



**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
**Autarquia Associada à Universidade de São Paulo**

**Texturas cristalográficas em ligas de urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas**

**GUILHERME FERNANDES NIELSEN**

**Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:  
Prof. Dr. Nelson Batista de Lima**

**São Paulo  
2021**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
**Autarquia Associada à Universidade de São Paulo**

**Texturas cristalográficas em ligas de urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas**

**Versão Corrigida**

**Versão Original disponível no IPEN**

**GUILHERME FERNANDES NIELSEN**

**Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:  
Prof. Dr. Nelson Batista de Lima**

**São Paulo  
2021**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho,  
para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

NIELSEN, G. F. *Texturas cristalográficas em ligas de urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas*. 2021. 144 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP,  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

<p>Nielsen, Guilherme Fernandes Texturas cristalográficas em ligas de urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas / Guilherme Fernandes Nielsen; orientador Nelson Batista de Lima. -- São Paulo, 2021. 144 p.</p> <p>Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2021.</p> <p>1. Urânio-molibdênio. 2. Laminação a quente. 3. Recozimento. 4. EBSD. 5. Textura cristalográfica. I. Lima, Nelson Batista de, orient. II. Título.</p>
--

## FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: Guilherme Fernandes Nielsen

Título: Texturas cristalográficas em ligas de urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo para obtenção de título de Doutor em Ciências.

Data: 28/01/2021

### Banca Examinadora

Profa. Dra. Clarice Terui Kunioshi

Instituição: CINA                      Julgamento: Aprovado

Prof. Dr. Thomaz Augusto Guisard Restivo

Instituição: UNISO                      Julgamento: Aprovado

Prof. Dr. Rafael Henrique Lazzari Garcia

Instituição: IPEN                      Julgamento: Aprovado



## AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer ao Prof. Dr. Nelson Batista de Lima pela orientação deste trabalho e pela confiança depositada em mim.

À minha grande amiga Selma Luiza Silva pelo apoio na conclusão deste trabalho.

Ao Marco Aurélio de Souza Góes pela confecção do aparato experimental para o recozimento.

Ao José Marcelo Soares pela preparação dos corpos de prova para a laminação e ajuda na montagem dos fornos para o tratamento térmico.

À Carina Melaré Melchor pela ajuda na preparação de amostras.

Ao Dr. Nathanael Wagner Sales Morais pelo treinamento e apoio na laminação e no tratamento térmico.

Ao CF(EN) César Augusto Gomes dos Santos pelo apoio na execução deste trabalho.

Ao Msc. Ricardo Gonçalves Gomide pela ajuda no encaminhamento da solicitação de autorização do desenvolvimento deste trabalho.

Ao CT(EN) José Milton Gabriel Lopes e ao 1ºTen (EN) Guilherme Costa de Oliveira pela ajuda no tratamento térmico de recozimento.

Ao pessoal da Divisão de Caracterização Química do Departamento de Materiais Nucleares pelos ensaios químicos.

Ao Msc. Fernando Augusto de Andrade pela realização da indentação nas amostras.

À Dra. Elaine Pereira pelo apoio.

Ao Dr. Glauson Aparecido Ferreira Machado pela análise por MEV das ligas deformadas.

Ao Dr. Rene Ramos de Oliveira e ao Dr. Rafael Henrique Lazzari Garcia pelo apoio.

À minha esposa Larissa Lara Fernandes por sempre estar ao meu lado, me apoiando e me incentivando.

Aos meus pais, irmãos e familiares pelo apoio.

Ao Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo e ao Centro Industrial Nuclear de ARAMAR por dispor da infraestrutura e dar oportunidade ao desenvolvimento deste trabalho.

“Quanto maior a dificuldade,  
tanto maior é o mérito de superá-la.”

Henry Ward Beecher

## RESUMO

NIELSEN, Guilherme F. **Texturas cristalográficas em ligas de urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas**. 2021. 144 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN/SP. São Paulo.

As ligas do sistema urânio-molibdênio têm um grande potencial para serem usadas como combustível monolítico em reatores nucleares de testes, pesquisas e também de potência de pequeno porte. A laminação e alguns tratamentos térmicos são processos normalmente usados para a produção de combustíveis monolíticos. Durante o processamento dos combustíveis monolíticos, ocorre o fenômeno da textura cristalográfica, que pode alterar suas propriedades isotrópicas. Baseando-se nesse contexto, este trabalho abordou os fenômenos de orientação cristalográfica preferencial em ligas do sistema urânio-molibdênio laminadas a quente e recozidas. As ligas fundidas no forno de indução U7,4Mo e U9,5Mo foram tratadas para homogeneização, laminadas a quente e recozidas. Nestas etapas de processo, as ligas foram caracterizadas microestruturalmente por técnicas de microscopia ótica e eletrônica. A presença de fases cristalinas e a macrotextura foi analisada por difração de raios X. A microtextura foi caracterizada por difração de elétrons retroespalhados, EBSD. As ligas no estado bruto de fusão e processadas apresentaram fase  $\gamma$ . A melhor condição de homogeneização foi a 1000 °C por 5 horas. As ligas de urânio deformadas apresentaram fibras  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\theta$ . A intensidade destas fibras variou em função do grau de deformação. Foi notada que a nucleação de grãos recristalizados ocorreu em locais preferenciais. Os grãos recristalizados possuem orientação preferencial. No recozimento, foi possível verificar que a microestrutura das amostras recozidas varia de acordo com o grau de deformação e do tempo de recozimento. A deformação gerou contornos de especiais do tipo CSL (*coincidence site lattice*) e sua movimentação foi observada com o recozimento.

Palavras-Chave: Urânio-molibdênio; Laminação a quente; Recozimento; EBSD; Textura cristalográfica.

## ABSTRACT

NIELSEN, Guilherme F. **Crystallographic texture of hot rolled and annealed uranium-molybdenum alloys**. 2021. 144 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN/SP. São Paulo.

The Uranium-molybdenum alloys are a good candidate to be used as monolithic nuclear fuel in research, test, and also small power energy nuclear reactors. Hot rolling and annealing processes have been used for the production of monolithic fuels. The fuel production processes can generate crystallographic texture, which can modify the isotropic properties. Based on this, this work studied the preferred crystallographic orientation in hot rolled and annealed U-Mo alloys. The U7.4Mo and U9.5Mo alloys were melted in a vacuum induction furnace and then homogenized, hot rolled, and annealed. The alloys were characterized by optical and electronic microscopies. The crystalline phases were identified by X-ray diffraction. The macrotexture was analyzed by x-ray diffractometry and the microtexture was characterized by EBSD. The as-cast and processed alloys have the gamma phase. The best homogenization condition achieved was 1000 °C for 5 hours. The homogenized treatment showed effective for microsegregation reduction and substantial grain size increase was not observed. The deformed uranium-molybdenum alloys presented  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\theta$  fibers. The intensity of these texture fibers changed with rolling reduction. It was noted that the nucleation of recrystallized grains occurred in preferred locations. Recrystallized grains have crystallographic texture. Upon annealing, it was possible to verify that the microstructure in the annealed samples varies according to the degree of deformation and the annealing time. The deformation generated coincidence site lattice (CSL) grain boundaries. The movement of these special boundaries was observed with annealing.

Keywords: Uranium-molybdenum; hot rolling; annealing; EBSD; crystallographic texture.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Parâmetros de rede e densidade do urânio metálico.....	22
Tabela 2.2 – Propriedades dos principais elementos de liga para o urânio.....	24
Tabela 2.3 – Trabalhos que abordam estudos de homogeneização em ligas urânio-molibdênio.....	28
Tabela 2.4 – Nomenclaturas de componentes de textura mais comuns.....	37
Tabela 2.5 – Componentes comuns de textura de metais CCC laminados.....	45
Tabela 2.6 – Eixos de rotação e ângulos para os sítios de coincidência.....	50
Tabela 3.1 – Constituintes e contaminantes das ligas de urânio-molibdênio (mg.kg <sup>-1</sup> ± desvio padrão). Os valores que não possuem desvio padrão indicam que a concentração está abaixo do limite de detecção do equipamento.....	52
Tabela 3.2 – Espessura, deformação real e de engenharia das ligas U-Mo laminadas a quente.....	55
Tabela 4.1 – Parâmetros de rede obtidos por Rietveld das ligas U-Mo no estado bruto de fusão e tratadas termicamente na condição de 1000 °C por 5 horas. Valores em Å.....	66
Tabela 4.2 – Fator de forma dos grãos das ligas U-Mo laminadas a quente.....	74
Tabela 4.3 – Principais componentes de textura observadas nos grãos deformados e fragmentados das ligas U7,4Mo e U9,5Mo laminadas em 50%, 65% e 80%.....	83
Tabela 4.4 – Tamanho médio dos grãos recristalizados das ligas U7,4Mo e U9,5Mo laminadas em 50, 65 e 80% em diversos tempos de recozimento.....	88
Tabela 4.5 – Fração recristalizada das ligas U7,4Mo e U9,5Mo laminadas em 50, 65 e 80% e recozidas nos tempos de 20 e 40 minutos.....	89
Tabela 4.6 – Principais componentes de textura observadas nos grãos recristalizados em diversos tempos de recozimento da liga U7,4Mo laminada em 50, 65 e 80%.....	103
Tabela 4.7 – Principais componentes de textura observadas nos grãos recristalizados em diversos tempos de recozimento da liga U9,5Mo laminada em 50, 65 e 80%.....	106

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Ilustração de combustível monolítico no formato de placa.....	18
Figura 2.1 – Estrutura cristalina das fases $\alpha$ (a), $\beta$ (b), e $\gamma$ (c) do urânio. As esferas representam os átomos de urânio. A figura (d) mostra as direções do reticulado cristalino.....	21
Figura 2.2 – Coeficiente de expansão térmica das direções cristalinas da fase $\alpha$ do urânio. ....	23
Figura 2.3 – Transformações isotérmicas para as ligas de U-Mo. ....	25
Figura 2.4 – Diagrama de fases da liga urânio-molibdênio. ....	26
Figura 2.5 – Estrutura cristalina da fase $U_2Mo$ . As esferas de coloração azul representam os átomos de urânio e as esferas roxas, molibdênio. ....	27
Figura 2.6 – Microestrutura da liga $U_9Mo$ homogeneizada e tratada termicamente a 500 °C por 14 dias. ....	27
Figura 2.7 – Desenho esquemático do processo de laminação.....	29
Figura 2.8 – Sistemas de escorregamento em metais CCC. ....	30
Figura 2.9 – Fração recristalizada em função do tempo. ....	32
Figura 2.10 – Passos de recristalização para ligas $U_{10}Mo$ laminadas a frio em diferentes temperaturas: 600 °C (a) e 700 °C (b). As regiões deformadas são definidas pela cor vermelha, regiões intermediárias pela amarela e recristalizada pela azul.....	35
Figura 2.11 – Orientação das direções usadas para representação da placa laminada. Representação de um cristal orientado (110) [001]. ....	37
Figura 2.12 – a) Ilustração esquemática representando os ângulos $\alpha$ e $\beta$ em uma figura de pólo. b) Figura de pólo (200) de um aço baixo carbono laminado a frio. A representação da DL e da DT estão indicadas na figura. A DN é a direção normal à superfície.....	38
Figura 2.13 – Demonstração da rotação entre a amostra e os eixos cristalinos a partir dos ângulos de Euler. A ordem de rotações 1, 2 e 3 deve ser seguida. ....	39
Figura 2.14 – Espaço de Euler com notação de Bunge para $\varphi_2 = 0^\circ$ e $45^\circ$ . ....	40
Figura 2.15 – Padrão de Kikuchi (a) e o mesmo padrão com as indexações dos planos e direções cristalográficas (b).....	41
Figura 2.16 – Mapa de qualidade de imagem (a), mapa de orientação (b) e mapa de fases cristalinas (c) para uma liga bifásica níquel-tungstênio. ....	41

Figura 2.17 – Distribuição de desorientação média de grão para urânio metálico deformado a frio e recozido.....	42
Figura 2.18 – Ilustração de figura de distribuição de orientação cristalográfica de um metal cúbico de corpo centrado. a) dados experimentais e b) localização das importantes componentes de textura e das fibras $\alpha$ e $\gamma$ .....	45
Figura 2.19 – Mapa de Taylor para a deformação plana de cristais CCC.....	48
Figura 2.20 – Sítio de coincidência $\Sigma = 5$ formado a partir de duas redes cúbicas deslocadas em $36,9^\circ$ sobre o eixo $\langle 001 \rangle$ , Os círculos de cor sólida denotam sítios em comum entre as duas redes.....	49
Figura 3.1 – Fluxograma do processamento das ligas do sistema U-Mo. As caracterizações realizadas são descritas resumidamente entre parênteses. ....	51
Figura 3.2 – Arranjo experimental do forno tubular horizontal. ....	53
Figura 4.1 – Difrátogramas das ligas U7,4Mo e U9,5Mo no estado bruto de fusão. ....	60
Figura 4.2 – Micrografias das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) no estado bruto de fusão. As imagens foram obtidas por campo claro. ....	61
Figura 4.3 – Micrografias obtidas por elétrons retroespalhados das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) no estado bruto de fusão. ....	61
Figura 4.4 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da liga U7,4Mo no estado bruto de fusão e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados na micrografia. ....	62
Figura 4.5 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da liga U9,5Mo no estado bruto de fusão e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados na micrografia. ....	63
Figura 4.6 – Difrátogramas da liga U7,4Mo tratada termicamente nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 horas. ....	64
Figura 4.7 – Difrátogramas da liga U9,5Mo tratada termicamente nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 horas. ....	65
Figura 4.8 – Micrografias da liga U7,4Mo tratada termicamente por 5 horas nas temperaturas de 800 (a),(b), 900 (c),(d) e 1000 °C (e),(f). As imagens (a) e (c) foram obtidas por campo escuro, (b), (d) e (f) luz polarizada e (e) por campo claro. ....	67
Figura 4.9 – Micrografias da liga U9,5Mo tratada termicamente por 5 horas nas temperaturas de 800 (a), 900 (b) e 1000 °C (c). As imagens (a) e (b) foram obtidas por campo claro e a micrografia (c) por DIC. ....	68
Figura 4.10 – Micrografias obtidas por elétrons retroespalhados das ligas U7,4Mo e U9,5Mo tratadas termicamente nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 horas. ....	69

Figura 4.11 – Figuras de pólos (110) das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) no estado bruto de fusão e das ligas U7,4Mo (c) e U9,5Mo (d) tratadas termicamente na condição de 1000 °C por 5 horas. Os eixos X e Y representam a DL e a DT, respectivamente.....	71
Figura 4.12 – Difractogramas das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) deformadas. O grau de deformação está indicado na legenda. ....	72
Figura 4.13 – Micrografias obtidas por microscopia ótica das ligas U7,4Mo e U9,5Mo tratadas termicamente na temperatura de 1000 °C por 5 horas e laminadas a quente nas deformações de 50%, 65% e 80%. Seção normal. O grau de deformação e a direção de laminação estão indicados na parte esquerda e na parte inferior da figura, respectivamente.....	73
Figura 4.14 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados da liga U7,4Mo tratada termicamente na temperatura 1000 °C e laminadas a quente na deformação de 50%.....	74
Figura 4.15 – FDOC's para a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ da liga U7,4Mo deformada em 50 (a), 65 (c) e 80% (e) e da liga U9,5Mo deformada em 50 (b), 65 (d) e 80% (f). ....	77
Figura 4.16 – Intensidade das fibras $\gamma$ (a), $\alpha$ (c) e $\theta$ (e) para a liga U7,4Mo e das fibras $\gamma$ (b), $\alpha$ (d) e $\theta$ (f) para a liga U9,5Mo. O grau de deformação está indicado na legenda. ....	78
Figura 4.17 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da liga U7,4Mo deformada. O grau de deformação está indicado na parte esquerda.....	80
Figura 4.18 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da liga U9,5Mo deformada. O grau de deformação está indicado na parte esquerda.....	81
Figura 4.19 – Mapas da desorientação média dos grãos das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) deformada em 80%. Grãos com cor vermelha e azul possuem desorientação média maior e menor que $1,5^\circ$ , respectivamente. ....	82
Figura 4.20 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's da liga U7,4Mo deformada dividida entre grãos maiores e menores que $50 \mu\text{m}$ . O grau de deformação está indicado na parte esquerda. ....	84
Figura 4.21 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's da liga U9,5Mo deformada dividida entre grãos maiores e menores que $50 \mu\text{m}$ . O grau de deformação está indicado na parte esquerda. ....	85
Figura 4.22 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's dos resultados de microtextura das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas. O grau de deformação está indicado na parte esquerda.....	86



Figura 4.23 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U7,4Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	90
Figura 4.24 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U7,4Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	91
Figura 4.25 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U7,4Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	92
Figura 4.26 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U7,4Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	93
Figura 4.27 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U7,4Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	94
Figura 4.28 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U7,4Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	95
Figura 4.29 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U9,5Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	96
Figura 4.30 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U9,5Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	97
Figura 4.31 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U9,5Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	98
Figura 4.32 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U9,5Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	99

Figura 4.33 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U9,5Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	100
Figura 4.34 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U9,5Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	101
Figura 4.35 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's das regiões recristalizadas das amostras da liga U7,4Mo deformada e recozida nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos. As FDOC's dos grãos fragmentados da amostras deformadas também são apresentadas.....	104
Figura 4.36 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's das regiões recristalizadas das amostras da liga U9,5Mo deformada e recozida nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos. As FDOC's dos grãos fragmentados da amostras deformadas também são apresentadas.....	107
Figura 4.37 – Mapas da desorientação média dos grãos das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) deformadas em 80% e recozidas por 1 minuto. Grãos com cor vermelha e azul possuem desorientação média maior e menor que $1,5^\circ$ , respectivamente.....	108
Figura 4.38 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's referentes ao resultado total de microtextura da liga U7,4Mo deformada e recozida a 650 °C nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos.....	109
Figura 4.39 – Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOC's referentes ao resultado total de microtextura da liga U9,5Mo deformada e recozida a 650 °C nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos.....	110
Figura 4.40 – Mapas do fator de Taylor para a liga U7,4Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). ....	112
Figura 4.41 – Mapas do fator de Taylor para a liga U7,4Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). ....	113
Figura 4.42 – Mapas do fator de Taylor para a liga U7,4Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). ....	114
Figura 4.43 – Mapas do fator de Taylor para a liga U9,5Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). ....	115

Figura 4.44 – Mapas do fator de Taylor para a liga U9,5Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	116
Figura 4.45 – Mapas do fator de Taylor para a liga U9,5Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	117
Figura 4.46 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U7,4Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	118
Figura 4.47 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U7,4Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	119
Figura 4.48 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U7,4Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	120
Figura 4.49 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U9,5Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	121
Figura 4.50 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U9,5Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	123
Figura 4.51 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U9,5Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	124
Figura 4.52 – Histograma de orientação entre grãos da liga U7,4Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	125
Figura 4.53 – Histograma de orientação entre grãos da liga U7,4Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	126
Figura 4.54 – Histograma de orientação entre grãos da liga U7,4Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	127
Figura 4.55 – Histograma de orientação entre grãos da liga U9,5Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	128
Figura 4.56 – Histograma de orientação entre grãos da liga U9,5Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f). .....	129

Figura 4.57 – Histograma de orientação entre grãos da liga U9,5Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).....	130
Figura 4.58 – Distribuição de Mackenzie. ....	131

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>17</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>21</b>
2.1	Urânio metálico .....	21
2.2	Sistema urânio-molibdênio .....	24
2.3	Deformação por laminação a quente .....	29
2.4	Recozimento.....	31
2.5	Textura cristalográfica.....	36
2.6	EBSD e microtextura .....	40
2.6.1	Microtextura.....	43
2.7	Textura em materiais CCC .....	44
2.8	Fator Taylor .....	47
2.9	Sítios de coincidência .....	48
<b>3</b>	<b>EXPERIMENTAL .....</b>	<b>51</b>
3.1	Preparação das ligas .....	51
3.2	Tratamento térmico.....	53
3.3	Laminação a quente.....	54
3.4	Recozimento.....	55
3.5	Caracterização microestrutural .....	56
3.5.1	Preparação metalográfica .....	56
3.5.2	Microscopia ótica.....	57
3.5.3	Difratometria de raios X.....	57
3.5.4	Microscopia eletrônica de varredura.....	58
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>59</b>
4.1	Análises das ligas no estado bruto de fusão .....	59
4.2	Análises das ligas homogeneizadas .....	64
4.2.1	Textura cristalográfica .....	70
4.3	Análises das ligas deformadas.....	71
4.3.1	EBSD das ligas deformadas.....	79

4.4	Evolução da recristalização .....	87
4.5	Fator de Taylor .....	111
4.6	Contornos CSL e ângulos de desorientação.....	117
5	CONCLUSÕES .....	133
6	TRABALHOS FUTUROS.....	135
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	137

## 1 INTRODUÇÃO

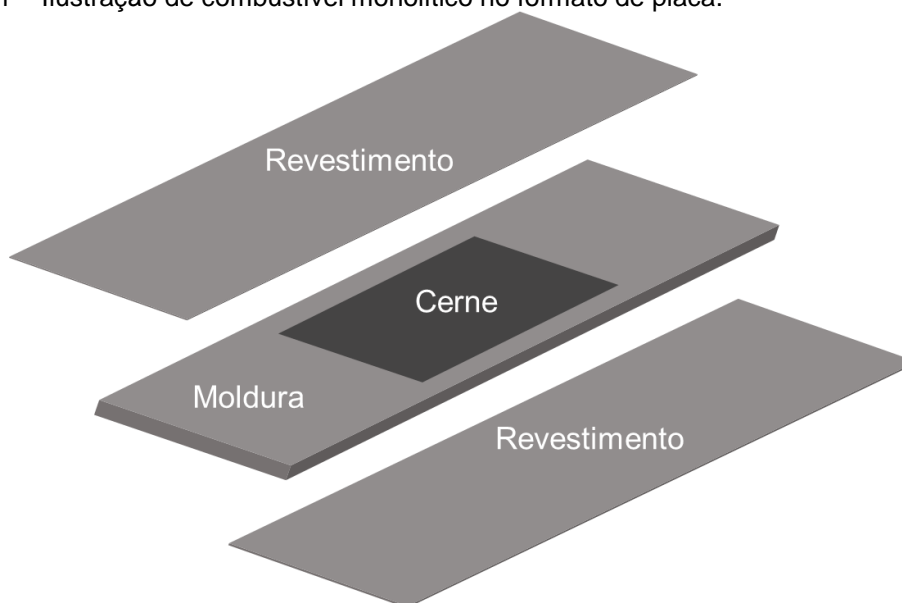
O programa de redução do enriquecimento do combustível nuclear usado em reatores nucleares de pesquisa e de testes (*Reduced Enrichment for Research and Test Reactors Program, RERTR*) foi iniciado em 1978 para desenvolver tecnologia necessária para esses reatores operarem com combustíveis nucleares com baixo grau de enriquecimento de urânio [1], [2].

Estes acordos consistem em utilizar combustíveis nucleares com enriquecimento inferior a 20% em peso do isótopo físsil  $^{235}\text{U}$ , denominado LEU (*Low Enriched Uranium*). Este valor máximo de enriquecimento foi estabelecido pela razão de ser considerado um material de menor preocupação para proliferação de armas nucleares [2].

Existem inúmeros desafios tecnológicos para cumprir este limite de enriquecimento e gerar o mesmo desempenho em reatores nucleares. As soluções propostas seriam o uso de uma quantidade maior de combustível ou a produção de combustíveis nucleares com alta concentração de material físsil [3]–[5].

Combustíveis monolíticos são empregados para aumentar a densidade de material físsil em combustíveis nucleares. Os combustíveis monolíticos normalmente são produzidos no formato de placas onde seu cerne é o material físsil de forma sólida e metálica que está envolto por chapas de ligas de alumínio, zircônio ou aço inoxidável [6]. A Figura 1.1 ilustra combustíveis monolíticos no formato de placa. Combustíveis metálicos nesta configuração permitem atingir alta densidade de urânio em seu núcleo. Estes combustíveis possuem uma alta condutividade térmica e um ponto de fusão intermediário. Este alto teor de material físsil, no entanto, pode ser indesejado em placas de elevada espessura, pois não há escape de gases da fissão e isto pode gerar o inchamento excessivo do combustível [1], [7].

Figura 1.1 – Ilustração de combustível monolítico no formato de placa.



Fonte: Autor da tese.

O combustível monolítico tem um grande potencial de ser utilizado em reatores de testes, reatores de pesquisa e em reatores de potência de pequeno porte, como o PWR (*Pressurized Water Reactor*).

Os combustíveis monolíticos podem ter algumas desvantagens como a reatividade química, acarretando em uma baixa resistência à oxidação e alta piroforicidade, anisotropia de propriedades e inchamento por irradiação [7]. Para reduzir estes efeitos indesejáveis, são adicionados elementos de liga [8].

Dentre os combustíveis monolíticos mais utilizados, está a liga de urânio-molibdênio. Essa liga, a partir de 7% em peso de molibdênio, estabiliza a fase cristalina cúbica de corpo centrado (fase  $\gamma$ ). Esta fase cristalina é a que possui maior estabilidade química e dimensional durante a operação em reatores nucleares [1], [9]. A liga contendo 10% em peso de molibdênio possui as melhores características de desempenho. Estes fatores de desempenho incluem o mínimo inchamento do combustível, melhor taxa de queima com baixa taxa de inchamento e também estabilidade de fase [10].

Para a produção de placas combustíveis, a técnica de laminação é a mais empregada [1], [11], [12]. Normalmente é usado o processo de laminação a quente, pois este processamento favorece o caldeamento, ou seja, a junção do cerne do combustível e de seu revestimento. Processos de deformação mecânica possuem mecanismos de modificação da microestrutura do material e geram a



orientação cristalográfica preferencial, a textura cristalográfica [13]. A compreensão, o controle e o monitoramento da textura cristalográfica nos materiais nucleares é de grande importância, tendo em vista que a textura cristalográfica pode modificar as propriedades dos materiais.

O tratamento térmico de recozimento em materiais deformados é realizado para aliviar tensões geradas na deformação e refinar os grãos, ou seja, fatores que influenciam o comportamento do combustível nuclear durante a sua irradiação [14].

O conhecimento da evolução microestrutural das ligas U-Mo durante o processamento é, portanto, essencial para o combustível nuclear monolítico operar em condições seguras [11].

Com base nessas informações, este trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento cristalográfico das ligas U7,4Mo e U9,5Mo (% em peso) em diversas condições de deformação por laminação a quente e de recozimento.

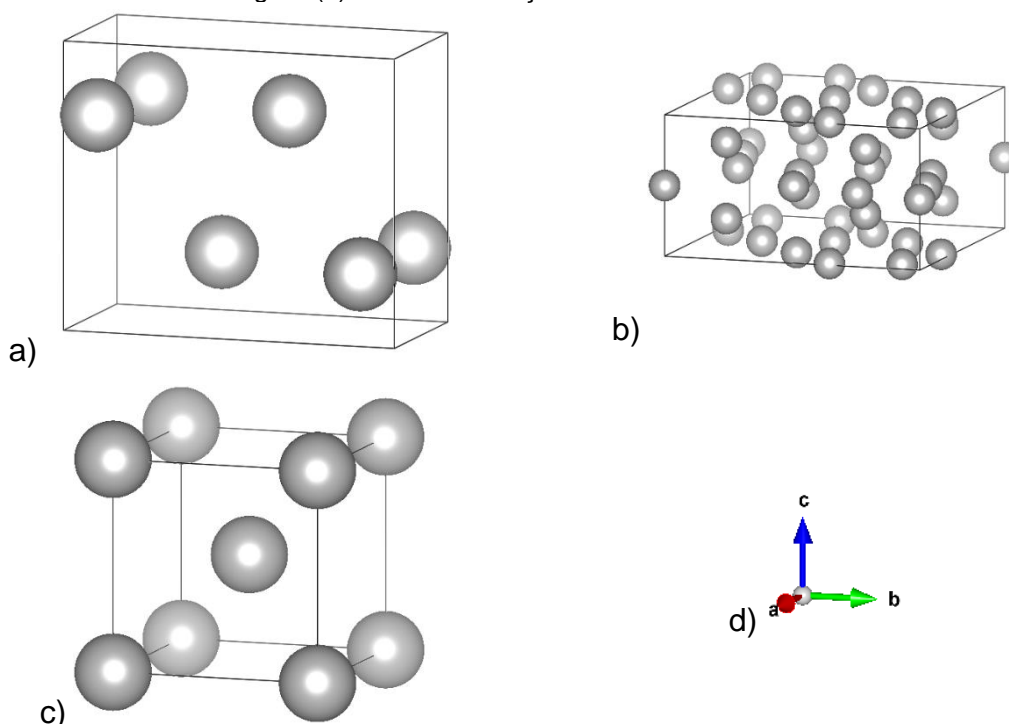


## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Urânio metálico

A estrutura cristalina do urânio metálico em temperatura ambiente é ortorrômbica, também conhecida como fase  $\alpha$ . Acima de  $668^{\circ}\text{C}$ , o urânio  $\alpha$  transforma-se em fase  $\beta$ , que possui estrutura cristalina tetragonal. A fase  $\gamma$  do urânio se forma a partir de  $776^{\circ}\text{C}$ . Esta fase apresenta estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). A Figura 2.1 e a Tabela 2.1 mostram a célula unitária e os parâmetros de rede das fases alotrópicas do urânio, respectivamente.

Figura 2.1 – Estrutura cristalina das fases  $\alpha$  (a),  $\beta$  (b), e  $\gamma$  (c) do urânio. As esferas representam os átomos de urânio. A figura (d) mostra as direções do reticulado cristalino.



Fonte: Autor da tese.

Embora o urânio puro seja a condição que possua a maior densidade de material físsil, o seu uso como combustível nuclear é indesejado por diversos fatores. Alguns desses fatores são a baixa resistência a corrosão, baixa dureza, baixa tensão de escoamento e o inchamento anisotrópico durante a irradiação [7].

A fase  $\alpha$  do urânio é extremamente anisotrópica. Como exemplo de anisotropia, tem-se a expansão térmica (Figura 2.2) onde, em temperatura ambiente, o coeficiente de expansão térmica nos eixos a e c é da ordem de  $2 \cdot 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C/m}$  e, na direção de b, é próximo de zero ou negativo [15].

Tabela 2.1 – Parâmetros de rede e densidade do urânio metálico.

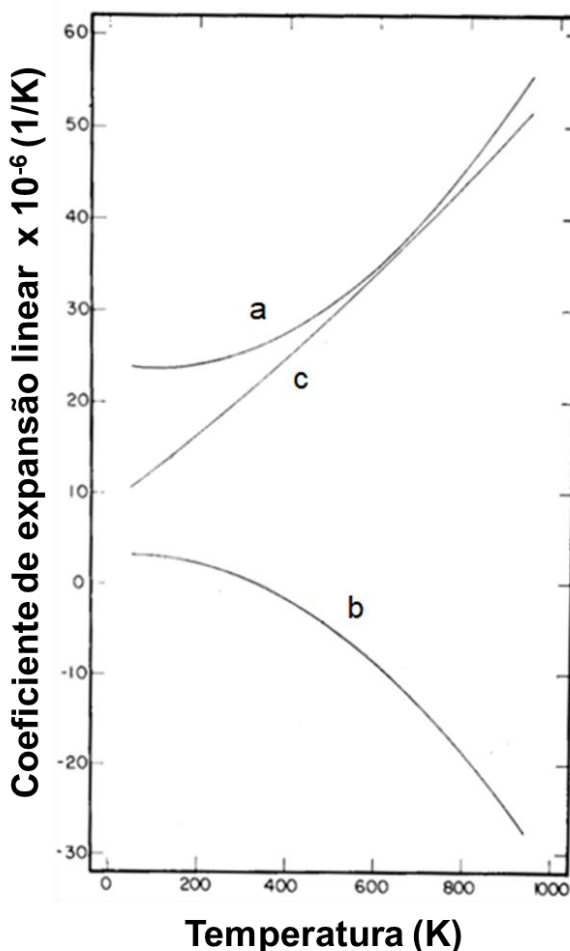
Fase	Grupo espacial	Parâmetros de rede (Å)	Nº de átomos por célula unitária	Densidade teórica ( $\text{g/cm}^3$ )	Temperatura ( $^\circ\text{C}$ )
$\alpha$	Cmcm	a= 2,853 b= 5,864 c= 4,945	4	19,07	25
$\beta$	P4/mnm	a= 10,75 c= 5,652	30	18,13	700
$\gamma$	$\text{Im}\bar{3}\text{m}$	a=3,542	2	17,79	900

Fonte: Adaptado de [16].

A fase  $\beta$ , assim como a fase  $\alpha$ , possui elevado grau de anisotropia. O comportamento de inchamento sob irradiação é similar à fase  $\alpha$  [10]. É uma fase frágil que impede sua conformação plástica [3].

Supondo a utilização do urânio puro em reatores nucleares de potência, a simples alteração de fase  $\alpha$  para  $\beta$  resulta no aumento de volume em 1% [17] e, como um reator nuclear em operação possui ciclagem térmica, essa instabilidade dimensional acarreta o inchamento do combustível.

O urânio  $\gamma$  é uma fase isotrópica que tem facilidade em seu processamento e estabilidade durante a irradiação. Porém, o urânio  $\gamma$  não pode ser estabilizado em temperatura ambiente por têmpera.

Figura 2.2 – Coeficiente de expansão térmica das direções cristalinas da fase  $\alpha$  do urânio.

Fonte: Adaptado de [18].

O controle da incorporação de contaminantes no urânio metálico é de extrema importância. As impurezas contidas neste metal influenciam nas propriedades mecânicas e nucleares. Carbono, oxigênio e nitrogênio podem ser incorporados durante o processo de fundição. Estes elementos formam inclusões no metal. Alguns fluoretos podem ser incorporados durante o processo de redução magnesiotérmica do  $UF_4$ , processo mais usado para a produção de urânio metálico. Ferro e silício podem também formar inclusões com urânio. Essas impurezas afetam a ductilidade do urânio. O hidrogênio talvez seja o contaminante que causa danos mais sérios ao metal, pois, com sua contaminação, promove a fragilização do material [19].

## 2.2 Sistema urânio-molibdênio

Conforme visto na seção 2.1, o urânio puro na fase  $\gamma$  não é estável em temperatura ambiente e é uma fase de grande interesse em aplicações nucleares. A adição de alguns elementos de liga ao urânio retém a fase metaestável  $\gamma$  em temperatura ambiente e ocasiona melhorias em suas propriedades, tais como resistência à corrosão, ductilidade e resistência mecânica [8].

Os elementos Mo, Zr e Nb foram considerados os principais elementos de liga por possuírem baixa absorção de nêutrons térmicos, elevado ponto de fusão, alta condutividade térmica e boa resistência à corrosão [20]. A Tabela 2.2 mostra as principais propriedades desses elementos de liga.

Tabela 2.2 – Propriedades dos principais elementos de liga para o urânio.

<b>Propriedade</b>	<b>Mo</b>	<b>Zr</b>	<b>Nb</b>
Seção de choque de absorção térmica (barn)	2,48	0,18	1,15
Densidade ( $\text{gcm}^{-3}$ )	10,22	6,49	8,35
Ponto de fusão ( $^{\circ}\text{C}$ )	2623	1854	2477
Coefficiente de expansão térmica ( $\text{K}^{-1}$ )	$5,35 \times 10^{-6}$	$5,78 \times 10^{-6}$	$7,34 \times 10^{-6}$
Condutividade térmica ( $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	138	22,7	54

Fonte: Adaptado de [20].

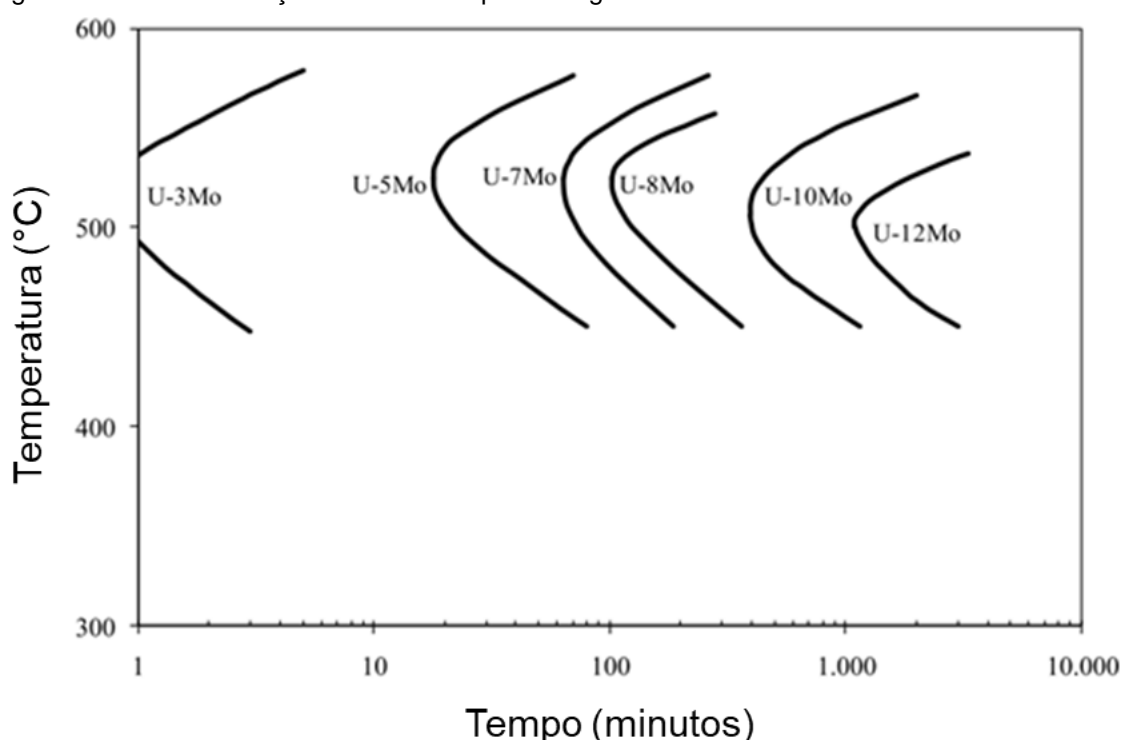
Apesar de possuir a maior seção de choque para absorção de nêutrons térmicos dentre os potenciais elementos de liga, o Mo foi selecionado por ser o melhor na estabilização da fase  $\gamma$  e proporcionar a maior densidade de material físsil na liga [20], [21].

A fase  $\gamma$  pode se decompor em função do tempo e de sua temperatura. A Figura 2.3 mostra o diagrama transformação-tempo-temperatura (TTT) para várias concentrações de molibdênio na liga U-Mo. Nessa figura é possível notar que com o aumento da concentração de molibdênio, aumenta o tempo de decomposição da fase  $\gamma$ , comportamento extremamente relevante para a aplicação em combustíveis nucleares. Essa figura evidencia que ligas com quantidades inferiores a 5% em peso de molibdênio formam fase  $\gamma$  somente com rápido resfriamento. Ligas acima de 8%, pelo contrário, resfriada com taxa de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  podem reter fase  $\gamma$  em temperatura ambiente [22].

Segundo Lisboa et al. [9], ligas de U-Mo contendo entre 7 a 10% em peso de Mo são mais efetivas para estabilização de fase  $\gamma$ . Estudos envolvendo miniplacas de combustíveis nucleares monolíticos de U10Mo mostraram resultados satisfatórios com relação aos requisitos dos atuais reatores nucleares [9], [23].

Os trabalhos de Tangri e Willians [24] e de Starikov et al. [25] avaliaram a formação de fases metastáveis em função do teor de molibdênio. No estudo de Tangri e Willians [24], foi constatado que as fases metaestáveis  $\alpha'$  ou  $\alpha''$  podem se formar ao submeter ligas de urânio com até 4,83% em peso de molibdênio à têmpera em água. As fases  $\alpha'$  e  $\alpha''$  possuem, respectivamente, estruturas tetragonal e monoclinica. Essas fases são leves variações da fase  $\alpha$ . Já o trabalho de Starikov et al. [25] reportou que as ligas submetidas à têmpera em água contendo 4,93-5,55% em peso de Mo apresentaram a fase  $\gamma^0$ , uma fase similar à fase tetragonal de corpo centrado, porém com deslocamento do átomo central da célula unitária na direção [001] [25].

Figura 2.3 – Transformações isotérmicas para as ligas de U-Mo.



Fonte: Adaptado de [26].

Estruturas do tipo  $\gamma^s$  também são observadas em ligas do sistema U-Mo [25], [27]. São fases formadas normalmente a partir do rápido resfriamento dessas

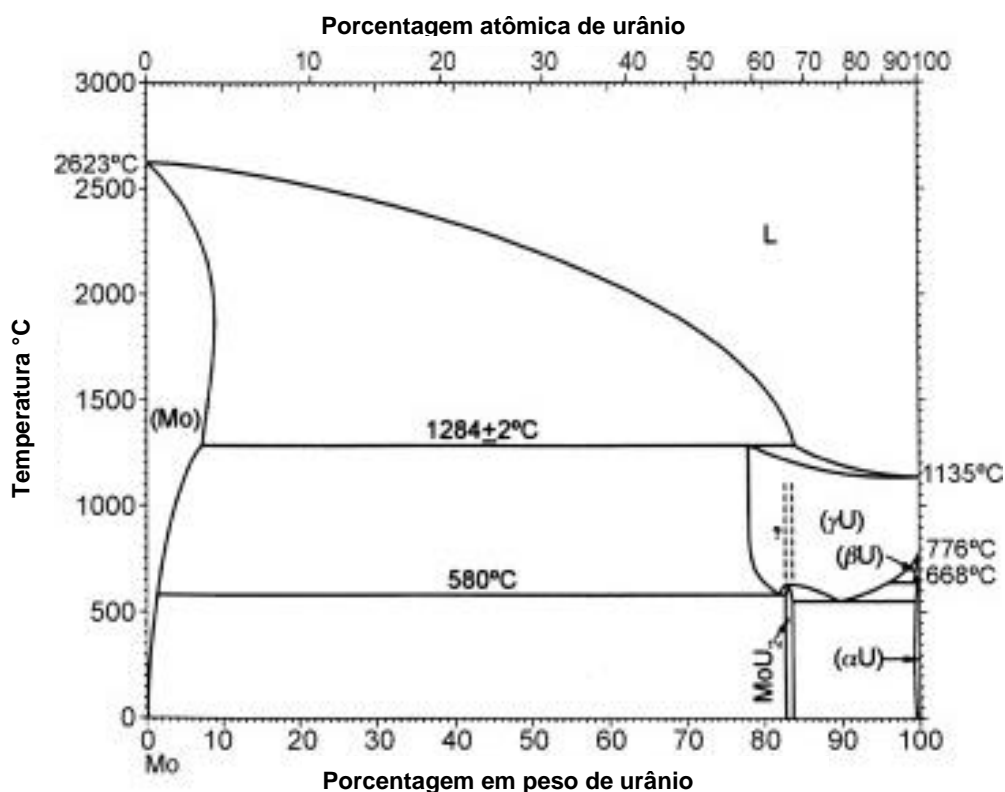
ligas. A fase  $\gamma^s$  é equivalente a 4 células unitárias da fase  $\gamma$ . Na fase  $\gamma^s$ , os átomos centrais são levemente deslocados em relação a cada célula de origem da fase  $\gamma$ .

A liga urânio-molibdênio pode sofrer decomposição da fase  $\gamma$  quando submetida a um processamento ou quando irradiada por tempos prolongados. Esta reação eutetóide, urânio  $\gamma \rightarrow \text{U}_2\text{Mo}$  ( $\gamma'$ ) + urânio  $\alpha$ , se inicia em 550 °C, conforme indicado no diagrama de fases (Figura 2.4), mas pode iniciar em 375°C, dependendo da condição de processamento [28].

A fase  $\gamma'$  é tetragonal de corpo centrado e os parâmetros de rede são  $a=3,427 \text{ \AA}$  e  $c=9,834 \text{ \AA}$ . Conforme mostrado na Figura 2.5, a estrutura desta fase consiste em um átomo de molibdênio circundado por oito átomos de urânio [29].

A Figura 2.6 mostra a micrografia da liga U9Mo tratada termicamente a 500 °C por 14 dias. Nesta figura é observada a microestrutura lamelar ocasionada pela decomposição da fase  $\gamma$  do urânio [30].

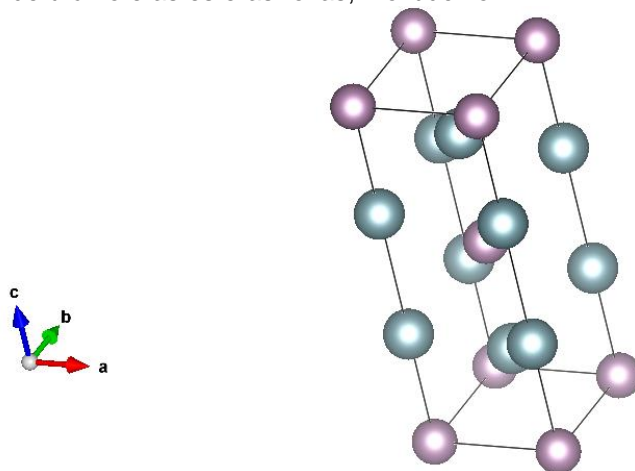
Figura 2.4 – Diagrama de fases da liga urânio-molibdênio.



Fonte: Adaptado de [5].



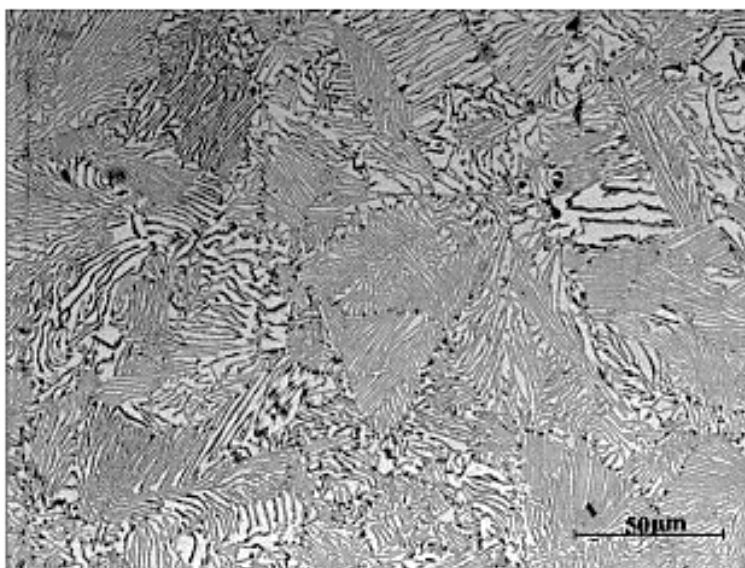
Figura 2.5 – Estrutura cristalina da fase  $U_2Mo$ . As esferas de coloração azul representam os átomos de urânio e as esferas roxas, molibdênio.



Fonte: Autor da tese.

Como visto anteriormente, a variação da concentração de molibdênio tem grande influência na decomposição da fase  $\gamma$ . Deste modo, caso a liga U-Mo tenha zonamento, ou seja, heterogeneidade da concentração de Mo em uma microrregião da liga, a precipitação das fases  $U_2Mo$  e  $\alpha-U$  é facilitada e, assim, acarreta em uma liga anisotrópica [28]. Por esta razão, o tratamento térmico de homogeneização é normalmente empregado para reduzir o zonamento em ligas. Além de contribuir para evitar a anisotropia, ligas de U-Mo homogeneizadas são resistentes a corrosão sendo, então, um fator importante para a fabricação de combustíveis monolíticos [6], [31]–[33].

Figura 2.6 – Microestrutura da liga  $U_9Mo$  homogeneizada e tratada termicamente a 500 °C por 14 dias.



Fonte: [30].

Existem vários estudos que abordam o tratamento térmico de homogeneização em ligas de U-Mo. A Tabela 2.3 mostra os parâmetros de tratamento térmico de homogeneização usados em pesquisas de ligas do sistema U-Mo. Com base nos resultados dos trabalhos mencionados nesta tabela, a condição de 4 horas de tratamento a 1000 °C torna essas ligas homogêneas.

Tabela 2.3 – Trabalhos que abordam estudos de homogeneização em ligas urânio-molibdênio.

<b>Referência</b>	<b>Liga</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Tempo</b>
Clarke et al. [28]	U10Mo	800, 1000 °C	1-32h
Coughlen et al. [34]	U10Mo	900, 1000, 1090 °C	6-48h
Joshi et al. [35]	U10Mo	800, 1000 °C	4-48h
Neogy et al. [30]	U9Mo	1000 °C	24h

Fonte: Autor da tese.

O aumento da temperatura de homogeneização ou o aumento do tempo de patamar pode ocasionar o crescimento anormal do grão. Este efeito é reportado no trabalho de Coughlen et al. [34], que tratou termicamente a liga U10Mo a 1090 °C com patamar de 6 horas.

O trabalho de Joshi et al. [35] constata que a liga U10Mo homogeneizada a 1000 °C por 16h formou grãos de tamanhos entre 200-300 µm. Neste mesmo trabalho, foi observado também que a liga U10Mo homogeneizada a 800 °C por 24h formou grãos entre 10-30 µm.

Já no trabalho de Neogy et al. [30], o tamanho de grão obtido é da ordem de 133 µm. Vale destacar que o tamanho de grão pode ser influenciado também pela concentração de carbono na liga [28].

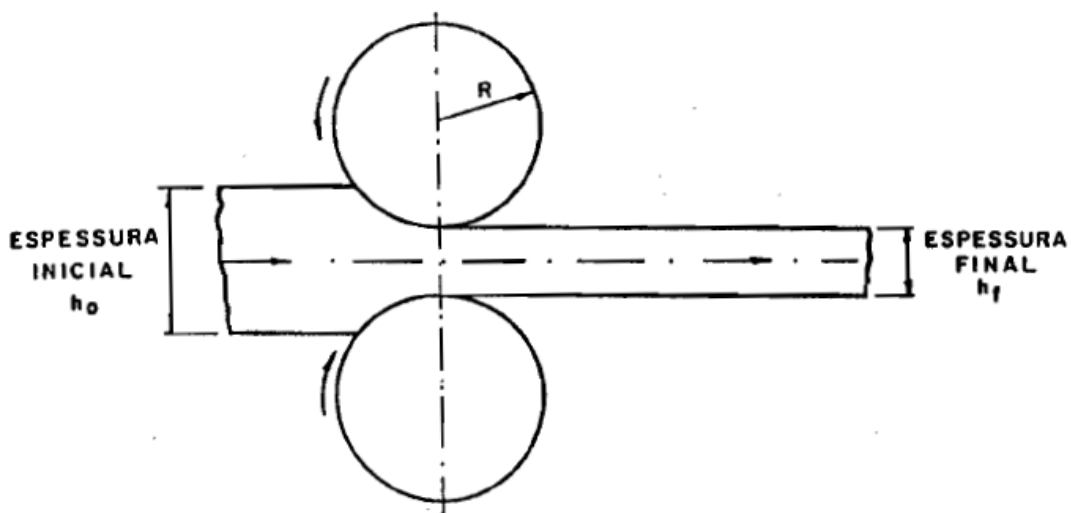
Tamanho de grão elevado pode ter algumas vantagens, pois nos trabalhos de Lee et al. [36] e Jana et al. [33] foi observado que o aumento do tamanho de grão retarda o processo de decomposição da fase  $\gamma$ . Ambos os trabalhos atribuem esse efeito à redução da área de contorno de grão, pois a reação eutetóide ocorre preferencialmente nesta região.

### 2.3 Deformação por laminação a quente

A maioria dos processos de produção e desenvolvimento de combustíveis nucleares monolíticos envolve a deformação plástica.

A laminação consiste num processo de conformação a partir da passagem de uma peça entre 2 cilindros que giram em sentidos contrários. A peça então sofre uma deformação plástica, reduzindo a espessura e aumentando o seu comprimento. A figura 2.7 ilustra este processo. O esforço principal de deformação por laminação é o de compressão direta [37].

Figura 2.7 – Desenho esquemático do processo de laminação.



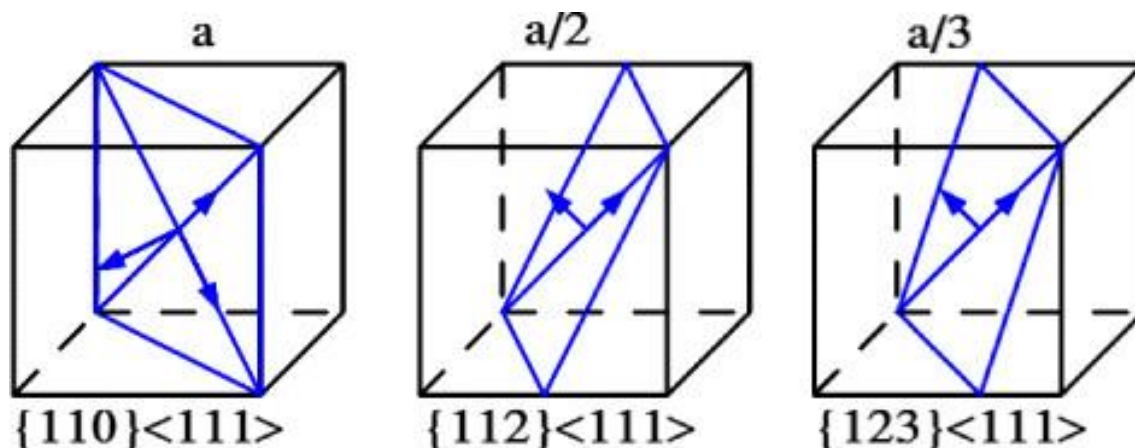
Fonte: [37].

O processo de laminação a quente normalmente é realizado acima da temperatura de recristalização. Então, normalmente a temperatura de deformação é maior que a metade da temperatura de fusão da liga. O trabalho a quente contribui com a redução da resistência à deformação plástica da peça e pode ocorrer a recuperação do metal [37].

Nos metais CCC, quando deformados numa tensão maior que a tensão de cisalhamento, os átomos deslizam em certos planos e na direção mais compacta. Esse mecanismo é chamado de escorregamento. O escorregamento em metais CCC pode ocorrer nas famílias de planos  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  e  $\{123\}$ , enquanto que a direção é sempre a  $[111]$ . Dessa forma, existem 48 sistemas de escorregamento possíveis [13]. A Figura 2.8 mostra esses planos de escorregamento.

O escorregamento é causado pela movimentação de discordâncias. A discordância é um defeito cristalino de linha que os cristais reais possuem. Esse defeito faz com que os cristais reais tenham uma tensão limite de escoamento muito menor do que um cristal perfeito. Desse modo, os cristais reais se deformam com mais facilidade do que um cristal perfeito [37], [38].

Figura 2.8 – Sistemas de escorregamento em metais CCC.



Fonte: [39].

O modo de deformação dos metais está relacionado com a energia de defeito de empilhamento (EDE). Os metais com baixo valor de EDE possuem distribuição de discordâncias homogênea, o que dificulta a aniquilação dessas discordâncias durante a deformação. Esses metais possuem dificuldade no escorregamento cruzado e escalada de discordâncias, reduzindo a capacidade do material de mudar de forma durante a deformação plástica por escorregamento. Desse modo, metais com baixa EDE podem deformar por maclação. Já materiais com alto valor de EDE, como os metais CCC, a distância entre as discordâncias é menor do que metais com baixa EDE e, com isto, são recombinadas com mais facilidade [40].

A laminação a quente de ligas urânio-molibdênio auxilia o caldeamento do revestimento com o cerne, ou seja, a soldagem dessas peças por meio de aquecimento e deformação mecânica. O trabalho a quente em ligas de U-Mo possibilita o trabalho no campo da fase  $\gamma$ , evitando, assim, transições de fase durante o processamento. Existem vários estudos nos quais o urânio-molibdênio é processado por laminação a quente em temperaturas entre 650 a 1000 °C [4], [31], [33], [41], [42]. Visando a produção de placas com revestimento de zircaloy-4, a

temperatura máxima de laminação não deve passar de 850 °C. Acima dessa temperatura, ocorrerá a transformação de fase do revestimento.

## 2.4 Recozimento

O recozimento é o tratamento térmico que possui a finalidade de reduzir as tensões internas de materiais deformados plasticamente. Durante o recozimento ocorre a recuperação, recristalização e também o crescimento de grão do material.

Durante a recuperação, a energia armazenada do material é reduzida a partir do deslocamento de defeitos cristalinos, aniquilação e rearranjo de discordâncias e, por fim, a formação de contornos de grão. Esses processos são alcançados por deslizamento, escalagem e deslizamento cruzado de discordâncias [13].

Dependendo dos parâmetros do recozimento, é imperceptível a detecção da recuperação com base nas alterações microestruturais. A recuperação pode reestabelecer propriedades do material assim como, por exemplo, a condutividade elétrica e a dureza [13].

A natureza do próprio material também determina a extensão da recuperação. Assim como na deformação, um dos parâmetros mais importantes é a energia de defeito de empilhamento, EDE, que determina a taxa de escalada e deslizamento cruzado, os quais são os mecanismos que geralmente controlam a taxa de recuperação. Em metais com baixo valor de EDE, como cobre, latão e aço inoxidável austenítico, a escalagem é um processo mais difícil de ocorrer e, normalmente, o fenômeno de recuperação é menor antes da recristalização. Entretanto, em metais com alto valor de EDE, como alumínio e ferro CCC, a escalada é rápida e pode ocorrer uma recuperação significativa. Vale destacar que os solutos podem influenciar na recuperação, pois alteram a EDE, afetando a concentração e mobilidade de vacâncias [43].

Os modelos de nucleação mais descritos na literatura são: (1) migração de contornos de grão induzida por deformação, (2) migração de contornos de subgrão e (3) coalescimento de subgrão [43].

A migração de contornos de grão induzidos por deformação envolve a movimentação dos contornos dos grãos deformados. Normalmente este fenômeno ocorre em deformações menores que 40% no trabalho a frio. O sentido da migração

desses contornos é de uma região de menor densidade de discordâncias para uma região com densidade maior de discordâncias [43].

Na migração de contornos de subgrão, os contornos de grão de baixo ângulo que circundam os subgrãos migram em direção ao subgrão vizinho, até que se forme um contorno de grão de alto ângulo. Quanto maior a densidade de discordâncias, maior a velocidade desta migração.

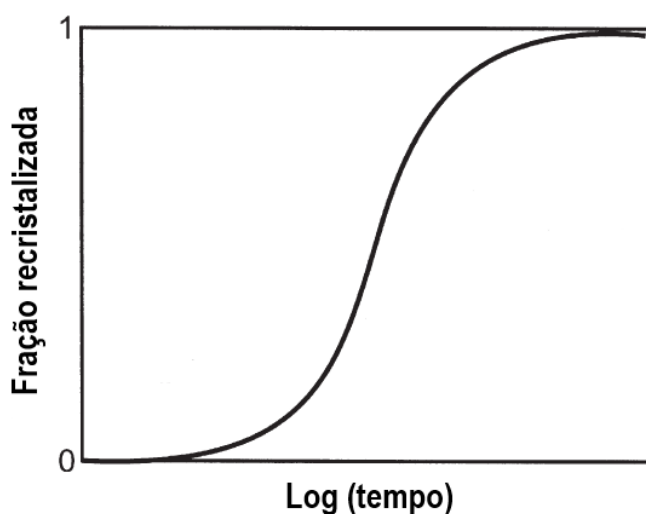
A rotação de subgrão é o mecanismo em que o subgrão sofre uma rotação, de modo que adquire a orientação do subgrão vizinho. Esta movimentação altera a orientação desses subgrãos até formar um contorno de alto ângulo.

É conveniente dividir a recristalização primária em dois regimes, a nucleação, que corresponde ao surgimento de novos grãos na microestrutura, e o crescimento de grão, durante o qual os novos grãos substituem o material deformado.

Em temperaturas mais altas de deformação, a recuperação ou a recristalização dinâmica pode ocorrer. Tal fenômeno dependerá da EDE, a recuperação e a recristalização são rápidas para metais com valores elevados de EDE [43].

O progresso da recristalização com o tempo de recozimento isotérmico é normalmente representado por um gráfico da fração de volume do material recristalizado em função logarítmica do tempo. Este gráfico geralmente tem a forma sigmoidal, conforme ilustrado na Figura 2.9 [13].

Figura 2.9 – Fração recristalizada em função do tempo.



Fonte: Adaptado de [13].

O comportamento da recristalização foi observado em vários experimentos e compilado em leis de recristalização [43]. Essas observações preveem os efeitos da microestrutura inicial (tamanho do grão), dos parâmetros de processamento (deformação e temperatura de recozimento) no tempo de recristalização e o tamanho do grão após a recristalização. Essas leis são:

(i) Existe um grau de deformação mínimo para que a recristalização ocorra.

(ii) A temperatura de recristalização diminui à medida que o grau de deformação aumenta.

(iii) Com o aumento do tempo de recozimento, é possível que a recristalização ocorra em uma temperatura menor.

(iv) O tamanho do grão recristalizado depende principalmente do grau de deformação, sendo menor para elevado grau de deformação.

(v) Em um determinado grau de redução, quanto maior a temperatura de deformação, maior será a temperatura de recristalização e o tamanho do grão recristalizado.

(vi) A partir de um tamanho de grão inicial maior, menor é a taxa de nucleação e a recristalização é mais lenta ou ocorre em temperaturas mais altas.

(vii) Após a recristalização do material, o recozimento causa o crescimento de grão.

Para combustíveis nucleares monolíticos, é de grande importância o conhecimento dos mecanismos de recristalização, de modo que possa correlacionar os parâmetros de processamento do material com as características microestruturais da liga. Trabalhos recentes de simulação computacional de fissão de combustíveis nucleares de ligas de U-Mo sugerem que a resposta ao inchamento do UMo depende significativamente do tamanho e da morfologia dos grãos [44]–[46].

No estudo de Clarke et al. [28], realizou-se o recozimento em ligas do sistema urânio-molibdênio laminadas a quente. Nesse trabalho, foi observada a recristalização da liga U10Mo recozida a 700 °C por 1 hora.

Burkers et al. [32] avaliaram as propriedades mecânicas em diversas condições de recozimento nas temperaturas de 675°C e 700 °C. Esse trabalho constatou que o mecanismo de falha independe das condições de recozimento e

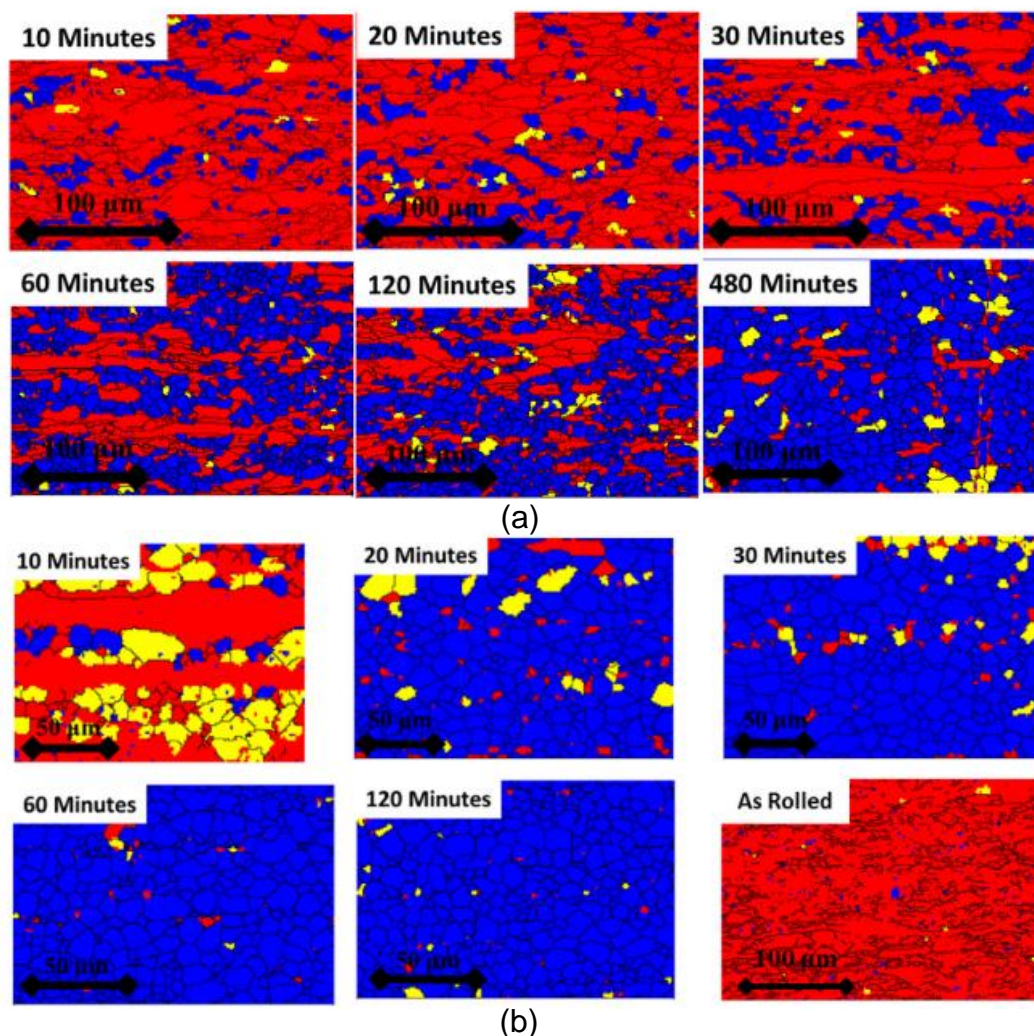
atribuiu essas alterações à influência das impurezas, especialmente o carbono. Foi notado também que a microdureza variou em função do tempo de recozimento.

No trabalho de Jana et al. [33], foi realizada a verificação do efeito do tamanho de grão no recozimento de ligas U10Mo laminadas a quente e com passes finais de laminação a frio. Em uma hora de recozimento a 700 °C, a liga U10,4Mo obteve o tamanho de grão médio em 15 µm, enquanto que o recozimento a 1000 °C por 60 horas gerou grão no tamanho médio de 156 µm.

No trabalho de Frazier et al. [14], foi estudada a recristalização de ligas U10Mo laminadas a frio nas temperaturas de 600 °C e 700 °C. Foi observado neste trabalho, que a liga U10Mo deformada a 80% recristalizou a 600 °C com 480 minutos de patamar, e para a temperatura de 700 °C, como esperado, a recristalização é mais rápida, em 120 minutos. A Figura 2.10 mostra mapas de EBSD, onde a região deformada, a região recristalizada e a região que está no processo intermediário à recristalização, são indicadas respectivamente pela coloração vermelha, azul e amarela. Em ambas temperaturas é possível observar sítios de nucleação de grãos recristalizados nos contornos de grão a partir de 10 minutos de recozimento. Também nesse trabalho foi calculada a energia de ativação para a recristalização da liga U10Mo:  $100.596 \pm 23.070$  J/mol [14].



Figura 2.10 – Passos de recristalização para ligas U10Mo laminadas a frio em diferentes temperaturas: 600 °C (a) e 700 °C (b). As regiões deformadas são definidas pela cor vermelha, regiões intermediárias pela amarela e recristalizada pela azul.



Fonte: [14].

Conforme visto nos trabalhos abordados nessa seção, o recozimento foi realizado na temperatura em que as ligas U-Mo estão no campo da fase  $\gamma$ . O recozimento nessa faixa de temperatura evita a mudança de fase cristalina.

Como mencionado, o controle da microestrutura em ligas deformadas de urânio a partir da recristalização é importante, pois influi no desempenho desses combustíveis nucleares.

Uns dos objetivos deste trabalho é verificar o mecanismo de recristalização das ligas U-Mo então, para isto, o tempo de recozimento será reduzido em relação as referências abordadas nesta seção, de modo que seja observado o início da recristalização pela técnica de EBSD.

## 2.5 Textura cristalográfica

Ao deformar um material policristalino, a movimentação dos planos cristalinos possui planos e direções preferenciais de escorregamento. Sendo assim, as orientações cristalográficas convergem em uma distribuição não randômica, gerando, então, um material com textura cristalográfica, também denominada orientação cristalográfica preferencial.

Muitas propriedades físicas e mecânicas dos materiais monocristalinos são anisotrópicas. Desse modo, o estudo da orientação preferencial em materiais policristalinos é de grande importância, pois as propriedades dos materiais podem ser alteradas conforme sua orientação preferencial.

A textura cristalográfica pode ser avaliada por figuras de pólos diretas. A figura de pólo mostra a distribuição de intensidade da reflexão de um plano cristalino em projeções estereográficas. Estas projeções são representadas de acordo com o sistema de referência das amostras, por exemplo, para placas laminadas que possuem simetria ortorrômbica, as direções de referência são a direção de laminação (DL), a direção transversal (DT) e a direção normal (DN). A Figura 2.11 ilustra estas direções.

Em materiais laminados, a textura é normalmente representada pelos seguintes índices:  $(hkl)[uvw]$ , onde  $(hkl)$  representa o plano cristalográfico que está paralelo à superfície da peça e  $[uvw]$  é a direção cristalina paralela à direção de laminação. A Figura 2.11 ilustra um exemplo de orientação  $(110)[001]$ . Esta representação pode ser descrita em termos da família de planos  $\{hkl\}$  e da família de direções  $\langle uvw \rangle$ .

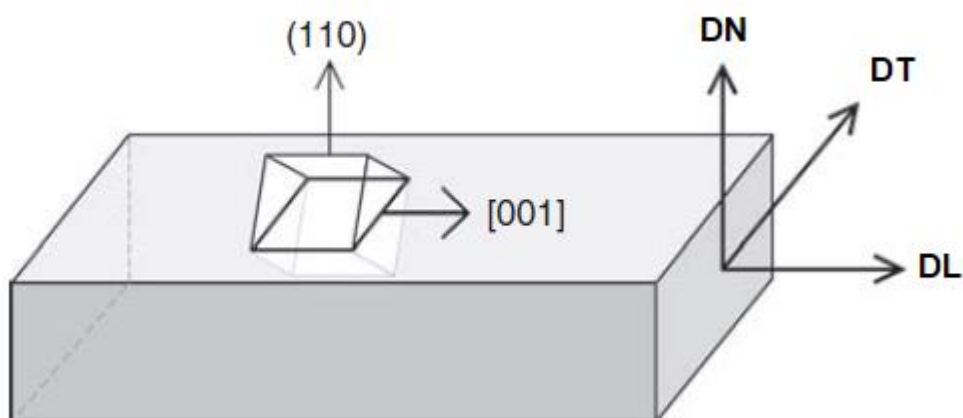
Alguns destes componentes de textura possuem um nome específico. Tais relações estão descritas na Tabela 2.4.

Tabela 2.4 – Nomenclaturas de componentes de textura mais comuns.

Nomenclatura	Orientação
Cubo	{100}<001>
Cubo rodado	{100}<011>
Cobre	{211}<111>
Tipo S	{123}<634>
Goss	{110}<001>
Goss rodado	{110}<011>

Fonte: [47].

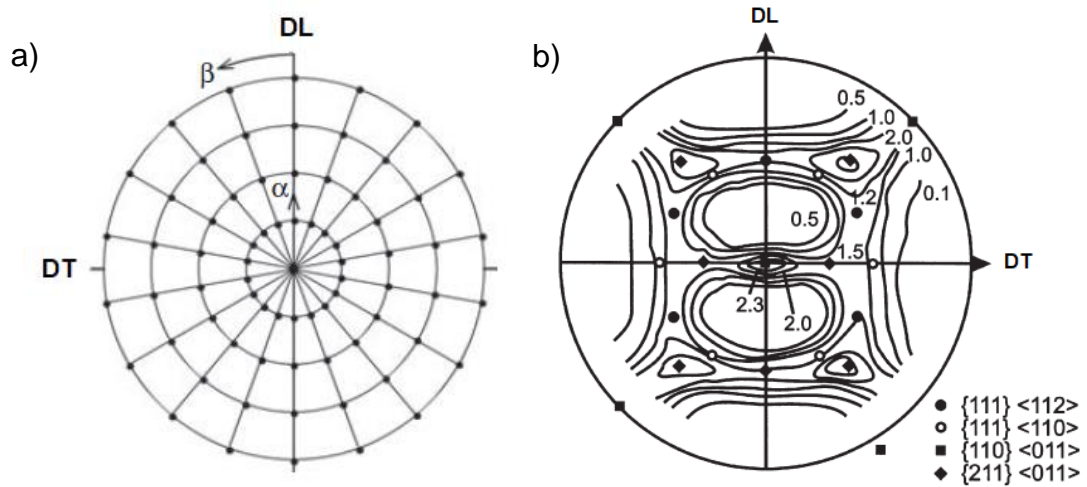
Figura 2.11 – Orientação das direções usadas para representação da placa laminada. Representação de um cristal orientado (110) [001].



Fonte: Adaptado de [47].

A análise da macrot textura normalmente é realizada por difração de raios X pelo método de reflexão de Schultz. Este método consiste na obtenção das intensidades de reflexão de um plano cristalográfico em função do ângulo em torno do eixo normal à amostra e também ao plano em que é feita a varredura da amostra, definidos como os ângulos  $\beta$  e  $\alpha$ , respectivamente. A Figura 2.12 ilustra esquematicamente a variação desses ângulos. A partir do conhecimento das intensidades em função dos ângulos  $\beta$  e  $\alpha$ , é construída a figura de pólo. Este método de varredura gera figuras de pólos incompletas, pois, em ângulos  $\alpha$  acima de  $85^\circ$ , a desfocalização do feixe difratado é muito grande, tornando difícil a realização de correção. A correção de desfocalização do feixe é feita a partir dos dados de varredura do ângulo  $\alpha$  em materiais sem orientação preferencial [47].

Figura 2.12 – a) Ilustração esquemática representando os ângulos  $\alpha$  e  $\beta$  em uma figura de pólo. b) Figura de pólo (200) de um aço baixo carbono laminado a frio. A representação da DL e da DT estão indicadas na figura. A DN é a direção normal à superfície.



Fonte: Adaptado de [47] a) e [13] b).

Para permitir uma análise quantitativa das texturas, é obtida, a partir das figuras de pólos corrigidas, a função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC). A FDOC,  $f(g)$ , é definida como a densidade de probabilidade de orientações  $g$  expressa como, por exemplo, em ângulos de Euler,  $\varphi_1, \Phi$  e  $\varphi_2$ . A FDOC é obtida a partir da seguinte equação:

$$\frac{dV}{V} = f(g) \cdot dg = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \cdot dg \quad (1)$$

Onde,

$\frac{dV}{V}$ : Fração volumétrica dos cristalitos orientados;

$f(g)$ : Densidade de probabilidade de orientações  $g$ ;

$\varphi_1, \Phi$  e  $\varphi_2$ : Ângulos de Euler (notação de Bunge [47]).

O cálculo da FDOC é normalmente feito a partir de medidas de macrotexturas obtidas por figuras de pólos. Matematicamente, a figura de pólo,  $P_h(y)$ , é definida pela fração de volume  $\frac{dV}{V}$  dos cristais que estão paralelos ao espaço  $y$ , dados pelos ângulos  $\beta$  e  $\alpha$  da figura de pólo:

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_h(y) dy \quad (2)$$

Onde,

$\frac{dV}{V}$ : Fração volumétrica dos cristalitos orientados;

$P_h(y)$ : Representação matemática da figura de pólo;

$y = \{\alpha, \beta\}$ , sendo  $\alpha$  e  $\beta$  ângulos da figura de pólo;

$dy = \sin \alpha \, d\alpha + \cos \alpha \, d\beta$ .

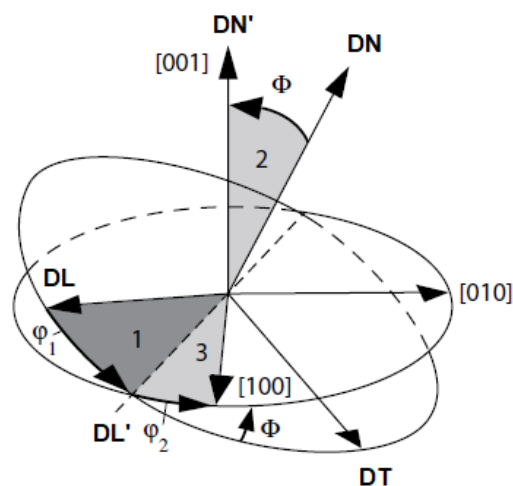
Os ângulos de Euler são os ângulos em que o cristal está orientado em relação ao sistema da amostra. A Figura 2.13 mostra esquematicamente como são determinados os ângulos de Euler. Conforme observado nessa figura, as rotações são definidas da seguinte forma:

$\varphi_1$ : Ângulo de rotação do eixo DN, transformando a direção DT em DT' e a direção de laminação DL em DL'.

$\Phi$ : Ângulo de rotação do eixo DL'.

$\varphi_2$ : Ângulo de rotação do eixo DN'.

Figura 2.13 – Demonstração da rotação entre a amostra e os eixos cristalinos a partir dos ângulos de Euler. A ordem de rotações 1, 2 e 3 deve ser seguida.

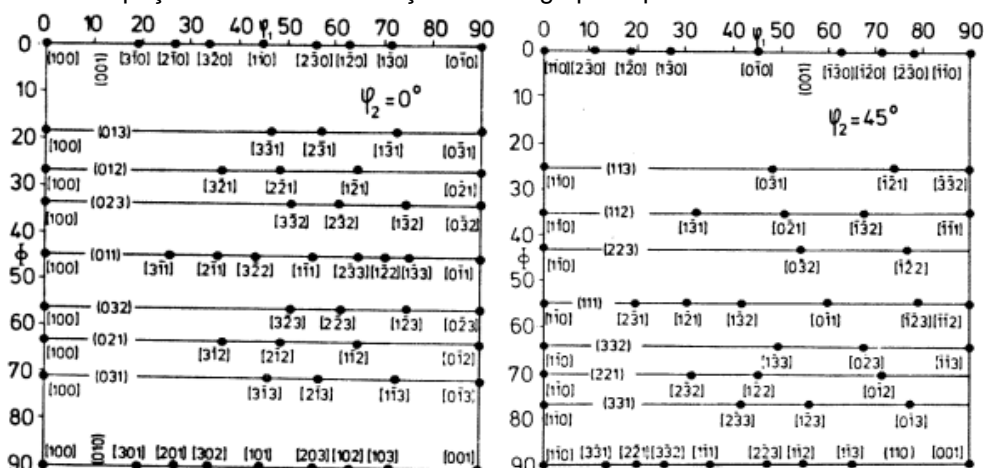


Fonte: Adaptado de [47].

As orientações  $(hkl)[uvw]$  são representadas na FDOC por meio do espaço de Euler, um espaço tridimensional que cada eixo equivale aos ângulos  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  e  $\varphi_2$ . Os limites do espaço de Euler, para simetria cúbica, são  $0^\circ \leq \varphi_1 \leq 90^\circ$ ,  $0^\circ \leq \Phi \leq 90^\circ$  e  $0^\circ \leq \varphi_2 \leq 90^\circ$ . Normalmente é representada sobre seções de  $\varphi_2 =$  constante e com curvas de nível de isovalor, para ser interpretada pelos ábacos

(seções retas do espaço de Euler). A Figura 2.14 mostra os ábacos para  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $45^\circ$ .

Figura 2.14 – Espaço de Euler com notação de Bunge para  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $45^\circ$ .



Fonte: [48].

## 2.6 EBSD e microtextura

A microtextura pode ser avaliada com a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) associada à microscopia eletrônica de varredura. Atualmente, existe grande interesse em caracterizar ligas de U-Mo por EBSD, pois essa técnica contribui no entendimento da evolução microestrutural dessas ligas processadas e irradiadas [49].

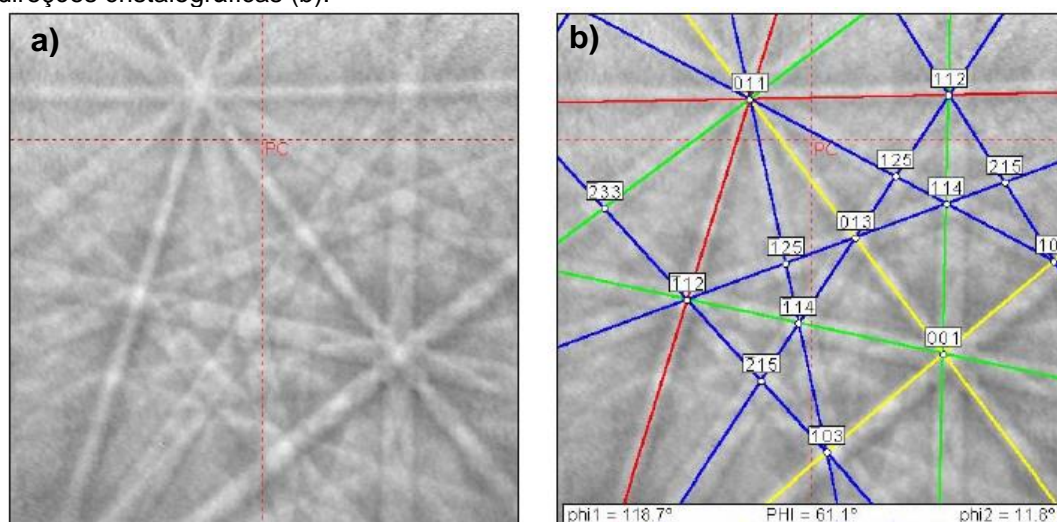
O princípio da técnica consiste na difração dos elétrons que incidem na amostra. Este fenômeno gera um padrão de imagem obtido por uma câmera fosforescente, que é denominado padrão de Kikuchi. Atualmente, esses padrões são interpretados com softwares de obtenção de dados por EBSD. A Figura 2.15 mostra um padrão de Kikuchi com seus parâmetros indexados [47]. Cada linha representa o plano cristalográfico e a interseção entre esses planos representa a direção cristalográfica. Com a varredura obtida pelo MEV, podem ser construídos mapas e se obter diversos tipos de informações.

O padrão de Kikuchi indexado para cada ponto possui um valor de índice de qualidade (IQ). Com a informação do IQ, imagens de microestruturas podem ser construídas, pois pontos com baixo IQ são escuros como, por exemplo, poros,



contornos de grão. Para exemplificar, é mostrado um mapa de qualidade de imagem na Figura 2.16a.

Figura 2.15 – Padrão de Kikuchi (a) e o mesmo padrão com as indexações dos planos e direções cristalográficas (b).

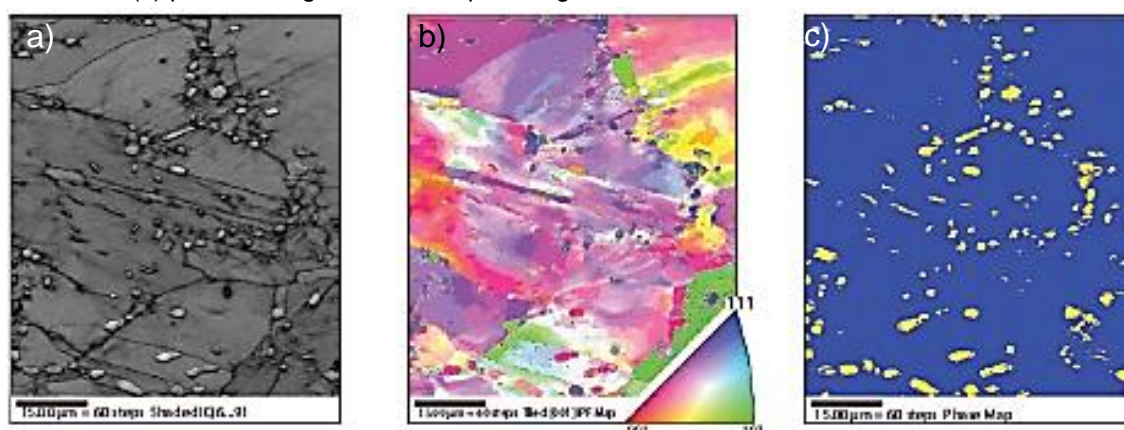


Fonte: [50].

A orientação cristalográfica do grão pode ser construída em um mapa de orientação. A Figura 2.16b mostra um mapa de orientação, onde a orientação de cada grão é correlacionada com a coloração da legenda. Essas informações podem ser processadas e criadas figuras de pólos, figuras de pólos inversa e FDOC.

Com a técnica de EBSD, também é possível realizar a construção de mapas de fases cristalinas, como mostrado na Figura 2.16c.

Figura 2.16 – Mapa de qualidade de imagem (a), mapa de orientação (b) e mapa de fases cristalinas (c) para uma liga bifásica níquel-tungstênio.



Fonte: [47].

O EBSD tem permitido analisar vários tipos de interfaces. Alguns exemplos podem ser citados, como o ângulo de desorientação, eixo/ângulo de desorientação e sítios de coincidência ( $\Sigma$ ). Essas interfaces podem ser atribuídas a cores específicas em um mapa [47].

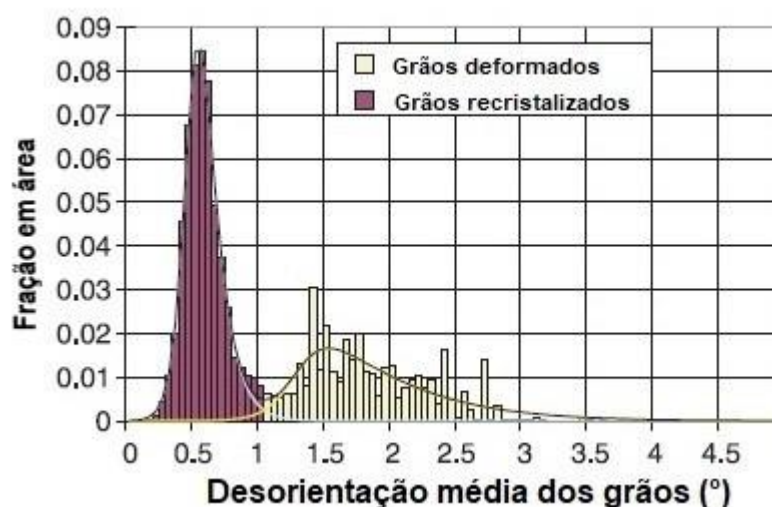
O software de análise por EBSD pode criar partições em alguma característica da microestrutura como, por exemplo, grãos deformados e recristalizados. Com isso é possível, por exemplo, determinar a textura cristalográfica isoladamente de cada partição.

Os grãos recristalizados podem ser quantitativamente distinguidos dos grãos não recristalizados por meio da diferença de desorientação média no grão (GAM, *grain average misorientation*). GAM é definido como uma medida do nível interno de desorientação dentro de um grão [51].

Uma vantagem da avaliação do GAM, durante o processo de recristalização, é a natureza bimodal da distribuição facilitando a identificação das áreas em softwares de análise de mapas de EBSD. A Figura 2.17 ilustra este comportamento da distribuição GAM [51].

No trabalho de Frazier e colaboradores, a classificação de regiões recristalizadas para ligas de U10Mo foi atribuída ao GAM menor que  $1,5^\circ$ , e todos os ângulos de desorientação de contorno de grão são maiores do que  $6^\circ$  [14].

Figura 2.17 – Distribuição de desorientação média de grão para urânio metálico deformado a frio e recozido.



Fonte: Adaptado de [51].



Vale destacar que a análise por EBSD requer etapas adicionais de preparação de amostras, comparado a metalografia de amostras para análise por microscopia, pois os elétrons difratados provêm da interação de apenas algumas dezenas de nanômetros da superfície da amostra. Deste modo, um desenvolvimento de preparação deve ser cuidadosamente elaborado.

### 2.6.1 Microtextura

A FDOC pode ser obtida em análises de microtextura a partir do método de séries de harmônicos esféricos. Neste método, a FDOC pode ser expandida da seguinte forma:

$$f(g) = \sum_{l=0}^{-L} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mn} \cdot T_l^{mn}(g) \quad (3)$$

Onde,

$C_l^{mn}$ : Coeficientes de expansão em série;

$T_l^{mn}$ : Harmônicos esféricos generalizados.

Existe somente uma função harmônica esférica,  $T_l^{mn}(g)$ , para cada combinação possível do índices  $l$ ,  $m$  e  $n$ . Qualquer FDOC pode ser composta pela adição de funções  $T_l^{mn}(g)$  em quantidades apropriadas, ou seja, cada função  $T_l^{mn}(g)$  é multiplicada por um fator apropriado  $C_l^{mn}$ . Assim, a FDOC é completamente descrita pelos coeficientes de expansão da série  $C_l^{mn}$ . Para a textura obtida por EBSD, consistindo em  $N$  orientações individuais, os coeficientes  $C$  do método de expansão em série é definido como [52]:

$$C_l^{mn} = \frac{2l+1}{N} \sum_{i=1}^N K T_l^{mn}(g_i) \quad (4)$$

Onde,

$K$ : Função de ângulo à meia altura da gaussiana.

$N$ : Quantidade de orientações obtidas.

A função gaussiana é aplicada a cada orientação individual. O parâmetro  $K$  é uma função da largura a meia altura da gaussiana,  $\Phi_0$ .  $K$  é definido como:

$$K = \frac{e^{-l^2 \Phi_0^2 / 4} - e^{-(l+1)^2 \Phi_0^2 / 4}}{1 - e^{-\Phi_0^2 / 4}} \quad (5)$$

Onde,

$\Phi_0$ : Largura a meia altura da gaussiana.

## 2.7 Textura em materiais CCC

Conforme mencionado anteriormente, a deformação mecânica e o recozimento são processos usados para a produção de combustíveis monolíticos tipo placa e esses processos formam a textura cristalográfica. Como o urânio possui uma fase cristalina com elevado grau de anisotropia, o controle da textura cristalográfica é um importante fator a ser verificado para garantir a segurança e eficiência do combustível nuclear. Pois o controle deste parâmetro contribui para o processamento do combustível nuclear monolítico e para as propriedades isotrópicas durante a irradiação [47], [53], [54].

Em geral, a deformação por laminação em metais CCC tende a formar as texturas de fibra  $\alpha$  e  $\gamma$ . As fibras são faixas de orientações definidas no espaço de Euler.

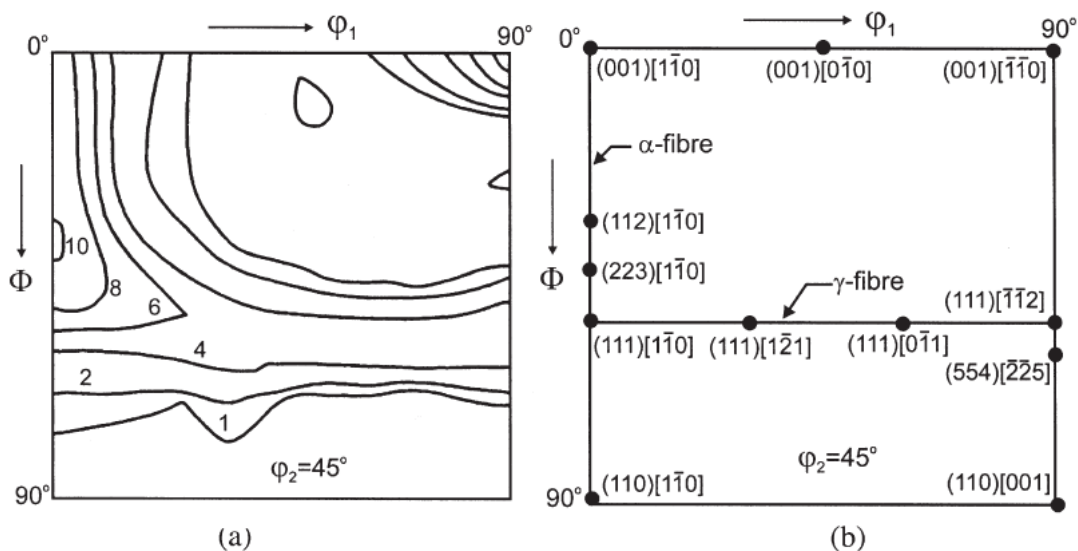
A fibra  $\alpha$  abrange as orientações com o eixo do cristal  $\langle 110 \rangle$  paralelo à DL, ou seja, as orientações  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ , que incluem as orientações  $\{001\}\langle 110 \rangle$ ,  $\{112\}\langle 110 \rangle$  e  $\{111\}\langle 110 \rangle$ . No espaço de Euler, a fibra  $\alpha$  é encontrada entre os ângulos  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (0^\circ, 0^\circ, 45^\circ)$  e  $(0^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ .

A fibra  $\gamma$  compreende as orientações com o plano  $\{111\}$  paralelo à DN, ou seja, as orientações  $\{111\}\langle uvw \rangle$ , incluindo  $\{111\}\langle 110 \rangle$  e  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Esta fibra surge em  $(0^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ)$  e termina em  $(90^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ)$  no espaço de Euler, mas, devido à simetria do cristal cúbico, o intervalo de  $60^\circ \leq \varphi_1 \leq 90^\circ$  é suficiente para a representação da fibra  $\gamma$  completa.

Também em materiais CCC, fibras  $\theta$  são notadas. Esta fibra é visualizada na seção  $\varphi_2 = 45^\circ$  e  $\Phi = 0^\circ$  do espaço de Euler, iniciada em  $\varphi_1 = 0^\circ$  à  $90^\circ$ , correspondendo ao plano (001) paralelo à DN.

As Figuras 2.18a e 2.18b mostram, respectivamente, a textura típica de um aço de baixo carbono laminado a frio e a localização das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  na seção  $\varphi_2 = 45^\circ$ . Adicionalmente, a Tabela 2.5 mostra componentes comuns de textura de materiais CCC laminados.

Figura 2.18 – Ilustração de figura de distribuição de orientação cristalográfica de um metal cúbico de corpo centrado. a) dados experimentais e b) localização das importantes componentes de textura e das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ .



Fonte: [13].

Tabela 2.5 – Componentes comuns de textura de metais CCC laminados.

{hkl}	[uvw]	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
001	110	45	0	0
211	011	51	66	63
111	011	60	55	45
111	112	90	55	45
11,11,8	4,4,11	90	63	45
110	011	0	90	45

Fonte: [13].

Em materiais recristalizados, as principais alterações da textura em materiais CCC são o aumento da fibra  $\gamma$  e, em contrapartida, o enfraquecimento da fibra  $\alpha$  [55].

A nucleação orientada e o crescimento orientado são teorias concorrentes sobre a natureza da textura de recristalização. Na nucleação orientada, são formados somente os núcleos de grãos recristalizados com a orientação da textura de recristalização. Já no crescimento orientado, a textura de recristalização é proveniente dos grãos recristalizados que possuem alta mobilidade, ou seja, esses grãos crescem com velocidade maior do que os demais [43].

Há poucos estudos publicados envolvendo texturas cristalográficas de ligas de urânio- $\gamma$  no estado laminado. O trabalho de Lopes et al. obteve resultados de macrotextura da liga de UZrNb laminada a frio [53]. Vale destacar que, antes da laminação, essa liga foi estabilizada por tratamento térmico de homogeneização seguido por têmpera em água. Nesse trabalho, foram observadas as fibras  $\theta$  e  $\gamma$  na liga U7,5Nb2,5Zr deformada na redução de 80%.

O trabalho de Clarke et al. [28] reporta a deformação por laminação a quente U10Mo e, a partir de resultados por EBSD, observa-se textura típica materiais cúbicos de corpo centrado.

Estudos de textura cristalográfica em ligas de U-Mo laminadas e recozidas vêm sendo amplamente publicados. Takajo et al. [56] avaliaram a textura da liga U10Mo laminada a quente e recozida. Observa-se a presença das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  na FDOC obtida nesse trabalho.

Brown et al. [57] avaliaram a textura cristalográfica da liga U10Mo laminada a quente, recozida e prensada isostaticamente a quente. Foi observado nesse trabalho, a partir de figuras de pólos inversas, que os planos cristalográficos (111) estavam paralelos à direção normal, sendo um forte indicativo da presença da fibra  $\gamma$ .

Lemma e colaboradores [58] apresentaram resultados de textura na liga U10Mo laminada a quente, recozida e, por fim, laminada a frio. A FDOC, calculada a partir de mapas de orientação, evidenciou a presença das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . Nesse trabalho, a liga U10Mo foi irradiada e os resultados obtidos por EBSD foram apresentados. As análises realizadas nessas ligas irradiadas sugerem que a intensidade da textura diminui no material irradiado.

## 2.8 Fator Taylor

O modelo de Taylor assume que o sistema de escorregamento acionado para a deformação plástica de um determinado grão foi o que obteve o trabalho mínimo [59]. Deste modo, o fator de Taylor é definido como:

$$M = \frac{\tau_c}{\sigma} \quad (6)$$

Onde,

$M$ : Valor do fator de Taylor (grandeza adimensional);

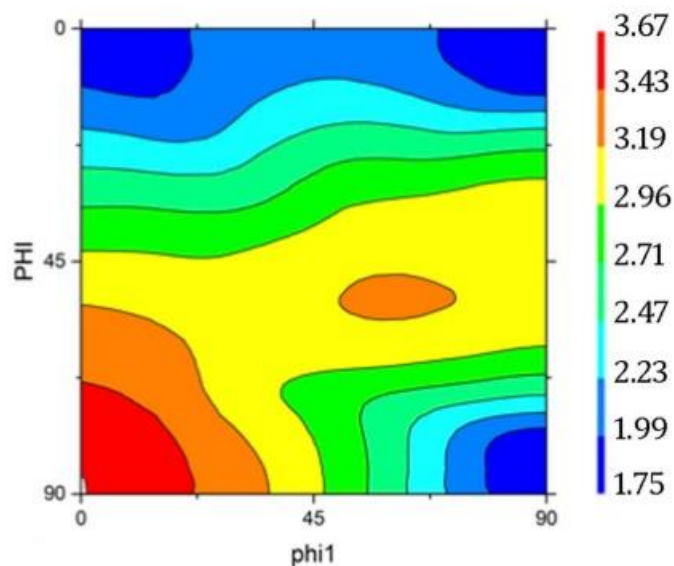
$\sigma$ : Tensão externa;

$\tau_c$ : Tensão crítica de cisalhamento em cada sistema de escorregamento ativado.

A análise do fator de Taylor pode refletir o nível da deformação plástica dos grãos individuais com base na família dos planos de escorregamento ativos. Para os planos de escorregamento dos grãos que estão alinhados na direção da tensão, o escorregamento ocorre facilmente quando atingirem a tensão crítica de cisalhamento, gerando uma região de baixo fator de Taylor. Já os grãos que necessitam de rotação para se alinharem à direção ideal do plano de escorregamento apropriado para ocorrer deformação plástica, possuem fator de Taylor moderado. Por fim, os grãos com elevado valor de Taylor são aqueles que os planos de escorregamento apropriados não se alinham durante a deformação plástica. Portanto, grãos com baixo fator de Taylor se deformam com facilidade, enquanto grãos com alto fator possuem maior resistência à deformação. A ativação dos sistemas de deslizamento depende da orientação cristalográfica e também da diferença de tensão entre os grãos adjacentes [60].

A energia armazenada durante a deformação é diretamente proporcional ao valor do fator de Taylor. O fator de Taylor varia em função da orientação cristalográfica. A Figura 2.19 mostra a variação do valor de Taylor para as componentes da seção  $\varphi_2 = 45^\circ$  da FDOC do espaço de Euler. Nesta figura, é possível notar que a textura de cubo possui valor de Taylor baixo, os componentes da fibra  $\gamma$  possuem intensidades de média à alta, enquanto que a componente Goss rodado tem alta intensidade.

Figura 2.19 – Mapa de Taylor para a deformação plana de cristais CCC.



Fonte: [61].

Conforme visto, o valor de Taylor é proporcional à energia armazenada e dependente da orientação. A energia armazenada,  $E$ , considerando os planos cristalográficos alinhados à família de direções  $\langle 011 \rangle$ , pode ser escrita na seguinte sequência [13]:

$$E_{\{001\}} < E_{\{112\}} < E_{\{111\}} < E_{\{110\}}$$

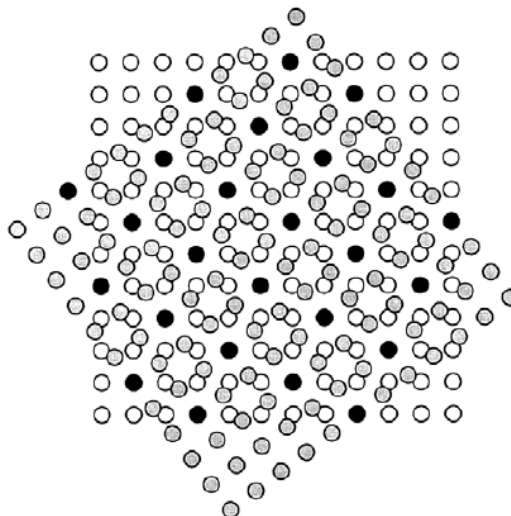
## 2.9 Sítios de coincidência

Os sítios de coincidência (*coincidence site lattice*, CSL) estão relacionados à correspondência de organização entre 2 contornos de grãos adjacentes, sendo eles sobrepostos. Estes contornos são representados com números inteiros ímpares  $\Sigma$ , onde o inverso representa a quantidade de sítios que são comuns em ambas as redes.

A Figura 2.20 exemplifica um contorno de grão CSL para uma rede cristalina cúbica, onde mostra que os círculos escuros são coincidentes, resultando no valor de  $\Sigma = 5$ .

Contornos CSL podem ser representados a partir do ângulo entre 2 redes cristalinas a partir de um eixo (direção cristalográfica) comum [47]. A Tabela 2.6 mostra alguns valores de eixo-ângulo para determinados valores de  $\Sigma$ .

Figura 2.20 – Sítio de coincidência  $\Sigma = 5$  formado a partir de duas redes cúbicas deslocadas em  $36,9^\circ$  sobre o eixo  $\langle 001 \rangle$ , Os círculos de cor sólida denotam sítios em comum entre as duas redes.



Fonte: [13].

Os contornos CSL normalmente possuem um impacto significativo nas propriedades dos materiais, por isto é relevante a determinação da razão dos contornos CSL e de sua distribuição.

Em relação às transformações estruturais do material, os contornos CSL podem ter grande influência na orientação dos grãos nucleados durante a recristalização. Por exemplo, o trabalho de Lobanov et al. [55] mostrou que a relação cristalográfica entre as orientações de folhas de molibdênio laminadas a quente e recristalizadas pode ser atribuída a alta mobilidade de contornos CSL  $\Sigma 9$ .

Em aços ferríticos, os contornos CSL  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 11$  e  $\Sigma 13b$  são mais proeminentes na deformação por laminação a frio [62]. Foi observado também que no recozimento de alguns metais CCC, contornos CSL  $\Sigma 13b$  e  $\Sigma 19a$  possuem alta mobilidade [43].

Durante a recristalização, os contornos que possuem alta mobilidade tendem a diminuir no histograma de sítios de coincidência [55]. O desvio experimental dos sítios de coincidência, de acordo com o critério de Brandon [55], é definido a partir da seguinte equação:

$$\Delta\theta = 15 \Sigma^{-1/2} \quad (7)$$

Onde,

$\Delta\theta$ : Limite do desvio angular.

Tabela 2.6 – Eixos de rotação e ângulos para os sítios de coincidência.

$\Sigma$	$\Theta$ (°)	Eixo
3	60	<111>
5	36,87	<100>
7	38,21	<111>
9	38,94	<110>
11	50,48	<110>
13a	22,62	<100>
13b	27,80	<111>
15	48,19	<210>
17a	28,07	<100>
17b	61,93	<221>
19a	26,53	<110>
19b	46,83	<111>
21a	21,79	<111>
21b	44,40	<211>
23	40,45	<311>
25a	16,25	<100>
25b	51,68	<331>
27a	31,58	<110>
27b	35,42	<210>
29a	43,61	<100>
29b	46,39	<221>

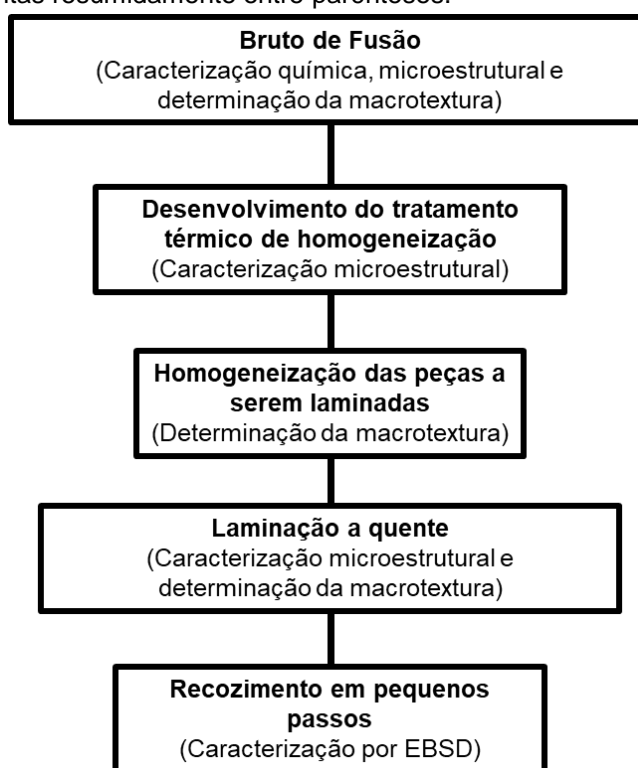
Fonte: [13].



### 3 EXPERIMENTAL

Os processos e análises das ligas de U-Mo deformadas e recristalizadas são mostrados no fluxograma da Figura 3.1.

Figura 3.1 – Fluxograma do processamento das ligas do sistema U-Mo. As caracterizações realizadas são descritas resumidamente entre parênteses.



Fonte: Autor da tese.

#### 3.1 Preparação das ligas

As ligas de urânio natural (0,7% em peso do isótopo  $^{235}\text{U}$ ) foram preparadas no Centro do Combustível Nuclear (CECON) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). As ligas foram fundidas no forno de indução da marca ELATEC de potência máxima 15 kW. Antes da fusão, foram feitas três purgas de argônio na câmara, intercaladas com vácuo, mantendo essa atmosfera

durante a fusão. O cadinho utilizado foi o de  $ZrO_2$ . As ligas foram fundidas e arrefecidas até a temperatura ambiente no próprio cadinho.

As características destas ligas no estado bruto de fusão, como composição química e microestruturas, foram analisadas. Os resultados de constituintes e contaminantes são mostrados na Tabela 3.1. A composição química foi obtida por Espectroscopia de Emissão Ótica de Plasma Acoplado Induzido (ICPOES, *Inductively Coupled Plasma Optical Emission spectroscopy*), exceto o carbono e o nitrogênio, que foram determinados pelo método de combustão. Como pode ser visto na tabela, o maior contaminante é o Al, que possui concentração em torno de  $1000 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Os resultados mostram que existe uma quantidade baixa de contaminantes proveniente do cadinho de zircônia e que possuem valores compatíveis com estudos que obtiveram ligas de urânio [7], [63].

Tabela 3.1 – Constituintes e contaminantes das ligas de urânio-molibdênio ( $\text{mg.kg}^{-1} \pm$  desvio padrão). Os valores que não possuem desvio padrão indicam que a concentração está abaixo do limite de detecção do equipamento.

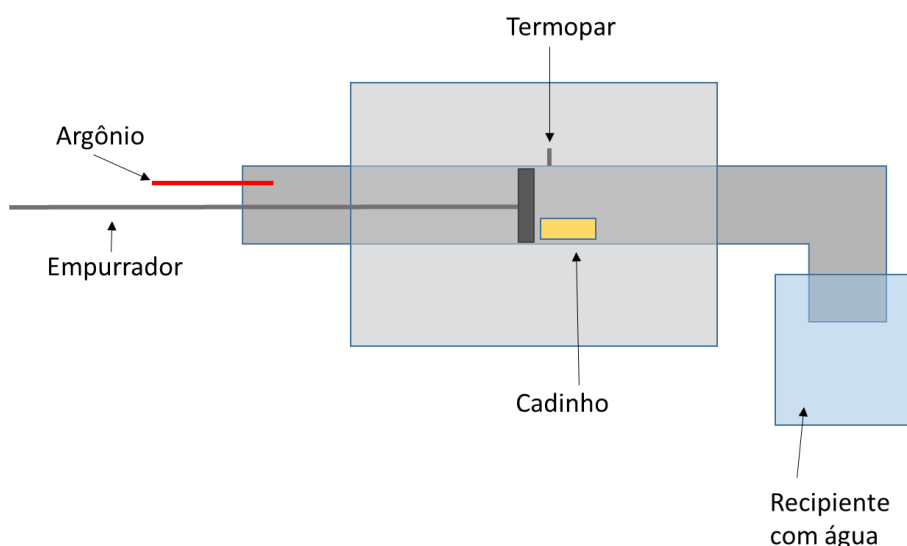
<b>Elemento</b>	<b>U7,4Mo</b>	<b>U9,5Mo</b>
<b>N</b>	9,75 $\pm$ 0,49	12,20 $\pm$ 2,55
<b>C</b>	260 $\pm$ 20	420 $\pm$ 20
<b>Al</b>	1335 $\pm$ 31	1000 $\pm$ 42
<b>B</b>	43,11 $\pm$ 3,64	12,54 $\pm$ 0,01
<b>Cr</b>	< 1,00	< 1,27
<b>Cd</b>	< 2,08	< 2,64
<b>Mn</b>	253,19 $\pm$ 4,38	263,87 $\pm$ 1,53
<b>Fe</b>	390,47 $\pm$ 17,80	392,98 $\pm$ 5,47
<b>Co</b>	< 0,028	< 0,028
<b>Cu</b>	5,85 $\pm$ 0,01	< 1,08
<b>Zn</b>	11,03 $\pm$ 0,98	15,92 $\pm$ 1,10
<b>Ag</b>	< 0,99	< 1,26
<b>Zr</b>	< 0,36	< 0,46
<b>Ni</b>	62,70 $\pm$ 0,01	77,35 $\pm$ 2,20
<b>Gd</b>	< 1,49	< 1,90
<b>Si</b>	< 0,008	< 0,008
<b>V</b>	< 0,006	< 0,006
<b>Nb</b>	< 0,002	< 0,002
<b>Mo</b>	73833 $\pm$ 80	95352 $\pm$ 649
<b>W</b>	< 0,041	< 0,041

Fonte: Autor da tese.

### 3.2 Tratamento térmico

As ligas brutas de fusão foram tratadas termicamente com o intuito de homogeneizar e reter a fase  $\gamma$  em temperatura ambiente. Para isso, as amostras foram inseridas em cadinho de alumina, envoltas com chapas de tântalo para diminuir o efeito de oxidação e aquecidas por 5 horas em 3 temperaturas: 800, 900 e 1000 °C. Após atingido o tempo determinado, a têmpera foi realizada a partir do resfriamento em água. O tratamento térmico foi realizado em um forno resistivo tubular modelo 10P-S da marca EDG Instrumentos, instalado na Divisão de Combustíveis Nucleares Avançados do Departamento de Materiais Nucleares, no Centro Industrial Nuclear de ARAMAR. A Figura 3.2 mostra o arranjo experimental do forno tubular. O tubo do forno é de alumina. Uma extremidade deste tubo possui um flange vedado com entradas para o empurrador e o gás inerte, que neste caso é o argônio. Na outra extremidade, o tubo de alumina é acoplado a um tubo de aço em formato de “L” que direciona os cadinhos para o béquer com água. A partir dessas três condições de tratamento térmico, as amostras foram avaliadas microestruturalmente e, a partir desses resultados, determinou-se a melhor condição de homogeneização das amostras para posterior laminação a quente.

Figura 3.2 – Arranjo experimental do forno tubular horizontal.



Fonte: Autor da tese.

### 3.3 Laminação a quente

Para realizar a laminação a quente, as ligas de urânio-molibdênio homogeneizadas foram encamisadas em folhas de cobre (duas camadas) para evitar oxidação e reações pirofóricas. Estas ligas preparadas foram aquecidas até a temperatura de 650 °C no forno tipo mufla, de modo que permanecessem em fase  $\gamma$ . Em cada liga, foram obtidas 3 amostras nos seguintes níveis de deformação: 50, 65 e 80 % em relação à espessura inicial.

O tempo de aquecimento no início da laminação foi de 30 minutos. Este mesmo período de aquecimento ocorreu na troca do revestimento das folhas de cobre. Entre cada passe de laminação, as amostras foram aquecidas por 10 minutos. O controle da temperatura foi feito por um pirômetro óptico. Para garantir a homogeneidade da deformação por laminação a quente, os passes foram unidirecionais e seus sentidos foram invertidos a cada passe. Para manter as mesmas condições de processamento, as ligas U7,4Mo e U9,5Mo foram deformadas no mesmo ajuste de passe do laminador. O total de passes de laminação nas amostras deformadas em 50, 65 e 80% da espessura inicial foi, respectivamente, de 5, 6 e 7.

A laminação foi realizada em laminador de pequeno porte com 98 mm de diâmetro, potência de 5 cv e a rotação dos rolos de laminação é de 20 rotações por minuto. Este equipamento está instalado na Divisão de Combustíveis Nucleares Avançados do Departamento de Materiais Nucleares, no Centro Industrial Nuclear de ARAMAR.

As espessuras iniciais das ligas U-Mo estudadas foram: 5,65 mm para a liga U7,4Mo e 5,35 mm para a liga U9,5Mo. As espessuras, deformação real e de engenharia das amostras laminadas a quente são indicadas na Tabela 3.2. A deformação de engenharia foi calculada a partir da razão da espessura final,  $h_f$  e inicial,  $h_i$ , e os resultados são expressos em porcentagem de redução. A deformação real,  $e$ , foi determinada a partir da seguinte equação:

$$e = \ln \frac{h_i}{h_f} \quad (8)$$

Onde,

$e$ : Valor de deformação real;

$h_i$ : Espessura inicial;

$h_f$ : Espessura final da peça laminada.

Baseando-se nos valores de deformação real, as ligas deformadas com 50% de redução de espessura foram classificadas como grau de deformação moderado e as deformações de 65% e 80% foram considerados como alto grau de deformação [13]. Como os passes do processo de laminação foram realizados de forma simultânea nas ligas U7,4Mo e U9,5Mo, obteve-se valores próximos de deformações nas amostras finais.

Tabela 3.2 – Espessura, deformação real e de engenharia das ligas U-Mo laminadas a quente.

Amostra	Espessura final (mm)	Deformação real	Deformação de engenharia (%)
U7,4Mo laminada 50%	2,58	0,78	54,34
U7,4Mo laminada 65%	1,80	1,14	68,14
U7,4Mo laminada 80%	1,08	1,65	80,88
U9,5Mo laminada 50%	2,54	0,74	52,26
U9,5Mo laminada 65%	1,90	1,03	64,29
U9,5Mo laminada 80%	1,08	1,60	79,70

Fonte: Autor da tese.

### 3.4 Recozimento

Após a laminação a quente, as amostras das ligas U-Mo foram indentadas por um microdurômetro para demarcar uma área de varredura. Esta mesma área foi analisada por EBSD de modo *quasi in situ*, ou seja, esta área foi analisada em diversos tempos de recozimento para monitorar a evolução da recristalização dessas amostras [64].

O recozimento foi realizado no mesmo forno utilizado para o desenvolvimento do tratamento térmico. Para diminuir o efeito de recuperação e possivelmente de recristalização durante o aquecimento do forno, os cadinhos foram posicionados na zona fria do forno tubular e inseridos na zona quente 5 minutos após o patamar. O patamar do recozimento foi contabilizado após 8 minutos, pois foi o tempo necessário para atingir o equilíbrio térmico do cadinho de amostras na zona quente do forno. Vale destacar que, para determinar esses tempos de equilíbrio térmico, foi previamente utilizado um pirômetro óptico.

As amostras foram recozidas a uma temperatura fixa (650 °C) e em tempos diferentes para analisar a nucleação e o crescimento de grãos durante a recristalização. Por fim, após cada etapa de patamar concluída, as amostras foram submetidas a têmpera em água com o intuito de interromper as modificações microestruturais ocasionadas pelo resfriamento lento.

Para observar efetivamente o início da recristalização, as amostras foram examinadas em intervalos curtos no início, ou seja, patamares de 1 e 5 minutos. Após verificado o início da recristalização, o tempo de patamar foi aumentado: 10, 20 e 40 minutos.

### **3.5 Caracterização microestrutural**

#### **3.5.1 Preparação metalográfica**

As amostras, de modo geral, foram cortadas por cortadeiras metalográficas usando discos abrasivos de SiC. Após a etapa de corte, as amostras foram embutidas a frio com resina acrílica e lixadas com lixa 1200 mesh., polidas na politriz Tegrapol-15 da marca Struers usando o polimento DP-NAP e suspensão diamantada de 9, 3 e 1  $\mu\text{m}$ .

Para revelar os contornos de grãos, foi feito ataque eletrolítico com uma solução de 6 partes de uma solução de 10%  $\text{H}_2\text{CrO}_4$  e 1 parte de 10%  $\text{HNO}_3$ . A tensão usada variou em torno de 2 V por aproximadamente 20 s. Este ataque foi usado previamente às análises de microscopia e difração de raios X.

No preparo de amostras para análises por EBSD, o polimento foi feito até 1  $\mu\text{m}$  na politriz Tegrapol 15 e, após este preparo, o polimento foi executado na politriz Minimet 1000, da marca Buehler, com sílica coloidal (0,04  $\mu\text{m}$ ), força de 2 libras, rotação de 15 rotações por minuto e o pano de polimento Texmet. O tempo de polimento na Minimet 1000 foi de 1 hora. Após o polimento mecânico, foi feito o polimento eletrolítico com uma solução de 27,5% ácido fosfórico, 27,5% etilenoglicol e 45% de etanol. Foi usada a tensão de 10 V para a liga U9,5Mo e 6,5 V para a liga U7,4Mo. O tempo total do polimento eletrolítico foi de 5 minutos por amostra. Os parâmetros do polimento eletrolítico foram baseados nos trabalhos de Clarke et al. e Drozdenko et al. [28], [65].

O preparo metalográfico foi feito na Divisão de Caracterização Física do Departamento de Materiais Nucleares, no Centro Industrial Nuclear de ARAMAR.

### 3.5.2 Microscopia ótica

A técnica de microscopia ótica permitiu a avaliação de segregados por meio de imagens obtidas no campo claro, campo escuro, luz polarizada e contraste de interferência diferencial (DIC, *differential interference contrast*). Foi usado o microscópio ótico Axioimager A1m da marca Carl Zeiss, instalado na Divisão de Caracterização Física do Departamento de Materiais Nucleares, no Centro Industrial Nuclear de ARAMAR. O tamanho médio de grãos foi determinado pelo método do intercepto, conforme descrito na norma ASTM E112 [66].

### 3.5.3 Difratometria de raios X

A presença de fases cristalinas foi analisada por Difração de raios X e suas proporções foram determinadas pelo método Rietveld, usando o software EXPGUI, uma interface do *general structural analysis software* (GSAS) [67].

A macrotextura foi avaliada por difratometria de raios X com módulo de textura. Os resultados foram apresentados preferencialmente em FDOC. Tais análises foram conduzidas no difratômetro Empyrean da marca Panalytical instalado na Divisão de Caracterização Física do Departamento de Materiais Nucleares, no Centro Industrial Nuclear de ARAMAR.

Em ambas as análises foi usado o tubo de cobre ( $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$ ). Para a determinação de fases cristalinas, a tensão e a corrente usada foram, respectivamente, 40 kV e 40 mA e a varredura em  $2\theta$  foi de  $20^\circ$  a  $90^\circ$ . Para realizar essa varredura, usou-se um detector linear com janela de  $2,1^\circ$  e resolução de  $0,01^\circ$ . O tempo de varredura do intervalo da janela do detector foi de 10 s.

Na avaliação da textura cristalográfica, a tensão e a corrente usadas foram 45 kV e 40 mA, respectivamente. Foram construídas figuras de pólos dos planos cristalográficos (110), (200), (211) e (310). A faixa de varredura em  $\alpha$  foi de 0 a  $80^\circ$  e  $\beta$  de 0 a  $360^\circ$  em passos de  $5^\circ$  e 5 s.

Para a análise de textura, usou-se a ótica por lentes paralelas, onde o feixe incidente foi limitado por uma fenda de 1 mm de altura por 3 mm de largura.

A desfocalização foi corrigida a partir da obtenção de figuras de pólos do pó de Mo (estrutura CCC). A partir das figuras de pólos, foram construídas FDOC's usando o software Mtex instalado na interface MathLab [68].

#### 3.5.4 Microscopia eletrônica de varredura

As amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva com o intuito de observar a microestrutura e a composição química das amostras. Para tais análises, foram utilizados os seguintes equipamentos: MEV XL-30 da marca Philips; MEV por emissão de campo (FEG, *field emission gun*) JSM-6701F da marca Jeol e o MEV-FEG Quanta 250 da marca FEI. Os microscópios XL-30 e Quanta FEG 250 estão instalados na Divisão de Caracterização Física do Departamento de Materiais Nucleares, no Centro Industrial Nuclear de ARAMAR e o MEV-FEG JSM-6701F está instalado no Laboratório de Microscopia e Microanálise (LMM) localizado no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CECTM) do IPEN.

No equipamento MEV Quanta 250, está acoplado o EBSD com a câmera da marca HIKARI (resolução de 640 (H) x 480 (V) pixels). Foram feitos mapas da seção normal (direção de laminação na vertical da imagem) com resolução de 2  $\mu\text{m}$ . A tensão de aceleração utilizada foi de 30 kV. Os mapas de orientações foram feitos com o auxílio do software TEAM da EDAX e as imagens foram processadas no software OIM TSL. No software OIM TSL, foram calculadas as FDOC's pelo método de séries de harmônicos esféricos.



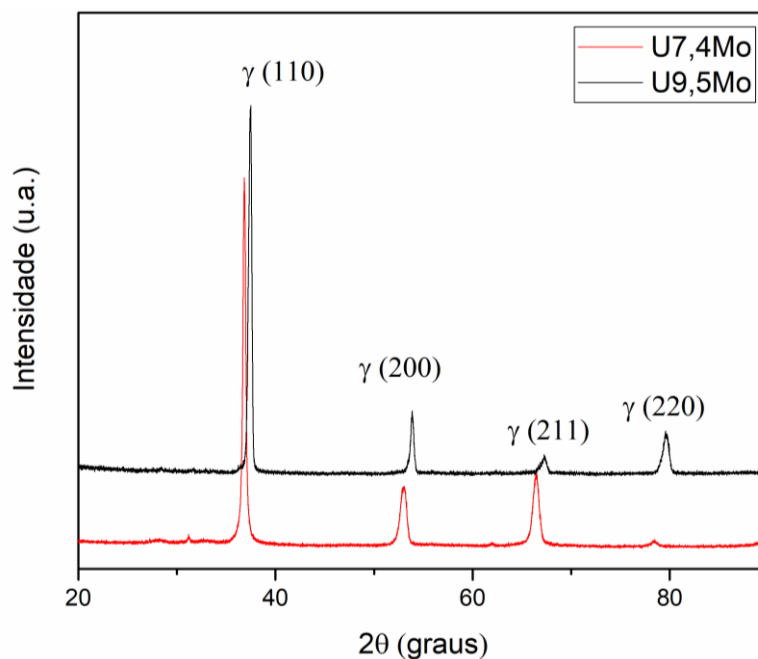
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo se inicia com os resultados e discussões das análises das ligas U-Mo no estado bruto de fusão e o desenvolvimento da homogeneização dessas ligas. Após esses resultados, são apresentados os resultados da análise das ligas U-Mo deformadas e da evolução da recristalização. Por fim, os estudos do fator de Taylor, contornos especiais do tipo CSL e ângulos de desorientação das ligas U-Mo deformadas e recozidas são apresentados e discutidos.

### 4.1 Análises das ligas no estado bruto de fusão

As ligas de urânio-molibdênio produzidas no forno de indução a vácuo apresentaram estruturas  $\gamma$ . Na Figura 4.1, são mostrados os difratogramas de raios X das ligas U7,4Mo e U9,5Mo no estado bruto de fusão. Foi observado um deslocamento do ângulo  $2\theta$  entre os picos difratados das amostras de composições diferentes. Isto ocorre pelo fato de que o Mo ocupa de modo substitucional os sítios do U nas ligas do sistema U-Mo. Quanto maior a concentração de Mo, a distância interplanar diminui e, conseqüentemente, deslocam-se os picos difratados.

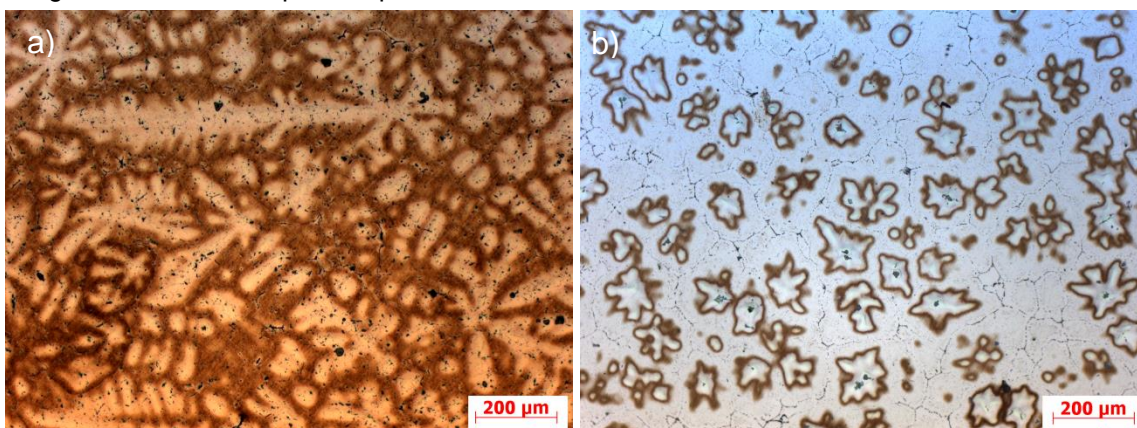
Figura 4.1 – Difratogramas das ligas U7,4Mo e U9,5Mo no estado bruto de fusão.



Fonte: Autor da tese.

Na Figura 4.2, são mostradas as micrografias das ligas U9,5Mo e U7,4Mo no estado bruto de fusão obtidas por microscopia ótica. Foram observados grãos com estrutura dendrítica originados na solidificação após a fusão no forno de indução a vácuo. A liga U7,4Mo possui estrutura dendrítica mais grosseira que a liga U9,5Mo. O Mo possui maior resistência a corrosão do que o U e, então, o ataque eletrolítico é mais severo em regiões de menor concentração de Mo. As figuras evidenciam que a solidificação se iniciou em regiões de maior concentração de molibdênio. Este comportamento é justificado, conforme diagrama de fases da liga U-Mo (Figura 2.4), onde a adição de molibdênio eleva o ponto de fusão e, assim, as regiões com maior concentração de molibdênio solidificam primeiro.

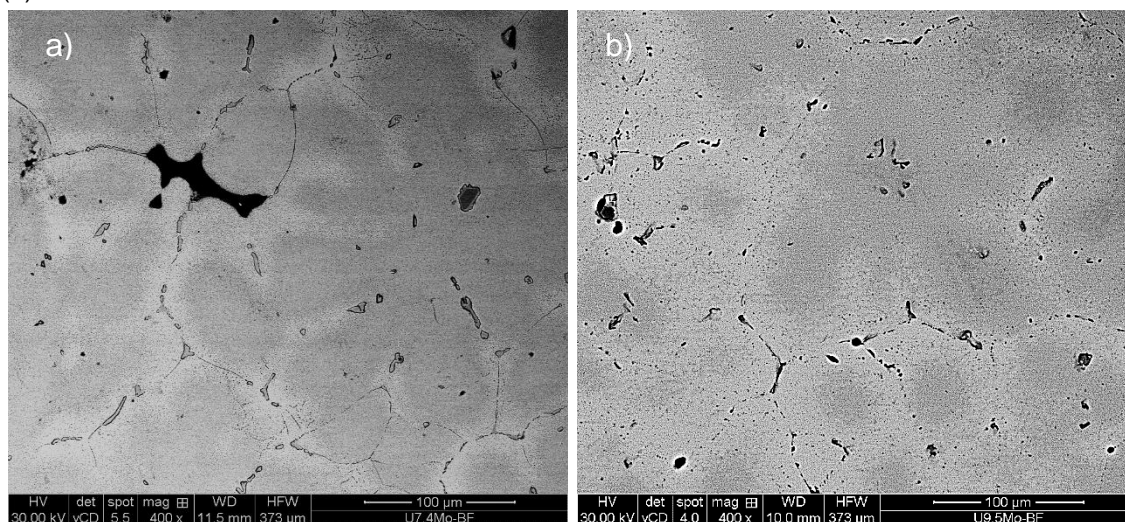
Figura 4.2 – Micrografias das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) no estado bruto de fusão. As imagens foram obtidas por campo claro.



Fonte: Autor da tese.

A diferença de tons de cinza nas micrografias obtidas por elétrons retroespalhados no microscópio eletrônico de varredura (Figura 4.3) evidenciou o zonamento das ligas no estado bruto de fusão. Foi notado no centro do grão dendrítico tons mais escuros devido à maior concentração de Mo. Nestas micrografias também foi possível observar a estrutura dendrítica grosseira da liga U7,4Mo.

Figura 4.3 – Micrografias obtidas por elétrons retroespalhados das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) no estado bruto de fusão.

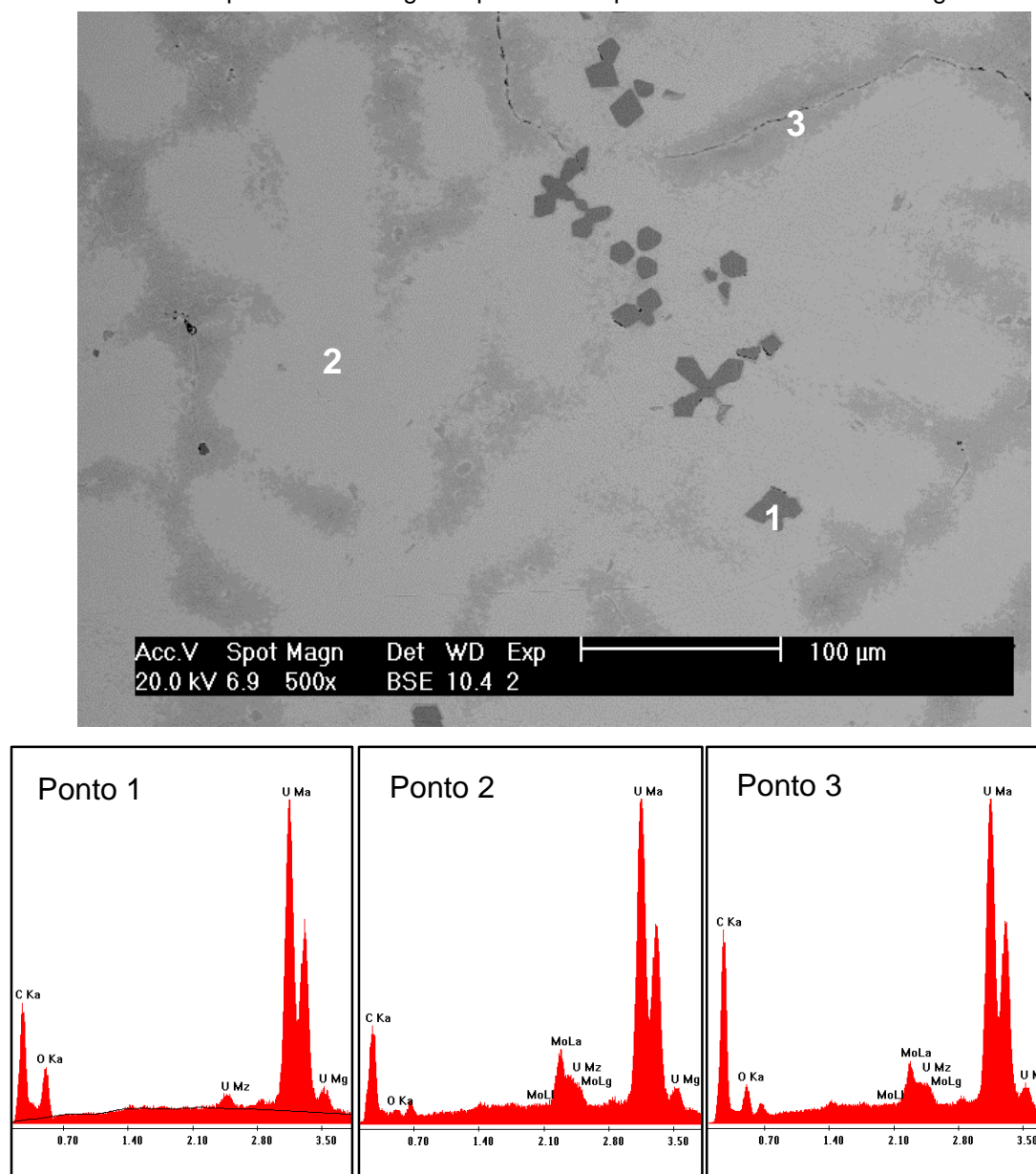


Fonte: Autor da tese.

Inclusões foram observadas tanto nas imagens obtidas por microscopia ótica como imagens obtida por microscopia eletrônica. Estas inclusões foram verificadas por espectroscopia de energia dispersiva. Nas Figuras 4.4 e 4.5, são mostradas as micrografias obtidas por elétrons retroespalhados das ligas U7,4Mo

e U9,5Mo no estado bruto de fusão, e análises por espectroscopia de energia dispersiva em determinados pontos das microestruturas. Comparando os pontos mais escuros com os pontos mais claros em ambas amostras se nota que os picos são menos intensos para molibdênio e mais intensos para o oxigênio e também o carbono, mantendo a mesma intensidade para o urânio. Isso indica a presença de óxidos e carbeto de urânio. As inclusões observadas na Figura 4.4 possuem formato característico de carbeto de urânio [19]. Isso também foi notado nos contornos de grão.

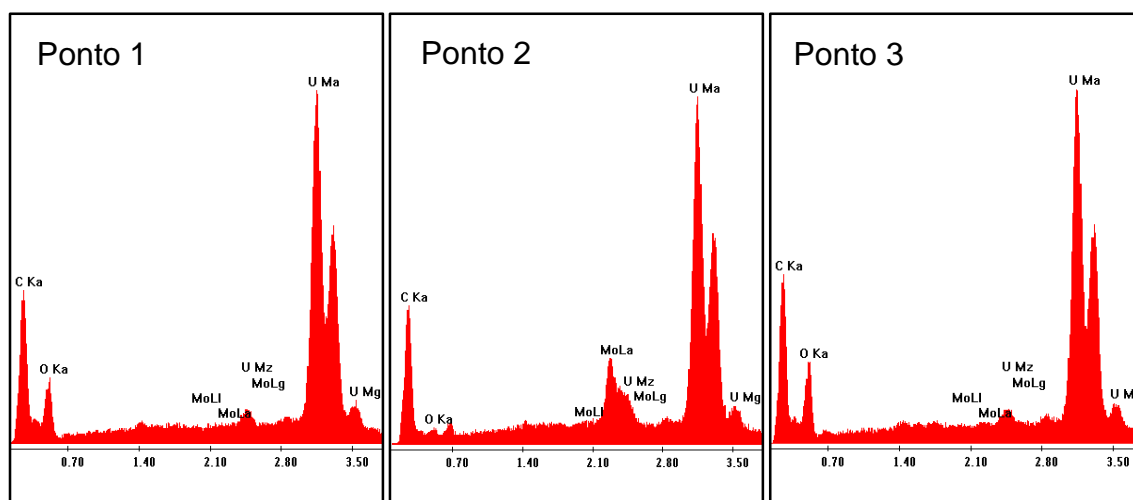
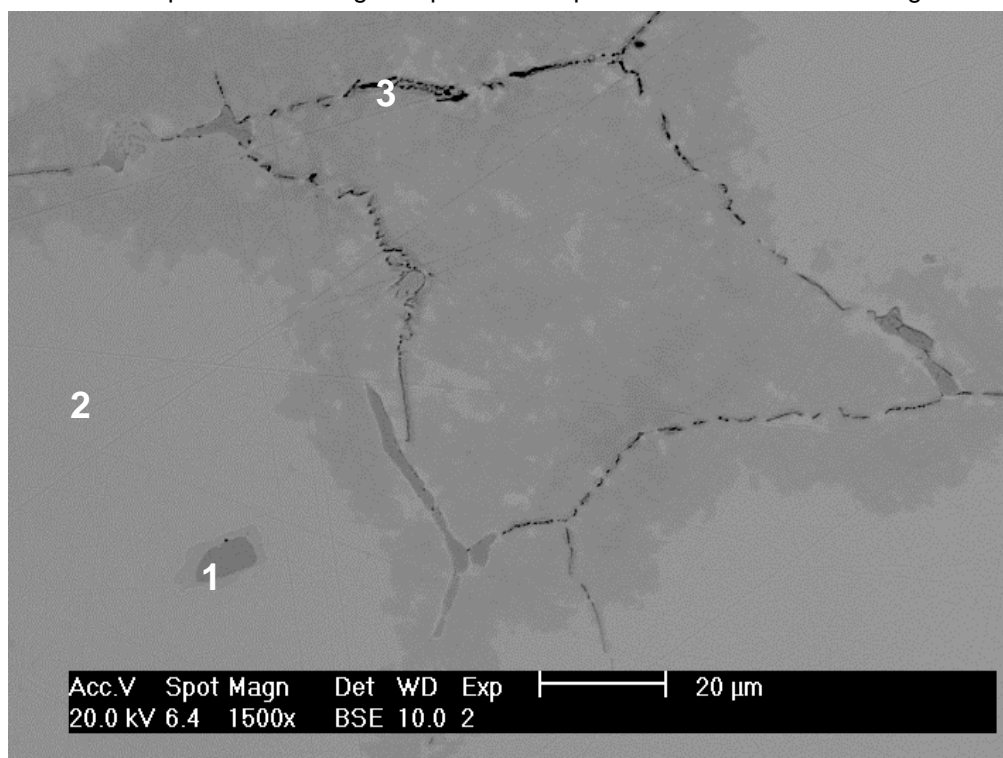
Figura 4.4 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da liga U7,4Mo no estado bruto de fusão e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados na micrografia.



Fonte: Autor da tese.



Figura 4.5 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da liga U9,5Mo no estado bruto de fusão e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados na micrografia.



Fonte: Autor da tese.

Os grãos possuem formato equiaxial cujos tamanhos médios foram de  $152,5 \pm 28,8 \mu\text{m}$  e  $76,1 \pm 5,5 \mu\text{m}$  para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo, respectivamente.

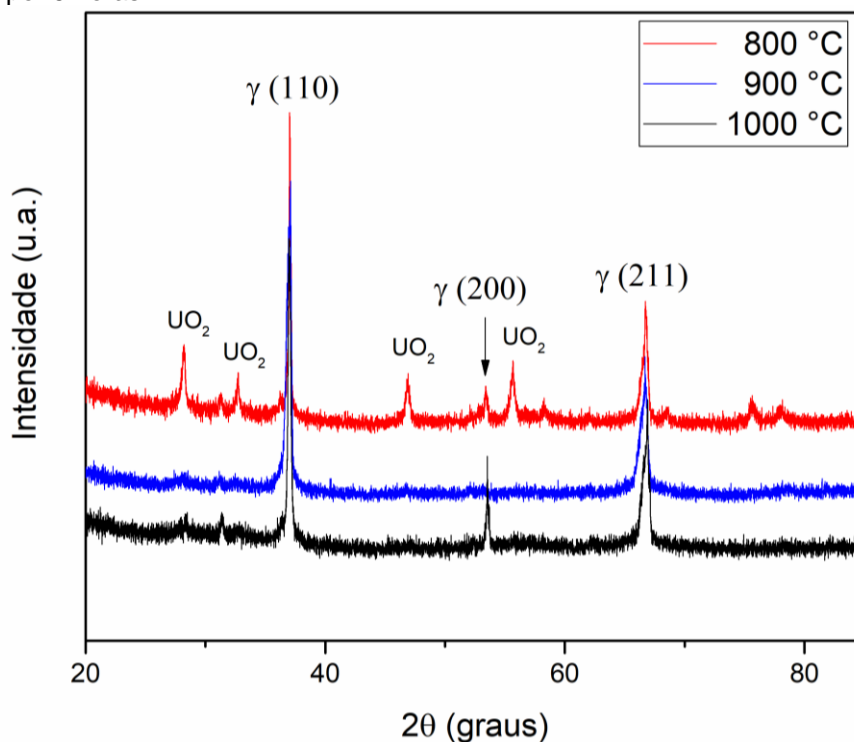
Os resultados das ligas no estado bruto de fusão indicaram a necessidade de homogeneização da liga antes da deformação, para diminuir a possibilidade de transições de fases durante a irradiação dessas ligas [28].

## 4.2 Análises das ligas homogeneizadas

Tendo em vista que as ligas U7,4Mo e U9,5Mo no estado bruto de fusão apresentaram o zonamento, um desenvolvimento do processo de homogeneização foi realizado.

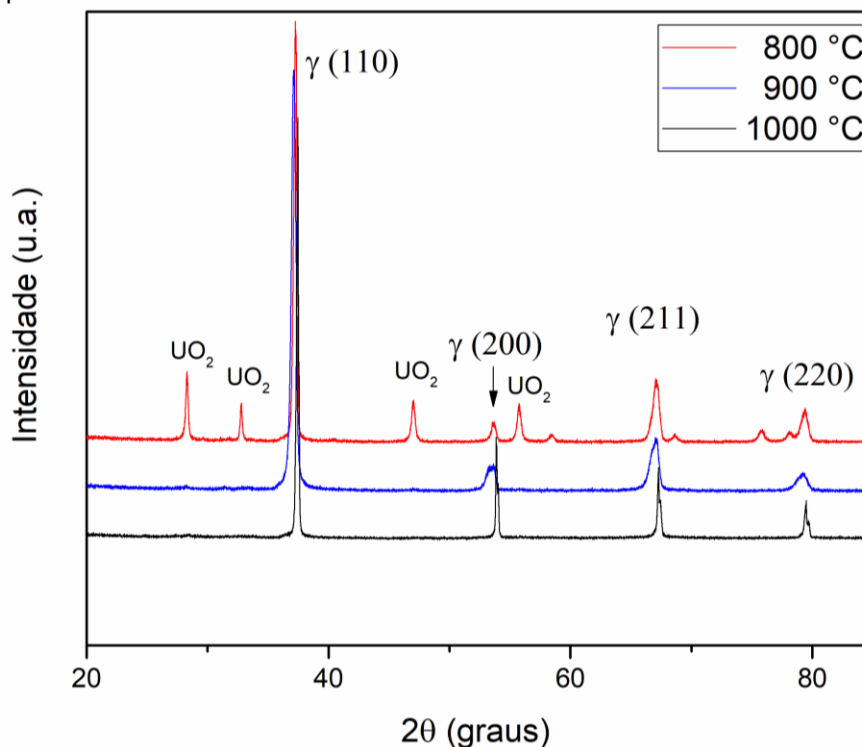
Assim como nas amostras bruto de fusão, a fase  $\gamma$  foi constatada em todas as condições de tratamento. Tais resultados são vistos nos difratogramas de raios X destas amostras nas Figuras 4.6 e 4.7. Foi notada presença de  $\text{UO}_2$  nas amostras tratadas nas temperaturas de 800 °C por 5 horas. Isso deve ter ocorrido por um problema que acarretou a ausência de fluxo de gás inerte no forno por uma hora.

Figura 4.6 – Difratogramas da liga U7,4Mo tratada termicamente nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 horas.



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.7 – Difratogramas da liga U9,5Mo tratada termicamente nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 horas.



Fonte: Autor da tese.

Um outro aspecto observado no difratograma das ligas U-Mo tratadas termicamente foi a redução da largura dos picos difratados nas amostras tratadas na temperatura de 1000 °C por 5 horas. Na Tabela 4.1, apresentam-se os parâmetros de rede obtidos pelo método de Rietveld das ligas U-Mo no estado bruto de fusão e tratadas termicamente na condição de 1000 °C por 5 horas. Com base nos parâmetros de rede obtidos, foi possível notar que o valor aumentou com o tratamento térmico e também se confirma que o aumento da concentração Mo na liga diminui o parâmetro de rede.

Estes resultados indicam que ocorre o refinamento da liga, ou seja, os cristalitos refinados são maiores e a quantidade de defeitos cristalinos é menor, reduzindo a largura e aumentando a intensidade do pico difratado. Conclui-se que o tratamento térmico de 1000 °C por 5 horas contribuiu para a difusão dos átomos de molibdênio na liga de urânio.

Tabela 4.1 – Parâmetros de rede obtidos por Rietveld das ligas U-Mo no estado bruto de fusão e tratadas termicamente na condição de 1000 °C por 5 horas. Valores em Å.

<b>Condição</b>	<b>U7,4Mo</b>	<b>U9,5Mo</b>
Bruto de fusão	3,429	3,412
1000 °C – 5 h	3,440	3,421

Fonte: Autor do trabalho.

Os resultados de parâmetro de rede das ligas homogeneizadas são similares a estudos em ligas U-Mo homogeneizadas [69], [70]. Burkes e colaboradores mostraram que há uma relação linear dos parâmetros de rede em função da concentração de Mo em ligas U-Mo [70]. Esta equação é definida como:

$$a = 3,4812 - 0,0066x \quad (9)$$

Onde  $a$  e  $x$  são, respectivamente, o parâmetro de rede em Å e a concentração de Mo em porcentagem em peso. Seguindo esta equação, os valores dos parâmetros de rede são 3,432 Å para a liga U7,4Mo e 3,419 Å para a liga U9,5Mo.

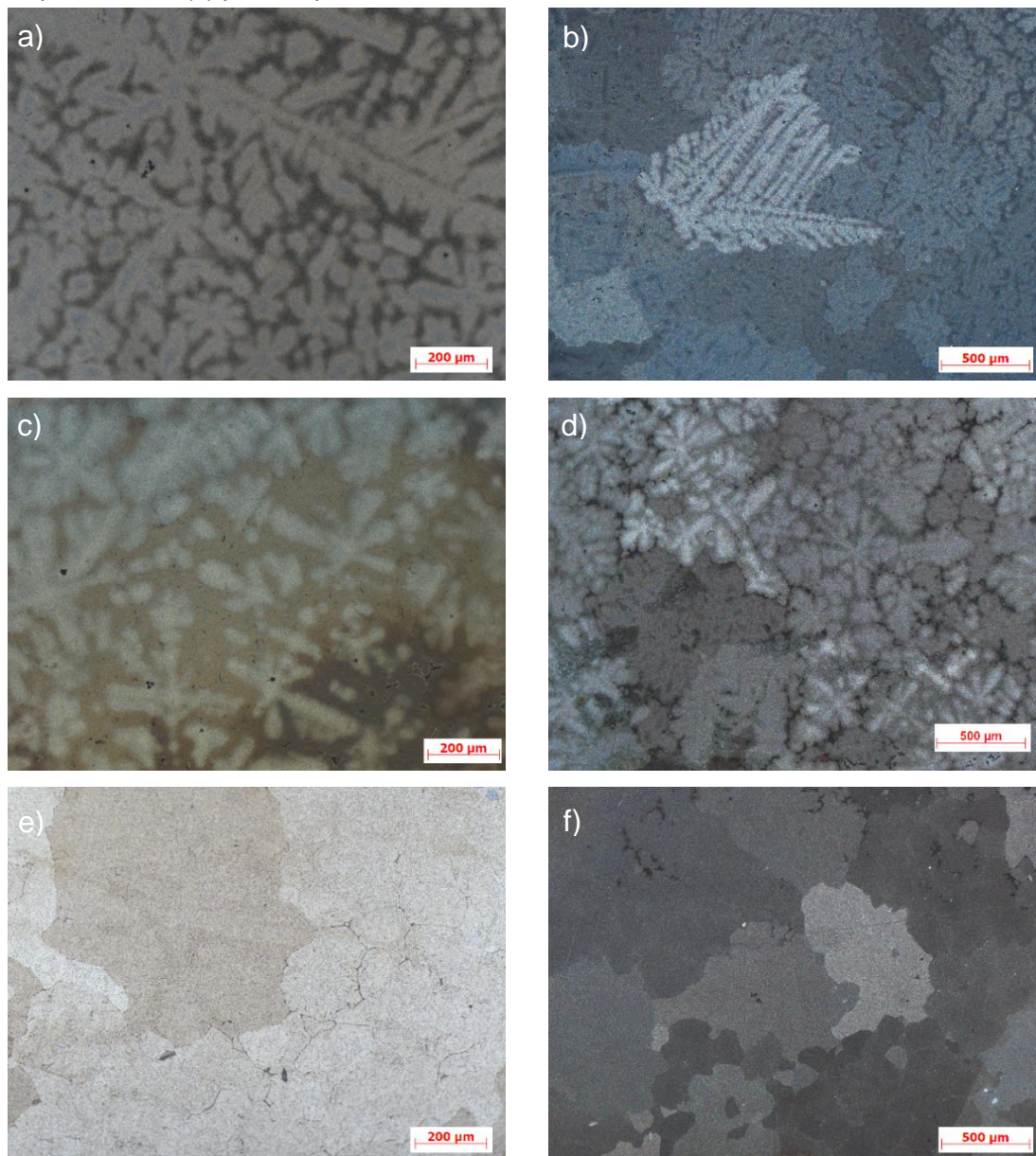
A lei de Vegard é uma aproximação empírica do parâmetro de rede da liga em função da concentração da solução sólida e de seus elementos constituintes [71]. Com isso, podem ser obtidos teoricamente os parâmetros de rede das ligas U-Mo a partir dos valores dos parâmetros de rede dos átomos puros na mesma temperatura. Os valores do parâmetro de rede do urânio  $\gamma$  e do molibdênio em temperatura ambiente são, respectivamente, de 3,47 e 3,15 Å [72]. Os valores calculados do parâmetro de rede para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo são, respectivamente, 3,417 e 3,404 Å. Comparando com os valores obtidos dos parâmetros de rede das ligas U-Mo indicados na Tabela 4.1, os valores obtidos pela lei de Vegard são menores. Essa diferença foi observada para a liga U8Mo no trabalho de Steiner e colaboradores [72]. Nesse trabalho, essa diferença foi atribuída à imprecisão da lei de Vegard que ocorre em maiores concentrações de constituintes [72].

As microestruturas das ligas UMo tratadas termicamente são mostradas nas Figuras 4.8 e 4.9. Conforme observado nessas figuras, somente a condição de 1000 °C consumiu as dendritas em ambas as ligas. As ligas no estado bruto de fusão possuem uma estrutura dendrítica grosseira e, como a difusão de Mo



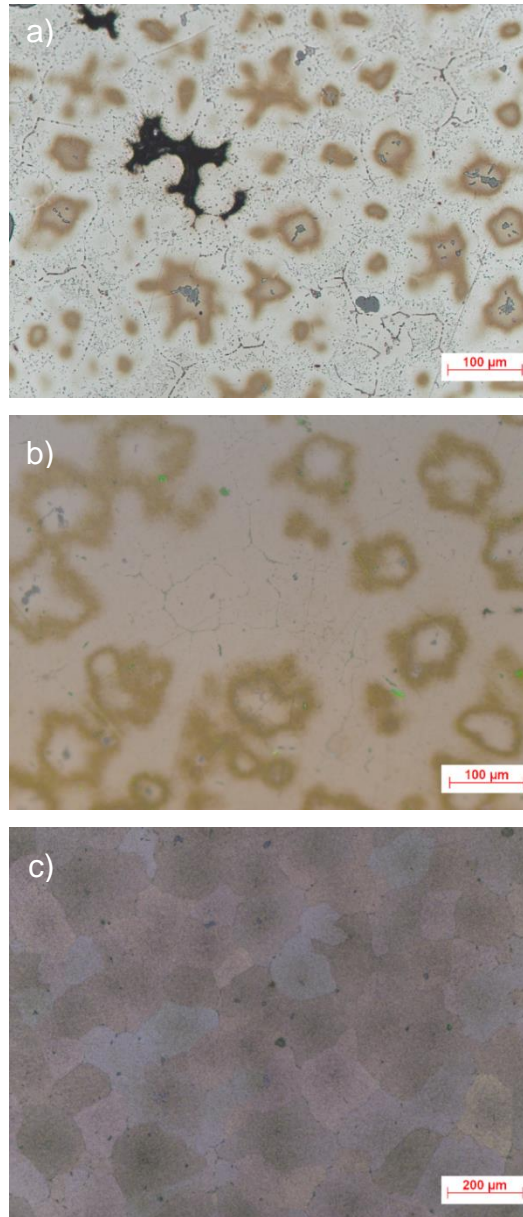
aumenta com a temperatura, a temperatura de 1000 °C permitiu a homogeneização da liga em 5 horas de tratamento.

Figura 4.8 – Micrografias da liga U7,4Mo tratada termicamente por 5 horas nas temperaturas de 800 (a),(b), 900 (c),(d) e 1000 °C (e),(f). As imagens (a) e (c) foram obtidas por campo escuro, (b), (d) e (f) luz polarizada e (e) por campo claro.



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.9 – Micrografias da liga U9,5Mo tratada termicamente por 5 horas nas temperaturas de 800 (a), 900 (b) e 1000 °C (c). As imagens (a) e (b) foram obtidas por campo claro e a micrografia (c) por DIC.

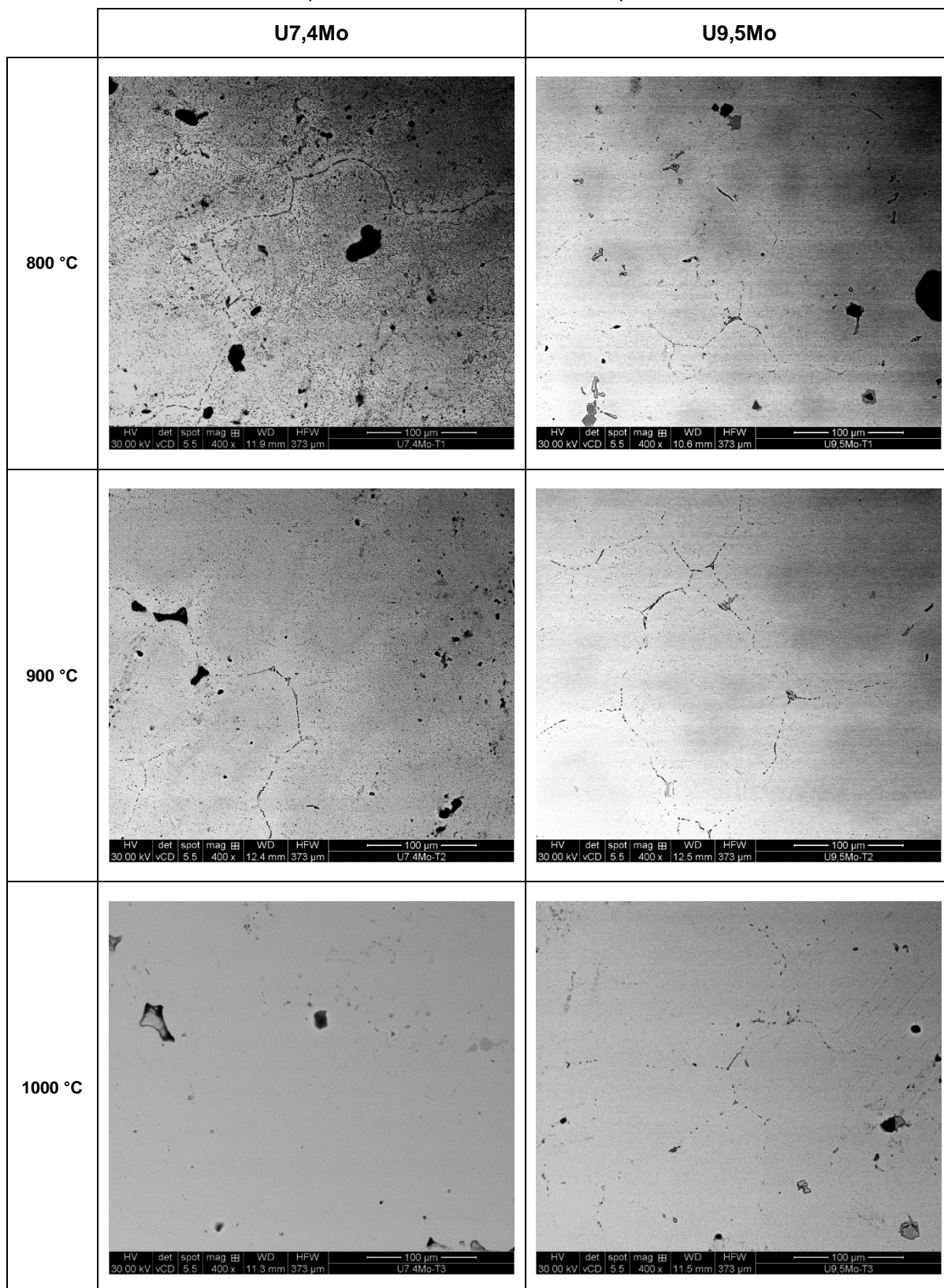


Fonte: Autor da tese.

A diferença de tons de cinza nas micrografias obtidas por elétrons retroespalhados no microscópio eletrônico de varredura (Figura 4.10) demonstra que ocorreu a diminuição do zonamento com o aumento da temperatura do tratamento térmico. Nestas imagens, assim como nas imagens obtidas por microscopia ótica, foi possível notar que o tratamento realizado na temperatura de 1000 °C promoveu a homogeneização das ligas.



Figura 4.10 – Micrografias obtidas por elétrons retroespalhados das ligas U7,4Mo e U9,5Mo tratadas termicamente nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 horas.



Fonte: Autor da tese.

Comparando com as micrografias das ligas no estado bruto de fusão, todos os tratamentos térmicos realizados nesta seção aparentaram difundir o Mo na liga. Porém, para ocorrer a homogeneização das ligas U7,4Mo e U9,5Mo nos tratamentos de 800 e 900 °C, o tempo de patamar deve ser aumentado.

A microestrutura mostrou grãos equiaxiais onde, para as ligas com a homogeneização completa, obteve-se um valor médio de  $174,5 \pm 27,6 \mu\text{m}$  e  $97,5 \pm 4,5 \mu\text{m}$  para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo, respectivamente. Comparando os valores do tamanho médio de grãos das amostras bruto de fusão com a liga tratada a 1000 °C, houve um crescimento de 14,4% para a liga U7,4Mo e 28,1% para a liga U9,5Mo. Esta diferença de porcentagem de crescimento pode ser explicada a partir da energia de ativação para o crescimento de grão. A liga U9,5Mo possui uma energia de ativação menor do que a liga U7,4Mo. Quanto maior a energia de ativação para o crescimento de grão, menor será a taxa crescimento do grão [41].

Face ao exposto, dentre as 3 temperaturas de tratamentos térmicos apresentados nesta seção, a melhor temperatura de tratamento térmico para 5 horas de patamar foi a de 1000 °C, pois ocorre a diluição das dendritas, não há alterações significativas no tamanho de grão e ocorre a homogeneização das ligas U7,4Mo e U9,5Mo.

#### 4.2.1 Textura cristalográfica

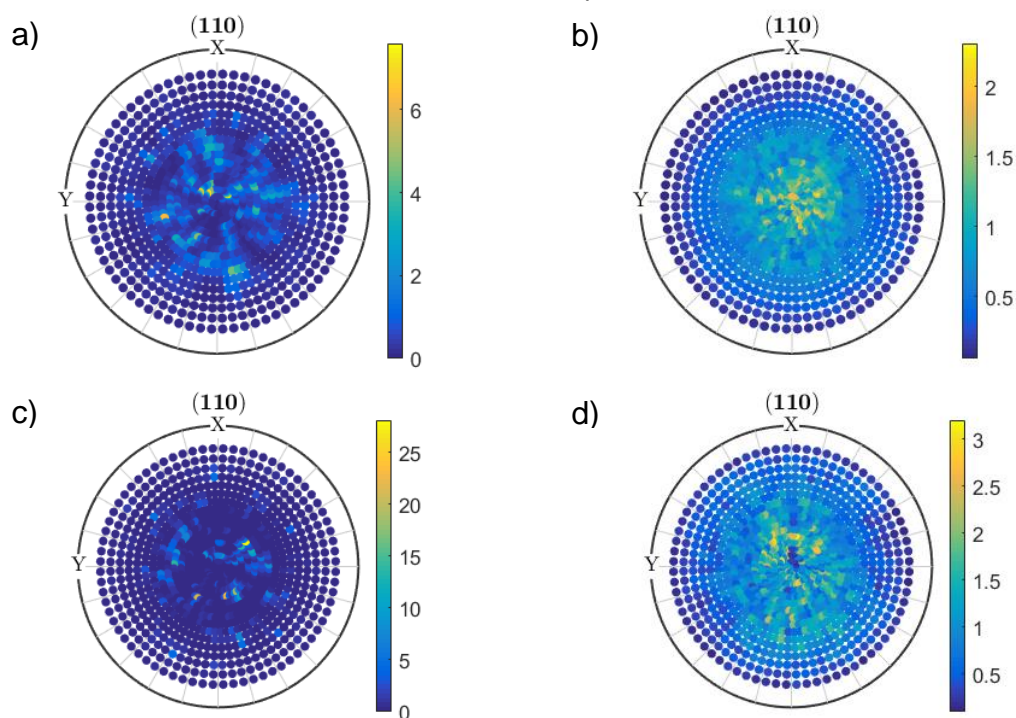
Na Figura 4.11, mostram-se as figuras de pólos (110) das ligas U-Mo no estado bruto de fusão e homogeneizadas. Foi notado que as figuras de pólos obtidas possuem má qualidade e, assim, impossibilitou o cálculo das FDOC's dessas amostras.

Figuras de pólos são mapas de intensidade obtidos pela rotação dos eixos  $\alpha$  e  $\beta$  (Figura 2.12a). A macrot textura de boa qualidade que permite o cálculo da FDOC é obtida a partir de uma análise da ordem de  $10^3$  grãos [47]. Considerando o valor do tamanho médio de grãos obtido na seção 4.2 e o valor da fenda utilizada (seção 3.5.3), a quantidade grãos máxima analisada foi em torno de 300 grãos.

Portanto, para se obter resultados de macrot textura confiáveis das ligas U-Mo no estado bruto de fusão e tratadas termicamente, as figuras de pólos dessas amostras devem ser geradas a partir da análise de uma quantidade maior de grãos,

gerando assim uma amostragem representativa da relação de orientações da amostra [50].

Figura 4.11 – Figuras de pólos (110) das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) no estado bruto de fusão e das ligas U7,4Mo (c) e U9,5Mo (d) tratadas termicamente na condição de 1000 °C por 5 horas. Os eixos X e Y representam a DL e a DT, respectivamente.



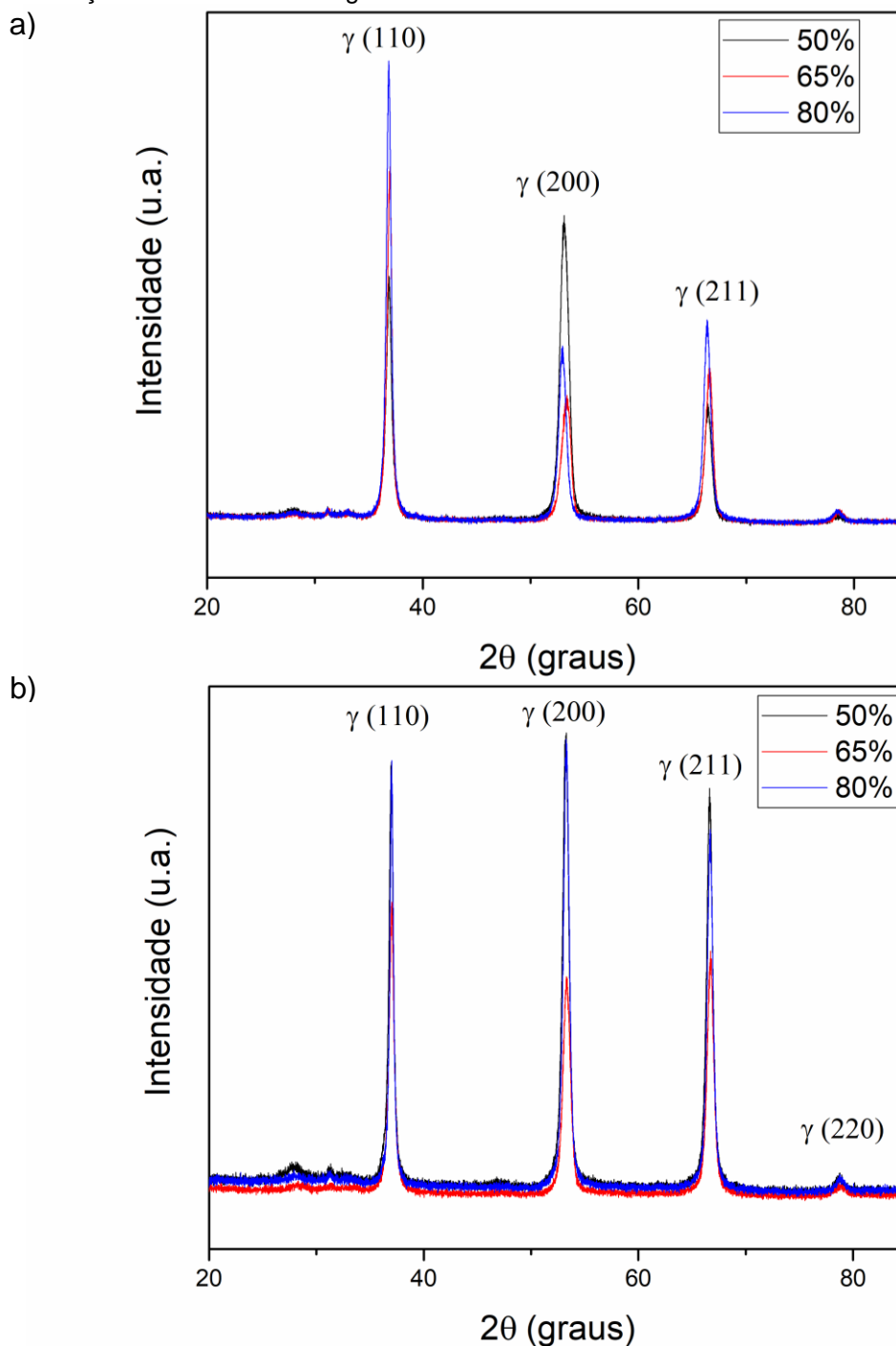
Fonte: Autor da tese.

### 4.3 Análises das ligas deformadas

Como concluído na seção anterior, o tratamento térmico a 1000 °C apresentou a melhor condição de homogeneização da liga. Portanto, foi usada esta condição de tratamento prévio à laminação a quente.

Análises por difratometria de raios X (Figura 4.12) mostram que as ligas de urânio-molibdênio tratadas termicamente e laminadas a quente apresentaram estrutura  $\gamma$ . As intensidades dos picos difratados são diferentes dos resultados obtidos nas ligas no estado bruto de fusão e tratadas termicamente, sendo um forte indicativo que houve alteração na orientação preferencial.

Figura 4.12 – Difratomogramas das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) deformadas. O grau de deformação está indicado na legenda.



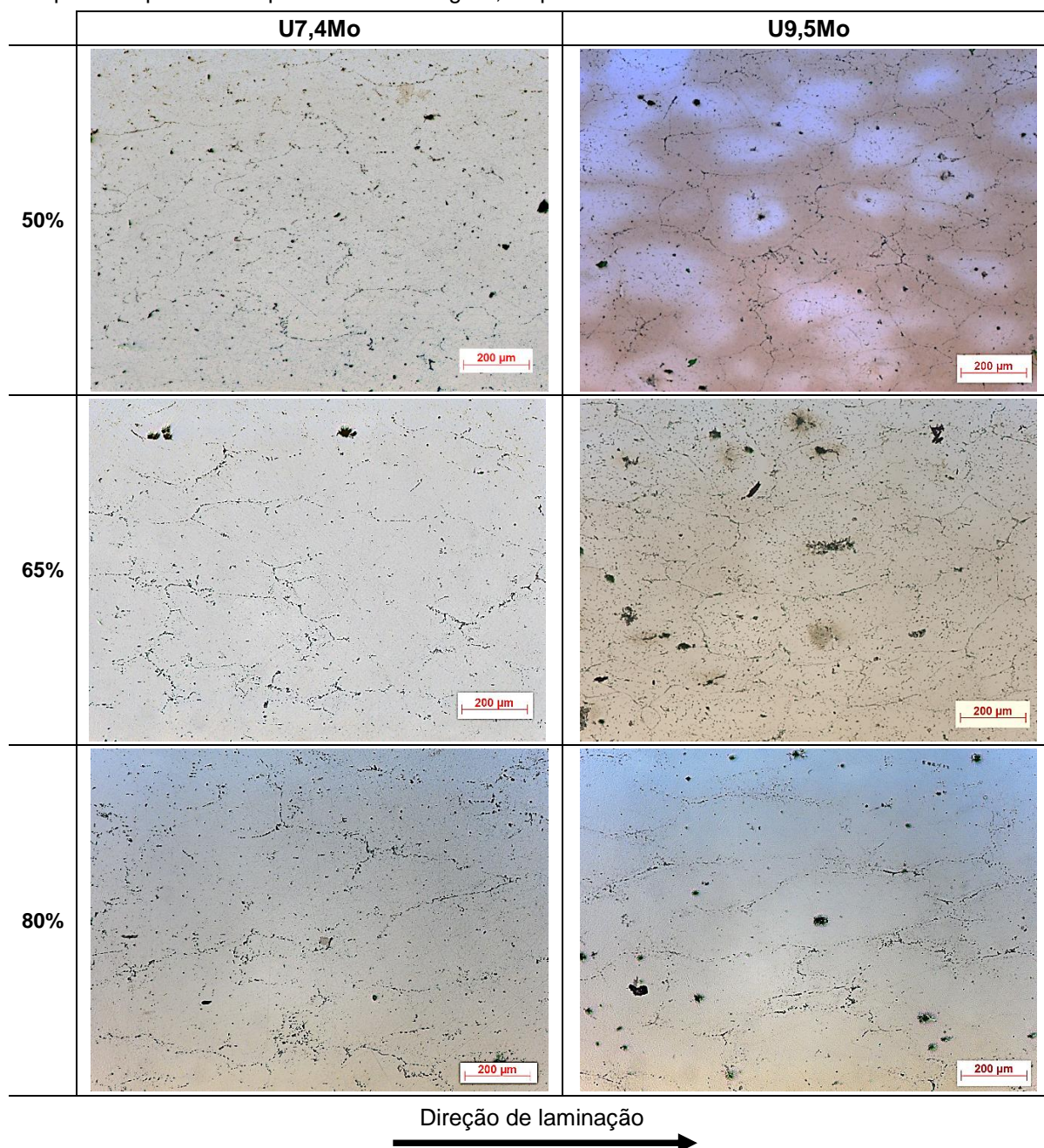
Fonte: Autor da tese.

As micrografias apresentadas na Figura 4.13, das ligas de U-Mo deformadas, mostram o alongamento dos grãos conforme o grau de deformação da amostra. Nas micrografias das amostras laminadas, foram observadas inclusões nos contornos de grão e poros. Vale destacar que as regiões de tonalidades mais claras observadas na micrografia da liga U9,5Mo deformada em 50% se formou



devido à preparação metalográfica. O processo de laminação não gerou defeitos de trincas.

Figura 4.13 – Micrografias obtidas por microscopia ótica das ligas U7,4Mo e U9,5Mo tratadas termicamente na temperatura de 1000 °C por 5 horas e laminadas a quente nas deformações de 50%, 65% e 80%. Seção normal. O grau de deformação e a direção de laminação estão indicados na parte esquerda e na parte inferior da figura, respectivamente.



Fonte: Autor da tese.

A Tabela 4.2 mostra o fator de forma das ligas U-Mo laminadas a quente. O fator de forma foi determinado a partir da razão entre o diâmetro de Feret máximo, observado na DL, e o diâmetro Feret máximo da direção perpendicular à DL [73].

A partir dessa tabela, é possível notar que o fator de forma aumenta com o aumento da deformação.

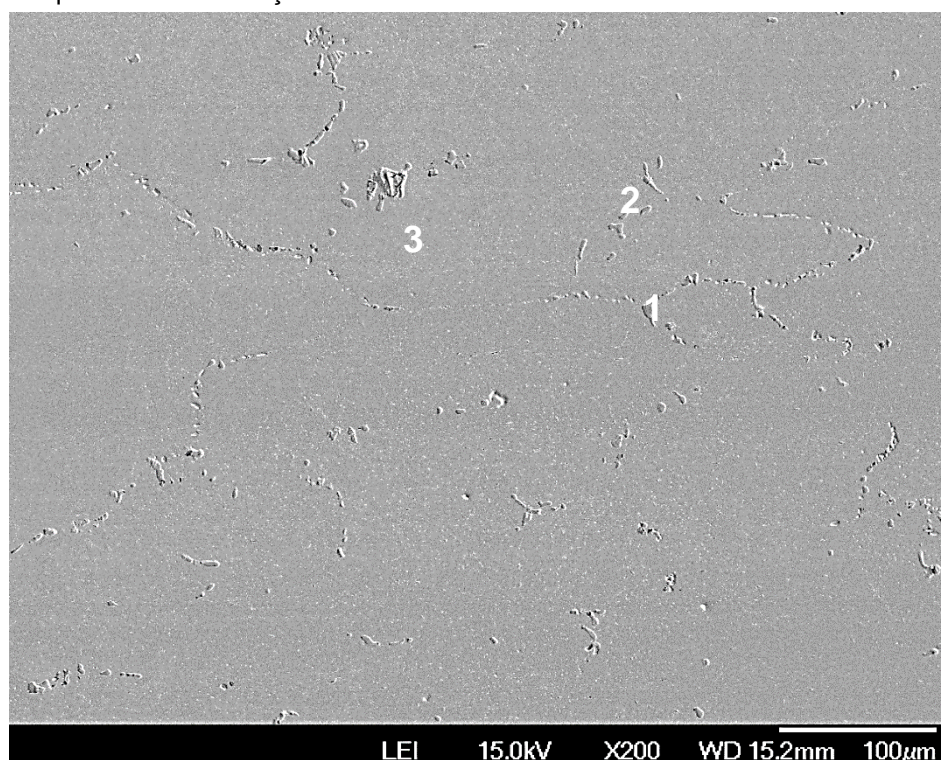
Tabela 4.2 – Fator de forma dos grãos das ligas U-Mo laminadas a quente.

Amostra	Fator de Forma
U7,4Mo laminada 50%	2,26
U7,4Mo laminada 65%	2,77
U7,4Mo laminada 80%	4,26
U9,5Mo laminada 50%	2,01
U9,5Mo laminada 65%	3,20
U9,5Mo laminada 80%	4,72

Fonte: Autor da tese.

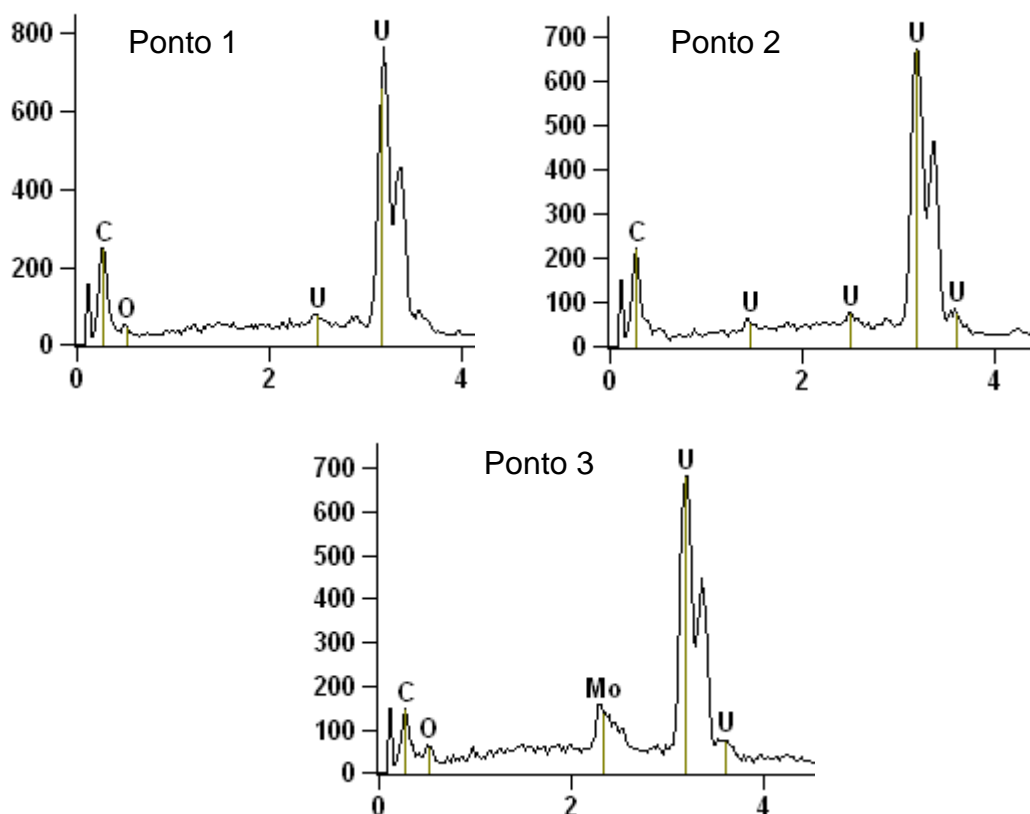
Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura e espectros de energia dispersiva indicaram a presença de carbeto nos contornos de grão. A Figura 4.14 mostra, como exemplo, a micrografia da liga U7,4Mo deformada em 50% e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados na micrografia da amostra. Nessa imagem, foi possível notar que a intensidade do pico do carbono é maior nos pontos localizados nos contornos de grão (pontos 1 e 2).

Figura 4.14 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura e espectros de energia dispersiva dos pontos destacados da liga U7,4Mo tratada termicamente na temperatura 1000 °C e laminadas a quente na deformação de 50%.





Continuação da Figura 4.14.



Fonte: Autor tese.

A Figura 4.15 mostra a seção  $\varphi_2 = 45^\circ$  de FDOC's obtidas por difração de raios X para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas em 50, 65 e 80%. De modo geral, foi notada a presença das fibras  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\theta$ ; e suas intensidades variaram com o grau de deformação. Para avaliar a intensidade dessas fibras, os gráficos das fibras  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\theta$  são mostrados na Figura 4.16.

A fibra  $\gamma$  observada na liga U9,5Mo deformada a 50% possui forte intensidade. As orientações  $\{111\}\langle 123\rangle$  e  $\{111\}\langle 011\rangle$  são intensas na fibra  $\gamma$  da liga U7,4Mo deformada a 50%. Aumentando a deformação em 65%, ambas as ligas apresentaram a fibra  $\gamma$  homogênea e com intensidade forte. Em 80%, esta fibra tornou-se menos intensa.

A intensidade da fibra  $\alpha$  nas ligas deformadas em 50% é fraca para a liga U7,4Mo. Nesta deformação, para a liga U9,5Mo, a fibra  $\alpha$  é moderada na orientação  $\{112\}\langle 110\rangle$  e intensa na orientação de cubo rodado  $\{100\}\langle 011\rangle$ . Com 65% de deformação, a fibra  $\alpha$  apresentou um leve aumento na intensidade em  $\{112\}\langle 110\rangle$  nas ligas U7,4Mo e U9,5Mo e a intensidade da componente de cubo rodado é diminuída na liga U9,5Mo. Depois de laminadas a 80%, foi observada uma

intensificação na orientação de cubo rodado e na componente  $\{112\}\langle 110\rangle$  nas ligas de U-Mo.

Com 50% de redução, a intensidade da fibra  $\theta$  é fraca em U7,4Mo e forte em U9,5Mo. Esta fibra é fraca nas ligas de U-Mo deformadas em 65% e é aumentada nas amostras deformadas em 80%. A componente de cubo rodado é a orientação mais intensa da fibra  $\theta$  nas amostras laminadas a 80%.

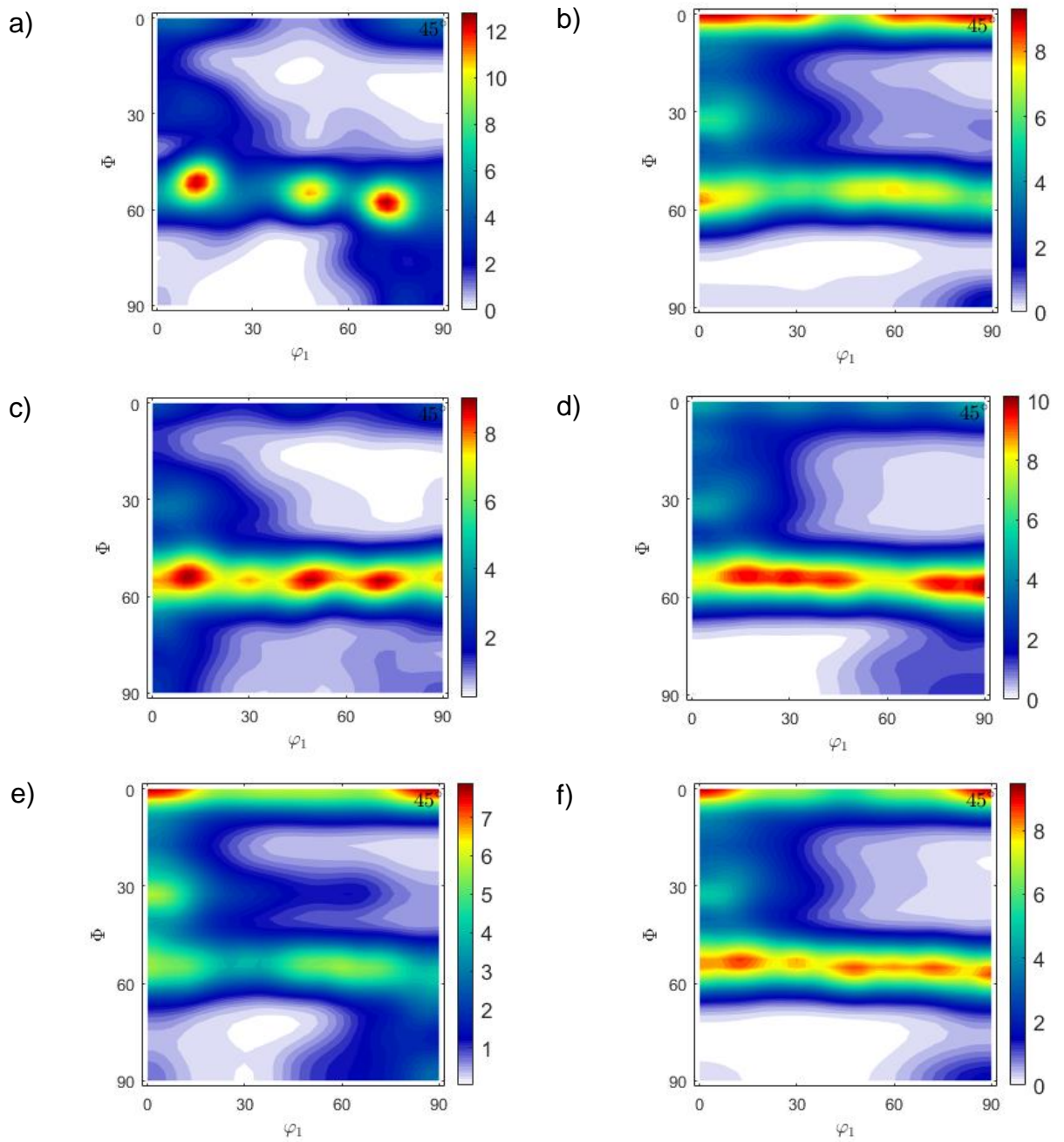
Essas fibras são normalmente observadas em materiais CCC laminados [55], [61], [74]. Não foram encontrados resultados de FDOC de ligas de U-Mo deformadas a quente na literatura. Resultado similar foi encontrado no trabalho de Lopes et al., onde obteve-se resultados de macrotextura da liga de UZrNb laminada a frio [53]. Este trabalho reportou a presença da fibra  $\theta$  com intensidade alta e da fibra  $\gamma$  de intensidade moderada na liga U7,5Nb2,5Zr deformada em 80%.

A redução da intensidade de componentes da fibra  $\gamma$  ocasionado pelo aumento da deformação foi observado em aços ferríticos laminados a frio no trabalho de Kestens e Pirgazi [61]. Foi observado nesse trabalho que, com o aumento da deformação entre 83 a 90 %, a componente da fibra  $\alpha$  aumentou enquanto que a fibra  $\gamma$  diminuiu. Com 99,9% de deformação, foi observado forte componente de cubo rodado.

As diferenças na textura entre as ligas U7,4Mo e U9,5Mo pode ser causada pela diferença do tamanho de grão inicial e da EDE como consequência da diferença de concentração de Mo das ligas [75].

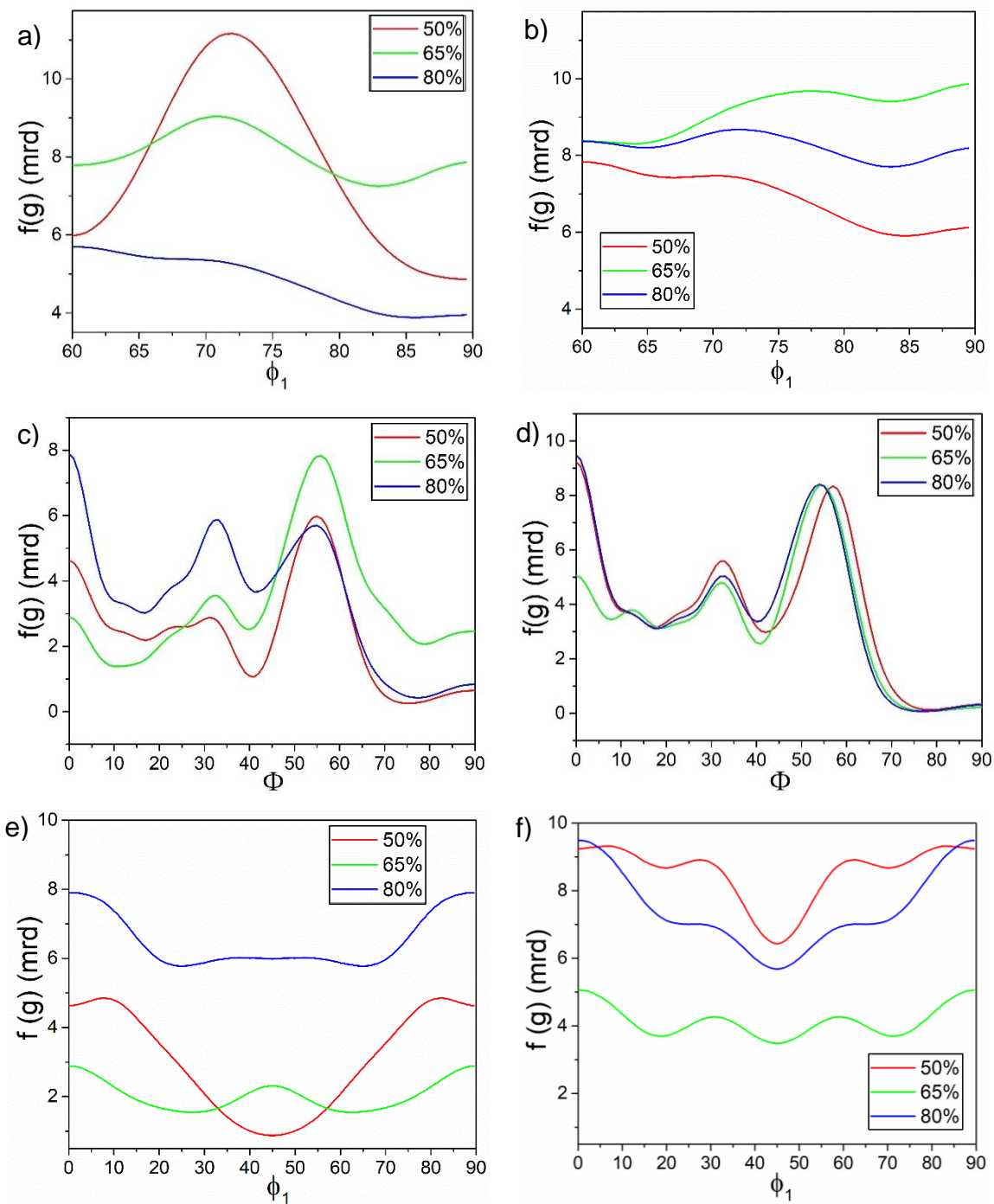
As fibras resultantes  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\theta$  obtidas nas ligas deformadas a 80% resultam em propriedades isotrópicas do material, pois as três fibras geram uma vasta quantidade de orientações ao longo das direções de laminação e transversal. Combustíveis nucleares monolíticos com propriedades isotrópicas são importantes em serem obtidas, pois geram o inchamento e dilatação simétricos. Estas propriedades contribuem para a estabilidade do reator nuclear [53].

Figura 4.15 – FDOC's para a seção de  $\varphi_2 = 45^\circ$  da liga U7,4Mo deformada em 50 (a), 65 (c) e 80% (e) e da liga U9,5Mo deformada em 50 (b), 65 (d) e 80% (f).



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.16 – Intensidade das fibras  $\gamma$  (a),  $\alpha$  (c) e  $\theta$  (e) para a liga U7,4Mo e das fibras  $\gamma$  (b),  $\alpha$  (d) e  $\theta$  (f) para a liga U9,5Mo. O grau de deformação está indicado na legenda.



Fonte: Autor da tese

#### 4.3.1 EBSD das ligas deformadas

As Figuras 4.17 e 4.18 mostram, respectivamente, micrografias de mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade imagem obtidas por EBSD das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas. Vale destacar que foi indexada somente a fase  $\gamma$  e não foi observada a fase  $\alpha$  nessas amostras. As imagens obtidas por EBSD mostraram que houve heterogeneidade da orientação no interior do grão deformado. Esta heterogeneidade aumentou com o aumento da deformação. Foi possível notar também que a liga U7,4Mo possui grãos maiores do que a liga U9,5Mo, quando comparadas com o mesmo estágio de deformação.

Foram observadas linhas perpendiculares à direção de laminação nos mapas de orientação da liga U7,4Mo deformada em 50, 65 e 80%. Tais linhas podem ser Bandas de Lüders, que são formadas em áreas com heterogeneidade de deformação. Essas linhas são paralelas ao eixo do cilindro de laminação [38], [76].

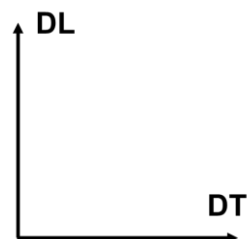
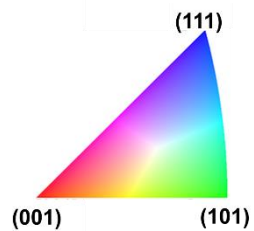
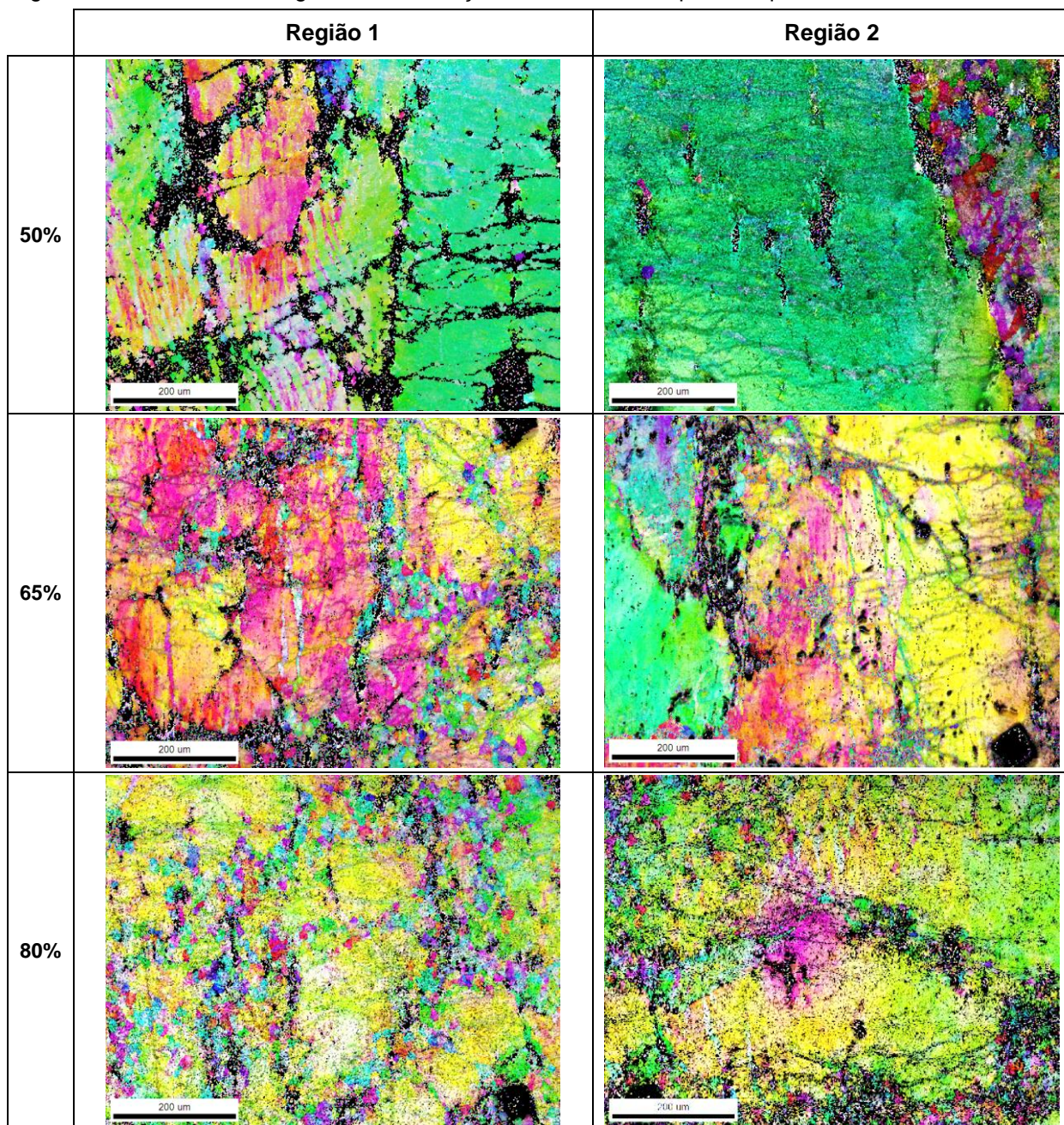
Além do gradiente de orientação observado internamente aos grãos deformados, foi notada a presença de novos grãos nos contornos dos grãos deformados. Esses novos grãos observados possuem tamanho menor que 50  $\mu\text{m}$ . A quantidade desses grãos aumentou com a deformação para ambas as ligas.

Nos contornos dos grãos das amostras deformadas, principalmente nas amostras da liga U7,4Mo, são notadas regiões não indexadas. Lemma e colaboradores observaram regiões não indexadas em ligas U10Mo laminadas e recozidas e atribuíram à decomposição da fase  $\gamma$  [58]. No entanto, neste trabalho, a maior possibilidade de não ocorrer a indexação dessas regiões seja pela preparação de amostras, já que os resultados de difratometria de raios X (Figura 4.12) não mostraram evidências da formação das fases  $\alpha$  e  $\gamma'$  (U<sub>2</sub>Mo).

Ao deformar o metal, os grãos mudam a sua forma e a área de seu contorno aumenta consideravelmente. Esta nova área do contorno de grão é formada a partir da incorporação de algumas discordâncias que são continuamente geradas durante o processo de deformação [13].



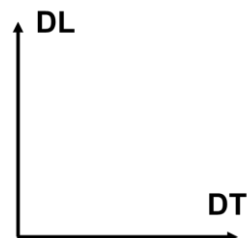
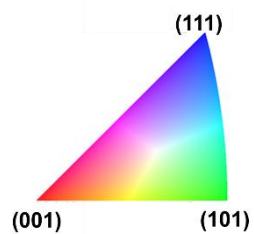
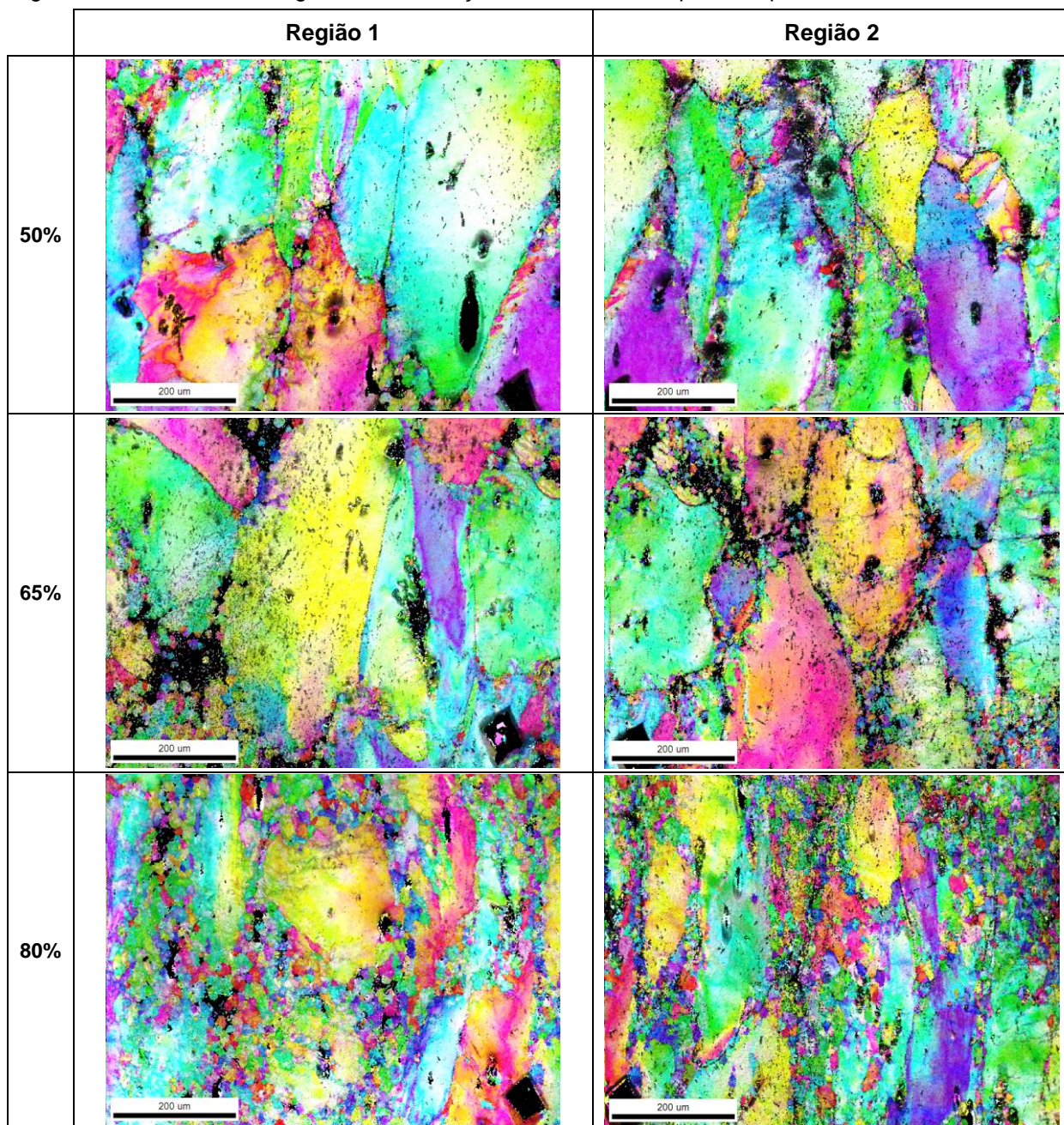
Figura 4.17 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da liga U7,4Mo deformada. O grau de deformação está indicado na parte esquerda.



Fonte: Autor da tese.



Figura 4.18 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da liga U9,5Mo deformada. O grau de deformação está indicado na parte esquerda.



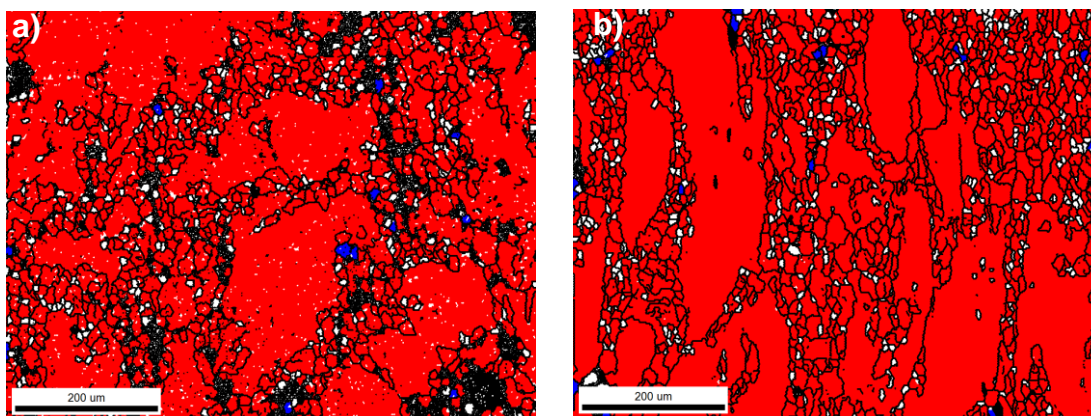
Fonte: Autor da tese.

Os grãos menores que 50  $\mu\text{m}$  podem ser originados da fragmentação dos grãos deformados ou pode ter ocorrido a nucleação de grãos recristalizados durante o processo de aquecimento prévio à laminação. Existe a possibilidade de que esses grãos sejam originados a partir da recristalização dinâmica, tendo em vista que esse fenômeno ocorre na deformação a quente [13], [43].

Conforme mencionado em 2.6, Frazier e colaboradores [14] adotaram que os grãos de origem deformada possuem GAM maior que  $1,5^\circ$ . Seguindo essa convenção, a Figura 4.19 mostra mapas de GAM das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformada em 80%, onde grãos com coloração vermelha e azul possuem desorientação média maior e menor que  $1,5^\circ$ , respectivamente. Como pode ser visto nesta figura, a maioria dos grãos menores que 50  $\mu\text{m}$  possui desorientação média maior que  $1,5^\circ$ , sendo um forte indicativo de que esses grãos foram gerados a partir da fragmentação dos grãos deformados durante a laminação a quente.

Durante a deformação plástica de um material policristalino, a interação entre múltiplos sistemas de deslizamento dificulta a rotação de grãos, ocasionando um aumento de discordâncias, iniciando, assim, a formação de grãos fragmentados [13].

Figura 4.19 – Mapas da desorientação média dos grãos das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) deformada em 80%. Grãos com cor vermelha e azul possuem desorientação média maior e menor que  $1,5^\circ$ , respectivamente.



Fonte: Autor da tese.

Conforme observado anteriormente nos mapas de orientação, os grãos fragmentados são menores que 50  $\mu\text{m}$  e, então, a avaliação da microtextura foi dividida entre grãos maiores e menores que 50  $\mu\text{m}$ . Vale destacar que, para aumentar a estatística da análise, foram somadas, em cada amostra, as regiões 1 e 2 obtidas por EBSD mostradas nas Figuras 4.17 e 4.18. As Figuras 4.20 e 4.21



mostram, respectivamente, a seção  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's obtidas dos mapas de orientação das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas em 50, 65 e 80% divididas em grãos menores e maiores que 50  $\mu\text{m}$ . A Tabela 4.3 mostra as principais orientações observadas nos grãos de origem deformada e fragmentada.

A princípio, as FDOC's para os grãos maiores que 50  $\mu\text{m}$  mostraram grandes intensidades pontuais e uma grande diferença da macrotextura de suas respectivas amostras. Foram observadas nessas FDOC's componentes de Goss e Goss rodado na maioria das amostras.

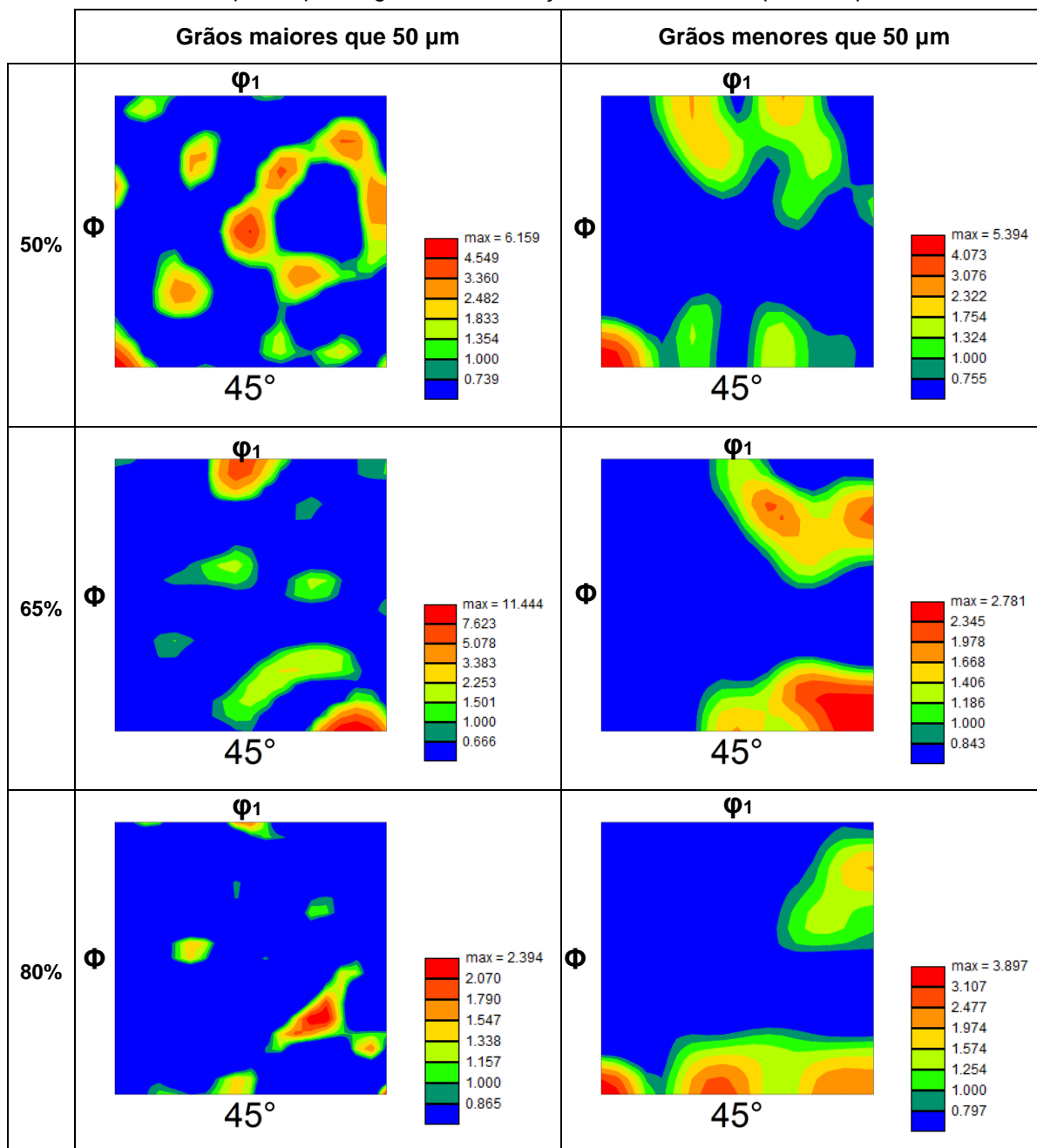
A diferença entre as componentes de macro e microtextura observadas nas FDOC's ocorre devido à não uniformidade da microtextura e, também, às áreas de amostragem relativamente pequenas em varreduras de EBSD em comparação com difração de raios X [77].

Tabela 4.3 – Principais componentes de textura observadas nos grãos deformados e fragmentados das ligas U7,4Mo e U9,5Mo laminadas em 50%, 65% e 80%.

Amostra	Grãos deformados	Grãos fragmentados	Amostra	Grãos deformados	Grãos fragmentados
<b>U7,4Mo laminada a 50%</b>	{112}<111> {113}<251> {115}<231> {223}<174> {225}<110> {332}<463> {114}<261>	{110}<130> Goss rodado	<b>U9,5Mo laminada a 50%</b>	{112}<111> Goss Goss rodado	{113}<332> {331}<453> Próximo de {110}<223> Goss Goss rodado
<b>U7,4Mo laminada a 65%</b>	Cubo Goss {221}<134>	{114}<221> {114}<131> Goss {110}<223>	<b>U9,5Mo laminada a 65%</b>	{112}<111> Goss	Cubo rodado Goss Goss rodado
<b>U7,4Mo laminada a 80%</b>	{332}<023> Goss Cubo {223}<362> {331}<129> {110}<223>	{115}<552> Goss Goss rodado {110}<111>	<b>U9,5Mo laminada a 80%</b>	{112}<111> {110}<332>	{114}<221> {112}<111> {110}<111> {110}<331> Goss

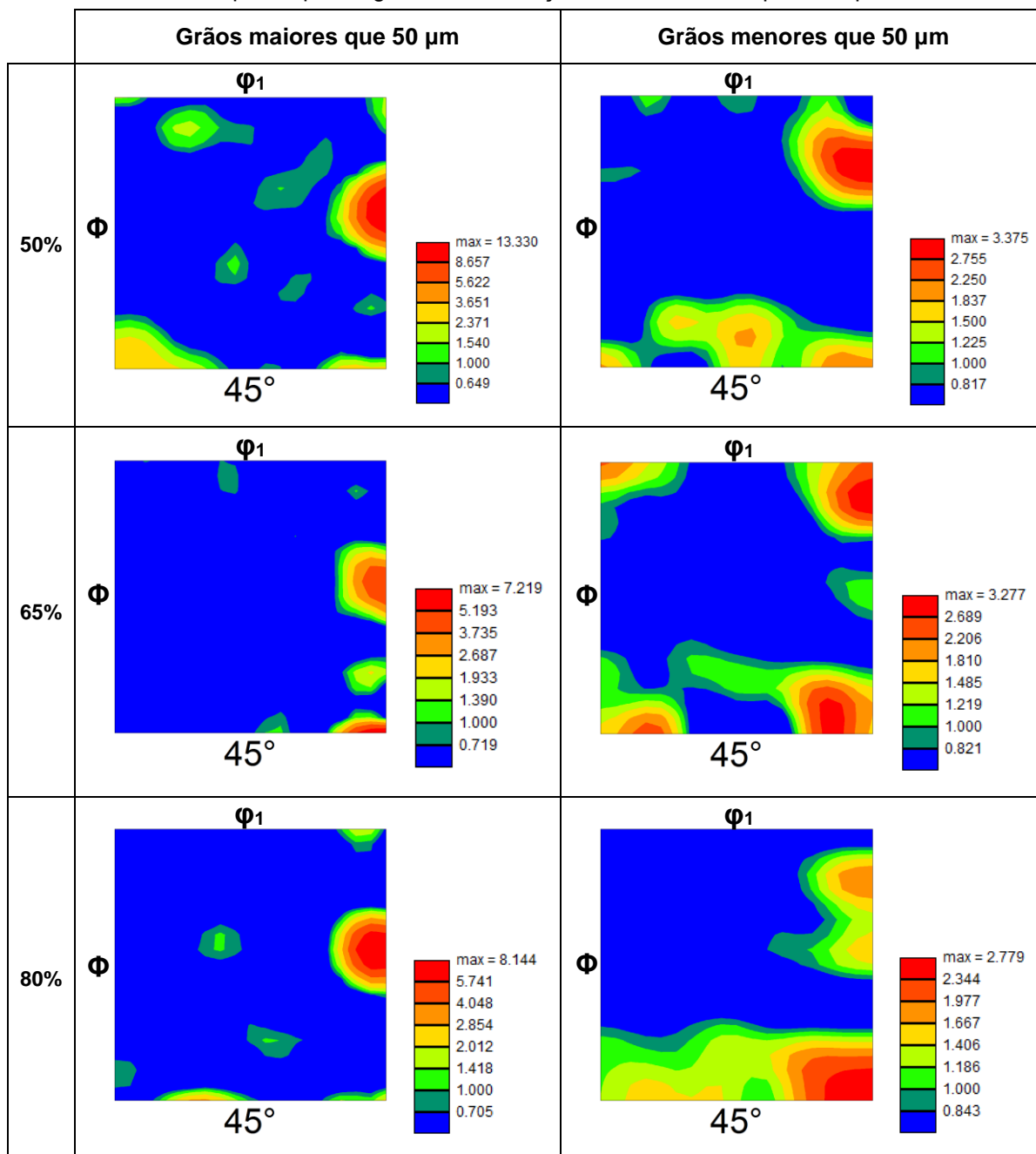
Fonte: Autor da tese.

Figura 4.20 – Seções  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's da liga U7,4Mo deformada dividida entre grãos maiores e menores que  $50\ \mu\text{m}$ . O grau de deformação está indicado na parte esquerda.



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.21 – Seções  $\phi_2 = 45^\circ$  das FDOC's da liga U9,5Mo deformada dividida entre grãos maiores e menores que  $50\ \mu\text{m}$ . O grau de deformação está indicado na parte esquerda.

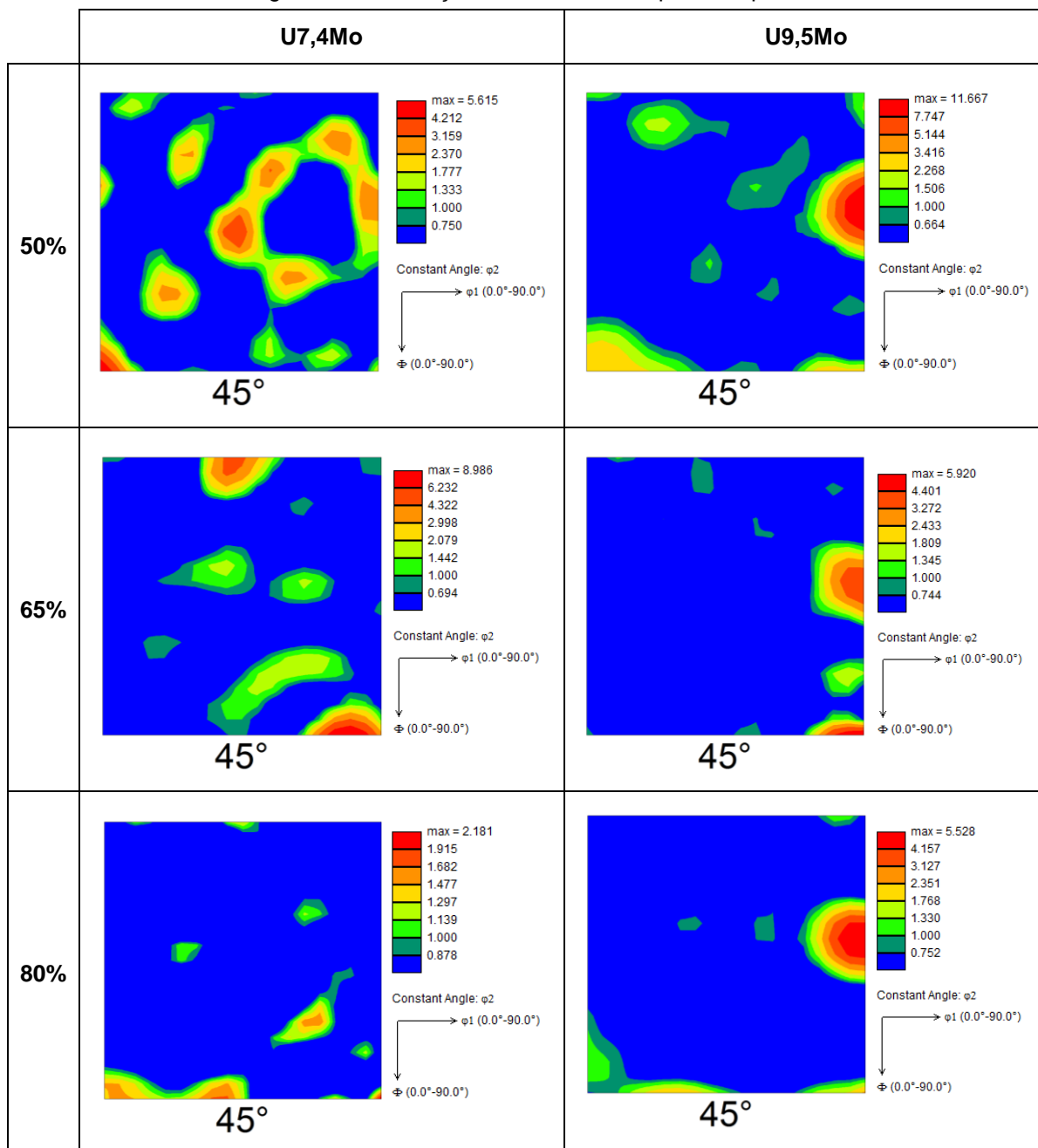


Fonte: Autor da tese.

A Figura 4.22 mostra os resultados de microtextura obtidos da área total dos mapas de orientação das ligas U-Mo deformadas (Figuras 4.17 e 4.18). Foi possível notar que as orientações cristalográficas são predominantemente provenientes das componentes de textura obtidas dos grãos maiores que  $50\ \mu\text{m}$ . As FDOC construídas por resultados de microtextura foram obtidas a partir da soma de todas as orientações indexadas nos mapas de orientação e, como grande parte

dos mapas de orientação das ligas U-Mo deformadas é composta por grãos maiores que 50  $\mu\text{m}$ , houve uma grande contribuição dessas regiões no cálculo da FDOC da microtextura total.

Figura 4.22 – Seções  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's dos resultados de microtextura das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas. O grau de deformação está indicado na parte esquerda.



Fonte: Autor da tese.

#### 4.4 Evolução da recristalização

Os resultados por EBSD das ligas U-Mo deformadas e recozidas a 650 °C nos tempos de patamar de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos são mostrados nas Figuras 4.23 - 4.34 na forma de mapas de orientação sobrepostos a mapas de qualidade de imagem.

Assim como nos mapas de orientação das ligas deformadas, foi indexada somente a fase  $\gamma$  e não foi observada a fase  $\alpha$  nas das amostras. De modo geral, o recozimento melhorou a qualidade da imagem analisada em razão da diminuição dos defeitos cristalinos gerados na deformação. No entanto, a preparação metalográfica foi ineficaz em determinadas regiões em razão dos defeitos superficiais gerados no recozimento, como visto com mais clareza nas Figuras 4.25, 4.29 e 4.31. Para corrigir esses defeitos, seria necessário um desbaste maior da superfície, o que aumentaria as chances de analisar uma outra área e de não verificar a evolução da recristalização em uma determinada região. Desse modo, essa preparação não atingiria o objetivo proposto deste trabalho. Embora os defeitos na superfície foram observados com o recozimento, o preparo metalográfico preservou grande parte da área analisada, evitando a perda de informações relevantes ao trabalho.

De modo geral, a nucleação de grãos se iniciou com 1 minuto recozimento em todos os graus de deformação. A nucleação de grãos se originou preferencialmente nos contornos de grãos e em pontos que possuem defeitos internos aos grãos como, por exemplo, Bandas de Lüders e poros. Os grãos fragmentados foram os primeiros a serem consumidos na recristalização, isto foi notado a partir de 5 minutos de recozimento na maioria das amostras. Em todos os tempos de recozimento, foi possível notar que houve o surgimento de novos grãos nucleados em todas as amostras.

À medida que o tempo de recozimento aumenta, foi possível notar o crescimento dos grãos recristalizados. Esses grãos são equiaxiais. A Tabela 4.4 mostra o tamanho médio dos grãos recristalizados em função do tempo de recozimento. Com base nesta tabela, o tamanho médio dos grãos com 40 minutos de recozimento das amostras é em torno de 20-25  $\mu\text{m}$ . Valores próximos foram observados no recozimento da liga U10Mo [78].

Nos mapas de orientação das amostras, foi notado o consumo dos grãos deformados por outros grãos também de origem deformada. Isto foi notado na liga U9,5Mo nas deformações de 50 e 65% (Figuras 4.30 e 4.31). Este fenômeno mostra que também ocorreu, na recristalização dessas amostras, o mecanismo de migração de contornos de grão induzida por deformação, ou seja, os contornos de grãos com menores densidades de discordâncias crescem em direção aos grãos com maiores densidades de discordâncias. Este mecanismo ocorre em menores níveis de deformação e pode operar juntamente com os outros mecanismos de nucleação [43].

Tabela 4.4 – Tamanho médio dos grãos recristalizados das ligas U7,4Mo e U9,5Mo laminadas em 50, 65 e 80% em diversos tempos de recozimento.

Tempo de recozimento (minuto)	Tamanho médio de grão recristalizado ( $\mu\text{m}$ )					
	U7,4Mo			U9,5Mo		
	50%	65%	80%	50%	65%	80%
1	12,97	9,76	8,74	13,18	9,56	8,42
5	18,86	14,20	13,71	14,09	13,23	11,25
10	19,09	15,81	14,81	17,37	17,68	12,75
20	21,68	19,69	24,19	17,69	17,70	24,05
40	24,22	22,25	25,39	23,67	20,40	24,15

Fonte: Autor da tese.

A nucleação ocorre em locais que possuem maior quantidade de discordâncias, ou seja, locais que possuem uma grande energia armazenada oriunda da deformação. Estes locais podem ser também originados de fatores microestruturais preexistentes, tais como partículas de segunda fase e contornos de grão [43].

As amostras deformadas a 50% demonstraram uma condição mínima de deformação para ocorrer a recristalização. Porém, para aumentar o volume recristalizado, o tempo ou a temperatura de recozimento deve ser aumentado [13], [43].

As amostras apresentaram recristalização heterogênea, ou seja, regiões da microestrutura recristalizaram prioritariamente. A ocorrência desta heterogeneidade pode ser atribuída à variação da densidade de defeitos cristalinos gerados na deformação por laminação a quente e, também, à orientação dos grãos de origem deformada.

A deformação em três estágios possibilitou observar a dependência de taxas de recristalização em função do grau de deformação. A Tabela 4.5 mostra a fração recristalizada obtida nas amostras deformadas e recozidas nos tempos de 10 e 20 minutos. A partir dessa tabela, foi possível notar que quanto maior o grau de deformação, maior a área recristalizada. Nessa tabela, também foi possível observar a dependência da área recristalizada em função do tempo de recozimento.

As ligas que foram deformadas em 80% apresentaram um grande aumento da área recristalizada entre os patamares de 10 e 20 minutos. A liga U9,5Mo deformada a 80% apresentou 97,5% de fração recristalizada, enquanto que a liga U7,4Mo, neste mesmo estágio de deformação, atingiu 84,93% com 40 minutos de recozimento. Além das diferenças atribuídas à composição de Mo, os grãos de origem deformada da liga U7,4Mo são maiores do que a liga U9,5Mo. Quanto maior o tamanho de grão original, maior o tempo para que a recristalização se complete [43].

Os fenômenos que envolveram as taxas de nucleação e recristalização podem ser explicados a partir da energia armazenada durante a deformação. A cinética da recristalização é dependente da energia armazenada durante a deformação [43].

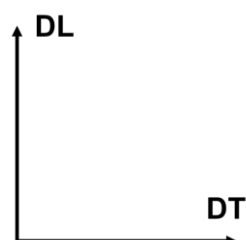
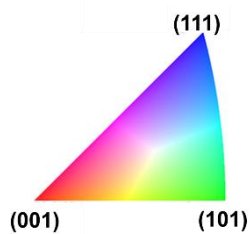
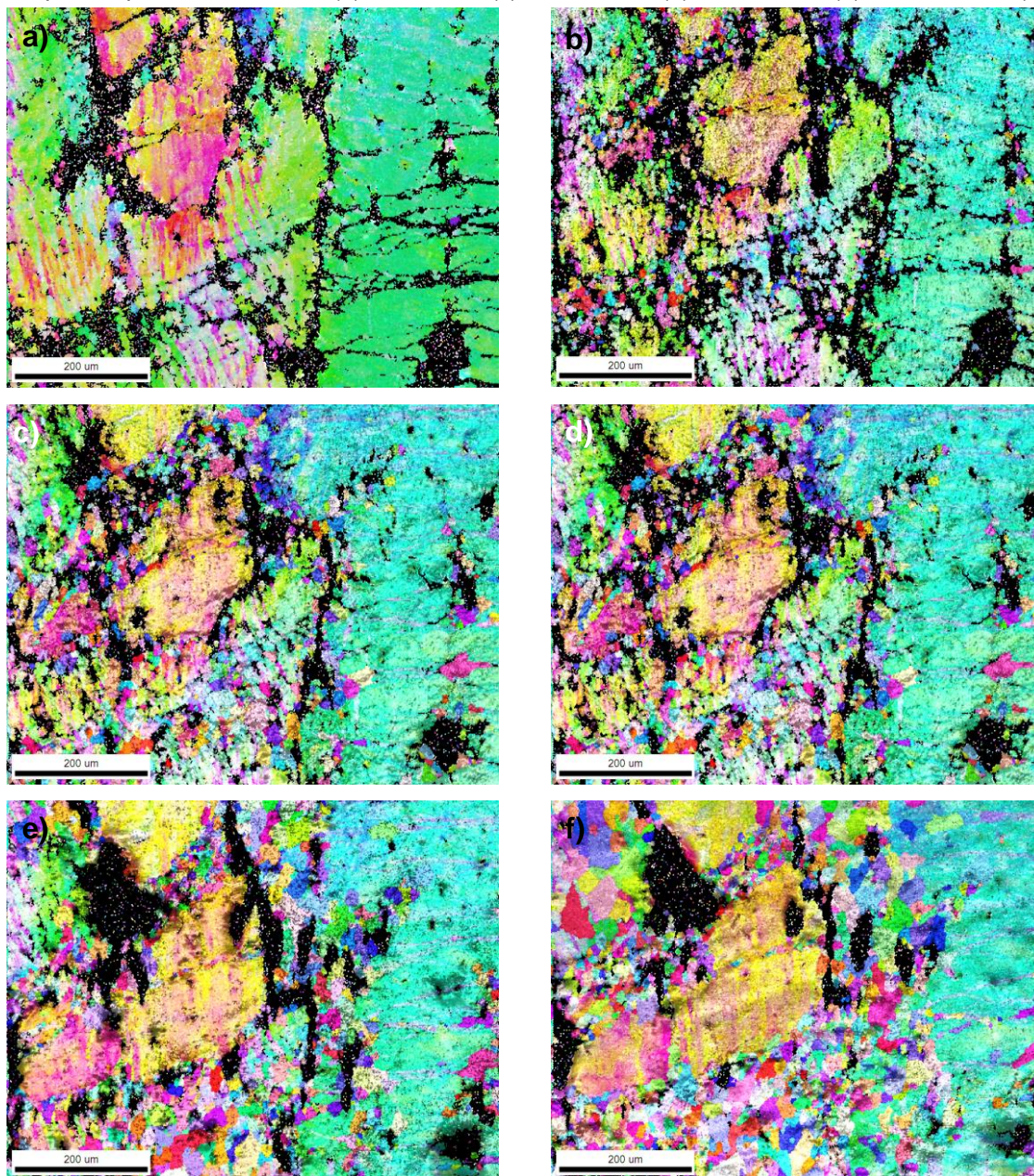
Tabela 4.5 – Fração recristalizada das ligas U7,4Mo e U9,5Mo laminadas em 50, 65 e 80% e recozidas nos tempos de 20 e 40 minutos.

Amostra	Fração recristalizada (%)	
	Recozida a 20 minutos	Recozida a 40 minutos
U7,4Mo laminada a 50%	12,76	30,18
U7,4Mo laminada a 65%	22,51	42,72
U7,4Mo laminada a 80%	76,20	84,93
U9,5Mo laminada a 50%	9,52	10,04
U9,5Mo laminada a 65%	33,27	54,56
U9,5Mo laminada a 80%	94,30	97,50

Fonte: Autor da tese.



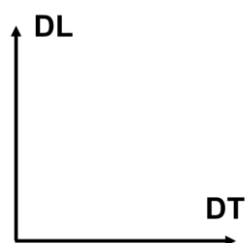
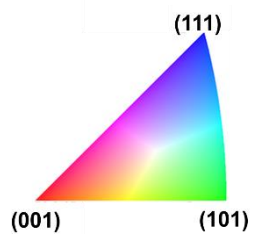
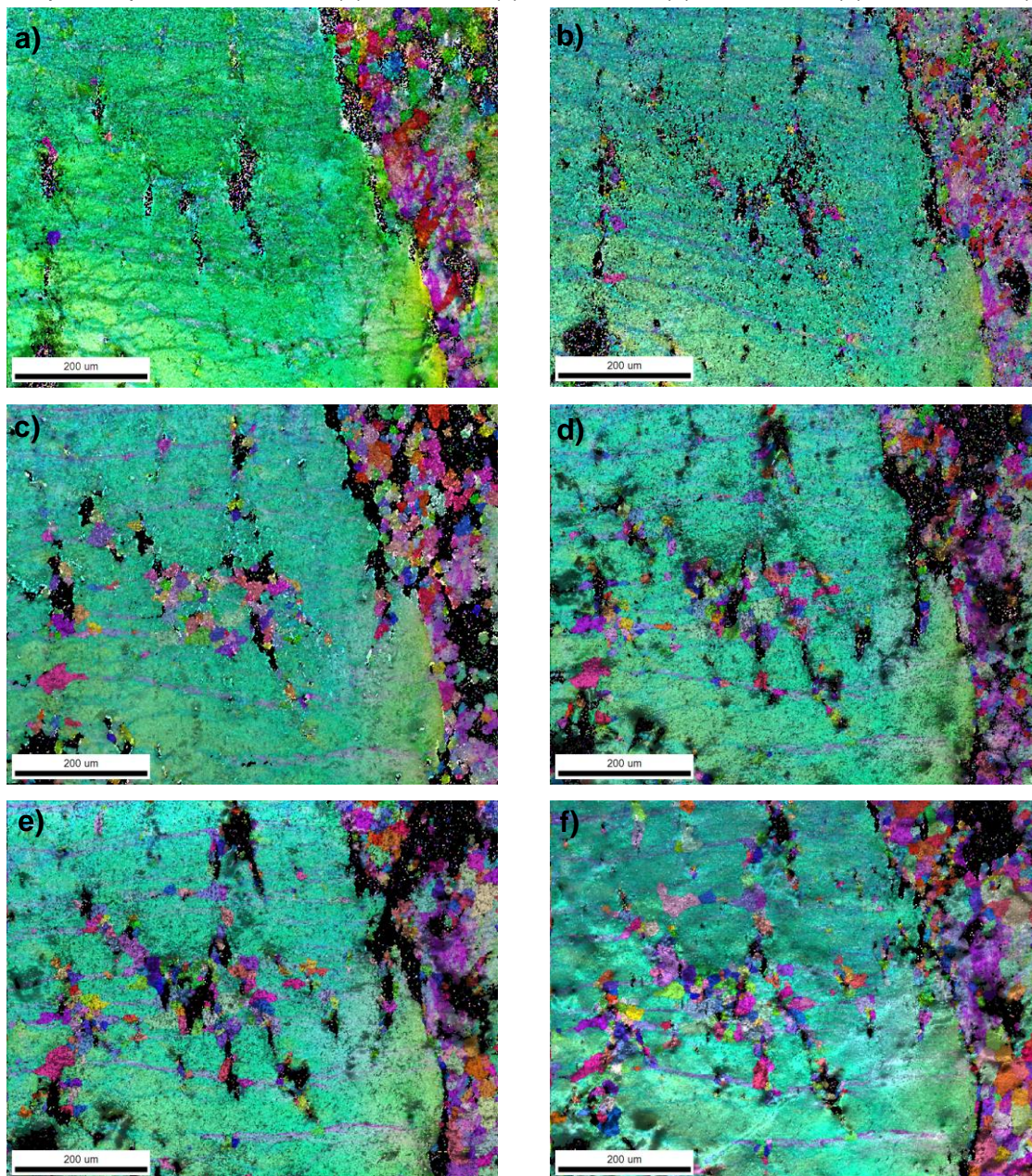
Figura 4.23 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U7,4Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



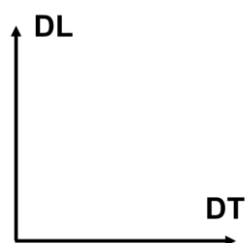
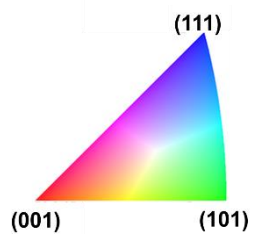
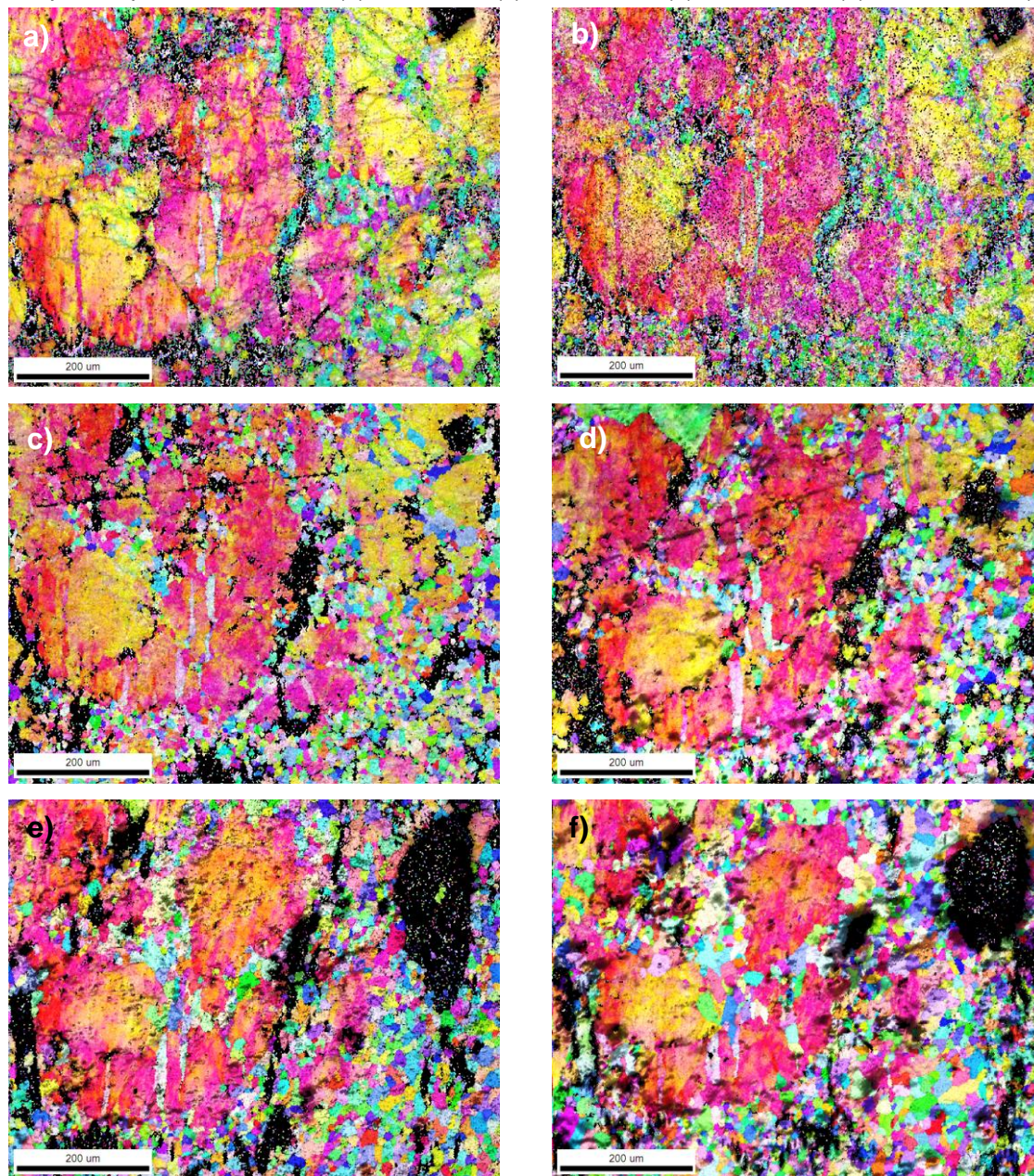
Figura 4.24 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U7,4Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



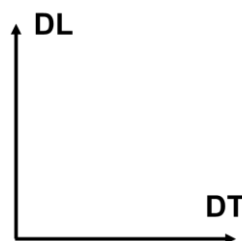
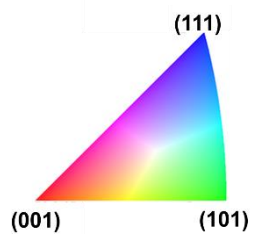
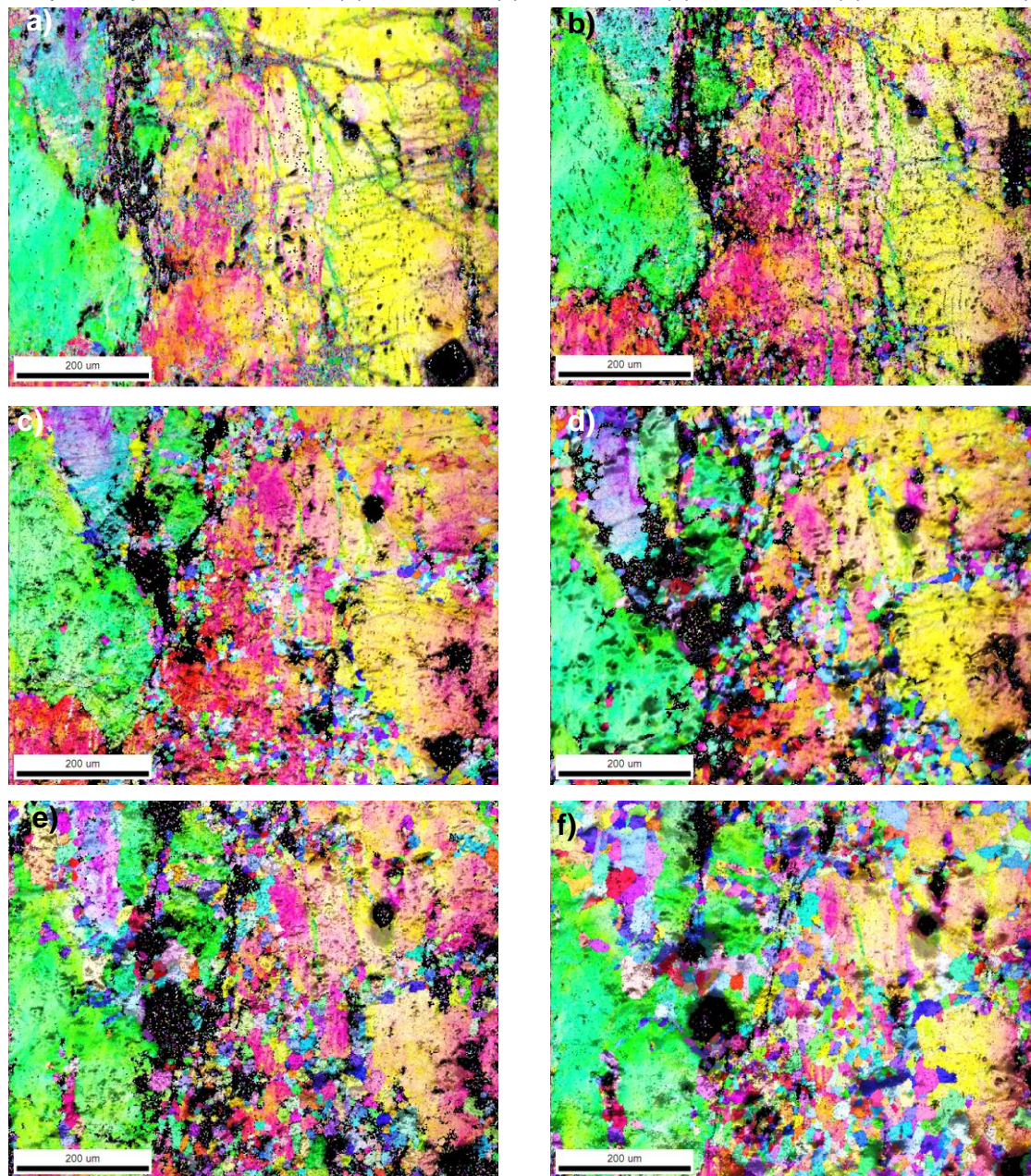
Figura 4.25 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U7,4Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



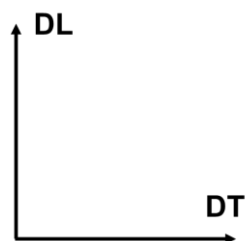
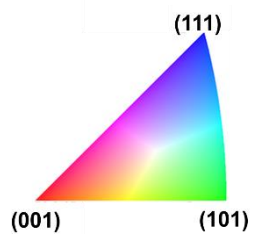
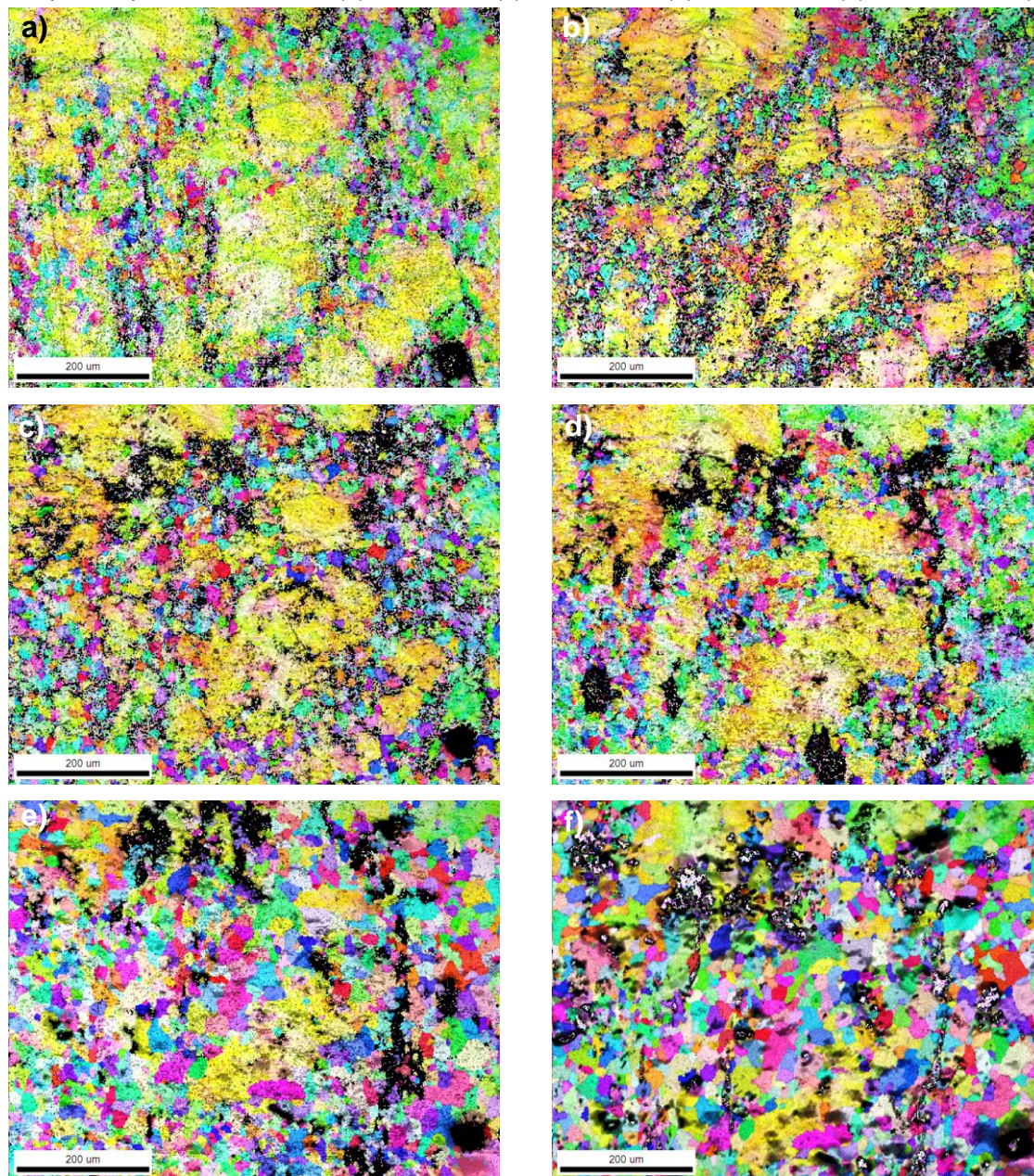
Figura 4.26 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U7,4Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



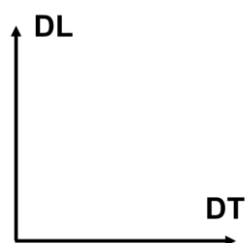
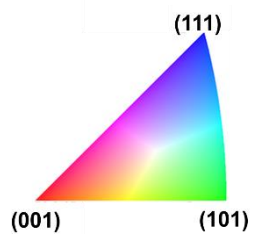
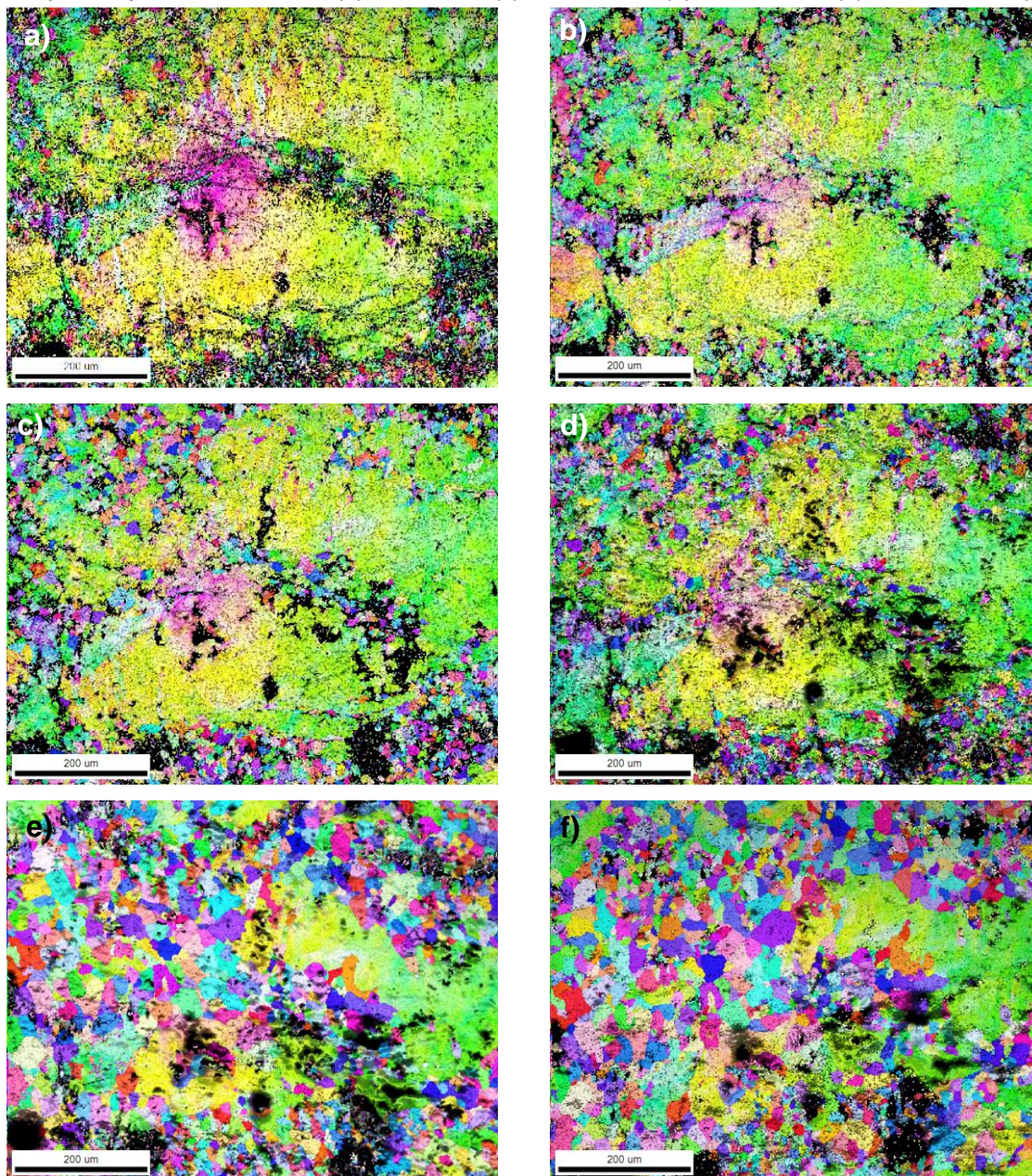
Figura 4.27 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U7,4Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



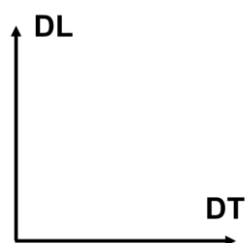
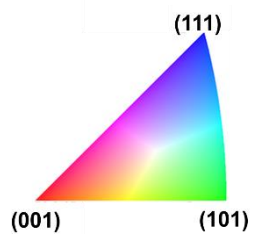
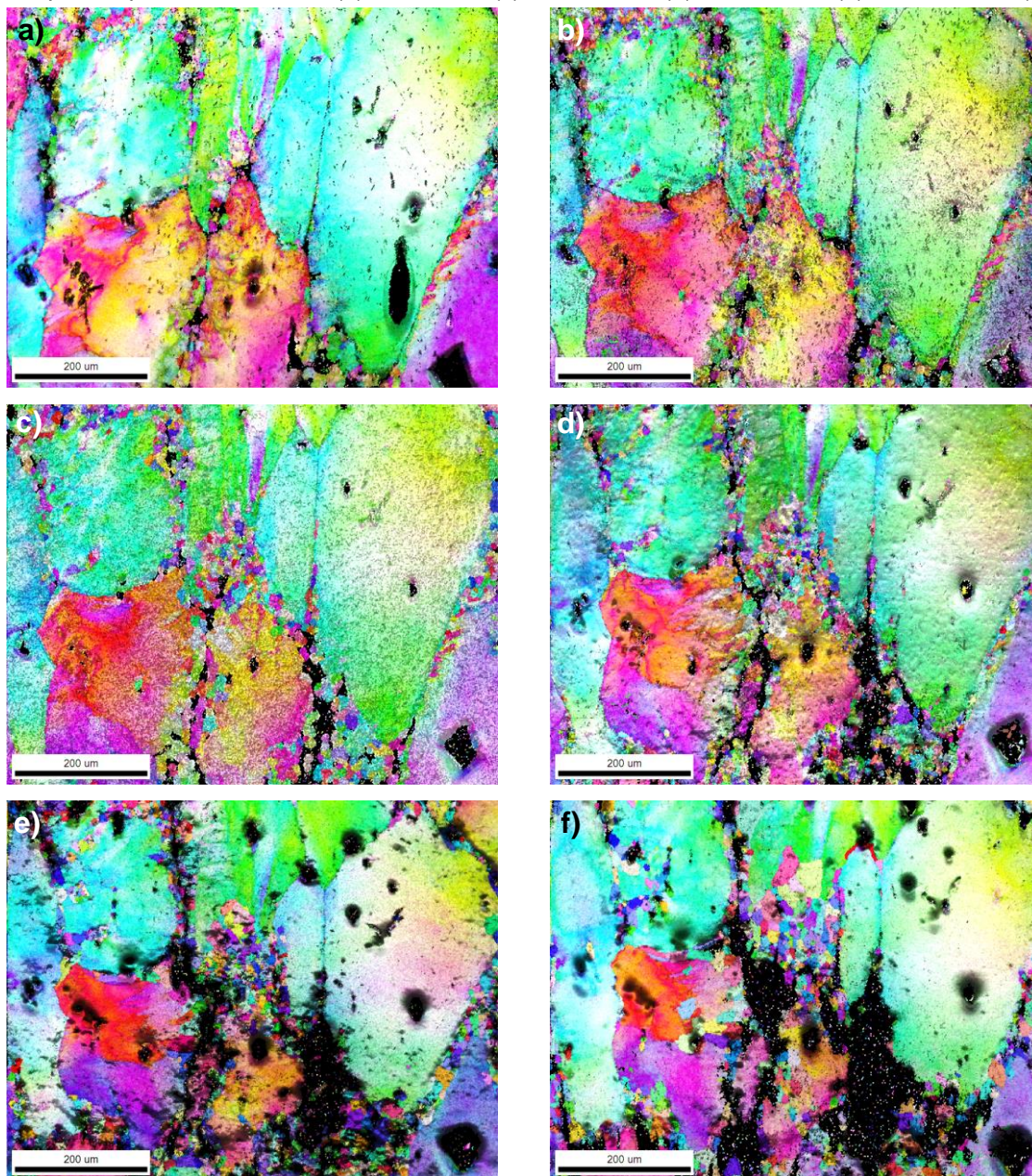
Figura 4.28 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U7,4Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



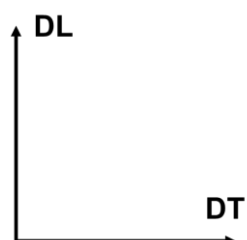
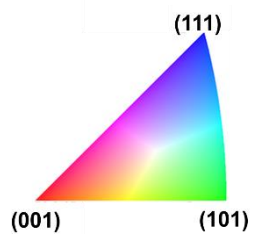
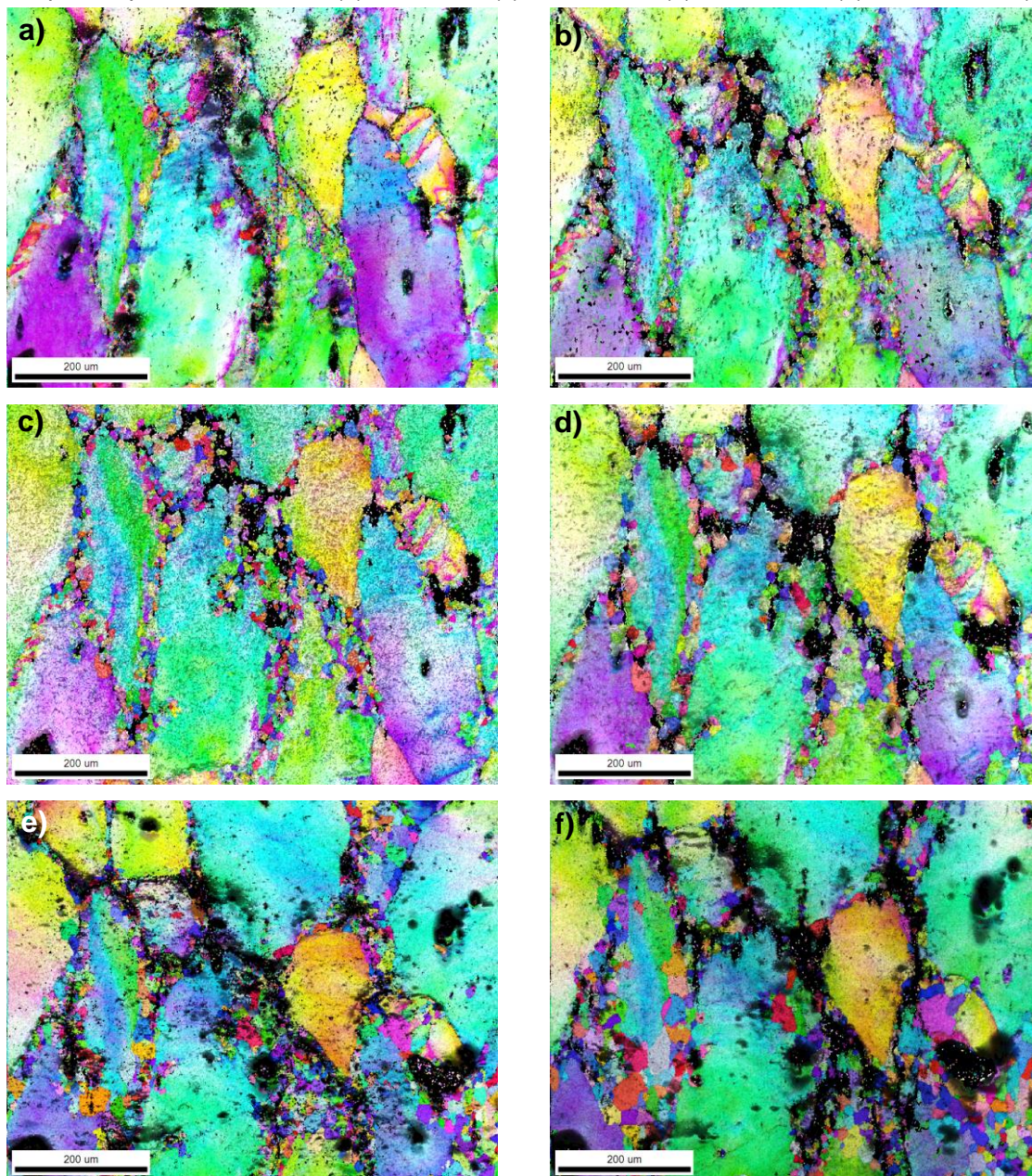
Figura 4.29 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U9,5Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



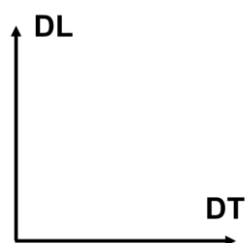
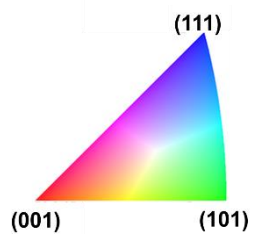
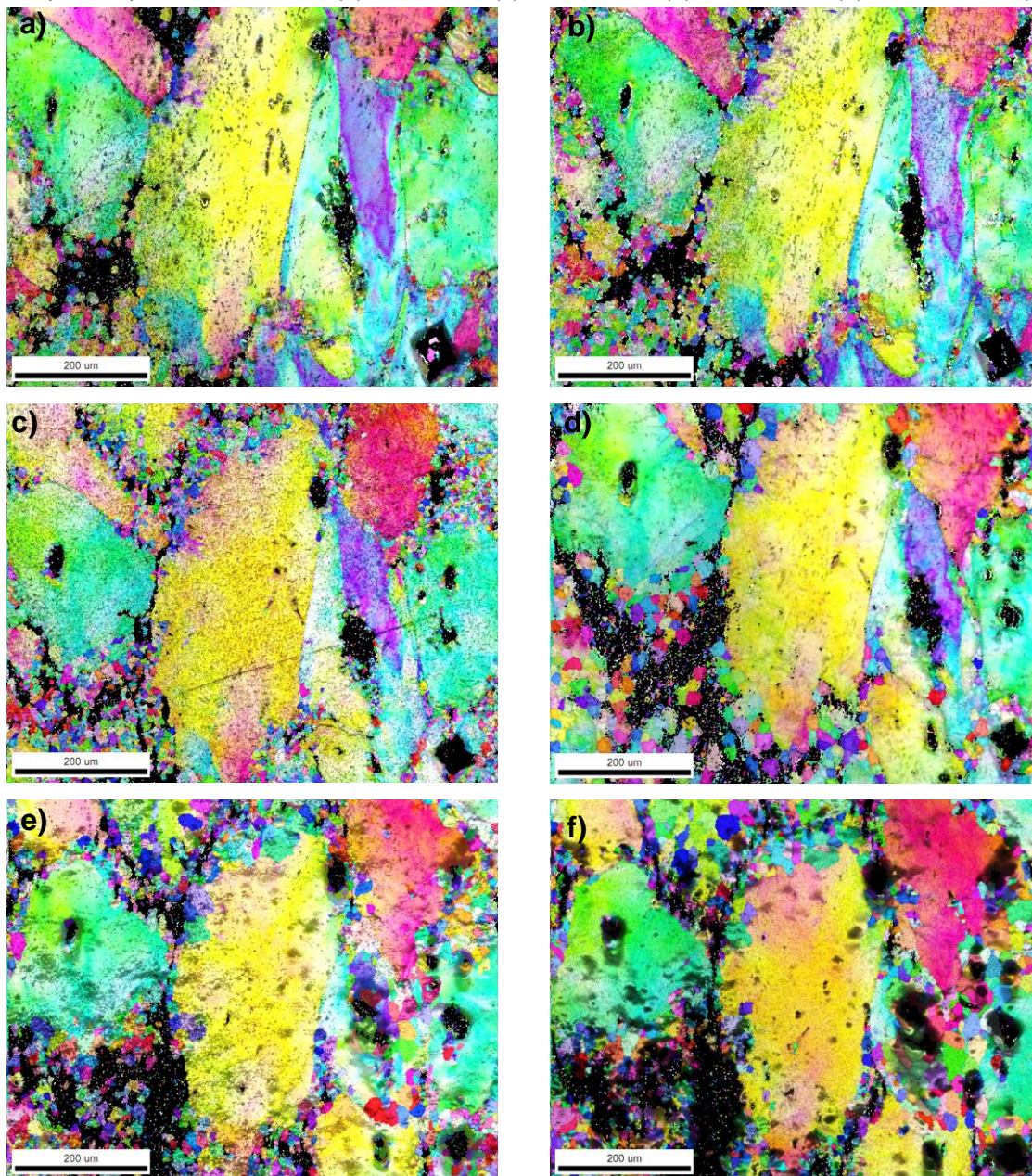
Figura 4.30 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U9,5Mo deformada a 50% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



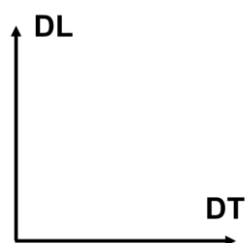
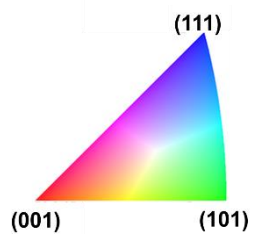
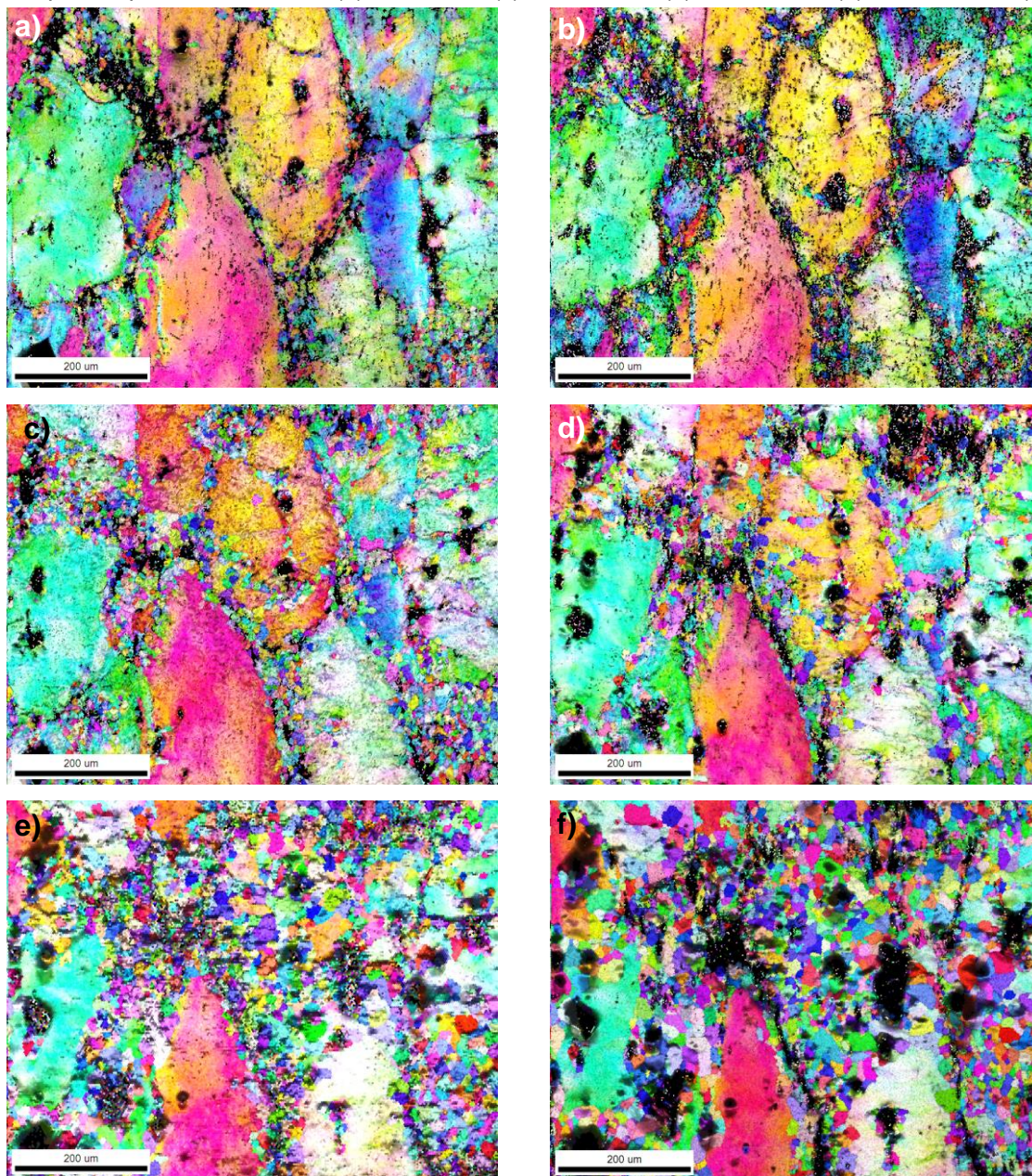
Figura 4.31 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U9,5Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



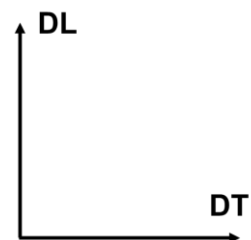
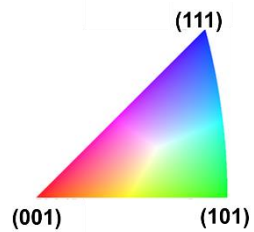
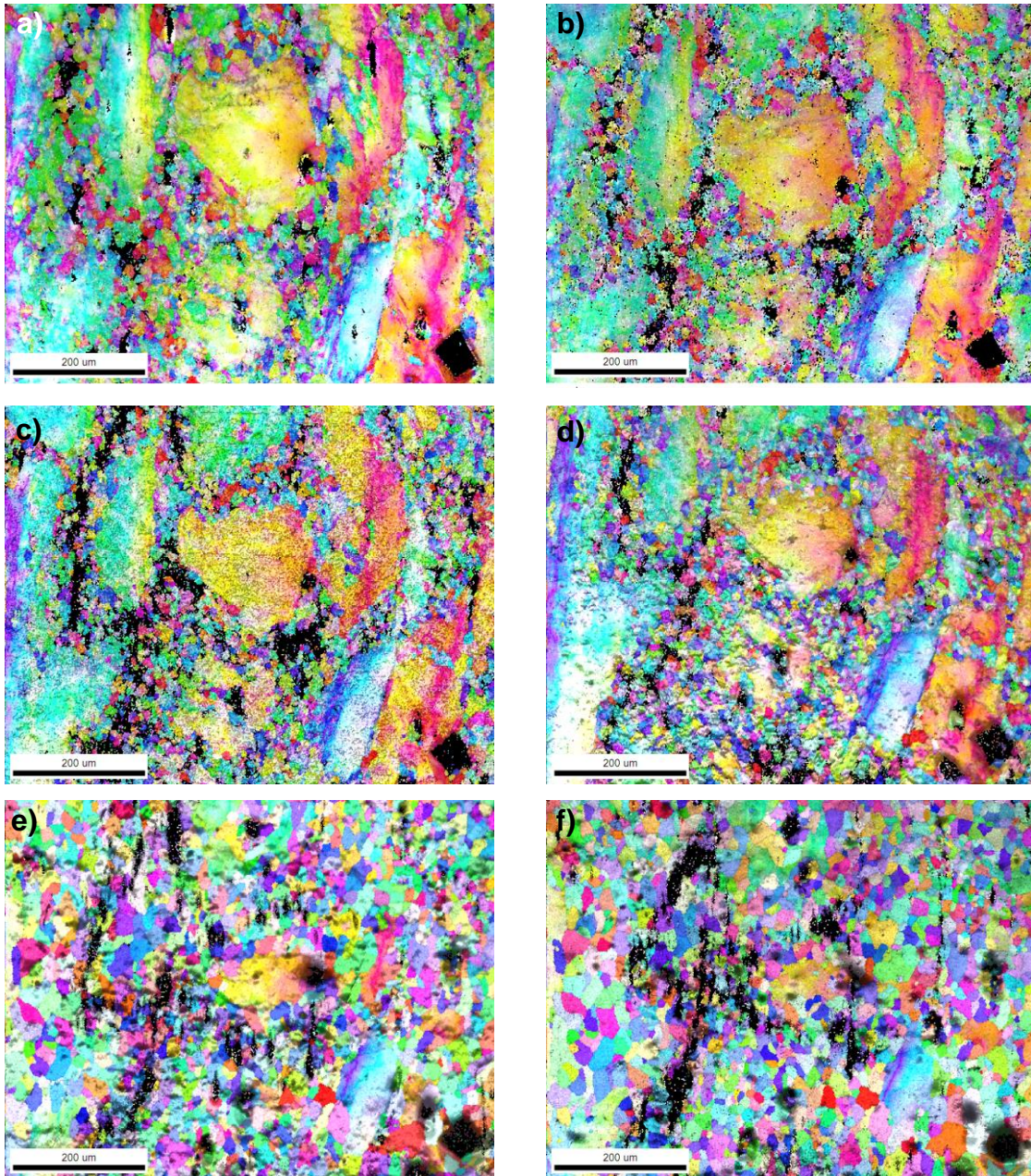
Figura 4.32 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U9,5Mo deformada a 65% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



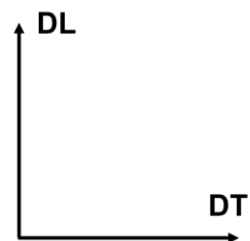
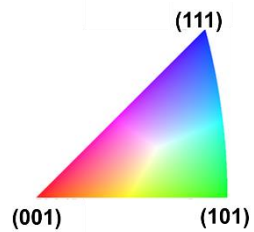
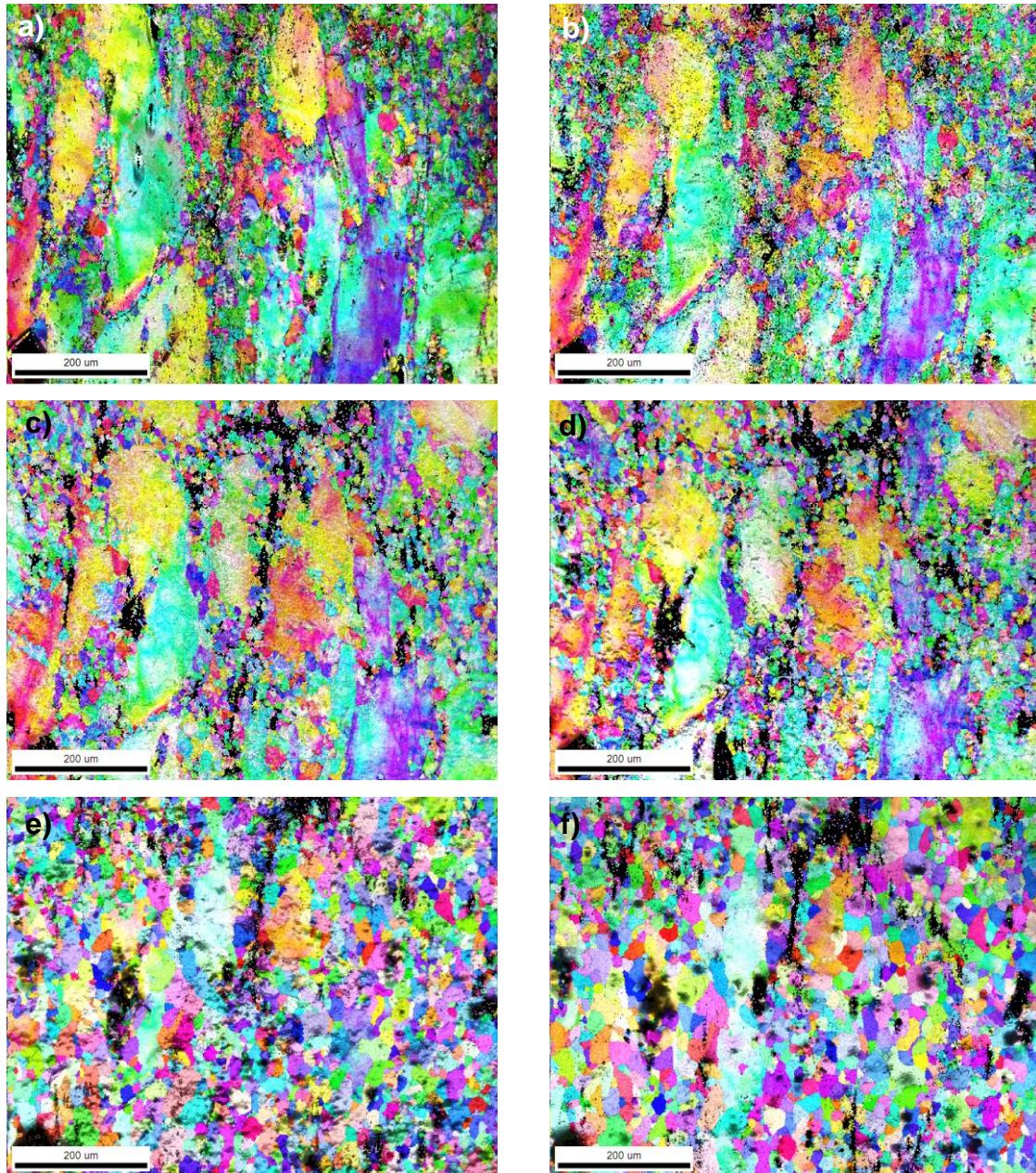
Figura 4.33 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 1 da liga U9,5Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



Figura 4.34 – Mapas de orientação cristalográfica sobrepostos a mapas de qualidade de imagem da região 2 da liga U9,5Mo deformada a 80% (a) e recozida a 650 °C nos seguintes tempos de patamar: 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

As Figuras 4.35 e 4.36 mostram, respectivamente, a seção  $\phi_2 = 45^\circ$  das FDOC's das regiões recristalizadas das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas em 50, 65 e 80% e recozidas a 650 °C por 1, 5, 10, 20 e 40 minutos. Foi observado, nessas figuras, que os grãos recristalizados possuem orientação preferencial e que ocorre a formação da fibra  $\gamma$  com a recristalização nas amostras que sofreram um maior grau de deformação.

Avaliando as FDOC's da região recristalizada das amostras recozidas por 1 minuto, notou-se que possuem componentes de textura próximas dos grãos fragmentados. Para mostrar a região onde se nuclearam os grãos recristalizados, foi apresentada a Figura 4.37. Esta figura mostra, assim como a Figura 4.19, a desorientação média dos grãos (GAM) menor e maior que  $1,5^\circ$  das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas a 80% e recozidas por 1 minuto. Nesta figura foi notada que os grãos recristalizados se formaram na região dos grãos fragmentados. Esse resultado indica que a nucleação inicial seguiu a orientação preferencial dos grãos fragmentados.

A partir de 5 minutos de recozimento, a microtextura se diferenciou das FDOC's dos grãos fragmentados. Como observado nos mapas obtidos por EBSD (Figuras 4.23 - 4.34), os grãos nucleados consumiram a maioria dos grãos fragmentados com 5 minutos de recozimento. Esse resultado mostra que, com o avanço do recozimento, a orientação preferencial dos grãos recristalizados se tornou independente dos grãos fragmentados e também da microtextura obtida dos grãos deformados.

Os resultados de microtextura obtidos nas ligas U-Mo em função do tempo de recozimento sugerem que o mecanismo de textura de recristalização para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo foi o mecanismo de nucleação orientada, pois não foram notadas alterações relevantes da microtextura dos grãos recristalizados após o consumo dos grãos fragmentados.

A Tabela 4.6 mostra as principais componentes de textura observadas nas FDOC's dos grãos recristalizados da liga U7,4Mo em diversas deformações e etapas de recozimento apresentadas na Figura 4.35.

As amostras da liga U7,4Mo deformada em 50 e 65% e recozidas apresentaram somente alguns componentes da fibra  $\gamma$ . A formação da componente de cubo foi observada para amostras recozidas a 40 minutos (laminada a 50%) e a 10 minutos (laminada a 65%).

O recozimento da liga U7,4Mo laminada a 80% apresentou a formação da fibra  $\gamma$  e da componente de cubo a partir de 5 minutos de recozimento. A intensidade desta fibra e da componente de cubo aumentou com o aumento do tempo de recozimento. Nos recozimentos de 20 e 40 minutos, observou-se a intensificação das orientações  $\{111\}\langle 110\rangle$  e  $\{111\}\langle 121\rangle$ . A orientação Goss foi notada em todas etapas de recozimento, porém esta componente se intensificou no patamar de 40 minutos.

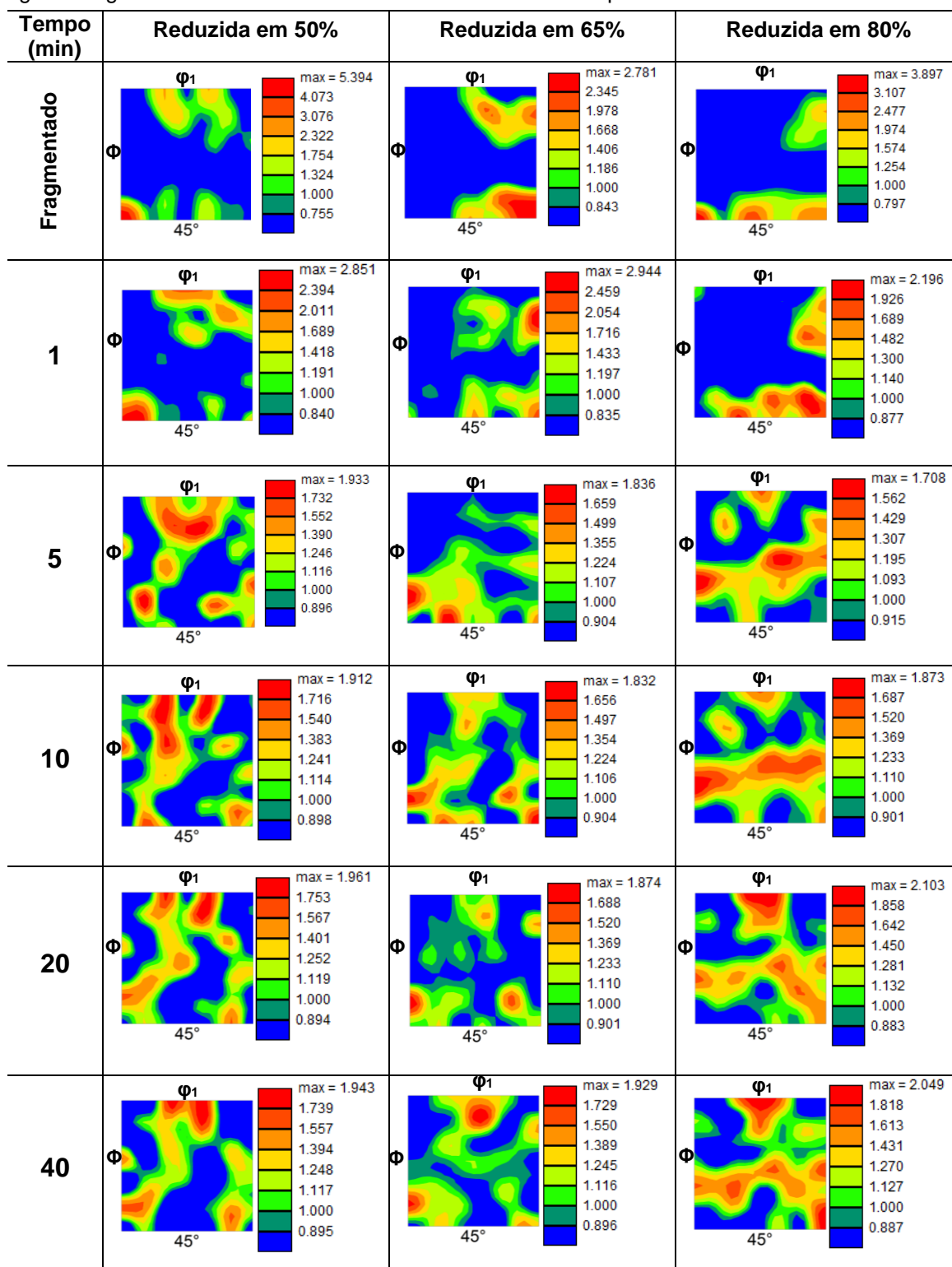
Tabela 4.6 – Principais componentes de textura observadas nos grãos recristalizados em diversos tempos de recozimento da liga U7,4Mo laminada em 50, 65 e 80%.

Deformação	1 min	5 min	10 min	20 min	40 min
50%	{112}<021> {113}<121> {331}<123> Goss Goss rodado	{001}<140> {113}<031> {112}<110> {111}<121> {221}<562> {331}<123> {110}<332>	{001}<140> {112}<110> {112}<131> {112}<132> {111}<121> {331}<013> {110}<331>	{001}<140> {112}<110> {112}<132> {223}<142> {111}<231> {111}<121> {221}<110> {110}<115>	{001}<140> {112}<131> {112}<132> {223}<110> {111}<231> {221}<110> {331}<013>
65%	{113}<332> {113}<031> {331}<013> {110}<223> Goss	{111}<112> {221}<110> {221}<232> Goss {110}<332>	Cubo {113}<031> {111}<231> {111}<132> {221}<110> {221}<012> Goss {110}<332> {110}<223>	{113}<031> {113}<332> {221}<110> {221}<012> {110}<332>	{112}<131> {113}<332> Próxima de cubo {221}<110>
80%	{112}<243> {116}<331> {331}<123> {331}<013> Goss {110}<332>	Cubo {114}<221> {112}<111> {111}<110> {221}<134> Goss {110}<111>	Cubo {113}<361> {111}<110> {111}<123> {110}<111> Goss	Cubo {111}<110> {111}<121> {111}<112> {221}<012> Goss	Cubo {111}<110> {111}<121> Goss

Fonte: Autor da tese.



Figura 4.35 – Seções  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's das regiões recristalizadas das amostras da liga U7,4Mo deformada e recozida nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos. As FDOC's dos grãos fragmentados da amostras deformadas também são apresentadas.



Fonte: Autor da tese.

A Tabela 4.7 mostra as principais componentes de textura observadas nas FDOC's da liga U9,5Mo laminada a quente e recozida (Figura 4.36).



Na liga deformada a 50%, as componentes de textura pertencentes a fibra  $\gamma$  foram observadas a partir de 5 minutos de recozimento, porém esta fibra não se formou para as condições de recozimento processadas nesta amostra.

A formação da fibra  $\gamma$  com o aumento do tempo de recozimento foi observada nas deformações de 65 e 80% para a liga U9,5Mo. O recozimento da liga U9,5Mo laminada a 80% apresentou a formação da fibra  $\gamma$  a partir de 5 minutos de recozimento. Já essa fibra se formou a partir de 10 minutos de recozimento para a liga U9,5Mo deformada a 65%. A intensidade dessa fibra aumentou com o aumento do tempo de recozimento com destaque à intensificação da orientação  $\{111\}\langle 110 \rangle$ .

A componente de cubo rodado foi notada em várias condições de deformação e recozimento na liga U9,5Mo.

Lemma e colaboradores [58] observaram nos resultados de microtextura obtidos da liga U10Mo laminada a quente, recozida e, por fim, laminada a frio; a presença das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . A formação da fibra  $\alpha$  pode ter ocorrido devido ao processamento de laminação a frio após o recozimento.

Apesar da textura dos grãos recristalizados apresentar a fibra  $\gamma$  como nos resultados de macrotextura, os resultados mostram que a formação da fibra  $\gamma$  é independente das componentes de orientação dos grãos deformados e que o grau de deformação tem grande influência na formação dessa fibra.

A partir dessas observações, diferenças de componentes de textura observadas na evolução do recozimento entre as ligas U-Mo foram encontradas. Como, por exemplo, as componentes cubo e Goss para a liga U7,4Mo e cubo rodado para a liga U9,5Mo e também o início da formação da fibra  $\gamma$  que ocorreu em maior grau de deformação para a liga U7,4Mo. Essas diferenças podem ser atribuídas aos fatores que modificam a cinética de recristalização, tais como o tamanho de grão de origem deformada, defeitos como a presença das bandas de Lüders, grau de deformação e também a diferença de constituintes [13].

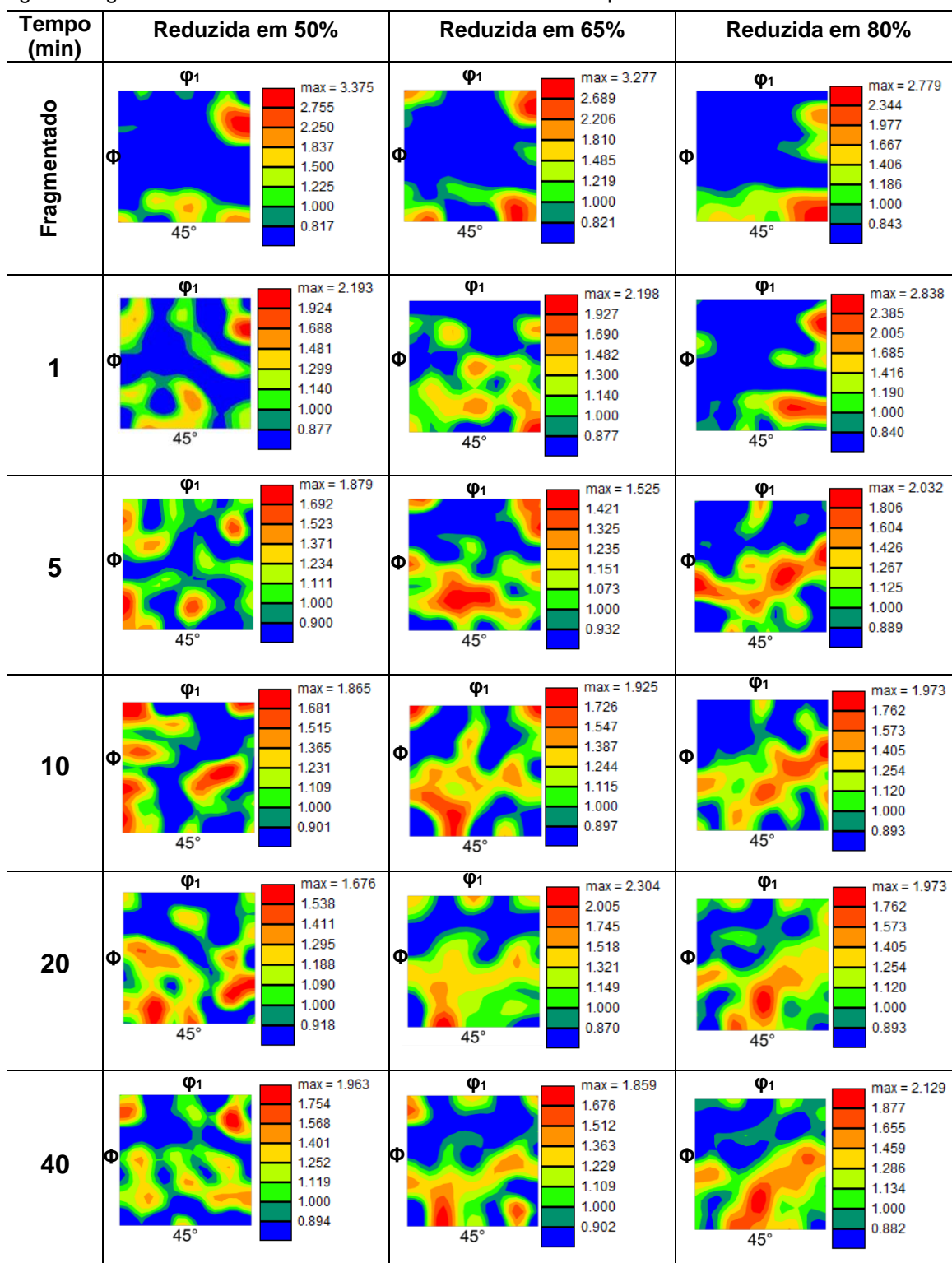
Materiais CCC recristalizados normalmente apresentam fibra  $\gamma$  mais intensa [55], [74], [79]. Deste modo, pode-se concluir que o recozimento das ligas U7,4Mo e U9,5Mo formam textura cristalográfica comum em materiais CCC recristalizados.

Tabela 4.7 – Principais componentes de textura observadas nos grãos recristalizados em diversos tempos de recozimento da liga U9,5Mo laminada em 50, 65 e 80%.

Deformação	1 min	5 min	10 min	20 min	40 min
<b>50%</b>	{113}<332> {113}<110> {223}<122> {221}<110> {221}<122> {110}<221>	{113}<110> {113}<121> {112}<351> {221}<110> {331}<233> {110}<221>	Cubo rodado {115}<161> {112}<110> {111}<110> {331}<110>	Cubo rodado {114}<041> {112}<110> {113}<332> {223}<012> {332}<113> {332}<133> {331}<110> {110}<223> {110}<221>	Próximo de cubo rodado {223}<692> {111}<231> {332}<133> {221}<012> {221}<114> {110}<111>
<b>65%</b>	{113}<141> {113}<332> {223}<032> {223}<122> {332}<023> {221}<122> Goss	Cubo rodado {223}<110> {111}<121> {221}<232> {331}<013>	Cubo rodado {113}<031> {223}<142> {223}<582> {111}<123> {111}<110> {111}<231> {110}<332>	Cubo rodado {111}<110> {111}<121> {110}<221>	Cubo rodado {111}<110> {111}<121> {331}<013> {110}<221>
<b>80%</b>	{114}<221> {223}<334> {112}<110> {223}<154> {221}<012> {110}<111>	Cubo {112}<111> {223}<142> {111}<110> {221}<232> {331}<149> {110}<221>	Cubo {112}<111> {111}<110> {332}<113> {332}<133> {331}<453> {331}<136>	{001}<130> {111}<110> {221}<122> {110}<221>	{001}<130> {223}<122> {111}<110> {110}<332> {221}<122>

Fonte: Autor da tese.

Figura 4.36 – Seções  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's das regiões recristalizadas das amostras da liga U9,5Mo deformada e recozida nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos. As FDOC's dos grãos fragmentados da amostras deformadas também são apresentadas.



Fonte: Autor da tese.

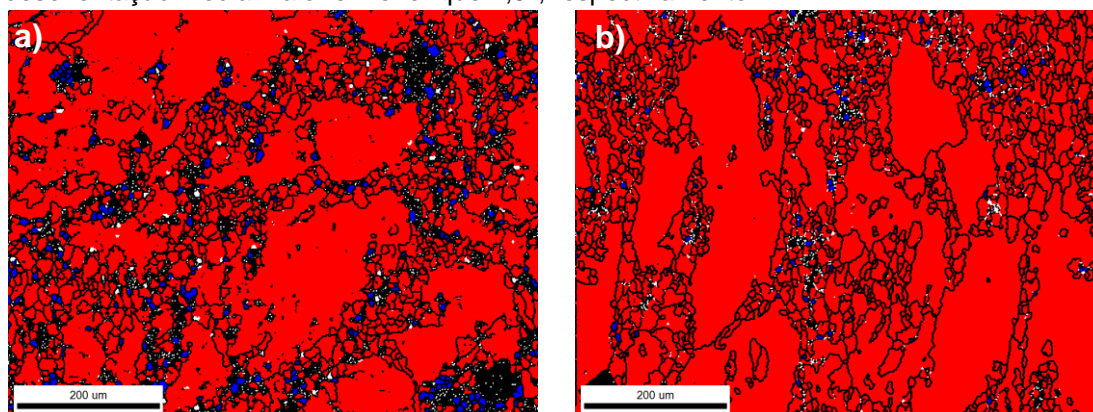
Para comparar o efeito do recozimento na microtextura total das ligas U7,4Mo e U9,5Mo, foram construídas FDOC's da área total dos mapas de

orientação. Esses resultados são mostrados nas Figuras 4.38 e 4.39 para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo, respectivamente. Foi possível notar que, nas primeiras etapas de recozimento, as orientações cristalográficas e suas intensidades são predominantemente provenientes das componentes de textura obtidas dos grãos de origem deformada. Conforme a área recristalizada aumenta em razão do aumento do tempo de recozimento, as componentes de textura observadas nas FDOC's das regiões recristalizadas são formadas.

Nas Figuras 4.38 e 4.39, é observado que a intensidade da textura diminuiu com o tempo de recozimento.

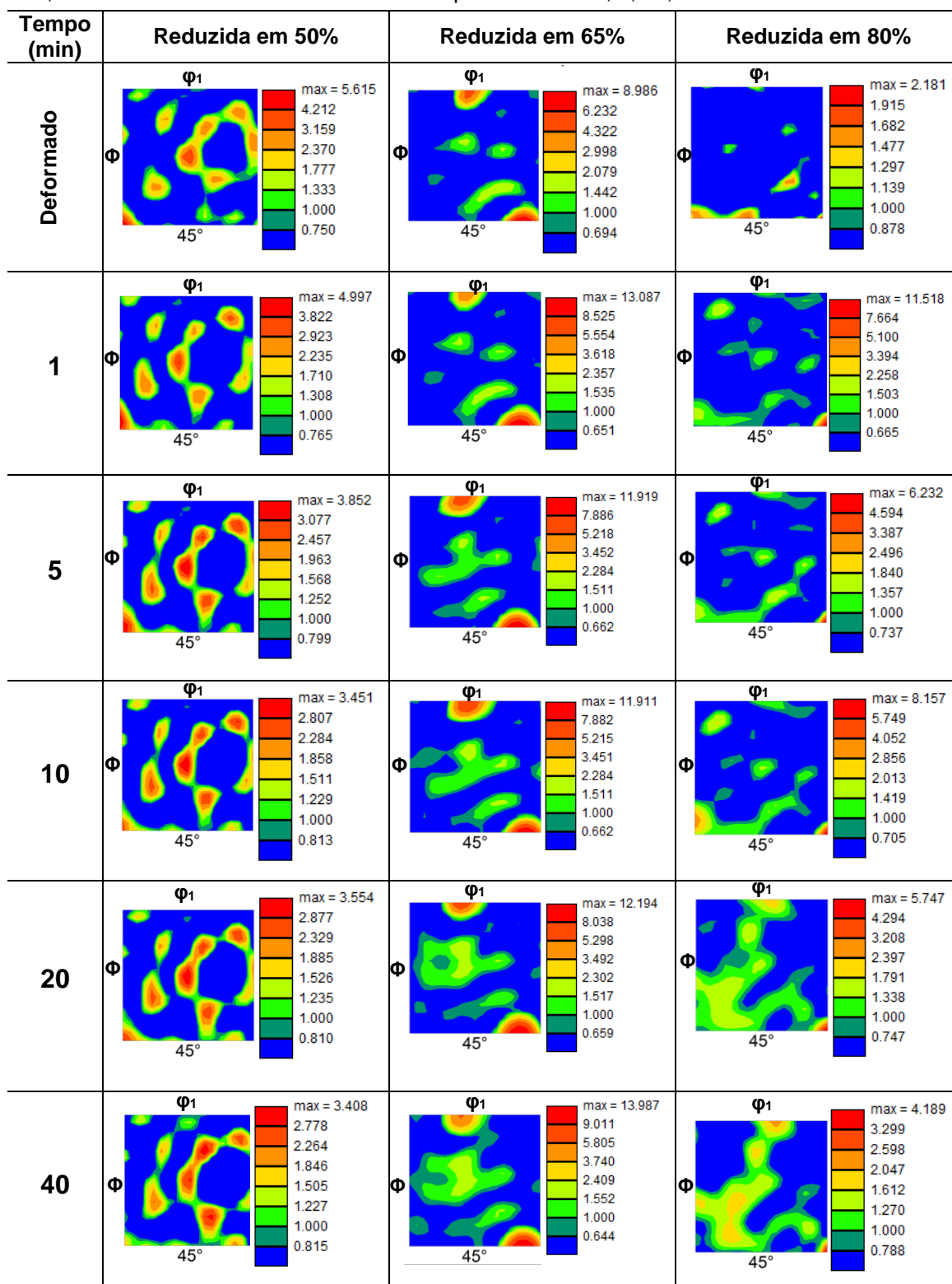
As fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  foram observadas em resultados de macrotextura da liga U10Mo laminada a quente e recozida [56]. A intensidade de macrotextura da liga U10Mo laminada a quente e recozida, obtida no trabalho de Takajo et al. [56], é menor que a intensidade da macrotextura das ligas deformadas deste trabalho (Figura 4.15). Essa comparação pode indicar que, assim como observado nos resultados de microtextura, o recozimento diminui a intensidade da textura.

Figura 4.37 – Mapas da desorientação média dos grãos das ligas U7,4Mo (a) e U9,5Mo (b) deformadas em 80% e recozidas por 1 minuto. Grãos com cor vermelha e azul possuem desorientação média maior e menor que  $1,5^\circ$ , respectivamente.



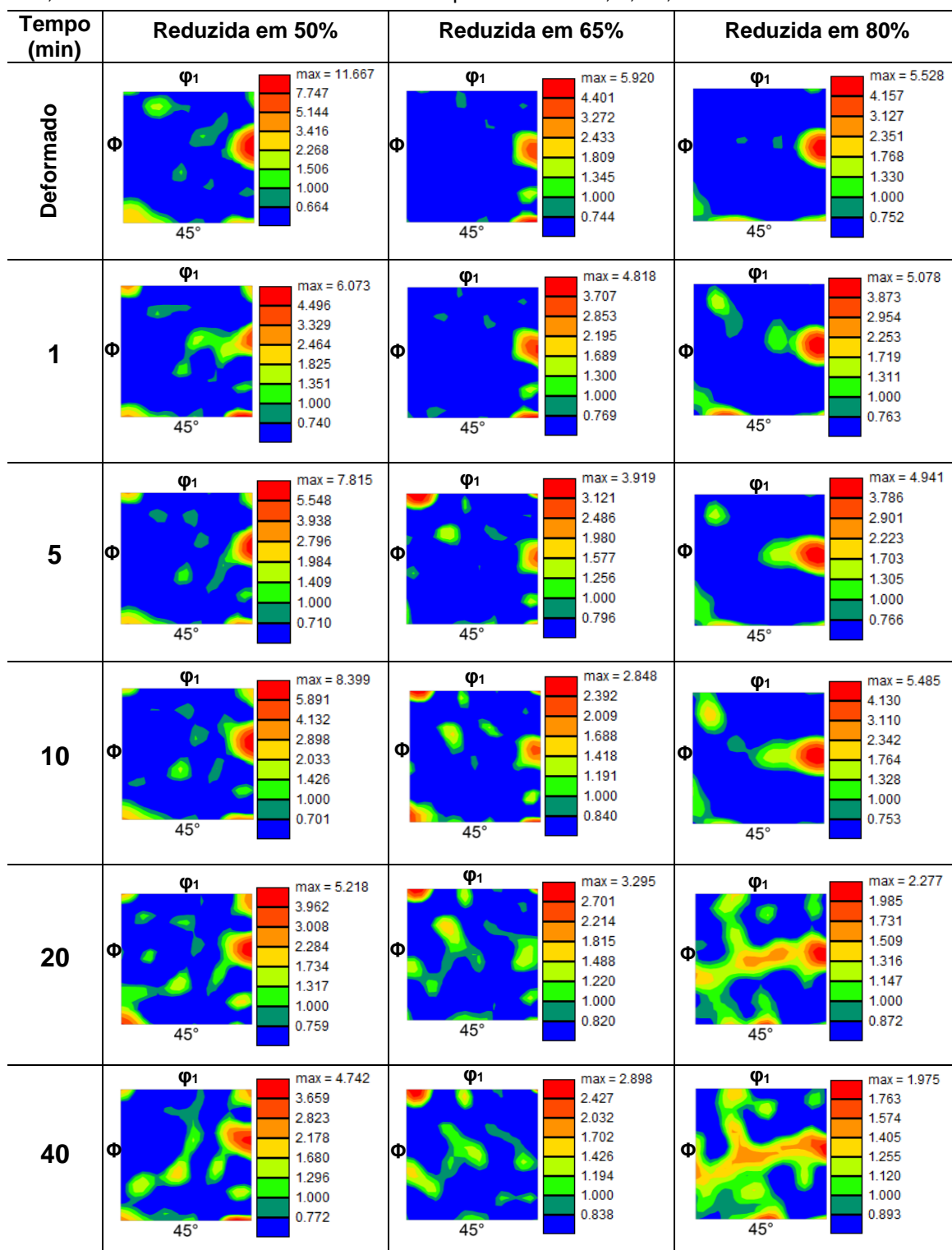
Fonte: Autor da tese.

Figura 4.38 – Seções  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's referentes ao resultado total de microtextura da liga U7,4Mo deformada e recozida a  $650^\circ\text{C}$  nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos.



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.39 – Seções  $\varphi_2 = 45^\circ$  das FDOC's referentes ao resultado total de microtextura da liga U9,5Mo deformada e recozida a  $650^\circ\text{C}$  nos patamares de 1, 5, 10, 20 e 40 minutos.



Fonte: Autor da tese.

#### 4.5 Fator de Taylor

Os mapas de fator de Taylor das ligas U-Mo deformadas e recozidas são mostrados nas Figuras 4.40 - 4.45.

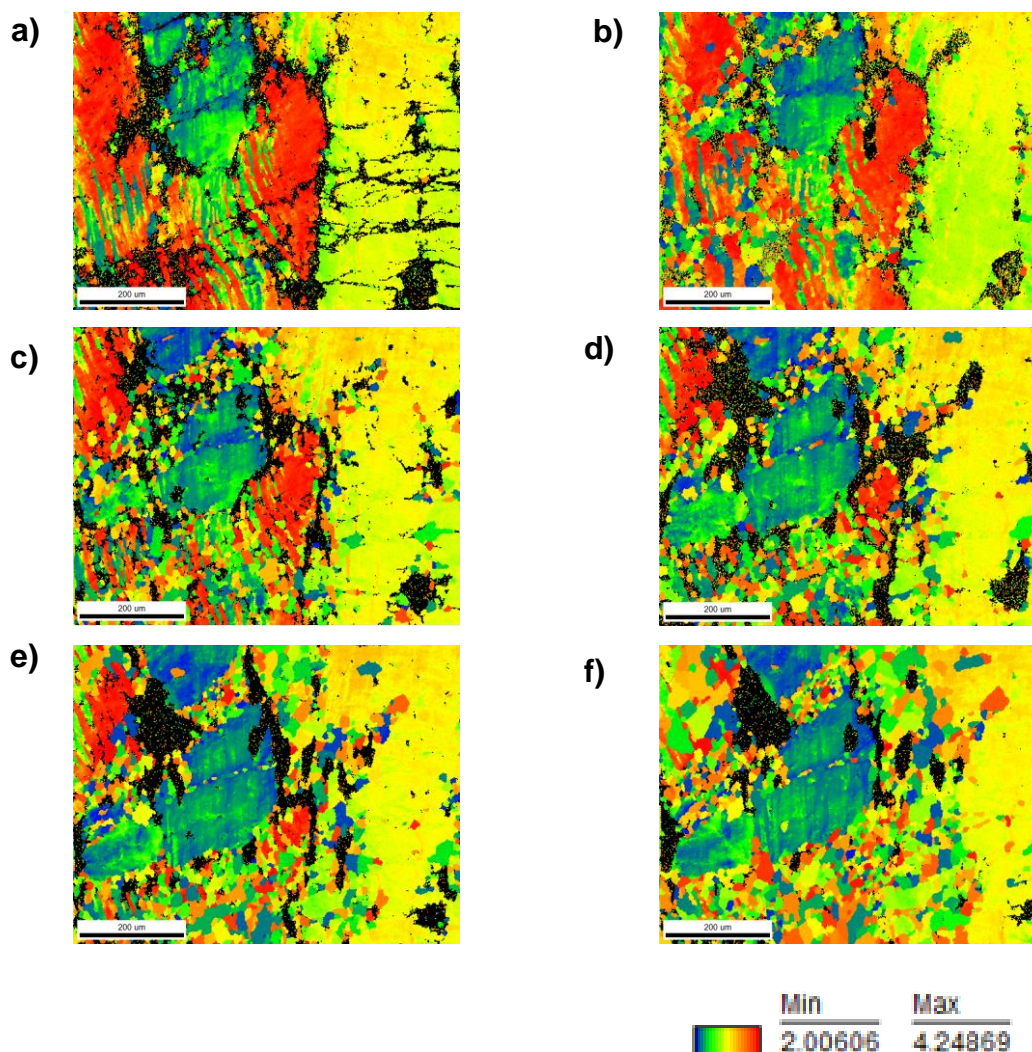
De modo geral, grãos menores de origem deformada apresentaram maior fator de Taylor. Nos grãos fragmentados, e também nos novos grãos de origem recristalizada que se formaram no contorno, o fator de Taylor foi variado.

Com a evolução do processo de recozimento, foi notado que a nucleação ocorre preferencialmente em grãos com maiores valores de fator de Taylor e estes grãos deformados foram transformados em grãos recristalizados com uma velocidade maior do que grãos com menor valor de Taylor. Isto pode ser notado com mais clareza nas Figuras 4.40, 4.41 e 4.44, onde pode ser visto grãos com elevado valor de fator de Taylor (cor vermelha) serem transformados em grãos recristalizados conforme aumenta o tempo de recozimento, enquanto que os grãos com menor valor de fator de Taylor (cor azul), a recristalização dessas regiões não se completa com 40 minutos de recozimento.

Nas amostras que houve o mecanismo de migração de contornos de grão induzida por deformação, os contornos de grão com menor fator de Taylor migraram em direção aos grãos com maior valor de fator de Taylor.



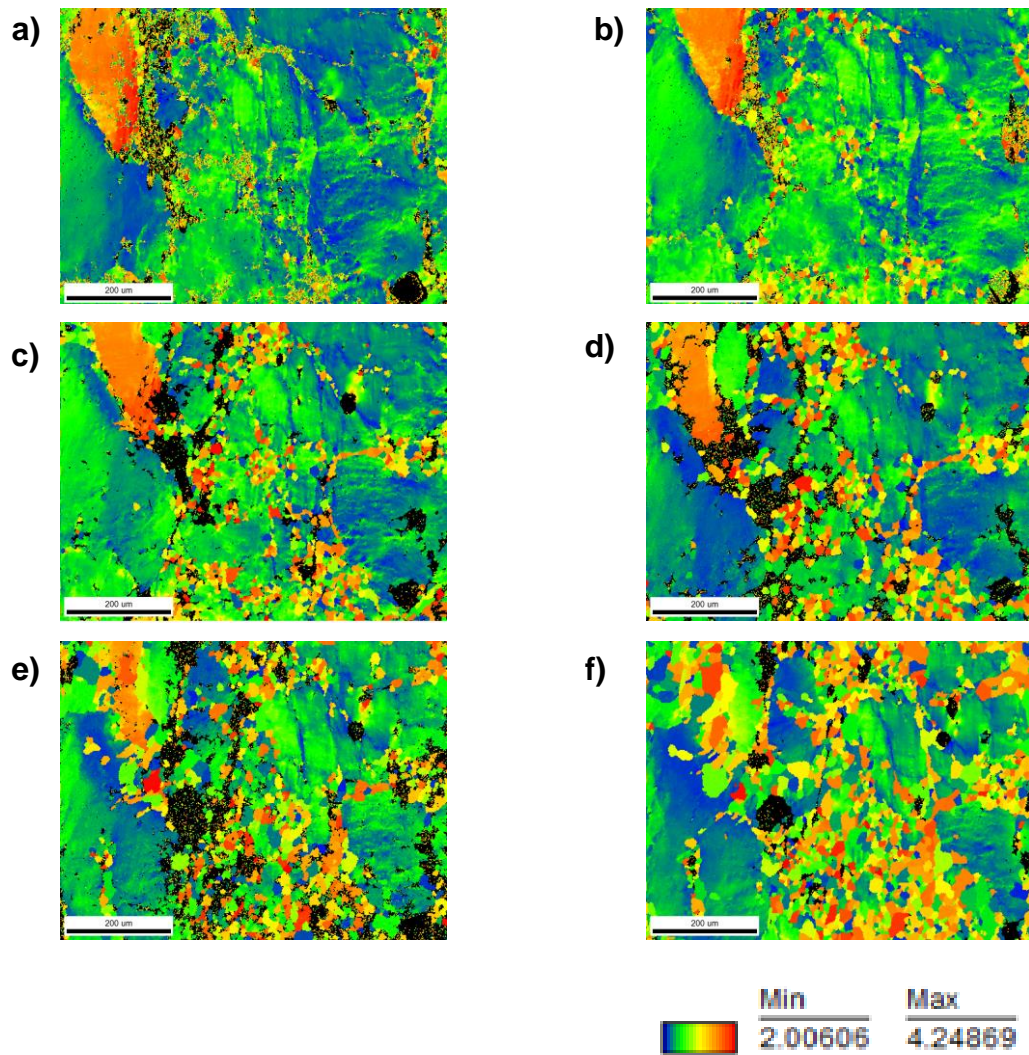
Figura 4.40 – Mapas do fator de Taylor para a liga U7,4Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

Conforme visto em 2.8, o valor de fator de Taylor é proporcional à energia armazenada e também dependente da orientação. Como a nucleação ocorreu com maior frequência nos grãos de maior valor de Taylor, pode-se concluir que a nucleação iniciou preferencialmente em regiões de maior energia armazenada. Esse mecanismo foi observado no recozimento de aços de baixo carbono laminados a frio, onde fibras e foram formadas na textura do material recristalizado [61]. O mecanismo de migração de contornos de grão induzida por deformação também pode ser explicado em termos de energia armazenada, onde a migração ocorre de regiões de menor energia armazenada (menor valor de Taylor) em direção a regiões de maior energia armazenada (maior fator de Taylor).

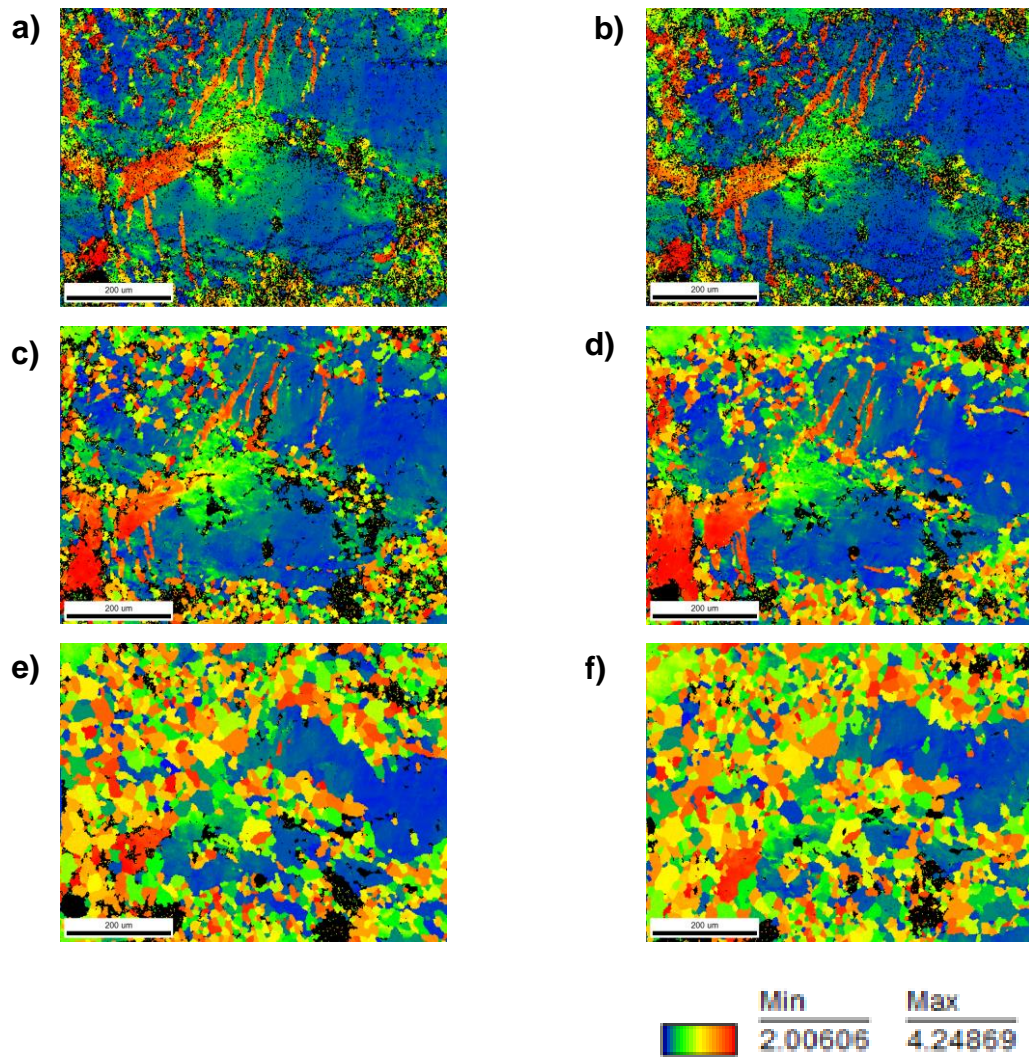
Figura 4.41 – Mapas do fator de Taylor para a liga U7,4Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

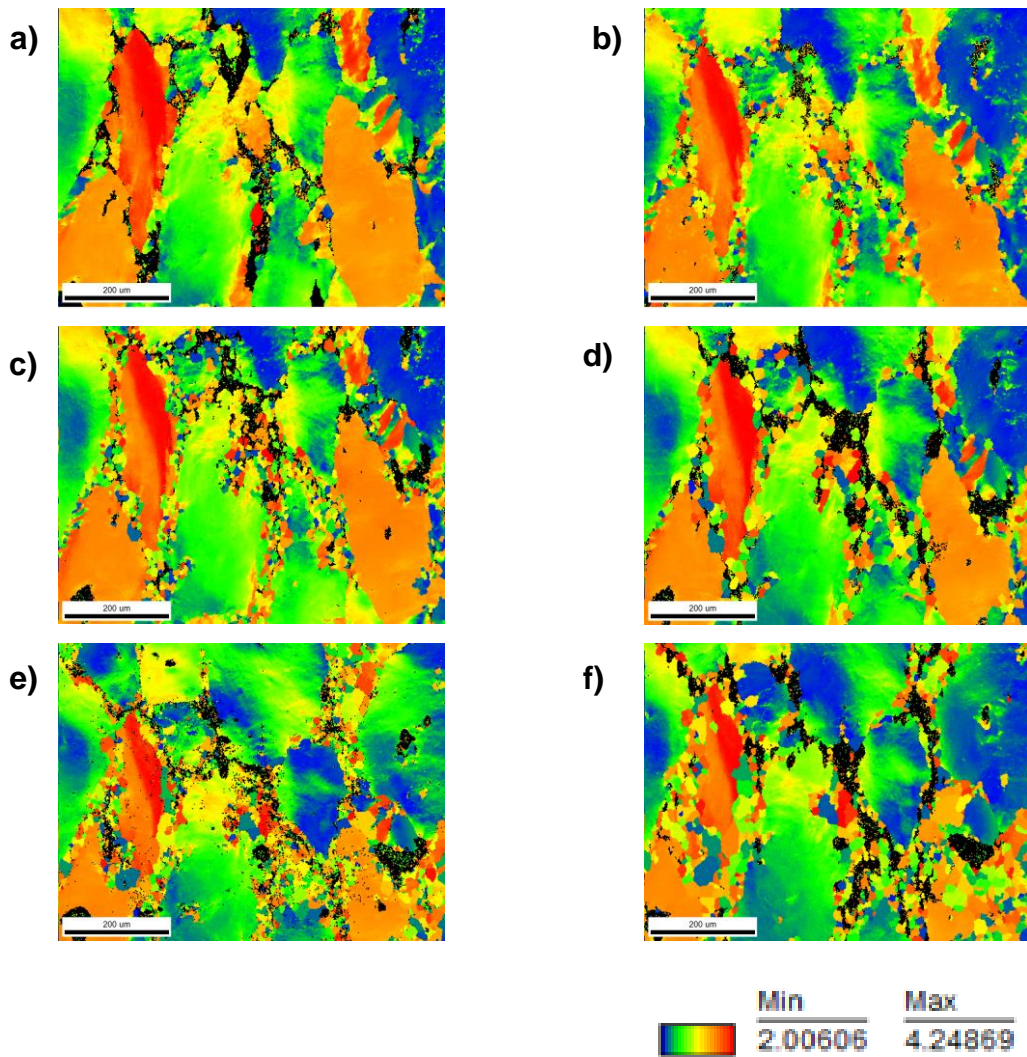


Figura 4.42 – Mapas do fator de Taylor para a liga U7,4Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

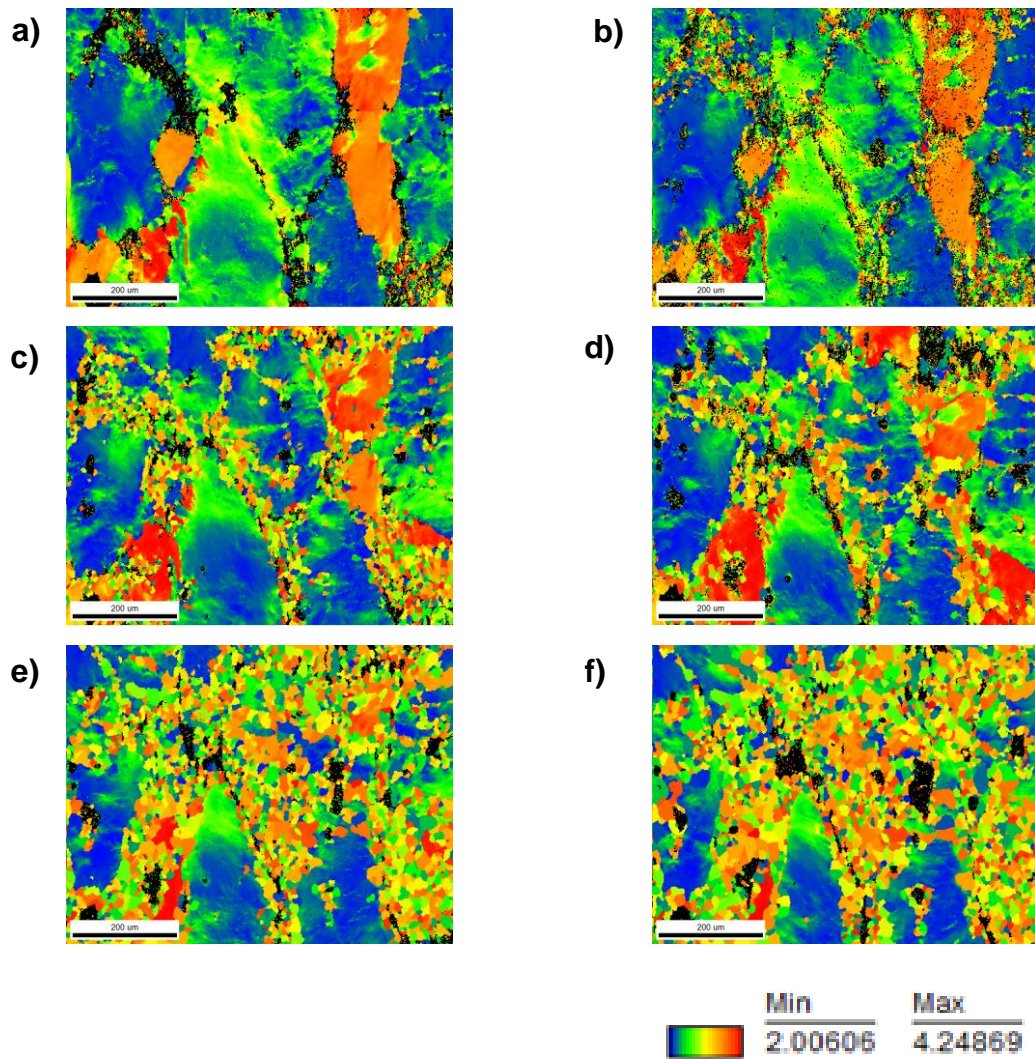
Figura 4.43 – Mapas do fator de Taylor para a liga U9,5Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

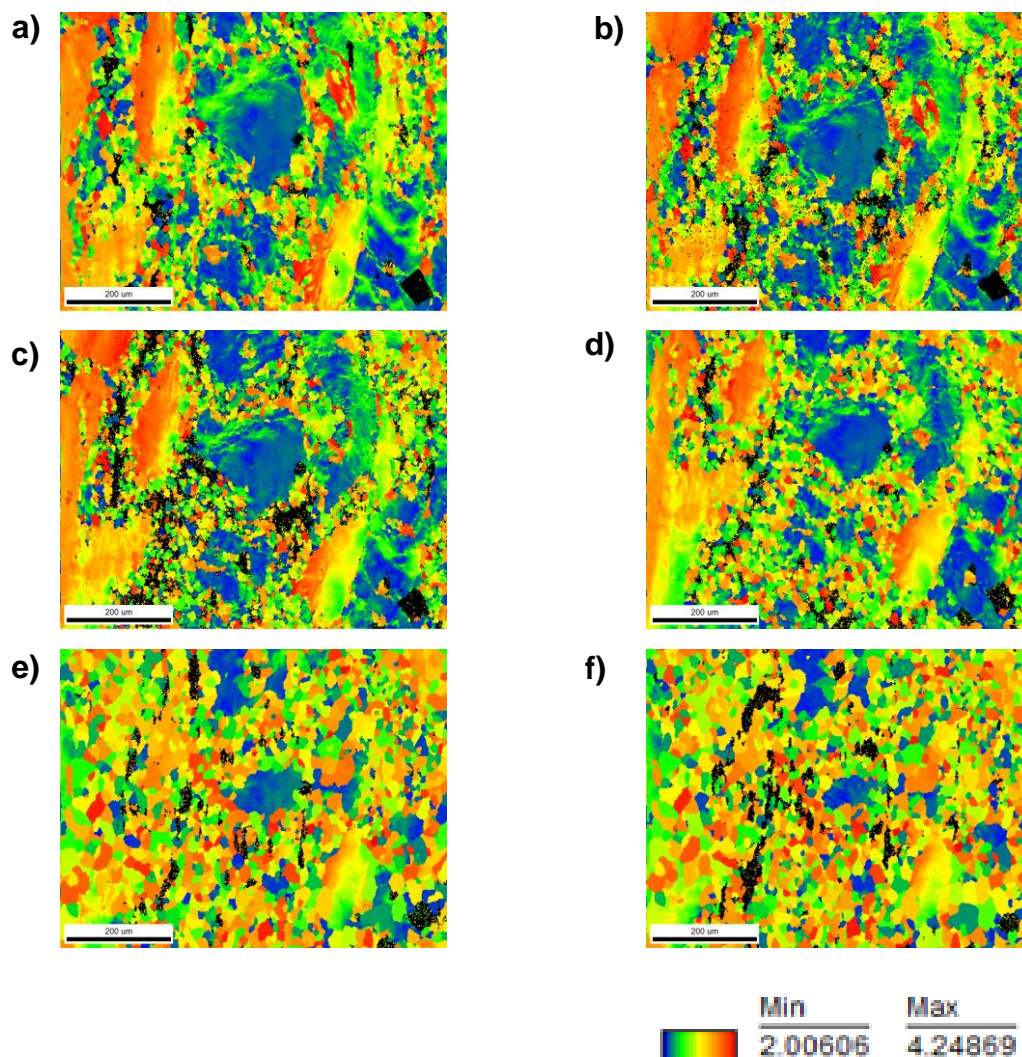


Figura 4.44 – Mapas do fator de Taylor para a liga U9,5Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.45 – Mapas do fator de Taylor para a liga U9,5Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



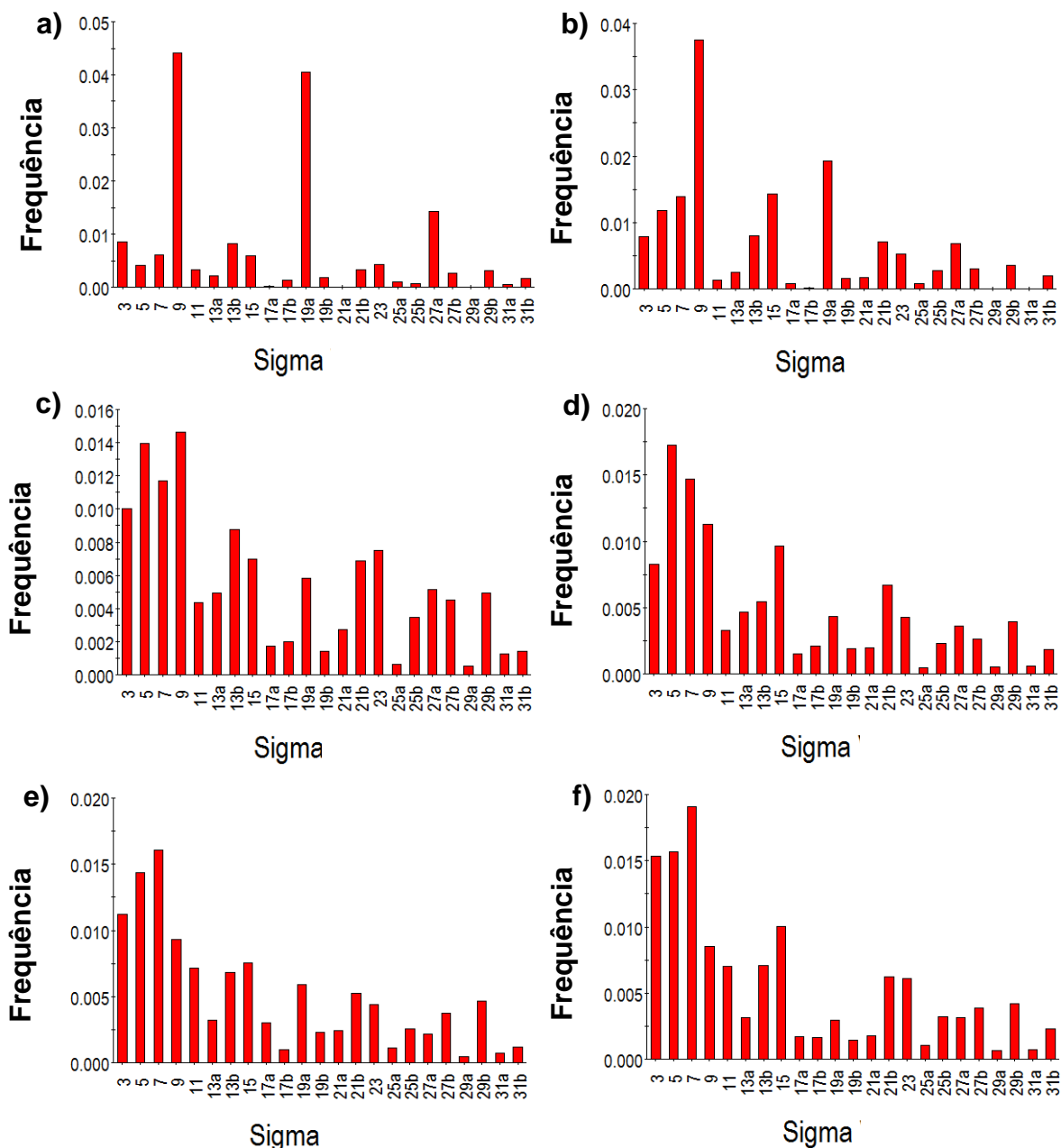
Fonte: Autor da tese.

#### 4.6 Contornos CSL e ângulos de desorientação

As Figuras 4.46 - 4.51 mostram os histogramas de contornos CSL para as ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas e recozidas.

O histograma de contornos CSL da liga U7,4Mo laminada a 50% apresentou grande intensidade dos contornos  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 19a$ . Com 1 minuto de recozimento, foi notado o aumento da intensidade na maioria dos sítios de coincidência menores que  $\Sigma 15$ . A partir de 5 minutos de recozimento, os contornos  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 19a$  foram consumidos e os contornos abaixo de  $\Sigma 15$  aumentaram.

Figura 4.46 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U7,4Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).

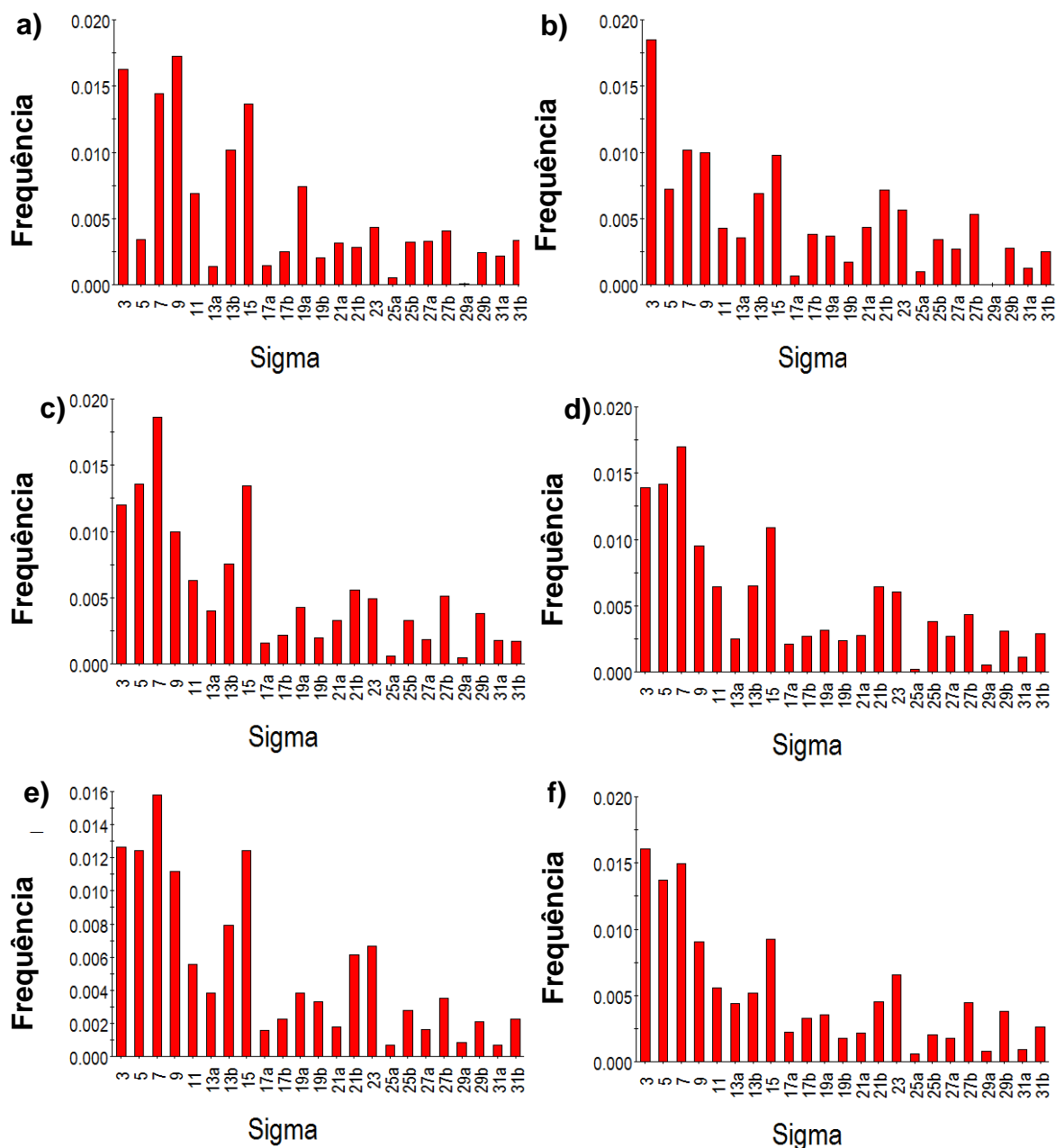


Fonte: Autor da tese.

Na amostra U7,4Mo laminada a 65% ocorreu a variação da intensidade dos contornos  $\Sigma 9$ ,  $\Sigma 7$  e  $\Sigma 15$  em diversas condições de processamento. Com 1 minuto de recozimento, notou-se a redução da fração desses contornos em relação ao histograma da amostra deformada. A partir de 5 minutos de recozimento, foi observado o aumento da intensidade de contornos menores que  $\Sigma 15$ .



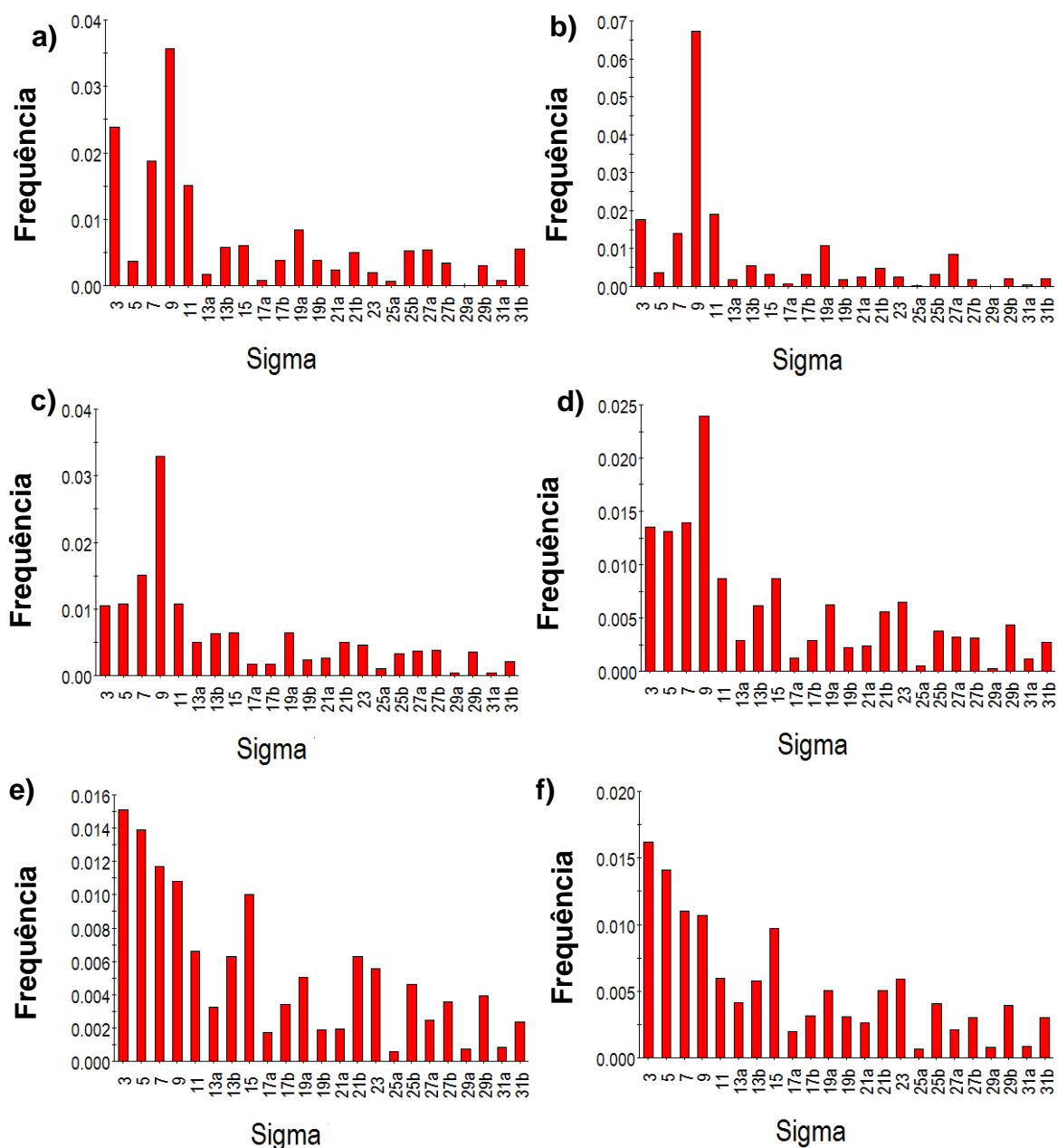
Figura 4.47 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U7,4Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

Os contornos  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 7$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 11$  apresentaram elevada intensidade nos histogramas de contornos CSL da amostra U7,4Mo deformada a 80% e também da amostra recozida com patamar de 1 minuto. O consumo dos contornos  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 7$  e  $\Sigma 11$  ocorreu com 5 minutos recozimento e o contorno  $\Sigma 9$  foi consumido a partir de 10 minutos de recozimento. A partir de 10 minutos de recozimento, a fração da maioria dos contornos CSL menores que  $\Sigma 15$  aumentou com o aumento do tempo de recozimento.

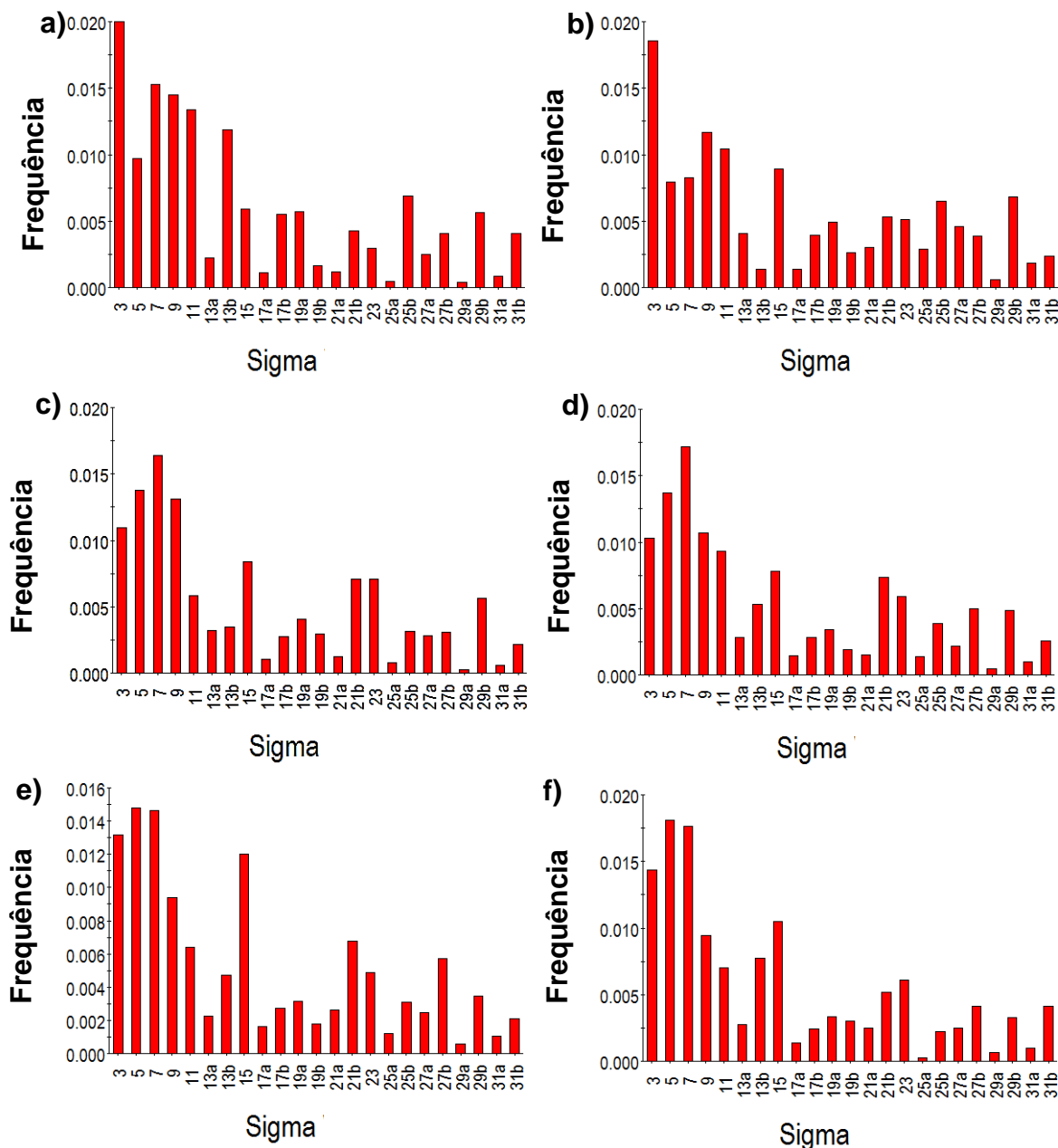
Figura 4.48 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U7,4Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

No histograma de contornos CSL da liga U9,5Mo deformada em 50%, observou-se elevada intensidade dos contornos  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 13b$ . O contorno  $\Sigma 13b$  foi consumido com 1 minuto de recozimento. Já a fração do contorno  $\Sigma 3$  reduziu com 5 minutos de recozimento e, nas etapas subsequentes de recozimento, a intensidade deste contorno aumentou juntamente com os contornos especiais menores que  $\Sigma 15$ . A fração do contorno  $\Sigma 7$  aumentou a partir de 5 minutos de recozimento.

Figura 4.49 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U9,5Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

Nos histogramas de contornos CSL da liga U9,5Mo deformada a 65%, observou-se elevada intensidade dos contornos  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 7$  nas amostras no estado deformado e também nas recozidas.

Foi notada elevada intensidade dos contornos  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 7$  nas amostras da liga U9,5Mo laminada a 80% e recozida. O contorno  $\Sigma 7$  apresentou elevada intensidade no estado deformado e nas amostras recozidas até o patamar de 10 minutos.

A intensidade dos contornos especiais menores que  $\Sigma 15$  aumentou com o recozimento da liga U9,5Mo deformada a 65% e também a 80%.

Para cada liga, foi notada a movimentação de determinados contornos especiais. Foi observado o contorno  $\Sigma 9$  nas amostras deformadas da liga U7,4Mo e o contorno  $\Sigma 7$  no recozimento da liga U9,5Mo. A diferença de constituintes dessas ligas pode alterar a energia e a estrutura dos contornos de alto ângulo e, assim, interferir na formação de contornos especiais [13].

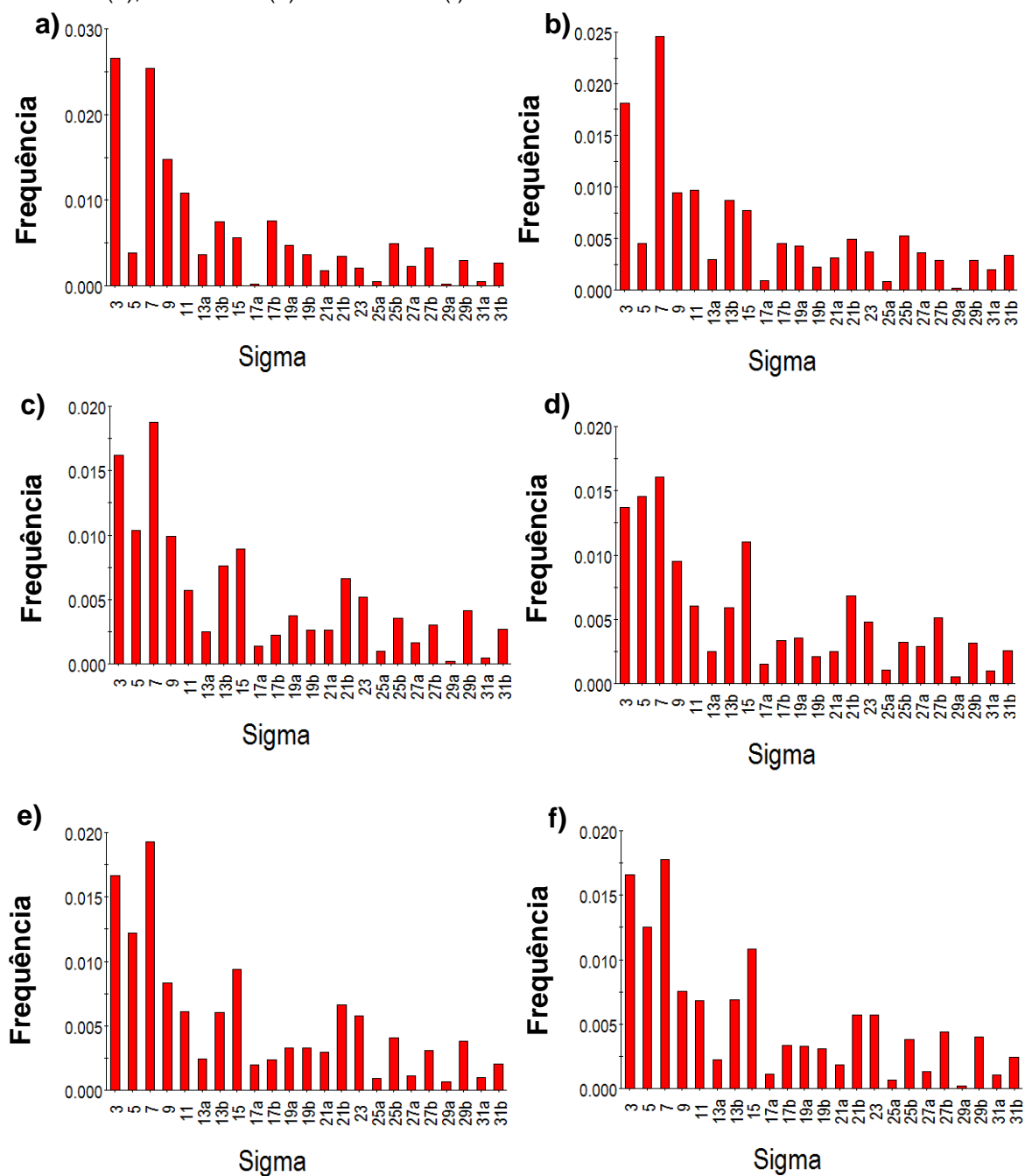
Os resultados indicam que os contornos especiais mais intensos gerados na deformação das amostras foram consumidos com a evolução do recozimento. Comparando esses histogramas com os mapas de orientação, a intensidade da fração desses contornos CSL diminuiu no tempo de recozimento em que houve um grande avanço na recristalização nos contornos dos grãos de origem deformada.

Outro fato relevante observado foi a similaridade entre os histogramas de contornos CSL entre as ligas U-Mo obtida a partir de 20 minutos de recozimento. Esta comparação mostra a independência do crescimento desses contornos com a orientação dos grãos recristalizados.

O contorno  $\Sigma 3$  das amostras deformadas aumentou a intensidade com o aumento do grau de deformação. Isto foi observado na laminação a frio em aços ferríticos [62]. Durante a laminação, a rotação dos grãos pode contribuir com a formação do contorno  $\Sigma 3$  com o aumento do nível de deformação [62].

Contornos  $\Sigma 3$  possuem baixa energia e baixa mobilidade [62]. O aumento da intensidade em contornos menores  $\Sigma 15$  observados com o aumento do tempo de recozimento pode estar levando o material deformado com alta energia armazenada a uma condição de energia mínima. O estudo de YU mostrou que os contornos CSL de baixo valor contribuem para a resistência à fratura em ligas de aços ferríticos [80]. Deste modo, o aumento desses contornos do tipo CSL pode contribuir com a resistência a fratura nas ligas U-Mo.

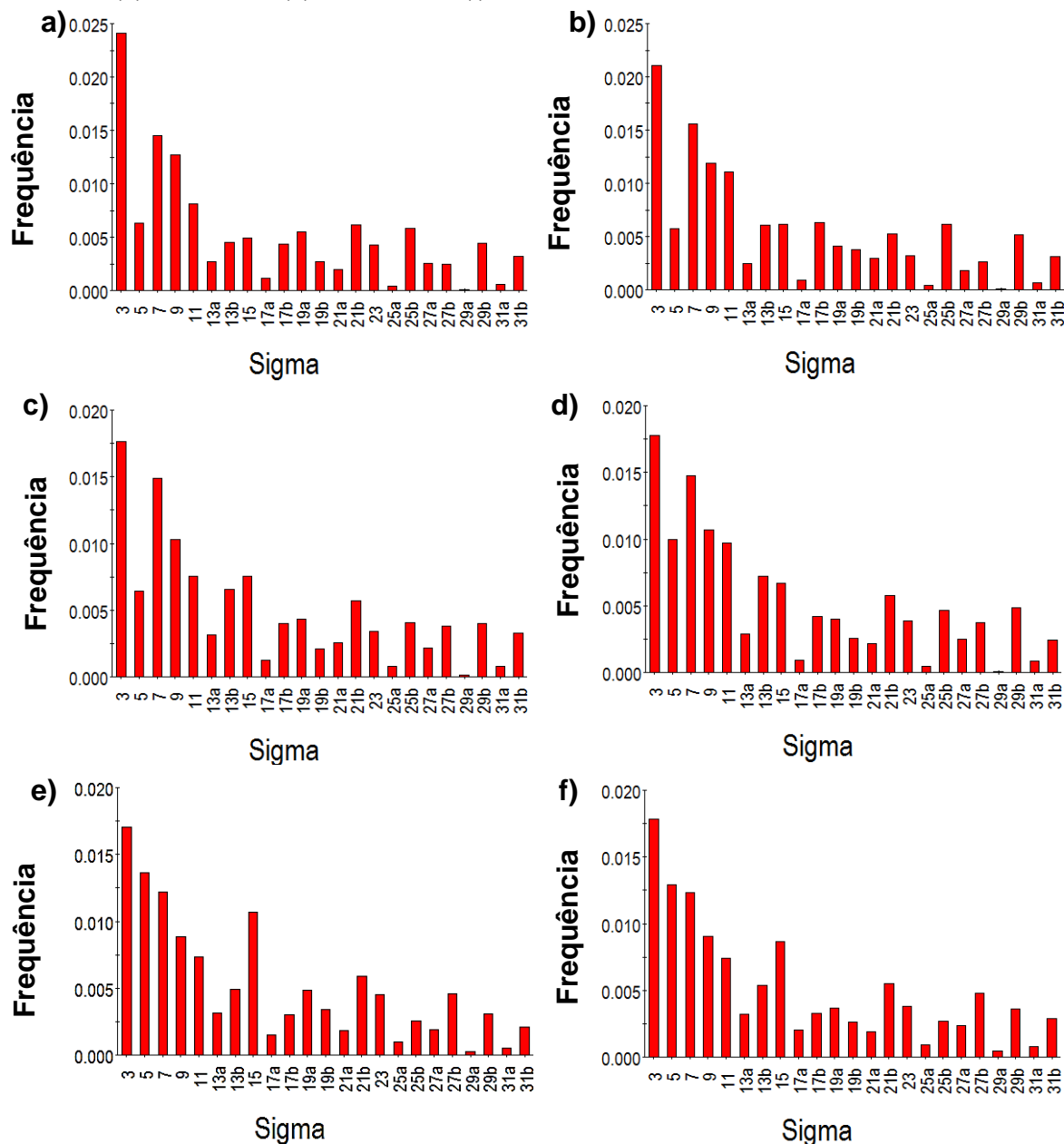
Figura 4.50 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U9,5Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.



Figura 4.51 – Histogramas dos contornos CSL para a liga U9,5Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).

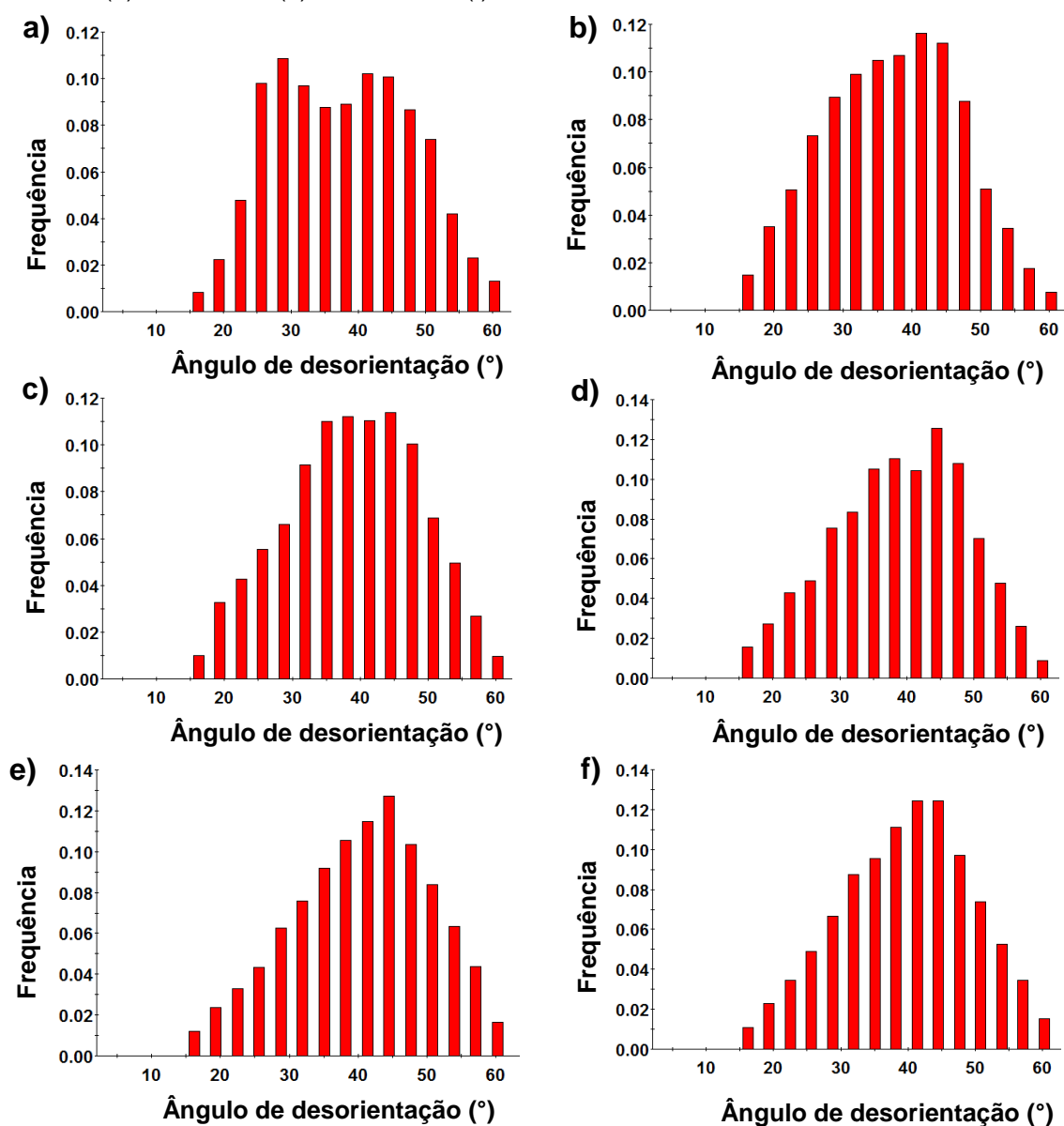


Fonte: Autor da tese.

As Figuras 4.52 – 4.57 mostram os histogramas de ângulos de desorientação, ou seja, ângulos de orientação entre os grãos das ligas U7,4Mo e U9,5Mo deformadas e recozidas. Esses histogramas foram comparados com a distribuição de Mackenzie para materiais cúbicos com orientação aleatória [81], [82]. É possível notar que as distribuições se aproximam da distribuição de Mackenzie (Figura 4.58) com o aumento do tempo de recozimento. Isto pode estar relacionado à diminuição da intensidade da textura com o aumento do tempo de

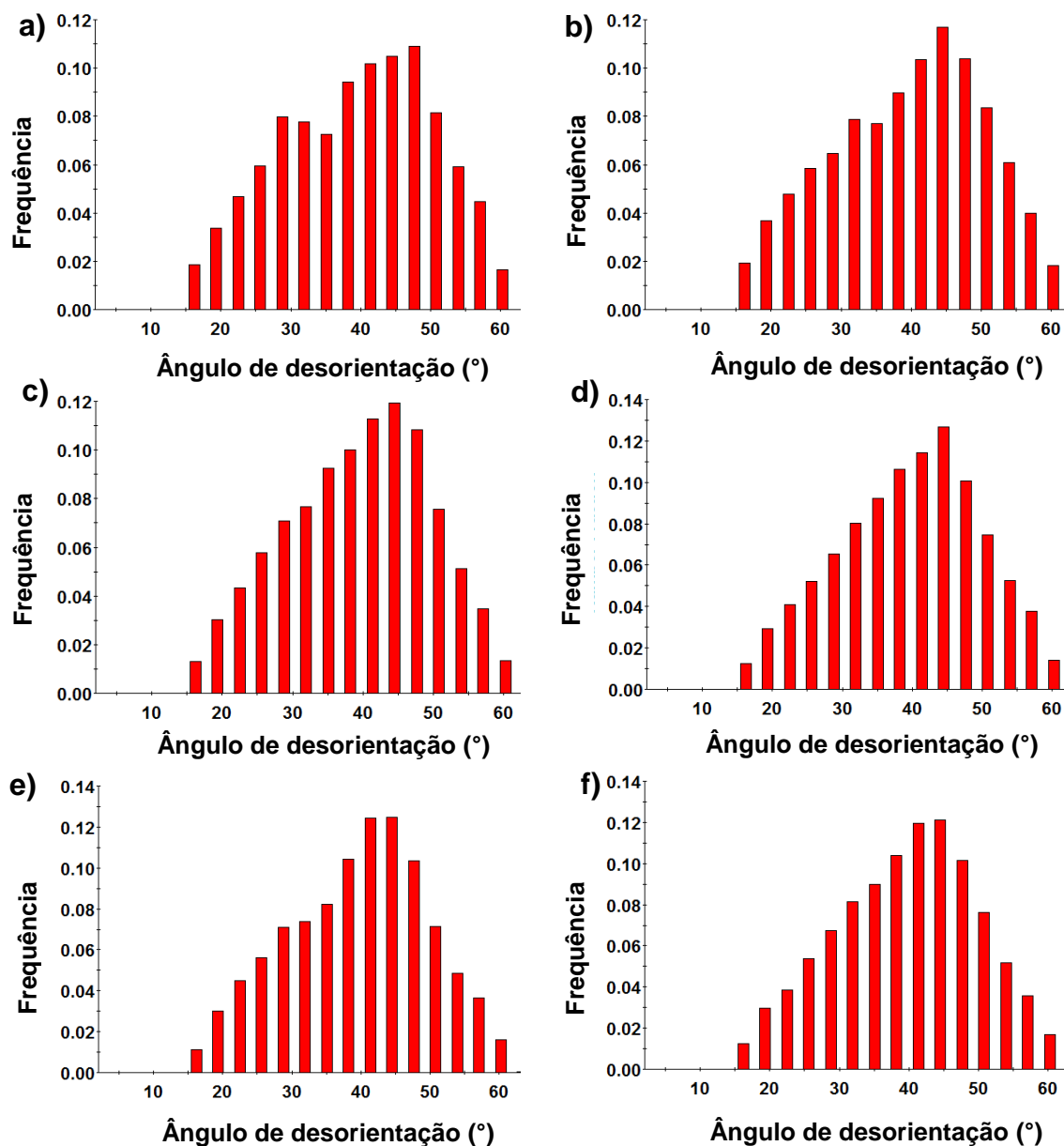
recozimento. Os resultados obtidos nos estudo de Mason e Schuh mostraram que, quanto menos intensa a textura cristalográfica, as distribuições de orientação entre grãos tendem a distribuição de Mackenzie [83].

Figura 4.52 – Histograma de orientação entre grãos da liga U7,4Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



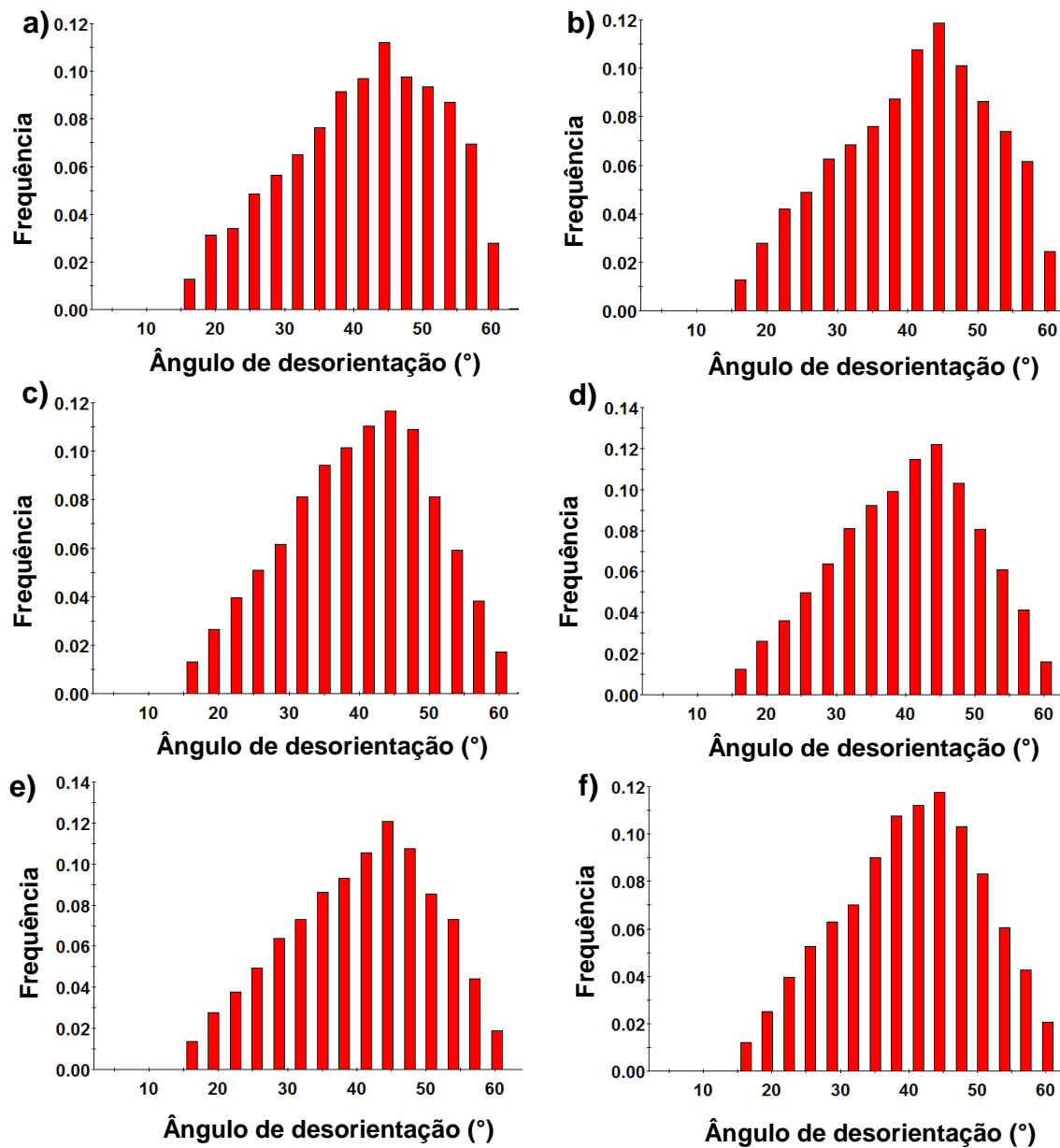
Fonte: Autor da tese.

Figura 4.53 – Histograma de orientação entre grãos da liga U7,4Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



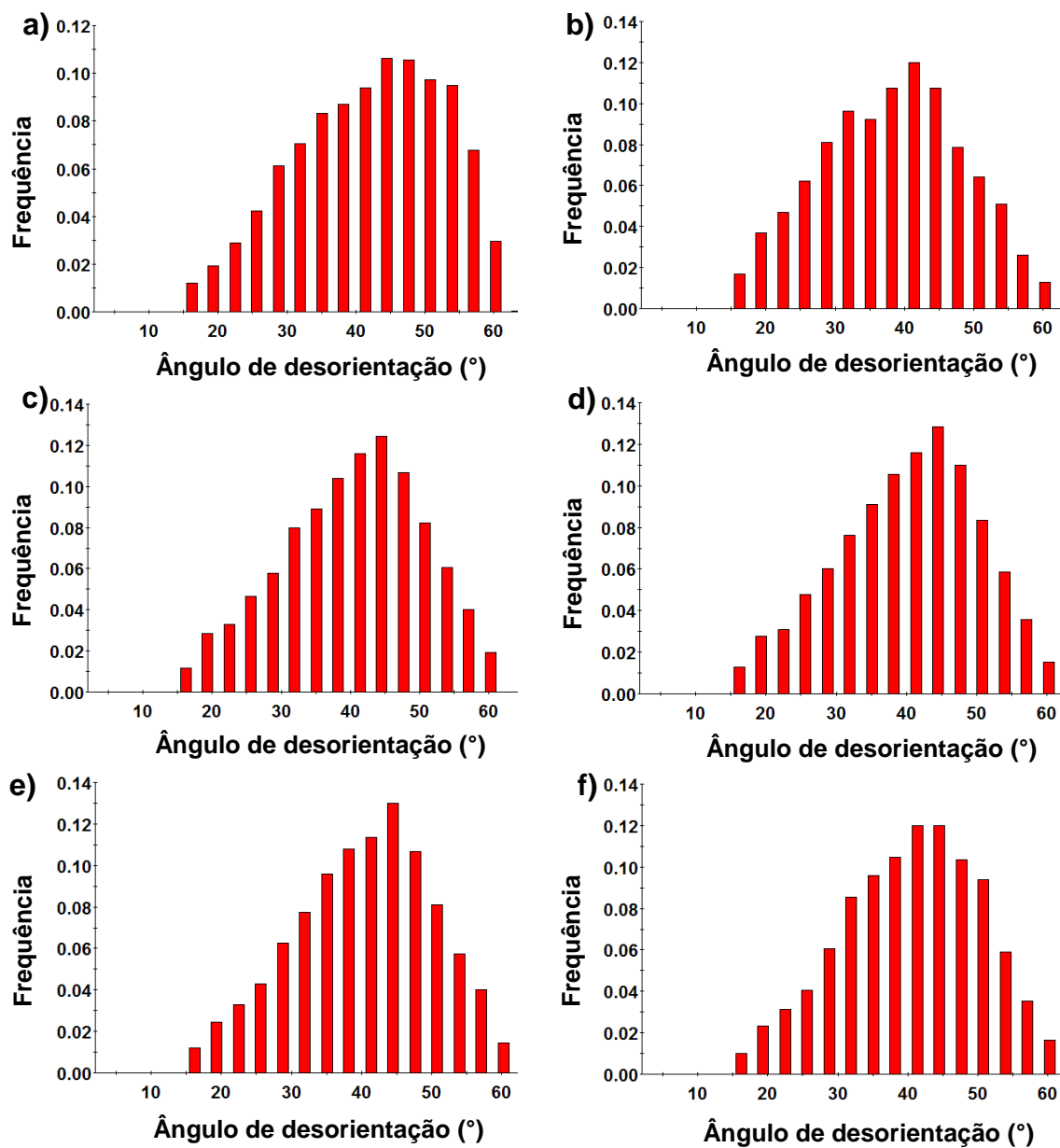
Fonte: Autor da tese.

Figura 4.54 – Histograma de orientação entre grãos da liga U7,4Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

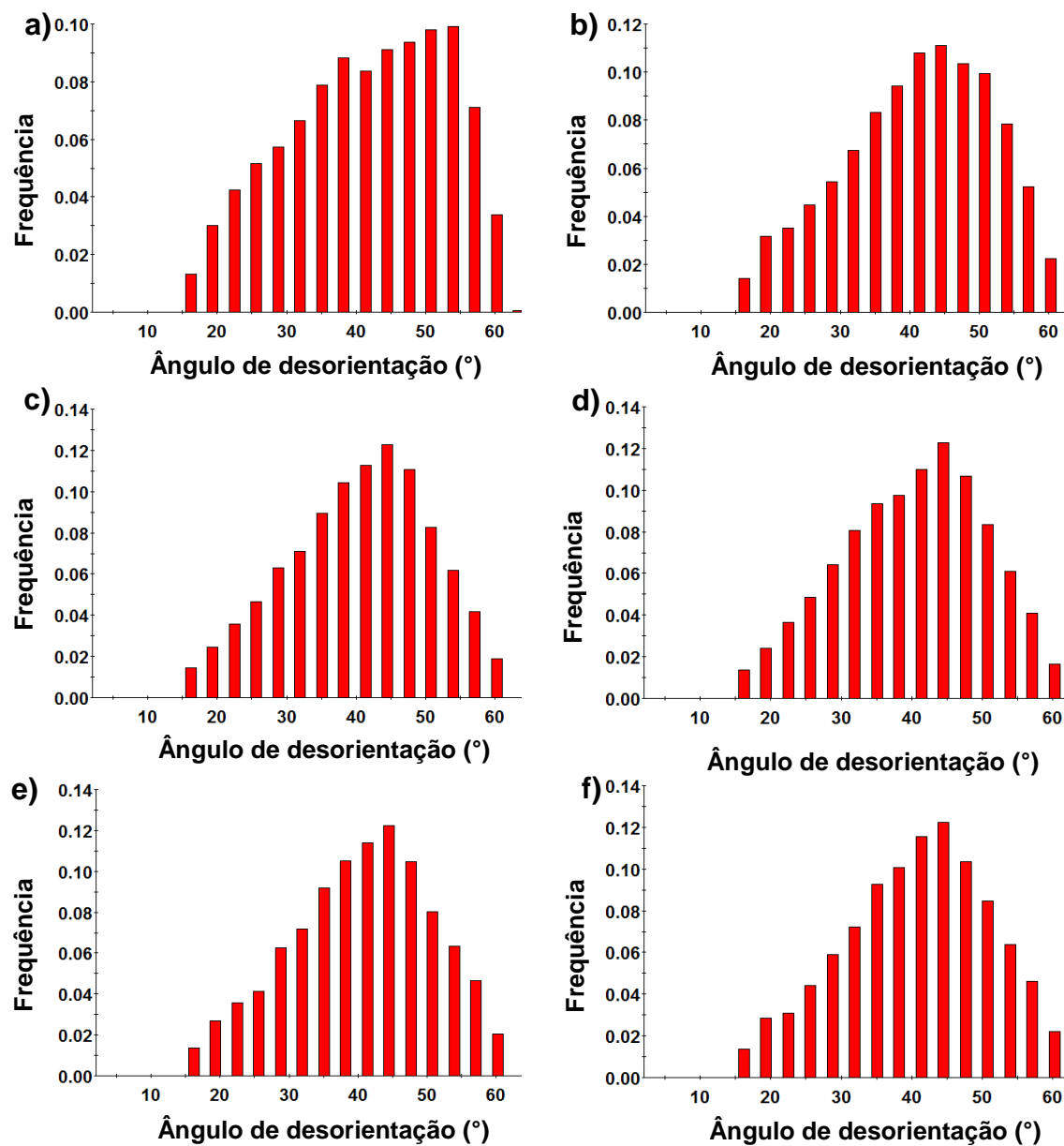
Figura 4.55 – Histograma de orientação entre grãos da liga U9,5Mo deformada em 50% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

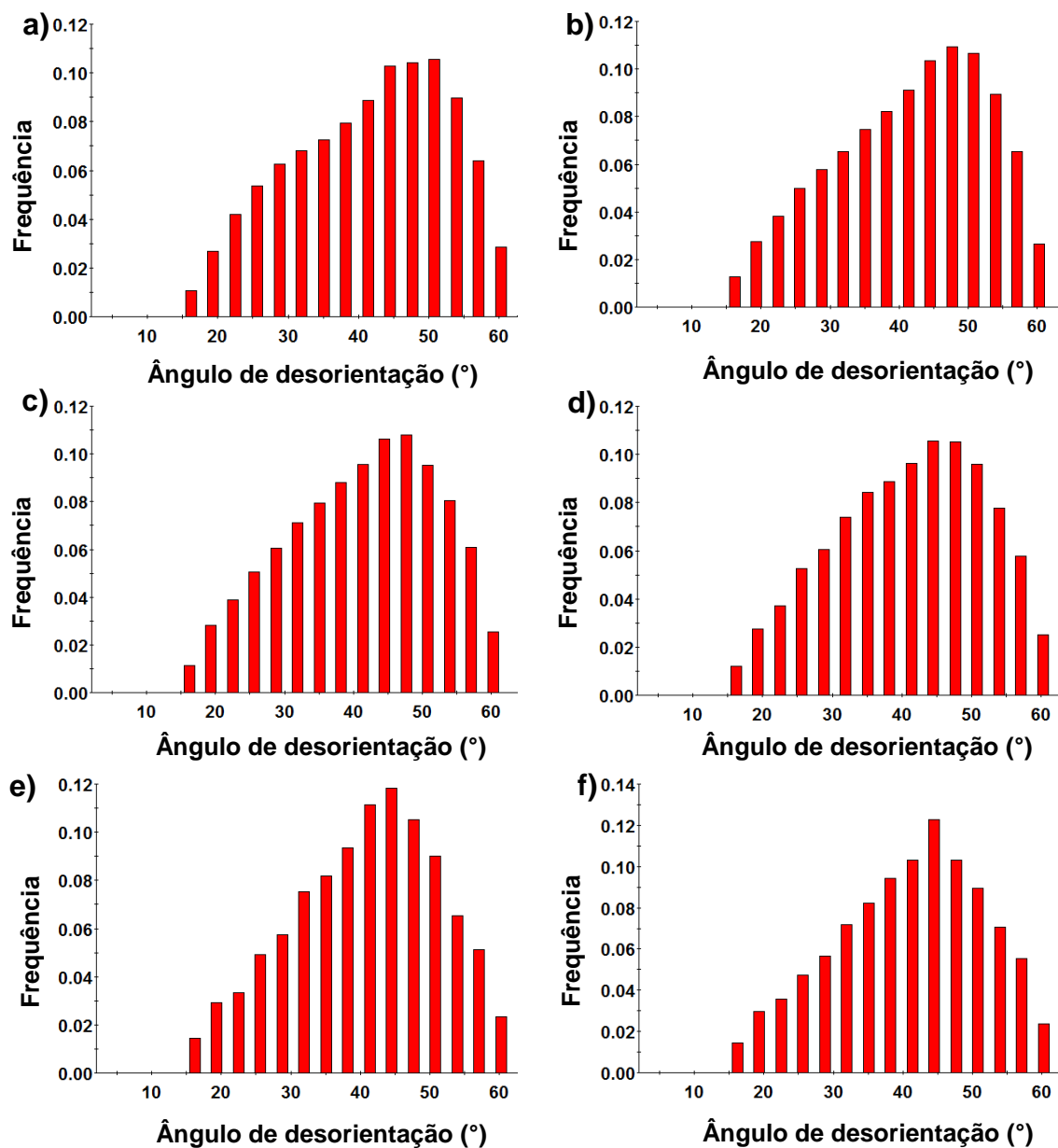


Figura 4.56 – Histograma de orientação entre grãos da liga U9,5Mo deformada em 65% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



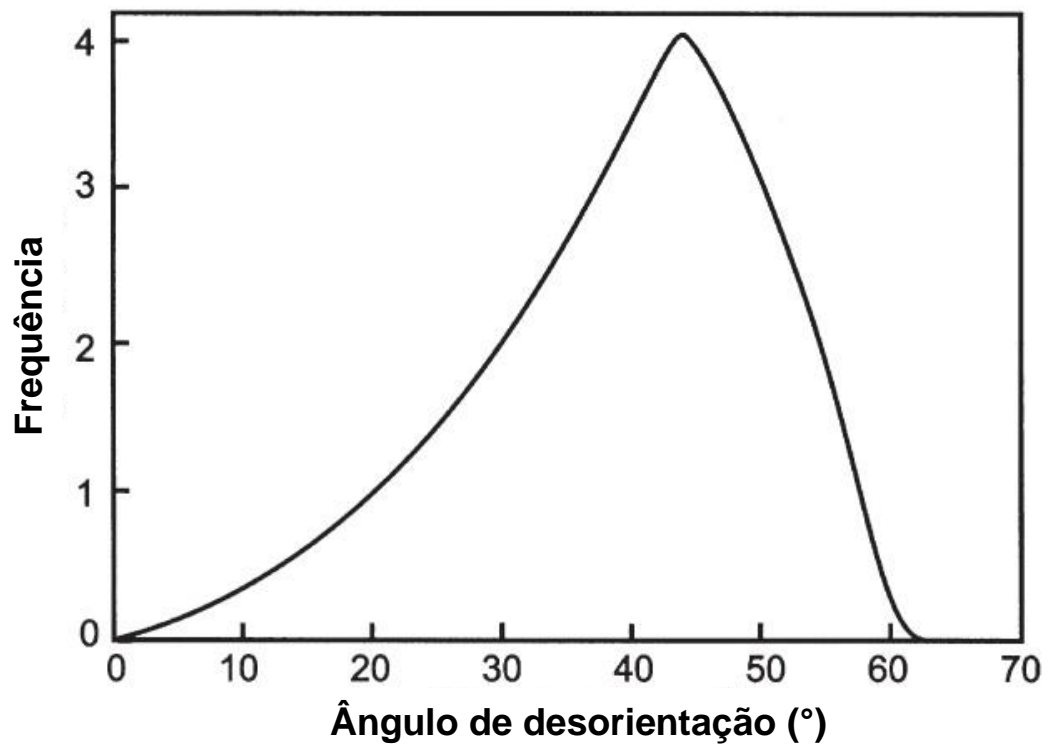
Fonte: Autor da tese.

Figura 4.57 – Histograma de orientação entre grãos da liga U9,5Mo deformada em 80% de redução (a), recozida a 650 °C com tempo de patamar de 1 minuto (b), 5 minutos (c), 10 minutos (d), 20 minutos (e) e 40 minutos (f).



Fonte: Autor da tese.

Figura 4.58 – Distribuição de Mackenzie.



Fonte: Adaptado de [13].



## 5 CONCLUSÕES

As principais conclusões obtidas a partir da caracterização microestrutural das ligas de U7,4Mo e U9,5Mo deformadas e recozidas foram:

- A fase CCC foi observada em todas condições de processamento. Desse modo, essas rotas de processamento não geraram a fase cristalina prejudicial ao desempenho e segurança do combustível nuclear.

- As ligas U-Mo no estado bruto de fusão preparadas no forno de indução a vácuo possuem estrutura dendríticas grosseiras e zonamento.

- A quebra das dendritas e a homogeneização das ligas ocorreu na condição de 1000 °C por 5 horas. Não houve o crescimento significativo dos grãos após o tratamento térmico de homogeneização. O crescimento de grão é dependente da energia de ativação da liga.

- A deformação por laminação a quente formou grãos fragmentados nos contornos dos grãos de origem deformada.

- A evolução da deformação alterou a textura e a microestrutura. As texturas obtidas são comuns para materiais CCC laminados.

- As texturas de fibras  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\theta$  presentes nas amostras que sofreram a maior deformação contribuíram para o comportamento isotrópico da liga, sendo um resultado de grande importância para aplicação em combustíveis nucleares.

- O recozimento na temperatura de 650 °C formou núcleos de grãos recristalizados em todos os graus de deformação de ambas ligas a partir de 1 minuto de recozimento.

- O mecanismo de migração de contornos de grão induzida por deformação foi observado em amostras com baixo grau de deformação.

- A velocidade de recristalização das ligas U-Mo foi dependente do grau de deformação, evidenciando a dependência da energia armazenada com a recristalização.



- Os grãos recristalizados formados possuem orientação preferencial. Os grãos recristalizados formaram a fibra  $\gamma$  assim como observado em materiais CCC recristalizados.

- Os resultados de microtextura sugerem que a textura de recristalização é originada a partir da nucleação orientada.

- Grãos de origem deformada com maiores valores de Taylor são consumidos antes do que grãos com menor fator de Taylor. Com esses resultados, foi possível verificar a dependência da energia armazenada em função da orientação.

- A deformação por laminação a quente gerou contornos especiais do tipo CSL. Também foram observadas movimentações de contornos especiais nas ligas U7,4Mo e U9,5Mo em função do tempo de recozimento, sugerindo que o recozimento conduz as ligas U-Mo deformadas a um estado mínimo de energia.

- Com o avanço do recozimento, os histogramas de desorientação entre grãos das ligas U-Mo deformadas possuem um formato similar à distribuição de Mackenzie para materiais cúbicos com orientação aleatória, indicando a diminuição da intensidade da textura e tornando o material com características isotrópicas.

Dentre os processamentos estudados, as condições de processamento que foram observadas as características isotrópicas nas ligas U-Mo, como observado em ambas as ligas tratadas a 1000 °C, deformadas a quente a 650 °C com redução de 80% e também nas amostras recozidas com 40 minutos de patamar; podem ser as melhores condições para a produção combustível tipo placa.

Com esses dados obtidos, foi possível observar as alterações microestruturais em diversas condições de processamento, gerando, então, um banco de dados experimentais que pode ser usado para a produção de combustíveis do tipo placa com cerne de ligas de U-Mo.

## 6 TRABALHOS FUTUROS

A partir das discussões e conclusões obtidas neste trabalho, foram destacadas as seguintes possibilidades de trabalhos futuros:

- Determinação da macrotextura nas ligas recozidas.
- Avaliação do crescimento dos grãos recristalizados com o aumento do tempo de patamar de recozimento.
- Verificação das propriedades mecânicas dessas ligas processadas a partir de ensaios de microdureza.
- Avaliar a recristalização dessas ligas U-Mo em outras temperaturas de recozimento.
- Verificação da movimentação dos contornos de baixo ângulo com o processamento.
- Realizar o mesmo processamento nas ligas U7,4Mo e U9,5Mo com tamanho de grão menor no estado bruto de fusão.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] PASQUALINI, E. E. ***Gamma Uranium Molybdenum Alloy : Its Hydride and Performance***. in *Nuclear Material Performance*, R. O. A. R. Saleh and H. E.-D. Mostafa, Eds. Rijeka: InTech, 2016, p. 170.
- [2] WACHS, D. M. ***RERTR Fuel Development and Qualification Plan***. Idaho National Laboratory, Idaho Falls, jan 2007.
- [3] VAZ DE OLIVEIRA, F. B. ***Desenvolvimento de um combustível de alta densidade à base da liga urânio-molibdênio com alta compatibilidade em altas temperaturas***. 2008. 328 p. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia nuclear- Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- [4] SINHA, V. P.; HEGDE, P. V.; PRASAD, G. J.; DEY, G. K.; KAMATH, H. S. Phase transformation of metastable cubic  $\gamma$ -phase in U-Mo alloys. ***Journal of Alloys and Compounds***, v. 506, n. 1, p. 253–262, 2010.
- [5] SINHA, V. P.; PRASAD, G. J.; HEGDE, P. V.; KESWANI, R.; BASAK, C. B.; PAL, S.; MISHRA, G. P. Development , preparation and characterization of uranium molybdenum alloys for dispersion fuel application. ***Journal of Alloys and Compounds***, v. 473, p. 238–244, 2009.
- [6] PRABHAKARAN, R.; GARDNER, L.; JOSHI, V.; BURKES, D.; LAVENDER, C. Effect of homogenization and hot rolling on the mechanical properties, microstructure and corrosion behavior of U–10Mo monolithic fuel. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 527, p. 151804, 2019.
- [7] LOPES, D. A. ***Interação entre precipitação e recristalização em liga de urânio contendo nióbio e zircônio ( Mulberry alloy )***. 2014. 177 p. Tese (Doutorado em Ciências) Universidade de São Paulo, São Paulo.
- [8] JOSHI, V. V.; NYBERG, E. A.; LAVENDER, C. A.; PAXTON, D.; GARMESTANI, H.; BURKES, D. E. Thermomechanical process optimization of U-10wt% Mo--Part 1: high-temperature compressive properties and microstructure. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 465, p. 805–813, 2015.
- [9] LISBOA, J.; MARIN, J.; BARRERA, M.; PESENTI, H. Engineering of Fuel Plates on Uranium-Molybdenum Monolithic: Critical Issues. ***World Journal of Nuclear Science and Technology***, v. 5, p. 274–286, 2015.

- [10] WOOLUM, C. T. ***Fabrication and characterization of uranium-molybdenum-zirconium alloys***. 2014. 151 p. Dissertação (Master of Science) -Texas A&M University.
- [11] PEREZ, E.; YAO, B.; KEISER, D. D.; SOHN, Y. H. Microstructural analysis of as-processed U-10 wt.%Mo monolithic fuel plate in AA6061 matrix with Zr diffusion barrier. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 402, n. 1, p. 8–14, 2010.
- [12] CLARK, C. R.; KNIGHTON, G. C.; MEYER, M. K.; HOFMAN, G. L. Monolithic fuel plate development at argonne national laboratory, In: INTERNATIONAL MEETING ON REDUCED ENRICHMENT FOR RESEARCH AND TEST REACTORS, October 5-10, 2003, Chicago: USA. **Proceedings...** Disponível em: <[https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig\\_q=RN:35068367](https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:35068367)>. Acesso em: 08 jul. 2020.
- [13] HUMPHREY, F.J.; HATHERLY, M. ***Recrystallisation and Related Annealing Phenomena***, 2<sup>a</sup> ed. Oxford: Pergamon, 1996.
- [14] FRAZIER, W. E.; HU, S.; OVERMAN, N.; PRABHAKARAN, R.; LAVENDER, C.; JOSHI, V. V. Recrystallization kinetics of cold-rolled U-10 wt% Mo. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 513, p. 56–61, 2019.
- [15] BROWN, D. W.; BOURKE, M. A. M.; CLAUSEN, B.; KORZEKWA, D. R.; KORZEKWA, R. C.; MCCABE, R. J.; SISNEROS, T. A.; TETER, D. F. Temperature and direction dependence of internal strain and texture evolution during deformation of uranium. ***Materials Science and Engineering A***, v. 512, p. 67–75, 2009.
- [16] YEMEL'YANOV, V. S.; YEVSTYUKHIN, A. I. ***The Metallurgy of Nuclear Fuel: Properties and Principles of the Technology of Uranium, Thorium and Plutonium***, London: Pergamon Press, 1969.
- [17] IPPOLITO JR., T. D. ***Effects of variation of uranium enrichment on nuclear submarine reactor design***. 1990. 257 p. Dissertação (Master of Science) Massachusetts Institute of Technology, Boston.
- [18] LLOYD, L. T.; BARRETT, C. S. Thermal Expansion of Alpha Uranium. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 18, n. 1, p. 55-59, 1966.
- [19] FAIRMAN, H. E.; KELLY, A. ***Metallography and Microstructures of Uranium and Its Alloys***. in *Metallography and Microstructures, Volume 9*, Ohio: ASM International, 2004, p. 918–932.
- [20] PARK, Y.; ERIKSSON, N.; NEWELL, R.; KEISER, D. D.; SOHN, Y. H. Phase decomposition of  $\gamma$ -U (bcc) in U-10 wt% Mo fuel alloy during hot isostatic pressing of monolithic fuel plate. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 480, p. 271–280, 2016.



- [21] ROBINSON, A. B.; CHANG, G. S.; KEISER JR., D. D.; WACHS, D.M.; PORTER, D.L. ***Irradiation Performance of U-Mo Alloy Based ' Monolithic ' Plate-Type Fuel – Design Selection***. Idaho Falls: Idaho National Laboratory, Aug. 2009. (INL/EXT-09-16807).
- [22] PETERSON, C. A. W.; STEELE, W. J.; DIGIALONARDO, S. L. ***Isothermal transformation study of some Uranium-base alloys***. Livermore: University of California. Lawrence Radiation Laboratory, Aug. 1964. (UCRL-7824).
- [23] CLARK, C. R.; HAYES, S. L.; MEYER, M. K.; HOFMAN, G. L.; SNELGROVE, J. L. Update on U-Mo monolithic and dispersion fuel development. In: INTERNATIONAL TOPICAL MEETING RESEARCH REACTOR FUEL MANAGEMENT, 8th, March 21-24, 2004, München: Germany. **Proceedings...** Disponível em: <[https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig\\_q=RN:35036199](https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:35036199)>. Acesso em: set. 2020.
- [24] TANGRI, K.; WILLIAMS, G. I. Metastable phases in the uranium-molybdenum. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 2, n. 2, p. 226–233, 1961.
- [25] STARIKOV, S. V.; KOLOTOVA, L. N.; KUKSIN, A. Y.; SMIRNOVA, D. E.; TSEPLYAEV, V. I. Atomistic simulation of cubic and tetragonal phases of U-Mo alloy: Structure and thermodynamic properties. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 499, p. 451–463, 2018.
- [26] PEDROSA, T. A.; BRAGA, D. M.; DE PAULA, J. B.; BRINA, J. G. M.; FERRAZ, W. B. Obtention of uranium-molybdenum alloy ingots microstructure and phase characterization. In: INTERNATIONAL NUCLEAR ATLANTIC CONFERENCE, October 24-28, 2011, Belo Horizonte, MG: Brasil. **Proceedings...** Disponível em: <[https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig\\_q=RN:42105198](https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:42105198)>. Acesso em: set. 2020.
- [27] YAKEL, H. Crystal Structures of Transition Phases Formed in U-16.6at%Nb-5.64at%Zr Alloys. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 33, p. 286–295, 1969.
- [28] CLARKE, A. J.; CLARKE, K. D.; MCCABE, R. J.; NECKER, C. T.; PAPIN, P. A.; FIELD, R. D.; KELLY, A. M.; TUCKER, T. J.; FORSYTH, R. T.; DICKERSON, P. O.; FOLEY, J. C.; SWENSON, H.; AIKIN, R. M.; DOMBROWSKI, D. E. Microstructural evolution of a uranium-10 wt.% molybdenum alloy for nuclear reactor fuels. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 465, p. 784–792, 2015.
- [29] HALTEMAN, E. K. The Crystal Structure of U<sub>2</sub>Mo. ***Acta Crystallographica***, v. 10, p. 166–169, 1957.
- [30] NEOGY, S.; SAIFY, M. T.; JHA, S. K.; SRIVASTAVA, D.; HUSSAIN, M. M.; DEY, G. K.; SINGH, R. P. Microstructural study of gamma phase stability in U-9 wt.% Mo alloy. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 422, n. 1–3, p. 77–85, 2012.

- [31] BURKES, D. E.; PRABHAKARAN, R.; JUE, J.; RICE, F. J. Mechanical Properties of DU- x Mo Alloys with x = 7 to 12 Weight Percent. ***Metallurgical and Materials Transactions A***, v. 40, p. 1069–1079, 2009.
- [32] BURKES, D. E.; PRABHAKARAN, R.; HARTMANN, T.; JUE, J.; RICE, F. J. Properties of DU – 10 wt % Mo alloys subjected to various post-rolling heat treatments. ***Nuclear Engineering and Design***, v. 240, n. 6, p. 1332–1339, 2010.
- [33] JANA, S.; OVERMAN, N.; VARGA, T.; LAVENDER, C.; JOSHI, V. V. Phase transformation kinetics in rolled U-10 wt. % Mo foil: Effect of post-rolling heat treatment and prior  $\gamma$ -UMo grain size. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 496, p. 215–226, 2017.
- [34] COUGHLEN, C. P.; EVANS, P. A.; TOWNSEND, A. B. ***Homogenization evaluation of a cast uranium- molybdenum alloy***. Oak Ridge: Union Carbide Corp., 1969. (Y-12 Plant).
- [35] JOSHI, V. V.; NYBERG, E. A.; LAVENDER, C. A.; PAXTON, D.; BURKES, D. E. Thermomechanical process optimization of U-10wt% Mo – Part 2: The effect of homogenization on the mechanical properties and microstructure. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 465, p. 710–718, 2015.
- [36] LEE, J. S.; LEE, C. H.; KIM, K. H.; EM, V. Study of decomposition and reactions with aluminum matrix of dispersed atomized U-10 wt% Mo alloy. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 306, n. 2–3, p. 147–152, 2002.
- [37] BRESCIANI FILHO, E.; DA SILVA, I. B.; BATALHA, G. F.; BUTTON, S. T. ***Conformação Plástica dos Metais***. 6. ed. São Paulo, EPUSP, 2011.
- [38] DIETER, G. E. ***Mechanical metallurgy***. Londres: McGraw-Hill Book Company, 2011.
- [39] PHAN, T. V. Grain scale simulation of local deformation behavior. ***Asia Pacific Journal on Computational Engineering***, v. 1, 2014.
- [40] CAMPOS, M. F.; FARIAS, M. C. M.; PADILHA, A. F. ***Uma compilação crítica de valores de energia de defeito de empilhamento para diversos metais***. São Paulo: Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, 1999.
- [41] FRAZIER, W. E.; HU, S.; OVERMAN, N.; LAVENDER, C.; JOSHI, V. V. Short communication on Kinetics of grain growth and particle pinning in U-10 wt.% Mo. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 498, p. 254–258, 2018.
- [42] PASQUALINI, E. E.; ROBINSON, A. B.; PORTER, D. L.; WACHS, D. M.; FINLAY, M. R. Fabrication and testing of U - 7Mo monolithic plate fuel with Zircaloy cladding. ***Journal of Nuclear Materials***, v. 479, p. 402–410, 2016.
- [43] PADILHA, A. F.; SICILIANO JUNIOR, F. ***Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura***. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

- [44] HU, S.; BURKES, D.; LAVENDER, C. A.; JOSHI, V. Effect of grain morphology on gas bubble swelling in UMo fuels – A 3D microstructure dependent Booth model. *Journal of Nuclear Materials*, v. 480, p. 323–331, 2016.
- [45] LIANG, L.; KIM, Y. S.; WIENCEK, T.; O'HARE, E.; YACOUT, A. M.; HOFMAN, G.; ANITESCU, M. Grain growth in U-7Mo alloy: A combined first-principles and phase field study. *Journal of Nuclear Materials*, v. 473, p. 300–308, 2016.
- [46] LIANG, L.; MEI, Z. G.; YACOUT, A. M. Fission-induced recrystallization effect on intergranular bubble-driven swelling in U-Mo fuel. *Computational Materials Science*, v. 138, p. 16–26, 2017.
- [47] RANDLE, V.; ENGLER, O. *Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*. Boca Raton: CRC Press, 2000.
- [48] HANSEN, J.; POSPIECH, J.; LÜCKE, K. *Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals*. Berlin: Springer-Verlag, 1978.
- [49] AJANTIWALAY, T.; SMITH, C.; KEISER, D. D.; AITKALIYEVA, A. A critical review of the microstructure of U–Mo fuels. *Journal of Nuclear Materials*, v. 540, p. 152386, 2020.
- [50] LÖW, M. *Estudo do desenvolvimento da textura durante a recristalização primária de aços ferríticos por difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados*. 2006. 156 p. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia nuclear- Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- [51] MCCABE, R. J.; TETER, D. F. Analysis of recrystallized volume fractions in uranium using electron backscatter diffraction. *Journal of Microscopy*, v. 223, n. 1, p. 33–39, 2006.
- [52] WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; BINGERT, J. F. A Comparison of Textures Measured Using X-Ray and Electron Backscatter Diffraction. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 38, p. 1845–1855, 2007.
- [53] LOPES, D. A.; RESTIVO, T. A. G.; N. B. DE LIMA, PADILHA, A. F. Gamma-phase homogenization and texture in U–7.5Nb–2.5Zr (Mulberry) alloy. *Journal of Nuclear Materials*, v. 449, p. 23–30, 2014.
- [54] BROWN, D. W.; ALEXANDER, D. J.; CLARKE, K. D.; CLAUSEN, B.; OKUNIEWSKI, M. A.; SISNEROS, T. A. Elastic properties of rolled uranium – 10 wt .% molybdenum nuclear fuel foils. *Scripta Materialia*, v. 69, p. 666–669, 2013.
- [55] LOBANOV, M. L.; DANILOV, S. V.; PASTUKHOV, V. I.; AVERIN, S. A.; KHRUNYK, Y. Y.; POPOV, A. A. The crystallographic relationship of molybdenum textures after hot rolling and recrystallization. *Materials & Design*, v. 109, n. July 2016, p. 251–255, 2016.

- [56] TAKAJO, S.; HOLLIS, K.; CUMMINS, D.; TEGTMEIER, E.; DOMBROWSKI, D.; VOGEL, S. Texture Evolution in U-10Mo Nuclear Fuel Foils during Plasma Spray Coating with Zr. *Quantum Beam Science*, v. 2, n. 2, p. 12, 2018.
- [57] BROWN, D. W.; OKUNIEWSKI, M. A.; CLAUSEN, B.; MOORE, G. A.; SISNEROS, T. A. Neutron diffraction measurement of residual stresses in Al-clad U-10Mo fuel plates. *Journal of Nuclear Materials*, v. 474, p. 8–18, 2016.
- [58] DI LEMMA, F. G.; BURNS, J.; MADDEN, J. W.; WINSTON, A. J.; ROBINSON, A. B.; JUE, J. F.; KEISER, D. D.; COLE, J. I. Texture analyses and microstructural evolution in monolithic U-Mo nuclear fuel. *Journal of Nuclear Materials*, v. 544, p. 152677, 2021.
- [59] TAYLOR, G. I. Plastic Strain in Metals. *Journal of the Institute of Metals*, v. 62. p. 307–324, 1938.
- [60] MECKING, H.; KOCKS, U. F.; HARTIG, C. Taylor factors in materials with many deformation modes. *Scripta Materialia*, v. 35, n. 4, p. 465–471, 1996.
- [61] KESTENS, L. A. I.; PIRGAZI, H. Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures. *Materials Science and Technology*, v. 32, n. 13, p. 1303–1315, 2016.
- [62] SAHA, R.; RAY, R. K. Microstructural and textural changes in a severely cold rolled boron-added interstitial-free steel. *Scripta Materialia*, v. 57, n. 9, p. 841–844, 2007.
- [63] SALIBA-SILVA, A. M.; MARTINS, I. C.; CARVALHO, E. F. U.; SILVA, D. G.; RIELLA, H. G.; DURAZZO, M. Interdiffusion studies on hot rolled U-10Mo/AA1050. *Materials Research*, v. 15, n. 6, p. 964–968, 2012.
- [64] HE, Y.; MEHDI, M.; SANJARI, M.; HILINSKI, E. J.; KESTENS, L. A. I.; EDRISY, A. Quasi in-situ EBSD characterization of the evolution of microtexture and microstructure in non-oriented electrical steels during cold rolling and annealing. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 1270, n. 1, 2019.
- [65] DROZDENKO, H. D.; MINARIK, P.; PAUKOV, M.; BUTURLIM, V.; TKACH, I. EBSD Study of Uranium Alloys. *MRS Advances*, v. 1, p. 3013–3018, 2016.
- [66] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. USA: 2013. (ASTM E112-13).
- [67] TOBY, B. H. EXPGUI, a graphical user interface for GSAS. *Journal of Applied Crystallography*, v. 34, n. 2, p. 210–213, 2001.

- [68] HIELSCHER, R.; SCHAEBEN, H. A novel pole figure inversion method : specification of the MTEX algorithm. **Journal of Applied Crystallography**, v. 41, p. 1024–1037, 2008.
- [69] LOPES, D. A.; RESTIVO, T. A. G.; PADILHA, A. F. Mechanical and thermal behaviour of U – Mo and U – Nb – Zr Alloys. **Journal of Nuclear Materials**, v. 440, n. 1–3, p. 304–309, 2013.
- [70] BURKES, D. E.; HARTMANN, T.; PRABHAKARAN, R.; JUE, J. F. Microstructural characteristics of DU-xMo alloys with x = 7-12 wt%. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 479, n. 1–2, p. 140–147, 2009.
- [71] CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-ray Diffraction**. 3. ed. Reading: Addison Wesley, 2001.
- [72] STEINER, M. A.; CALHOUN, C. A.; KLEIN, R. W.; AN, K.; GARLEA, E.; AGNEW, S. R.  $\alpha$ -Phase transformation kinetics of U - 8 wt% Mo established by in situ neutron diffraction. **Journal of Nuclear Materials**, v. 477, p. 149–156, 2016.
- [73] FRIEL, J. J. **Practical Guide to Image Analysis**. 1. ed. Ohio: ASM International, 2000.
- [74] ZHANG, Z.; CHEN, D.; ZHAO, H.; LIU, S. A comparative study of clock rolling and unidirectional rolling on deformation/recrystallization microstructure and texture of high purity tantalum plates. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 41, p. 453–460, 2013.
- [75] DILLAMORE, I. L.; ROBERTS, W. T. Rolling textures in f.c.c. and b.c.c. metals. **Acta Materialia**, v. 12, n. 3, p. 281–293, 1964.
- [76] GIAROLA, A. M.; PEREIRA, P. H. R.; STEMLER, P. A.; PERTENCE, A. E. M.; CAMPOS, H. B.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Strain heterogeneities in the rolling direction of steel sheets submitted to the skin pass: A finite element analysis. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 216, p. 234–247, 2015.
- [77] PENG, L.; LI, X.; FAN, Z.; JIANG, C.; ZHOU, P.; LAI, X. A quasi-in-situ EBSD observation of the transformation from rolling texture to recrystallization texture in V-4Cr-4Ti alloy. **Materials Characterization**, v. 126, p. 35–41, 2017.
- [78] FRAZIER, W. E.; HU, S.; OVERMAN, N.; LAVENDER, C.; JOSHI, V. V. Simulations of post-recrystallization grain growth in monolithic U–10Mo fuel processing. **Journal of Nuclear Materials**, v. 526, p. 151763, 2019.
- [79] SIQUEIRA, R. P.; SANDIM, H. R. Z.; OLIVEIRA, T. R.; RAABE, D. Composition and orientation effects on the final recrystallization texture of coarse-grained Nb-containing AISI 430 ferritic stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 9, p. 3513–3519, 2011.



- [80] YU, H. Influences of microstructure and texture on crack propagation path of X70 acicular ferrite pipeline steel. *Journal of University of Science and Technology Beijing: Mineral, Metallurgy, Material*, v. 15, n. 6, p. 683–687, 2008.
- [81] MACKENZIE, J. K.; THOMSON, M. J. Some Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes. *Biometrika*, v. 44, n. 1/2, p. 205–210, 1957.
- [82] MACKENZIE, J. K. Second Paper on Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes. *Biometrika*, v. 45, n. 1/2, p. 229, 1958.
- [83] MASON, J. K.; SCHUH, C. A. The generalized Mackenzie distribution: Disorientation angle distributions for arbitrary textures. *Acta Materialia*, v. 57, n. 14, p. 4186–4197, 2009.

---

---

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino  
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000  
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908  
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil  
<http://www.ipen.br>

**O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento,  
associada  
à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela  
Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do  
Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.**

---

---

---