

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 3	AÑO 1981

04.81.03

CNEA-NT 24/81

REPUBLICA ARGENTINA
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
Dependiente de la Presidencia de la Nación
Gerencia de Desarrollo

TRATAMIENTO TERMICO DE COMPONENTES ELASTICOS
PARA COMBUSTIBLES NUCLEARES

Lic. Perla Alvarez
Ing. Alfredo M. Hey

Buenos Aires
1981

TRATAMIENTO TERMICO DE
COMPONENTES ELASTICOS PARA
COMBUSTIBLES NUCLEARES.

LIC. PERLA ALVAREZ ING. ALFREDO M. HEY.

DEPARTAMENTO MATERIALES.

GERENCIA DESARROLLO.

COMISION NACIONAL ENERGIA ATOMICA

INTRODUCCION

El material en estudio DIN 1-4980, es el empleado en la fabricación de las zapatas elásticas del tubo soporte y zapatas elásticas del separador versión III del elemento combustible de CNA-1.

Este acero austenítico al Cr-Ni, es endurecible por precipitación, debido a su contenido de Ni, Al y Ti. Es recomendable, para todas las aplicaciones, que requieran alta resistencia mecánicas y a la corrosión a temperaturas del orden de 700°C. La temperatura de trabajo del reactor es 320°C.

El análisis típico de este material es:

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	Ti	V	Al	B
% en peso	0.05	1.00	0.025	0.025	0.5	15.0	25.5	1.25	2.10	0.25	0.25	0.006

El material que se recibe para la fabricación de piezas, tiene un tratamiento previo de solubilizado, realizado por el fabricante, a 1100°C con enfriamiento al aire y un laminado en frío con 15% de reducción.

Una vez fabricadas las piezas, se las somete a un proceso de envejecimiento a 720°C durante 16 h. en atmósfera inerte o en vacío con enfriamiento posterior "al aire".

Estos tratamientos de envejecimiento, dan al material una alta resistencia por formación de precipitados de $\text{Ni}_3(\text{TiAl})$ comunmente conocidos en la bibliografía como fase γ' .

El envejecimiento en este tipo de aceros depende de:

- i) Fracción en volumen de γ' .
- ii) Coherencia de la deformación alrededor de partículas de γ' .
- iii) Orden interno de la fase γ' .

En general, un aumento en el contenido de Al+Ti trae como consecuencia un aumento en el envejecimiento, debido al incremento de la fracción en volumen precipitada.

Asimismo el desorden entre la fase γ' y la matriz austenítica aumenta al aumentar la cantidad de Ti, que reemplaza al Al en γ' . Esto es debido al mayor tamaño atómico del Ti con respecto al Al. Consecuentemente la intensidad del envejecimiento aumenta con la disminución de la relación $\frac{\text{Al}}{\text{Ti}}$.

Ti

Como las propiedades finales de las zapatas elásticas dependen del tratamiento térmico a la que son sometidas, es importante determinar el margen de las especificaciones con las que se trabaja: tiempo, temperatura y velocidad de enfriamiento.

Asimismo es de interés tecnológico conocer como pueden afectar a las propiedades mecánicas las variaciones de dichos parámetros. Los posibles problemas que se pueden presentar son:

- a) Tratamientos interrumpidos, a temperatura constante.
- b) Tratamientos a mayor y menor temperatura que la especificada.
- c) Variaciones en la velocidad de enfriamiento.
- d) Recuperación de piezas tratadas a temperaturas mayores y menores que la recomendada.

El tratamiento en planta se realiza en vacío, o atmósfera inerte, a $720^{\circ}\text{C} \pm 15$. El enfriamiento es "al aire", manteniendo el vacío hasta llegar a temperatura ambiente.

1. ESPECIFICACIONES

El material es recepcionado en forma de flejes cumpliendo las siguientes especificaciones:

$$\begin{aligned}\sigma_{\max} &\geq 77.9 \text{ kg mm}^{-2} \\ \sigma_{0.2} &\geq 66.97 \text{ kg mm}^{-2} \\ \epsilon_{\text{rot}} &\geq 10\% \\ \text{HV}_5 &\leq 300\end{aligned}$$

y las piezas fabricadas y envejecidas deben cumplir:

$$\begin{aligned}\sigma_{\max} &\geq 105 \text{ kg mm}^{-2} \\ \sigma_{0.2} &\geq 90 \text{ kg mm}^{-2} \\ \epsilon_{\text{rot}} &\geq 9\% \\ \text{HV}_5 &\geq 320\end{aligned}$$

2. METODO EXPERIMENTAL

Los ensayos se realizaron sobre probetas especiales, Fig. 1. Dichas probetas se tallaron según la dirección de laminación.

En algunos casos que se consideran más adelante, se utilizaron resultados de ensayos de dureza y tracción, obtenidos del tratamiento de probetas normalizadas DIN 50114, talladas en el sentido de laminación.

Los valores de σ y ϵ_{rot} obtenidos en ambos casos son comparables.

2.1 TRATAMIENTOS ISOTERMICOS

La temperatura de tratamiento fue la especificada para el proceso: $720^{\circ}\text{C} \pm 15$, variándose los tiempos de tratamiento entre 1 hora y 40 horas.

En todos los casos el enfriamiento fue al aire.

Se compararon los resultados obtenidos con probetas especiales y normalizadas tratadas durante 16 h. Los valores de $\sigma_{0.2}$; σ_{max} y ϵ_{rot} , coincidían teniendo en cuenta el 5% de error experimental.

2.2 TRATAMIENTOS ISOCRONOS

Para estudiar la influencia de las variaciones de temperatura durante el tratamiento se realizaron ensayos con probetas especiales, manteniendo constante el tiempo de recocido: 16 horas.

Las temperaturas de trabajo fueron 620°C , 680°C , 720°C y 760°C .

2.3 TRATAMIENTOS INTERRUPTIDOS CON UN TIEMPO TOTAL DE 16 h

Con este tipo de tratamiento, se simulaban posibles interrupciones en los recocidos.

En todos los casos el tiempo total t fue de 16 horas y la temperatura 720°C . Los tiempos parciales, t_1 , se tomaron iguales a: 1; 4; 6; 8; 10 y 14 horas.

La secuencia del tratamiento fue:

- Recocido a t_1
- Enfriamiento al aire
- Recocido hasta completar t
- Enfriamiento al aire

2.4 VARIACIONES EN LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO

La velocidad de enfriamiento de las piezas ya fabricadas es tal que alcanzan la temperatura ambiente, aproximadamente 1 hora después de sacadas del horno.

En caso de fallas en el proceso de extracción, el enfriamiento tiene lugar en el interior del horno. En tal caso alcanzan la temperatura ambiente aproximadamente en 30 horas.

Se hicieron ensayos de laboratorio a la temperatura y tiempo de proceso, pero con velocidades de enfriamiento similares a las de enfriamiento del horno de planta.

3.1 RESULTADOS OBTENIDOS

Las probetas con diferentes tratamientos fueron evaluadas por:

3.1.1 Ensayos de Tracción: Se utilizó una máquina de ensayos universales INSTRON Modelo 1122.

3.1.2 Durezas: Vickers con carga de 5 kg.

3.1.3 Metalografía Óptica: Se evaluó la evolución del tamaño de grano en probetas con diferente tratamiento térmico y sin tratamiento térmico.

3.1.4 Microscopía Electrónica de Barrido: para observación de precipitados e inclusiones en probetas con tratamientos isocronos e isotérmicos.

3.1.5 Microsonda Electrónica: Composición de precipitados.

En los ensayos mencionados en 3.1.1 y 3.1.2 los resultados individuales que se tabulan más adelante corresponden a un valor promedio de 4 ensayos.

3.2 TRATAMIENTOS ISOTERMICOS

Temperatura de trabajo $720^{\circ}\text{C} \pm 15$.

TABLA I

tiempo horas	$\sigma_{0.2}$ kg mm ⁻²	σ_{max} kg mm ⁻²	ϵ_{rot} %	HV ₅
1	97.4	112.8	8.29	386
4	97.6	115.2	11.1	401
8	104.3	118.1	10.9	428
12	102.9	118.4	11.9	429
16	107.1	121.4	11.0	425
40	100.0	119.0	10.9	405

Los resultados anteriores se grafican en las Figs. 2 y 3.

3.3 EVOLUCION DE PROPIEDAD DE DUREZA

Se evaluó la dureza en tratamientos isócronos e isotérmicos. Los resultados de la Tabla II se grafican en la Fig. 4.

TABLA II

620°C		680°C		720°C		760°C	
tiempo horas	HV ₅	tiempo horas	HV ₅	tiempo horas	HV ₅	tiempo horas	HV ₅
1	312	1	324	2	396	1	408
3 $\frac{1}{2}$	344	4	380	3	404	1 $\frac{1}{2}$	407
4	344	67	392	4	401	2 $\frac{1}{2}$	396
7 $\frac{1}{2}$	360	16	418	7	432	4	391
16	391	20	429	7 $\frac{1}{2}$	429	4 $\frac{1}{2}$	392
21	396	64	435	8	428	7 $\frac{1}{2}$	396
22	400			16	425	8	392
64	401			19	405	16	368
				32	410	20	363
						48	353

3.3. RECOCIDOS INTERRUPTIDOS

La temperatura de trabajo fue 720°C. Los ciclos de tratamiento son consignados en la Tabla III.

En todos los casos los calentamientos fueron en vacío y los enfriamientos al aire.

TABLA III

t_1 horas	t_2 horas	$\sigma_{0.2}$ kg mm ⁻²	σ_{max} kg mm ⁻²	ϵ % rot	HV ₅
$\frac{1}{2}$	15 $\frac{1}{2}$	104.4	120.4	10.6	415
2	14	104.2	119.8	10.6	418
6	10	104.2	120.4	10.2	421
8	8	104.5	121.3	12.0	421
10	6	107.0	117.5	11.7	417
14	2	104.5	120.4	10.6	420

3.5 VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO

Se ensayaron distintas velocidades de enfriamiento en material recocido a 720°C durante 16 h.

- I. Enfriamiento al aire
- II. 30°C/hora
- III. 15°C/hora

La velocidad de enfriamiento en planta, en situaciones anómalas, tiene un valor aproximado entre II y III.

TABLA IV

tipo de enfriamiento	$\sigma_{0.2}$	σ_{max}	ϵ % rot	HV
I	105.9	121.5	10.9	410.3
II	108.2	120.9	10.5	414.0
III	110.3	126.2	9.6	420.0

3.6 TRATAMIENTOS ISOCRONOS

Para tiempo constante $t = 16$ horas se estudia la influencia de la temperatura. Valores obtenidos en Tabla V y Figs. 5 y 6.

TABLA V

T°C	$\sigma_{0.2}$	σ_{max}	ϵ_{rot} %	HV ₅
620	97	110	8	390
680	103	116	9	418
760	88	105	13	367

3.7 METALOGRAFIA OPTICA

Se utilizaron los métodos clásicos para determinación de tamaño de grano:

- Pulido mecánico.
- Pulido electrolítico.
- Revelado de borde de grano por ataque electrolítico con ácido oxálico 10%.

Con diferentes tiempos de recocido no se observó crecimiento de grano en tratamientos a 720°C. Tampoco hay diferencias con el tamaño de grano inicial ASTM = 8.

A tiempos crecientes de tratamiento se observa la desaparición paulatina de la subestructura de deformación, Fig. 8.

3.8 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

Se observó que a tratamientos a alta temperatura había una distribución de precipitados en borde de grano, Fig. 9.

La composición de los precipitados fue analizada por EDAX y se determinó que eran carbonitruros y sulfuros de titanio, Figs. 10, 11 y 12; estos resultados se confirmaron por microsonda.

3.9 MICROSONDA ELECTRONICA

Se confirmó que los precipitados eran carburos de titanio y

sulfuros de titanio. Además que el Ni y el Cr sólo se encuentran en la matriz, Figs. 13-18.

3.10 ENSAYOS DE RE-TRATAMIENTO

Se ensayaron probetas a 620°C durante 16 horas. Las probetas así tratadas se dividen en 3 lotes:

- a- Sin tratamiento posterior.
- b- Tratamiento isotérmico a 720°C durante 3 hs.
- c- Tratamiento isotérmico a 720°C durante 16 hs.

Se ensayaron con tracción y dureza. Tabla VI.

TABLA VI

	$\sigma_{0.2}$ kg mm ⁻²	$\sigma_{\max}$ kg mm ⁻²	ϵ_{rot} %	HV ₅
a	96.9	109.1	8	390
b	98.6	115.0	8.5	436
c	103.1	117.5	12.5	456

El valor de elongación a rotura aumentó considerablemente para las re-tratadas a 720°C - 16 horas. Los valores de $\sigma_{0.2}$ y $\sigma_{\max}$ obtenidos en el reprocesamiento son algo menores que en el tratamiento a temperaturas y tiempos críticos 720 - 16 hs (108 y 118 kg mm⁻²). Igualmente los valores obtenidos están en especificaciones.

Se recuperan también los valores de durezas, Fig. 7.

3.11 RESUMEN DE LOS RESULTADOS

TABLA VII

	tratamientos isócronos $t = 16 \text{ h}$				tratamientos isotermos $T = 720^\circ\text{C}$						veloc. enfriam.		trat. interr.
	620 $^\circ\text{C}$	680 $^\circ\text{C}$	720	760	2 h	4 2	8	12	16	40	aire	temp	
0.2	CE	CE	CE VM	NCE	CE	CE	CE	CE	CE VM	CE	CE	CE	CE
max	CE	CE	CE VM	NCE	CE	CE	CE	CE	CE VM	CE	CE	CE	CE
rot%	NCE REC	NCE REC	CE	CE	NCE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE
HV ₅	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE VM	CE	CE	CE	CE	CE

CE: cumple especificaciones

CE VM: cumple especificaciones y alcanza valor máximo

NCE: no cumple especificaciones

REC: no cumple especificaciones - es recuperable

DISCUSION

Las metalografías de Fig. 7 muestran que durante el tratamiento de envejecimiento no ocurre recristalización y, por lo tanto, puede descartarse el refinamiento de grano como fuente de endurecimiento. La evolución de las propiedades mecánicas puede en consecuencia, analizarse en función de endurecimiento por trabajado y por precipitación.

A temperaturas por encima de 600°C se alcanzan rápidamente valores de resistencia dentro de especificaciones, los que se mantienen a tiempos aún mayores que los especificados, siempre que la temperatura no sobrepase la temperatura especificada y a la cual se obtiene el máximo de resistencia.

Por encima de la misma, se observa sobre-envejecimiento, que se traduce en un descenso de los valores de resistencia por debajo de los aceptables.

A temperaturas mayores de 600°C , y menores de 720°C , y a tiempos completos de tratamiento, se observa que no se alcanzan valores satisfactorios de ductilidad. Lo mismo sucede con tratamientos a 720°C y tiempos cortos. Aparentemente, el proceso de recuperación de la subestructura de deformación, en estas condiciones de trabajo, es todavía incompleto. Su efecto negativo sobre la ductilidad se suma así al efecto producido por el endurecimiento por

precipitación y da lugar a valores inaceptables.

A tiempos y temperaturas mayores, la estabilización de la subestructura traerá, como consecuencia, un aumento de ductilidad que compensará posibles reducciones en la misma por precipitación.

Asimismo se observa que un segundo tratamiento a temperatura y tiempos correctos, incrementa a niveles aceptables los bajos valores de resistencia y ductilidad, resultantes de tratamientos a temperaturas bajas.

Las observaciones por SEM no han permitido observar los precipitados responsables del endurecimiento. A tal fin, se encaran observaciones por transmisión. Sin embargo, es dable esperar precipitación fina y homogénea, en particular debido al efecto nucleante de las dislocaciones presentes en virtud de la deformación previa. La evolución de dichos precipitados es el mayor responsable de la evolución de las propiedades mecánicas.

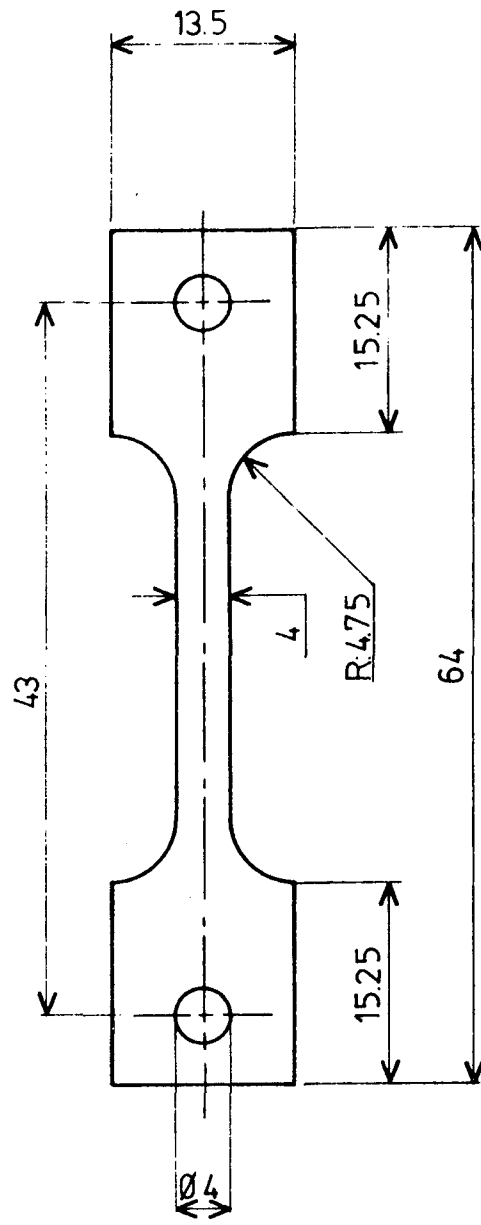
Se observa que el parámetro más crítico es la temperatura de tratamiento y que en tanto la misma se respete, son aceptables variaciones apreciables en tiempo de tratamiento, velocidades de enfriamiento y aún interrupciones del proceso.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- La temperatura de tratamiento constituye el parámetro más crítico del proceso.
- Tratamientos por encima de la temperatura especificada resultan valores insuficientes de resistencia ($\sigma_{\max}$ y $\sigma_{0.2}$) en tanto temperaturas más bajas producen bajas ductilidades (ϵ_{rot}).
- Las piezas tratadas a temperatura más bajas son recuperables a través de un nuevo tratamiento en condiciones correctas de tiempo y temperatura.
- Tratamientos a temperatura correcta y tiempos cortos producen bajas ductilidades. Las piezas son recuperables a través de un tratamiento a temperatura correcta y por el tiempo faltante. Es decir una interrupción en el tratamiento no afecta las propiedades finales siempre que la temperatura y el tiempo total sean correctos.
- Aumentos apreciables en el tiempo de tratamiento y en el tiempo de enfriamiento se traducen en descensos no demasiados significativos en las propiedades mecánicas que permanecen dentro de lo especificado.

PROBETA DE TRACCION UTILIZADA

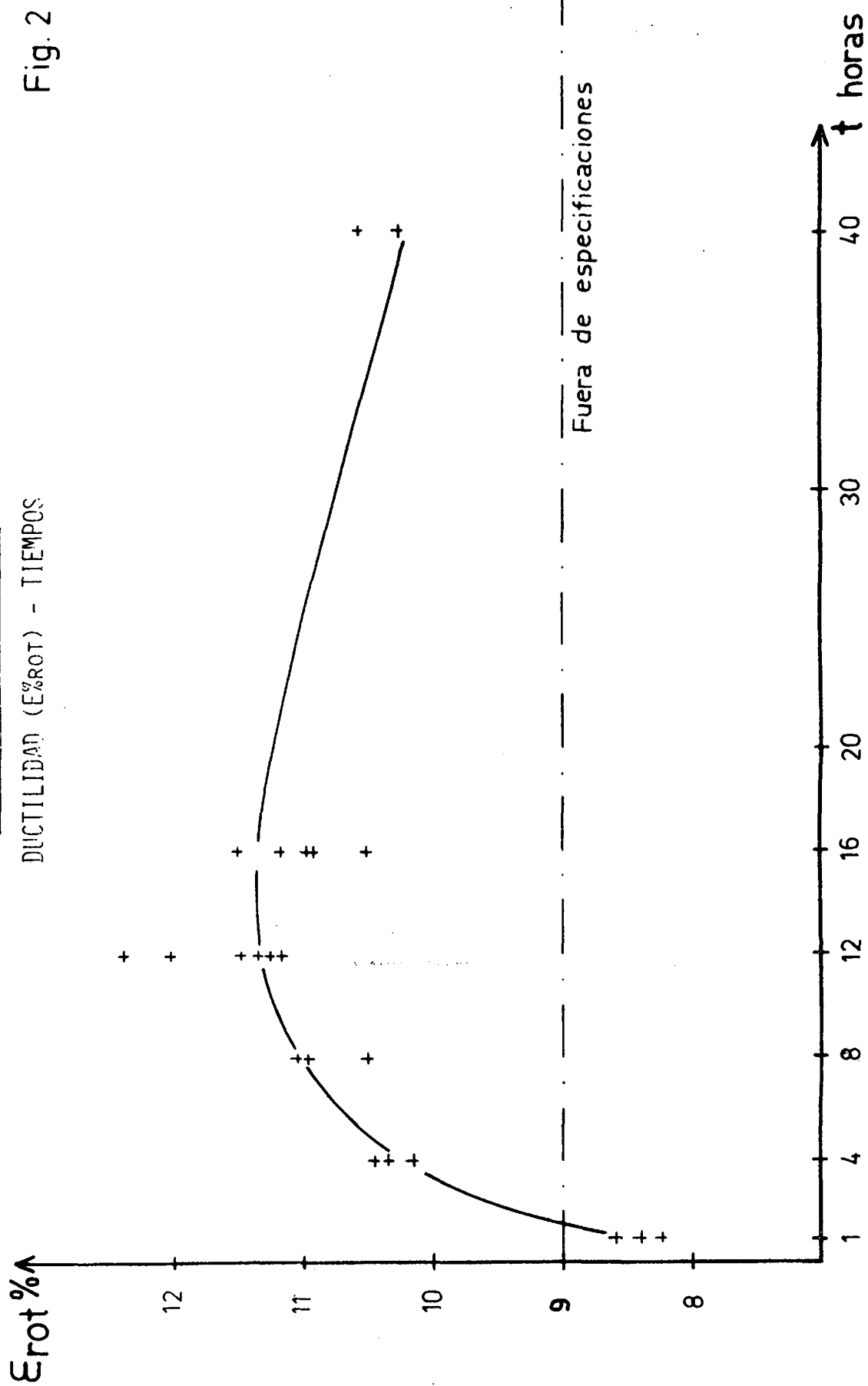
Fig. 1



ESCALA 2:1

TRATAMIENTOS ISOTERMICOS
DUCTILIDAD (ϵ_{rot}) - TIEMPOS

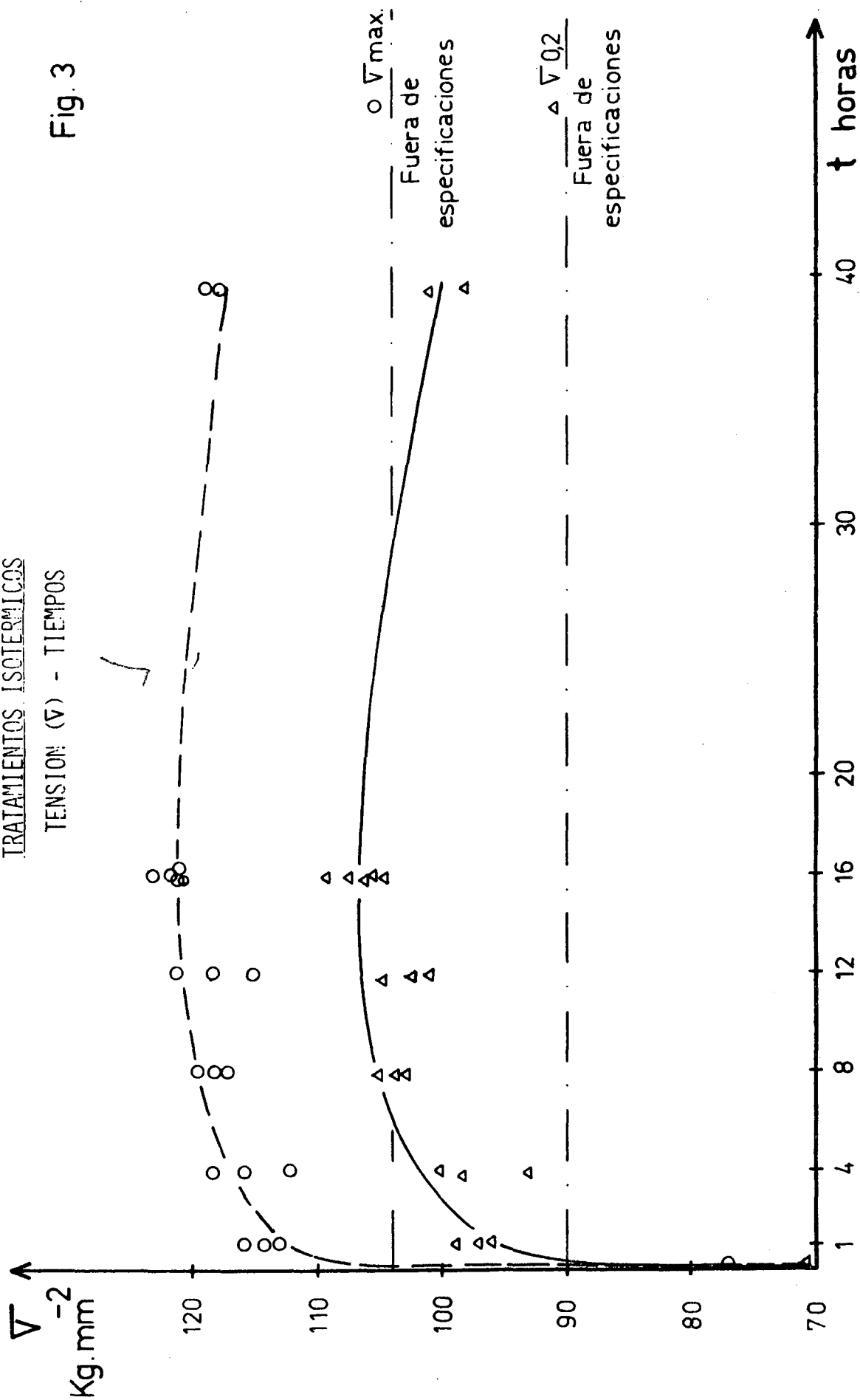
Fig. 2



TRATAMIENTOS ISOTERMICOS

TENSION (σ) - TIEMPOS

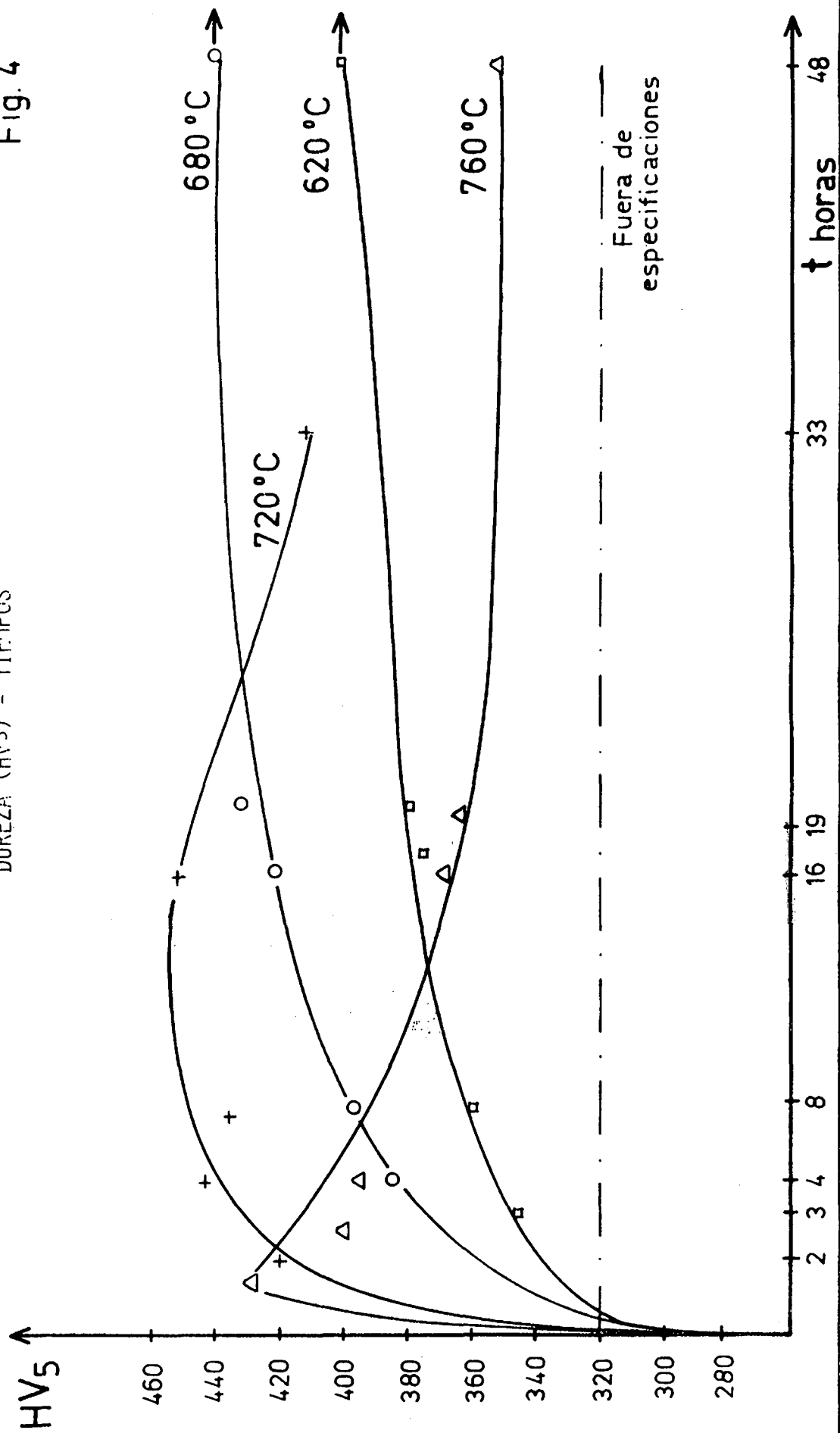
Fig. 3



TRATAMIENTOS ISOCRONOS E ISOTERMOS

DUREZA (HV₅) - TIEMPOS

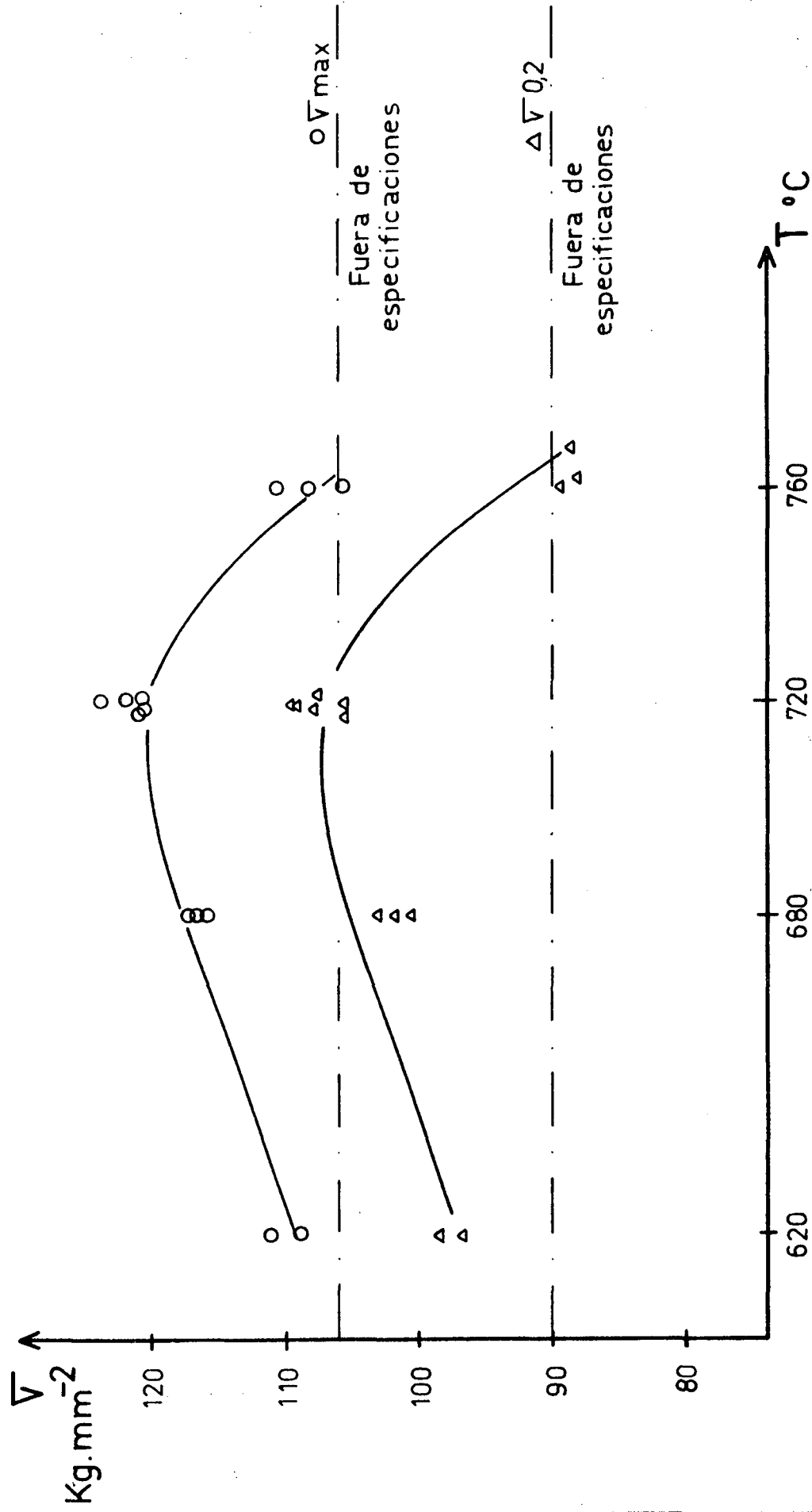
Fig. 4



TRATAMIENTOS ISOCRONOS

TENSION (∇) - TEMPERATURA

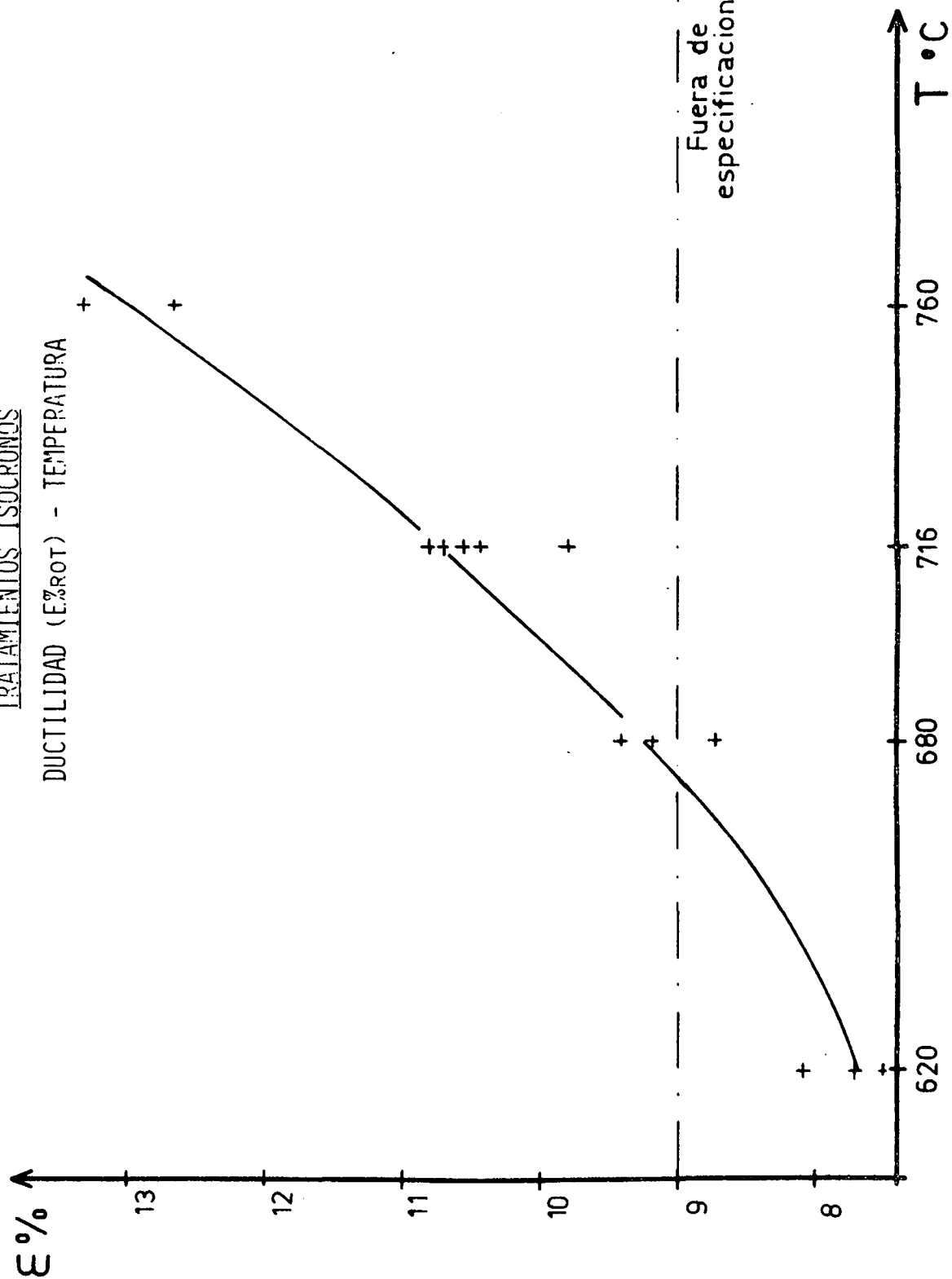
Fig. 5



TRATAMIENTOS ISOCRONOS

DUCTILIDAD (ϵ_{rot}) - TEMPERATURA

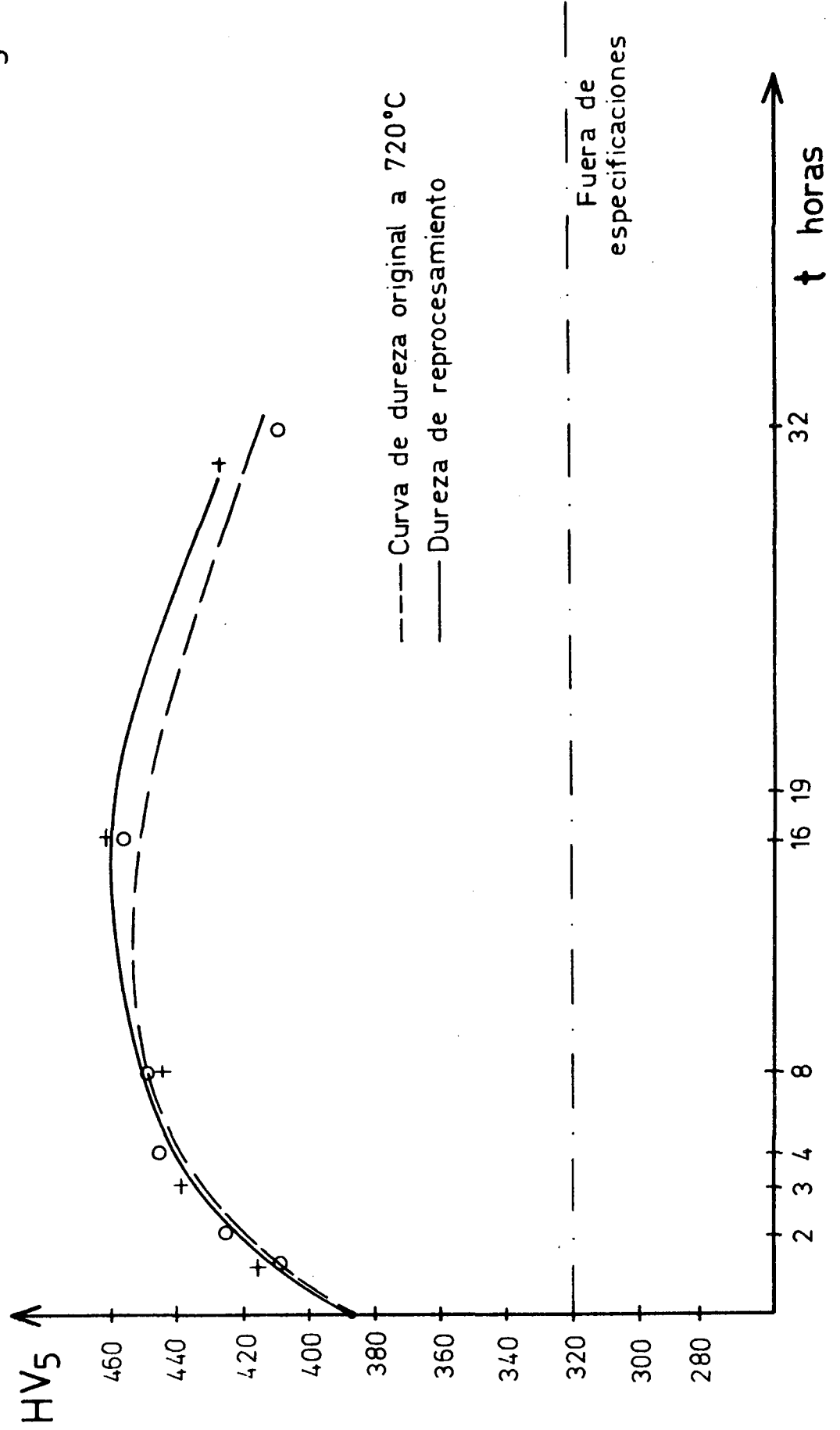
Fig. 6



RETRATAMIENTO DE PROBETAS PROCESADAS A 620 °C

DUREZA - TIEMPOS

Fig.7



RESUMEN DE LOS RESULTADOS

TABLA VII

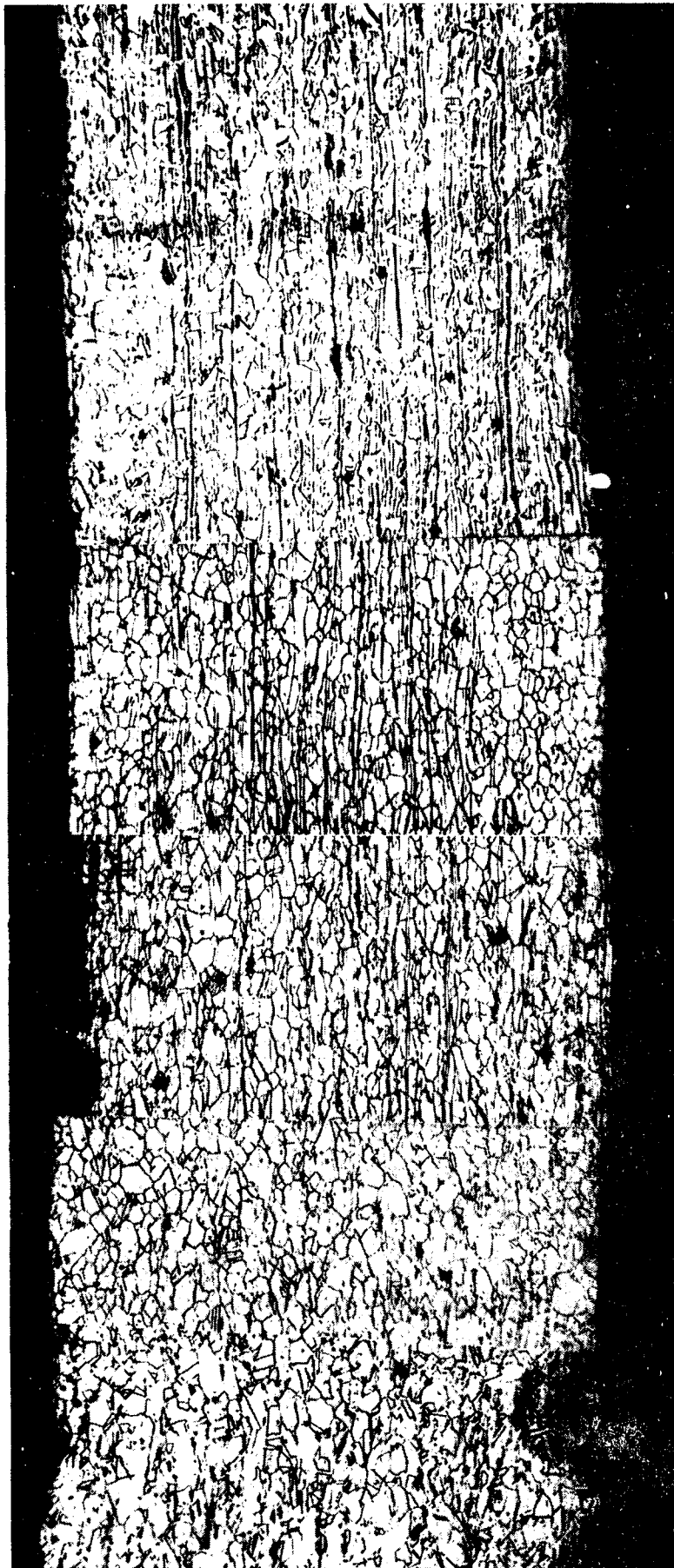
	Tratamientos isocronos t = 16hs.				Tratamientos isotermos T = 720 °C						Valor de enfriamiento		Trat. interrump
	620 °C	680 °C	720 °C	760 °C	2 h	4 h	8 h	12 h	16 h	40 h	Lento	Aire	
$\bar{V}$ 0,2	CE	CE	CE _{VM}	NCE	CE	CE	CE	CE	CE _{VM}	CE	CE	CE	CE
$\bar{V}$ max.	CE	CE	CE _{VM}	NCE	CE	CE	CE	CE	CE _{VM}	CE	CE	CE	CE
HV ₅	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE	CE
ε rot. %	NCE _{Rec.}	NCE _{Rec.}	CE	CE	NCE _{Rec.}	CE	CE	CE _{VM}	CE	CE	CE	CE	CE

CE :Cumple especificaciones

CE VM:Cumple especificaciones y alcanza valor máximo

NCE:No cumple especificaciones

NCE Rec.:No cumple especificaciones pero son recuperables



SIN TRATAMIENTO TERMICO

1 HORA

4 HORAS

8 HORAS

16 HORAS

FIGURA 8

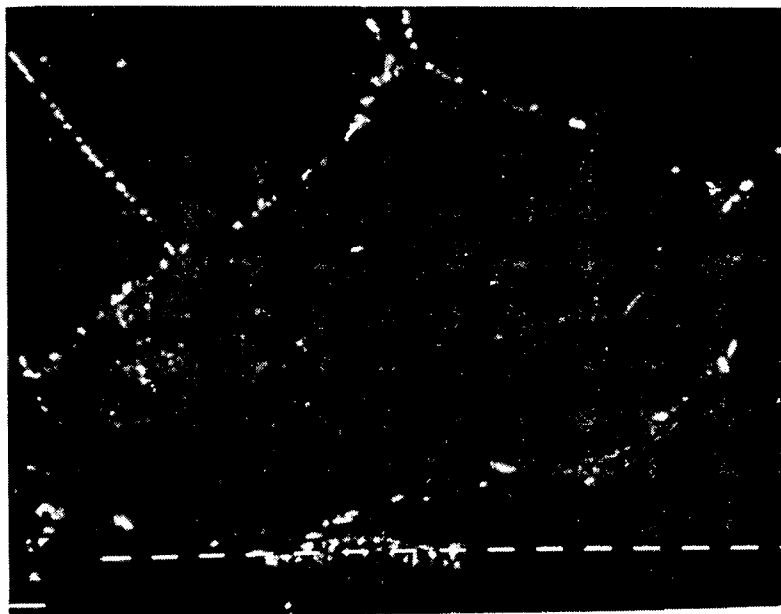


FIGURA 9

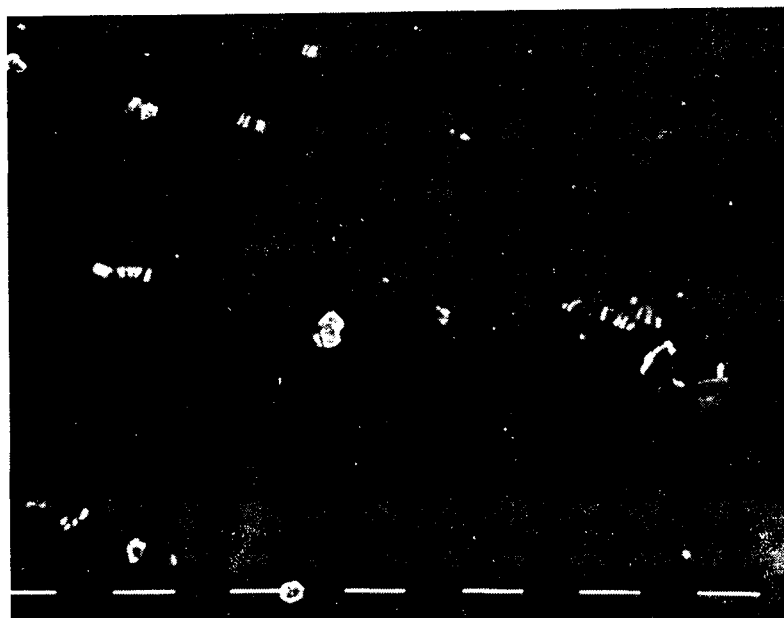


FIGURA 10



FIGURA 11

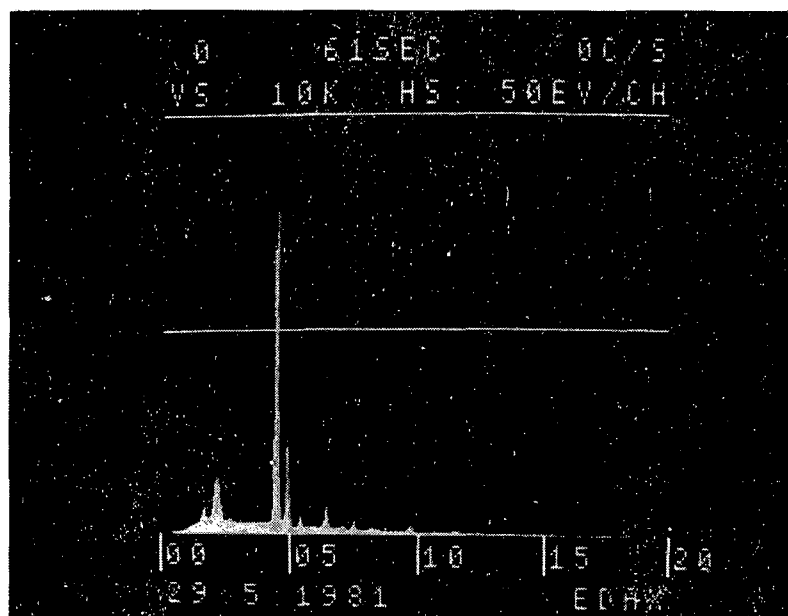


FIGURA 12



Figura N° 1
Imágen x de Ti.50x50 μ

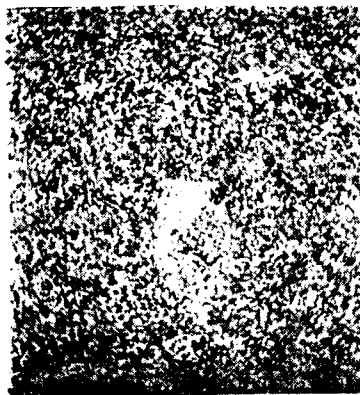


Figura N° 2
Imágen x de S.50x50 μ

FIGURA 13

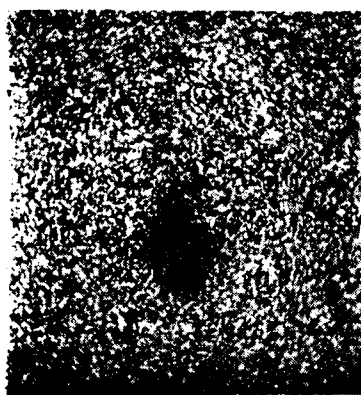


Figura N° 3
Imágen x de Cr.50x50 μ

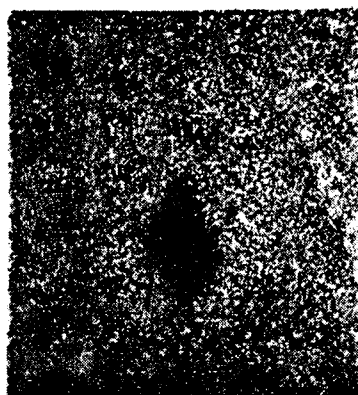


Figura N° 4
Imágen x de Ni.50x50 μ

FIGURA 14

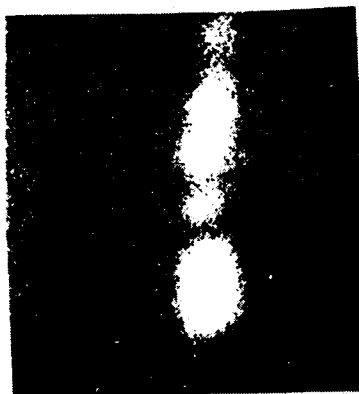


Figura N° 5
Imágen x de Ti.50x50 μ

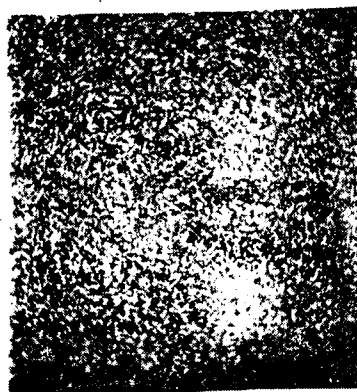


Figura N° 6
Imágen x de S.50x50 μ

FIGURA 15

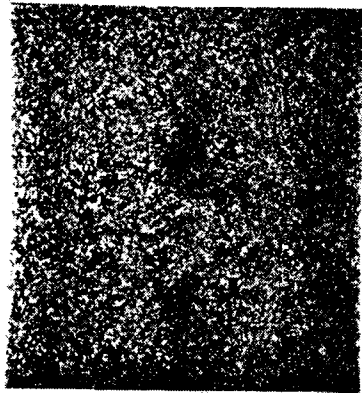


Figura N° 7
Imágen x de Cr.50x50 μ

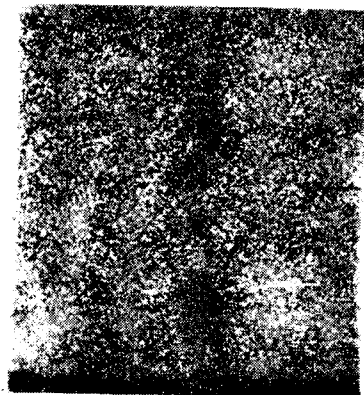
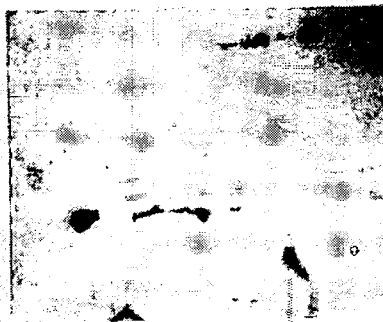
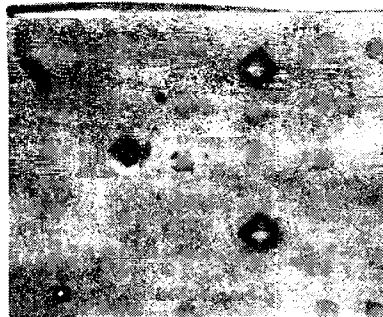


Figura N° 8
Imágen x de Ni.50x50 μ

FIGURA 16



1. Sulfuros de Ti. X600



2. Carbocitruro de Ti y sulfuro de Ti X600

FIGURA 17 y 18