

## DETERMINACION DE TEXTURAS DE TUBOS DE ZIRCALOY POR DIFRACCION RASANTE DE ELECTRONES

N.J. MARCONE y M. IPOHORSKY

C.N.E.A.

### I. INTRODUCCION

En trabajos anteriores (1) (2) se ha informado sobre la posibilidad de determinar texturas cristalinas en metales a partir de experiencias de difracción rasante de electrones en el microscopio electrónico Philips EM 300. En ellos se detallan las experiencias efectuadas para determinar la textura de laminación en frío de láminas de Cu, y en chapas de la aleación Fe-2.3% Si (3).

En el presente trabajo se describen las experiencias realizadas para tratar de utilizar la misma técnica experimental en tubos de zircaloy. En estos tubos, utilizados como vainas en los elementos combustibles de los reactores de uranio natural, es fundamental el conocimiento de la textura final, así como de las etapas intermedias de fabricación. Se consideró entonces interesante extender las experiencias de difracción rasante mencionadas anteriormente a la determinación de texturas en tubos, y ver cual podría ser la contribución de la difracción de electrones a este problema.

### II. PARTE EXPERIMENTAL

La preparación de las muestras es la parte más delicada de toda la secuencia experimental. Por un lado el metal Zr presenta una serie de problemas para su pulido, y por otro, es necesario obtener una superficie plana de unos 3mm x 4 mm a partir de tubos cilíndricos de unos 11 mm de diámetro y de unos 0.8 mm de pared.

Se cortaron pequeñas láminas curvas de cada tubo, de unos 4 mm de longitud en la dirección axial (generatrices del tubo) por unos 3 mm en la dirección tangencial. Estas láminas fueron incluidas en material acrílico y pulidas mecánicamente de manera de obtener una superficie plana, tal como se muestra en la misma figura. Se completó el pulido con pasta de diamante de 1  $\mu$ . Se realizaron numerosos intentos de pulido electrolítico y pulido químico para remover la capa de material deformado por el pulido mecánico. En ninguno de estos casos se pudo obtener diagramas de difracción de la matriz de Zr, debido a los distintos tipos de contaminación superficial proveniente de los reactivos.

Entonces, aprovechando las facilidades existentes en el laboratorio (Evaporadora Edwards) se comenzó con ataques iónicos de la superficie con iones  $A^+$ . Ya con las primeras experiencias se obtuvieron resultados positivos obteniéndose finalmente buenos diagramas después de unas 10 horas de ataque a 800 volts y 10 mA, y una presión de  $5 \times 10^{-3}$  mm Hg. En todos los casos se montaron primero las muestras sobre los soportes del difractor y luego se efectuó el ataque iónico. Para minimizar los efectos de contaminación de la superficie bombardeada el tiempo durante el cual las muestras estuvieron en contacto directo con aire en el traslado del evaporador a la columna del microscopio, nunca fué superior a unos 60 segundos.

La operación del difractor de alta resolución colocado en el microscopio Philips EM 300, así como la obtención del correspondiente diagrama de difracción de electrones, se describen en una publicación anterior del laboratorio (2). En el mismo trabajo se detalla la manera de indexar el diagrama y la identificación de las reflexiones presentes.

### III. RESULTADOS

En la Fig.2 se muestra el diagrama de difracción de electrones obtenido con el haz incidente según la dirección axial del tubo, es decir la dirección de las generatrices del mismo.

El anillo N°2 correspondiente a la reflexión  $(11\bar{2}0)$ , planos prismáticos de tipo 2, que presenta un considerable refuerzo en una zona de unos  $\pm 20^\circ$  alrededor del eje radial, indica que una cantidad apreciable de granos de la muestra está orientada de tal manera que estos planos están contenidos en la superficie de la muestra. Además los dos refuerzos de intensidad del anillo N°4, correspondiente a la reflexión  $(20\bar{2}0)$  indican que deben existir orientaciones próximas a las indicadas. Los anillos N°1 y N°3, reflexiones  $(10\bar{1}2)$  y  $(10\bar{1}3)$  respectivamente, de intensidad distribuida en arcos más o menos uniformes alrededor de la dirección radial, son consistentes con las orientaciones mencionadas.

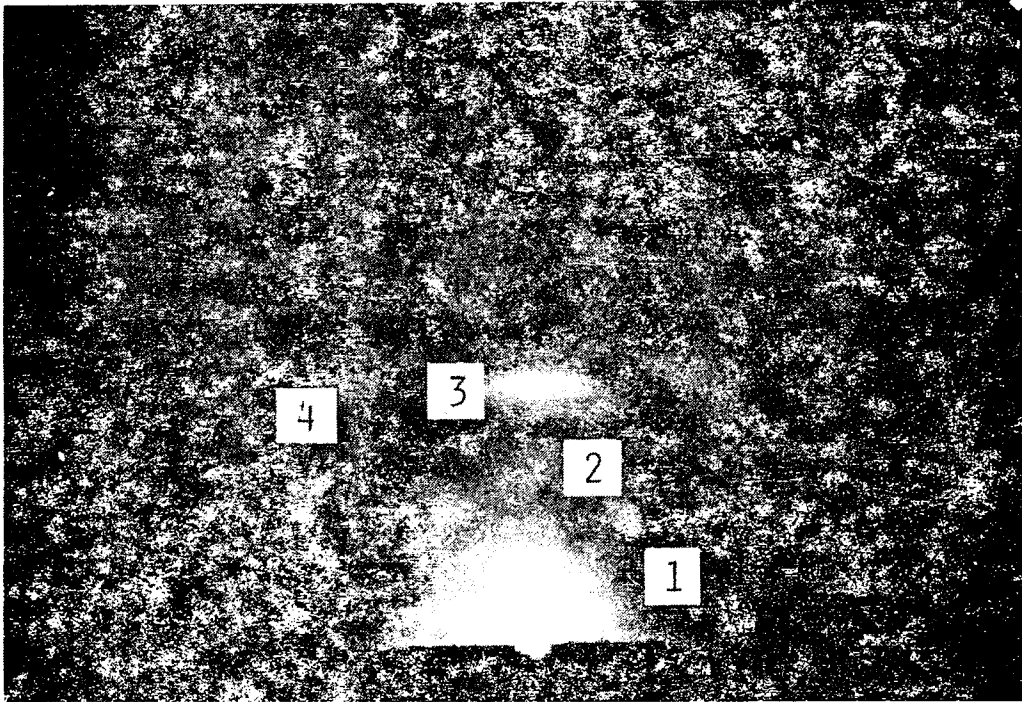
Rotando la muestra en  $90^\circ$  sobre su propio plano, el haz de electrones incide según la dirección tangencial del tubo. El diagrama de difracción obtenido

en esta nueva orientación es consistente con los datos anteriores. El apreciable refuerzo de la intensidad del anillo N°2, reflexión  $(11\bar{2}0)$  es consistente con la textura mencionada anteriormente. Lo mismo es válido para los dos arcos del anillo N°4, reflexión  $(20\bar{2}0)$ . El anillo N°3, reflexión  $(10\bar{1}3)$  se obtiene si la celda hexagonal está orientada como en la Fig.3, con su eje  $\bar{c}$ , dirección  $\{0001\}$  formando un ángulo de unos  $60^\circ$  respecto de la dirección tangencial.

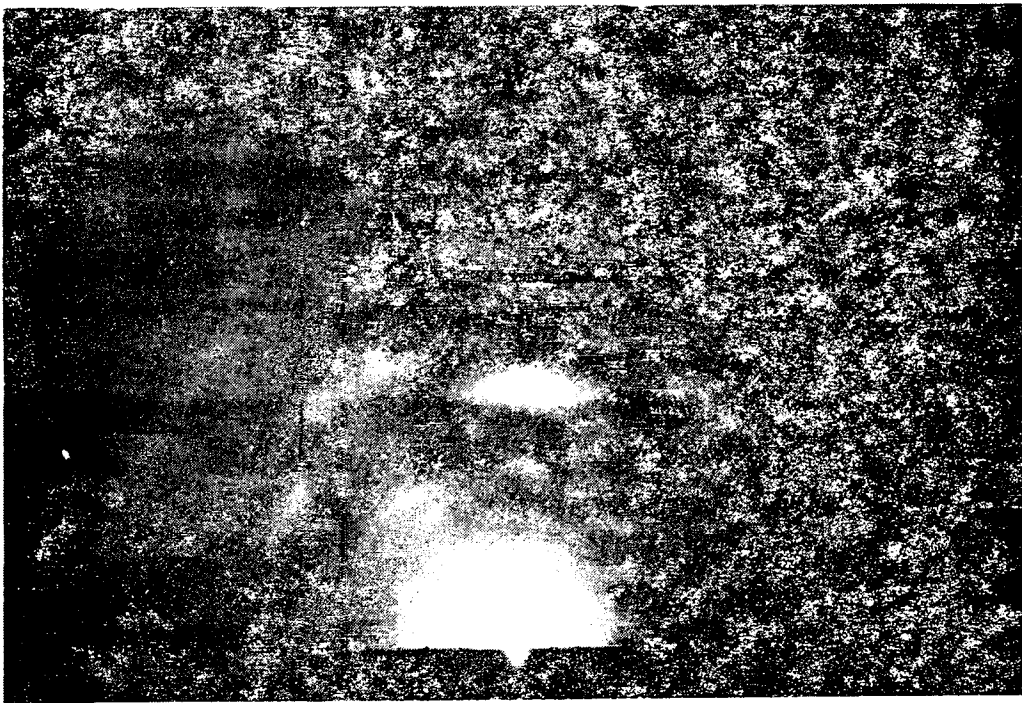
A partir de las experiencias mencionadas, es posible obtener una idea sobre los rasgos más sobresalientes de la figura de polo correspondiente. Por ejemplo, es posible dibujar la distribución de los polos de tipo  $\{0001\}$  en una proyección estereográfica tal que contiene a la dirección radial en su centro, a la dirección axial en su parte superior y a la dirección tangencial a la derecha, comparar con las figuras de polo publicadas en la literatura (4).

#### REFERENCIAS

- (1) Philips Analytical Equipment Bulletin, EM 93, Eindhoven, 1974.
- (2) "Determinación de Texturas Cristalinas a Partir de Experiencias de Difracción de Electrones", CNEA, Depto. Metalurgia, TE-27/111, Buenos Aires, 1973.
- (3) "Determinación de la Textura de Laminación en Frío de una Aleación Fe-Si por Difracción Rasante de Electrones", VI Jornadas del SAM, Buenos Aires, 1974.
- (4) K. Källstrom, Scandinavian Journal of Metallurgy, 4 (1975) 65-74 .



(a)



(b)

Fig.2 - Diagramas de Difraccion Rasante de Electrones de un Tubo de Zircaloy.  
a) Haz paralelo a la direccion axial  
b) Haz paralelo a la direccion tangencial

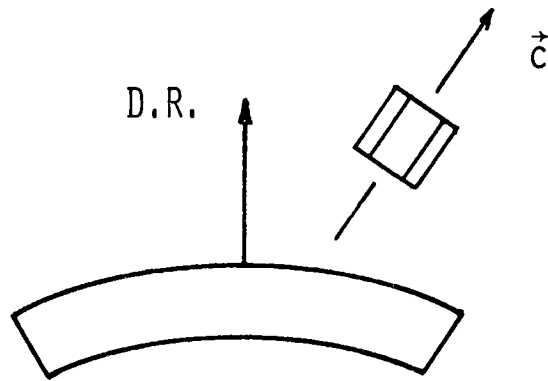
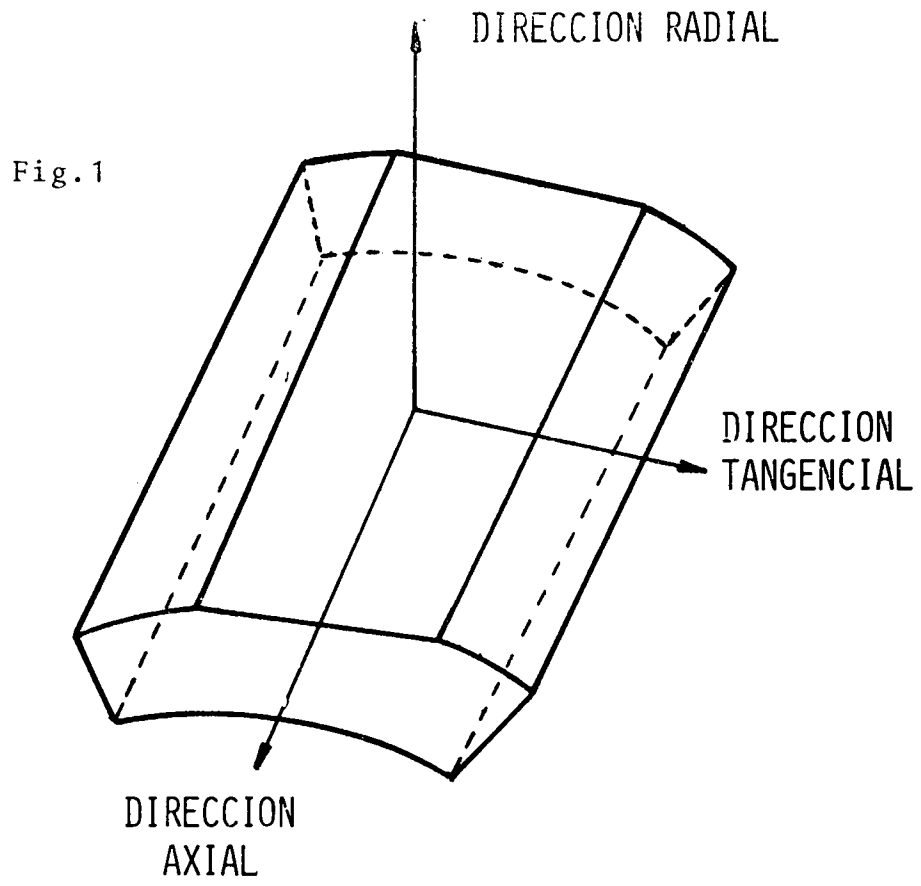


Fig.3