

1 1983

REPUBLICA ARGENTINA
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
Dependiente de la Presidencia de la Nación
GERENCIA DE DESARROLLO

04.83.18

INCORPORACION DE LOS ALEANTES A LA ESPONJA DE ZIRCONIO
PARA LA OBTENCION DE LINGOTES DE ZIRCALOY 4
EN ESCALA DE LABORATORIO

E.E. VICENTE, D.E. BALZARETTI y R.A. MORANDO

Buenos Aires

1983

RESUMEN

La aleación Sn- 12%Fe- 6%Cr fue estudiada a fin de ser eventualmente utilizada como aleación madre en la producción de Zircaloy 4. Los componentes de esta aleación guardan entre sí la misma relación que la de los elementos de adición del Zircaloy 4 (Zr- 1,5%Sn- 0,2%Fe- 0,1%Cr). La estructura de solidificación de muestras preparadas en horno de inducción bajo atmósfera inerte fueron estudiadas mediante metalografía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X. Se identificaron las fases Sn(Fe,Cr), Sn₂(Fe,Cr) y Sn en una microestructura típica de aleaciones peritéticas. Su rango de solidificación (1140°-231°C) fue determinado mediante termometría. La aleación es frágil y no pudo ser plásticamente deformada. Un procedimiento para preparar electrodos consumibles empleando esta aleación madre fue desarrollado. Consiste en el conformado de pastillas mediante el cizallamiento de la aleación en estado pastoso, las cuales son luego incorporadas a la esponja de Zr durante la operación de briqueteado. Electrodos preparados mediante esta técnica fueron fundidos en horno de arco bajo vacío. Los lingotes de Zircaloy 4 de escala de laboratorio obtenidos satisficieron los requerimientos de calidad nuclear.

ABSTRACT

Sn- 12%Fe- 6%Cr alloy was studied in order to be eventually applied as master alloy in the production of Zircaloy 4. The components of this alloy maintain the same proportion as the alloying elements of Zircaloy 4 (Zr- 1.5%Sn- 0.2%Fe- 0.1%Cr). The as-cast structure of samples prepared by induction melting (inert atmosphere) was studied by metallography, scanning electron microscopy and X-ray diffraction. A peritectic arrangement of Sn(Fe,Cr), Sn₂(Fe,Cr) and Sn appears. Its solidification range (1140°-231°C) was determined by thermal analysis. The alloy is brittle and could not be plastically deformed. A consumable- electrodes manufacturing procedure employing this master alloy was developed. Pill shaped through shearing the alloy during the mushy stage were then added into the Zr sponge during the briquetting. Electrodes manufactured by this technique were vacuum arc melted. The laboratory- scale ingots of Zircaloy 4 obtained satisfied the nuclear quality requirements.

1. INTRODUCCION

El procedimiento industrial más extensamente utilizado hasta el presente para la fundición de metales reactivos (Ti, Zr,...) y de sus aleaciones es la refusión por arco en vacío o "vacuum arc remelting" (VAR) con electrodo consumible (1). La fig. 1 muestra un esquema simplificado del dispositivo.

Una de las mayores dificultades que presenta la aplicación del proceso VAR en la producción de lingotes de Zircaloy 4 es la incorporación de los elementos aleantes (Sn, Fe y Cr) al metal base (esponja de Zr de pureza nuclear). En la tabla I se detallan las composiciones (en peso) admisibles según las normas A.S.T.M. (2), las composiciones promedio y las temperaturas de fusión (3) de los constituyentes fundamentales del Zircaloy 4. Existe escasa información bibliográfica acerca de la forma o procedimiento más conveniente de adicionar otros elementos a los metales reactivos. Los distintos métodos pueden clasificarse de la siguiente manera:

a) Agregado de los aleantes en el electrodo:

Es el procedimiento más simple. Consiste en distribuir, a lo largo del electrodo a fundir, los elementos de aleación. Esta operación debe efectuarse durante el prensado o compactado de la esponja conformando módulos o briquetas las que posteriormente se sueldan entre sí para integrar el electrodo.

Sin embargo, cuando alguno de los elementos de aleación tiene temperatura de fusión muy baja con respecto de la del metal base, puede fundirse prematuramente (debido al calentamiento que sufre todo el electrodo durante la operación del horno), escurrir a través de las porosidades de las briquetas y caer a la pileta líquida. Se origina entonces una marcada segregación de este componente hacia la porción inferior del lingote. Este fenómeno, conocido como "exhudación del electrodo", fue observado por primera vez durante la elaboración de lingotes de Zircaloy 1 (Zr - 2,5% Sn) por Beall y colaboradores (4). Idéntica anomalía fue detectada por Dobatfin y Anoshkin en la obtención de lingotes de la aleación VT5 (Ti - 5%Al - 2,5%Sn) (5).

Por otra parte, cuando alguno de los elementos aleantes tiene mayor punto de fusión que el del metal base, puede quedar incompleta la disolución durante su permanencia en la pileta líquida. Observaciones directas efectuadas mientras se fundían electrodos de Ti de 200 mm de diámetro en

moldes de 350 mm muestran que el sobrecalentamiento del baño metálico no supera los 130°C. Durante el régimen estacionario de fusión (6500 A de corriente) la temperatura de electrodo alcanza 450 a 500°C, excepto en una pequeña región próxima al arco donde se incrementa bruscamente hasta la temperatura de fusión del Ti (1667°C). Por lo expuesto los autores aconsejan para la fusión industrial de aleaciones de Ti que los puntos de fusión de los elementos de adición deben ser superiores a 400 a 500°C, y menores a la temperatura "solidus" de la aleación a obtener, a fin de garantizar una adecuada homogeneidad química del lingote luego de la primera fusión (5).

Debido a la similitud de las propiedades físicas y químicas del Ti y del Zr, es posible extender, con ciertas reservas, el criterio expuesto por Dobatkin y Anoshkin a las aleaciones de Zr. Del análisis de la tabla I puede concluirse que, para el caso del Zircaloy 4, es el Sn el único metal crítico que no satisface las condiciones arriba mencionadas.

b) Agregado directo de los aleantes al baño metálico:

La incorporación directa de los aleantes a la pileta líquida (por medio de una tolva o algún otro dispositivo) también ha sido ensayada. Para evitar la segregación de Sn en pequeños lingotes de Zircaloy 1, este componente fue agregado en trozos al baño metálico a una velocidad de alimentación proporcional a la velocidad de consumo del electrodo. Esta técnica fue insatisfactoria debido a que el Sn o compuestos de Zr-Sn descendían al fondo de la pileta solidificando antes de disolverse completamente originando inclusiones metálicas. Si bien durante la refusión se completaba la disolución, es aconsejable que esto ocurra durante la primera fusión a fin de poder cumplir rígidas especificaciones (4).

La alimentación en forma de polvos facilita la disolución del aleante (debido al aumento de la superficie específica), pero presenta la desventaja de que los polvos pueden ser "soplados" por los gases ocluidos en la esponja que evolucionan durante la fusión en vacío (4). Para Zircaloy 2 (Zr-1,5%Sn- 0,12% Fe-0,1%Cr-0,05%Ni) los mejores resultados fueron obtenidos por adición de polvos previamente mezclados y comprimidos en forma de pastillas (4).

c) Agregado de los aleantes en forma de aleaciones madres:

Con el objeto de evitar la exudación del electrodo es posible adicionar, via electrodo, los elementos de bajo punto de fusión en forma de aleaciones madres, que fundan a mayor temperatura. También es posible adicionar los metales de alto punto de fusión en aleaciones madres, que fundan a menor temperatura. Existen antecedentes de este tipo en diversas aleaciones de Ti (5).

Hasta el presente no ha sido publicado el uso de aleaciones madres en la elaboración de lingotes de Zircaloy 4.

En las primeras experiencias llevadas a cabo por el Proyecto Planta Piloto Fabricación de Aleaciones Especiales (PPFAE) de la CNEA para la elaboración de lingotes de Zircaloy 4 en escala de laboratorio se adoptó el método del electrodo aleado con los metales en estado puro. Trozos de Sn, Fe y Cr fueron envueltos en una delgada hojuela de Zr conformándose un pequeño envoltorio que era adicionado a la cantidad correspondiente de esponja de Zr durante la compactación de las briquetas. Así, para obtener lingotes de primera fusión de 4,5 a 4,8 Kg en moldes de 75 mm de diámetro, fue determinado un tamaño óptimo de electrodo: 15 a 16 módulos de 300 gr cada uno, 40 mm de diámetro, conformados al 80 a 85% de su densidad teórica en una prensa hidráulica. Los compactos eran luego soldados por el proceso TIG (6).

El departamento de Materiales de la CNEA, a través de la División Solidificación y Fundición, colaboró con el Proyecto PPFAE, realizando un estudio de la incorporación de aleantes en el proceso VAR de Zircaloy 4. Se estudió la aleación ternaria Sn- 11,9%Fe- 5,7%Cr, de la cual no existen antecedentes en la literatura, con vistas a desarrollar un procedimiento que acelera la confección de electrodos. Los componentes de la misma guardan entre sí la misma proporción que la de los elementos aleantes en el Zircaloy 4 en su composición promedio.

2. TECNICAS EXPERIMENTALES

a) Preparación de la aleación:

Los metales utilizados fueron Sn (99,8%), Fe(99,5%) y Cr (99,99%). Análisis semicuantitativos de recepción, efectuados con microsonda Laser, revelaron la presencia de Fe, Pb, Cu y Ca en Sn en tenores menores que 0,1% para cada elemento.

Las aleaciones fueron fundidas en horno de inducción bajo atmósfera inerte (argón), usando crisol de grafito revestido con hormigón de alúmina. Temperaturas hasta 1200°C fueron medidas con termocupla de cromel-alumel, y superiores a este valor con pirómetro óptico de radiación total. Las aleaciones fueron homogeneizadas durante 15 min a 1500°C y luego coladas en molde de grafito.

b) Deformación plástica de la aleación:

Se efectuaron ensayos de laminación (con rodillos de 20 cm de diámetro) y de forja rotativa (con matriz reductora 9-7,5 mm) a temperatura ambiente y a 200°C.

c) Fraccionamiento de la aleación en estado pastoso:

Se diseñó y construyó una matriz (fig. 2) de acero SAE 1010 para fraccionar la aleación en estado pastoso y obtener pequeñas pastillas. Consta de tres planchas impares (fig. 3a), tres planchas "pares" (fig. 3b), un embudo de colada revestido con hormigón de alúmina (fig. 3c), una tapa-fondo (fig. 3d) y cuatro guías.

El dispositivo se opera de la siguiente manera:

- * Se vierte el metal a 1500°C aproximadamente sobre la matriz (fig. 4), llenando los canales resultantes de la posición "abierta" (fig. 5a). La colada se efectúa bajo atmósfera inerte (fig. 6) sobre la matriz precalentada a 250°C aproximadamente con un calefactor eléctrico ubicado debajo de la misma (fig. 4).
- * Fuera del horno, y encontrándose el metal en estado pastoso, se lleva la matriz a la posición "cerrada" (fig. 5b) mediante una prensa hidráulica (fig. 7).
- * Una vez que la matriz se enfría hasta la temperatura ambiente se extraen las pastillas con ayuda de un punzón activado por el mismo sistema hidráulico (fig. 8).

d) Obtención de lingotes de Zircaloy 4 con el procedimiento de las pastillas:

Se prepararon briquetas constituidas por:

* Una pastilla de Sn- 11,6%Fe- 5,9%Cr y peso comprendido entre 5,3 y 5,4 grs.

* 295 grs. de esponja de Zr de grado nuclear (2).

Se confeccionaron y posteriormente se fundieron varios electrodos constituidos, cada uno, por 16 de estas briquetas, siguiendo una metodología idéntica a la adoptada por el Proyecto PPFAE de la CNEA.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

a) Características de la aleación:

Análisis térmico realizado a velocidades de calentamiento y enfriamiento menores que 10°C/min permitieron medir las temperaturas de las principales transformaciones de fase: T "liquidus" = (1140[±]20)°C y T "solidus" = (231[±]1)°C.

Las fases presentes fueron identificadas metalográficamente. Las figs. 10 y 11 muestran la microestructura de fundición de probetas pulidas y atacadas (2,5% NO₃H - 2,5% ClH- 95% glicerina). Puede distinguirse:

* Una fase blancuzca, extremadamente blanda, que ocupa aprox. el 30% de la superficie metalográfica.

* Una fase gris clara, más dura, mayoritaria.

Las fig. 12 y 13 muestran la misma probeta observada con microscopio electrónico de barrido. Se aprecia la existencia de una tercera fase, gris oscura, rodeada íntegramente por la fase gris clara. La fig. 13 se complementa con las figs. 14a, 14b y 14c, que son los mapas de la distribución de Sn, Fe y Cr respectivamente, obtenidos por microanálisis dispersivo de energía EDAX. Se advierte que el Fe y el Cr se distribuyen en forma muy semejante en la microestructura de la aleación, concentrándose fundamentalmente en la fase gris oscura, mientras que el Sn se localiza en la fase blancuzca y en menor medida en la fase gris clara.

Difractometría de rayos X, utilizando la radiación característica del Co filtrada con monocromador ($\lambda_{K\alpha 1} = 1,7902 \text{ \AA}$), dieron espectros que coinciden con el del Sn y con el del compuesto intermetálico Sn₂Fe. Las líneas de este último se presentan muy achatadas, con el aspecto típico de fases muy deformadas.

b) Obtención de las pastillas:

La fig. 15 muestra la distribución, según el peso, de una serie de 265 pastillas obtenidas en una colada, por el procedimiento descripto.

Análisis de Fe y Cr, efectuados mediante espectrofotometría de absorción atómica en cuatro pastillas seleccionadas al azar, dieron los siguientes valores promedio: $(11,6 \pm 0,1)\% \text{Fe}$ y $(5,9 \pm 0,1)\% \text{Cr}$, los cuales no difieren significativamente de los valores nominales. Determinaciones de gases sobre las mismas muestras resultaron: $(640 \pm 40) \text{ppm O}$, $(13 \pm 2) \text{ppm N}$ y $(9 \pm 3) \text{ppm H}$. Análisis semicuantitativos, llevados a cabo con microsonda Laser, revelaron la presencia de Mg, Mn, Cu, Ca y Al en tenores menores que 0,1% para cada impureza.

c) Obtención de lingotes de Zircaloy 4:

Uno de los lingotes fue analizado químicamente en seis regiones: tres a lo largo del eje de simetría y tres a lo largo de una generatriz. Se usó la técnica de volumetría para la determinación del Sn y de espectrofotometría de absorción atómica para la del Fe y Cr. No se detectó macrosegregación de ningún elemento aleante en el lingote analizado.

También se efectuaron análisis de gases y análisis espectrográfico de impurezas en las muestras. Los valores resultante satisfacen las especificaciones ASTM.

Al examinar visualmente las porciones de electrodos que quedaron sin fundir se detectó la existencia de orificios que correspondían a la ubicación original de las pastillas en las briquetas (fig. 16).

4. DISCUSION

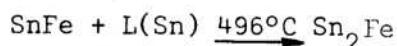
a) Características de la aleación:

No existe el diagrama de equilibrio ternario Sn-Fe-Cr en la literatura. En las figs. 17, 18 y 19 se reproducen los sistemas binarios Sn-Fe (7), Sn-Cr (8) y Fe-Cr (7), los que sirven como orientación para comprender e interpretar las fases que aparecen en la aleación ternaria Sn- 11,6% Fe- 5,9%Cr obtenida.

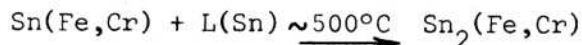
La fase blancuzca que aparece en las figs. 10 a 13 ha sido identificada como Sn (prácticamente puro) y es la última que solidifica. Esta

afirmación está avalada por el mapa de la distribución del Sn (fig. 14a), por su espectro de difracción de rayos X y por la proximidad de la temperatura "solidus" de la aleación (231°C) con respecto de la temperatura de fusión del Sn (232°C).

La morfología de la aleación es típica de una transformación peritética incompleta (no en equilibrio), obtenida durante la solidificación a velocidades de enfriamiento normales. En el sistema binario Sn-Fe (fig. 17) puede verse que, en la región rica en Sn, se produce la reacción peritética:



En la aleación ternaria preparada, si bien aparece el espectro de difracción del intermetálico Sn_2Fe , no puede concluirse la existencia de este compuesto libre de Cr, ya que las figs. 14b y 14c evidencian que, allí donde existe Fe, también puede hallarse Cr. Es posible, entonces, que la fase gris clara sea un intermetálico ternario del tipo $\text{Sn}_2(\text{Fe},\text{Cr})$, donde los átomos de Cr se ubicarían sustituyendo a los átomos de Fe en la red cristalina del Sn_2Fe . Esta sustitución no alteraría significativamente los parámetros de red de la celda elemental (BCT) ya que, de ser así, su espectro resultante estaría sistemáticamente desplazado con respecto del espectro tabulado del Sn_2Fe . El ensanchamiento de los picos del espectro de difracción de la fase gris clara se debe a la distorsión de la red cristalina originada por las tensiones residuales que quedan luego de la solidificación. Debido a que el Sn recupera a temperatura ambiente esta fase no acumula tensiones y, por ende, no se modifica su espectro característico. Por otra parte, la fase gris oscura podría ser un compuesto del tipo $\text{Sn}(\text{Fe},\text{Cr})$ u otros mas empobrecidos en Sn, de manera tal que podría haberse producido una reacción peritética como la siguiente:



La confirmación de esta hipótesis requiere mayor soporte experimental.

La presencia de esta apreciable cantidad de compuestos intermetálicos (superior a 70% en volumen) es la principal responsable de la gran fragilidad de la aleación.

c) Obtención de las pastillas:

El rango de solidificación tan extendido (1140 a 231°C), así como la existencia de un adecuado porcentaje de fase líquida (30% en volumen aproximadamente) a temperaturas razonablemente bajas (231°C), hizo posible conformar pastillas en estado pastoso sin mayores dificultades. El comportamiento de la aleación es consistente con las observaciones de Spencer y colaboradores (9) en aleaciones parcialmente solidificadas.

Las limitaciones del método de aleado con pastillas están dadas por dos circunstancias:

* La magnitud de la desviación de la composición química de la aleación luego de la colada con respecto de la composición química teórica o nominal (Sn- 11,9% Fe-5,7%Cr).

* La magnitud de la dispersión en pesos de las pastillas con respecto del peso teórico o nominal (5,28 grs.).

Con respecto de la primero (desviación en composición) puede afirmarse que, en virtud de los metales que se fundieron, los materiales con los cuales se preparó el crisol, el molde, etc., así como por el proceso de fundición empleado (horno de inducción bajo atmósfera inerte), no se produjeron desviaciones significativas de la composición nominal (tal como ocurriría, por ejemplo, por oxidación o contaminación del metal, por volatilización de alguno de los elementos etc.).

Los análisis químicos de las pastillas obtenidas nos dicen que la desviación relativa en composición ha sido: 0,1% para el Sn; 2,5% para el Fe y 3,5% para el Cr.

A partir de las especificaciones ASTM para Zircaloy 4 (tabla I) (2), puede calcularse la tolerancia relativa en la composición para cada uno de los elementos de adición (ϵ), efectuando el cociente entre la tolerancia absoluta (Δx) y la composición química promedio ($\bar{x}$):

$$\epsilon(\text{Sn}) = \frac{\Delta \text{Sn}}{\bar{\text{Sn}}} = \frac{0,25\%}{1,45\%} = 17\%$$

$$\epsilon(\text{Fe}) = \frac{\Delta \text{Fe}}{\bar{\text{Fe}}} = \frac{0,03\%}{0,21\%} = 14\%$$

$$\epsilon(\text{Cr}) = \frac{\Delta \text{Cr}}{\bar{\text{Cr}}} = \frac{0,03\%}{0,10\%} = 30\%$$

De estos resultados se desprende que deben arbitrarse precauciones

para que el Fe, que es el elemento más crítico (le siguen el Sn y el Cr en importancia), se aproximen lo más posible a la composición química nominal de las pastillas (Sn- 11,9Fe- 5,7%Cr) y, de este modo, a la composición química nominal del electrodo (Zr- 1,45%Sn- 0,21%Fe- 0,1%Cr).

En la fig. 20 se grafica el rincón rico en Sn del sistema ternario Sn-Fe-Cr en donde se establece el rango de composiciones admisibles en pastillas de pesos comprendidos entre 5 y 5,8 grs. Es evidente que, de seleccionar pastillas con una tolerancia en peso más exigente (por ejemplo, la de peso nominal: 5,28 grs), el rango de composiciones admisibles se amplía.

Con respecto de lo segundo (desviaciones en peso), se puede comprobar que, con las características dimensionales de la matriz diseñada, se obtienen pastillas de peso promedio (5,4 grs) y dispersión ($\pm$ 0,4 grs) aceptables, lo cual implica una dispersión relativa de 7% aproximadamente. En efecto, tal como se puede verificar en la tabla II, las 265 pastillas de composición y pesos resultantes son adecuadas para confeccionar briquetas de 300 grs, cuya composición nominal satisfaga las normas ASTM para Zircaloy 4.

c) Obtención de lingotes de Zircaloy 4:

El procedimiento de aleado con pastillas resulta enormemente ventajoso, comparado con el de aleado con los metales en estado puro, fundamentalmente por la rapidez con que se pueden confeccionar electrodos en escala de laboratorio ya que se evitan engorrosas pesadas.

La existencia de orificios en las porciones de electrodo que quedaron sin fundir (fig. 16) está indicando claramente que el aleante no ingresa simultáneamente con la esponja de Zr a la pileta líquida. La no aparición de macrosegregación, pese a este hecho, puede tener la siguiente explicación: En lingotes de pequeñas dimensiones como los obtenidos el volumen de la pileta líquida es varias veces mayor que el volumen del compacto, tal como fue determinado por Leyt y Volpi (6). Ello atenúa las inhomogeneidades químicas originadas por la diferencia relativa entre la velocidad de alimentación y la velocidad de solidificación de la aleación. Macrosegrecación por fusión prematura de los elementos aleantes de bajo punto de fusión es más importante en lingotes de dimensiones industriales ya que esta diferencia es mucho menor.

Es evidente que si el electrodo consumible alcanza temperaturas comprendidas entre 231°C y 500°C durante la operación del horno de arco se fundirá el Sn libre que representa el 30% aproximadamente en volumen de la aleación. En este caso el Sn líquido puede quedar retenido por capilaridad en la pastilla. Pero si el electrodo supera los 500°C, se fundirá la fase gris clara y la fracción líquida será superior al 80% con lo cual la aleación tendrá la característica de fluido viscoso ("slurry") (9) y escurrirá a través de la esponja compactada.

Por lo expuesto se desprende que no es aconsejable el uso de la aleación madre Sn- 11,9%Fe- 5,7%Cr para la obtención de lingotes de Zircaloy 4 en escala industrial.

Del análisis de los diagramas de fase binarias Sn-Fe, Sn-Cr y Sn-Zr (7) se desprende que el compuesto intermetálico Sn_2Zr , formado peritéticamente a 1140°C presenta interés por su alto punto de fusión como aleación madre para requerimientos industriales.

5. CONCLUSIONES

Se ha determinado el rango de solidificación e interpretado la microestructura de fundición de la aleación ternaria Sn- 11,9%Fe- 5,7%Cr, acerca de la cual no existían antecedentes en la literatura.

Fue desarrollado un procedimiento ventajoso para incorporar los elementos aleantes en la refusión por arco en vacío de Zircaloy 4, por el proceso de electrodo consumible. Consiste, básicamente, en adicionar pastillas de la aleación ternaria Sn- 11,9%Fe- 5,7%Cr, conformadas en estado pastoso mediante una matriz especialmente diseñada.

Es recomendable el estudio de otras aleaciones madres de mayor punto de fusión (a base de Sn-Zr, con eventuales agregados de Fe y/o Cr), con vistas a su utilización en la producción industrial de lingotes de Zircaloy 4.

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Srta. S. Bermudez y al Sr. H. Rafaelli del Departamento de Materiales, y a los Ings. A. Leyt, R. M. Volpi y J. C. Almagro del Proyecto PPFAE por la colaboración brindada durante el desarrollo del presente trabajo.

REFERENCIAS

1. A. Leyt: "Los procesos de fusión por arco de metales reactivos", TE 3/41, Comisión Nacional de Energía Atómica, Argentina, (1970).
2. 1974 Annual Book of ASTM Standards: "Zirconium and Zirconium alloy ingots for nuclear applications", B 350-73, Philadelphia, (1974).
3. C.J. Smithells ed.: "Metal Reference Book" 5. ed., Butterworths, London, (1976).
4. R.A. Beall: "Cold mould arc melting and casting", Bulletin 646, Bureau of Mines, Oregon, U.S. Department of Interior, (1968).
5. V. I. Dobatkin and N.F. Anoshkin: "Choice of vacuum arc melting parameters to ensure ingot chemical homogeneity", The Science, Technology and Applications of Titanium, R.I. Jaffee and N.E. Promisel, eds., Pergamon Press, (1968), 57-65.
6. A. Leyt y R.M. Volpi: Comunicación privada.
7. M. Hansen and K. Anderko: "Constitution of binary alloys", Mc Graw-Hill, New York, (1958).
8. W. G. Moffatt: "The handbook of binary phase diagrams", General Electric Company, Schenectady, New York, (1978).
9. D.B. Spencer, R. Mehrabian and M.C. Flemings: "Rheological behaviour of Sn- 15% Pb in the crystallization range", Metal, Trans., 3, (1972), 1925-1932.

FIGURAS

1. Esquema simplificado de un horno de fusión por arco bajo vacío con electrodo consumible.
2. Matriz desarmada: a. planchas "pares", b. planchas "impares", c. embudo de colada, d. tapa-fondo, e. guías, f. pastillas.
3. Esquema de la matriz desarmada.
4. Matriz en posición "abierta" colocada en el interior del horno de inducción, crisol, termocupla y calefactor eléctrico.
5. Esquema de la matriz: a. en posición "abierta", b. en posición "cerrada".
6. Horno de inducción al vacío utilizado.
7. Fraccionamiento de la aleación en estado pastoso: matriz en posición "abierta" colocada en la prensa hidráulica.
8. Extracción de las pastillas: prensa hidráulica, una de las planchas y punzón no en posición de trabajo.
9. Esponja de Zr, briqueta y dos métodos de aleado (envoltorio con los elementos aleantes en estado puro o pastilla de la aleación Sn- Fe- Cr).
10. Imagen obtenida con metalografía óptica de la aleación Sn- 11,9%Fe- 5,7%Cr pulida y atacada ($2,5\% \text{NO}_3\text{H}$ - $2,5\% \text{ClH}$ - 95% glicerina), 100x.
11. Idem fig. 10, 400x.
12. Imagen obtenida con microscopía electrónica de barrido de la aleación Sn- 11,9%Fe- 5,7%Cr pulida y atacada, 1100x.
13. Idem fig. 12, 2200x.
14. Mapa de distribución de los elementos según imagen EDAX (ver fig. 13): a. Sn, b. Fe, c. Cr.
15. Histograma de distribución según el peso de una serie de 265 pastillas obtenidas en una colada.
16. Porciones finales de varios electrodos consumibles aleados con pastillas que quedaron sin fundir luego de ser extraídos del interior del horno de arco bajo vacío. Obsérvense los agujeros formados por fusión prematura de las pastillas.

17. Diagrama de equilibrio del sistema binario Sn-Fe (7).
18. Diagrama de equilibrio del sistema binario Sn-Cr (8).
19. Diagrama de equilibrio del sistema binario Fe-Cr (7).
20. Rincón rico en Sn del sistema ternario Sn-Fe-Cr. Area sombreada:
rango de composiciones admisibles en pastillas de peso comprendido
entre 5 y 5,8 grs.

Tabla I

Composición química y temperatura de fusión de los principales constituyentes del Zircaloy 4 (2,3):

ELEMENTO	COMPOSICION (NORMA ASTM)	COMPOSICION PROMEDIO	TEMPERATURA DE FUSION
Zr	99,80%	99,80%	1852°C
Sn	1,20 a 1,70%	1,45%	232°C
Fe	0,18 a 0,24%	0,21%	1536°C
Cr	0,07 a 0,13%	0,10%	1860°C

Tabla II

Composición nominal de briquetas de 300 grs. obtenidas con pastillas de Sn-11,6%Fe-5,9%Cr de distintos pesos:

PESO PASTILLA (grs.)	% Sn	% Fe	% Cr
5,0	1,38	0,193	0,098
5,1	1,40	0,197	0,100
5,2	1,43	0,201	0,102
5,3	1,46	0,205	0,104
5,4	1,49	0,209	0,106
5,5	1,51	0,213	0,108
5,6	1,54	0,217	0,110
5,7	1,57	0,220	0,112
5,8	1,60	0,224	0,114

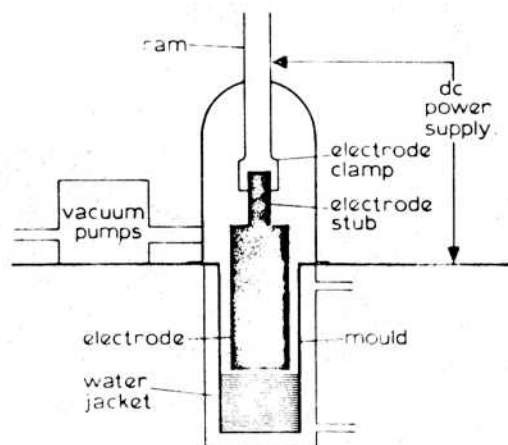


Fig. 1

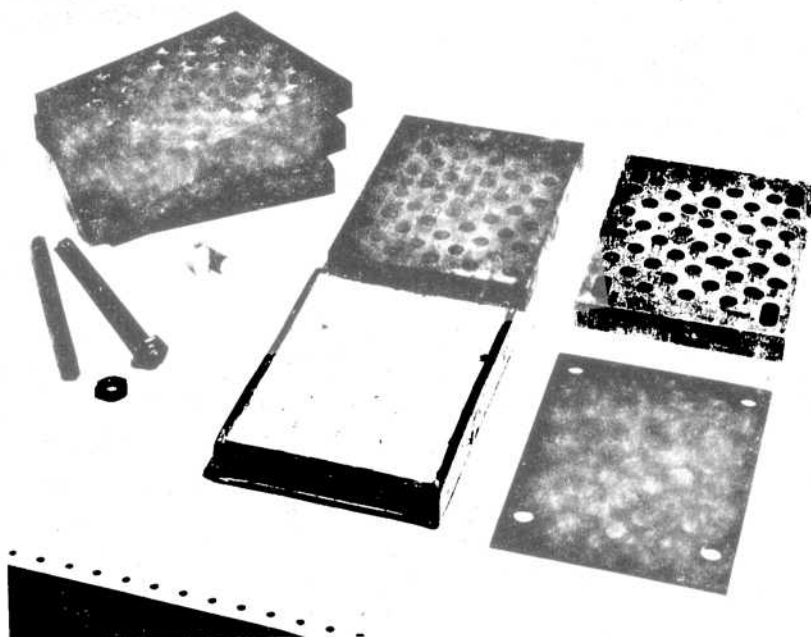
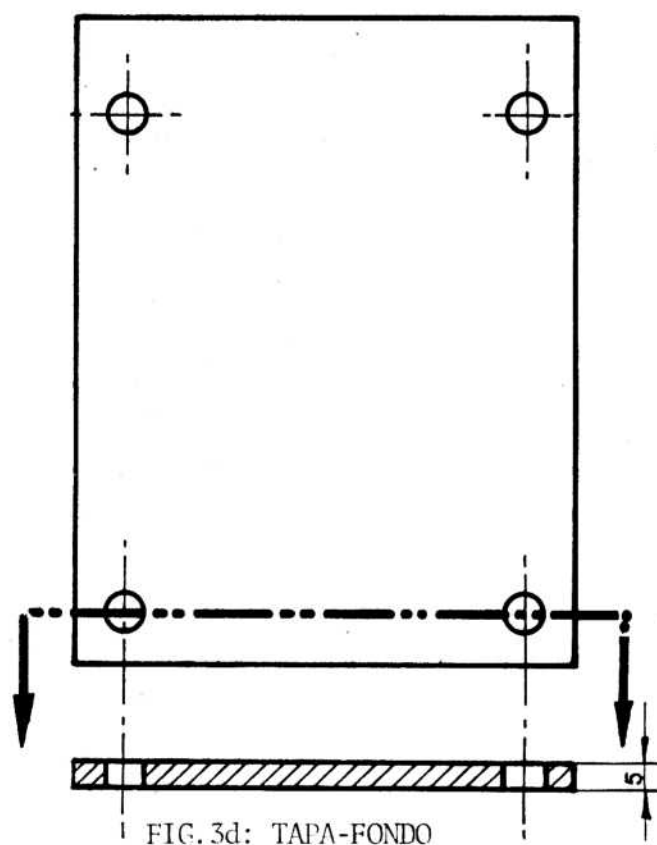
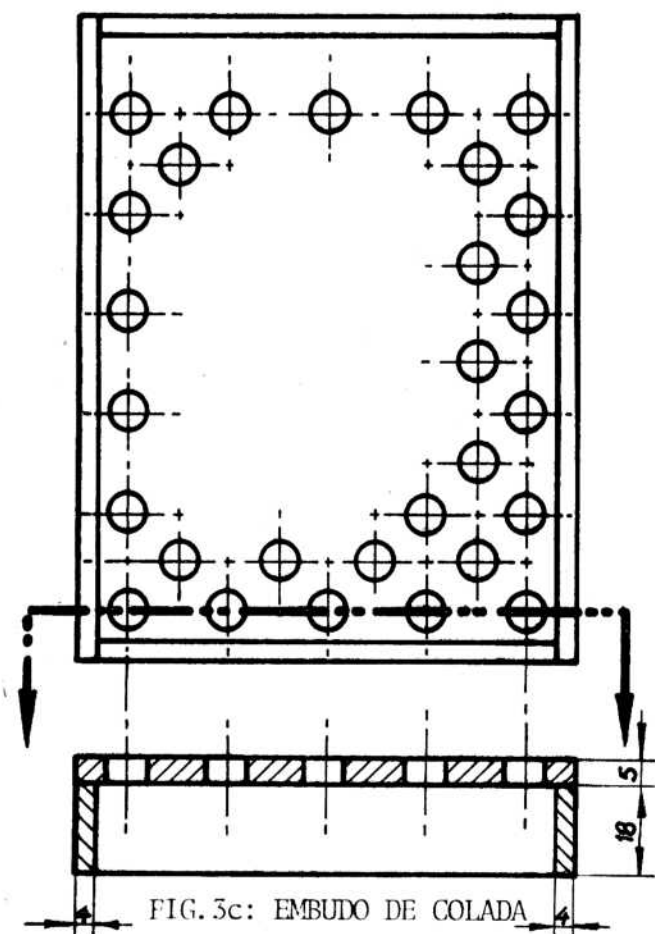
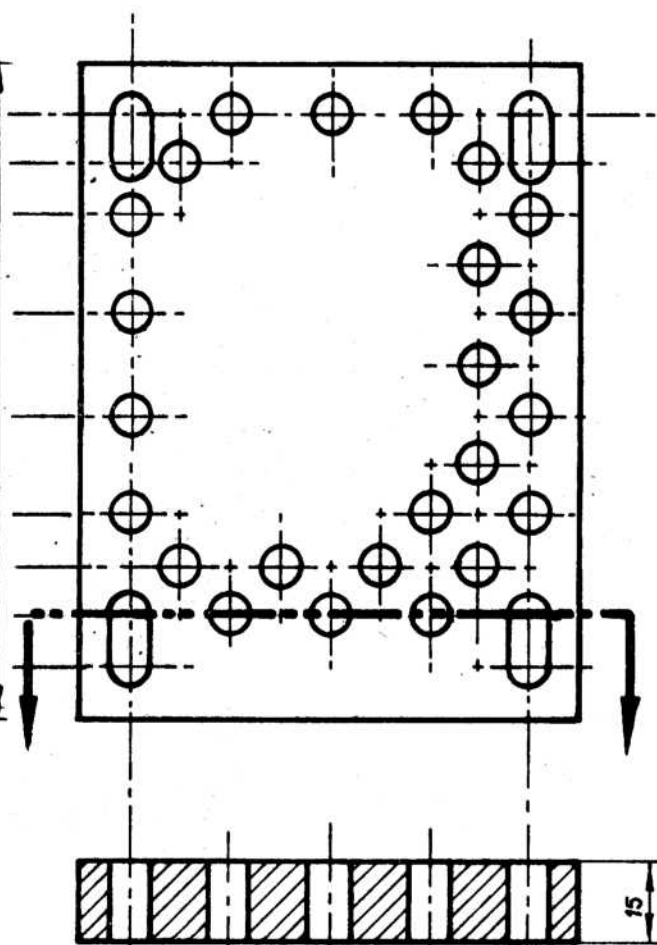
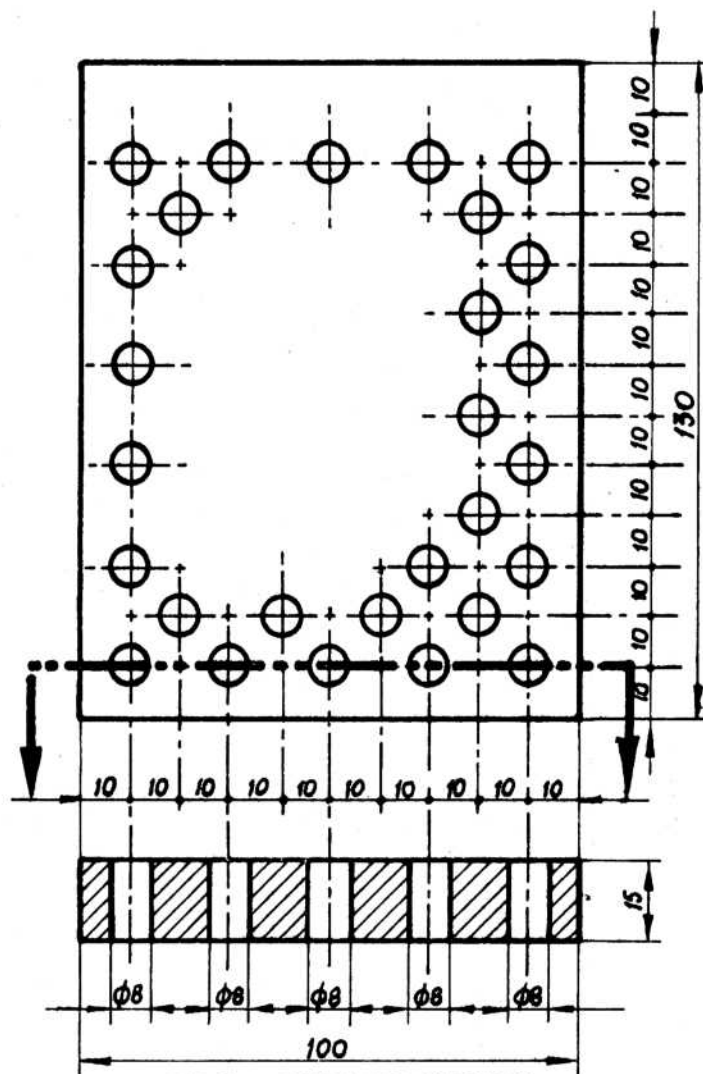


Fig. 2



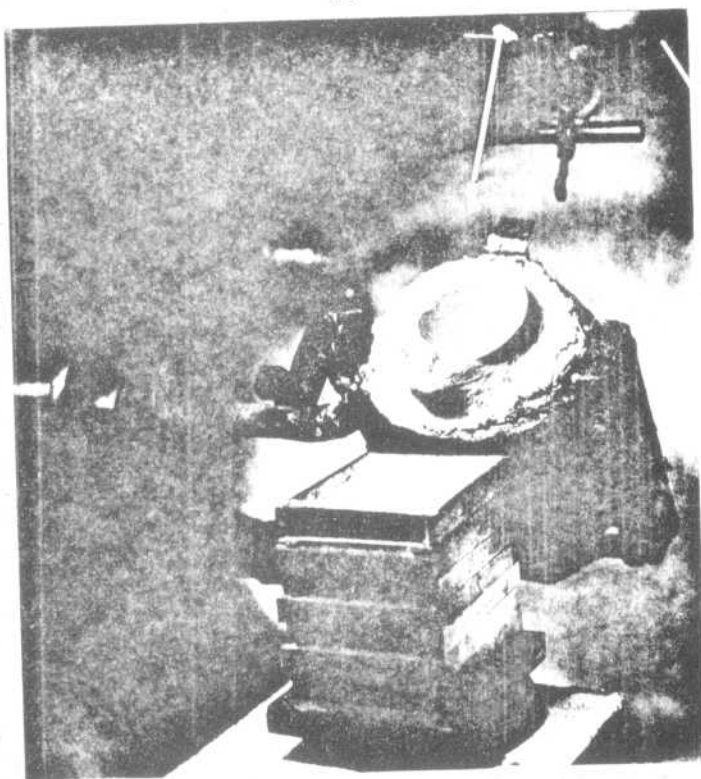


Fig. 4

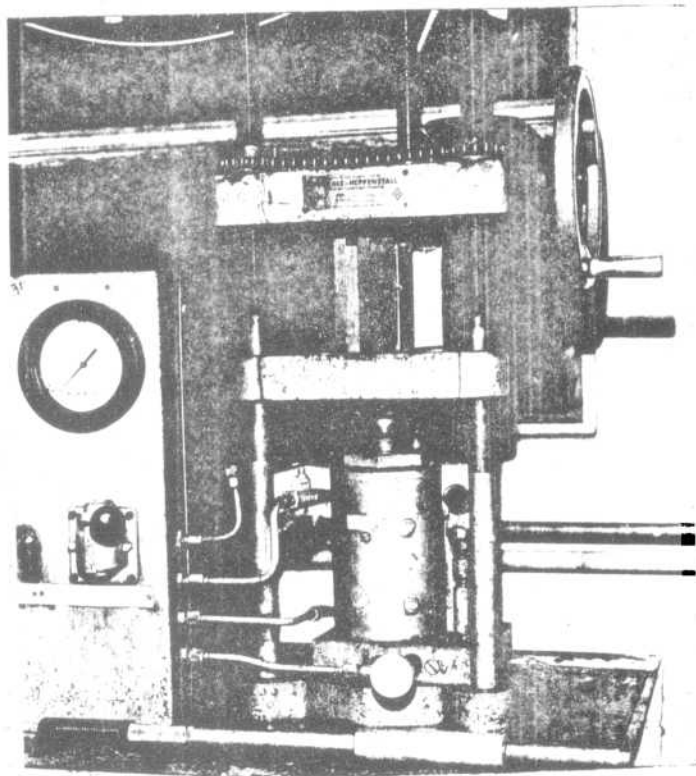


Fig. 7

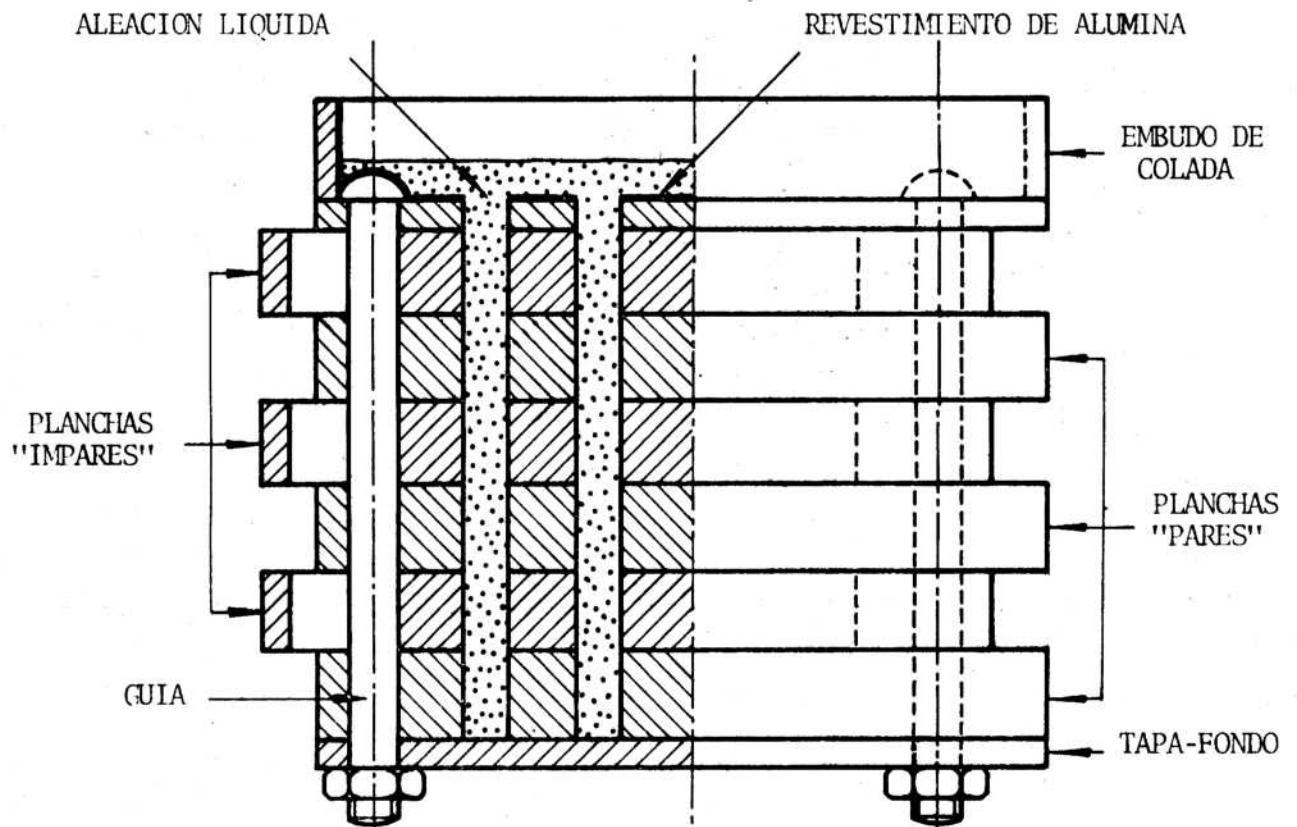


FIG. 5a: MATRIZ EN POSICION "ABIERTA"

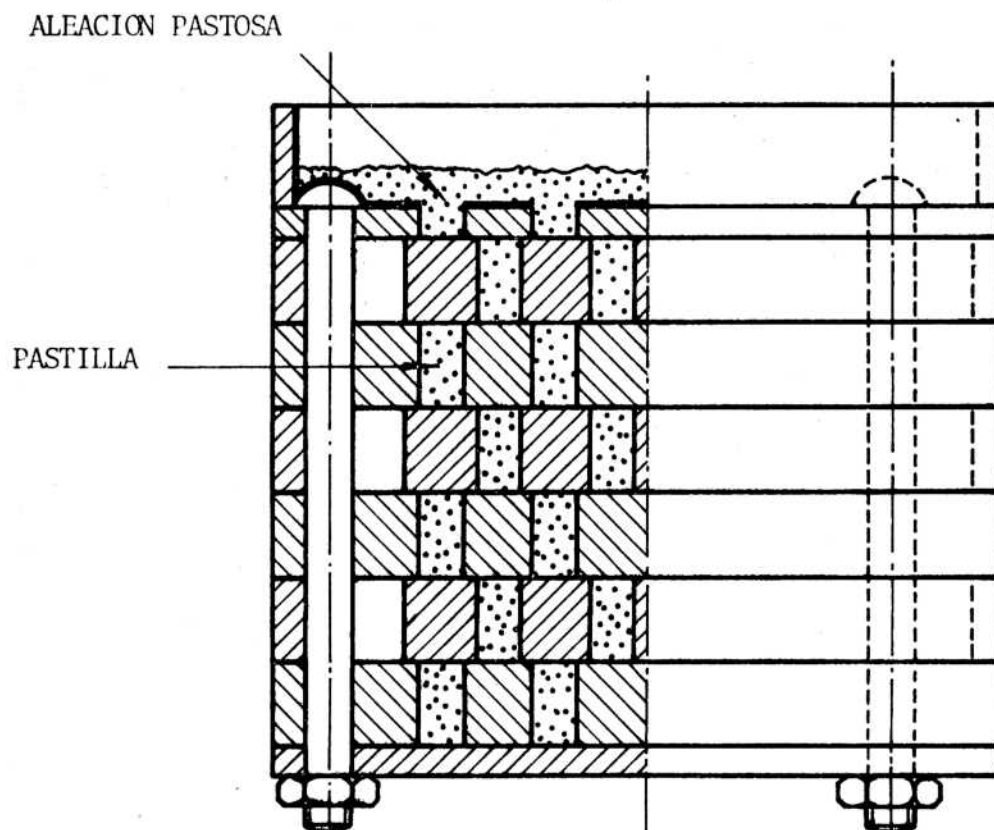


FIG. 5b: MATRIZ EN POSICION "CERRADA"

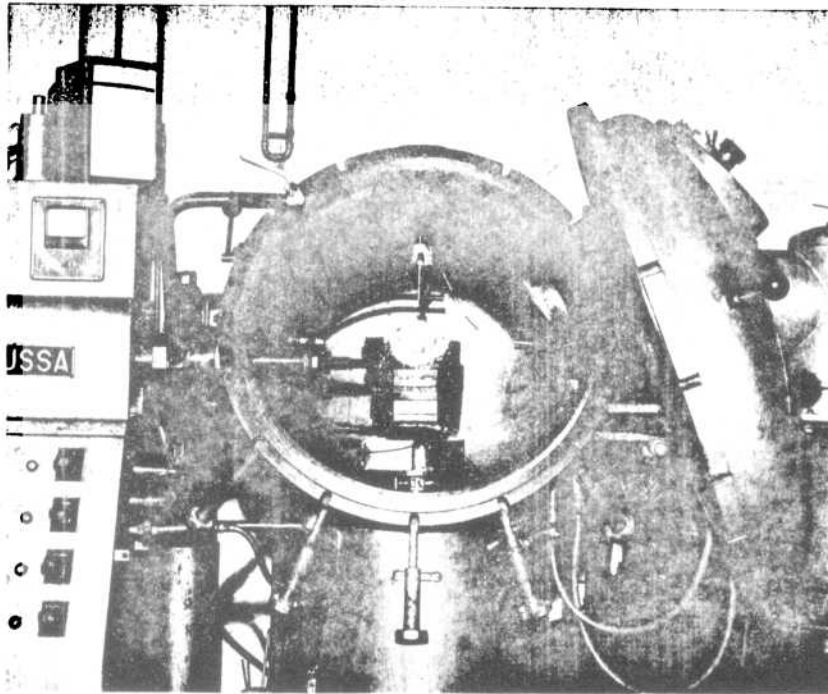


Fig. 6

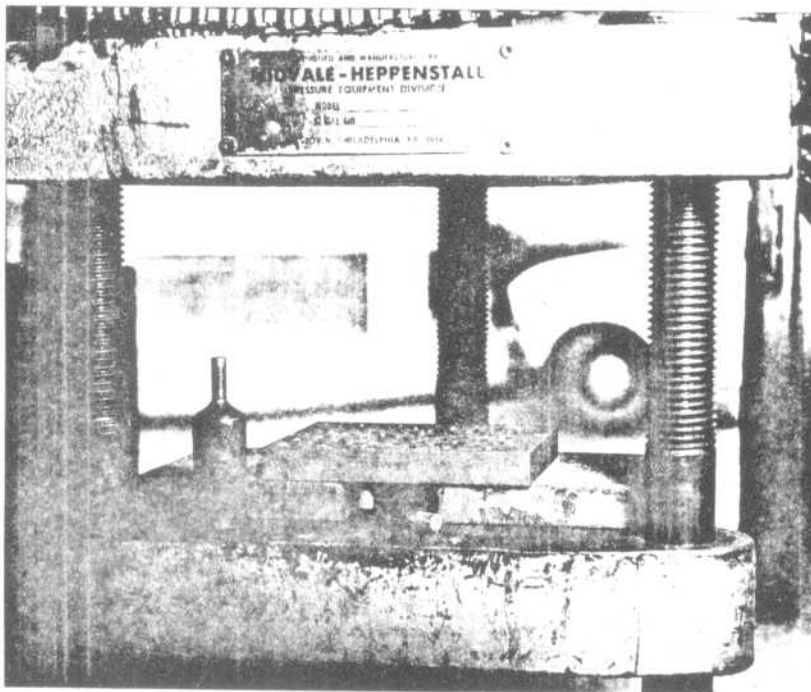


Fig. 8



Fig. 9

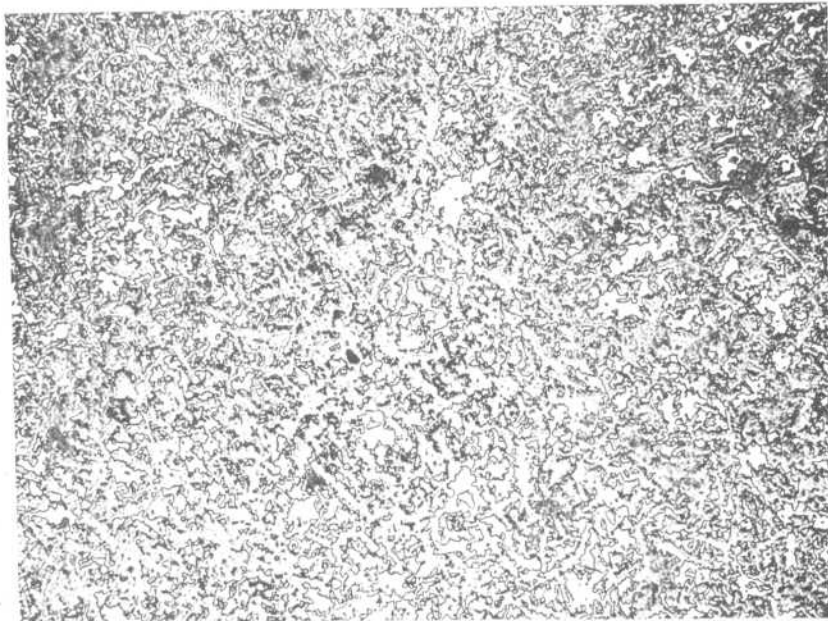


Fig. 10

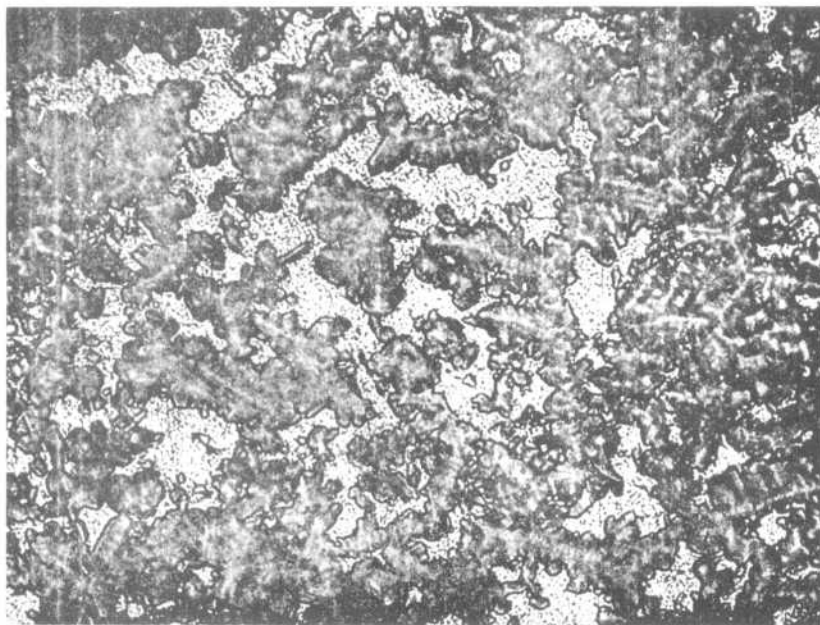


Fig. 11

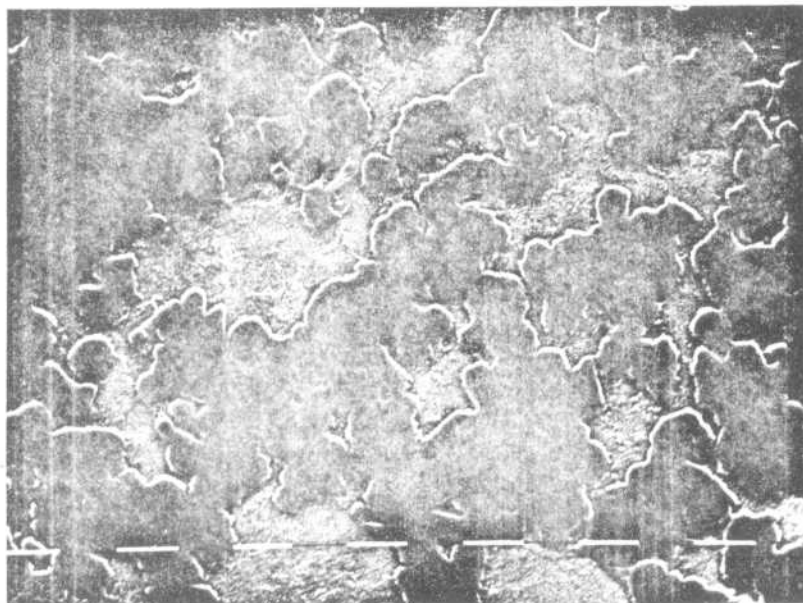


Fig. 12

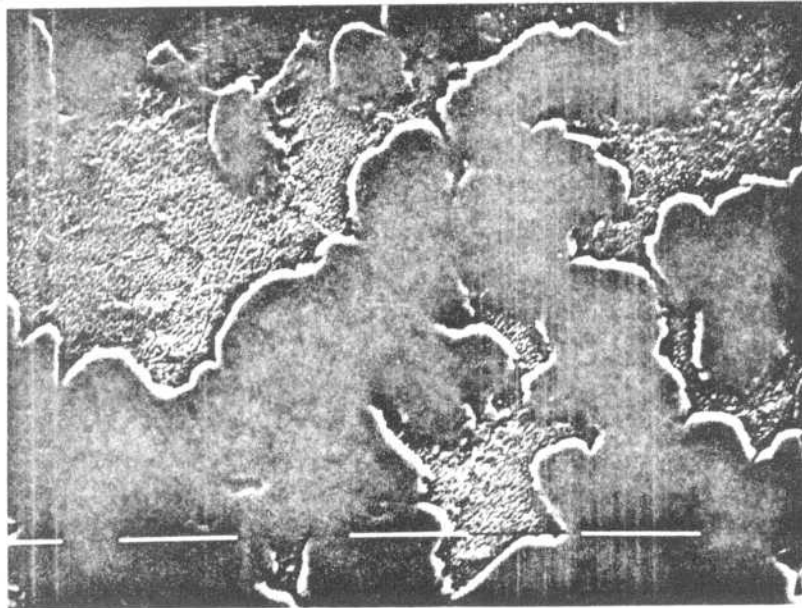


Fig. 13

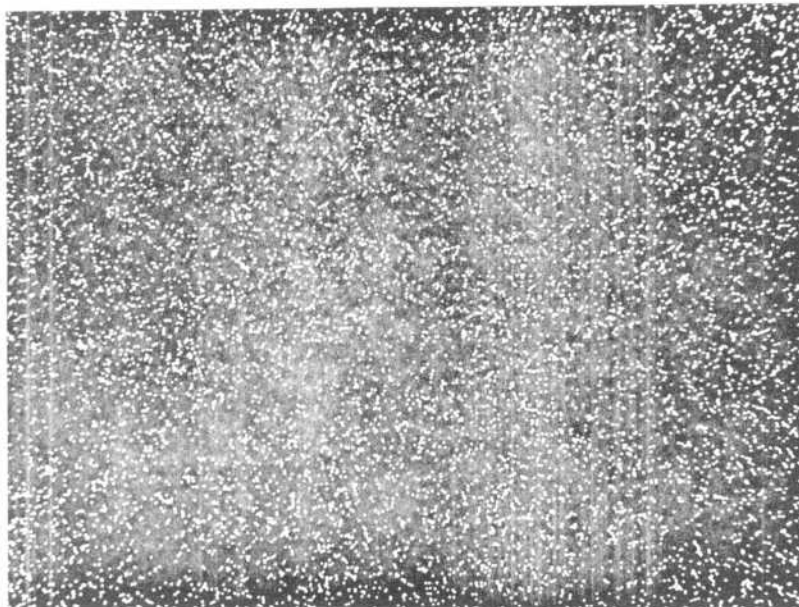


Fig. 14 a

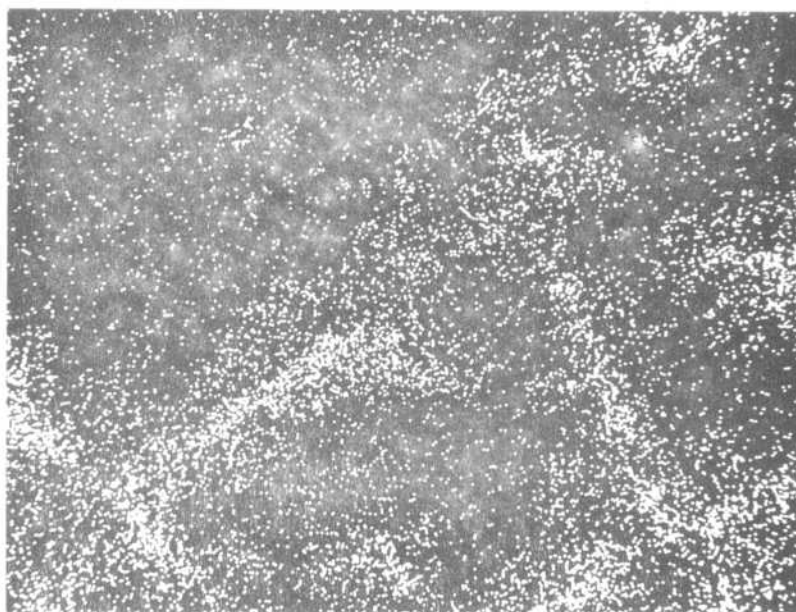


Fig. 14 b



Fig. 14 c

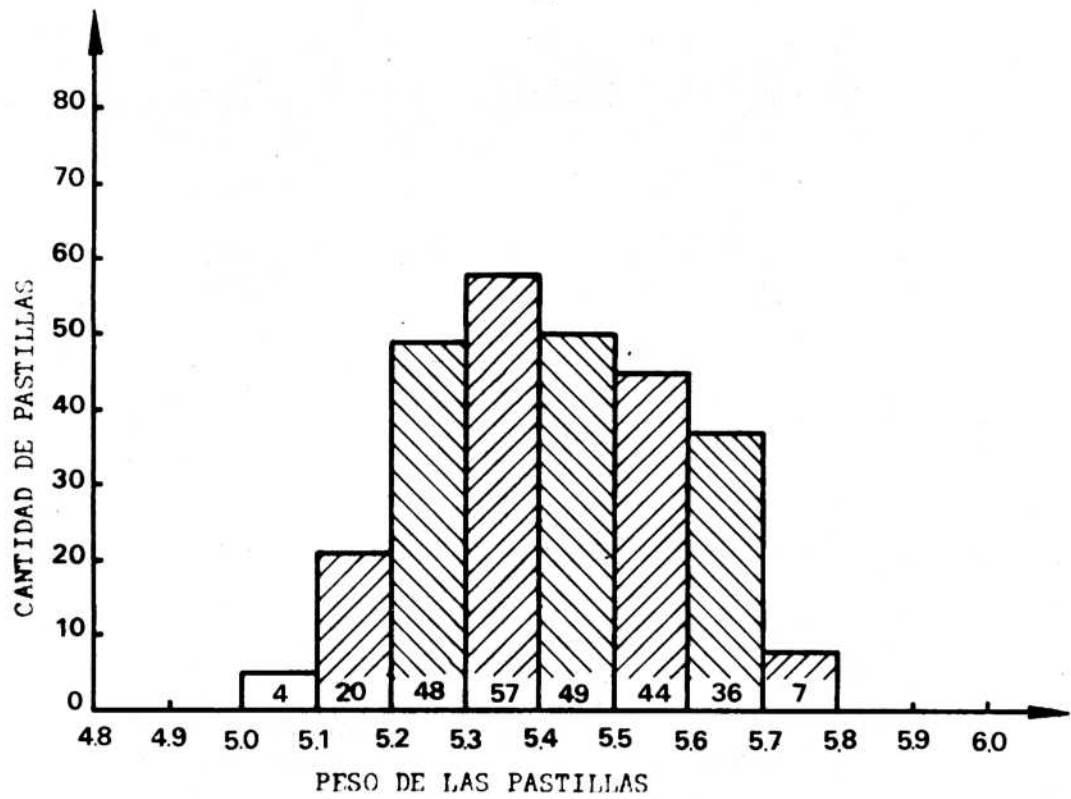


Fig. 15

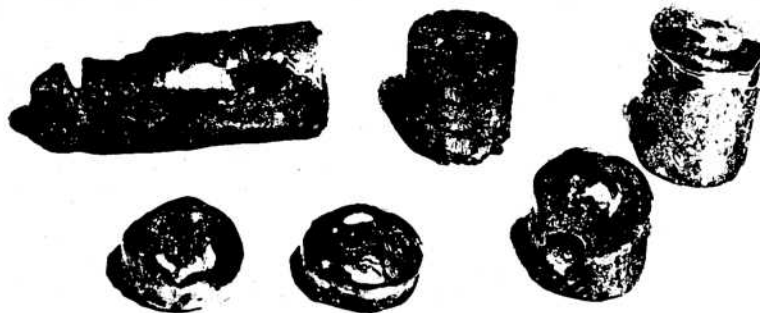


Fig. 16

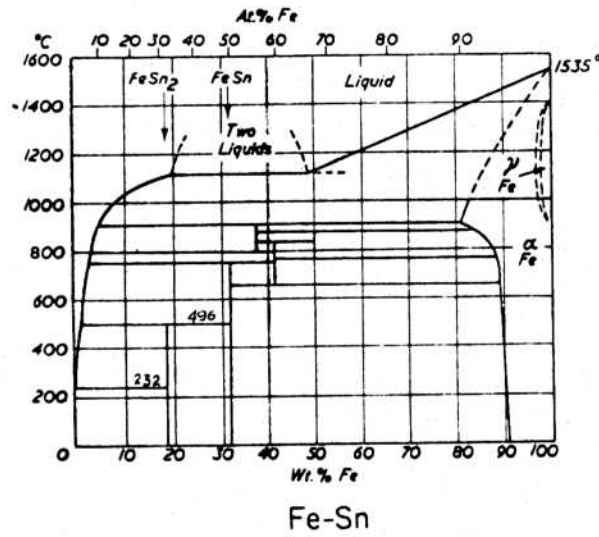


Fig. 17

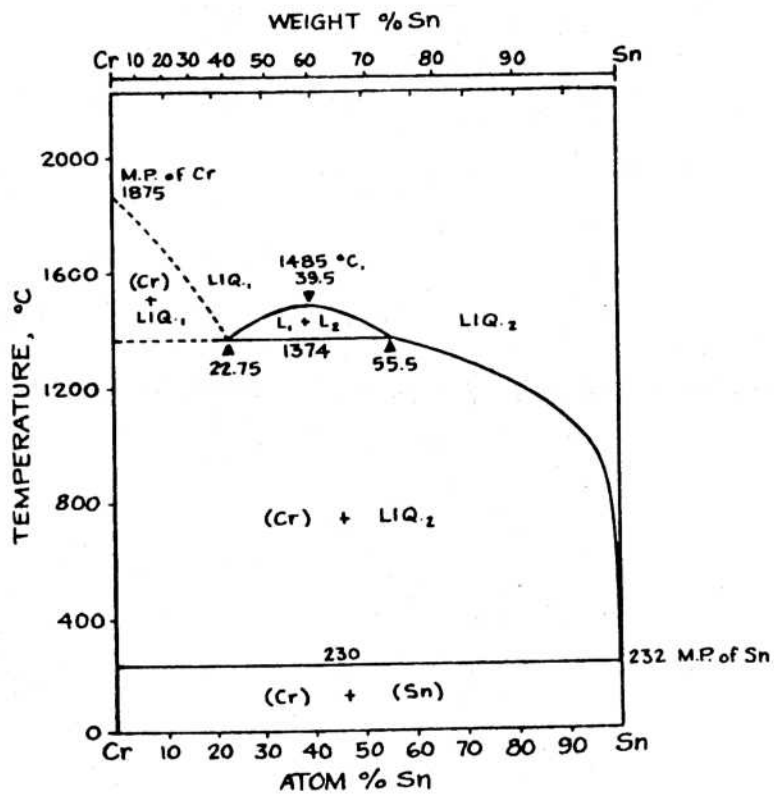


Fig. 18

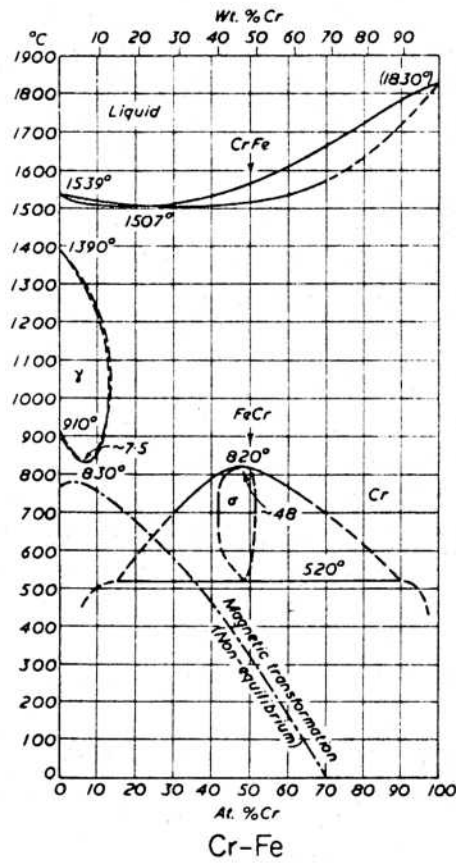


Fig. 19

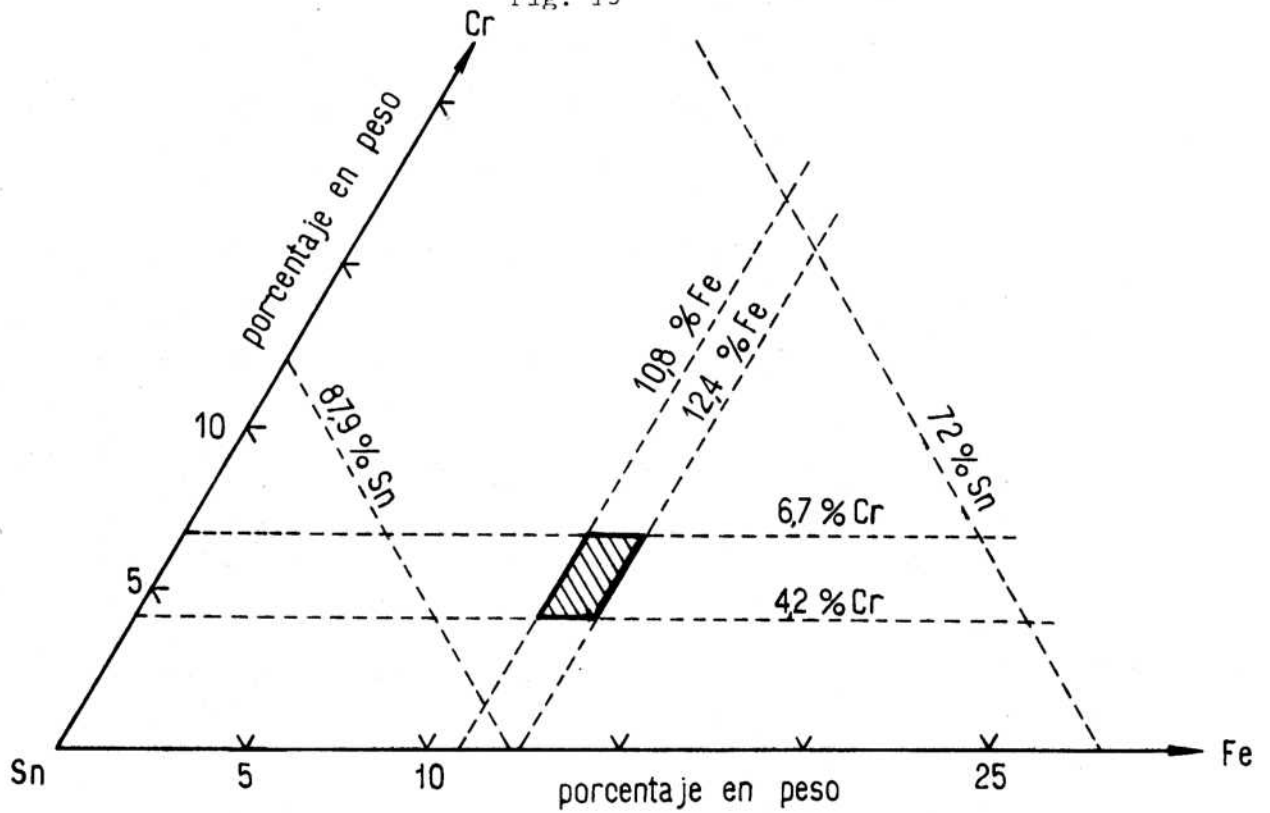


Fig. 20