

ESTUDO DA TRANSFORMAÇÃO DE FASES INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS APLICADOS A COMPONENTES DE COMBUSTÍVEIS NUCLEARES

Study of strain-induced phase transformation in austenitic stainless steels applied to nuclear fuel components

Jamil Martins Guimarães Junior¹

Resumo: Combustíveis nucleares vêm se desenvolvendo cada vez mais nos últimos anos; em especial, combustíveis do tipo placa, obtidos por meio de processos de laminação, os quais podem ser aplicados em propulsão nuclear devido ao uso de diferentes componentes metálicos. Para tanto, aspectos relacionados ao encruamento e transformações de fases desses componentes precisam ser compreendidos. Foram realizadas investigações com deformações plásticas de aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316 por meio de compressão e laminação, a qual merece especial atenção neste trabalho. Análises completas resultaram em interessantes dados de microscopia óptica, medidas de dureza, espectroscopia por dispersão de energia (EDS), difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Baixos níveis de redução na espessura dos aços promoveram elevada transformação da austenita para martensita ϵ , enquanto altos níveis de redução mostraram elevado alongamento dos grãos e as maiores frações de transformação martensítica induzida por deformação (martensita α'). Deformações por diferentes processos resultaram em níveis diferentes de transformação martensítica devido aos valores de energia de defeito de empilhamento (EDE) de cada material.

Palavras-chave: Laminação. Combustível nuclear. Aços inoxidáveis. Austenita. Martensita.

Abstract: Nuclear fuels have been developed continuously during the last years; specially plate-type fuels obtained by rolling process, which can be used for naval propulsion due to the use of many metallic elements. Therefore, aspects related to the work hardening and phase transformations must be understood. Investigations by compression and cold rolling (which deserves a special attention) in AISI 304 and AISI 316 stainless steels were performed. These analyses resulted in interesting optical microscopy, hardness measurements, energy dispersive spectroscopy (EDS), X Ray diffraction and electron backscatter diffraction (EBSD) data. Low rolled steels showed high transformation into ϵ -martensite, and high rolled levels showed high grain elongation and very high α' - martensite fractions. Different mechanical forming processes resulted in different α' - martensite transformation levels, which also depends on the materials stacking fault energy (SFE).

Keywords: Rolling. Nuclear fuel. Stainless steels. Austenite. Martensite.

1. Engenheiro de Materiais na Diretoria de Desenvolvimento Nuclear da Marinha do Brasil - São Paulo, SP - Brasil. E-mail: jamil.guimaraes@marinha.mil.br

1. INTRODUÇÃO

Embora os aços inoxidáveis com propriedades dependentes de transformação de fases possam ser empregados em muitos projetos, uma aplicação específica para os materiais utilizados neste trabalho merece destaque: o uso em combustíveis nucleares, aliando propriedades mecânicas, alta conformabilidade e comportamento satisfatório quando irradiados (SANTOS; TUNES; SCHÖN, 2014; ŞAHIN; ÜBEYLI, 2008).

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem estrutura cristalina do tipo cúbica de face centrada (CFC), são paramagnéticos, com porcentagem de cromo geralmente entre 16 e 30% em massa, tornando-os excelentes no que diz respeito à resistência à corrosão. Níquel, elemento gama-gênico (que estabiliza a fase austenita), é adicionado em proporções de 8 a 20% em massa para estabilizar a austenita nas temperaturas desejadas, uma vez que o cromo é um elemento alfa-gênico, facilitando a formação da ferrita (TOO, 2002). A quantidade de carbono (também gama-gênico) presente varia nos valores entre 0,03 e 0,1% em massa, pois um excesso desse elemento pode levar o aço à sensitização devido à precipitação de carbeto preferencialmente nos contornos de grão (SONG; GUAN, 2011). Outros elementos, como molibdênio, titânio e manganês, estão sempre presentes, pois podem fornecer resistência mecânica mais elevada ou até aumentar a resistência aos mecanismos de corrosão localizada no aço, como corrosão galvânica (TOO, 2002).

Quando comparados aos outros aços inoxidáveis, percebe-se uma alta ductilidade e alta tenacidade nos austeníticos, mesmo a baixas temperaturas, o que demonstra a inexistência de uma transição dúctil-frágil nesses aços inoxidáveis. Além disso, os aços inoxidáveis austeníticos possuem baixa temperabilidade (em razão das porcentagens pequenas de carbono presentes) quando comparados a outras classes de aços inoxidáveis (ANTUNES; ANTUNES, 2007).

A laminação é o processamento mais comumente aplicado ao se produzir esses aços e resulta em grãos alongados tridimensionalmente, a fim de acomodá-los uns sobre os outros da forma mais compacta possível (BRESCIANI FILHO, 1991).

Países que dominam a tecnologia nuclear vêm obtendo bons resultados ao aplicar aços inoxidáveis austeníticos em alguns componentes, processando-os muitas vezes por meio de laminação, o que comprova a importância deste estudo no que diz respeito a aplicações em combustíveis nucleares. Embora

estudiosos se direcionem cada vez mais para esse tema na atualidade, ainda existem muitas lacunas de conhecimento em relação aos mecanismos envolvidos na transformação martensítica aplicada a combustíveis nucleares (ZHOU et al., 2015).

O revestimento de combustíveis nucleares do tipo placa, obtido pelo processo de laminação, pode ser fabricado com diferentes materiais metálicos. Entre eles, destacam-se ligas de alumínio e aços inoxidáveis austeníticos, como os que são fruto deste estudo. Também são fabricados em aços inoxidáveis austeníticos outros componentes de combustíveis nucleares, como bocais e tampões de varetas combustíveis, fundamentais em um reator nuclear tipo *Pressurized Water Reactor* (PWR).

Sendo assim, os conhecimentos agregados por meio deste trabalho podem auxiliar no desenvolvimento do primeiro submarino com propulsão nuclear brasileiro (SN-BR), assim como no desenvolvimento de componentes para outras fontes de energia nuclear, como o Reator Multipropósito Brasileiro, centrais nucleares como a de Angra dos Reis ou reatores para as Indústrias Nucleares do Brasil (INB), cooperando com a saúde e a qualidade de vida da população brasileira.

2. OBJETIVOS

Avaliar a transformação da fase austenítica em fase martensítica em aços inoxidáveis das classes AISI 304 e AISI 316, com o intuito de desenvolver novas possibilidades de aplicação desses materiais em combustíveis nucleares. Assim, é possível avaliar o efeito das deformações na microestrutura de dois aços inoxidáveis austeníticos de diferentes composições químicas, ainda com comportamento teoricamente próximo de um terceiro aço inoxidável capaz de satisfazer às necessidades para tal aplicação, o aço inoxidável AISI 304L, que pode ser empregado em componentes como tampões de varetas combustíveis, bocais ou revestimentos de combustíveis tipo placa.

3. METODOLOGIA

A caracterização inicial dos dois aços inoxidáveis (AISI 304 e AISI 316) foi realizada antes da deformação por meio de dois métodos distintos: laminação e compressão. Foram caracterizadas amostras dos aços inoxidáveis laminados a 12, 31, 50, 70, 80 e 90% de redução. Mantendo-se a atenção para o

valor do fator delta (ZIMMERMANN, 2013), a deformação para a redução de 90% desejada neste trabalho ficou o mais próximo possível de um processo homogêneo, apresentando poucas variações no sentido da espessura.

Os ensaios de compressão foram aplicados em corpos de prova cilíndricos. Após solubilizados a 1.050°C por 30 minutos, os cilindros com dimensões de 6,5 mm de diâmetro e 10,6 mm de altura foram submetidos à compressão uniaxial que resultou em amostras com 60% de redução na altura. Portanto, os corpos de prova após o ensaio passaram a medir 4,25 mm de altura.

A partir de análises de espectroscopia por dispersão de energia (EDS, derivado do termo *Energy Dispersive Spectroscopy* em inglês), foi possível calcular a energia de defeito de empilhamento (EDE) dos materiais, uma vez que a EDE é dependente da composição química. Aplicando-se tal equação (SCHRAMM; REED, 1975), por sua vez, foi possível calcular um valor experimental de EDE igual a 18,02 mJ/m² para o aço AISI 304 e de 50,07 mJ/m² para o aço AISI 316, em conformidade com os valores relatados por Murr (1975).

4. RESULTADOS

As imagens de microscopia óptica, presentes na Figura 1, demonstram que o caráter poligonal dos grãos é mantido para baixos níveis de redução por laminação, como 12% para ambos os materiais. Com 70% de redução da espessura, os grãos mostram-se quase que totalmente alinhados na direção de laminação. Isso porque a tensão utilizada durante o processamento provoca uma deformação inevitável no material, que responde à solicitação com grandes rotações do reticulado,

fragmentação da microestrutura e grande quantidade de heterogeneidades de deformação.

Ambos os materiais sofreram grande aumento de dureza após deformação por compressão. Os resultados mostram que, com deformações de 60% por compressão, é possível praticamente dobrar a dureza do aço AISI 316 e aumentar a dureza do aço AISI 304 em aproximadamente 157% do valor inicial, conforme mostram as curvas comparativas entre todas as condições de deformação (Figura 2).

Análises por difração de elétrons retroespalhados foram realizadas apenas para as amostras laminadas com 12 e 31% de redução, uma vez que níveis maiores de deformação comprometem as análises por meio dessa técnica devido à grande quantidade de defeitos nas amostras. Um mapa de fases fornece informações sobre quais fases estão presentes nos grãos

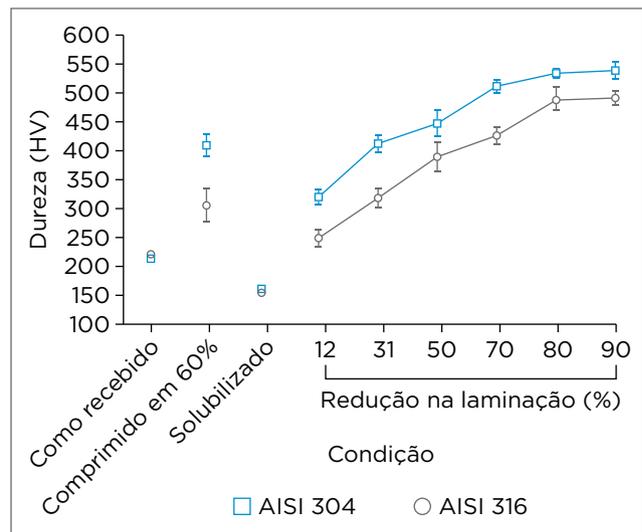


Figura 2. Comparação de dureza Vickers em todas as diferentes condições.

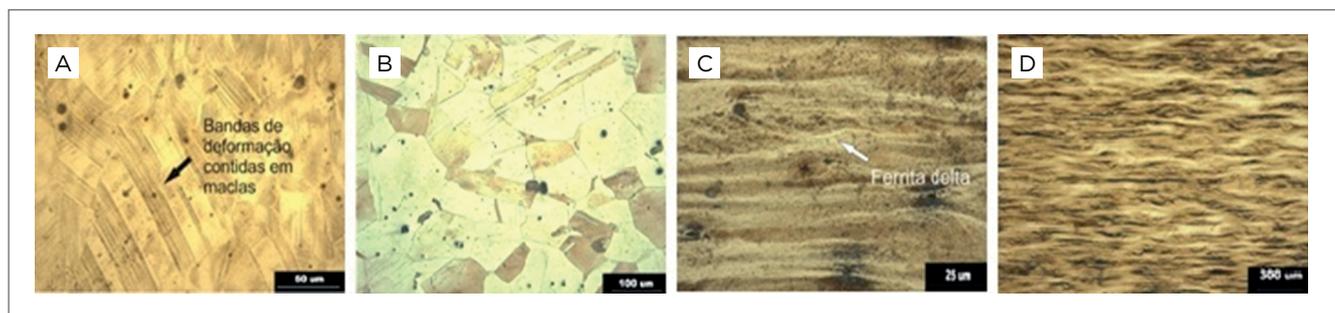


Figura 1. Microestruturas dos aços: (A) AISI 304 com 12% de redução; (B) AISI 316 com 12% de redução; (C) AISI 304 com 70% de redução; (D) AISI 316 com 70% de redução. Reagente Carpenter e direção de laminação horizontal.

do material a partir de aspectos cristalográficos, de forma que uma estrutura CFC pode ser mostrada com coloração distinta de uma cúbica de corpo centrado (CCC), por exemplo. É o que acontece para o resultado a seguir, em que a austenita (CFC) aparece em vermelho, e a martensita α' (CCC) aparece em azul. As regiões de coloração verde são resultado de áreas não indexadas, ou seja, regiões em que o equipamento não conseguiu gerar dados em razão de um número ainda maior de defeitos ou superfícies não identificadas durante a

varredura. Para esses resultados de EBSD, o equipamento foi configurado de forma que todas as linhas escuras nos mapas de fases correspondem a contornos de grãos com ângulo maior que 15° , revelando a geometria dos grãos poligonais e maclas, como as que Renard observou em seus estudos que relacionam propriedades mecânicas dos aços com sua EDE (RENARD; JACQUES, 2012). Para todas as imagens obtidas por EBSD (Figura 3), a direção de laminação corresponde à direção vertical.

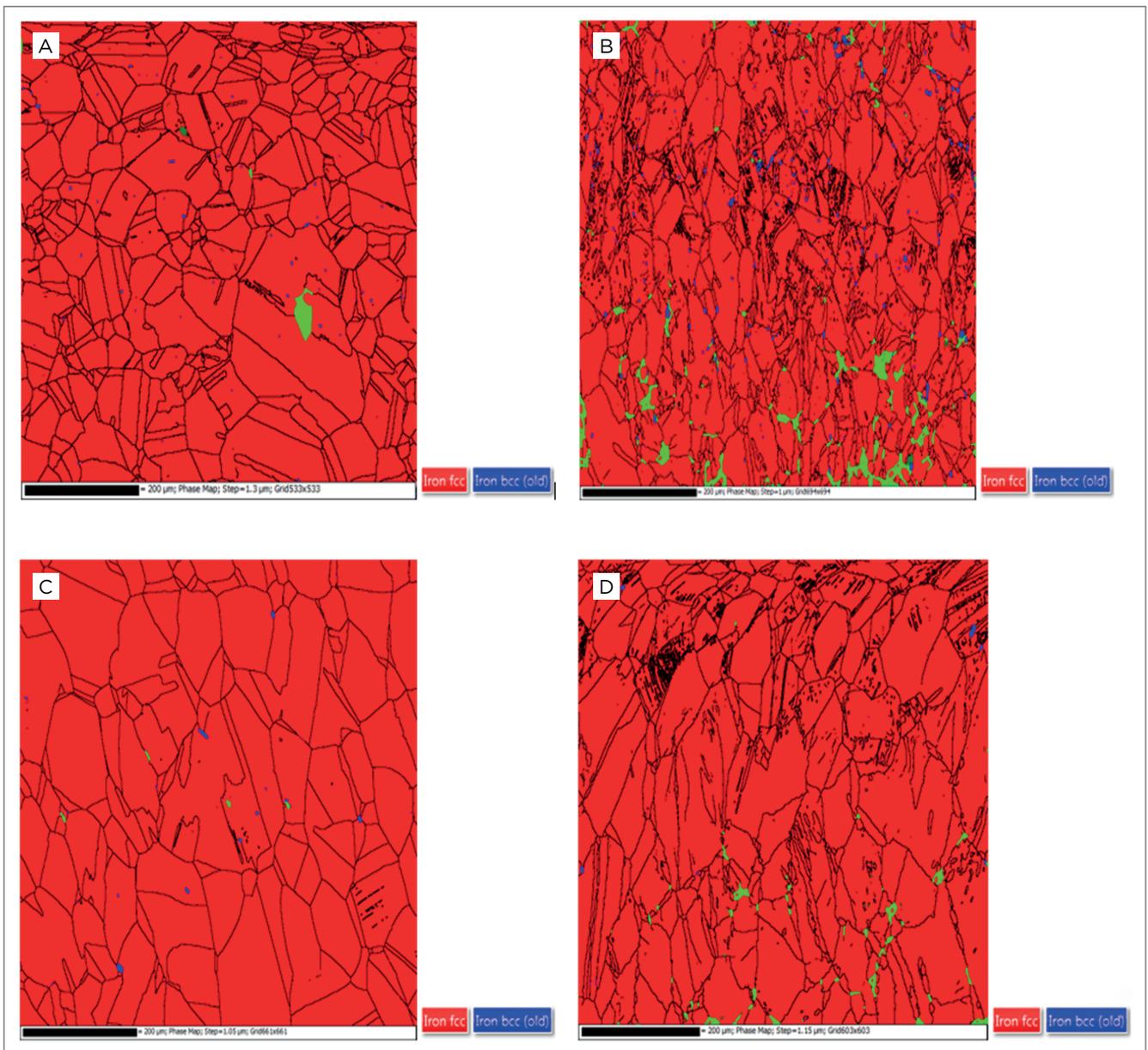


Figura 3. Mapas de fase: (A) AISI 304 com 12% de redução; (B) AISI 316 com 12% de redução; (C) AISI 304 com 31% de redução; (D) AISI 316 com 31% de redução. Obtidas por difração de elétrons retroespalhados.

As figuras de difração de raios X (Figura 4) são resultantes do nível de redução em 12% para a laminação e mostram a transformação de parte da austenita em martensita ϵ (ângulos coincidentes com os da fase austenítica) e parte em martensita α' . Isso seria esperado, uma vez que níveis baixos de redução favorecem a formação de martensita ϵ , precursora da martensita α' .

Níveis de redução de 50% promoveram a formação mais acentuada de martensita α' segundo as figuras de difração a seguir. As figuras também mostram que a transformação da austenita para martensita α' foi mais pronunciada no aço AISI 304 e que toda ou quase toda a martensita ϵ contida

nas amostras laminadas com menores reduções transformou-se em martensita α' .

Para todas as amostras, as figuras de difração foram obtidas de modo contínuo com velocidade de 1° por minuto.

Os níveis de redução da espessura em 90% promoveram a transformação de uma altíssima fração da microestrutura austenítica em martensítica para o aço inoxidável austenítico AISI 304. Embora menos pronunciado, também ocorreu um grande aumento na fração de martensita α' induzida por deformação no aço AISI 316. Ambos os resultados estão explícitos nas Figuras 5 e 6.

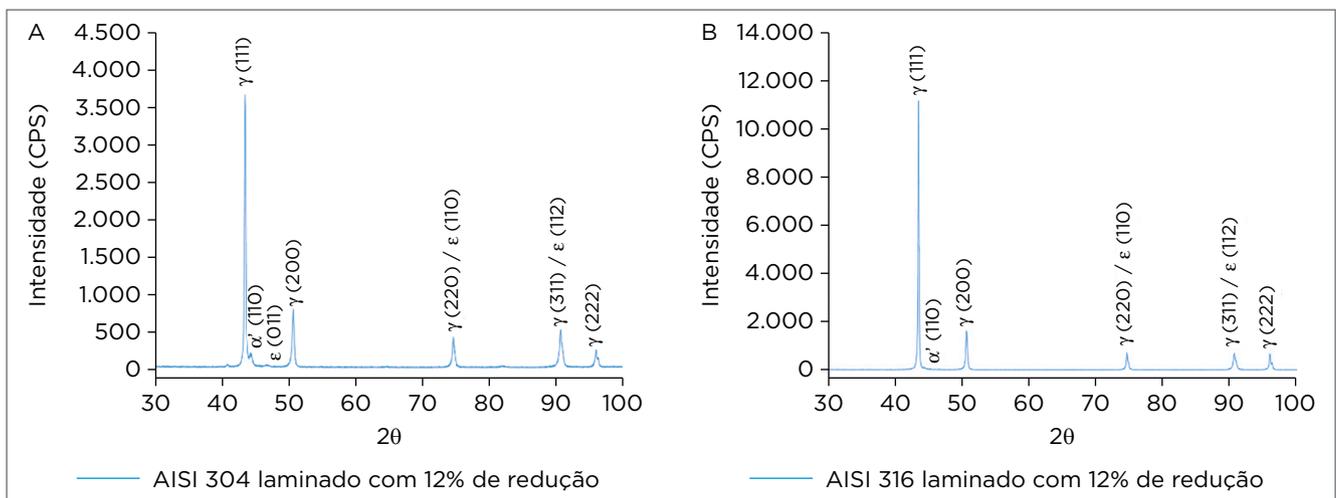


Figura 4. Figuras de difração: (A) AISI 304 laminado com 12% de redução da espessura; (B) AISI 316 laminado com 12% de redução da espessura. Radiação $\text{CuK}\alpha$.

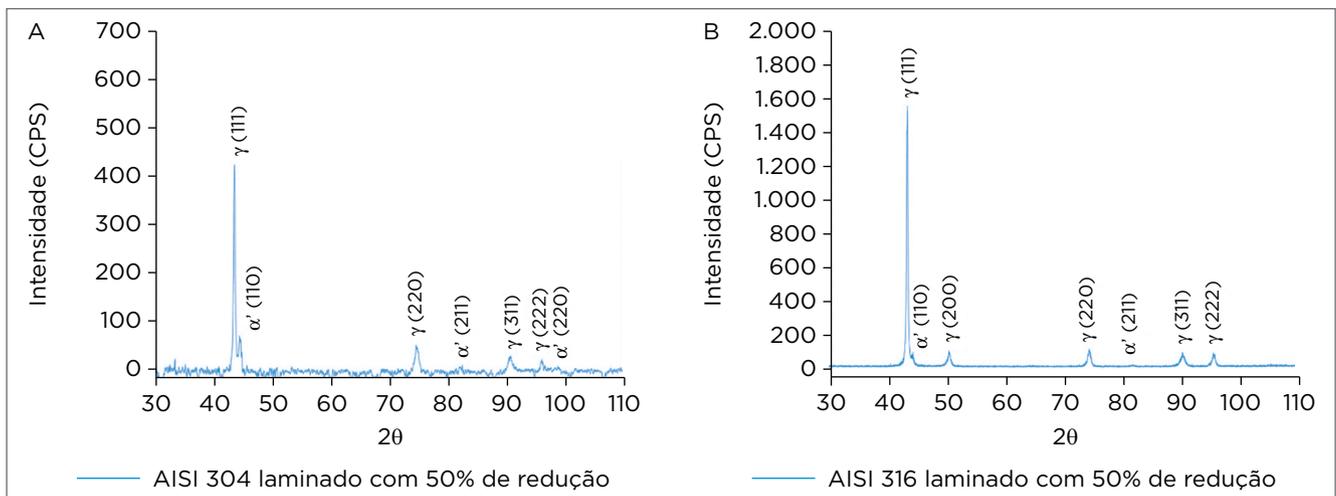


Figura 5. Figuras de difração: (A) AISI 304 laminado com 50% de redução da espessura. (B) AISI 316 laminado com 50% de redução da espessura. Radiação $\text{CuK}\alpha$.

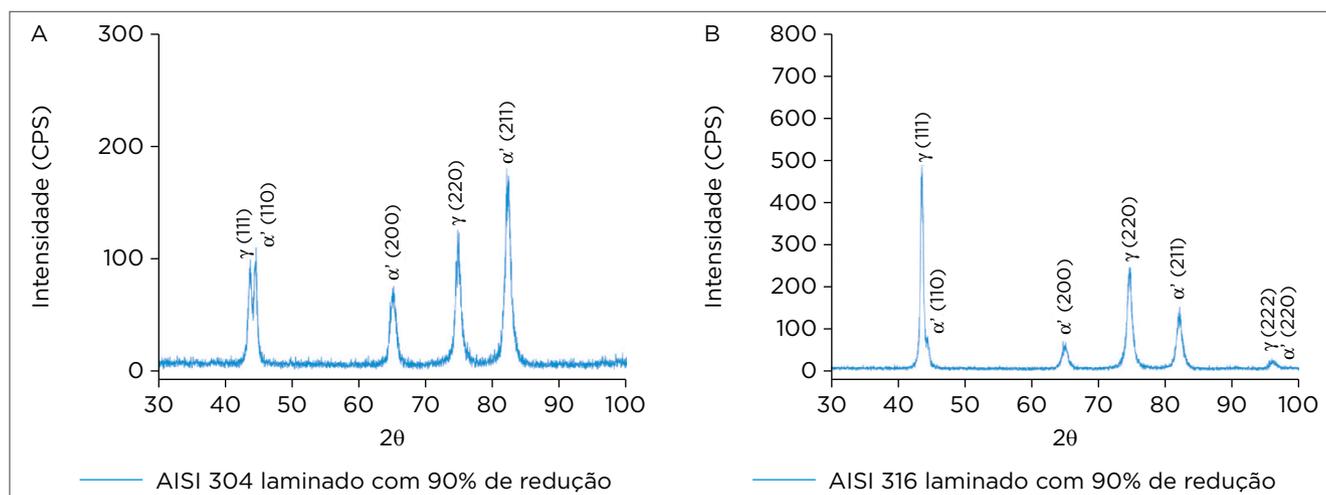


Figura 6. Figuras de difração: (A) AISI 304 laminado com 90% de redução da espessura; (B) AISI 316 laminado com 90% de redução da espessura. Radiação $\text{CuK}\alpha$.

5. CONCLUSÕES

O aço inoxidável austenítico AISI 304 resiste mais ao processamento durante a laminação, uma vez que sua EDE é mais baixa que a do AISI 316 segundo os valores calculados neste trabalho, o que facilita o encruamento do material. Esse resultado também permite prever um encruamento teórico intermediário caso utilize-se um aço inoxidável austenítico 304L, já que este possui EDE intermediária entre o 304 e o 316.

Durante a deformação por laminação, altos níveis de redução promovem elevado alongamento dos grãos e as maiores

frações de martensita α' entre todas as condições de deformação. Esse fato é de suma importância para a laminação de combustíveis nucleares tipo placa.

Todos os processos de deformação promovem altos índices de transformação da austenita em martensita α' para o aço inoxidável AISI 304. Por outro lado, quando submetido à compressão, o aço AISI 316 não apresenta consideráveis frações desse constituinte. Portanto, quando deformado por compressão, o aumento de dureza do aço AISI 316 ocorre por mecanismos clássicos de endurecimento, e não pela formação de martensita induzida por deformação.

REFERÊNCIAS

- ANTUNES, A.E.B.; ANTUNES, L.M.D. Comportamento plástico do aço inoxidável austenítico em baixa temperatura. *Revista Escola de Minas*, v. 60, n. 1, p. 141-147, 2007. <https://doi.org/10.1590/S0370-44672007000100022>
- BRESCIANI FILHO, E. *Conformação Plástica dos Metais*. 4. Campinas, 1991.
- MURR, L.E. *Interfacial phenomena in metals and alloys*. Estados Unidos: Addison-Wesley, 1975.
- RENARD, K.; JACQUES, P.J. On the relationship between work hardening and twinning rate in TWIP steels. *Materials Science and Engineering: A*, v. 542, p. 8-14, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.123>
- ŞAHİN, S.; ÜBEYLİ, M. A review on the potential use of austenitic stainless steels in nuclear fusion reactors. *Journal of Fusion Energy*, v. 27, n. 4, p. 271-277, 2008. https://ui.adsabs.harvard.edu/link_gateway/2008JFuE...27..271S/doi:10.1007/s10894-008-9136-3
- SANTOS, V.O.; TUNES, M.A.; SCHÖN, C.G. Quadro comparativo da integridade estrutural das ligas de zircônio e aços inoxidáveis austeníticos sob irradiação neutrônica. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2014. *Anais* [...]. São Paulo: ABM, 2014. <https://doi.org/10.5151/1516-392X-24659>

SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 6, n. 7, p. 1345-1351, 1975. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02641927>

SONG, M.; GUAN, K. Failure analysis of a weld-decayed austenitic stainless steel. *Engineering Failure Analysis*, v. 18, n. 6, p. 1613-1618, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2011.05.019>

TOO, C.H. *Sensitisation of Austenitic Stainless Steels*. Dissertação (Mestrado) - Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2002.

ZHOU, X. et al. Phase transformation behavior and microstructural control of high-Cr martensitic/ferritic heat-resistant steels for power and nuclear plants: A review. *Journal of Materials Science & Technology*, v. 31, n. 3, p. 235-242, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2014.12.001>

ZIMMERMANN, A.J.D.O. *Encruamento, recristalização e textura cristalográfica de zircônio puro e da liga Zircaloy-4*. 99f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.