

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ

CENTRO DE TECNOLOGIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA

RAFAEL SILVA LIMA

**ESTUDO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS
ZIRCALOY - 4 E SUA INFLUÊNCIA NA MACROTEXTURA**

Fortaleza 2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA

**ESTUDO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS ZIRCALOY - 4 E
SUA INFLUÊNCIA NA MACROTEXTURA**

Rafael Silva Lima

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Prof. Dr.- Marcelo José Gomes da Silva

Fortaleza – CE

Novembro – 2014

RAFAEL SILVA LIMA

**ESTUDO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS ZIRCALOY - 4 E
SUA INFLUÊNCIA NA MACROTEXTURA**

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Prof. Dr.- Marcelo José Gomes da Silva

Aprovada em ___/___/_____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva

Universidade Federal do Ceará

Prof. Dr. Ricardo Emílio F. Quevedo Nogueira

Universidade Federal do Ceará

Eng^o. Dr. Luis Flávio Gaspar Herculano

Universidade Federal do Ceará

A Deus.

Aos meus pais e meu irmão.

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida, pelas oportunidades e pelos momentos que tive o prazer de viver até hoje.

A meu pai por toda a sabedoria, motivação e principalmente amor dado durante toda a sua presença em vida, fazendo com que esse momento fosse possível juntamente com a formação do meu caráter. A meus avós maternos e meu avô paterno que em vida me ajudaram na construção de toda a minha pessoa e na minha chegada até aqui.

A minha mãe e meu irmão por todo o companheirismo, amor incondicional, por todos os conhecimentos passados e todos os esforços feitos no sentido dessa realização, além da deposição de confiança e do apoio incondicional mesmo em momentos difíceis.

A minha família, em especial, a minha avó paterna e minha tia Lúcia Silva por toda a atenção, amor e o apoio dado em momentos de necessidade.

Ao meu professor orientador Dr. Marcelo José Gomes da Silva pelo apoio, direcionamento dado a esse trabalho e pelo conhecimento compartilhado, juntamente com a amizade sendo uma referência e exemplo.

Aos meus amigos de longas datas, desde a infância a períodos de colégio, por todos os momentos extraordinários de muita alegria e aprendizado, Necy Júnior, Gabriel Alves, Pedro Torres e Thiago Guimarães.

Aos amigos construídos nesse tempo e as colegas futuros engenheiros metalurgistas que fiz durante o período de graduação, pelos momentos extraordinários de crescimento e soma conhecimento, juntamente com muitas alegrias e conselhos fazendo com que fosse possível chegar até aqui, em especial, Wesley Nascimento, Henrique Netoja, Mateus Paulino, Ronaldo Lima, Lucas Moura, Luiza Guedes, Pedro Henrique, Gabriel Almeida, Amanda Kelly, Guilherme Gadelha, Magno Brito, Renato Lima, Eduardo Silva, Lucas Mota, Guifá, Patricia Neidlinger, Layra Iyz, Rayane Sales, Cibely Falcão, Caroline Nobre, Priscila Oliveira, Lucas Arruda, Ana Facundo, Samara Facó, Yuri Torquato, Caique Ribeiro, PH Garcia, Emerson Henrique, Caroline Câmara e Wellington Silva.

A todos dos membros do PET – Engenharia Metalúrgica, CA Metal – Nova Gestão e Metal Soluções Júnior por todos os conhecimentos e momentos compartilhados, em especial ao Petiano Davi Alves, pois esse trabalho só foi possível devido a sua ajuda.

Ao professor e tutor do PET - Engenharia Metalúrgica Marcelo Ferreira Motta por toda a amizade, suporte, conhecimento e apoio dado a mim no PET-Engenharia Metalúrgica, sendo um exemplo a ser seguido.

Aos meus primos Guilherme Cruz, Diego Cruz, Larissa Amora, Mário Júnior, Letícia Amora e Janaina Castro pelo o espírito de companheirismo e irmandade compartilhado durante toda à minha infância e adolescência.

LIMA, R. S. “ESTUDO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS ZIRCALOY – 4 E SUA INFLUÊNCIA NA MACROTEXTURA”. Monografia. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Ceará, 2014.

Resumo

Este trabalho teve como objetivo investigar a cinética de recristalização da liga Zircaloy-4 fabricada pelo processo de forjamento a quente, sendo estudada a influência da recristalização com a dureza e a macrotextura da liga. Após a tentativa de recristalizar as amostras de Zircaloy-4 em diferentes intervalos de tempo a 650°C, as amostras foram laminadas a frio com reduções aproximadas de 30 e 50%. As recristalizações foram realizadas a 800°C durante 5, 20, 40 e 60 minutos seguidas de análise de microdureza para a amostra como recebida e recristalizada nas duas reduções nos diversos intervalos de tempo citados e macrotextura nas amostras no estado como recebido, laminada com redução de 50% e recristalizadas em todos os intervalos de tempo citados. Nos resultados iniciais da amostra como recebida, teve-se a presença de grãos grosseiros, com aspecto de monocristais muito resistentes à recristalização, enquanto nas amostras laminadas a 30 e 50% foi observada a recristalização do material, obtendo-se grãos com tamanho entre 10 -18 μm , um fluxograma presente no trabalho mostra todo o processo. A microdureza variou como era esperado, tendo um aumento na fase encruada e uma diminuição após o tratamento de recristalização. A macrotextura revelou a presença de textura de recristalização nos estágios iniciais diferente da textura de encruamento gerada, levando, posteriormente uma tendência de igualdade de intensidade entre os planos basais e piramidais.

Palavras-chave: Zircaloy-4, recristalização, macrotextura, microestrutura.

LIMA, R. S. "STUDY OF THE KINETICS RECRYSTALLIZATION OF THE ALLOY ZIRCALOY – 4 AND ITS INFLUENCE IN THE MACROTEXTURE". Monography. Metallurgical and Materials Engineer's Department. Universidade Federal do Ceará, 2014.

Abstract

This work has aimed to investigate the kinetics of recrystallization of the alloy Zircaloy-4 manufactured by the hot forging process. It was studied the influence of recrystallization related both to the alloy's hardness and macrotexture. After an attempt to recrystallize the samples of zircaloy-4 at different time intervals at 650°C, the samples were cold rolled with approximate reductions of 30 and 50%. The samples of Zircaloy-4 were cold rolled with reductions of approximately 30 and 50%. The recrystallizations were performed at 800° C during 5, 20, 40 and 60 minutes followed by the microhardness analysis for the sample such as received and recrystallized at the two reductions in the several periods mentioned and macrotexture for the same condition that specimens were received, rolled with reduction of 50% and recrystallized in all the periods of time quoted. In the initial results of the sample such as received, there was the presence of thick grains, with aspect of monocrystals very resistant to recrystallization while on the specimens rolled at 30 and 50% it was observed the material recrystallization, achieving a grain size between 10 and 18 µm. The microhardness varied how it was predicted having an increase in the hard-worked phase and a decrease after the recrystallization treatment. The macrotexture revealed the presence of recrystallization texture at initial stages different from the rolled temper texture generated, subsequently leading to a tendency of equality of intensity between the basal and pyramidal planes.

Keywords: Zircaloy-4, recrystallization, macrotexture, microstructure.

SUMÁRIO

| | |
|---|----|
| 1. INTRODUÇÃO | 10 |
| 2. OBJETIVOS | 11 |
| 2.1 <i>Geral</i> | 11 |
| 2.2 <i>Específicos</i> | 11 |
| 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 12 |
| 3.1 <i>Zircônio e a Liga Zircaloy – 4</i> | 12 |
| 3.2 <i>Textura Cristalográfica</i> | 15 |
| 3.3 <i>Textura de Laminação</i> | 17 |
| 3.4 <i>Figuras de Pólo</i> | 18 |
| 3.5 <i>Função de Distribuição de orientação cristalográfica</i> | 18 |
| 3.6 <i>encruamento</i> | 19 |
| 3.7 <i>Recristalização e Recuperação</i> | 20 |
| 4. MATERIAIS E MÉTODOS | 21 |
| 4.1 <i>Materiais</i> | 21 |
| 4.2 <i>Métodos</i> | 22 |
| 4.2.1 <i>Preparação metalográfica</i> | 22 |
| 4.2.2 <i>Microscopia ótica e de Varredura</i> | 23 |
| 4.2.3 <i>Difração de Raios-X</i> | 23 |
| 4.2.4 <i>Deformação a frio</i> | 23 |
| 4.2.5 <i>Medidas de microdureza</i> | 23 |
| 4.2.6 <i>Macrotextura</i> | 24 |
| 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 26 |
| 5.1 <i>Caracterização</i> | 26 |
| 5.1.2 <i>Material como recebido</i> | 26 |
| 5.1.3 <i>Material Laminado</i> | 28 |
| 5.2 <i>Difração de Raios-X e Figuras de Polo</i> | 33 |
| 5.2.1 <i>Difração de Raios-X</i> | 33 |
| 5.2.2 <i>Microdureza</i> | 37 |
| 5.2.3 <i>Figuras de polo</i> | 41 |
| 6. CONCLUSÕES | 45 |
| 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 46 |
| 8. REFERÊNCIAS | 47 |

1. INTRODUÇÃO

A necessidade de se obter energia de fontes limpas que atendam às regulamentações dos órgãos ambientais tem gerado estudos mais aplicados e uma busca cada vez mais intensa nessa tecnologia. O aumento gradativo da conscientização dos danos ambientais causados por usinas hidrelétricas, pelo impacto ambiental, e termelétricas, devido os combustíveis fósseis, tem proporcionado novos olhares à utilização da energia nuclear até mesmo por ambientalistas até então, opositores desta tecnologia.

A utilização das ligas de zircônio é crescente no âmbito do programa nuclear para aplicação em elementos combustíveis de reatores nucleares. Assim, devido a sua aplicação, o conhecimento sobre o encruamento, recristalização e textura cristalográfica nas ligas é essencial, para compreender plenamente a deformação plástica ocorrida durante o processo. No entanto, esse conhecimento em estrutura hexagonal compacta é ainda restrito. O controle da textura cristalográfica e da microestrutura é necessário tanto para o processamento, como para obter as propriedades desejadas na aplicação.

Este trabalho tem como principal objetivo o estudo da recristalização da liga Zircaloy-4 para diferentes períodos de tratamento térmico, assim como a influência do mesmo na microdureza e a evolução da macrot textura.

2. OBJETIVOS

2.1 GERAL

Este trabalho tem como principal objetivo o estudo da recristalização da liga Zircaloy-4 para diferentes períodos de tratamento térmico, assim como a influência do mesmo na microdureza e a evolução da macrotextura.

2.2 ESPECÍFICOS

Realizar a caracterização e o estudo por meio da microscopia ótica da amostra da liga zircaloy – 4 nos estados listados abaixo:

- Microestrutura no estado como recebida;
- Microestrutura após a recristalização em diferentes intervalos de tempo;
- Microestrutura após diferentes reduções de laminação a frio;

Realizar a análise da macrotextura de laminação e recristalização.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 ZIRCÔNIO E A LIGA ZIRCALOY – 4

Zircônio é um metal que está situado no grupo 4 (IV-B) na classificação periódica dos elementos. Na temperatura ambiente encontra-se no estado sólido e sua temperatura de fusão é de 1855 °C. Sua aplicação, em grande parte, é como revestimento de reatores nucleares, devido a possuir seção de choque de absorção de nêutrons muito baixa. O zircônio em temperatura ambiente é um material de estrutura hexagonal compacta (HC) (fase α), sofrendo polimorfismo, na temperatura de 865 °C, para a estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) (fase β). Estanho é adicionado ao zircônio, com a finalidade de melhorar sua resistência à corrosão. As pesquisas tecnológicas do sistema Zr-Sn deram origem a uma grande classe de ligas identificadas como Zircalloys.

Os principais elementos de liga Zircaloy-4 (Sn, Fe e Cr), embora não ultrapassem 2% em peso da liga, são os responsáveis pela otimização das propriedades do material. Em temperatura ambiente o zircônio puro com estrutura hexagonal compacta apresenta os parâmetros de rede $a = 0,323$ nm e $c = 0,515$ nm, com relação c/a de 1,593 existindo assim, uma compressão na direção “c” comparada com “a” relação ideal que é de 1,633. [1].

A estabilidade das fases α e β no zircônio sofrem influência de outros elementos, que podem estabilizar tanto a fase alfa como a fase beta. Elementos estabilizadores da fase α são: alumínio, antimônio, estanho, berílio, chumbo, háfnio, nitrogênio, oxigênio e cádmio. Elementos estabilizadores da fase β são: ferro, cromo, níquel, molibdênio, cobre, nióbio, tântalo, vanádio, tório, urânio, tungstênio, titânio, manganês, cobalto e prata [2].

O estanho aumenta as propriedades mecânicas da liga pelo efeito de endurecimento por solução sólida, contribuindo também para aumentar a resistência à corrosão, incorporando-se na camada de óxido formada. Os elementos: Cr, Fe e Ni apresentam baixa solubilidade na liga, formando precipitados intermetálicos com o zircônio. Com o aumento da quantidade de carbono e estanho aumenta a corrosão uniforme. O aumento de ferro, cromo e silício mostra uma melhora na corrosão uniforme na faixa entre 350 e 400 °C em testes de autoclave [3].

As Figuras 1, 2 e 3 abaixo [4] apresentam os diagramas de fase binários de zircônio com os principais elementos de liga utilizados nas ligas Zircaloy.

Figura 1: Diagrama de fases binário zircônio – cromo [4].

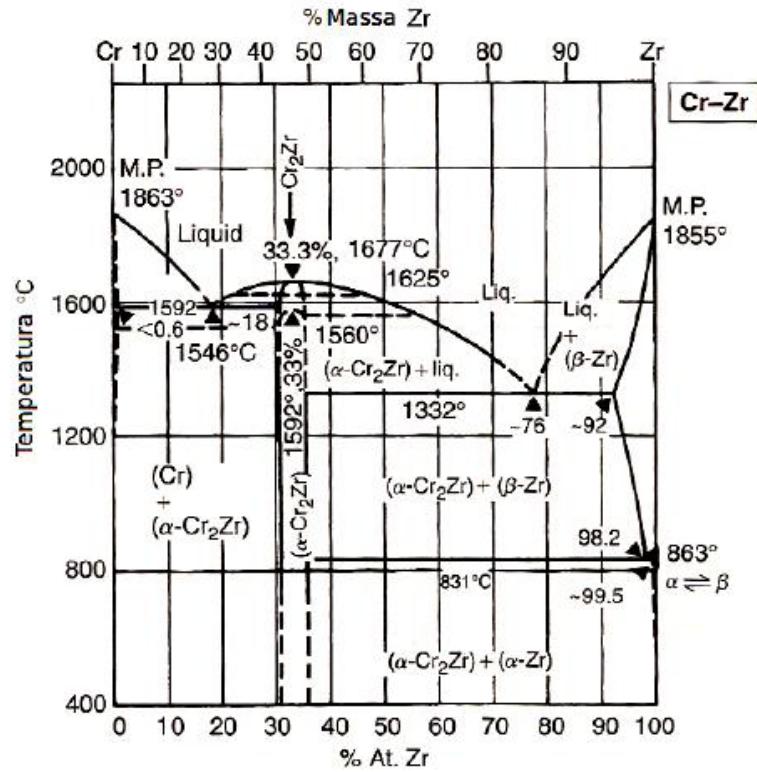


Figura 2: Diagrama de fases binário zircônio – estanho [4].

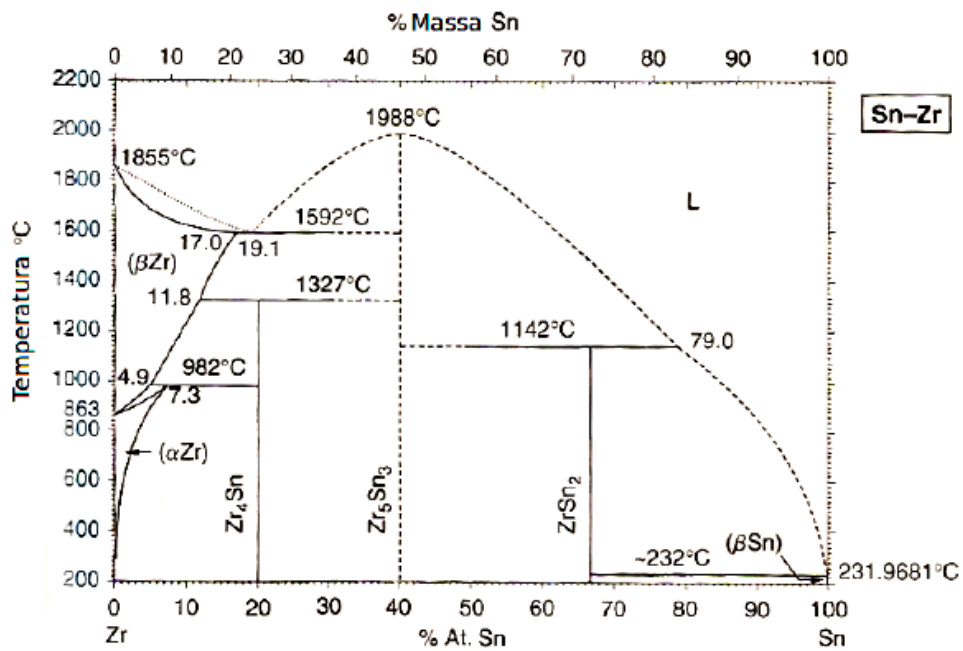
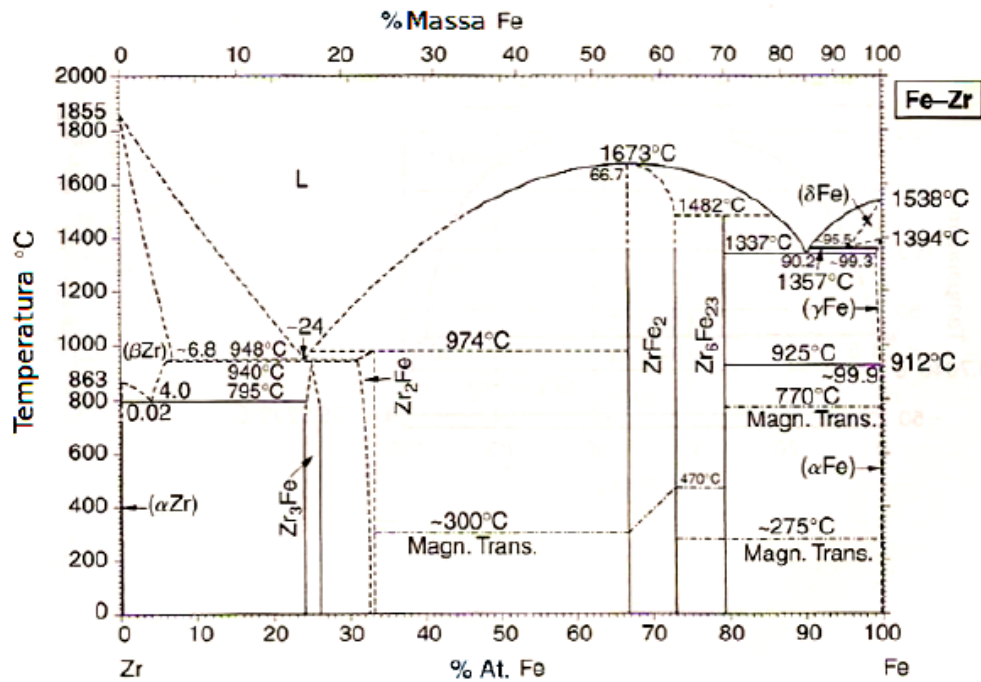


Figura 3: Diagrama de fases binário zircônio – ferro [4].



Para Honeycombe [5], para o zircônio puro, os sistemas de deslizamento ativados são:

- Prismático $\rightarrow (1 \ -1 \ 0 \ 0) [1 \ 1 \ -2 \ 0]$
- Basal $\rightarrow (0 \ 0 \ 0 \ 1) [1 \ 1 \ -2 \ 0]$

Já conforme Barrett e Massalski [6], os sistemas de deslizamento para o zircônio puro são três:

- Basal $\rightarrow (0 \ 0 \ 0 \ 1) [1 \ 1 \ -2 \ 0]$
- Prismático $\rightarrow (1 \ 0 \ -1 \ 0) [1 \ 1 \ -2 \ 0]$
- Piramidal $\rightarrow (1 \ 0 \ -1 \ 1) [1 \ 1 \ -2 \ 0]$

Abaixo seguem as figuras dos planos para a melhor visualização e compreensão do mesmo.

Figura 4: Sistemas de deslizamento para o zircônio segundo Honeycombe.

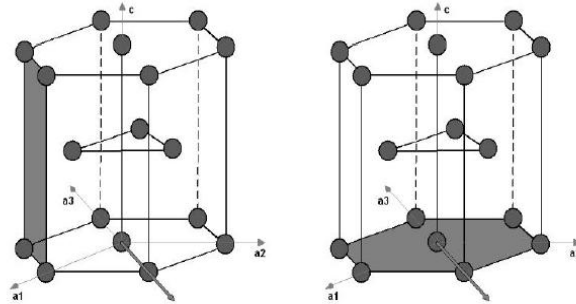
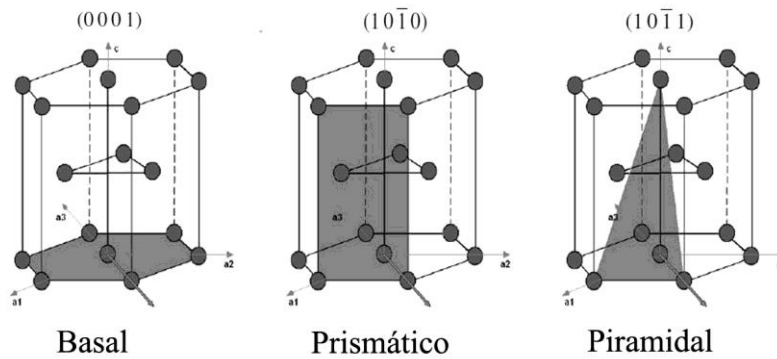


Figura 5: Sistemas de deslizamento para o zircônio segundo Barrett e Massalski



3.2 TEXTURA CRYSTALOGRAFICA

Assim como a maioria dos materiais oficializados na engenharia são policristalinos, as ligas de zircônio são policristalinas. Os materiais policristalinos são constituídos de pequenos cristais, denominados grãos, os quais são separados uns dos outros por fronteiras denominadas contornos de grão. A grande maioria dos materiais policristalinos existentes tem grãos com tamanho médio na faixa de $10\mu\text{m}$ a 1 mm.

Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente das dos seus vizinhos essas diferenças de orientação são habitualmente da ordem de dezenas de graus. As propriedades do policristal dependem do tamanho, da forma e da orientação dos grãos. A distribuição de orientações cristalográficas dependem dos policristais e em muitos casos não é aleatória sendo chamada de textura. Esta orientação cristalográfica preferencial afeta as propriedades físicas e mecânicas do material, devido à anisotropia de propriedades dos cristais, individualmente.

Figura 6: Chapa sem textura [7].

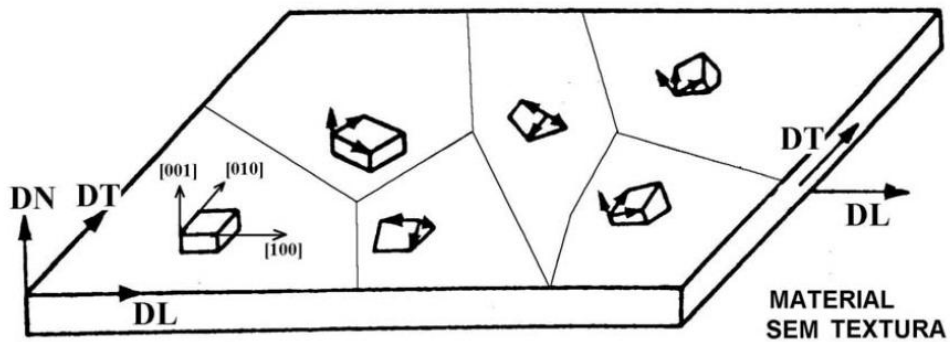
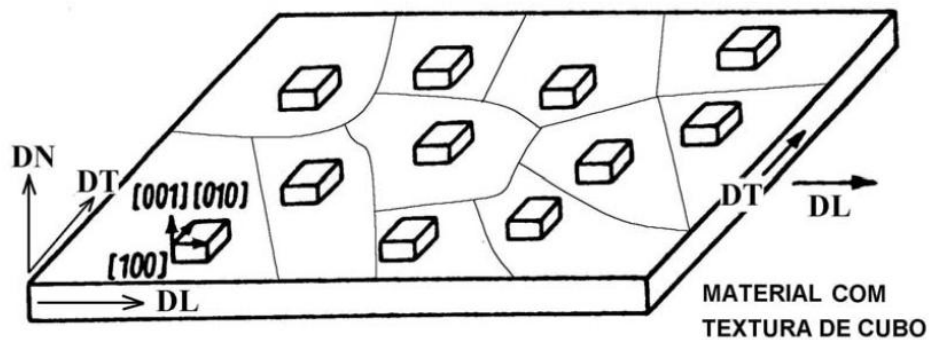


Figura 7: Chapa com textura [7].



A orientação preferencial pode ser introduzida no material por diversos modos, podendo ser eventual ou produzida intencionalmente [7]:

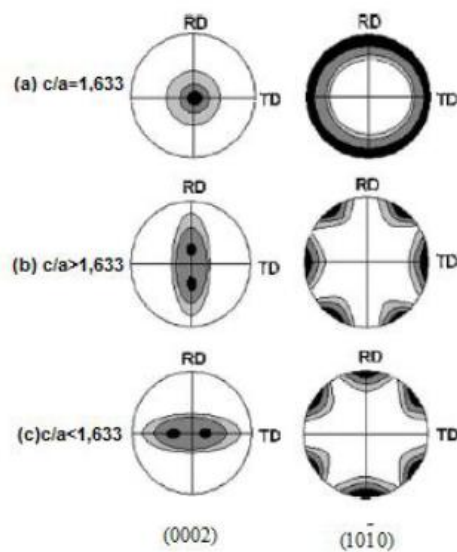
- Solidificação direcional (gradientes de temperatura durante a solidificação);
- Deformação plástica;
- Recristalização;
- Transformação de fase;

Grande parte das medidas de textura em materiais hexagonais são representadas por figuras de pólo basais, uma vez que a orientação do eixo c tem grande relevância no comportamento anisotrópico. Devido a sua dificuldade e em alguns metais hexagonais eles são menos relevantes na influência de propriedades, pouco se estuda focado na orientação de planos prismáticos ou piramidais. Todavia, para zircônio, planos piramidais podem ser indicadores do grau de recozimento/recristalização no material [8].

3.3 TEXTURA DE LAMINAÇÃO

Metais de estrutura hexagonal compacta exibem inerente comportamento mecânico anisotrópico, devido ao limitado número de sistemas de deslizamento, o qual facilita o desenvolvimento de texturas muito fortes durante processamento mecânico. Para entender-se o comportamento destas ligas é necessário conhecer sua textura cristalográfica bem como os mecanismos de deformação que levaram ao seu desenvolvimento. As texturas de deformação em materiais hexagonais compactos variam em função da razão c/a e dos mecanismos de deslizamento e maclagem operantes [7]. As texturas de metais e ligas hexagonais laminados a frio podem ser organizadas em três grupos de acordo com a razão c/a [9]. Materiais com relação c/a maiores, menores ou iguais ao valor. As figuras de pólo dos planos (0002) e (10-10) e obtidas por simulações em computador para chapas laminadas a frio com diferentes valores de c/a são apresentadas abaixo:

Figura 8: Texturas de laminação simuladas para metais HCP [9].

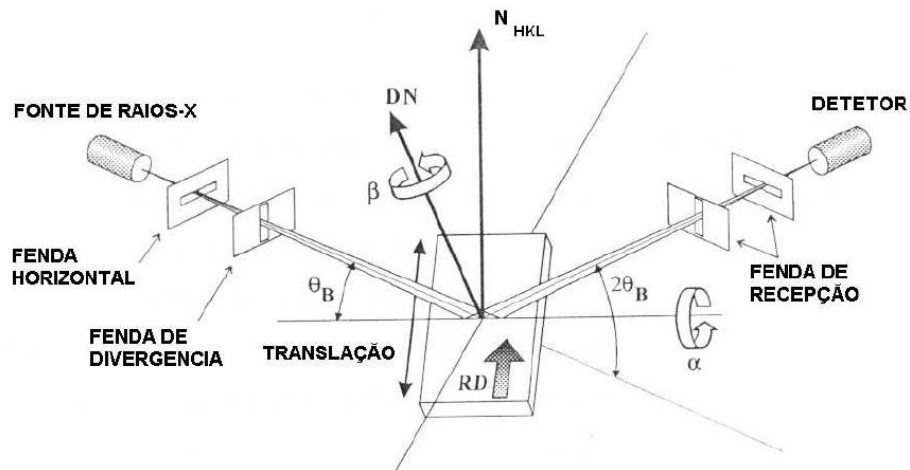


Metais e ligas que apresentam $c/a < 1,633$, assim como o zircônio (1,593) e o titânio (1,587) tendem a formar texturas com os pólos basais inclinados de $\pm 20 - 40^\circ$ da direção normal para a direção transversal. Em geral a razão c/a reflete na ativação de diferentes sistemas deslizamento [10].

3.4 FIGURAS DE PÓLO

Figuras de pólos é talvez o mais comum método de representação de textura. Na figura de pólos direta, registra-se a densidade dos pólos de um plano $\{hkl\}$ específico sobre uma projeção estereográfica que tem como referência as direções dos eixos macroscópicos do material. Chama-se figura de pólos direta $\{hkl\}$ porque é a normal do plano $\{hkl\}$ que varre o triedro formado pelos eixos associados a uma seção do material, aí registrando a distribuição de sua densidade. A distribuição da densidade é normalizada pela densidade do mesmo plano $\{hkl\}$ de uma amostra sem textura, em unidades “vezes o padrão aleatório”. As figuras de pólos diretas têm a densidade de pólos representada por linhas de isodensidade [7]. A figura 8 apresenta um desenho esquemático do funcionamento de um goniômetro de reflexão para produção de figuras incompletas de pólo.

Figura 8: Desenho esquemático do funcionamento de um goniômetro de reflexão para produção de figuras de pólo.



3.5 FUNÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO DE ORIENTAÇÃO CRYSTALOGRAFICA

A descrição da textura com auxílio de figuras de pólo diretas é muito útil, mas as informações que elas contêm são incompletas e semi-quantitativas já que representam apenas um plano $\{hkl\}$ difratado pelo material de cada vez. Uma descrição mais completa da textura deve incluir informação sobre a distribuição das orientações dos cristais dadas, como vimos,

por um plano e uma direção: $\{hkl\} \langle uvw \rangle$. Isto pode ser obtido com auxílio da Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC) [7].

A FDOC expressa a densidade de probabilidade de encontrar determinadas orientações (hkl) [uvw] em uma amostra do material. Esta probabilidade, numa amostra sem textura, é igual à unidade. Uma intensidade 3 em uma orientação, por exemplo, diz que esta orientação é três vezes mais provável de estar presente na amostra do que a aleatoriedade.

A orientação de um cristal é, neste caso, definida por três ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos [100], [010] e [001] da célula cristalina do cristal, torna-os coincidentes com os eixos DL, DT e DN, respectivamente, da chapa ou amostra do material.

3.6 ENCRUAMENTO

Nos metais e ligas, a deformação plástica ocorre predominantemente por movimentação de discordâncias, assim, aumentando a resistência mecânica significa em dificultar a movimentação de discordâncias, e as interações entre elas e obstáculos são responsáveis pela resistência à deformação, causando o encruamento. Quando maior for o encruamento, maior será a densidade de discordâncias.

A energia armazenada na deformação ocorre devido o aumento da energia interna de metais e ligas na deformação plástica. Esta energia é uma fração da energia total da deformação mecânica sofrida pelo material, e se mantém no mesmo após a remoção de esforços externos, sendo distribuída de maneira não uniforme em um metal endurecido por deformação. O excesso de energia acumulada na deformação é a força motriz da recristalização primária.

Em metais hexagonais, a interação entre sistemas de deslizamento é mais limitada do que em metais cúbicos devido a menor simetria. Com isto, as maclas desempenham um papel importante durante a deformação. Maclas obedecem a restritas relações de orientação cristalográficas. A falta de sistemas de deslizamento combinada com maclas bem definidas geram fortes texturas de deformação [11].

As maclas são importantes para materiais hexagonais em geral. Sua presença é verificada em zircônio e ligas, mas há controvérsias com relação à sua importância na

deformação do mesmo. Utilizando a técnica de EBSD em um MEV de alta voltagem Sahoo [12] verificou que a maclação se faz fundamental até 16% de redução. Após isto, escorregamento dos planos reorientados predomina como mecanismo de deformação.

3.7 RECRISTALIZAÇÃO E RECUPERAÇÃO

Após processos de deformação a frio, verifica-se que em torno de 10% da energia utilizada na deformação fica armazenada no metal. Sendo assim, quando metais são deformados a frio, tornam-se termodinamicamente instáveis em relação ao estado de recozido. Pode-se eliminar parte dos defeitos por recozimento, abaixando a energia interna através dos processos de recuperação e recristalização [13].

A recuperação consiste no amolecimento do material deformado após recozimento ou trabalho a quente, sem mudanças na microestrutura em larga escala. Este amolecimento é originado de mudanças nos arranjos das discordâncias, para arranjos de menor energia.

O processo de recristalização ocorre por nucleação e crescimento de novos grãos livres de deformação. A nucleação pode-se dar por rotação de subgrãos ou por crescimento ou por migração de contornos de grãos pré-existentes antes da deformação. O crescimento de regiões recristalizadas se dá pela migração de contornos de alto ângulo, eliminando os defeitos cristalinos.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

No presente estudo, o material utilizado foi uma amostra circular, obtida através de um processo de forjamento, com aproximadamente 200 mm de diâmetro, como representado na figura abaixo, sendo posteriormente cortada em tira com 30 mm de largura para o processo de laminação. Posteriormente o material ainda foi cortado para que fosse possível o embutir e realizar as análises microscópicas. A composição nominal do Zircaloy-4 (ASTM - R60804) é apresentada Tabela 1, e a quantidade de impurezas na Tabela 2.

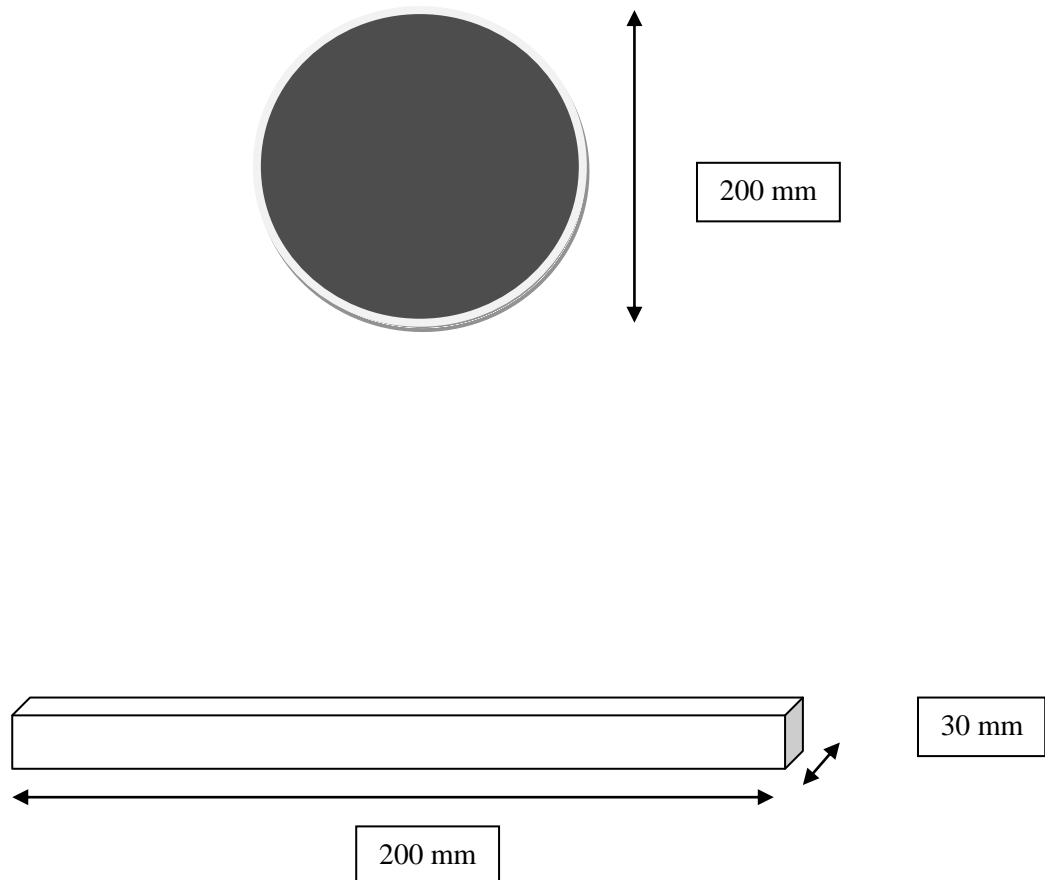


Tabela 1: Elementos da liga zircaloy - 4

| Zircaloy - 4 - ASTM 60804 | | | |
|---------------------------------------|-------------|-------------|-----------------|
| Elementos de Liga (% em massa) | | | |
| Sn | Fe | Cr | O |
| 1,2 - 1,7 | 0,18 - 0,24 | 0,07 - 0,13 | 1000 - 1400 PPM |

Tabela 2: Impurezas liga zircaloy - 4

| Zircaloy - 4 - Impurezas (PPM Max) | | | |
|---|-----|-----------|-----|
| Al | 75 | Mg | 20 |
| B | 0,5 | Mn | 50 |
| Cd | 0,5 | Mo | 50 |
| C | 270 | Ni | 80 |
| Co | 20 | Si | 120 |
| Cu | 50 | Ti | 50 |
| Hf | 100 | U | 3,5 |
| H | 25 | W | 100 |

Fonte: ASTM 60804

4.2 MÉTODOS

4.2.1 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

A preparação das amostras foi realizada a partir do seguinte processo: corte, lixamento e polimento-ataque com a finalidade de revelar as características microestruturais do material. Para o polimento e ataque simultâneo foi usado o reagente com solução de 45% de H₂O, 45% de HNO₃ e 10% de HF, padrão para ataque metalográfico de Zr [14].

4.2.2 MICROSCOPIA ÓTICA E DE VARREDURA

As análises após a preparação metalográfica inicial foram realizadas em microscópio ótico e de varredura no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) visando a melhor compreensão do material como recebido e após os tratamentos. Foi utilizada, nas fotos recristalizadas, luz polarizada no microscópio ótico para a identificação dos grãos e o microscópio de varredura para dimensionar o tamanho do grão.

As micrografias óticas foram obtidas em microscópio ótico Olympus BX51M e as micrografias de varredura pelo microscópio Philips XL30.

4.2.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A difração de Raios X foi empregada nas amostras com redução de 50% para obtenção dos difratogramas. Após o lixamento, a amostra foi analisada em um difratômetro de Raios X da marca Philips, da série X'Pert, com radiação de cobalto $K\alpha$ ($\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$). Foi acionado durante o ensaio o giro da amostra (spin on) para aumentar o número de grãos analisados. Este difratômetro está instalado no LACAM.

4.2.4 DEFORMAÇÃO A FRIO

Posteriormente foram realizadas laminações com reduções de 30 e 50% a frio no material. As reduções foram realizadas com os objetivos de: analisar a influência da deformação a frio/encruamento na recristalização das amostras com as duas reduções e o efeito na macrotextura do material com redução de 50%.

4.2.5 MEDIDAS DE MICRODUREZA

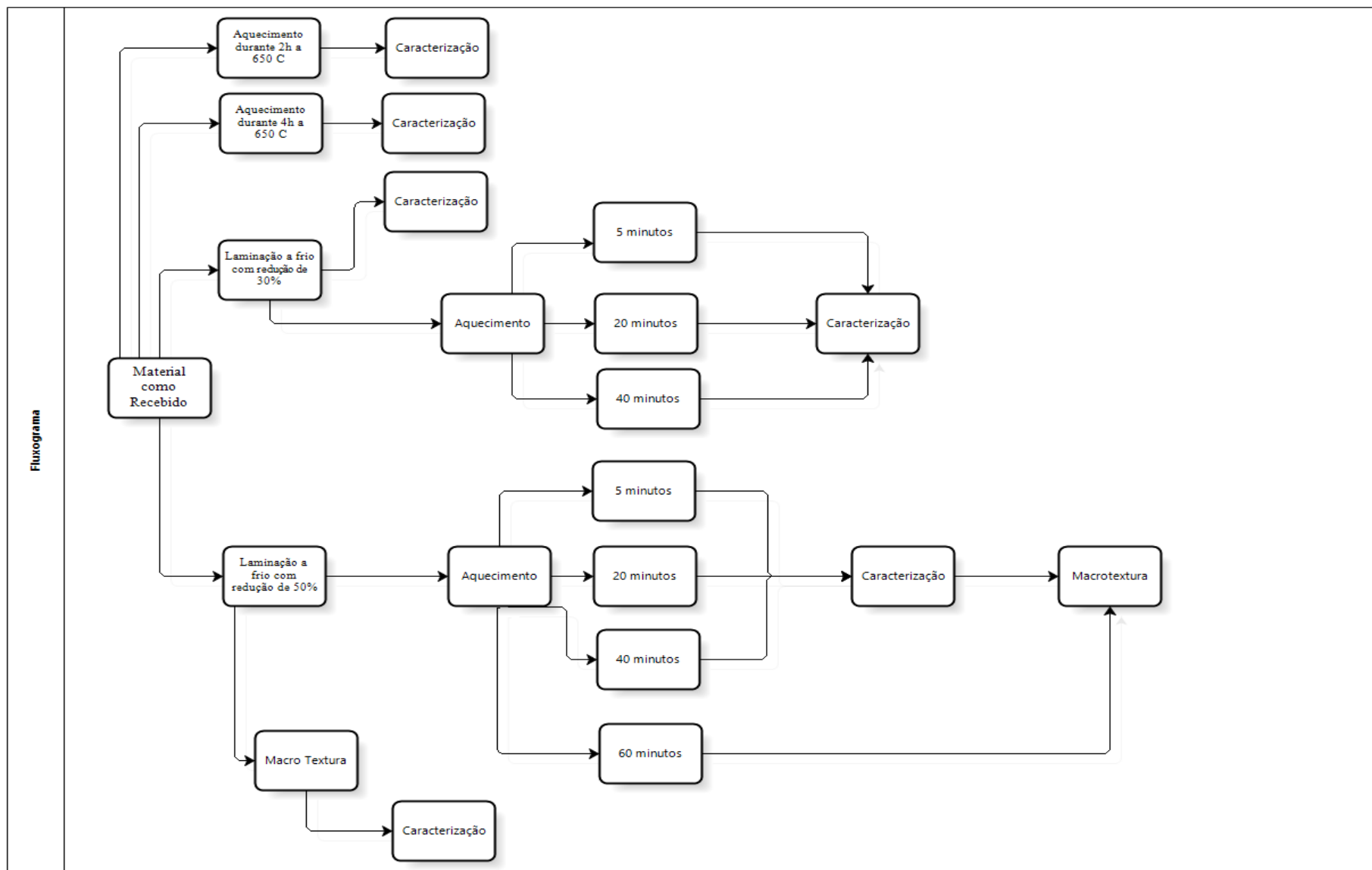
Medidas de microdureza Vickers foram realizadas nas amostras de Zircaloy-4, que passaram pelas reduções de 30 e 50%, para amostra como laminada e tempos de 5, 20 e 40 minutos, para avaliar a influência da microestrutura nessa propriedade. Para a comparação entre os resultados foi feita uma análise de variância onde se compara médias de diferentes populações para verificar se essas populações possuem médias iguais ou não. Assim, essa

técnica permite que vários grupos sejam comparados a um só tempo. O software Minitab16[®] foi utilizado para a realização dos testes.

As indentações, com carga de 0,3kg com tempo de 15 segundos, foram realizadas em várias regiões da superfície, um total de 10 medidas, de cada uma das amostras.

4.2.6 MACROTEXTURA

O estudo da macrotextura se baseou em análise de figuras de polo e de seções do espaço de Euler da orientação cristalográfica obtidas através de FDOC. Para as figuras de pólo serem construídas, foi utilizado um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro Philips, da série X'Pert no LACAM com o software Labotex 3.0[®]. Utilizou-se radiação de cobalto $K\alpha$ ($\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$), passo angular de 5° e tempo de contagem de 5 segundos.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO

5.1.2 MATERIAL COMO RECEBIDO

Foram testadas algumas variações de solução e diversos tempos de imersão, até que o resultado se deu com a solução dita anteriormente com tempo de ataque entre 10 a 20 segundos sendo finalizado o procedimento quando a amostra apresentava uma superfície brilhante e refletora. A amostra como recebida foi analisada e caracterizada, por microscopia ótica onde resultado é mostrado na Figura 9, mostrando um tamanho de grão acima de 250 μm . A liga apresentou uma estrutura do tipo entrelaçada (basketweave microstructure) [15]. Esta microestrutura é comum para ligas de Zircaloy temperadas da fase β , e sua formação se dá pelo crescimento de uma estrutura de Widmanstätten, que se inicia no contorno de grão.

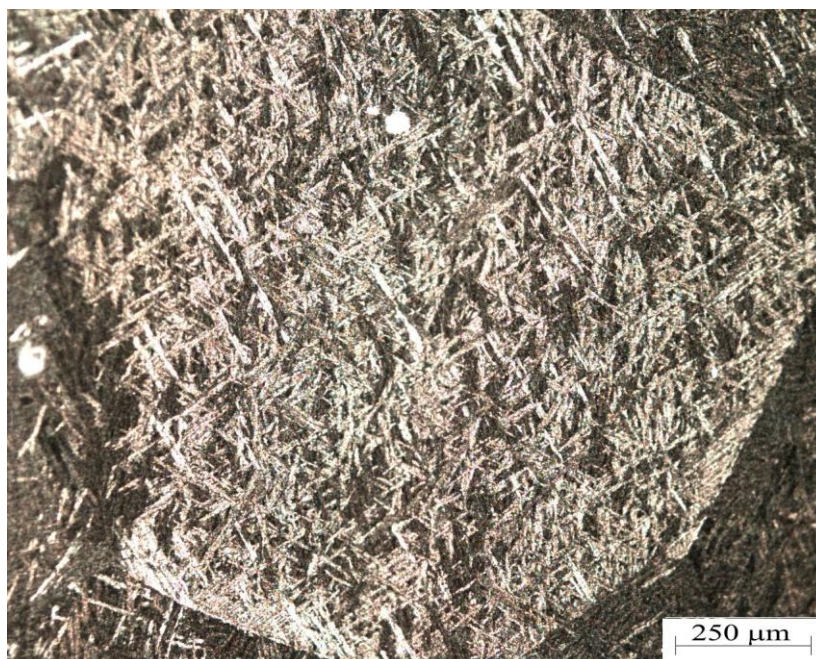
Figura 9 – Micrografia da amostra como recebida com aumento de 100X



Fonte: Elaborada pelo Autor

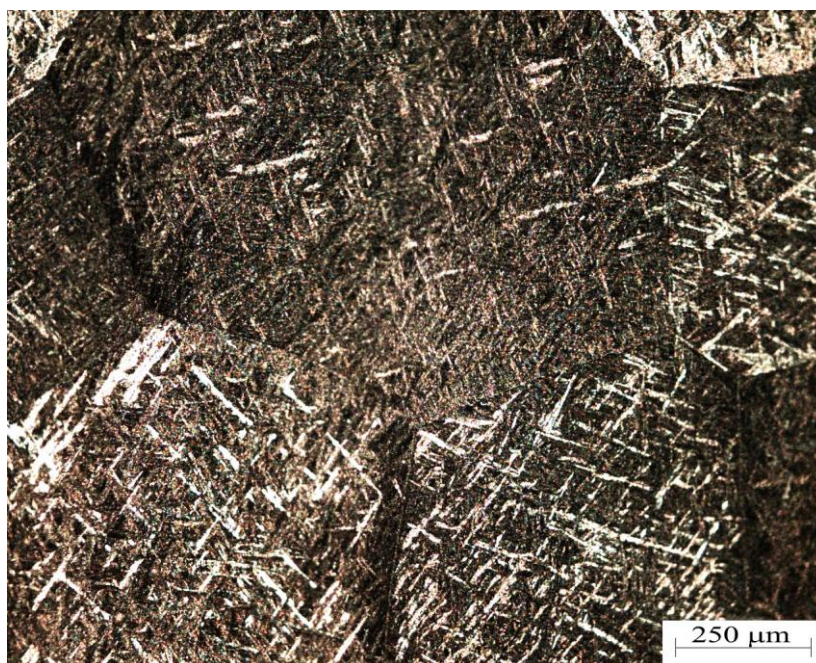
Após a caracterização do material como recebido, foram feitos dois aquecimentos a 650°C com intervalos de tempo de 2 e 4h, como mostram as Figuras 10 e 11, sendo novamente caracterizado e analisados para ver se ocorria mudança na microestrutura.

Figura 10 - Micrografia da amostra após aquecimento a 650°C durante 2 horas com aumento de 100X.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11 - Micrografia da amostra após aquecimento a 650°C durante 4 horas com aumento de 100X.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Após a tentativa de recristalizar o material a diferentes temperaturas e intervalos de tempo, e mesmo assim não obtendo o resultado desejado, foi realizada uma deformação

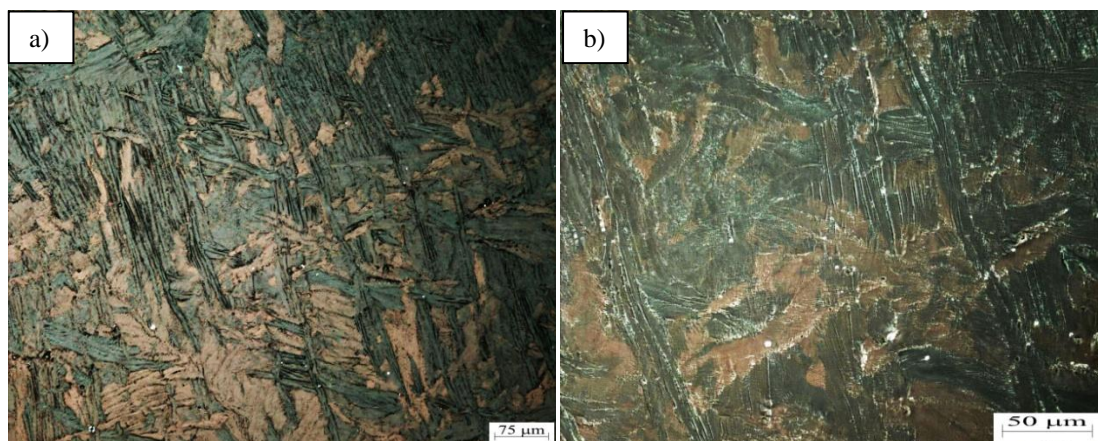
plástica, laminação a frio com diferentes reduções, no material com o objetivo de facilitar a recristalização da liga. Durante a deformação a maior parte da energia é usada para alterar a forma do material e uma parte é dissipada como calor. O trabalho cria regiões com grande distorção associada com alta densidade de discordâncias e outros defeitos cristalinos. Como na deformação há novas discordâncias, pela multiplicação, ocorre uma menor distância entre elas e como em média a reação entre as discordâncias é de repulsão, o resultado é que uma discordância dificulta o movimento da outra. O excesso de energia acumulada na deformação é a força motriz da recristalização primária.

O objetivo da deformação se dá devido o material após a deformação plástica possuir mais energia do que o material não deformado, pois a concentração de discordâncias, lacunas e outras imperfeições são aumentadas apresentando regiões mais ativas e pontos de maior energia sendo um facilitador para que ocorra a recristalização.

5.1.3 MATERIAL LAMINADO

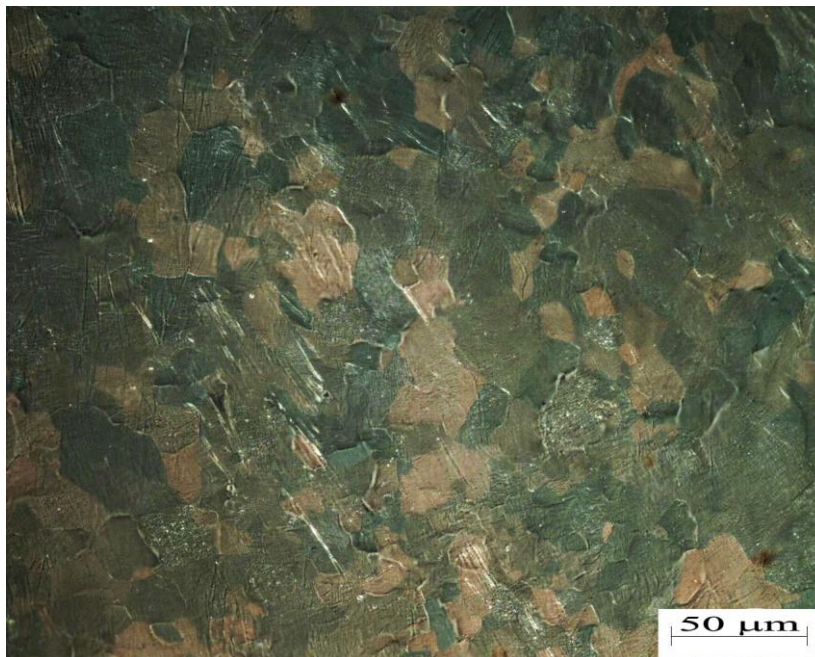
Após a análise do material como recebido foram realizadas reduções de 30% e 50% a frio com o objetivo de viabilizar o processo de recristalização. As Figuras 12, 13 e 14 mostram respectivamente a amostra com redução de 30% com aumentos diferentes, 30% aquecida a 800°C com intervalos de 5 minutos e 30% aquecida a 800°C com intervalos 20 e 40 minutos respectivamente.

Figura 12: Micrografia da amostra após redução de 30% para aumentos de: a) 200X e b) 500X



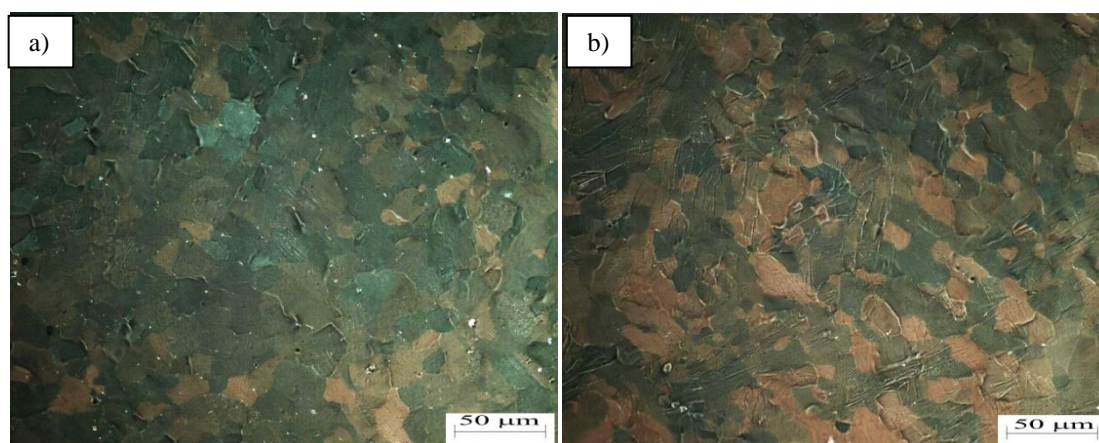
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 13: Micrografia da amostra após redução de 30% com aquecimento de 800°C no intervalo de 5 minutos – Aumento de 500X.



Fonte: Elaborado pelo autor.

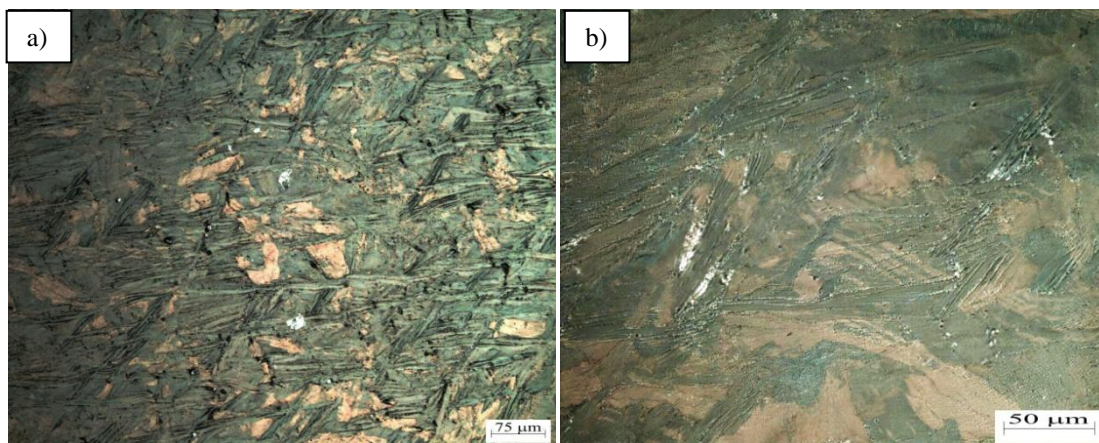
Figura 14: Micrografia da amostra após redução de 30% com aquecimento de 800°C no intervalo de: a) 20 minutos e b) 40 minutos – Aumento de 500X.



Fonte: Elaborado pelo autor.

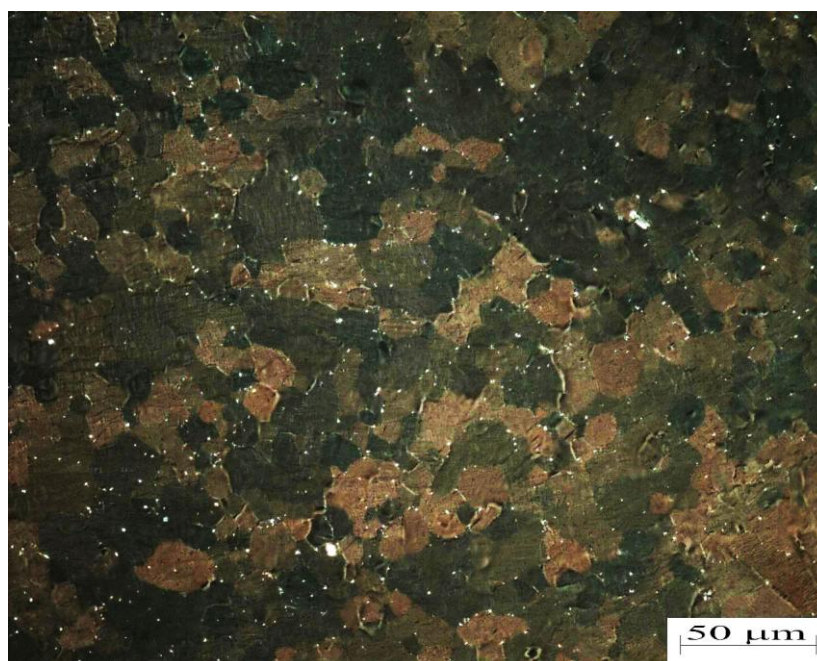
As Figuras 15, 16 e 17 mostram respectivamente a amostra com redução de 50%, 50% aquecida a 800°C com intervalos de 5 minutos e 50% aquecida a 800°C com intervalos 20 e 40 minutos respectivamente.

Figura 15: Micrografia da amostra após redução de 50% para aumentos de: a) 200X e b) 500X.



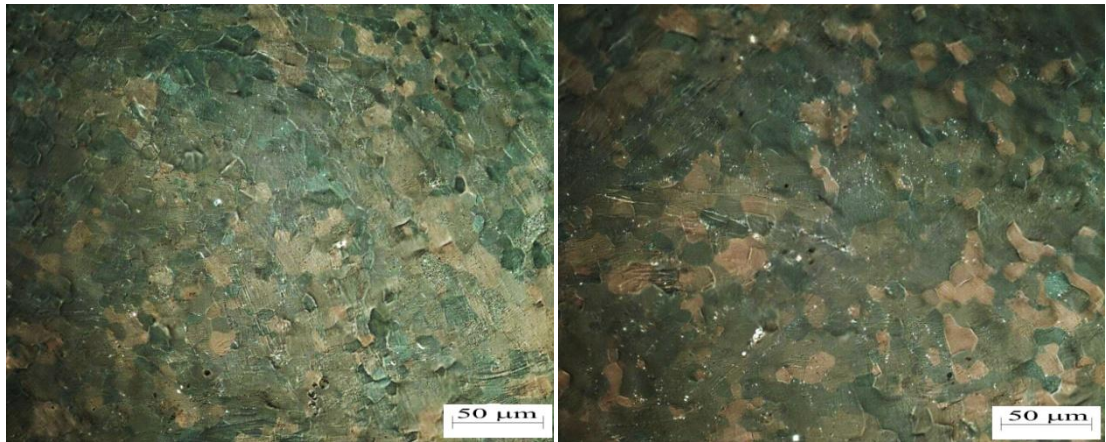
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 16: Micrografia da amostra após redução de 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 5 minutos – Aumento de 500X.



Fonte: Elaborado pelo autor.

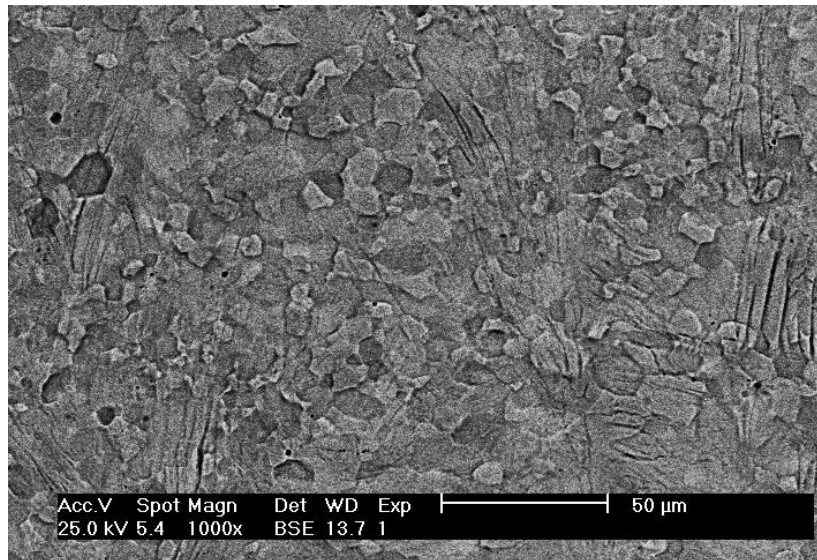
Figura 17: Micrografia da amostra após redução de 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de: a) 20 minutos e b) 40 minutos – Aumento de 500X.



Fonte: Elaborado pelo autor.

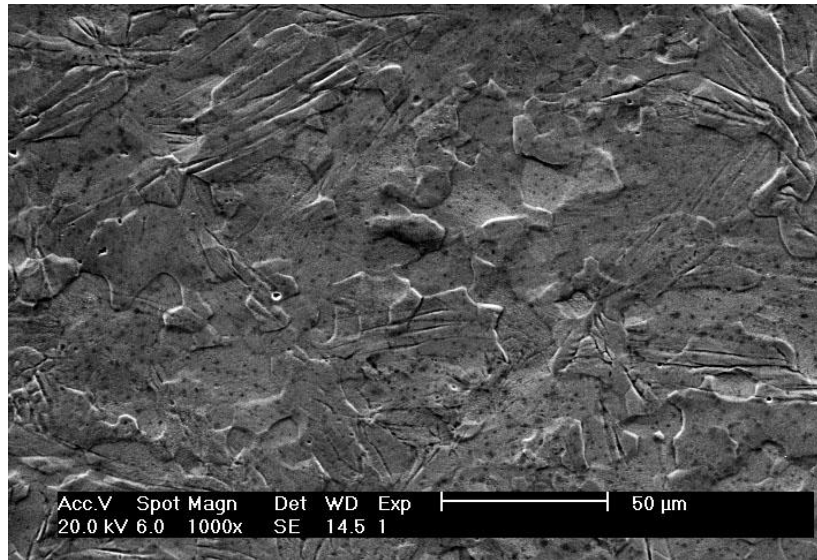
Posteriormente foi realizado a microscopia eletrônica de varredura nas amostras com reduções de 30% e 50% tratadas a 800°C no intervalo de 5 minutos, como mostra a Figura 18 e 19, comprovando o tamanho de grão com o tamanho condizente com a literatura [14].

Figura 18: Micrografia da amostra após redução de 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 5 minutos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 19: Micrografia da amostra após redução de 30% com aquecimento de 800°C no intervalo de 5 minutos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Como demonstrado através das figuras temos que a deformação plástica, no caso a laminação a frio, foi um fator necessário para a recristalização do material. A medida que a energia gerada no material devido o encruamento é armazenada ele se afasta da posição de equilíbrio. Como a tendência é voltar ao equilíbrio e diminuir o número de defeitos é necessário, nesse caso, uma ativação térmica visando a diminuição do número de discordâncias. No início ocorre a recuperação do material onde uma parte da energia interna armazenada é liberada em virtude da movimentação das discordâncias devido uma melhor difusão atômica à temperatura elevada.

A recristalização ocorre logo após a fase de recuperação, pois após a recuperação os grãos ainda se apresentam em um estado de deformação relativamente elevado. Na recristalização são originados novos grãos livres de deformação, com baixas densidades de discordâncias e característicos das condições que existem antes do trabalho a frio. A força motriz para produzir essa nova estrutura é a diferença entre as energias internas do material submetido a deformação e do material sem deformação. Como a tendência é o surgimento de novos grãos em regiões de mais ativas e com maior energia, o encruamento agiu como um catalisador do processo possibilitando assim a recristalização.

Nesse parâmetros especificamente a recristalização da liga, como mostrado, foi obtida rapidamente. No intervalo de tempo de 5 minutos o material já sofreu a recristalização com a redução do tamanho de praticamente monocrista para condizente com a literatura.

5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E FIGURAS DE POLO

5.2.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

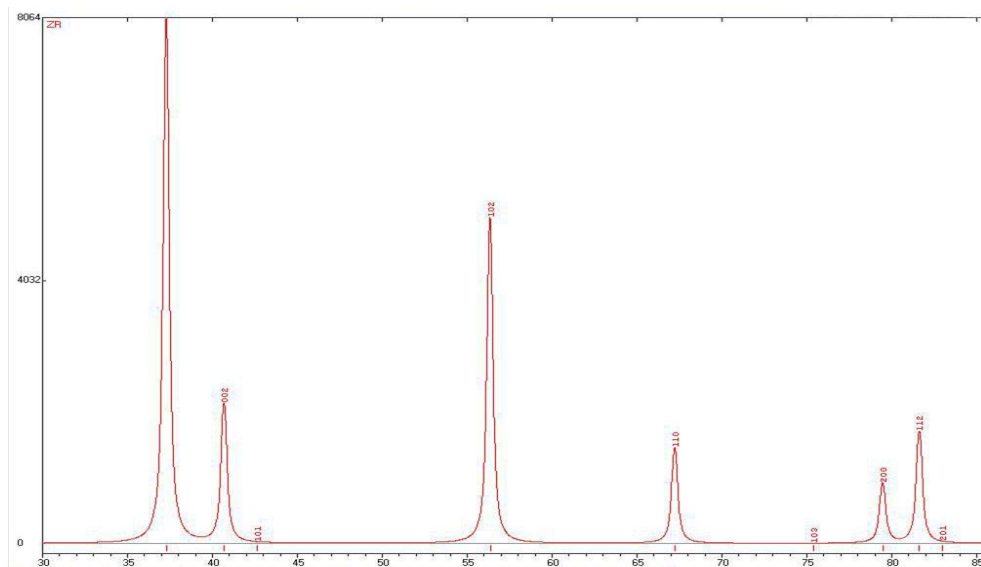
A Figura 20 mostra o difratograma padrão da amostra de zircônio puro baseado no dados da Tabela 3 baseado na radiação de cobalto $K\alpha$ ($\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$) pelo software Powder Cell - PCW[®].

Tabela 3 – Picos e Ângulos Zircônio Puro

| Picos e Ângulos difração - Zr Puro | | | | |
|------------------------------------|---|----|---|------------|
| h | k | i | l | 2 θ |
| 1 | 0 | -1 | 0 | 37,275 |
| 0 | 0 | 0 | 2 | 40,679 |
| 1 | 0 | -1 | 1 | 42,665 |
| 1 | 0 | -1 | 2 | 56,351 |
| 1 | 1 | -2 | 0 | 67,219 |
| 1 | 0 | -1 | 3 | 75,400 |
| 2 | 0 | -2 | 0 | 79,459 |
| 1 | 1 | -2 | 2 | 81,629 |
| 2 | 0 | -2 | 1 | 82,961 |

Fonte: Software PCW[®]

Figura 20: Picos de difração Zircônio puro.



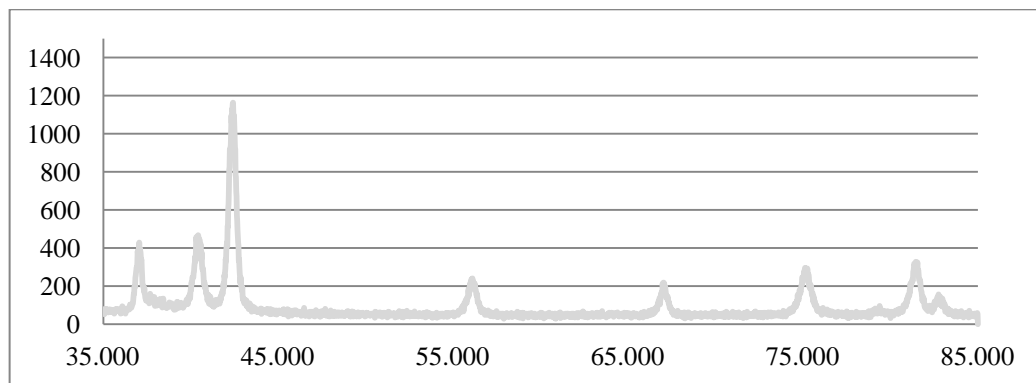
Fonte: Software PCW[®]

Baseado no software, os resultados que serão analisados são os três primeiros picos que correspondem respectivamente a um pico prismático, basal e piramidal segundo Barrett e

Massalski [6]. Usando o difratograma do zircônio puro temos que o pico de maior intensidade se encontra no plano prismático, seguido de uma intensidade mais fraca no plano basal e um pico praticamente nulo no plano piramidal. Como nele se tem todos os planos o fator de estrutura do plano prismático deve ser mais forte do que os demais, sendo assim explicado a sua alta intensidade em meio aos demais.

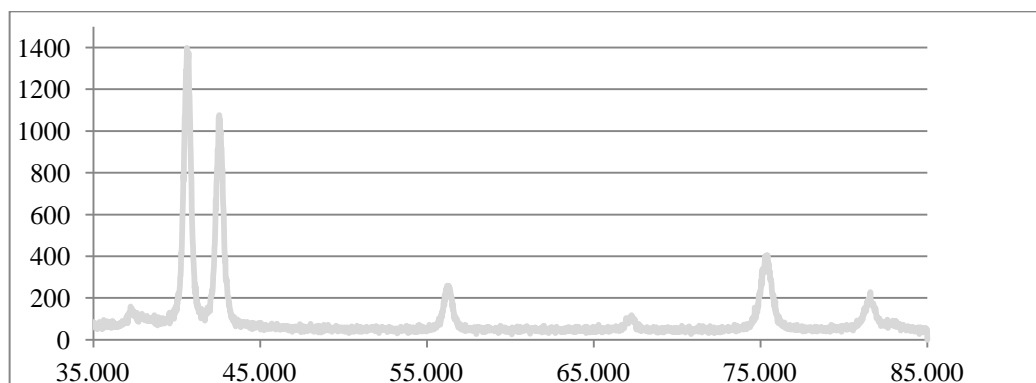
Após a obtenção de dados sobre os padrões de difração de Zr, foram realizados os difratogramas das amostras: como recebida, com redução de 50% e redução de 50% nos intervalos de 5, 20, 40 e 60 minutos. Os resultados são apresentados nas Figuras 21, 22 e 23.

Figura 21: Difratograma da amostra de Zircaloy-4 no estado como recebida.



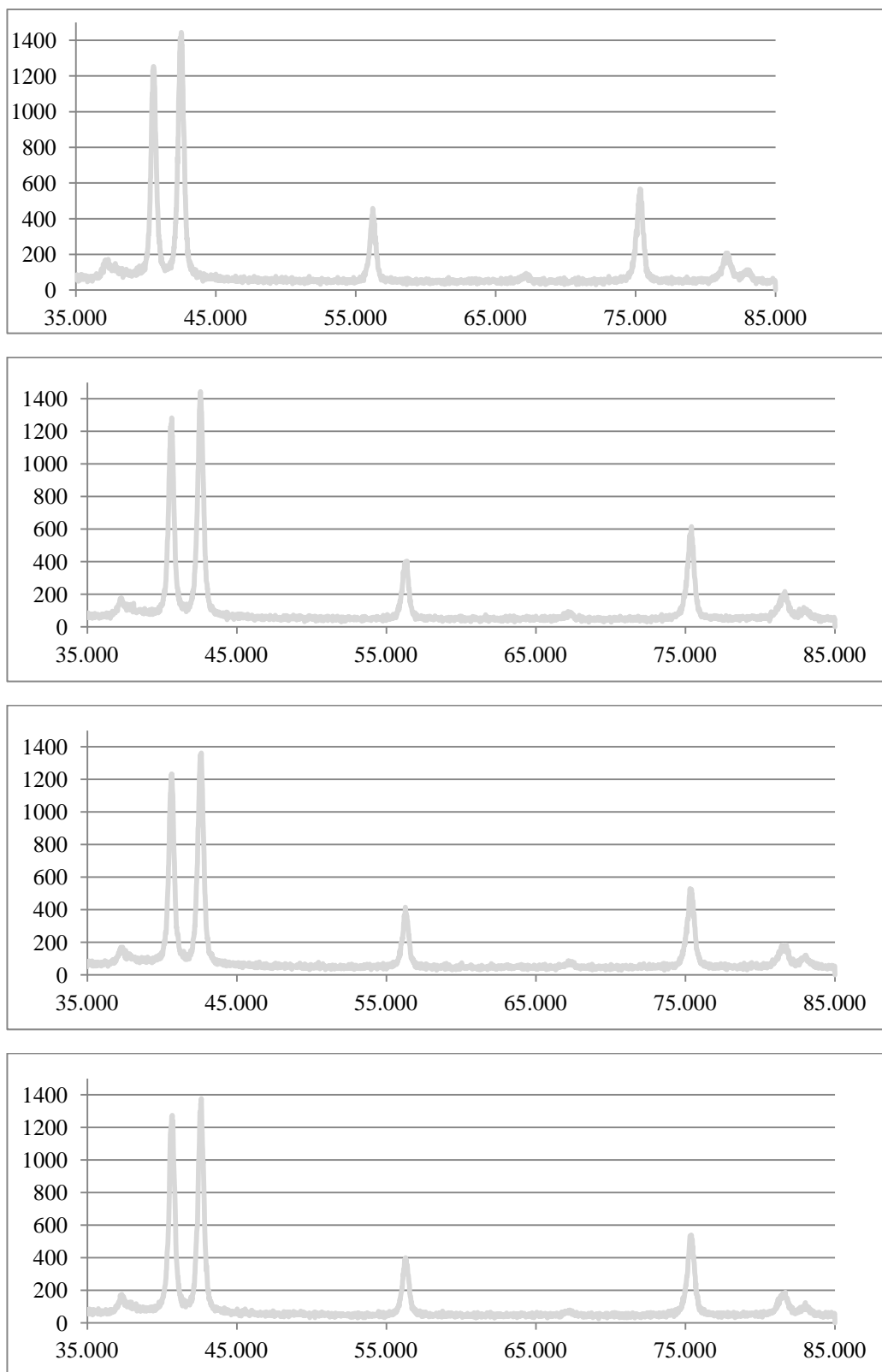
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 22: Difratograma da amostra de Zircaloy-4 após 50%.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 23: Comparativo difratograma das amostras com redução de 50% para intervalos de tempo: 5 minutos, 20 minutos, 40 minutos e 60 minutos. No eixo y se encontra CPS e no eixo x é o ângulo 2θ .



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Tabela 4 são apresentados os valores de maior intensidade junto com o plano (hkil) correspondente e o ângulo referente para cada amostra.

Tabela 4 - Valores de maior intensidade junto com o plano (hkil) correspondente.

| Amostra | Pico Máximo | h | k | i | l | 2θ | Plano |
|--------------------|------------------------|----------|----------|----------|----------|-----------|--------------|
| Recebida | 1163 | 1 | 0 | -1 | 1 | 42.420 | Piramidal |
| Redução 50% | 1399 | 0 | 0 | 0 | 2 | 40.620 | Basal |
| 5 minutos | 1444 | 1 | 0 | -1 | 1 | 42.540 | Piramidal |
| 20 minutos | 1444 | 1 | 0 | -1 | 1 | 42.560 | Piramidal |
| 40 minutos | 1362 | 1 | 0 | -1 | 1 | 42.620 | Piramidal |
| 60 minutos | 1376 | 1 | 0 | -1 | 1 | 42.620 | Piramidal |

Fonte: Elaborado pelo Autor

Na amostra da liga zircaloy-4 como recebida já é possível ver uma diferença entre os valores dados como padrão. Há uma inversão de intensidade, no caso, o plano piramidal já aparece com uma maior intensidade do que os demais, onde, então, esse plano é que está paralelo a superfície. Os outros se mostram com um valor de intensidade bem parecido. Isso pode ter relação com o tratamento em que a liga passou antes de ser recebida, onde sofreu um forjamento.

Como esperado pelo processo de laminação que tende a girar o plano de deslizamento de metais hexagonais compactos em direção ao plano da chapa laminada e, de acordo com a tendência, a textura predominante é a do plano basal [7], após o encruamento o material apresentou no plano basal, que é o plano de deslizamento predominante, um aumento representativo, sugerindo em que o material tenha uma tendência de alinhamento da concentração de planos basais após a laminação, aumentando assim a intensidade desses planos, tendo assim os planos basais paralelos ao plano de laminação, criando uma textura de deformação. Após a deformação ocorreu a recristalização, note que nesse caso a recristalização não intensificou a textura de deformação e sim o aparecimento de uma nova textura que era da amostra como recebida, sendo um pico mais intenso.

Com o decorrer o tratamento o material apresenta uma tendência a igualdade entre a distribuição de intensidades entre o plano basal e o plano piramidal, sugerindo uma distribuição próxima entre a densidade de planos basais e piramidais paralelos à superfície da amostra.

5.2.2 MICRODUREZA

Foram realizados dez pontos de microdureza na amostra no estado como recebido e nas amostras com redução de 30 e 50% da liga Zircaloy-4 juntamente com a variação do tempo de tratamento térmico, todas para a temperatura de 800°C. Tanto na redução 30% como em 50% o material apresentou um aumento de dureza em relação à amostra como recebida, como era esperado, uma vez que encruado, como já mencionado, o número de discordâncias do material é maior, com isso a sua mobilidade se torna mais difícil e conseqüentemente a dureza é aumentada. Como também é mostrado nas Tabelas 6 e 7 a liga com redução de 50% apresentou uma média maior do que a de 30%, também esperado, pois devido o encruamento ser maior, maior é o número de discordâncias, mais difícil é a sua mobilidade e maior é a sua dureza.

Tabela 5: Microdureza da amostra no estado como recebido.

| | Recebida |
|------------------|-----------------|
| Ponto 1 | 182 |
| Ponto 2 | 181 |
| Ponto 3 | 184 |
| Ponto 4 | 177 |
| Ponto 5 | 179 |
| Ponto 6 | 171 |
| Ponto 7 | 180 |
| Ponto 8 | 176 |
| Ponto 9 | 179 |
| Ponto 10 | 176 |
| Média | 178,5 |
| Desv. Pad | 3,7 |
| L. Sup | 184,0 |
| L. Inf | 171,0 |

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 6: Microdureza amostras com 30% de redução para diferentes intervalor de tratamento.

| | 0 min | 5 min | 20 min | 40 min |
|------------------|--------------|--------------|---------------|---------------|
| Ponto 1 | 232 | 201 | 191 | 196 |
| Ponto 2 | 240 | 171 | 196 | 196 |
| Ponto 3 | 226 | 179 | 190 | 194 |
| Ponto 4 | 231 | 181 | 211 | 187 |
| Ponto 5 | 243 | 177 | 188 | 202 |
| Ponto 6 | 244 | 183 | 188 | 192 |
| Ponto 7 | 228 | 177 | 183 | 184 |
| Ponto 8 | 230 | 197 | 188 | 200 |
| Ponto 9 | 235 | 191 | 187 | 212 |
| Ponto 10 | 239 | 208 | 185 | 190 |
| Média | 234,8 | 186,5 | 190,7 | 195,3 |
| Desv. Pad | 6,4 | 12,1 | 7,9 | 8,1 |
| L. Sup | 244,0 | 208,0 | 211,0 | 212,0 |
| L. Inf | 226,0 | 171,0 | 183,0 | 184,0 |

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 7: Microdureza amostras com 50% de redução para diferentes intervalor de tratamento.

| | 0 min | 5 min | 20 min | 40 min |
|------------------|--------------|--------------|---------------|---------------|
| Ponto 1 | 239 | 179 | 202 | 196 |
| Ponto 2 | 256 | 176 | 204 | 201 |
| Ponto 3 | 248 | 178 | 188 | 195 |
| Ponto 4 | 275 | 173 | 196 | 190 |
| Ponto 5 | 251 | 183 | 200 | 203 |
| Ponto 6 | 238 | 184 | 201 | 202 |
| Ponto 7 | 268 | 184 | 187 | 198 |
| Ponto 8 | 277 | 186 | 198 | 196 |
| Ponto 9 | 252 | 174 | 198 | 193 |
| Ponto 10 | 247 | 184 | 200 | 192 |
| Média | 255,1 | 180,1 | 197,4 | 196,6 |
| Desv. Pad | 13,9 | 4,7 | 5,7 | 4,4 |
| L. Sup | 277,0 | 186,0 | 204,0 | 203,0 |
| L. Inf | 238,0 | 173,0 | 187,0 | 190,0 |

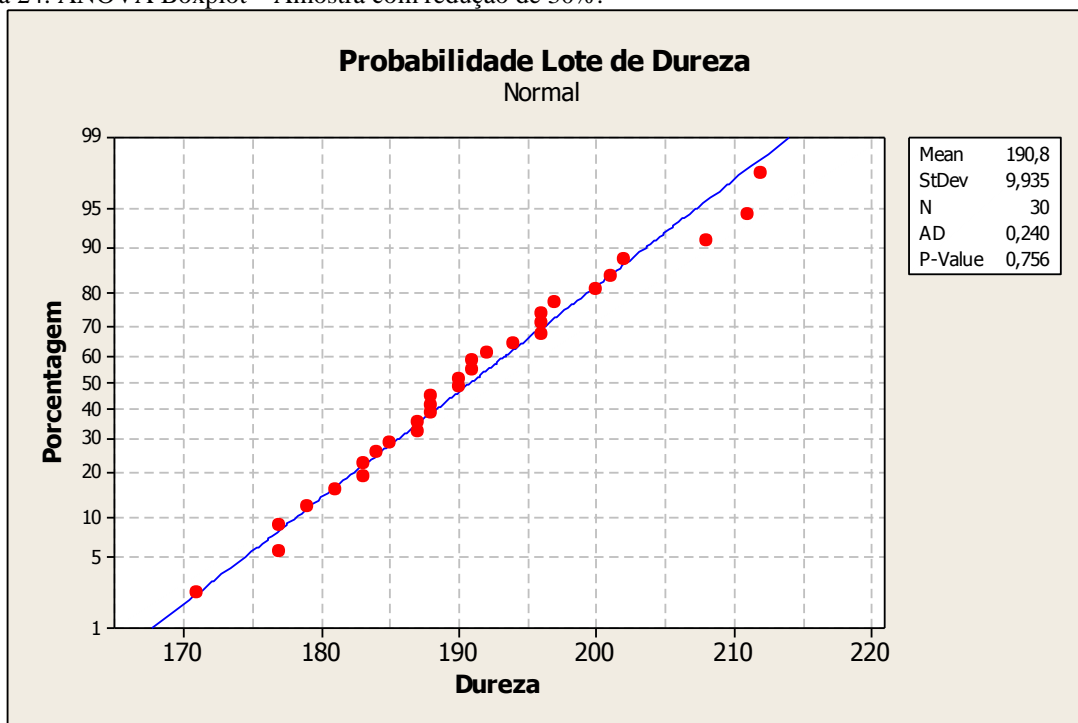
Fonte: Elaborado pelo autor.

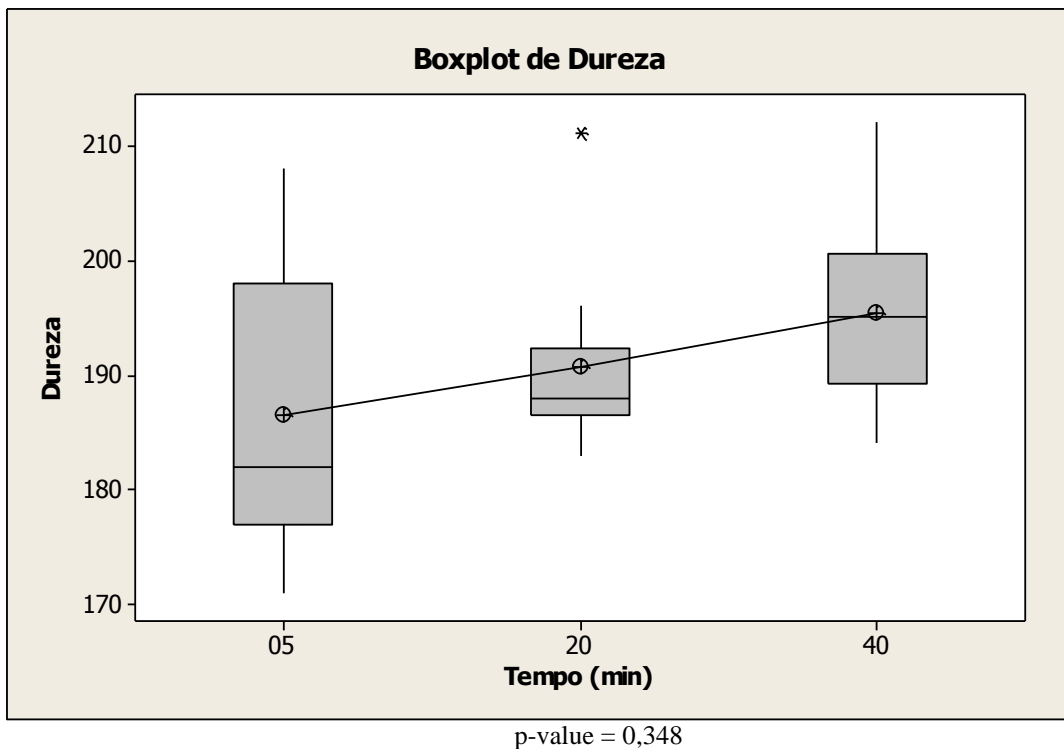
Após realizar o tratamento térmico é observado que a microdureza diminui para as duas reduções, isso se dá pelo fato de que as amostras foram recristalizadas. Os novos grãos gerados devido a recristalização são livres de deformações e apresentam baixa densidade de discordâncias, com isso, há uma redução da densidade de discordâncias no material e porventura uma diminuição na dureza do mesmo.

Com o aumento do tempo de tratamento era esperado que houvesse novamente uma diminuição na dureza do material, mas não foi isso que ocorreu. Para verificar se essa variação foi realmente efetiva e que houve influência de uma característica na outra, foi realizado através do software Minitab16[®] um teste para análise de variância para as duas reduções e os tempos de tratamento térmico.

As Figuras 24 e 25 mostram o resultado da análise para as reduções de 30 e 50% respectivamente. Como se observa, as amostras com redução de 30% seguem uma distribuição normal, onde $p\text{-value} > \alpha$ ($\alpha = 5\%$). Então se pode afirmar com 95% de confiança que a variação das médias das medidas não influencia, em outras palavras, temos que o intervalo de tempo não influencia no valor da média das microdurezas nesse processo específico.

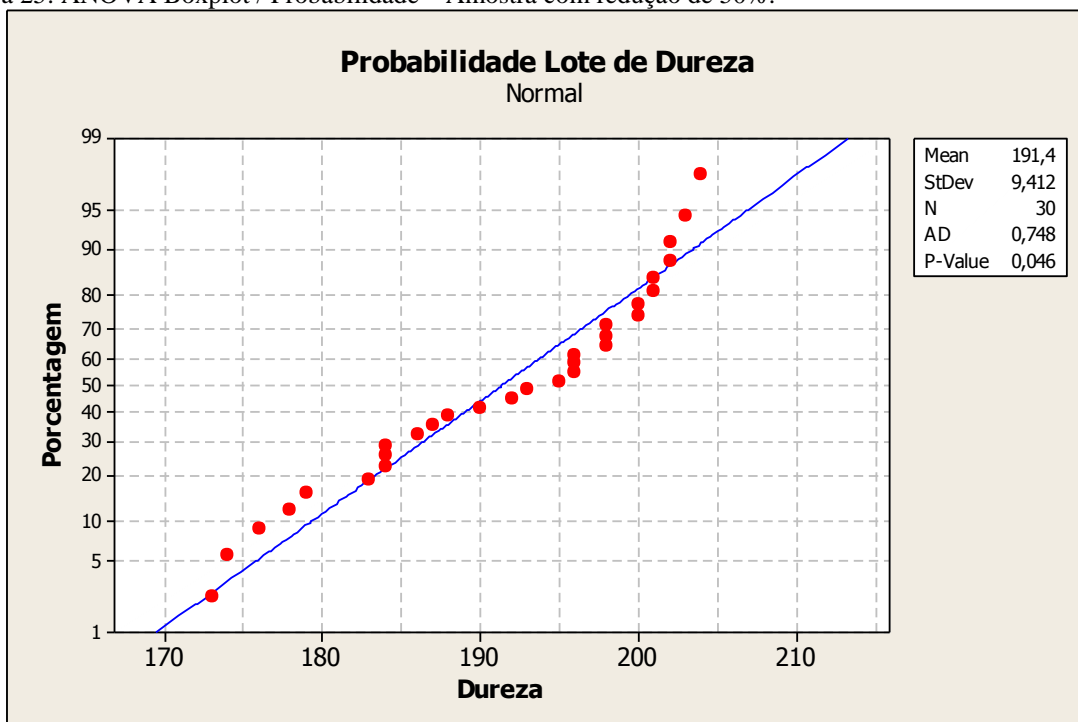
Figura 24: ANOVA Boxplot – Amostra com redução de 30%.

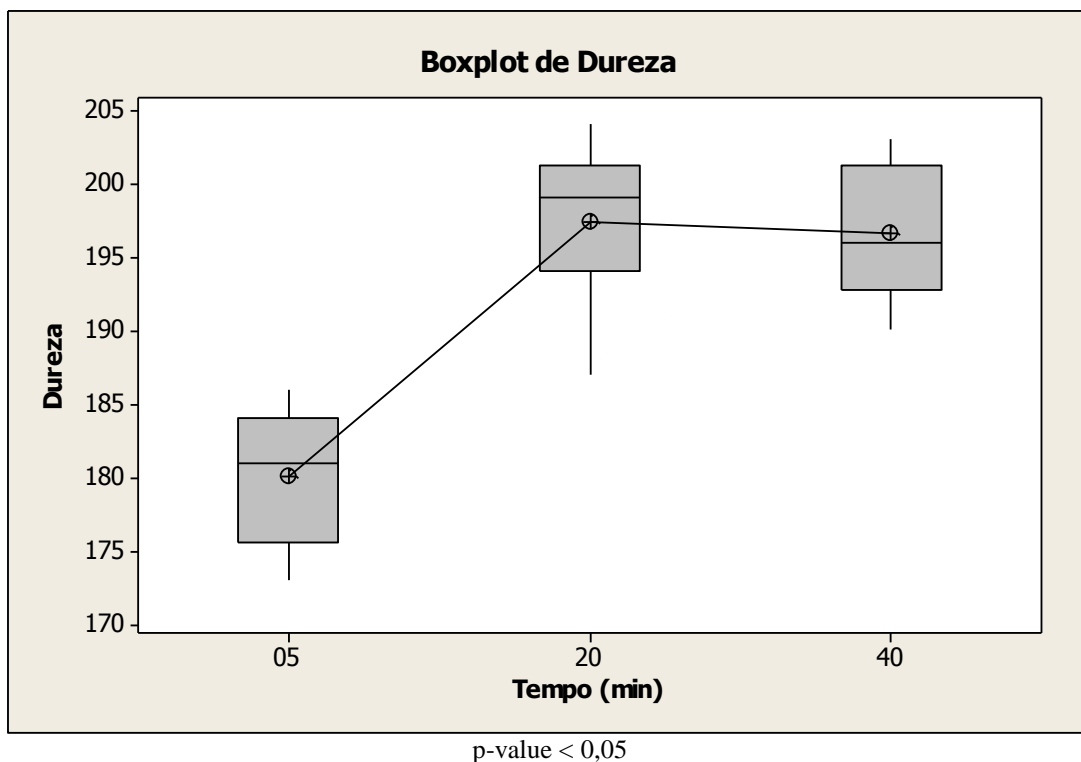




Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 25: ANOVA Boxplot / Probabilidade – Amostra com redução de 50%.





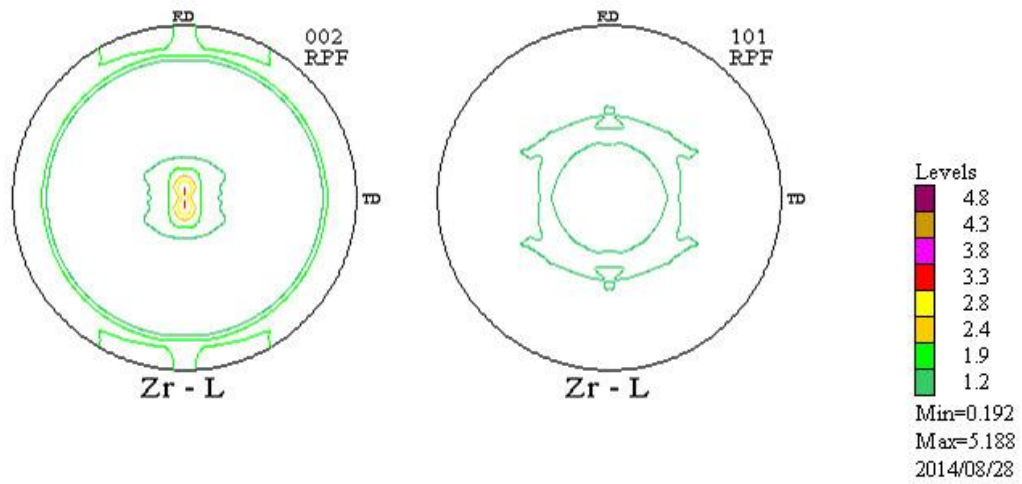
Fonte: Elaborado pelo autor.

Já nas amostras com redução de 50% seguem uma distribuição não normal, onde o valor $p\text{-value} < \alpha$ ($\alpha = 5\%$). Então não se pode afirmar com 95% de confiança o intervalo de tempo não influencia no valor da média das microdurezas nesse processo específico. Temos que a microdureza é um indicativo do comportamento do material, onde a mesma faz somente indentações e não o deslizamento dos planos. Como não ocorreu como o planejado, faz-se necessário uma dureza, onde a área investigada é maior podendo ter uma melhor certeza do resultado, ou um ensaio de tração, onde definitivamente serão medidos os deslizamentos dos planos e verificado se houve esse aumento. Outra sugestão é a análise de precipitados que podem surgir na liga com o decorrer do tempo de aquecimento, sendo também uma possível resposta para o aumento indicado pela microdureza.

5.2.3 FIGURAS DE POLO

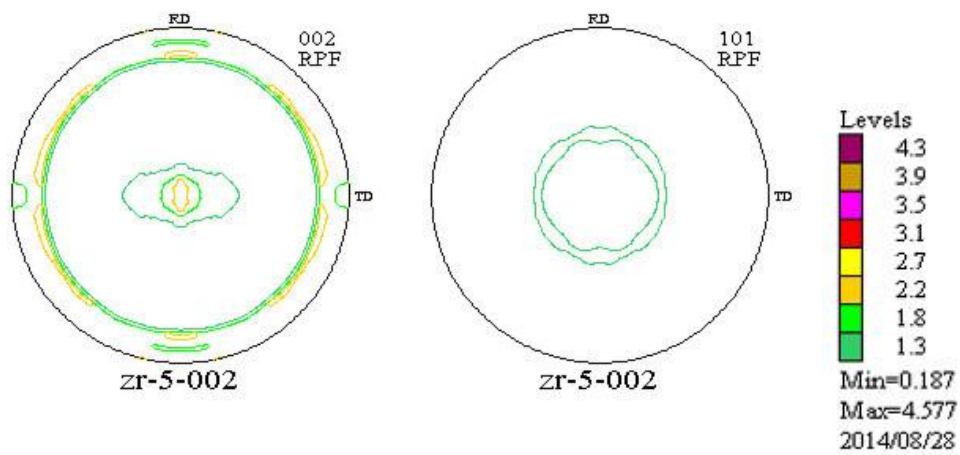
Foram geradas figuras de polo para o plano basal e piramidal para que fosse feita a comparação com os picos apresentados pela difração de Raios X. As Figuras 26, 27, 28, 29 e 30 mostram os resultados obtidos na amostra com redução de 50% de deformação e para os diferentes tempos de aquecimento.

Figura 26: Figura de polo amostra laminada 50%.



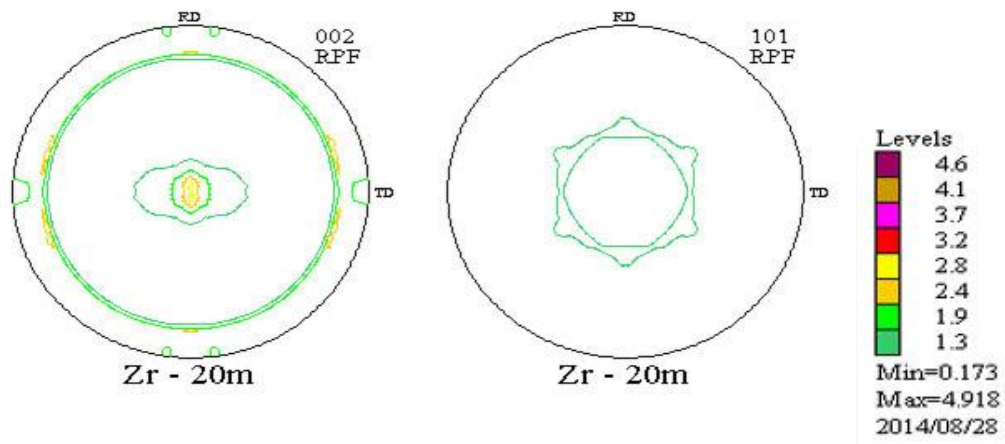
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 27: Figura de polo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 5 minutos.



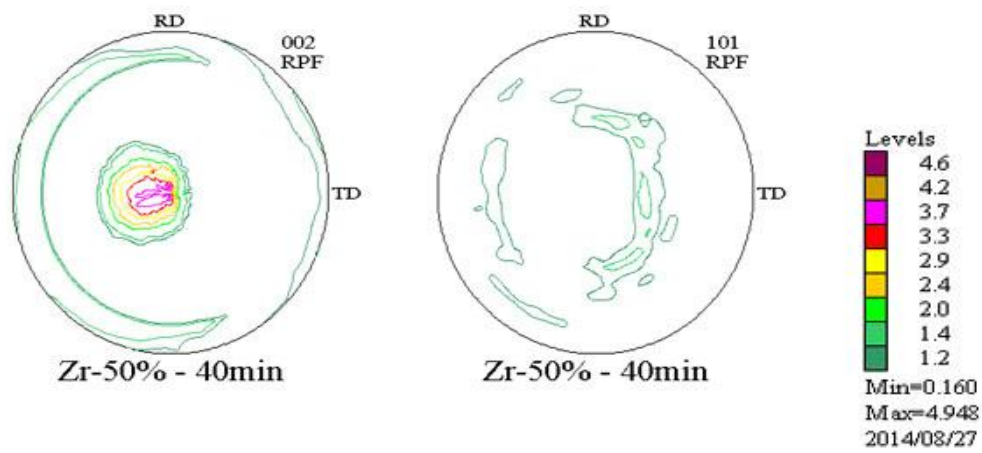
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 28: Figura de polo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 20 minutos.



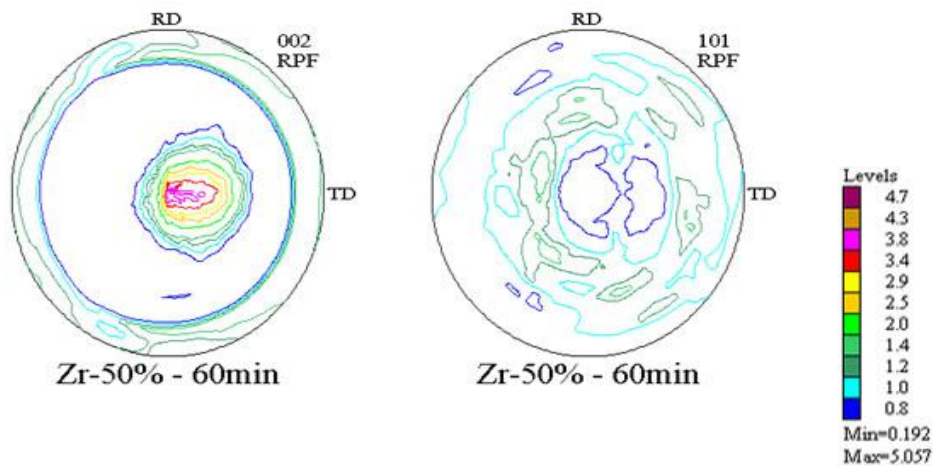
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 29: Figura de polo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 40 minutos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 30: Figura de polo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 60 minutos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Assim como o difratograma da uma tendência de após a laminação ocorrer uma intensificação do plano basal com a superfície da amostra, a figura de polo analisada para o material deformado apresenta essa intensidade plano basal comparada com o plano piramidal, confirmando essa intensificação.

No decorrer das análises, para as variações do tempo de recristalização, as figuras de polo, diferente da tendência indicada dos difratogramas, indicam uma leve tendência a intensificação dos planos basais no local dos planos piramidais. Como a medida é feita a partir da intensidade 1.0, que indica a aleatoriedade da amostra, temos a variação máxima gira em torno de 3.0 níveis de intensidade para as amostras de com 40 e 60 minutos de tratamento. Assim temos que a variação não é tão intensa como também é mostrado nos difratogramas.

6. CONCLUSÕES

Tendo como base os resultados apresentados nas secções anteriores quanto à cinética de recristalização da liga Zircaloy - 4 e a influência da recristalização da mesma na microtextura, pode-se concluir que:

- Foi verificado que a deformação a frio, encruamento, tem grande influência como um facilitador para o processo de recristalização;
- Após o encruamento o material obteve a recristalização rapidamente, sendo necessário somente 5 minutos para as duas reduções;
- De modo geral os testes de microdureza foram compatíveis com o relatado na literatura, indicando um aumento na microdureza do material após a deformação e uma redução da mesma no estado recristalizado;
- Na análise dos difratogramas obteve-se um aumento no plano basal após a deformação a frio, como era esperado, e uma tendência de igualdade de intensidade entre os planos basais e piramidais no decorrer da recristalização para os diferentes intervalos de tempo;
- No difratograma da amostra como recebida foi observado, em relação ao zircônio puro, uma redução intensa no plano prismático, juntamente com uma redução para uma intensidade mínima do mesmo após a deformação e a tratamento de recristalização. Mostrando que os comportamentos da liga zircaloy – 4 são diferentes do material sem adição.
- A medida de microtextura mostra uma tendência a intensificação do plano basal em relação ao piramidal afirmando, nesse caso, um leve tendência de um maior alinhamento dos planos basais em paralelo com a superfície.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar um estudo semelhante, com os mesmo tempos de tratamento, com uma análise de microtextura.
- Analisar a cinética de recristalização da amostra com deformação de 50% para a verificação de precipitados para os diferentes tempos de recristalização.
- Analisar a dureza e tração da liga para a verificação do comportamento da liga e nas propriedades mecânicas da mesma.
- Comparação da textura de deformação da liga Zircaloy – 4 com o metal Zircônio puro.
- Analisar o comportamento a corrosão da liga Zircaloy – 4 para o tratamento de recristalização e a variação da mesma para os diferentes tempos de tratamento.

8. REFERÊNCIAS

- [1] G. L. HOFMAN e L. C. WALTERS, “Zirconium alloys in nuclear applications,” em *Materials Science and Technology*, em: *Materials Science and Technology*, R. W. CAHN, P. HAASEN, e E. J. KRAMER, Eds. VCH, 1994.
- [2] J. R. DAVIS et al., Eds., *METALS HANDBOOK - Desk Edition*, 2.a ed. CRC Press, 1998.
- [3] C. EUCKEN, P. FINDER, S. TRAPP-PRITSCHING, e H. G. WEIDINGER, “Influence of chemical composition on uniform corrosion of zirconium-base alloys in autoclave tests,” *ASTM special technical publication STP 1023*.
- [4] W. F. GALE e T. C. TOTEMEIER, Eds., *Smithells Metals Reference Book*, 8.a ed. Butterworth-Heinemann, 2004.
- [5] R. W. K. HONEYCOMBE, “Deformation of metal crystals,” em *The Plastic Deformation of Metals*. Edward Arnold, 1984, p. 483.
- [6] C. S. BARRETT e T. B. MASSALSKI, “The structure of metals and alloys,” em *Structure of Metals*. Pergamon Press, 1980, p. 654.
- [7] C. S. C. VIANA e A. S. PAULA, “Textura de deformação,” em *Textura e Relações de Orientação*, A. P. TSCHIPTSCHIN, A. F. PADILHA, C. G. SCHÖN, F. J. G. LANDGRAF, H. GOLDENSTEIN, I. G. S. FALLEIROS, N. B. LIMA, e M. M. SERNA, Eds. EPUSP - IPEN - IPT, 2001.
- [8] “Review of deformation mechanisms, texture, and mechanical anisotropy in zirconium and zirconium base alloys,” em *Zirconium in the Nuclear Industry: 14th International Symposium*, RUDLING, P. ; KAMMENZIND, B.
- [9] E. TENCKHOFF e P. L. RITTENHOUSE, “Annealing textures in zircaloy tubing,” *Journal of Nuclear Materials*.

- [10] GUEDES, B. C. F. Correlação entre processamento termomecânico e textura cristalográfica da liga ZIR-BRASIL 1. 2011. 162 f. Tese (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro. 2011
- [11] E. TENCKHOFF, Deformation Mechanisms, Texture, and Anisotropy in Zirconium and Zircaloy. ASTM, 1988.
- [12] S. K. SAHOO, V. D. HIWARKAR, I. SAMAJDAR, P. PANT, G. K. DEY, D. SRIVASTAVA, R. TEWARI, e S. BANERJEE, “Deformation twinning in zircaloy 2,” *Materials Science and Technology*, vol. 26.
- [13] A. A. FILHO, “Elaboração e estudos de recristalização de ligas de alumíniomagnésio-tório e alumínio-magnésio-nióbio.” Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2005.
- [14] GOMES DA SILVA, M. J. Influence of oxide microstructure on corrosion behavior of zirconium-bases model alloys. December 2007. 400 f. Tese de doutorado em Engenharia Nuclear – The Pennsylvania State University 2007.
- [15] D. CHARQUET e E. ALHERITIERE, “Influence of impurities and temperature on the microstructure of zircaloy-2 and zircaloy-4 after the beta -> alpha phase transformation,” em *Zirconium in the Nuclear Industry: Seventh International Symposium*. ASTM STP 939. American Society for Testing and Materials, 1987.