

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº	1980
2	

04.80.25

ASOCIACION ARGENTINA
DE TECNOLOGIA NUCLEAR



ACTAS
de la
VII REUNION CIENTIFICA

6 al 10 de noviembre de 1978

SAN RAFAEL
Provincia de Mendoza

ANÁLISIS DE UNA SECUENCIA DE FABRICACION EN CHAPAS DE ZIR-
CALOY 4

Max Reste Levi - Delia Arias

Proyecto Planta Piloto Fábrica de Aleaciones Especiales
Departamento de Materiales - Gerencia de Desarrollo
Comisión Nacional de Energía Atómica.

Resumen:

El objeto del presente trabajo fue reproducir en chapas una posible secuencia de fabricación de tubos de Zircaloy 4, a fin de estudiar el efecto que los tratamientos termomecánicos tienen en las propiedades estructurales y mecánicas finales. Se utilizó material calificado de 50 mm de diámetro, el cual fue templado desde la fase β , laminado en caliente y a temperatura ambiente con distintos tratamientos térmicos hasta obtener chapa de 0,5 mm de espesor. Se hicieron tratamientos térmicos isócronos entre 400 y 700 °C de 2 horas de duración y tratamientos isotérmicos a 520°C entre 2 y 247 hs.

Se aplicaron técnicas de metalografía óptica y electrónica, rayos X, ensayos de tracción y mediciones de microdureza, para la determinación de la curva de recristalización.

El tamaño de grano luego del trabajado en caliente (18 μ) se redujo a unos 4 μ al finalizar el proceso. La tensión de fluencia en los tratamientos isócronos varió entre 67 Kg/mm² a temperatura ambiente a 36 Kg/mm² a 700 °C, observándose metalográficamente recristalización a partir de 500°C aproximadamente; en los recocidos isotérmicos varió entre 51 Kg/mm² luego de 2 horas a 36 Kg/mm² luego de 247 hs, observándose metalográficamente recristalización a partir de 2 horas. Se discuten resultados.

Introducción:

Dentro de los objetivos del desarrollo de las técnicas de fabricación de tubos del proyecto PPF AE tiene particular importancia el estudio del efecto de la ruta de fabricación en propiedades finales. Como a la iniciación de este trabajo no era posible simular una secuencia completa de fabricación de vainas se encaró un trabajo en chapas donde se repro

dujo las etapas fundamentales posibles de deformación en caliente y en frío para la fabricación de vainas de Zircaloy 4 empleadas en elementos combustibles.

Una de las etapas fundamentales para obtener materiales que satisfagan especificaciones especialmente en lo que respecta a propiedades mecánicas y estructurales es la última deformación en frío y el último tratamiento térmico. Por esta razón se estudiaron los procesos de recuperación y recristalización en chapas deformadas en frío un 65%, deformación que se estimó es del orden de las utilizadas en la fabricación de tubos.

Para el estudio se utilizaron técnicas de microdureza, tracción uniaxial y análisis de resistencia a la corrosión.

Uno de los primeros trabajos que encontramos en la literatura respecto del Zircaloy 4 se debe a Washburn (1) que en 1964 estudia la recristalización primaria y secundaria en chapas de Zircaloy 4 y deformadas en frío 10 - 20 - 40 y 60%, con tratamientos térmicos de 10 - 100 - y 1000 minutos en atmósfera de helio, entre 500 y 800 °C, utilizando técnicas de difracción de rayos X (análisis del anho de línea) y microdureza. O. M. Katz (2) en 1966 estudia la recuperación y recristalización en tubos de Zircaloy 4 con 20 - 40 y 73% de trabajado en frío y chapas con 78% de trabajado en frío, entre 100 y 760 °C para 4 y 96 hs de tratamiento térmico (en vacío), utilizando técnicas de resistividad, difracción de rayos X y microdureza, concluyendo que la información obtenida por medio de la difracción de rayos X y microdureza permite una descripción bastante completa de los procesos de recuperación y recristalización en Zircaloy 4. C.C. Busby (3) realiza en tubos con 20- 73% de deformación en frío y con un relevado de tensiones a 495 °C experiencias de tracción uniaxial efectuadas a distintas temperaturas, desde temperatura ambiente hasta 530 °C.

Recientemente H. Stehle, E. Steinberg y E. Tenckhoff (4) publicaron un estudio sobre propiedades mecánicas y microestructura en vainas de Zircaloy 4, donde analizan el efecto del último tratamiento térmico en propiedades mecánicas bajo tensiones biaxiales y donde se incluyen una curva de porcentaje de recristalización vs. temperatura en la cual se puede ver que un aumento de temperatura de 10 °C en 550 °C representa un aumento del 20 al 80% del material recristalizado. En estos trabajos no se hacen análisis de los mecanismos de recuperación y recristalización puestos en juego en este material.

Parte experimental y resultados

El material original fué una barra calificada de Zircaloy 4 de 50 mm de diámetro a partir de la cual se obtuvo una chapa de 0.55 mm de espesor. El material fué tratado según la secuencia que figura en la tabla I:

TABLA I
Secuencia de fabricación de chapas

TEMPLADO		desde fase β (1050°C)	
LAMINADO EN CALIENTE		↓	77% (800°C)
LAMINADO EN FRIO		↓	31%
RECOCIDO		↓	4h - 750°C
LAMINADO EN FRIO		↓	48%
RECOCIDO		↓	2h - 700°C
LAMINADO EN FRIO		↓	55%
RECOCIDO	2h - 700°C		2h - 520°C + 2h - 700°C
LAMINADO EN FRIO	↓		↓
	65%		67%
RECOCIDO	↓		↓
	520°C:		2 horas:
	2 - 3 - 4 - 5 -		403 - 456 - 506 - 522 -
	10 - 65 - 247 hs.		541 - 558 - 600 - 700°C

El material fué cortado, decapado y enjuagado con agua bidestilada, posteriormente se lo encapsuló en una ampolla de pyrex o cuarzo, de acuerdo a las temperaturas de los tratamientos térmicos y sellado con un vacío mejor que 10^{-6} mm de Hg.

Con la serie de probetas provenientes de los tratamientos isotérmicos se realizaron ensayos de tracción a temperatura ambiente en la dirección de laminación. Se obtuvo el punto de fluencia $\sigma_{0.2}$ y la tensión máxima UTS. Para la obtención de $\sigma_{0.2}$ se deformó con una velocidad de cabezal de 1mm/min y se registró la carga vs la elongación medida con un extensómetro colocado sobre la probeta ("gage length" de 2 cm de longitud). Para la determinación de la UTS se graficó la carga vs el desplazamiento del cabezal con una velocidad de cabezal diez veces mayor que la etapa anterior.

hasta romper la probeta.

En la figura 1 se representan los valores de la resistencia a la tracción UTS, la tensión de fluencia $\sigma_{0.2}$, y la elongación (el) vs tiempo de tratamiento térmico (520°C). En la figura 2 se muestran algunas metalografías para diferentes tiempo. En la fig.3 se representan las tres dimensiones promedio de los granos según la dirección normal, longitudinal y transversal según norma E-112-10,6 (ASTM), en función del tiempo de tratamiento térmico, calculadas a partir de las metalografías. Se graficó también el diámetro promedio (\bar{d}) de los granos, promediando el número de granos interceptados por mm en las tres direcciones; la inversa de este promedio nos da la distancia promedio entre intercepciones que en nuestros rangos de valores es prácticamente igual al diámetro promedio de los granos, según la tabla 2 de las normas E-112 (ASTM). También se da el número de grano G correspondiente.

Se realizaron mediciones de microdureza Vickers con 1 Kg de carga, sobre cada una de las secciones, transversal (T), longitudinal (L) y plano de laminación (S). Los valores obtenidos se representan en función del tiempo de tratamiento térmico en la figura 4.

Se midió también con un difractómetro de rayos X, con radiación Cu K_{α} , 30 KV, 20 MA, el ancho de línea, del pico 004, en el plano de laminación (fig. 5).

Con la serie de probetas provenientes de los tratamientos térmicos de 2 hs a diferentes temperaturas, se realizaron ensayos de tracción como en el caso anterior. En la figura 6 se representa la tensión de fluencia $\sigma_{0.2}$, la resistencia a la tracción (UTS), y la elongación (EL) en función de la temperatura de tratamiento térmico. En la fig. 7 podemos ver tres metalografías del material obtenidas con el microscopio óptico y el electrónico. En la fig.8 se ha representado las tres dimensiones promedio y el diámetro promedio de los granos vs temperatura.

También en este caso se ha realizado mediciones de microdureza Vickers con 1Kg de carga, sobre cada una de las secciones (fig.9).

Se estudió el comportamiento a la corrosión en cinco probetas tratadas térmicamente 2 hs a 520 °C, el ensayo se hizo en una autoclave, sumergidas en una atmósfera de vapor a 400 °C y 100 atmósferas, durante 3 días. Los aumentos de peso fueron inferiores a 22 mg/dm², límite superior que es

tablecen las normas. El aspecto superficial de las mismas fué también satisfactorio, concluyéndose que el comportamiento a la corrosión estuvo dentro de lo exigido por las normas de recepción para chapas y tubos destinados a Atucha.

Las metalografías correspondientes a los tratamientos isotérmicos (520 °C) muestran que luego de 2 horas hay pequeños granos recristalizados y el tamaño de grano promedio (granos deformados y recristalizados) es de 6μ . Entre 4 y 5 horas el número de granos recristalizados aumenta sensiblemente bajando el tamaño promedio a su valor mínimo de 3μ , y luego crece a $3,5\mu$ para 247 horas.

La disminución del ancho de línea en función del tiempo a 520 °C (fig. 5) se estabiliza recién a las 10 horas. Los valores de las propiedades mecánicas ($\sigma_{0.2}$ y UTS, figura 1) disminuye recién a partir de 3 hs de tratamiento térmico a 520 °C, por ejemplo la $\sigma_{0.2}$ varía de 51 Kg/mm² para 3 hs a 36 Kg/mm² para 247 hs.

Las curvas de microdureza Vickers (fig 4) varían entre 195 HV y 160 HV sobre las secciones transversal y longitudinal y entre 255 HV y 210 HV en el plano de laminación, para el intervalo comprendido entre 2 hs y 247 hs.

En los tratamientos térmicos de 2 horas a distintas temperaturas, las curvas de $\sigma_{0.2}$, UTS y elongación (figura 6) muestran una variación continua a partir de los 400 °C, siendo más marcada a partir de los 500 °C y hasta los 560 °C, estabilizándose a partir de dicha temperatura. La $\sigma_{0.2}$ varió entre 68 kg/mm² a 20 °C y 36 Kg/mm² a 700 °C.

Las curvas de microdureza muestran un comportamiento análogo a las curvas de tracción, variando los valores entre 225 HV y 160 HV sobre las secciones, transversal y longitudinal y entre 270 HV y 220 HV en el plano de laminación, para el rango de temperaturas entre temperatura ambiente y 700 °C.

El tamaño de grano promedio varió entre 4 y 8μ , pasando por un mínimo a 540 °C, debido a que el tamaño de los granos recristalizados bajan el promedio. De la evolución de los valores de las tres dimensiones promedio (n, \bar{l}, t) de los granos (ver fig. 8), se puede decir que los granos recristalizados tienden a tener un tamaño no mucho mayor que el ancho del grano deformado.

Análisis de los resultados:

En las experiencias con distintas temperaturas (2 hs) las metalografías ópticas (fig.7) muestran que a 506°C el material está completamente deformado, sin embargo a través de observaciones de microscopía electrónica se pueden detectar algunos granos recristalizados lo que coincide con las observaciones hechas por Stehle-Steinberg y Tenckoff(4) que muestran que en vainas el proceso de recristalización comienza a 500°C. En las metalografías ópticas del material tratado a 520 °C durante distintos tiempos (fig.2) se observan luego de 2 horas pequeños granos recristalizados y que a 247 hs aun no se ha llegado a una estructura equiaxial típica de un estado de recristalización completo.

El ancho de línea sigue la misma tendencia con el tiempo de tratamiento térmico, observándose los mayores cambios en las 10 primeras horas, indicando este hecho que durante ese intervalo de tiempo actúan simultáneamente los procesos de recuperación y recristalización.

De la comparación de las medidas de $\sigma_{0.2}$ (fig.6) y sus correspondientes metalografías se deduce que la disminución de $\sigma_{0.2}$ comienza por lo menos 50 °C antes que el proceso de recristalización aunque la zona de máxima variación se observa a partir de dicho momento (500 °C). Este efecto no se observa en las curvas de dureza (fig.9) donde los cambios importantes ocurren a partir de dicha temperatura.

Los resultados de medidas de microdureza en ambas secuencias muestran que la dureza en el plano de laminación es mayor que en los otros dos, debiéndose fundamentalmente a la textura del material que muestra que el eje o está cercano a la normal del plano de laminación (15°- 20° para 2 hs - 520°C). Estudios en Zircaloy 2 muestran que la dirección c del prisma hexagonal tanto en compresión como en tensión tiene un punto de fluencia mucho más alto (c en tensión 48 Kg/mm²), dado que en esfuerzos aplicados en la dirección c el material deforma por deslizamiento (5), razón por la cual debemos esperar valores de microdureza más altos en el plano de laminación y más bajos y similares en los otros dos planos (fig. 4 y 9).

El resultado más importante de las medidas de tamaño de grano es la reducción de sus dimensiones en las direcciones t y l , y la casi constancia en la dirección n para los granos recristalizados respecto de los deformados (figuras 3 y 8), esta variación es fácilmente visualizada en las metalografías de las figuras 2 y 7.

Comparando los resultados de $\sigma_{0.2}$ obtenidos en vainas de Zircaloy 4 laminadas 57% en frío y tratadas 2 horas entre 450 y 600 °C, con las correspondientes de las chapas (fig.10) se observa que las curvas tienen la misma forma con un corrimiento sistemático de aproximadamente 3 Kg/mm² para un mismo valor de temperatura o de un máximo de 15 °C en la temperatura de tratamiento térmico para un mismo valor de $\sigma_{0.2}$.

Las diferencias pueden atribuirse a variaciones de composición o diferencias producidas por el modo de deformación plástica, pero esencialmente representan el mismo fenómeno. La textura de chapas laminadas más de un 50% y de tubos laminados con un Q (reducción de espesor/reducción de diámetro) alto es prácticamente la misma (5). Ambas texturas se caracterizan por tener la dirección del plano basal perpendicular a la dirección de laminación y orientada hasta 40° de la dirección radial del tubo o normal de la chapa y como en ambas experiencias se traccionó en la dirección de laminación, ambos materiales deforman fundamentalmente por deslizamiento.

Por otro lado comparando las curvas de UTS para los dos casos mencionados (fig.11) se observa que no existe un tan buen acuerdo como con la tensión de fluencia, encontrándose corrimientos mucho más altos en sus valores.

Conclusiones:

Se ha observado una buena coincidencia con resultados de otros autores en lo que se refiere 1) al inicio del proceso de recristalización, 2) a los resultados obtenidos de dureza en las distintas direcciones del material.

Por otro lado se ha demostrado a través de este trabajo que es posible la simulación con chapa, al menos en lo que respecta a las propiedades estudiadas, del proceso de laminación en tubos.

Referencias bibliográficas:

- 1 - Washburn D.F. - Primary and Secondary Recrystallization of Zircaloy UC 254 - 1964.

- 2 - Katz O.M. - Recovery and Recrystallization Kinetics of Cold-Worked Zircaloy-4 Plate and Tubing - WAPD - TM 590 - 1968.
- 3 - Busby C.C. - Longitudinal Uniaxial Tensile and Compressive Properties - WAPD - TM 590 - 1968.
- 4 - Stehle H. - Steinberg E. - Tenckhoff E. - Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry - Quebec 1976 -
- 5 - Cheadle B.A. - Texture in Zirconium Alloys and Its Effect on Mechanical Properties - CRNL-1208 - 1974.

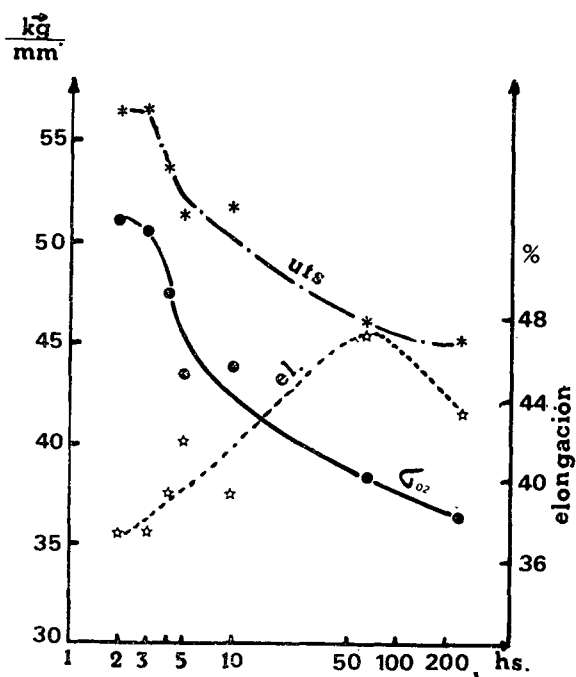
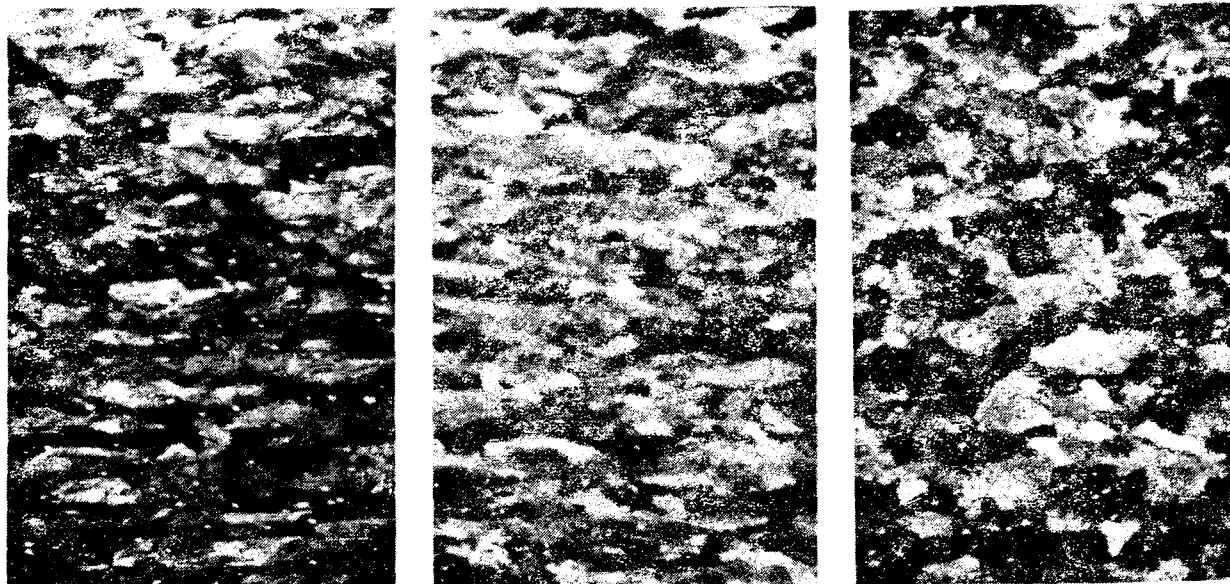


figura 1 - Tensión de fluencia (σ_{02}), resistencia a la tracción (UTS) y elongación (el) a temperatura ambiente, en función del tiempo del último tratamiento térmico a 520 °C.



a) 2 hs

b) 4 hs

c) 247 hs

figura 2 - Metalografías del material deformado 65% y tratado térmicamente durante diferentes tiempos a 520 °C.

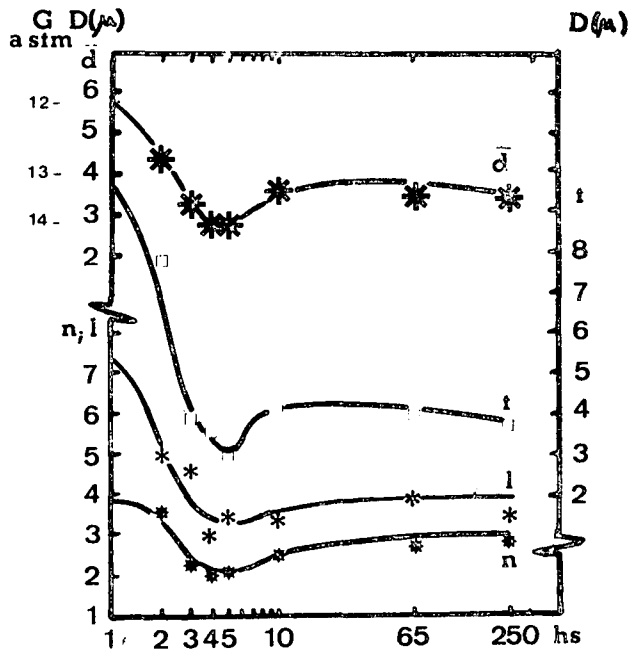
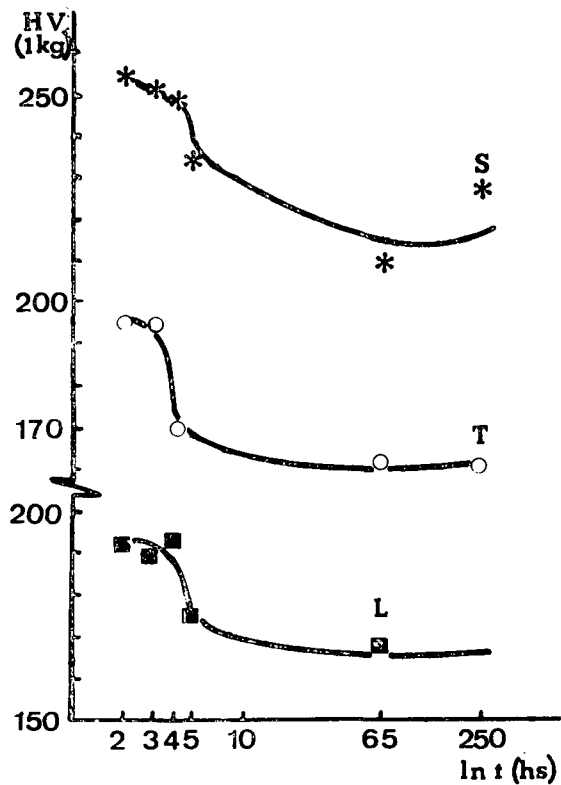


figura 3 - Dimensiones promedio de granos según las direcciones normal (n), longitudinal (l) y transversal (t). Diámetro promedio de granos (\bar{d}) en función del tiempo del último tratamiento térmico a 520 °C.

figura 4 - Microdureza Vickers (1 Kg) sobre las secciones longitudinal (L), transversal (T) y plano de laminación (S) en función del tiempo del último tratamiento térmico a 520 °C.



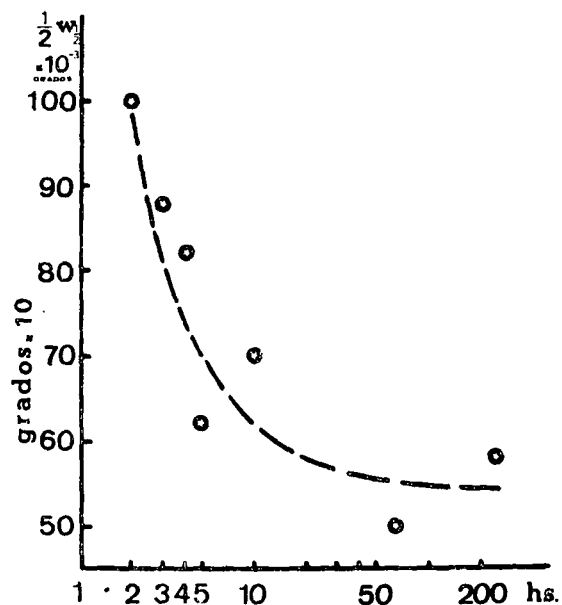


figura 5 - Ancho medio del pico 004 en función del tiempo de tratamiento térmico a 520°C, luego de ser laminado en frío un 65%.

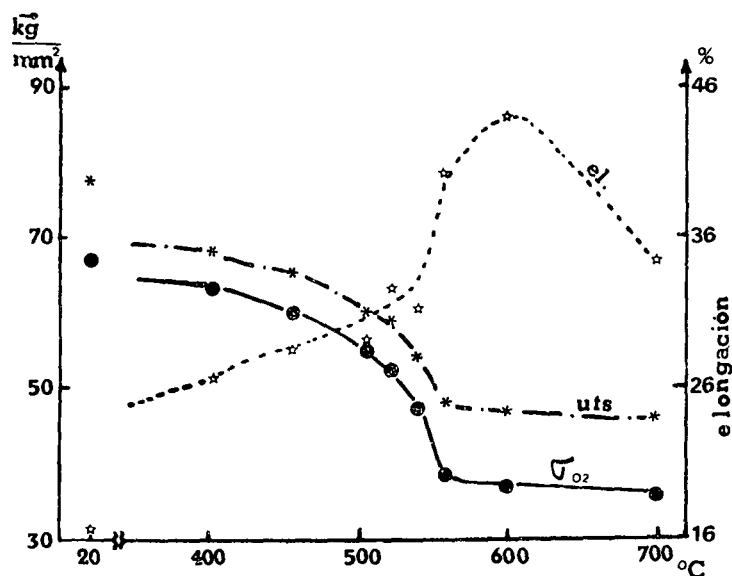


figura 6 - Tensión de fluencia ($\sigma_{0.2}$), resistencia a la tracción (UTS), y elongación (el) a temperatura ambiente en función de la temperatura del último tratamiento térmico, de 2 horas de duración.



a) 506 °C

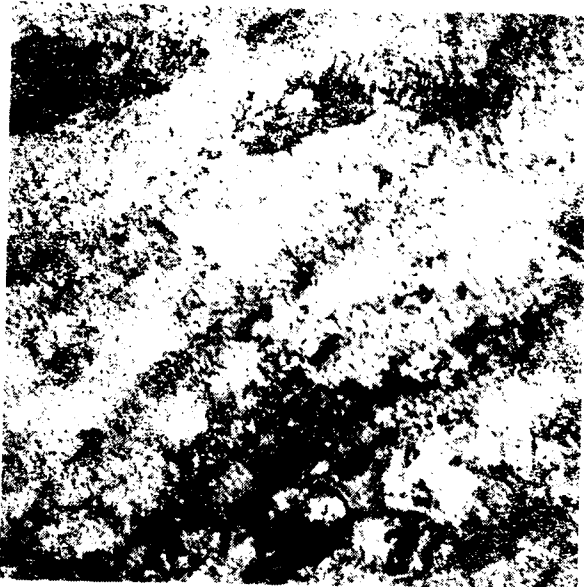


b) 558 °C



c) 700 °C

figura 7, a), b), c) - Metalografías del material deformado 67% y tratado térmicamente durante 2 hs a diferentes temperaturas (microscopio óptico).

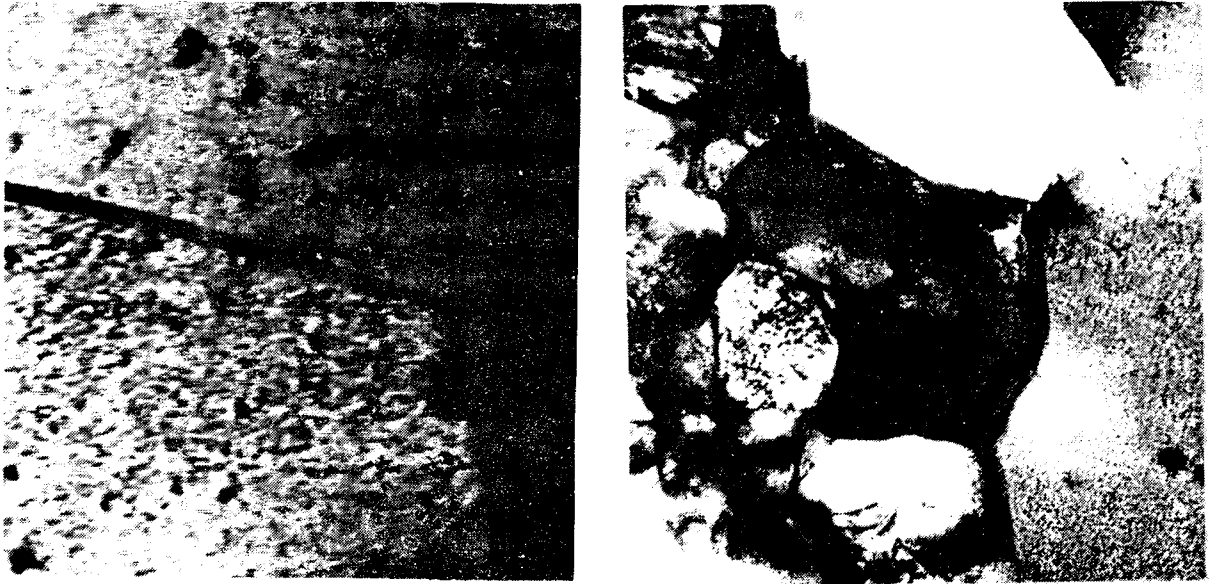


d) 403 °C



e) 506 °C

(continúa)



f) 506 °C

g) 700 °C

figura 7, d), e), f), g) - Metalografías del material deformado 67% y tratado térmicamente durante 2 hs a diferentes temperaturas (microscopio electrónico).

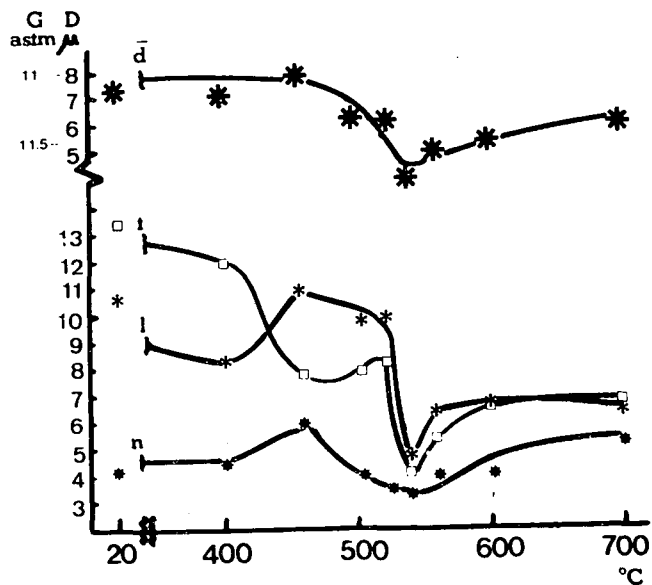


figura 8 - Dimensiones promedio de granos según las direcciones normal (n), longitudinal (l), y transversal (+). Diámetro promedio de granos (\bar{d}) en función de la temperatura del último tratamiento térmico de 2 horas de duración.

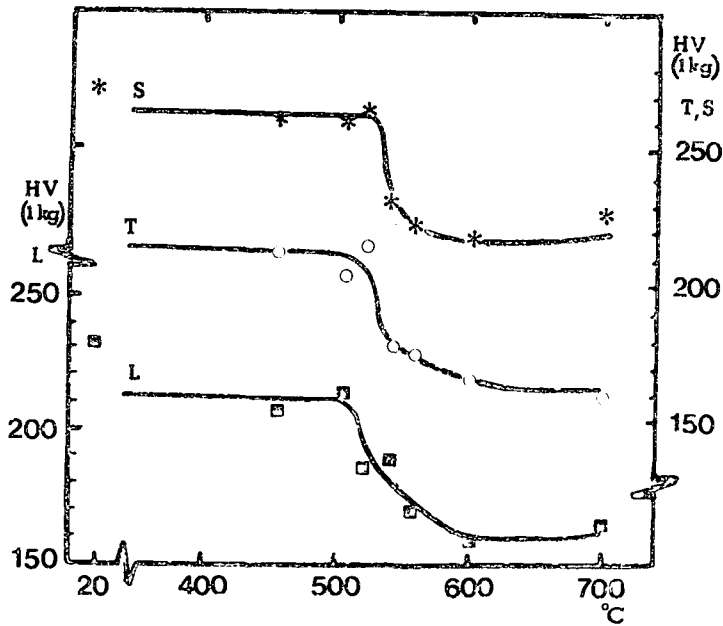


figura 9 - Microdureza Vickers (1 Kg) sobre las secciones longitudinal (L), transversal (T) y plano de laminación (S) en función de la temperatura del último tratamiento térmico de 2 horas de duración.

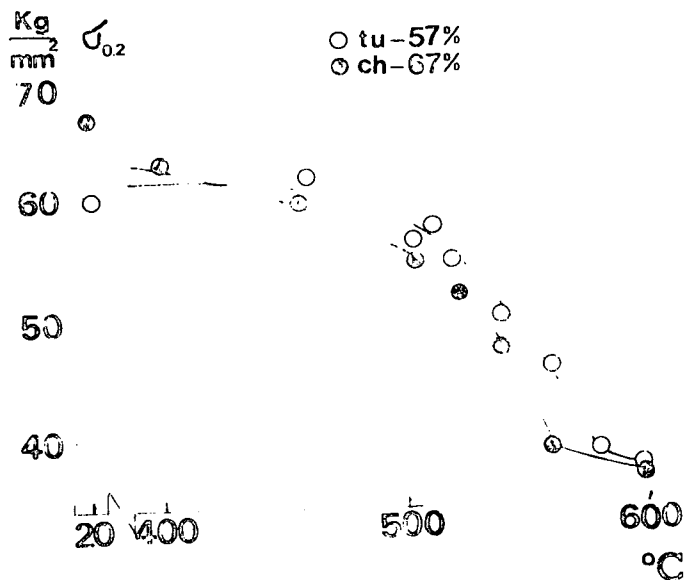


figura 10 - Curvas de la tensión de fluencia $\sigma_{0.2}$ de tubos trabajados en frío un 57% (TU-57%) y chapas trabajadas en frío un 67% (CH-67%) vs temperatura de tratamiento térmico.

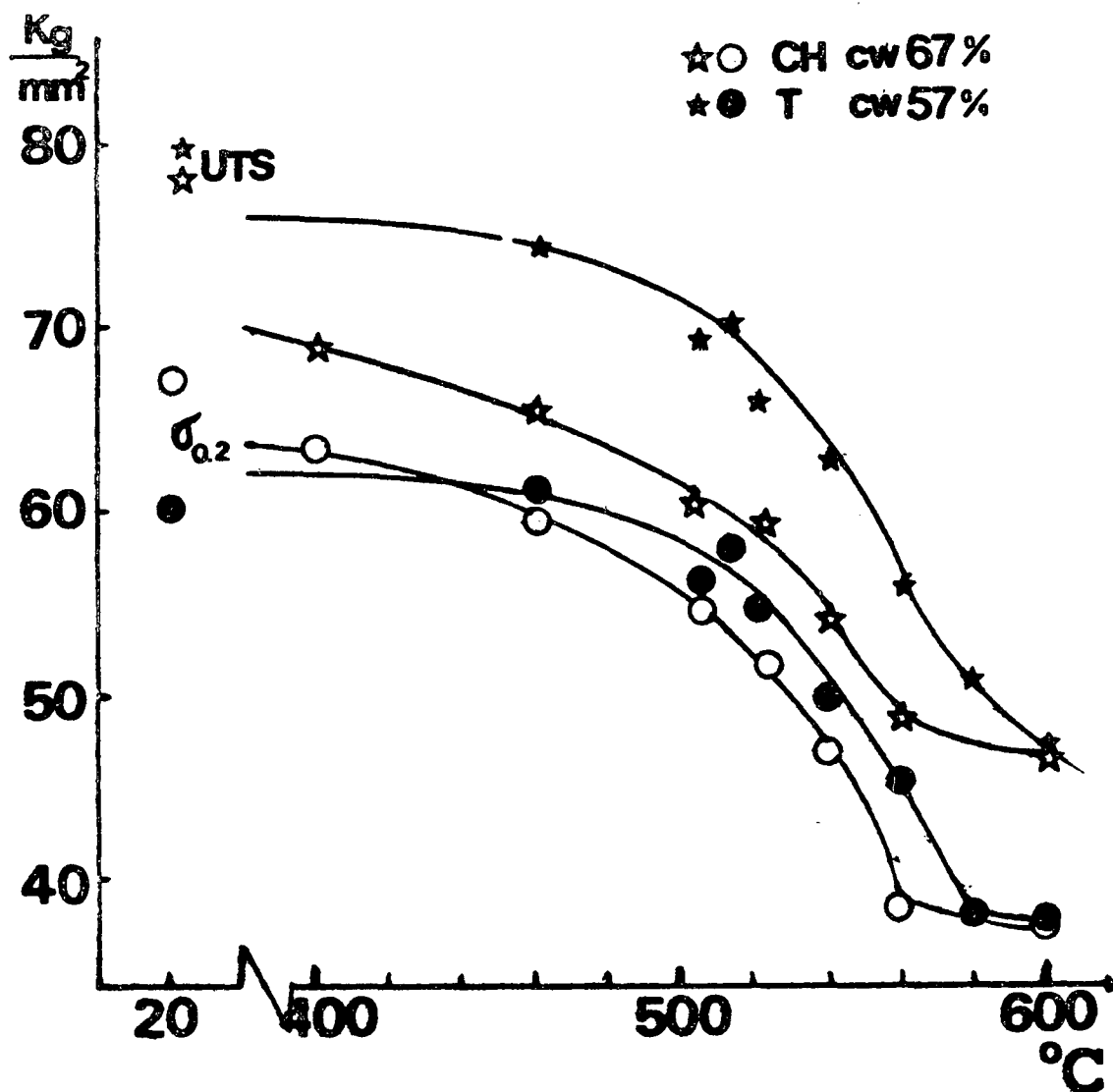


figura 11 - Curvas de resistencia a la tracción (UTS) y tensión de fluencia ($\sigma_{0.2}$) en chapas (CH) y tubos (T) trabajados en frío un 67% y 57% respectivamente, vs temperatura de tratamiento térmico.