



UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE
CENTRO TECNOLÓGICO
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

Tese de Doutorado

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO
DESGASTE POR FRETTEING EM VARETAS
COMBUSTÍVEIS DE Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe**

UNIVERSIDADE
FEDERAL
FLUMINENSE

**ALUNA: DANIELE DE AZEVEDO BAÊTA
ORIENTADOR: Prof. Dr. NEIL DE MEDEIROS**

**Volta Redonda
2020**

DANIELE DE AZEVEDO BAÊTA

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE POR
FRETING EM VARETAS COMBUSTÍVEIS DE
Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica.

Área de Concentração: Modelamento e Simulação de Processos e Fenômenos.

Orientador:
Prof. Dr. Neil de Medeiros, D.C.

Volta Redonda
2020

Ficha catalográfica automática - SDC/BEM
Gerada com informações fornecidas pelo autor

B139a Baêta, Daniele de Azevedo
Avaliação da Resistência ao Desgaste por Fretting em
Varetas Combustíveis de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe / Daniele de Azevedo
Baêta ; Neil De Medeiros, orientador. Volta Redonda, 2020.
109 f. : il.

Tese (doutorado)-Universidade Federal Fluminense, Volta
Redonda, 2020.

DOI: <http://dx.doi.org/10.22409/PPGEM.2020.d.08614273789>

1. Tratamento Térmico. 2. Transformação de Fase. 3.
Desgaste de Materiais. 4. Combustível Nuclear. 5. Produção
intelectual. I. De Medeiros, Neil, orientador. II.
Universidade Federal Fluminense. Escola de Engenharia
Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda. III. Título.

CDD -

DANIELE DE AZEVEDO BAÊTA

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE POR FRETING EM VARETAS COMBUSTÍVEIS DE Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica.

Área de Concentração: Modelamento e Simulação de Processos e Fenômenos.

Tese aprovada em 30 de Abril de 2020.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Neil de Medeiros (Presidente da Banca)
(Universidade Federal Fluminense - UFF - CPF: 080.159.437-52)

Prof. Dr. Geovani Rodrigues (Membro Externo)
(Universidade Federal de Itajubá - UNIFEI - CPF: 738.726.796-00)

Prof. Dr. Saulo Brinco Diniz (Membro Externo)
(Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET - CPF: 113.200.677-51)

Prof. Dr. Ladário da Silva-Membro Interno
(Universidade Federal Fluminense - UFF - CPF: 849.373.437-34)

Prof. Dr. Gláucio Soares da Fonseca-Membro Interno
(Universidade Federal Fluminense - UFF - CPF: 301.377.538-61)

Volta Redonda
2020

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Neil de Medeiros, os meus sinceros agradecimentos pela sua extrema dedicação e competência na orientação deste doutoramento, levarei os seus ensinamentos por toda a minha vida.

Ao Dionísio Costa, pelos ensinamentos, experiências e conhecimentos compartilhados na UFF-EEIMVR. Convivências muito boas aconteceram durante esta incrível fase.

Aos amigos que conquistei ao longo da minha vida acadêmica, que fizeram parte de todas as minhas vitórias e derrotas, e hoje moram em meu coração, a vocês: Dielle, Fabiana Campos, Mara Paresque, Fernanda, Carol, Duílio e Matheus, o meu mais sincero obrigada por estarem em minha vida e fazerem esse fardo ser leve diante de todas as minhas dificuldades.

Ao meu marido, Josué Medeiros, pelo amor, atenção e paciência durante todo esse tempo.

Às minhas filhas Gabriela e Manuela, por todo amor e compreensão que tiveram comigo e pelas longas horas em que precisei me ausentar.

Aos meus pais, que sempre foram meu alicerce.

“A menos que modifiquemos a nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo”.

Albert Einstein

RESUMO

No presente trabalho, estudou-se o comportamento de varetas combustíveis fabricadas a partir da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, submetidas a ensaios físicos que visam reproduzir a ocorrência de fretting, e, através da engenharia de superfície/transformação de fases, reduzir a ocorrência desse, uma vez que os danos por atrito são um mecanismo relacionado a eventos mecânicos e químicos na superfície do material. Para isso, foram realizados tratamentos térmicos nas superfícies das varetas de elementos combustíveis em diferentes temperaturas (580 °C, 630 °C, 830 °C e 960 °C), por 4 horas e resfriamento em água, visando à modificação da microestrutura (α Zr para β Zr) e à melhora das propriedades mecânicas. Observa-se uma melhora nas propriedades mecânicas e que a dureza do material aumentou de $191 \pm 26,69 \mu\text{HV}$ para $399 \pm 18,57 \mu\text{HV}$ com o aumento da temperatura de tratamento térmico, evidenciando o endurecimento do material. Tais resultados estão relacionados à mudança de microestrutura da liga, confirmadas pelos ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV), Espectrometria de raios X por Dispersão de Energia (EDS) e Difração de Raios X (DRX). Os ensaios físicos para a ocorrência de fretting foram realizados por meio de um equipamento projetado para induzir deslocamentos horizontais das varetas combustíveis em relação à grade espaçadora, também fabricada a partir da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe. O método de detecção de pixels, por processo analítico, para avaliação da variação topográfica, permitiu identificar as transformações físicas da área de fretting superficial após aplicação de carregamento. Verificou-se que os mecanismos de desgaste por fretting observados nas varetas combustíveis incluem abrasão, adesão e deformação plástica, e que o aumento da temperatura de tratamento térmico diminui a perda de massa, apresentando um regime de desgaste por fretting mais brando (deformação plástica). Todas as amostras apresentaram marcas de fretting na forma elíptica. Ademais, verificou-se que o aumento da temperatura de tratamento térmico promove o aumento da resistência ao fretting do material devido à mudança de fase do material e corrobora para a melhora das propriedades mecânicas e para a microdureza, demonstrando o efeito significativo da microestrutura nos resultados do desgaste por fretting.

Palavras-chave: Tratamento Térmico. Transformação de Fase. Desgaste de Materiais. Combustível Nuclear. Fretting. Liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe.

ABSTRACT

In this work, the behavior of Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe fuel rods was studied by subjecting them to physical tests aimed at reproducing the occurrence of fretting and reducing the occurrence of grid-to-rod fretting, and, through surface engineering/phase transformation, reduce the occurrence of this, since the friction damages are a mechanism related to mechanical and chemical events on the surface of the material. To that end, heat treatments were carried out on the surfaces of the fuel rods at different temperatures (580 °C, 630 °C, 830 °C and 960 °C), for 4 hours and cooling in water, to modify the microstructure (α -Zr to β -Zr) and improve the mechanical properties. An improvement in the mechanical properties is observed and the hardness of the material increased from $191 \pm 26.69 \mu\text{HV}$ to $399 \pm 18.57 \mu\text{HV}$ with the increase of the heat treatment temperature, showing the hardening of the material. These results are related to the modification of the alloy microstructure, confirmed Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersion X-Ray Spectrometry (EDS) and X-Ray Diffraction (XRD). The fretting tests were carried out in equipment designed to induce horizontal displacements to the fuel rods in relation to the grid, also manufactured from the Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe alloy. The method of pixel detection, by analytical process, to evaluate the topographic variation, allowed to identify the physical transformations of the surface fretting area after loading application., The fretting wear mechanisms observed in the fuel rods include abrasion, adhesion, and plastic deformation, and that the increase in the heat treatment temperature decreases the mass loss, indicating a mild fretting wear regime (plastic deformation). All samples showed fretting scars in elliptical form. In addition, the increase in the temperature of the heat treatment promotes the increase in the fretting resistance of the material due the modification of material phase and it corroborates the improvement of the mechanical properties and microhardness, demonstrating the significant effect of the microstructure on the results of fretting wear.

Keywords: Heat Treatment. Phase Transformation. Material Wear. Nuclear Fuel. Fretting. Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe Alloy.

Sumário

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS	18
2.1. <i>Objetivo Geral</i>	18
2.2. <i>Objetivos Específicos</i>	18
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
3.1 <i>O Zircônio</i>	19
3.1.1 Ligas de zircônio na indústria nuclear	20
3.1.2 Tratamentos térmicos em ligas de zircônio	21
3.2 <i>A Indústria Nuclear</i>	27
3.3 <i>Fissão Nuclear</i>	29
3.4 <i>Reatores Nucleares</i>	30
3.4.1 Reatores a Água Pressurizada (PWR).....	32
3.5 <i>Elemento Combustível</i>	34
3.5.1 Vareta combustível.....	37
3.5.2 Grade espaçadora	38
3.6 Desgaste por fretting durante a geração de energia nuclear.....	39
3.7 Considerações Gerais acerca da Revisão Bibliográfica	47
4. MATERIAIS E MÉTODOS	50
4.1 <i>Materiais</i>	50
4.2 <i>Métodos</i>	50
4.2.1 Análise de composição química da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe	51
4.2.2 Tratamentos térmicos	52
4.2.3 Caracterização microestrutural	52
4.2.4 Análise de comportamento mecânico	53
4.2.5 Ensaios de desgaste por fretting.....	54
4.2.6 Caracterização das superfícies desgastadas	60
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
5.1 <i>Análise da Composição Química da Liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe</i>	62
5.2 <i>Caracterização Microestrutural</i>	66
5.2.1 Técnica de difração de raio X (DRX)	66
5.2.2 Técnica de microscopia óptica (MO) e técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com detectores de elétrons secundários (SE) e de energia dispersiva de raio X (EDS)	67
5.3 <i>Análise do Comportamento Mecânico</i>	74
5.3.1 Microdureza Vickers	74
5.3.2 Comportamento da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe sob tração uniaxial.....	75
5.4 Resistência ao desgaste por fretting da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe	76
5.4.1 Análise de amplitude de deformações	77
5.5 <i>Caracterização das Superfícies Desgastadas</i>	81

6.	CONCLUSÕES	97
7.	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	99
8.	REFERÊNCIAS	100
9.	ANEXO: LISTA DE PUBLICAÇÕES	109

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Diagramas de fases no equilíbrio termodinâmico dos sistemas (a) Zr-Sn e (b) Zr-Nb	23
Figura 2 - Microscopia óptica após tratamento térmico: (a) 750 °C, (b) 780 °C, (c) 800 °C e (d) 820 °C	25
Figura 3 - Caracterização da amostra de Zr-2,5Nb tratada termicamente	26
Figura 4 - Central Nuclear Almirante Álvaro Alberto.....	29
Figura 5 - Fissão nuclear e reação em cadeia, a partir dos nêutrons gerados na fissão inicial	30
Figura 6 - Diagrama esquemático de uma central nuclear com reator a água	32
Figura 7- Geração de Energia em uma Usina de Energia Nuclear do Tipo PWR	33
Figura 8 - Elemento Combustível Angra I	34
Figura 9 - Vareta Combustível	37
Figura 10 - Grade espaçadora de elemento combustível tipo 16x16	38
Figura 11 - Exemplo da célula dentro da grade espaçador	39
Figura 12 - Exemplo de desgastes por fretting ocasionados pelo contato entre a vareta combustível e a mola e entre a vareta combustível e o batente.....	42
Figura 13- Microscopia Óptica da amostra testada com a mola côncava.....	44
Figura 14 - Microscopia Óptica da amostra testada com a mola convexa.....	44
Figura 15- Representação esquemática de contato entre a vareta combustível e a mola e o batente da grade espaçadora	50
Figura 16 - Grade espaçadora utilizada e exemplos de varetas de elementos combustíveis	50
Figura 17- Fluxograma das etapas envolvidas no presente trabalho	51
Figura 18 - Dispositivo de metal para testes em corpos de prova tubular, posicionamento dele no corpo de prova e posicionamento do corpo de prova na máquina de teste.....	54
Figura 19 - Equipamento de teste de desgaste por fretting.....	55
Figura 20 - Representação esquemática do Protótipo de Teste (fretting).....	55
Figura 21 - Imagem lateral do equipamento do ensaio físico de fretting	56
Figura 22- Imagem superior do equipamento do ensaio físico de fretting	56
Figura 23 - Diagrama para distribuição da força de oscilação.....	57
Figura 24 - Representação esquemática da distribuição de forças sobre a superfície de contato da vareta.....	58
Figura 25 - Localização das falhas das varetas de combustível que apresentaram falhas por desgaste por fretting no Conjunto de Elemento Combustível 16x16 KOFA carregado na Unidade Kori 2 e posicionamento das amostras nos testes de fretting	59
Figura 26- Esquema de alinhamento da vareta com a grade e o mancal do equipamento.....	59
Figura 27 - (a) Diagrama para posicionamento físico de extensômetros, (b) posicionamento geométrico dos extensômetros.....	60
Figura 28 - Diagrama teórico do sistema Zr-Nb.....	64
Figura 29 - Diagrama teórico do sistema Zr-Sn	65
Figura 30 - Padrões de DRX selecionados mostrando a identificação de fase entre as fases α Zr e β Zr das amostras estudadas	66
Figura 31- Micrografia MEV da amostra como recebida.....	67
Figura 32 - Micrografias MO e MEV da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratadas a 580 °C/4 horas	68
Figura 33 - EDS dos precipitados da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a	69

Figura 34 - Micrografias MO e MEV da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 630 °C/4 horas.....	70
Figura 35 - EDS dos precipitados da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a	71
Figura 36 - Micrografias MO e MEV da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 830 °C/4 horas.....	72
Figura 37 - Micrografias MO e MEV da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 960 °C/4 horas.....	73
Figura 38 - Marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível após a realização do ensaio (10 ⁶ ciclos)	76
Figura 39 – Deformação do material como recebido durante a realização do ensaio de fretting	78
Figura 40 - Deformação do material tratado a 580 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.....	79
Figura 41 - Deformação do material tratado a 630 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.....	79
Figura 42 - Deformação do material tratado a 830 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.....	80
Figura 43 - Deformação do material tratado a 960 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.....	80
Figura 44 - Microscopia Eletrônica de varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra como recebida	82
Figura 45 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 580 °C/4h.....	83
Figura 46 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 630 °C/4h.....	84
Figura 47 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 830 °C/4h.....	85
Figura 48 - SEM das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 960 °C/4h	86
Figura 49 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material como recebido sem a realização do ensaio de fretting	88
Figura 50 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material como recebido após a realização do ensaio de fretting	89
Figura 51 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 580 °C/4h após ensaio de fretting.....	89
Figura 52 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 630 °C/4h após ensaio de fretting	90
Figura 53 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 830 °C/4h após ensaio de fretting	90
Figura 54 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 960 °C/4h após ensaio de fretting.....	91
Figura 55 - Referências X e Z dos perfis topográficos	91
Figura 56 - Perfil topográfico da vareta combustível: material como recebido após a realização do ensaio de fretting	92
Figura 57 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 580 °C/4h após ensaio de fretting.....	92
Figura 58 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 630 °C/4h após ensaio de fretting.....	93
Figura 59 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 830 °C/4h após ensaio de fretting.....	93
Figura 60 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 960 °C/4h após ensaio de fretting.....	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Conteúdo Energético dos Principais Combustíveis.....	28
Tabela 2 - Comparação entre os elementos combustíveis 16NGF e 16STD. Adaptado de Song et al. (2004).	36
Tabela 3 - Composição química da liga Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe (% peso).....	62
Tabela 4 - Composição Química Típica da liga Zirlo. Adaptado de Westinghouse Materials Manual (2007)	62
Tabela 5 - Resultados de microdureza Vickers para cada condição analisada.	75
Tabela 6 - Propriedades Mecânicas das amostras.....	75
Tabela 7 - Valores de Perda de Massa e Área de Fretting.....	77
Tabela 8 - Valores de Amplitude de Deformação	81

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

μ_{grad}	Coefficiente de atrito da grade espaçadora
16STD	Elemento combustível do tipo 16x16 padrão
2L	Distância entre os batentes
a	Aceleração
AGR	<i>Advanced Gas Cooled Reactor</i> – Reator Avançado Refrigerado a Gás
Al	Alumínio
b	Região de contato permanente
BWR	<i>Boiling Water Reactor</i> – Reator a Água Fervente
c	Coefficiente de amortecimento
CANDU	<i>Canadian Deuterium Uranium</i>
ccc	Cúbica de corpo centrado
CNAA	Central Nuclear Almirante Álvaro Alberto
cv	Cavalos
d"x	Região de deslizamento lado esquerdo
DRX	Difração de raio X
dx	Micro deslocamento na direção x
d'x	Região de deslizamento lado direito
dy	Microdeslocamento na direção y
dz	Microdeslocamento na direção z
EDS	Espectrometria de raio X por dispersão de energia
EUA	Estados Unidos da América
f(t)	Força de oscilação do sistema
f _b (t)	Força de resistência do batente ao movimento cíclico
FCN	Fábrica de Combustível Nuclear
Fe	Ferro
FIV	Vibração induzida por fluxo
f _o (t)	Força oposta ao movimento devido ao atrito
f _{res}	Força resultante
g	Aceleração da gravidade
GCR	<i>Gas Cooled Reactor</i> – Reator Refrigerado a Gás
hc	Hexagonal compacta
Hz	Hertz
INB	Indústrias Nucleares do Brasil

k_b	Rigidez da base
k_c	Rigidez da célula
LOCA	<i>Loss of coolant accident</i> – acidente por perda do fluido refrigerante
LWGR	<i>Light Water Cooled Graphite Moderated Reactor</i> – Reator Refrigerado a Água e Moderado a Grafite
m_{base}	Massa da base
m_{car}	Massa do carro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
m_{grad}	Massa da grade espaçadora
mm	Milímetro
MO	Microscopia óptica
m_t	Massa total
M_x	Momento na direção x
M_y	Momento na direção y
M_z	Momento na direção z
Nb	Nióbio
NGF	<i>New Generation Fuel</i> - Nova geração de combustível
O	Oxigênio
Pb	Pressão do batente sobre a vareta combustível
PHWR	<i>Pressurized Heavy Water Reactor</i> – Reator Refrigerado a Água Pesada Pressurizada
Pm	Pressão da mola sobre a vareta combustível
PPS	Ponto padrão da superfície
PWR	<i>Pressurized Water Reactor</i> – Reator a Água pressurizada
rpm	Rotação por minuto
Sn	Estanho
UO ₂	Dióxido de urânio
V	Volts
w	Velocidade angular
x	Distância nominal horizontal entre os eixos
y	Distância nominal vertical entre os eixos
z	Distância nominal dependente da posição de montagem da vareta combustível em relação a linha de centro da grade espaçadora
Zr	Zircônio

α

Alfa

β

Beta

$\varepsilon a = \varepsilon c$

Deformações ortogonais

1 INTRODUÇÃO

A energia nuclear é a mais eficiente fonte de energia substituta para combustíveis fósseis, sendo responsável por uma parcela significativa do fornecimento de energia elétrica em países desenvolvidos. Portanto, é essencial garantir a segurança das usinas nucleares, eliminando ou minimizando acidentes inesperados.

As varetas combustíveis de um elemento combustível nuclear impedem a perda de material nuclear para o fluido refrigerante, ou seja, funciona como uma primeira barreira de segurança. Para selecionar um material adequado para essas varetas combustíveis, devem-se considerar alguns fatores importantes, como as propriedades mecânicas, a resistência à radiação e à corrosão (LEE *et al.*, 2007).

Para alcançar o alto nível atual de confiabilidade e economia de combustível em Reatores a Água Pressurizada (PWR), os fornecedores líderes mundiais fizeram esforços substanciais no desenvolvimento avançado de combustíveis e materiais nucleares de alto desempenho e aprimoramentos da tecnologia de fabricação.

O material utilizado em revestimentos de combustível nuclear suscetível ao desgaste por fretting nos reatores nucleares é feito de liga à base de zircônio. As ligas de zircônio são altamente desejáveis devido ao seu bom comportamento mecânico, resistência à corrosão e baixa seção transversal de absorção térmica de nêutrons. No entanto, a resistência ao desgaste é menor que a das ligas de níquel e materiais de aço inoxidável de qualidade nuclear. Nas últimas décadas, ligas de Zr, como a família Zircaloy (Zr-Sn-Fe-Cr-Ni), foram desenvolvidas e a resistência delas ao desgaste por fretting foi avaliada (CHO *et al.*, 1998; LIN *et al.*, 2016; QU *et al.*, 2016). Ligas mais recentes, como Zirlo (Zr-Nb-Sn-Fe), otimizadas para melhorar a resistência à corrosão e a resistência mecânica, substituíram o Zircaloy em reatores a água pressurizada (SABOL, 2005).

Com base no banco de dados de falha de combustível em várias operações em reatores a água pressurizada, pode-se assumir quatro principais causas de falha de combustível, que devem ser eliminadas por meio de programas avançados de desenvolvimento de combustível e revestimento. As quatro principais falhas são fretting entre a grade espaçadora e a vareta combustível, desgaste por atrito induzido por detritos, corrosão excessiva do revestimento e erro de montagem de combustível (KIM, 2013). Dessa forma, o dano por fretting vareta combustível/grade espaçadora permanece como uma causa significativa de falha de elementos combustíveis nucleares.

O fretting ocorre na área de contato entre duas superfícies sob carga e sujeitas a

movimentos relativamente minúsculos por vibração ou outras forças. Esse tipo de desgaste provoca perda de material na superfície de contato e diminui a resistência à fadiga de materiais que operam sob tensão cíclica (TANG *et al.*, 2014).

As varetas de elemento combustível são suportadas pelas forças de fricção entre a vareta e as molas e batentes da grade espaçadora. Quando o reator opera, o fluido refrigerante flui através da superfície das varetas e causa o fenômeno de vibração induzida por fluxo, o qual é considerado a principal força motriz de danos por fretting das varetas combustíveis (TANG *et al.*, 2014).

Há anos o desgaste por fretting é reconhecido como uma deficiência significativa em várias aplicações industriais. O desgaste por fretting está associado ao serviço de longo prazo de operação de componentes mecânicos e de engenharia, incluindo acoplamentos de motores aeronáuticos (LEEN *et al.*, 2002), eixos de locomotivas (ZHENG *et al.*, 2010) e combustível nuclear (LEE; KIM, 2013). Uma visão geral de falhas por fretting ocorridas em estruturas reais é apresentada por Hoepfner (2006).

O dano por fretting ocorre quando duas superfícies de contato sofrem um movimento relativo oscilatório de pequena amplitude e pode resultar em uma redução considerável na vida útil do componente.

Um dos problemas mais comuns e dispendiosos que apresenta uma grande preocupação de segurança em usinas nucleares é o dano causado pelo desgaste por fretting oriundo da vibração induzida por fluxo (FIV) entre a vareta combustível e a grade espaçadora de elementos combustíveis, uma vez que é o principal contribuinte para falhas de varetas de combustível nuclear em reatores a água pressurizada. Esse é um problema grave, pois os danos causados pelo desgaste por fretting nas varetas de combustível podem levar à perfuração e consequente vazamento de material radioativo. De fato, mais da metade dos incidentes de vazamento resultam de danos ao fretting entre a grade espaçadora e a vareta combustível (KIM, 2009; LORENZO-MARTIN *et al.*, 2019).

O desenvolvimento de um protótipo capaz de reproduzir o desgaste por fretting, incidente sobre as varetas combustíveis no interior de reatores nucleares durante a geração de energia por fissão nuclear de urânio, tornará possível sugerir algumas alterações no projeto de fabricação de elementos combustíveis Angra I, conduzindo a melhorias de segurança e confiabilidade de projeto do sistema vareta e grade espaçadora que tem desenvolvido desgaste por atrito acelerado – fretting.

Ademais, a realização de tratamentos térmicos na liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe com o objetivo

de melhorar a resistência dela ao desgaste por fretting de um componente pode ser de grande valia para se iniciar o desenvolvimento desse tipo de componente no Brasil.

Além disso, o ganho se torna evidente a partir do momento em que o assunto é restrito a uma tecnologia ainda não dominada no país e que, por isso, torna-se extremamente necessária a participação de instituições de ensino e pesquisa no estudo e desenvolvimento dessa tecnologia.

Diante das informações apresentadas, a realização de tratamentos térmicos em amostras de varetas combustíveis de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe de modo a se obter o aumento da resistência mecânica e, conseqüentemente, o aumento da resistência ao fretting e ainda promover a caracterização desse material na condição como recebida e após a realização dos tratamentos térmicos apresenta contribuições importantes à área nuclear, possibilitando um aumento no grau de conhecimento no desenvolvimento de componentes nucleares, tanto para a indústria quanto para a área acadêmica. Para melhor entendimento, esta tese foi dividida nos seguintes capítulos: Capítulo 1 “Introdução”, Capítulo 2 “Objetivos”, Capítulo 3 “Revisão Bibliográfica”, Capítulo 4 “Materiais e Métodos”, Capítulo 5 “Resultados e Discussão”, Capítulo 6 “Conclusão”, Capítulo 7 “Sugestões para Trabalhos Futuros”, Capítulo 8 “Revisão Bibliográfica” e Capítulo 9 “Anexo: Lista de Publicações”.

2 OBJETIVOS

2.1 *Objetivo Geral*

Este trabalho teve como objetivo geral a investigação da ocorrência do desgaste por fretting em vareta de elementos combustíveis de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe visando melhorar o comportamento mecânico desse material por meio de tratamentos térmicos. Para tanto, desenvolveu-se um aparato experimental capaz de reproduzir o desgaste por fretting a frio nessa liga à frequência de vibração observada no reator Angra 1 durante a geração de energia nuclear.

2.2 *Objetivos Específicos*

- i. Construção e validação de um aparato mecânico capaz de reproduzir a ocorrência de fretting em varetas combustíveis fabricadas a partir de uma liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe;
- ii. Expolração dos diagramas de fase Zr-Nb e Zr-Sn para a liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe utilizada;
- iii. Realização de tratamentos térmicos nas temperaturas de 580 °C, 630 °C, 830 °C e 960 °C visando o endurecimento do material a partir da transformação $\alpha\text{Zr} \rightarrow \beta\text{Zr}$;
- iv. Caracterização microestrutural da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe antes e após tratamentos térmicos;
- v. Avaliação do comportamento mecânico do material via ensaios de tração uniaxial e microdureza Vickers antes e após tratamentos térmicos;
- vi. Realização de ensaios de desgaste por fretting sobre amostras de varetas combustíveis da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, antes e após tratamentos térmicos em uma dada posição de uma grade espaçadora tipo Angra 1;
- vii. Caracterização em três dimensões da natureza do desgaste através das técnicas de Microscopia Eletrônica por Varredura e Microscopia Confocal;
- viii. Cálculo da perda de massa e área da região de desgaste.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, foi realizada uma explanação acerca da utilização do zircônio na indústria nuclear, tratando em especial sobre a liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, e das características que tornaram esse tipo de material tão interessante para essa e outras aplicações tecnológicas e o resultado de diferentes tratamentos térmicos em ligas de zircônio. Também foi enfatizada a indústria nuclear, bem como a fissão nuclear e reatores nucleares, e o elemento combustível e o desgaste por fretting entre a vareta combustível e a grade espaçadora.

Também foi realizada uma revisão bibliográfica dos principais trabalhos científicos dos últimos anos relacionados ao desgaste por fretting em varetas de elementos combustíveis e tratamento térmico de ligas de zircônio.

3.1 O Zircônio

O zircônio foi descoberto por acaso, em 1789 (ano historicamente marcado pela Revolução Francesa), pelo químico alemão Klaproth, ao se deparar com uma substância desconhecida durante análise de pedras preciosas. Essa descoberta é confirmada por outros químicos, entre eles Vauquelin, que em 1797 realizou investigações quanto a esse novo pó e dá a ele o nome de "zirconia", além de detalhes de preparação e a determinação de propriedades de alguns de seus compostos (MILLER, 1957).

A primeira produção de zircônio em escala laboratorial ocorreu em 1824, quando Berzelius conseguiu isolar o metal de forma pura. A análise de suas propriedades revela um material que não apresentava nenhuma característica atrativa para a sua utilização. Essas conclusões errôneas se devem, em parte, ao não reconhecimento da influência das impurezas presentes no material analisado.

Sua aplicação começa no final de 1940, pela utilização na indústria por meio do uso em tubos de revestimento de combustível de submarinos. Em 1950, após ter sido conhecido o Háfnio, o qual ocorre naturalmente com o zircônio, verificou-se que os cálculos da seção de choque de nêutrons térmicos no zircônio estavam incorretos. Pesquisas conduzidas em Oak Ridge permitiram estabelecer corretamente os cálculos, tornando o zircônio bastante atrativo para tubos de reatores de nêutrons térmicos (LUSTMAN; KERZE, 1955).

O zircônio, tal como o titânio, é classificado como um metal reativo que se combina com o oxigênio em altas temperaturas para formar óxidos estáveis (DAVIS, 1998). Um desses óxidos é o ZrO_2 , conhecido como zircônia. A zircônia possui alto ponto de fusão (2973 K),

baixa condutividade térmica e uma alta resistência à corrosão, sendo usada em refratários, pigmentos, dispositivos piezoelétricos, redutores cerâmicos, sensores de oxigênio, material estrutural refratário em aplicações nucleares, entre outras aplicações (AZAMBUJA, 2006).

3.1.1 Ligas de zircônio na indústria nuclear

A principal aplicação do zircônio metálico (cerca de 90% do consumo), no entanto, encontra-se na indústria nuclear. Devido à combinação de boas propriedades mecânicas, alta resistência à corrosão em alta temperatura e, principalmente, pela elevada transparência aos nêutrons, as ligas de zircônio são usadas como varetas de revestimento das pastilhas de dióxido de urânio, as quais são os combustíveis nas usinas nucleares.

A maior preocupação do setor nuclear é, sem dúvida alguma, a segurança de operação de um reator. Os materiais pertinentes a este tipo de ambiente são escolhidos de forma a oferecer um alto grau de confiabilidade durante operação, em que qualquer falha pode tomar proporções de um grave acidente. As especificações para novas ligas de zircônio são bastante restritivas devido à vasta quantidade de informações necessárias para verificação de seu comportamento seguro. As especificações das ligas atualmente utilizadas são suficientes para a otimização das propriedades, dentro de intervalos específicos de composição, e a microestrutura pode variar significativamente devido à transformação de fase do zircônio e à diferença de solubilidade dos elementos de liga nas diferentes fases.

As propriedades fundamentais que fazem do zircônio um metal amplamente utilizado na indústria nuclear é sua seção de choque, a qual não afeta de maneira efetiva a absorção de nêutrons dentro do reator em funcionamento. Associada a essa última característica, a resistência mecânica do metal também se apresenta favorável ao emprego desse material na estrutura do combustível.

Durante a análise de ligas binárias e ternárias à base de zircônio, foi descoberta, acidentalmente, por meio da contaminação de zircônio com 2,5% Sn, uma liga que apresentava um bom comportamento à corrosão, denominada por zircaloy-1. Pequenas modificações na sua composição deram origem ao zircaloy-2, que apresenta ferro, cromo e níquel como elementos de liga. Uma variação com baixo teor de estanho (0,25% - 0,5%), denominada por zircaloy-3, nunca foi produzida comercialmente, sendo logo abandonada em favor de uma liga livre de níquel, o zircaloy-4, desenvolvida para diminuir a captura de hidrogênio, e que apresenta uma melhor resistência à corrosão em relação ao zircaloy-2 (LELIEVRE, 1998; SEN *et al.*, 2000).

Para aumentar a taxa de queima do combustível, tende-se a prolongar o tempo de operação desse no reator, ocasionando, assim, o envelhecimento do zircaloy. Isso leva à queda das propriedades mecânicas dos elementos por danos causados pela radiação, oxidação e absorção de hidrogênio. Assim, desde 2002, o interesse no desenvolvimento de novas ligas, com melhores respostas a esses fatores, levou à elaboração das ligas da nova geração. Para a tradicional liga Zr-2,5% Nb, usada em reatores do tipo CANDU, por exemplo, resultados melhores foram obtidos diminuindo-se a concentração do nióbio para aproximadamente 1%. A liga ternária Zr-Nb-O com esse percentual de Nb é denominada M5™ e foi desenvolvida pela Framatome-Cezus no fim dos anos 90, com melhores respostas à fluência e à corrosão (BERTOLINO, 2001).

No intuito de melhorar ainda mais a performance em serviço e prolongar a vida útil dos reatores, foram adicionados outros elementos de liga e feitas alterações em seus teores. Nesse contexto, surgiram, dentre outras, as ligas da nova geração – Zirlo (Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe) e M5 (Zr-1Nb) –, para aplicações em modernos reatores de água leve, nos Estados Unidos, Europa e também no Brasil. A liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, objeto de estudo desta tese, já vem sendo utilizada na usina Angra I (LOBO; ANDRADE, 2010; SABOL, 2005).

Com a otimização do Zircaloy-4, verificou-se que um teor de estanho (Sn) baixo melhoraria a resistência à corrosão e, a partir disso, começou a reduzir a quantidade nominal de estanho de 1,55% no Zircaloy-4 para 1,3% no Zirlo. Similarmente, está se otimizando ainda mais a resistência à corrosão do Zirlo pela redução, ainda maior, na quantidade de estanho contida na liga. Como a redução do estanho diminui a resistência mecânica em condição não irradiada, uma das maneiras para compensar esse efeito consiste na adição de Nióbio na composição dessa nova liga (LOBO; ANDRADE, 2010).

3.1.2 Tratamentos térmicos em ligas de zircônio

À temperatura ambiente, o Zr- α apresenta estrutura hexagonal compacta (HC) e o nióbio, cúbica de corpo centrado (CCC). Acima de 863 ± 5 °C, o Zr passa de uma estrutura HC (Zr- α) a uma estrutura CCC (Zr- β). A solubilidade do Nb de estrutura CCC em Zr- α é baixa em temperatura ambiente e alcança um valor máximo em cerca de 0,7% atômico, a 600 °C (HAMPEL, 1961; DAVIS, 1998). Vale ressaltar também que, a adição de elementos de liga pode influenciar essas temperaturas de transformação (NEOGY *et al.*, 2007).

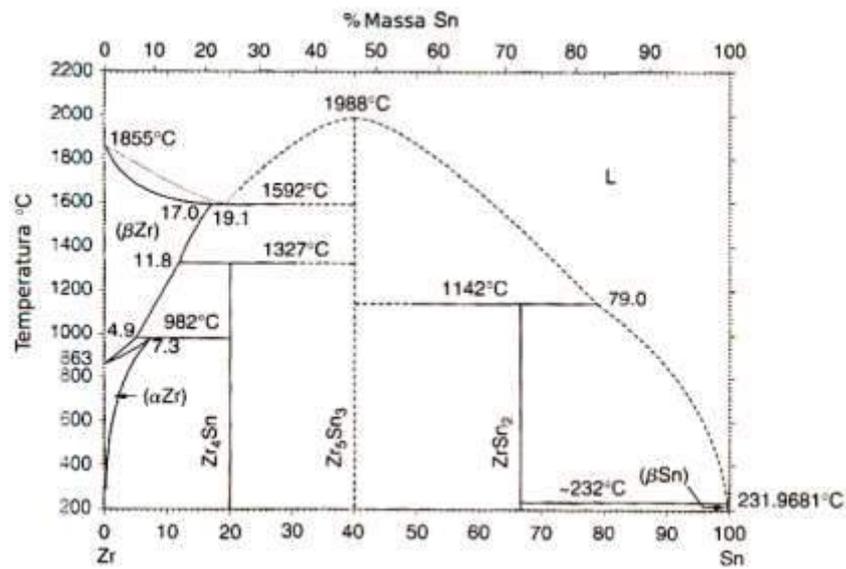
O Nb, quando em solução sólida, é considerado um forte estabilizador da fase- β . Nas

ligas comerciais com 1% de Nb, a fase β normalmente se apresenta na forma de finos precipitados esféricos, mas a morfologia desses depende das condições de processamento. Alguns autores interpretam essas partículas como Zr- β + Nb- β , formando uma solução sólida; outros, como partículas de Nb- β (ZIMMERMANN, 2014). O conteúdo de impurezas pode influenciar na solubilidade de Nb em Zr. No caso da liga quaternária Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, a presença de Sn e Fe pode induzir à formação de compostos intermetálicos (NEOGY *et al.*, 2007; JEONG *et al.*, 2003). Outros exemplos de elementos que são β -estabilizadores, baixando a temperatura de transição da fase α para a fase β , são: H, Fe, Cr, Ni, Mo, Cu, Ta, V, Th, U, W, Mn, Co e Ag.

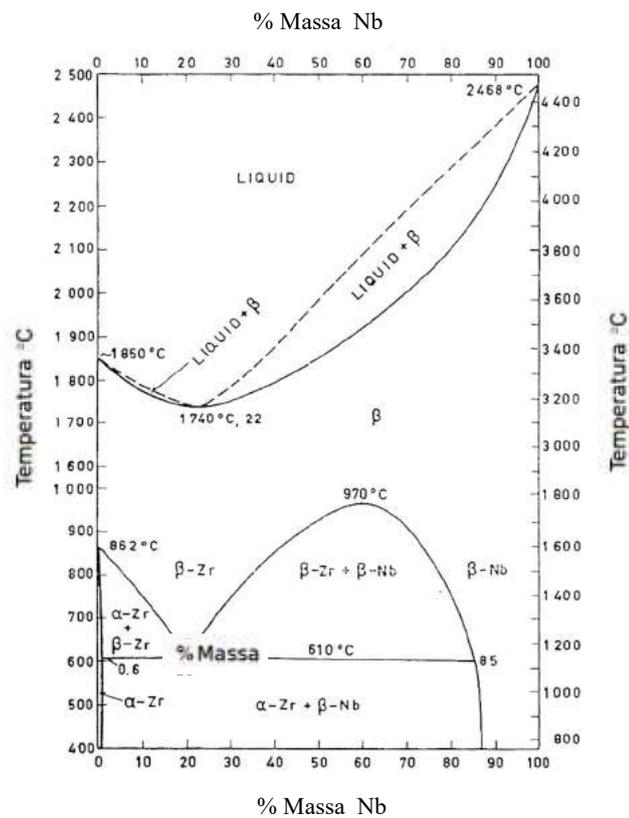
O Sn é um elemento estabilizador da fase α , e quando usado em concentrações compreendidas entre 1,2% e 1,8%, aumenta a resistência à corrosão, especialmente por abrandar os efeitos deletérios do nitrogênio, na deterioração desse comportamento e exerce um certo impacto nas propriedades mecânicas pelo aumento do limite de escoamento em tração (SCHWOPE *et al.*, 1955).

Como citado anteriormente, o Zirlo representa uma modificação do Zircaloy-4 com a redução da quantidade de estanho, ferro e cromo e adicionando nióbio. Desde que o estanho seja um estabilizador da fase α e o nióbio um estabilizador da fase β , a redução no estanho e a adição de nióbio resulta em reduções na temperatura de transformação alotrópica, na qual o Zirlo muda da fase α para a fase β , quando comparado ao Zircaloy-4. Isso fica elucidado pelos diagramas de fases no equilíbrio termodinâmico dos sistemas Zr-Sn e Zr-Nb, mostrados na Figura 1, em que o efeito dos teores usuais (próximos a 1% em peso) de Sn e Nb se fazem presente nas ligas Zirlo.

Figura 1 - Diagramas de fases no equilíbrio termodinâmico dos sistemas (a) Zr-Sn e (b) Zr-Nb.



(a)



(b)

Adaptado de Abriata (1983)

Os cristais de Zr- β formados a partir da fase Zr- α têm sua morfologia microestrutural dependente da taxa de resfriamento e teor de impurezas. Comumente, o resfriamento lento ou a manutenção da temperatura de encharque na região superior de estabilidade da fase α faz com que se desenvolva a formação de grãos equiaxiais mesmo com teores altos de impurezas de oxigênio ou nitrogênio (0,5%). No entanto, em ligas de zircônio com teores de oxigênio entre 0,13% a 0,39%, o resfriamento um pouco mais rápido resulta numa estrutura *Basketweave* ou *Widmanstätten*, enquanto a têmpera pode produzir estruturas aciculares resultantes de transformação martensítica (DANIELSON; SUTHERLIN, 2004).

Nas ligas comerciais de Zr-Nb-Sn-Fe, existem várias fases, dependendo da composição da liga e do histórico termomecânico. As fases comumente relatadas nessas ligas são as fases α Zr, β Zr, β Nb e ternárias Zr-Nb-Fe, geralmente designadas $Zr(Nb,Fe)_2$, $(Zr, Nb)_3Fe$ ou $(Zr,Nb)_2Fe$. Essa precipitação da fase β Nb e das fases ternárias de ZrNbFe no α Zr devem-se principalmente à baixa solubilidade de Nb na fase α Zr (HARTE *et al.*, 2018).

A microestrutura da liga Zr-Nb-Sn-Fe-Cr tratada termicamente em diferentes temperaturas foi estudada por Liu e colaboradores em 2005. As microestruturas foram investigadas por análise de microscopia eletrônica de transmissão aliada à espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Observou-se que não havia diferença óbvia no tamanho, forma e distribuição dos precipitados nessas amostras. A análise de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) revelou que todos os precipitados nessas amostras continham nióbio, o que era consistente com o das ligas de zircônio contendo nióbio a 0,4% estudadas por Isobe e colaboradores (1991).

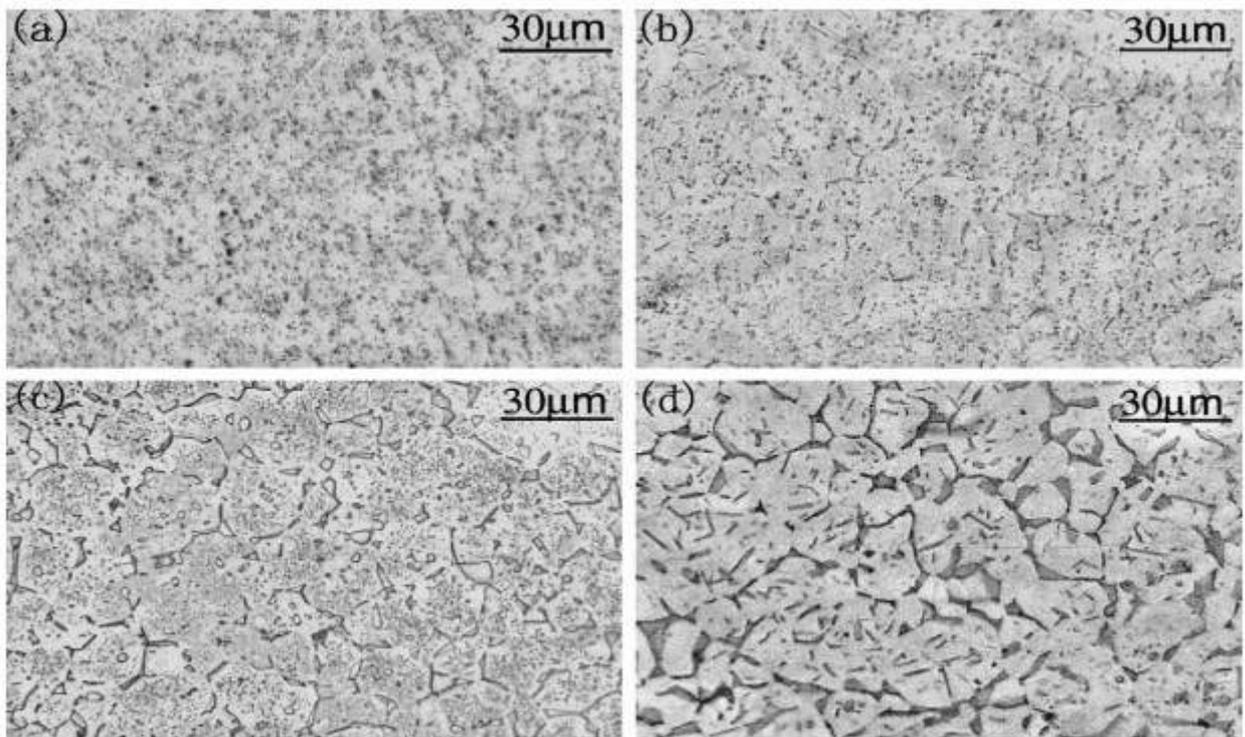
Ao adicionar Nb em Zr acima do limite de solubilidade, as fases β -Zr e β -Nb são formadas dependendo da temperatura do tratamento térmico. Ligas à base de Zr multicomponentes contendo Nb precipitam em uma forma complexa (KIM *et al.*, 2010).

A matriz α Zr da liga Zr-Sn-Nb-Fe-Cr possui estrutura cristalográfica semelhante à do Zr puro devido ao seu alto teor de Zr: uma estrutura hexagonal compacta de baixa temperatura (α) até a temperatura de transformação de fase, e uma forma cúbica de corpo centrado de alta temperatura (β). No revestimento convencional de Zr-Sn-Nb-Fe, cuja composição é próxima da liga Zr-Sn-Nb-Fe-Cr, foi observada dois tipos de partículas presentes: uma fase rica em nióbio identificada como β Nb, enquanto o segundo tipo eram partículas hexagonais de Zr-Nb-Fe (LIU, 2008).

A Figura 2 resume os resultados dos tratamentos térmicos α e $\alpha + \beta$ da liga Zr-Sn-Nb-Fe-Cr a quatro temperaturas diferentes. Pode-se observar que a distribuição e o tamanho de todos os grãos de cristal foram semelhantes após aquecimento por três horas em quatro

temperaturas diferentes. Após o aquecimento a 780 °C, 800 °C e 820 °C, apareceu uma fase cujo contraste era completamente diferente do α Zr em comparação com o de 750 °C. Além disso, precipitados esféricos e em forma de bastonete também apareceram nos grãos com o aumento da temperatura. As fases localizadas na junção de três grãos, nos limites dos grãos e nos grãos foram identificadas por difração de área selecionada como β Zr com uma estrutura cúbica de corpo centrado. Os principais precipitados foram identificados na liga por difração de área selecionada como fase Zr–Nb–Fe, com uma estrutura hexagonal compactada fechada, que foi assumida correspondendo a $Zr(Nb, Fe)_2$. Os resultados do teste de têmpera de 3 horas a 750 °C, 780 °C, 800 °C e 820 °C mostraram que a liga continha $\alpha+\beta$ fases durante o aquecimento a 780 °C e acima, e que a quantidade da fase β Zr cresce com o aumento da temperatura de tratamento térmico (LIU, 2008).

Figura 2 - Micrografia óptica da liga Zr–Sn–Nb–Fe–Cr após tratamento térmico: (a) 750 °C, (b) 780 °C, (c) 800 °C e (d) 820 °C.

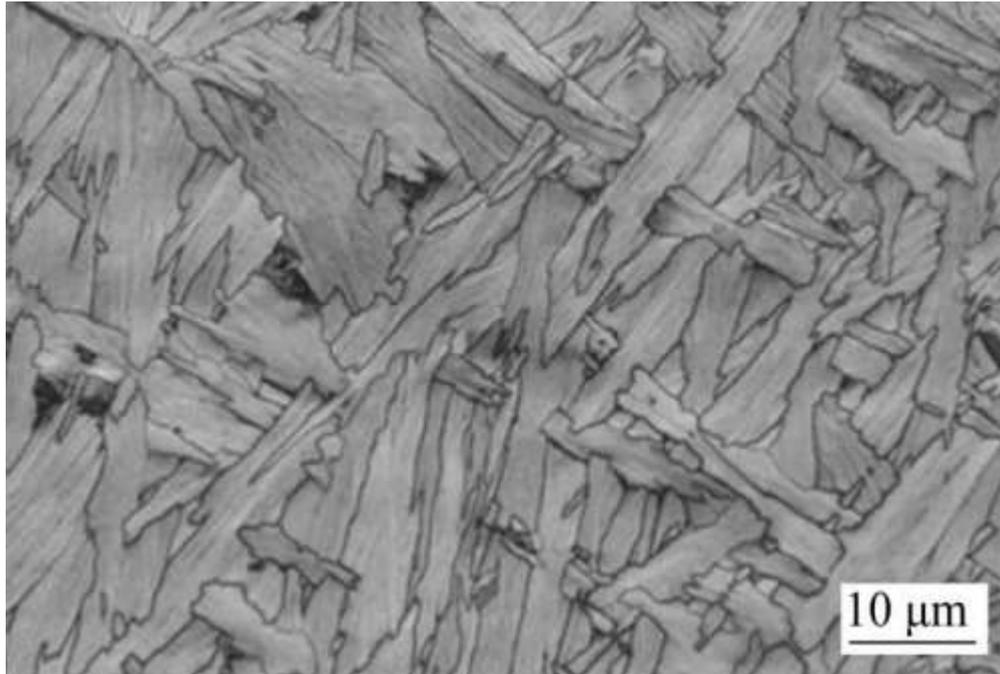


Adaptado de Liu *et al.* (2008)

Ligas do tipo Zr-Nb-Sn-Fe de diferentes teores de ferro foram tratadas termicamente a 850 °C (760 h), em que a microestrutura apresentada está na forma de estruturas de *Widmanstätten*. De acordo com os resultados de metalografia obtidos, a liga com maior teor de Fe se comporta de maneira semelhante à descrita acima, sendo a única diferença a razão α/β (CANAY *et al.*, 2000).

A caracterização microestrutural revela que a liga Zr-2,5Nb tratada termicamente a 1000 °C é caracterizada pela fase β Zr na forma de estrutura de *Widmanstätten* (CHAI *et al.*, 2018). A Figura 3 mostra a difração de elétrons retroespalhados (EBDS) da amostra Zr-2,5Nb tratada termicamente à 1000 °C.

Figura 3 - Caracterização da amostra de Zr-2,5Nb tratada termicamente.



Adaptada de Chai *et al.* (2018)

Hayashi e colaboradores (2013) investigaram a estabilidade de precipitados, tipo Zr–Nb–Fe e β Nb, em uma liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe sob irradiação de partículas de alta energia usando um acelerador de íons e um microscópio eletrônico de alta tensão. Os precipitados do tipo Zr-Nb-Fe e β Nb foram observados e as estruturas dos cristais foram determinadas como hexagonal e cúbica de corpo centrado, respectivamente. Este resultado está de acordo com um estudo anterior (ERWIN, 2001).

A influência da realização de tratamento térmico da liga Zr–Sn–Nb–Fe–Si–O nas propriedades de mecânicas foram estudadas por Chen e colaboradores (2015). A realização de tratamento térmico na liga resulta em um grande aumento na resistência ao escoamento e na resistência à tração final com uma diminuição no alongamento. A estrutura produzida durante a transição α - β é o principal motivo dos valores de propriedades mecânicas obtidos (YANG *et al.*, 2012).

Ligas de zircônio Excel foram tratadas termicamente em faixas de temperaturas, principalmente na faixa de transformação de fase $\alpha + \beta$, na qual produtos β transformados significativos são formados durante o resfriamento. Em geral, os resultados apontaram a presença de duas características comuns na microestrutura: grãos primários α equiaxiados (o retido α que não se transformou em β durante o aquecimento), que diminui progressivamente na fração de volume com o aumento da temperatura da solução; e estruturas do tipo *Widmanstätten*, que aumentam progressivamente na fração de volume com o aumento da temperatura da solução (AHMMED *et al.*, 2016). Sattari e colaboradores (2013) observaram achados semelhantes para o Zr-Excel extinto em água, onde um rápido aumento na fração de volume da fase β Zr foi relatado a 860 °C, que eles consideraram correspondentes às estruturas de *Widmanstätten*.

3.2 A Indústria Nuclear

No mundo atual, é crescente a necessidade de produção de energia para atender a sociedade de uma maneira geral, para criar facilidades e melhorar a qualidade de vida global. Essa energia pode ser obtida por meio de diversas fontes renováveis e não renováveis. As primeiras são aquelas que não terão fim com a sua utilização, como a água, o sol, o vento e a energia das marés. As segundas são aquelas que, após seu uso, não poderão mais ser recuperadas, como o carvão mineral, os derivados do petróleo e os elementos químicos usados na obtenção da energia nuclear.

É cada vez maior a preocupação com a substituição de combustíveis fósseis por outras fontes de energia mais abundantes e que não emitam (ou emitam em menor quantidade possível) gases do efeito estufa. Nesse sentido, a produção de energia nuclear não emite gases que contribuem para o aquecimento global. A energia nuclear tem sido uma alternativa para suprir parte dessa demanda energética e vem sendo desenvolvida para, cada vez mais, utilizar plantas industriais menores, mais seguras, com materiais mais sofisticados e produzir energia a partir de quantidades menores de combustível. A Tabela 1 mostra o conteúdo energético dos principais combustíveis (RIMA – ANGRA III, 2006).

Tabela 1 - Conteúdo Energético dos Principais Combustíveis.

Combustível	Capacidade de produção
1 kg de madeira	2 kwh
1 kg de carvão	3 kwh
1 kg de óleo	4 kwh
1 m³ de gás natural	6 kwh
1 kg de urânio	60000 kwh

Uma das maiores descobertas do século XX, as reações nucleares, liberando energia, radiação e radioisótopos, trouxe uma gama de possibilidades e benefícios para a humanidade, além de ser uma das mais conhecidas formas de destruição em grande escala (MURRAY, 2008). Tais reações permitiram o advento de uma nova área industrial, com enorme potencial, permitindo geração de eletricidade e economicamente viável.

A indústria nuclear está presente em 31 países, e possui grande importância na matriz energética de países como a França, sendo esse o país com a maior dependência desse tipo de fonte de energia elétrica. No Brasil, existem duas usinas nucleares em operação: Angra I, primeira usina nuclear brasileira e em operação desde 1985, possui capacidade instalada de 657 MW. Angra II entrou em operação em 2001 e possui capacidade de 1350 MW. Atualmente, encontra-se em construção uma terceira usina (Angra III) com as mesmas características de Angra II, incorporando os avanços tecnológicos ocorridos no decorrer do tempo. A Figura 4 mostra a visão da Central Nuclear Almirante Álvaro Alberto (CNAAA). A CNAAA está localizada na região de Mambucaba - Praia de Itaorna (distrito de Cunhambebe), no município de Angra dos Reis, situada no litoral Sul do Rio de Janeiro. É nessa central nuclear que estão localizadas as duas usinas nucleares em operação (Angra I e Angra II) e que já recebeu a aprovação para a instalação de uma terceira unidade (Angra III), como citado.

Figura 4 - Central Nuclear Almirante Álvaro Alberto.



Adaptado de <https://www.eletronuclear.gov.br/> (2019)

O Brasil tem uma das maiores reservas de urânio do mundo, além de possuir a tecnologia de enriquecimento de urânio, que é o “combustível” utilizado nas usinas nucleares. No entanto, há que se investir no desenvolvimento de técnicas e materiais que permitam uma operação segura, de alto rendimento e de modo economicamente viável. Junto a isso, é preciso trabalhar a aceitação pública e a minimização de impactos ambientais.

3.3 Fissão Nuclear

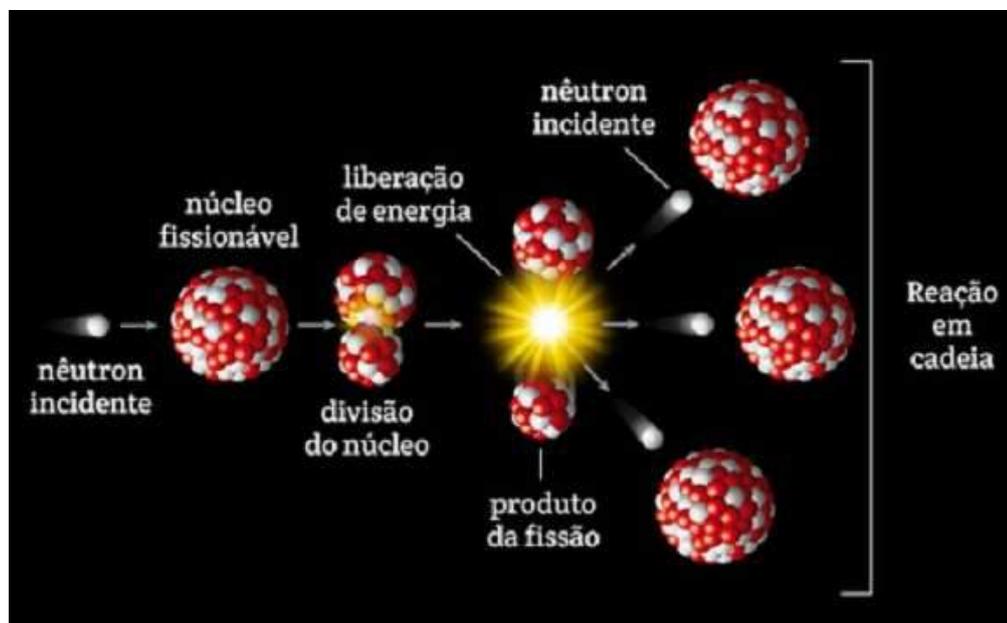
A fissão nuclear é o processo no qual o núcleo de um átomo com elevado número de massa (por exemplo, o urânio-235) se divide em dois outros núcleos menores, de massas próximas. Para que isso ocorra, é necessário bombardear o núcleo do átomo com nêutrons. Na fissão nuclear, além dos núcleos menores, também são produzidos de dois a três nêutrons que, por sua vez, podem atingir outros núcleos, que liberarão mais nêutrons.

A geração de energia nuclear começa com o bombardeamento de átomos de urânio. Quando os átomos são bombardeados com nêutrons, dividem-se em dois menores, geram de dois a três nêutrons e é liberada uma grande quantidade de energia. Esses nêutrons colidem com outros átomos de urânio e assim sucessivamente, sendo essa uma reação em cadeia, como esquematizado na Figura 5 (SIGNIFICADOS, 2019). Na usina nuclear, a energia usada para geração do vapor d’água que movimenta a turbina acoplada ao gerador elétrico vem do calor liberado na fissão dos átomos de urânio.

O isótopo urânio-238 existe em maior quantidade na natureza, mas esses átomos só sofrem fissão por nêutrons de elevada energia cinética. Assim, o isótopo do urânio utilizado para geração de energia nuclear é o urânio-235, fissionável por nêutrons de qualquer energia cinética, preferencialmente os de baixa energia.

O urânio encontrado na natureza precisa ser tratado industrialmente (processo conhecido como Enriquecimento), a fim de aumentar a concentração de urânio-235. Em bombas atômicas, o enriquecimento é acima de 90%, enquanto em reatores nucleares, em torno de 4%.

Figura 5 - Fissão nuclear e reação em cadeia, a partir dos nêutrons gerados na fissão inicial.



Adaptado de <http://www.significados.com.br/fissao-nuclear/> (2019).

3.4 Reatores Nucleares

Os reatores nucleares são os equipamentos responsáveis pela conversão da energia nuclear em energia térmica, que por sua vez é transformada em energia elétrica. Tais reatores podem ser classificados de acordo com sua finalidade, modo de operação ou ainda de acordo com os materiais utilizados (AZAMBUJA, 2005; PERROTA, 1999). Existem vários tipos de reatores nucleares, que variam entre si na maneira como operam, sistema de refrigeração, etc. Dentre eles, citam-se (AZAMBUJA, 2005):

- **GCR** – (*Gas Cooled Reactor*) – Reator Refrigerado a Gás;
- **AGR** – (*Advanced Gas-Cooled Reactor*) – Reator Avançado Refrigerado a Gás;
- **PHWR** – (*Pressurized Heavy Water Reactor*) – Reator Refrigerado a Água Pesada Pressurizada, mais conhecido pela denominação CANDU (Canadian Deuterium Uranium);
- **LWGR** – (*Light Water Cooled Graphite Moderated Reactor*) – Reator Refrigerado a Água e Moderado a Grafite;
- **LWR** – (*Light Water Reactor*) – Reator Refrigerado ou Moderado a Água Leve. São os mais utilizados no mundo e divididos em dois grupos:
 - **PWR** – (*Pressurized Water Reactor*) – Reatores a Água Pressurizada
 - **BWR** – (*Boiling Water Reactor*) – Reatores a Água Fervente

As usinas de Angra I e Angra II usam reatores do tipo Reatores a Água Pressurizada e o funcionamento de uma usina nuclear deste tipo é amplamente descrito por Bohn e Holzer (1974).

Conceitos modernos de reatores nucleares de potência vêm sendo pesquisados pelas principais empresas do setor nuclear no mundo, para serem aplicados na geração de energia elétrica. Os objetivos desses novos projetos são:

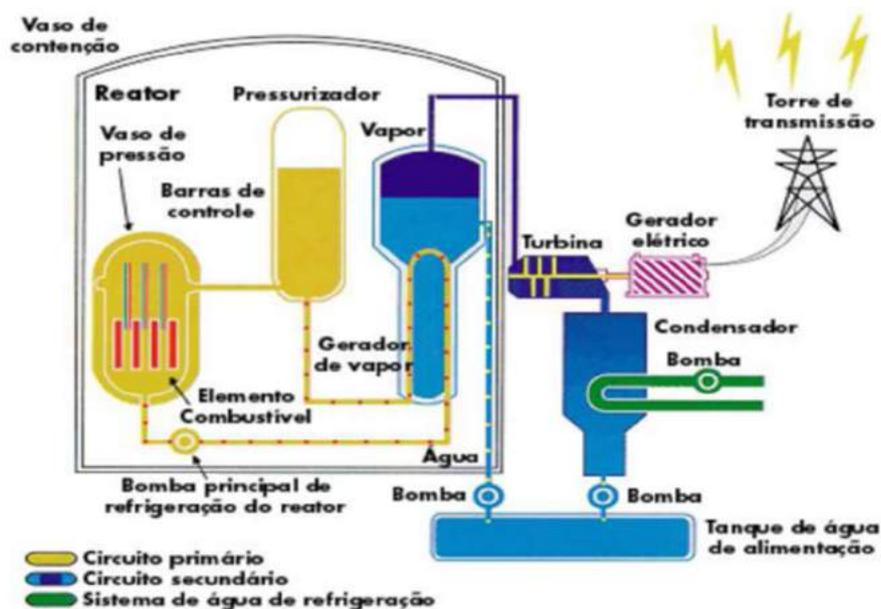
- segurança garantida por meio de mecanismos que minimizem as consequências de erros de operação, visando principalmente a uma redução da probabilidade de ocorrência de fusão do núcleo, em pelo menos um fator de 10, em relação aos projetos atuais de reatores em funcionamento;
- simplicidade de projeto, com maior segurança e maiores margens de desempenho nos principais parâmetros operacionais;
- maior confiabilidade para tempos de vida útil da planta, maior que 40 anos, e com aumento do fator de disponibilidade da planta;
- redução dos custos de investimentos, operação e manutenção da usina de forma a se tornar competitiva com outros tipos de geração de energia, buscando também diminuição do tempo de construção (de 3 a 5 anos, contra prazos mais longos atuais); e
- padronização de projeto com alto grau de qualidade, bem como certeza de licenciamento.

3.4.1 Reatores a Água Pressurizada (PWR)

Os reatores a água pressurizada, tipo PWR, foram desenvolvidos pela Westinghouse, oriundos de uma versão civil dos reatores desenvolvidos para os submarinos nucleares norte-americanos. Além da Westinghouse, Asea Brown Boveri-Combustion Engineering (ABB-CE), Framatome, Kraftwerk União, Siemens e Mitsubishi têm normalmente esse tipo de reator construído ao longo de todo o mundo.

Esse é o tipo mais comum de reator nuclear de potência para a produção de eletricidade e propulsão naval. Um reator do tipo PWR (Figura 6) usa água comum (leve) como refrigerante e como moderador, aquecida a 325 °C e que circula por trocadores de calor, chamados de geradores de vapor, em circuito fechado, chamado de circuito primário. A água é pressurizada de modo que não entra em ebulição (160 atm), e os trocadores de calor são usados para transmitir calor ao circuito secundário, onde o refrigerante pode ferver e produzir vapor a ser empregado conforme sejam as finalidades. A água que passa pelo circuito secundário está sob pressão inferior à do circuito primário e se transforma em vapor, aciona a turbina para a geração de eletricidade, condensa-se e retorna aos trocadores de calor para ser aquecida novamente. Os dois circuitos não têm comunicação entre si. Um terceiro circuito de água de um lago, rio ou mar, ou uma torre de resfriamento é usado para condensar o vapor.

Figura 6 - Diagrama esquemático de uma central nuclear com reator a água.



Adaptado de Cardoso *et al.* (2018)

O núcleo do reator tem a função de gerar energia térmica a partir do processo de fissão, sendo essa energia absorvida pelo refrigerante do reator, que a conduz aos geradores de vapor, onde é transferida para o circuito secundário.

O controle da potência do reator é realizado pela compensação dos efeitos de reatividade e pelo desligamento rápido do reator, feito por meio da variação da concentração de boro no sistema de refrigeração do reator ou pela inserção/retirada de barras de controle, obedecendo aos critérios a seguir:

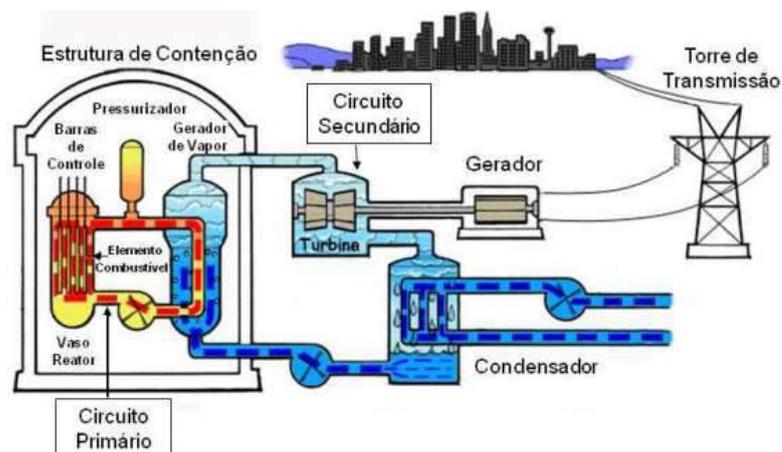
- (a) Variações lentas de potência: pela variação da concentração de boro e pela inserção/retirada de barras de controle;
- (b) Variações rápidas de potência: somente pela movimentação de barras de controle;
- (c) Desligamento rápido do reator: somente pela inserção das barras de controle.

O vaso de pressão tem a função de conter a fonte geradora de calor nuclear, as estruturas internas e conduzir adequadamente o fluxo de refrigerante. Ele é fabricado em aço especial de alta resistência, pois tem que suportar elevadas pressões e temperaturas e o bombardeio contínuo de nêutrons e outras radiações.

As estruturas internas têm as funções de suportar o peso dos Elementos Combustíveis e mantê-los na posição correta; guiar as Barras de Controle para garantir movimentações suaves; proporcionar uma distribuição uniforme de refrigerante entre as varetas dos Elementos Combustíveis e atuar como blindagem para o Vaso de Pressão.

A Figura 7 representa a geração de energia em uma usina nuclear com reator do tipo PWR, similar à Angra I e Angra II.

Figura 7- Geração de Energia em uma Usina de Energia Nuclear do Tipo PWR.



Adaptado de Cardoso *et al.* (2018)

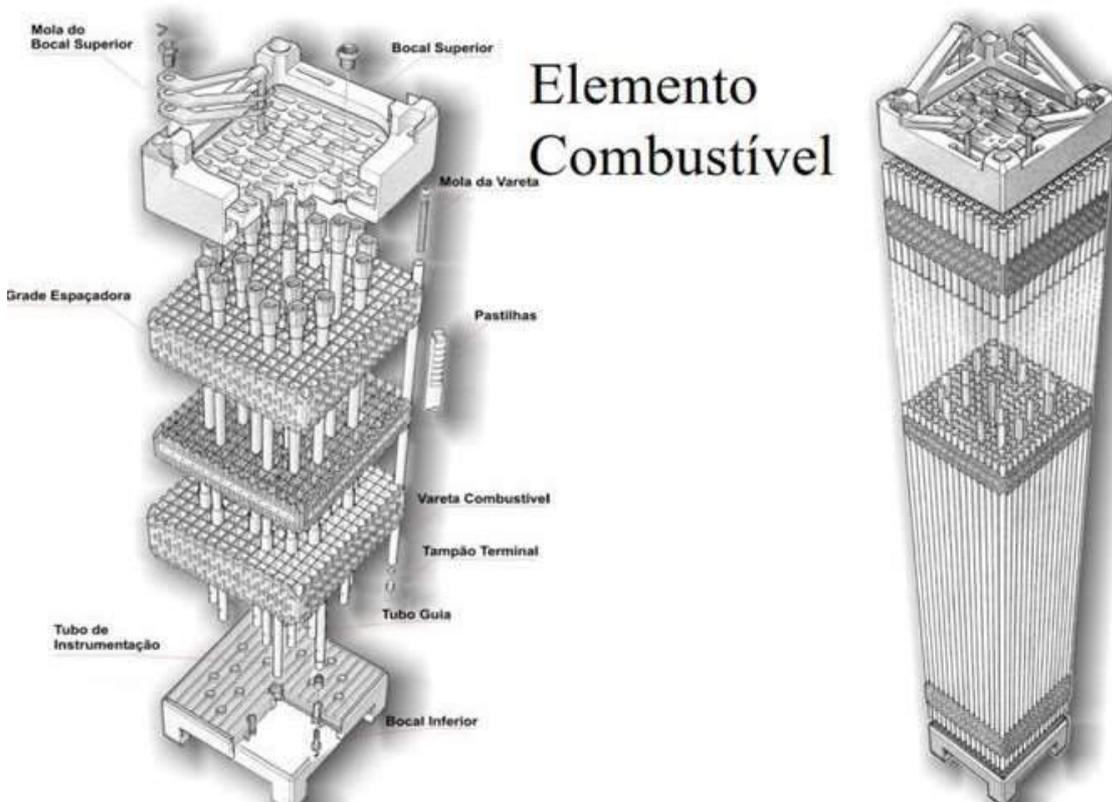
3.5 Elemento Combustível

O elemento combustível é um dos principais componentes de uma instalação nuclear. Ele é responsável por armazenar o urânio no vaso de pressão para que ocorra a fissão nuclear, transferir o calor gerado para o líquido refrigerante e, por fim, reter os produtos da fissão. Para isso, ele precisa ser transparente ao ataque de nêutrons, resistente à corrosão e ao desgaste, para que o processo possua confiabilidade, a fim de maximizar o aproveitamento da energia e a segurança do equipamento.

A configuração geral dos elementos combustíveis para gerar calor e possibilitar a transferência de calor para o refrigerante é uma combinação de varetas combustíveis num arranjo espaçado e reticulado, com algumas posições previstas para a inserção de barras de controle.

No caso de Angra I, o Elemento Combustível é o conjunto de 235 varetas de liga de zircônio, 20 tubos guias e 1 tubo de instrumentação, dispostos todos em uma matriz 16x16, e dois bocais (inferior e superior), conforme mostrado na Figura 8. A estrutura é mantida rigidamente posicionada através das grades espaçadoras.

Figura 8 - Elemento Combustível Angra I.



Adaptado de Esteves (2006)

A estrutura do Elemento Combustível (esqueleto), além de manter as varetas de combustível em suas respectivas posições e garantir o correto alinhamento das barras de controle, possibilita um manejo seguro do Elemento Combustível dentro e fora da usina.

No Brasil, a montagem do Elemento Combustível é realizada na Fábrica de Combustível Nuclear (FCN), Indústrias Nucleares do Brasil (INB), em Resende, Rio de Janeiro. A montagem exige rigoroso controle e total confiabilidade.

O elemento combustível mais moderno existente para as usinas com reatores do tipo PWR, equivalente à de Angra I, é o 16 NGF. No VIII Congresso Geral de Energia Nuclear, em 1998, a INB apresentou um trabalho demonstrando a viabilidade de se aumentar a capacidade da reação nuclear (reatividade) do elemento combustível de Angra I por meio da redução do diâmetro da vareta combustível desse elemento.

O interesse despertado por esse trabalho, aliado ao fato de que o elemento combustível de Angra I serve igualmente nas centrais nucleares de Krsko, na Eslovênia, e de Kori-2, na Coreia do Sul, levou à união da INB (Brasil), KNFC (Coreia) e Westinghouse (EUA) para desenvolverem em conjunto o projeto do combustível denominado 16 NGF (*Next Generation Fuel*).

Esse Elemento Combustível nuclear, paradoxalmente, atende ao desafio de aumentar a quantidade de energia gerada empregando-se uma menor quantidade de combustível. Isso se tornou possível por meio de uma melhor utilização do urânio (mais energia gerada por unidade de massa de UO_2), tendo em vista a obtenção de uma queima de descarga mais elevada reduzindo o consumo e a quantidade de elementos combustíveis dispostos na piscina durante a vida útil da central (PEREIRA, 2007). O Projeto New Generation Fuel (16NGF) utiliza a liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, cujas varetas possuem menor diâmetro, o que aumenta a eficiência energética e permite ciclos mais longos (ibid., 2007). As vantagens do Projeto 16NGF são: maior resistência ao cisalhamento, maior área de contato com a vareta, aumento da margem de fretting, melhor escoamento do fluxo, entre outras.

Os testes iniciais do Elemento Combustível avançado Tipo PWR 16x16 para Angra I, denominado 16NGF, resultaram em: aumento de cerca de 30% de energia por quilo de urânio no elemento combustível; redução de cerca de 9% na massa de urânio por elemento combustível; menor rejeito por Kwh gerado; aumento da potência de Angra I em 10%; aumento da resistência dinâmica à flambagem e da rigidez das grades o suficiente para atender aos critérios de projeto sísmicos durante um LOCA (*Loss of coolant accident*); compatibilidade entre o 16NGF e o 16STD (*Standart*) (ESTEVEES, 2006).

A Tabela 2 apresenta as principais diferenças entre o elemento combustível padrão e o elemento combustível de nova geração.

Tabela 2 - Comparação entre os elementos combustíveis 16NGF e 16STD.

Característica	16 STD	16 NGF	Observação
Queima máxima na VC ((MWd/MtU))	50.000	75.000	Maior energia gerada por massa de UO ₂
Diâmetro da vareta (mm)	9,500	9,144	Maior moderação de nêutrons (economia de 5,0 % por recarga)
Massa de UO₂ por EC (kg)	413	378	Economia no custo da recarga e redução do rejeito/GWh
Enriquecimento máximo	3,80	5,00	Permite maior queima média
Veneno queimável	Pyrex	Gd	Permite maior queima média
Material das varetas e tubos	Zircaloy-4	Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe	Maior resistência à corrosão
Material das grades Intermediárias	Inconel	Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe	Menor absorção de nêutrons (economia de 1,6% por recarga)
Grade misturadora	Não	Sim	Maior margem térmica
Grade de proteção	Não	Sim	Maior proteção

Adaptado de Song *et al.* (2004)

3.5.1 Vareta combustível

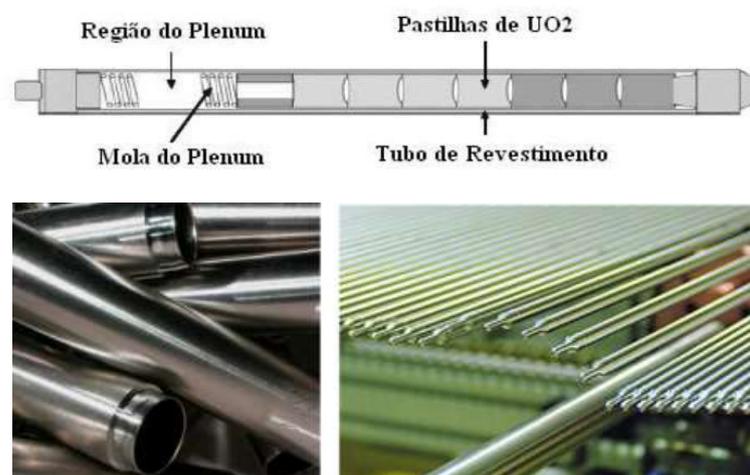
As varetas combustíveis são o principal componente feito de liga de zircônio em um elemento combustível. Os tubos sem costura são confeccionados por um processo denominado *pilgering* que evita tensões residuais indesejadas.

Esse elemento é responsável por confinar as pastilhas de UO_2 no núcleo do reator. Basicamente, é uma vareta metálica com formato cilíndrico cujo tamanho depende de alguns fatores, como o tamanho do reator e o projeto do elemento combustível como um todo. Para o reator do tipo PWR, elas podem chegar até 5 metros de comprimento e possuem cerca de 10 milímetros de diâmetro. Sua composição é de ligas especiais de zircônio devido a sua transparência aos feixes de nêutrons responsáveis pela fissão do núcleo do urânio e às características mecânicas típicas desses materiais como resistência à corrosão e à abrasão.

Dentro dela, as pastilhas de urânio não ocupam todo o seu volume, deixando um vão livre chamado de região *plenun*, onde são acomodados os gases oriundos da fissão nuclear. Para manter todas as pastilhas na devida posição, nessa região, existe uma mola e uma pastilha extra, composta de alumina (Al_2O_3), responsável por separar a última pastilha de urânio da mola. Além disso, ela é pressurizada com gás hélio, com o intuito de garantir uma boa condução térmica entre as bordas das pastilhas e do tubo (CACUCI, 2010).

As varetas combustíveis se fixam às grades espaçadoras por contato com molas que as empurram contra batentes, permitindo seu deslocamento axial relativo à estrutura. A Figura 9 mostra um esquema de uma Vareta Combustível.

Figura 9 - Vareta Combustível.

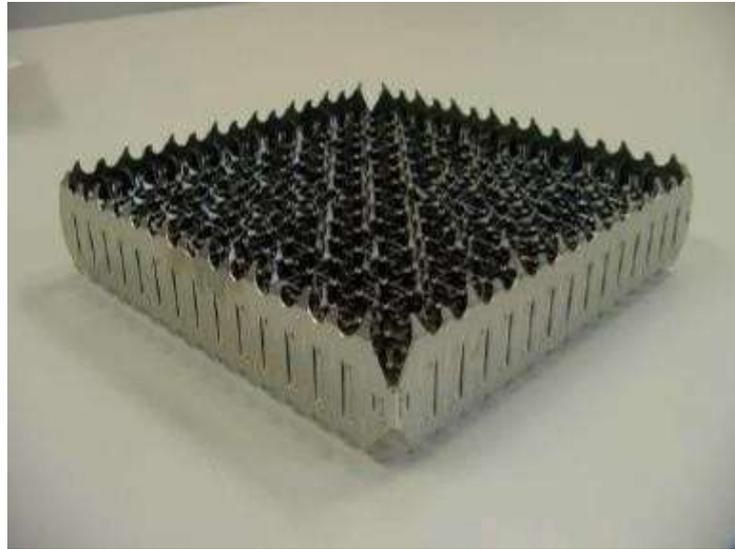


Adaptado de Cacuci (2010)

3.5.2 Grade espaçadora

A grade espaçadora, como o próprio nome sugere, é o componente responsável por separar e sustentar as varetas combustíveis dentro no núcleo do reator. Ela é um arranjo físico de várias tiras que apresentam rasgos e são soldadas em suas interseções. Neste trabalho, a grade utilizada é do mesmo material que a vareta (avanço do projeto do 16 NGF). No projeto 16 NGF, as grades inferiores e superiores são de Inconel 718 e as grades intermediárias e de fluxo são do mesmo material da vareta, a liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe. A Figura 10 mostra o exemplo de uma grade espaçadora.

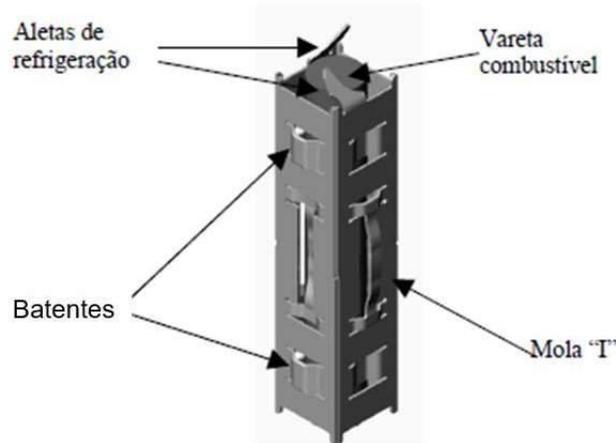
Figura 10 - Grade espaçadora de elemento combustível tipo 16x16.



Adaptado de Palheiros (2005)

Dentro da grade espaçadora, encontram-se as células de depósito das varetas. Essas células possuem em sua seção transversal uma geometria quadrada. Duas faces desse quadrado apresentam uma mola no formato “I” e nas outras duas estão os chamados batentes. Assim, a vareta irá ficar submetida a uma força elástica da mola em duas faces e a uma força de reação oposta àquela da mola nos batentes, como mostra a Figura 11.

Figura 11 - Exemplo da célula dentro da grade espaçador.



Adaptado de Carrilho (2005)

Com isso, as varetas ficam presas a essa estrutura somente por meio da força de atrito entre elas, as molas e os batentes, permitindo, assim, seu deslocamento relativo à estrutura devido a forças existentes no processo, como vibrações, movimento do fluido refrigerante e dilatação.

3.6 Desgaste por fretting durante a geração de energia nuclear

Fretting é definido como um fenômeno que ocorre na interface de contato entre dois componentes de montagem, sob um carregamento que dá origem a um ligeiro deslocamento oscilatório de fricção das superfícies que estão em contato (VANTADORI *et al.*, 2017).

Com base no banco de dados de falha de combustível coletado de várias operações do reator do tipo PWR, há quatro principais causas de falha de combustível, que devem ser eliminadas por meio de programas avançados de desenvolvimento de combustível e revestimento: fretting grade espaçadora/vareta combustível, desgaste por atrito induzido por detritos, corrosão excessiva do revestimento e erro de montagem de combustível (KIM, 2013). Dessa forma, o dano por fretting vareta combustível/grade espaçadora permanece como uma causa significativa de falha de elemento combustível em reatores do tipo PWR.

O dano produzido por contato entre duas superfícies, fretting, é determinado pelo mecanismo de desgaste abrasivo, o qual ocorre do contato entre a topografia superficial de duas áreas. A análise das áreas de contato de dois corpos rígidos desgastados ao longo do tempo, devido ao fenômeno de fadiga por fretting, tem sido bem estabelecida em estudos anteriores

(DING *et al.*, 2009; WARMUTH *et al.*, 2015; BHATTI; WAHAB, 2018; HIRSCH; NEU, 2013).

Geralmente, existe mais de um mecanismo em uma forma de desgaste. Os principais mecanismos que constituem um desgaste por fretting são conhecidos como adesão e abrasão. O desgaste por atrito é iniciado pela adesão e, quando as partículas de desgaste são subsequentemente oxidadas, ocorre abrasão. Após o desgaste da camada de óxido, as soldas a frio se formam nas asperezas da superfície, aumentando o coeficiente de atrito. O carregamento subsequente das superfícies causa a quebra dessas microssoldas, formando detritos de desgaste (*debris*). A facilidade com que as partículas de desgaste são dispersas tem um efeito significativo na taxa de fretting. Esses detritos de desgaste podem funcionar como um meio abrasivo, mas também podem formar uma terceira camada protetora do corpo, reduzindo o desgaste (SUNDE *et al.*, 2018). Ciclos de carregamento adicionais podem introduzir deformações plásticas e microfissuras nas superfícies. Se a taxa crescente de profundidade de desgaste por fretting for maior que a taxa de propagação de trinca, a trinca será removida com a perda de material. E novas trincas iniciais ocorrerão em locais diferentes devido à mudança da geometria de contato (TANG *et al.*, 2014). Ou seja, a remoção de material devido ao desgaste da superfície pode eliminar a nucleação de trincas na superfície do material (SUNDE *et al.* 2018).

O desgaste por fretting causa perda de material na superfície de contato e diminui a resistência à fadiga dos materiais que operam sob tensões de ciclagem (KIM *et al.*, 2006). As transições naturais no desgaste podem ocorrer à medida que terceiros corpos são formados dentro dos limites do contato. À medida que o desgaste ocorre, o contato pode se soltar, alterando a força normal com o tempo (BLAU, 2015).

Em 2014, Blau considerou o problema desafiador de uma barra de combustível nuclear de Zircaloy-4 contra sua grade de suporte por vibração induzida por fluxo do fluido de arrefecimento pressurizado do núcleo do reator. Esse fenômeno é chamado na indústria nuclear de fretting de grade-vareta combustível. Foi proposto durante este trabalho que três estágios, separados por transições naturais, ocorreram após a instalação de uma nova vareta combustível e a entrada em operação do reator:

- 1) Estágio 0 (sem desgaste) - a vareta combustível está totalmente presa para impedir o movimento, ou existe um espaço entre ela e a grade;
- 2) Estágio 1 (desgaste da camada externa do revestimento) - desgaste do óxido natural do revestimento, ou através de uma camada de revestimento protetiva colocada no revestimento da vareta combustível; e

3) Estágio 2 (desgaste da liga do substrato após o desgaste da camada externa) – desgaste do material da vareta combustível.

Outro parâmetro importante sobre o desgaste por fretting diz respeito à amplitude dos deslizamentos. Attia (2006) concluiu que, em ligas de Zr-2,5%Nb, em amplitudes relativamente pequenas, as perdas de desgaste volumétrico são de natureza cíclica devido à competição e à interação entre os mecanismos de desgaste adesivo e abrasivo. Em amplitudes de deslizamento relativamente elevadas, a contribuição do desgaste adesivo torna-se insignificante. Assim, segundo Attia (2006), o coeficiente de desgaste volumétrico é menor em pequenas amplitudes.

King e colaboradores (2005) definiram que três mecanismos de desgaste dominantes podem ser observados nas cicatrizes de desgaste das varetas de combustível: abrasão (identificada pela presença de material arrancado), adesão (identificada pela remoção de partículas grandes em conjunto com material rasgado) e deformação plástica (identificada por uma superfície arranhada com desprendimento de pequenas partículas de material). A abrasão é o mecanismo mais grave, resultando em cicatrizes profundas de desgaste. A deformação plástica é o mecanismo mais suave, resultando em cicatrizes de desgaste rasas. A adesão é um mecanismo intermediário, sobrepondo a porção superior da faixa de deformação plástica e a porção inferior da faixa de abrasão.

Os efeitos competitivos da estrutura tribologicamente transformada, o destacamento de partículas e a nucleação de trincas por desgaste por fretting tornam uma previsão quantitativa para um dado material e dadas condições de operação muito difíceis. O processo de iniciação por trinca é altamente dependente da microestrutura do material.

Conforme dito anteriormente, os vazamentos são uma preocupação significativa para os projetistas de reatores do tipo PWR e operadores de fábrica. De fato, foi estimado que mais de 70% dos vazamentos resultam do desgaste por fretting entre a vareta combustível e a grade espaçadora. Há muito tempo estão sendo empreendidos esforços para entender melhor os processos de desgaste por fretting entre a vareta combustível e a grade espaçadora, mas a incapacidade de realizar experimentos controlados de desgaste dentro de reatores nucleares em funcionamento limitou a capacidade de testar hipóteses ou validar diretamente modelos de desgaste por fretting (BLAU, 2014).

Para alcançar o alto nível atual de confiabilidade e economia de combustível nuclear, os fornecedores líderes mundiais fizeram esforços substanciais no desenvolvimento avançado de combustíveis e materiais nucleares de alto desempenho e aprimoramentos da tecnologia de fabricação.

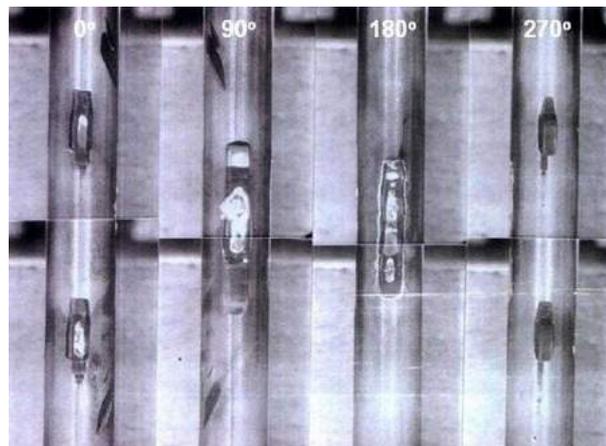
Na estrutura de um estudo de desgaste do combustível, certamente, é necessário estudar

o mecanismo de desgaste, pois está associado à evolução e à gravidade do desgaste, uma vez que o processo de desgaste por fretting não é constante ao longo do tempo de exposição do elemento combustível ao reator. Além disso, não se pode afirmar que ele se inicia tão logo o sistema entre em operação (ibid., 2014).

Kim e Suh (2009) relataram que os primeiros sinais de vazamento das varetas de combustível nuclear em um elemento combustível semelhante ao utilizado nesse experimento, ou seja, com varetas combustíveis de liga composta por Zr-Nb-Sn-Fe, indicam que, em uma ampla faixa de tempo de operação, foram observados, principalmente na periferia do núcleo do reator, nas sete primeiras e nas quatro últimas linhas da grade espaçadora, respectivamente. O mesmo resultado foi obtido por Yan e colaboradores (2011).

A vareta combustível é sustentada na vertical por uma série de grades espaçadoras. Para realizar essa sustentação, ela possui uma mola e um batente distanciados 90 graus entre si e são justamente esses dois componentes da grade que promovem o desgaste por fretting nas varetas combustíveis. A Figura 12 mostra a diferença das cicatrizes ocasionadas pela mola e pelo batente pertencentes à grade espaçadora em varetas de elementos combustíveis do tipo 16x16 do reator KOFA (Coreia).

Figura 12 - Exemplo de desgastes por fretting ocasionados pelo contato entre a vareta combustível e a mola e entre a vareta combustível e o batente.



Adaptado de Kim (2009)

Estudos relacionados com o início de trinca por fretting apresentam o ponto de maior intensidade da força tangencial, como o ponto da área onde se desenvolvem as trincas por fretting. Wright e O'Connor (1971), Lichen e colaboradores (2013) e Nishioka e Hirakawa (1969) fundamentaram suas pesquisas baseados numa análise envolvendo elementos finitos, considerando a teoria de que a trinca não ocorre no limite do contato mas sim em algum ponto

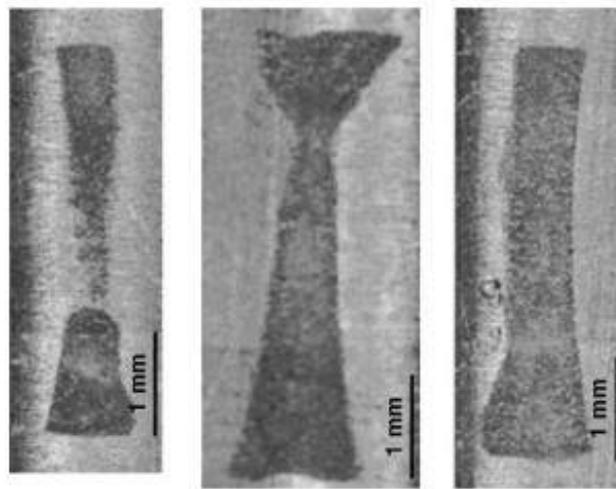
na área de contato do trecho da posição relativa, onde a força tangencial é máxima. Lichen e colaboradores (2014) determinaram que a trinca não ocorre no meio da área de contato onde a profundidade de desgaste atingiu o máximo, mas na borda da área de contato inicial.

Lee e Kim (2007) utilizaram dois tipos de espécimes de mola, uma com formato côncavo e outra com formato convexo, em testes em uma frequência de 30 Hz e em dois ambientes distintos (seco e com água destilada) à temperatura ambiente. Durante os testes de desgaste por fretting, a força de atrito entre as superfícies de contato foi diminuindo gradualmente, para ambos os formatos de mola. Esse resultado indica que um mecanismo de desgaste por fretting pode ser alterado com o aumento do número de ciclos, devido a uma variação das condições de carregamento. Na condição de mola côncava, a faixa de força de atrito diminuiu rapidamente. No entanto, o mesmo parâmetro não mostra uma diminuição significativa em até 10^6 ciclos na condição da mola convexa. Os resultados dos estudos demonstraram que com o aumento do número de ciclos, o comportamento dos detritos e o mecanismo de desgaste por fretting podem ser alterados por uma variação da condição de contato que é determinada pelo formato da mola. Ademais, o comportamento do desgaste para a condição seca foi consideravelmente afetado pela interação entre a forma da mola e o comportamento de liberação dos detritos de desgaste ou o comportamento de formação da camada de partículas de desgaste.

Em um estudo anterior, sobre a influência da superfície de contato no desgaste por fretting em uma vareta combustível, Kim e Lee (2003) observaram que a mola com contorno côncavo (mola côncava) pode revelar regiões de desgaste separadas nas diferentes áreas de contato. As regiões de desgaste separadas se expandem para dentro e se conectam eventualmente à medida que o deslocamento do escorregamento ou o ciclo aumenta. No entanto, o desgaste ocorre sempre em toda a superfície de contato quando a mola com contorno convexo (mola convexa) é testada.

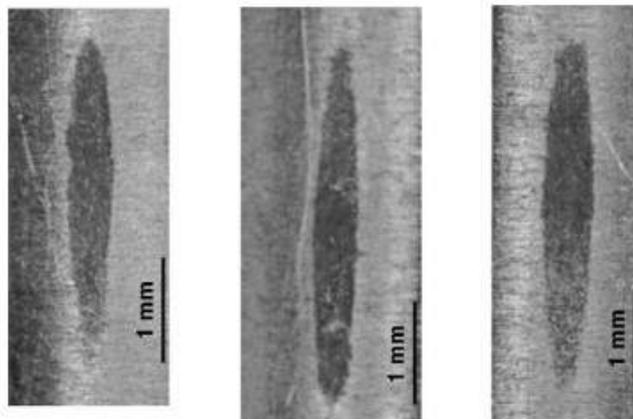
Conclui-se que a forma do contato influencia o comportamento da evolução do desgaste, conforme mostrado nas Figuras 13 e 14. A diferença na forma do desgaste pode ser explicada pela análise da mecânica de contato. Os resultados mostraram a formação de uma camada de detritos, que atua como uma barreira contra o desgaste no caso da mola convexa, o que resulta em menos desgaste, em comparação ao contato com a mola côncava. Portanto, a forma do contato também influencia o comportamento da dispersão de detritos.

Figura 13- Microscopia Óptica da amostra testada com a mola côncava.



Adaptado de Kim e Lee (2003)

Figura 14 - Microscopia Óptica da amostra testada com a mola convexa.



Adaptado de Kim e Lee (2003)

Ding e colaboradores (2007) relataram em seus estudos que os resultados indicam que a introdução da camada de detritos causa uma largura menor da cicatriz e uma profundidade de desgaste um pouco maior.

Kim (2009) verificou que o desgaste por fretting é gerado nas áreas de contato da grade com a vareta combustível por vibração induzida pelo fluxo. Esse desgaste por fretting da grade espaçadora para a vareta combustível induzido pelo fluxo pode ser iniciado em uma certa folga crítica da grade espaçadora para a vareta combustível, a qual depende fortemente do projeto do elemento combustível. Para avaliar o impacto dos projetos de mola de grade espaçadora na taxa de desgaste por fretting, foram realizados testes de desgaste por fretting para três tipos de projeto de mola por 500 horas, simulando as condições de fluxo do reator, demonstrando que em cada

projeto houve profundidade e volume de desgastes diferenciado.

O impacto do projeto do reator e do conjunto de combustível na extensão do desgaste da vibração e da fricção da grade à vareta combustível foi investigado por Kim e Suh (2009). A vibração externa pode ser gerada pela velocidade de fluxo do líquido de refrigeração do reator, perfis de fluxo radial não uniformes acoplados às partes internas do reator e configurações do núcleo do reator, além de folga de montagem do elemento combustível. A vibração interna pode ser gerada pelo padrão de palhetas assimétricas da grade espaçadora, *design* inadequado da grade espaçadora e número de grades espaçadoras. As condições de suporte da vareta combustível, como a área de contato grade-vareta e o tamanho da folga da grade-vareta, mostrou ter um forte impacto no retardo de desgaste por atrito nas mesmas condições de vibração externa e interna.

Estudo do comportamento de fretting em varetas combustíveis comparando diferentes geometrias de grades espaçadoras foi realizado por Kovács e colaboradores (2009). A análise do volume e profundidade das marcas de fretting demonstrou que o desgaste é mais severo no caso das molas com menor curvatura do raio. No caso das molas de maior curvatura de raio, uma maior quantidade de pontos de contato, assim como a maior superfície de contato, levou a um comportamento de fretting mais favorável. Em contrapartida, molas com uma menor curvatura de raio induziu a um comportamento de fretting menos favorável.

O efeito do diferencial de dureza nos danos por fretting, metal a metal, demonstrou que a dureza influencia na resistência ao fretting do material. Por exemplo, dureza ligeiramente reduzida (10%) de um membro pode reduzir os danos, embora o benefício seja marginal (Budinski, 2013). Tal resultado corrobora os estudos de Ramesh e Gnanamoorthy (2007), que concluíram que a dureza tem apenas um efeito marginal na melhoria à resistência ao desgaste por fretting. Resultados semelhantes foram obtidos por Guo e colaboradores (2018) ao realizarem ensaios de fretting com a liga 405 como recebida e tratada termicamente, na qual a que apresentou maior dureza apresentou menor dano por fretting.

Tang e colaboradores (2014) em seus estudos concluíram que o comportamento mecânico de contato da amostra de um tubo de parede fina é significativamente diferente de uma amostra padrão, sendo necessário estudar o comportamento do fretting diretamente na amostra de tubo de parede fina. Dessa forma, projetaram um dispositivo para ensaio de fretting diretamente nas amostras de varetas combustíveis. Os estudos demonstraram a formação de marcas de fretting na forma elíptica após um período de 10^4 ciclos. E a trinca não ocorreu no meio da área de contato, onde a profundidade atingiu o seu máximo, mas na borda da área de contato inicial.

Cálculos da profundidade de desgaste em varetas de elementos combustíveis

demonstraram que o desgaste por fretting grade espaçadora-vareta combustível pode ocorrer de maneira descontínua durante os ciclos de operação do reator (BLAU, 2014).

A temperatura do núcleo do reator também é um fator de influência na intensidade da ocorrência do desgaste por fretting entre a vareta combustível e a grade espaçadora. Quando a temperatura aumenta, os materiais da vareta combustível e grade espaçadora se tornam mais macios, causando desgaste abrasivo e adesivo mais significativo (LAZAREVIC *et al.*, 2018).

Uma menor perda de massa durante ensaios de desgaste por fretting em amostras tratadas termicamente foi observada por Park e colaboradores (2019). Em seus estudos, demonstraram que a perda de desgaste da amostra tratada a quente foi relativamente menor em comparação com o material como recebido.

Uma solução possível para minimizar o desgaste por fretting é revestir o material da vareta combustível. Hu (2018) estudou o efeito de revestimento em varetas combustíveis de liga de Zr-Nb-Sn-Fe em água de resfriamento primária simulada, como a usada em um reator a água pressurizada. Os resultados indicaram que o revestimento melhorou a resistência ao desgaste por fretting da vareta combustível.

Os tratamentos térmicos são eficazes e simples para melhorar a resistência ao desgaste por fretting dos materiais (FENG *et al.*, 2011).

A complexidade do problema de engenharia de desgaste da grade para a vareta combustível envolve fatores mecânicos, efeitos térmicos, efeitos do fluxo de fluido de resfriamento, efeitos triboquímicos e as propriedades dos materiais na interface que mudam após exposição progressiva às condições de contato (BLAU, 2019).

Várias abordagens são usadas para mitigar ou reduzir o desgaste por fretting nas usinas nucleares (FU *et al.*, 2000). Uma abordagem é modificar a geometria do componente e contato dos materiais. Essa abordagem nem sempre é possível e pode ser dispendiosa, pois qualquer alteração no projeto deve passar por testes rigorosos e, muitas vezes, por recertificação.

A lubrificação das superfícies de contato é outra abordagem frequentemente considerada. Essa abordagem pode ser fácil de implementar, mas nem sempre eficaz, devido ao papel limitado do lubrificante durante as condições de desgaste. Sob essas condições, a composição e a topografia da superfície dos materiais em contato são mais importantes.

A terceira abordagem para redução de desgaste é a engenharia de superfície/transformação de fases. Essa abordagem é a mais promissora, pois os danos por atrito são um mecanismo relacionado à superfície que envolve eventos mecânicos e químicos no material da superfície próxima.

Portanto, as estratégias que incluem otimização da composição, liga com outros

elementos e/ou manipulação de procedimentos de tratamento térmico são frequentemente adotadas para melhorar as propriedades mecânicas e de corrosão das ligas de zircônio.

3.7 Considerações Gerais acerca da Revisão Bibliográfica

Após essa revisão acerca dos principais trabalhos voltados ao desgaste por fretting entre a grade espaçadora e a vareta combustível em reatores nucleares do tipo PWR, alguns aspectos podem ser destacados em relação a cada uma das abordagens descritas:

- As ligas de zircônio têm sua principal utilização na indústria nuclear devido, principalmente, à combinação de boas propriedades mecânicas, alta resistência à corrosão em alta temperatura e elevada transparência aos nêutrons. A maior preocupação do setor nuclear é, sem dúvida alguma, a segurança de operação de um reator, logo os materiais pertinentes a esse tipo de ambiente são escolhidos de forma a oferecer um alto grau de confiabilidade durante operação, em que qualquer falha pode tomar proporções de um grave acidente. Portanto, as especificações para novas ligas de zircônio são bastante restritivas devido à vasta quantidade de informações necessárias para verificação de seu comportamento seguro;

- No intuito de melhorar ainda mais a performance em serviço e prolongar a vida útil dos reatores, foram adicionados novos elementos de liga às ligas de zircônio já anteriormente utilizadas na indústria nuclear e feitas alterações em seus teores. Nesse contexto, surgiu a liga da nova geração conhecida como Zirlo (Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe). Entretanto, apesar da evolução relacionada ao desenvolvimento de novas ligas de zircônio, o problema de desgaste por fretting entre a vareta combustível e a grade espaçadora ainda é responsável por mais de 70% dos vazamentos de material nuclear no sistema primário em uma usina nuclear (BLAU, 2014);

- Nesse sentido, conforme já mencionado anteriormente, várias abordagens são usadas para mitigar ou reduzir o desgaste por fretting nas usinas nucleares (FU *et al.*, 2000), sendo a utilização de tratamentos térmicos bastante eficaz e simples para melhorar a resistência ao desgaste por fretting dos materiais (FENG *et al.*, 2011). A melhora nas propriedades mecânicas da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe após os tratamentos térmicos está relacionada à presença de precipitados e à transformação de fase, uma vez que nas ligas comerciais de Zr-Nb-Sn-Fe podem existir várias fases dependendo da composição da liga e do histórico termomecânico. As fases comumente relatadas nessas ligas são as fases α Zr, β Zr, β Nb e ternárias Zr-Nb-Fe (HARTE *et al.*, 2018);

- O comportamento mecânico de contato de um tubo de parede fina, ou seja, da vareta de combustível nuclear, é significativamente diferente de uma amostra padrão (TANG *et al.*,

2014). Logo, é necessário estudar o comportamento do fretting diretamente em amostras de varetas combustíveis e grade espaçadora.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo foram descritos os materiais utilizados e a caracterização desses para a realização da tese. Foi descrita a metodologia utilizada nos tratamentos térmicos desenvolvidos, com o objetivo de melhorar as propriedades da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, assim como os ensaios utilizados para a caracterização das amostras como recebida e tratadas termicamente.

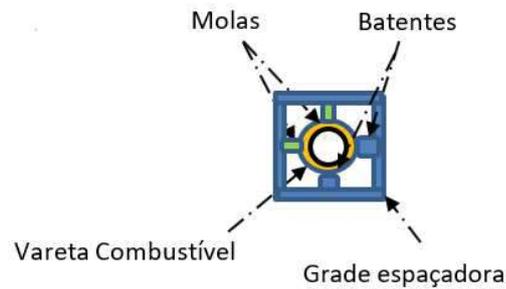
Por fim, foi descrito o processo experimental adotado para realização dos ensaios de propriedades mecânicas e do teste de fretting utilizando amostras de vareta combustível e grade espaçadora em um dispositivo desenvolvido para esse fim, e a caracterização das amostras por meio de microscopia confocal.

4.1 *Materiais*

Varetas tubulares utilizadas em elementos combustíveis tipo 16x16 com 1000 mm de comprimento e diâmetro externo de 9,13 mm fabricadas a partir de uma liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe foram utilizadas no presente trabalho para investigar a resistência ao fretting deste material.

Além disso, uma única grade espaçadora também fabricada a partir da mesma liga foi utilizada nos testes para reprodução de fretting. A grade espaçadora, composta por 256 células, distribuídas em 16 linhas horizontais com coordenadas no eixo z e 16 colunas verticais com coordenadas no eixo y, utilizada neste estudo, foi fabricada com a mesma liga de zircônio da vareta de elemento combustível e possui dimensões básicas nominal de 200 mm de base por 200 mm de altura e 60 mm de espessura. As células, onde são posicionadas as varetas de combustível nuclear, apresentam dimensional interno nominal de aproximadamente 12 mm de diâmetro, onde aloja-se um conjunto com duas molas e quatro batentes onde fixam as varetas de combustíveis nuclear na direção de seu eixo longitudinal. Esses apoios estão igualmente posicionados e espaçados radialmente 90° entre si, em cada célula (Figura 15).

Figura 15- Representação esquemática de contato entre a vareta combustível e a mola e o batente da grade espaçadora.



A grade espaçadora e as amostras foram gentilmente doadas pelas Indústrias Nucleares do Brasil S.A.

A Figura 16 mostra a grade espaçadora utilizada e exemplos de varetas de elementos combustíveis.

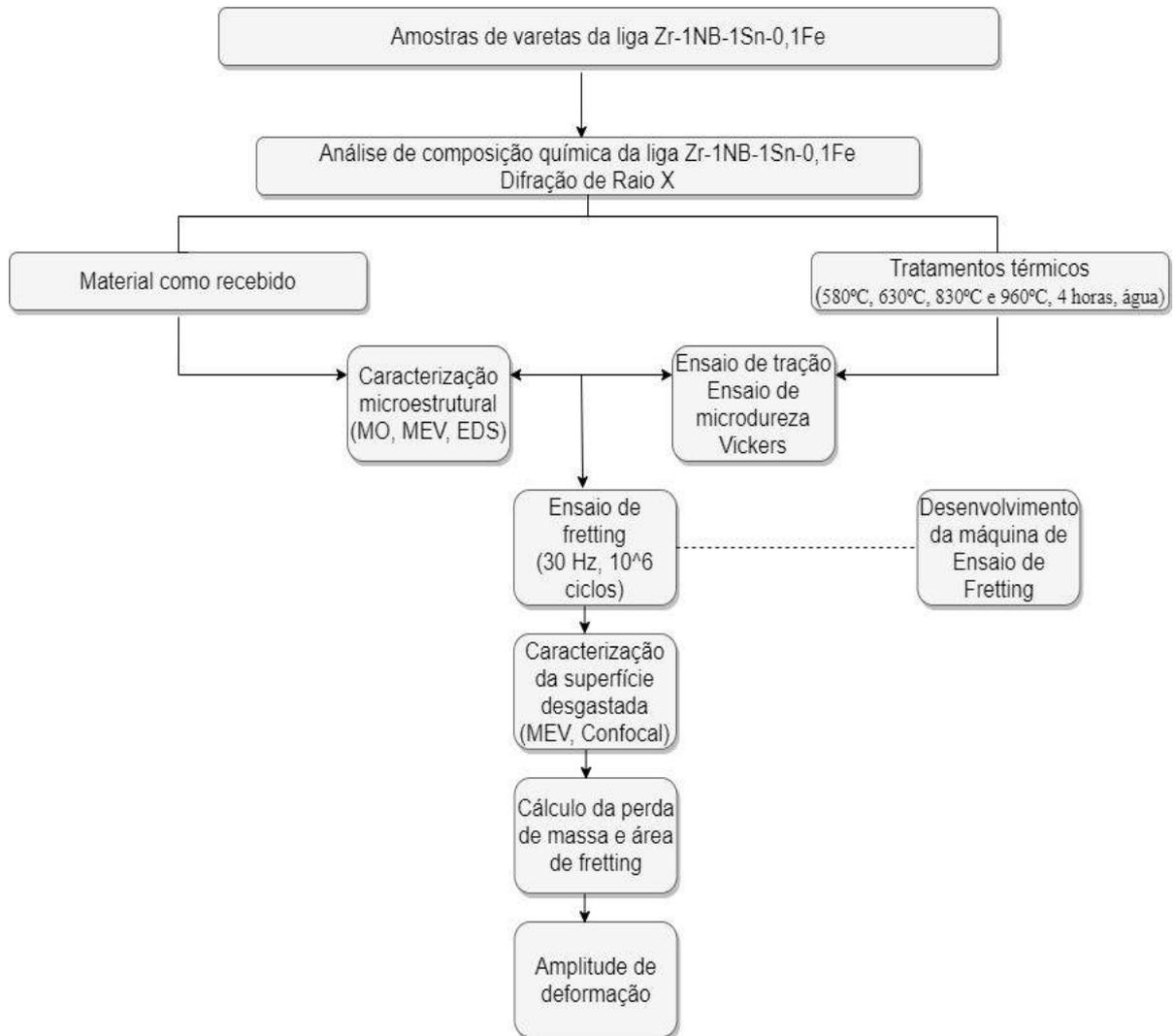
Figura 16 - Grade espaçadora utilizada e exemplos de varetas de elementos combustíveis.



4.2 Métodos

As etapas de desenvolvimento deste trabalho estão apresentadas em formato de fluxograma na Figura 17.

Figura 17- Fluxograma das etapas envolvidas no presente trabalho



4.2.1 Análise de composição química da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe

Análises de fluorescência de raios X das amostras de vareta combustível foram realizadas em um AXIO MAX PAN, marca PANalytical, do Laboratório de Caracterização Química da EEL/USP, a fim de determinar a composição química da liga em estudo. As análises foram realizadas em amostras preparadas por prensagem em cama de ácido bórico, semiquantitativa sem padrões e com determinação de elementos químicos de flúor a urânio.

Após a obtenção da composição química da liga em estudo, os diagramas teóricos de fase Zr-Nb e Zr-Sn foram calculados usando o programa comercial ThermoCalc com o objetivo de explorar as mudanças de fase no intervalo de composição química da liga em estudo. Nos diagramas binários Zr-Nb e Zr-Sn, foram considerados os intervalos de temperatura entre

500 °C a 2000 °C e o percentual em massa entre 0% e 10%.

4.2.2 Tratamentos térmicos

Com o objetivo de melhorar a resistência ao desgaste por fretting da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, amostras de varetas combustíveis foram encapsuladas a vácuo (10^{-2} bar) em tubos de quartzo com 10 mm de diâmetro e arraste com argônio no Laboratório de Fornos da EEL/USP. Os tratamentos térmicos foram realizados em forno Brasimet K 250 NZ com potência de 8 kW a 580 °C, 630 °C, 830 °C e 960 °C pelo tempo total de 4 horas e resfriados em água para preservar a microestrutura de alta temperatura. Essas temperaturas foram escolhidas baseadas nos diagramas de fases teóricos Zr-Nb e Zr-Sn, de maneira a avaliar as fases e precipitados presentes na microestrutura que conferem as propriedades a esses materiais.

4.2.3 Caracterização microestrutural

Os ensaios de difração de raios X foram realizados no Laboratório de Difractometria de Raios X (LDRX), no Instituto de Física da Universidade Federal Fluminense, em Niterói, com o intuito de observar a estrutura cristalina das amostras de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida e tratadas termicamente.

Os difratogramas de raios X (DRX) para cada amostra foram registrados usando o difratômetro de raios X BRUKER D8 ADVANCE usando radiação $\text{CuK}\alpha$. Foi utilizado 2θ variando de 20 ° a 100 ° com passo de 0,02 ° e tempo por passo de 0,1 segundo.

Para a obtenção dos difratogramas das amostras das varetas combustíveis como recebida e tratadas termicamente foram cortadas e prensadas em quadrados de 10 x 10 mm e fixadas em um porta amostra com pó de quartzo e etanol.

As micrografias ópticas das amostras de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida e tratadas termicamente foram obtidas no microscópio óptico de luz invertida Olympus GX71.

A técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para a caracterização microestrutural do material em cada condição avaliada (amostra de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida e tratadas termicamente).

Para obtenção das micrografias ópticas e eletrônica de varredura, os segmentos das varetas combustíveis foram cortadas e suas microestruturas analisadas ao longo da seção longitudinal. Após lixadas na sequência de lixa SiC: 220-4000, as amostras foram polidas com alumina de 1 μm e ácido oxálico, na proporção 1:4. Em seguida, as amostras foram atacadas

quimicamente com uma solução de 50% H₂O, 45% HNO₃ e 5% HF, por atrito com o algodão por um tempo de 30 s a 60 s.

A presença da segunda fase e precipitados, bem como a fase da matriz, foram analisados por Espectrometria de Raios X de Dispersão de Energia (EDS). As micrografias eletrônicas de varredura foram obtidas nos microscópios eletrônicos de varredura da marca JEOL JSM 6460 LV, EDS Noran System Six – Model 200 (localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do PEMM) e da marca Zeiss, EVO MA 10 (localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura da EEIMVR).

4.2.4 Análise de comportamento mecânico

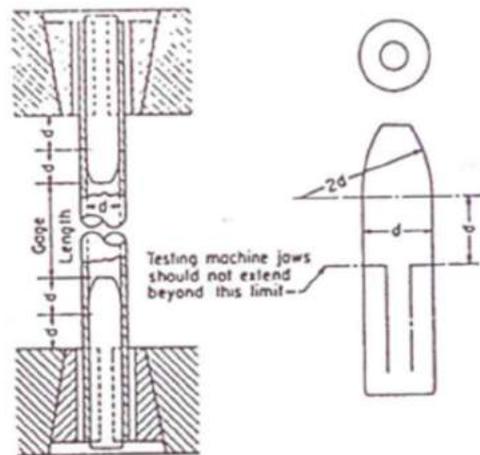
Conforme verificado no Capítulo 3 “Revisão Bibliográfica”, a literatura relata que quanto maior a dureza do material, menor o dano causado pelo desgaste por fretting. Dessa forma, medidas de microdureza Vickers foram realizadas para avaliar a influência da microestrutura nessa propriedade.

Ensaios de microdureza Vickers em várias regiões das superfícies longitudinais das amostras de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida e tratadas termicamente foram realizadas utilizando um microdurômetro Shimadzu HMV. A carga utilizada foi de 200 gf por um tempo de indentação de 20 s.

Para realização dos ensaios de tração, foram cortados três corpos de prova de 150 mm de comprimento das varetas de elemento combustível para cada uma das amostras estudadas (amostras de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida e tratadas termicamente) de acordo com a Norma ASTM E8 – Metodologia de Teste Padrão para Testes de Tensão de Materiais Metálicos (2011). Foi utilizada uma máquina de ensaios universal Instron, modelo 4206, com capacidade máxima de 3 toneladas-força. A célula de carga utilizada foi de 30 kN. Os testes foram realizados no Centro de Pesquisa da CSN – Volta Redonda. Foram ensaiados, a frio, três corpos de prova para cada amostra estudada com comprimento útil de 40 mm e base de medida de 25 mm, relacionada ao extensômetro utilizado. Ainda, os ensaios foram conduzidos à velocidade de 50 mm/ min, ou seja, a uma taxa de deformação nominal igual a $2,08 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

A Figura 18 mostra a forma adequada do dispositivo, a localização dele no corpo de prova tubular e a localização das garras da máquina de teste.

Figura 18 - Dispositivo de metal para testes em corpos de prova tubular. Posicionamento dele no corpo de prova e posicionamento do corpo de prova na máquina de teste.



Adaptado de ASTM E8 (2011)

4.2.5 Ensaios de desgaste por fretting

O equipamento desenvolvido para a realização dos ensaios de fretting propostos no presente trabalho é descrito em detalhes nas Figuras 19 e 20. Tal dispositivo é constituído por um conjunto de elementos mecânicos que produzem movimento oscilatório horizontal por meio de um conversor de frequência. O protótipo produz função semelhante ao mecanismo biela-manivela. Dessa forma, é possível realizar ajustes precisos nas posições vertical e horizontal da vareta de combustível visando ao seu alinhamento em uma determinada célula da grade espaçadora. O equipamento possui um motor de 220 V, 60 Hz e 0,5 cv, ligado a um inversor de frequência da marca Weg, modelo CFW100. A fim de garantir ar para refrigeração do sistema, existe também um ventilador de 220 V, 60 Hz e 1550 rpm. A amplitude de oscilação do teste, produzida por um excêntrico, foi mantida constante e igual a 0,07 mm.

Figura 19 - Equipamento de teste de desgaste por fretting.

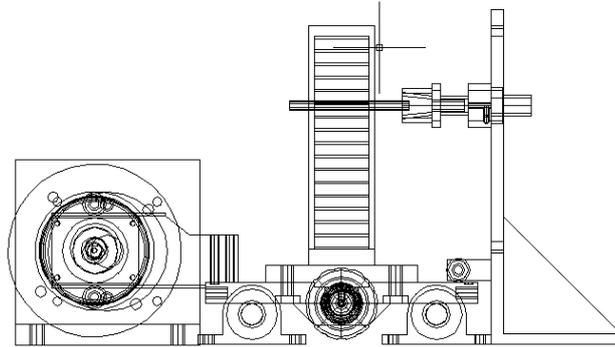
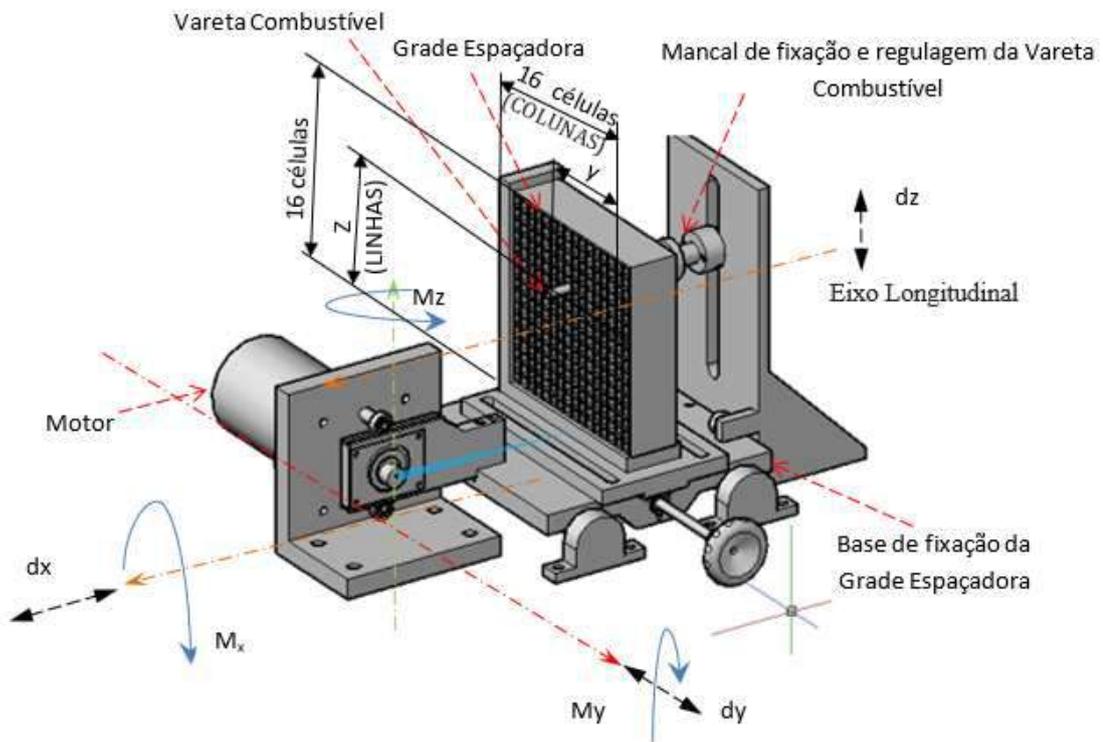


Figura 20 - Representação esquemática do Protótipo de Teste (fretting).



Em que: dx = microdeslocamento na direção x ; dy = microdeslocamento na direção y ; dz = microdeslocamento na direção z ; x = distância nominal horizontal entre eixos; z = distância nominal vertical entre eixos; z e y = medidas nominais dependentes da posição de montagem da vareta combustível em relação à linha de centro da grade espaçadora; M_x , M_y e M_z = momentos na direção x , y e z .

As Figuras 21 e 22 mostram imagens reais do equipamento montado pronto para os

testes.

Figura 21 - Imagem lateral do equipamento do ensaio físico de fretting.

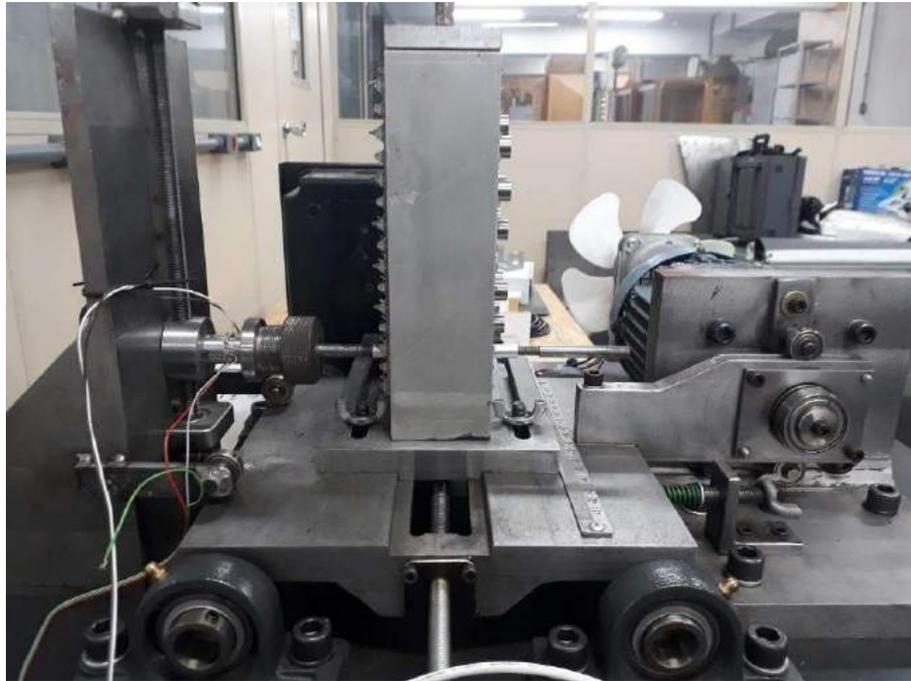
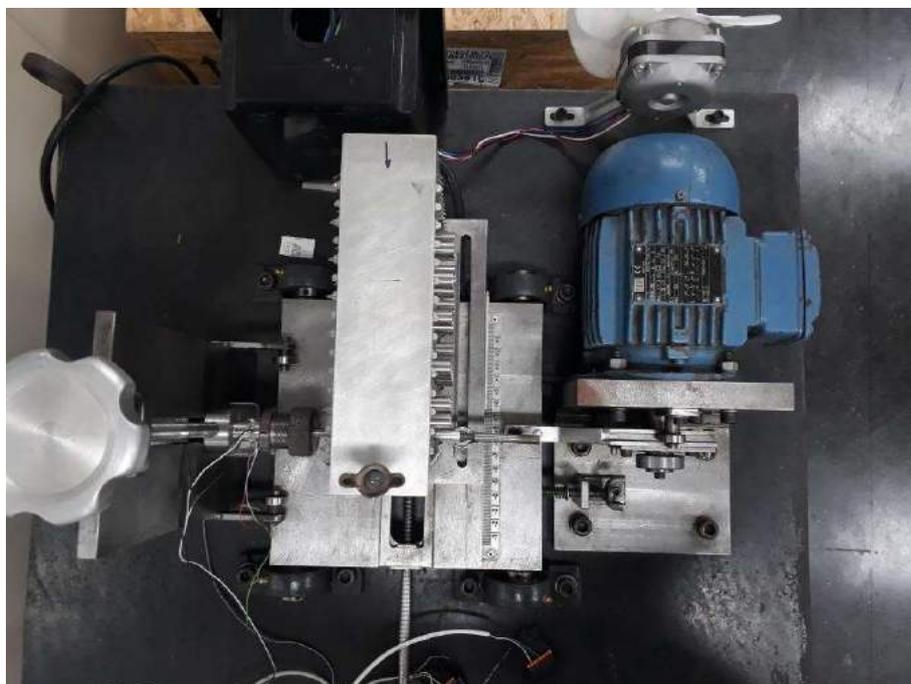


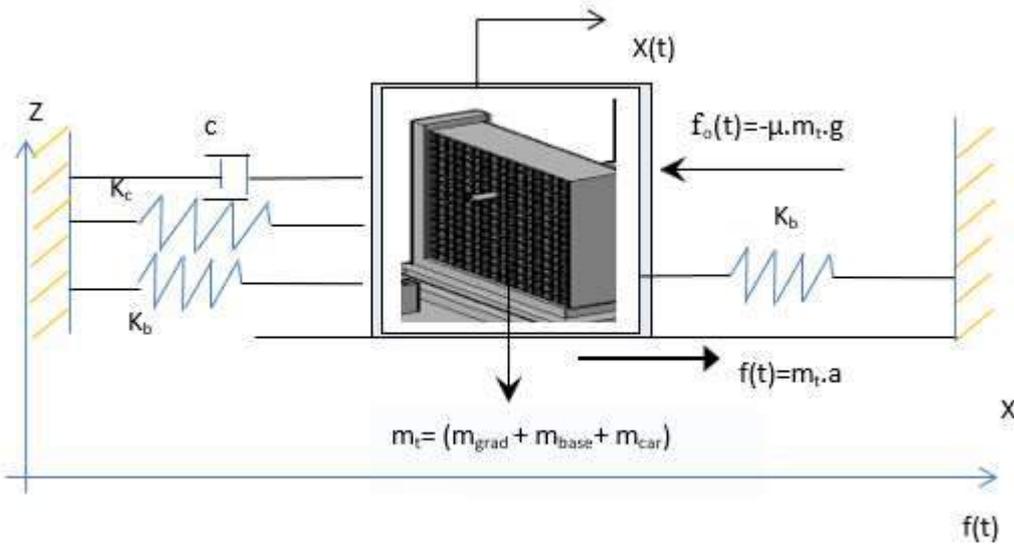
Figura 22- Imagem superior do equipamento do ensaio físico de fretting.



O protótipo foi projetado para produzir um movimento cíclico linear, com amplitude máxima de 0,07 mm em cada sentido de oscilação numa frequência de 30 Hz. Teoricamente, o eixo, responsável pela oscilação do sistema, comporta-se segundo um movimento harmônico

oscilatório subamortecido, considerando um grau de liberdade e esforço de oscilação constante, $f(t)$, conforme Figura 23 e Equação (1).

Figura 23 – Diagrama de corpo livre para distribuição da força de oscilação.



$$(m_{grad+base} \cdot \mu_{grad} \cdot g) \ddot{x} + c \dot{x} + k_t x = f(t) \cdot \cos wt + f_0(t) \quad (1)$$

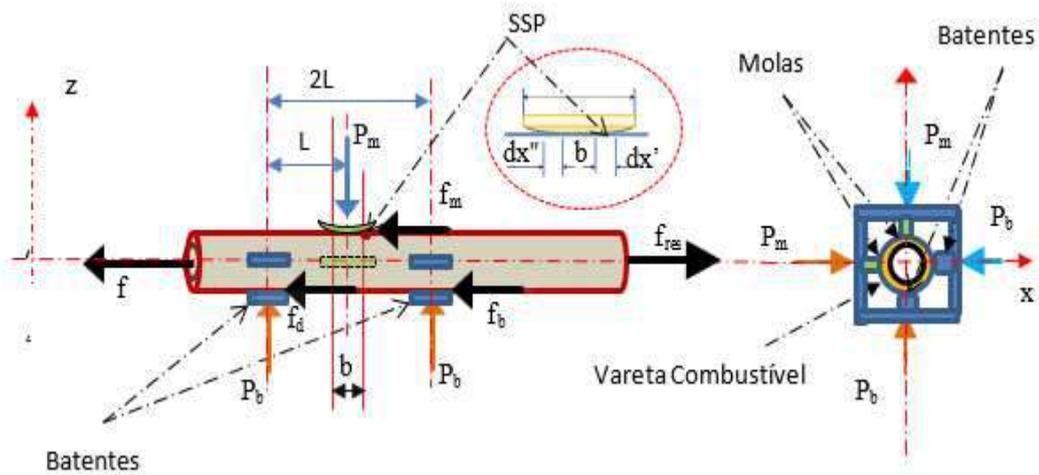
Em que: m_t = massa total = $m_{grad} + m_{base} + m_{car}$ = 38,35 kg; m_{grad} = massa da grade espaçadora; m_{base} = massa da base; m_{car} = massa do carro; k_b = rigidez da base; k_c = rigidez da célula; w = velocidade angular; c = coeficiente de amortecimento; $f(t)$ = força de oscilação do sistema; a = aceleração; g = aceleração da gravidade; $f_0(t)$ = força oposta ao movimento devido ao atrito; k_t = rigidez total; μ_{grad} = coeficiente de atrito da grade.

Usando esse dispositivo, experimentos de fadiga por fretting podem ser feitos diretamente em amostras de varetas utilizando a grade espaçadora do conjunto de elementos combustíveis nucleares. O equipamento está localizado no laboratório da EEIMVR.

Medidas preventivas foram tomadas para garantir que não houvesse qualquer cicatriz na superfície dentro ou fora do tubo, exceto o ponto de atrito que se esperava.

As varetas de combustível nuclear são pressionadas por quatro lados equidistantes de 90° entre si. As áreas de contato variam entre cada apoio. A Figura 24 representa, esquematicamente, o posicionamento das molas e batentes em seus respectivos pontos de pressão de força e as forças de reação ao movimento em um sentido de direção.

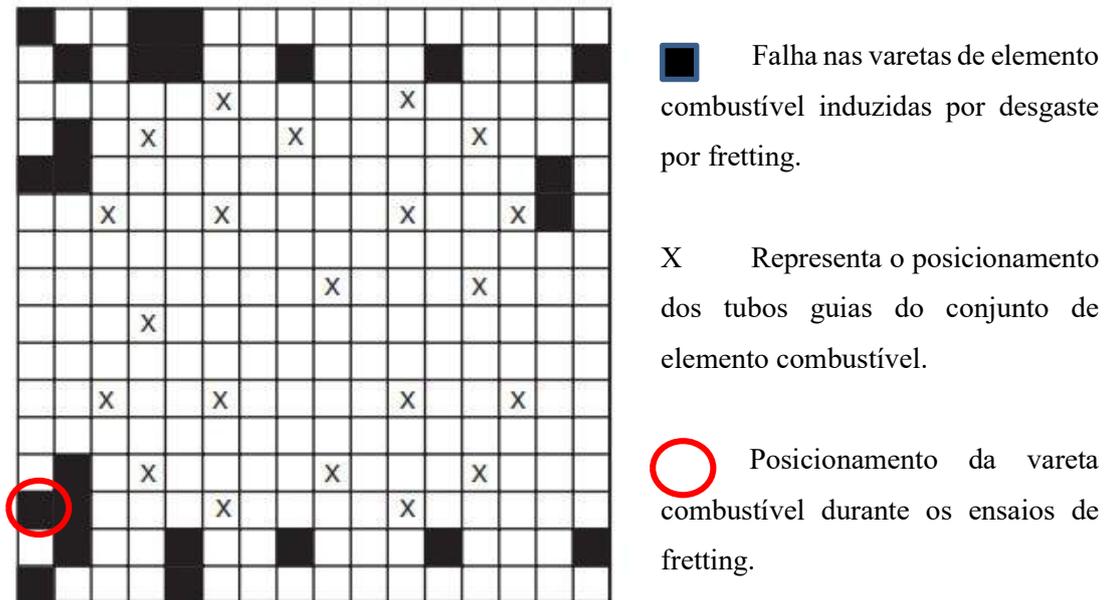
Figura 24 - Diagrama de corpo livre da distribuição de forças sobre a superfície de contato da vareta.



Em que: PPS = ponto padrão da superfície; f = força de oscilação do sistema; $f_b(t)$ = força de resistência do batente ao movimento cíclico; $f_m(t)$ = força de resistência da mola ao movimento cíclico; P_m = pressão da mola sobre a vareta combustível; P_b = pressão do batente sobre a vareta combustível; f_{res} = força resultante; $2L$ = distância entre batentes; b = região de contato permanente; dx'' = região de deslizamento lado esquerdo e dx' = região de deslizamento lado direito.

Conforme relatado no capítulo anterior, os primeiros sinais de vazamento das varetas de combustível nuclear em um elemento combustível semelhante ao utilizado nesse experimento indica que, em uma ampla faixa de tempo de operação, foram observados principalmente na periferia do núcleo do reator e nas sete primeiras e quatro últimas linhas da grade espaçadora, respectivamente (KIM *et al.*, 2009). Assim, a vareta de combustível nuclear foi posicionada na célula da grade espaçadora conforme demonstrado na Figura 25. Para início do teste de desgaste por atrito, a vareta combustível foi fixada ao mancal do protótipo considerando-se uma distância referencial constante do centro da mola a sua extremidade livre. Os testes de desgaste foram realizados sem fluido lubrificante ou presença de fluido refrigerante, à temperatura ambiente e umidade relativa de 50% - 60% e movimento oscilatório com frequência de 30 Hz e 10^6 ciclos. Após o teste, a vareta combustível foi limpa por ultrassom, em acetona, por 5 min e seca em ar comprimido para análise de perda de material e áreas desgastadas e caracterização destas.

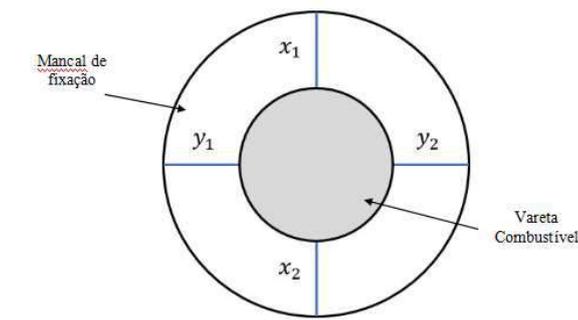
Figura 25 - Localização das falhas das varetas de combustível que apresentaram falhas por desgaste por fretting no Conjunto de Elemento Combustível 16x16 KOFA carregado na Unidade Kori 2 e posicionamento das amostras nos testes de fretting.



Adaptado de Kim *et al.* (2009)

Inicialmente, montou-se a vareta combustível dentro da célula da grade espaçadora, de modo que a única atuação de forças presentes fosse a força elástica das duas molas e a força de reação dos quatro batentes. Assim, a vareta estaria totalmente alinhada à célula. Antes de travar a vareta no mancal de fixação, estando o sistema ainda sem atuação de forças externas à célula, foram realizadas duas medidas via paquímetro, distantes 90° entre si. Com isso, via teoria de círculos concêntricos, espera-se garantir a continuidade do alinhamento da vareta dentro da célula da grade, uma vez que x deverá ser igual a y , em que x e y são as distâncias entre as extremidades externas da vareta e do mancal. O valor esperado para x e y é 16,67 mm. A Figura 26 exemplifica a teoria de círculos concêntricos.

Figura 26- Esquema de alinhamento da vareta com a grade e o mancal do equipamento.

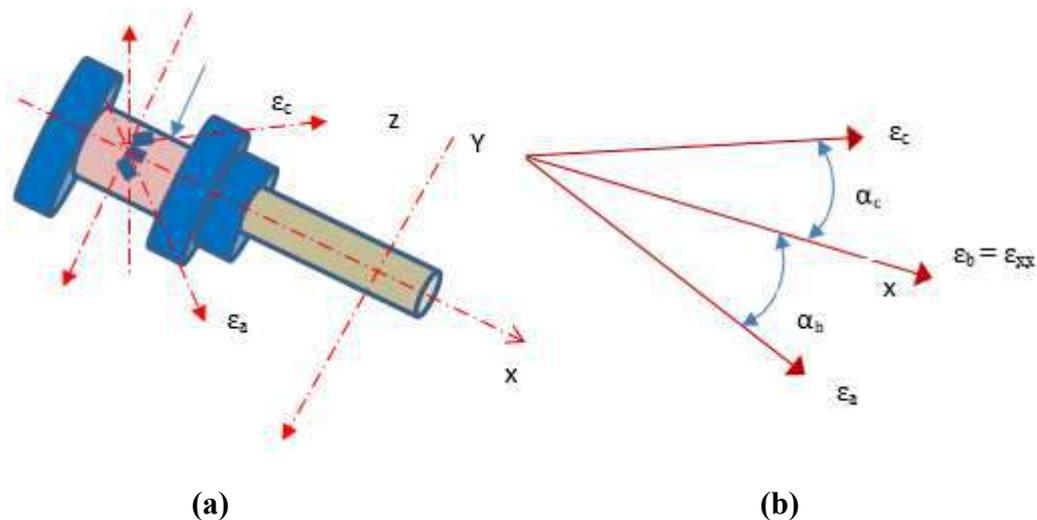


Além disso, foi montado na base do mancal de fixação, *strain-gages*, distantes 90° entre si e de forma que a grade de leitura ficasse paralela ao sentido de deslocamento da grade. Seus circuitos foram ligados ao sistema de leitura de sinais Catman, para que, com a leitura das deformações, fizessem a leitura do alinhamento.

A perda de massa das amostras foi calculada pesando-as antes e após o ensaio de fretting, utilizando uma balança Bel Engineering Módulo M214AI, Classe 1. A área afetada pelo fretting nas amostras foi calculada utilizando o *software* ImageJ.

A amplitude de deformação da vareta combustível em relação ao eixo longitudinal da célula foi avaliada empregando-se extensometria resistiva. As deformações específicas, caracterizadas pelos extensômetros, foram obtidas em microdeformações ($\mu\text{m}/\mu\text{m}$) específicas, no estado bidimensional de deformação e expressas em termos de ϵ . Uma roseta com 3 extensômetros da marca KYOWA, modelo KFGS-1-120-D17-11, 120 ohms, GF-2,05 \pm 1,0%, foi utilizada aplicando-se ponte WT de $\frac{1}{4}$, em cada extensômetro, conforme mostrado na Figura 27.

Figura 27 - (a) Diagrama para posicionamento físico de extensômetros, (b) posicionamento geométrico dos extensômetros.



4.2.6 Caracterização das superfícies desgastadas

O método por processo analítico empregado para avaliação da variação topográfica permitiu identificar as semelhanças e diferenças entre as superfícies sob fretting, identificando as transformações físicas da área superficial após aplicação de carregamento da mola de intensidade significativa que sobrepusesse o limite elástico de deformação da vareta

combustível. Esse processo leva em consideração pontos sob fretting, caracterizando uma assinatura textural baseada no processo de desgaste local. Imagens digitais (ID) 3D foram obtidas por meio do *software* da LEICA para microscópico confocal (Leica DCM3D), numa área de 1,27 mm x 0,98 mm.

Baseado nos estudos de Nishioka e Hirakawa (1969), Wright e O'Connor (1971), Lichen e colaboradores (2013) e Lichen e colaboradores (2014), a análise microscópica em 3D, da variação topográfica superficial, ocorreu num ponto padrão da superfície (PPS) da vareta de combustível nuclear. O ponto padrão de superfície refere-se ao perímetro do trecho entre a extremidade da área de fretting sem deslizamento com o trecho da área por deslizamento da superfície da vareta combustível.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos na caracterização da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe antes e após a realização de tratamentos térmicos em diferentes temperaturas.

Também serão apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios experimentais, de forma a avaliar a influência dos parâmetros de temperatura de tratamento térmico nas propriedades mecânicas e no desgaste por fretting de varetas combustíveis de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, bem como a caracterização da superfície desgastada.

5.1 Análise da Composição Química da Liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe

A Tabela 3 mostra a composição química (% em peso) da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe obtida por meio da técnica de fluorescência de raios X. Observa-se que a composição determinada está de acordo com o encontrado na literatura (Tabela 4). Por limitações do Laboratório de Caracterização Química da EEL/USP, não foi possível determinar o teor de oxigênio na liga em estudo.

Tabela 3 - Composição química da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe (% peso).

Elemento	Nb	Sn	Fe	Zr
(% peso)	1,03	1,0	0,11	Balanço

Tabela 4 - Composição Química Típica da liga Zirlo.

Elemento	Nb	Sn	Fe	O	Zr
(% peso)	0,80-1,10	0,80-1,20	0,90-0,13	0,10-0,14	Balanço

Adaptado de Westinghouse Materials Manual (2007)

A partir da composição química da liga, os diagramas de fase Zr-Nb e Zr-Sn foram calculados usando o programa comercial ThermoCalc.

Estudos teóricos e experimentais de tendências de estabilidade de fases na tabela periódica têm sido um dos objetivos importantes da ciência dos materiais e da física computacional. Em condições ambientais, o zircônio elementar cristaliza em uma estrutura hexagonal compacta (hcp ou α fase). Essa estrutura se transforma em uma estrutura cúbica de

corpo centrada, comumente chamada de fase β , a temperaturas superiores a 600 °C (ZHANGA *et al.*, 2005).

A constituição confiável do diagrama de fases é de grande importância para o desenvolvimento de novos materiais e a predição de suas propriedades mecânicas. As Figuras 28 e 29 apresentam os diagramas de fases teóricos dos sistemas Zr-Sn e Zr-Nb, respectivamente.

A análise dos diagramas teóricos nas percentagens mássicas de Sn e Nb da liga em estudo permite verificar as fases esperadas nas respectivas temperaturas de tratamento térmico. Ao analisar os diagramas teóricos nas percentagens mássicas de Sn e Nb da liga em estudo, pode-se afirmar que as fases esperadas nas temperaturas de tratamento térmico utilizadas são:

- 580 °C: α Zr, β Nb e ZrFeNb
- 630 °C: α Zr, β Zr e ZrFeNb
- 830 °C: α Zr e β Zr
- 960 °C: β Zr

O β Nb pode existir juntamente com o α Zr e é encontrado em grãos isolados e como precipitado nos contornos dos grãos. O estado de equilíbrio é alcançado de modo que, no caso das fases binárias, exista β Nb e α Zr que contenham Nb em solução sólida.

A existência de intermetálicos ternários de ZrNbFe foi demonstrada em ligas quaternárias de Zr-Nb-Sn-Fe, como ZIRLO™ (SABOL, 2005; FRANCIS *et al.*, 2014), NSF-2 (KRUGER; ADAMSON, 1993) e E635 (AVERIN *et al.*, 2000; KOBLYANSKY *et al.*, 2008). Estudos recentes de ligas ternárias modelo Zr-Nb-Fe relataram a existência de duas fases ternárias dominantes de ZrNbFe: a hexagonal $Zr(Nb,Fe)_2$ e o cúbico de face centrada $(Zr, Nb)_2Fe$ (RAMOS *et al.*, 2007; TOFFOLON-MASCLET *et al.*, 2008).

Figura 28 - Diagrama teórico do sistema Zr-Nb.

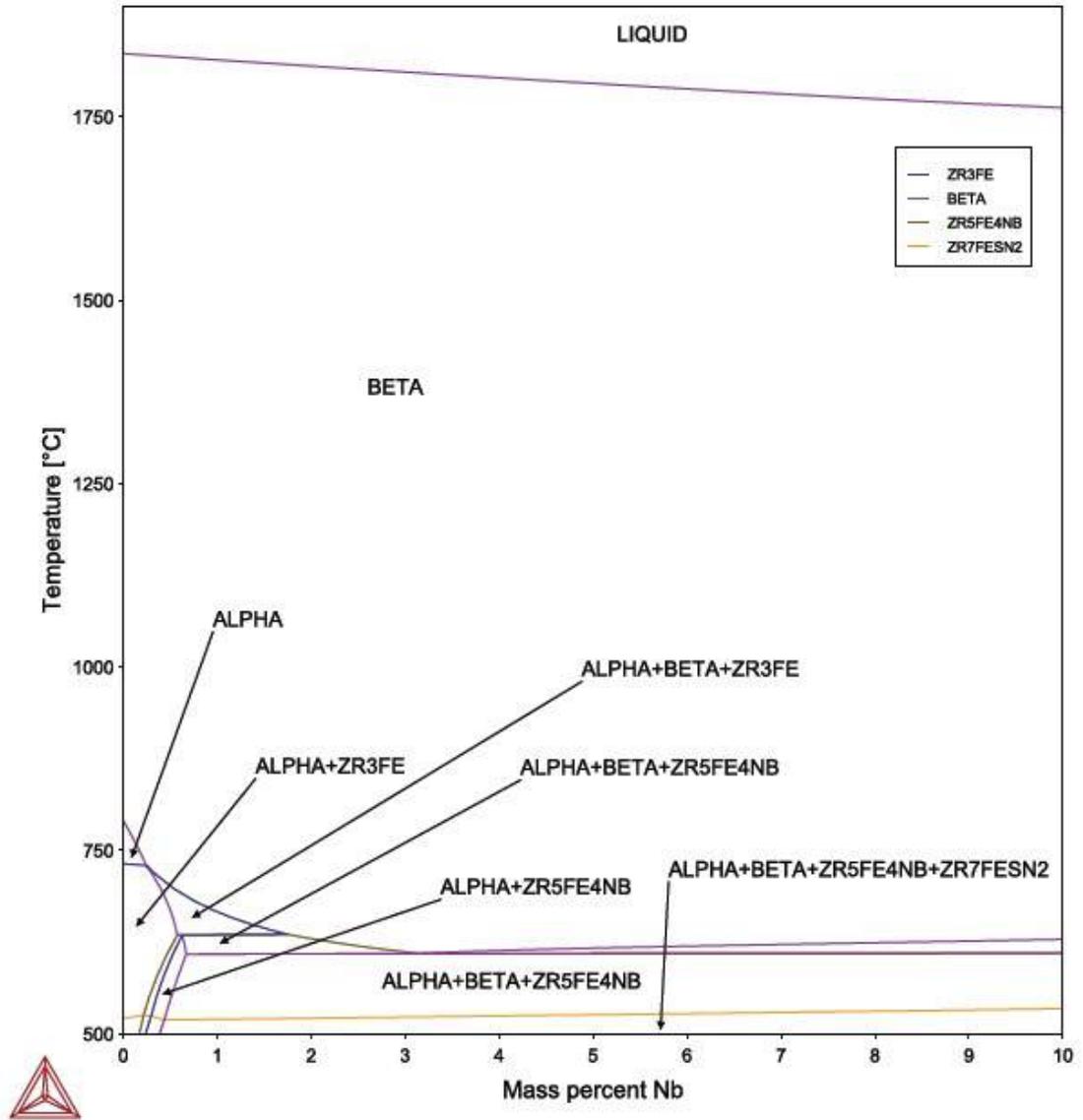
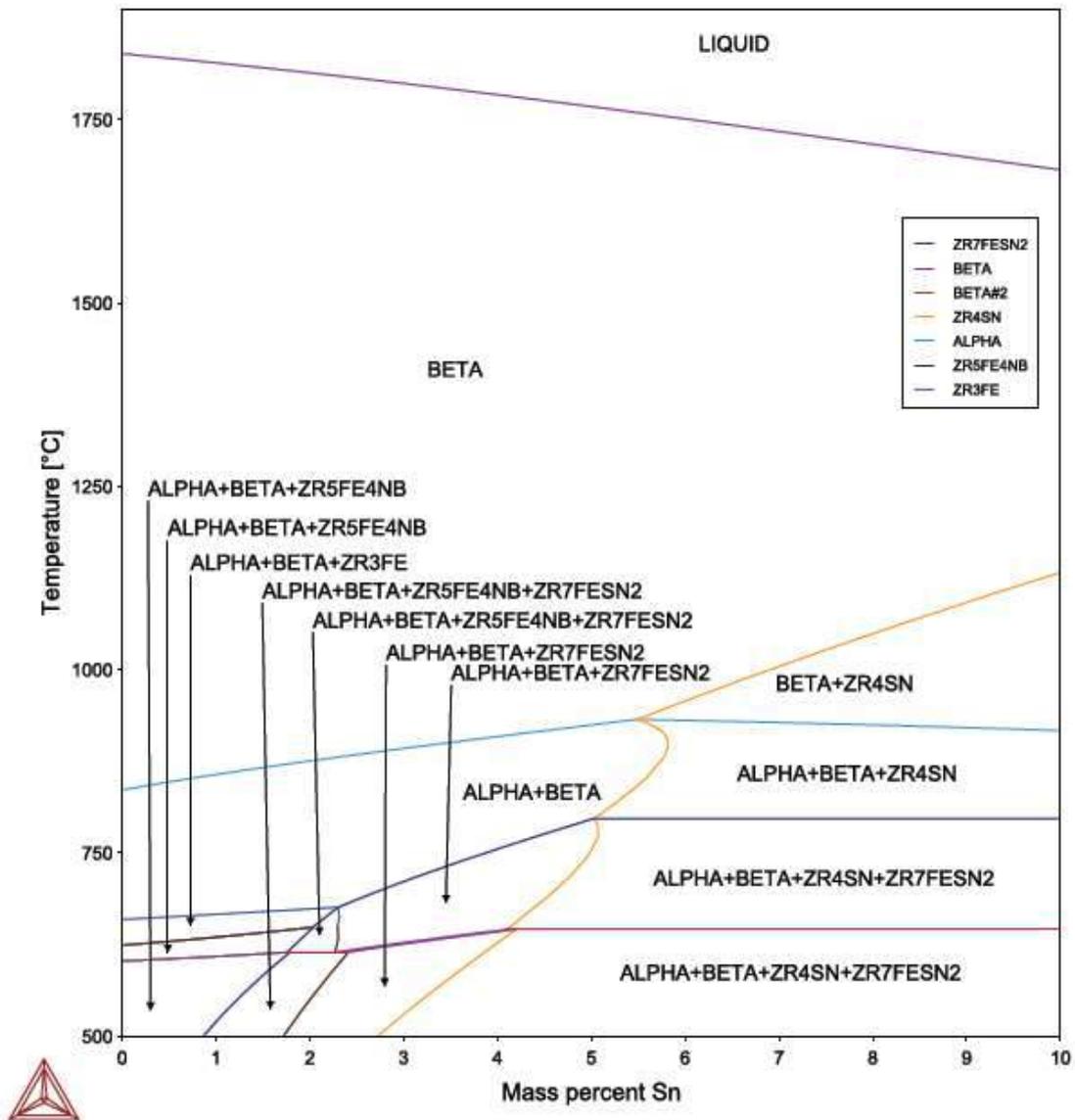


Figura 29 - Diagrama teórico do sistema Zr-Sn.



Northwood e colaboradores (1991) relataram que existe uma pequena quantidade de Fe e Cr na maioria das partículas β na microestrutura de Zr-2,5Nb (% em peso). Francis e colaboradores (2014) mostraram claramente a segregação de Fe na interface $\beta\text{Zr}/\beta\text{Nb}$ no ZIRLO™ com baixo teor de Sn. Nesses casos, é importante observar que o Fe será segregado na região interfacial e, portanto, algum Fe pode ser detectado na região interfacial acima ou abaixo do precipitado.

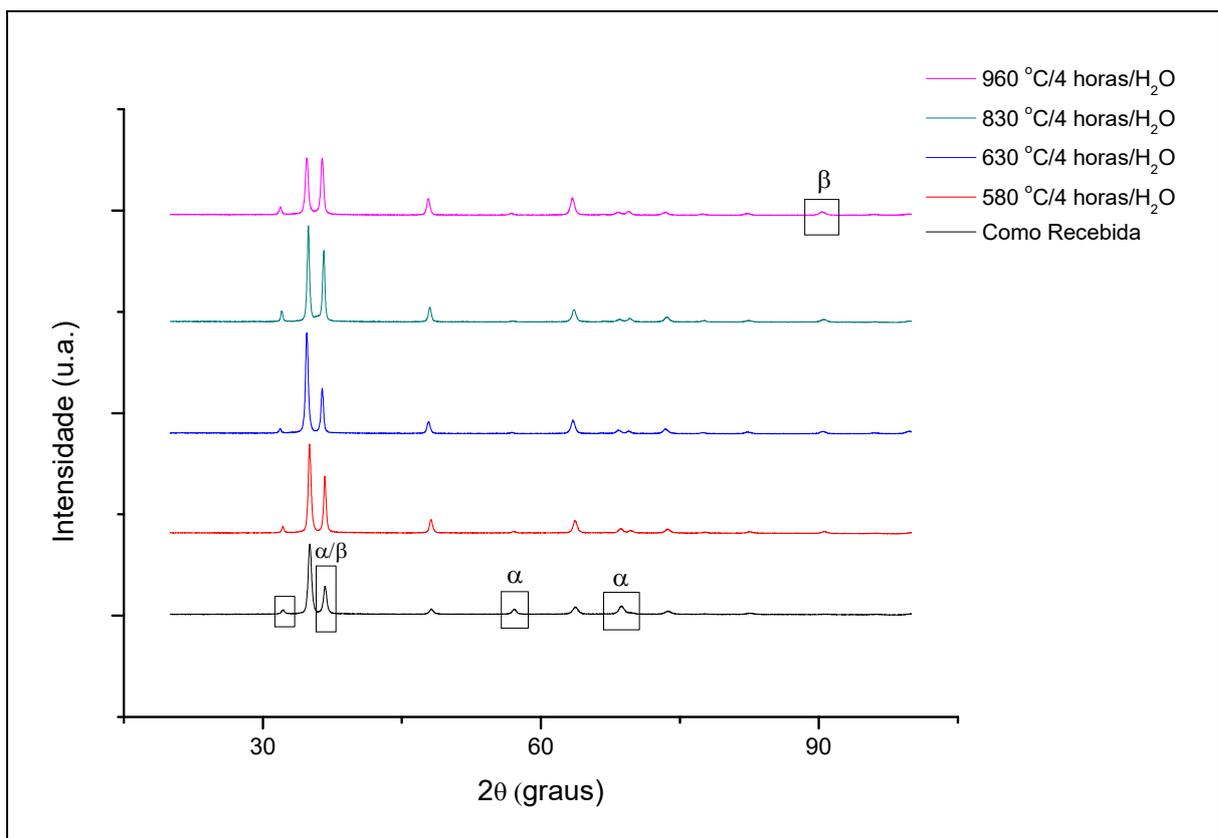
5.2 Caracterização Microestrutural

5.2.1 Técnica de difração de raios X (DRX)

De forma a corroborar com os diagramas de fases obtidos, e verificar as fases presentes nas amostras estudadas, foram realizados ensaios de Difração de Raios X, DRX. A transição entre as fases α Zr e β Zr pode ser distinguida pelo aparecimento e desaparecimento de seus picos de difração característicos, conforme demonstrado na Figura 30.

As análises de DRX mostraram a presença das fases α e β . Observa-se que os padrões de DRX demonstraram um aumento da fase β e uma diminuição da fase α com o aumento da temperatura de tratamento térmico. O mesmo comportamento foi observado por Zhang *et al.* (2005) e Pushilina *et al.* (2015).

Figura 30 - Padrões de DRX selecionados mostrando a identificação de fase entre as fases α Zr e β Zr das amostras estudadas.



Youn e colaboradores (2019) estudaram a expansão térmica em rede estável do ZIRLO™ através da difração de raios X de alta temperatura. Em seus estudos, foi possível verificar que padrões de difração que respondem à estrutura hexagonal do Zr desapareceram, enquanto novos picos de difração surgiram, indicando a ocorrência da transformação de fase no

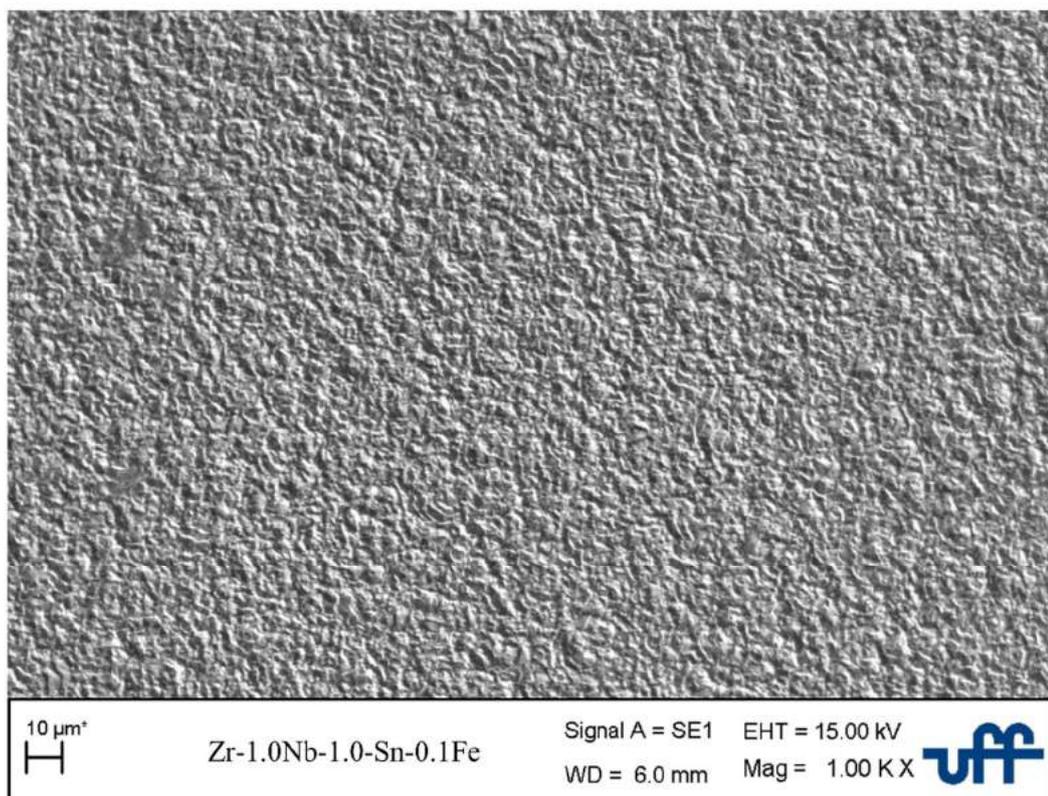
material.

5.2.2 Técnica de microscopia óptica (MO) e técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com detectores de elétrons secundários (SE) e de energia dispersiva de raios X (EDS)

Foram realizadas microscopias MO, MEV e EDS com o objetivo de verificar as características das microestruturas das amostras e, quando aplicável, dos precipitados. As Figuras 31 a 37 demonstram os resultados dessas análises.

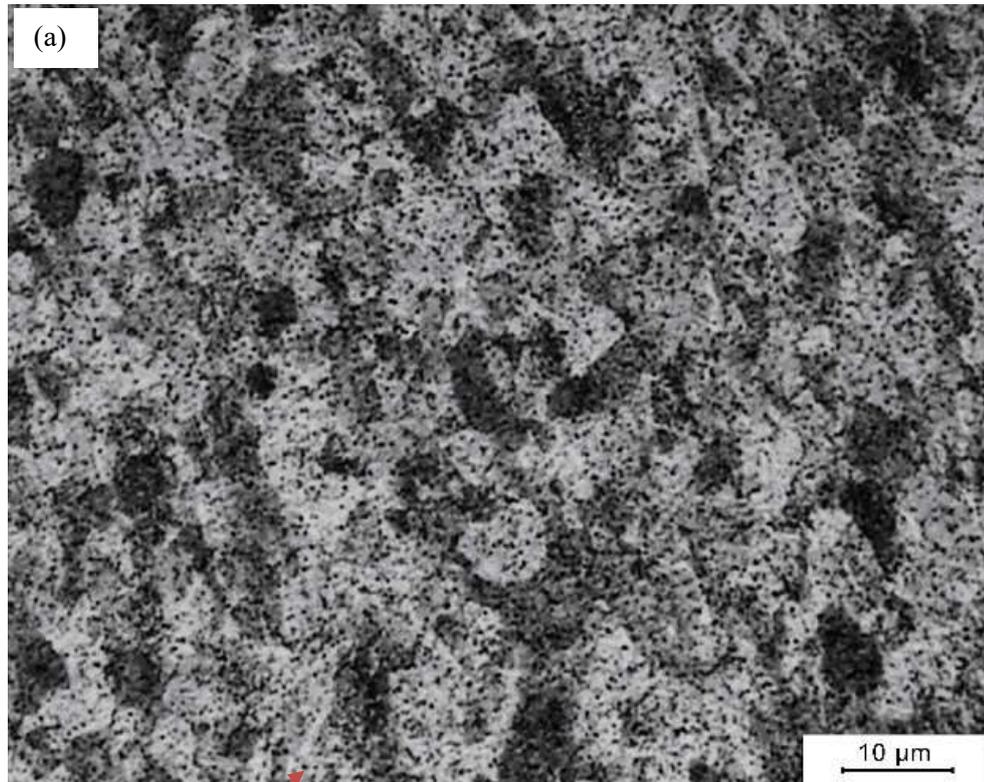
A Figura 31 mostra, por microscopia eletrônica de varredura, a liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida, que apresentou microestrutura aglomerada de grãos deformados devido à deformação proveniente do processo de fabricação.

Figura 31- Micrografia MEV da amostra como recebida.

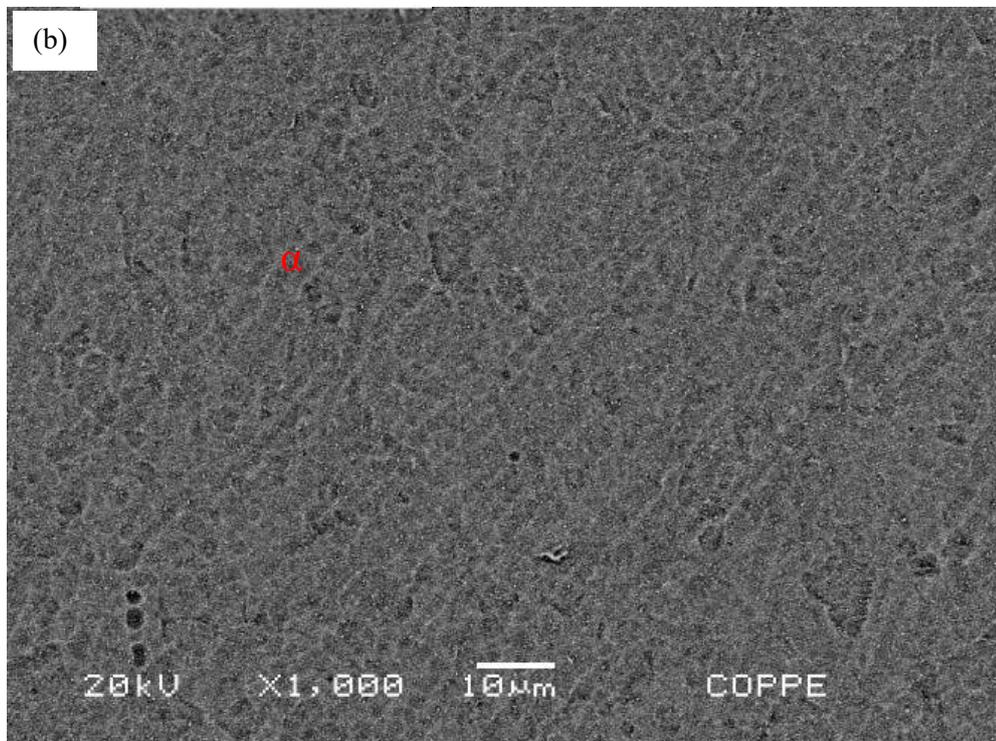


A Figura 32 mostra, por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, a liga Zr-1Sn-1Nb-0,1Fe tratada a 580 °C/4 horas e resfriada em água, que apresentou a fase αZr e a presença de precipitados.

Figura 32 - Micrografias da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratadas a 580 °C/4 horas: (a) MO e (b) MEV.



Precipitados

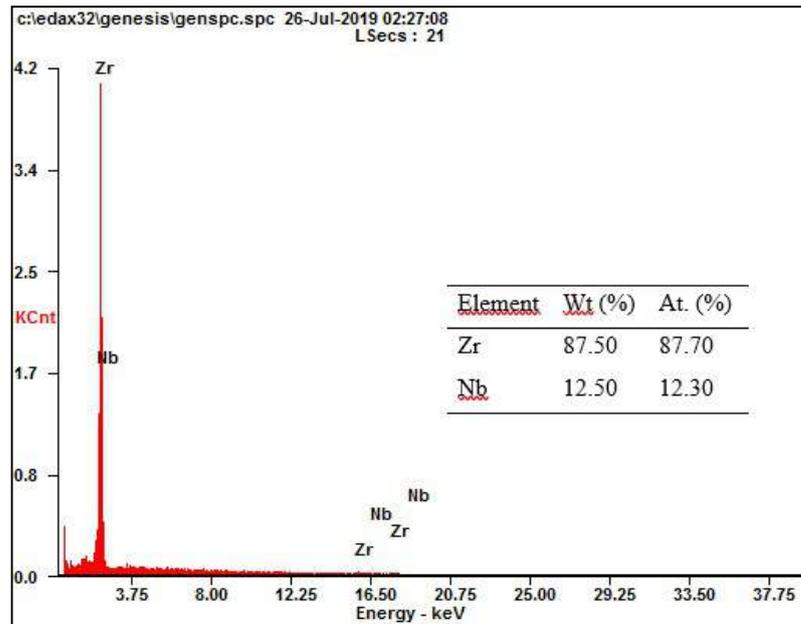


As análises de composição dos precipitados da amostra tratada termicamente a 580 °C/4 horas e resfriada em água foram realizadas pela técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva

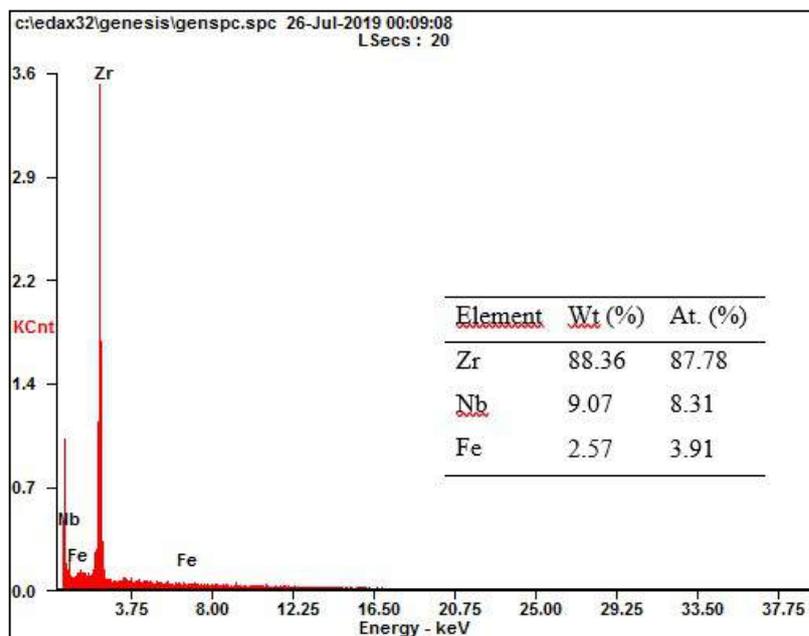
(EDS).

A Figura 33 mostra o resultado de EDS dos precipitados da amostra de Zr-1Sn-1Nb-0,1Fe tratada a 580 °C/4 horas e resfriada em água. Foi possível identificar a presença de dois tipos de precipitados e ambos os tipos continham nióbio em sua composição.

Figura 33 - EDS dos precipitados da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 580 °C/4 horas: (a) Nb e (b) Zr-Nb-Fe.



(a)



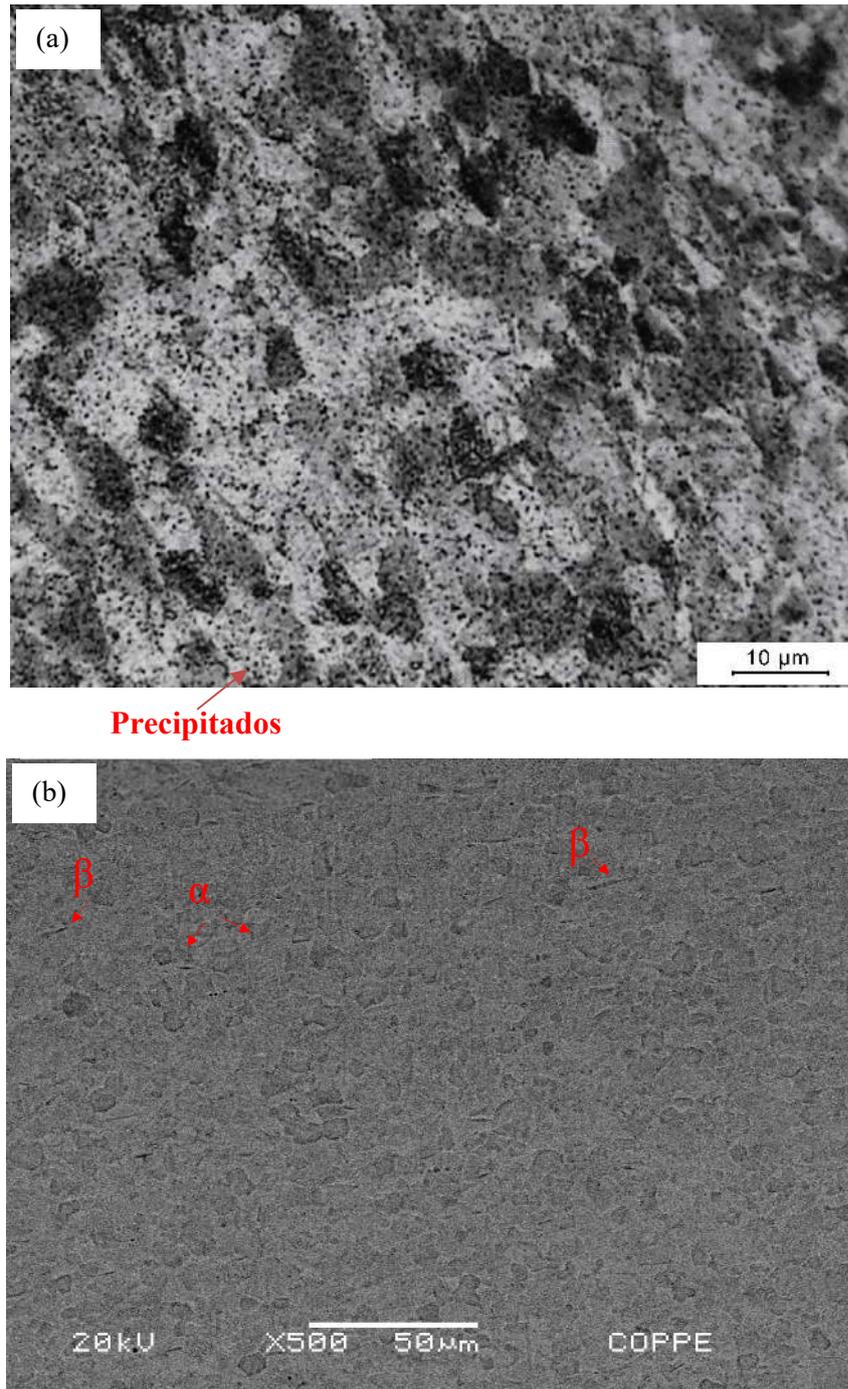
(b)

No domínio $\alpha\text{Zr} + \text{Zr-Nb-Fe} + \beta\text{Nb}$, a precipitação da fase βNb e das fases ternárias de

ZrNbFe no α Zr devem-se principalmente à baixa solubilidade sólida de Nb na fase α Zr, Fe e Nb que estão contidos no composto intermetálico, enquanto Sn está dissolvido na fase α Zr.

A Figura 34 mostra, por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, a liga Zr-1Sn-1Nb-0,1Fe tratada a 630 °C/4 horas e resfriada em água, que apresentou a fase α Zr e β Zr e a presença de precipitados.

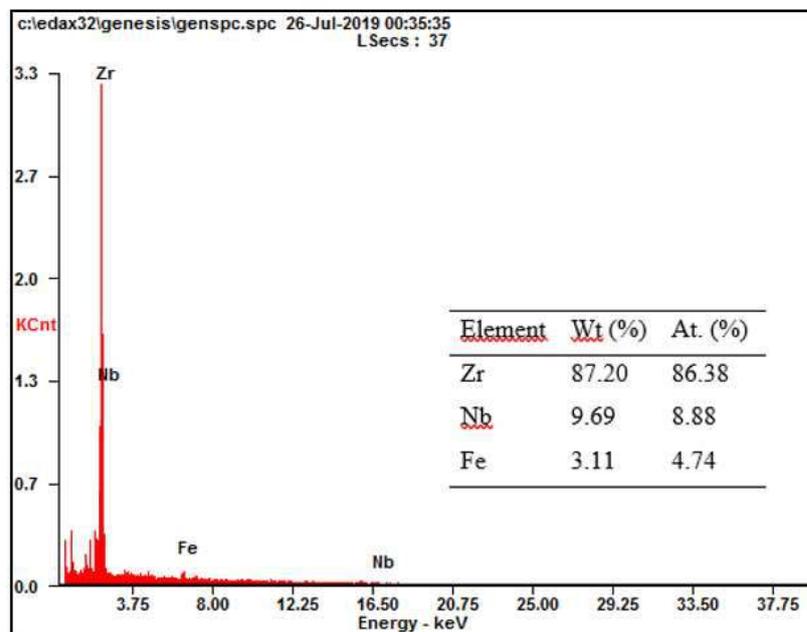
Figura 34 – Micrografias da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 630 °C/4 horas: (a) MO e (b) MEV.



A análise de composição do precipitado da amostra tratada termicamente a 630 °C/4 horas e resfriada em água foram realizadas pela técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). A Figura 35 mostra o resultado de EDS dos precipitados da amostra de Zr-1Sn-1Nb-0,1Fe tratada a 630 °C/4 horas e resfriada em água. Foi possível identificar a presença de um único tipo de precipitado.

No domínio $\alpha\text{Zr} + \text{Zr-Nb-Fe} + \beta\text{Zr}$, Sn está presente tanto em $\text{Zr}\alpha$ quanto $\text{Zr}\beta$ e as concentrações de Fe diminuem enquanto os níveis de Sn e Nb aumentam em $\text{Zr}\beta$.

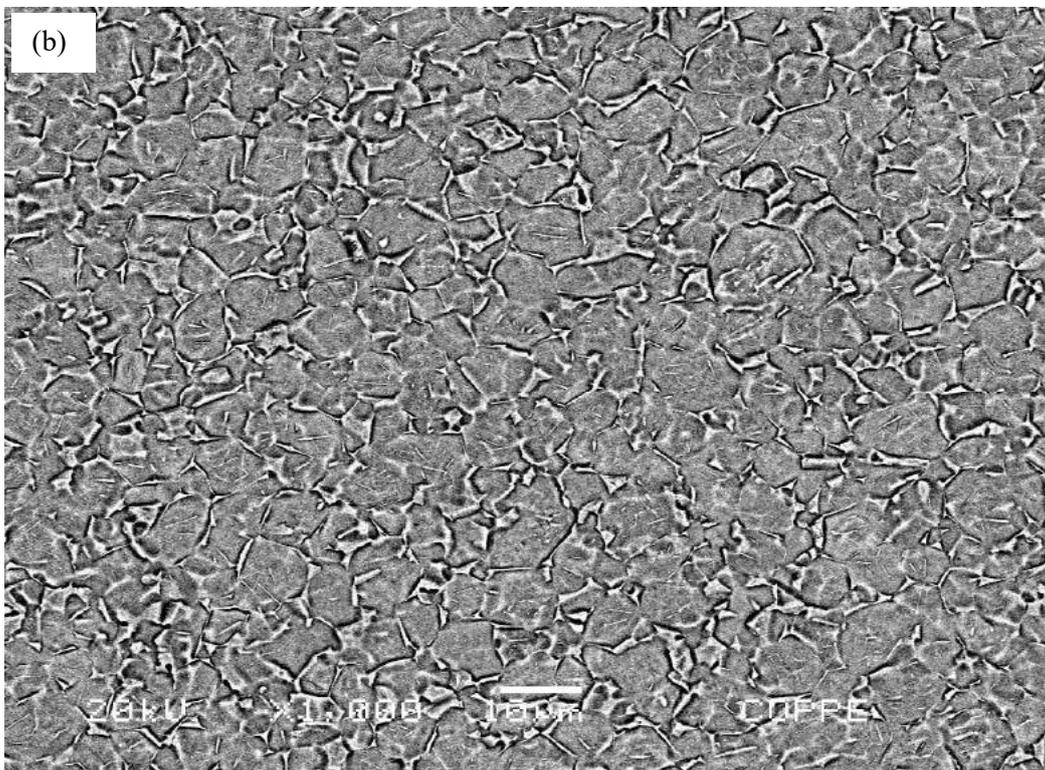
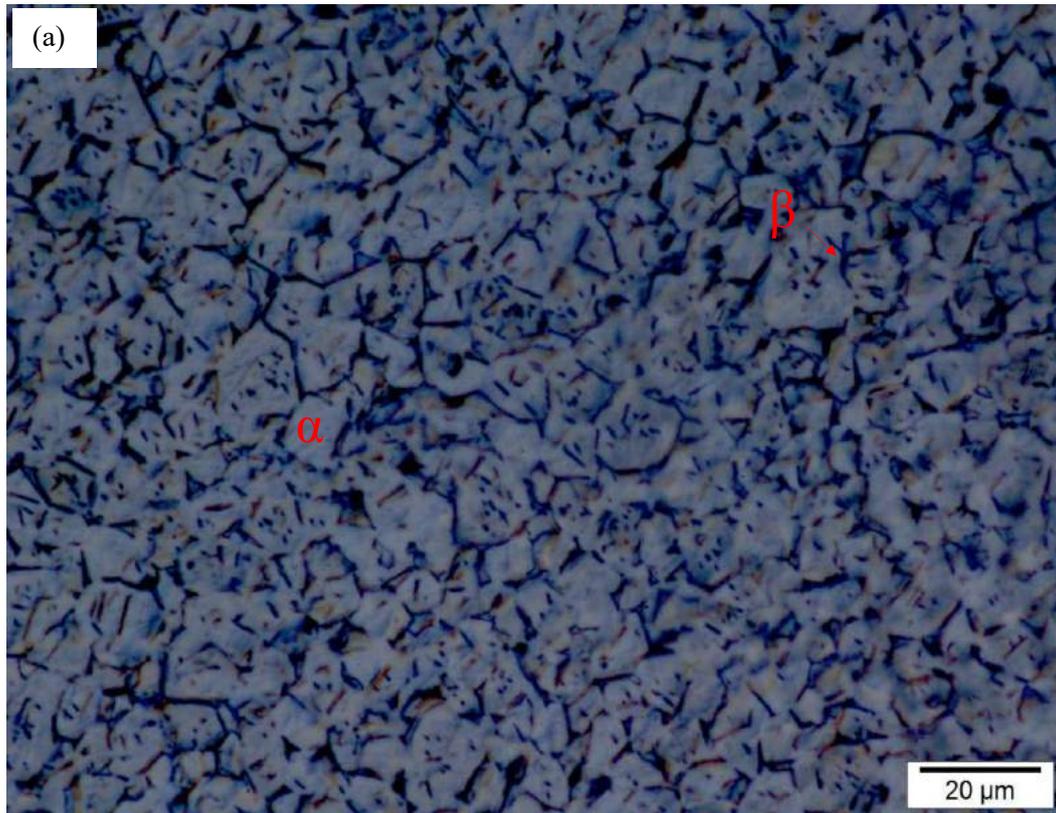
Figura 35 - EDS dos precipitados da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 630 °C/4 horas.



Os precipitados são distribuídos aleatoriamente dentro dos grãos e ao longo dos limites dos grãos (embora os limites dos grãos não sejam muito claros). Não foi determinado o tipo de precipitado Zr-Nb-Fe, uma vez que a literatura relata dois tipos de partículas de segunda fase (SPPs) em ligas de Zr (ambos precipitados intermetálicos $(\text{Zr,Fe})_2\text{Nb}$ e $(\text{Zr,Fe})_2\text{Nb}$). Entretanto, pode-se afirmar que a estrutura dos SPPs é fortemente dependente da composição química da liga (BURR *et al.*, 2013; CHENA *et al.*, 2015). A proporção de Fe/Nb (% em peso) também tem influência significativa na estrutura dos SPPs nas ligas do sistema Zr-Nb-Fe (QIU *et al.*, 2012).

A Figura 36 mostra, por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, a liga Zr-1Sn-1Nb-0,1Fe tratada a 830 °C/4 horas e resfriada em água, que apresentou a fase αZr e βZr e não é observada a presença de precipitados.

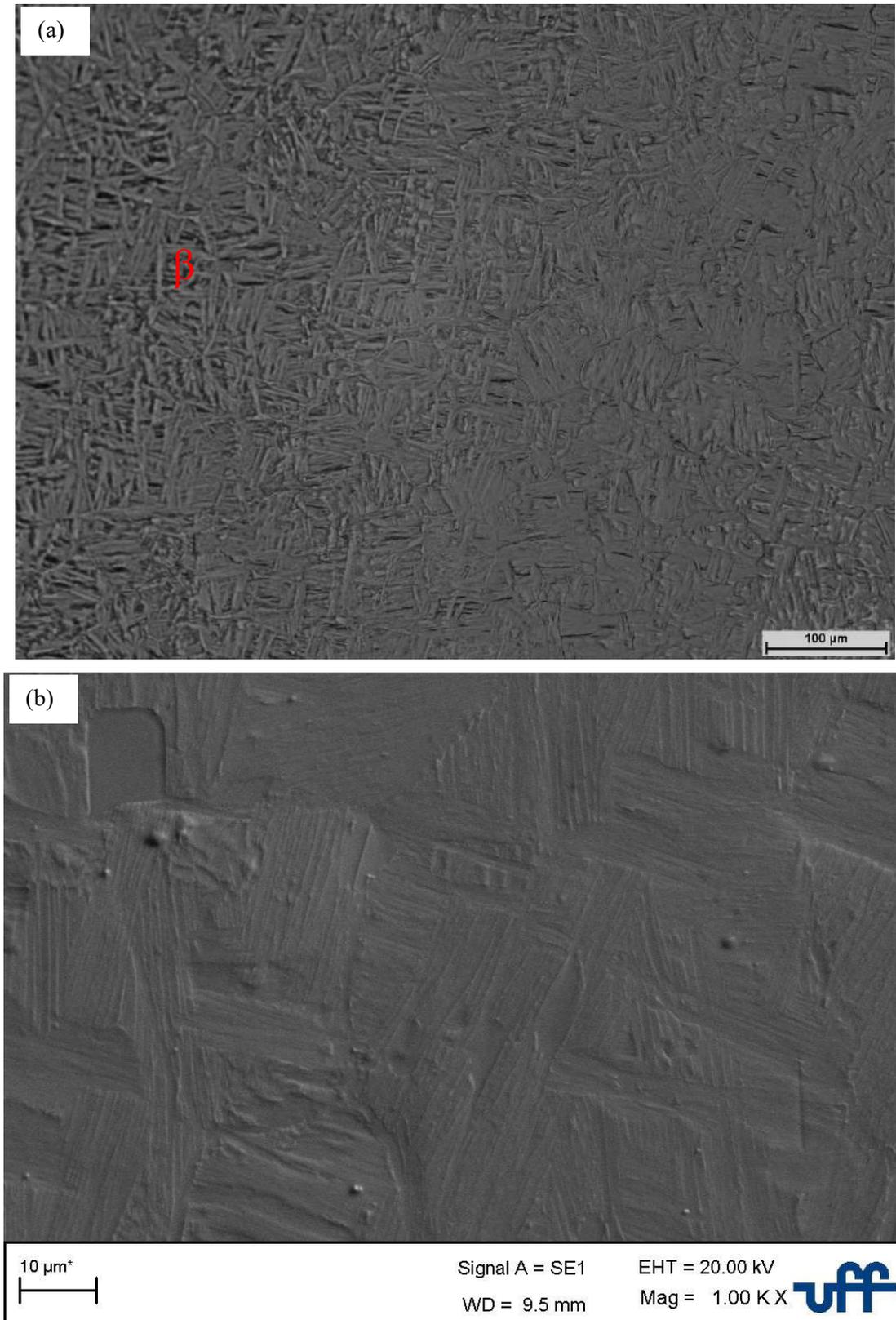
Figura 36 - Micrografias da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 830 °C/4 horas: (a) MO e (b) MEV.



A Figura 37 mostra, por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, a liga Zr-1Sn-1Nb-0,1Fe tratada a 960 °C/4 horas e resfriada em água, que apresentou a fase β Zr na

forma de estruturas do tipo *Widmanstätten*. Ao aumentar a temperatura de tratamento térmico, a fração transformada em β Zr aumenta.

Figura 37 - Micrografias da amostra Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada a 960 °C/4 horas: (a) MO e (b) MEV.



Em geral, acima de 630 °C, as micrografias ilustram a presença de duas características comuns nas microestruturas: grãos primários α tendendo a equiaxiais (α Zr que não se transformou em β Zr durante o aquecimento), que diminuíram progressivamente na fração de volume com o aumento da temperatura da solução; e o aparecimento de estruturas do tipo *Widmanstätten*, que aumentaram progressivamente na fração de volume com o aumento da temperatura da solução. Comportamento semelhante foi observado por Liu e colaboradores (2008) durante o tratamento térmico da liga de Zr-Nb-Fe-Cr, Ahmmed e colaboradores (2016) durante o tratamento térmico de liga da Zr-Excel e Chai e colaboradores (2018) durante o tratamento térmico da liga de Zr-Nb-Sn-Fe.

A fase β Zr permanece à temperatura ambiente devido à alta taxa de resfriamento. Assim, pôde-se observar a presença da fase β Zr mesmo sendo metaestável à temperatura ambiente. Niculina e colaboradores (1996) publicaram um artigo no qual descrevem a evolução da microestrutura na liga Zr-1Nb-1Sn-0,4Fe (% em peso) sob irradiação. Eles sugeriram que a temperatura de transformação de fase α para $\alpha + \beta$ é de cerca de 650 °C, e eles também precipitam $(\text{ZrNb})_3\text{Fe}$, $\text{Zr}(\text{NbFe})_2$ e Zr_4Sn . O mesmo trabalho indicou que o limite $\alpha + \beta$ para β na liga Zr-1Nb-1Sn-0,4Fe está localizado a 950 °C.

Os padrões de DRX e as micrografias apresentadas acima corroboraram as informações obtidas nos diagramas de fases teóricos Zr-Nb e Zr-Sn apresentados na seção 5.1 *Análise da Composição Química da Liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe*.

5.3 Análise do Comportamento Mecânico

5.3.1 Microdureza Vickers

A Tabela 5 apresenta os resultados de microdureza Vickers das amostras tratadas termicamente e da amostra como recebida.

A microdureza foi medida para o material recebido e comparado aos obtidos após cada tratamento térmico. Observa-se a que a dureza do material apresentou um aumento progressivo de $191 \pm 26,69$ HV para $399 \pm 18,57$ HV com o aumento da temperatura de tratamento térmico. O aumento da dureza das amostras é explicado devido à presença de precipitados e ao aparecimento de estruturas do tipo *Widmanstätten*, ou seja, a transformação de fase da matriz de zircônio.

Tabela 5 - Resultados de microdureza Vickers para cada condição analisada.

Condição como recebida = $191 \pm 26,69$				
Tratamento Térmico	580 °C	630 °C	830 °C	960 °C
Microdureza Vickers	$244 \pm 9,13$	$268 \pm 10,61$	$396 \pm 14,86$	$399 \pm 18,57$

5.3.2 Comportamento da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe sob tração uniaxial

A Tabela 6 mostra as propriedades mecânicas das ligas Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe a diferentes temperaturas de tratamento térmico. Verificou-se que as amostras tratadas apresentaram maiores valores de limite de escoamento, $\sigma_y^{0.2\%}$ e de resistência à tração, σ_t do que a amostra na condição como recebida. Enquanto que o alongamento total, L , diminuiu com o aumento da temperatura de tratamento térmico.

Ao observar os valores obtidos de microdureza Vickers e das propriedades mecânicas de resistência à tração, pode-se afirmar que tais propriedades foram alteradas com tratamento térmico. O aumento dos valores da microdureza Vickers e das propriedades mecânicas no domínio $Zr\alpha + Zr-Nb-Fe + \beta Nb$ podem estar relacionados à presença dos precipitados, uma vez que tanto a presença de precipitados como o tamanho dos precipitados influenciam as propriedades da liga, enquanto que no domínio $Zr\alpha + Zr\beta$ a microestrutura essencialmente composta pela variante da transição $Zr\alpha$ (baixa ductilidade) para $Zr\beta$ (ductilidade moderada) em uma morfologia típica de *Widmanstätten* seria o responsável pela melhora das propriedades mecânicas (JHA *et al.*, 2016; CHENA *et al.*, 2015; YANG *et al.*, 2012).

Tabela 6 - Propriedades Mecânicas das amostras.

Temperatura (°C)	$\sigma_y^{0.2\%}$ (MPa)	σ_t (MPa)	L (%)
Como recebida	603	754	21,00
580 °C/4h	619	829	20,83
630 °C/4h	624	831	15,93
830 °C/4h	633	836	14,17
960 °C/4h	637	882	9,46

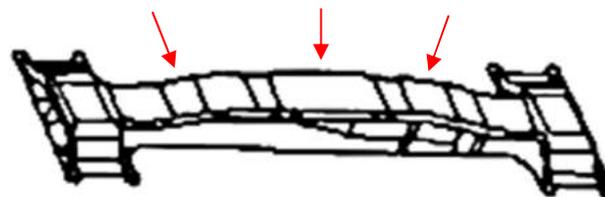
5.4 Resistência ao desgaste por fretting da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe

A Figura 38 mostra as marcas obtidas nas amostras após ensaio de fretting. Observou-se que em todas as amostras houve a formação de marcas de fretting na forma elíptica semelhante às reportadas por Kim e Lee (2003).

Figura 38 – (a) Marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível após a realização do ensaio (10^6 ciclos) e (b) Disposição das molas na célula da grade espaçadora.



(a)



(b)

Observa-se que as amostras tratadas termicamente apresentam uma perda de massa menor e uma menor área de fretting com o aumento da temperatura de tratamento, conforme demonstrado na Tabela 7.

Verifica-se que a perda de massa, assim como a área de desgaste, diminui com o aumento da temperatura de tratamento térmico, demonstrando que as amostras tratadas em maiores temperaturas apresentaram maiores resistências ao desgaste, corroborando os resultados de aumento de propriedades mecânicas de tração e microdureza Vickers. Assim como no caso das propriedades mecânicas de resistência à tração e nos valores de microdureza Vickers, a melhora da resistência ao desgaste por fretting está relacionada às mudanças da microestrutura da liga Zr-Nb-Sn-Fe devido aos tratamentos térmicos em diferentes temperaturas.

Tabela 7 - Valores de Perda de Massa e Área de Fretting.

Temperatura (°C)	Perda de Massa (g)	Área de Fretting (mm ²)
Como Recebida	0,0050 ± 0.14%	14,324 ± 2.95%
580 °C/4h	0,0030 ± 0.10%	12,896 ± 3.29%
630 °C/4h	0,0026 ± 0.15%	11,626 ± 2.12%
830 °C/4h	0,0018 ± 0.18%	7,995 ± 1.98%
960 °C/4h	0,0006 ± 0.05%	6,701 ± 1.12%

5.4.1 Análise de amplitude de deformações

As Figuras 39 a 43 mostram a variação das deformações com o aumento do número de ciclos. As deformações foram gradualmente diminuídas, tanto a deformação ao longo do eixo da coordenada x (ϵ_B) quanto as deformações dos eixos ortogonais ($\epsilon_A = -\epsilon_C$). Isso indica uma relação entre o decréscimo de deformações e a progressão do desgaste entre as superfícies de contato.

Observa-se em todos os casos estudados uma ligeira diminuição da amplitude de deformação das amostras tratadas termicamente quando comparadas com os valores de amplitude de deformação da amostra como recebida. Isso confirma que é possível que o mecanismo de desgaste por fretting pode ser alterado tanto por uma variação da condição de contato e com o aumento do número de ciclos quanto pela resistência ao fretting do material.

Sendo a força de contato diretamente proporcional à deformação (ϵ) e comparado os resultados da perda de massa e da área de desgaste por fretting, verificou-se que a perda de

massa, assim como a área de desgaste, são consideravelmente afetadas pela força de contato, uma vez que, independentemente da condição da liga estudada (como recebida ou tratada termicamente), houve uma diminuição da amplitude de deformação e, conseqüentemente, da força de contato. Esse resultado é muito importante quando se considera a capacidade de suporte de uma mola espaçadora. Se ocorrer um desgaste excessivo e a força de contato também diminuir no núcleo do reator nuclear em operação, a vibração de uma barra de combustível é acelerada ainda mais. Finalmente, uma diminuição da força de contato resulta na formação de uma condição de folga.

Além disso, foi relatado que a formação de uma condição de espaço entre a vareta combustível e a mola/batente da grade espaçadora nas usinas nucleares em operação é causada principalmente por um relaxamento da força da mola devido à irradiação de nêutrons, envelhecimento térmico na temperatura de operação, etc. (LEE; KIM, 2005). No entanto, este resultado obtido sugere que a transição para um desgaste impactante pode ser acelerada quando um desgaste excessivo reduz a capacidade de suporte da mola da grade espaçadora.

Figura 39 – Deformação do material como recebida durante a realização do ensaio de fretting.

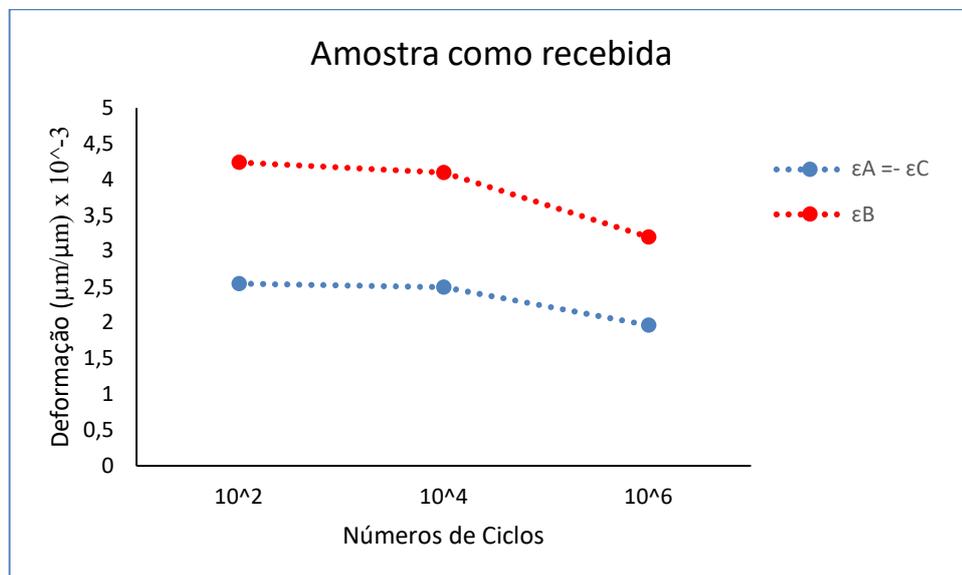


Figura 40 - Deformação do material tratado a 580 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.

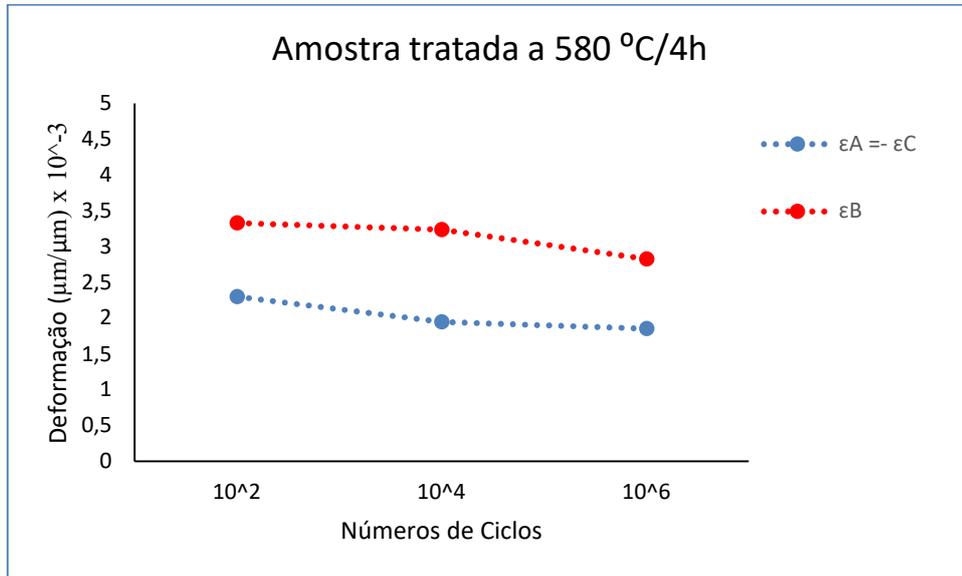


Figura 41 - Deformação do material tratado a 630 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.

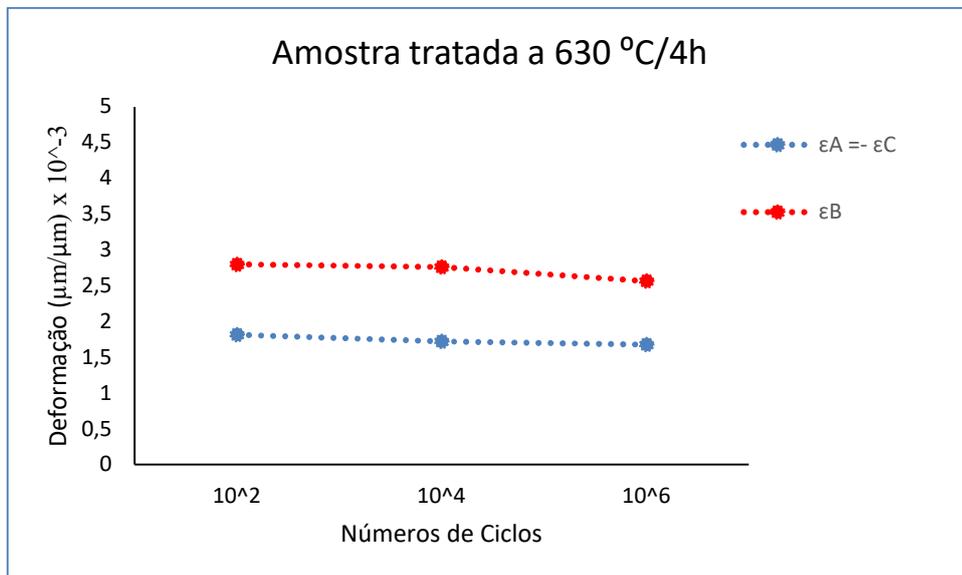


Figura 42 - Deformação do material tratado a 830 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.

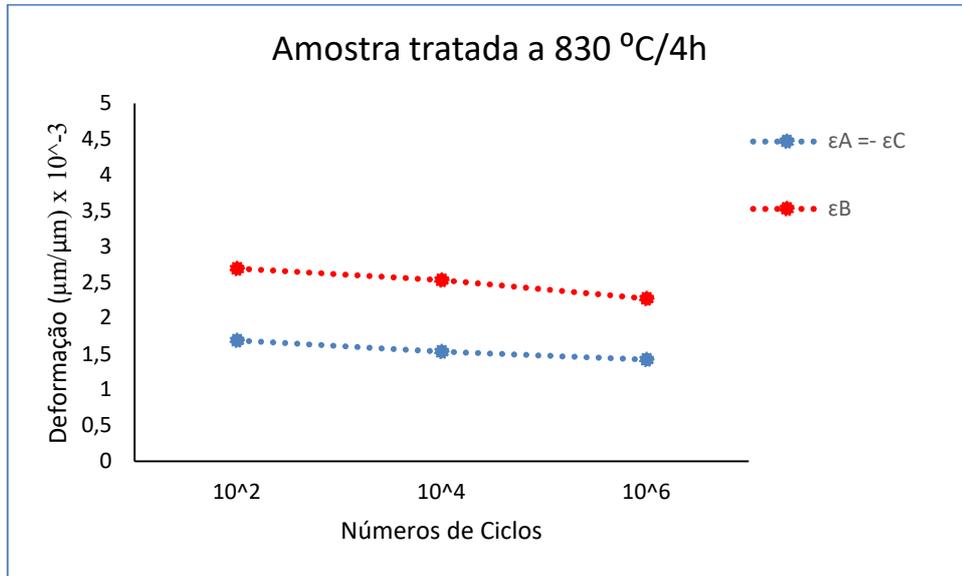
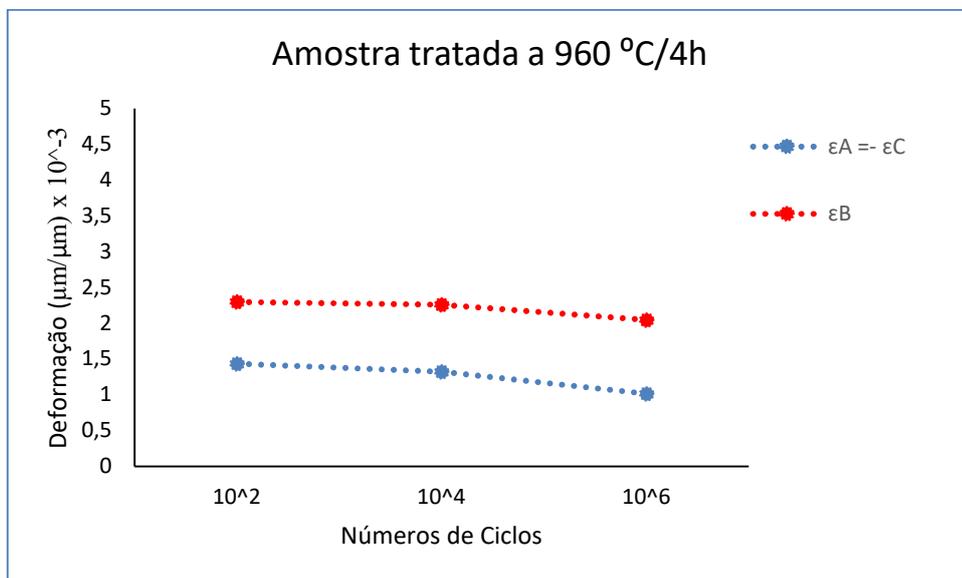


Figura 43 - Deformação do material tratado a 960 °C/4h durante a realização do ensaio de fretting.



A Tabela 8 resume os valores de amplitude de deformação medidos para cada caso estudado.

Tabela 8 - Valores de Amplitude de Deformação.

Amostra	$\epsilon_A = -\epsilon_C$			ϵ_B		
	10^2 ciclos	10^4 ciclos	10^6 ciclos	10^2 ciclos	10^4 ciclos	10^6 ciclos
Como recebido	2,548	2,496	1,966	4,241	4,098	3,199
580 °C/4h	2,301	1,946	1,854	3,330	3,239	2,826
630 °C/4h	1,185	1,720	1,677	2,799	2,760	2,563
830 °C/4h	1,689	1,535	1,422	2,695	2,534	2,274
960 °C/4h	1,435	1,322	1,015	2,297	2,261	2,046

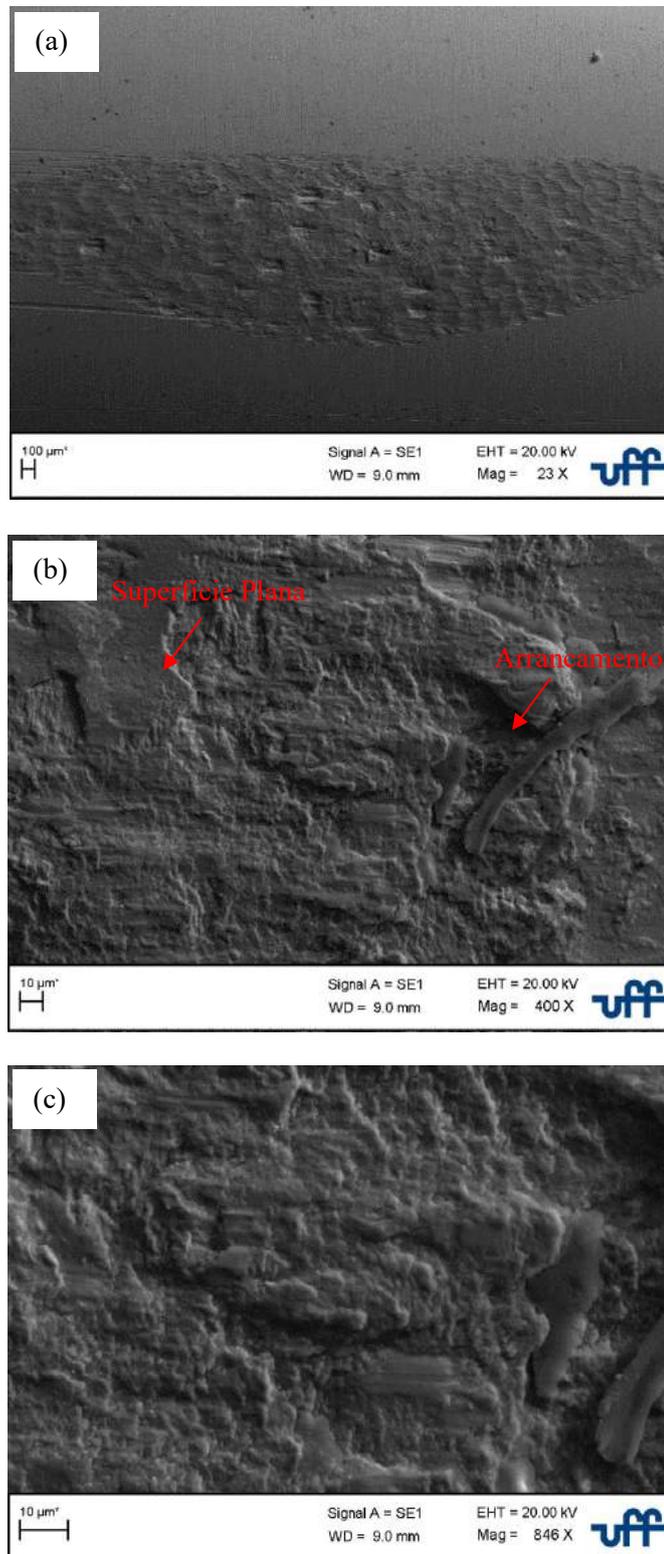
5.5 Caracterização das Superfícies Desgastadas

A fim de conhecer as características do material e a natureza do desgaste da zona afetada, a região foi avaliada por meio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e microscopia Confocal. Conforme já mencionado, King *et al.* (2005) definiram três mecanismos de desgaste dominantes que podem ser observados nas cicatrizes de desgaste das varetas de combustível: abrasão (identificada pela presença de material arrancado), adesão (identificada pela remoção de partículas grandes em conjunto com material arrancado) e deformação plástica (identificada por uma superfície martelada com desprendimento de pequenas partículas achatadas de material). A abrasão é o mecanismo mais grave, resultando em cicatrizes profundas de desgaste. A deformação plástica é o mecanismo mais suave, resultando em cicatrizes de desgaste rasas. A adesão é um mecanismo intermediário, sobrepondo a porção superior da faixa de deformação plástica e a porção inferior da faixa de abrasão.

Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas do desgaste por fretting das varetas combustível são mostradas nas Figuras 44 a 48.

A Figura 44 mostra a área desgastada da vareta combustível de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe como recebida. Pode-se observar a ocorrência em maior grau de arrancamento de material, típico de abrasão e de algumas superfícies planas com pequenas áreas de material removido, típicas da deformação plástica.

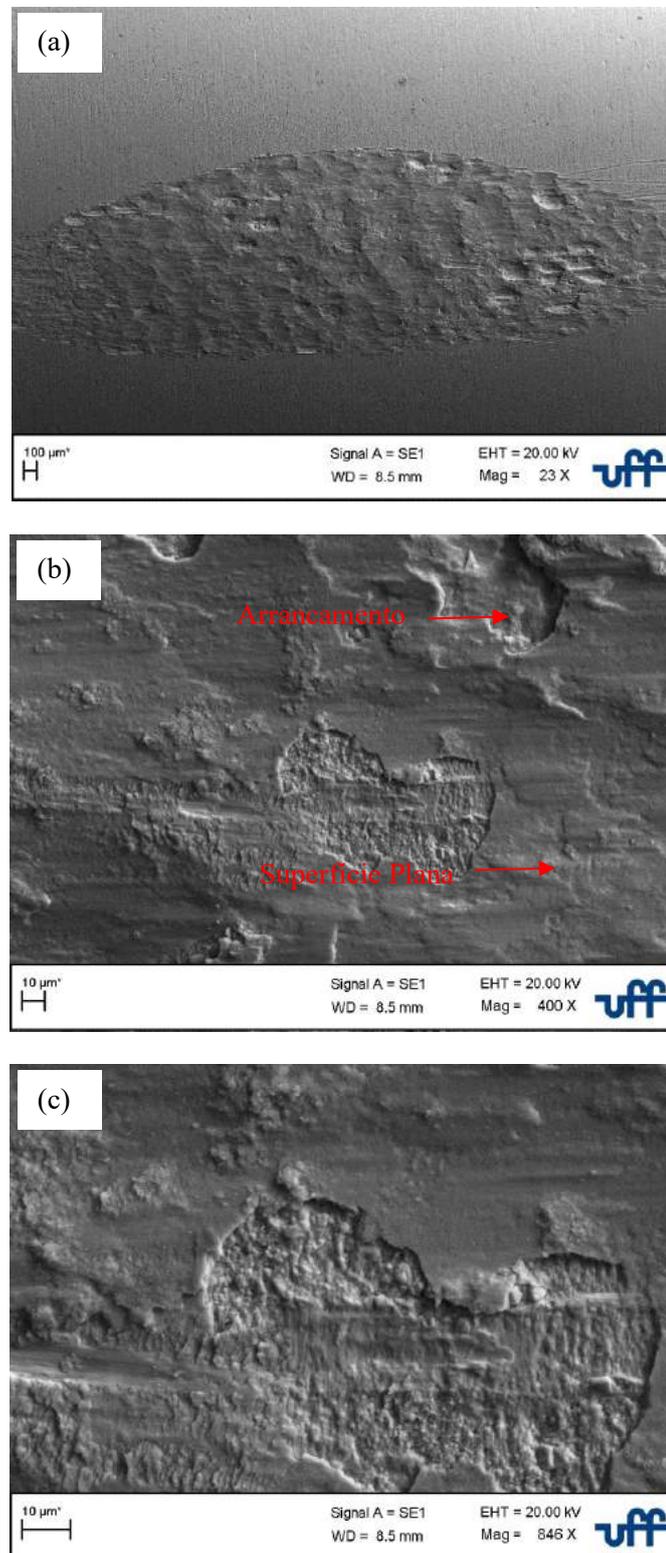
Figura 44 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra como recebida.



A Figura 45 mostra a área desgastada da vareta combustível de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada termicamente a 580 °C/4h. Pode-se observar a ocorrência em menor grau de

arrancamento de material, típico de abrasão e de superfícies planas com pequenas áreas de material removido, típicas da deformação plástica.

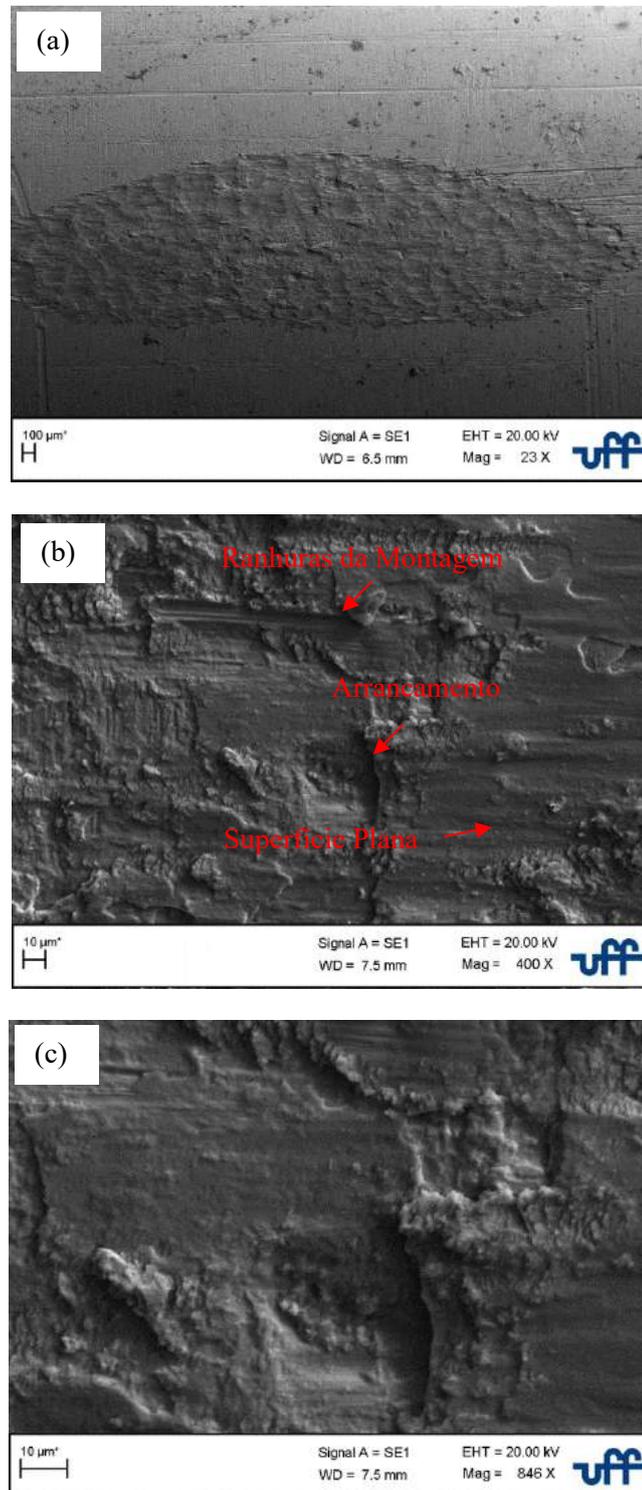
Figura 45 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 580 °C/4h.



A Figura 46 mostra a área desgastada da vareta combustível de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe

tratada termicamente a 630 °C/4h. Pode-se observar a ocorrência em menor grau de arrancamento de material, típico de abrasão, de superfícies planas com pequenas áreas de material removido, típicas da deformação plástica e de ranhuras provenientes da montagem.

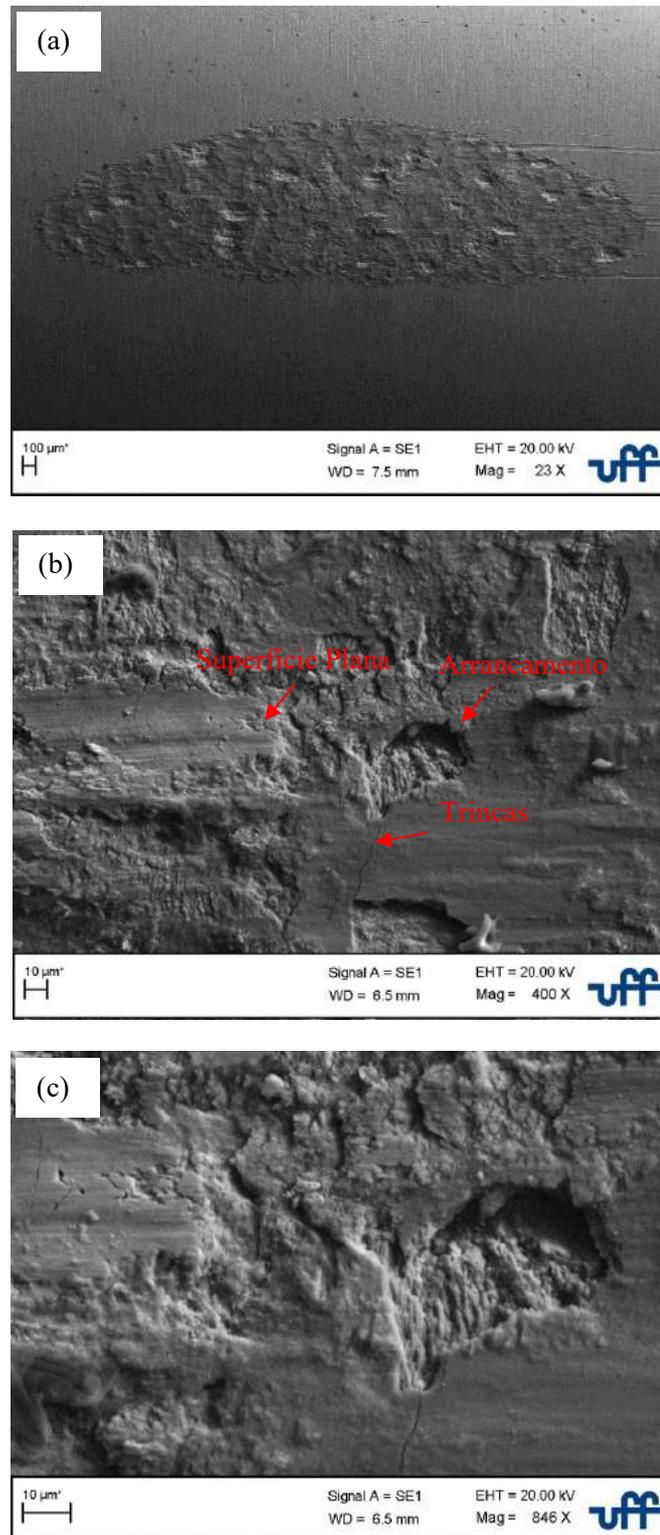
Figura 46 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 630 °C/4h



A Figura 47 mostra a área desgastada da vareta combustível de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe

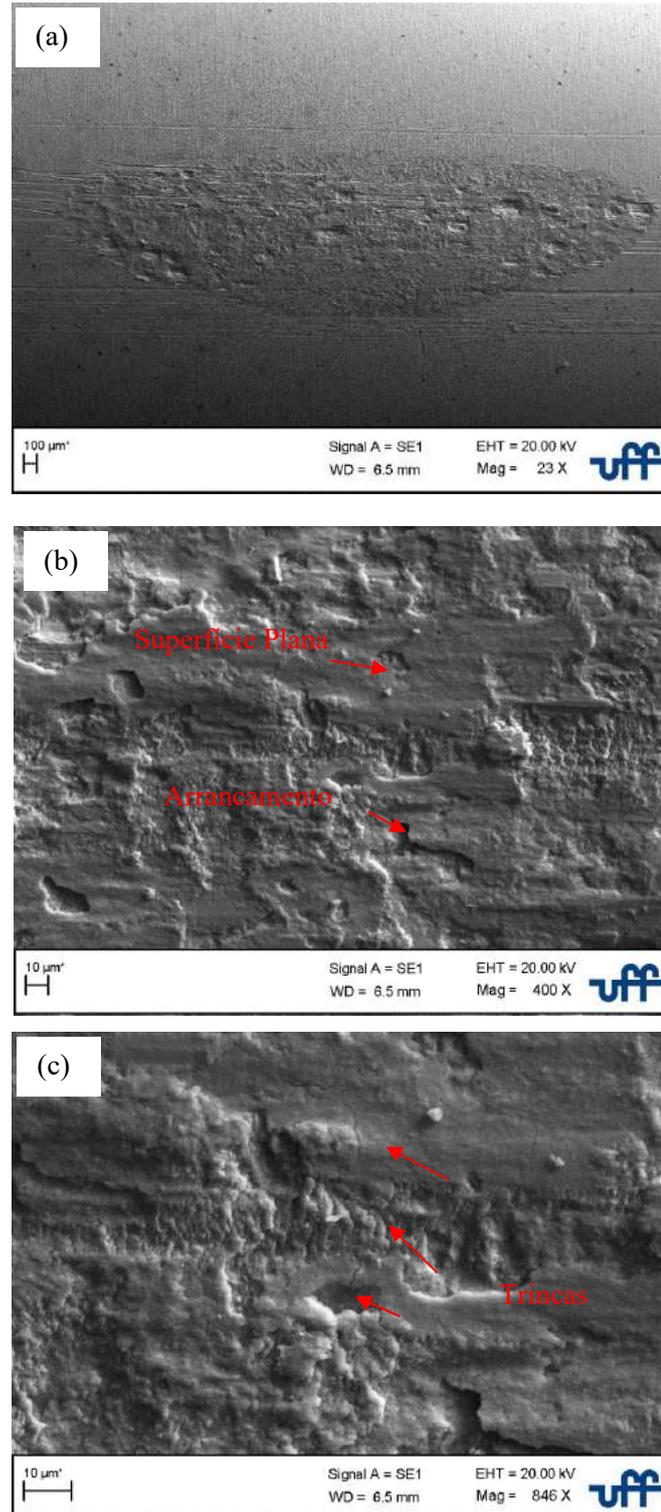
tratada termicamente a 830 °C/4h. Pode-se observar a ocorrência em menor grau de arrancamento de material, típico de abrasão, de superfícies planas com pequenas áreas de material removido, típicas da deformação plástica e a presença de trincas.

Figura 47 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 830 °C/4h



A Figura 48 mostra a área desgastada da vareta combustível de Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe tratada termicamente a 960 °C/4h. Pode-se observar a ocorrência em menor grau de arrancamento de material, típico de abrasão, de superfícies planas com pequenas áreas de material removido, típicas da deformação plástica e a presença de trincas.

Figura 48 - SEM das marcas de fretting entre a mola e a vareta combustível da amostra tratada a 960 °C/4h



De uma forma geral, as amostras tratadas termicamente apresentaram o mecanismo de desgaste dominante sendo a deformação plástica, enquanto a amostra como recebida apresenta a abrasão como o mecanismo de desgaste dominante. Observa-se a presença de trincas nas amostras tratadas a 830 °C/4h (Figura 47) e 960 °C/4h (Figura 48), enquanto o aparecimento de trincas não é observado nas demais amostras (Figuras 44, 45 e 46). O mecanismo de desgaste por fretting por abrasão provoca o arrancamento profundo do material, o que resulta na remoção da trinca. O mecanismo de desgaste por deformação plástica promove uma menor remoção de material, permitindo a visualização das trincas nas superfícies desgastadas.

Em geral, acredita-se que áreas de contato menores e/ou bordas de contato afiadas causem desgastes mais severos (por exemplo, abrasão), enquanto áreas de contato maiores e/ou bordas de contato curvas causam desgastes menos severos (por exemplo, deformação plástica). Assim, diferentes regimes de desgaste podem ocorrer para diferentes projetos de suporte da grade de combustível e para diferentes tipos de contato (isto é, contatos de mola *versus* contatos de batente) dentro do mesmo projeto geral.

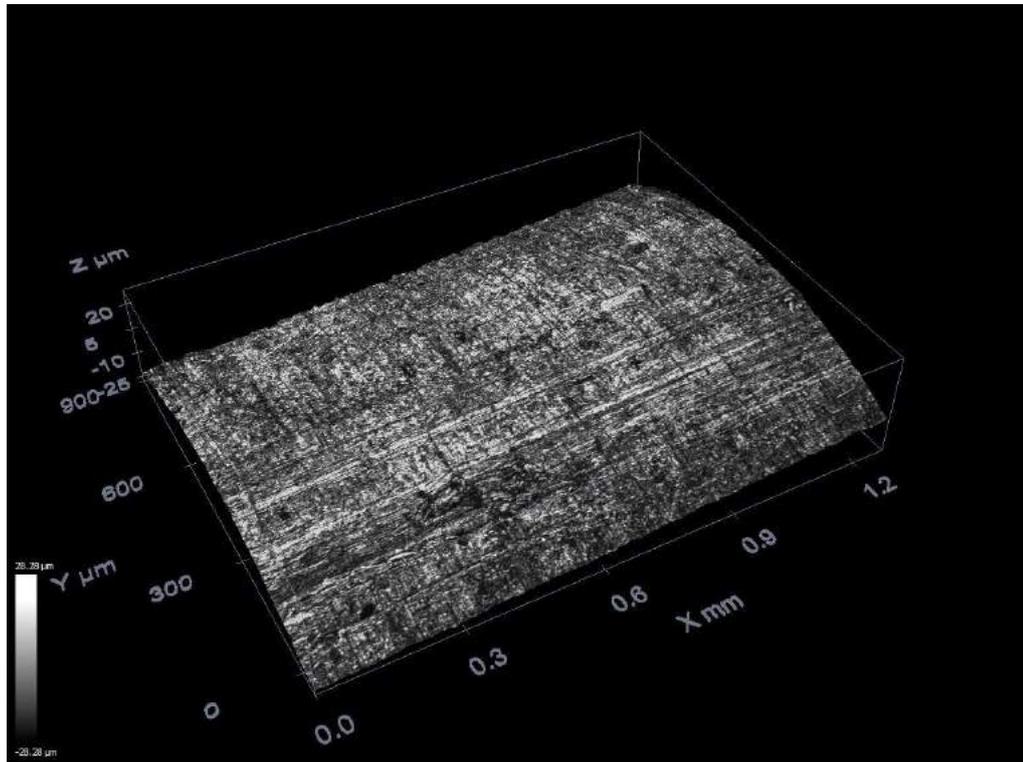
Neste trabalho, a abordagem usada para mitigar a ocorrência de desgaste por fretting foi a engenharia de superfície/transformação de fases, não havendo modificação da geometria do componente e contato dos materiais nem a inserção de lubrificante, uma vez que os danos por atrito são um mecanismo relacionado à superfície que envolve eventos mecânicos e químicos no material da superfície próxima.

Dessa forma, pode-se afirmar que a diminuição na severidade do regime de desgaste está relacionada ao tratamento térmico e, conseqüentemente, às transformações de fase do material.

O desgaste de cada marca de fretting nas amostras de vareta de combustível foi caracterizado por imagens tridimensionais de superfície (3D) no final de cada teste. As imagens a seguir mostram, em três dimensões por meio da técnica de microscopia confocal, a natureza do desgaste atribuído às amostras durante os ensaios pelas molas da grade espaçadora.

A Figura 49 apresenta a natureza topográfica da região do material como recebido, sendo possível observar que a superfície apresenta uma característica lisa e uniforme.

Figura 49 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material como recebido sem a realização do ensaio de fretting.



As Figuras 50 a 54 -apresentam as micrografias confocal das regiões desgastadas caracterizadas por crateras/vales e picos. As regiões de cratera/vales sugerem que o material foi arrancado devido a condições de regime de abrasão. Já as regiões de pico, sugerem que o material foi deslocado para a área infinitesimal vizinha mediante uma deformação plástica e adesão.

As áreas de desgaste obtidas experimentalmente apresentaram maior dano superficial em sua parte central, evoluindo em menor intensidade para as extremidades, comportamento também verificado nas referências (KIM; SUH, 2009; LEE; KIM, 2007).

As transições naturais no desgaste podem ocorrer à medida que terceiros corpos são formados dentro dos limites do contato. À medida que o desgaste ocorre, o contato pode se soltar, alterando a força de contato com o tempo (KIM *et al.*, 2006; BLAU, 2015). As imagens obtidas pelo método do confocal sugerem que os resíduos de desgaste na condição seca permaneceram aderidos à superfície desgastada, cujo comportamentofoi observado por Lee e Kim (2007).

Figura 50 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material como recebido após a realização do ensaio de fretting.

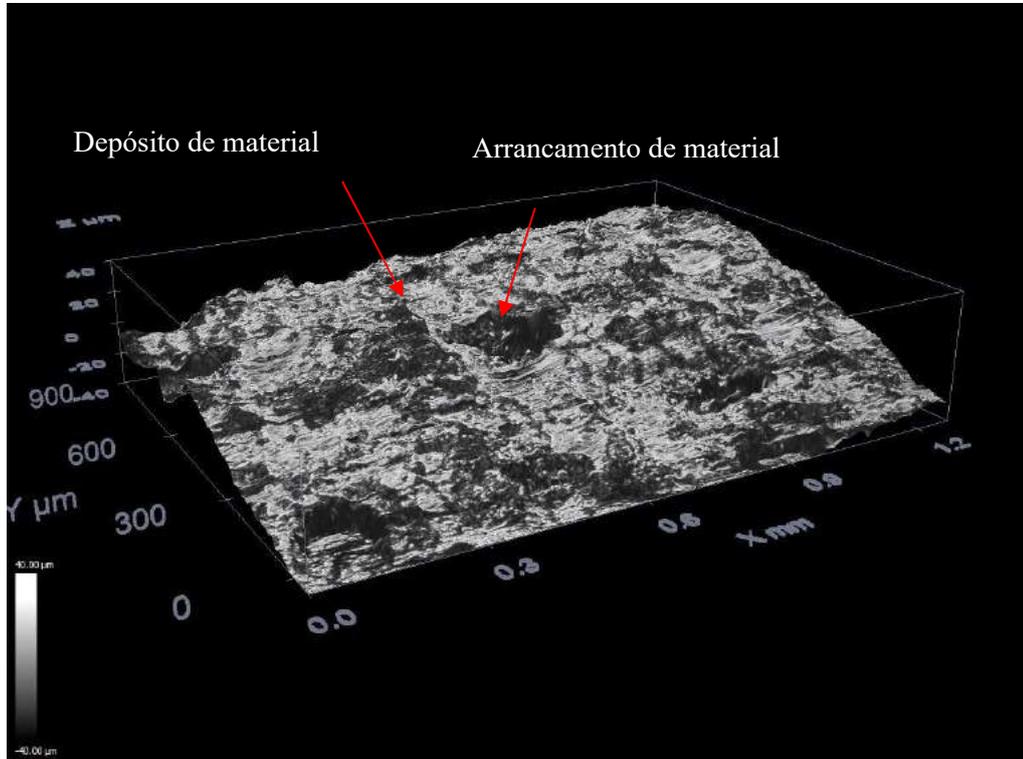


Figura 51 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 580 °C/4h após ensaio de fretting.

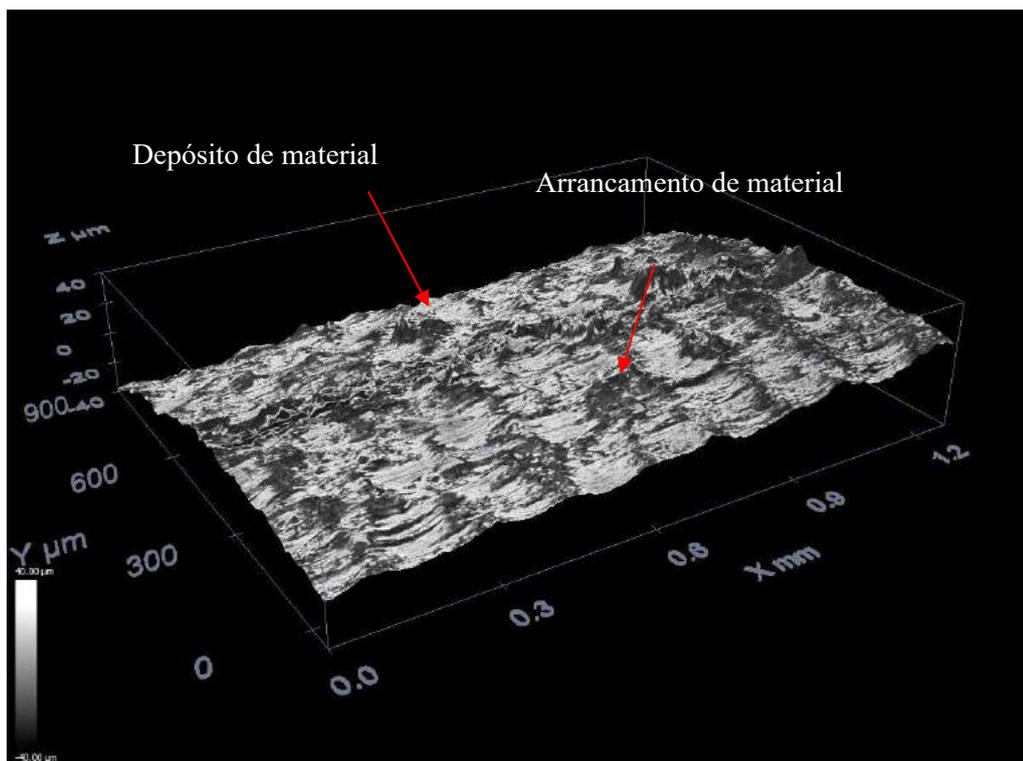


Figura 52 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 630 °C/4h após ensaio de fretting.

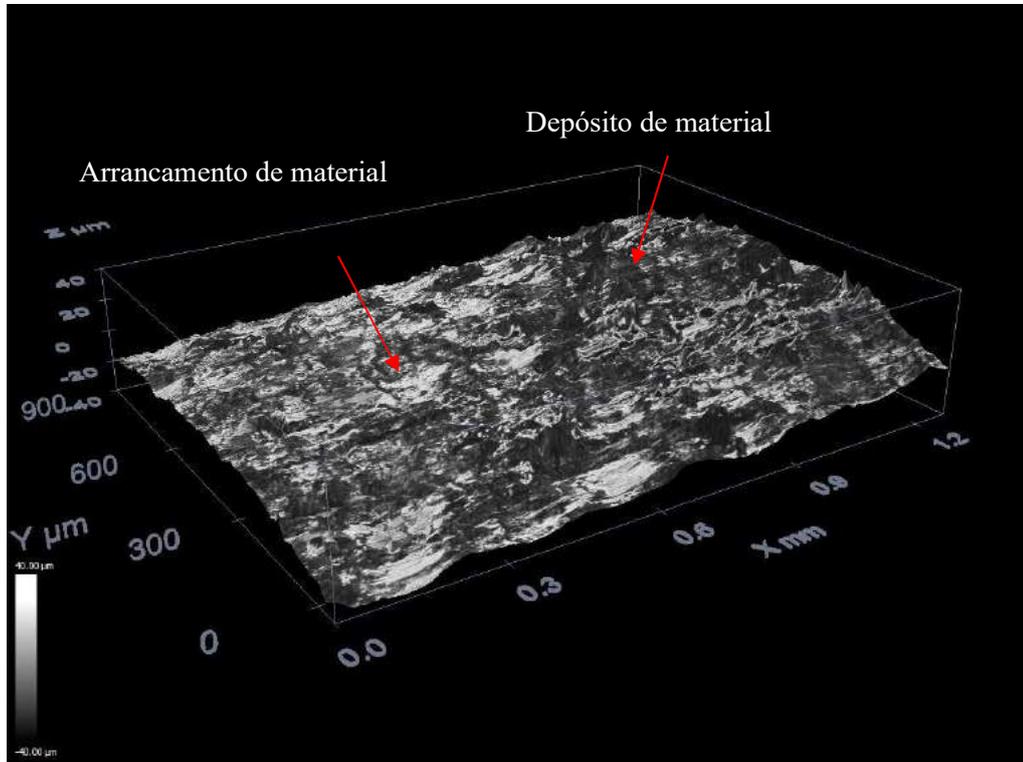


Figura 53 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 830 °C/4h após ensaio de fretting.

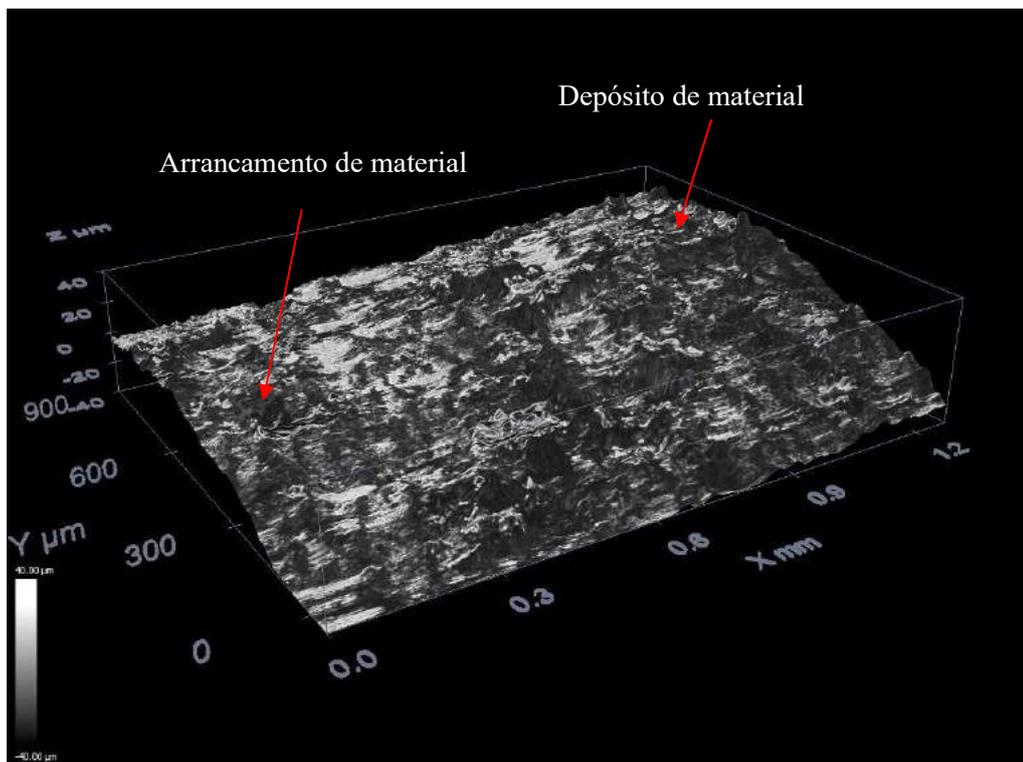
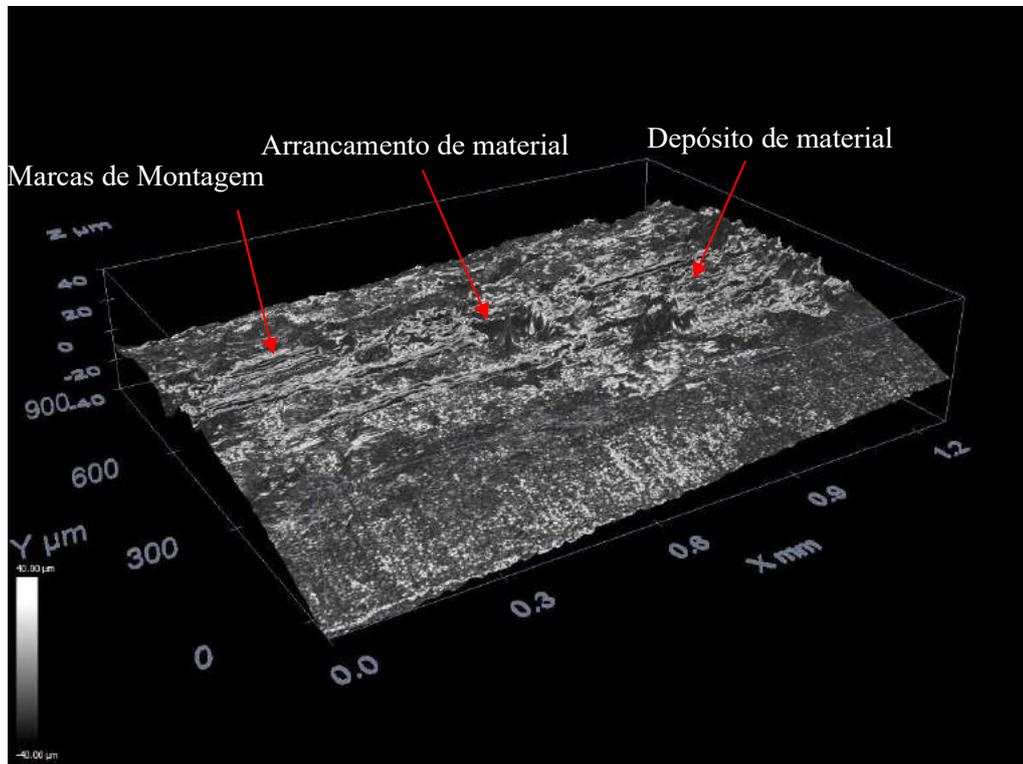
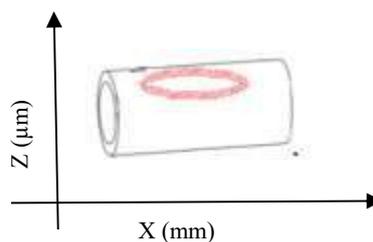


Figura 54 - Imagem de microscopia confocal da vareta combustível: natureza topográfica do material tratado a 960 °C/4h após ensaio de fretting.



As Figuras 56 a 60 demonstram os perfis topográficos das imagens das microscopias confocal, em que Z (μm) é referente à altura e X (mm) é referente à direção do comprimento da amostra, conforme Figura 55. Em $Z = 0$ está a referência da superfície da amostra desgastada.

Figura 55 - Referências X e Z dos perfis topográficos.



Os resultados obtidos corroboram as imagens das microscopias confocal. As amostras tratadas apresentam crateras/vales menos profundos do que a amostra como recebida. Com o aumento da temperatura de tratamento térmico, a quantidade de material deslocado para a região vizinha aumenta e a profundidade do material arrancado diminui.

O aumento da temperatura de tratamento térmico mostrou significativa diminuição de

perda de massa, sugerindo um regime de deformação plástica com pouco arrancamento e maior adesão. Os resultados dos ensaios de fadiga por fretting corroboram as propriedades mecânicas das amostras tratadas e como recebida, em que as amostras com maior resistência ao fretting possuem melhores propriedades de resistência à tração e microdureza Vickers.

Figura 56 - Perfil topográfico da vareta combustível: material como recebido após a realização do ensaio de fretting.

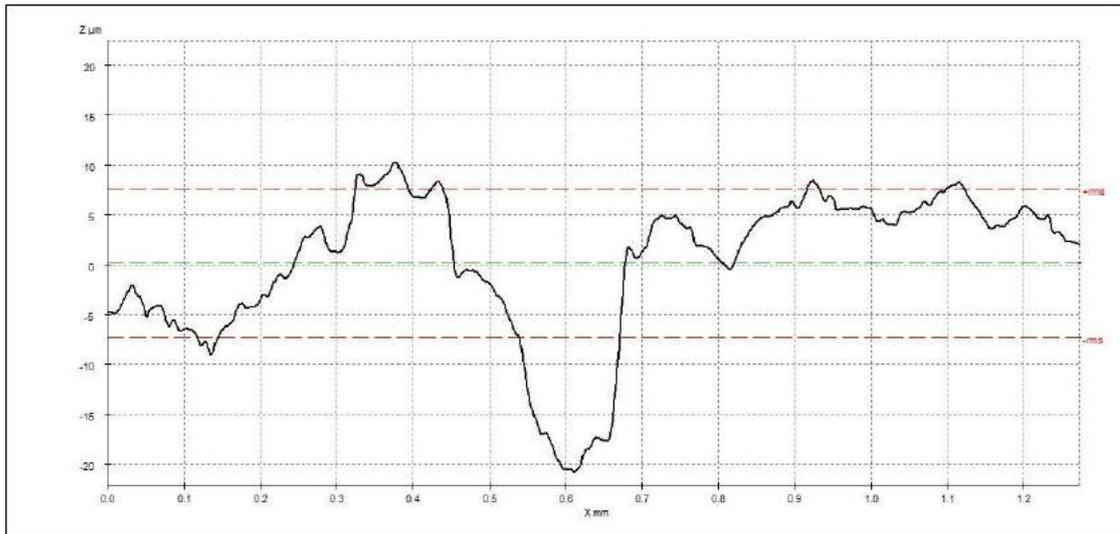


Figura 57 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 580 °C/4h após ensaio de fretting.

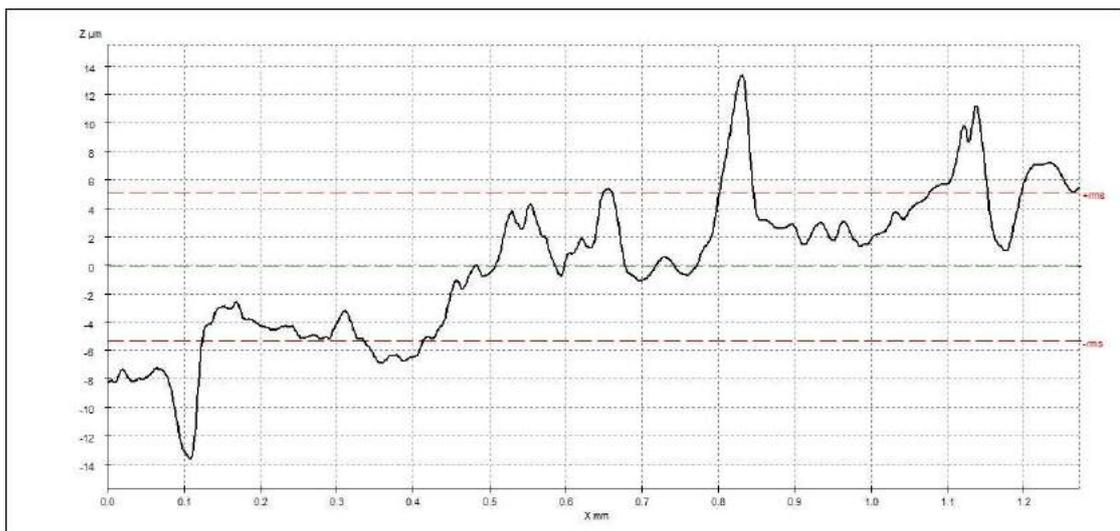


Figura 58 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 630 °C/4h após ensaio de fretting.

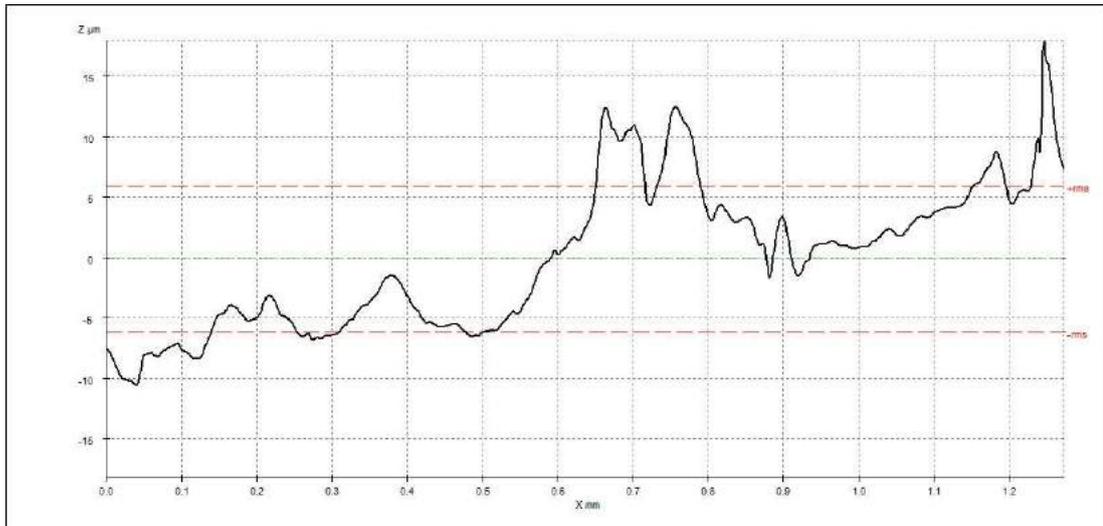


Figura 59 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 830 °C/4h após ensaio de fretting.

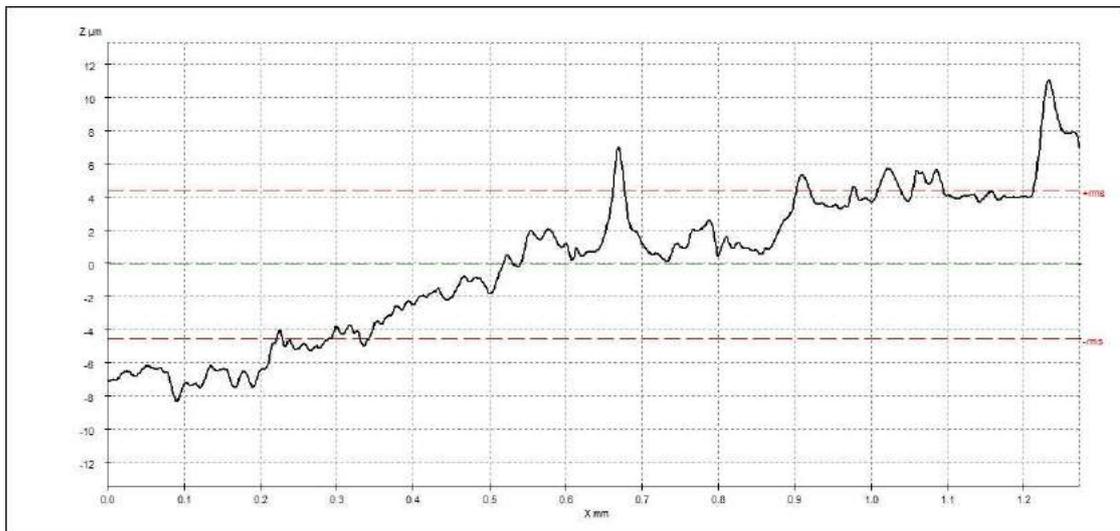
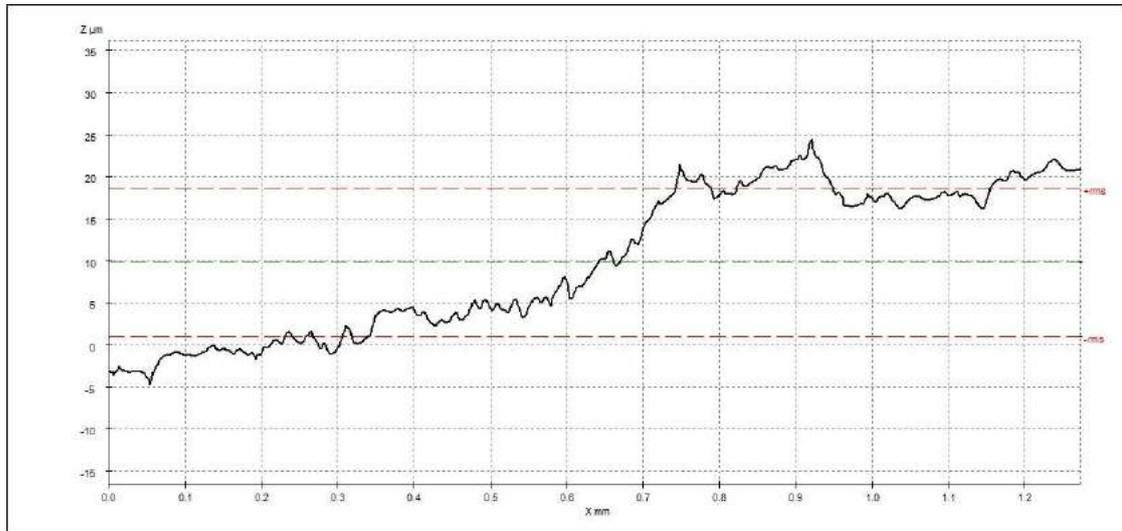


Figura 60 - Perfil topográfico da vareta combustível: material tratado a 960 °C/4h após ensaio de fretting.



6 CONCLUSÕES

Neste estudo, amostras de varetas combustíveis fabricadas a partir de uma liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe e utilizadas em elementos combustíveis do tipo 16x16 foram tratadas em diferentes temperaturas e submetidas a análises de caracterização e ensaios de propriedades mecânicas e fretting. Os resultados forneceram uma compreensão sobre como as mudanças de fase do material influenciam as propriedades mecânicas e o desgaste topográfico da superfície. Esses são resumidos da seguinte forma:

(1) O aumento da temperatura de tratamento térmico promoveu o aumento dos valores de microdureza e a resistência à tração do material. Foi possível observar que o aumento da dureza está relacionado à presença de precipitados e à fase β Zr presente na liga tratada;

(2) As microscopias das amostras tratadas com temperaturas abaixo da temperatura de transição demonstram uma microestrutura com grãos e a presença de precipitados. Observa-se que nas amostras tratadas acima da temperatura de transição a microscopia MO e MEV mostram uma microestrutura sem a presença de precipitados e com estruturas do tipo *Widmanstätten*;

(3) Foi possível, a partir da técnica EDS, observar e obter a composição química dos precipitados presentes na liga;

(4) Todas as amostras apresentaram marcas de fretting na forma elíptica. Ademais, verificou-se que a perda de massa, assim como a área de desgaste, diminuiu com o aumento da temperatura de tratamento térmico, demonstrando que houve um menor arrancamento de material durante a realização dos ensaios de fretting;

(5) Os mecanismos de desgaste por fretting observados nas varetas de combustível incluem abrasão, adesão e deformação plástica. A amostra não tratada termicamente apresentou mecanismo de desgaste por fretting mais severo (abrasão), enquanto que o aumento da temperatura de tratamento térmico promove um regime de desgaste por fretting mais brando (deformação plástica e adesão);

(6) Verificou-se que o aumento da temperatura de tratamento térmico promove o aumento da resistência a fretting do material devido à mudança de fase do material e corrobora as propriedades mecânicas de tração e de microdureza, demonstrando o efeito significativo da microestrutura nos resultados do desgaste por fretting;

(7) Observou-se que as amostras tratadas nas maiores temperaturas (830 °C e 960 °C) apresentaram trincas em suas superfícies, enquanto que nas amostras não tratadas e tratadas a 580 °C e 630 °C não é possível observar a presença de trincas, demonstrando que a remoção de

material devido ao desgaste da superfície pode ter sido responsável por eliminar as trincas da nucleação na superfície;

(8) Foi possível verificar que as deformações foram gradualmente diminuídas, tanto a deformação ao longo do eixo da coordenada x (ϵ_B) quanto as deformações dos eixos ortogonais ($\epsilon_A = -\epsilon_C$). Sendo a força de contato diretamente proporcional à deformação (ϵ), pode-se afirmar que resultados da perda de massa e da área de desgaste por fretting são consideravelmente afetados pela diminuição da força de contato;

(9) Por fim foi possível verificar que o equipamento desenvolvido foi capaz de reproduzir o desgaste por fretting diretamente em amostras de varetas combustíveis de reatores nucleares utilizando uma grade espaçadora.

7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

O tema analisado neste trabalho mostrou relevantes resultados. No entanto, há alguns pontos que podem ser aprofundados e que darão continuidade ao estudo. Dentre eles, destacam-se:

- Determinação do tempo de ensaio que conduzirá à falha por desgaste do material;
- Realizar ensaios com amostras nas condições como recebido e após tratamentos térmicos incluindo massa nas demais células da grade espaçadora, de modo a investigar o efeito de inércia sobre a ocorrência de fretting;
- Realizar ensaios de fretting na temperatura de serviço do reator (320 °C) e na presença de fluido refrigerante;
- Proposição de modelos numéricos tridimensionais de elementos finitos capazes de reproduzir de forma consistente o comportamento termomecânico da liga Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe, com enfoque na resistência ao fretting, durante o processo de geração de energia nuclear em reatores do tipo PWR.

8 REFERÊNCIAS

- ABRIATA, J. P.; BOLCICH, J. C. The Sn–Zn (Tin-Zirconium) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, p. 147-154, set. 1983. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/BF02884861>>. Acesso em: 10 ago. 2019.
- AHMED, K. F.; DAYMOND, M. R.; GHARGHOURI, M. A. Microstructural evaluation and crystallographic texture modification of heat-treated zirconium Excel pressure tube material. *Journal of Alloys and Compounds*, Oxford: Elsevier, v. 687, p. 1021-1033, dez. 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.05.072>>. Acesso em: 13 out. 2019.
- ATTIA, M. H. On the fretting wear mechanism of Zr Alloys. *Tribology International*, Oxford: Elsevier, v. 39, ed. 10, p. 1320-1326, out. 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2006.02.053>>. Acesso em: 13 out. 2019.
- AVERIN, S. A.; PANCHENKO, V. L.; KOZLOV, A.V.; SINELNIKOV, L. P.; SHISHOV, V. N.; NIKULINA, A.V. Evolution of dislocation and precipitate structure in Zr alloys under long-term irradiation. In: ZIRCONIUM IN THE NUCLEAR INDUSTRY INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 12., 2000, West Conshohocken, Pensilvânia, p. 105-121. Disponível em: <<https://doi.org/10.1520/STP14297S>>. Acesso em: 10 ago. 2019.
- AZAMBUJA, M. M. *Efeitos do hidrogênio em ligas de zircônio utilizadas em reatores Nucleares*. Rio de Janeiro, 2005. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Faculdade de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005. Disponível em: <<http://www.metalmat.ufrj.br/index.php/br/pesquisa/producao-academica/-7/2005-1/619--568/file>>. Acesso em: 20 set. 2019
- AZAMBUJA, V. M. *Interação do hidrogênio com a microestrutura de ligas a base de paládio*. Rio de Janeiro, 2006. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica) – Faculdade de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.
- BERTOLINO, G. *Deterioro de las propiedades mecánicas de aleaciones base circonio por interacción con hidrógeno*. Tese (Doutorado em Engenharia Nuclear) - Universidad Nacional de Cuyo, Bariloche, Argentina, 2001. Disponível em: <<https://core.ac.uk/download/pdf/35119811.pdf>>. Acesso em: 15 set. 2019.
- BHATTI, N. A.; WAHAB, M. A. Fretting fatigue crack nucleation: A review. *Tribology International*, Oxford: Elsevier, v. 121, p. 121-138, mai. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2018.01.029>>. Acesso em: 15 set. 2019.
- BLAU, P. J. A microstructure-based wear model for grid-to-rod fretting of clad nuclear fuel rods. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 426–427, p. 750-759, abr. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.01.056>>. Acesso em: 15 set. 2019.

_____. A multi-stage wear model for grid-to-rod fretting of nuclear fuel rods. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 313, p. 89-96, mai. 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2014.02.016>>. Acesso em: 15 set. 2019.

_____. How common is the steady-state? The implications of wear transitions for materials selection and design. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 332-333, p. 1120-1128, mai./ jun. 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2014.11.018>>. Acesso em: 15 set. 2019.

BOHN, W.; HOLZER, R. *Reatores a Água Pressurizada para Centrais Nucleares*. Trad. Nuclebras. Tradução Informal de: *Druckwasserreaktoren für Kernkraftwerke*. KWU, Erlangen, Alemanha, 1974.

BUDINSKI, K. G. Effect of hardness differential on metal-to-metal fretting damage. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 301, p. 501-507, abr./ mai. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.01.003>>. Acesso em: 16 set. 2019.

BURR, P. A. *et al.* Hydrogen solubility in zirconium intermetallic second phase particles. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 443, p. 502-506, nov. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.07.060>>. Acesso em: 16 set. 2019.

CACUCI, D. G. *Handbook of Nuclear Engineering*. New York: Springer, 2010.

CANAY, M.; DANÓN, C.; ARIAS, D. Phase transition temperature in the Zr-rich corner of Zr-Nb-Sn-Fe alloys. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 280, p. 365-371, ago. 2000. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(00\)00050-7](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(00)00050-7)>. Acesso em: 16 set. 2019.

CARDOSO, E. (org.). *Radioatividade - Apostila Educativa*, CNEN. Disponível em: <<http://www.if.ufrgs.br/tex/fis01001/radio.pdf>>. Acesso em: 11 out. 2018.

CARRILHO, L. A. Otimização do contato entre vareta combustível e suporte para o elemento combustível 16 x 16 avançado. In: *International Nuclear Atlantic Conference - INAC, 2005*, Santos. Indústrias Nucleares do Brasil, INB. Departamento de Análise do Combustível-GEACOM. Anais do INAC 2005, Santos, SP, 2005.

_____. *Modelamento do Elemento Combustível Nuclear em Operação Normal pelo Método de Elementos Finitos*. Rio de Janeiro, 2000. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – Faculdade de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, Rio de Janeiro, 2000.

CHAI, L. *et al.* Microstructural characteristics of as-forged and β -air-cooled Zr-2.5Nb alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Hunan: Elsevier, v. 28, n. 7, p. 1321-1328, jul. 2018. Disponível em: <http://tnmsc.csu.edu.cn/paper/paperView.aspx?id=paper_318178>. Acesso em: 20 out. 2019.

CHEN, L. *et al.* Zr–Sn–Nb–Fe–Si–O alloy for fuel cladding candidate: Processing, microstructure, corrosion resistance and tensile behavior. *Corrosion Science*, Oxford: Elsevier, v. 100, p. 332-340, nov. 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2015.08.005>>. Acesso em: 20 out. 2019.

CHO, K. H.; KIM, T. H.; KIM S. S. Fretting wear characteristics of Zircaloy-4 tube. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 219, p. 3-7, ago. 1998. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(98\)00164-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(98)00164-1)>. Acesso em: 20 set. 2019.

DANIELSON, P. E.; SUTHERLIN, R. C. Metallography and Microstructures of Zirconium, Hafnium, and their Alloys. *Metallography and Microstructures*, Ohio: ASM International, v.9, p. 942-958, 2004. Disponível em: <<https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.a0003782>>. Acesso em: 13 out. 2019.

DAVIS, J. R. (ed.). *Metals Handbook*. Desk Edition, 2. ed. Ohio: ASM International, 1998.

DING, J.; LEEN, S. B.; WILLIAMS, E. J.; SHIPWAY, P. H. A multi-scale model for fretting wear with oxidation-debris effects. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, Reino Unido: Sage Journals, v. 223 p. 1019-1031, mar. 2009. Disponível em: <<http://journals.sagepub.com/doi/10.1243/13506501JET589>>. Acesso em: 20 set. 2019.

DING, J., MCCOLL, I. R., LEEN, S. B., SHIPWAY, P. H. A finite element based approach to simulating the effects of debris on fretting wear. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 263, p. 481-491, set. 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2006.12.056>>. Acesso em: 15 set. 2019.

ERWIN, K. T. *et al.* Observation of second-phase particles in bulk zirconium alloys using synchrotron radiation. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 294, p. 299-304, abr. 2001. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(01\)00436-6](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(01)00436-6)>. Acesso em: 15 set. 2019.

ESTEVEES, R. G. Planejamento Estratégico para o Ciclo do Combustível Nuclear. In: SIMPÓSIO ANUAL DA LATIN AMERICAN SECTION, 2006. Disponível em: <<https://las-ans.org.br/wp-content/uploads/2019/04/6-Esteves.pdf>>. Acesso em: 20 out. 2019.

FENG, B. *et al.* Fretting wear behaviour of titanium modified by heat treatment. *Journal Surface Engineering*, Reino Unido: Taylor & Francis Online, v. 27, p. 246-252, 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.1179/174329409X397769>>. Acesso em: 10 set. 2019.

FRANCIS, E. M. *et al.* Iron redistribution in a zirconium alloy after neutron and proton irradiation studied by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) using an aberration-corrected (scanning) transmission electron microscope. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 454, p. 387-397, nov. 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.08.034>>. Acesso em: 20 set. 2019.

FU, Y.; WEI, J.; BATCHELOR, A.W. Some considerations on the mitigation of fretting damage by the application of surface-modification Technologies. *Journal of Materials Processing Technology*, Oxford: Elsevier, v. 99, p. 231-245, mar. 2000. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(99\)00429-X](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(99)00429-X)>. Acesso em: 14 set. 2019.

GUO, X. *et al.* Fretting wear of alloy 690 tube mated with different materials in high temperature water. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 400-401, p. 119-126, abr. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.01.001>>. Acesso em: 20 ago. 2019.

HAMPEL, C. A. (ed.). *Rare Metals Handbook*. Reinhold Publishing Corporation, 2. ed., 1961.

HARTE, A.; GRIFFITHS, M.; PREUSS, M. The characterisation of second phases in the Zr-Nb and Zr-Nb-Sn-Fe alloys: A critical review. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 505, p. 227-239, jul. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.03.030>>. Acesso em: 20 ago. 2019.

HAYASHI, H.; HASHIMOTO, N.; OHNUKI, S. Stability of precipitates in ZIRLO under high energy particle irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 442, p. 830-833, nov. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.11.041>>. Acesso em: 20 ago. 2019.

HILLS, D. A. *et al.* Correlation of fretting fatigue experimental results using an asymptotic approach. *International Journal of Fatigue*, Oxford: Elsevier, v. 43, p. 62-75, out. 2012.

HIRSCH, M. R.; NEU, R.W. A simple model for friction evolution in fretting. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 301, p. 517-523, abr./ mai. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.01.036>>. Acesso em: 21. Set. 2019.

HOEPPNER, D.W. Fretting fatigue case studies of engineering components. *Tribology International*, Oxford: Elsevier, v. 39, p. 1271-1286, out. 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2006.02.051>>. Acesso em: 21 set. 2019.

HU, Z. Developments of analyses on grid-to-rod fretting problems in pressurized water reactors. *Progress in Nuclear Energy*, Oxford: Elsevier, v. 106, p. 293-299, jul. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.pnucene.2018.03.015>>. Acesso em: 21 set. 2019.

ISOBE, T.; MATSUO, Y.; MAE, Y. Micro-Characterization of Corrosion Resistant Zirconium-Based Alloys. In: ZIRCONIUM IN THE NUCLEAR INDUSTRY: INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 10., 1994, Philadelphia, ASTM STP 1245. GARDE, A. M.; BRADLEY, E. R. (ed.). America Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1994, p. 437-449.

JEONG, Y. H.; KIM, H. G.; KIM, T. H. Effect of β phase, precipitate and Nb concentration in matrix on corrosion and oxide characteristics of Zr-xNb alloys. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 317, p. 1-12, 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/S0022->

3115(02)01676-8>. Acesso em: 22 set. 2019.

JHA, S. K. *et al.* Microstructural and textural evolution during hot deformation of dilute Zr-Sn alloy. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 482, p. 12-18, dez. 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.09.028>>. Acesso em: 22 set. 2019.

KIM, H. H. *et al.* High-temperature Oxidation Behavior of Zircaloy-4 and Zirlo in Steam Ambient. *Journal of Materials Science & Technology*, Oxford: Elsevier, v. 26, p. 827-832, 2010. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60132-6](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60132-6)>. Acesso em: 21 set. 2019.

KIM, H. K.; LEE, Y. H. Influence of contact shape and supporting condition on tube fretting wear. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 255, p. 1183-1197, 2003. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(03\)00068-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00068-1)>. Acesso em: 22 set. 2019.

KIM, H. K.; LEE, Y. H.; HEO, S. P. Mechanical and experimental investigation on nuclear fuel fretting. *Tribology International*, Oxford: Elsevier, v. 39, p. 1305-1319 out. 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2006.02.027>>. Acesso em: 22 set. 2019.

KIM, K. T. Evolutionary developments of advanced PWR nuclear fuels and cladding materials. *Nuclear Engineering and Design*, Oxford: Elsevier, v. 263, p. 59-69, out. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2013.04.013>>. Acesso em: 22 set. 2019.

_____. The study on grid-to-rod fretting wear models for PWR fuel. *Nuclear Engineering and Design*, Oxford: Elsevier, v. 239, p. 2820-2824, dez. 2009. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2009.08.018>>. Acesso em: 22 set. 2019.

KIM, K. T.; SUH, J. M. Impact of Nuclear Fuel Assembly Design on Grid-to-Rod Fretting Wear. *Journal of Nuclear Science and Technology*, Reino Unido: Taylor & Francis Online, v. 46, p. 149-157, 2009. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/18811248.2007.9711516>>. Acesso em: 22 ago. 2019.

KING, S. J *et al.* Fretting-Wear Behavior of Zircaloy-4, OPTINTM, and ZIRLOTM Fuel Rods and Grid Supports Under Various Autoclave and Hydraulic Loop Endurance Test Conditions. *Journal of ASTM International*, West Conshohocken, v. 2, p. 1-24, jan. 2005. Disponível em: <<https://doi.org/10.1520/STP37536S>>. Acesso em: 14 set. 2019.

KOBYLYANSKY, G. P. *et al.* Irradiation-induced growth and microstructure of recrystallized, cold worked and quenched Zircaloy-2, NSF, and E635 alloys. *Journal of ASTM International*, West Conshohocken, v. 5, p. 564-582, abr. 2008. Disponível em: <<https://doi.org/10.1520/JAI101115>>. Acesso em: 14 set. 2019.

KOVÁCS, S. *et al.* Comparative study on rod fretting behavior of different spacer spring geometries. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 266, p. 194-199, jan. 2009. Disponível em:

<<https://doi.org/10.1016/j.wear.2008.06.010>>. Acesso em: 14 set. 2019.

KRUGER, R. M.; ADAMSON, R. B., Precipitate behaviour in zirconium-based alloys in BWRs. *Journal of Nuclear Materials*. Oxford: Elsevier, v. 205, p. 242-250, out. 1993. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0022-3115\(93\)90086-E](https://doi.org/10.1016/0022-3115(93)90086-E)>. Acesso em: 6 out. 2019.

LAZAREVIC, S. *et al.* Investigating grid-to-rod fretting wear of nuclear fuel claddings using a unique autoclave fretting rig. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 412-413, p. 30-37, out. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.06.011>>. Acesso em: 14 set. 2019.

LEE, Y. H.; KIM, H. K. Fretting wear behavior of a nuclear fuel rod under a simulated primary coolant condition. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 301, p. 569-574, abr. /mai. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.01.067>>. Acesso em: 16 set. 2019.

_____. Effect of spring shapes on the variation of loading conditions and the wear behavior of the nuclear fuel rod during fretting wear test. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 263, p. 451-457, set. 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2006.12.071>>. Acesso em: 16 set. 2019.

LEE, Y. H.; KIM, H. K.; JUNG, Y. H. Effect of impact frequency on the wear behavior of spring-supported tubes in room and high temperature distilled water. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 259, p. 329-336, jul./ ago. 2005. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.01.019>>. Acesso em: 16 set. 2019.

LEE, M. H. *et al.* Mechanical properties and dynamic strain aging behavior of Zr-1.5Nb-0.4Sn-0.2Fe alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, Oxford: Elsevier, v. 428, p. 99-105, jan. 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.03.076>>. Acesso em: 16 set. 2019.

LEEN, S. *et al.* An investigation of the fatigue and fretting performance of a representative aero-engine spline coupling. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, Reino Unido: Sage Journals, v. 37, p. 565-583, ago. 2002. Disponível em: <<https://doi.org/10.1243/030932402320950161>>. Acesso em: 28 set. 2019.

LELIEVRE, G. *Etude du Rôle des Précipités Intermetalliques dans L'Absorption D'Hydrogène lors de la Corrosion Aqueuse D' Alliages de Zirconium*. França, 1998. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Université Joseph Fourier, Grenoble, França, 1998.

LIN, Y.W. *et al.* Influence of diameter-thickness ratio on alloy Zr-4 tube under low-energy impact fretting wear. *Materialstoday Communications*, Oxford: Elsevier, v. 8, p. 79-90, set. 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2016.06.003>>. Acesso em: 1 out. 2019.

LIU, W. *et al.* Effect of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of a Zr-Sn-Nb-Fe-Cr alloy. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 341, p. 97-102, mai. 2005. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2005.01.007>>. Acesso em: 1 out.

2019.

LIU, Y. *et al.* Study of microstructure of Zr-Sn-Nb-Fe-Cr alloy in the temperature range of 750-820°C. *Materials Chemistry and Physics*, Oxford: Elsevier, v. 107, p. 534-540, fev. 2008. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2007.08.031>>. Acesso em: 1 out. 2019.

LOBO, R. M.; ANDRADE, A. H. P. Novas Ligas de Zircônio para Aplicação Nuclear. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 19., 2010, Campos do Jordão. Anais do CBECiMat. Campos do Jordão: CBECiMat, 2010. Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/2010/eventos/cbecimat/15874.pdf>>. Acesso em: 3 out. 2019.

LORENZO-MARTIN, C. *et al.* Effect of Al₂O₃ coating on fretting wear performance of Zr alloy. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 426-427, p. 219-227, abr. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.12.024>>. Acesso em: 28 set. 2019.

LUSTMAN, B; KERZE JR., F. *The Metallurgy of Zirconium*. Londres: McGraw-Hill Book Company, Inc., 1955.

MILLER, G. L. *Zirconium - Metallurgy of the Rarer Metals*. Londres: Butterworth Scientific Publications, v. 2, 1957.

MURRAY, R. L. *Nuclear Energy*. Oxford: Elsevier, 2008.

NEOGY, S. *et al.* Microstructural evolution in Zr-1Nb and Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 38A, p. 485-498, 2007.

NISHIOKA, K.; HIRAKAWA, K. Fundamental Investigation of Fretting Fatigue-Part 3: Some phenomena and mechanism of surface cracks. *Bulletin of JSME*, v. 51, p. 397-407, 1969. Disponível em: <<https://doi.org/10.1299/jsme1958.12.397>>. Acesso em: 1 out. 2019.

STANDART Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. *Designation E8/E8M-11*, American Association State, 2011. Disponível em: <<https://www.studocu.com/row/u/4063717>>. Acesso em: 12 set. 2019.

NORTHWOOD, D. O.; MENG-BURANY, X.; WARR, B. D. Microstructure of Zr-2.5Nb alloy pressure tubing. In: ZIRCONIUM NUCLEAR INDUSTRY SYMPOSIUM. 12., 1991, pp. 156-176.

PALHEIROS, F. L. Desenvolvimento de uma Simulação numérica por CFD para avaliação do Projeto de Aletas em Grades Espaçadoras de Elementos Combustíveis Nucleares. In: *International Nuclear Atlantic Conference - INAC*, 2005, Santos, SP, Brasil, 2005. Indústrias Nucleares do Brasil, INB. Departamento de Análise do Combustível- GEACOM. Anais do INAC 2005, Santos, SP, 2005.

PARK, C. *et al.* Influence of diode laser heat treatment and wear conditions on the fretting wear behavior of a mold steel. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 434-435, set. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.202961>>. Acesso em: 10 out. 2019.

PEREIRA, P. A. S. *Estudo preliminar da aplicação da técnica de correntes parasitas visando a inspeção submersa de elementos combustíveis*. Rio de Janeiro, 2007. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Oceânica) - Faculdade de Engenharia, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007. Disponível em: <<http://livros01.livrosgratis.com.br/cp040816.pdf>>. Acesso em: 22 out. 2019.

PERROTA, J. A. *Proposta de um núcleo de reator PWR avançado com características adequadas para o conceito de segurança passiva*. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear) - Instituto de pesquisas energéticas e nucleares - Autarquia associada à Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999. Disponível em: <http://pelicano.ipen.br/PosG30/TextoCompleto/Jose%20Augusto%20Perrotta_D.pdf>. Acesso em: 4 out. 2019.

PUSHILINA, N.S. *et al.* Influence of surface structure on hydrogen interaction with Zr–1Nb alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, Oxford: Elsevier, v. 644, p. 476-479, out. 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.12.078>>. Acesso em: 6 out. 2019.

QIU, R., *et al.* Review of second phase particles on zirconium alloys (II): Zr–Sn–Nb–Fe alloys, *Chinese Journal of Nonferrous Metals*, s.l., v. 22, p. 1605-1615, jun. 2012. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/285919138_Review_of_second_phase_particles_on_zirconium_alloys_II_Zr-Sn-Nb-Fe_alloys>. Acesso em: 5 set. 2019.

QU, J. *et al.* Assessment of wear coefficients of nuclear zirconium claddings without and with pre-oxidation. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 356-357, p. 17-22, jun. 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.02.020>>. Acesso em: 6 out. 2019.

RAMESH, R.; GNANAMOORTHY, R. Effect of hardness on fretting wear behaviour of structural steel, En 24, against bearing steel, En 3. *Materials & Design*, Oxford: Elsevier, v. 28, p. 1447-1452, 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.03.020>>. Acesso em: 6 out. 2019.

RAMOS, C.; SARAGOVI, C.; GRANOVSKY, M. S. Some new experimental results on the Zr-Nb-Fe system. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 366, p. 198-205, jun. 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.01.216>>. Acesso em: 18 nov. 2019.

RIMA - Relatório de Impacto ao Meio Ambiente em Angra III. Disponível em: <http://memoria.cnen.gov.br/Doc/pdf/cronologia/RIMA_2006_angraIII.pdf>. Acessado em: 10 fev. 2020.

SABOL, G. P. Zirlo™: An alloy development success. In: ZIRCONIUM IN THE NUCLEAR INDUSTRY: INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 14., 2005, West Conshohocken. ASTM STP 1467, p. 3-24. West Conshohocken, Pensilvânia, 2005.

SATTARI, M.; HOLT, R. A.; DAYMOND, M. R. Phase transformation temperatures of Zr alloy Excel. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 43, p. 241-249, abr. 2013.

SCHWOPE, A.D. *et al.* Mechanical properties of zirconium and its alloys. In: *The Metallurgy of Zirconium*. LUSTMAN, B.; KERZE Jr., F. (ed.). Pensilvânia: McGraw-Hill Book Co., 1955, p. 490-552.

SEN, D. *et al.* Investigation on Precipitation in Zircaloy-2 Fuel Cladding Tube. *Journal of Alloys and Compounds*, Oxford: Elsevier, v. 308, p. 250-258, ago. 2000. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(00\)00889-6](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(00)00889-6)>. Acesso em: 30 jan. 2020.

SIGNIFICADO de Fissão nuclear. Disponível em: <<http://www.significados.com.br/fissao-nuclear/>>. Acesso em: 21 set. 2019.

SILVA, M. A. C.; LEE, S-K.; LU, R. Testes mecânicos aplicados ao elemento combustível nuclear avançado (16NGF) para Angra-1. In: *International Nuclear Atlantic Conference - INAC*, 2005, Santos. Indústrias Nucleares do Brasil, INB. Departamento de Análise do Combustível- GEACOM. Anais do INAC 2005, Santos, SP, 2005.

SONG, K.N. *et al.* Mechanical/Strutural Perfomance Test on the KAERI Devised Spcer Grids for the PWR. In: *Strutural behavior of fuel assemblies for water cooled reactors*. Cadarache, France; IAEA-TECDOC-1454, nov. 2004.

SUNDE, S. L.; BERTO, F.; HAUGEN, B. Predicting fretting fatigue in engineering design. *International Journal of Fatigue*, Oxford: Elsevier, v. 117, p. 314-326, dez. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.028>>. Acesso em: 22 jan. 2020.

TANG, L.; DING, S.; QIAN, H.; XIE, Y.; HUO, Y. Fretting fatigue tests and crack initiation analysis on zircaloy tube specimens. *International Journal of Fatigue*, Oxford: Elsevier, v. 63, p. 154-161, jun. 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.01.020>>. Acesso em: 28 set. 2019.

TANG, L.; DING, S.; XIE, Y.; HUO, Y. A multilayer nodes update method in FEM simulation of large depth fretting wear. *Wear*, Oxford: Elsevier, v. 301, p. 483-490, abr./ mai. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.wear.2012.12.038>>. Acesso em: 28 set. 2019.

TOFFOLON-MASCLET, C. *et al.* Contribution of thermodynamic calculations to metallurgical studies of multi-component zirconium based alloys. *Journal of ASTM International*, West Conshohocken, PA: ASTM International, v. 5, n. 7, p. 101-122, jul. 2008. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/240757170_Contribution_of_Thermodynamic_Cal

culations_to_Metallurgical_Studies_of_MultiComponent_Zirconium_Based_Alloys>. Acesso em: 28 set. 2019.

TOFFOLON-MASCLET, C.; GUILBERT, T.; BRACHET, J. C. Study of secondary intermetallic phase precipitation/dissolution in Zr alloys by high temperature-high sensitivity calorimetry. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 372, p. 367-378, jan. 2008. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.04.042>>. Acesso em: 28 set. 2019.

VANTADORI, S. et al. A stress gradient approach for fretting fatigue assessment of metallic structural components. *International Journal of Fatigue*, Oxford: Elsevier, v. 101, parte 1, p. 1-8, ago. 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.04.004>>. Acesso em: 26 nov. 2019.

WARMUTH, A. R.; SHIPWAY, P. H.; SUN, W. Fretting wear mapping: The influence of contact geometry and frequency on debris formation and ejection for a steel-on-steel pair. *Proceedings of the Royal Society A-Mathematical Physical and Engineering Sc.*, v. 471, p. 1-22, mai. 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1098/rspa.2014.0291>>. Acesso em: 22 nov. 2019.

WESTINGHOUSE Materials Property Manual, Chapter 15 ZIRLO®. *Especificação de Material para Tubos sem Costura de ZIRLO®*. ESP / MA – 57.a.,n. 1, jan. 2008;

WRIGHT, G. P.; O'CONNOR, J. J. Finite-element analysis of alternating axial loading of an elastic plate pressed between two elastic rectangular blocks with finite friction. *International Journal of Engineering Science*, Oxford: Elsevier, v. 9, p. 555-570, jun. 1971. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0020-7225\(71\)90038-3](https://doi.org/10.1016/0020-7225(71)90038-3)>. Acesso em: 17 out. 2019.

YAN, J. et al. A new method to predict Grid-To-Rod Fretting in a PWR fuel assembly inlet region. *Nuclear Engineering and Design*, Oxford: Elsevier, v.241, p. 2974-2982, ago. 2011. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2011.06.019>>. Acesso em: 14 jan. 2020.

YANG, Z.N. et al. Microstructural evolution and mechanical properties in Zr705 during the rolling process, *Material Science and Engineering: A*, Oxford: Elsevier, v. 544, p. 54-58, mai. 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.03.014>>. Acesso em: 15 dez. 2019.

YOUN, Y-S; PARK, J.; LIM, S. H. Stable lattice thermal expansion of ZIRLO™: High-temperature X-ray diffraction results. *Journal of Nuclear Materials*, Oxford: Elsevier, v. 523, p. 66-70, set. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.05.046>>. Acesso em: 15 dez. 2019.

ZHANG, J. et al. Experimental constraints on the phase diagram of elemental zirconium. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Oxford: Elsevier, 66, p. 1213-1219, jul. 2005. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jpics.2005.03.004>>. Acesso em: 18 nov. 2019.

ZHENG J. F. et al. Fretting wear behaviors of a railway axle steel. *Tribology International*,

Oxford: Elsevier, v. 43, p. 906-911, mai./ jun. 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.12.031>>. Acesso em: 18 nov. 2019.

ZIMMERMANN, A. J. *Encruamento, Recristalização e Textura Cristalográfica de Zircônio Puro e da Liga Zircaloy-4*. São Paulo, 2014. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3133/tde-15102014-163235/publico/Tese_Angelo_Zimmermann.pdf>. Acesso em: 10 set. 2019.

9 ANEXO: LISTA DE PUBLICAÇÕES

Patente Depositada

BAETA, D. A.; COSTA, D. J. R.; CARDOSO, F. G.; MEDEIROS, N. *Protótipo para Simulação Física da Ocorrência de Desgaste por Fretting em Varetas de Elementos Combustíveis de Reatores do Tipo PWR*. 2019, Brasil. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR1020190018852, título: "PROTÓTIPO PARA SIMULAÇÃO FÍSICA DA OCORRÊNCIA DE DESGASTES POR FRETTING EM VARETAS DE ELEMENTOS COMBUSTÍVEIS DE REATORES DO TIPO PWR." Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 30/01/2019.

Artigos Submetidos a Periódicos Internacionais

BAETA, D. A.; COSTA, D. J. R.; CARDOSO, F. G.; MEDEIROS, N. *Evaluation of Fretting Fatigue Occurrence on the Surface of Nuclear Fuel Rods of Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe Alloy: Effects of Assembly Misalignment and Grid Spring Loading*. Submetido à WEAR, Status Ready for Decision.

BAETA, D. A.; COSTA, D. J. R.; COSTA, D. J. R.; MEDEIROS, N. *Influence of Heat Treatment on the Fretting Wear and Mechanical Behavior of Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe Fuel Rods*. Submetido à JOURNAL OF NUCLEAR MATERIALS, Status Reviewer Invited.

BAETA, D. A.; COSTA, D. J. R.; COSTA, D. J. R.; MEDEIROS, N. *Analysis of the Heat Treatments Effect on Fretting Fatigue Occurrence in Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe Fuel Rods*. Submetido à PROGRESS IN NUCLEAR ENERGY, Status Reviewer Invited.

Resumos expandidos publicados em congressos

BAETA, D. A.; COSTA, D. J. R.; CARDOSO, F. G.; MEDEIROS, N. Análise do Dano Causado por Fretting entre Vareta de Combustível Nuclear e Grade Espaçadora. In: I Simpósio de Engenharia de Materiais e Metalúrgica, 2019, Volta Redonda/RJ.

BAETA, D. A.; COSTA, D. C. T.; REZENDE, M. C.; ARAUJO, L. S.; LOPES, L. C. R.; FONSECA, G. S.; MEDEIROS, N. *Caracterização Microestrutural e Análise de Comportamento Termomecânico das Ligas Zircaloy-4 e Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe Utilizadas na Indústria Nuclear*. In: 22º CBECIMAT, 2016, Natal.

COSTA, D.; BAETA, D. A.; REZENDE, M.; MEDEIROS, N. *Effect of Heat Treatments in the Microstructure and Mechanical Properties of Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe Alloy used in the Nuclear Industry*. In: Energy Materials 2017: Materials for Nuclear Energy, 2017, San Diego/California.