

# AVALIAÇÃO PRELIMINAR DA CORROSÃO SOB TENSÃO DE UM AÇO TIPO ABNT 321 EM AMBIENTE DE REATORES NUCLEARES\*

Mônica Maria de Abreu Mendonça Schwartzman<sup>1</sup>

Célia de Figueiredo Cordeiro Neves<sup>1</sup>

Adalberto Matias<sup>2</sup>

Nelson do Nascimento Atanzio Filho<sup>3</sup>

Luciana Iglesias Lourenço<sup>3</sup>

Luiz Cláudio Candido<sup>4</sup>

## Resumo:

Componentes metálicos de usinas nucleares estão sujeitos ao efeito sinérgico da tensão mecânica, ambiente aquoso de composições diversas, temperatura e materiais com históricos variados. Como resultado, a formação de trincas afetadas pelo ambiente é um dos mecanismos de degradação mais severos que influenciam no tempo de vida de componentes específicos. Através de uma cooperação entre o Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear/Comissão Nacional de Energia Nuclear (CDTN/CNEN) e a Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA) foi adquirida uma instalação para realização de ensaios de corrosão sob tensão (CST) simulando condições operacionais dos reatores nucleares brasileiros. Esta instalação permite realizar ensaios de taxa de deformação lenta, carga constante e ensaios de deslocamento crescente. A propagação de trincas é avaliada em tempo real através da técnica de queda de potencial. Este trabalho descreve a instalação para estudos de corrosão sob tensão e os primeiros ensaios para avaliação da CST de um aço tipo ABNT 321 à temperatura de 288°C e pressão de 8MPa, em meio aquoso e em atmosfera inerte. São apresentados os resultados obtidos nos ensaios de taxa de deformação lenta e carga constante e, também, a caracterização química, mecânica e metalográfica do aço. Foram feitas análises microfractográficas de corpos-de-prova ensaiados empregando-se microscopia eletrônica de varredura.

Palavras-chave: aço inoxidável; corrosão sob tensão; reator nuclear.

## Abstract:

*Metallic components of nuclear plants undergo synergic effects of mechanical stress, different environments, temperature and materials with the variable histories. As a result the formation of cracks due to the environmental conditions is the more severe way of degradation of metallic components. A cooperation project between Nuclear Technology Development Center/Nuclear Energy National Center (CDTN/CNEN) and International Atomic Energy Agency has enabled the acquisition and installation of a stress corrosion cracking (SCC) facility for simulating operational conditions of brazilian nuclear reactors. This facility allowed the realization of the tests under slow deformation rate, constant tension stress load and rising displacement. The propagation of cracks is evaluated in real time through the technique of electric potential drop. This paper describes the installation for studies of stress corrosion cracking and the preliminary tests for evaluation of the SCC of AISI 321 steel at 288°C and 8 MPa of pressure, in aqueous environment and inert atmosphere. Presented are the results of SCC and also the chemical, mechanical and metalographic characterization of the steel. Microfractography analyses of the specimens were made by scanning microscopy.*

Key-words: stress corrosion cracking; stainless steel; nuclear reactor

---

\*VII Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável. 23 a 25/Novembro/2004. São Paulo – SP

<sup>1</sup> CDTN/CNEN. D.Sc.; [monicas@cdtn.br](mailto:monicas@cdtn.br); [caf@cdtn.br](mailto:caf@cdtn.br)

<sup>2</sup> CDTN/CNEN. M.Sc.; [amatias@cdtn.br](mailto:amatias@cdtn.br)

<sup>3</sup> CDTN/CNEN. Mestrando do Programa de Pós-Graduação do CDTN/CNEN.  
[nnaf@cdtn.br](mailto:nnaf@cdtn.br); [lucianaiglesias@pop.com.br](mailto:lucianaiglesias@pop.com.br)

<sup>4</sup> Dep. de Eng. Metalúrgica e de Materiais/Escola de Minas/UFOP. Prof.; D.Sc.; [candido@em.ufop.br](mailto:candido@em.ufop.br)  
“As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es)”

## 1. INTRODUÇÃO

O fenômeno da corrosão sob tensão (CST) ocorre em materiais que apresentam boa resistência à corrosão generalizada tais como aços inoxidáveis austeníticos, ligas de alumínio, ligas de titânio, etc. Este fenômeno é associado à presença de tensões mecânicas, aplicadas ou residuais, num meio corrosivo específico. As taxas de corrosão são geralmente baixas, e as tensões nominais aplicadas de projeto, que causam CST, estão freqüentemente abaixo do limite de escoamento do material. A CST se caracteriza pela formação de trincas que favorecem a ruptura do material, sendo um dos mecanismos de degradação mais severos que influenciam no tempo de vida de componentes específicos<sup>(1)</sup>.

Componentes metálicos de usinas nucleares tais como tubulações, vasos de pressão e partes internas dos trocadores de calor estão sujeitos ao efeito sinérgico da tensão mecânica, ambiente aquoso de composição variada e temperatura sobre materiais com históricos variados, condições essas que propiciam o desenvolvimento do fenômeno da CST<sup>(2)</sup>. Para avaliar o tempo de vida residual de um componente danificado ou que opera em condições susceptíveis à CST, é necessário determinar os parâmetros do processo de degradação, utilizando ensaios padronizados e técnicas experimentais desenvolvidas especialmente para esse objetivo.

Através de uma cooperação entre o CDTN/CNEN e a Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA) foi adquirida uma instalação para realização de ensaios de CST simulando condições operacionais dos reatores nucleares brasileiros, do tipo PWR (*Pressurized Water Reactor*). A instalação é composta de uma autoclave com um sistema de tração servo-hidráulico, controlado por deslocamento ou carga, e de um circuito hidráulico, com sistema de medição e tratamento químico da água. Ela permite realizar ensaios de taxa de deformação lenta, carga constante em corpos-de-prova (CP) do tipo tração compacto (CT) e deslocamento crescente, que são exemplos típicos de ensaios utilizados para estimar os parâmetros associados à CST. É possível, também, avaliar a propagação de trincas em tempo real por meio da técnica de queda de potencial elétrico, que é um dos mais eficientes e precisos métodos de determinação do comprimento de trincas em uma grande variedade de ambientes de ensaios.

Os aços inoxidáveis austeníticos são susceptíveis à CST em meios aquosos contendo oxigênio dissolvido, a altas temperaturas, normalmente encontrados em reatores nucleares<sup>(3)</sup>. Este trabalho visa avaliar o desempenho da instalação de CST e apresentar os primeiros resultados de um estudo sobre a susceptibilidade à CST de um aço inoxidável tipo ABNT 321. Os ensaios foram realizados à temperatura de 288°C e pressão de 8 MPa, em meio aquoso oxigenado e em atmosfera inerte. Foram executados ensaios de taxa de deformação lenta utilizando-se CP's lisos e ensaios de carga constante aplicada em CP's do tipo CT, pré-trincados por fadiga. O trabalho também apresenta a caracterização química, mecânica e metalográfica do material, além de análises microfractográficas.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiais

A instalação de CST foi projetada e construída pelo *Nuclear Research Institute Řež*, na República Tcheca, para operar em condições similares aos circuitos dos reatores tipo PWR e BWR (*Boiling Water Reactor*). Foi desenvolvida como um sistema universal para todos os principais ensaios de corrosão sob tensão, conforme normas da ASTM, ISO e DIN. Ela é composta de uma autoclave com um sistema de tração servo-hidráulico, controlado por deslocamento ou carga, e de um circuito hidráulico com um sistema de medição e tratamento químico da água. O deslocamento é medido por meio de um sensor de posição linear (método: *linear variable differential transformer* - LVDT) e a carga por meio de um dinamômetro. A autoclave é aquecida por meio de um forno elétrico controlado continuamente por um sistema de PID.

Durante a execução do experimento são realizadas medições de carga, deslocamento, tamanho de trinca, parâmetros termohidráulicos e parâmetros químicos. Um *software* de aplicação desenvolvido no ambiente LabVIEW® é responsável pela aquisição de dados e sua representação gráfica. O potencial eletroquímico é medido por meio de um eletrodo do tipo Ag/AgCl, projetado para permitir uma operação contínua em condições de alta temperatura e pressão<sup>(4)</sup>.

A instalação permite a utilização de corpos-de-prova de tração, lisos, e tração compacto (CT) pré-trincados por fadiga. Condutores de alimentação elétrica e eletrodos de medição são soldados no corpo-de-prova, para a medição da queda de potencial elétrico. O CP é isolado eletricamente do resto do sistema por meio de pinos anodizados. A Figura 1 mostra a instalação de CST e a Tabela I descreve seus principais parâmetros técnicos.



Figura 1. Instalação para ensaios de corrosão sob tensão.

Tabela I. Principais parâmetros técnicos da instalação para ensaios de CST.

Item	Parâmetro	Valor
Autoclave	Volume interno	1,5 L
	Temperatura máxima	325°C
	Pressão máxima	12,5 MPa
Queda de potencial	Faixa de medição	0 – 100 mm
Sistema de tração	Carregamento máximo	60 kN
	Deslocamento máximo	50 mm
	Taxa de deslocamento mínima	$10^{-10} \text{ m.s}^{-1}$
	Taxa de deslocamento máxima	$10^{-4} \text{ m.s}^{-1}$
Condutividade	Limite de detecção	$0,06 \mu\text{S.cm}^{-1}$
Oxigênio dissolvido	Faixa de medição	0,5 – 15.000 ppb O <sub>2</sub>

Nos ensaios de corrosão sob tensão foram utilizados corpos-de-prova de um aço inoxidável tipo ABNT 321. A Tabela II apresenta a composição química, a Tabela III apresenta as propriedades mecânicas e a Figura 2 apresenta uma micrografia do aço inoxidável tipo ABNT 321 utilizado neste trabalho.

Tabela II. Composição química do aço inoxidável tipo ABNT 321 (% peso). Balanço: Fe.

Cu	Mn	Cr	Ni	Mo	Ti
0,08	0,99	18,1	10,1	0,18	0,41

Tabela III. Propriedades mecânicas do aço inoxidável tipo ABNT 321.

Temperatura (°C)	$\sigma_{YS}$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	Deformação (%)
25	234	641	43,7

$\sigma_{YS}$  – limite de escoamento;  $\sigma_{UTS}$  – limite de resistência.

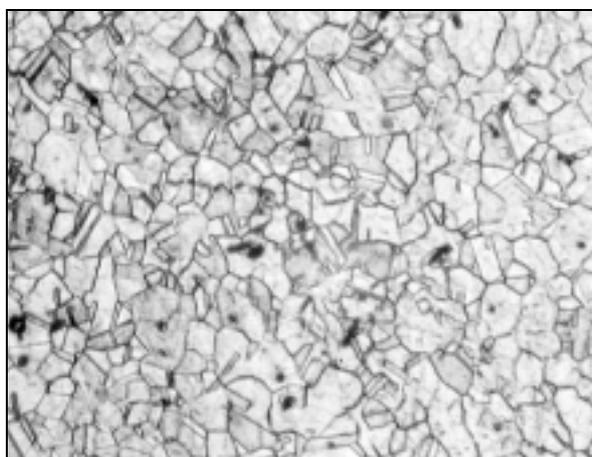


Figura 2. Micrografia ótica do aço inoxidável ABNT 321. Ataque eletrolítico: ácido oxálico 10 %, 90 s. 400X.

O meio utilizado nos ensaios de CST foi água deionizada contendo a composição química apresentada na Tabela IV.

Tabela IV. Composição química do meio utilizado, concentrações em  $\mu\text{g}/\lambda$ .

$\text{Cl}^-$	$\text{F}^-$	$\text{Al}^{+3}$	$\text{SO}_4^{-2}$	$\text{Na}^+$	$\text{Ca}^{+2}$	$\text{Mg}^{+2}$	$\text{Zn}^{+2}$	$\text{SiO}_2$	Fe
11,0	< 1	< 10	< 1	5,2	106,9	3,2	< 15	19.700	< 10

## 2.2. Métodos

No estudo de CST foram utilizados os ensaios de taxa de deformação lenta e carga constante.

**Ensaio de Taxa de Deformação Lenta:** O ensaio de taxa de deformação lenta, SSRT (*Slow Strain Rate Test*), constitui-se em um tipo de ensaio utilizado para verificar a susceptibilidade de um material à CST. É um dos métodos relativamente mais recentes desenvolvidos para acelerar o processo de CST em laboratório, sendo um caso particular de ensaio de tração sob taxa de deformação lenta com o CP sendo exposto a condições ambientais apropriadas.

Neste trabalho, os ensaios de taxa de deformação lenta foram executados segundo a norma ASTM G 129-95<sup>(5)</sup>, utilizando CP's de tração conforme mostrado na Figura 3.

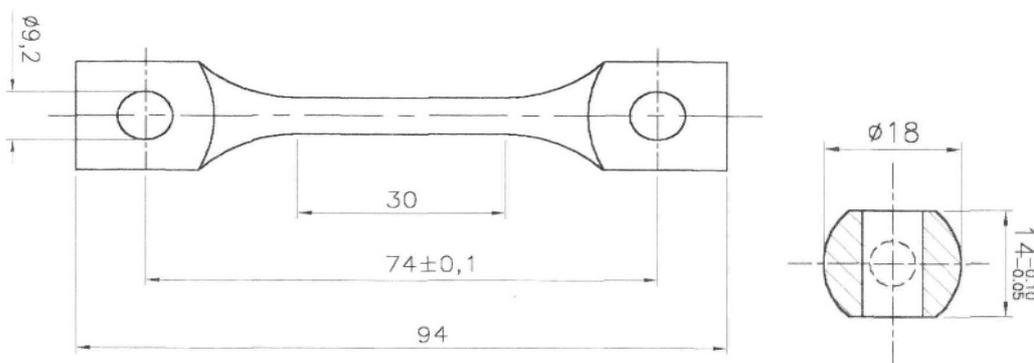


Figura 3. Corpo-de-prova de tração utilizado nos ensaios de taxa de deformação lenta.

Os ensaios foram conduzidos à temperatura de 288°C, pressão de 8MPa, com circulação da água a uma vazão de aproximadamente 0,4 $\lambda$ /h. Foi realizado o monitoramento *on line* de carga, deslocamento e crescimento da trinca. O primeiro ensaio (A) utilizou inicialmente a taxa de deformação de  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  e posteriormente  $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , e o segundo (B) empregou somente a taxa de  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . O ensaio foi finalizado quando ocorreu a ruptura do CP. O ensaio em meio inerte (nitrogênio) foi realizado nas mesmas condições ambientais, empregando a taxa de  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .

**Carga Constante:** Esta técnica consiste em aplicar uma carga de tração, por meio de um sistema servo-hidráulico, em um CP tipo CT com entalhe definido através de conceitos e fundamentos da mecânica de fratura pela Norma ASTM E 647-99<sup>(6)</sup>. O ensaio de carga constante foi utilizado neste trabalho para avaliar o desempenho da instalação neste tipo de experimento e para verificar a estabilidade do sistema de medida *on line* de diferença de potencial elétrico. Foi empregado um CP tipo CT pré-trincado por fadiga segundo a norma ASTM E 399-97<sup>(7)</sup> e carga constante de 14,6 kN por um período de 320h.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

**Ensaio de Taxa de Deformação Lenta:** A Figura 4 apresenta os gráficos obtidos nos ensaios de tração com taxa de deformação lenta. O ensaio A começou com uma taxa de deformação de  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  e, posteriormente, passou para  $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Essa mudança na taxa de deformação pode ser verificada na alteração da inclinação da reta. Isto foi feito para se verificar a resposta do sistema com a variação na taxa de deformação. O ensaio B foi realizado com taxa de deformação igual a  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .

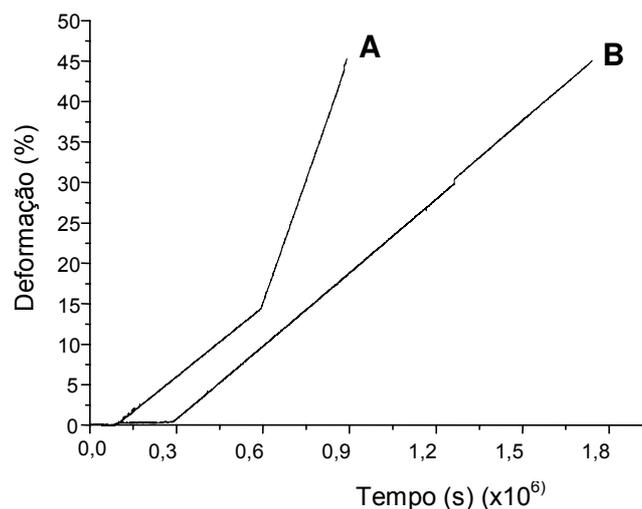


Figura 4. Deformação versus tempo. Aço inoxidável ABNT 321. Ensaio de tração com taxa de deformação lenta.  $T = 288 \text{ }^\circ\text{C}$ , meio: água deionizada.  
A:  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  e  $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  B:  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .

Após os ensaios de taxa de deformação lenta, as curvas carga x deslocamento foram convertidas em curvas tensão x deformação. A Figura 5 apresenta as curvas tensão x deformação dos ensaios A e B. Apesar do aumento na taxa de deformação, não houve mudança significativa na ductilidade do material. No entanto, as análises microfractográficas, apresentadas na Figura 6, mostram uma maior quantidade de trincas na superfície de fratura e na superfície lateral do CP obtidas no ensaio B.

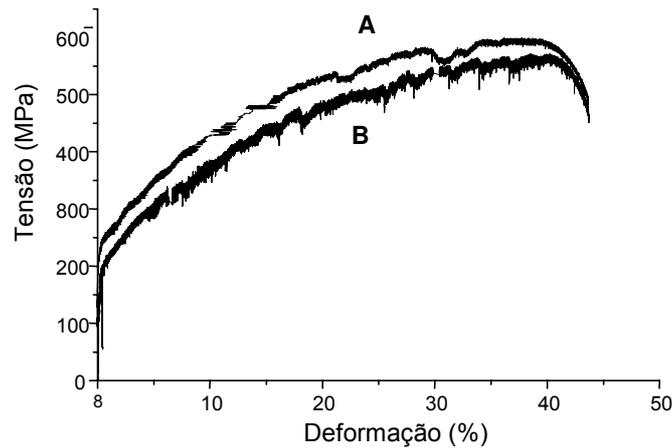


Figura 5. Curvas tensão-deformação. Aço inoxidável ABNT 321. Ensaio de tração com taxa de deformação lenta.  $T = 288\text{ }^{\circ}\text{C}$ , meio: água deionizada.  
A:  $3 \times 10^{-7}\text{ s}^{-1}$  e  $10^{-6}\text{ s}^{-1}$  B:  $1 \times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ .

O limite de escoamento, o limite de resistência e a deformação na ruptura do CP foram obtidos por meio da Figura 5 e são apresentados na Tabela V. Nota-se um decréscimo nos limites de escoamento e de resistência em relação aos ensaios mecânicos, o que mostra a influência do meio e a susceptibilidade à CST.

Tabela V. Propriedades mecânicas. CP's de aço inoxidável ABNT 321 ensaiados em tração com taxa de deformação lenta.  $T = 288\text{ }^{\circ}\text{C}$ , meio: água deionizada. A:  $1 \times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$  B:  $3 \times 10\text{ s}^{-1}$ .

Ensaio	$\sigma_{YS}$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	Deformação (%)
A	225	594	43,6
B	210	570	43,7

A Figura 6 mostra a superfície de fratura e a superfície lateral de cada CP observadas por microscopia eletrônica de varredura para verificar a morfologia das trincas. Devido à aplicação de uma taxa de deformação menor, tanto a superfície de fratura como a superfície lateral, no ensaio B, apresentaram maior quantidade de trincas iniciadas por CST. As trincas iniciam-se na superfície lateral e se propagam para o centro do CP, na direção transversal ao sentido de carregamento. A região central das superfícies apresenta aspecto dúctil característico de ruptura mecânica.

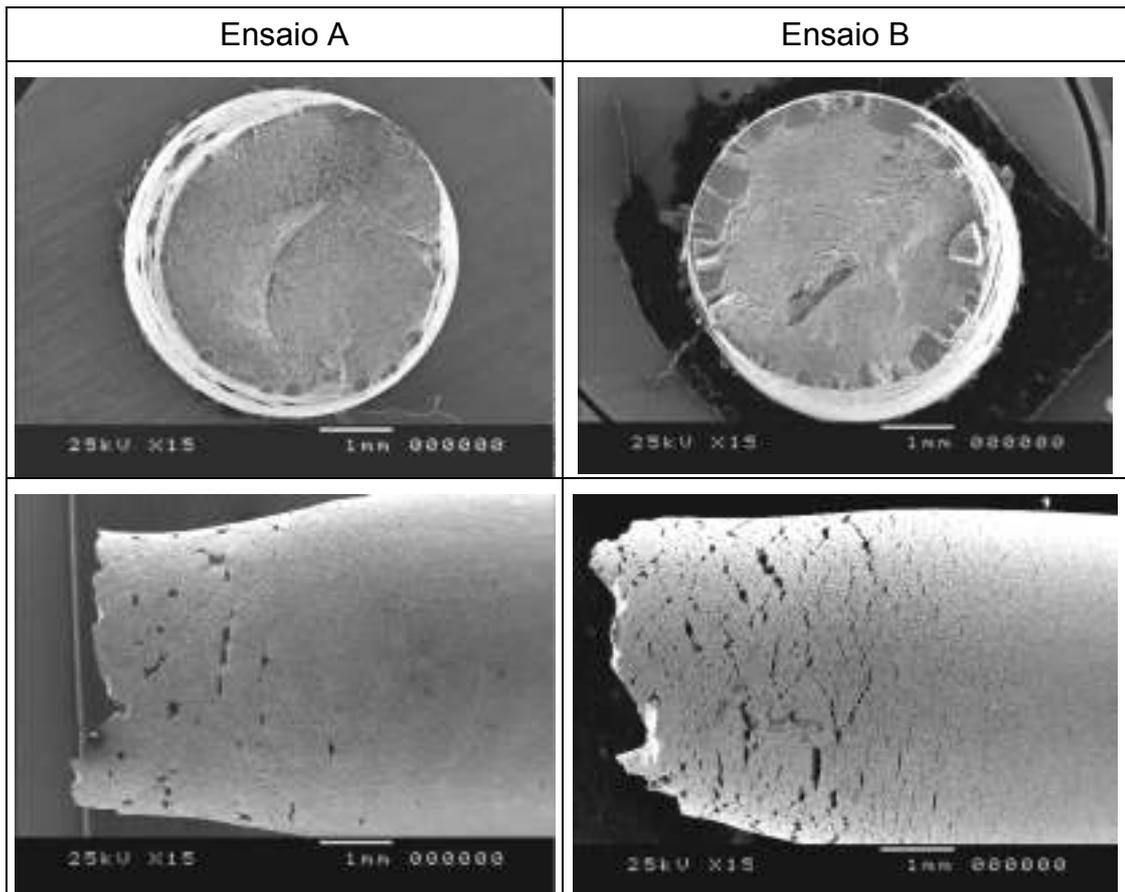
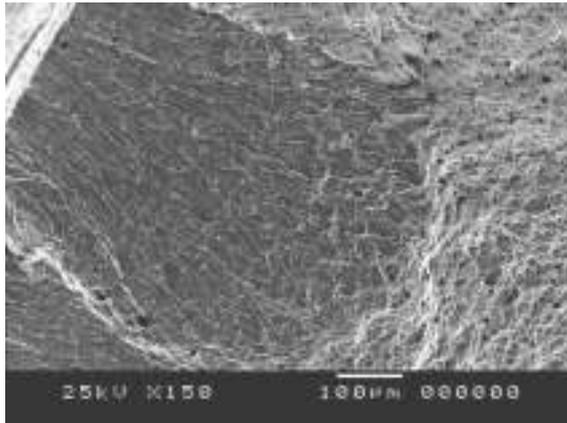
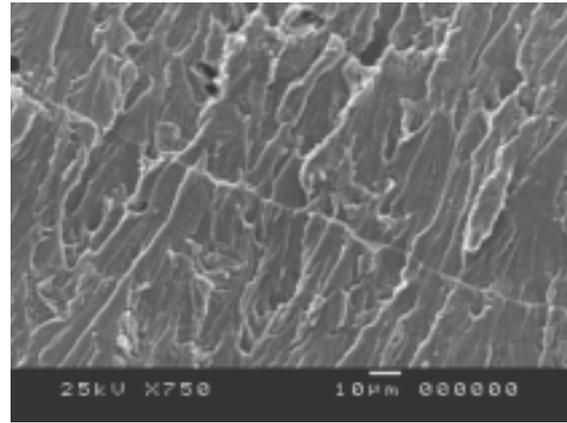


Figura 6. Microfractografias de CP's de aço inoxidável tipo ABNT 321, ensaiados em tração com taxa de deformação lenta (ensaio A =  $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , ensaio B =  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) a  $288^\circ\text{C}$ , meio: água deionizada; 15X, MEV.

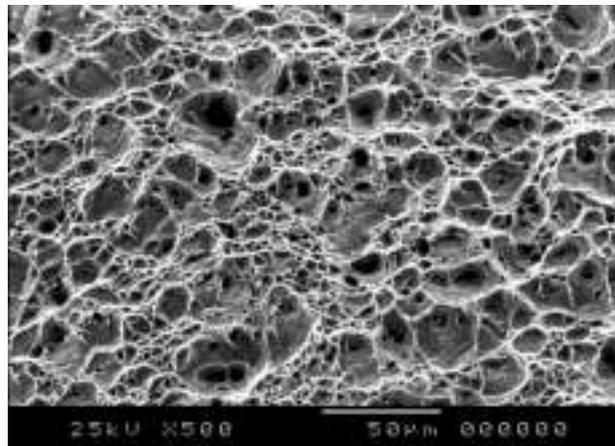
A Figura 7 (a) evidencia uma das regiões de propagação de trinca por CST obtida a partir do CP utilizado no ensaio B. O aspecto plano desta região pode ser visto com nitidez na Figura 7 (b). A Figura 7 (c) mostra a região central da fratura, que sofreu ruptura mecânica, apresentando aspecto dúctil com destaque para a presença de alvéolos, chamados de *dimples*, característicos de materiais dúcteis.



(a) Detalhe de uma região de propagação de trinca por CST e ruptura mecânica. 150X. MEV.



(b) Detalhe de uma região de propagação de trinca por CST. 750X. MEV.



(c) Região central da fratura; destacam-se os *dimples*. 500X. MEV.

Figura 7. Microfractografias de um CP de aço inoxidável tipo ABNT 321, submetido a ensaio de taxa de deformação lenta a 288 °C, meio: água deionizada. Ensaio B, Taxa de deformação  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .

A Figura 8 apresenta microfractografias de um CP ensaiado em tração com taxa de deformação lenta a 288°C em um meio inerte – nitrogênio (ensaio C). A fratura tem aspecto dúctil caracterizando ruptura mecânica, Figura 8 (a). Como o ensaio foi feito em meio inerte, na Figura 8 (b) nota-se que o CP não apresentou trincas na superfície lateral. As Figuras 8 (c) e (d) apresentam o aspecto dúctil da fratura em toda a sua extensão, tanto nas bordas como no centro, comprovando a ruptura puramente mecânica.

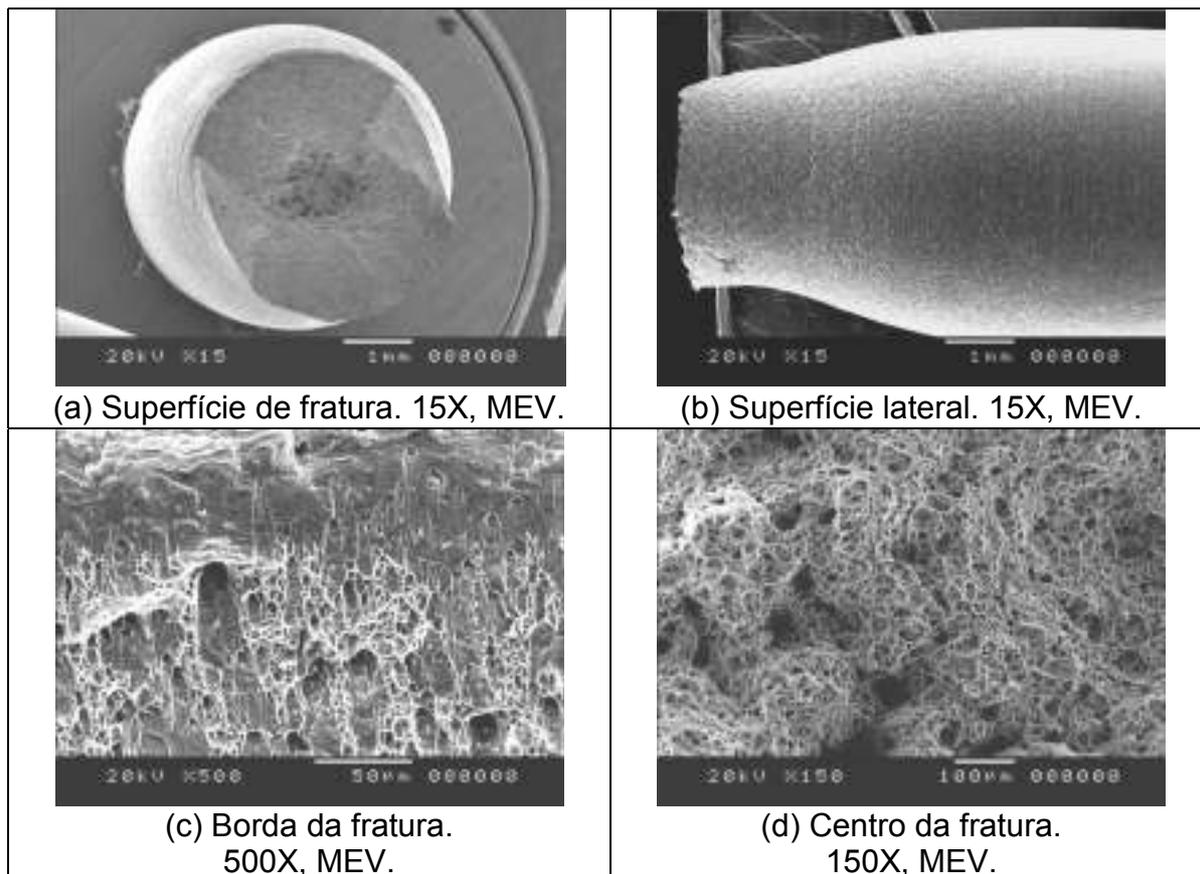
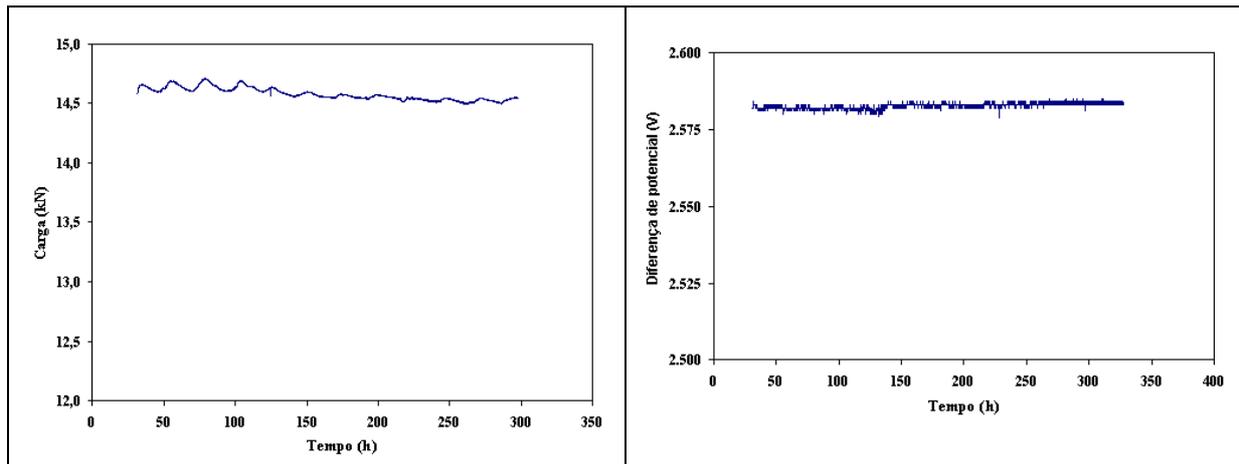


Figura 8. Microfractografias de um CP de aço inoxidável tipo ABNT 321, ensaiado em tração com taxa de deformação lenta (ensaio  $C = 3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) a 288 °C, meio: Nitrogênio.

A taxa de  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  mostrou-se mais adequada para avaliar a susceptibilidade do material/meio à CST, e isto está de acordo com os trabalhos de Arai e Mayuzumi<sup>(8)</sup> e Saito et alii<sup>(9)</sup>, que utilizaram taxas de deformação de  $4 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  em estudos de CST em aços de baixa liga e aço 304L, respectivamente, à temperatura de 288°C.

**Carga Constante:** A Figura 9 apresenta os gráficos *carga x tempo* e *diferença de potencial x tempo* para o ensaio de carga constante. Pode-se observar que durante as 320h de ensaio ocorreu estabilidade nas medições *on-line* de carga e diferença de potencial elétrico, demonstrando a aplicabilidade da instalação neste tipo de ensaio para ambientes existentes em usinas nucleares.



(a)

(b)

Figura 9. Ensaio de carga constante do aço inoxidável ABNT 321. T = 288 °C, meio: água deionizada. a) Carga x tempo; b) Diferença de potencial x tempo.

#### 4. CONCLUSÕES

1. A instalação mostrou-se adequada para a realização de ensaios de taxa de deformação lenta e carga constante em ambiente de reatores nucleares (elevada temperatura e pressão), apresentando estabilidade nos sistemas de medição de carga, deslocamento e diferença de potencial elétrico.
2. Embora seja considerado um ensaio relativamente acelerado, através do ensaio de tração lenta do eletrodo foi possível verificar a suscetibilidade do aço tipo ABNT 321 à corrosão sob tensão em meio empregado em reator nuclear.
3. A CST foi observada por meio da presença de fratura frágil nas bordas do CP, verificado nas microfractografias.
4. Avaliando o efeito das diferentes taxas de deformação utilizadas nos ensaios de CST, por meio da comparação entre as microfractografias das fraturas dos ensaios A e B, verificou-se que a taxa de  $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  foi mais adequada para o material e meio estudados.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro da Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA), do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e da Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG).

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. STAEHLE, R. W. Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys. NACE –5. National Association of Corrosion Engineers, Houston, et alii. Eds., 1973.
2. Danko, J. C. (Ch.) Corrosion in the nuclear power industry. In:\_\_\_ **Metals Handbook**, Ohio: ASTM International, 1987. 9<sup>th</sup> ed., v. 13, p. 927.
3. KIM, Y. J. Effect of impurities on 304 SS ECP and electrode kinetics in 288°C water. **Corrosion**, Houston, paper nº 00208, 2000.
4. NEVES, C. F. C.; SCHVARTZMAN, M. A. M.; MOREIRA, P.A.L.D.P.L.P. Método de queda de potencial para monitorar o crescimento de trincas causadas por corrosão sob tensão. In: NATIONAL MEETING OF RECTOR PHYSICS AND THERMAL HYDRAULICS, 13., 2002, Rio de Janeiro. Rio de Janeiro: ABEN, 2002. p. 309.
5. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard practice for slow strain rate testing to evaluate the susceptibility of metallic materials to environmentally assisted cracking (ASTM G 129-95). In: \_\_\_ **ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS**, West Conshohocken: ASTM, 1995.
6. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. (ASTM E 647-99). In: \_\_\_ **ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS**, West Conshohocken: ASTM, 1999.
7. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for plane-strain Fracture toughness of metallic materials. (ASTM E 399-90). In: \_\_\_ **ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS**, West Conshohocken: ASTM, 1990.
8. ARAI, T.; MAYUZUMI, M. SCC behavior of low-alloy steels in simulated PWR secondary water environment. **Corrosion**, Houston, paper nº 00193, 2000.
9. SAITO, N.; TSUCHIYA, Y.; KANO, F.; TANAKA, N. Variation of slow strain rate test fracture mode of type 304L, stainless steel in 288°C water. **Corrosion**, v. 56, n. 1, 2000, p. 57-69.