

C. N. E. A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 2	AÑO 1979

04.79.08

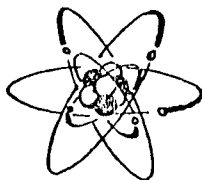
RG
061.3:
620.179.1
C76
1979

NACIONES UNIDAS



PROGRAMA DE LAS N. N. U. U.
PARA EL DESARROLLO

REPUBLICA ARGENTINA



COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
C. N. E. A.

ORGANIZACION DE LOS ESTADOS AMERICANOS



O. E. A.

I CONFERENCIA REGIONAL SOBRE ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS

CENTRO CULTURAL GRAL SAN MARTIN
11 al 15 de Junio de 1979

ANALISIS DE LINGOTES DE ZIRCALOY-4 MEDIANTE TECNICAS DE ULTRASONIDO

BANCHIK, David A.
RICKERT, Carlos
(CNEA, Argentina)

BUENOS AIRES
Argentina

ANÁLISIS DE LINGOTES DE ZIRCALOY-4 MEDIANTE TÉCNICAS DE ULTRASONIDO.

A.D.BANCHIK y C.RICKERT

Proyecto Planta Piloto FAE, Gerencia de Desarrollo, C.N.E.A.

I - INTRODUCCION

La norma B-350 ASTM para lingotes en base circonio de pureza nuclear requiere el control de la composición química del material, la medición de la dureza Brinell y la inspección por ultrasonido para detección de defectos de lingotes. El presente informe se refiere justamente a esta última técnica de inspección y a los trabajos realizados en lingotes de zircaloy-4 fabricados por el Proyecto Planta Piloto FAE (P.P.F.A.E.).

Las normas ASTM requieren la inspección por ultrasonido a lo largo de dos generatrices del lingote separadas una de la otra en 90°.

No se especifica dimensiones del transductor ni frecuencia de la señal ultrasonica. Tampoco se establece un nivel de rechazo.

El presente trabajo resume los resultados obtenidos en lingotes de pequeñas dimensiones, los cuales fueron analizados con el objeto de determinar las condiciones de inspección para lingotes de tamaño industrial. Se han detectado señales sónicas provenientes de poros y en un lingote forjado se encontró que las señales eran producidas por inclusiones. Los poros no se distribuyen al azar, sino que toman la forma de la interfase sólido-líquido durante el proceso de fusión. Las inclusiones son circonio puro no aleado posiblemente contaminado por nitrógeno.

II- TECNICA EXPERIMENTAL

II-1 Material: Lingotes de 110 milímetros de diámetro y entre 200 y 250 milímetros de largo fueron realizados por doble fusión bajo vacío mediante la técnica de electroconsumible. Este material fue provisto por el grupo Producto Primario del PP-FAE. Análisis químicos realizados en una fracción del total de lingotes inspeccionados por ultrasonido indican que la composición química de la aleación está dentro de los requisitos.

Instrumental y técnicas de inspección: Se aplicó la técnica de contacto con transductores de $\frac{1}{2}$ pulgada de diámetro y 4 MHz de frecuencia. Se emplearon dos equipos marca KRAUTKRAMER modelo USIP-11 y el otro modelo USM 2. La inspección se realizó a lo largo de por lo menos 3 generatrices separadas 45° . A lo largo de cada generatriz se realizó una medición cada centímetro. De cada punto de medición se graficó el pico de máxima señal y su profundidad respecto a la superficie de contacto con el transductor. Los resultados se representan graficando la ganancia en decibeles, para que el pico de máxima intensidad ocupe un 100% de la escala del osciloscopio, en función de la posición.

También se empleó un equipo MECHASONIC para análisis de superficies planas por inmersión, que permite una inspección 100% y a escala de 1:1 de la pieza, mediante un sistema de barrido automático y graficación simultánea sobre papel electrosensible (scanning). Esta técnica se empleó para análisis de lingotes, chapas forjadas a partir de lingotes de 2º fusión y lingotes de 1º fusión. Se emplea-

ron frecuencias entre 5 y 20 MHz.

III-RESULTADOS:

III-1 Inspección por contacto: La tabla N° 1 resume las características de todos los lingotes analizados por contacto. Se indica la longitud del lingote, la forma de la curva característica y la posición e intensidad de los picos observados respecto a la intensidad del eco de fondo. Por ello también se incluye la intensidad de dicho eco.

El Pico P_1 , se observa en el pie del lingote y corresponde a fusión parcial del material durante el inicio del proceso de fusión. El Pico P_2 corresponde al rechupe interno y se encuentra en el extremo superior del lingote. Por último, en una fracción de los lingotes inspeccionados se han encontrado picos adicionales, denominados P_3 y P_4 . De los 31 lingotes analizados, 15 muestran picos P_3 y 5 de estos últimos también muestran picos P_4 .

De los 15 lingotes con picos P_3 , 10 lingotes tienen picos P_3 intensos (I 30 dB) y de los 5 con picos P_4 , solo el lingote 278 muestra un pico P_4 intenso (I 26 dB).

III-2 Inspección por inmersión: Los lingotes 177 y 278 que muestran picos P_3 y P_3 y P_4 , respectivamente, (tabla 1); fueron cortados longitudinalmente en dos semicilindros. Un semicilindro de cada lingote fue inspeccionado por medio de la técnica de inmersión en el equipo MECHASONIC. Los semicilindros fueron orientados con sus superficies planas perpendiculares al haz de ultrasonido e inspeccionados en un 100% de su superficie, con un transductor de 20 MHz.

La distribución de señales sónicas provenientes del interior del lingote fue graficada sobre papel electrosensible, obteniéndose los sonogramas mostrados en las figuras 1 y 2.

También se analizaron discos de 35 mm de espesor obtenidos por cortes transversales del lingote 180, figura 3 y cortes longitudinales de los lingotes de 1° fusión N° 47 y 208, figuras 4 y 5.

Para simplificar la descripción de los resultados observados en los sonogramas de los lingotes 177 y 278 conviene describir en primer término los sonogramas de los lingotes de 1° fusión.

En el sonograma del lingote N° 47, figura 4, solo se observa el perfil del lingote y una cierta distribución de señales sónicas en la periferia del lingote, que corresponden a pequeños poros o imperfecciones cercanas a la superficie externa del lingote.

En el sonograma del lingote de 1° fusión N° 208, figura 5, se observa una distribución muy particular de señales sónicas. La distribución de señales producidas por el rechupe interno (pico P_2) se aisló del resto por medio de un cuadrado (parte superior de la figura). El resto de las señales sónicas se distribuyen según curvas a lo largo de toda la longitud del lingote. La forma de estas curvas evoluciona desde un segmento con curvatura prácticamente nula en el extremo inferior del lingote hasta una curva aproximadamente parabólica con su mínimo en el centro del lingote. La forma y evolución de estas curvas coincide con las formas y evolución que tendría la interfase sólido-líquido a medida que progresa el proceso de solidificación del lingote. Para comprender esta evolución de la interfase

es necesario recordar que en el proceso de fusión por electrodo consumible, la lingotera cilíndrica es refrigerada por la base y por sus superficies laterales. Por esta razón, a medida que la fracción solidificada en la lingotera aumenta, la extracción calórica por las paredes laterales supera a la extracción calórica por la base y la interfase se curva tomando la forma de una superficie de revolución generada por una curva aproximadamente parabólica.

Retomando el análisis de los sonogramas de los lingotes 177 y 278 es posible reconocer en estos algunas características de los lingotes anteriores.

En el sonograma del lingote N° 177, figura 1, se observa una distribución de señales sónicas aproximadamente plana y otra curva (señaladas por una flecha). Esta distribución coincide en posición con el pico P_3 , (tabla 1). Además se observan anillos y círculos generados por defectos maquinados en la superficie que fueron realizados con fines diferentes al del presente trabajo y por ende no se los considerará. La zona del rechupe no se observa pues fue cortada previamente. En el sonograma del lingote N° 278 se observan en la parte inferior y media del lingote dos distribuciones similares entre sí (señaladas por flechas) las cuales coinciden aproximadamente con la posición de los picos P_3 y P_4 . Se observa que la densidad de señales sónicas es más densa en la parte media del lingote, la cual coincide con los resultados por análisis por contacto (la intensidad del pico P_3 es 14 dB y la del pico P_4 es de 26 dB). Además de las zonas señaladas por flechas, es posible reconocer la misma distribución de señales sónicas según parábolas, ya mostrada en el lingote 208, dos de los cuales limitan por su parte inferior las dos distribuciones señaladas por flechas. Finalmente se observa cerca del rechupe una densificación de señales sónicas, limitadas inferiormente por su curva aproximadamente parabólica.

La figura 3 muestra las distribuciones de señales sónicas correspondientes a un disco de 35 mm de espesor, cortado del lingote 180 en la posición correspondiente al pico P₃. En este caso se observa una distribución densa de señales sónicas ligeramente desplazado respecto al centro del disco. Esta distribución de señales sónicas corresponde a una vista axial de la distribución de señales observadas en los lingotes 177 y 278.

Nueve chapas de 20 mm de espesor y 250 mm de largo aproximadamente, obtenidas por forja en caliente de los lingotes 101, 106, y 178, fueron también analizadas por inmersión empleándose un transductor focalizado de 5 MHz. La figura N° 6 es una fotografía del sonograma correspondiente a la chapa que proviene del tercio superior (cabeza) del lingote 103. Este y el tercio central fueron las únicas chapas donde se detectó señales sónicas provenientes del interior del material. Estas señales están identificadas con la letra D en la chapa 1033.

III-3 Análisis metalográfico. Correlación con la distribución de señales sónicas: La figura 7 muestra una fotografía de la superficie del lingote 278, donde se puede reconocer poros en las posiciones correspondientes a las distribuciones de señales sónicas indicadas por flechas en la figura 2. Estos poros son esféricos con diámetros menores de 1 mm. Observaciones similares fueron realizadas en el disco de 35 mm de espesor cortado del lingote 180. Este disco fue luego cortado longitudinalmente por su centro y se observó que el origen de las señales sónicas era una distribución aproximadamente planas de poros situados entre 5 y 10 mm de la superficie irradiada por el haz de ultrasonido. En el lingote de primera fusión N° 47 no se observó ningún otro poro en la superficie de corte, mientras que una distribución de poros a lo largo de toda la superficie de corte se comprobó en el lingote N° 208.

El tercio superior del lingote 103 forjado a chapa y denominado 1033 fue cortado transversalmente a la altura de las manchas mostradas en la figura 6. Del análisis por metalografía óptica, y análisis de composición química local por microsonda electrónica, se comprobó la presencia de inclusiones con las siguientes características (1):

- a) Las inclusiones observadas tienen 1 y 5 mm de diámetro.
- b) Las inclusiones son circonio puro no aleado. La ausencia de los aleantes del Zircaloy-4 indicaría que dichas inclusiones no se disolvieron durante el proceso de fusión.
- c) Una de las inclusiones, la denominada 34, polarizaba la luz, mostrando una típica estructura equiaxial alfa.

Estos hechos y la alta dureza y fragilidad de las inclusiones indicaban que se encuentran fuertemente contaminadas, por un elemento estabilizador que podría ser nitrógeno.

IV - DISCUSION

La técnica de inspección por contacto ha puesto de manifiesto la presencia de defectos en un 50% del total de lingotes analizados (ver tabla 1).

Estos defectos producen los picos llamados P_3 y P_4 . Los otros dos tipos de picos, P_1 y P_2 corresponden a defectos producidos por fusión parcial durante el inicio de la fusión y al rechupe interno, respectivamente.

La inspección por la técnica de inmersión de cortes longitudinales de lingotes de 1° y 2° fusión y el análisis de chapas forjadas completado con observación metalográfica muestra que los picos P_3 y P_4 son como mínimo producidos por dos tipos de defectos: poros e inclusiones. Los poros se distribuyen en una forma particular, similar a la forma de la interfase sólido-líquido. Por esta razón se propone que los poros se originan por algún tipo de inestabilidad del proceso de fusión, que produce un rápido avance de la interfase en cierta etapa de la solidificación, formando una serie de poros a lo largo de ella.

Es necesario aclarar que los poros del disco del lingote 180 no pudieron ser detectados al analizarse la cara más alejada de ellos. Esto se debe a la rápida atenuación del haz de 20 MHz de frecuencia. Esta rápida atenuación del haz no es una limitación del método, sino que justamente ha permitido simplificar la interpretación de los sonogramas al mostrar estos únicamente un "corte" de la distribución de poros en todo el volumen del lingote. Este "corte" tiene en realidad un espesor de aproximadamente 15 mm, valor que fue estimado a partir de los resultados correspondientes al disco arriba nombrado.

Del análisis de las chapas forjadas del lingote 103 se determinó la presencia de inclusiones de circonio puro. En la bibliografía consultada no se encontró referencias sobre el origen de las inclusiones en aleaciones de circonio, pero en aleaciones de titanio fabricados con técnicas similares a las del circonio, es un hecho bien establecido que la razón principal de la presencia de inclusiones se debe a partículas de titanio fuertemente contaminado por nitrógeno, que no se disuelven durante el proceso de fusión (2).

Por último es necesario remarcar que ninguna señal sónica que puede ser relacionada con el rechupe interno fue observada durante la inspección por inmersión de las chapas forjadas. Tampoco se observó ningún vestigio de los rechupes durante el análisis metalográfico de los diferentes cortes realizados sobre el material forjado. Tampoco se observó señales sónicas relacionables con los rechupes en barras forjadas a partir de los lingotes 70, 102 y 179. Estos resultados indican que el rechupe se suelda durante el proceso de deformación en caliente.

V - RESUMEN Y CONCLUSIONES

Lingotes de 108 mm de diámetro fueron inspeccionados por la técnica de contacto, encontrándose que el 50% de ellos presentaban defectos internos del lingote.

El análisis por inmersión de cortes longitudinales y transversales de lingotes de 1º y 2º fusión muestra la presencia de poros distribuidos con forma similar a la de la interfase sólido-líquido, lo que indicaría que estos poros son originados por alteraciones en el avance de la interfase.

El mismo tipo de análisis por inmersión se aplicó a chapas forjadas, encontrándose inclusiones de circonio puro, no aleado, posiblemente contaminado por nitrógeno, como ocurre en aleaciones de titanio.

La imposibilidad de detectar el rechupe luego de la operación de deformación en caliente indica que éste se suelda por deformación.

REFERENCIAS

- 1, TURRILLO, C. Comunicación privada.
2. WOOD, F.W.; CARPENTER, R.L: Improvement of Titanium alloy ingot consolidation: Technical Report AFML-TR-72-46, Mayo 1972.

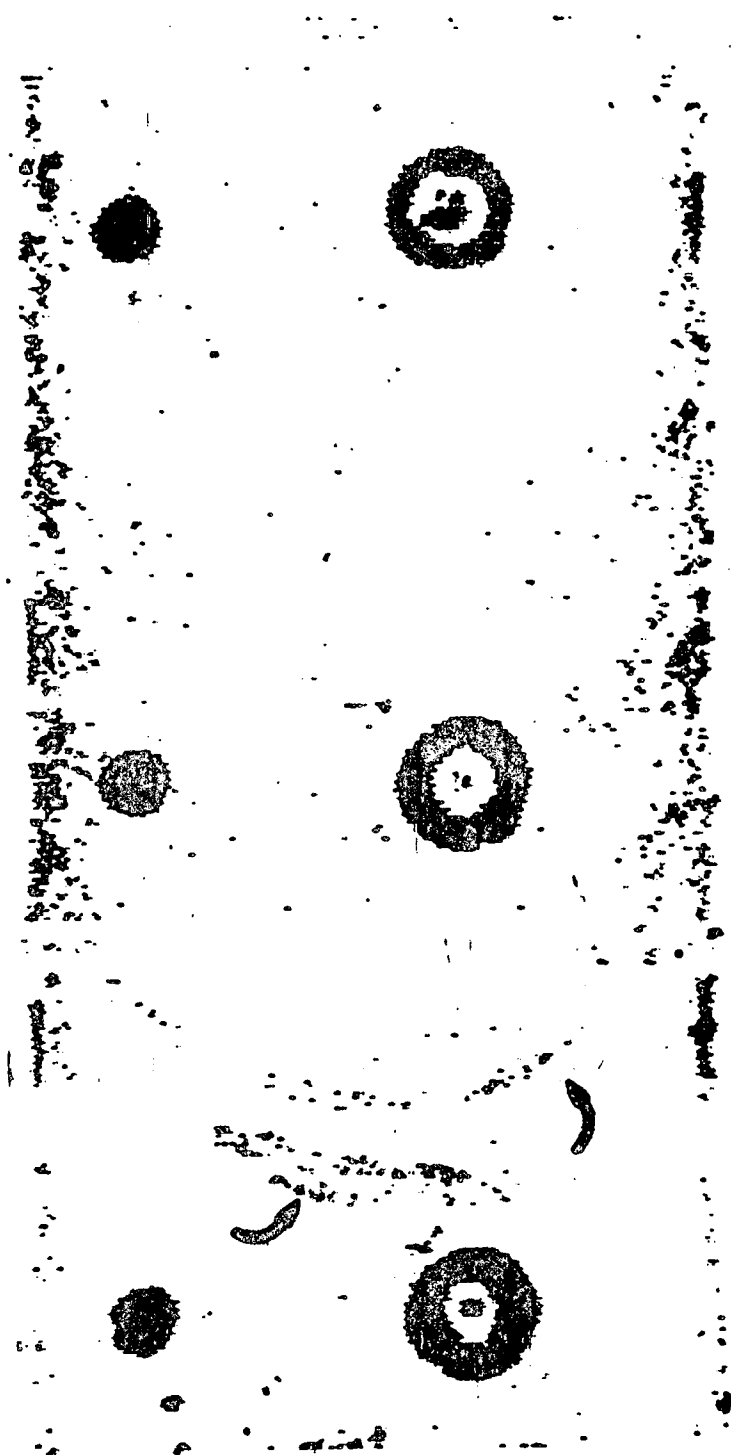


Fig. 1: Sonograma del lingote 177. Las flechas muestran la distribución de poros presentes. Escala 1:1 frecuencia 20 MHz.



Fig.2: Sonograma del lingote 278. Las flechas muestran las dos distribuciones de poros. Además se observa la distribución de poros que sigue la forma de la interfase. Escala 1:1, frecuencia 20 MHz.

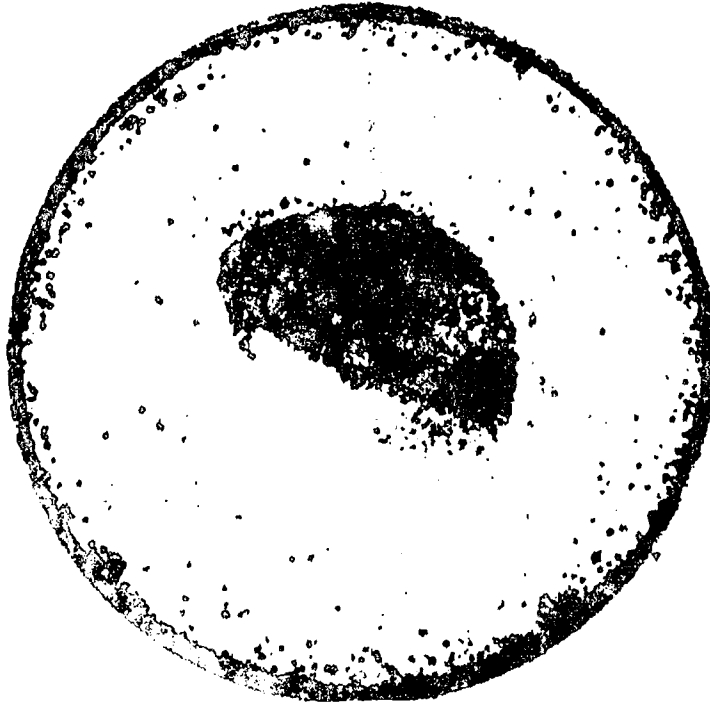


Fig 3 : Sonograma correspondiente al disco de 35 mm.
de espesor cortado del lingote 180 a la altura
del pico P_3 . Escala 1:1 ; frecuencia 20 MHz

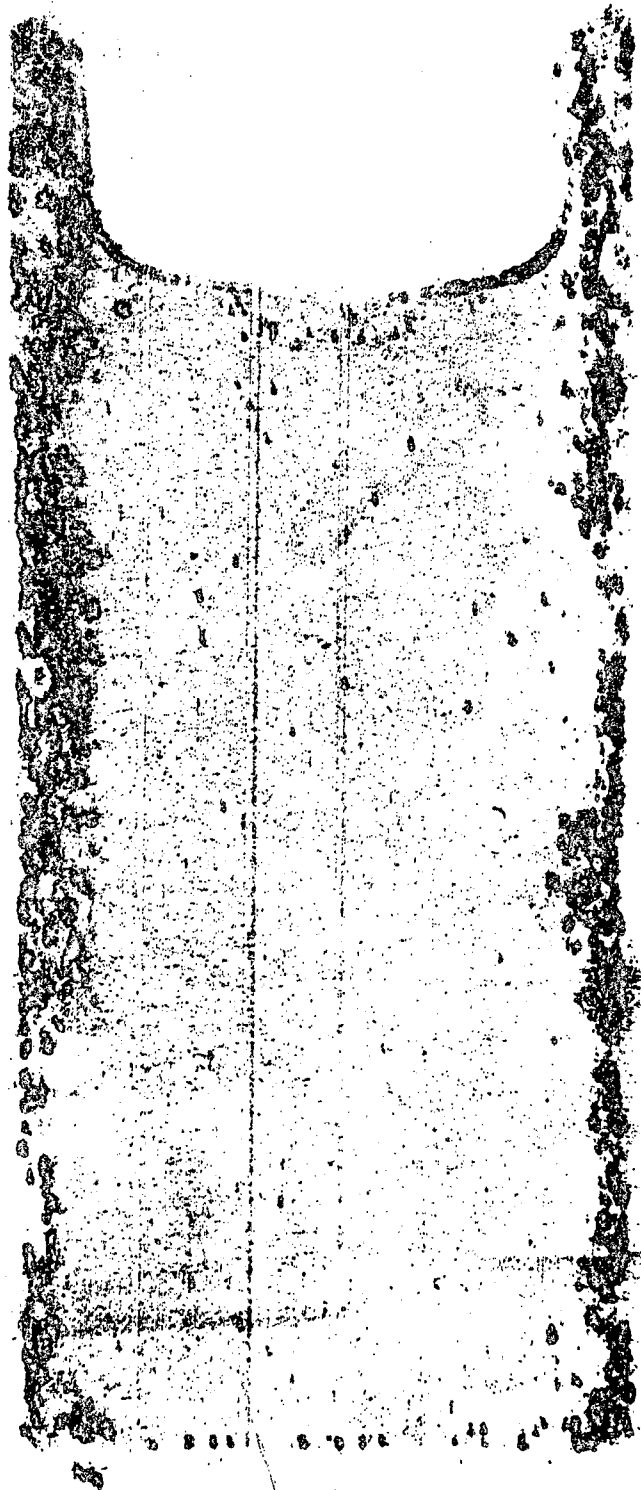


Fig. 4 : Sonograma del lingote 47. Se observan señales sónicas en la periferia del lingote, correspondientes a poros e imperfecciones cercanas a la superficie externa. Escala 1:1. Frecuencia 20 MHz.



Fig. 5: Sonograma del lingote 208. Se observa claramente la evolución de la forma de distribución de poros desde el pie (extremo inferior de la figura) hasta la cabeza. Un cuadrado aísla las reflexiones correspondientes alrechupe. Escla 1:1, frecuencia 20 MHz.

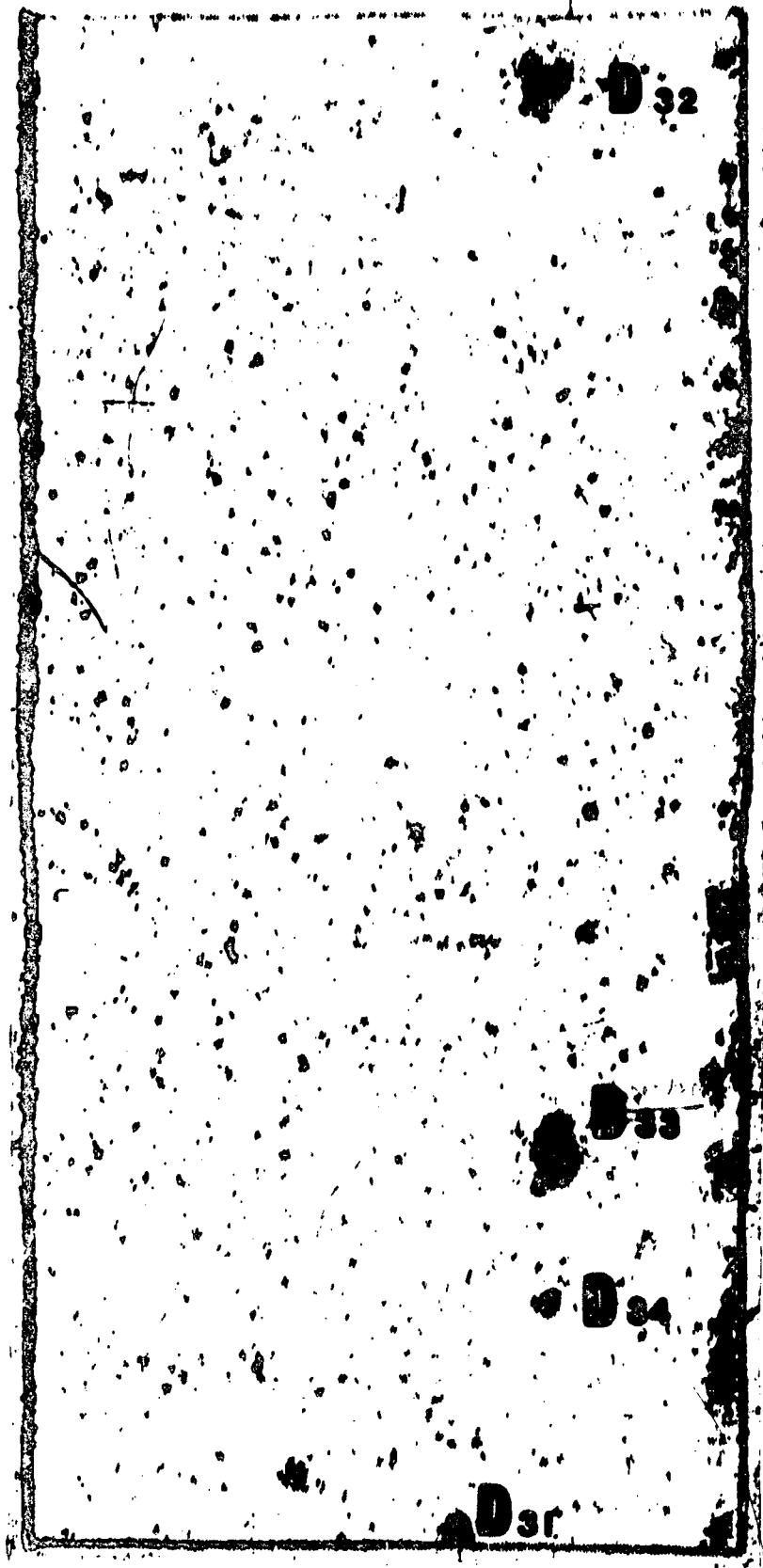


Fig.6: Sonograma de la chapa 1033. Las letras D indican las manchas sónicas donde se localizaron inclusiones. Escala 0,85:1, frecuencia 20 MHz.

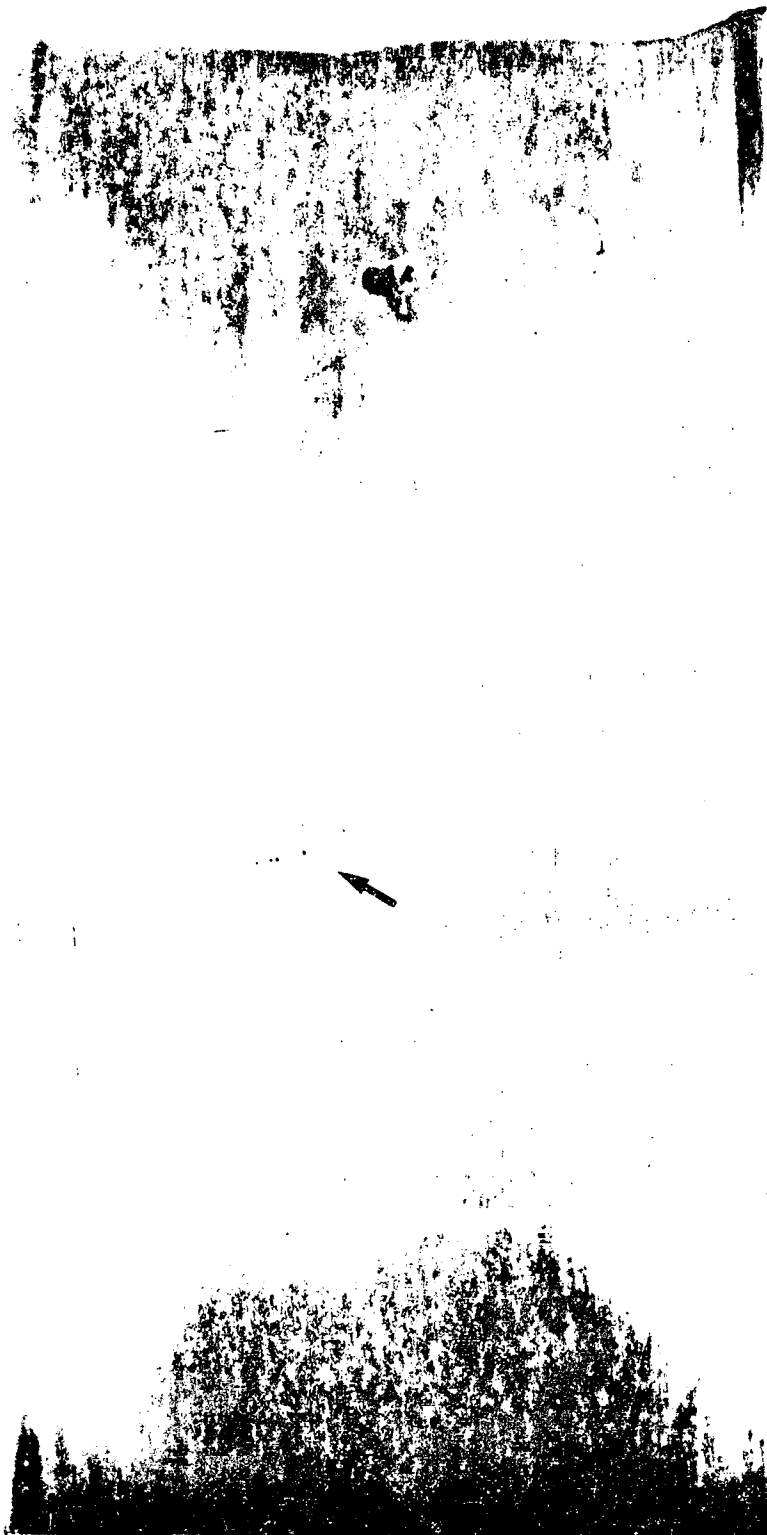


Fig. 7: Fotografía de la cara de corte del lingote 278. En el extremo superior se observa el rechupe y en la parte central poros correspondientes a la distribución de señales.



Fig. 8: Corte transversal de la chapa 1033 a la altura del defecto D₃₄ mostrado en figura 5. Superficie pulida con alúmina N° 2. Aumento 36 x.




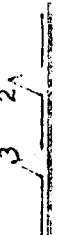



TABLA 1: Posición e intensidad de los picos observados en los lingotes de 2º fusión inspeccionados por la técnica de contacto.

LING. Nº	LONG. mm.	FONDO dB	CURVA ULTRASONIDO CARACTERISTICA	PICO 1		PICO 2		PICO 3		PICO 4	
				Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada
70	240	18		10	22	190-240	20	80-110	28	-	-
99	221	18		10	24	190-210	20	-	-	-	-
101	290	18		10	32	230-280	14	-	-	-	-
102	210	16		10	26	190-230	24	-	-	-	-
103	266	18		-	-	200-250	16	140-200	32	60-80	40
104	256	18		10	30	200-250	20	-	-	-	-
106	283	18		10	36	200-260	20	-	-	-	-
178	254	18		-	-	200-250	12	-	-	-	-
179	243	18		10	32	200-250	18	150	38	60-80	38
180	283	18		10	34	210-250	14	160-210	22	40-55	40
184	280	18		-	-	230-260	22	180-190	42	140	40




TABLA I Posición e intensidad de los picos observados en los lingotes de 29 fusión inspeccionados por la técnica de contacto.

LING. Nº	LONG. mm.	FONDO dB	CURVA ULTRASONIDO CARACTERISTICA	PICO 1		PICO 2		PICO 3		PICO 4	
				Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada
277	240	38		-	-	210-230	18	-	-	-	-
278	260	38		-	-	210-260	16	120-190	14	70-100	26
279	220	38		10	34	180-220	28	110-130	26	-	-
281	260	34		10	38	220-260	16	140-180	28	-	-
283	250	34		-	-	200-250	18	-	-	-	-
284	230	34		-	-	200-230	22	-	-	-	-
286	250	38		10	4	200-240	16	-	-	-	-
287	250	34		-	-	210-250	24	140-170	30	-	-
288	240	38		10	28	210-240	26	90	26	-	-
289	250	30		10	44	220-250	14	-	-	-	-

///1

LING. Nº	LONG. mm.	FONDO dB	CURVA ULTRASONIDO CARACTERISTICA	PICO 1		PICO 2		PICO 3		PICO 4	
				Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad REFLEJADA	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada
71	250	22		10	18	210-250	8	40-70	28	-	-
188	250	20		-	-	230-240	20	-	-	-	-
189	250	22		-	-	210-250	18	120-150	36	-	-
190	260	20		-	-	210-240	20	50-70	34	-	-
194	250	20		10	30	210-240	20	-	-	-	-
202	250	22		10	30	220-250	12	-	-	-	-
177	250	18		-	-	220-250	22	40-50	26	-	-

/// 1.

LING. No	LONG. mm.	FONDO dB	CURVA ULTRASONIDO CARACTERISTICA	PICO 1		PICO 2		PICO 3		PICO 4	
				Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada	Posición mm.	Intensidad Reflejada
290	250	38		10	42	210-240	20	-	-	-	-
292	190	38		-	-	170-190	22	-	-	-	-
293	200	32		10	28	160-200	14	60-80	22	-	-