 – 79. **Standard Hardness Conversion Tables for Metals**, 1972.

[10] **Manual de Instruções para Medidor de Dureza**, da SUSSEN/WOLPERT TESTOR HT 1^o

[11] Lima, L.F.C.P. **Difusão de Sólidos por Espectroscopia Mecânica**, capítulo de **Difusão em Materiais**, Editada por, Philibert, L. Sabioni A. C.S. Dymont, F. Revista Escola de Minas, Ouro Preto, MG, Brasil

[12] Hatherly, M. Hutchinson, W.B. **An Introduction to Textures in Metals**, Academic Press, London, 1986.

ABSTRACT

Samples of AS 508 Cl.3 steel, one from ELETROMETAL(Brasil-AE) and the other from VITCOVICE (Czechoslovakia AV), were studied by means of metallography, TEM, Scanning microscopy, hardness, internal friction, and X-ray diffraction. The materials show martensitic (AE) and bainitic (AV) structures, due mainly to different heat treatments. Rockwell (60fkg) and Vickers (1 fkg/mm²) hardness measurements allow a projection for maximum toughness of 600-630 MPa, which is in good agreement with suppliers data. Metallographic results show the presence of 0,1-0,5 µm precipitates: an additional system of precipitates of 1-10 nm was detected by TEM. The data represent the initial characterization for further Radiation Damage evaluation.

Key Words: Microstructure; Materials Characterization; Pressure Vessel; Physical Properties. Radiation Damage.