

## ANÁLISE DA TEXTURA EM LIGAS DE ZIRCALOY-4\*

*Davi Alves Marques<sup>1</sup>*

*Rafael Lima Silva<sup>2</sup>*

*Joshua Alyson Freitas Ribeiro<sup>3</sup>*

*Hamilton Ferreira Gomes de Abreu<sup>4</sup>*

*Marcelo José Gomes da Silva<sup>5</sup>*

### Resumo

Esse estudo estabeleceu uma relação entre textura em Zircaloy-4 para diferentes reduções obtidas por laminação a frio (30% e 50%), temperaturas de recozimento, no intervalo de cinco minutos a uma hora, assim como análise morfológica da microestrutura da liga. Foram realizadas análises da evolução da textura do material através das figuras de pólo e a partir de medidas de micro e macrotextura obtidas por técnicas de Difração de Elétrons Retroespalhados e Difração de Raios-X. Verificamos que a laminação auxiliou o processo de recristalização da liga, além de influenciar uma textura de plano basal paralelo ao plano da liga.

**Palavras-chave:** Zircaloy-4; Textura; Recristalização.

### TEXTURE ANALYSIS OF ZIRCALOY-4 ALLOY

#### Abstract

This study established a relationship between texture in Zircaloy-4 for different reductions obtained by cold rolling reductions (30% and 50%), annealing temperatures, in the range from five minutes to an hour, as well as morphological analysis of alloy microstructure. Analyses were made of the evolution of the texture of the material through the pole figures and from measurements of micro and macrotexture obtained by Electron Backscattered Diffraction techniques and X-Ray Diffraction. We note that the cold rolling assisted the recrystallization process, in addition to influencing a basal plane texture parallel to the rolled direction of the alloy.

**Keywords:** Zircaloy-4; Recrystallization, Macrotexture.

<sup>1</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduando, Bolsista do Programa de Educação Tutorial (PET), Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMM), Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>2</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduado, Consultor, Metal mecânico, UFC, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>3</sup> Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Graduando, Bolsista do PET, DEMM, UFC, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheiro Naval, Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Professor do curso de Engenharia Metalúrgica, DEEM, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>5</sup> Engenheiro Mecânico, Doutor em Engenharia Nuclear (PhD), Professor e Coordenador do curso de Engenharia Metalúrgica, DEEM, UFC, Fortaleza, Ceará, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O alto consumo de energia nos dias atuais exige dos produtores uma alta demanda. Visando tanto a questão econômica quanto a questão ambiental. Métodos limpos de geração de energia, cuja demanda de espaço sejam reduzidos, traz atenção para a energia nuclear.

As ligas de zircônio são amplamente utilizadas na indústria nuclear para aplicação em elementos combustíveis de reatores nucleares, assim, é importante conhecer as diversas propriedades desse material com o intuito de compreender os possíveis defeitos aos quais o material está sujeito na sua aplicação afim e evitá-los.

No entanto o zircônio possui uma microestrutura hexagonal compacta, cujo conhecimento ainda é limitado, logo, o objetivo principal deste trabalho é 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 microtextura da liga.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

Para essa pesquisa, foi utilizado uma amostra circular da liga Zircaloy-4 produzida por forjamento com 200 mm de diâmetro. Foram cortadas amostras do material da seguinte maneira: primeira amostra do material como recebido, e as outras duas do material laminado a frio com taxa de redução de 30% e 50% da espessura. A composição do Zircaloy-4 (ASTM - R60804) é:

Tabela 1.

Elementos de liga (% em massa)			
Sn	Fe	Cr	O
1,2 - 1,7	0,18 - 0,24	0,07 - 0,13	1000 - 1400 PPM

### 2.2 Métodos

Filosofia da Metodologia:

Para conduzir o estudo sobre efeitos da laminação na liga Zircaloy-4 foram realizadas comparações da microestrutura de amostras que passaram pelo seguinte processo: conformação mecânica através da laminação a frio e recristalização de três amostras (como recebida, laminada com reduções de 30% e 50%). Em seguida, realizamos um estudo utilizando o método de difração de Raios-X da amostra que passou por uma laminação de 50% redução de espessura para diferentes tempos de tratamento térmico a 800°C.

#### 2.2.1 Laminação a frio

Foram cortadas duas tiras da peça circular para laminação a frio com taxa de redução da espessura de 30% e 50%.

#### 2.2.2 Preparação metalográfica

As amostras foram preparadas pelo seguinte processo: corte das amostras em tamanhos médios de embutimento, lixamento das peças, polimento com ataque para revelar as características microestruturais da liga.

Para o polimento com ataque simultâneo foi realizado com uma solução de: 45% H<sub>2</sub>O, 45% HNO<sub>3</sub>, 10% HF, padrão para ataque metalográfico de zircônio [1].

### 2.2.3 Análise microestrutural

A análise microestrutural foi realizada no Laboratório de caracterização de Materiais (LACAM) utilizando os microscópios ótico e de varredura. A partir do microscópio ótico, obtivemos fotos das amostras utilizando luz polarizada para evidenciar os grãos do material e o dimensionamento dos grãos foi feito a partir do microscópio de varredura.

### 2.2.4 Difração de raios-x

Utilizamos as técnicas de difração de raios-x nas amostras como recebida, laminada a frio com reduções de 30% e de 50% de sua espessura para montar os difratogramas. As amostras foram lixadas e analisadas em um difratômetro de Raios X da marca Philips, da série X'Pert, com radiação de cobalto K $\alpha$  ( $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$ ) pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM).

### 2.2.5 Macrotextura

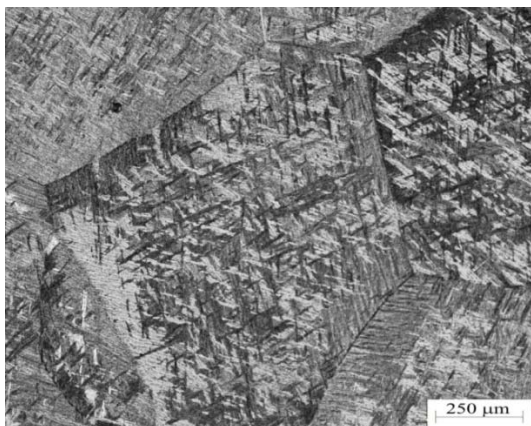
Após a obtenção dos difratogramas das amostras, foram montadas figuras de pólo através de um goniômetro acoplado ao difratômetro utilizado com o software Labotex 3.0<sup>®</sup>, também pertencente ao LACAM.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Análise Microestrutural

#### 3.1.1 Material como recebido

Para a realização da análise do material como recebido foi feita o procedimento metalográfico mencionado. Foram testadas variações de solução e tempo de contato até obtermos uma superfície brilhante e refletora com a solução supracitada utilizando um tempo de contato de aproximadamente 15 segundos. A amostra foi analisada utilizando o microscópio ótico, revelando que os grãos com dimensões superiores a 250 $\mu\text{m}$  como mostra na figura 1.



**Figura 1.** Micrografia como recebida - aumento de 100x

Após a caracterização do material como recebido, foram realizadas tentativas de recristalização, realizando tratamento térmico a 650°C por 2h como mostrado na figura 2.



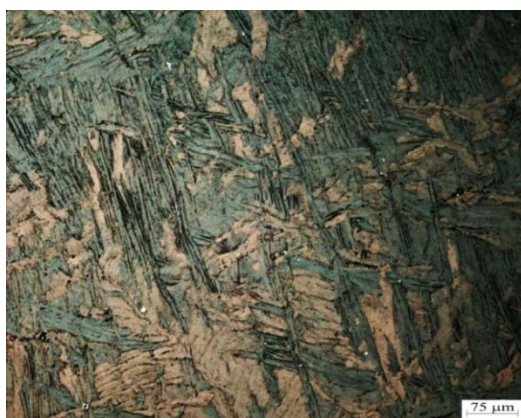


Após verificar que não houve recristalização, as amostras foram laminadas com o intuito de facilitar a recristalização. A laminação a frio resulta na deformação dos grãos, aumentando o número de discordâncias por unidade de área da amostra. As discordâncias têm efeito repulsivo sobre as adjacentes o que resulta num acúmulo de energia, que funciona como catalisador no processo de recristalização.

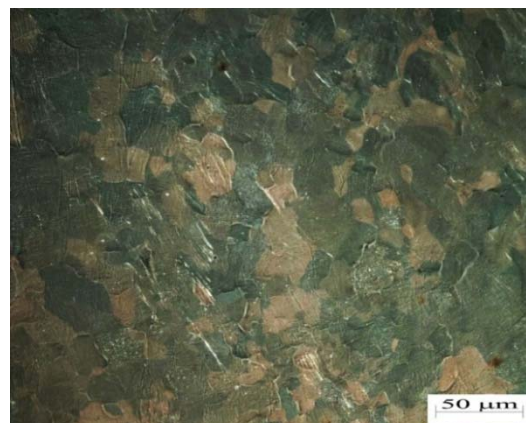
**Figura 2.** Micrografia após aquecimento 650°C por 2h - aumento de 100x

### 3.3.2 Amostras laminadas

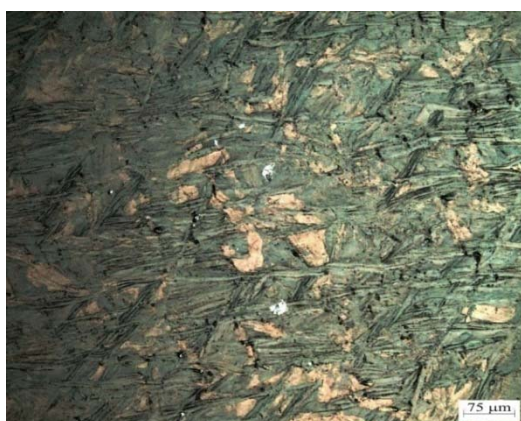
As amostras como recebidas passaram por um processo de laminação a frio com taxas de redução da espessura em 30% e 50% e após laminadas, passaram por um tratamento térmico de 800°C de 5 minutos como apresentado nas figuras 3 a 6.



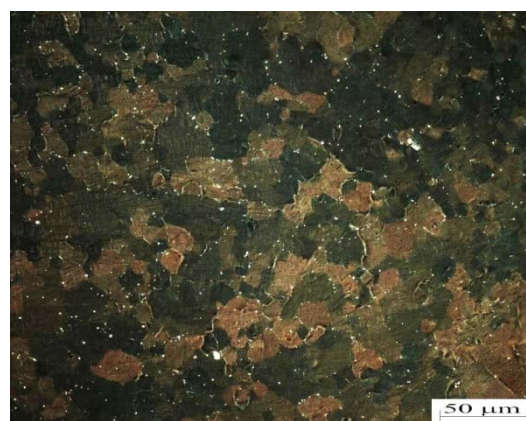
**Figura 3** Micrografia após laminação de 30% - aumento de 200x



**Figura 4** Micrografia após laminação de 30% e tratamento térmico de 5 minutos - aumento 500x



**Figura 5** Micrografia após laminação de 50% - aumento de 200x



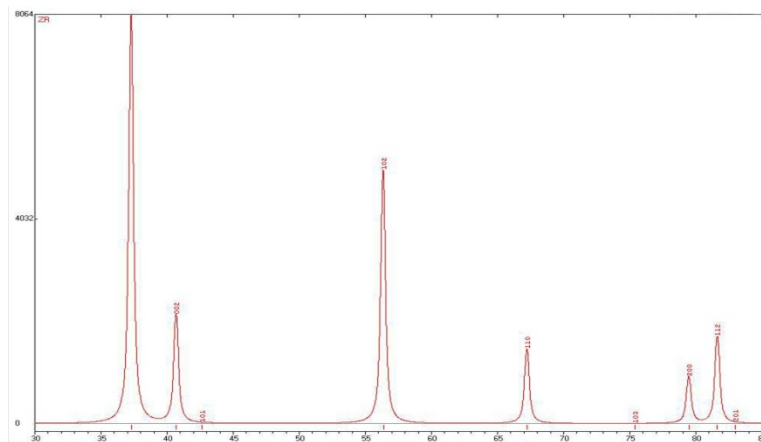
**Figura 6** Micrografia após laminação de 50% e tratamento térmico de 5 minutos - aumento 500x

A Figura 7 mostra o difratograma padrão da amostra de zircônio puro baseado nos dados da Tabela 3 baseado na radiação de cobalto  $K\alpha$  ( $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$ ) pelo software PowderCell - PCW®.

**Tabela 3** – Picos e Ângulos Zircônio Puro

<b>h</b>	<b>k</b>	<b>i</b>	<b>l</b>	<b>2<math>\theta</math> (°)</b>	<b>Picos e Ângulos difração - Zr Puro</b>				
<b>h</b>	<b>k</b>	<b>i</b>	<b>l</b>	<b>2<math>\theta</math> (°)</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>i</b>	<b>l</b>	<b>2<math>\theta</math> (°)</b>
1	0	-1	0	37,275	1	0	-1	3	75,400
0	0	0	2	40,679	2	0	-2	0	79,459
1	0	-1	1	42,665	1	1	-2	2	81,629
1	0	-1	2	56,351	2	0	-2	1	82,961
1	1	-2	0	67,219					

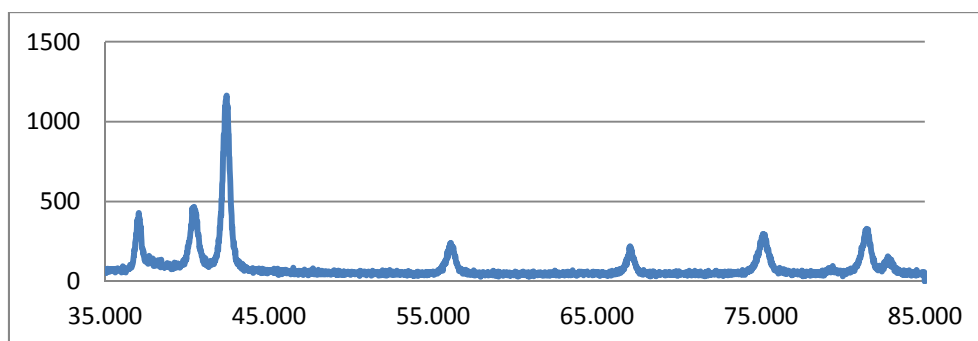
Fonte: Software PCW®



**Figura 7:** 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 plano prismático, basal e piramidal segundo da amostra, em concordância com os resultados Barrett e Massalski [2]. 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 8, 9 e 10.



**Figura 8:** Difratograma da amostra de Zircaloy-4 no estado como recebida.

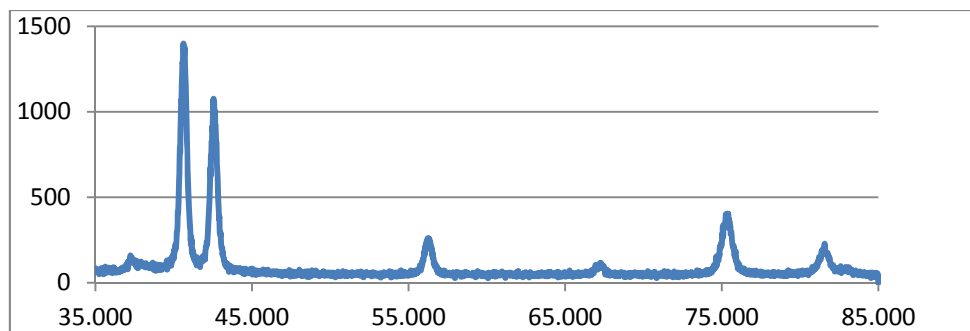
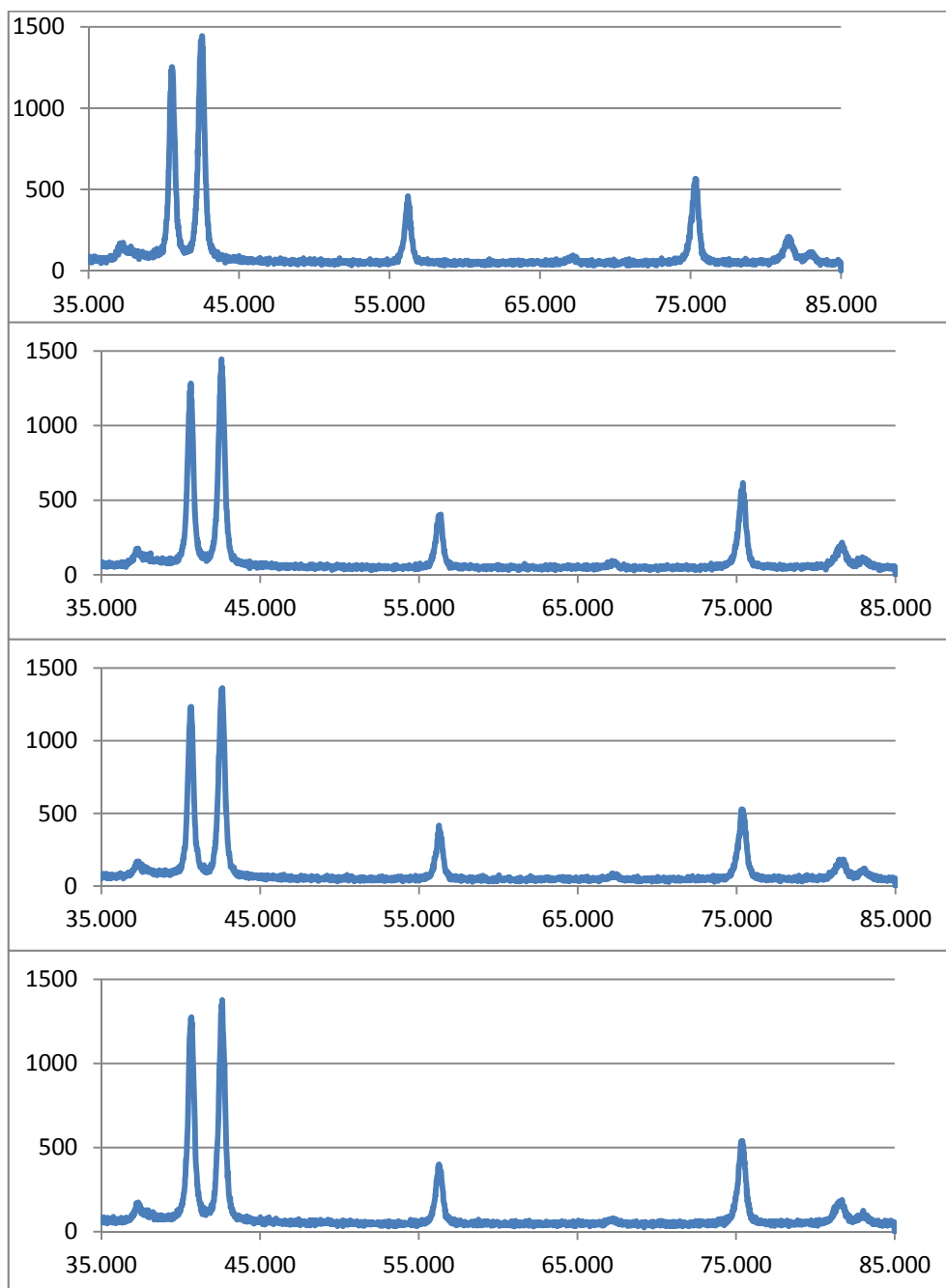
**Figura 9:** Difratograma da amostra de Zircaloy-4 após 50%.**Figura 10:** Comparativo difratograma das amostras com redução de 50% para intervalos de tempo: 5 minutos, 20 minutos, 40 minutos e 60 minutos. No eixo y se encontra CPS e no eixo x é o ângulo  $2\theta$ .

Tabela 2.

Amostra	Pico Máximo (CPS)	h	k	i	l	2 $\theta$ (°)	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

Na amostra da liga Zircaloy-4 como recebida é possível identificar diferenças entre os valores dados como padrão. Há uma inversão de intensidade, no caso, o plano piramidal aparece com uma maior intensidade que os demais, ou seja, esse plano está paralelo a superfície.

Como esperado, o processo de laminação 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 [3]. Após o encruamento, o material apresentou um aumento representativo no plano basal, que é o plano de deslizamento predominante, sugerindo que o material tem uma tendência de alinhamento da concentração desses planos após a laminação, ou seja, os planos basais tendem a ficar paralelos ao plano de laminação, evidenciando uma textura de deformação.

Para as amostras recristalizadas é notável o aparecimento de uma textura similar a da amostra como recebida e, ao passo que o tempo de tratamento térmico aumentou, houve uma tendência dos picos piramidal e basal igualarem suas intensidades, o que sugere uma distribuição aproximadamente igual de densidades dos planos basais e piramidais paralelos à superfície da amostra.

### 3.2 Figuras de Pólo

Foram geradas figuras de pólo para o plano basal e piramidal para que fosse realizada a comparação com os resultados da análise preliminar de intensidade dos picos apresentados pela difração de Raios-X. As Figuras 11 a 15 apresentam os resultados obtidos na amostra com redução de 50% de deformação e para os diferentes tempos de aquecimento.



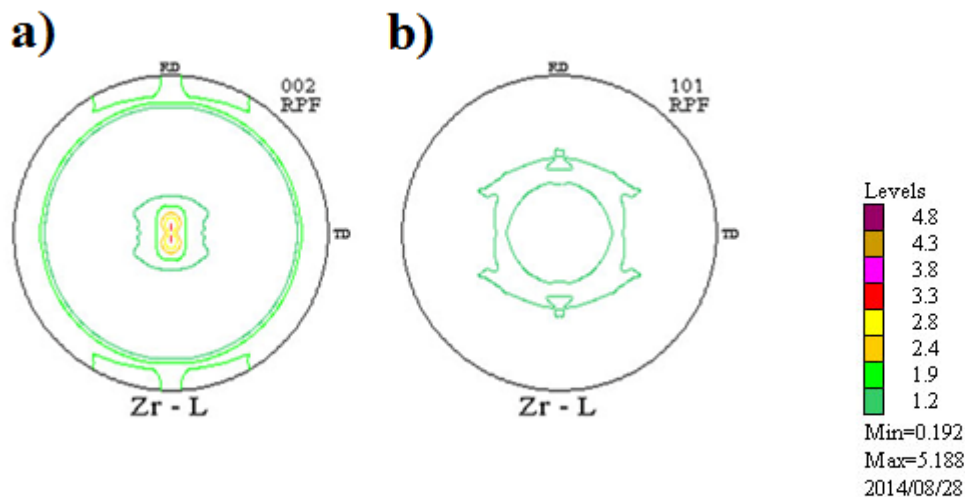


Figura 11: Figuras de pólo amostra laminada 50%: a) (0002) e b)(10-11).

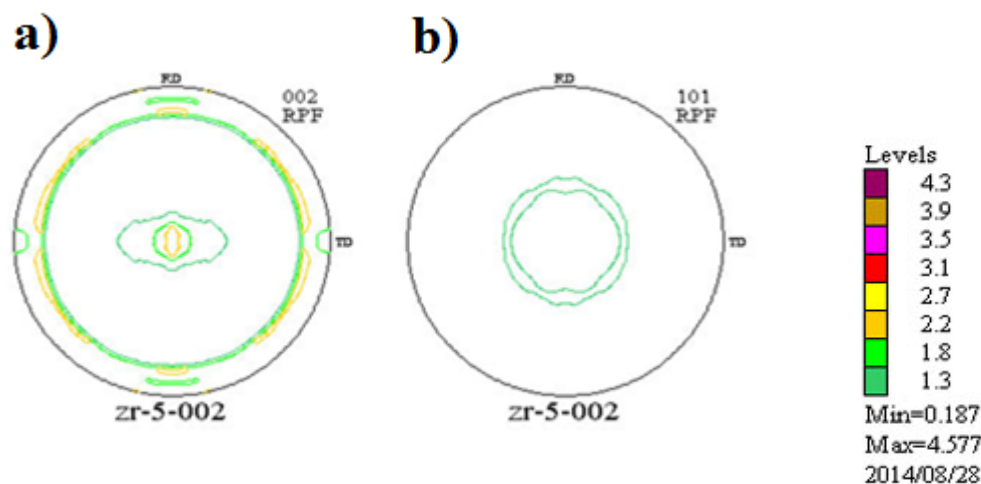


Figura 12: Figura de pólo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 5 minutos: a) (0002) e b)(10-11)

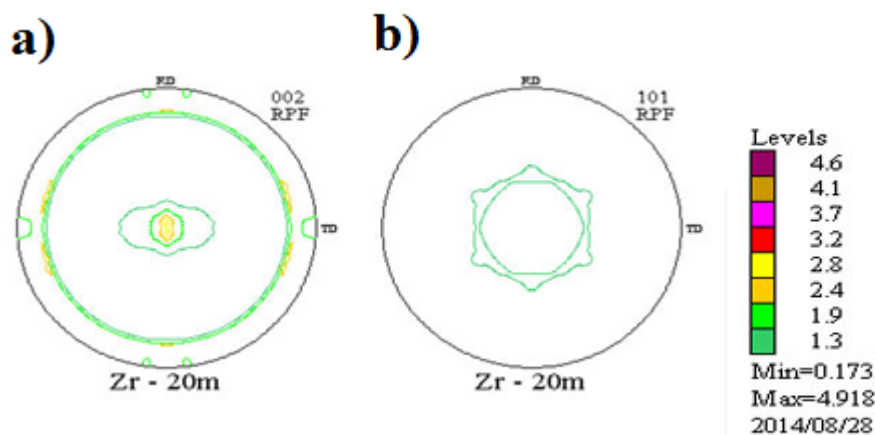
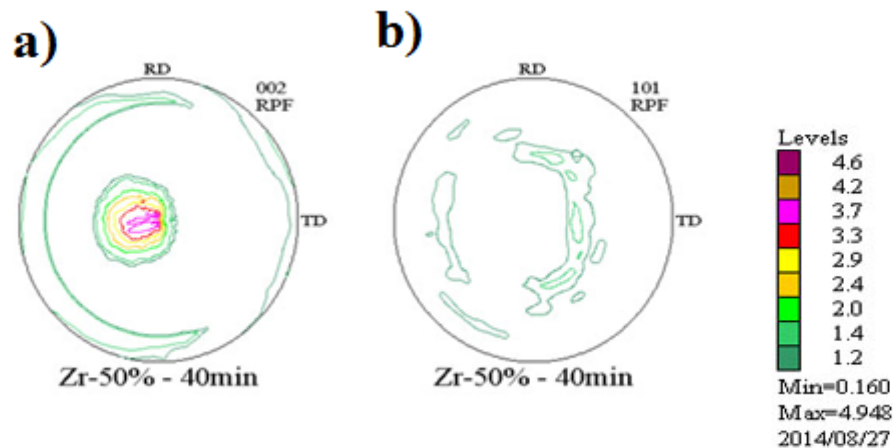
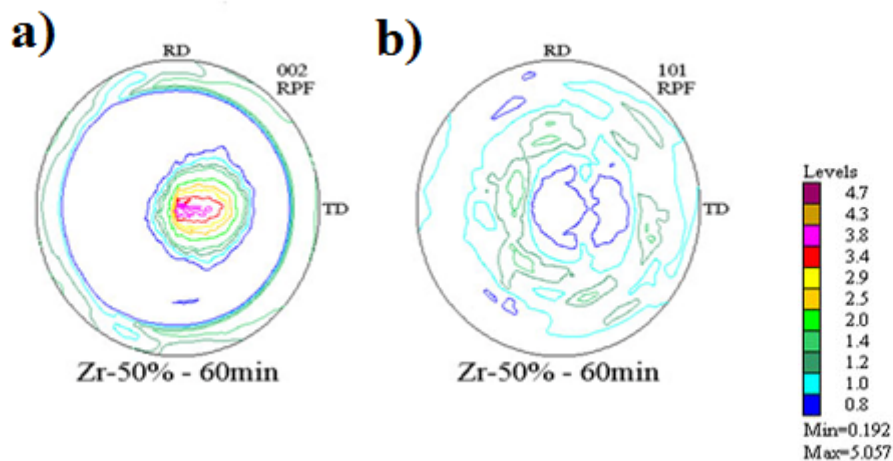


Figura 13: Figura de pólo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 20 minutos: a) (0002) e b)(10-11)





**Figura 14:** Figura de pólo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 40 minutos: a) (0002) e b)(10-11)



**Figura 15:** Figura de pólo amostra laminada 50% com aquecimento de 800°C no intervalo de 60 minutos: a) (0002) e b)(10-11)

Assim como os difratogramas apontam uma tendência de ocorrer uma intensificação do plano basal com a superfície da amostra após a laminação, as figuras de pólo analisadas para o material deformado apresentam esse aumento de intensidades do plano basal comparada ao plano piramidal. No decorrer da análise das figuras de pólo, diferente do indicado nos difratogramas, verificamos uma leve tendência de intensificação dos planos basais ao invés dos planos piramidais. Como a medida é feita a partir da intensidade 1.0, que indica a aleatoriedade da textura da amostra, temos que a variação máxima gira em torno de 3.0 níveis de intensidade para as amostras que passaram por 40 e 60 minutos de tratamento térmico. Assim temos que a variação não é tão acentuada como mostrado nos difratogramas.

## 4 CONCLUSÃO

- 4.1. Foi verificado que a deformação a frio, encruamento, tem grande influência como um facilitador para o processo de recristalização;
- 4.2. Após o encruamento o material obteve a recristalização rapidamente, sendo necessário somente 5 minutos para as duas reduções;
- 4.3. 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;
- 4.4. 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;
- 4.5. A medida de macrot textura 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.

## Agradecimentos

Agradeço ao Programa de Educação Tutorial (PET) da Universidade Federal do Ceará (UFC), pela oportunidade de participar no desenvolvimento dessa pesquisa, pelo apoio dos orientadores Marcelo José Gomes da Silva e Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, pelo apoio do tutor do PET Marcelo Ferreira Mota e pelo trabalho dos meus colegas de pesquisa Rafael Lima e Joshua Alyson, que auxiliaram no desenvolvimento deste. Agradeço também ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) e ao Laboratório de Corrosão, localizados na UFC – Campus do PICI, e de seus bolsistas pela disposição dos equipamentos utilizados na pesquisa.

## REFERÊNCIAS

- 1 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.
- 2 C. S. Barrett E T. B. Massalski, “The structure of metals and alloys,” em Structure of Metals. Pergamon Press, 1980, p. 654.
- 3 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.