

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

EDUARDO HENRIQUE BREDDA

Caracterização microestrutural do aço ODS Eurofer recozido  
isotermicamente até 1350°C

Lorena

2015



EDUARDO HENRIQUE BREDDA

Caracterização microestrutural do aço ODS Eurofer recozido  
isotermicamente até 1350°C

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na área de concentração: Materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos.

Orientador:

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria J. R. Sandim.

Versão Original

Lorena

2015

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado da Escola de Engenharia de Lorena, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Breda, Eduardo Henrique

Caracterização microestrutural do aço ODS Eurofer recozido isotermicamente até 1350°C / Eduardo Henrique Breda; orientadora Maria José Ramos Sandim - Versão Original. - Lorena, 2015.

110 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2015

Orientadora: Maria José Ramos Sandim

1. Aços ferrítico-martensíticos. 2. Microestrutura. 3. Dureza. 4. Campo coercivo. I. Título. II. Sandim, Maria José Ramos, orient.

"Around here, however, we don't look backwards for very long. We keep moving forward, opening up new doors and doing new things...and curiosity keeps leading us down new paths."

"Keep Moving Forward"

Walt Disney



## Agradecimentos

Esta é uma parte importante deste texto, pois agora escrevo em agradecimento àqueles cuja ajuda foi imprescindível para a realização deste trabalho. Primeiramente agradeço à minha família pelo apoio e confiança quando decidi estudar longe de casa.

Agradeço à Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria José Ramos Sandim (EEL-USP) por aceitar ser minha orientadora. Seu apoio e atenção foram essenciais para uma excelente execução do trabalho proposto e na escrita desta dissertação.

Agradeço ao Dr. Anton Möslang e ao Dipl. Ing. Rainer Lindau, pesquisadores do KIT (Karlsruher Institut für Technologie - Alemanha), por disponibilizar as amostras do aço ODS Eurofer com 9% em peso de Cr para esse estudo.

Agradeço ao Prof. Dr. Dierk Raabe pela disponibilização das facilidades de microscopia eletrônica e EBSD do MPIE (Max-Planck-Institut für Eisenforschung) em Düsseldorf, Alemanha. Agradeço também à Katja Angenendt (MPIE) e Monika Nellessen (MPIE) pelo auxílio técnico para os mapeamentos de EBSD.

Agradeço ao Prof. Antonio Domingues dos Santos (IF-USP) por disponibilizar o sistema para medidas de magnetização.

Agradeço ao Prof. Dr. Hugo R. Z. Sandim (EEL - USP) pelas valiosas discussões.

Agradeço ao doutorando Kahl Dick Zilnyk e ao mestrando Isnaldi Rodrigues de Sousa Filho pelas conversas esclarecedoras.

Agradeço às bibliotecárias Regina Horta e Ludmila Aparecida V. pelo auxílio na adequação deste texto às normas da ABNT.

Agradeço aos funcionários Geraldo do Prado (em memória), Sérgio Luiz de Oliveira, Carlos Roberto Dainesi,

Sebastião Barbosa de Souza e Bento Ferreira pelos auxílios oferecidos durante as etapas experimentais deste trabalho.

Agradeço à Capes pela concessão da bolsa de mestrado.

## Resumo

BREDDA, E.H. **Caracterização microestrutural do aço ODS Eurofer recozido isotermicamente até 1350°C.** 2015. 110p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2015.

O aço ferrítico-martensítico ODS Eurofer com 9%pCr (ODS - do inglês *oxide dispersion strengthened*), objeto de estudo dessa dissertação, é um potencial candidato para fins estruturais em reatores de fusão nuclear. Este material foi produzido via metalurgia do pó e consolidado por prensagem isostática. Em seguida sofreu laminação cruzada a quente e revenimento em 750°C por 2h. Esta foi a condição como recebida desse aço, o qual foi cedido pelo KIT (Karlsruher Institut für Technologie - Alemanha). Este aço possui 0,3%p de partículas de ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) com diâmetro entre 10 e 30 nm. Uma das finalidades dessa dispersão de partículas de óxido é impedir a livre movimentação de contornos de grão no material, de modo a garantir a estabilidade microestrutural do mesmo sob recozimento. O aço ODS Eurofer como recebido foi laminado a frio com reduções de 20, 40, 60 e 80% da espessura e, posteriormente, foi recozido em diversas temperaturas entre 300 e 1350°C por 1h. Como o enfoque desse trabalho é sobre o aço ODS Eurofer recozido em altas temperaturas, para as temperaturas de 1250, 1300 e 1350°C foram feitos recozimentos adicionais (para o material com 80% de redução) variando-se o tempo de recozimento de 1 a 8 h. Para todos os recozimentos, com exceção dos realizados em 1350°C, o resfriamento das amostras se deu ao ar. Para a temperatura de 1350°C isso não foi possível e o resfriamento das amostras se deu no interior do forno. As amostras foram caracterizadas utilizando-se de medidas de dureza, medidas magnéticas e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Amostras representativas também foram

analisadas utilizando-se de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Para recozimentos em temperaturas acima de 800°C seguidos de resfriamento ao ar o material sofreu uma transformação martensítica. Na faixa de temperatura entre 800°C e 1300°C verificou-se um ligeiro decréscimo na dureza do material. Para as amostras com 80% de redução e recozidas em 1250 e 1300°C por diversos tempos até 8 h, seguido de resfriamento ao ar, não ocorreu uma variação significativa tanto nos valores de dureza e de campo coercivo das amostras com o tempo de recozimento. Estes valores se mantiveram em um patamar bem superior ao verificado para as amostras sem recozimento. Para as amostras recozidas em 1350°C, devido às características do resfriamento a microestrutura resultou em grãos ferríticos, aproximadamente equiaxiais e com tamanho de grão médio da ordem de 15  $\mu\text{m}$ . Observou-se uma notável queda tanto no valor de dureza como de campo coercivo dessas amostras. A observação mais importante nesse caso foi a observação de partículas da ordem de 100 nm ricas em ítrio no interior dos grãos, uma evidência de que ocorre o engrossamento das partículas de ítria nessa temperatura. Em virtude disso, a capacidade dessa dispersão de óxidos em impedir a livre movimentação de contornos de grãos no material fica prejudicada em 1350°C.

Palavras-chaves: Aços ferrítico-martensíticos.  
Microestrutura. Dureza. Campo coercivo.

## Abstract

BREDDA, E.H. **Microstructural characterization of ODS Eurofer steel isothermally annealed up to 1350°C**. 2015. 110p. Dissertation (Master of Science) - Universidade de São Paulo, Escola de engenharia de Lorena, Lorena, 2015.

The object of this study is Eurofer 9% Cr Oxide Dispersion Strengthened (ODS) steel. This ferritic/martensitic steel is a potential candidate for structural applications in nuclear fusion reactors. It is produced through powder metallurgy and consolidated by hot isostatic pressing. The material undergoes hot cross lamination and is tempered at 760 °C. This was the condition of the steel as received, which was provided by KIT (Karlsruher Institut für Technologie, Germany). This steel contains 0.3 wt% yttria particles ( $Y_2O_3$ ) with a diameter in the range 10-30nm. The main purpose of this oxide particle dispersion is to prevent the free movement of the grain boundaries in the material, so as to ensure stability of the microstructure during annealing. The material as received was cold rolled to reduce thickness by 20, 40, 60 and 80%. It was annealed at different temperatures from 300 to 1350 °C for 1 h. The focus of this study is the effects of high temperature annealing on the microstructure of ODS Eurofer. For this purpose, additional heat treatments were carried out on the steel that had been rolled to reduce thickness by 80% at temperatures of 1250, 1300 and 1350 °C. Annealing time varied between 15 min and 8 h. For all annealing conditions, except those carried out at 1350 °C, the samples were air cooled. For the temperature of 1350 °C, this was not possible. These samples were cooled in the oven. The samples were characterized using hardness testing, magnetic testing, and scanning electron microscopy (SEM). Representative samples were also analyzed using electron

backscatter diffraction (EBSD) and energy dispersive spectroscopy (EDS). For annealing at temperatures above 800 °C, the material underwent a martensitic transformation after air cooling. Between 800 and 1300 °C, there was a slight decrease in the hardness of the material. For samples with 80% reduction annealed at 1250 and 1300 °C followed by air cooling, annealing time up to 8h didn't lead to a significant variation in either the hardness or the coercive field. Both hardness and coercive field of these samples were at a level well above the samples without annealing. For samples annealed at 1350 °C, due to the cooling characteristics of the samples, the microstructure took on a ferritic matrix with equiaxed grains with an average grain size of 15 um. There was a remarkable decrease in hardness and coercive field values of these samples. The most important result in this case was the observation of yttria-rich particles of the order of 100nm inside the grains. This is an evidence of the coarsening of the yttria particles at this temperature. As a result, the capacity of oxide dispersion to prevent the free movement of grain boundaries in the material is impaired at 1350°C.

Keywords: Ferritic/martensitic steels.

Microstructure. Hardness. Coercive field.

## Lista de figuras

Figura 1: Mapa ilustrando localização de centro de pesquisa nuclear de Cadarache.....	22
Figura 2: (a) Esquema do reator de fusão nuclear que será desenvolvido pelo projeto ITER. (b) Ilustração indicando reação de fusão nuclear.....	23
Figura 3: Quadro ilustrando partes principais do reator nuclear de fusão ITER (continua).....	24
Figura 4: Tipos principais de textura: (a) textura do tipo fibra, (b) textura tipo chapa.....	30
Figura 5: Exemplo extraído da internet sobre a determinação dos ângulos de Euler.....	33
Figura 6: De (a) para (c), sequência mostrando rotação da célula unitária para a obtenção do ângulo $\phi_1$ .....	34
Figura 7: De (a) para (c), sequência mostrando rotação da célula unitária para a obtenção do ângulo $\phi$ .....	35
Figura 8: De (a) para (c), sequência mostrando rotação da célula unitária para a obtenção do ângulo $\phi_2$ , até o completo alinhamento dos sistemas de coordenadas, como mostrado em (c).....	36
Figura 9: Representação de orientação cristalográfica no espaço de Euler. Neste exemplo os ângulos de Euler são: $\phi_1=59^\circ$ , $\phi=37^\circ$ , $\phi_2=63^\circ$ .....	37
Figura 10: Divisões do espaço de Euler para que seja possível sua representação em um plano.....	37
Figura 11: Representação do espaço de Euler em um plano. O ponto representa a direção cristalográfica com os ângulos de Euler: $\phi_1=59^\circ$ , $\phi=37^\circ$ , $\phi_2=63^\circ$ .....	38
Figura 12: Posições de orientações ideais em aços ccc para $\phi_2= 45^\circ$ . Fibra $\alpha$ : direção $\langle 011 \rangle$ paralela à direção de laminação. Fibra $\gamma$ : direção $\langle 111 \rangle$ paralela à direção normal.....	40

Figura 13: Representação esquemática de: (a) geração de um par de linhas de Kikuchi por um plano cristalográfico qualquer; (b) figura de difração obtida de amostra cfc.	41
Figura 14: Diagrama esquemático mostrando sistema de detecção de figuras de difração.....	42
Figura 15: Esquema de geração de momento magnético por um elétron.....	44
Figura 16: Comportamento de um material (a) Diamagnético e (b) Paramagnético na presença e ausência de um campo magnético externo.....	45
Figura 17: Cinco domínios magnéticos estão representados esquematicamente nesta figura. As superfícies que dividem estas regiões volumétricas são as paredes de domínio.....	47
Figura 18: Representação esquemática de uma parede de domínio entre dois domínios que apresentam desorientação de 180° entre si.....	47
Figura 19: Comportamento da magnetização (B) de um material quando se parte do material em estado não magnetizado e se aplica um campo magnético externo (H) que varia de zero até o valor em que seja atingida a magnetização de saturação do material.....	49
Figura 20: Representação de um ciclo de histerese.....	50
Figura 21: Curvas de magnetização inicial para estrutura mono cristalina de ferro com estrutura ccc.....	53
Figura 22: Diagrama esquemático mostrando de forma simplificada as etapas experimentais para a obtenção dos resultados aqui apresentados.....	57
Figura 23: Amostra embutida em resina de cura a frio para a realização dos ataques eletroquímicos. (a) parte superior da amostra, que foi preparada metalograficamente, (b) parte inferior da amostra. Montagem sugerida pelo mestrando Isnaldi Rodrigues de Sousa Filho.....	59

Figura 24: Esquema ilustrativo mostrando procedimento adotado na realização dos ataques eletroquímicos.....	60
Figura 25: Esquema ilustrativo mostrando posicionamento das identações feitas nos testes de dureza.....	61
Figura 26: Amostras sob: (I) encapsulamento simples; (II) encapsulamento duplo. Estas amostras são apresentadas em seus estados: (a) antes do tratamento térmico; (b) depois do tratamento térmico em 1350°C por 4h no forno Lindberg-Blue (DEMAR).....	64
Figura 27: Imagem de MEV obtida de amostra tratada em 1350°C por 4h sob encapsulamento duplo em forno Lindberg-Blue (DEMAR).....	65
Figura 28: Imagem de MEV obtida de amostra tratada em 1350°C por 8h sob encapsulamento duplo em forno Lindberg-Blue (DEMAR).....	65
Figura 29: Amostras deformadas de 80% e tratadas termicamente por 1h em 1350°C: (a) sob encapsulamento duplo em forno Lindberg-Blue; (b) sob vácuo em forno Edmund Bühler gmbh.....	67
Figura 30: (a) Curvas de dureza de amostras laminadas de 20, 40, 60 e 80% em função da temperatura de tratamento térmico. Também foi representada a dureza do material em sua condição inicial não deformada (0%). (b) Curvas de dureza em função do tempo de recozimento, em 1250 e 1300°C, de amostras laminadas de 80% na espessura.....	68
Figura 31: Dureza de amostras sem tratamento térmico e tratadas em 1350°C por 1h (condição RL) em função da deformação por laminação.....	69
Figura 32: Dureza de amostras laminadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C em função do tempo de tratamento.....	71
Figura 33: (a) laço de histerese obtido para a amostra deformada de 80% sem tratamento térmico; (b) ampliação da região central do laço de histerese ilustrado na figura 33 (a).....	72

Figura 34: Campo coercivo ( $H_c$ ) de amostras laminadas de 80% e tratadas termicamente em 1250 e 1300°C em função do tempo de tratamento no forno Lindberg-Blue (DEMAR).....	74
Figura 35: Campo coercivo ( $H_c$ ) de amostras laminadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C em função do tempo de tratamento em forno a vácuo (MPIE).....	74
Figura 36: Imagens de BSE da amostra tratada termicamente por 1h em: 1250°C com ampliação de (a)2000vezes e (b)5000vezes; 1300°C ampliação de (c)2000vezes e (d)5000vezes.....	76
Figura 37: Imagens de BSE obtidas das amostras tratadas em 1350°C por 1h e resfriadas lentamente (RL) deformadas de: (a) 20, (b) 40, (c) 60 e (d) 80% da espessura. A imagem (e) foi obtida a partir da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h que foi resfriada mais rapidamente com um fluxo de argônio (RR). Todas as imagens foram obtidas no centro das amostras, longe de suas bordas.....	77
Figura 38: Imagens de SE obtidas com microscópio Jeol 6500F das amostras tratadas em 1350°C por 1h seguido de resfriamento: (a) lento (RL); (b) rápido (RR).....	78
Figura 39: Imagens de BSE das amostras deformadas de 80%, recozidas em 1350°C por 1, 4 e 8h resfriadas lentamente (RL). Todas as imagens foram obtidas no centro das amostras, longe de suas bordas.....	80
Figura 40: Imagens de SE obtidas com microscópio Jeol 6500F da amostra tratadas em 1350°C por 8h com ampliação de: (a) 1000 vezes; (b) 2200 vezes; (c) 30000 vezes. A região mostrada em (c) está contida em (b), a qual está contida em (a).....	81
Figura 41: Espectrogramas obtidos de algumas das partículas mostradas na figura 40 (c).....	82
Figura 42: Imagem de BSE da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 8h. Os pontos de cruzamento das	

linhas vermelhas foram às regiões analisadas por EDS. O eixo X é paralelo à direção de laminação (DL) e o eixo Y é paralelo à direção normal (DN).....	83
Figura 43: Resultado das análises de EDS obtidas nos pontos indicados na figura 42 quanto ao teor de cromo no material.....	84
Figura 44: Resultado das análises de EDS obtidas nos pontos indicados na figura 42 quanto ao teor de tungstênio no material.....	86
Figura 45: Resultado das análises de EDS obtidas nos pontos indicados na figura 42 quanto ao teor de vanádio no material.....	87
Figura 46: Imagem de orientações obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h seguida de resfriamento lento.....	89
Figura 47: Imagem de orientações obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h seguida de resfriamento rápido.....	90
Figura 48: Imagem de orientações obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 8h seguida de resfriamento lento.....	91
Figura 49: Representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grãos (em $\mu\text{m}$ ) obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h seguida de resfriamento lento. A região compreendida pelo retângulo foi utilizada para a obtenção dos dados mostrados nas figuras 52, 53 e 54.....	93
Figura 50: Representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grãos (em $\mu\text{m}$ ) obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h seguida de resfriamento rápido.....	94
Figura 51: Representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grãos (em $\mu\text{m}$ ) obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 8h seguida de resfriamento	

lento. A região compreendida pelo retângulo foi utilizada para a obtenção dos dados mostrados nas figuras 52, 53 e 54.....	95
Figura 52: Distribuição de tamanhos de grão na região central das amostras tratadas em 1350°C.....	96
Figura 53: Distribuição do grau de desorientação através dos contornos na região central das amostras tratadas em 1350°C.....	96
Figura 54: odfs obtida para a amostra tratada termicamente em 1350°C por: (a) 1h RL, (b) 8h RL.....	98
Figura 55: seções destacadas das odfs apresentadas na figura 54, para as quais $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$ . Nesta imagem são indicadas as posições das componentes de textura: cubo girado, fibra $\alpha$ e fibra $\gamma$ .....	99
Figura 56: Comparação entre as amostras deformadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C por 1 e 8 h com relação às intensidades das componentes de textura das fibras: (a) $\alpha$ ; (b) $\gamma$ .....	100

## Lista de tabelas

Tabela 1: Composição química fornecida pelo KIT do aço ODS Eurofer com 9% de cromo.....	55
Tabela 2: Concentrações de Y, Si e O (em % mássico) obtidas por EDS das regiões destacadas em azul na figura 31....	66

## Sumário

1	Introdução e justificativas.....	19
2	Revisão bibliográfica.....	21
2.1.	Projeto iter e o aço ods eurofer .....	21
2.2.	Textura cristalográfica .....	30
2.3.	Função de distribuição de orientações (odf) .....	32
2.4.	Difração de elétrons retroespalhados (ebds) .....	40
2.5.	Propriedades magnéticas .....	43
2.5.1.	<i>Diamagnetismo e paramagnetismo</i> .....	44
2.5.2.	<i>Ferromagnetismo</i> .....	46
2.5.2.1.	<i>Domínios magnéticos e paredes de domínio</i> .....	46
2.5.2.2.	<i>Histerese</i> .....	48
2.5.2.3.	<i>Anisotropia magnética</i> .....	53
3	Material e metodologia.....	55
4	Resultados e discussão.....	63
4.1.	Considerações iniciais .....	63
4.2.	Dureza .....	67
4.3.	Propriedades magnéticas .....	72
4.4.	Microscopia eletrônica de varredura (mev) .....	75
4.5.	Difração de elétrons retroespalhados (ebds) .....	88
5	Conclusões.....	102
	Referências.....	104

## 1 Introdução e justificativas

Um aço ferrítico martensítico com 9%Cr (em peso), contendo uma dispersão de finas partículas de  $Y_2O_3$ , foi especialmente desenvolvido pela União Européia para aplicação como material estrutural em reatores de fusão nuclear [ITER..., 2015; MÖSLANG et al., 2005; LINDAU et al., 2005]. Este aço é denominado ODS Eurofer, cuja sigla vem do inglês "oxide particle dispersion strengthening", o que significa que esse aço é endurecido por uma dispersão de óxidos [MÖSLANG et al., 2005; LINDAU et al., 2005]. A evolução microestrutural do aço 9% Cr ODS Eurofer em função da temperatura de recozimento no intervalo de 300 a 1350 °C foi investigada por Renzetti et al. [2011] utilizando-se de testes de dureza, medidas magnéticas e microscopia eletrônica de varredura. Observou-se que no campo ferrítico o principal mecanismo de amolecimento do aço ODS Eurofer é a recuperação porque, para recozimentos em até 800°C, as partículas de ítria dificultam a recristalização do material. Para recozimentos acima de 800°C ocorre a transformação martensítica do aço ODS Eurofer mesmo com resfriamento ao ar [BARTOŠOVÁ et al., 2014; RENZETTI et al., 2011]. Para recozimentos entre 900°C e 1200°C os valores de dureza e de campo coercivo do material se mantêm inalterados, mas para recozimento em 1350°C esses valores sofrem uma acentuada queda [RENZETTI et al., 2011]. Segundo Renzetti et al. [2011] uma provável razão para essa acentuada queda em dureza e  $H_c$  em 1350°C seria o crescimento dos grãos austeníticos, observado acima de 1250°C. Esse crescimento de grão foi atribuído ao fato de que, nesta faixa de temperatura, as partículas de ítria tornam-se barreiras menos efetivas para a movimentação dos contornos de grão. É importante salientar que, até a época em que o trabalho de Renzetti et al. [2011] foi publicado não havia evidências de engrossamento das

partículas de ítria em altas temperaturas. Entretanto, recentemente, dois artigos trouxeram evidências experimentais a respeito do engrossamento de partículas de ítria em aços ODS ferríticos, com 14% em cromo, tratados termicamente em 1300 e 1350°C por 1h [OKSIUTA et al., 2013; RIBIS; CARLAN, 2012]. Portanto, o possível engrossamento das partículas de ítria em elevadas temperaturas pode ter levado ao crescimento dos grãos austeníticos observado por Renzetti et al. [2011] no aço ODS Eurofer laminado em 80% e recozido em temperaturas acima de 1250°C. Em vista dos resultados reportados nas referências [OKSIUTA et al., 2013; RENZETTI, 2011; RIBIS; CARLAN, 2012], surgiu a motivação para um estudo focado na microestrutura do aço ODS Eurofer com 9%p Cr recozido em altas temperaturas (> 1200°C).

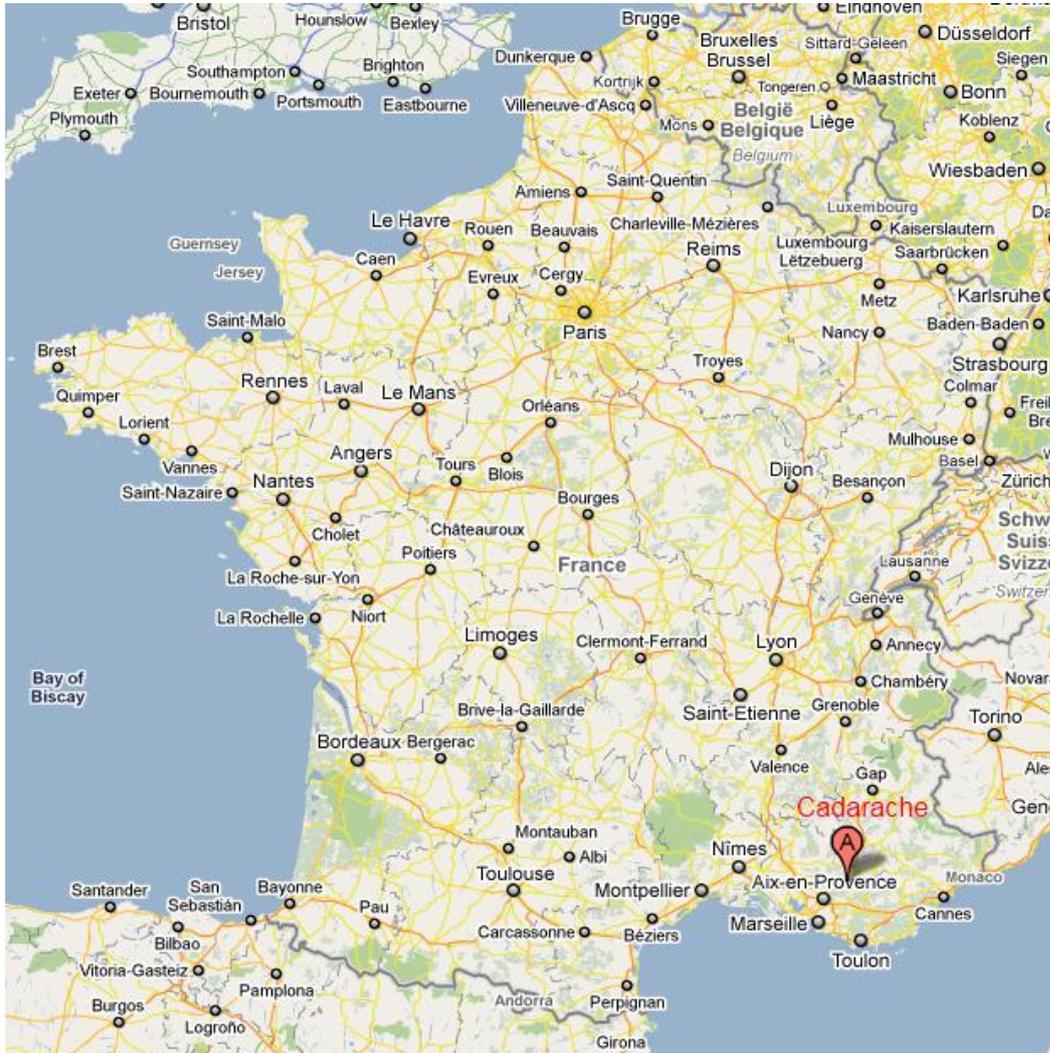
## 2 Revisão bibliográfica

### 2.1. Projeto Iter e o aço ODS Eurofer

Com o passar do tempo, a civilização humana vem crescendo e se aprimorando. Novas tecnologias surgem a todo instante trazendo conforto, comodidade e qualidade de vida para as pessoas de forma cada vez mais acessível. Isto significa, em termos simples, mais pessoas com mais acesso à tecnologia. Para que toda esta tecnologia possa funcionar, é necessário um maior fornecimento de energia. Esta produção deve, porém, ser ambientalmente correta. Ou seja, além de aumentar a produção total de energia, devemos também substituir mecanismos de geração de energia que sejam danosos ao meio ambiente, como é o caso das fontes energéticas que se baseiam na queima de combustíveis fósseis. Para isso, é necessário o desenvolvimento de fontes alternativas de energia. Uma fonte alternativa que vem sendo largamente estudada, devido ao impacto ambiental relativamente baixo e enorme suprimento combustível, é a geração de energia pelo uso da fusão nuclear [ITER..., 2015].

Atualmente, a geração de energia por fusão nuclear está sendo intensamente estudada no projeto ITER (do inglês "International Thermonuclear Reactor"). Este projeto visa à construção de um reator nuclear de fusão experimental em Cadarache, localizado na cidade de Saint-Paul-lès-Durance ao sul da França (vide figura 1).

Figura 1: Mapa ilustrando localização de centro de pesquisa nuclear de Cadarache.

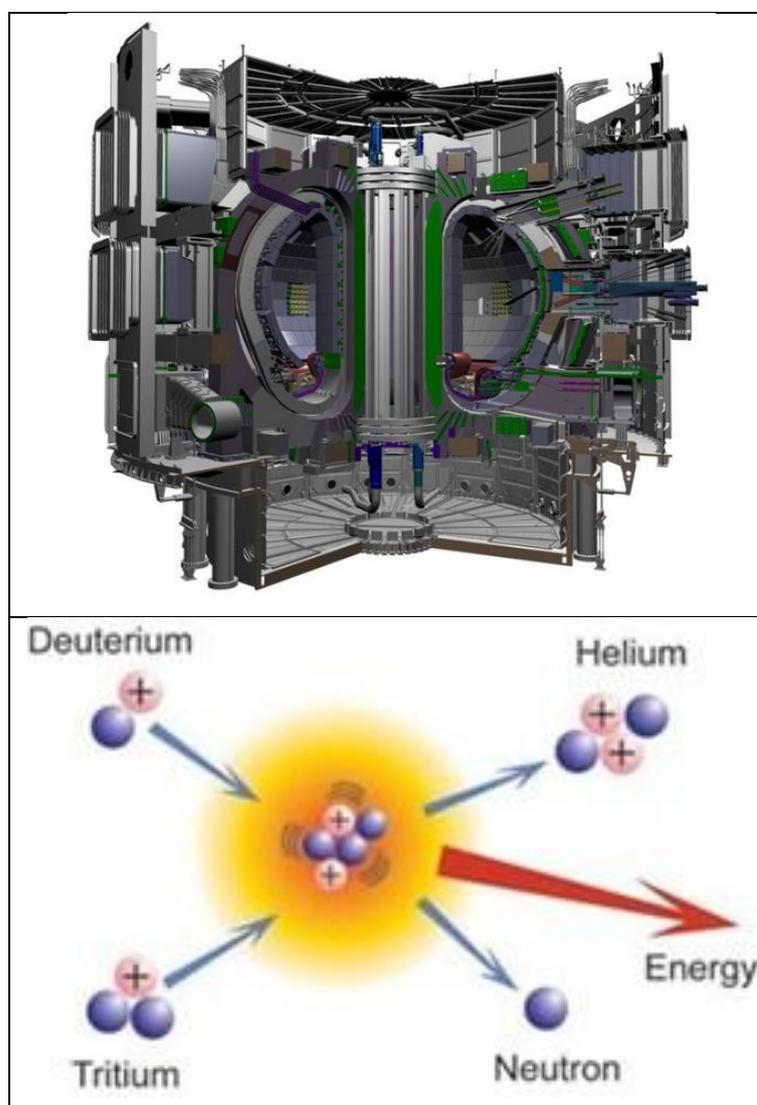


Fonte: [TPE..., 2015]

A construção do ITER auxiliará no entendimento e desenvolvimento da tecnologia nuclear para que se possa criar o reator DEMO (DEMONstration Power plant), que terá por objetivo conduzir os reatores de fusão nuclear para a produção em larga escala. A expectativa de término da construção do ITER é para 2019. Logo após sua construção o reator trabalhará por um ano apenas com hidrogênio para testes prévios; durante este período o reator estará disponível para manutenção. Em 2020 se espera a obtenção do primeiro plasma no reator. Nesta segunda fase o reator trabalhará com deutério e pequena quantidade de trítio, para se avaliar as condições de retenção

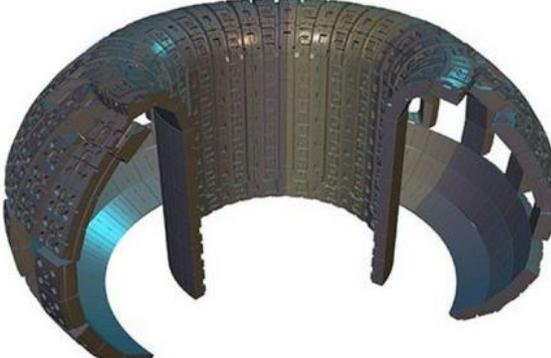
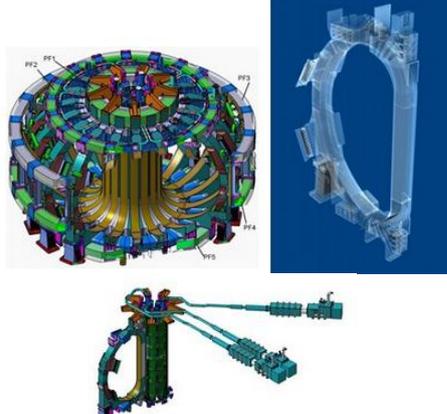
de radiação. Por fim, a terceira fase visa à operação em total capacidade do ITER. Um esquema ilustrativo do ITER é mostrado na figura 2 (a). A reação de fusão nuclear é ilustrada de modo simplificado na figura 2 (b). Nesta reação dois isótopos do hidrogênio, deutério e trítio, se combinam para a formação de hélio, sendo que neste processo é liberado um nêutron e uma quantidade imensa de energia. Os principais componentes do reator são sumariamente descritos na figura 3.

Figura 2: (a) Esquema do reator de fusão nuclear que será desenvolvido pelo projeto ITER. (b) Ilustração indicando reação de fusão nuclear.



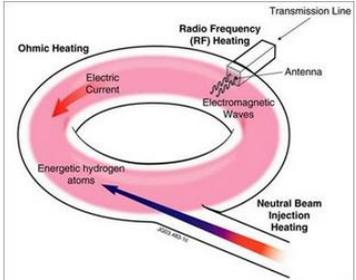
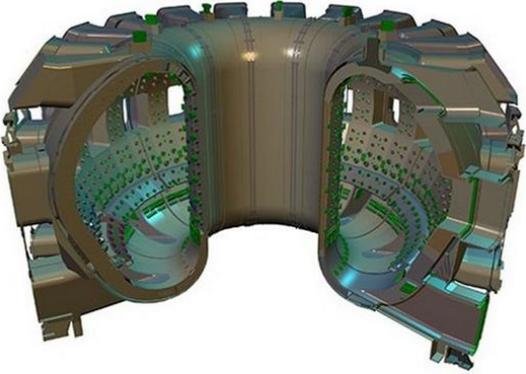
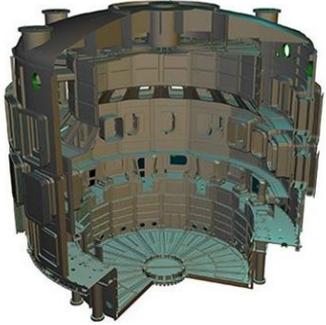
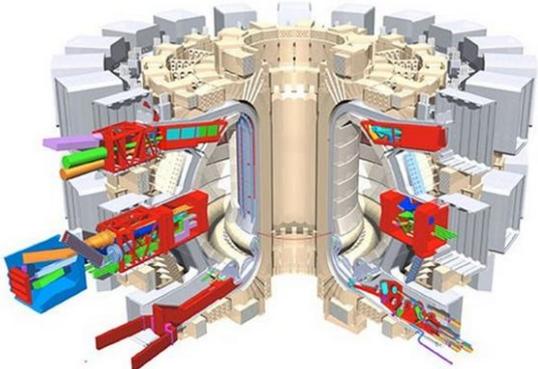
Fonte: [ITER..., 2015]

Figura 3: Quadro ilustrando partes principais do reator nuclear de fusão ITER (continua).

Componente	Descrição
 <p data-bbox="351 716 518 745">"Blanket"</p>	<p>O "blanket" é uma parte que envolve o meio reacional, protegendo o restante do reator do fluxo de nêutrons e calor excessivo gerados pela reação nuclear. Além disto, o "blanket" contém Lítio em sua composição. Este elemento, quando interage com nêutrons produz trítio que é necessário para a reação nuclear e é raro na natureza.</p>
 <p data-bbox="343 1254 526 1283">"Divertor"</p>	<p>Posiciona-se abaixo do "blanket" e juntamente com ele forma a parte do reator que fica mais próxima ao meio reacional. O "divertor" contém alvos que se localizam na interseção de linhas de campo magnético. Deste modo, partículas do plasma se chocam com estes alvos transformando sua energia cinética em térmica. A quantidade de energia gerada no "divertor" é muito grande e, devido a isso, ele deve ser refrigerado à água e suportar grandes fluxos de energia. Além disto, o "divertor" tem a função de controlar a remoção de resíduos gasosos e impurezas do reator.</p>
 <p data-bbox="279 1948 598 1977">Sistema magnético</p>	<p>No reator estão posicionados três bobinas supercondutoras, que em conjunto criam um campo magnético potente que faz com que o plasma fique em suspensão dentro do reator. Com isto, o meio reacional tem o menor contato possível com as paredes internas do reator evitando danos a este.</p>

Fonte: Modificado de [ITER..., 2015]

Figura 3: Quadro ilustrando partes principais do reator nuclear de fusão ITER (continuação).

 <p>Aquecimento externo</p>	<p>Para que a reação nuclear se inicie é necessário o aquecimento do plasma a uma temperatura de <math>1,50 \times 10^8</math> °C. Para isto serão usados sistemas de aquecimento que atuam aplicando ondas eletromagnéticas ou bombardeiam as partículas do plasma com partículas neutras (aquecimento por impacto).</p>
 <p>Recipiente de vácuo</p>	<p>É uma câmara hermeticamente fechada que se encontra no interior do criostato e que possui em seu interior o "blanket" e o "divertor". Ou seja, o recipiente de vácuo tem a função de conter o meio reacional em seu interior, servindo como uma primeira barreira de segurança. Além disto, o recipiente de vácuo também contará com parede dupla de aço que permitirá a passagem de água para a refrigeração do equipamento.</p>
 <p>Criostato</p>	<p>Tecnologia criogênica será empregada no ITER com o intuito de serem obtidas temperaturas baixas para os componentes supercondutores, para o sistema de vácuo e para alguns equipamentos de diagnóstico.</p>
 <p>Sistemas de diagnóstico</p>	<p>Com o objetivo de analisar e controlar a eficiência do plasma serão instalados cerca DE 50 sistemas de diagnóstico, dentre eles: medidores de pressão; bolômetros (medidor de radiação eletromagnética); câmeras de nêutrons; monitores de impurezas e uma técnica de medição da temperatura de elétrons por escaneamento a laser.</p>

Fonte: Modificado de [ITER..., 2015]

Aços ODS Eurofer provavelmente compõe o grupo mais importante de materiais em consideração para a fabricação estrutural do "blanket" e do "divertor", vide figura 3 [BALUC et al., 2014; MARTINO; RIDDLE; FAULKNER, 2013; MARTINO et al., 2011; SANDIM et al., 2010; KLUEH, 2007; LINDAU et al., 2005; LU et al., 2009; MÖSLANG et al., 2005]. A denominação ODS para o aço ODS Eurofer vem do inglês "oxide dispersion strengthening". Isto significa que este aço é endurecido por uma dispersão de partículas finas de óxido. Para o caso do ODS Eurofer, as partículas são constituídas de óxido de ítrio, também conhecido por ítria, de fórmula química  $Y_2O_3$  [BARTOŠOVÁ et al., 2014; RENZETTI, 2009; ZIMMERMANN, 2009; LINDAU et al., 2005; MÖSLANG et al., 2005]. Estas partículas estão uniformemente dispersas pelo material, com diâmetro entre 10 e 30 nm [MARTINO; RIDDLE; FAULKNER, 2013; UNIFANTOWICZ et al., 2011]. Essa dispersão de  $Y_2O_3$  é obtida por meio de metalurgia do pó. Primeiramente, o material sofre moagem de alta energia. Em seguida, é consolidado por prensagem isostática ou extrusão a quente. Depois, para se assegurar que o aço tenha fraca textura e, conseqüentemente, seja isotrópico, é efetuada laminação cruzada a quente [MARTINO; RIDDLE; FAULKNER, 2013; UNIFANTOWICZ et al., 2011]. No aço ODS Eurofer, além das partículas finas de ítria, no estado revenido também são encontradas partículas grosseiras do tipo  $M_{23}C_6$ , onde  $M=Cr, Fe$  [MARTINO; RIDDLE; FAULKNER, 2013; RENZETTI et al., 2011; SANDIM et al., 2010; SCHAEUBLIN et al., 2002]. As partículas de  $M_{23}C_6$  tem tamanho da ordem de micrometros [ZILNYK et al., 2014; RENZETTI et al., 2011]

A presença de uma dispersão de pequenas partículas em uma matriz metálica interfere na movimentação de discordâncias e inibe a nucleação da recristalização [ZILNYK et al., 2014; BYEON; KWUN, 2003; ARZT, 1998; CULLITY; GRAHAM, 2009; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004]. Isto ocorre no aço ODS Eurofer devido à presença de  $Y_2O_3$ . Além de inibir a nucleação

da recristalização, as partículas de ítria atuam, também, exercendo uma força retardadora na movimentação dos contornos de alto ângulo, efeito conhecido por "Zener pinning" [ARTZ, 1998; RENZETTI et al., 2011; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004]. Este efeito é fortemente atuante no retardamento do crescimento dos núcleos recristalizados, além de interferir na textura final de recristalização do material. Isto melhora as propriedades de fluência do aço ODS Eurofer, possibilitando sua utilização sob condições mais severas de temperatura. Com isto, o aço ODS Eurofer pode suportar a temperatura de trabalho prevista para o futuro reator de fusão, que deverá estar entre 650 e 700°C [ZILNYK et al., 2014; HE et al., 2012; SCHAEUBLIN et al., 2002; LINDAU et al., 2005; LINDAU et al., 2002; SANDIM et al., 2010]. A presença de partículas de ítria no aço ODS Eurofer também aumenta a estabilidade desse aço com relação a danos causados pela irradiação de nêutrons [MÖSLANG; ADELHELM; HEIDINGER, 2008]. Esta maior estabilidade se dá de diversas formas, entre elas está o fato de a interface matriz partícula ser um sítio de rearranjo de defeitos que podem ser gerados pela radiação [ARBUZOV et al., 2010]. Este efeito é significativo quando se pensa que a área de interface é relativamente grande devido ao elevado número de partículas de pequeno tamanho. A superfície das partículas também pode atuar aprisionando átomos de He evitando a formação de bolhas no material [KIMURA et al., 2005].

Outro fator relevante para a utilização do aço ODS Eurofer na confecção estrutural do "blanket" e do "divertor", vide figura 3, é a sua baixa atividade. Para se obter esta propriedade é necessária a substituição de alguns elementos químicos. Ou seja, é preciso substituir átomos que se transformam em elementos radioativos de longo tempo de vida, quando interagem com nêutrons de elevada energia. No caso do ODS Eurofer, os elementos Mo, Nb e Ni são substituídos por Ta e W [LINDAU et al., 2005]. Em termos práticos, a baixa

atividade é ambientalmente vantajosa porque, após ser exposto a nêutrons de elevada energia originados da fusão nuclear, o aço ODS Eurofer permanece radioativo por um menor tempo. Isto facilita seu futuro reuso ou descarte [SANDIM et al., 2012; ZIMMERMANN, 2009; RENZETTI, 2009; KLUEH, 2007]. O aço ODS Eurofer também possui outras características desejáveis para sua aplicação em reatores, tais como: baixa tendência ao inchamento por radiação, baixa fragilização por hélio quando irradiado por nêutrons, excelente condutividade térmica, boa resistência mecânica, boa resistência à corrosão, ductilidade e tenacidade apreciáveis [OLIVEIRA et al., 2013; RENZETTI et al., 2011; SANDIM et al., 2010; SAKASEGAWA et al., 2008; KLUEH; NELSON, 2007; KLIMIANKOU; LINDAU; MÖSLANG, 2005; LINDAU et al., 2005; LU et al., 2009; MÖSLANG et al., 2005; SAKASEGAWA, 2002; SCHAEUBLIN et al., 2002].

Apesar de todos os efeitos benéficos que a presença de partículas de ítria conferem aos aços ODS-Eurofer, as quais foram descritas anteriormente, existe uma desvantagem na sua utilização. As partículas de ítria aumentam a temperatura de transição frágil-dúctil (DBTT) do material. Este fator é especialmente significativo para o aço ODS Eurofer, pois a irradiação de nêutrons causa fragilização no material no decorrer de seu uso [MARTINO; RIDDLE; FAULKNER, 2013; MARTINO et al., 2011; KLUEH, 2007; SCHAEUBLIN et al., 2002]. Uma das medidas que podem ser adotadas para a redução deste efeito é a utilização de um teor de cromo de aproximadamente 9% [LINDAU et al., 2005; KOHYAMA et al., 1996]. Além disto, 9% de Cr ainda mantém uma boa resistência à corrosão do material e estabiliza a matriz ferrítica [UNIFANTOWICZ, 2011; LINDAU et al., 2005]. A presença de Ta no material também melhora sua DBTT, além de ajudar na estabilização do tamanho de grãos pela formação de carboneto [LINDAU et al., 2005]. A adoção de um teor de W de aproximadamente 1% reflete em um bom compromisso

entre baixa atividade, DBTT, ductilidade, fluência e resistência à tração [LINDAU et al., 2005].

Recentemente vários autores reportaram sobre a estabilidade de partículas de óxidos em aços ODS [OKSIUTA et al., 2013; RAMAR; SCHÄUBLIN, 2013; MAO et al., 2012; RIBIS; CARLAN, 2012]. Com relação ao aço investigado nessa Dissertação, trabalhos anteriores mostraram que as partículas de óxido presentes nesse material são tipicamente  $Y_2O_3$ , devido ao baixo teor de Ti nesses aços [KLIMIANKOU; LINDAU; MÖSLANG, 2004; KLIMIANKOU; LINDAU; MÖSLANG, 2003]. Em especial, Zilnyk et al. [2014] mostraram que essas partículas de ítria (com tamanho médio da ordem de 16 nm) se mantêm estáveis mesmo quando o material é recozido em  $800^\circ C$  por 6 meses. Para um aço com composição semelhante, Ramar e Schäublin [2013] reportaram sobre a estabilidade das partículas de ítria do tipo  $Y_2O_3$  no mínimo até  $1000^\circ C$ .

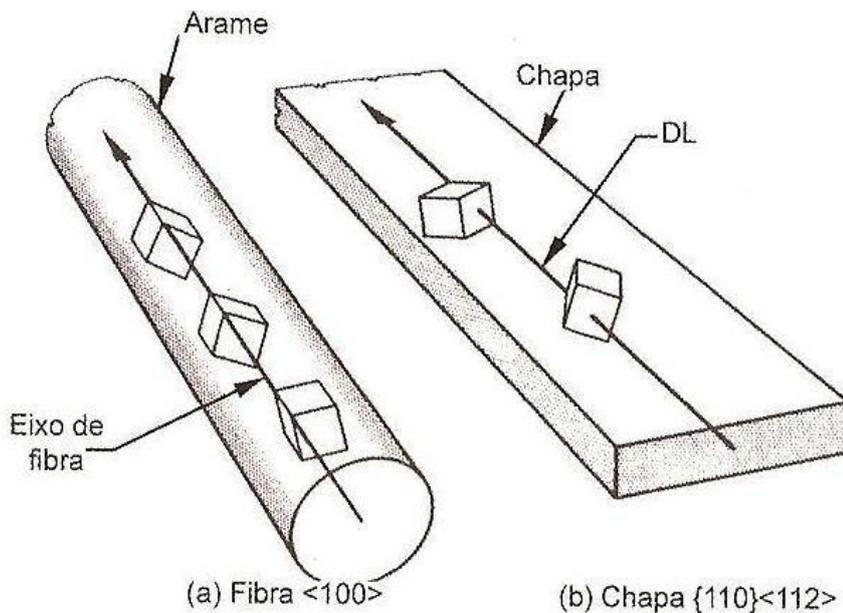
Para aços ODS com teor apreciável de Ti, as partículas de óxido são em geral mais complexas ( $YTiO_6$  ou  $Y_2Ti_2O_7$ ) e bem menores do que as partículas de  $Y_2O_3$ . Para esses aços, com 14%Cr e 0,33%Ti (em peso), foi reportado que essas partículas se mantêm estáveis até temperaturas da ordem de  $1300^\circ C$  [RIBIS; CARLAN, 2012; OKSIUTA et al., 2013]. Por exemplo, Oksiuta et al. [2013] observaram o engrossamento de partículas de  $Y_2Ti_2O_7$  em  $1350^\circ C$ , as quais tiveram seus diâmetros alterados de 2,5 para cerca de 3 nm nessa temperatura. Entretanto, deve-se ressaltar que com relação à estabilidade de partículas de óxido do tipo Y-Ti-O não existe um consenso na literatura. Por exemplo, Willians et al. [2010], reportaram que tanto as partículas do tipo Y-Ti-O como as partículas livres de Ti apresentam características de engrossamento semelhantes em temperaturas da ordem de  $1200^\circ C$ . Por outro lado, Ramar e Schäublin [2013] reportaram que partículas de óxidos do tipo Y-Ti-O sofrem dissolução em  $600^\circ C$ . Para um aço ODS ferrítico com 12%Cr, Mao et al observaram o engrossamento de

partículas de óxidos ricas em Ta, após recozimento do material em  $1250^{\circ}\text{C}$  por 500 h [MAO et al., 2012]. Em suma, como enfatizado por Zilnyk et al. [2014], a estabilidade das partículas de óxidos em aços ODS é fortemente dependente da sua composição química.

## 2.2. Textura cristalográfica

Um material é dito policristalino quando é composto por muitos grãos. Nestes materiais, os grãos podem possuir orientações cristalográficas aleatórias, em relação a um sistema de coordenadas. Contudo, na maioria dos casos, os grãos apresentam orientações cristalográficas preferenciais, ou seja, existe uma grande concentração de grãos com orientações cristalográficas similares. Neste caso, é dito que o material possui textura [PADILHA; SICILIANO JR., 2005].

Figura 4: Tipos principais de textura: (a) textura do tipo fibra, (b) textura tipo chapa.



Fonte: [PADILHA; SICILIANO JR., 2005].

A textura pode se desenvolver em uma liga metálica em consequência de fundição, conformação mecânica e recozimento. De uma forma simplificada, existem dois tipos principais de textura: textura de fibra e textura de chapa, conforme ilustra a figura 4 [PADILHA; SICILIANO JR., 2005].

A textura de fibra é encontrada tanto em fibras naturais, como em artificiais. Também pode ocorrer em materiais que foram conformados de maneira que as forças aplicadas a ele têm simetria rotacional com relação a um eixo (materiais extrudados, por exemplo). Conforme se pode observar pela figura 4 (a), este tipo de textura ocorre quando muitos grãos possuem determinada família de direções cristalográficas,  $\langle uvw \rangle$ , orientadas quase que paralelamente em relação a um eixo, chamado eixo de fibra [PADILHA; SICILIANO JR., 2005].

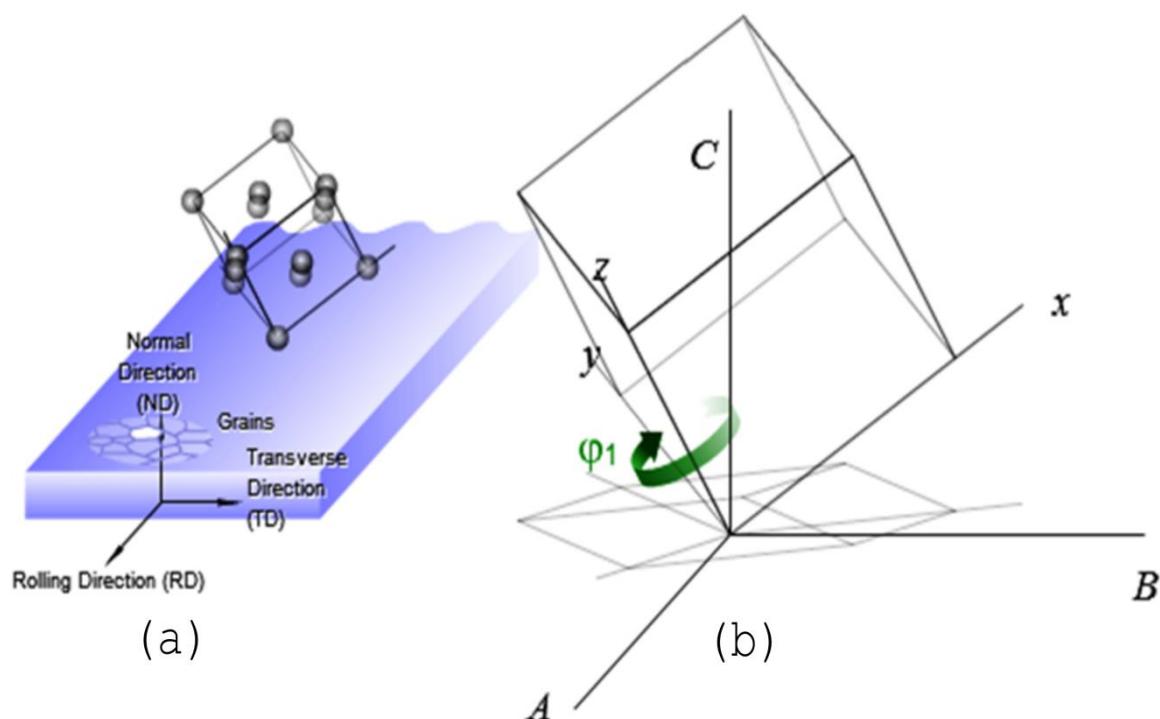
A textura de chapa, por outro lado, ocorre quando muitos grãos possuem uma família de planos cristalográficos,  $\{hkl\}$ , paralela à superfície da chapa e com uma direção,  $\langle uvw \rangle$  (contida nestes planos), aproximadamente paralela à direção de laminação, conforme ilustra a figura 4 (b). Nota-se que, para este caso de textura, não há a liberdade rotacional observada na textura do tipo fibra. A notação para a representação de textura do tipo chapa é  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , denominada orientação ideal. Algumas orientações ideais possuem nomes específicos como, por exemplo: cubo W  $\{100\} \langle 001 \rangle$ , Goss  $\{011\} \langle 100 \rangle$ , cobre C  $\{211\} \langle 111 \rangle$ , cubo girado WRD  $\{250\} \langle 001 \rangle$ , entre outras. Além de chapas laminadas, a textura do tipo chapa também pode ser encontrada em tubos extrudados e arames achatados [PADILHA; SICILIANO Jr., 2005].

### 2.3. Função de distribuição de orientações (ODF)

Uma forma de se representar a textura de um material é por meio de uma função de distribuição de orientações dos cristalitos ou grãos, do inglês "crystallite orientation distribution function" ou simplesmente ODF. Com as ODFs, pode-se saber qual a frequência que determinada orientação cristalográfica ocorre em um material. As ODFs são representadas em um espaço tridimensional que é definido por três ângulos, chamados de ângulos de Euler. De acordo com Padilha e Siciliano [2005] estes três ângulos estão relacionados a um conjunto de três rotações consecutivas que precisam ser aplicadas a cada cristalito para tornar o seu eixo cristalográfico  $\langle 100 \rangle$  coincidente com o eixo da amostra ou corpo de prova. Existem dois sistemas de notação para os ângulos de Euler. O mais utilizado é o método proposto por Bunge, que utiliza os ângulos  $\varphi_1$ ,  $\phi$  e  $\varphi_2$  [PADILHA; SICILIANO JR., 2005]. Para um melhor entendimento sobre os ângulos de Euler, será dado um exemplo extraído do site da Alumatter [EULER..., 2015]. Neste exemplo são determinados os ângulos de Euler para uma dada orientação cristalográfica [EULER..., 2015].

Na figura 5 é representada uma chapa laminada de onde é destacada uma célula unitária de um grão qualquer. Para se determinar os ângulos de Euler para este grão será necessário alinhar o sistema de coordenadas da célula unitária do grão ( $x, y, z$ ) com o sistema de coordenadas A, B e C. Este segundo sistema de coordenadas possui o eixo "A" paralelo à direção de laminação (RD), o eixo "B" paralelo à direção transversal (TD) e o eixo "C" paralelo à direção normal (DN). Para que este alinhamento ocorra, serão feitas três rotações consecutivas na célula unitária do cristal. Cada rotação gerará um ângulo de Euler [EULER..., 2015].

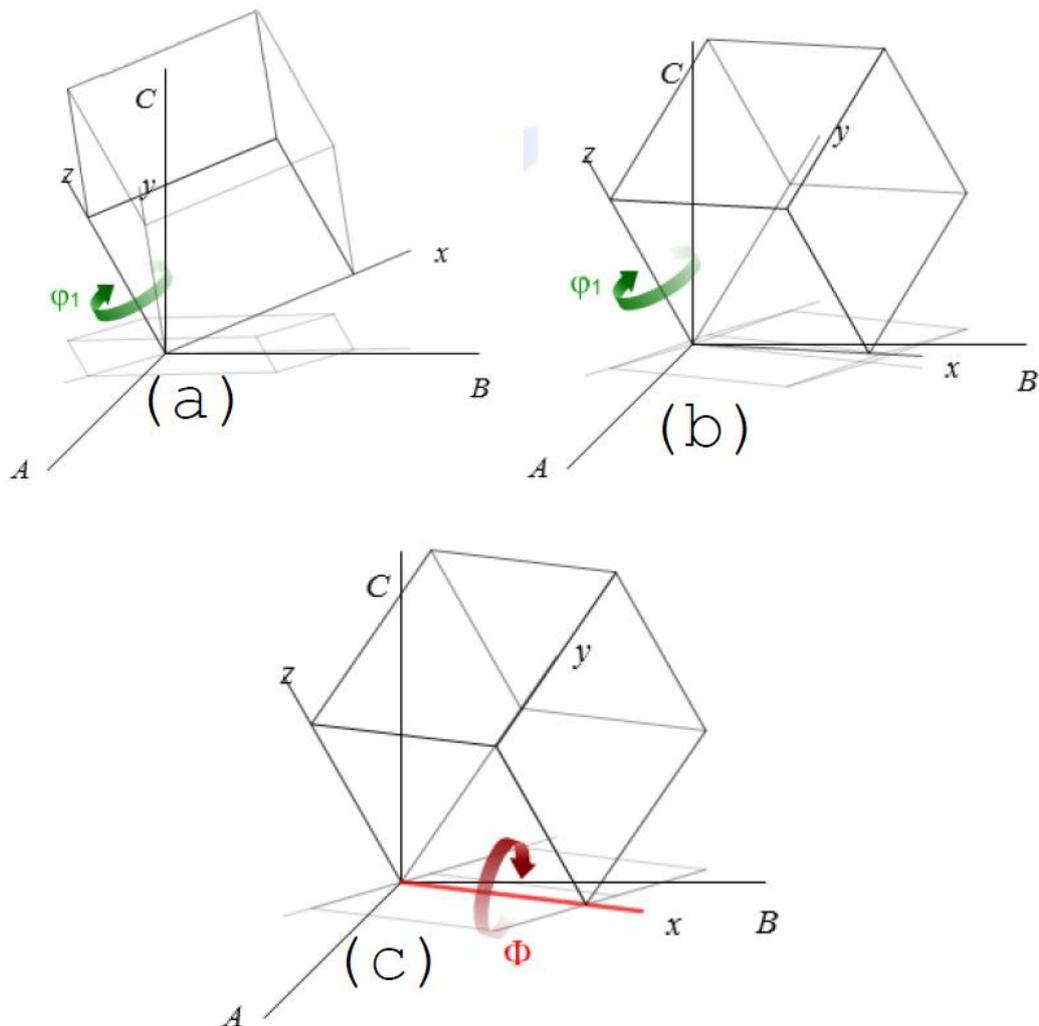
Figura 5: Exemplo extraído da internet sobre a determinação dos ângulos de Euler.



Fonte: [EULER..., 2015].

Primeiramente a célula unitária será rotacionada em torno do eixo z até que o eixo x esteja paralelo ao plano AB, como mostrado na figura 6. O ângulo de rotação necessário para este alinhamento é o  $\phi_1$ . Para melhor visualização, a figura 6 mostra a célula unitária em posições diferentes de rotação, até que o alinhamento ocorre, como mostra a figura 6 (c). Neste exemplo,  $\phi_1=59^\circ$  [EULER..., 2015]. Na figura 6 (c) o sistema já está pronto para a determinação de  $\phi$ .

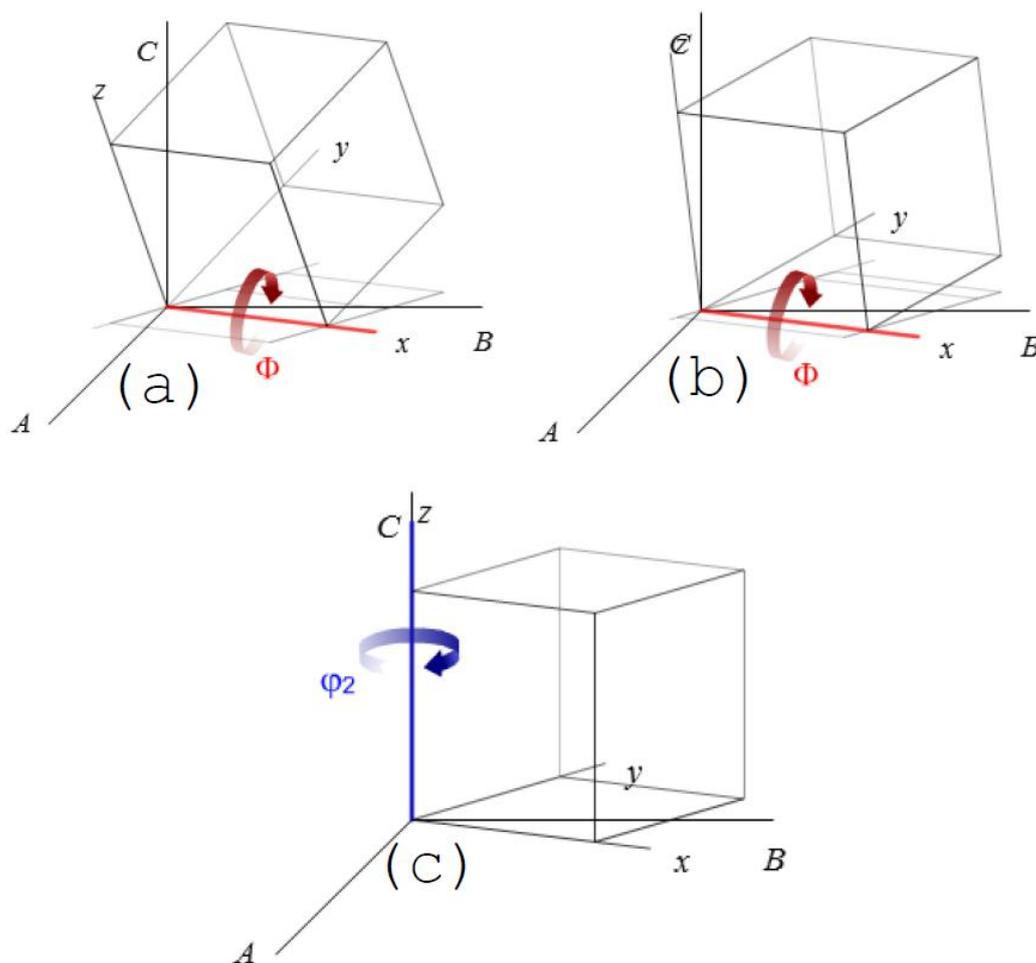
Figura 6: De (a) para (c), sequência mostrando rotação da célula unitária para a obtenção do ângulo  $\varphi_1$ .



Fonte: [EULER..., 2015].

Para a determinação de  $\phi$ , rotaciona-se a célula unitária em torno de seu eixo x até que o eixo z fique paralelo ao eixo C, como mostra a figura 7 (c). O ângulo de rotação para que este segundo alinhamento ocorra é  $\phi$ . Neste exemplo,  $\phi = 37^\circ$  e na figura 7 (c) o sistema está pronto para a determinação de  $\varphi_2$  [EULER..., 2015].

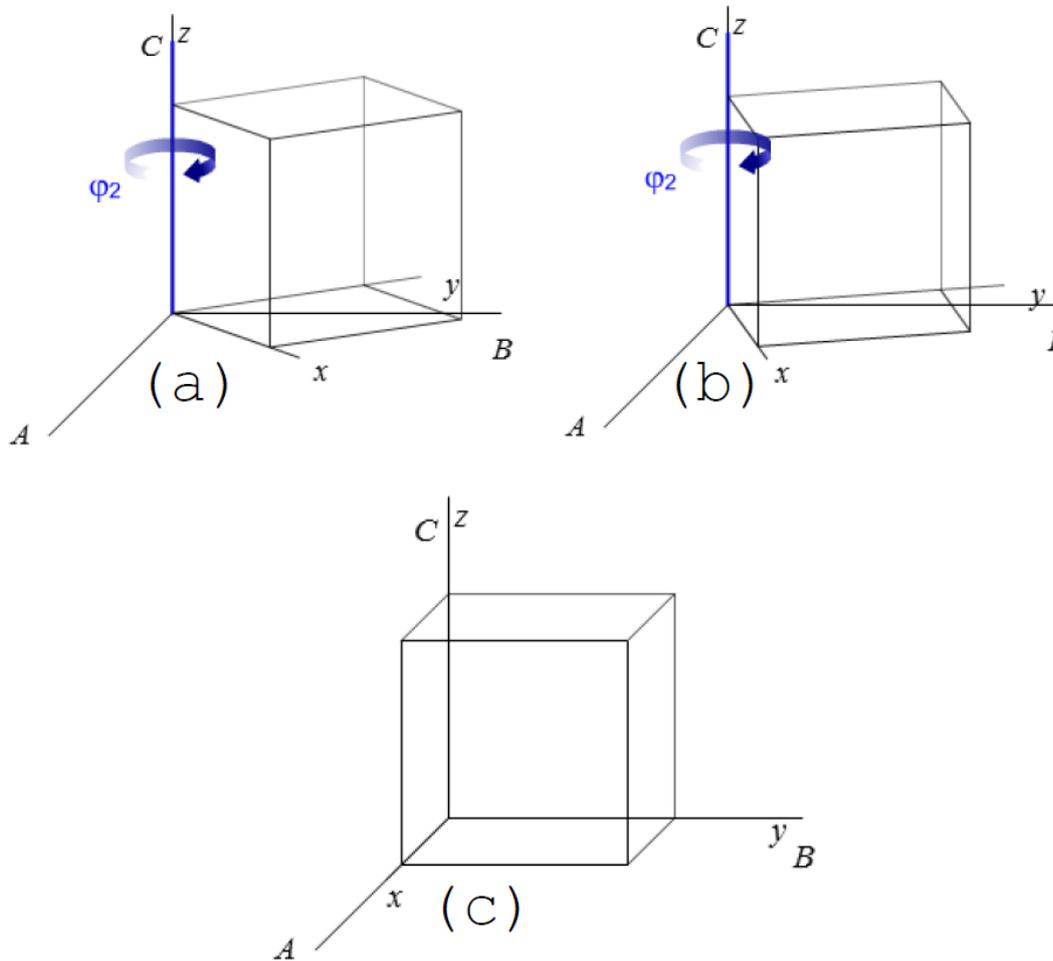
Figura 7: De (a) para (c), sequência mostrando rotação da célula unitária para a obtenção do ângulo  $\phi$ .



Fonte: [EULER..., 2015].

Para a determinação de  $\phi_2$ , a célula unitária será rotacionada em torno de z até o completo alinhamento dos sistemas de orientação, como mostrado na figura 8 (c). Este ângulo de rotação, por sua vez, é  $\phi_2$ . A figura 8 ilustra este procedimento. Neste exemplo,  $\phi_2=63^\circ$  [EULER..., 2015].

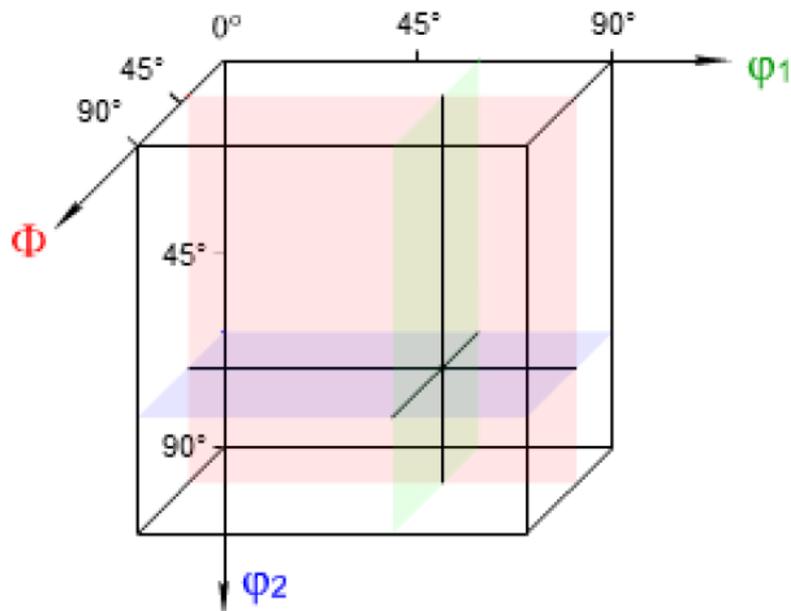
Figura 8: De (a) para (c), sequência mostrando rotação da célula unitária para a obtenção do ângulo  $\varphi_2$ , até o completo alinhamento dos sistemas de coordenadas, como mostrado em (c).



Fonte: [EULER..., 2015].

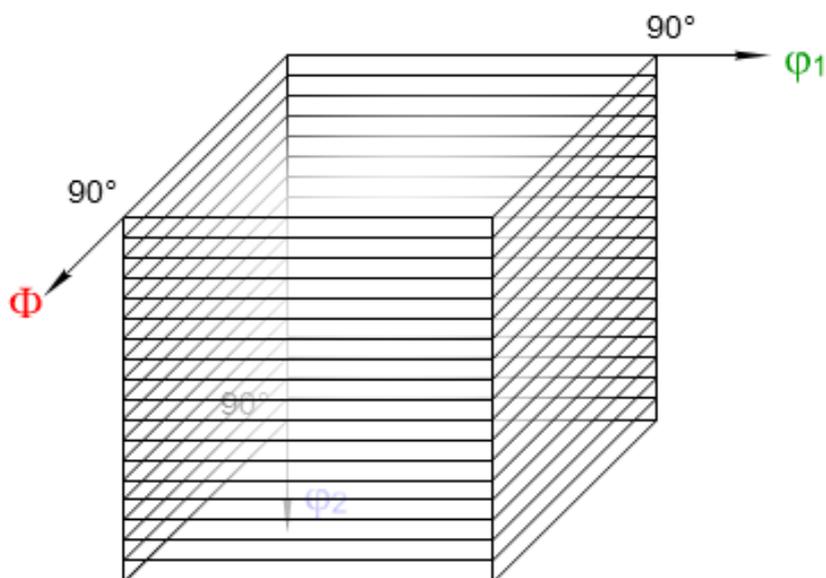
Uma vez obtidos os ângulos de Euler, (neste caso  $\varphi_1=59^\circ$ ,  $\varphi=37^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$ ) falta apenas obter sua representação gráfica no espaço de Euler. Na figura 9 está ilustrado o espaço de Euler. A representação gráfica da orientação cristalográfica deste exemplo é o ponto gerado pelo cruzamento entre os planos violeta, rosa e verde [EULER..., 2015].

Figura 9: Representação de orientação cristalográfica no espaço de Euler. Neste exemplo os ângulos de Euler são:  $\phi_1=59^\circ$ ,  $\phi=37^\circ$ ,  $\phi_2=63^\circ$ .



Fonte: [EULER..., 2015].

Figura 10: Divisões do espaço de Euler para que seja possível sua representação em um plano.



Fonte: [EULER..., 2015].

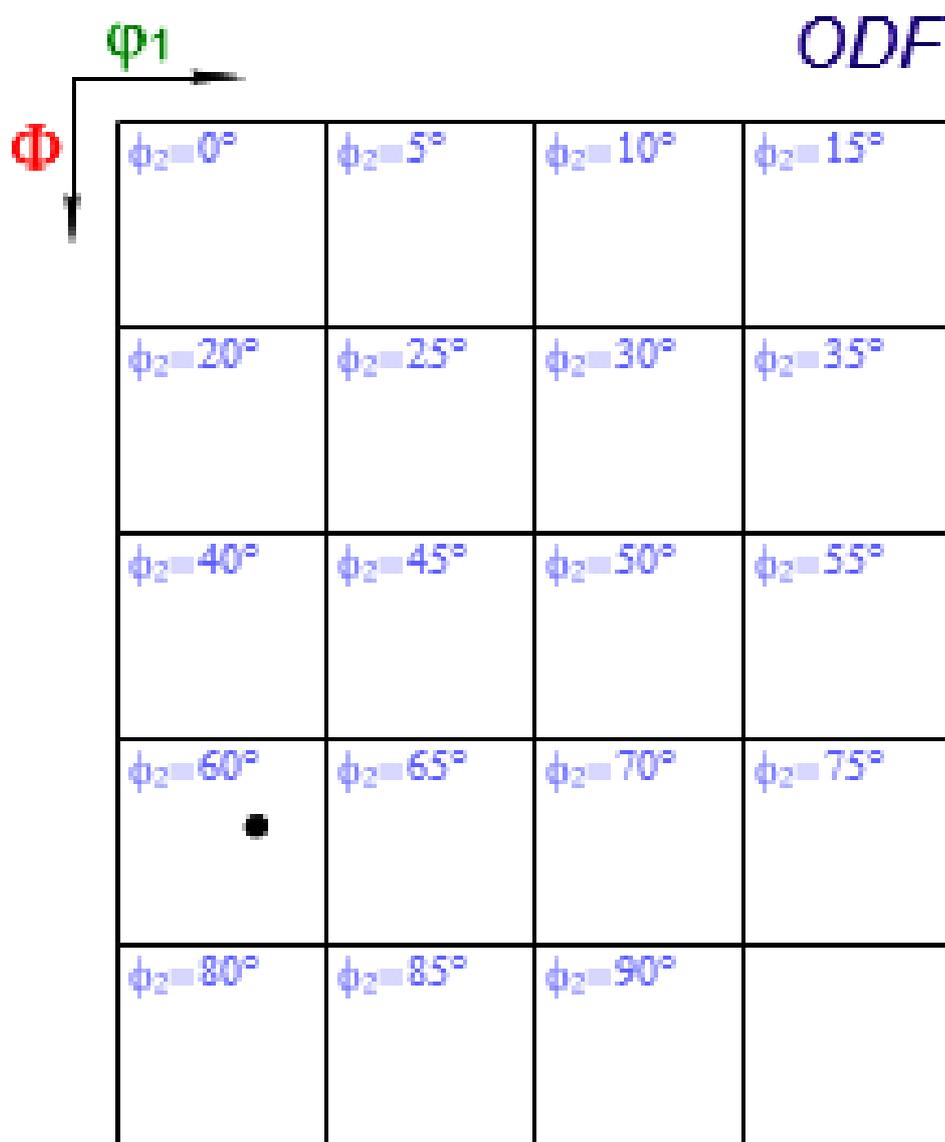
Como uma imagem tridimensional nem sempre é de simples interpretação, o espaço de Euler é dividido conforme mostra a figura 10. Entre cada divisão há um passo de  $5^\circ$  para o ângulo  $\varphi_2$ . Os planos obtidos por estas divisões são, então, colocados lado a lado, conforme ilustra a figura 11. A orientação cristalográfica deste exemplo é representada por um ponto na figura 11, em uma grade chamada de função de distribuição de orientação ou ODF [EULER..., 2015].

As ODFs apresentam a intensidade das orientações encontradas, sendo que a intensidade está relacionada à quantidade de cristalitos ou grãos com determinada orientação. Portanto, para identificar a textura do material, basta verificar quais as posições de maior intensidade nas ODFs obtidas e determinar à qual orientação cristalográfica elas pertencem. Isso pode ser feito comparando-se as ODFs experimentais com ábacos, como o que está mostrado na figura 12. Este ábaco representa as posições de orientações ideais em ODFs para  $\varphi_2=45^\circ$ , comumente encontradas em aços de estrutura cúbica de corpo centrado (ccc) tanto laminado como recozido [HUTCHINSON, 1999].

Ainda sobre a figura 12, a textura de cubo girado consiste na família de planos  $\{001\}$  paralela à superfície da amostra e, ao mesmo tempo, a família de direções  $\langle 110 \rangle$  paralela à direção de laminação, ou simplesmente:  $\{001\} \langle 110 \rangle$  [HUMPHREYS; HATERLY, 2004]. A textura de fibra  $\alpha$ , considerada incompleta, diz respeito aos grãos cujas famílias de direções  $\langle 110 \rangle$  são paralelas à direção de laminação e, ao mesmo tempo, estão concentradas entre as componentes  $(001) [1\bar{1}0]$  ( $\varphi_1=0^\circ$ ,  $\phi=0^\circ$  e  $\varphi_2=45^\circ$ ) e  $(111) [1\bar{1}0]$  ( $\varphi_1=0^\circ$ ,  $\phi=55^\circ$  e  $\varphi_2=45^\circ$ ) [HUMPHREYS; HATERLY, 2004]. Enquanto isto, a textura de fibra  $\gamma$  é considerada completa e diz respeito aos grãos cujas orientações são tais que a família de direções  $\langle 111 \rangle$  é paralela à direção normal [HUMPHREYS; HATERLY, 2004]. Além

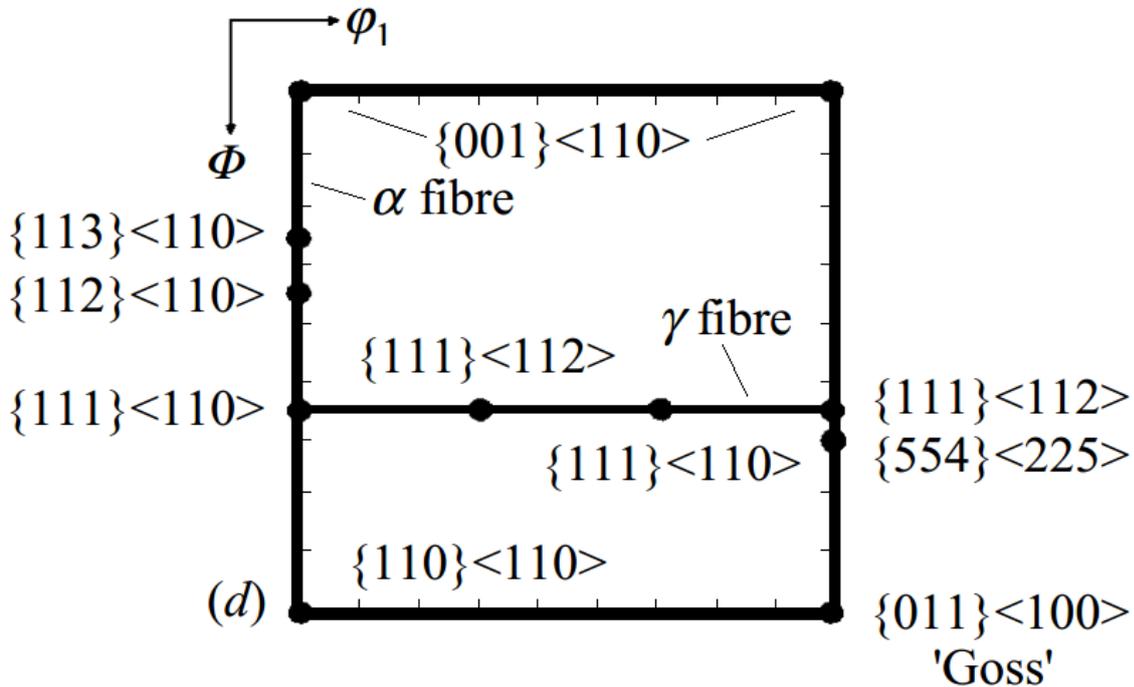
disto, a presença de textura fibra  $\gamma$  é benéfica para melhorar a plasticidade do material [HE et al., 2013].

Figura 11: Representação do espaço de Euler em um plano. O ponto representa a direção cristalográfica com os ângulos de Euler:  $\phi_1=59^\circ$ ,  $\phi=37^\circ$ ,  $\phi_2=63^\circ$ .



Fonte: [EULER..., 2015].

Figura 12: Posições de orientações ideais em aços ccc para  $\varphi_2 = 45^\circ$ . Fibra  $\alpha$ : direção  $\langle 011 \rangle$  paralela à direção de laminação. Fibra  $\gamma$ : direção  $\langle 111 \rangle$  paralela à direção normal.



Fonte: [HUTCHINSON, 1999].

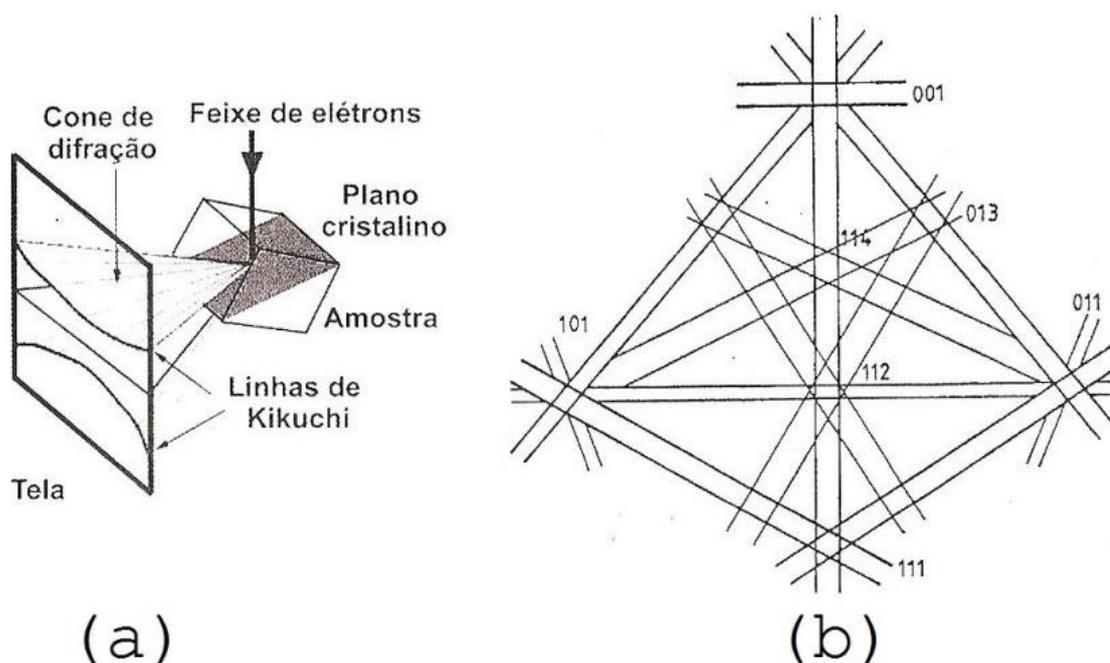
#### 2.4. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A sigla EBSD vem do inglês "Electron Backscatter Diffraction", que em uma tradução literal significa difração de elétrons retroespalhados. Esta técnica é frequentemente efetuada em microscópios eletrônicos de varredura. Ela se baseia em padrões de difração conhecidos por linhas de Kikuchi [PADILHA; SICILIANO JR., 2005; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004].

Quando os elétrons acelerados pelo microscópio interagem com os átomos da amostra, eles se convertem em um feixe divergente. Este feixe sofre espalhamento elástico pelos planos cristalinos do material e saem da amostra pela sua superfície como elétrons retroespalhados. Como os elétrons têm

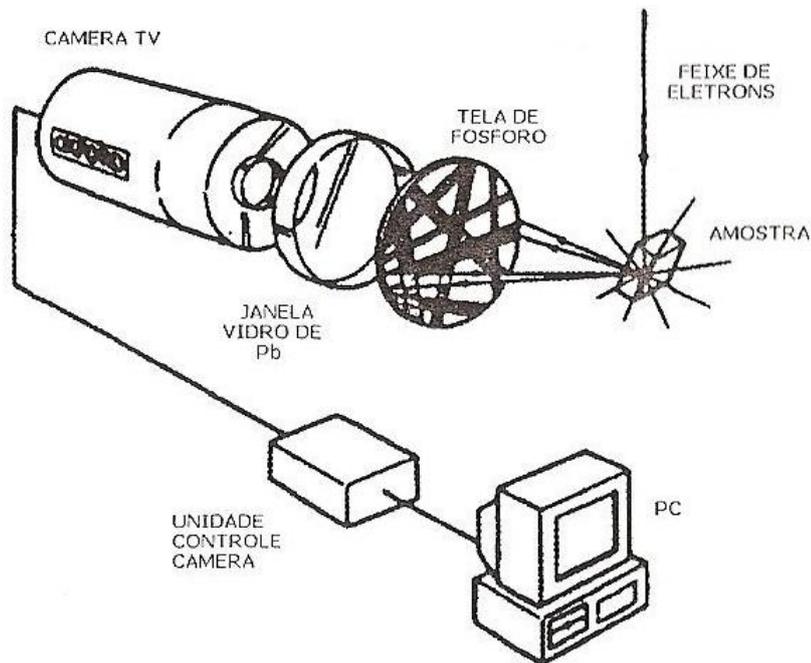
comportamento ondulatório, eles podem interagir entre si de forma construtiva ou destrutiva. Em situações quando há interação totalmente construtiva, a lei de Bragg é satisfeita e cones de difração são formados. A figura 13 (a) ilustra a formação de cones de difração por um dado conjunto de planos cristalinos. Nota-se pela figura que cada conjunto de planos produz dois cones de difração, referentes aos lados superior e inferior do plano. A figura 13 (b) mostra esquematicamente uma figura de difração obtida para uma estrutura CFC. Nesta figura, cada par de cones de difração está indexado com o conjunto de planos que o gerou.

Figura 13: Representação esquemática de: (a) geração de um par de linhas de Kikuchi por um plano cristalográfico qualquer; (b) figura de difração obtida de amostra cfc.



Fonte: [PADILHA; SICILIANO JR., 2005].

Figura 14: Diagrama esquemático mostrando sistema de detecção de figuras de difração.



Fonte: [PADILHA; SICILIANO JR., 2005].

A figura 14 mostra esquematicamente o sistema de detecção de figuras de difração acoplado a um microscópio eletrônico de varredura. Neste tipo de análise o feixe de elétrons incide sobre uma amostra que, normalmente, possui inclinação entre  $60$  e  $70^\circ$ . Esta inclinação favorece a geração de elétrons retroespalhados [PADILHA; SICILIANO JR., 2005; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004]. Uma tela com material fosforescente é então apropriadamente colocada para se obter imagens de difração. Estas imagens são então capturadas por uma câmera convencional. Depois desta etapa, um computador remove ruídos de fundo e analisa a figura de difração indexando os pares de linhas de Kikuchi e identificando a orientação cristalográfica da região analisada [PADILHA; SICILIANO JR., 2005; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004]. Conforme o feixe de elétrons do microscópio é focalizado em diferentes regiões da amostra, é possível a determinação da orientação

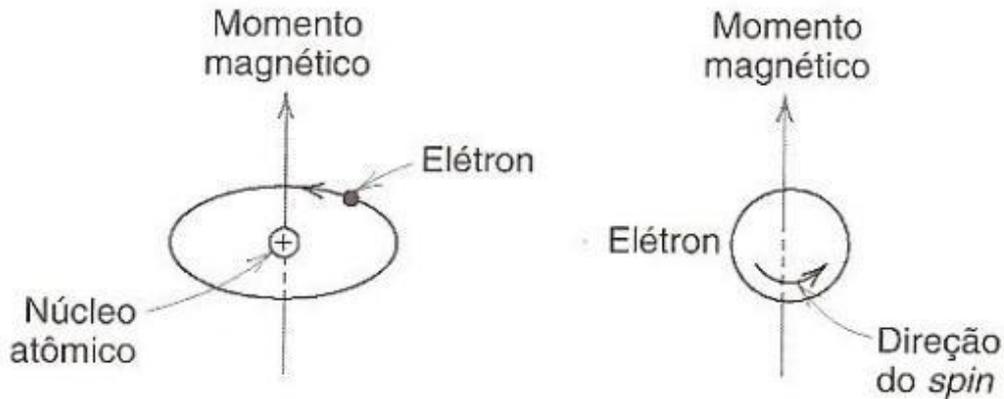
cristalográfica de cada grão do material, a partir da indexação dos padrões de Kikuchi. Com isto, pode-se determinar a frequência em que elas ocorrem ou, em outras palavras, pode-se determinar a textura do material. Com o uso de EBSD pode-se também analisar a diferença de orientação de regiões vizinhas. Isto possibilita o conhecimento da desorientação através de contornos e sua apropriada classificação em termos de alto ou baixo ângulo [PADILHA; SICILIANO JR., 2005; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004].

## 2.5. Propriedades magnéticas

Os átomos são constituídos por um núcleo positivo, basicamente composto por prótons (partículas de carga elétrica positiva) e nêutrons (partículas com carga elétrica resultante nula). Ao redor deste núcleo denso orbitam os elétrons (partículas de carga negativa). Este movimento gera uma pequena corrente elétrica e, vinculado a esta, um pequeno momento magnético. Outra fonte de geração de momento magnético nos átomos está ligada ao movimento que o elétron dá em torno de si mesmo, conhecido como spin. O conjunto destes momentos forma o momento magnético total que um elétron possui, ou seja, cada elétron pode ser considerado como um pequeno ímã. Esta propriedade é esquematizada na figura 15 [CALLISTER, 2007].

A soma dos pequenos campos magnéticos gerados por cada elétron de cada átomo gera um campo global para o material como um todo. Este campo magnético total pode ser nulo, se os momentos dos elétrons se cancelarem mutuamente, ou não nulo, gerando um campo magnético próprio de ímãs permanentes. Define-se magnetização de uma dada amostra como sendo a soma dos momentos magnéticos dividida pelo volume da amostra. Os tipos de magnetismo variam conforme a resposta dos

Figura 15: Esquema de geração de momento magnético por um elétron.



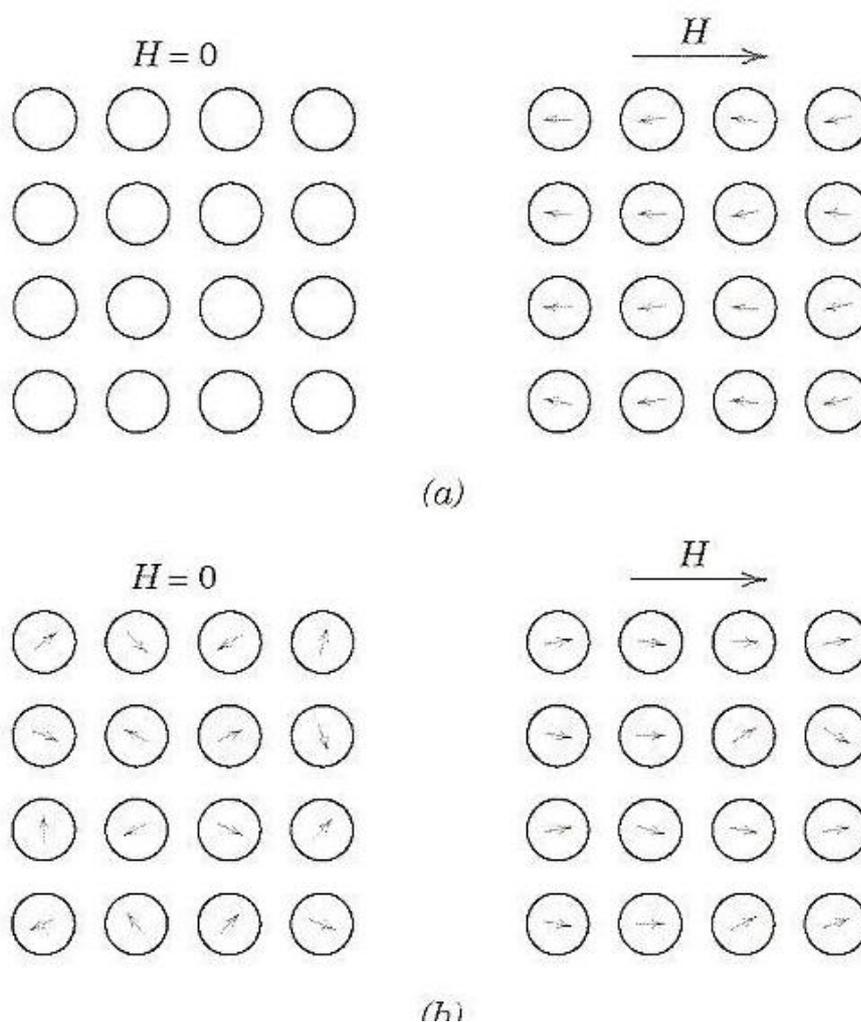
Fonte: [CALLISTER, 2007].

momentos magnéticos dos elétrons a um campo magnético externo. Os principais tipos de magnetismo são: paramagnetismo, diamagnetismo e ferromagnetismo [CALLISTER, 2007].

#### 2.5.1. Diamagnetismo e paramagnetismo

Os materiais diamagnéticos somente apresentam momento magnético quando é aplicado um campo magnético externo sobre o material. O momento magnético gerado é muito pequeno e é produzido pela mudança no movimento orbital dos elétrons nos átomos, que originalmente não possuem magnetização. Os átomos, recém magnetizados, orientam seus momentos magnéticos em sentido oposto ao campo externo aplicado. A Figura 16 (a) representa o comportamento de um material diamagnético na presença e ausência de um campo magnético externo [CALLISTER, 2007].

Figura 16: Comportamento de um material (a) Diamagnético e (b) Paramagnético na presença e ausência de um campo magnético externo.



Fonte: [CALLISTER, 2007].

Diferentemente do caso anterior, os átomos dos materiais paramagnéticos possuem um momento magnético resultante diferente de zero, mesmo na ausência de um campo magnético aplicado [CALLISTER, 2007]. Entretanto, os momentos magnéticos dos átomos estão orientados aleatoriamente dentro do material, de modo que o momento magnético total é nulo na ausência de campo aplicado [CALLISTER, 2007]. Quando um campo externo é aplicado, os momentos magnéticos dos átomos se

alinham ao campo externo produzindo um campo magnético de mesma direção do campo externo e de maior amplitude em relação ao gerado por um material diamagnético. Este comportamento se encontra esquematizado na Figura 16 (b) [CALLISTER, 2007].

## 2.5.2. Ferromagnetismo

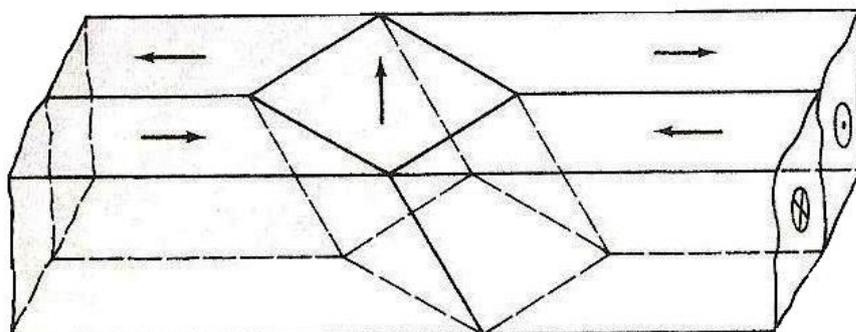
Os materiais ferromagnéticos podem apresentar momento magnético resultante diferente de zero, mesmo na ausência de um campo magnético externo. O ferromagnetismo é presente em metais de transição, como, por exemplo, o ferro (Fe), o cobalto (Co), o níquel (Ni) e alguns lantanídeos (terras raras) como o gadolínio (Gd) [CALLISTER, 2007].

### 2.5.2.1. Domínios magnéticos e paredes de domínio

Os materiais ferromagnéticos possuem regiões volumétricas nas quais todos os momentos magnéticos de seus átomos possuem mesma direção e sentido. Estas regiões são chamadas de domínios magnéticos. Na Figura 17 tem-se a representação de cinco domínios magnéticos. Os domínios magnéticos são separados entre si por paredes de domínio, locais onde a direção do momento magnético varia gradualmente, conforme ilustra a Figura 18.

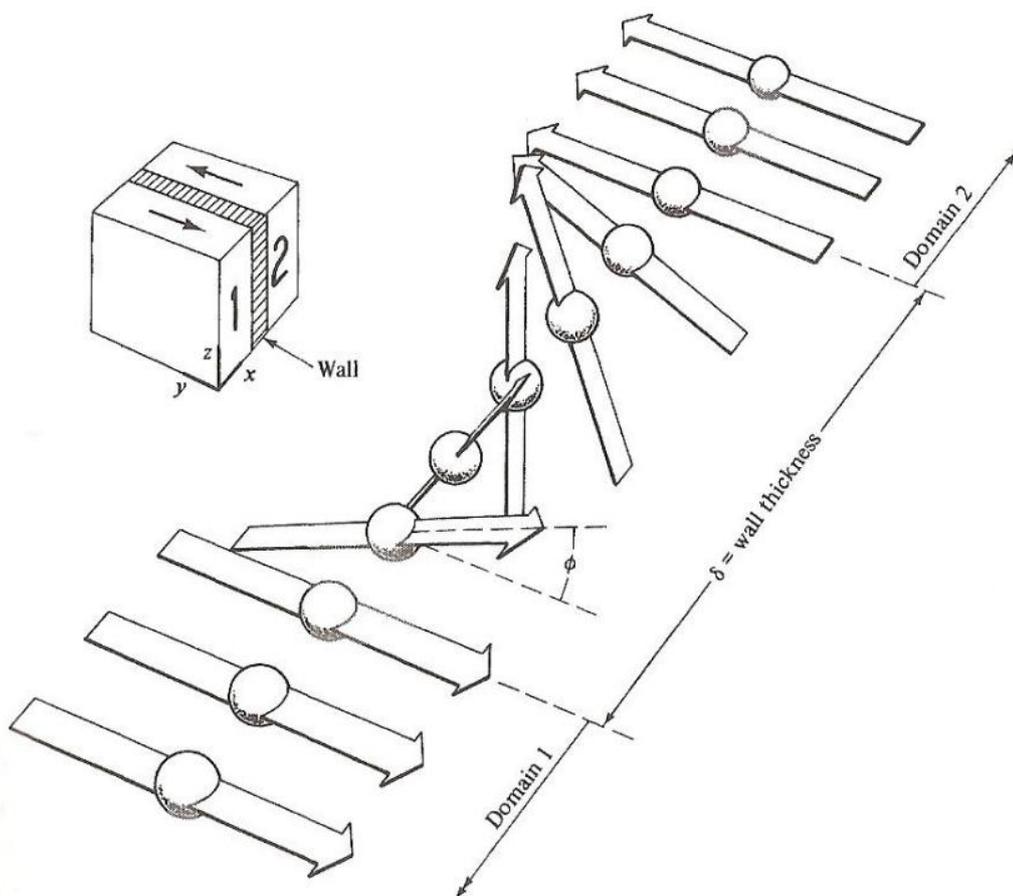
O material somente será considerado magnetizado se a soma ponderada entre os momentos magnéticos dos domínios, levando-se em conta os volumes de cada domínio, for diferente de zero. Os domínios normalmente são microscópicos e, em materiais policristalinos, pode haver mais de um domínio por grão [CALLISTER, 2007].

Figura 17: Cinco domínios magnéticos estão representados esquematicamente nesta figura. As superfícies que dividem estas regiões volumétricas são as paredes de domínio.



Fonte: [CULLITY; GRAHAM, 2009].

Figura 18: Representação esquemática de uma parede de domínio entre dois domínios que apresentam desorientação de  $180^\circ$  entre si.



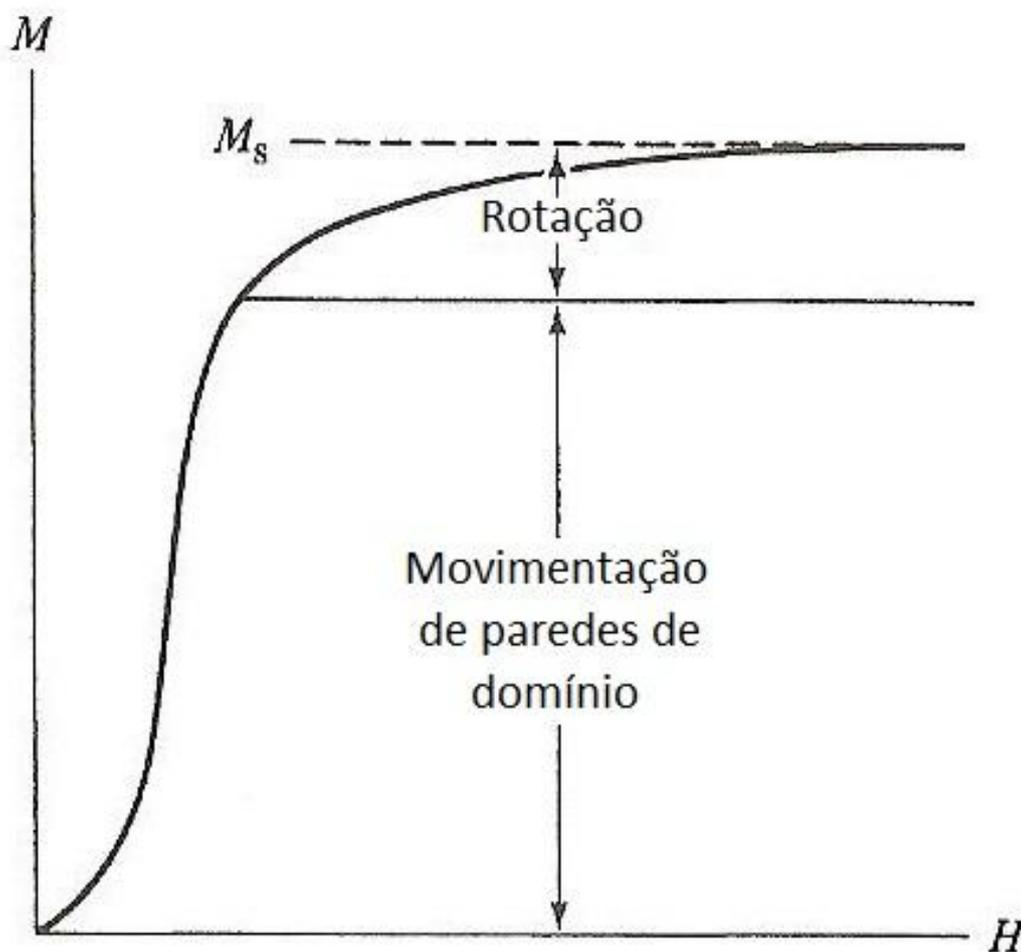
Fonte: [CULLITY; GRAHAM, 2009].

#### 2.5.2.2. Histerese

A figura 19 ilustra esquematicamente a magnetização ( $M$ ) de um material ferromagnético em função da intensidade de campo magnético aplicado a ele. Neste caso, o material está inicialmente desmagnetizado, ou seja, a soma ponderada dos momentos magnéticos de seus domínios magnéticos, em relação ao volume dos domínios, é nula. Quando é aplicado um campo magnético de intensidade crescente ao material este vai se magnetizando. Primeiramente isto ocorre pela movimentação das paredes de domínio. Neste processo domínios magnéticos mais favoravelmente orientados ao campo aplicado crescem em detrimento daqueles desfavoravelmente orientados. Em seguida, os domínios já crescidos podem mudar a direção de seus momentos magnéticos de modo a alinhar da melhor forma possível seus momentos com o campo aplicado. Isto está esquematicamente representado na figura 19 [CULLITY; GRAHAM, 2009; CALLISTER, 2007].

Nota-se pela figura 19, que a magnetização do material não cresce indefinidamente, mas atinge um máximo valor. Este valor máximo de magnetização corresponde à magnetização quando o melhor alinhamento possível dos momentos magnéticos do material é alcançado [CULLITY; GRAHAM, 2009; CALLISTER, 2007]. Este fator, conhecido como magnetização de saturação  $M_s$ , varia com a temperatura. Quando um material é aquecido, há um aumento na desorganização com relação às orientações dos momentos magnéticos e, por conseqüência, uma diminuição da magnetização de saturação. Esta tendência ocorre até que o material perde suas características ferromagnéticas e passa a se comportar como um material paramagnético. A temperatura em que esta transição ocorre é conhecida como Temperatura de Curie ( $T_c$ ). Em contrapartida, a maior magnetização de saturação ocorre na temperatura de 0K, ou

Figura 19: Comportamento da magnetização ( $M$ ) de um material quando se parte do material em estado não magnetizado e se aplica um campo magnético externo ( $H$ ) que varia de zero até o valor em que seja atingida a magnetização de saturação do material.

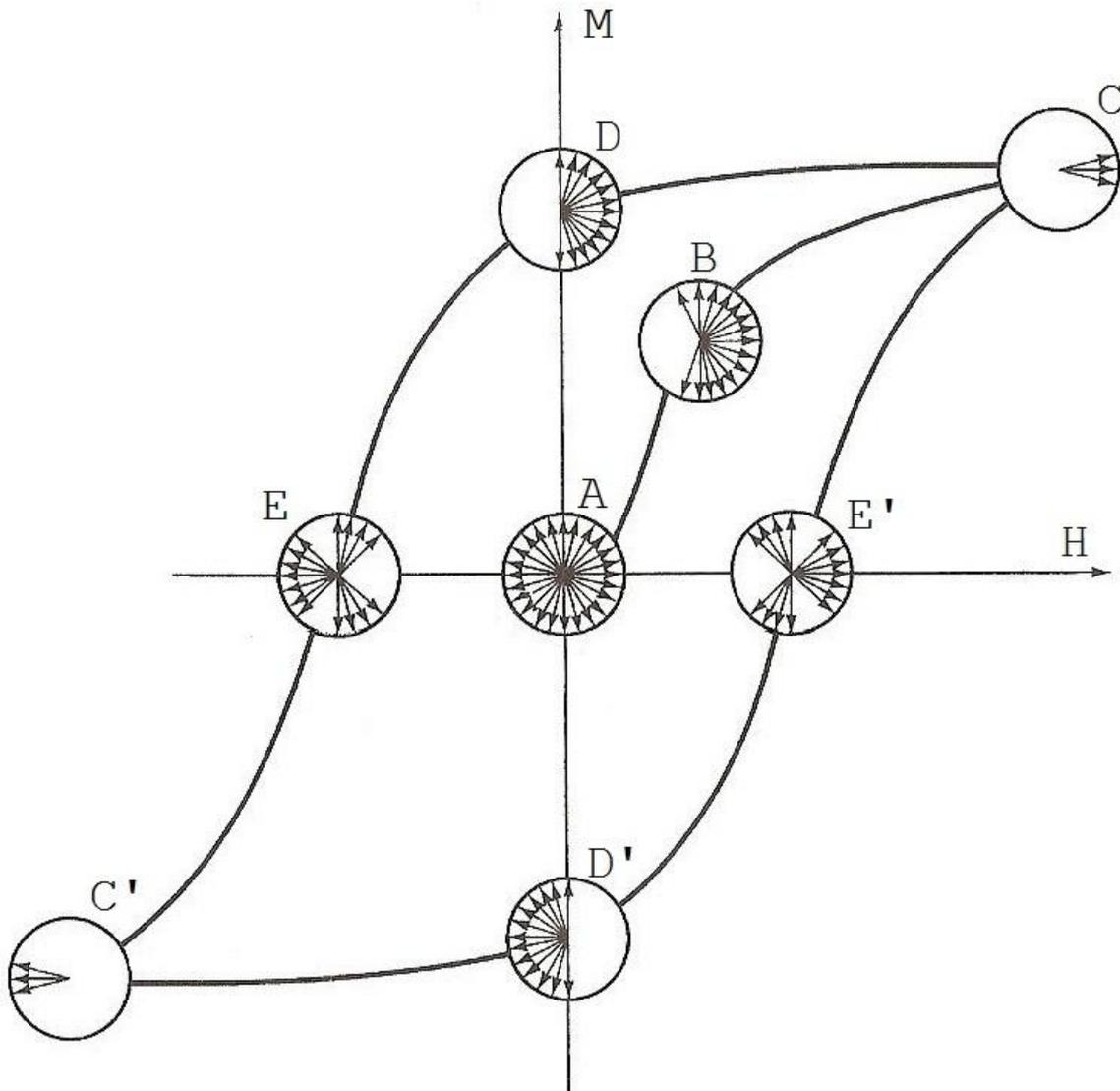


Fonte: [CULLITY; GRAHAM, 2009].

seja, quando não há vibrações atômicas [CULLITY; GRAHAM, 2009; CALLISTER, 2007].

A figura 20 mostra o comportamento de um material ferromagnético para uma variação mais ampla de intensidades de campo magnético. Os círculos representados nesta figura mostram esquematicamente uma distribuição estatística das direções dos momentos magnéticos. Valores positivos de campo externo aplicado correspondem a um campo externo apontando da esquerda para a direita, enquanto que para valores negativos

Figura 20: Representação de um ciclo de histerese.



Fonte: Modificado de [CULLITY; GRAHAM, 2009].

de  $H$ , o campo aponta da direita para a esquerda. A fração do gráfico entre os pontos "A" e "C" da figura 20 corresponde ao mesmo gráfico da figura 19, explicado anteriormente. Esta fração da curva de histerese é conhecida por curva de magnetização inicial [CULLITY; GRAHAM, 2009; CALLISTER, 2007].

Quando se reduz a intensidade de  $H$  a partir da saturação em "C", a curva não segue o mesmo caminho que foi observado de "A" para "C". Há um "atraso na desmagnetização"

do material. Desta forma, mesmo quando o campo aplicado à amostra é nulo o material ainda se apresenta magnetizado, ponto "D" da figura 20. Isto, como mencionado anteriormente, é o grande diferencial dos materiais ferromagnéticos em relação aos paramagnéticos e diamagnéticos. A intensidade da magnetização no ponto "D" é um fator que pode ser utilizado na análise de características microestruturais de materiais e é conhecido por magnetização remanente ( $M_r$ ) [CULLITY; GRAHAM, 2009; CALLISTER, 2007]. Para que o material se torne novamente desmagnetizado, é necessária a aplicação de um campo em sentido oposto ao aplicado anteriormente ( $H < 0$ ). Isto pode ser visualizado pelo ponto "E" da figura 20. A intensidade do campo externo aplicado em "E" também é um fator que pode ser útil para análises microestruturais em materiais ferromagnéticos. Este valor é conhecido por campo coercivo ( $H_c$ ).

Caso o campo aplicado à amostra continue aumentando em módulo, ocorrerá uma nova saturação do material, mas em sentido oposto ao que ocorreu em "C". O comportamento da curva na trajetória entre os pontos "C'" - "D'" - "E'" - "C" é análogo ao já discutido comportamento entre os pontos "C" - "D" - "E" - "C'" [CULLITY; GRAHAM, 2009; CALLISTER, 2007].

Conforme foi visto anteriormente, a magnetização de um material ocorre pela movimentação de paredes de domínio em resposta à aplicação de um campo magnético externo. Ou seja, a facilidade que um material tem de se magnetizar está relacionada com a mobilidade de suas paredes de domínio. Existem diversos fatores microestruturais que podem dificultar esta movimentação, tais como: contornos de grão, discordâncias, precipitados ou ainda, tensões residuais [GURRUCHAGA et al., 2008; SABLİK, 2001].

O campo coercivo ( $H_c$ ) é um dos parâmetros magnéticos mais utilizados para a detecção de mudanças microestruturais em diferentes materiais [MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004;

OYARZÁBAL et al., 2007]. A coercividade reflete a intensidade de aprisionamento das paredes dos domínios magnéticos, sendo fortemente afetada pelo tamanho de grão ( $d$ ) e densidade de discordâncias ( $\rho$ ). Considerações teóricas e experimentais indicam que [CULLITY; GRAHAM, 2009; OYARZÁBAL et al., 2007; MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004]:

$$H_C \propto \sqrt{\rho} \quad [1]$$

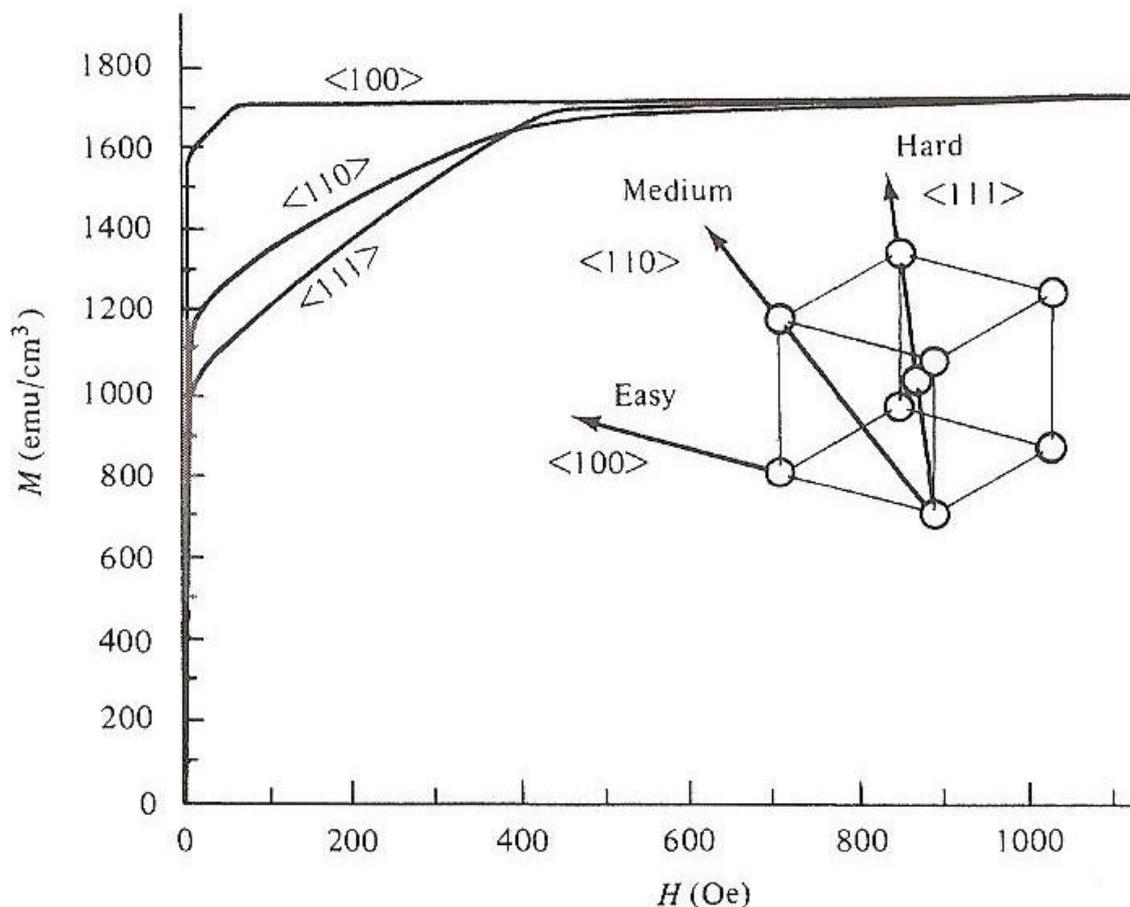
$$H_C \propto \frac{1}{d} \quad [2]$$

Essas equações refletem o fato de que o aumento na densidade de discordâncias e o decréscimo do tamanho dos grãos do material acarretam um maior aprisionamento das paredes dos domínios e, portanto, aumentam a coercividade do material.

Para materiais ferromagnéticos, a presença de partículas de segunda fase também interfere na mobilidade das paredes dos domínios magnéticos. Estas partículas exercem forças que atraem e prendem as paredes dos domínios magnéticos. Estas forças estão relacionadas a uma menor energia associada à parede de domínio magnético quando esta interage com a partícula. Em outras palavras, a energia da parede de domínio é menor quando ela está sobre a interface partícula-matriz, em relação com a mesma parede livre na matriz [ARTZ, 1998].

A relação entre a espessura das paredes de domínios ( $\delta$ ) e o raio da partícula ( $R$ ) também influenciam na intensidade de aprisionamento das paredes de domínio. De acordo com Artz [1998], se  $R \ll \delta$  então  $H_c \propto R$ , enquanto que se  $R \gg \delta$ ,  $H_c \propto 1/R$ . O máximo valor de  $H_c$  ocorre quando  $R \approx \delta$ . [CULLITY; GRAHAM, 2009; BYEON; KWUN, 2003; ARTZ, 1998].

Figura 21: Curvas de magnetização inicial para estrutura mono cristalina de ferro com estrutura ccc.



Fonte: [CULLITY; GRAHAM, 2009].

### 2.5.2.3. Anisotropia magnética

Para um material ferromagnético monocristalino um fator importante para a magnetização é a direção cristalográfica em que o campo magnético é aplicado. Na figura 21, observamos a curva de magnetização inicial para o ferro monocristalino. A diferença entre as curvas apresentadas se deve a diferentes direções em que foi aplicado o campo magnético na amostra. Pelo gráfico, nota-se que quando o campo magnético é aplicado paralelamente à direção  $\langle 100 \rangle$  a magnetização de saturação é alcançada para menores valores de  $H$ . Por este motivo, a direção  $\langle 100 \rangle$  é denominada de fácil

magnetização para o ferro. Como a facilidade de magnetização de um material monocristalino varia segundo a direção cristalográfica à qual o campo magnético é aplicado, pode-se dizer que a magnetização é uma propriedade anisotrópica [CULLITY; GRAHAM, 2009]. Entretanto, para materiais policristalinos com textura fraca é esperado que as propriedades magnéticas sejam isotrópicas. Isto ocorre devido ao fato de a direção cristalográfica de fácil magnetização  $\langle 100 \rangle$  estar, em relação à direção de laminação (referencial externo), orientada aleatoriamente ao longo do material [GURRUCHAGA et al., 2008].

### 3 Material e metodologia

O aço ODS Eurofer investigado nesse trabalho foi gentilmente cedido pelo Dr. Anton Möslang e pelo Dipl.-Ing. Rainer Lindau, pesquisadores do KIT (Karlsruher Institut für Technologie - Alemanha). A composição química detalhada desse aço está apresentada na tabela 1. Este material foi produzido pela Plansee AG (Áustria), por meio de metalurgia do pó. Para consolidação do mesmo, foi feita prensagem isostática. Em seguida, o material sofreu laminação cruzada a quente. Por fim, ele foi tratado termicamente em 750°C por 2h. Sua estrutura cristalina resultante é totalmente ferrítica. Esta é a condição em que o material foi recebido. Mesmo procedimento de fabricação foi utilizado na obtenção do material estudado por Zilnyk et al. [2014] e Renzetti et al. [2011; 2012], referenciados neste trabalho.

Tabela 1: Composição química fornecida pelo KIT do aço ODS Eurofer com 9% de cromo

Elemento	% em massa	Elemento	% em massa
Cr	8,92±0,03	Y	0,192±0,005
C	0,0710±0,0005	Nb	0,00021±0,00001
Mn	0,408±0,005	Mo	0,0037±0,0001
Si	0,1110±0,0005	Ni	0,0512±0,0003
P	0,011±0,001	Cu	0,0127±0,0004
S	0,0031±0,0001	Al	0,0036±0,0002
V	0,1930±0,0005	Ti	0,00070±0,00005
W	1,11±0,03	Co	0,01110±0,00005
Ta	0,0810±0,0005	O	0,144±0,002
B	0,0009±0,0001	N	0,0278±0,0002

Fonte: Dados fornecidos pelo instituto KIT

Os procedimentos experimentais adotados para a execução do presente trabalho estão sumarizados na figura 22. Como mostrado nesta figura, o material como recebido (chapa com 6,5 mm de espessura) foi laminado a frio com reduções de 20, 40, 60 e 80 % na espessura. Amostras de todas as deformações foram tratadas em temperaturas de 300 a 1300 °C por 1 h. Estas amostras foram preparadas metalograficamente para a obtenção de valores de dureza.

Outras amostras deformadas de 80% foram tratadas termicamente em forno a vácuo em 1350°C por 1, 4 e 8h. Além disto, amostras deformadas de 20, 40 e 60% também foram tratadas termicamente por 1h em 1350°C em forno a vácuo. Todas as amostras tratadas em 1350°C sofreram ataque eletroquímico para obtenção de imagens de MEV. Também foi empregada a técnica de EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) nestas amostras para se obter a composição de algumas partículas contidas no material. As amostras deformadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C por 1 e 8h foram também mapeadas por EBSD. Para a caracterização das amostras também foram realizados testes de microdureza Vickers e medidas magnéticas.

Sabendo-se a organização dos processos experimentais de um modo geral, agora serão descritas cada etapa de modo detalhado:

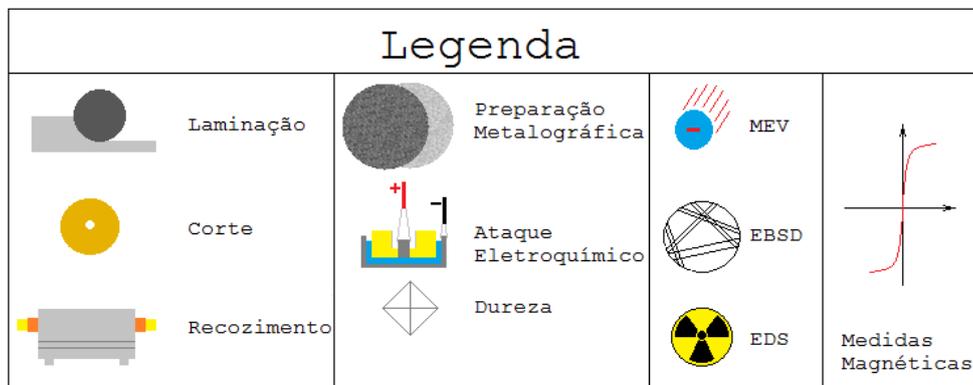
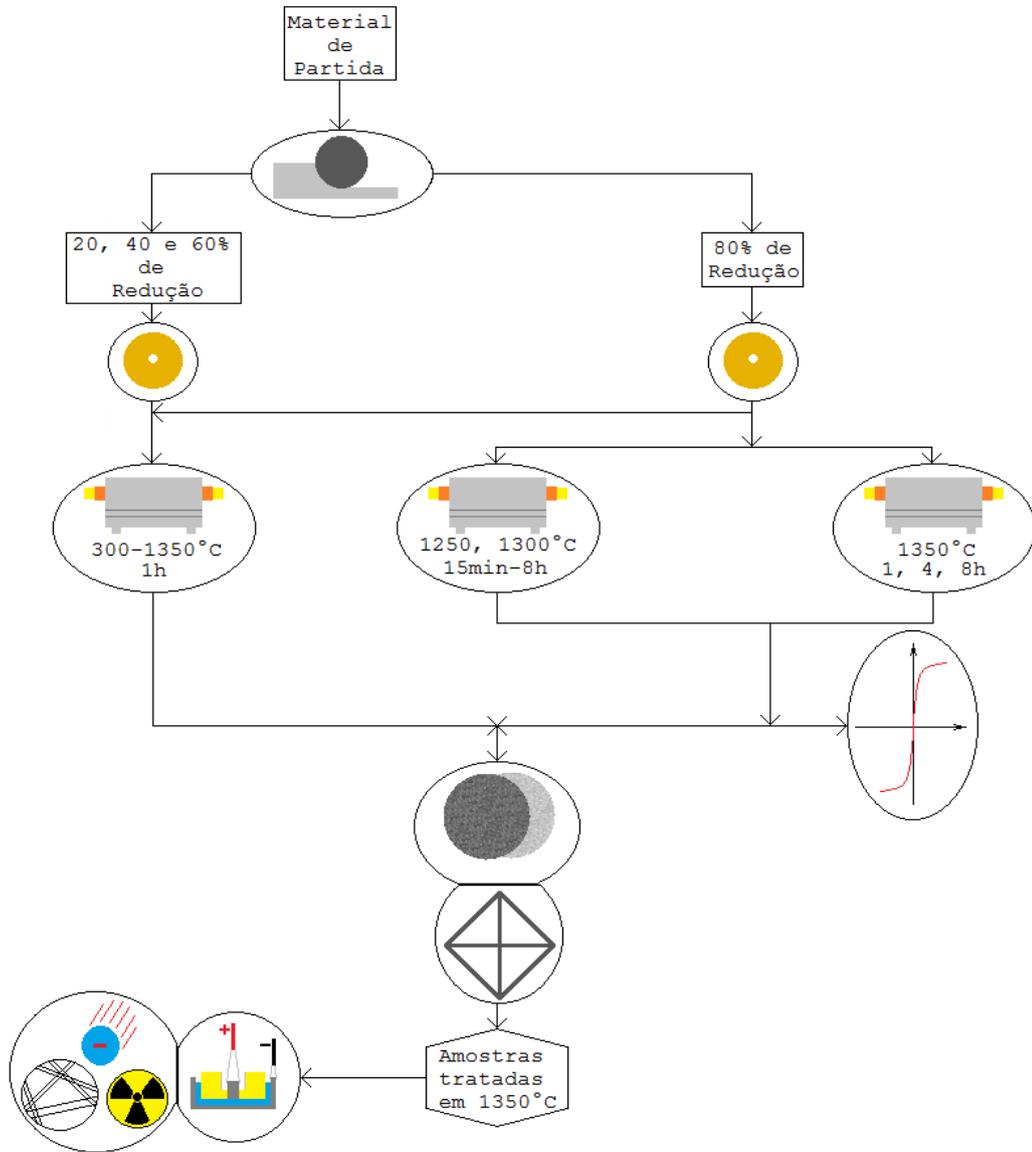
- Laminação a frio

Utilizando-se um laminador duo-reversível FEEN, o material foi reduzido em múltiplos passes até 80% de redução em espessura.

- Corte das amostras

Após a etapa de laminação a frio, amostras foram cortadas utilizando-se uma cortadeira de baixa velocidade ISOMET®.

Figura 22: Diagrama esquemático mostrando de forma simplificada as etapas experimentais para a obtenção dos resultados aqui apresentados.



Fonte: Autoria Própria.

- Tratamento térmico

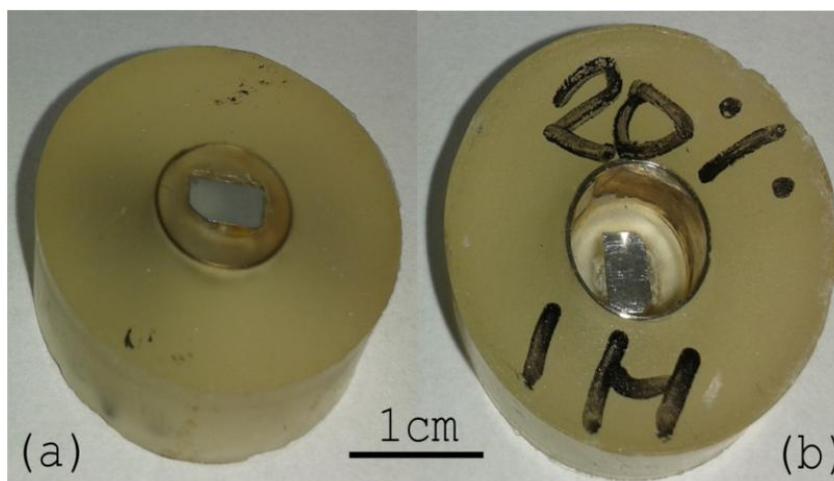
As amostras tratadas em temperaturas inferiores a 1350°C foram primeiramente encapsuladas sob vácuo em tubo de quartzo. Em seguida foram recozidas em fornos resistivos tubulares da marca Lindberg-Blue, instalados no DEMAR (EEL-USP). Após os tratamentos térmicos as amostras foram resfriadas ao ar.

As amostras tratadas em 1350°C foram recozidas em um forno resistivo Edmund Bühler GmbH - Modelo GLA3 que opera sob vácuo de  $1,0 \cdot 10^{-6}$  mbar. Este equipamento está instalado no MPIE (Max-Planck-Institut für Eisenforschung) em Düsseldorf, Alemanha. Durante os tratamentos térmicos as amostras ficaram em um cadinho de alumina. Juntamente com cada amostra, foi colocado outro cadinho de alumina contendo raspas de titânio. Devido às características do forno a vácuo, o resfriamento das amostras não pode ser feito ao ar. Neste caso, as amostras foram resfriadas lentamente, de acordo com a inércia térmica do forno. Para maior facilidade em referenciar estas amostras, esta condição de resfriamento será denominada de RL (Resfriamento Lento). Uma das amostras, deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h, foi resfriada lentamente até que fosse atingida a temperatura de 900°C. Após esta primeira etapa, foi injetado um fluxo de argônio no forno para se obter um resfriamento mais rápido. De modo semelhante ao caso anterior, esta condição de resfriamento será denominada de RR (Resfriamento Rápido).

- Preparação metalográfica

Após o tratamento térmico, as amostras foram embutidas em resina fenólica. As amostras tratadas em 1350°C foram embutidas em resina de cura a frio de modo a possibilitar o ataque eletroquímico das mesmas. A figura 23 mostra uma destas amostras embutidas. Nota-se pela figura que

Figura 23: Amostra embutida em resina de cura a frio para a realização dos ataques eletroquímicos. (a) parte superior da amostra, que foi preparada metalograficamente, (b) parte inferior da amostra. Montagem sugerida pelo mestrando Isnaldi Rodrigues de Sousa Filho<sup>1</sup>.



Fonte: Autoria Própria.

foi usado um anel metálico durante o embutimento de modo que, além da superfície a ser preparada metalograficamente, a superfície inferior da amostra ficasse exposta. Esta parte exposta foi utilizada para se fazer contato elétrico entre a fonte elétrica e a amostra propriamente dita.

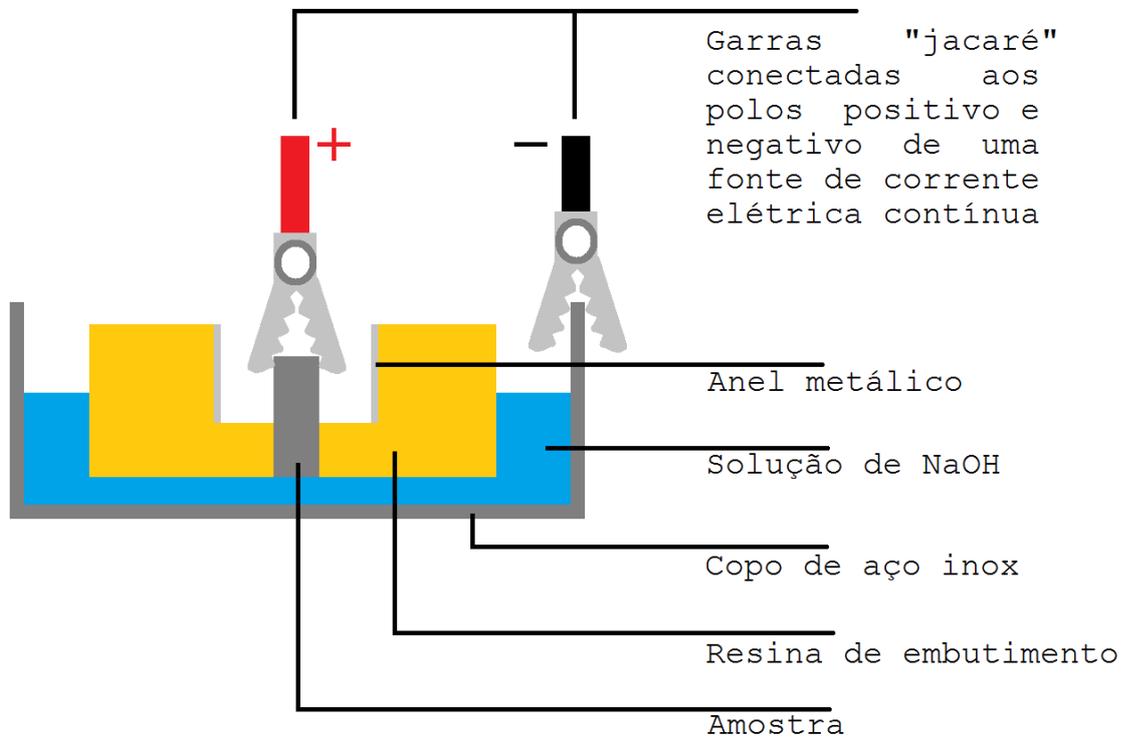
As amostras embutidas foram lixadas, utilizando-se a seguinte ordem granulométrica: #800; #1000; #1200; 2400#. Foram feitos polimentos com diamante, com granulometria de 3 $\mu$ m, utilizando-se pano MD-DAC, da Struers®. As amostras foram então polidas utilizando-se OP-U em pano OP-CHEM, também da Struers®.

Para o ataque eletroquímico foi utilizada uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) 10M. Esta solução foi colocada em um copo feito de aço inox, que serviu de catodo para a reação (pólo negativo). A amostra foi o anodo (pólo positivo). Foi utilizada uma fonte de corrente elétrica contínua com diferença de potencial ajustada em 3V. O ataque

---

<sup>1</sup> Comunicação verbal com o aluno de mestrado Isnaldi Rodrigues de Sousa Filho (EEL - USP).

Figura 24: Esquema ilustrativo mostrando procedimento adotado na realização dos ataques eletroquímicos.



Fonte: Autoria própria.

durou em torno de 30 a 40s [ASTM 2007a; ASTM 2007b]. Um esquema ilustrativo de como foi realizado o ataque eletroquímico é mostrado na figura 24. Em seguida, as amostras foram lavadas, para neutralização da base, limpas e secas [ASTM 2007a; ASTM 2007b].

Duas amostras tratadas em 1250 e 1300°C por 1h e resfriadas ao ar também foram atacadas quimicamente para revelar sua microestrutura. Este ataque foi por imersão no reagente Villela por cerca de 40s. A solução de ataque foi preparada usando-se: 1g de 2,4,6-trinitrofenol (ácido pícrico); 5ml de HCl e 95ml de etanol [PETZOW, 1976].

- Medidas magnéticas

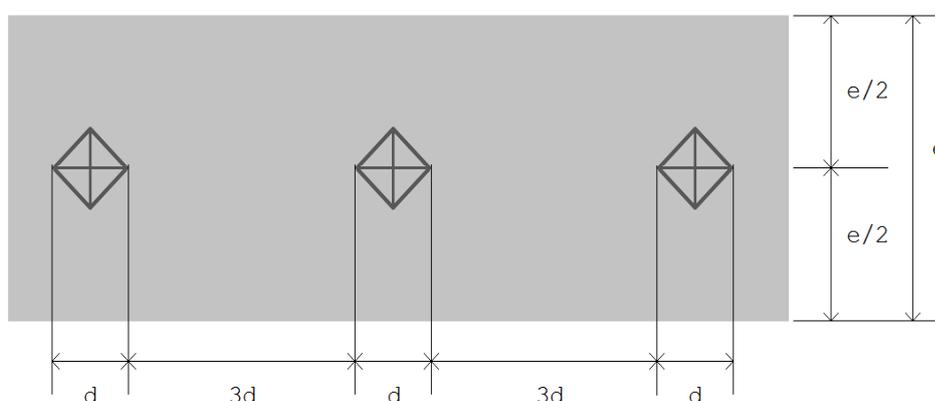
Para a caracterização das amostras tratadas em 1250, 1300 e 1350°C foi utilizado um magnetômetro de amostra

vibrante (VSM) da EG &G Princeton Applied Research, instalado no Instituto de Física da USP. Nestas medidas o campo magnético foi aplicado paralelamente à direção de laminação e seu máximo valor foi de 16 kOe. Os laços de histerese foram obtidos em temperatura ambiente utilizando-se as seguintes razões para variação do campo aplicado: 0,4kOe/min para  $|H| < 0,5\text{kOe}$ ; 1,8kOe/min para  $0,5\text{kOe} < |H| < 5\text{kOe}$  e 10kOe/min para  $5\text{kOe} < |H| < 16\text{kOe}$ . Utilizando-se este protocolo o campo coercivo foi obtido, a partir dos laços histerese, com uma precisão de  $\pm 5$  Oe.

- Dureza

Estas análises foram feitas utilizando-se um microdurômetro da Buehler. A carga utilizada foi de 200gf por 30s. Foram feitas ao menos 10 identações por amostra, para fins estatísticos. Estas identações foram feitas em uma linha reta paralela à direção de laminação no centro da amostra. Para que a deformação causada por uma identação não interferisse na próxima, foi deixado um espaço igual ou maior a três vezes o tamanho de uma identação. Também foi deixado um espaço em relação às bordas da amostra. A figura 25 ilustra esquematicamente este processo.

Figura 25: Esquema ilustrativo mostrando posicionamento das identações feitas nos testes de dureza.



Fonte: Autoria própria

- MEV

Para a caracterização das amostras via MEV foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura Leo 1450-VP. O microscópio foi ajustado com aceleração de 20kV e distância de trabalho igual a 7mm para a obtenção de imagens e igual a 15mm para as análises de EDS. Todas as imagens obtidas com este microscópio foram feitas no modo de elétrons retroespalhados (BSE).

Foram também obtidas imagens de MEV e resultados de EDS com um microscópio Jeol 6500F, instalado no MPIE. Para a obtenção destas imagens foi utilizada uma aceleração eletrônica de 15kV e uma distância de trabalho de 9mm. Neste caso, foram obtidas imagens de elétrons secundários (SE).

- EBSD

As análises de EBSD das amostras tratadas em 1350°C por 1 e 8h com RL foram feitas utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura CamScan4 acoplado a um sistema de EBSD da TSL, instalado no MPIE. Para estas análises foram utilizados os seguintes parâmetros: distância de trabalho de 25mm e "step size" de 2µm.

A amostra tratada em 1350°C por 1h com RR também foi mapeada por EBSD utilizando-se o microscópio Jeol 6500F, instalado no MPIE. Os parâmetros utilizados neste mapeamento foram: distância de trabalho de 17mm e "step size" de 0,5µm.

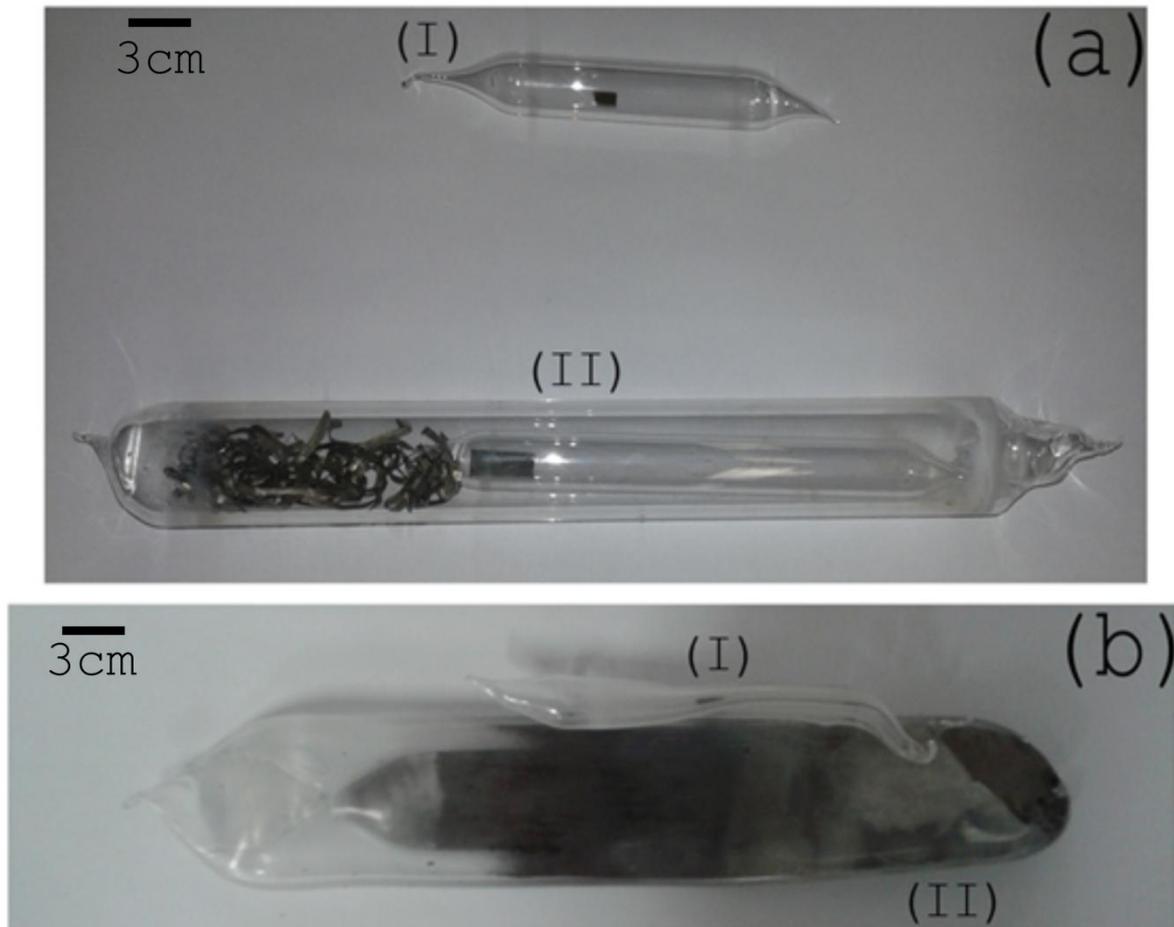
Os dados de EBSD foram analisados com o software da TSL versão 7.1.

## 4 Resultados e discussão

### 4.1. Considerações iniciais

É importante serem mencionadas algumas dificuldades experimentais enfrentadas com relação aos tratamentos térmicos em 1350°C. O forno Lindberg-Blue (DEMAR) é bem estável na temperatura de 1350°C. Entretanto, o encapsulamento das amostras em tubo de quartzo, sob vácuo, não é uma boa opção para os tratamentos nesta temperatura, como explicado a seguir. A figura 26 (a) mostra dois tipos de encapsulamento em tubos de quartzo: (I) encapsulamento simples; (II) encapsulamento duplo. O encapsulamento simples consiste em uma cápsula pequena a vácuo com a amostra em seu interior. Este encapsulamento foi o empregado para todas as amostras tratadas em temperaturas inferiores a 1350°C. Para se fazer o encapsulamento duplo, se coloca uma amostra já encapsulada pelo encapsulamento simples em um tubo de quartzo de maior diâmetro juntamente com cavacos de titânio. A segunda cápsula também é selada a vácuo. O titânio se oxida preferencialmente em relação à amostra e, com isto, ajuda em sua preservação em uma eventual exposição ao oxigênio. A figura 26 (b) mostra as mesmas amostras após um tratamento térmico de 4h em 1350°C utilizando-se o forno Lindberg-Blue (DEMAR). Nota-se que, em ambos os tipos de encapsulamento, a alta temperatura amoleceu o quartzo que, devido ao vácuo em seu interior, colapsou. Pelo estado severamente oxidado em que estava o titânio do encapsulamento duplo conclui-se que, mesmo neste caso, houve contaminação com oxigênio.

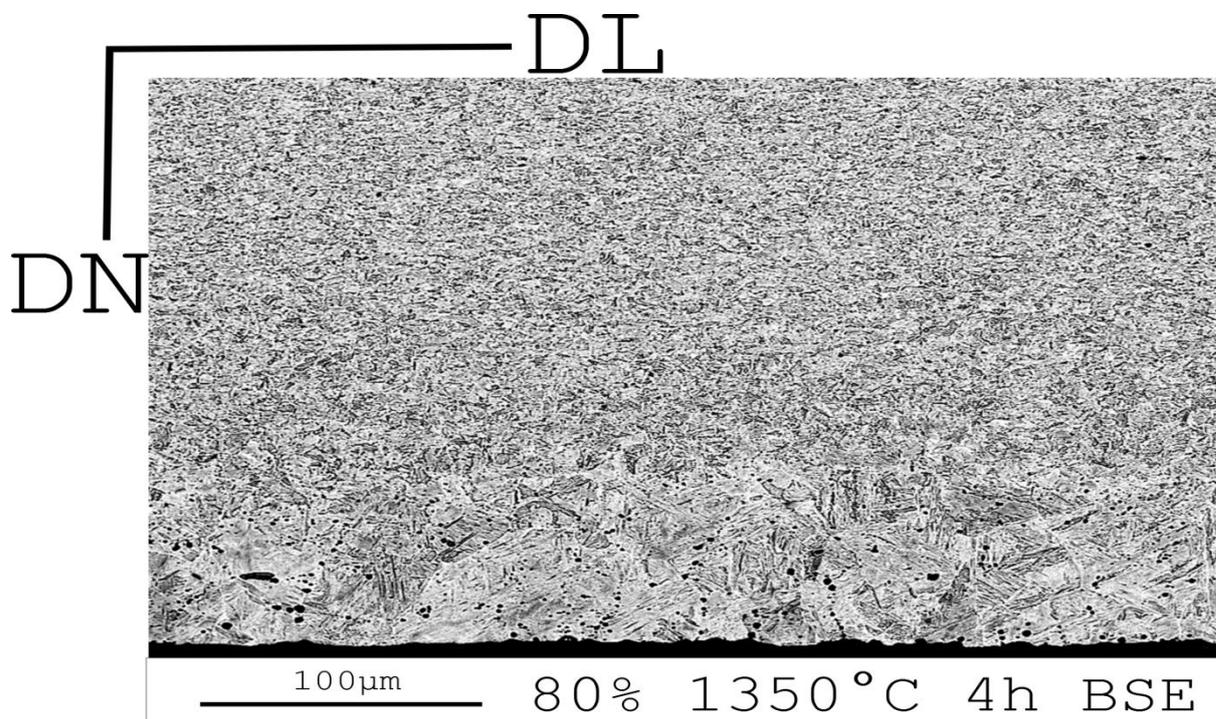
Figura 26: Amostras sob: (I) encapsulamento simples; (II) encapsulamento duplo. Estas amostras são apresentadas em seus estados: (a) antes do tratamento térmico; (b) depois do tratamento térmico em 1350°C por 4h no forno Lindberg-Blue (DEMAR).



Fonte: Autoria própria.

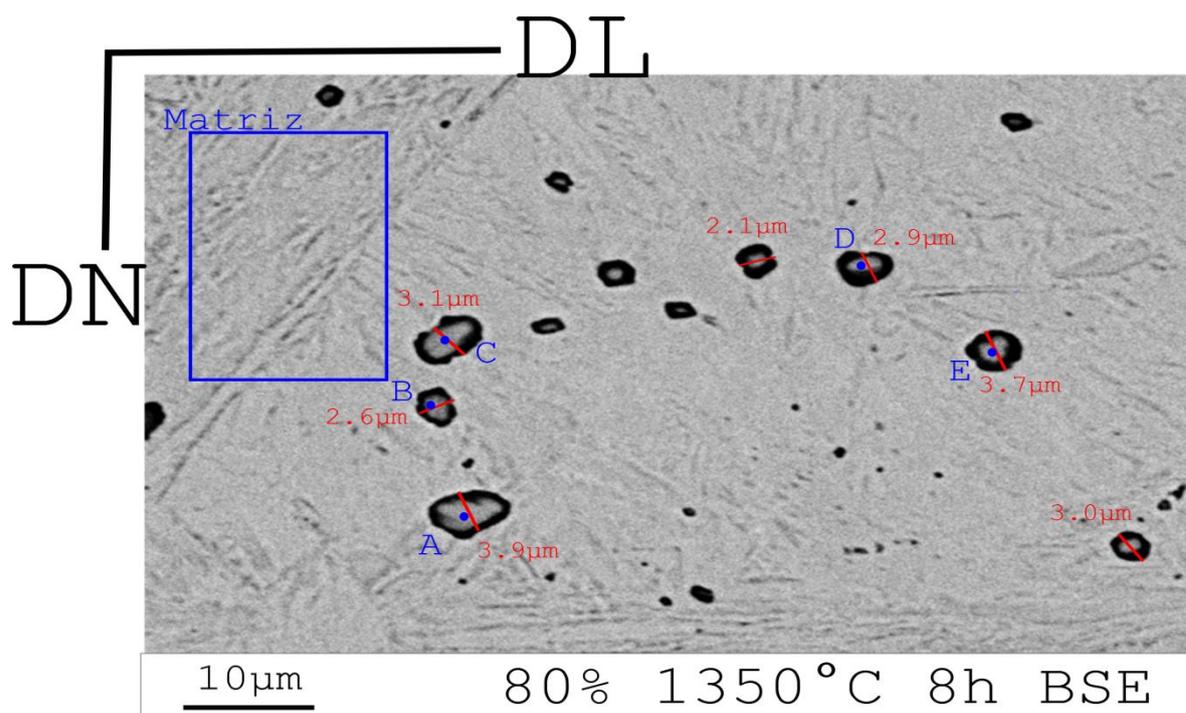
A amostra encapsulada no modo duplo, mostrada na figura 26, tem dimensões de 1cm x 3cm x e, onde "e" é a espessura da amostra deformada de 80%. A maior dimensão da amostra é paralela à direção de laminação (DL). Após o tratamento térmico, esta amostra foi cortada na metade, no sentido longitudinal, com a face de corte paralela ao plano DLxDN. Uma imagem desta face da amostra é mostrada na figura 27. Nesta imagem a parte inferior corresponde à superfície da amostra. A partir desta imagem podemos observar que a microestrutura próxima à superfície da amostra é

Figura 27: Imagem de MEV obtida de amostra tratada em 1350°C por 4h sob encapsulamento duplo em forno Lindberg-Blue (DEMAR).



Fonte: Autoria própria

Figura 28: Imagem de MEV obtida de amostra tratada em 1350°C por 8h sob encapsulamento duplo em forno Lindberg-Blue (DEMAR).



Fonte: Autoria própria.

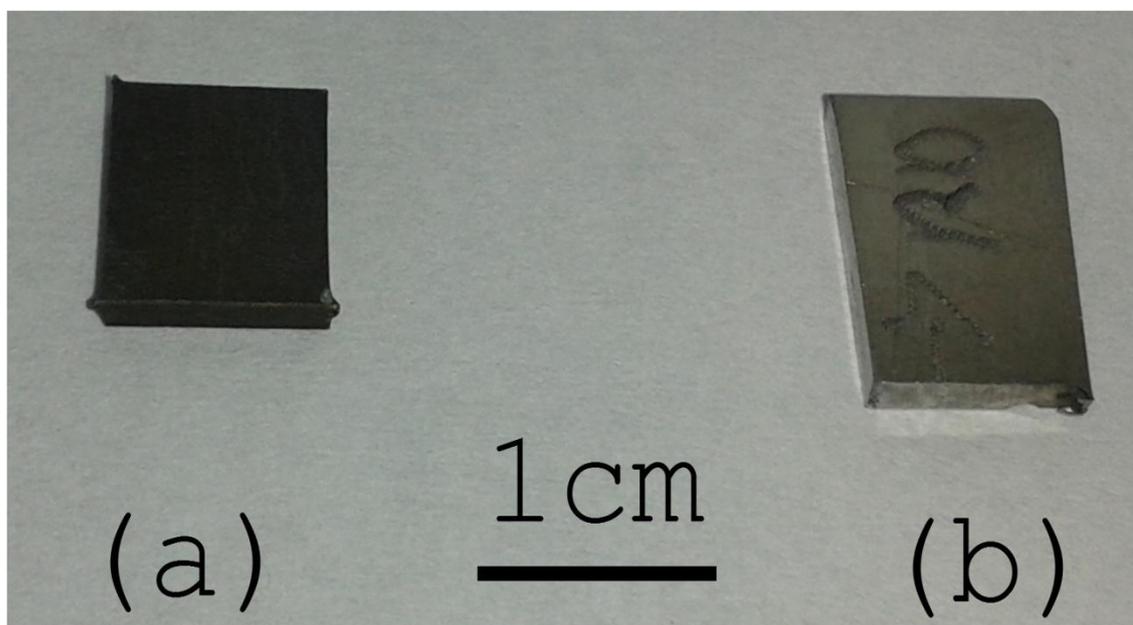
substancialmente diferente da microestrutura no interior da mesma. Além disto, na região superficial da amostra foram visualizadas partículas com elevadas concentrações de ítrio (Y), silício (Si) e oxigênio (O). A figura 28 mostra uma imagem da face DLxDN de uma amostra tratada em 1350°C por 8h no forno Lindberg-Blue (DEMAR) também com encapsulamento duplo em tubo de quartzo. Neste caso, as partículas na superfície são maiores e em maior número em comparação à amostra tratada em 4h. Algumas destas partículas (diâmetro em torno de 3µm) e uma região da matriz foram analisadas por EDS. Nestas análises foram considerados presentes os seguintes elementos: Al, Cr, Fe, Mn, O, Si, Ta, V, W e Y. Para simplificar os resultados, apenas as concentrações de Y, Si e O são apresentadas na tabela 2. A partir desta tabela é evidenciado o elevado teor de O, Si e Y nestas partículas em comparação com a matriz. Portanto, mesmo com o encapsulamento duplo com cavacos de Ti, as amostras tratadas em 1350°C no forno Lindberg-Blue (DEMAR) ainda sofreram oxidação. Por este motivo, os tratamentos térmicos em 1350°C foram efetuados em forno a vácuo (MPIE).

Tabela 2: Concentrações de Y, Si e O (em % mássico) obtidas por EDS das regiões destacadas em azul na figura 28.

Região\Elementos	Y	Si	O
A	39.94	10.96	24.94
B	31.12	10.32	25.00
C	40.48	11.07	26.74
D	35.57	10.39	22.33
E	39.75	10.32	22.82
Matriz	0.34	0	0.51

Fonte: Autoria própria

Figura 29: Amostras deformadas de 80% e tratadas termicamente por 1h em 1350°C: (a) sob encapsulamento duplo em forno Lindberg-Blue; (b) sob vácuo em forno Edmund Bühler GmbH.



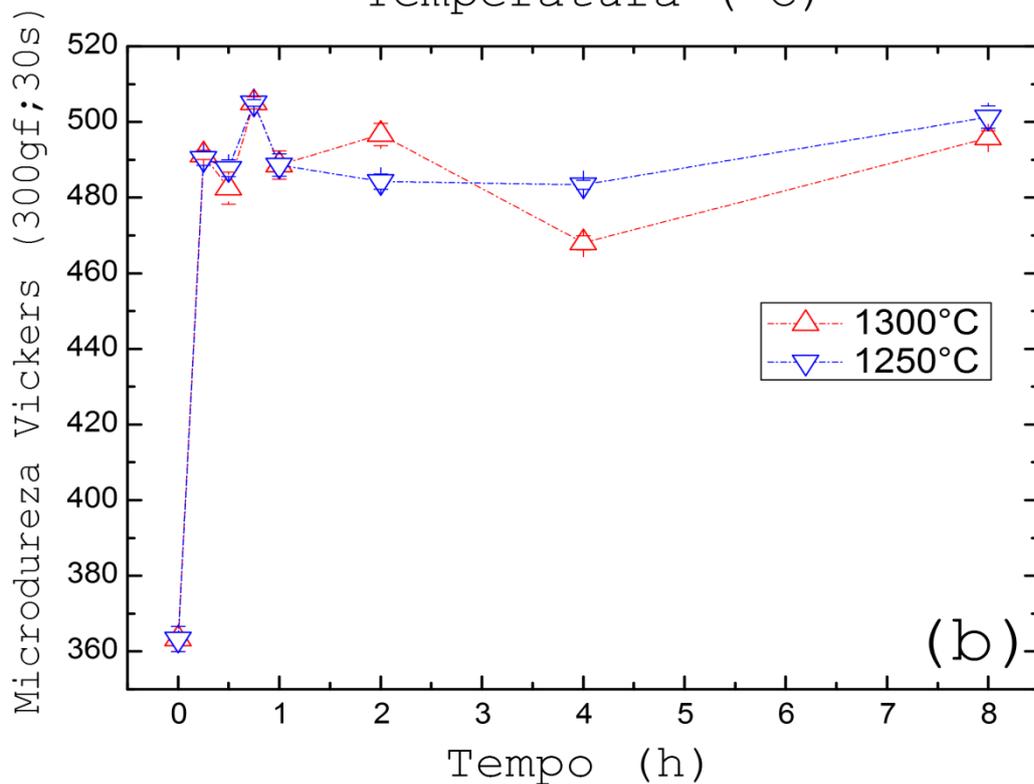
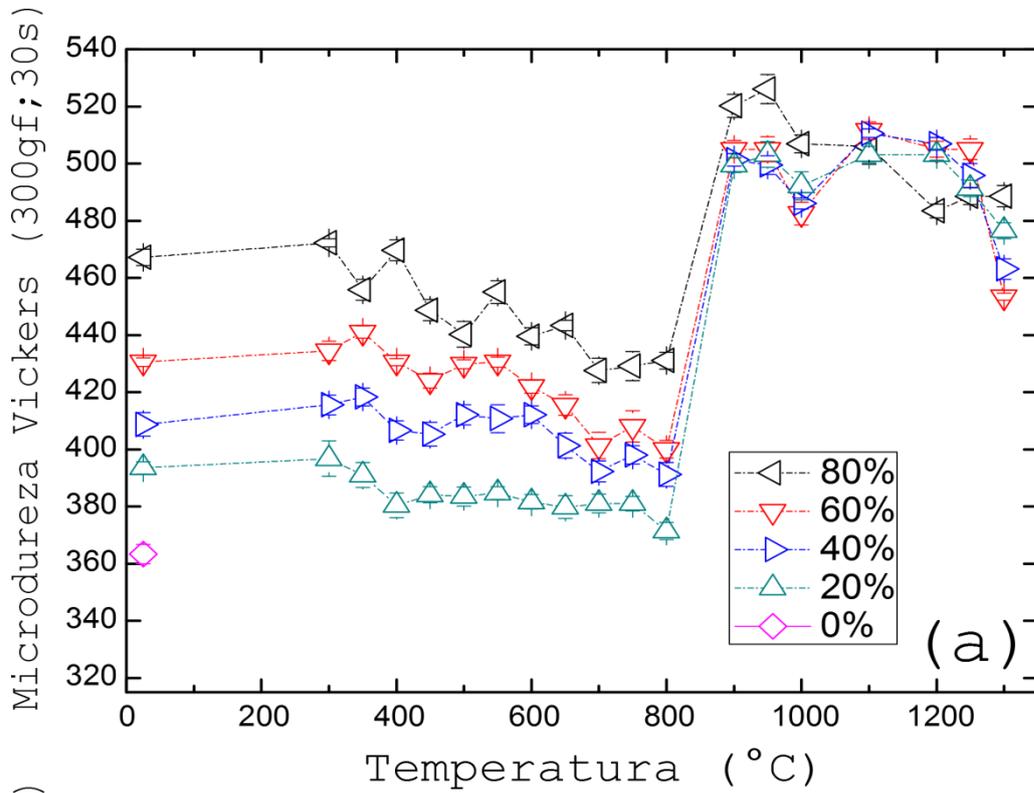
Fonte: Autoria própria

A figura 29 mostra uma comparação entre duas amostras deformadas de 80% e tratadas em 1350°C por 1h. A amostra (a) foi tratada utilizando-se o encapsulamento duplo, no forno Lindberg-Blue (DEMAR), enquanto que a amostra (b) foi tratada em forno a vácuo (MPIE). Nenhuma destas amostras foi preparada metalograficamente ou sofreu qualquer tipo de limpeza após o tratamento térmico. Nota-se que a amostra tratada em encapsulamento duplo foi severamente oxidada em relação à amostra tratada em forno a vácuo.

#### 4.2. Dureza

A figura 30 (a) mostra um primeiro gráfico exploratório da variação da dureza do aço inoxidável ODS Eurofer laminado, com reduções de 20, 40, 60 e 80% de redução na espessura, em função da temperatura de recozimento, que variou entre 300 e 1300°C. É importante lembrar que, após

Figura 30: (a) Curvas de dureza de amostras laminadas de 20, 40, 60 e 80% em função da temperatura de tratamento térmico. Também foi representada a dureza do material em sua condição inicial não deformada (0%). (b) Curvas de dureza em função do tempo de recozimento, em 1250 e 1300°C, de amostras laminadas de 80% na espessura.



Fonte: Autoria própria

todos estes tratamentos térmicos, o resfriamento das amostras se deu ao ar. Os valores de dureza das amostras tratadas em 1350°C, cujo resfriamento foi mais lento, será mostrado separadamente.

De volta à figura 30 (a), independentemente do grau de redução, nota-se um pequeno decréscimo no valor de dureza para recozimentos efetuados em temperaturas de até 800°C. Isto está de acordo com o observado por Renzetti et al. [2011] para o mesmo material, com 80% de redução na espessura. Este comportamento está relacionado à presença de pequenas partículas de ítria, que se encontram dispersas por todo o material. Estas partículas atuam como barreiras na movimentação dos contornos de alto ângulo (Zener pinning) e, devido a isto, impedem a recristalização do material a baixas temperaturas, ocorrendo preferencialmente recuperação [RENZETTI et al., 2011; SANDIM et al., 2010; RENZETTI, 2009]. Segundo a literatura, o aço ODS Eurofer investigado neste trabalho não se recristaliza mesmo deformado de 80% e recozido em 800°C por 4320h (6 meses) [ZILNYK, 2014]. Para temperaturas acima de 800°C ocorre um brusco aumento no valor da dureza do material. Isto é devido à transformação martensítica que ocorre durante o resfriamento ao ar do material, a qual induz elevada concentração de discordâncias no mesmo [RENZETTI et al., 2012; 2011; RENZETTI, 2009].

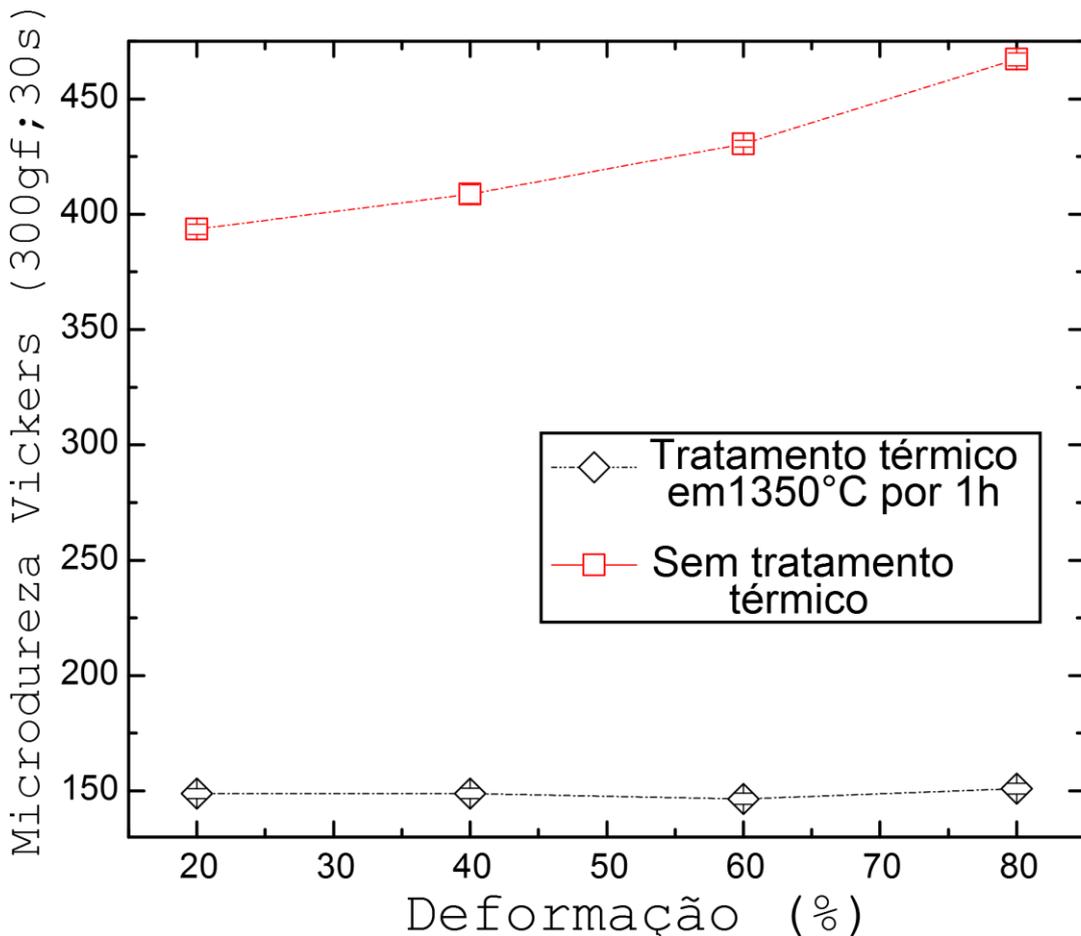
Ainda a partir da figura 30 (a), para a faixa de temperaturas entre 850°C e 1300°C observa-se uma tendência de queda na dureza em elevadas temperaturas de recozimento. Esta tendência de queda da dureza em 1300°C pode ser atribuída ao engrossamento das partículas de ítria. De fato, no item 4.4. serão mostradas evidências disto no material recozido em 1350°C.

Na figura 30 (b) são mostrados os valores de dureza para o material com 80% de redução, recozido em 1250 e 1300°C por diversos tempos até 8h. Observa-se nesta figura que não

houve variação significativa de dureza em função do tempo de tratamento térmico em 1250 e 1300°C.

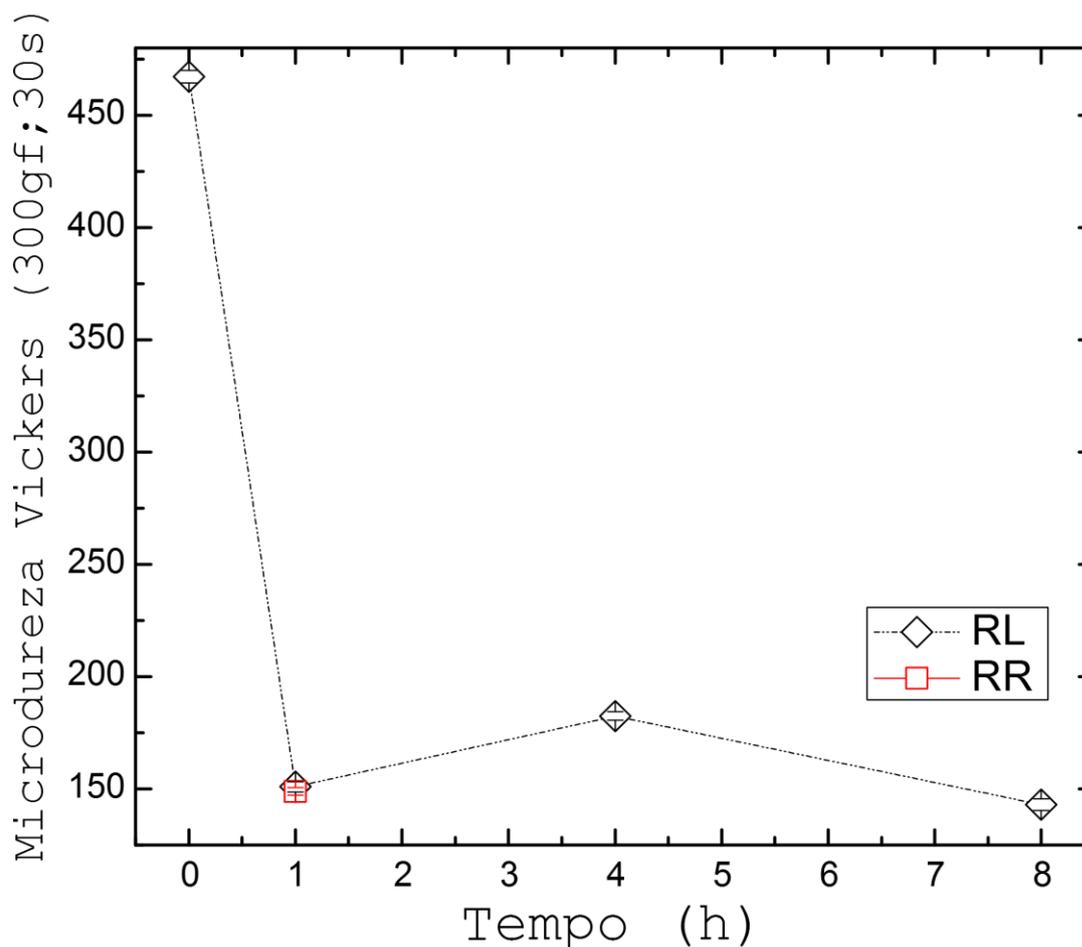
Devido às dificuldades experimentais já discutidas, as amostras tratadas em 1350°C não puderam ser resfriadas ao ar, mas sim pelo resfriamento natural do forno a vácuo. Este resfriamento lento fez com que não ocorresse transformação martensítica no material, que se tornou ferrítico, vide itens 4.4 e 4.5. Devido a esta diferença estrutural, os resultados obtidos para as amostras tratadas em 1350°C foram representados separadamente, nas figuras 31 e 32.

Figura 31: Dureza de amostras sem tratamento térmico e tratadas em 1350°C por 1h (condição RL) em função da deformação por laminação.



Fonte: Autoria própria.

Figura 32: Dureza de amostras laminadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C em função do tempo de tratamento.



Fonte: Autoria própria

A figura 31 mostra as durezas das amostras laminadas de 20, 40, 60 e 80% da espessura sem tratamento térmico e tratadas termicamente em 1350°C por 1h. A partir desta figura, observa-se um notável amolecimento do material recozido em 1350°C por 1h, independentemente do grau de deformação.

Para a redução de 80%, a figura 32 mostra o comportamento da dureza para o material deformado e recozido em 1350°C por 1, 4 e 8h (condição RL). No mesmo gráfico é mostrado também o valor da dureza para o material recozido em 1350°C por 1h na condição RR. A partir deste gráfico, observa-se que também não há variação significativa da dureza quando se varia o tempo de recozimento em 1350°C de 1 para 8h. Outro

ponto importante é que a dureza do material recozido em 1350°C por 1h é essencialmente a mesma para ambas as condições de resfriamento do material no forno a vácuo (RL e RR). Ou seja, mesmo a condição de resfriamento mais rápida, no forno a vácuo, (RR) não evitou a formação da matriz ferrítica no material, conforme será mostrado no item 4.4.

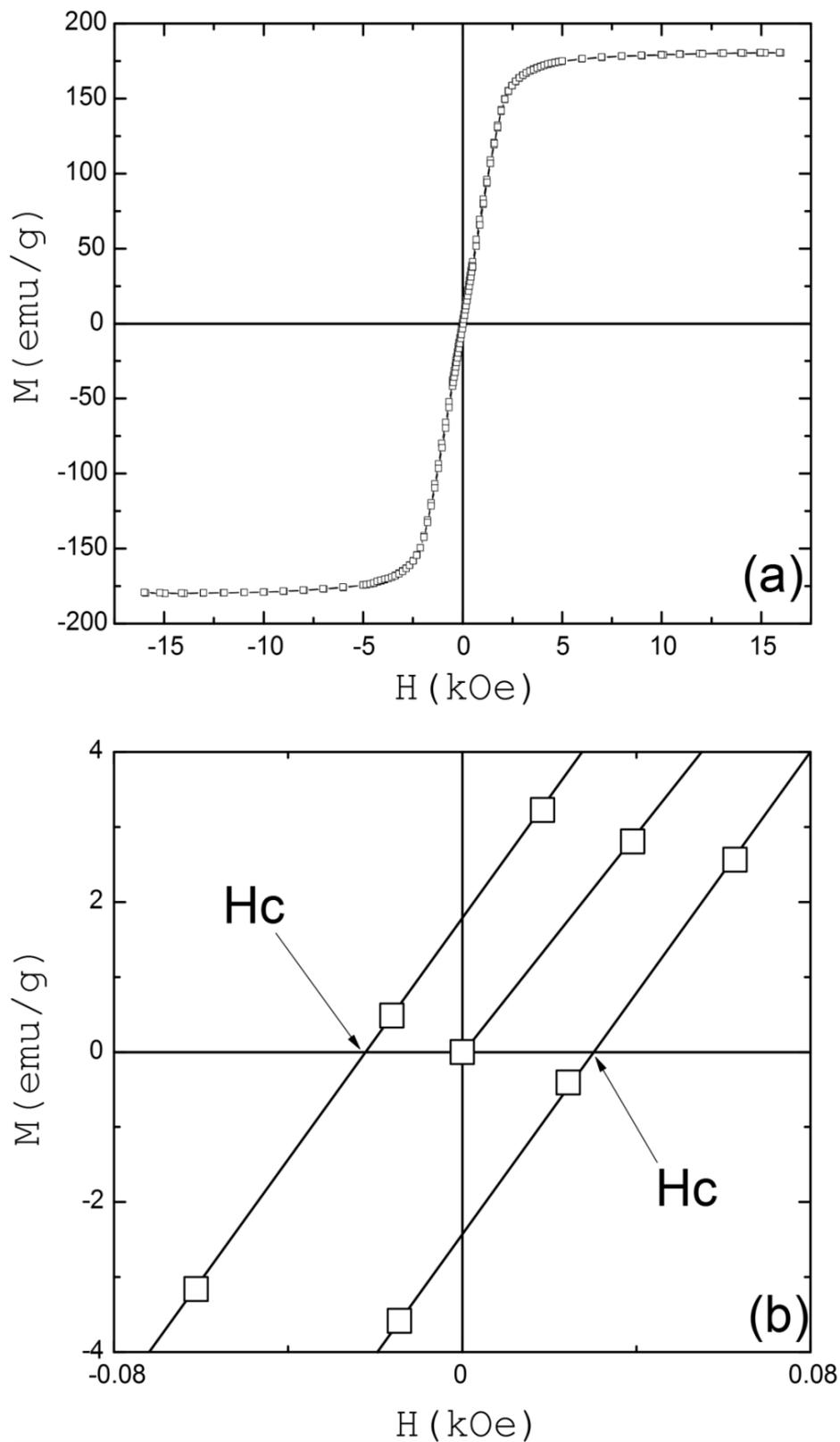
O pronunciado amolecimento do aço ODS Eurofer recozido em 1350°C mostrado nas figuras 31 e 32 pode ser atribuído ao engrossamento das partículas de ítria e também à formação de ferrita, mais macia que a estrutura martensítica.

### 4.3. Propriedades magnéticas

A figura 33 (a) ilustra um laço de histerese típico obtido para uma das amostras investigadas. Uma ampliação da parte central deste laço é mostrada na figura 33 (b). Nesta figura, além da curva de magnetização inicial, são também visíveis os valores de campo coercivo à esquerda e à direita da origem. A média aritmética do valor absoluto destes foi tomada como sendo o valor do campo coercivo da amostra. Seguindo-se este procedimento para as demais curvas de magnetização, foram obtidos os valores de  $H_c$  para amostras representativas neste trabalho.

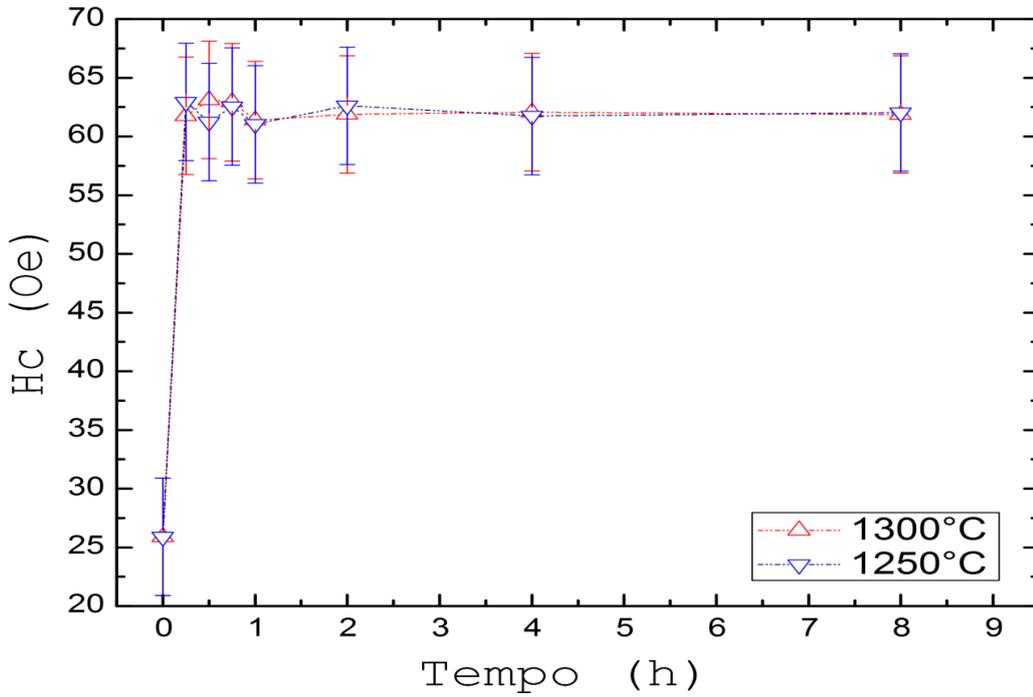
A figura 34 mostra os valores de  $H_c$  para as amostras com 80% de redução e recozidas em 1250 e 1300°C por diversos tempos até 8h. Na mesma figura também é mostrado o valor de  $H_c$  para a amostra deformada de 80% sem recozimento. A partir desta figura nota-se que os valores de  $H_c$  para estas duas temperaturas de recozimento são similares e bem acima do valor encontrado para a amostra sem recozimento. O aumento do valor de  $H_c$  das amostras recozidas em 1250°C e 1300°C deve-se ao aumento da densidade de discordâncias e interfaces no material devido à transformação martensítica.

Figura 33: (a) laço de histerese obtido para a amostra deformada de 80% sem tratamento térmico; (b) ampliação da região central do laço de histerese ilustrado na figura 33 (a).



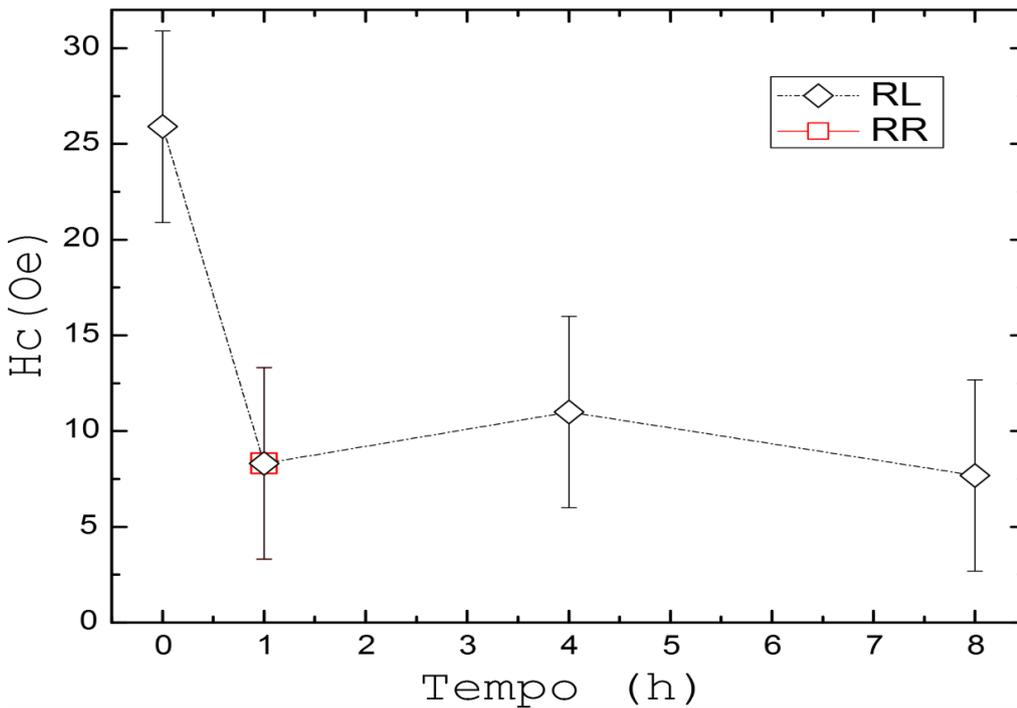
Fonte: Autoria própria.

Figura 34: Campo coercivo ( $H_c$ ) de amostras laminadas de 80% e tratadas termicamente em 1250 e 1300°C em função do tempo de tratamento no forno Lindberg-Blue (DEMAR).



Fonte: Autoria própria.

Figura 35: Campo coercivo ( $H_c$ ) de amostras laminadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C em função do tempo de tratamento em forno a vácuo (MPIE).



Fonte: Autoria própria

A figura 35 mostra os valores de  $H_c$  para as amostras recozidas em  $1350^\circ\text{C}$  em forno a vácuo (MPIE), para ambas as condições de resfriamento (RL e RR). Neste caso, a estrutura resultante é ferrítica (vide itens 4.4. e 4.5.). Por causa disto, o campo coercivo das amostras recozidas é ainda menor do que o  $H_c$  observado para a condição sem recozimento.

A partir da comparação das figuras 30 (b) e 34, assim como a comparação das figuras 32 e 35 nota-se que o comportamento de  $H_c$  segue a mesma tendência que o comportamento da dureza do material.

#### 4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

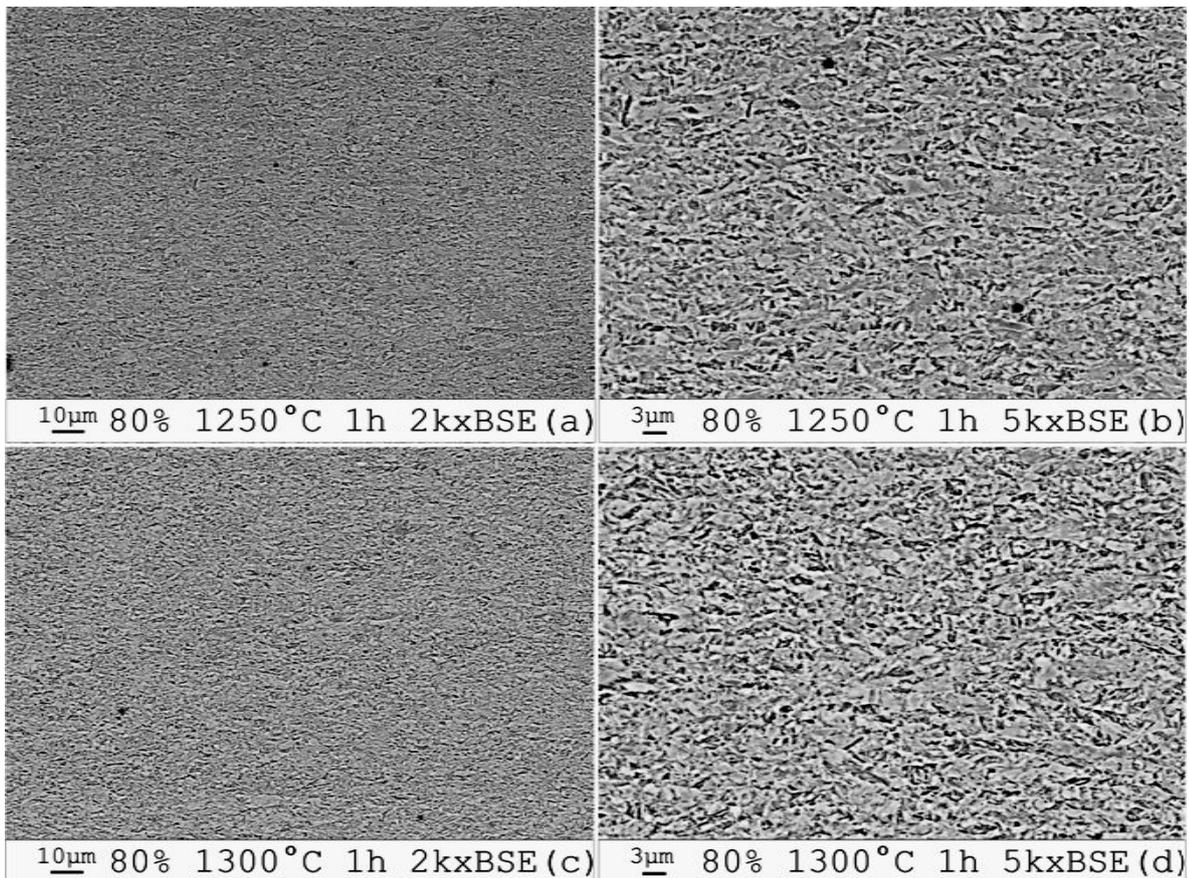
Para um melhor entendimento das transformações microestruturais ocorridas durante os tratamentos térmicos do aço ODS Eurofer recozido em elevadas temperaturas, neste item são mostrados resultados obtidos via MEV.

Na figura 36 são mostradas imagens das amostras do aço ODS Eurofer (redução de 80%) recozidas em  $1250^\circ\text{C}$  e  $1300^\circ\text{C}$  por 1h com resfriamento ao ar. A partir destas figuras se observa que as microestruturas resultantes para ambas as condições de tratamento térmico se assemelham à microestrutura martensítica reportada por Renzetti et al. [2011] para o mesmo material recozido em temperaturas acima de  $800^\circ\text{C}$  e resfriado ao ar.

A figura 37 mostra imagens das amostras tratadas em  $1350^\circ\text{C}$  por 1h, variando-se a deformação por laminação. A partir desta figura nota-se que, neste caso, a microestrutura resultante é ferrítica consistindo de grãos aproximadamente equiaxiais. Aqui se deve lembrar que as amostras recozidas em  $1350^\circ\text{C}$  não foram resfriadas ao ar, mas de acordo com as condições de resfriamento RL e RR descritas no item 3. Quando se compara as micrografias ilustradas na figura 37, pode-se notar pouca diferença entre elas, o que corrobora com os resultados de dureza (vide figura 31).

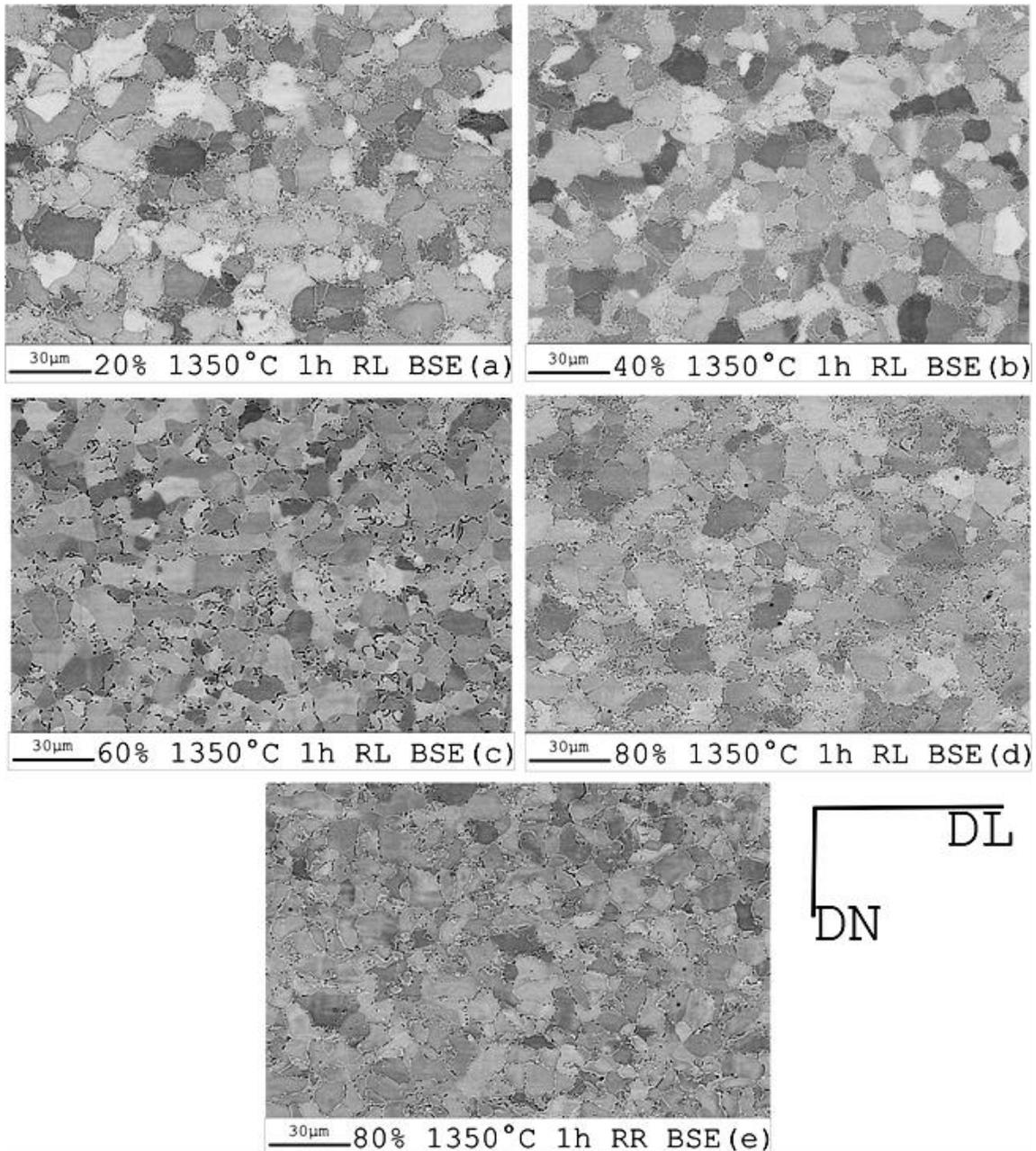
A figura 38 também mostra as imagens do material (80% de redução) recozido em 1350°C por 1h, para ambas as condições de resfriamento RL e RR. Como estas microestruturas são muito semelhantes, pode-se concluir que o resfriamento mais rápido com fluxo de argônio (RR) não foi rápido o suficiente para a formação de uma matriz martensítica no material. De fato, tanto a dureza como o campo coercivo destas amostras são praticamente idênticos (vide figuras 32 e 35).

Figura 36: Imagens de BSE da amostra tratada termicamente por 1h em: 1250°C com ampliação de (a) 2000 vezes e (b) 5000 vezes; 1300°C ampliação de (c) 2000 vezes e (d) 5000 vezes.



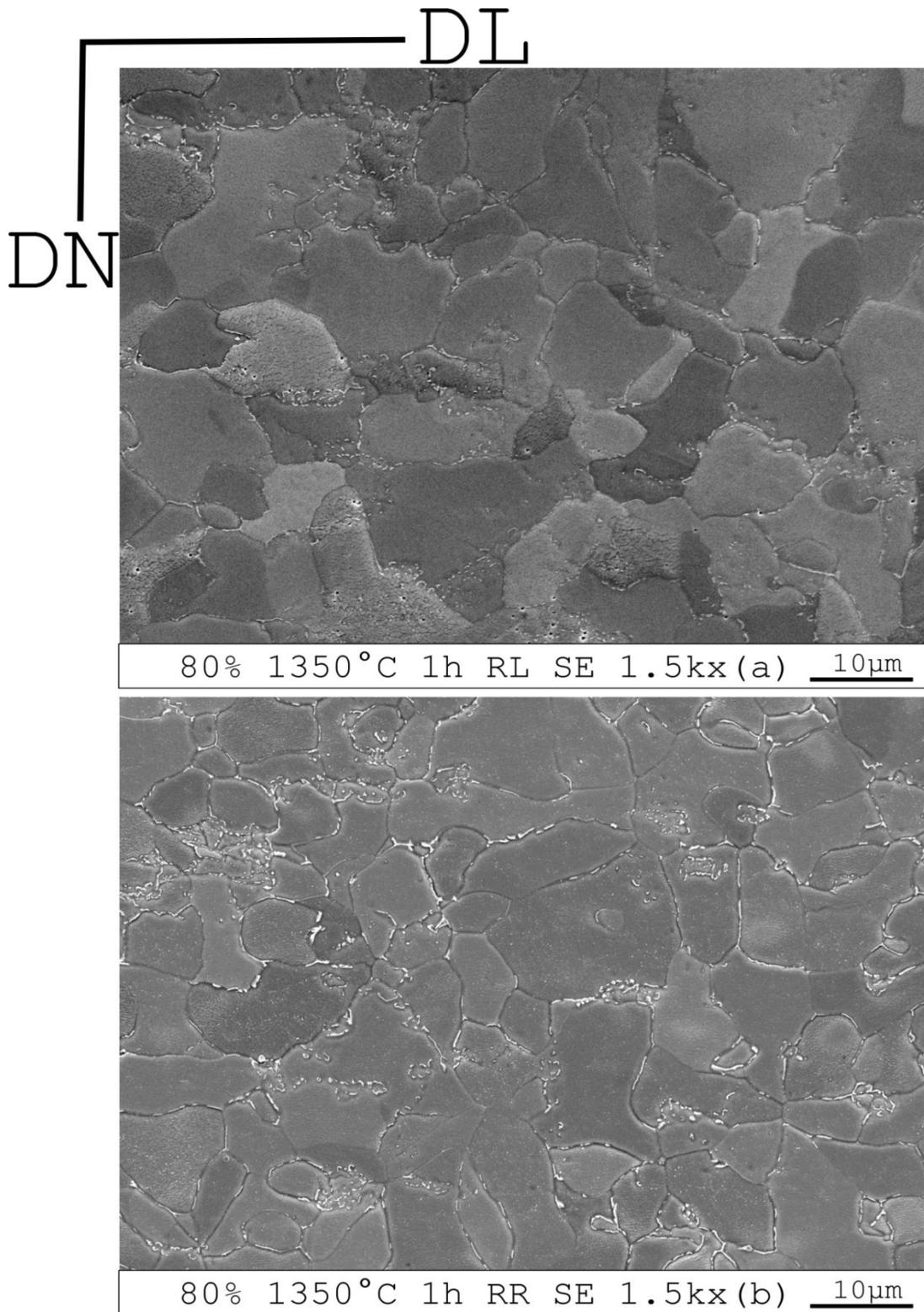
Fonte: Autoria própria

Figura 37: Imagens de BSE obtidas das amostras tratadas em 1350°C por 1h e resfriadas lentamente (RL) deformadas de: (a) 20, (b) 40, (c) 60 e (d) 80% da espessura. A imagem (e) foi obtida a partir da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h que foi resfriada mais rapidamente com um fluxo de argônio (RR). Todas as imagens foram obtidas no centro das amostras, longe de suas bordas.



Fonte: Autoria própria

Figura 38: Imagens de SE obtidas com microscópio Jeol 6500F das amostras tratadas em 1350°C por 1h seguido de resfriamento: (a) lento (RL); (b) rápido (RR).



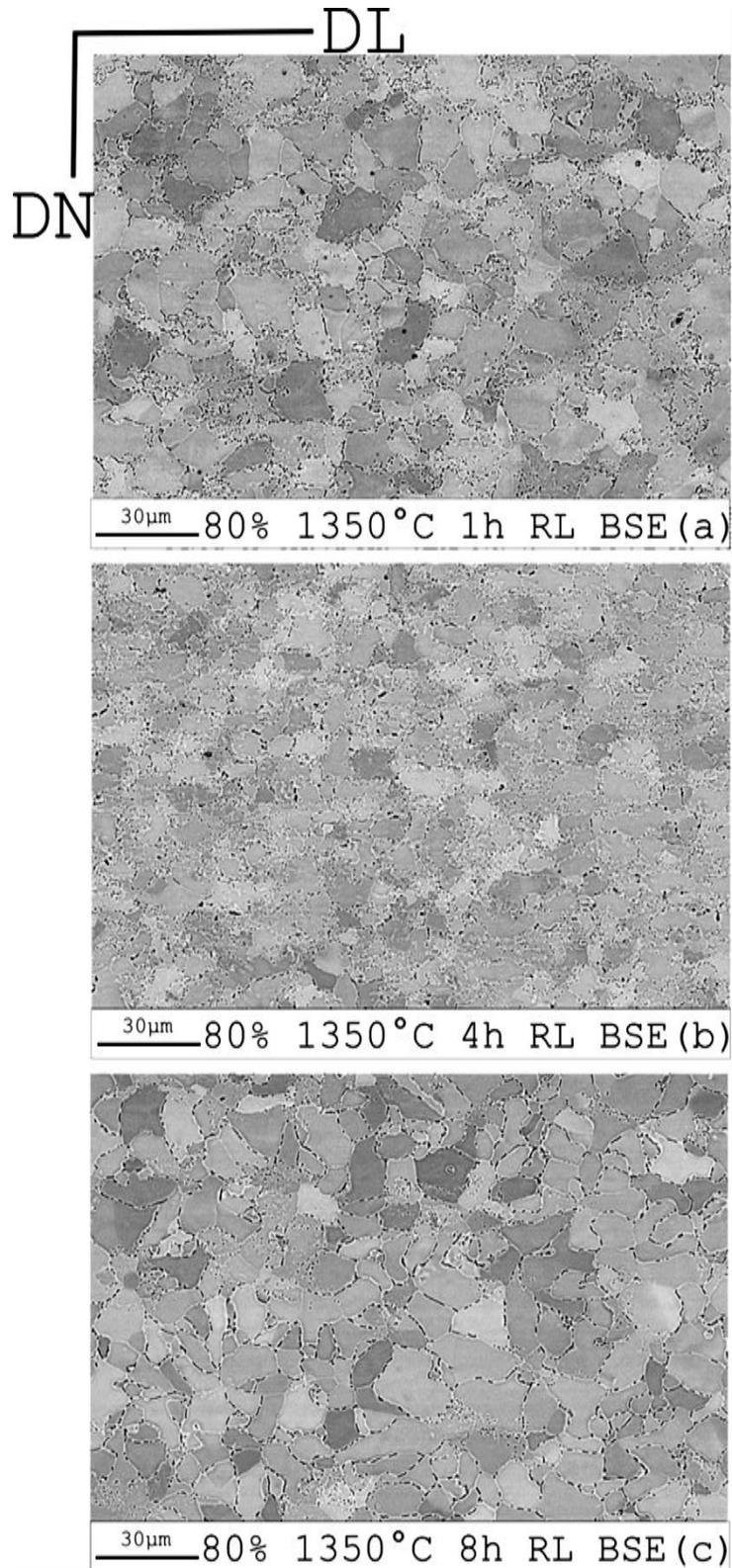
Fonte: Autoria própria

A figura 39 mostra as micrografias do material com redução de 80% na espessura, recozido em 1350°C por 1, 4 e 8h. Neste caso, é interessante observar que a microestrutura da amostra recozida por 4h é ligeiramente mais fina que as recozidas em 1 e 8h. Isto corrobora com o fato de a dureza desta amostra ser ligeiramente maior do que as outras, como pode ser visualizado na figura 32. A razão para este comportamento não é clara até o presente momento.

De volta à figura 38 deve-se observar que as imagens mostradas nesta figura foram obtidas com um microscópio JEOL 6500F (MPIE), de melhor poder de resolução em relação ao microscópio LEO 1450-VP (DEMAR). Nestas imagens pode-se observar que, além de partículas que decoram os contornos dos grãos, existem também pequenas partículas no interior dos grãos. Grande parte das partículas maiores que decoram os contornos dos grãos devem ser do tipo  $M_{23}C_6$ , onde  $M = Cr, Fe$ .

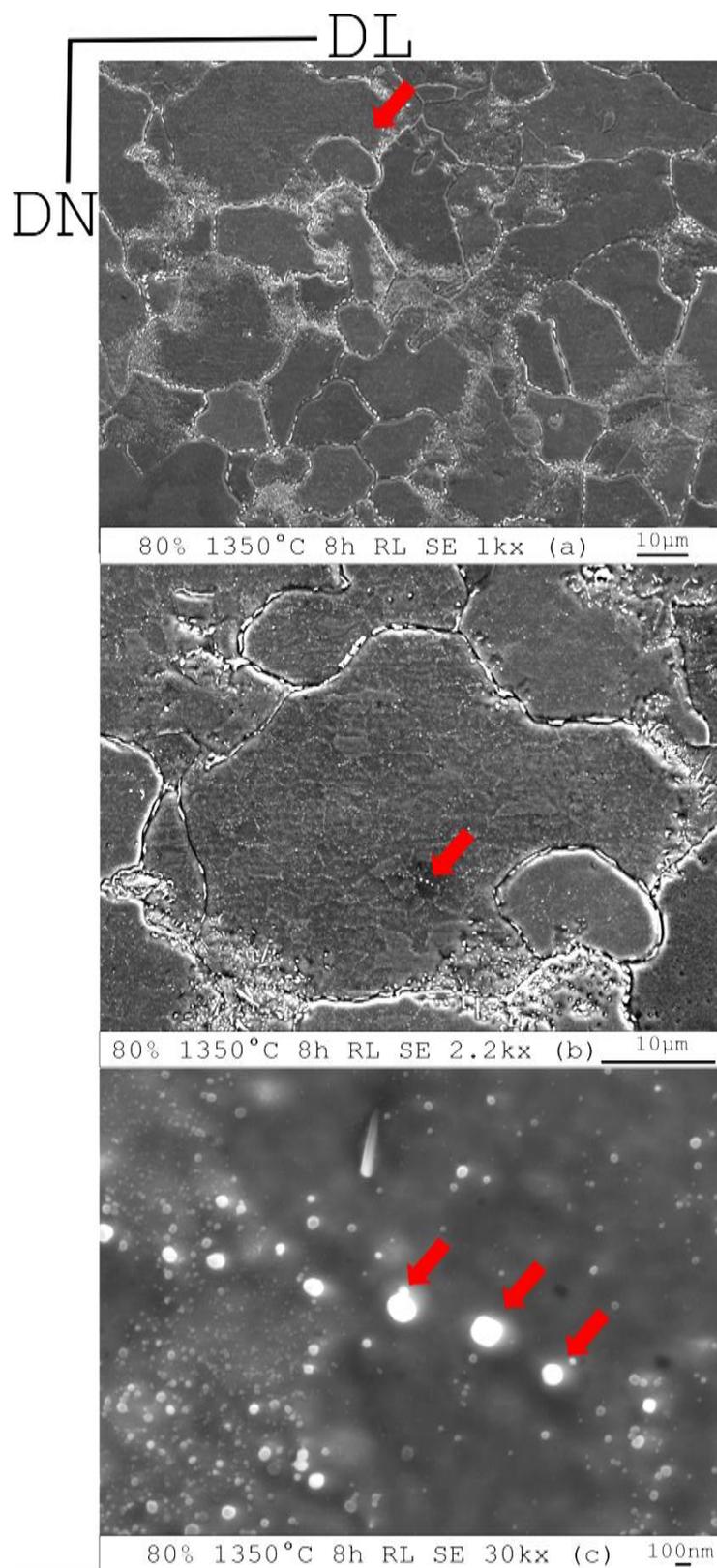
A figura 40 mostra imagens, também obtidas com o microscópio JEOL 6500F (MPIE), da amostra recozida em 1350°C por 8h, com três diferentes ampliações. A partir da figura 40 (a) é nítido que existe uma distribuição de partículas na microestrutura, que se concentram próximas aos contornos de grão. A partir da figura 40 (b) nota-se que, no interior destes grãos também existe uma grande quantidade de pequenas partículas. Estas partículas parecem, inclusive, seguir alguma espécie de organização no interior dos grãos, como se estivessem dispostas em contornos de "células" no interior dos grãos. A figura 40(c) mostra algumas destas partículas com maior ampliação. Algumas destas partículas, com cerca de 100nm (indicadas na figura) foram analisadas por EDS. Três espectrogramas obtidos destas análises estão ilustrados na figura 41. A partir desta figura, observa-se que estas partículas possuem alto teor de Y. Isto é uma forte indicação de que houve coalescimento das partículas de ítria no material

Figura 39: Imagens de BSE das amostras deformadas de 80%, recozidas em 1350°C por 1, 4 e 8h resfriadas lentamente (RL). Todas as imagens foram obtidas no centro das amostras, longe de suas bordas.



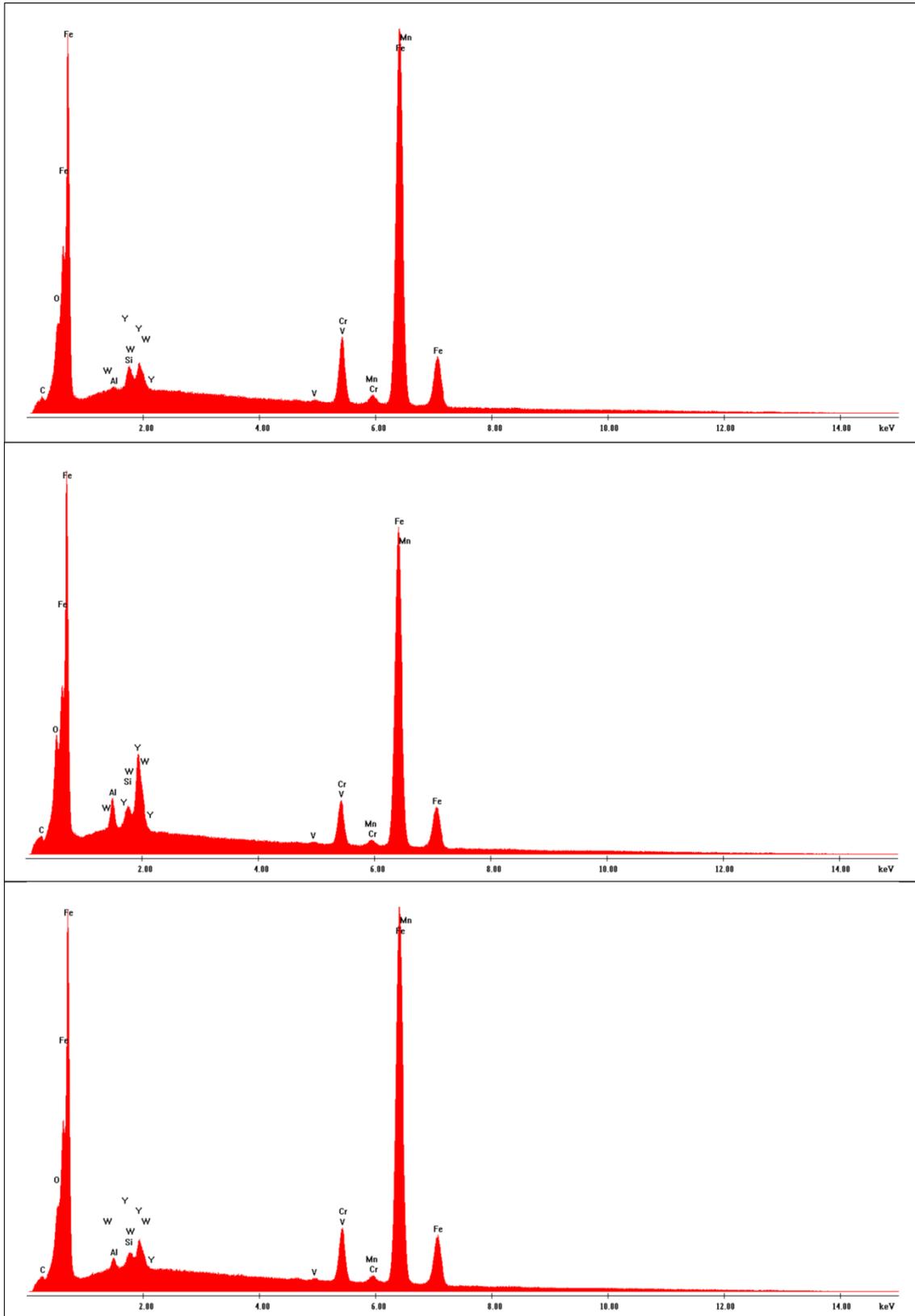
Fonte: Autoria própria

Figura 40: Imagens de SE obtidas com microscópio Jeol 6500F da amostra tratadas em 1350°C por 8h com ampliação de: (a) 1000 vezes; (b) 2200 vezes; (c) 30000 vezes. A região mostrada em (c) está contida em (b), a qual está contida em (a).



Fonte: Autoria própria.

Figura 41: Espectrogramas obtidos de algumas das partículas mostradas na figura 40 (c).

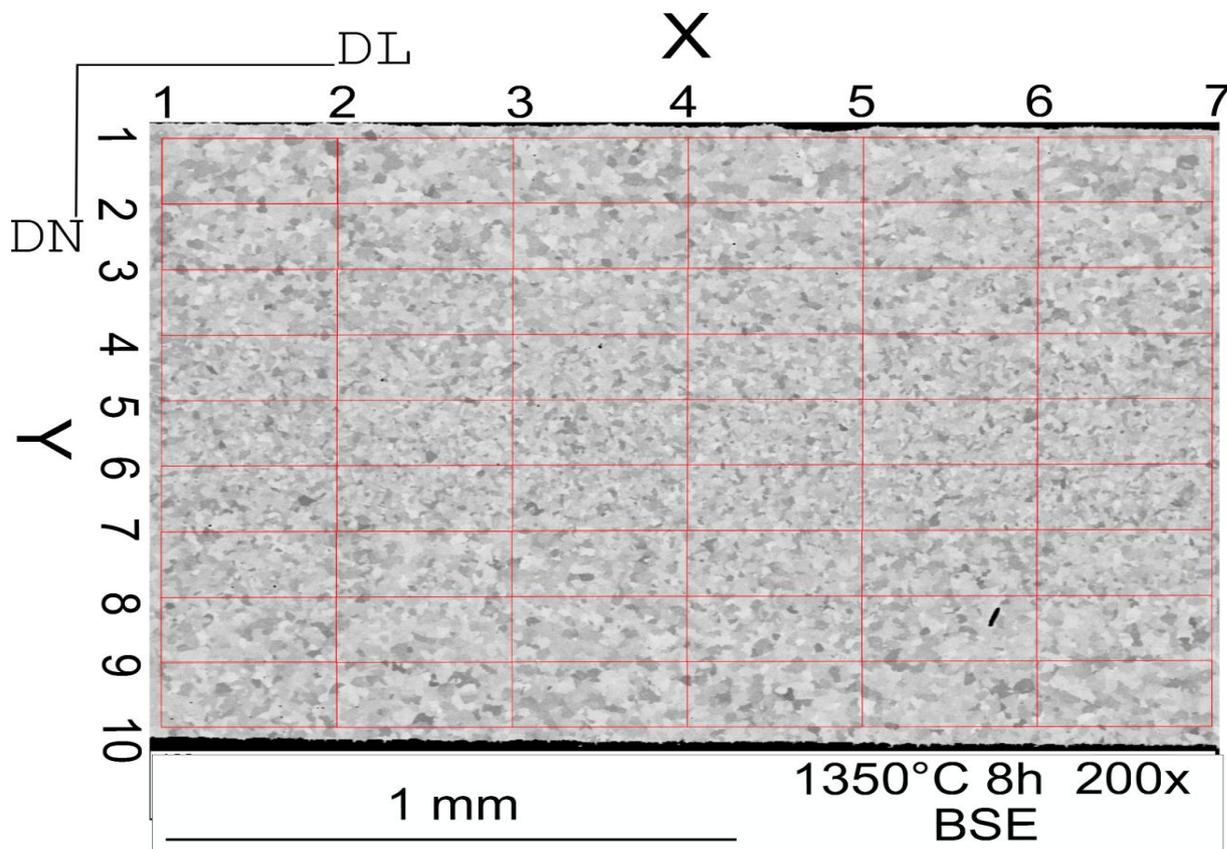


Fonte: Autoria própria

recozido em 1350°C, as quais possuíam originalmente entre 10 e 30nm de diâmetro.

Outro resultado de EDS importante para este trabalho foi uma análise da composição química da matriz, ao longo da espessura, do aço ODS Eurofer tratado termicamente em 1350°C por 8h. A figura 42 mostra uma micrografia desta amostra com ampliação de 200 vezes. As posições para as quais foram obtidas as composições químicas são ilustradas pelo quadriculado vermelho. Cada interseção entre duas linhas vermelhas demarca uma região analisada. Estas regiões foram identificadas por um par de variáveis (X, Y).

Figura 42: Imagem de BSE da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 8h. Os pontos de cruzamento das linhas vermelhas foram às regiões analisadas por EDS. O eixo X é paralelo à direção de laminação (DL) e o eixo Y é paralelo à direção normal (DN).

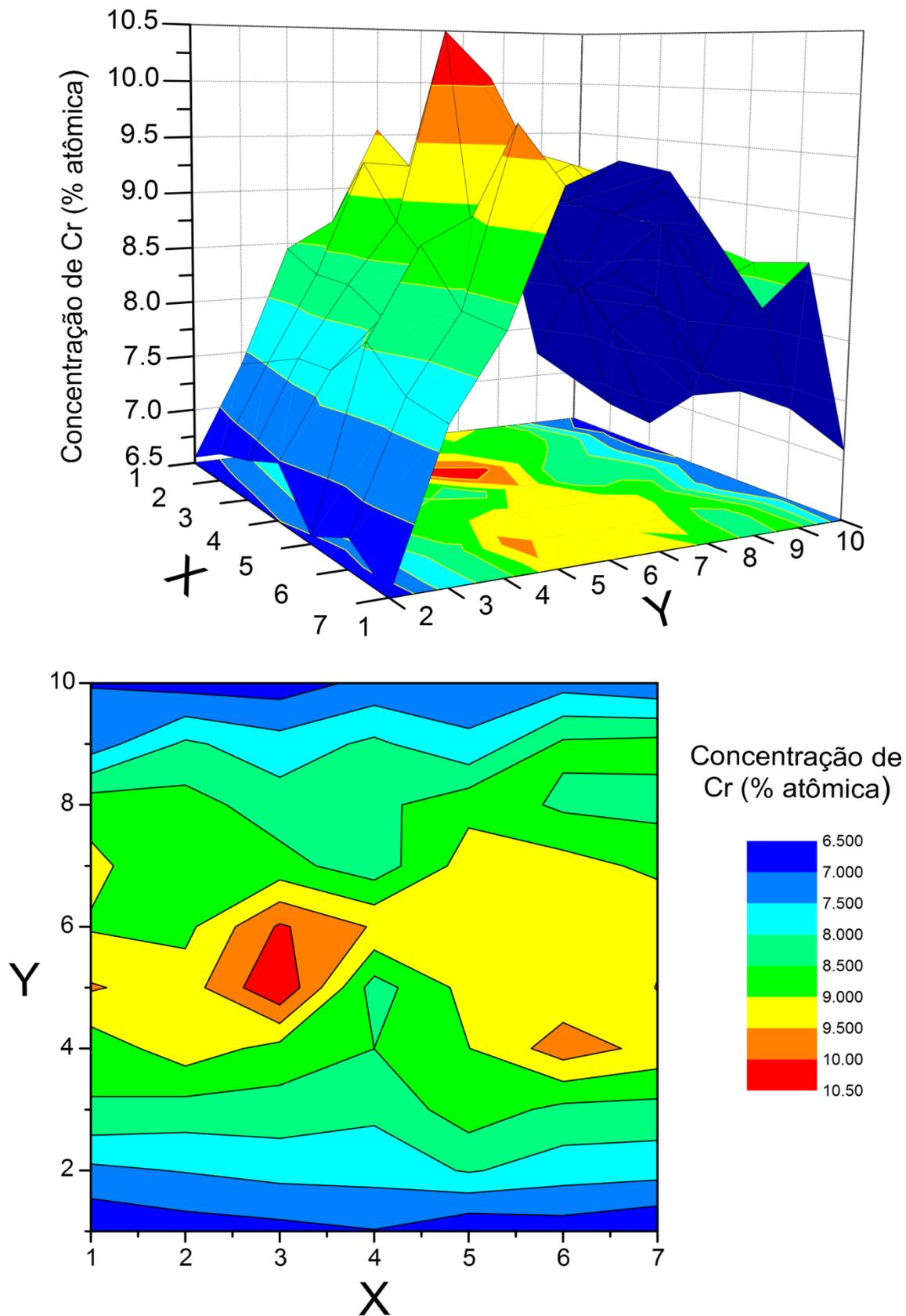


Fonte: Autoria própria

O eixo X é paralelo à direção de laminação (DL), enquanto que o eixo Y é paralelo à direção normal (DN), conforme ilustra a figura 42. As posições para as quais  $Y=1$  e  $Y=10$  são as mais próximas o possível das bordas da amostra. Ou seja, estas medidas foram tomadas ao longo de toda a espessura da amostra. Apenas serão mostrados resultados de concentração de Cr, W e V, pois foram os únicos átomos, além do Fe, com concentração suficientemente grande na matriz para serem detectados por EDS no microscópio LEO 1450-VP (DEMAR). As concentrações de Cr, W e V estão mostradas nos gráficos ilustrados pelas figuras 43, 44 e 45, respectivamente.

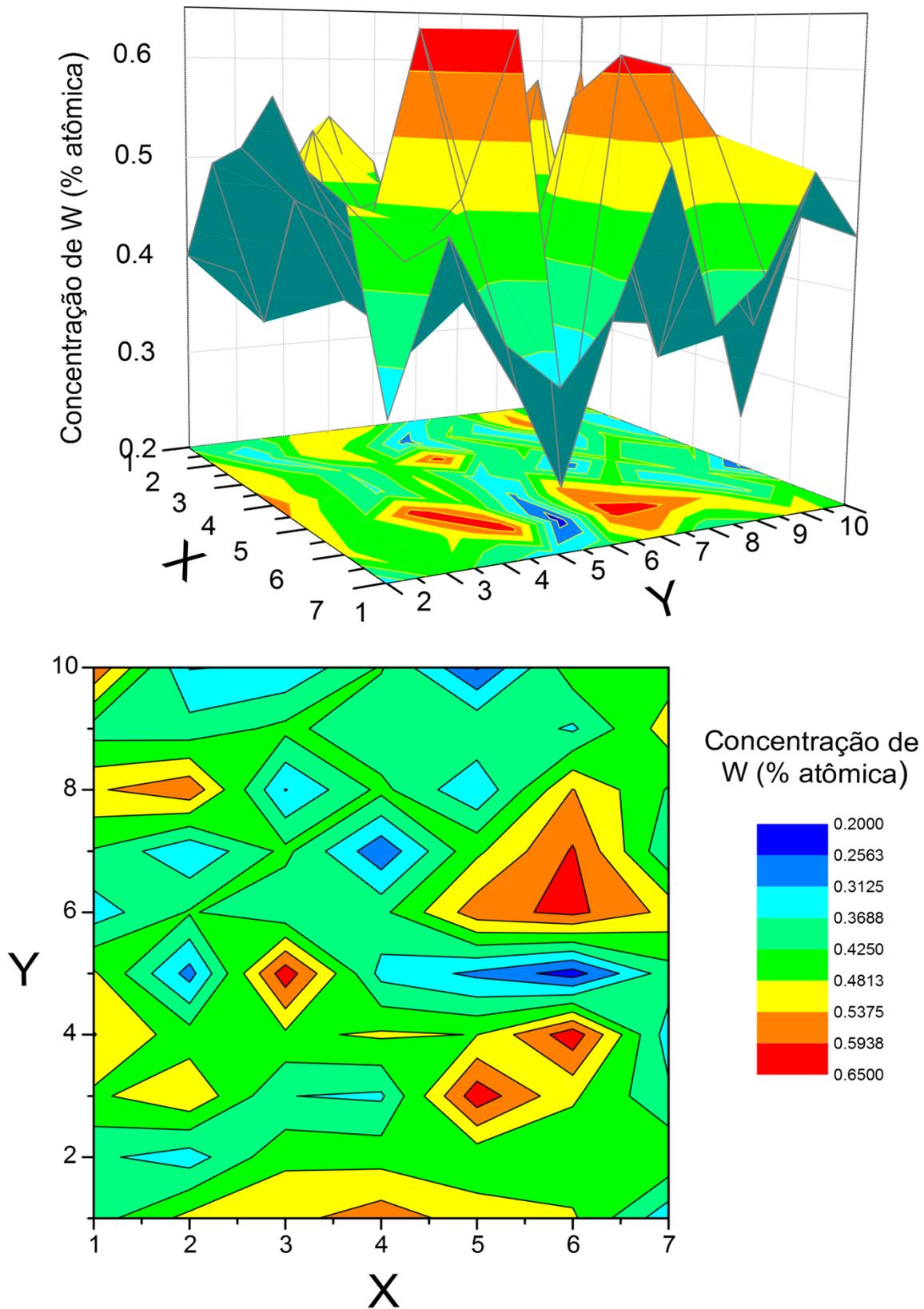
Pela análise da figura 43, observa-se que a concentração de cromo diminui significativamente quando se aproxima das bordas da amostra. O mesmo comportamento não é observado para os átomos de W e V, vide figuras 44 e 45. O teor de cromo na parte central da amostra é compatível com o teor de cromo determinado para o material de partida, cerca de 8,7% em massa (9,3% atômico). Porém, ao se aproximar das bordas da amostra, o teor de cromo cai para algo em torno de 6,4% em massa (6,9% atômico). Esta característica da amostra recozida em 1350°C sob alto vácuo pode ser explicada pela evaporação seletiva de Cr a partir da superfície da mesma [SMITH; HALES, 1997]. Smith e Hales [1997] reportaram resultado semelhante para dois aços inoxidáveis recozidos em 1000°C por tempos que variaram entre 8 e 333h em um forno a alto vácuo. Após o tratamento eles utilizaram diversas técnicas para a medição do teor de Cr ao longo do material e detectaram uma menor concentração nas regiões mais próximas à superfície.

Figura 43: Resultado das análises de EDS obtidas nos pontos indicados na figura 42 quanto ao teor de cromo no material.



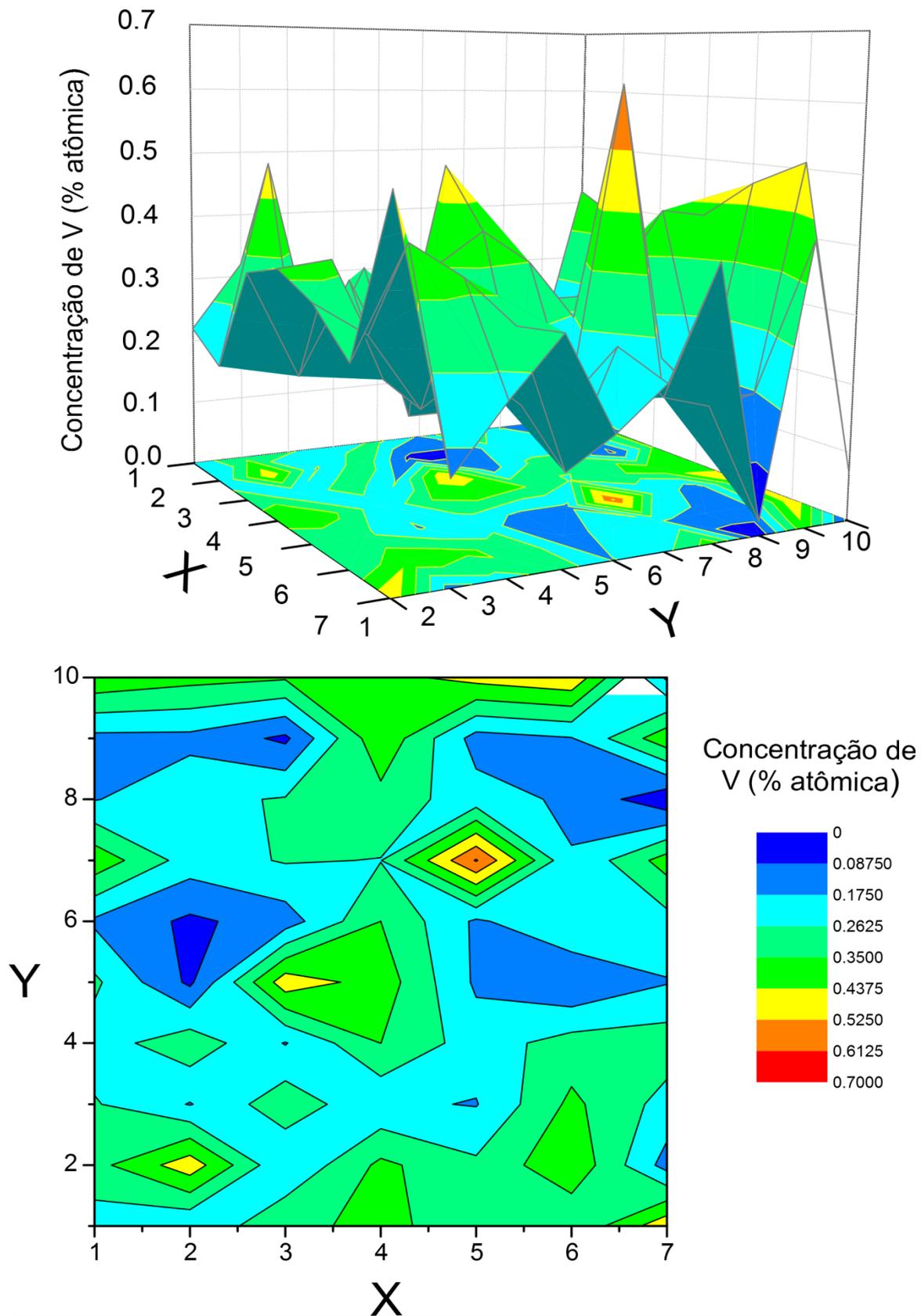
Fonte: Autoria própria.

Figura 44: Resultado das análises de EDS obtidas nos pontos indicados na figura 42 quanto ao teor de tungstênio no material.



Fonte: Autoria própria

Figura 45: Resultado das análises de EDS obtidas nos pontos indicados na figura 42 quanto ao teor de vanádio no material.



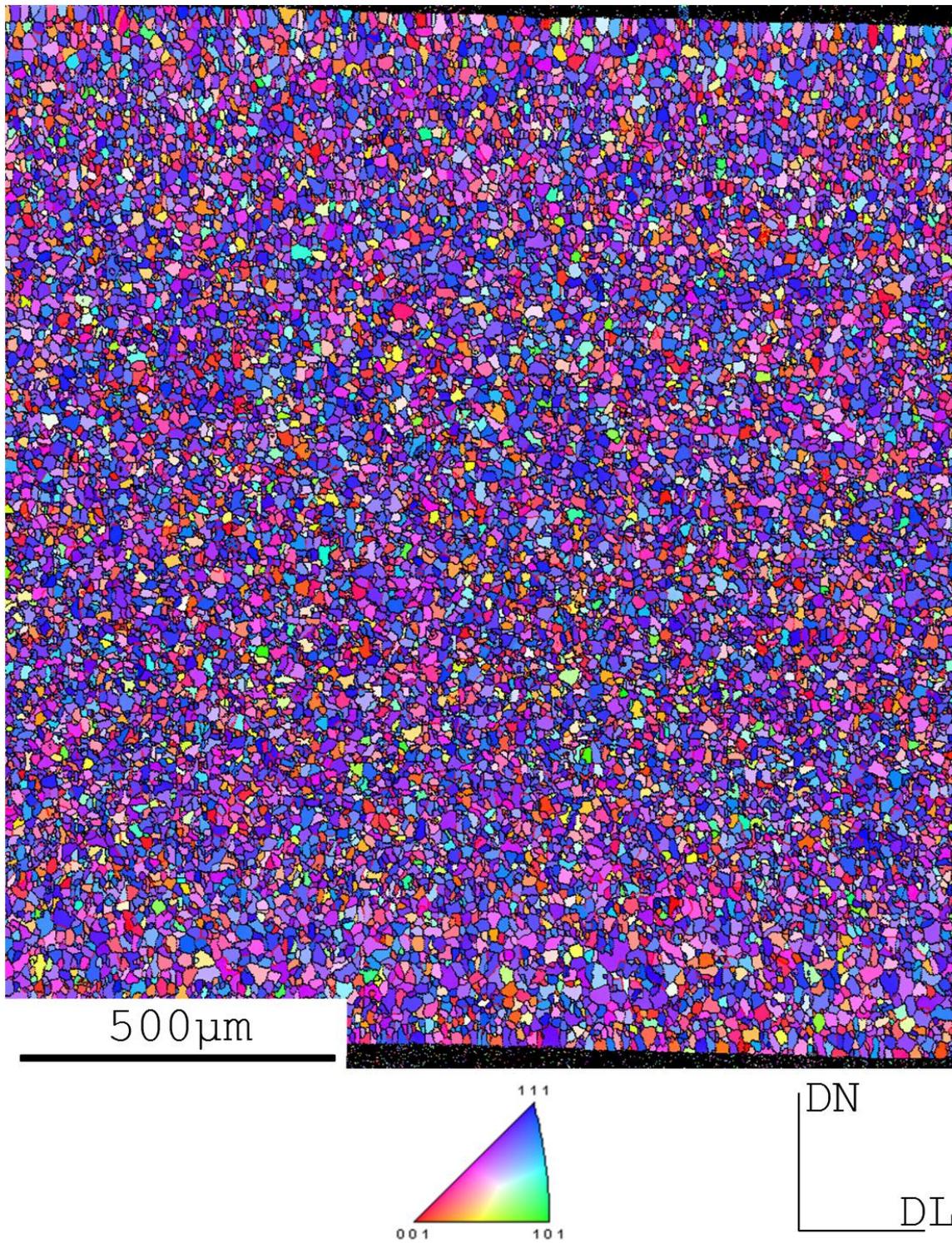
Fonte: Autoria própria

#### 4.5. Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

Ainda na área de microscopia eletrônica, a partir deste ponto serão mostrados alguns resultados obtidos por EBSD. Nas figuras 46, 47, e 48 são mostradas as imagens de orientações obtidas das amostras tratadas termicamente em 1350°C por 1 e 8h resfriadas lentamente (RL) e da amostra tratada em 1350°C por 1h resfriada mais rapidamente (RR). Nestas imagens diferentes cores correspondem a diferentes direções cristalográficas. Nestas imagens de orientações também foram coloridos os contornos de baixo ângulo (com desorientação entre 2 e 15°) de vermelho e contornos de alto ângulo (com desorientação maior que 15°) de preto. Deve-se frisar que diferenças de orientação menores que 2° não são detectadas pela técnica de EBSD.

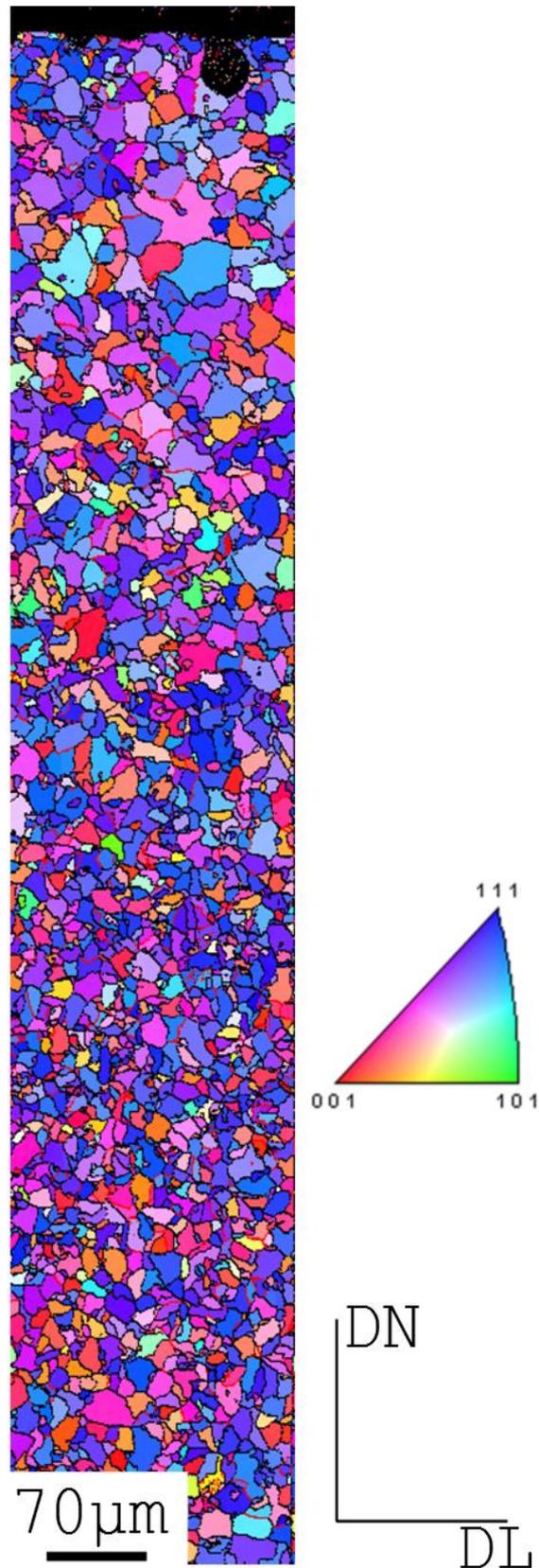
Em uma primeira observação da figura 46, pode-se dizer que a microestrutura do aço ODS Eurofer deformado de 80% e tratado em 1350°C por 1h com RL é relativamente uniforme ao longo da espessura. Contudo, observando-se mais atentamente, pode-se perceber a presença de grãos ligeiramente maiores nas proximidades das bordas da amostra. Isto provavelmente é devido à evaporação seletiva de cromo durante o tratamento a vácuo. Neste caso, a menor quantidade de átomos de soluto e a conseqüente diminuição de precipitados do tipo  $M_{23}C_6$  facilitam a movimentação dos contornos, gerando uma microestrutura mais grosseira nas regiões próximas das bordas. Na figura 47 podemos observar este fenômeno mais facilmente para a amostra tratada termicamente em 1350°C por 1h com RR. Isto se deve ao fato de a ampliação desta imagem de orientações ser de maior magnitude em relação à da figura 46. Ainda com relação à evaporação de cromo da amostra, quanto maior o tempo de tratamento térmico a vácuo maior a quantidade de cromo evaporado. A princípio, apenas o cromo da superfície evapora, porém, esta evaporação cria um gradiente de concentração de

Figura 46: Imagem de orientações obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h seguida de resfriamento lento.



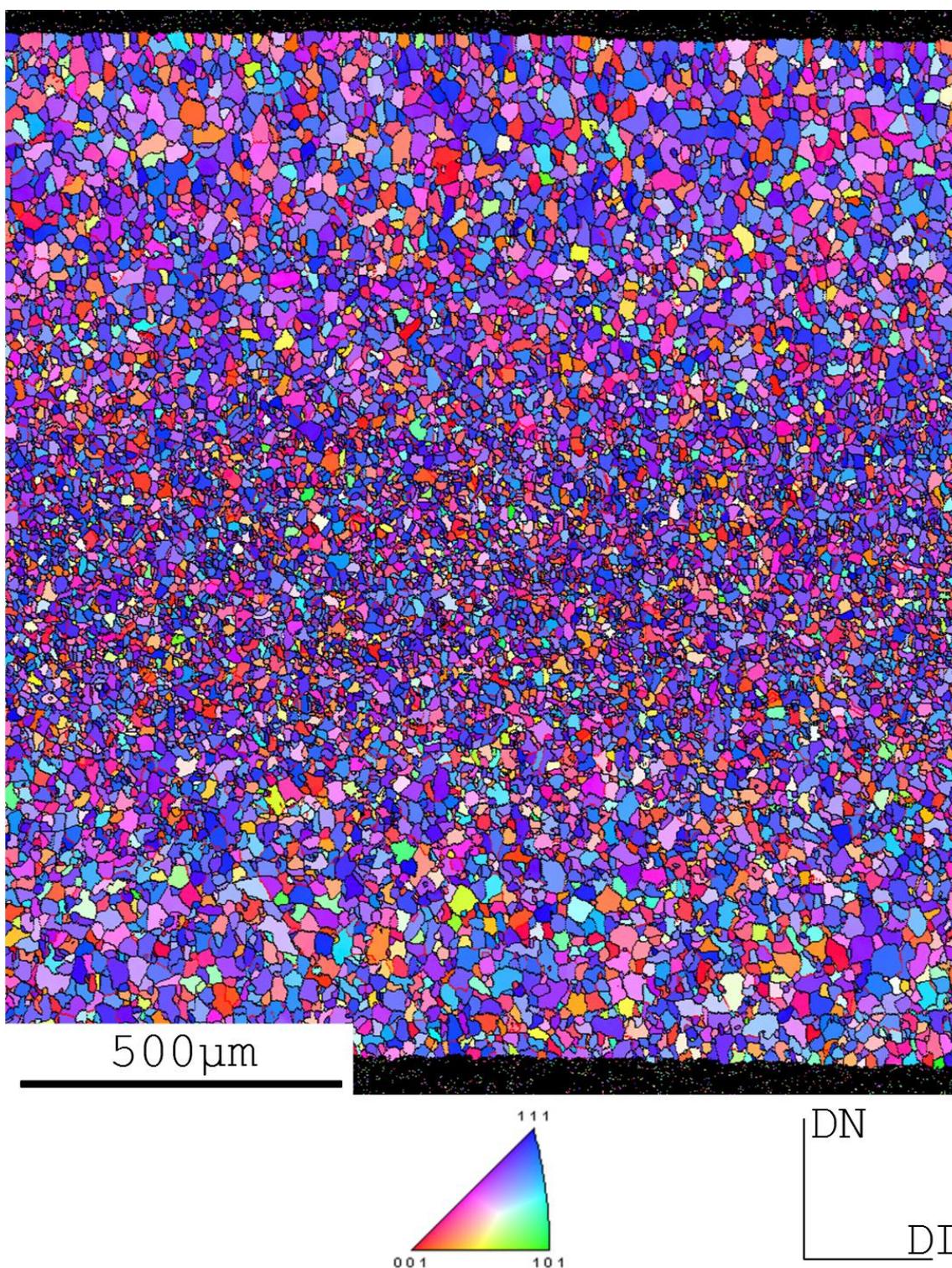
Fonte: Autoria própria.

Figura 47: Imagem de orientações obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 1h seguida de resfriamento rápido.



Fonte: Autoria própria

Figura 48: Imagem de orientações obtida da amostra deformada de 80% e tratada em 1350°C por 8h seguida de resfriamento lento.



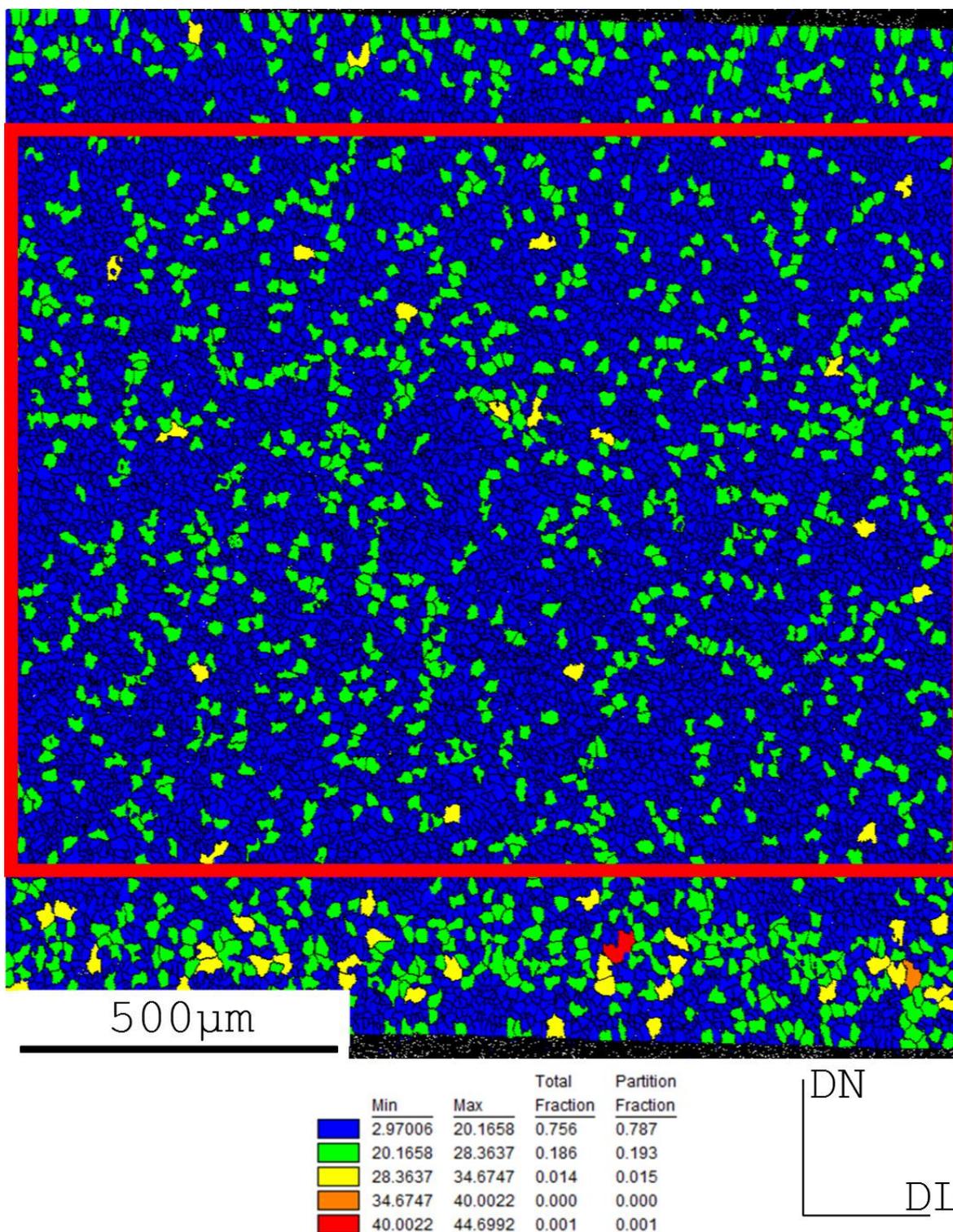
Fonte: Autoria própria.

cromo no material, vide figura 43. Este gradiente provoca a difusão de cromo em direção à superfície. Neste processo, cada vez mais cromo se desloca do centro para as bordas da amostra e evapora, gerando uma maior região com grãos mais grosseiros. Isto pode ser observado pela comparação entre a figura 46 e 48, que mostram imagens de orientações das amostras tratadas termicamente em 1350°C por 1 e 8h, respectivamente. Para uma melhor comparação entre as amostras, as figuras 49, 50 e 51 mostram a representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grão encontradas nas mesmas regiões das amostras representadas nas figuras 46, 47 e 48. A partir dessas figuras percebe-se mais claramente o que foi mencionado anteriormente: o aumento do tempo de tratamento em 1350°C sob vácuo causa um aumento das regiões afetadas pela evaporação de Cr.

Devido à evaporação de cromo e o conseqüente aumento do tamanho de grãos junto à superfície, foi considerado apenas a região central das amostras para a determinação do tamanho de grãos, da distribuição de desorientação através dos contornos e das ODFs. Estes cálculos não foram efetuados para a amostra recozida em 1350°C por 1h resfriada mais rapidamente. A razão para isto é que o mapeamento dessa amostra foi bem menor em comparação aos demais e, portanto envolve menos grãos nas análises. Esta pequena quantidade de grãos analisados não geraria uma boa base estatística. A figura 52 mostra a distribuição de tamanho de grãos da região central das amostras tratadas em 1350°C por 1 e 8h resfriadas lentamente. A partir desta figura, pode-se notar que o tamanho dos grãos da região central das amostras não varia de forma significativa em função do tempo de recozimento em 1350°C. Isto já era esperado dados os resultados de dureza (vide figura 32),  $H_c$  (vide figura 35) e MEV (vide figura 39).

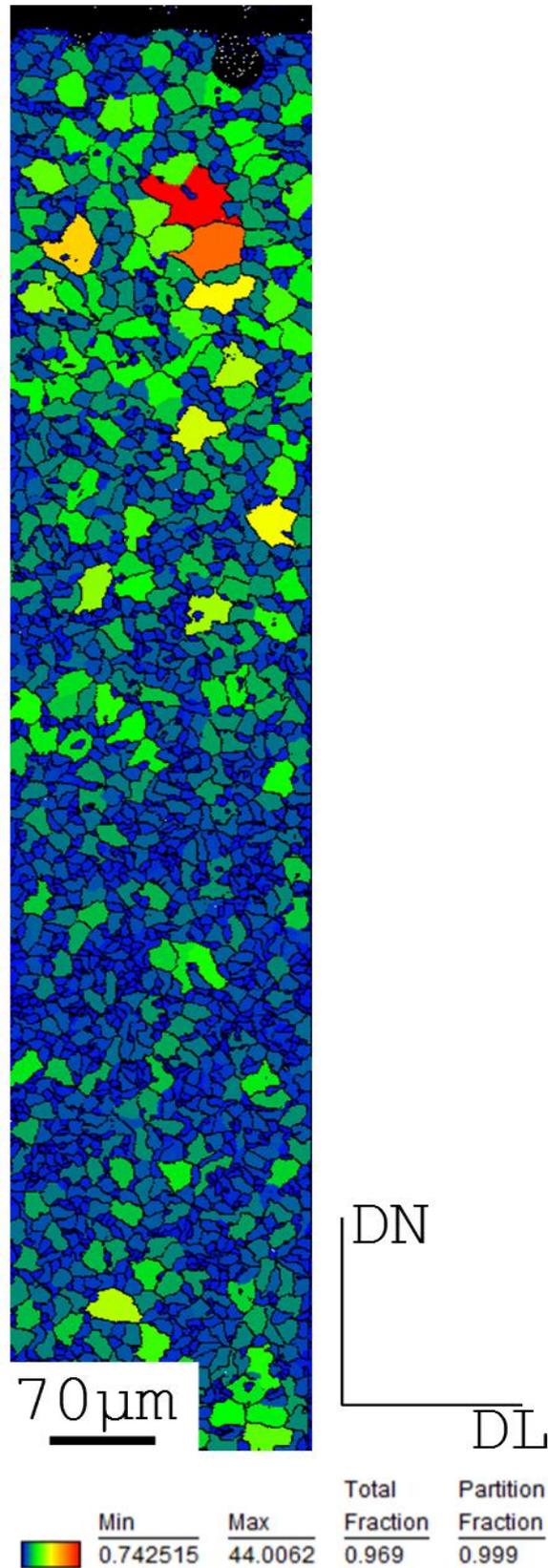
Como mencionado anteriormente, a análise de EBSD pode também ser usada para se medir o grau de desorientação através dos contornos. Este gráfico está ilustrado na figura

Figura 49: Representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grãos (em  $\mu\text{m}$ ) obtida da amostra deformada de 80% e tratada em  $1350^\circ\text{C}$  por 1h seguida de resfriamento lento. A região compreendida pelo retângulo foi utilizada para a obtenção dos dados mostrados nas figuras 52, 53 e 54.



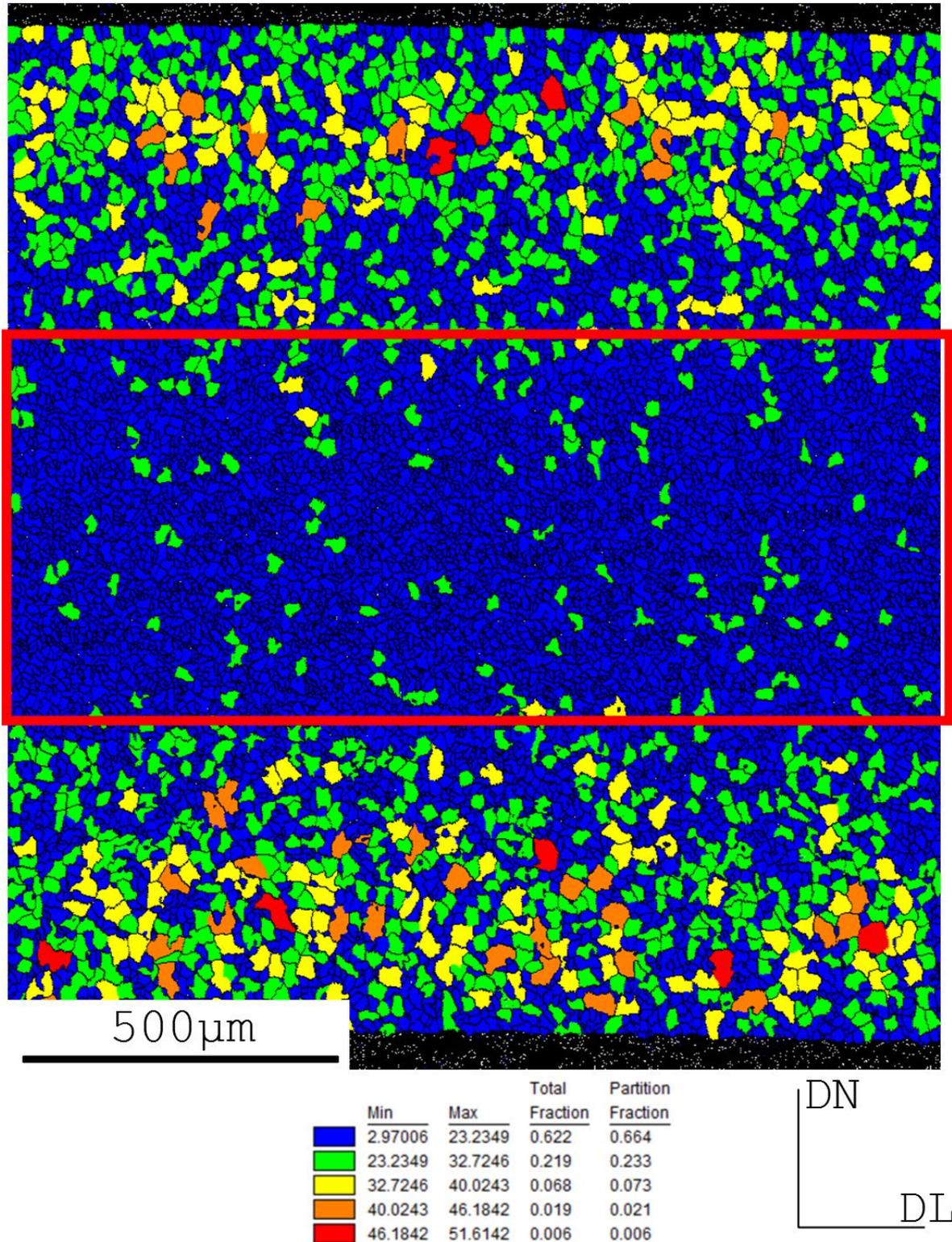
Fonte: Autoria própria.

Figura 50: Representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grãos (em  $\mu\text{m}$ ) obtida da amostra deformada de 80% e tratada em  $1350^\circ\text{C}$  por 1h seguida de resfriamento rápido.



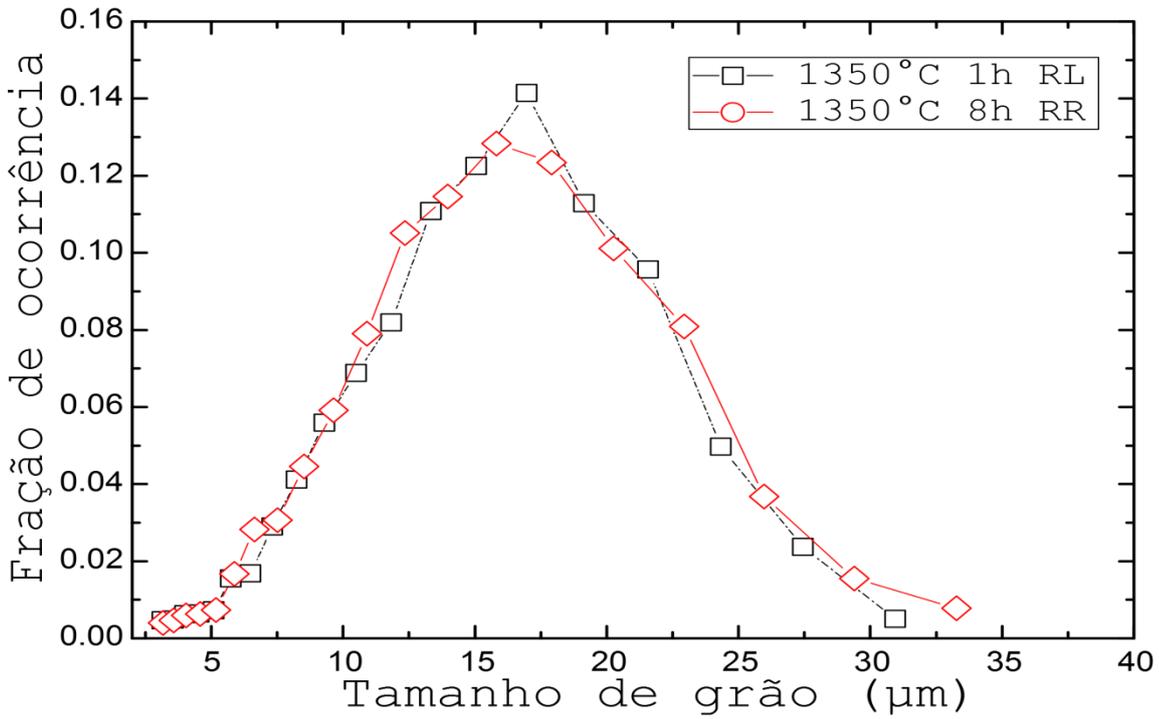
Fonte: Autoria própria.

Figura 51: Representação gráfica das diferentes faixas de tamanho de grãos (em  $\mu\text{m}$ ) obtida da amostra deformada de 80% e tratada em  $1350^\circ\text{C}$  por 8h seguida de resfriamento lento. A região compreendida pelo retângulo foi utilizada para a obtenção dos dados mostrados nas figuras 52, 53 e 54.



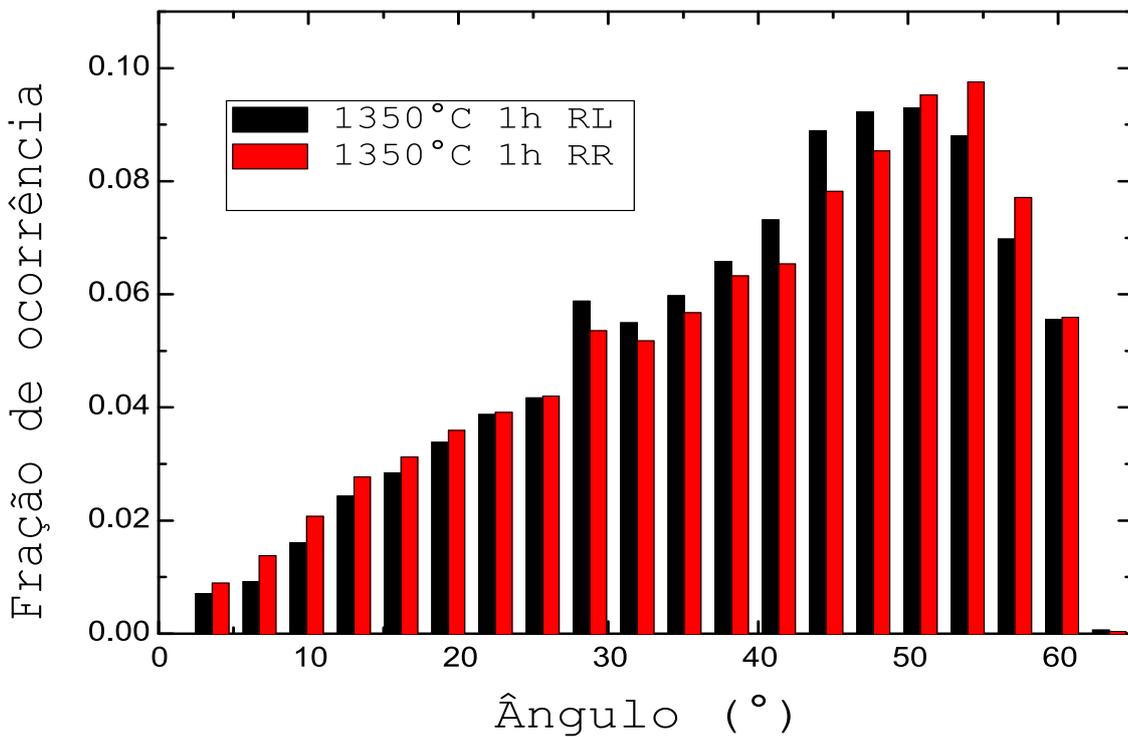
Fonte: Autoria própria.

Figura 52: Distribuição de tamanhos de grão na região central das amostras tratadas em 1350°C.



Fonte: Autoria própria

Figura 53: Distribuição do grau de desorientação através dos contornos na região central das amostras tratadas em 1350°C.



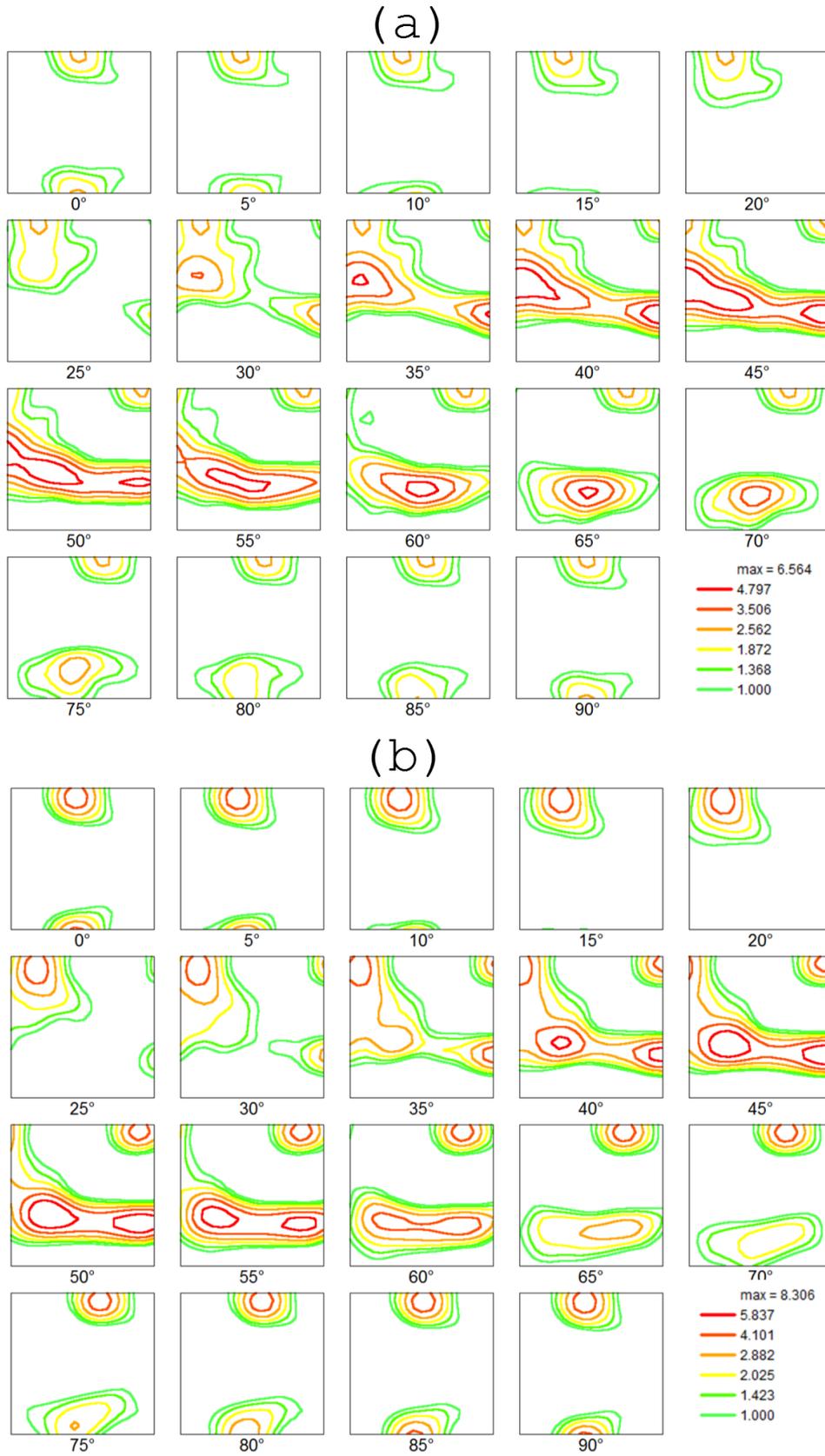
Fonte: Autoria própria.

53. Nota-se por este gráfico que a concentração de contornos de alto ângulo é bastante pronunciada nas amostras recozidas em 1350°C. Na verdade, para todas as amostras, ao menos 90% dos contornos possuem desorientação acima de 15°. Ou seja, ao menos 90% dos contornos são de alto ângulo.

Outro importante resultado obtido a partir do mapeamento de EBSD é a textura das amostras. A figura 54 mostra as ODFs das amostras tratadas em 1350°C por 1 e 8h, ambas com resfriamento lento (RL). A partir desta figura nota-se que as amostras apresentam baixa textura, com intensidade máxima de aproximadamente 6. As componentes de textura mais intensas destas amostras são: cubo girado, fibra  $\alpha$  e fibra  $\gamma$ .

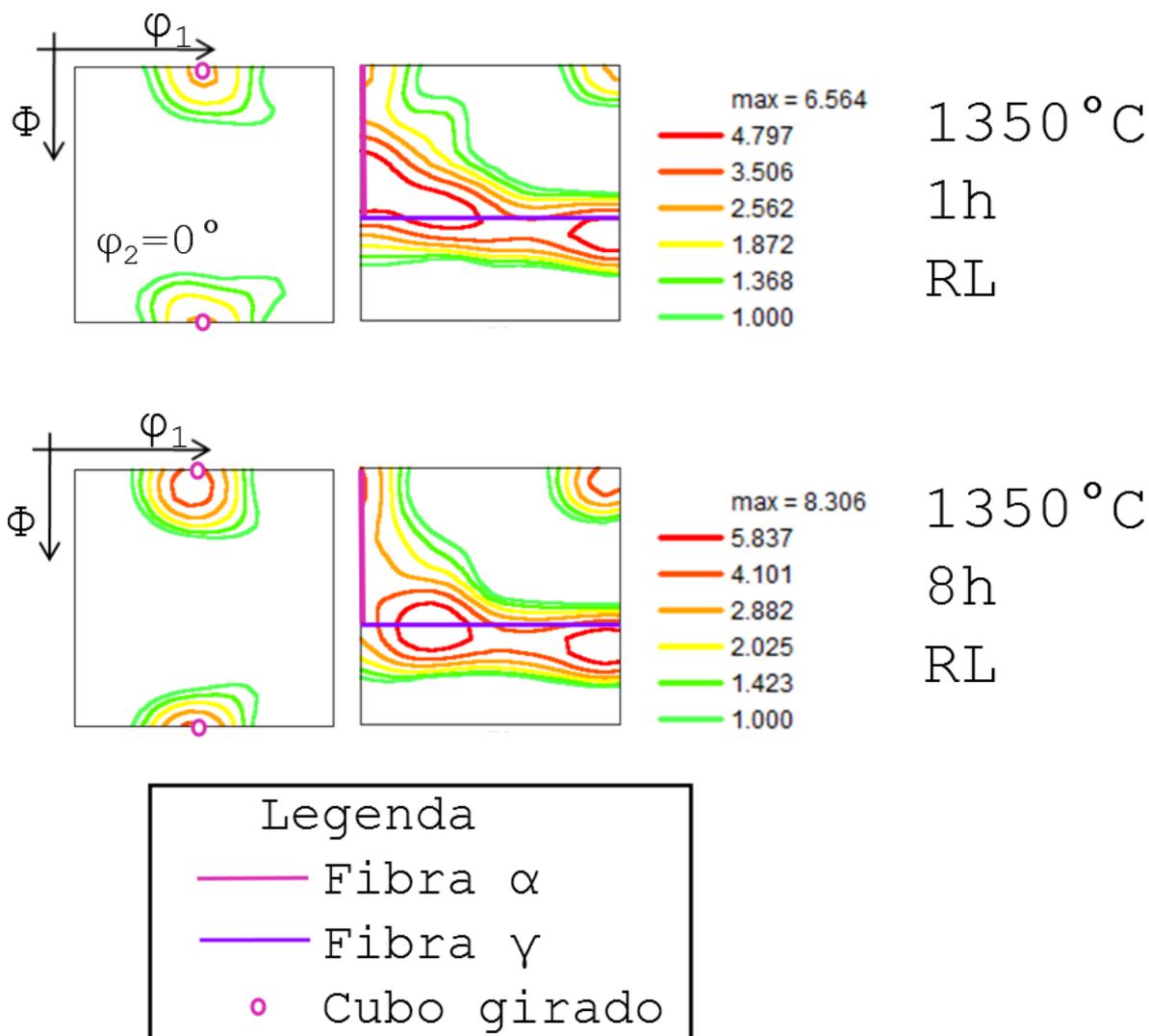
Para uma melhor identificação e localização destas componentes de textura a figura 55 pode ser útil. Nela estão mostradas somente seções das ODFs para as quais  $\varphi_2=0^\circ$  e  $\varphi_2=45^\circ$ . Estas seções das ODFs abrangem as componentes de textura mais relevantes para aços Fe-Cr, mencionadas anteriormente. Na figura 55, em sobreposição aos dados experimentais obtidos nesta dissertação, estão também indicadas as posições das componentes de textura cubo girado, fibra  $\alpha$  e fibra  $\gamma$  [ZILNYK et al., 2013; RENZETTI et al., 2011; HUTCHINSON, 1999]. Estes resultados estão em concordância com os obtidos por Zilnyk et al. [2014] e por Renzetti et al. [2011]. Renzetti et al. [2011] observaram textura de cubo girado, fibra  $\alpha$  e fibra  $\gamma$  em um aço ODS Eurofer deformado de 80% e recozido por 1h em 800, 1100 e 1350°C. Conforme observado por estes autores, a componente cubo girado é mais intensa em 800°C e a fibra  $\gamma$  se intensifica em 1350°C.

Figura 54: ODFs obtidas para a amostra tratada termicamente em 1350°C por: (a) 1h RL, (b) 8h RL.



Fonte: Autoria própria.

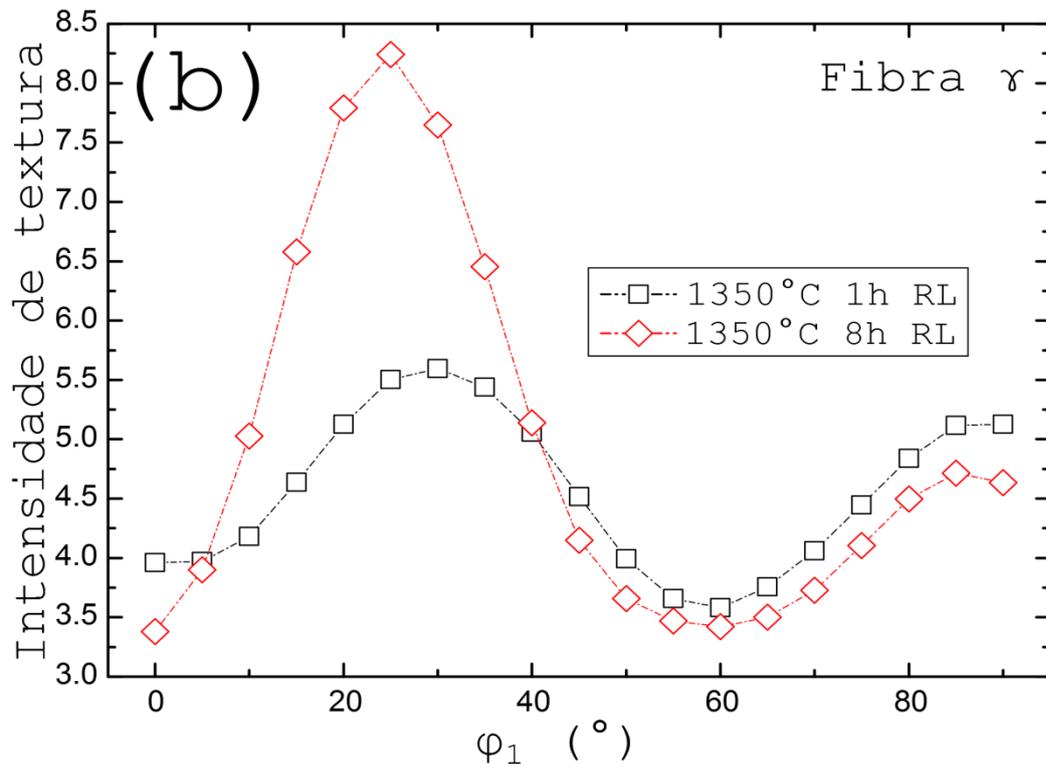
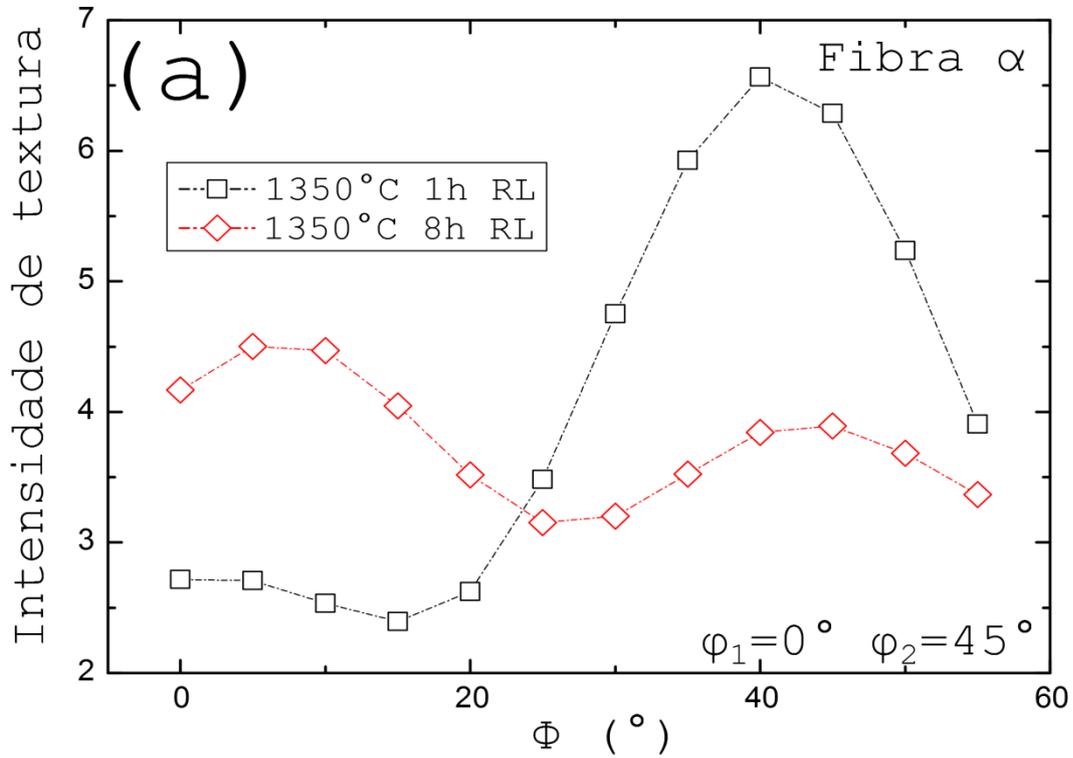
Figura 55: Seções destacadas das ODFs apresentadas na figura 54, para as quais  $\varphi_2=0^\circ$  e  $\varphi_2=45^\circ$ . Nesta imagem são indicadas as posições das componentes de textura: cubo girado, fibra  $\alpha$  e fibra  $\gamma$ .



Fonte: Autoria própria.

Zilnyk et al. também observaram a presença de textura de cubo girado, fibra  $\alpha$  e fibra  $\gamma$  em um aço ODS Eurofer deformado de 80% e recozido em 800°C por diversos tempos entre 720h e 4320h. Para as amostras de Zilnyk et al. [2014], a intensidade das componentes de textura aumentam em função do tempo de tratamento térmico. Em ambos os estudos mencionados anteriormente o aço ODS Eurofer investigado foi o mesmo do presente trabalho.

Figura 56: Comparação entre as amostras deformadas de 80% e tratadas termicamente em 1350°C por 1 e 8 h com relação às intensidades das componentes de textura das fibras: (a)  $\alpha$ ; (b)  $\gamma$ ;



Fonte: Autoria própria.

Para melhor visualização das componentes de textura das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  foram construídos os gráficos da figura 56. Nestes gráficos são comparadas as intensidades das componentes das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  das amostras tratadas termicamente em 1350°C por 1 e 8h. Com relação à fibra  $\alpha$ , a partir da figura 56 (a) nota-se que a amostra tratada por 1h apresenta um pico de intensidade razoavelmente intenso em  $\phi \approx 40^\circ$ , o que pode ser a componente de textura  $(223)[1\bar{1}0]$  [HUMPHREYS; HATHERLY, 2004]. Com o aumento do tempo de recozimento em 1350°C de 1 para 8h esta específica componente de textura se tornou mais fraca e a textura de fibra  $\alpha$  se tornou mais homogênea com intensidade entre 3 e 4,5. No que se refere à fibra  $\gamma$ , a partir da figura 56 (b) nota-se que ela tem intensidade entre 4 e 5.5 para a amostra tratada termicamente por 1h. Quando o tempo de recozimento aumentou de 1 para 8h a maior mudança observada foi a intensificação de uma componente da fibra  $\gamma$ , que se sobressaltou em relação às demais. Esta componente é a  $\{111\} \langle 112 \rangle$ .

## 5 Conclusões

Com base em medidas de dureza Vickers, medidas magnéticas, inspeção metalográfica via microscopia eletrônica de varredura, além do uso das técnicas de EBSD e EDS para investigação do comportamento do aço inoxidável 9%Cr ODS Eurofer recozido em altas temperaturas, foram obtidas as seguintes conclusões:

a) Para recozimentos em temperaturas acima de 800°C ocorre transformação martensítica no material mesmo durante o resfriamento ao ar. Na faixa de temperatura entre 800°C e 1300°C existe um ligeiro decréscimo na dureza do material. Este comportamento foi observado para amostras com redução em espessura de 20, 40, 60 e 80%.

b) Para as amostras com 80% de redução e recozidas em 1250 e 1300°C por diversos tempos até 8 h, seguido de resfriamento ao ar, não existe uma variação significativa tanto nos valores de dureza como no campo coercivo das amostras, os quais se mantêm em um patamar bem superior ao verificado para as amostras sem recozimento;

c) Para recozimentos em 1350°C, devido ao resfriamento lento do material no forno em vácuo (elevada inércia térmica), a microestrutura do aço 9%Cr ODS Eurofer (com 80% de redução) resultou em grãos ferríticos e equiaxiais. As principais características dessa microestrutura são:

- Em virtude do recozimento em alto-vácuo, observou-se uma depleção de Cr na superfície da amostra. Isto, por sua vez, deu origem a uma microestrutura ligeiramente mais grosseira na superfície da amostra;

- Em relação ao estado deformado, houve uma notável diminuição tanto na dureza como no campo coercivo das amostras recozidas em 1350°C. Essa variação foi praticamente a mesma para 1, 4 e 8 h de recozimento nessa temperatura;

- Para as amostras recozidas em 1 e 8 h em 1350°C, longe das bordas, a distribuição de tamanho de grãos resultou praticamente a mesma, com tamanho de grão médio em torno de 15±6µm. Além disso, mais de 90% dos contornos dessas amostras é de alto ângulo, o que indica que estas amostras encontram-se recristalizadas. Não foi observada uma variação na distribuição de desorientações quando foi aumentado o tempo de recozimento de 1 para 8 h. Para ambos os tempos de recozimento a textura cristalográfica resultante é fraca com componentes tipo cubo girado, fibra  $\alpha$  e fibra  $\gamma$ . De fato, as amostras recozidas por 1 e 8 h em 1350°C diferem ligeiramente quanto às intensidades de textura das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ ;

- Partículas com tamanhos superiores a 1 µm foram encontradas decorando os contornos de grão (carbonetos) do tipo  $M_{23}C_6$ . No interior dos grãos também existe uma grande quantidade de pequenas partículas com tamanho médio da ordem de 100 nm, ricas em ítrio. Como estas partículas medem de 10-30 nm no material de partida, essa observação confirma que houve engrossamento de partículas de ítria nessa temperatura de recozimento (1350°C). Essa foi uma hipótese sugerida em um trabalho anterior [Renzetti, 2011] e pode ser confirmada a partir dos resultados experimentais do presente estudo.

## Referências

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, MNL46**. West Conshohocken: PA, p.19428-2959, 2007a. DOI: 10.1520/MNL46-EB.a
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **Standard Practice for Microetching Metals and Alloys**. ASTM International, West Conshohocken: PA, 2007b. DOI: 10.1520/E0407-07E01.
- ARBUZOV, V.L.; GOSHCHITSKII, B.N.; SAGARADZE, V.V.; DANILOV, S.E.; KAR'KIN, A.E. Accumulation and annealing of radiation defects under low temperature electron and neutron irradiation of ODS steel and Fe-Cr alloys. **The Physics of Metals and Metallography**, v.110, p.366, 2010.
- ARZT, E. Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review. **Acta Materialia**, v.46, p.5611, 1998.
- BALUC, N.; GELLES, D.S.; JITSUKAWA, S.; KIMURA, A.; KLUEH, R.L.; ODETTE, G.R.; VAN DER SCHAAF, B.; JINNAN, Y. Status of reduced activation ferritic/martensitic steel development. **Journal of Nuclear Materials**, v.367, p.33, 2014.
- BARTOŠOVÁ, I.; ČÍŽEK, J.; LUKÁČ, F.; SLUGEŇ, V. Vickers hardness and positron annihilation study of Eurofer97 and ODS Eurofer. **Acta Physica Polonica A**, v.125, p.702, 2014.
- BYEON, J.W.; KWUN, S.I. Magnetic nondestructive evaluation of thermally degraded 2.25Cr-1Mo steel. **Materials Letters**, v.58, p.94, 2003.
- CALLISTER, W.D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 7.ed. São Paulo: LTC, 2007.

CULLITY, B.D.; GRAHAM, C.D. **Introduction to magnetic materials**. 2nd.ed. New Jersey: IEE, 2009.

EULER angles defined. Alumatter. Representing texture. Disponível em: <<http://aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?catid=100&pageid=1039432491>>. Acesso em: 13 fev. 2015.

GURRUCHAGA, K.; MARTINEZ-DE-GUERENU, A.; SOTO, M.; ARIZTI, F. Efficacy of magnetic inductive parameters for annealing characterization of cold rolled low carbon steel. **IEEE Transactions on Magnetics**, v.44, p.3839, 2008.

HE, P.; LINDAU, R.; MOESLANG, A.; SANDIM, H.R.Z. The influence of thermomechanical processing on the microstructure and mechanical properties of 13.5Cr ODS steels. **Fusion Engineering and Design**, v.88, p.2448, 2013.

HE, P.; KLIMENKOV, M.; LINDAU, R.; MÖSLANG, A. Characterization of precipitates in nano structured 14% Cr ODS alloys for fusion application. **Journal of Nuclear Materials**, v.428, p.131, 2012.

HUTCHINSON, B. Deformation microstructures and textures in steels. **Philosophical Transactions of the Royal Society A**, v.357, p.1471, 1999.

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and annealing phenomena**. 2nd.ed. Amsterdam: Elsevier Ltd., 2004.

ITER: The way to new energy. Disponível em <<http://www.iter.org/default.aspx>>. Acesso em: 13 fev. 2015.

KIMURA, A.; SUGANO, R.; MATSUSHITA, Y.; UKAI, S. Thermal helium desorption behavior in advanced ferritic steels. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v.66, p.504, 2005.

KLIMIANKOU, M.; LINDAU, R.; MÖSLANG, A. Energy-filtered TEM imaging and EELS study of ODS particles and argon-filled

cavities in ferritic-martensitic steels. **Micron**, v.1, p.36, 2005.

KLIMIANKOU, M.; LINDAU, R.; MÖSLANG, A. TEM characterization of structure and composition of nanosized ODS particles in reduced activation ferritic-martensitic steels. **Journal of Nuclear Materials**, v.329, p.347, 2004.

KLIMIANKOU, M.; LINDAU, R.; MÖSLANG, A. HRTEM Study of yttrium oxide particles in ODS steels for fusion reactor application. **Journal of Crystal Growth**, v.249, p.381, 2003.

KLUEH, R.L.; NELSON, A.T. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors. **Journal of Nuclear Materials**, v.371, p.37, 2007.

KOHYAMA, A.; HISHINUMA, A.; GELLES, D.S.; KLUEH, R.L.; DIETZ, W.; EHRLICH, K. Low-activation ferritic and martensitic steels for fusion application. **Journal of Nuclear Materials**, v.233, p.138, 1996.

LINDAU, S.; MÖSLANG, A.; RIETH, M.; KLIMENKOU, M.; MATERNAMORRIS, E.; ALAMO, A.; TAVASSOLI, F.; CARYON, C.; LANCHI, A.M.; FERNANDEZ, P.; BALUC, N.; SCHÄUBLIN, R.; DIEGELE, E.; FILACCHIONI, G.; RESMAN, J.W.; SCHAAF, B.V.D.; LUCON, E.; DIETZ, W. Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. **Fusion Engineering Design**, v.75, p.989, 2005.

LINDAU, R.; MÖSLANG, A.; SCHIRRA, M.; SCHLOSSMACHEN, P.; KLIMENKOU, M. Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel. **Journal of Nuclear Materials**, v.769, p.307, 2002.

LU, Z.; FAULKNER, R.G.; RIDDLE, N.; MARTINO, F.D.; YANG, K. Effect of heat treatment on microstructure and hardness of Eurofer 97, Eurofer ODS and T92 steels. **Journal of Nuclear Materials**, v.386, p. 445, 2009.

MARTÍNEZ-DE-GUERENU, A.; ARIZTI, F.; DIAS-FUENTES, M.; GUTIÉRREZ, I. Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization. **Acta Materialia**, v.52, p.3657, 2004.

MARTINO, S.F.; RIDDLE, N.B.; FAULKNER, R.G. Controlling the ductile to brittle transition in Fe-9%Cr ODS steels. **Journal of Nuclear Materials**, v.442, p. 124, 2013.

MARTINO, S.F.; FAULKNER, R.G.; RIDDLE, N.B.; MONGE, M.A.; MUNOZ, A. Effects of heat treatment conditions on the microstructure and impact properties of EUROFER 97 ODS steel. **Physica Scripta T**, v.145, p.14083, 2011.

MAO, X.; KIM, T.K.; KIM, S.S.; OH, K.H.; JANG, J. Thermal stability of oxide particles in 12Cr ODS steel. **Journal of Nuclear Materials**, v.428, p.82, 2012.

MÖSLANG, A.; ADELHELM, C.; HEIDINGER, R. Innovative materials for energy technology. **International Journal of Materials Research**, v.99, p. 1045, 2008.

MÖSLANG, A.; DIEGELE, E.; KLIMIANKOU, M.; LÄSSER, R.; LINDAU, R.; LUCON, E.; MATERNA-MORRIS, E.; PETERSEN, C.; PIPPAN, R.; RENSMAN, J.W.; RIETH, M.; VAN DER SCHAAF, B.; SCHNEIDER, H.C.; TAVASSOLI, F. Towards reduced activation structural materials data for fusion DEMO reactors. **Nuclear Fusion**, v.45, p.649, 2005.

OKSIUTA, Z.; KOZIKOWSKI, P.; LEWANDOWSKA, M.; OHNUMA, M.; SURESH, K.; KURZYDŁOWSKI, K.J. Microstructural changes upon annealing in ODS-strengthened ultrafine grained ferritic steel. **Journal of Materials Science**, v.48, p.4620, 2013.

OLIVEIRA, V.B.; SANDIM, M.J.R.; STAMOPOULOS, D.; RENZETTI, R.A.; SANTOS, A.D.; SANDIM, H.R.Z. Annealing effects on the microstructure and coercive field of two ferritic-martensitic Eurofer steels: a comparative study. **Journal of Nuclear Materials**, v.435, p.189, 2013.

OYARZÁBAL, M.; GURRUCHAGA, K.; MARTINEZ-DE-GUERENU, A.; GUTIÉRREZ, I. Sensitivity of conventional and non-destructive characterization techniques to recovery and recrystallization. **The Iron and Steel Institute of Japan International**, v.47, p.1458, 2007.

PADILHA, A.F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3.ed. São Paulo: ABM, 2005.

PETZOW, G. **Metallographic and ceramographic methods for reaviling microstructure**. Metals Park, Ohio: ASTM, 1976.

RAMAR, A.; SCHÄUBLIN, R. Analysis of hardening limits of oxide dispersion strengthened steel. **Journal of Nuclear Materials**, v.432, p.323, 2013.

RENZETTI, R.A.; SANDIM, H.R.Z.; BOLMARO, R.E.; SUZUKI, P.A.; MÖSLANG, A. X-ray evaluation of dislocation density in ODS-Eurofer steel. **Materials Science and Engineering A**, v.534, p.142, 2012.

RENZETTI, R.A.; SANDIM, H.R.Z.; SANDIM, M.J.R.; SANTOS, A.D.; MÖSLANG, A.; RAABE, D. Annealing effects on microstructure and coercive field of ferritic-martensitic ODS Eurofer steel. **Materials Science and Engineering A**, v.528, p.1442, 2011.

RENZETTI, R.A. **Estudo comparativo da recristalização de dois aços de atividade reduzida endurecidos por dispersão de óxidos (9% Cr e 13% Cr)**. 2013. Dissertação (Doutorado) - EEL-USP, Lorena, 2009.

RIBIS, J.; CARLAN, Y. Interfacial strained structure and orientation relationships of the nanosized oxide particles deduced from elasticity-driven morphology in oxide dispersion strengthened materials. **Acta Materialia**, v.60, p.238, 2012.

SABLIK, M.J. Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steels. **Journal of Applied Physics**, v.89, p.5610, 2001.

SAKASEGAWA, H.; TAMURA, M.; OHTSUKA, S.; UKAI, S.; TANIGAWA, H.; KOHYAMA, A.; Fujiwara, M. Precipitation behavior of oxide particles in mechanically alloyed powder of oxide-dispersion-strengthened steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v.452, p.2, 2008.

SAKASEGAWA, H.; HIROSE, T.; KOHYAMA, A.; KATOH, Y.; HARADA, T.; ASAKURA, K.; KUMAGAI, T. Effects of precipitation morphology on toughness of reduced activation ferritic/martensitic steels. **Journal of Nuclear Materials**, v.307, p.490, 2002.

SANDIM, H.R.Z.; RENZETTI, R.A.; PADILHA, A.F.; MÖSLANG, A.; LINDAU, R.; RAABE, D. Annealing behavior of RAFM ODS-Eurofer steel. **Fusion Science and Technology**, v.61, p. 136, 2012.

SANDIM, H.R.Z.; RENZETTI, R.A.; PADILHA, A.F.; RAABEC, D.; KLIMENKOVD, M.; LINDAU, R.; MOSLANG, A. Annealing behavior of ferritic-martensitic 9%Cr-ODS-Eurofer steel. **Materials Science and Engineering A**, v.527, p.3602, 2010.

SCHAEUBLIN, R.; LEGUEY, T.; SPÄTIG, P.; BALUC, N.; VICTORIA, M. Microstructure and mechanical properties of two ODS ferritic martensitic steels. **Journal of Nuclear Materials**, v.307, p.778, 2002.

SMITH, A.F.; HALES, R. Chromium depletion from stainless steels during vacuum annealing. **Werkstoffe und Korrosion**, v.28, p.405, 1977.

TPE Nucléaire 2010-2011. Disponível em <[http://tpenucleaire2011.jean23-quintin.net/le\\_projet\\_iter.html](http://tpenucleaire2011.jean23-quintin.net/le_projet_iter.html)>. Acesso em: 13 fev. 2014.

UNIFANTOWICZ, P.; OKSIUTA, Z.; OLIER, P.; CARLAN, Y.; BALUC, N. Microstructure and mechanical properties of an ODS RAF steel fabricated by hot extrusion or hot isostatic pressing. **Fusion Engineering and Design**, v.86, p.2413, 2011.

WILLIAMS, C.A.; MARQUIS, E.A.; CERESO, A.; SMITH, G.D.W. Nanoscale characterization of ODS-Eurofer 97 steel: an atom-probe tomography study. **Journal of Nuclear Materials**, v.400, p.37, 2010.

ZILNYK, K.D.; SANDIM, H.R.Z.; BOLMARO, R.E.; LINDAU, R.; MÖSLANG, A.; KOSTKA, A.; RAABE, D. Long-term microstructural stability of oxide-dispersion strengthened Eurofer steel annealed at 800°C. **Journal of Nuclear Materials**, v.448, p.33, 2014.

ZIMMERMANN, A.J.O. **Encruamento e recristalização dos aços inoxidáveis EUROFER e ODS EUROFER para aplicação em reatores de fusão nuclear**. 2009. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da USP, São Paulo, 2009.