

C105-71-09. 12 10

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

TERCER CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

METALURGIA FISICA DE METALES NUCLEARES

Prof. Dr. G. Cabane
(CEA, Saclay, Francia)

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina

1967

VII - B - FLUENCIA

I. Nociones

En el capítulo precedente dedicado a los mecanismos de deformación, se ha supuesto que la deformación dependía solamente de la tensión aplicada. De hecho, después de la deformación instantánea, tiene lugar otra deformación, llamada fluencia, la cual aumenta más o menos rápidamente con el tiempo.

En la curva clásica de fluencia, se representa en función del tiempo las deformaciones plásticas a carga constante. Pueden distinguirse 3 etapas:

la fluencia primaria : transient creep

la fluencia secundaria : steady state creep

la fluencia terciaria : accelerating creep

A temperaturas poco elevadas, la deformación de fluencia se estabiliza progresivamente: es la llamada fluencia logarítmica, a pesar de que la ley $\epsilon = f(t)$ no sea siempre logarítmica.

A temperaturas muy elevadas, la relación $\epsilon = f(\sigma)$ toma la forma característica de una deformación por vacantes: es la fluencia Herring-Nabarro.

La metalurgia nuclear plantea numerosos y variados problemas de fluencia, que se extienden desde las zonas "bajas temperaturas" (relajamiento de los cables de pretensión) hasta temperaturas vecinas de T_f (fluencia del magnesio). El tiempo de duración de fluencia es el de los elementos combustibles (1 a 3 años) o bien el del reactor (15 a 25 años).

1. Parámetros de la fluencia

La deformación de fluencia tienen todas las características de un fenómeno activado térmicamente: por lo tanto puede escribirse

$$\text{velocidad de fluencia} \quad \dot{\epsilon} = \frac{\partial \epsilon}{\partial t} = A e^{-U_a/RT}$$

Siendo U_a la energía de activación aparente del mecanismo que controla la deformación de fluencia. En una relación de este tipo, estos dos parámetros pueden englobarse en uno solo:

$$\Theta = T (C + \log t)$$

Este parámetro llamado de Larson-Miller permite representar sobre una misma curva todos los valores de fluencia para una tensión determinada; esto supone evidentemente que la ley indicada más arriba permanece simple; es decir que la muestra no sufre durante la fluencia ningún cambio de estructura.

La tensión es el tercer parámetro importante de la fluencia; está incluida en el

factor A : la velocidad de fluencia a temperatura constante es proporcional a σ^n , se han encontrado valores de n comprendidos entre 1 y 7. Se ha indicado también que U_a es función de la tensión; de hecho esto es cierto si un aumento de tensión cambia el mecanismo que controla la fluencia.

Para estudiar la influencia de la tensión sobre el mecanismo de fluencia, se utiliza el parámetro de Zener - Hollomon:

$$\dot{\epsilon} = Z e^{U_a/kT}$$

el cual no depende de la tensión si el factor A no varía mucho con la temperatura. La variación de $\log Z$ con la tensión permite distinguir leyes de fluencia diferentes: así en el berilio el valor de 2 kg/mm^2 separa dos zonas:

fluencia a cargas pequeñas : $\dot{\epsilon} = \alpha \sigma^n$ $n = 2,7$

fluencia a cargas grandes : $\dot{\epsilon} = \beta e^{\beta \sigma}$

Cuando el factor de Boltzman es constante, la velocidad de fluencia puede aún variar con los parámetros de estructura, principalmente con el que depende de la densidad de dislocaciones. Puesto que ésta evoluciona durante la fluencia, algunas veces incluso durante la fluencia secundaria, varios autores piensan que esta zona no representa un régimen permanente sino simplemente una transición. En efecto, algunos metales nucleares : U, Be, Fe, Al, en ciertos dominios de tensión y temperatura, pasan directamente de la fluencia primaria a la fluencia terciaria.

2. Ecuaciones fenomenológicas

Las curvas de fluencia han sido analizadas matemáticamente a fin de justificar extrapolaciones a tiempos de duración más largos que los de los ensayos. Las fórmulas siguientes han sido propuestas para los principales tipos de fluencia:

fluencia logarítmica : $\epsilon = \epsilon_0 \log (1 + \nu t)$

fluencia primaria y secundaria : $1 + \epsilon = (1 + \epsilon_0) (1 + a t^{1/3}) e^{bt}$ (Andrade)

$\epsilon = \epsilon_a + a t^m + b t^n$ $m < 1; n \geq 1$ (Lacombe)

Puede incluirse igualmente dentro de las ecuaciones fenomenológicas la que relaciona la deformación y la tensión : a la relación sencilla

$$\epsilon = A \sigma^n$$

en donde n toma valores distintos según el nivel de tensión. Garófalo ha propuesto de sustituir:

$$\epsilon = A (\gamma \hbar \alpha \sigma)^n$$

las constantes A y α siendo determinadas mediante dos series de experiencias a tensiones pequeñas y grandes.

Es preciso indicar que en todos los ensayos de fluencia, se mantiene constante la carga aplicada y no la tensión real. Si la deformación registrada es bastante importante (5 a 10%) la corrección no es despreciable y las deformaciones medidas son netamente más grandes que las que corresponden a un ensayo a tensión constante. El ensayo de relajamiento escapa a esta crítica, a menudo está más próximo de la realidad y se presta igualmente bien a las interpretaciones teóricas.

II. Problemas de fluencia en metalurgia nuclear

A. Fluencia a baja temperatura

1. Relajamiento de los cables de pretensión
2. Fluencia de los tubos de fuerza

Según las normas publicadas en los Estados Unidos y en el Canadá, la tensión de trabajo en un tubo de fuerza debe permanecer inferior al más pequeño de los dos valores siguientes:

- tercio de la tensión de ruptura
- tensión que da una velocidad de fluencia de $10^{-7}/h$

En el Zircaloy 2, se constata que hasta 150°C son precisas tensiones netamente superiores al límite elástico para obtener una deformación notable por fluencia. Por lo tanto no hay problema de fluencia en los tubos de fuerza fríos.

Sin embargo, para reducir los riesgos de ruptura frágil, se ha propuesto introducir una parte de la barrera térmica detrás del tubo de fuerza a fin de elevar la temperatura de éste hasta 300°C . En estas condiciones el Zircaloy 2 aún presenta (sin irradiación) una fluencia a velocidad decreciente. No obstante, numerosos ensayos canadienses han demostrado que dentro de un flujo de $10^{13} \text{ n cm}^{-2}$, la fluencia puede ser 30 veces más rápida que sin irradiación.

Esto justifica los estudios realizados con la aleación ZrNb 2, 5%, cuyas propiedades mecánicas tanto a 20°C como a 300°C son superiores a las del Zircaloy 2, y que sobre todo después de tratamiento térmico (temple y revenido) guarda bajo irradiación una velocidad de fluencia parecida a la observada sin irradiación. También se ha pensado utilizar el ZrNb deformado : sus caracterfísticas se sitúan entre las del ZrNb tratado y las del Zircaloy 2 deformado.

A 300°C la fluencia puede disminuirse mucho mediante una deformación del 10 al 30%. Por el contrario a 600°C , temperatura de funcionamiento de las vainas de aleación ZrCu, una pequeña deformación puede provocar una poligonización o una recristalización durante el ensayo lo que multiplica por 3 la velocidad de deformación.

B. Fluencia Secundaria

1. Ensayos con monocristales

Los ensayos con monocristales son útiles para analizar la deformación dentro de los granos y deducir luego por diferencia el deslizamiento en los bordes de grano. El mecanismo de deformación durante la fluencia secundaria, se caracteriza por la energía de activación U_a ; cuando dos mecanismos están en competición, se observan variaciones anormales de U_a con la temperatura. Es preciso distinguir dos casos :

- a) Los dos mecanismos son independientes; los dos intervienen en la fluencia cuya velocidad es entonces la suma de las que daría cada uno de ellos separadamente. La fluencia del U constituye un ejemplo : los estudios de André y Grenier han puesto en evidencia en las curvas de U_a en función de la temperatura, dos zonas en las que U_a es independiente de la temperatura.

- la primera, hacia 31.500 cal/atg, caracteriza la desviación del deslizamiento (010) [100] sobre los planos (001). La velocidad de fluencia es entonces proporcional al cuadrado de la carga aplicada.

- la segunda a 42.000 cal/atg, representa el franqueamiento de los obstáculos por "salto"; el exponente n alcanza entonces el valor 4.

Entre estas dos horizontales, policristales y monocristales de uranio se deforman según dos mecanismos simultáneos e independientes; las dislocaciones helicoidales se escapan y aniquilan mediante el deslizamiento cruzado, mientras que las partes cuña saltan fuera de su plano de deslizamiento.

- b) - los dos mecanismos están ligados, uno de ellos debiendo necesariamente actuar antes que el otro. Entonces es preciso añadir los tiempos de relajamiento los cuales son proporcionales a los inversos de las velocidades de fluencia; Se obtendrá :

$$e^{\frac{U_A}{kT}} = C_A e^{\frac{U_A}{kT}} + C_B e^{\frac{U_B}{kT}}$$

En este caso la energía de activación aparente U_a podrá sufrir una variación anormal entre los valores U_a y U_b que representan los valores límites alcanzados a las temperaturas las más bajas o las más elevadas en donde un sólo mecanismo controla la fluencia.

Ejemplos de tales variaciones se encuentran ya sea en aleaciones sujetas al fenómeno Portevin-le Chatelier o bien cuando hay competición entre la deformación intra e intercrystalina. Este podría ser el caso de la aleación FeAl, sin embargo, ésta no presenta fluencia permanente : la fluencia primaria, bastante corta, es seguida inmediatamente por una fluencia "terciaria" muy larga.

Petrequin ha observado en el Be ("super refinado", "comercial", o bien aleación BeCu 0, 6%) una fluencia controlada por la autodifusión hasta cerca de 400°C. ($Q = 39$ Kcal/atg sea 1, 7 eV), mientras que más allá de 600°C

la ruptura es netamente intergranular, y la deformación se efectúa con una energía de activación mucho más grande (70 Kcal/atg, sea 3 eV). El mecanismo de deformación en este último caso no está aún analizado; en todo caso se observan numerosas cavidades en los bordes de grano.

C. Fluencia terciaria

La presencia de estas cavidades intergranulares constituye el fenómeno esencial de la fluencia del magnesio y de sus aleaciones y pone un problema particularmente grave en metalurgia nuclear cuando debe asegurarse una impermeabilidad perfecta de las vainas incluso cuando éstas no tienen más que un milímetro de espesor.

Harris ha demostrado que entre las hipótesis establecidas para explicar la germinación de estas cavidades, la del deslizamiento intergranular en la proximidad de las inclusiones o precipitados, parece la más probable. Cuando los granos se "despegan" de las inclusiones, las cavidades formadas son estables si su crecimiento por deslizamiento intergranular es más rápido que su sinterización por difusión. El papel de las cavidades en la aparición de la fluencia terciaria ha sido verificado experimentalmente por Davies y col., en el oro y luego en la aleación de níquel : Nimonic 80A; en esta última, el mecanismo de sinterización de las cavidades durante un recocido, interrumpiendo la fluencia, tiene una energía de activación vecina de las de autodifusión del níquel o de la difusión del cromo en el níquel.

Según Chen y Machlin, y Price, las cavidades intergranulares aparecen en la plata, el níquel, y el latón α desde el comienzo de la fluencia secundaria, ellas indicarían el comienzo del deslizamiento intergranular. La fluencia secundaria representaría entonces el período en donde la deformación se produce a la vez por deslizamiento intragranular (como en la fluencia primaria) y deslizamiento intergranular (entre los granos). Cuando las cavidades debido a su crecimiento y multiplicación, ocupan una proporción suficiente de la superficie de los bordes de grano (sobre todo en aquellos que hacen un ángulo grande con el eje de tensión), la tensión local de deslizamiento aumenta mucho y esto justifica la aceleración de la deformación que marca la fluencia terciaria.

En el caso de las aleaciones de magnesio (MgZr hidruro, MgAlSi) Dabosi y col. han observado que la densidad y la dimensión de las cavidades aumenta con la deformación; las cavidades en un borde son tanto más numerosas cuanto más elevada es la tensión de fluencia y más pequeña la velocidad de fluencia (para una misma deformación). La evolución de la fluencia de estas aleaciones corresponde a una energía de activación de 45 Kcal/atg. superior por consiguiente a la de la autodifusión en volumen (32 Kcal/atg) y a la de la difusión en los bordes.

La superposición de una presión hidrostática a la tensión de fluencia disminuye mucho el desarrollo de cavidades, la velocidad de fluencia secundaria no es modificada pero aumenta la duración de ésta, así como la de la fluencia terciaria. Finalmente si la presión es igual o superior a la tensión de tracción, no se forman cavidades. Este efecto es muy interesante en vistas a la utilización del magnesio en las vainas de los elementos combustibles de reactores en los que el calor es evacuado por un gas sometido a una fuerte presión (15 a 40 bars) (las tensiones que provocan la fluencia de las vainas son del orden de 1 Kg/mm², sea 100 bars, hacia 400°C).

D. Fluencia por difusión

Nabarro y Hearing han sugerido que a temperatura alta, la elevada movilidad de las vacantes debe facilitar la aparición de una fluencia por difusión, sin deslizamiento, de tipo viscoso es decir para la que la velocidad de deformación es proporcional a la tensión aplicada. Esta crea un gradiente de potencial químico de las vacantes y en consecuencia un flujo de átomos en el sentido que favoriza el trabajo de la tensión aplicada. Evaluando las concentraciones en equilibrio de las vacantes en las zonas sometidas a tensión y a compresión, y haciendo una aproximación sobre la evolución de la tensión a lo largo del camino de difusión, se obtiene una expresión de la forma:

$$\dot{\epsilon} = C \frac{V D \sigma}{d^2 k T}$$

en donde V indica el volumen atómico, D el coeficiente de autodifusión, y d el diámetro de las células en las que difunden las vacantes.

Esta ecuación ha sido verificada experimentalmente durante la fluencia de muestras policristalinas de Ag, Au, Cu, Fe δ , en la proximidad de sus puntos de fusión. Pero en el Al cuyos bordes de grano son muy móviles, no se observa fluencia por difusión; tendremos en cuenta esta consideración en el momento de la discusión de la fluencia de aleaciones de Mg.

La fluencia del berilio monocristalino es un ejemplo muy claro de fluencia por difusión. En efecto, si se comprime un cristal de Be perpendicularmente al plano de base, no se ejerce ninguna tensión sobre los planos de deslizamiento basal o prismáticos. La sola posibilidad de deformación es un "salto" de los bucles prismáticos de tipo vacante, situados en el plano de base: esto conduce en efecto, a la eliminación de un plano atómico (0001) y en consecuencia al acortamiento de la muestra comprimida. Las vacantes necesarias para esta difusión proceden de las dislocaciones cuña situadas en los planos prismáticos. Se observa en efecto, en las micrografías electrónicas de láminas delgadas extraídas a diferentes estados de fluencia, que estas dislocaciones se arquean entre dos puntos de amarre, y que estos arcos crecen tomando progresivamente la forma de bucles.

Si se comparan las velocidades de fluencia para una misma deformación se constata que son aproximadamente proporcionales a $\sigma^{3,5}$ y no a σ como se observa en la ley clásica, considerada habitualmente como un criterio de fluencia Nabarro. Esta variación exponencial puede de todas maneras justificarse considerando que la longitud de las dislocaciones $\bar{c}$ cuyo salto constituye la fluencia es inversamente proporcional a la tensión. Por otra parte el cálculo del flujo de vacantes llegando a los bucles de los planos de base, conduce a una velocidad de fluencia del mismo orden que el valor experimental y de todas formas muy superior a las que pueden calcularse a partir de la fluencia por deslizamiento o de la fluencia Herring-Nabarro considerando los otros caminos de difusión, volumen, superficie, dislocaciones.

Como las vainas de aleación de magnesio se utilizan a una temperatura bastante próxima del punto de fusión (0,8 Tf°K), se ha invocado también la difusión para explicar deformaciones de fluencia a pequeñas cargas. Esta interpretación está basada en la siguiente observación micrográfica:

E. Fluencia del magnesio a alta temperatura

Han sido observadas varias veces zonas sin precipitados rodeando los bordes de grano perpendiculares a la tensión, en muestras de aleación MgZr habiendo fluido a 450 o 500°C, y en un soporte de elemento combustible en aleación MgMn ligeramente deformado después de 900 días en pila a 400°C. (Squires y col. - Day - Haddrell). La interpretación propuesta para la formación de estos bordes claros, pone en juego la fluencia por difusión, para explicar deformaciones a temperaturas elevadas bajo pequeñas cargas : en los casos observados se suponía que los átomos de Mg difundían desde los bordes de grano paralelos a la tensión hacia los que eran perpendiculares a ésta.

La aplicación por Coble de la teoría de Herring-Nabarro, en el caso de la difusión intergranular conduce a la expresión:

$$\dot{\epsilon} = C \frac{\sigma D_j \delta a_0^3}{d^3 K T}$$

D_j : coeficiente de difusión en los bordes de grano

δ : anchura del borde de grano

a_0 : parámetro cristalino

d : diámetro medio de los granos

Harris y Partridge han encontrado en efecto que ciertos resultados de fluencia del MgZr a 400°C traducen una relación lineal entre la tensión y la velocidad de deformación (mientras que en la fluencia clásica por deslizamiento se tiene: $\dot{\epsilon} = K \sigma^n$ con $n=5$ a 9). Harris y Jones han determinado incluso la deformación a partir de la anchura de los bordes claros :

$$\dot{\epsilon} = \frac{a}{t d}$$

t : duración de la fluencia

d : diámetro medio de los granos

y han encontrado un acuerdo con las ecuaciones de fluencia por difusión.

Pero más recientemente, Raraty en un estudio estadístico de los resultados de fluencia a 450°C de aleaciones MgMn ha puesto en duda esta interpretación puesto que incluso a temperatura elevada, la velocidad de fluencia continua regida por una ley del tipo

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^{3.5}$$

y la más elevada deformación calculada suponiendo $\dot{\epsilon}$ proporcional a la σ , es 100 veces menor que la prevista por la ecuación de fluencia por difusión.

En estas condiciones, los bordes claros podrían ser debidos simplemente a una migración de los bordes de grano con redisolución de precipitados; es bastante remarcable en efecto, que en todas las micrografías publicadas, estas zonas sin precipitados se sitúan enteramente del mismo lado de los bordes de grano, lo que no puede explicarse por la fluencia por difusión.

F. Fluencia de los materiales endurecidos mediante dispersiones

La objeción más fuerte a la fluencia por difusión de las aleaciones de magnesio, la constituye la remarcable resistencia a la fluencia de los materiales compuestos metal-óxido fabricados por sinterización: estos materiales que poseen granos muy pequeños (del orden de la micra), deberían ser muy sensibles a la fluencia por difusión ($\dot{\epsilon}$ proporcional a $\frac{1}{d^2}$ o $\frac{1}{d^3}$): por el contrario, ellos tienen una resistencia a la fluencia muy superior a la de las aleaciones coladas, y aproximadamente independiente de la temperatura y de la velocidad de deformación.

Desde hace unos diez años, numerosos estudios han puesto en evidencia las interesantes propiedades mecánicas del aluminio sinterizado a partir de polvo oxidado. Por esta razón, este material denominado SAP ha sido considerado en vistas al envasado de los elementos combustibles del reactor ORGEL. Los mecanismos de deformación del SAP, han sido analizados por los metalúrgicos del laboratorio de ISPRA.

La energía de activación para la fluencia aumenta con la temperatura y es mayor que 100 Kcal/atg por encima de 400°C; el volumen de activación aumenta también con la temperatura más allá de 400°C; es del orden de $5 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \approx 210 b^3$ a 500°C para el SAP a 7% en peso de alúmina.

Guyot ha propuesto un modelo de franqueamiento por las dislocaciones del espacio entre partículas de alúmina; este modelo está de acuerdo con las elevadas energías de activación a alta temperatura, pero conduce a volúmenes de activación diez veces demasiado grandes.

Observaciones efectuadas mediante el microscopio electrónico han confirmado:

- las elevadas densidades de dislocaciones previstas de acuerdo con los volúmenes de activación
- los deslizamientos cruzados parecidos a los del aluminio colado
- el bloqueo de las dislocaciones por las partículas de alúmina en las muestras poco deformadas a alta temperatura
- el endurecimiento rápido por multiplicación de dislocaciones, efecto indirecto de las partículas de alúmina
- la incoherencia de la interfase Al-Al₂O₃, que se manifiesta por un campo de tensión alrededor de las partículas de alúmina bajo la influencia de la diferencia de dilatación

El principio del endurecimiento por partículas de óxido ha sido también aplicado en el caso del magnesio; el polvo de magnesio es peligroso de manipular, pero es suficiente oxidar los finos copos de Mg o de MgZr y de extrusarlos una vez compactos; cuando los granulos oxidados tienen una dimensión media de 500 μ , se obtienen a 450°C las siguientes características: (Biais y Herenguel)

tensión para un alargamiento de 1% en 1000 h. : 0,24 Kg/mm²

alargamiento de ruptura en 100 h. 35%

(La aleación MgZr colada se alarga el 1% en 100 h. bajo una tensión 10 veces menor)

En fluencia la granulometría antes de la sinterización juega un papel esencial:

si se parte de granulos de menos de 20μ , las resistencias a la fluencia son muy elevadas, pero la capacidad de deformación es demasiado pequeña (2 a 3%). El compromiso más aceptable se realiza extrusando granulos de aproximadamente 500 .

Es importante recordar que estos materiales no presentan decohesión intergranular ni cavidades. Las estricciones son importantes y sanas. En un estudio reciente de estas aleaciones extrusadas, Greenfield y Vickers hacen remarcar que con grados diez veces más pequeños que en las aleaciones coladas, deberían fluir 100 veces más deprisa por difusión; en realidad bajo una misma carga se deforman 1000 veces más despacio:

- por ejemplo a 450°C bajo 420 g/mm^2 las velocidades de fluencia son: $10^{-7}/\text{h}$ para el MgZr sinterizado; $3 \cdot 10^{-5}/\text{h}$ para el MgMn colado, extrusado y $2 \cdot 10^{-4}/\text{h}$ para el Magnex

En las aleaciones MgZr sinterizadas, una elevada proporción de Zr está precipitada, probablemente en forma de hidruro. Pero en las aleaciones coladas, se ha puesto en evidencia que esta precipitación muy fina sólo puede aumentar la resistencia a la fluencia en un material de granos grandes.

Es por lo tanto cierto, que los sinterizados MgZr deben su remarcable comportamiento en fluencia a la dispersión de MgO que contienen. El modo de actuar de estas partículas de MgO no está aclarado; se ha sugerido, como en el caso del SAP, que las dislocaciones se cuelgan en las partículas de MgO. Pero es más probable que las partículas intervengan bloqueando los bordes de grano; la migración de los bordes constituye en efecto el punto débil a temperatura elevada de las aleaciones de Mg.

G. Fluencia del Uranio

El uranio debido a su gran anisotropía cristalina, plantea un problema muy particular, más bien mecánico que metalúrgico. La fisión provoca una dilatación en la dirección $[010]$ y una contracción parecida en la dirección $[100]$. Esta deformación llamada crecimiento, disminuye cuando aumenta la temperatura, pero permanece lo bastante grande para provocar en la superficie de las barras de granos grandes, una rugosidad ("piel de naranja", "wrinkling") debida a la deformación de los granos cuyo eje $[010]$ está muy inclinado sobre la superficie. En el interior, el crecimiento de cada cristal está limitado en principio por el de los vecinos; si no hay una orientación preferencial; pero este fenómeno crea un campo de tensión no uniforme que se superpone a las tensiones "normales" debidas:

- al gradiente de temperatura : la temperatura puede pasar de 400 a 600°C en una distancia de 10 mm
- al propio peso de las barras de combustible y sobre todo a la presión del gas carbónico (15 a 40 bars)

La solución de este problema se hace más difícil por el hecho de que las características mecánicas (límite elástico, módulo) incluso cuando se miden fuera de la pila, no pueden utilizarse para los cálculos de tensión, ya que la irradiación probablemente las modifica mucho.

Por otra parte, dentro de la pila, el uranio se encuentra sometido a dos tipos de ciclos térmicos:

- de gran amplitud, debido a los paros del reactor
- de pequeña amplitud, mucho más frecuentes, debidos a la histéresis de regulación (algunos miles de ciclos de ± 10 a $\pm 20^\circ\text{C}$ durante la vida de un elemento combustible). A causa de la anisotropía de dilatación, estos ciclos provocan deformaciones que se añaden a las precedentes.

Aprovechando que ocasionan tensiones internas como el crecimiento, los ciclos térmicos han sido utilizados para estudiar el comportamiento del uranio y seleccionar las aleaciones más aptas para resistir a este tipo de fluencia.

A continuación veremos sucesivamente las teorías propuestas para explicar la fluencía del uranio y las experiencias efectuadas para comprobar estas teorías (Konobeevsky, Roberts y Cottrell), y después los ensayos sistemáticos de aleaciones que confirman en parte las relaciones teóricas.

1. Teorías de fluencia del uranio

La primera fué la de Cottrell: considera en la fluencia una sucesión de períodos de crecimiento de tensiones alternando con deformaciones "instantáneas" a partir del momento en que el límite elástico es alcanzado localmente.

El límite elástico sería alcanzado al cabo de un tiempo

$$t_m \triangleq \frac{\sigma_y}{E \dot{\epsilon}_g}$$

$\dot{\epsilon}_g$ velocidad de deformación por crecimiento

σ_y límite elástico en el grano considerado

Si además se aplica una tensión exterior y si se admite una proporcionalidad entre los alargamientos y las tensiones, puede escribirse:

$$\dot{\epsilon}_c \triangleq \frac{\sigma}{E t_m} \triangleq \frac{\sigma}{\sigma_y} \dot{\epsilon}_g$$

Esta aproximación que parece grosera, ha sido remarcablemente justificada por el célebre experimento de los resortes de Roberts y Cottrell. La velocidad de fluencía prevista y observada era de 10^{-10}s^{-1} para una carga de 700 g/mm^2 a 100°C .

A temperaturas más elevadas, esta aproximación de Cottrell no es suficiente: el uranio puede entonces deformarse bajo la acción de tensiones totales inferiores al límite elástico, entonces se trata de una fluencia real, acelerada solamente por el creci-

miento. Anderson y Bishop, utilizando las relaciones entre tensiones principales y deformaciones establecidas por Lévy y von Mises, y suponiendo como Cottrell que cada grano se deforma a la misma velocidad que el policristal, establecen una relación parecida a la precedente:

$$\dot{\epsilon}_z \triangleq \frac{5}{2\sqrt{3}} \frac{\bar{\sigma}_2}{E} \dot{\epsilon}_g \quad \bar{\sigma}_2 = \text{tensión exterior}$$

El caso de la fluencia sin irradiación pero con ciclos térmicos puede tratarse haciendo la misma hipótesis que cada grano sufre una deformación parecida a la del conjunto; la variación de temperatura que conducirá cada grano a su límite elástico (suponiendo que al principio todas las tensiones están relajadas), es:

$$\Delta T_p = \frac{\epsilon E}{\frac{2}{3}(\alpha_a - \alpha_b)}$$

$\alpha_a = \alpha_c$: coeficiente de dilatación según los ejes $[100]$ y $[001]$
 α_b : coeficiente de dilatación según el eje $[010]$

Si durante los ciclos se añade una tensión $\bar{\sigma}_2$, la deformación vendrá dada por:

$$\epsilon = \frac{5}{4} \frac{\bar{\sigma}_2}{E} + \frac{2}{3} (\alpha_a - \alpha_b) (2 \Delta T - \Delta T_p' - \Delta T_p^2)$$

$\Delta T_p'$ y ΔT_p^2 son las desviaciones de temperatura en más o en menos que conducen los granos a su límite elástico

Esta relación sólo tiene en cuenta deformaciones instantáneas; si los ciclos son lentos y la temperatura bastante elevada, es preciso tener también en cuenta el relajamiento de las tensiones anisótropas, que introduce un término de fluencia suplementario. Así un ciclo de pequeña amplitud trae consigo tensiones tales que

$$I_0 \triangleq \frac{E \Delta T}{1 + \nu} (\alpha_a - \alpha_b)$$

siendo definido por la relación de Lévy von Mises:

$$\frac{2}{3} I_0^2 = \sigma_{xx}^2 + \sigma_{yy}^2 + \sigma_{zz}^2$$

(en ausencia de tensión exterior, no hay cizalladura).

Si los ciclos son lo bastante lentos para permitir un relajamiento completo, la deformación por relajamiento es:

$$\epsilon_z \triangleq \frac{\bar{\sigma}_2}{E} \log \frac{I_0^4}{2 \bar{\sigma}_2^4}$$

Young, Gardiner y Rotsey han precisado que los ciclos térmicos multiplican la deformación por el factor:

$$R = \left(\frac{E \Delta \alpha \Delta T}{\bar{\sigma}_2 (1 + \nu)} \right)^{n-1}$$

siendo n el exponente de la ley de fluencia : 2, 41.

Estos autores han demostrado que si los ciclos térmicos son poco numerosos y de

gran amplitud, (caídas de barra, operaciones de carga y descarga) son poco peligrosos. Al contrario, los ciclos de pequeña amplitud debidos a la histéresis del sistema de regulación de la potencia, pueden aumentar mucho la fluencia. Por ejemplo, a 500°C con una tensión exterior de 0,8 Kg/mm², un ciclaje continuo de $\pm 5^\circ\text{C}$, a una frecuencia con servando las tensiones internas (es decir demasiado rápida para el relajamiento) puede aumentar la velocidad de fluencia por 4, 5.

2. Experimentos de fluencia de aleaciones de uranio

Ciertas aleaciones de uranio tienen un comportamiento a la fluencia muy superior a la del uranio técnico; esto es debido sin duda alguna al bloqueo de las dislocaciones por finos precipitados, así como al bloqueo de los bordes de grano lo que evita, como en el caso del Mg sinterizado, la migración y el deslizamiento integranular. Por otra parte, los elementos de adición permiten realizar y mantener una estructura con granos pequeños, lo que asegura una mejor isotropía estadística y en consecuencia un mejor comportamiento en el momento de los ciclados térmicos.

En fluencia isotérmica el uranio no aleado policristalino obedece a la ley (Young, Gardiner y Rotsey):

$$\dot{\epsilon} = 2,46 \times 10^{-8} \times \sigma^{2,41} \exp \left(2,39 - \frac{2,48 \times 10^4}{T} \right)$$

$\dot{\epsilon}$ velocidad de deformación (por hora)
 σ tensión aplicada en Kg/mm²
 T temperatura en °K

Esta ley válida entre 450 y 650°C corresponde a una energía de activación de 49,6 $\pm$ 3,4 Kcal/atg. André, Grenier y Lacombe han encontrado 42 $\pm$ 2 Kcal/atg entre 500 y 650°C, y han deducido de sus observaciones micrográficas que el principal mecanismo de deformación durante la fluencia del uranio, es el salto de las dislocaciones hasta que alcanzan las paredes de poligonización muy estables creadas por la transformación $\beta \rightarrow \alpha$.

La acción de débiles adiciones sobre la fluencia del uranio puede apreciarse en la siguiente tabla:

Velocidades de fluencia bajo 1 kg/mm²

	U técnico	Sicral F1	Sicral F2	UMo 1.1%
500°C	1500 x 10 ⁻⁶ /h	25 x 10 ⁻⁶ /h	0,6 x 10 ⁻⁶ /h	0,05 x 10 ⁻⁶ /h
550°C	3000 "	70 "	9 "	2 "
600°C	5000 "			20 "

Los tratamientos térmicos asegurando una dispersión más o menos fina de los precipitados en los granos y en los bordes, pueden modificar notablemente estas velocidades de fluencia. Puesto que a 600°C las solubilidades permanecen muy pequeñas, no hay evolución de la microestructura durante la fluencia.

La aleación UMo a 1,1% en peso es bifásica; si se mantiene durante largo tiempo a 550-600°C, las láminas de fase σ se agrupan en pequeños glóbulos, de manera que

la matriz es la sola responsable del comportamiento durante la fluencia. Adiciones en pequeña cantidad (por ejemplo Al, Cr, Sn) disueltas a temperatura elevada en fase γ , precipitan finalmente en la fase α durante el enfriamiento y aumentan mucho su resistencia a la fluencia, lo que puede observarse a partir de los valores publicados por André, Decours y Le Bret:

Velocidades de fluencia isotérmica a 590°C bajo 1 Kg/mm²

1, 1 p/o bruto de colada	$20 \times 10^{-6}/h$
1, 1 + Al + Sn tratado	$0,5 \times 10^{-6}/h$
1, 1 + Al + Cr bruto de colada	$0,2 \times 10^{-6}/h$

Estas aleaciones mono o bifásicas, son también más resistentes a la fluencia que el uranio técnico, en condiciones de ciclado térmico; así con ciclados entre 450 y 520°C (15 minutos a cada temperatura, duración del ciclo 4 horas) los datos indicados más arriba se convierten en:

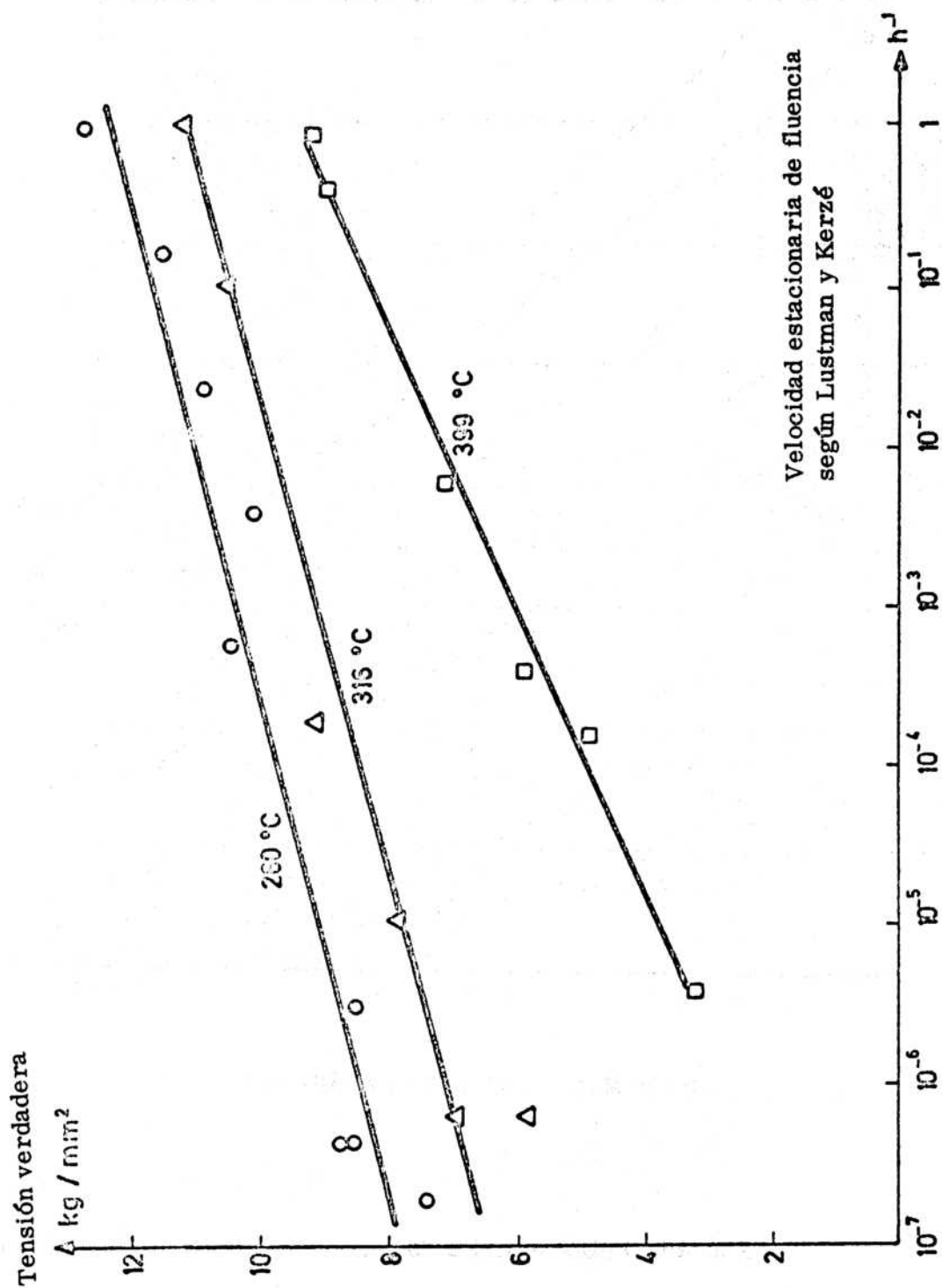
UMo 1, 1 p/o	$68,3 \times 10^{-6}/h$
UMo 1, 1 + Al + Sn tratado	$9,8 \times 10^{-6}/h$
UMo 1, 1 + Al + Cr	$9,5 \times 10^{-6}/h$

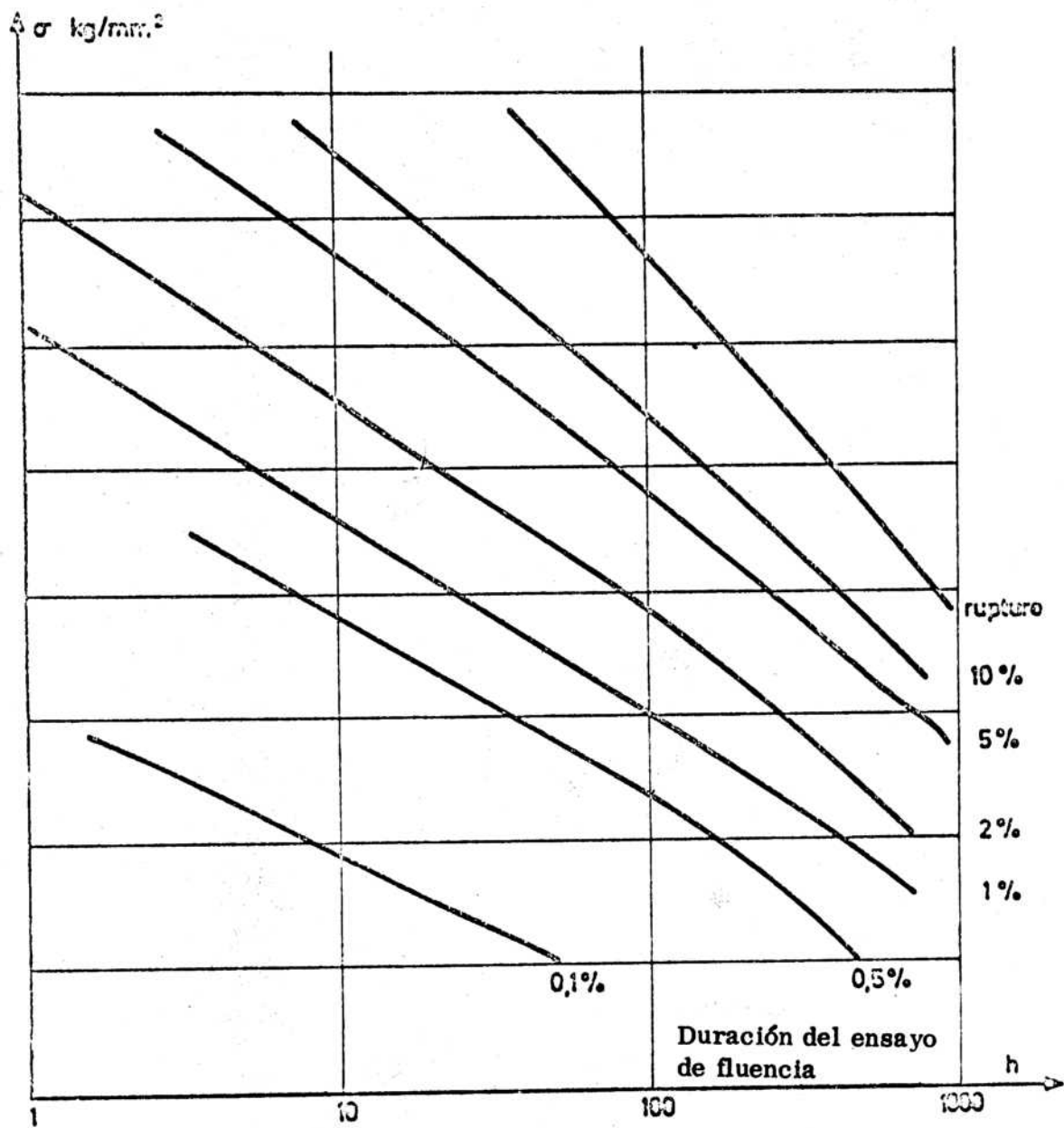
Las observaciones de Chamberlain y col. en las aleaciones U-Al así como las de André y col. en las aleaciones cuaternarias al Mo muestran que en la fluencia con ciclado térmico (si la frecuencia de los ciclos no permite el relajamiento completo en cada ciclo) no son las resistencias a la fluencia que condicionan la deformación de las aleaciones sino sus características mecánicas instantáneas; esto está justificado por dos fenómenos:

- existencia de una amplitud mínima de ciclado, por debajo de la cual las deformaciones permanecen elásticas y el ciclado no acelera notablemente la fluencia. Esto es cierto sobre todo cuando el límite elástico es aún bastante elevado con relación a la tensión exterior, a la temperatura máxima del ciclo.
- la aleación UAl a 2% en peso fluye 3 veces más despacio que el U técnico; a pesar de que los límites elásticos a esta temperatura son parecidos (4,2 Kg/mm² para el U; 4,8 Kg/mm² para el UAl); debido a este hecho las deformaciones de fluencia con ciclado térmico son del mismo orden.
- en el caso de aleaciones UMo bifásicas, es preciso indicar un efecto suplementario debido al ciclado. Como Blanchard lo ha remarcado, a causa de que la transformación $\alpha \rightarrow \beta$ por encima de 575°C se acompaña de una variación de volumen, tensiones internas bastante importantes se adicionan a la tensión exterior y provocan una aceleración de la fluencia.

Referencias "FLUENCIA"

- J. P. ANDRE - These Paris (1964)
 J. P. ANDRE et coll. Mem. Sc. Rev. M et 60 (1963) 12.888
 J. P. ANDRE et P. GRENIER CR 256 (11/2/63), 1511
 J. P. ANDRE et P. LACOMBE CR 254 (19/3/62), 2159
 J. P. ANDRE et coll.; 11^e Coll. Saclay (1967)
 J. P. ANDRE, J. DECOURS et P. LE BRET - 11^e Colloque de Métallurgie Saclay 1967
 R. G. ANDERSON et J. F. W. BISHOP - Symposium U et C (1962)
 R. BLAIS et J. HERENGUEL - Mem. Sc. Rev. Met. 63, 6, 533 (Juin 1966)
 P. BLANCHARD - 11^e Colloque de Métallurgie - Saclay 1967
 P. BLANCHARD - 11^e Coll. Saclay (1967)
 C. W. CHEN et E. S. MACHLIN - Trans. AIME 209, 829 (1957)
 R. L. COBLE, J. Appl. Phys. 34, 6, 1679 (Juin 1963)
 A. H. COTTRELL - AERE M/M 102 (1955)
 J. CHAMBERLAIN et Coll. J M N 19 (1966), 121
 P. W. DAVIES et R. W. EVANS - Acta Met. 13, 353 (Mars 65)
 P. W. DAVIES, J. P. DENNISON et H. E. EVANS - J. Inst. Metals 95, 8, 231 (Aout 67)
 M. F. DABOSI, M. P. MILLET et Melle. M. VIATTE - 11^e Colloque de Met. Saclay 1967
 J. H. DAY - J Mat. Nucl. II, 2, 249 (Fév. 1964)
 F. GAROFALO - Trans. AIME (1963) 227, 351
 P. GRENIER - These Paris (1965)
 P. GREENFIELD et W. VICKERS - J Mat. Nucl. 22, 1, 77 (Avril 1967)
 P. GUYOT - Acta Met. 12, 665 (Mai 1964)
 P. GUYOT - Acta Met. 12, 941 (Aout 1964)
 P. GUYOT, et R. DEBEIR - Acta Met. 14, 43 (Janv. 1966)
 P. GUYOT, E. RUEDL et E. STAROSTE - Mem. Sc. Rev. Met. 63, 9, 773 (Sept. 1966)
 J. E. HARRIS - Trans. Met. Soc. AIME 233, 8, 1509 (Aout 65)
 V. L. HADDRELL - J. Mat. Nucl. 18, 2, 231 (1966)
 J. E. HARRIS et P. G. PARTRIDGE - J Inst. Metals 93, 1, 15 (sept. 1964)
 J. E. HARRIS et R. B. JONES - J. Mat. Nucl. 10, 4, 360 (Déc. 1963)
 C. HERRING - J. Appl. Phys. 21, 437 (1950)
 S. T. KONOBEVSKY et Coll. 1^e Conf. Geneve 1955 (P. 68)
 J. de LACOMBE - Rev. Met. (1939), 36, 178
 R. LE HAZIF, Mme. J. ANTOLIN et J. M. DUPOUY - 11^e Colloque de Métallurgie - Saclay 1967
 G. T. MUCHLENKAMP et Coll. BMI 731
 F. R. N. NABARRO - Proc. Conf. Strength Solids 75 (1948) Phys. Soc. Londres
 C. E. PRICE - Acta Met. 15, 7, 1249 (1967)
 P. PETREQUIN - 11^e Colloque de Métallurgie - Saclay 1967
 L. E. RARATY - J. Mat. Nucl. 20, 3, 344 (Sept. 1966)
 A. C. ROBERTS et A. M. COTTRELL - Phil. Mag 1 (1956) 711
 R. L. SQUIRES, R. T. WEINER et M. PHILLIPS - J. Mat. Nucl. 8, 1, 77 (1966)
 E. C. SYKES - J. L. M. 93, 13, (1965) 485
 C. ZENER et J. H. HOLLOMON - J. Appl - Phys (1944) 15 - 22
 ... E. N. de C. ANDRADE - Proc. Rog. Soc. (1914) A 90, 329
 A. G. YOUNG et Coll. JMN 2, 3, (1960), 234
 S. C. C. BATE et R. H. CORSON - Conf. Caissons en béton précontraint LONDRES - mars 1967 - p. 21
 T. CAHILL et G. D. BRANCH - id. p. 19
 A. COWAN et R. W. NICHOLS - id. p. 20
 E. POUILLARD - Colloque de métallurgie SACLAY - Juin 1967

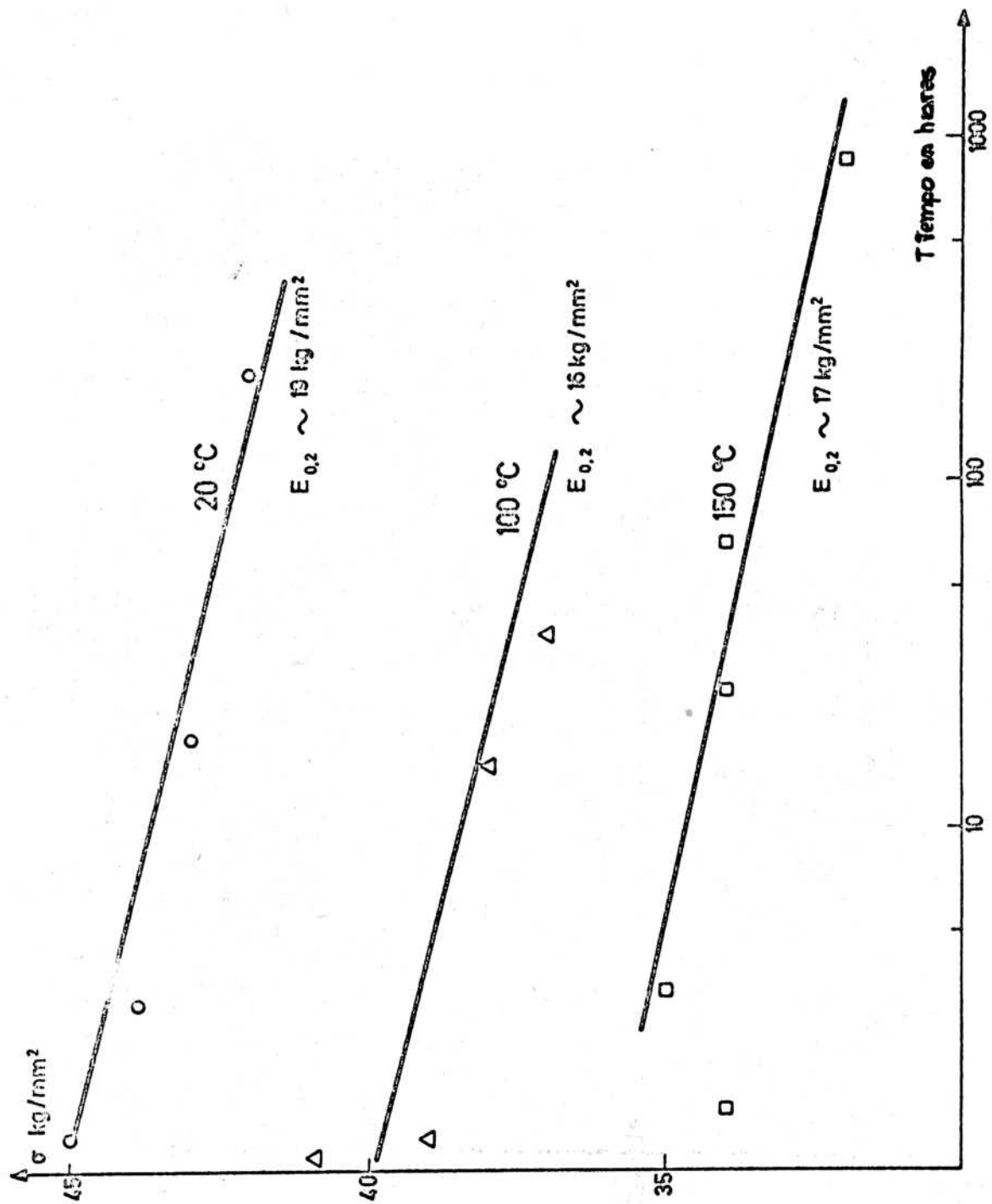




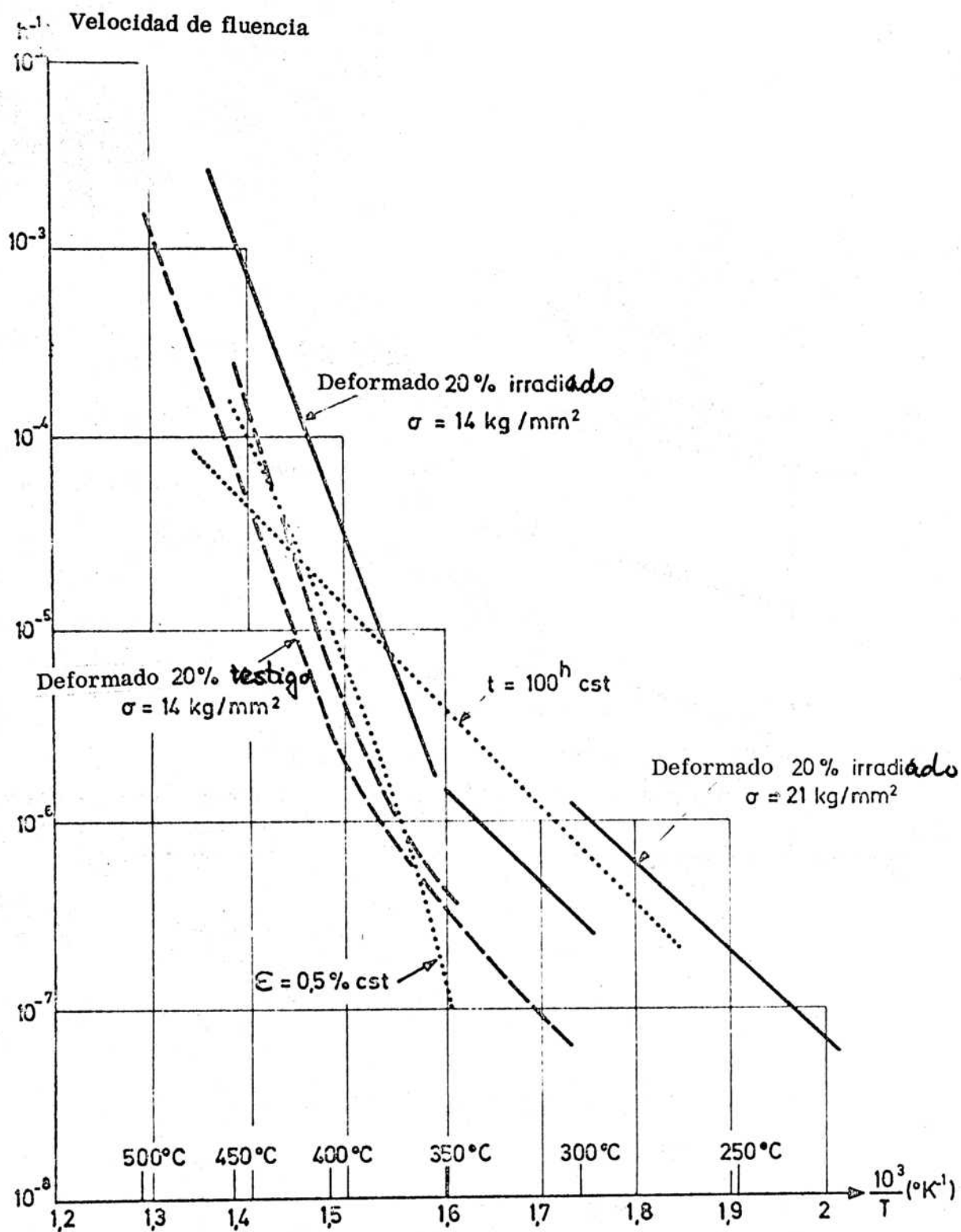
Según Mehan y Wiesinger KAPL 2110

Fluencia de Zircaloy 2 a 538°C

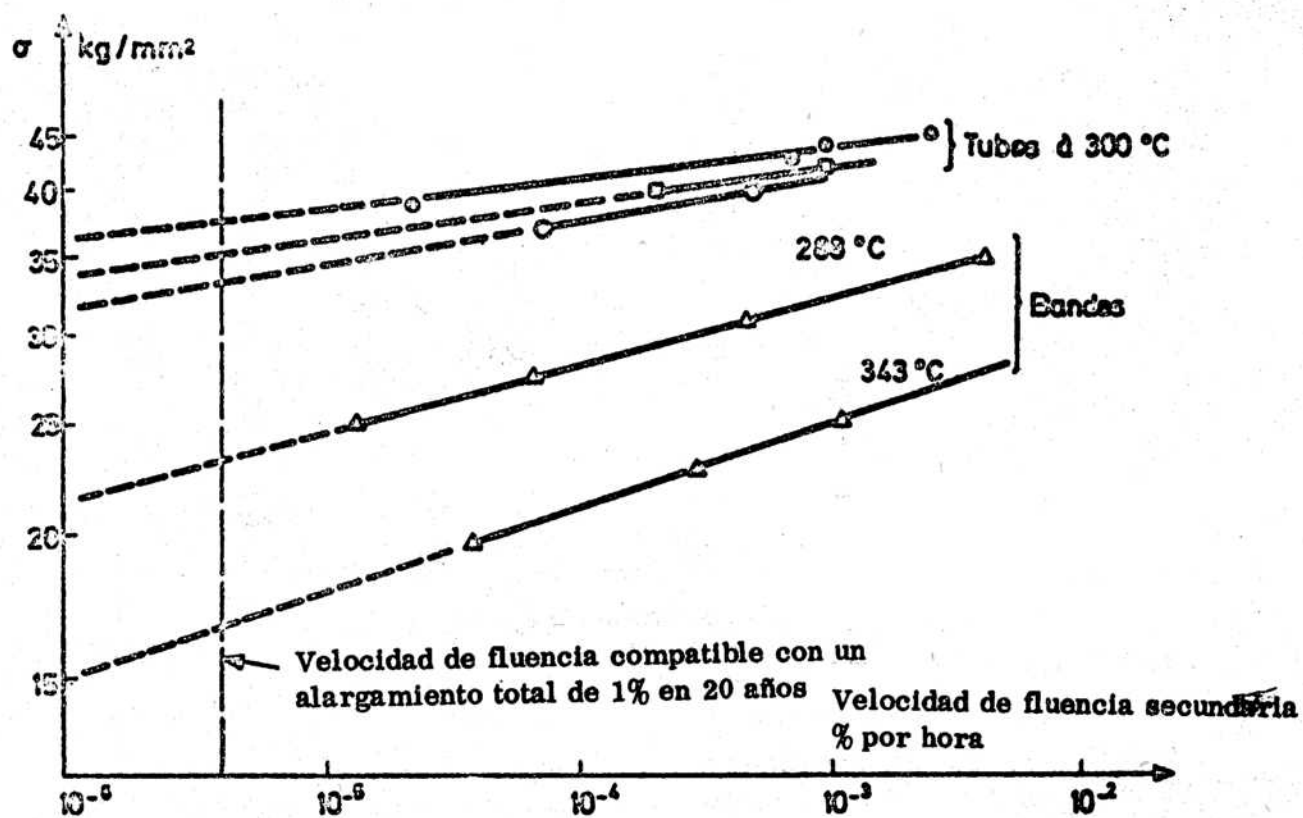
Tiempo para llegar a una deformación dada



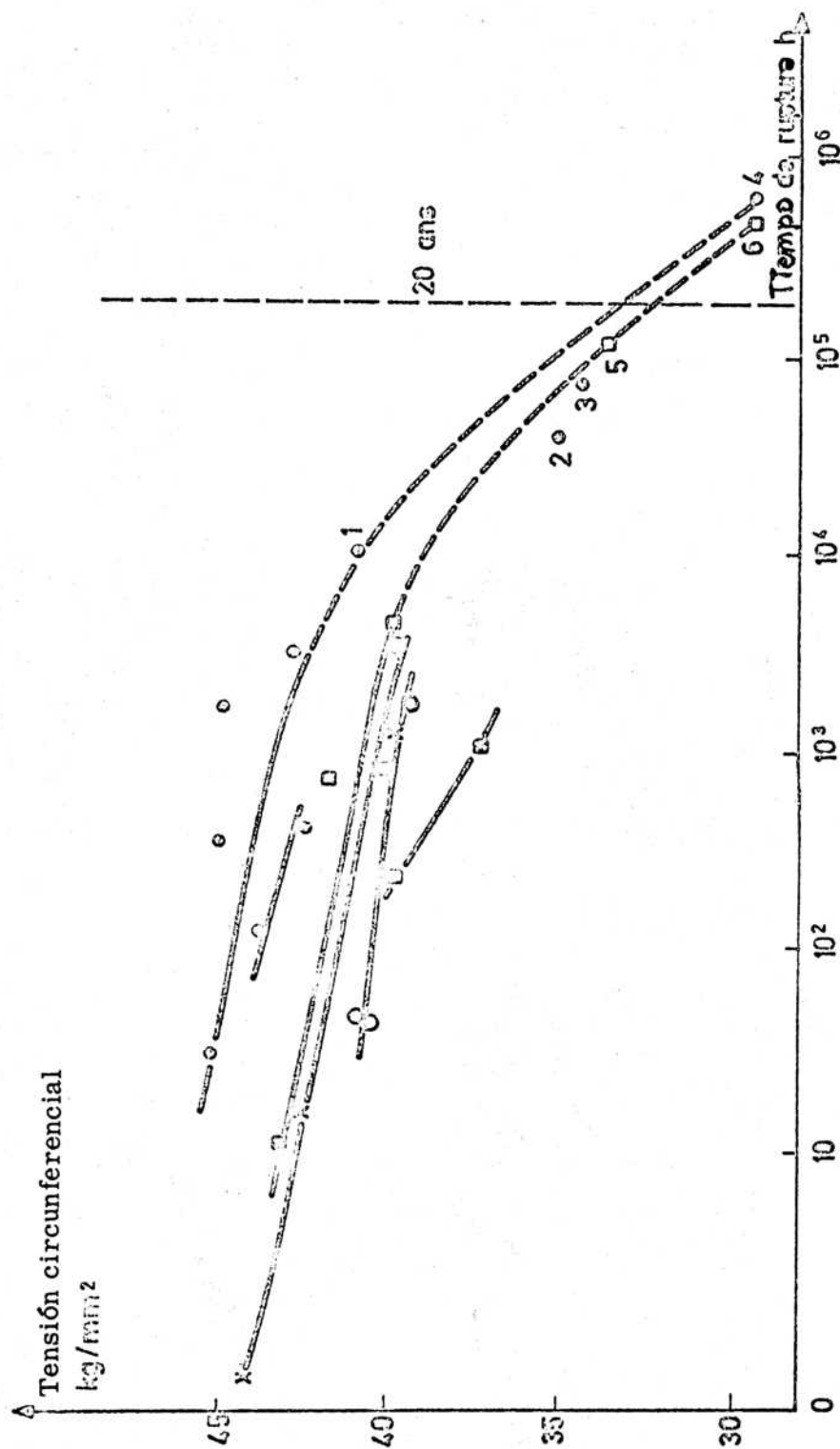
Fluencia del Zircaloy bruto de trafilado
Tiempo para tener un alargamiento de 10%



Fluencia del Zircaloy bajo 14 y 21 Kg/mm²

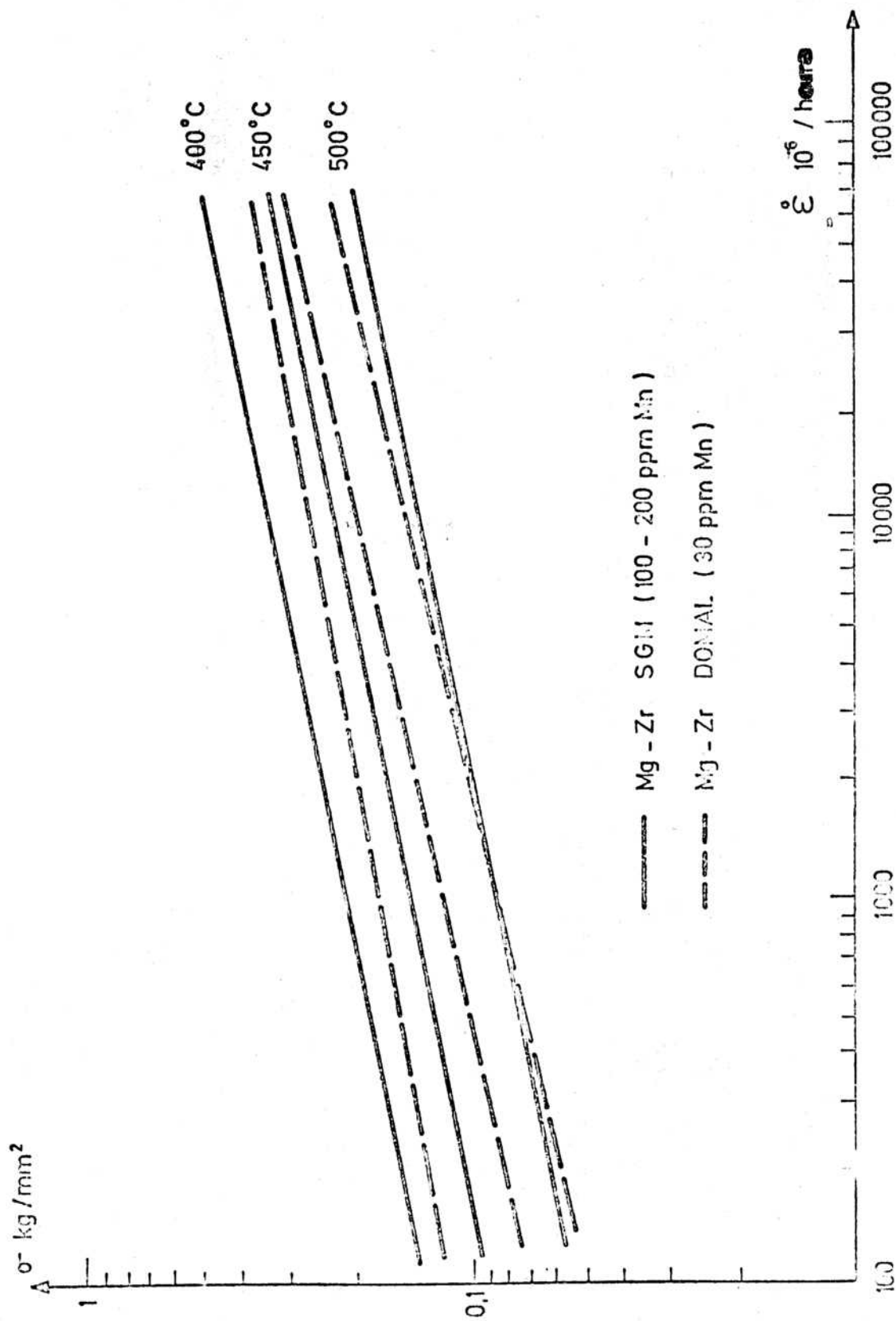


Fluencia del Zircaloy 2

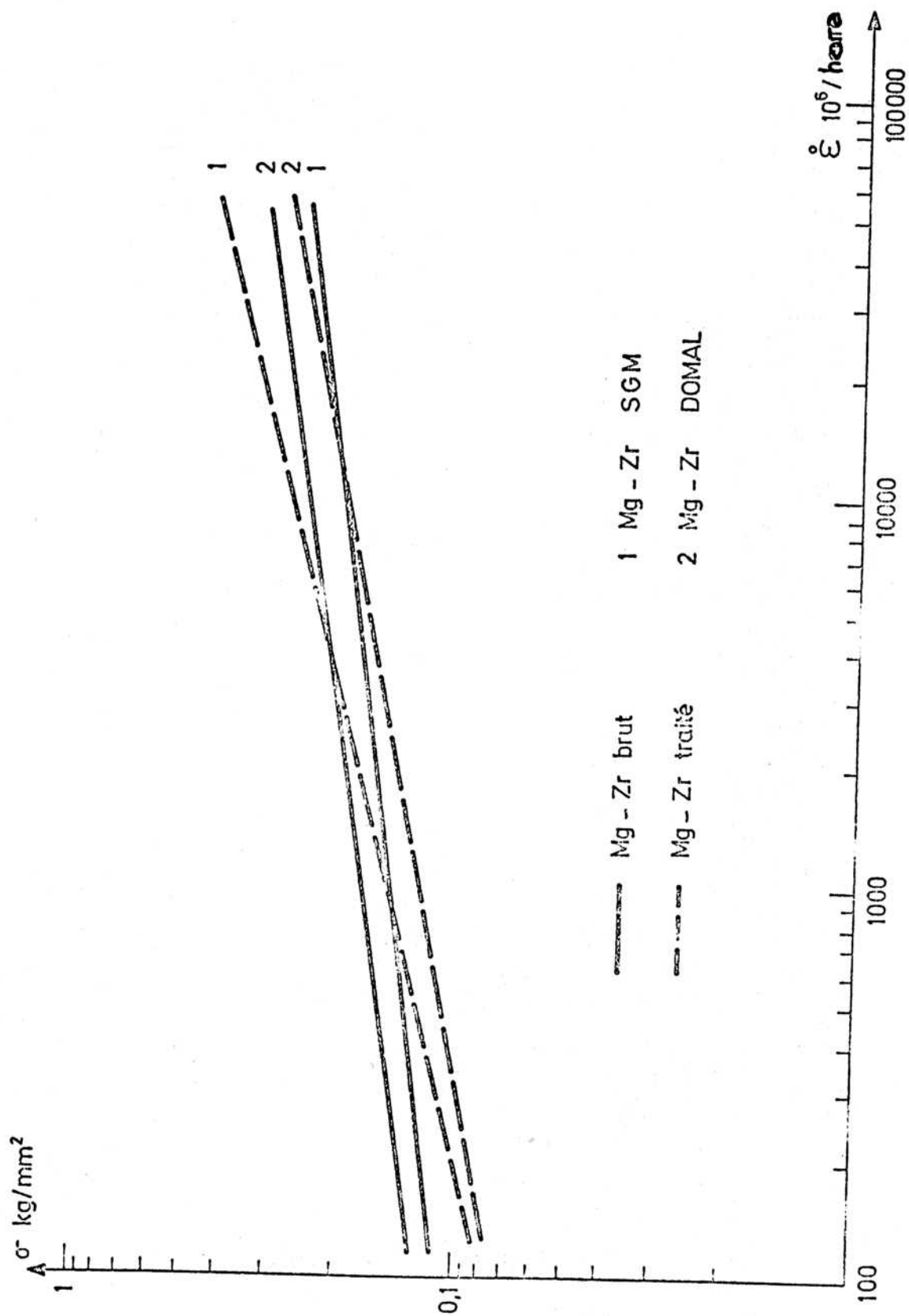


Todos los valores más allá de 10000h son extrapolaciones con el parámetro de LARSON - MILLER, a partir de ensayos a temperatura más alta.

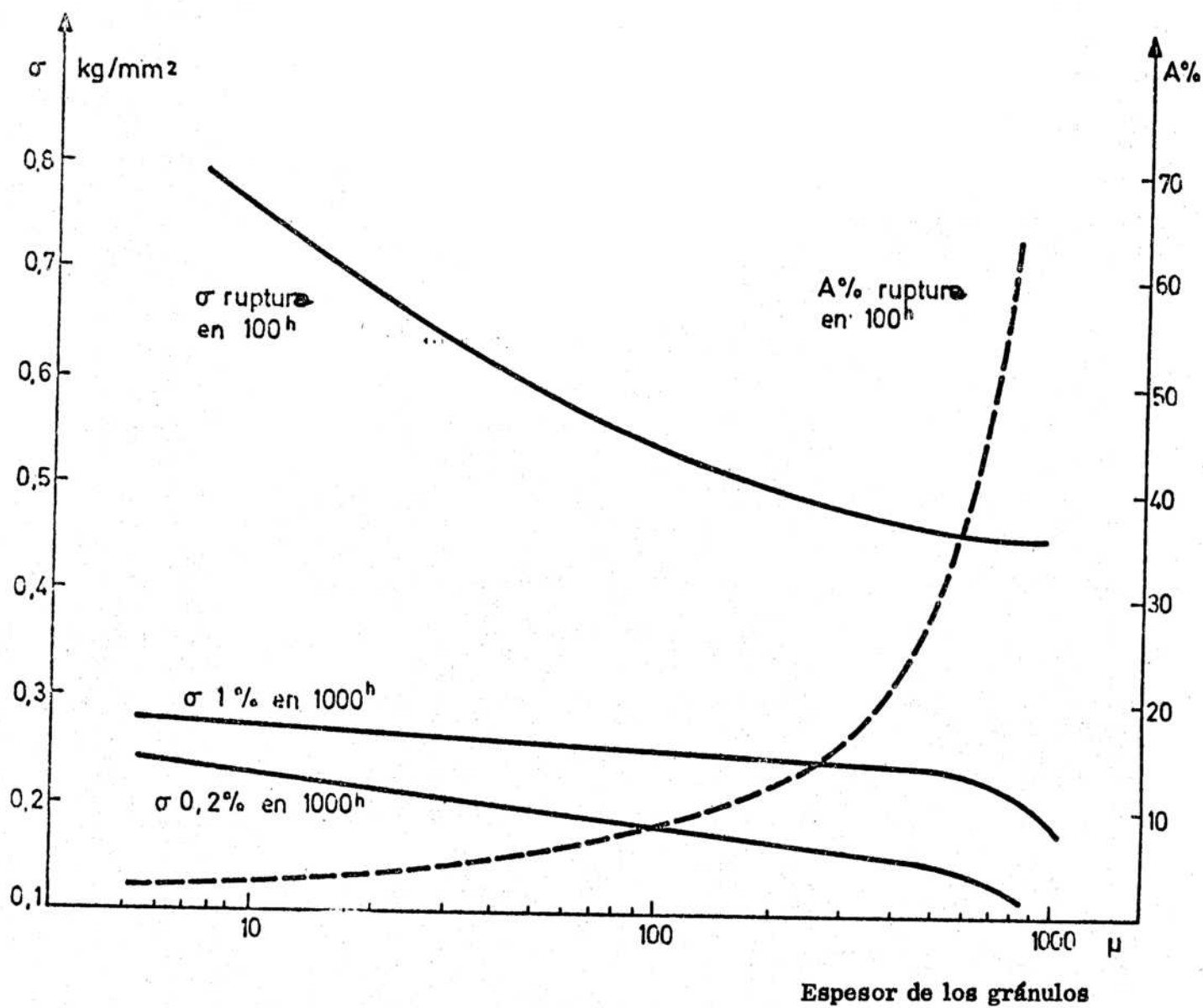
Fluencia de tubos de fuerza en Zircaloy 2
Tiempo de ruptura a 300°C



Mg - Zr Velocidad de fluencia secundaria (según André, Dabosi y Le Bret)

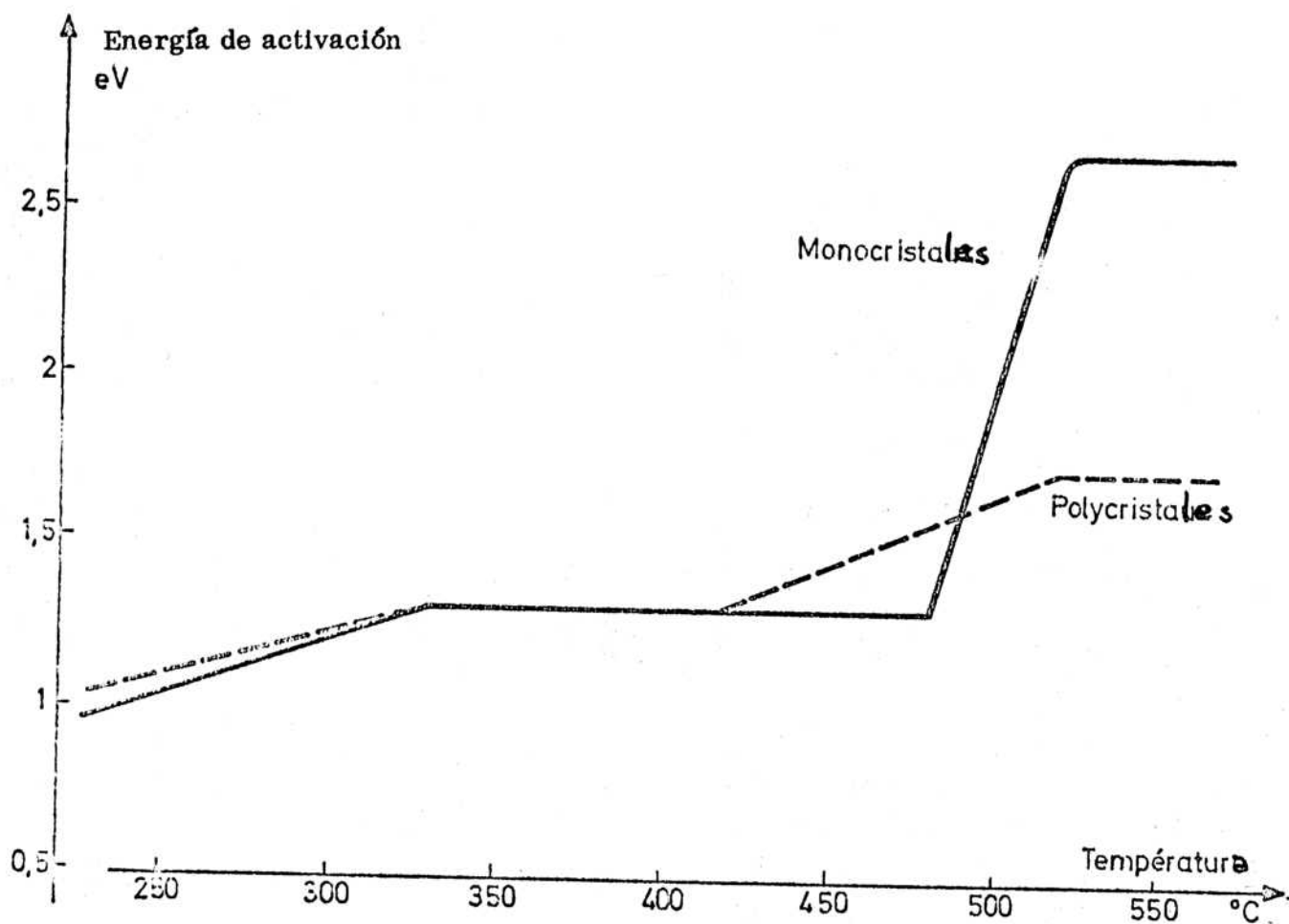


Influencia de un tratamiento térmico 100 h. a 600°C bajo CO₂ sobre las velocidades de fluencia secundaria a 450°C (según André, Dabosi y Le Bret)

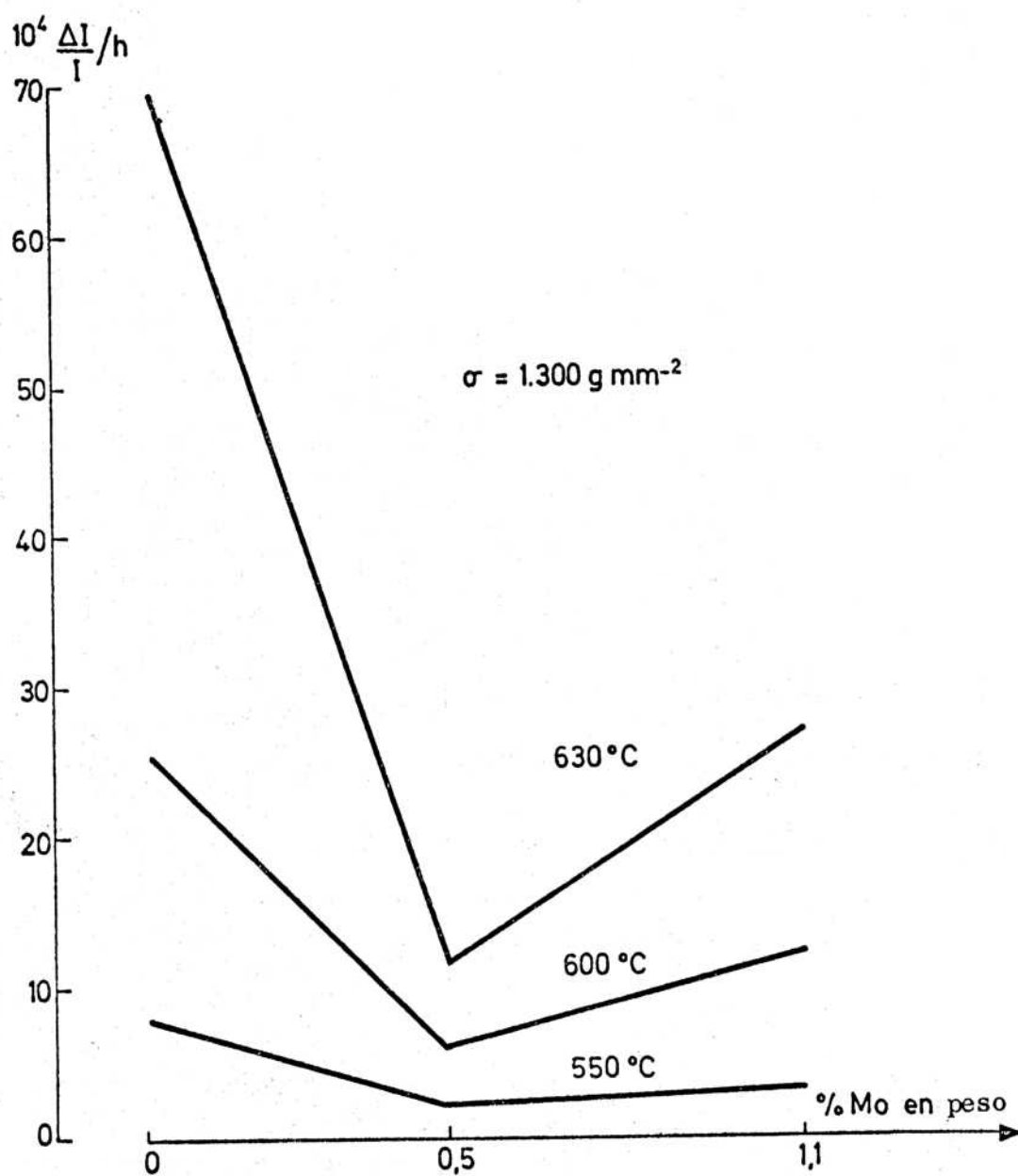


Fluencia sinterizada Mg-Zr/MgO a 450 °C

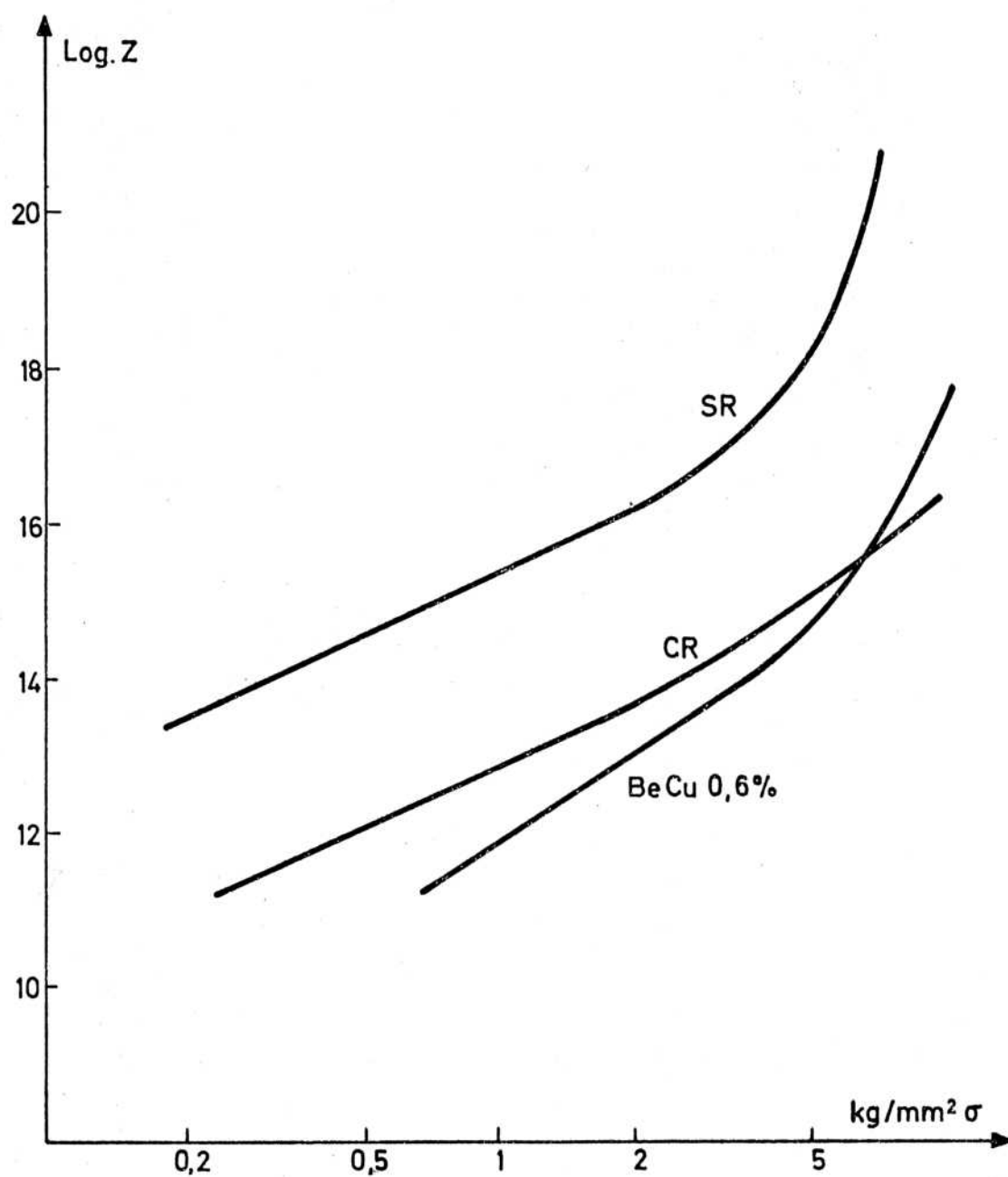
(según Hérenguel y Col.)



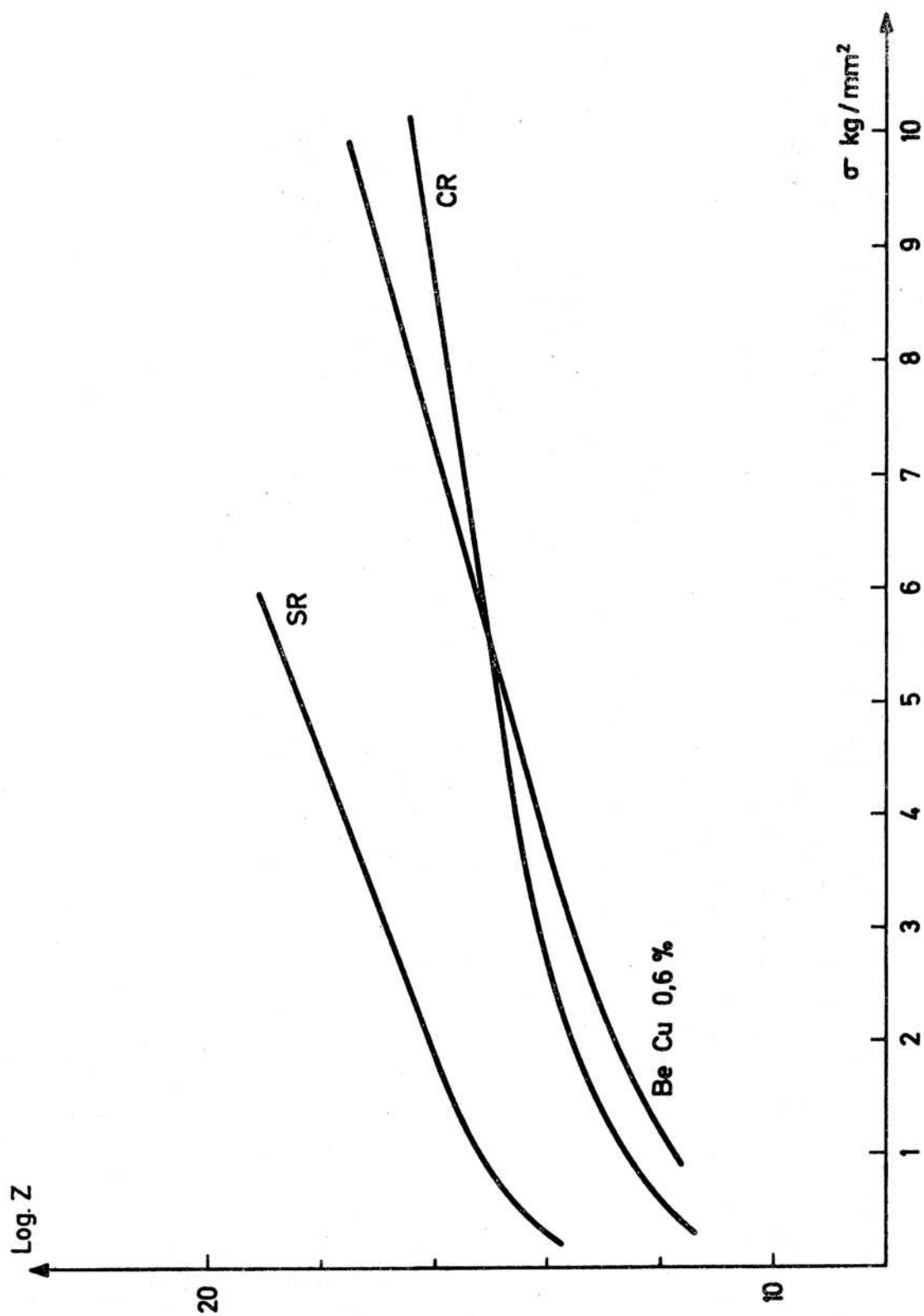
Fluencia del Uranio
(según P. Grenier)



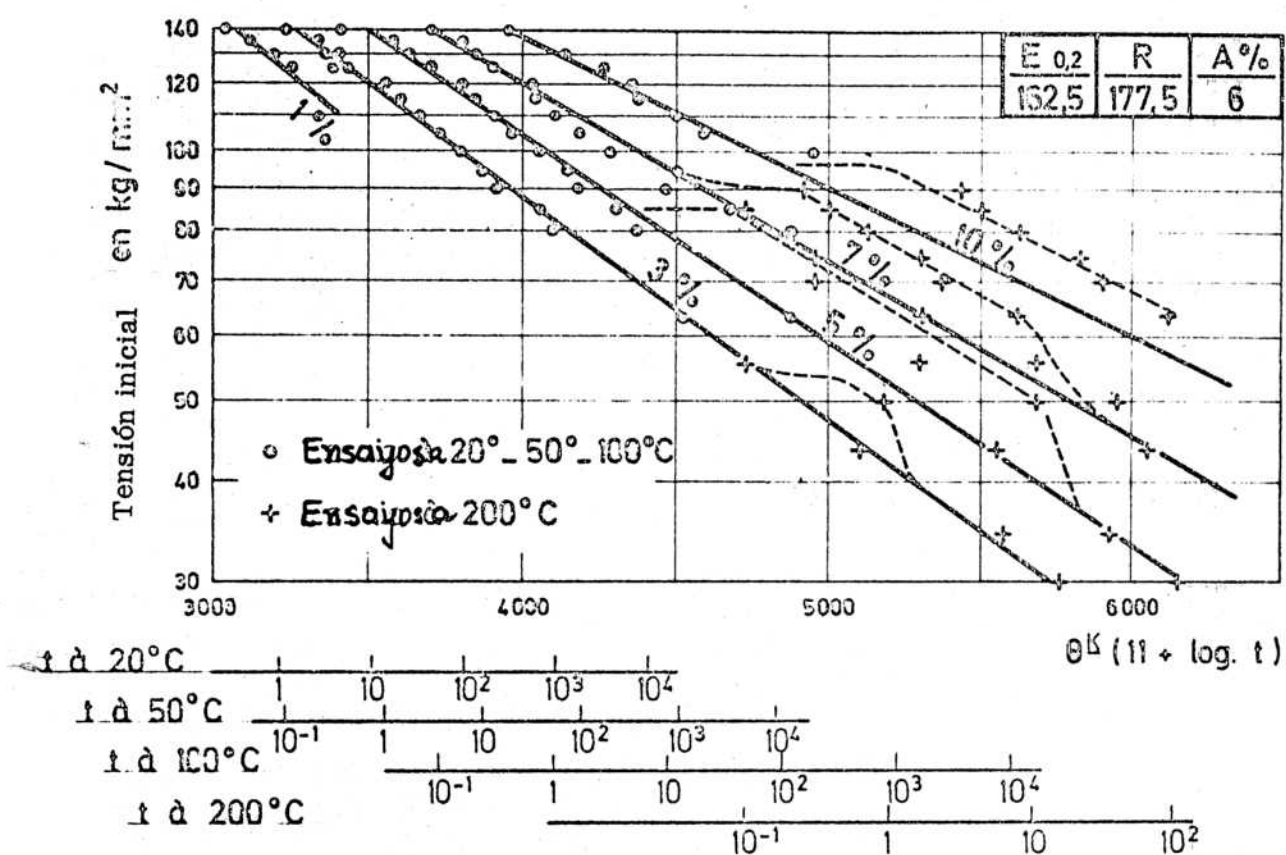
Influencia del tenor en Mo sobre la velocidad de fluencia
(según P. Grenier)



Fluage du Beryllium
(d'après Pétrequin)



Fluage du Beryllium (d'après Pétrequin)



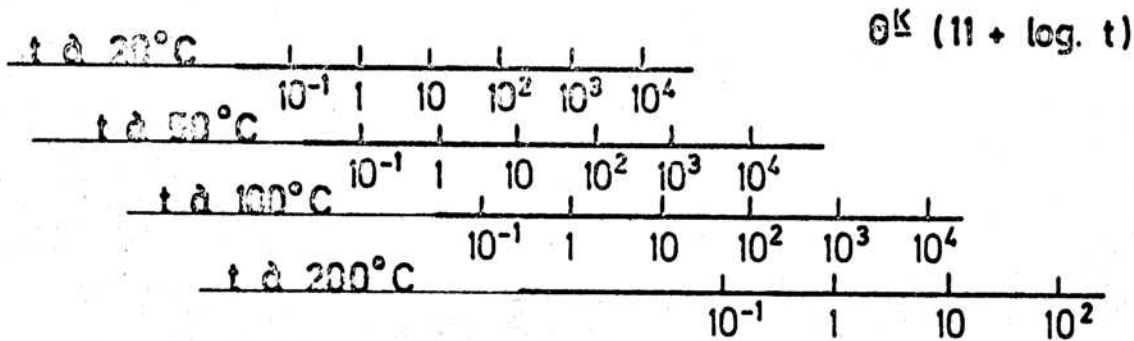
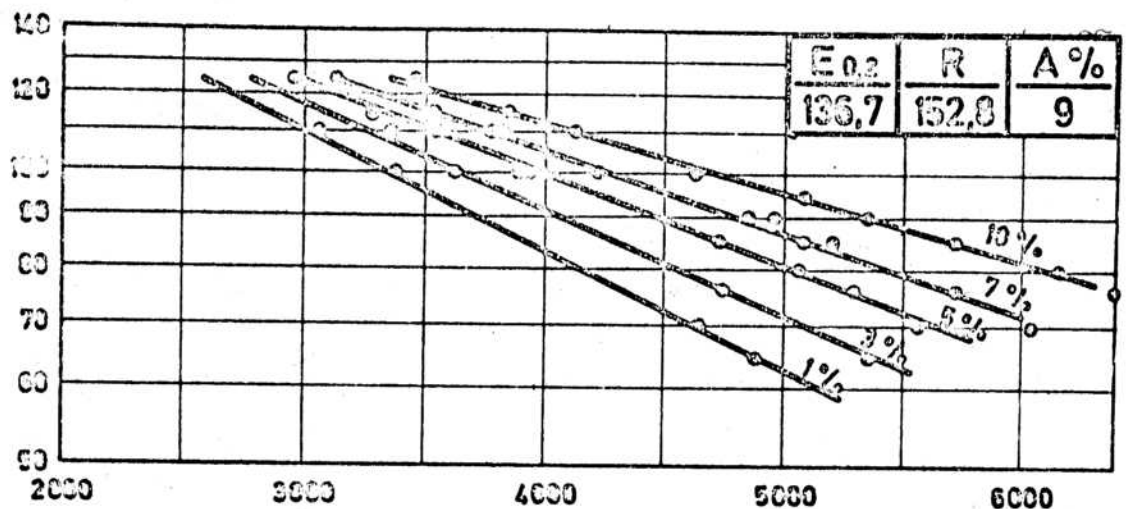
Según Poullard

Alambre de acero C 0,75 Mn 0,60

Estirado - Recocido 1h. à 350 °C

Curvas de isorelajación

Tensión inicial en kg/mm²

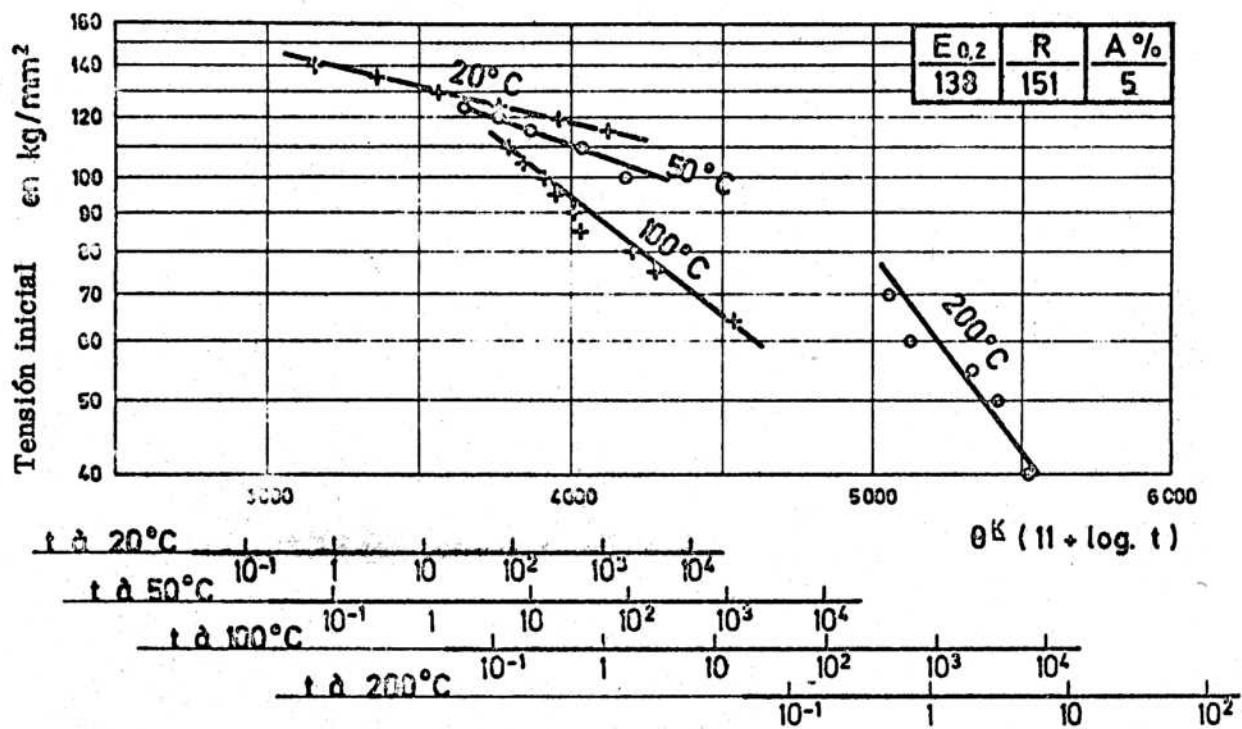


Según Pouillard

Alambre de acero C 0,65 Mn 0,50

Templado de 900°C Revenido a 400°C

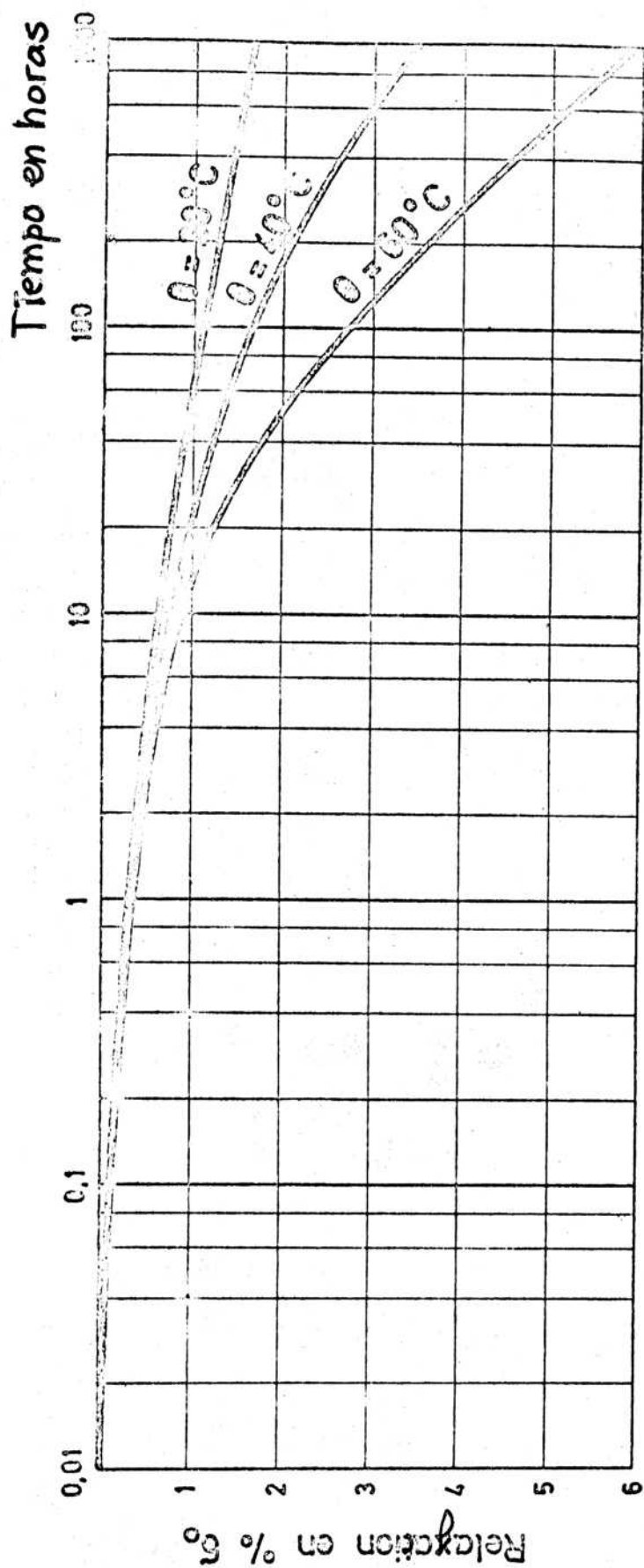
Curvas de isorelajación



Según Pouillard

Alambre de acero C 0,8 Mn1
Templado de 900°C à 380°C

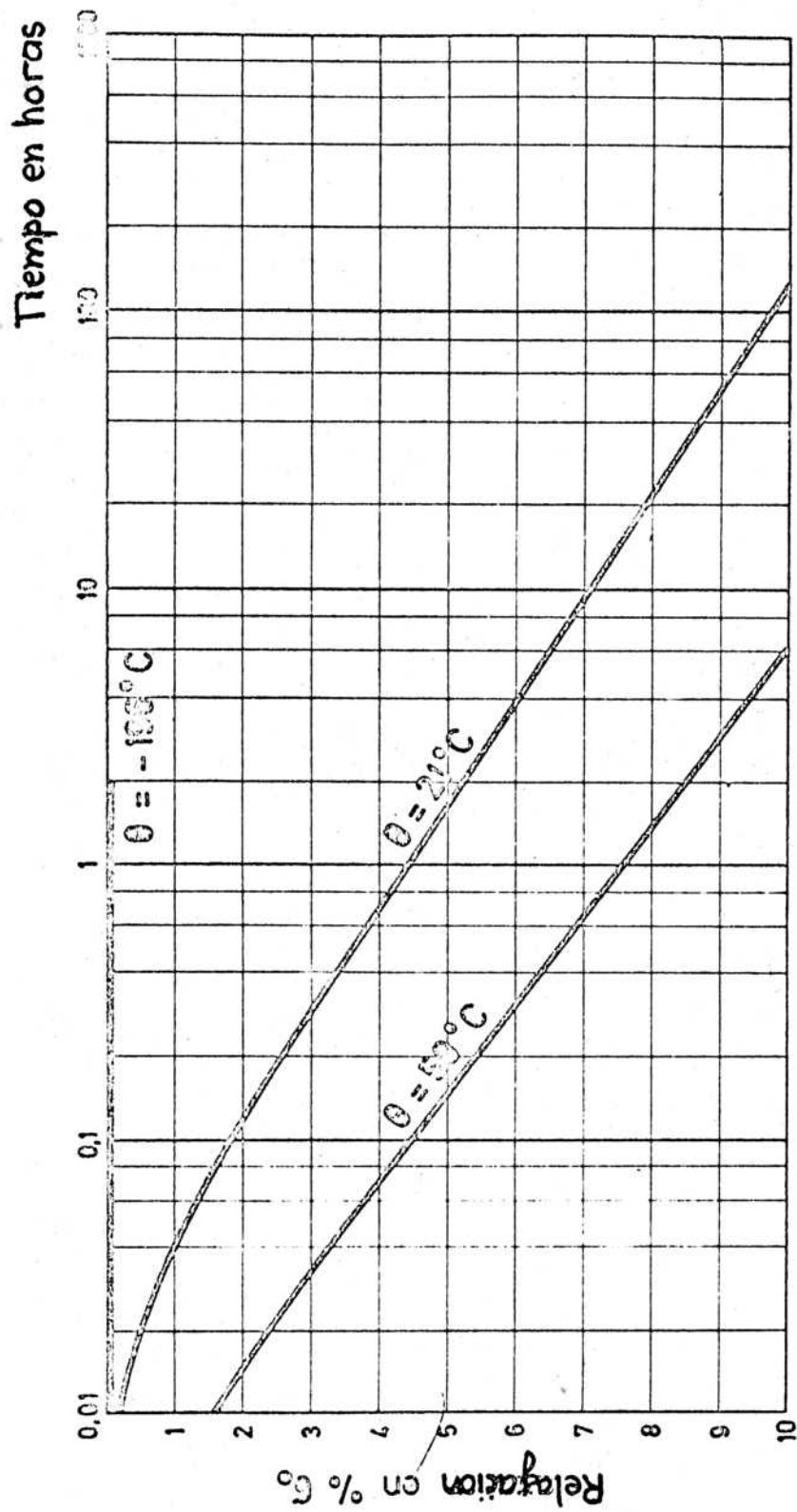
Curvas de isorelajación isotérmica a 5%



Según Pouillard

Influencia de la temperatura de ensayo sobre la relajación del alambre estabilizado
 ϕ 7 mm (revenido bajo tensión)

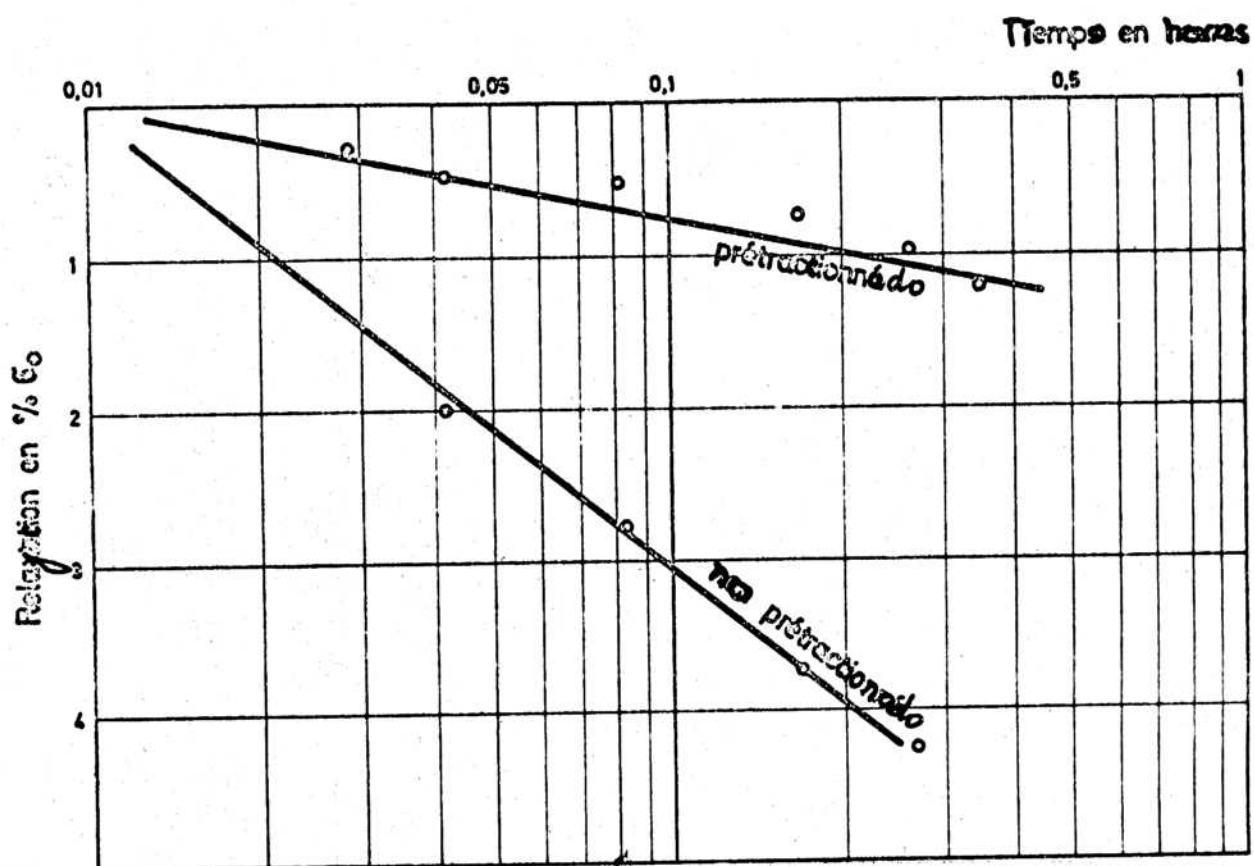
$$\sigma_0 = 123,75 \text{ kg/mm}^2$$



Según Pouillard

Curvas de relajación a diferentes temperaturas
Alambre tratado por templado en aceite y revenido

$$\sigma_0 = 120 \text{ kg/mm}^2$$



Según Poullard

Influencia de una tracción previa de 0,1%

Alambre tratado por templado en aceite y revenido $\varnothing$ 5 mm

$\sigma_0 = 115 \text{ kg/mm}^2$ $\theta = 28^\circ \text{C}$

RELAJACION DE LOS CABLES DE PRETENSION

La relajación de los cables de acero dulce estabilizados por un tratamiento de templado bainítico, después estirado sigue más o menos la ley

Los valores típicos de estos parámetros son, según Cahill y Branch:

Temperatura	A	B	m
	$\times 10^4$	$\times 10^4$	
20	1,22	- 7,23	- 0,881
40	2,72	- 19,8	- 0,893
60	4,24	- 29,45	- 0,904
100	8,51	- 69,8	- 0,925

expresado en min. y t en horas

Las tasas de pretensión son del orden de 110 a 140 kg/mm² (en cambio los límites elásticos de estos hilos alcanzan 145 a 180 kg/mm² y las cargas de ruptura 180 a 200 kg/mm²); la relación precedente permite estimar la deformación y por consiguiente la caída de tensión (con un módulo de 18500 a 21000 kg/mm²) a 5% aproximadamente (6,4% como máximo) en 30 años a 40°C.

Pero los ensayos han sido conducidos hasta 10000 hs y hay que extrapolar hasta 30 años (260000). Se pueden utilizar para eso los parámetros de Larson-Miller o de Dorn, que no son equivalentes. Se puede entonces notar que en el curso de las 1000 primeras horas, se produce el 70% de la relajación total en 5 años.

Esta extrapolación está afectada de una certeza de $\pm 28\%$ de la cual la mitad proviene de los errores sobre las constantes calculadas por la ecuación precedente, y el resto representa la dispersión de los resultados experimentales.

En cuanto al efecto de la temperatura, Bate y Corson estiman que cada aumento de 10° provoca una relajación suplementaria de 0,14 a 0,20 kg/mm² para los hilos pretensionados a 70% de su carga de ruptura y 0,14 a 0,17 kg/mm² para aquellos pretensionados a 80% de su carga de ruptura.

La irradiación (hasta 4×10^6) no modifica esta relajación de manera apreciable (Cowan y Nichols).

Cuando la ley logarítmica de relajación no se verifica, esto es el índice de una inestabilidad es decir, de una evolución de la estructura en el curso de la fluencia (precipitación inducida por la deformación, variación de densidad de las dislocaciones). Pouillard ha dado dos ejemplos sobre esto:

Cuando un acero habiendo sufrido sólo un recocido de expansión después del trefilado es puesto en fluencia a 2000C la relajación es frenada durante el periodo tanto más largo cuanto más elevada es la tensión inicial.

Por otra parte un acero tratado por templado bainítico sigue bien la ley logarítmica pero con la velocidad de relajación que varía con la temperatura más rápidamente que la ley de Boltzmann.

El principal problema de los cables de pretensión proviene de la corrosión: si hay una condensación de humedad sobre los cables en uso, la corrosión provoca un escape de hidrógeno del cual una parte es absorbida por el acero.

Entonces se enfrenta uno con el problema de fragilidad: la corrosión bajo tensión abre fisuras en un metal cuya transición dúctil-frágil sube a temperaturas más elevadas como consecuencia de la absorción del hidrógeno y de la irradiación.

El remedio consiste en recubrir estos cables con una vaina que no soporte ninguna tensión.

VII - C - FRAGILIDAD

I. Introducción: Los problemas de fragilidad en Metalurgia Nuclear

Las rupturas frágiles del acero dulce a temperaturas próximas de la ambiente, son el origen de numerosos incidentes y de algunas catástrofes espectaculares (construcciones soldadas, autoclaves, potes de prensa). Esto ha justificado numerosos trabajos experimentales y estudios teóricos.

Este problema no es de menor importancia en metalurgia nuclear: en primer lugar se encuentra en una aplicación casi clásica: los cascos de acero de los reactores. En el caso de reactores utilizando agua a presión (70 a 140 bars) estos recintos son de tamaño relativamente reducido ($\varnothing$ 4 a 7 m); por consiguiente además de los ensayos clásicos sobre muestras, se han podido efectuar experiencias de magnitud real utilizando maquetas reproduciendo las condiciones de utilización, exceptuando la irradiación. Esta constituye también, en los reactores de gran tamaño enfriados mediante gas carbónico (presiones 15 a 40 bars), un parámetro cuya influencia a largo plazo es difícil de precisar. Mediante reactores de investigación proporcionando flujos de neutrones 100 veces más intensos que los que estos cascos estarán sometidos, han podido efectuarse ensayos acelerados, sometiendo muestras a dosis equivalentes a las soportadas en todo el tiempo de funcionamiento del reactor estimado habitualmente de 20 años (sea 10^{19} a 10^{20} n cm⁻², por encima de 1 Mev).

Sin embargo la irradiación crea defectos que modifican las propiedades mecánicas; la evolución de estos defectos, bajo flujo, a las temperaturas de utilización es activada térmicamente. En consecuencia, un ensayo acelerado no es verdaderamente representativo de las condiciones de funcionamiento; por este motivo se han introducido en el interior de los cascos muestras de vigilancia que se sacan y controlan periódicamente durante todo el tiempo de funcionamiento.

En los grandes reactores de potencia, la utilización de cascos de acero pretensionado se ha impuesto progresivamente; esta solución es más económica; más fácil de realizar (comparar la colada bien conocida del cemento, incluso en emplazamientos poco accesibles de embalses, a la soldadura y los tratamientos térmicos de relajamiento de tensiones de las grandes placas de 15 a 40 mm de espesor, que constituyen los elementos de un casco de acero); finalmente, los cascos de cemento son más seguros, puesto que el cemento transmite la tensión de presión a los cables pretensionados, los cuales son numerosos y pueden reemplazarse en caso de ruptura, sin incluso parar el reactor. Por lo tanto, siempre existe un problema metalúrgico de fragilidad; este último caso es más sencillo que el precedente debido a que el cable sólo está sometido a tensiones uniaxiales y que no hay una zona de concentración de tensiones; pero como el nivel de tensión es mucho más elevado que cuando se trata de cascos, se utilizan cables de acero aleados al cromo, manganeso y molibdeno para los cuales la experimentación (sobre todo bajo irradiación) ha sido menos numerosa que en el caso de los aceros dulces.

La tercera solución consiste en suprimir el casco y hacer soportar la presión por tubos de fuerza en el interior de los cuales circula agua o vapor a presión. De este modo reduciendo el diámetro puede también disminuirse el espesor para un mismo nivel de tensiones, pero como estos tubos atraviesan el reactor deberán fabricarse con un material

que absorba poco los neutrones y que resista a la corrosión. La aleación de Zr Zircaloy 2 fué escogida para la construcción del primer motor del Nautilus, y su uso se ha impuesto hasta ahora; pero la aleación ZrNb a 2,5% tiene mejores características y a lo mejor podría sustituirla en el futuro. En los primeros reactores utilizando esta fórmula, los tubos de fuerza están fríos puesto que están bañados por el agua pesada utilizada como moderador. En estas condiciones, la fragilización puede aparecer debido al mismo tiempo a los efectos de la irradiación y a los de la absorción del hidrógeno procedente del agua o del vapor de agua disociados por las radiaciones. Para reducir la importancia de este problema se ha propuesto en el reactor SGHWR actualmente en construcción en Winfrith (G. B.), poner un aislante térmico en el exterior del tubo de manera que la temperatura de éste puede elevarse hasta 300°C; en estas condiciones, se está más lejos de la temperatura crítica de aparición de la fragilidad, sin embargo, aumentando la temperatura, aumenta la movilidad de los protones y en consecuencia la absorción de hidrógeno es más importante.

Estos tres casos constituyen los problemas principales de fragilidad de la metalurgia nuclear, no obstante existen otros ejemplos; (fractura de los tornillos de cierre de la cufya, fracturas de aletas de vainas de magnesio en el momento de la descarga, después de una fuerte irradiación. Pero la descripción de las tres aplicaciones principales indicadas más arriba, es suficiente sin duda para mostrar como se plantea el problema de la fragilidad en condiciones "nucleares" y los esfuerzos que se hacen para resolverlo.

II. Descripción de la Fragilidad

Todos los materiales, metálicos o no, se vuelven frágiles cuando se enfrían bastante por debajo de su temperatura de fusión. Por lo tanto, parece normal que el acero y el Zr puedan fragilizarse cerca de la temperatura ambiente, mientras que el tungsteno es frágil hasta 400 a 600°C, y que el aluminio aún no lo es en el nitrógeno líquido. Varias características siguen en efecto, las variaciones de la temperatura de fusión: recristalización, energía de activación para la autodifusión. En todos los metales cúbicos centrados y hexagonales el límite elástico aumenta cuando la temperatura disminuye. Se podría sencillamente pensar que la fragilidad aparece cuando el límite elástico alcanza la tensión de despegue.

Sin embargo, varios aspectos de la fragilidad inducen a rehusar esta explicación simple, o al menos a considerarla como insuficiente. Citemos algunas objeciones:

- de entre los metales refractarios, el tántalo es siempre dúctil, mientras que el niobio, del mismo grupo y menos refractario, es frágil por debajo de -100°C cuando sus granos son grandes.
- la deformación aumenta el límite elástico y disminuye la temperatura de transición; la restauración y la recristalización actúan en sentido contrario.

No obstante, límite elástico y transición están sin duda asociados y es preciso reconocer solamente que el valor del límite elástico resulta de los efectos de varios parámetros, de los cuales algunos fragilizan el metal, mientras que otros facilitan su defor-

mación. El fenómeno ha sido sobre todo descrito en los aceros dulces, para los que el límite elástico y la carga a la ruptura siguen una ley uniforme, mientras que el alargamiento a la ruptura y la estricción disminuyen bruscamente en un pequeño intervalo de temperatura. La transición es aún más acusada para la evolución de la resistencia al choque (resiliencia), trabajo de ruptura por choque de muestras entalladas del tipo Charpy. Cuando esta transición tiene lugar en un intervalo de algunas decenas de grados, se conviene en tomar como temperatura crítica, aquella en que la resistencia al choque (o la estricción, o cualquier otra característica) ha disminuido la mitad.

Esta evolución de la resistencia al choque, significa que en el estado frágil, la ruptura se produce después de una deformación casi nula, mientras que a temperaturas superiores a T_c hay una deformación plástica importante antes y durante la ruptura. El aspecto de las superficies de fractura traduce esta diferencia: una fractura dúctil (fibrosa) presenta a menudo micro-cubetas (cúpulas) que son zonas de decohesión, separadas por pedúnculos fuertemente estriccionados.

Por el contrario, una fractura frágil se caracteriza:

- ya sea por facetas resultando de una decohesión sobre un plano cristalográfico (despegue), y sembradas de peldaños que se reúnen en el sentido de la propagación (rfos).
- o bien por superficies intergranulares, tanto más lisas cuanto más frágil es el metal y más brutal la ruptura.

Indiquemos también que en el caso de los aceros dulces, y del Zircaloy a menudo se observan maclas cerca de la fractura: finalmente las fracturas frágiles están esencialmente formadas de despegues, pero cuando se puede llegar hasta el origen de la ruptura, se encuentra a menudo una faceta intergranular.

III. Parámetros

1. Factores mecánicos

a) Geometría de las tensiones

El despegue se produce habitualmente sobre un plano de pequeña energía superficial: $[100]$ en los cúbicos centrados, y $[0001]$ en los hexagonales. Tiene lugar cuando la tensión perpendicular a estos planos alcanza el valor crítico que permite la ruptura de los enlaces.

Sin embargo, los casos prácticos de fracturas frágiles corresponden todos a tensiones triaxiales. En efecto, se ha observado que la temperatura de transición de un acero es más elevada para una misma velocidad de deformación en el caso de un estado de tensiones triaxiales que en el caso de un ensayo de tracción simple. Esto no es una ley general, ya que en el cromo puro recristalizado se observa el fenómeno inverso.

En la práctica se establece una correspondencia entre las temperaturas de transi

ción definidas mediante los ensayos Charpy simples y cómodos en los estudios metalúrgicos, y las obtenidas mediante los ensayos Pellini (drop-weight) o Roberston, más próximos de las condiciones reales.

Un aspecto importante de la fragilidad a baja temperatura es la sensibilidad al efecto de entalladura. Si se forma una microfisura (como consecuencia de un defecto de fundición - grietas de rechupe o de temple - de una contaminación o de una corrosión superficial - de un choque o más a menudo aún debido a esfuerzos de fatiga) al principio se ensanchará un poco y luego se parará si la temperatura es bastante elevada y el nivel de tensiones permanente bastante bajo; en el peor de los casos, su propagación lenta producirá finalmente un escape en el recinto bajo presión. Sin embargo, si el metal se encuentra por debajo de su temperatura de transición, la pieza en cuestión es susceptible de romperse a partir de un defecto tanto más pequeño cuanto más próximo del límite elástico se encuentra el nivel de tensión.

La entalladura actúa introduciendo esfuerzos triaxiales y aumentando la velocidad local de deformación, pero sobre todo, ocasiona una concentración local de tensiones tanto más grave cuanto menor es el radio de curvatura en el fondo de la entalladura.

b) Velocidad de deformación

Cerca de la temperatura de transición, la relación entre la velocidad y la tensión para una deformación dada, es la siguiente:

$$\sigma = A \dot{\epsilon}^n$$

$\dot{\epsilon}$ siendo la velocidad de deformación y n un coeficiente que traduce la sensibilidad a la velocidad de deformación.

La carga a la que aparece la ruptura frágil, varía poco con la velocidad de deformación, por lo tanto, la transición es influenciada por la acción de la velocidad sobre el límite elástico y el grado de endurecimiento.

A causa de este efecto, las temperaturas de transición deben compararse a velocidad de deformación constante; pero la velocidad que es preciso tener en cuenta para la transición, es la de deformación en la zona de ruptura, la cual no puede medirse directamente, sin embargo, escogiendo temperaturas para las que la proporción de despegue en la fractura es constante, se tendrán velocidades reales medias de fisuración aproximadamente comparables, salvo si la deformación precedente ha sido modificada.

Existen pocos estudios sistemáticos de la influencia de la velocidad de deformación, pero a menudo se comparan las transiciones observadas mediante ensayos lentos: tracción o plegado, con la de los ensayos de choque: tracción o resiliencia de muestras entalladas o no. Los ensayos de choque siempre dan transiciones a temperaturas más altas e intervalos más restringidos.

2. Factores de estructura

Estos factores se conocen desde hace tiempo en el caso de la transición del acero

dulce, pero su definición no es siempre precisa.

a) Diámetro de los granos

Este fué el primer parámetro puesto en evidencia. Volveremos a hablar de él dentro de un momento. Es suficiente decir aquí, que la temperatura de transición aumenta con el diámetro de los granos, se observa a menudo una ley del tipo:

$$\frac{1}{T_c} = A + B d^{-1/2}$$

parecida a la de Hall y Petch ya mencionada en los capítulos dedicados a los mecanismos de deformación y a la fluencia.

Indicaremos de nuevo aquí, las dos consideraciones hechas a propósito de esta ley:

Esta relación no conviene extrapolarla; aunque las probetas con granos grandes son muy frágiles, a partir del momento en que hay granos ocupando toda la sección de la muestra, su deformación plástica ya no se encuentra impedida, las tensiones locales se relajan fácilmente y la fragilidad desaparece. Esto podría expresarse escogiendo como parámetro, en vez del diámetro medio ϕ_m , el cociente $\frac{\phi_m}{\phi_e - \phi_m}$ siendo ϕ_e el diámetro útil de la muestra o la más pequeña dimensión de la pieza.

De todas maneras es preciso desconfiar de la variación de la transición con el diámetro de los granos, puesto que este es a menudo un parámetro dependiente. En efecto, se ha hecho variar este diámetro cambiando la temperatura de recocido, pero entonces se modifica la distribución de impurezas y de los elementos de adición, así como la perfección de los cristales (evolución de la martensita en trostita y sorbita; coalescencia de los hidruros en el Zircaloy).

Para corregir este defecto se ha modificado la deformación antes del recocido, éste último tiene lugar siempre a la misma temperatura y durante el mismo tiempo; incluso así, no es seguro que el diámetro de los granos sea la sola variable. Es más correcto hacer variar una condición de las que intervienen en el desbastado, por ejemplo una temperatura de extrusión antes del laminado o martilleado; no puede aún afirmarse que la herencia de estas condiciones de transformación se limite a un diámetro de grano (influencia de la textura en la orientación de los hidruros) y de todas formas, no es posible de este modo hacer variar suficientemente el diámetro de los granos para estar seguro que la ley de Petch es válida.

b) Tratamiento térmico

Es preferible considerar en primer lugar el efecto de los tratamientos térmicos independientemente de los diámetros de los granos. Esto ha conducido a investigadores americanos del Naval Research Laboratory a aplicar separadamente la ley de Petch a coladas de acero clasificadas "sensibles" e "insensibles" a la fragilización. La causa de esta sensibilización no ha sido elucidada, pero sin duda reside en pequeñas variaciones de composición y sobre todo de tratamientos térmicos conduciendo a tallas y espaciados medios diferentes de los carburos; esto ha sido puesto en evidencia por Lemaire, Cibois y Weisz los cuales han demostrado que las estructuras para las transiciones se

elevan lo más despacio durante la irradiación, son las de los aceros habiendo sufrido un enfriamiento lento después de la normalización, o bien un revenido a temperatura bastante alta (estructura sorbítica); la eliminación de tensiones internas de temple también juega sin duda un papel. En el caso del Zircaloy, la estructura bifásica formada por extrusión hacia 800°C tiene una temperatura de transición más baja que las otras : esto es ciertamente debido a la vez a una distribución particular de los hidruros, y a una dificultad de propagación de los despegues de una fase a la otra.

c) Textura

Con esta palabra se engloban varios efectos de orientación preferencial más o menos concomitantes:

- orientación de los planos cristalográficos
- alargamiento de los granos según la dirección de laminado
- alineamiento de las inclusiones

Para el primero de estos efectos, a pesar de que no esté en el marco de la metalurgia nuclear, señalaremos la fragilidad de las chapas de molibdeno y de sus aleaciones, en las direcciones situadas a 45° de las de laminado (incluso cuando éste es sistemáticamente cruzado). Una orientación pertinente de los planos de despegue del Be (10 $\bar{1}$ 0), aunque no suprime el problema de la fragilidad de este metal, puede mejorar mucho la ductilidad residual.

El efecto del alargamiento de los granos es también importante, pero se relaciona al que hemos descrito del diámetro medio de los cristales. En efecto, la sola dimensión a considerar es la que puede medirse a lo largo de una banda de deslizamiento o de una fisura, en consecuencia en un plano inclinado sobre la dirección de laminado o de forjado.

Finalmente la orientación de los hidruros en el Zircaloy proporciona un ejemplo de la influencia del tercer aspecto de la textura : según Marshall y Louthan, el Zircaloy 2 con una proporción de 35 ppm de hidrógeno puede ser frágil a 20°C, si las plaquetas de hidruro son perpendiculares al eje de tracción.

d) Composición

Es el más importante de los factores de estructura, y posiblemente el menos conocido hasta el presente. Pellini, Steele y Hawthorne, han estudiado el aspecto mecánico de las fracturas y han demostrado que las elevadas concentraciones de tensiones cerca de las fisuras hacen ilusoria la búsqueda de aceros de composiciones menos sensibles a la fragilización. Es cierto que un estudio cuidadoso de la fabricación y de las condiciones de trabajo de los recintos bajo presión puede disminuir mucho la probabilidad de aparición de fisuras. Es posible, por lo tanto, disminuir el riesgo de propagación rápida de una ruptura frágil, escogiendo aleaciones con buenas características mecánicas, sin tensiones internas, ni elevada densidad de inclusiones o precipitados frágiles.

Desde un punto de vista distinto de esta concepción mecánica de la fractura, se en

cuentra los resultados espectaculares de los numerosos estudios de purificación de metales refractarios : las temperaturas de transición del cromo, niobio, molibdeno y tungsteno, han disminuido mucho reduciendo a unos pocos ppm las proporciones de elementos ligeros H, O, N, C, cuya solubilidad, en inserción en la red cúbica centrada puede ser bastante grande. Se ha reducido igualmente la fragilidad del titanio y del zirconio disminuyendo sus porcentajes de oxígeno e hidrógeno : este último se encuentra a temperatura elevada en solución sólida (160 ppm a 400°C) y precipita en frío bajo la forma de hidruro ($\sim 0,005$ ppm a 20°C) cuya fisuración es el origen de la fragilidad de Zircaloy. El oxígeno actúa, como Cottrell lo había demostrado en 1958, frenando las dislocaciones; las tensiones alrededor de la fisura naciente no pueden entonces relajarse mediante una deformación de los granos adyacentes.

IV. ANALISIS DEL FENOMENO

Algunos de los factores de la transición que acabamos de describir son mensurables: velocidad de deformación y diámetro de los granos en particular. Su estudio ha conducido a relaciones empíricas o fenomenológicas que pueden verificarse en los aceros ferríticos y en el zirconio.

Por otra parte, los teóricos de la física del metal han establecido modelos que permiten prever las variaciones de T_c con la velocidad, el diámetro de los granos, etc..., partiendo de hipótesis basadas en agrupamientos de dislocaciones que aumentan el límite elástico y que aseguran la propagación de una ruptura frágil.

1. Germinación y propagación de una fisura

Es evidente que la fragilidad está ligada a la geometría de las dislocaciones puesto que es una característica de los metales cúbicos centrados, y en menor grado de los hexagonales. Esto hace que los únicos materiales utilizados en los circuitos de baja temperatura son aleaciones cúbicas centradas en las caras a base de aluminio, cobre o aceros austeníticos con fuerte proporción de níquel.

En 1920 Griffith estableció la condición de formación de una fisura en un medio elástico, uniforme y continuo, igualando el trabajo de la tensión normal al plano de la fisura con la energía superficial de los labios de la fisura:

$$\sigma \propto \frac{1}{\sqrt{L}}$$

ν coeficiente de Poisson
 μ módulo de cizalladura
 L longitud de la fisura
 σ energía superficial

$$\sigma \approx \sqrt{\frac{2\mu}{\alpha(1-\nu)L}}$$

Esta relación ha sido verificada en el vidrio pero no se cumple en los metales, cuya red periódica imperfecta evidentemente se aleja mucho del modelo de Griffith. Orowan ha propuesto reemplazar por un término representando la suma de σ y de la energía de deformación plástica alrededor de los bordes de la fisura; de hecho la energía superficial es despreciable al lado de P trabajo de deformación; el criterio de Griffith se escribe entonces:

$$\sigma \approx \sqrt{\frac{2\mu P}{(1-\nu)L}}$$

Pero este modelo es insuficiente, ya que:

- en muestras "dúctiles" se observan fisuras de gran tamaño que no se han desarrollado hasta ruptura.

- por el contrario, también existe, sobre todo en los metales deformados, fisuras más frecuentes y de pequeña talla, es decir de tamaño menor que el previsto por la condición indicada más arriba.

Por consiguiente, puede decirse que no es suficiente el que una microfisura tenga una talla crítica, para desencadenar una fractura frágil, es preciso también que en los bordes se cree un campo de tensiones conveniente.

Para esta etapa, Cottrell ha imaginado un agrupamiento de dislocaciones deslizando sobre planos diagonales secantes, lo que formaría dislocaciones con un vector doble sobre los planos cúbicos, que son los de despegue en esta estructura. La coalescencia de estas dislocaciones para formar o incluso solamente abrir una fisura no es segura ya que el campo de tensión de la misma debería, por el contrario, repeler estas dislocaciones de vector $[111]$

$$\frac{a}{2} [111] + \frac{a}{2} [\bar{1}\bar{1}\bar{1}] \rightarrow a [100]$$

Stroh ha propuesto otro modelo que explica la abertura de un plano de despegue debido al campo de tensión de un empilamiento de dislocaciones. Pero un tal empilamiento nunca ha sido observado ni en el hierro ni en los otros metales cúbicos centrados.

En los metales hexagonales, Stroh ha propuesto la abertura de un despegue sobre el plano de base como consecuencia del paro de un deslizamiento basal por un obstáculo, tal como una pared de polygonización; este fenómeno ha sido efectivamente observado en monocristales de zinc y de berilio.

De todos estos modelos es preciso recordar que consideran la formación de una fisura como una consecuencia directa de un cierto tipo de deformación plástica. La condición de propagación de la fisura frágil, expresa que la energía elástica de las dislocaciones que forman la concentración de tensión, no debe dispersarse por la deformación plástica alrededor de la fisura.

2. Efecto de la velocidad

Una fisura se propaga en condiciones aproximadamente estáticas; al rededor de los labios de la fisura se desarrolla un campo de tensiones y cuando alcanza el límite correspondiente a la condición Griffith-Orowan la fisura se propaga con una velocidad que depende unicamente del relajamiento de tensiones.

Si este es nulo (bajas temperaturas - la deformación se bloquea o se vuelve muy dificil debido a defectos de irradiación o a finos precipitados tales como hidruros) la ve-

locidad de propagación alcanzará su límite superior que es la de propagación de ondas acústicas en el material considerado.

Si el relajamiento es fácil, habrá una deformación plástica en la zona que rodea la fisura a fin de que el radio de curvatura en la extremidad aproxime el valor de la anchura-mitad de la fisura. La concentración de tensiones entonces disminuye mucho volviéndose del orden de $\sigma \left(\frac{2L}{D}\right)^{1/2}$

L longitud y D anchura de la fisura (Friedel).

Entre estos dos extremos, hay frecuentes casos en que la condición de Griffith só lo se cumple para un pequeño aumento de L; la fisura es parada ya sea por un obstáculo (borde de grano, inclusión) que aumenta el término de energía superficial, o bien por el relajamiento que reduce temporalmente el "capital" de energía elástica almacenada alrededor de la fisura. Tetelman y Roberston han puesto en evidencia estas etapas de la propagación de una fisura en la aleación Fe-Si cargada de hidrógeno.

El parámetro velocidad interviene en la comparación de ensayos lentos (tracción, plegado) con los ensayos de choque; estos últimos siempre indican transiciones más netas y a temperaturas más altas que las de los ensayos lentos. Esta diferencia está esencialmente ligada al relajamiento; depende de la tensión real en la extremidad de la fisura (tensión aplicada + tensión local en relación con la geometría de la fisura) y de la variación de ésta con respecto al límite elástico a la temperatura considerada.

Esta correlación no puede establecerse una vez para siempre; pero es suficiente que sea constante para dos tipos de ensayos determinados, para que puedan utilizarse valores relativos de uno de ellos para apreciar la influencia de los diferentes parámetros sobre la fragilidad de un material.

3. Efecto del diámetro medio de los granos

Una fisura se vuelve inestable y origina una fractura frágil brutal, cuando la tensión definida por el criterio de Griffith alcanza el valor de la tensión de despegue. Pero en un material policristalino, cuando un despegue alcanza un borde de grano, es preciso un suplemento de energía para continuar el despegue en el grano vecino según un plano cristalográfico que no es paralelo al precedente.

Por este motivo, la tensión de despegue de un policristal sigue la ley establecida por Hall y Petch para el límite elástico:

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-1/2}$$

en donde d representa el diámetro medio de los granos.

El significado físico de los términos de esta ley ha sido dada en el capítulo dedicado a los mecanismos de deformación. Indicaremos que la variación de la tensión con el inverso de la raíz cuadrada del diámetro de los granos, está de acuerdo con la ley de Petch y también con el criterio de Griffith, si la longitud crítica de propagación se asimila al diámetro de los granos.

La transición dúctil-frágil tiene lugar a la temperatura en que la tensión local en la extremidad de la fisura, alcanza una fracción determinada del límite elástico o de la tensión de despegue. En consecuencia esta temperatura de transición es proporcional a la raíz cuadrada del diámetro de los granos.

V. Resultados

1. Fragilidad de los cascos

A. Características de la fragilidad de los aceros ferríticos

a) Verificación de las fórmulas de Cottrell

Cottrell ha estimado la energía interna del volumen ocupado por la fisura haciendo la suma de la energía del campo de tensión, de las energías superficiales de los labios de la fisura, de la energía elástica de la fisura en el campo de tensión aplicado y por último del trabajo gastado por la tensión aplicada cuando separa los labios de la fisura. Escribiendo luego que la variación de esta energía con la longitud es nula, Cottrell obtiene la longitud crítica de la fisura; la ecuación obtenida tiene dos raíces (en este caso la longitud crítica es evidentemente la más pequeña de las dos raíces) o bien ninguna, lo que significa que cualquier fisura es inestable y conduce a la ruptura. La transición entre estos dos casos corresponde a:

$$C_G = 16 C_d$$

C_G : longitud de la fisura de Griffith, es decir con tensión exterior y sin tensión interna

C_d : longitud de la fisura producida únicamente por el campo de tensión de las dislocaciones

Evaluando estas dos longitudes, Cottrell llega a la ecuación:

$$(\sigma_i d^{1/2} + k_y) k_y = \beta \mu \delta$$

σ_i indica la resistencia al deslizamiento de las dislocaciones

β es una constante que depende del modo de deformación: $\beta=1$ en tensión uniaxial y $\beta=\frac{1}{3}$ es la punta de una entalladura bajo tensión hidrostática

k_y está relacionado al límite elástico σ_y por la relación de Petch

La aplicación de esta última fórmula encuentra una dificultad: reemplazando σ_i , d , k_y por valores razonables para el hierro a la temperatura del nitrógeno líquido, se encuentra $\frac{1}{2}$ sea diez veces la energía de una superficie limpia de un cristal de hierro; para explicar este desacuerdo, Cottrell ha invocado el aspecto de los despegues frágiles, que no son planos lisos, sino superficies surcadas de numerosos peldaños (ríos).

b) Estudios experimentales

Nacimiento de la fisura: Lean, Plateau y Crussard han estudiado las fracturas por microfractografía y han demostrado que la ruptura frágil tiene lugar durante el desarrollo de las bandas de Piobert-Luders incluso cuando la temperatura es baja, y que estas bandas se forman antes del límite elástico superior. Esto explicaría que en una cierta zona de temperaturas alrededor de la de transición de fragilidad, ciertas muestras rompen antes del límite elástico superior y otras durante la zona de deformación a tensión constante.

Propagación de la fisura: de entre los numerosos estudios dedicados a este problema indicaremos el de Verbraak, el cual ha seguido la propagación de la onda de choque que precede la fisura $\Delta p \approx 15 \text{ kbars}$; ha deducido una temperatura de transición energética que está en relación con la de las rupturas frágiles.

c) Criterios de fragilidad

Ensayo Pellini

El nacimiento de la fractura está condicionado por el comportamiento de un pequeño volumen de acero rodeando la punta de la entalladura y que reacciona bajo la tensión aplicada ya sea por una deformación o bien por un despegue. El estrecho dominio de temperatura en donde se produce el cambio de comportamiento, se explica mediante un diagrama (σ, T) , en donde se indican las variaciones del límite elástico y de la carga a la ruptura en función de la temperatura. Estas dos curvas se reúnen a una temperatura muy baja para la que la ductilidad es nula incluso en ausencia de fisura.

Si el acero se fisura por fatiga, corrosión..., su carga de ruptura es muy pequeña y alcanza el valor del límite elástico a una temperatura que corresponde a una ductilidad nula en presencia de una pequeña fisura. Si la fisura crece, la ruptura podría tener lugar a la misma temperatura, y siempre sin deformación, bajo cargas aplicadas inferiores al límite elástico (que será de hecho alcanzado en la extremidad de la fisura a causa de la concentración de tensiones en este punto). Por lo tanto existe un nivel de tensión por debajo del cual la fisura no se propagará incluso a muy baja temperatura. La última curva (σ, T) da la temperatura a la que con una tensión σ la fisura empezada se parará (CAT: crack arrest temperature).

La transición viene representada entonces por el dominio situado entre esta curva y la que representa las condiciones de ruptura espontánea sin deformación plástica. Se observará que por encima de la temperatura de ductilidad nula (NDT) la tensión de propagación de la fisura crece muy rápidamente lo que explica la brutalidad de la transición, y la eficacia del ensayo Pellini (drop-weight): este ensayo es una flexión por choque de una plaqueta poseyendo un cordón de soldadura sobre la cara en tensión. (Este ensayo puede efectuarse con un equipo muy sencillo que puede instalarse en una célula de laboratorio "caliente" para los ensayos de muestras irradiadas).

Los defectos de irradiación aumentan el límite elástico; conducen, por con

siguiente, a una pequeña elevación del punto FTE (temperatura a la que la tensión de propagación es igual al límite elástico). Pero este efecto favorable es de pequeña amplitud porque la curva CAT tiene una gran pendiente. La irradiación de hecho agrava mucho la fragilidad elevando la temperatura de transición.

Reuniendo muy numerosos resultados obtenidos ya sea mediante el ensayo Pellini o bien con el ensayo Charpy (la temperatura de transición es entonces la que corresponde a una resiliencia de 3 a 4 kgm), Steele y Hawthorne han presentado un diagrama relacionando el aumento de la temperatura de transición con la dosis de irradiación.

Este diagrama conduce a dos conclusiones:

- el desplazamiento de la NDT por irradiación depende poco de la composición, del tratamiento térmico, y de la carga a la ruptura del acero. Según este criterio, no habrían aceros más o menos sensibles a la irradiación.
- por otra parte, la fragilización es mucho menor cuando la temperatura de irradiación se eleva por encima de 250°C.

Para una temperatura de irradiación dada, se puede prever la elevación del NDT al final del tiempo de funcionamiento previsto del reactor: varía aproximadamente de 100 a 200°C según el tipo de reactor propuesto. Por lo tanto interesa buscar la composición y el tratamiento térmico que de al principio el más pequeño NDT.

Si no puede evitarse un aumento peligroso de la transición se puede pensar en destruir estos defectos de irradiación por un recocido; pero se constata que el recocido es tanto menos eficaz cuanto más elevada es la temperatura de irradiación: después $2,1 \cdot 10^{19} \text{ ncm}^{-2}$ a 135°C un recocido de 36h. a 400°C disminuye el aumento del NDT de un 80%, pero si el acero ha soportado la misma dosis a 265°C, este recocido a 400°C sólo restaura un 50% del NDT.

Los recocidos están limitados por otras causas:

- temperatura: no es suficiente suprimir el enfriamiento del casco, es preciso instalar un calentamiento especial, y cuanto más elevada es la temperatura a alcanzar, más grande es el riesgo de gradientes térmicos y en consecuencia de tensiones de dilatación diferencial.
- duración: se ha demostrado que un recocido de larga duración (150 horas) a 300°C aproximadamente, puede aumentar de nuevo el NDT, esto es probablemente debido al agrupamiento de defectos ligados eventualmente a las impurezas de inserción, en forma de agrupamientos más estables y eficaces para bloquear o frenar las dislocaciones.

Finalmente Pellini ha insistido sobre el problema de la dosimetría de los neutrones. Es sabido que la eficacia de los neutrones para producir defectos varía con su energía. el nivel límite de 1 Mev habitualmente escogido, selecciona la

parte del flujo que es verdaderamente peligrosa. Desgraciadamente no existe un detector cuya sección eficaz tenga un nivel límite de 1 Mev (el del $^{58}\text{Ni}(n, p)^{58}\text{Co}$ que es el más utilizado es de 5 Mev).

Ensayo Roberston

En todos los ensayos de resiliencia (Izod, Charpy, Mesnager) la fisura se propaga en una zona que ya ha sufrido una deformación de flexión, la forma de la curva de resiliencia viene modificada por el efecto de deformación sobre la fragilidad.

Por el contrario, en los casos prácticos de fracturas catastróficas la deformación local en la punta de la fisura es considerablemente menor. Para aproximarse de estas condiciones Roberston ha propuesto un ensayo en el que una fisura se propaga a una velocidad muy grande, en un material que está bajo tensión puramente elástica hasta que la temperatura de transición no es alcanzada.

La forma de la muestra y de la entalladura es tal que el choque provoca la formación de una fisura que se propaga en una dirección perpendicular a la tensión aplicada (10 a 15 Kg/mm²). Como la muestra se mantiene en un gradiente de temperatura ($\nabla 3^\circ\text{C/cm}$), la fisura se propaga desde la extremidad fría hasta que llega en una zona en donde la onda de choque puede desencadenar una deformación plástica delante la fisura; esto define con precisión ($\pm 1^\circ\text{C}$) la temperatura a la que la fisura cesa de propagarse (FTF en el ensayo Pellini).

Generalmente cuando la tensión transversal es mayor que 13 Kg/mm² la temperatura de paro de la fisura es independiente de la tensión; por el contrario para valores más pequeños de esta tensión una pequeña variación de σ corresponde a una disminución rápida de la temperatura de paro (del orden de 50°C para $\Delta\sigma = 2 \frac{\text{Kg}}{\text{mm}^2}$). Por consiguiente por debajo de la temperatura de paro de la fisura, a cada temperatura puede asociársele un valor crítico de tensión transversal.

El ensayo Roberston presenta el grave inconveniente de necesitar una muestra de gran tamaño y una ejecución bastante complicada. Por este motivo no ha podido realizarse en aceros irradiados. Sin embargo, ha sido ampliamente utilizado en la elección de aceros destinados a la fabricación de cascos.

Este ensayo se aproxima mucho (aparte el gradiente térmico) de las condiciones reales de rupturas catastróficas, y por esta razón permite una discriminación de los aceros mucho más sensible que los ensayos de resiliencia. En efecto, los dos aceros presentando la mayor y menor fragilidad respectivamente, en los ensayos presentados por Roberston, tienen temperaturas de paro de la fisura de $+30^\circ\text{C}$ y -50°C , mientras que los intervalos de transición en el ensayo Izod son respectivamente de -20 a $+65^\circ\text{C}$ y de -40 a $+30^\circ\text{C}$.

B. Efectos de la irradiación

a) Efectos de la irradiación sobre σ_c y k_I

Hull y Mogford han demostrado que hasta 10^{20}ncm^{-2} la irradiación no mo

difica k_y (a 5% de precisión); esto ha sido establecido con aceros cuyos diámetros de granos se extendían de 10 hasta 70μ ; en la ecuación de Cottrell se observa que la constancia de k_y debe inducir una proporcionalidad de σ_i y de $d^{-1/2}$, puesto que el segundo miembro $\beta\mu\sigma$ es constante.

Si se combina la relación de Petch, con la de Orowan:

$$\text{tensión de fractura en el dominio frágil} \quad \sigma_f = A d^{-1/2}$$

se obtienen dos rectas cuya intersección define el diámetro de grano que corresponde a la transición en el diagrama $(\sigma, d^{-1/2})$.

Por otro lado según Hull y Mogford, la irradiación aumenta σ_i y disminuye el diámetro de grano de la transición de tal manera que σ_i y $d^{-1/2}$ son los dos proporcionales a la raíz cúbica de la dosis. En consecuencia el producto $\sigma d^{-1/2}$ queda aproximadamente constante y la ecuación de Cottrell se verifica.

Hull y Mogford han observado que la irradiación aumenta σ_i según una ley:

$$\Delta \sigma_i = A \phi^{1/3} \quad (\text{ensayos hasta } 9 \cdot 10^{19} \text{ ncm}^{-2})$$

que parece válida según sus resultados a 20, -78 y -196°C.

Pero Nichols y Harries más bien aceptan:

$$\Delta T = A \phi^{1/2}$$

ΔT : aumento de la temperatura de transición proporcional a
 ϕ : dosis en unidades de 10^{18} ncm^{-2} , medidas con un detector Ni.

El coeficiente A disminuye cuando la temperatura aumenta y varía también con la composición del acero y la dimensión de sus granos. Por el contrario la velocidad de fisión entre $3 \cdot 10^{11}$ y $3 \cdot 10^{13} \text{ ncm}^{-2} \text{ seg}^{-1}$ parece sin efecto cualquiera que sea la temperatura de irradiación hasta 350°C. Esto significa que el endurecimiento provocado por la irradiación no está controlado por la difusión de defectos puntuales.

Los resultados de Steele y Hawthorne pueden explicar este desacuerdo aparente de las dos leyes indicadas más arriba; estos autores han observado en dos aceros diferentes un aumento rápido al principio de la irradiación ($n > 0.6$) seguido de una tendencia a la saturación ($n < 0.1$).

b) Influencia del diámetro de los granos

Para una misma irradiación, la elevación de la temperatura de transición es tanto menor cuanto más pequeños son los granos. Sebrille ha citado los resultados siguientes:

Acero dulce desoxidado con Al	523 gramos/mm ²	T = 50°C
"	6890	"
Acero dulce desoxidado con Si	76	T = 5°C
"	842	"
Acero aleado con Ni, Mo, V	5060	T = 65°C
"	36500	"
		T = 45°C
		T = 40°C
		T = 10°C

Pero los resultados de Mme. Cibois, Lemaire y Weisz no hacen aparecer ninguna relación entre tamaño de los granos y variaciones de límite elástico o de temperatura de transición. Es preciso recordar que Hull y Mogford no han encontrado ninguna acción de la irradiación sobre el término $k_y d^{-1/2}$ de la relación de Petch.

Estos desacuerdos muestran una vez más, que el diámetro de los granos no es un parámetro independiente, y que no puede variarse sin modificar la microestructura, lo que es mucho más importante para la fragilización.

c) Efectos de la microestructura

Estos efectos han sido puestos en evidencia en el estudio de Mme. Cibois y coll., que han comparado aceros más o menos sobrecalentados y otros revenidos después de un temple normal. Este último estado ha dado los más pequeños aumentos de transición.

Es interesante comparar este resultado con los de Chow y Richard sobre la fragilidad a baja temperatura del hierro puro y poco aleado: estos autores atribuyen la fragilización a un defecto complejo en el que interviene vacantes formadas por irradiación y átomos de carbono. Esto explicaría que la fragilización sea menor en los aceros conteniendo adiciones que, como el Cr y el Mn, forman carburos muy estables.

Este efecto de las impurezas ha sido igualmente señalado por Lemaire, Cibois y Weisz, que han comparado los efectos de la irradiación sobre la fragilidad y sobre el fenómeno Portevin-le Chatelier (responsable de la fragilidad "al azul" de los aceros no irradiados). Este fenómeno aparece después irradiación a una temperatura muy elevada, pero su energía de activación continúa siendo del orden de 20 Kcal/atg lo que es característico de la difusión en inserción del carbono o del nitrógeno en el hierro.

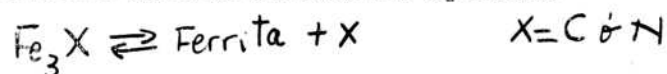
Td: temperatura de desaparición de la discontinuidad del límite elástico

$$T_d = \frac{W_n}{k \log \frac{1}{C_0}}$$

Wn : energía libre de enlace dislocación-impureza = 0,5 eV

C₀ : concentración media de impurezas libres

Td disminuye cuando la irradiación induce una precipitación que disminuye C₀ (caso del acero recocido), pero Td aumenta en el acero deformado, sin duda a causa del desplazamiento hacia la derecha del equilibrio



d) Influencia de la temperatura de irradiación

La temperatura de transición se eleva más despacio cuando la temperatura de irradiación es más elevada. Este efecto ha sido ya mencionado a propósito de la variación con la temperatura del coeficiente A de la ley experimental de Nichols.

Steele y Hawthorne han demostrado que la influencia de la temperatura de irradiación es particularmente neta por encima de 240°C:

Irradiaciones de $3,1 \cdot 10^{19} \text{ ncm}^{-2}$ a	282°C	338°C	394°C		
Variación de la NDT para	{	A 302B	74	44	18
		HY 80	63	44	107

El acero A302 B es un acero soldable al Mn y Mo, y el HY 80 es un acero aleado con Ni, Cr y Mo. Se observa que este último es el que más se fragiliza a temperatura superiores a 350°C; esto es probablemente debido a una precipitación de carburos facilitada por la irradiación.

Si la temperatura varía durante la irradiación, los efectos se acumularían en el caso que la primera irradiación sea a baja temperatura, por el contrario si durante la irradiación disminuye la temperatura, la fragilidad es más grande.

Estos efectos de la temperatura de irradiación se acercan de los de recocido expuestos a propósito del ensayo Pellini.

Para terminar, es preciso recordar que la fragilidad de los aceros ferríticos depende de muchos otros factores que entran ya en juego antes de la irradiación:

- defectos de estructura procedentes de la colada (grietas de contracción), de la transformación ("corroyage" demasiado débil de las chapas gruesas, de lo que resulta una dispersión insuficiente de las segregaciones y de las inclusiones), o bien del tratamiento térmico (grietas de temple).
- de las soldaduras en donde pueden encontrarse numerosos defectos (falta de unión, fisuras de cráter, tensiones internas, transformaciones estructurales peligrosas, fisuras de contracción, absorción de hidrógeno, crecimiento de los granos, etc...)

La intervención de todos estos factores explica el hecho de que numerosos autores realizan, además de los ensayos de resiliencia, otros ensayos que se acercan más de las condiciones prácticas.

2. Fragilidad del Zircaloy

Los aceros ferríticos pueden fragilizarse por el hidrógeno: este fenómeno ahora bien conocido, puede superponerse al efecto de irradiación, sin embargo, el porcenta

je de hidrógeno puede disminuirse, incluso en las soldaduras a valores aceptables. El problema se vuelve más grave en los cables pretensionados que pueden absorber hidrógeno a consecuencia de una corrosión.

La absorción de hidrógeno en los tubos de fuerza de Zircaloy es aún más peligrosa por las razones siguientes:

- gran variación de la temperatura de transición con la proporción de H.
- elevada concentración de H y D al contacto del Zircaloy: los tubos de fuerza son sumergidos dentro de agua pesada o ligera, y la radiólisis por los neutrones mantiene en permanencia una elevada concentración de protones (o deuterones).
- estos tubos de fuerza generalmente no pueden ser cambiados, por lo tanto deben soportar con seguridad la presión, durante todo el tiempo de vida previsto para el reactor.

Hemos visto que la fragilización de los aceros por irradiación se explica con el modelo propuesto por Cottrell para dar cuenta de la transición. El caso de fragilización por el hidrógeno es más complejo; por esta razón, es mejor exponerlo explicando unas tras otras las distintas hipótesis establecidas, como lo han hecho Coleman y Hardie.

a) Variación de la solubilidad del hidrógeno

En el zirconio puro, conteniendo menos de 10 ppm de hidrógeno la transición se produce bien por debajo de 0°C ; con 600 ppm de hidrógeno sube a 400°C .

Esta gran variación ha justificado la primera hipótesis que atribuye la fragilidad (según un mecanismo no precisado) a la cantidad de hidrógeno disuelto. Pero recientes medidas han demostrado que la solubilidad del hidrógeno en el zirconio (parecida a la del zircaloy) es siempre muy inferior a las cantidades de hidrógeno de las muestras a las temperaturas de transición.

Por otro lado, los temples más enérgicos, no pueden guardar todo el hidrógeno en solución sólida sobresaturada, solamente se obtiene una dispersión más fina de los hidruros y las aleaciones templadas son dúctiles a temperaturas $\gg 0^{\circ}\text{C}$.

b) Ductilidad del hidruro

Puesto que la fragilidad está manifiestamente ligada al hidruro precipitado, puede pensarse que está en relación con la ductilidad de estas partículas, ella misma función de su talla. Se observa en efecto que el hidruro de zirconio se vuelve dúctil a temperaturas superiores a 150°C . Pero esta variación de ductilidad no es suficiente para explicar la fragilidad ya que la transición se desplaza cuando se hace variar la proporción de hidrógeno más allá de la solubilidad.

c) Modo de deformación

Es sabido que en el hierro y los aceros, la frecuencia de formación de maclas va ría en función de la temperatura, de la velocidad de deformación y del diámetro de los granos, debido a ello se encuentra ligada, al menos indirectamente a la transición de fragilidad de la misma manera que el límite elástico.

Por este motivo, se ha pensado que la fragilidad del zirconio estaba en relación con la formación (y el crecimiento) de maclas, las cuales se inician sobre partículas de hidruro. A temperatura más alta, la ductilidad del hidruro no permitiría una con centración de tensión suficiente, y por otro lado los deslizamientos más numerosos facilitarían la deformación sin maclas.

Langeron y Lehr han indicado que el hidruro intragranular forma plaquitas situa das en los planos prismáticos de los cristales de Zr. Pero la mayor parte del hidro geno está habitualmente precipitado en los bordes de grano; según Ostbrg y coll., los hidruros intergranulares se encontrarían solamente en los bordes (o parte de los bor des) que son planos de composición (habit plane) a la vez por los dos granos adyacen tes. Como esta condición no es rigurosa (una desviación de algunos grados es posible) y que estos planos de tipo $(10\bar{1}5)$ y $(10\bar{1}1)$ son bastante numerosos, los lugares de pre cipitación son frecuentes, sobre todo en los tubos extrusados presentando la textura $(1010)[1120]$.

Esta interpretación de la fragilidad del zirconio encuentra dos objeciones impor tantes:

- es posible obtener una fractura frágil con una muestra de resiliencia tratada a fin de que tenga los granos pequeños (18μ) y no presentando por consiguiente maclas.

- por otro lado Westlake ha observado en aleaciones ZrH con pequeña proporción de oxígeno, una mayor ductilidad a 77°K que a 298°K ; lo que explica con la interven ción de numerosas maclas del Zr: $\{10\bar{1}2\}$ y $\{11\bar{2}1\}$; cuando el zirconio está contamina do por el oxígeno, las maclas se forman más difícilmente y la fragilidad aparece a ba ja temperatura. Un fenómeno parecido ha sido observado por Eustice y Carlson en el vanadio.

Es útil indicar aquí, que la fragilización por el hidrógeno es esencialmente distin ta a la de los aceros irradiados: en efecto, los defectos de irradiación actúan bloquean do o frenando las dislocaciones, por lo tanto elevando el límite elástico hasta el nivel de tensiones de despegue. Por el contrario el hidruro modifica poco el límite elástico del zirconio (a diámetro de grano constante).

Westlake ha demostrado que después de deducir el endurecimiento debido al oxíge no, se puede calcular el debido a los hidruros; se encuentra que es aproximadamente proporcional a la raíz cuadrada de la cantidad de hidrógeno, lo que puede interpretarse por la disminución del libre recorrido medio de las dislocaciones.

Los efectos del H y O sobre la ductilidad del zirconio son puestos en evidencia por los siguientes valores del alargamiento uniforme, obtenidos por Westlake:

% atómico de H	% atómico O	% Alargamiento uniforme	
		a 298°K	a 77°K
0,0	0,08	38	73
0,36	0,08	27	67
0,72	0,08	23	67
0,0	0,3	26	54
0,0	0,9	22	26

d) Modo de fractura

Más bien que al modo de deformación, se ha pensado relacionar la transición al modo de fractura. Efectivamente Beevers ha observado que en un zirconio con 50 ppm de hidrógeno se obtiene una fractura dúctil a 20°C y un despegue a -196°C.

El hidruro parece asociado al modo de fractura, ya que en una muestra rota a 20°C se puede obtener una ruptura dúctil si los hidruros están orientados paralelamente al eje de tracción, y despegues cerca de los hidruros si estos son perpendiculares a la dirección de tracción. Este efecto de textura es normal puesto que el plano principal de despegue en los hexagonales es el plano de base.

No obstante Ostberg y Lehtinen han demostrado que la morfología de la ruptura es la misma a los dos lados de la transición; en las microfracturas siempre se observan zonas despegadas ya sea en los hidruros o bien en la matriz.

e) Velocidad de deformación

Este parámetro es tan importante como en el caso de los aceros: para una misma proporción de hidrógeno, si se pasa de un ensayo de plegado lento, a un ensayo de choque tipo "drop-weight", la transición se eleva de -170 a 50°C para 50 ppm de H y de +50 a +200°C para 200 ppm de H.

El efecto de la velocidad es también ilustrado por la experiencia que consiste en traccionar microprobetas elaboradas en las dos mitades de una barra Charpy: la absorción de 100 ppm de H hace disminuir la resiliencia, pero las características de tracción σ_e , R , A y Σ no varían.

De un modo más preciso si se define la temperatura de transición a partir de un tipo de ensayo dado del que puede variarse la velocidad, se constata que T_c es una función lineal del logaritmo de la velocidad de deformación. Esto significa que el fenómeno que crea la fisura de longitud crítica está activado térmicamente.

f) Propagación de la fisura

Coleman y Hardie piensan que la fractura empieza por una fisuración de los hidruros, y que estas primeras microfisuras sólo pueden juntarse por una deformación de la matriz, que es siempre dúctil, incluso por debajo de la transición. Lo que cambia cuando se atraviesa la transición es el nivel de tensión local necesario para propagar la fisura de una partícula de hidruro a su vecina, hasta alcanzar la longitud crítica.

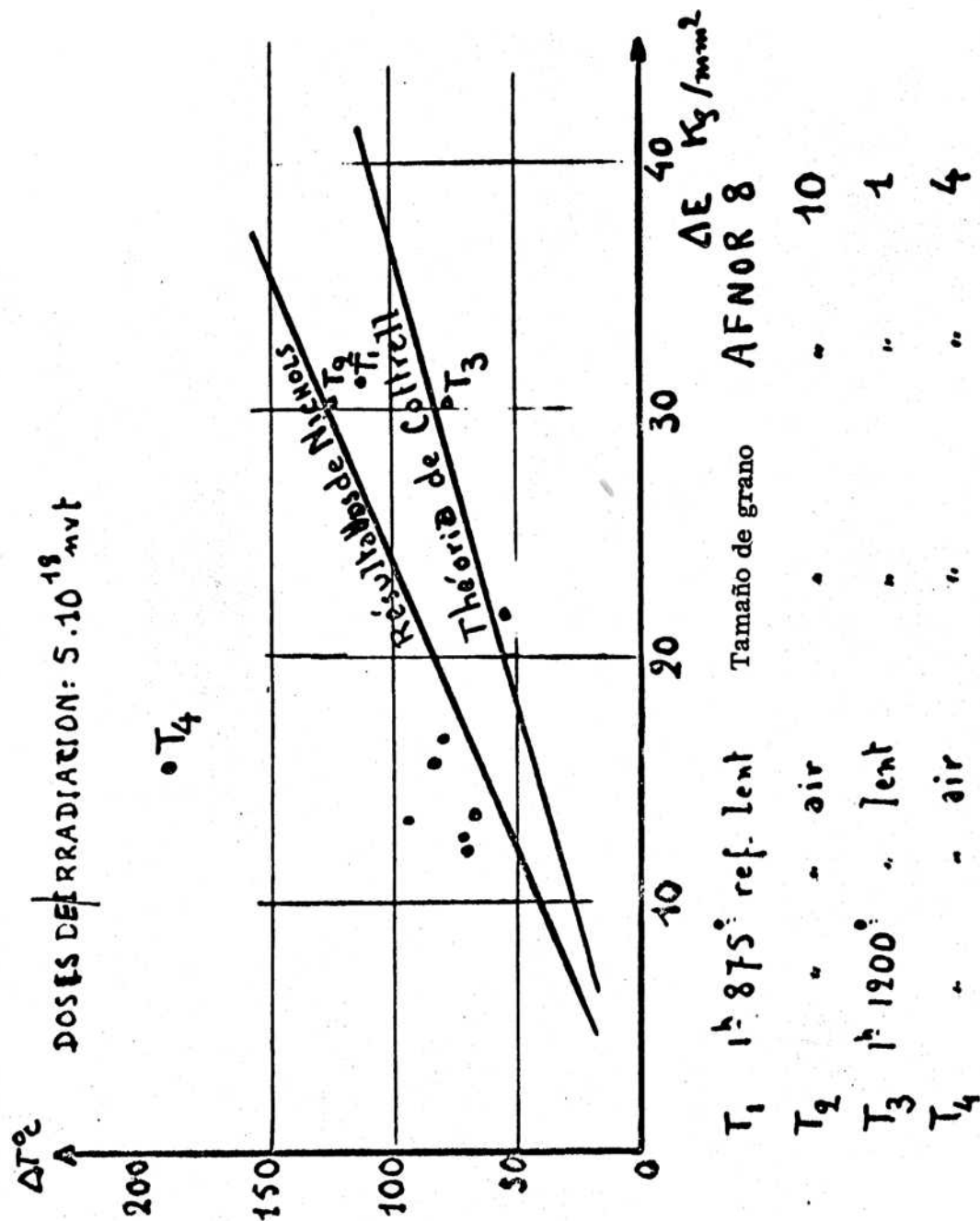
Esta interpretación parece explicar correctamente no sólo el efecto de temperatura, velocidad, cantidad de H, sino también la relación entre la fragilidad y la distribución de las partículas de hidruro (tamaño, densidad, orientación); las muestras cuyos hidruros están más cerca unos de otros serán más susceptibles de una ruptura frágil.

Como la mayor parte de H está precipitado en los bordes, el efecto de talla de grano se explica por una variación de la distancia media entre hidruros. Esto se traducirá en la práctica por la necesidad de un compromiso entre resistencia mecánica (granos pequeños) y sensibilidad a la fragilidad (granos grandes).

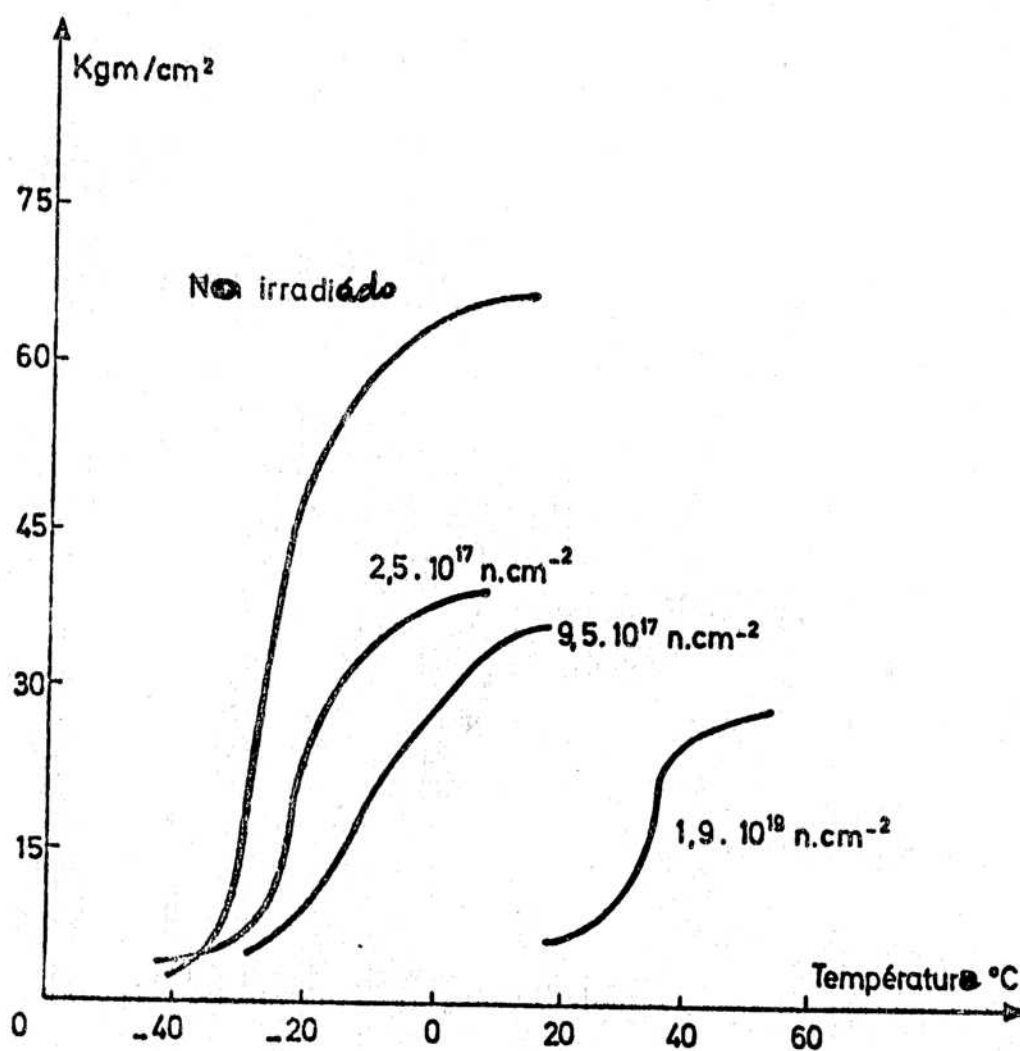
Esto igualmente explica que la temperatura de transición sólo aumente con la proporción de H hasta 200 ppm: por encima de esta cantidad, solamente aumenta el tamaño de los hidruros pero no su número.

En resumen en el Zr o en el Zircaloy contaminado de hidrógeno, la ruptura frágil se produce cuando se alcanza localmente un grado de cizalladura local crítica de la matriz; no se trata de alcanzar la tensión de despegue como en el acero dulce, pero es preciso un nivel suficiente de energía elástica para propagar la fractura entre varios hidruros ya fisurados.

RELACION ENTRE ENDURECIMIENTO Y FRAGILIZACION



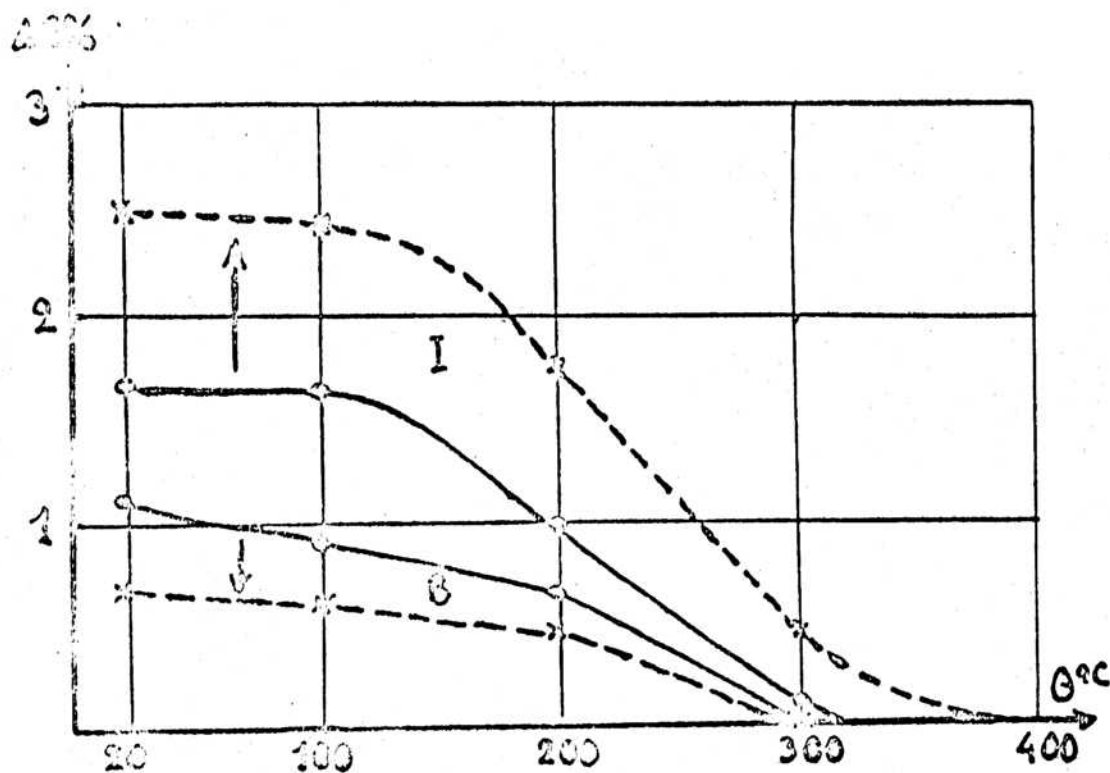
según M^{me} Cibois, Lemaire et Weisz



Efecto de la irradiación sobre la resiliencia de un acero dulce

(según Churchman, Mogford y Cottrell)
 C : 0,15 - Si : 0,12 - Mn : 0,59

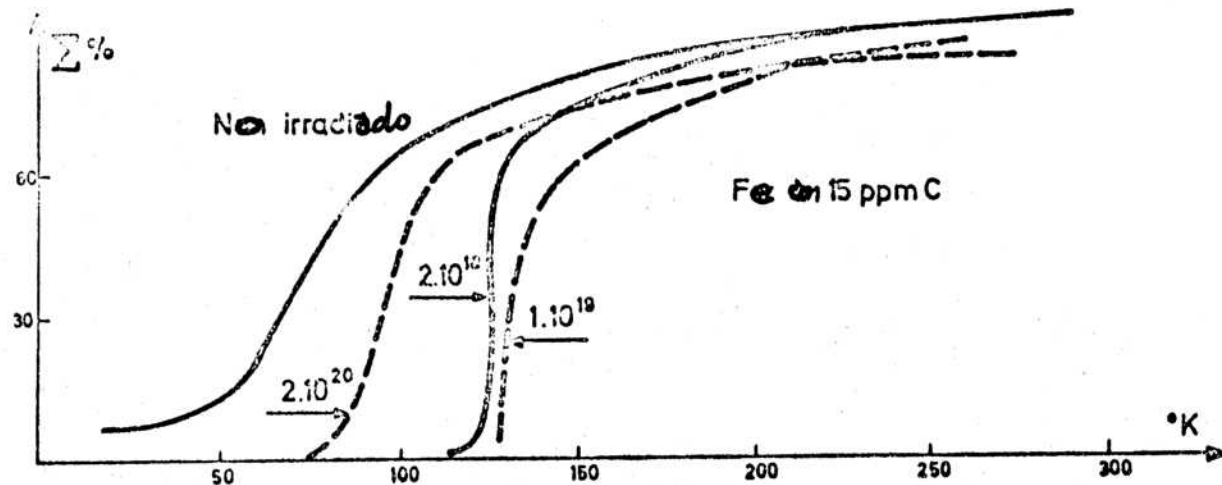
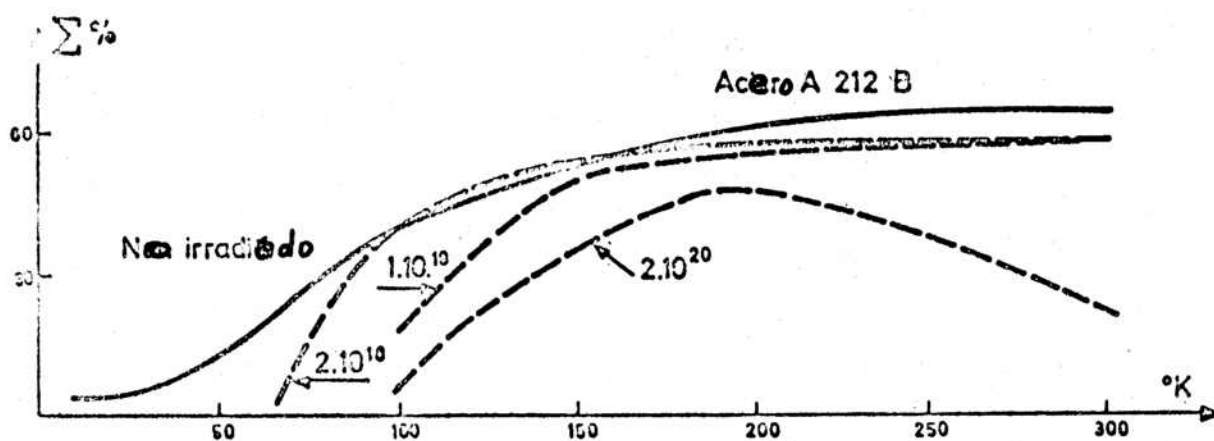
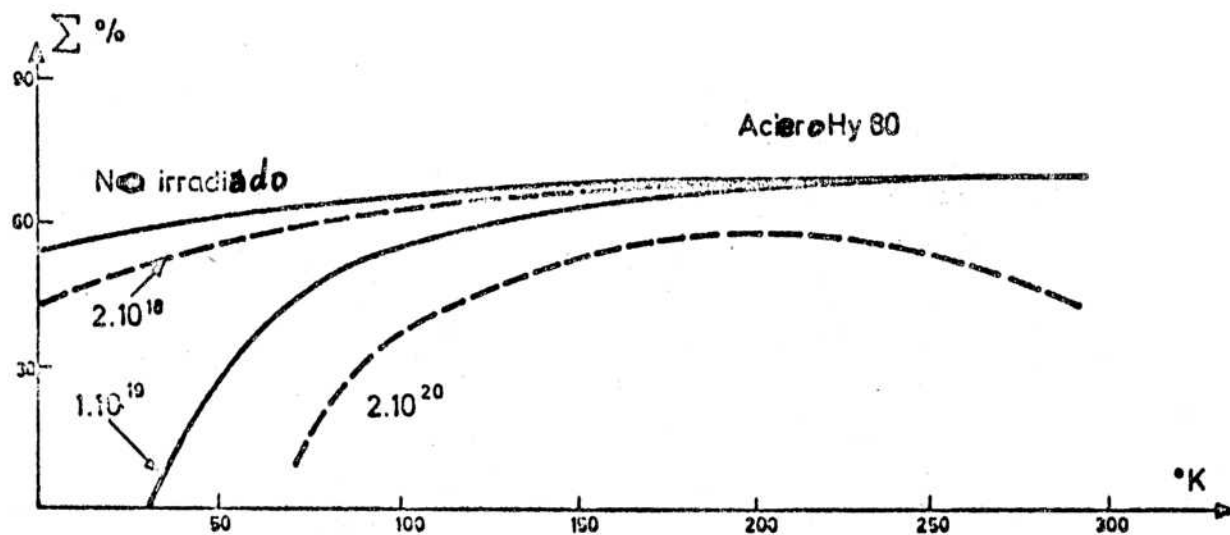
EFFECTO DE LA IRRADIACION SOBRE LA MESETA



I : piel, perpendicular al laminado
deformado 3% - grano AFNOR : 9-10

II : piel, perpendicular al laminado ,
revenido 2h 650°C - grano AFNOR: 6

según Mme. Cibois, Lemaire y Weisz



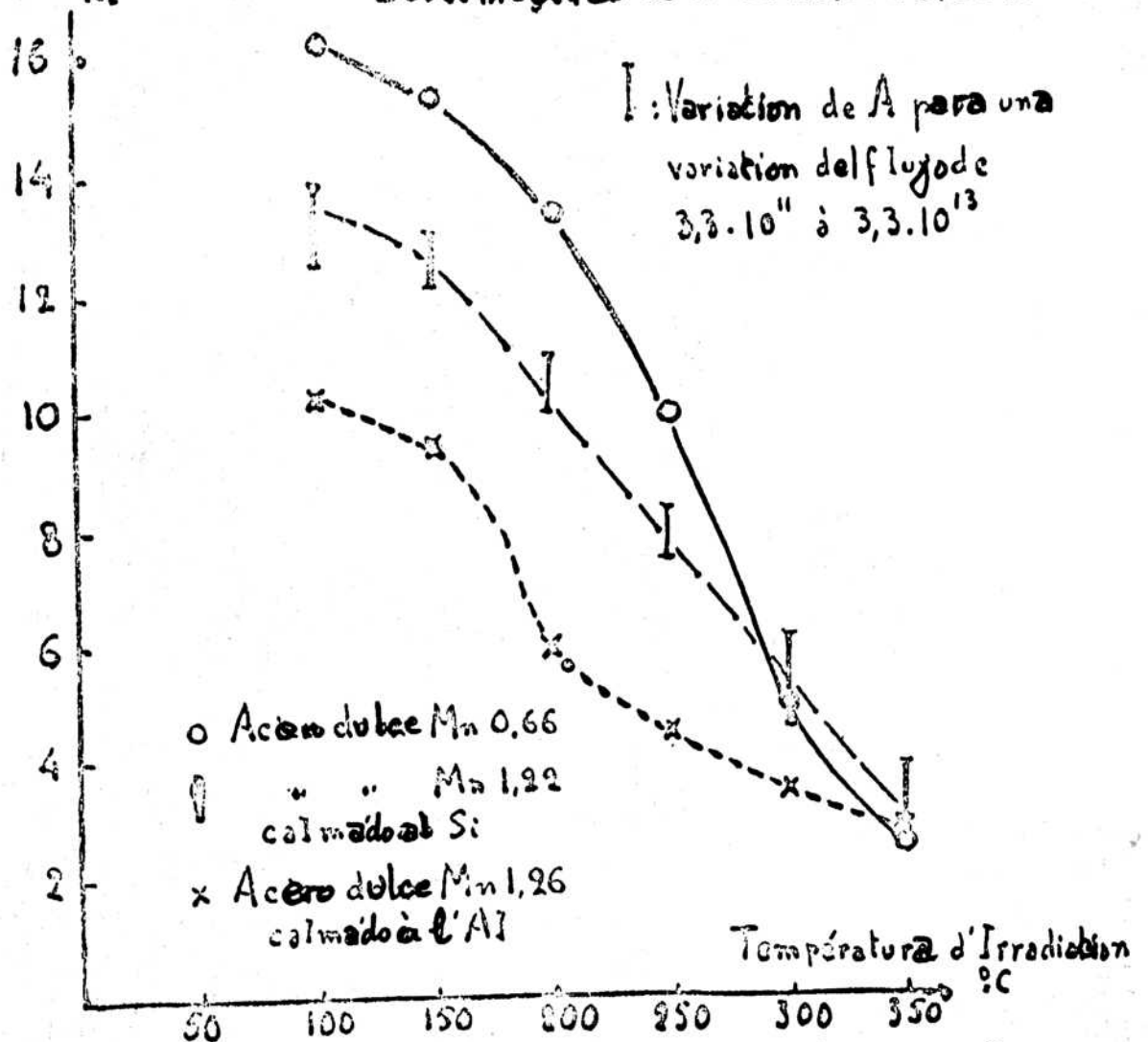
Effet de l'irradiation sur la restriction

EFFECTO DE LA TEMPERATURA, DEL FLUJO DE LA COMPOSICION SOBRE EL ENDURECIMIENTO POR IRRADIACION

$$A = \frac{\Delta \sigma_y}{\phi^{1/2} N_e}$$

Dosis media de Irradiation: $2.5 \cdot 10^{17} \text{ nem}^{-2}$

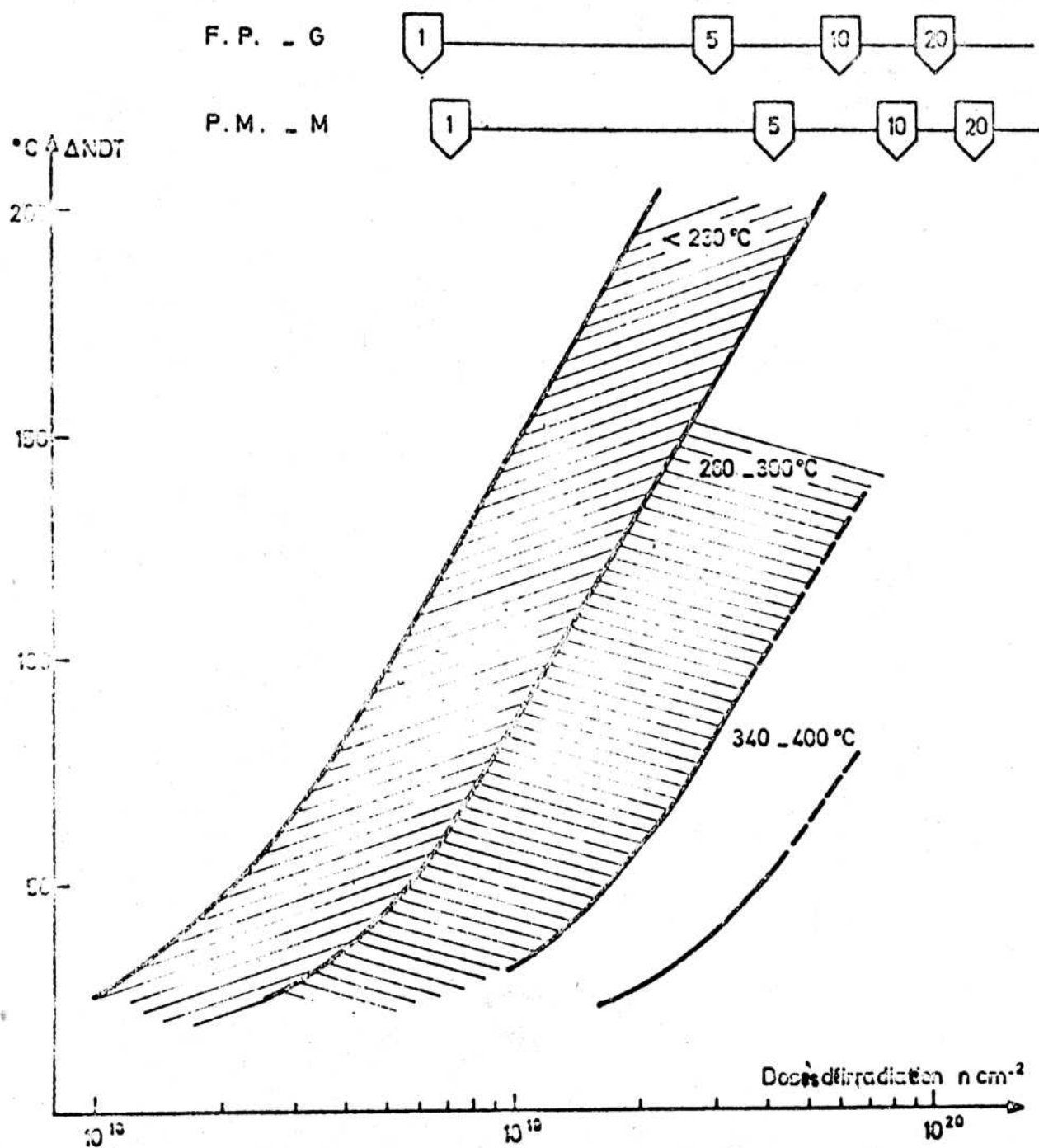
I: Variation de A para una
variation del flujo de
 $3.3 \cdot 10^{12}$ à $3.3 \cdot 10^{13}$



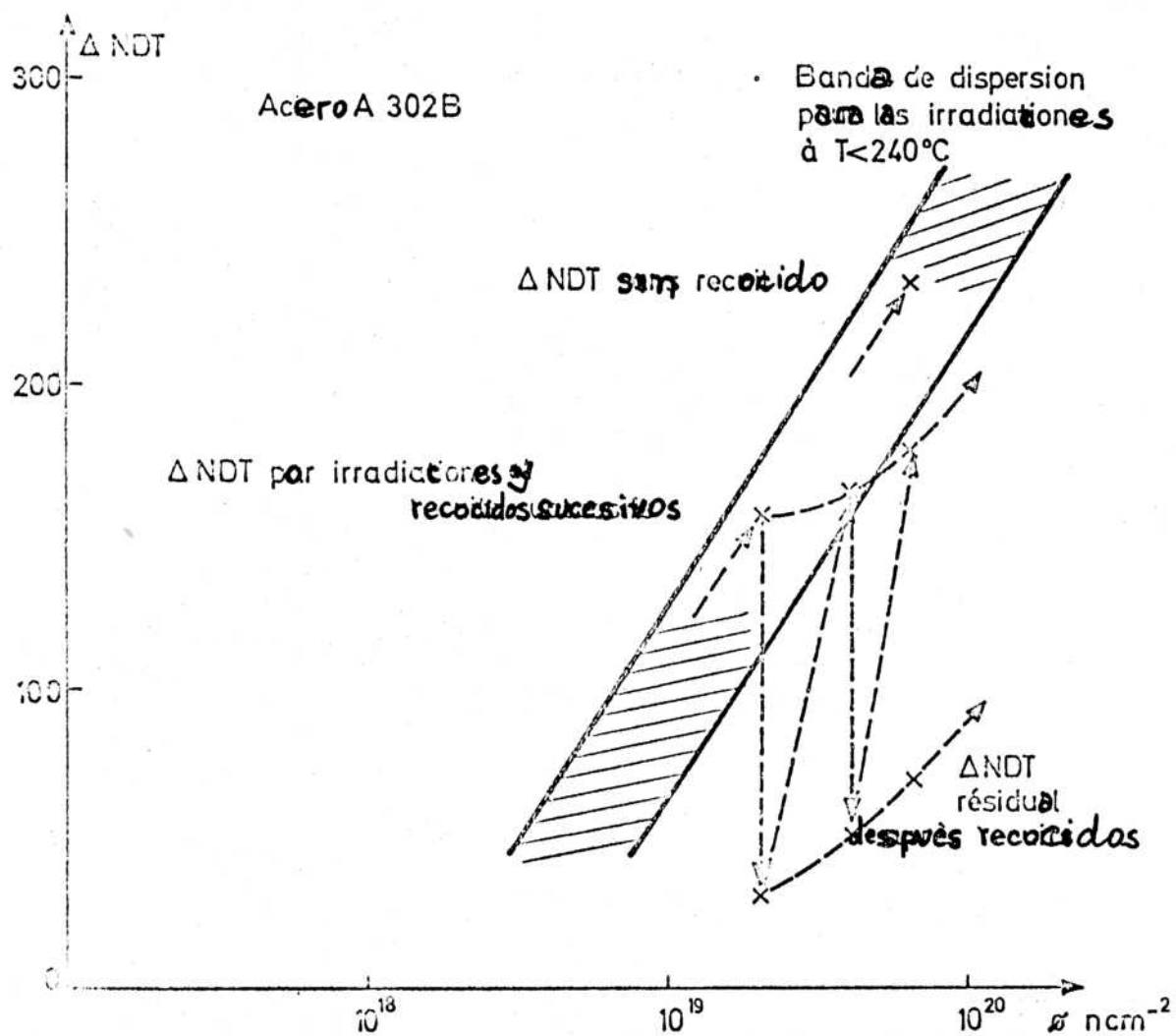
$\Delta \sigma : 10^3 \text{ psi}$
 $\phi : 10^{15} \text{ nem}^{-2}$

para $\Delta \sigma$ en Kg/mm^2
multiplicar A por 0.7

Segun Harries et Eyre



Argumento de la temperatura NDT por irradiación



Temperatura NDT de un acero dulce durante irradiaciones y recocidos sucesivos

(según Steele y Hawthorne)

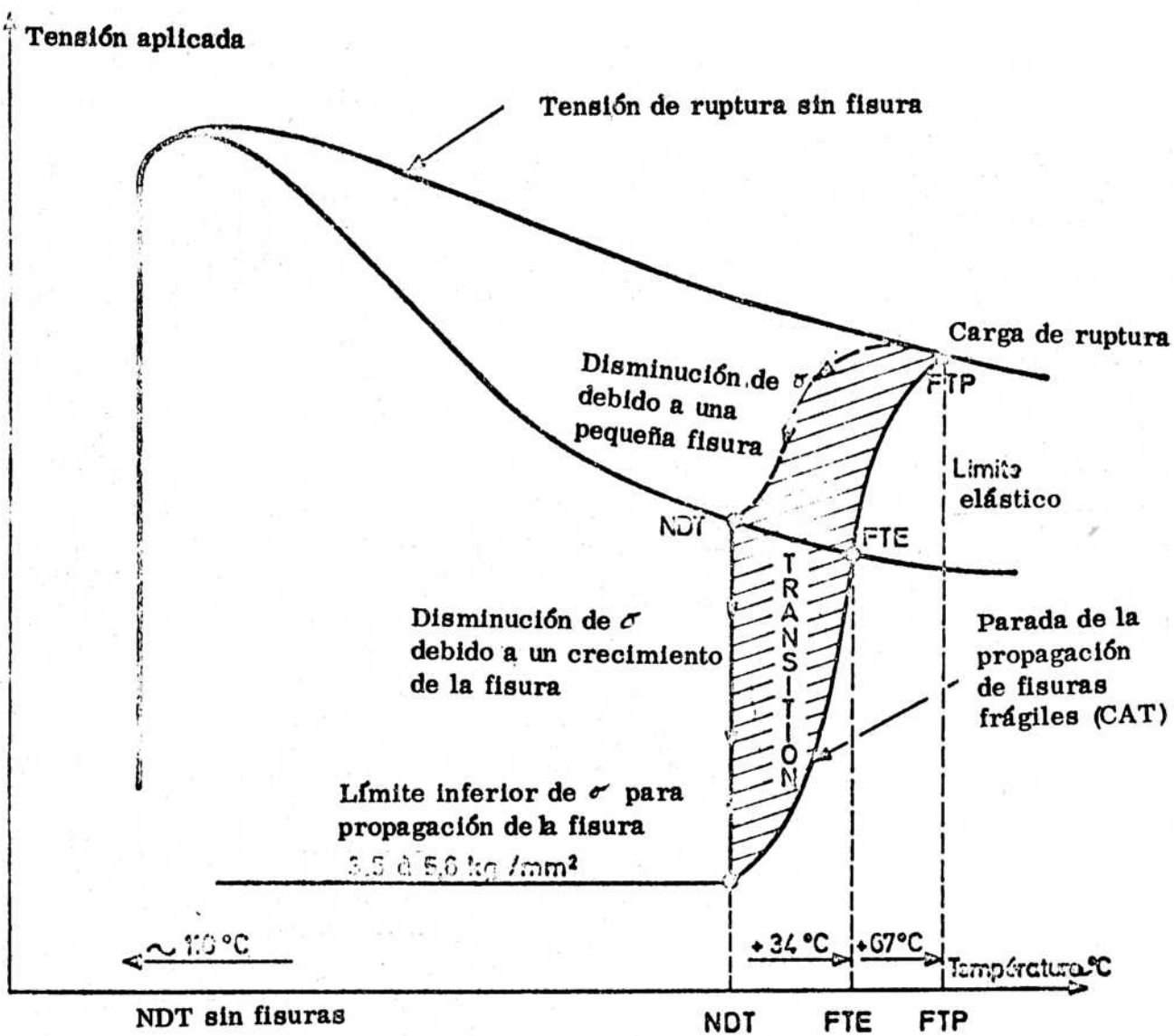
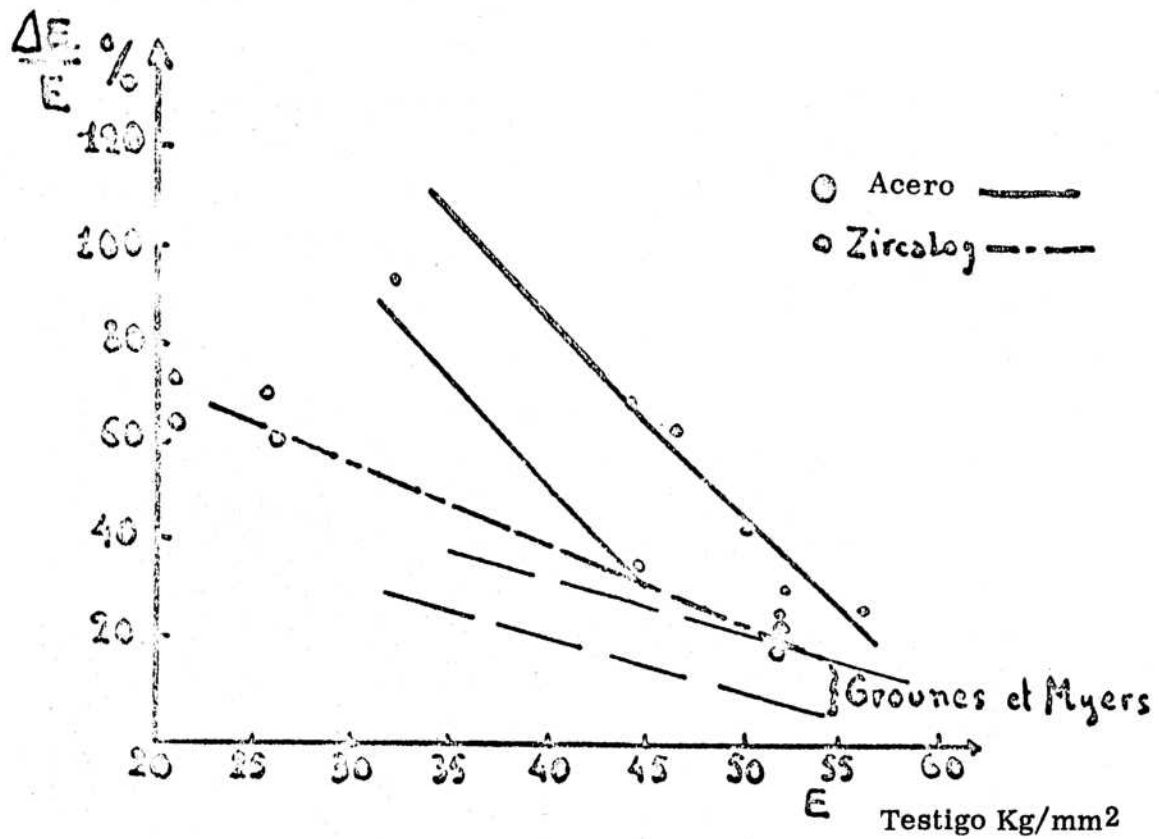


Diagrama de PELLINI

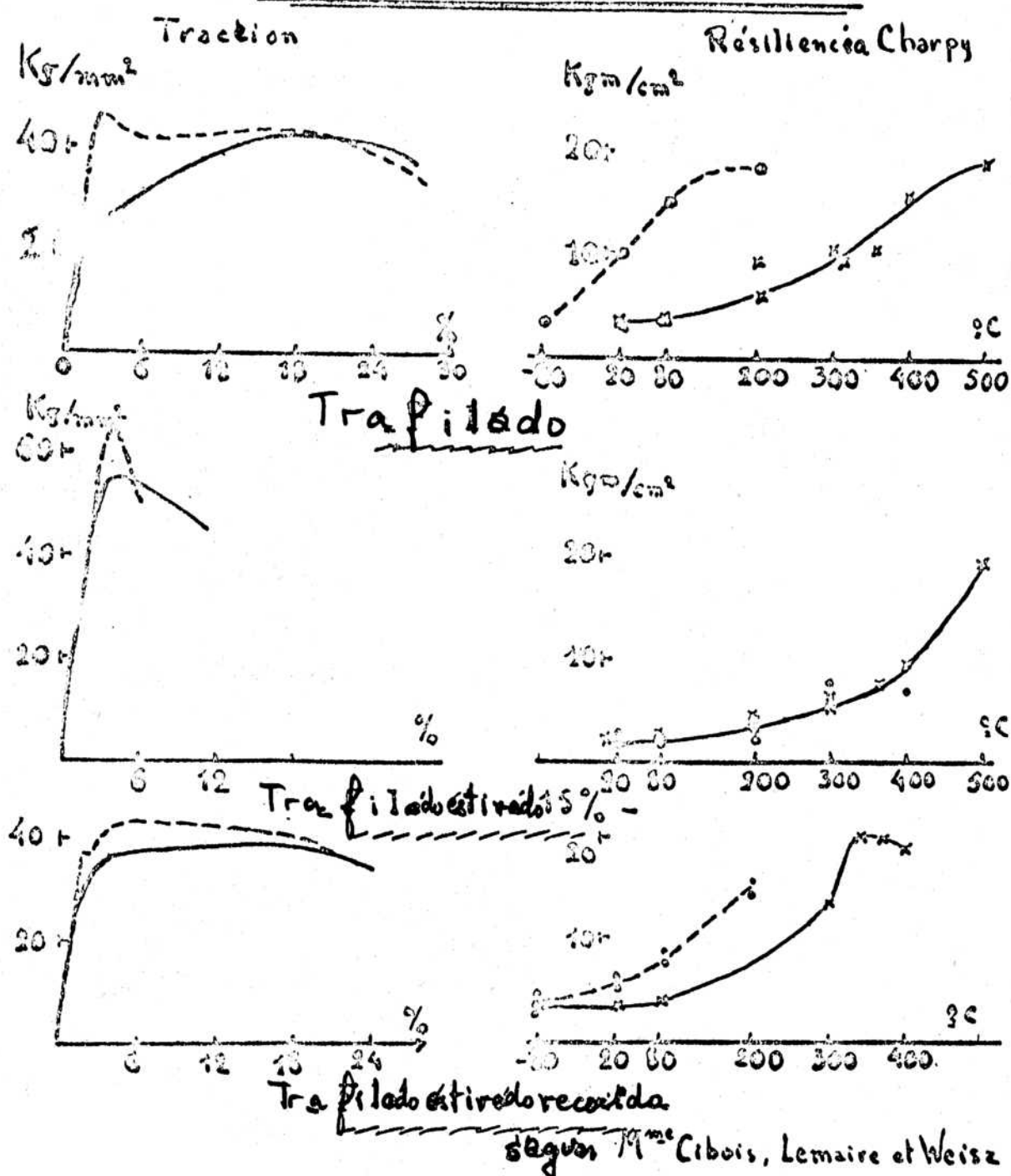
ENDURECIMIENTO RELATIVO POR IRRADIACION



$$\frac{\Delta E}{\Delta \theta} = 0.1 \text{ Kg/mm}^2 / ^\circ\text{C}$$

según M^{re} Cibois, Lemaire, Weisz

EFFECTOS DE LA IRRADIACION SOBRE LAS CARACTERISTICAS MECANICAS DEL ZIRCALOY 2.

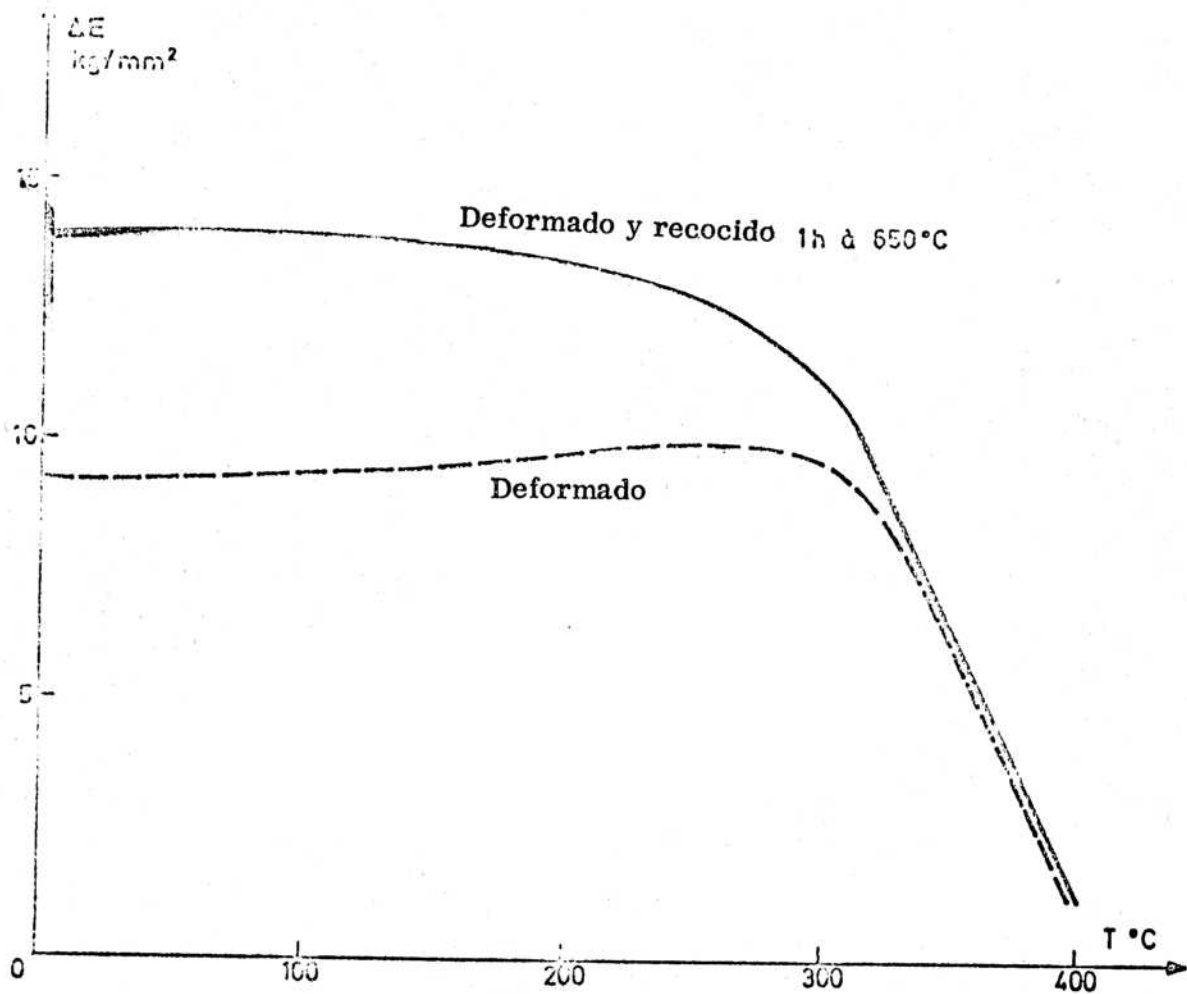


ZIRCALOY 2

Fluencia : $5,6 \cdot 10^{19} \text{ n.cm}^{-2}$

Deformación: 15 %

ΔE : Diferencia entre límites elásticos a 0,2 %
de aleaciones irradiadas y el testigo después
de un recocido de 100 h a T °C



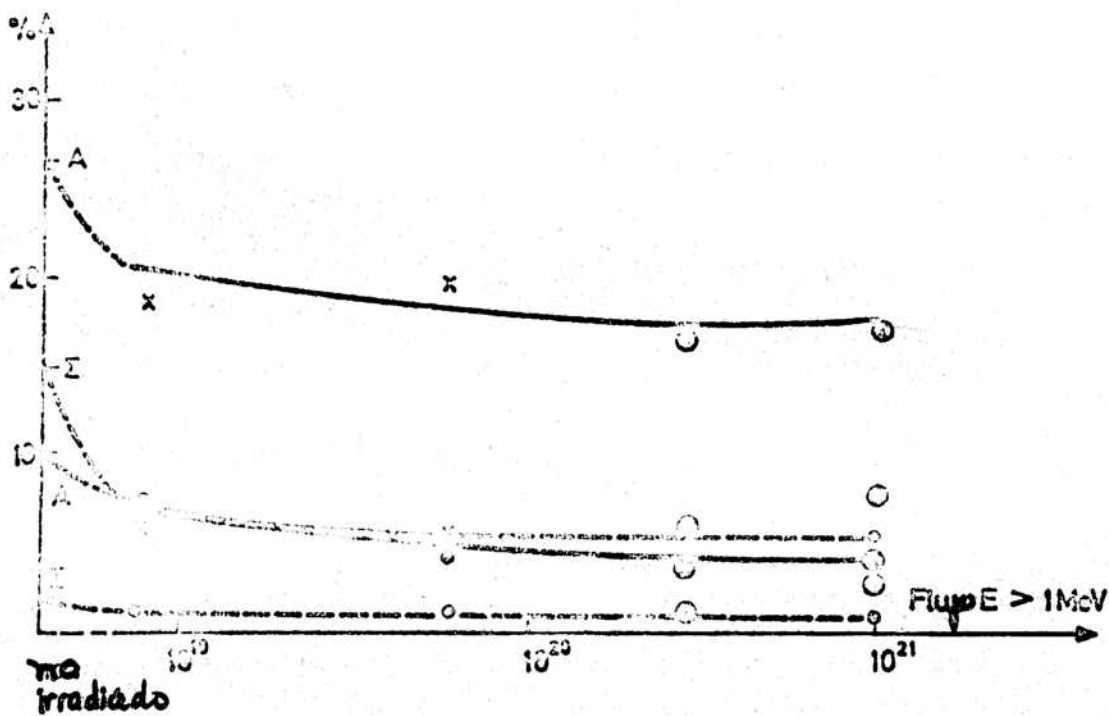
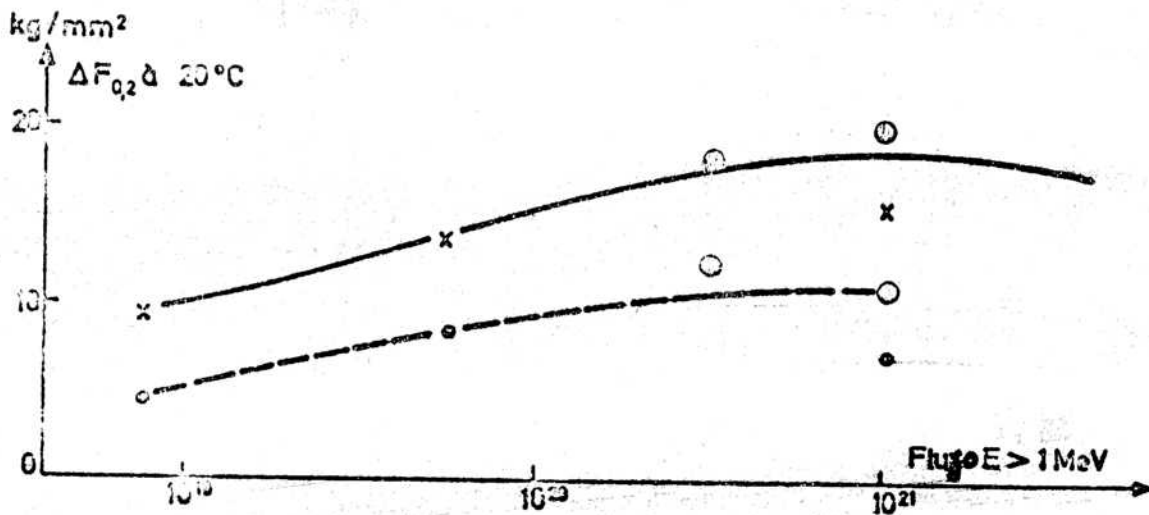
Según M^{re} Cibois et Col

Comparación del endurecimiento por irradiación y por deformación

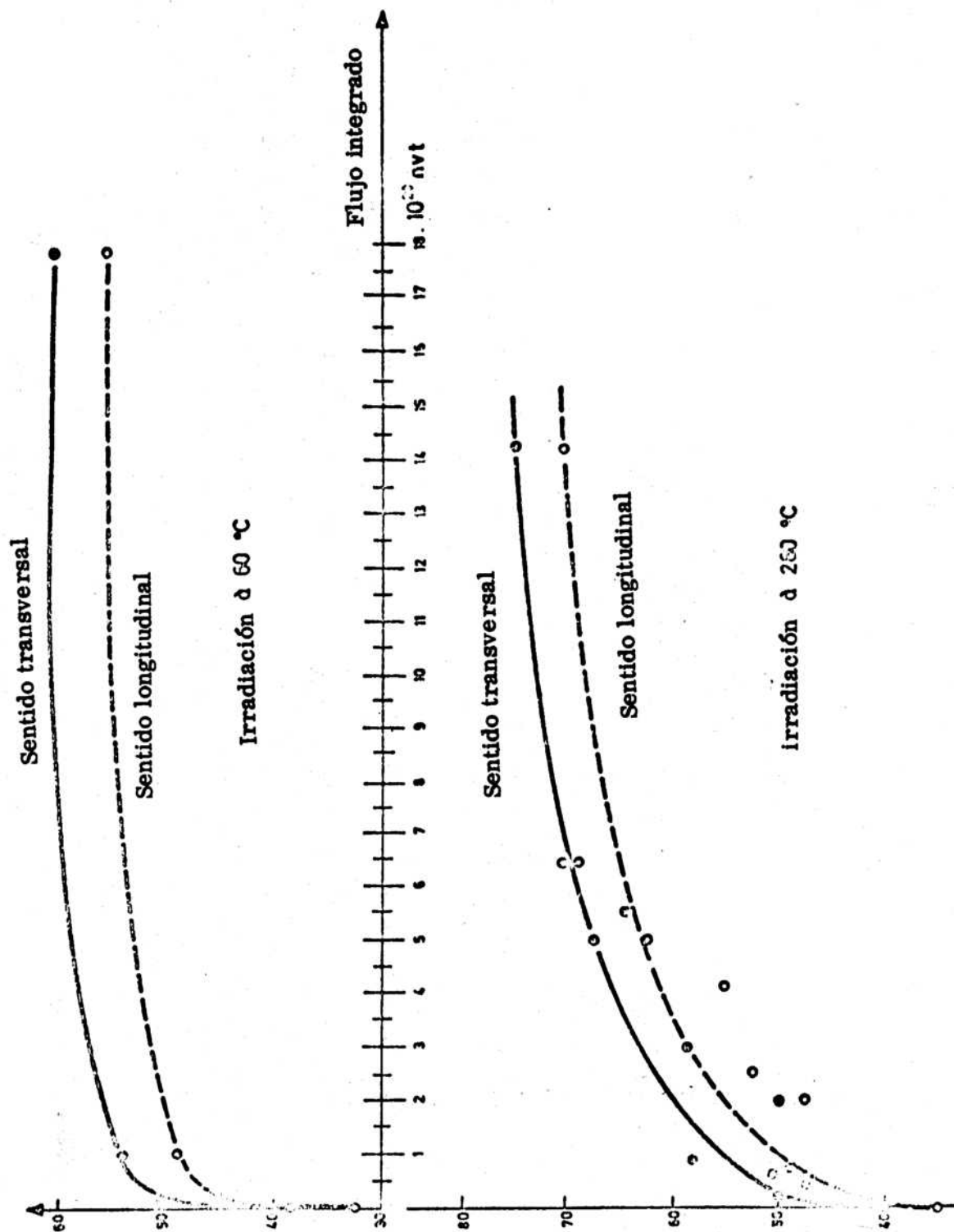
0 ~ 500ppm - Sens long

x ——— Estirado 15% + recocido 1h a 750°C

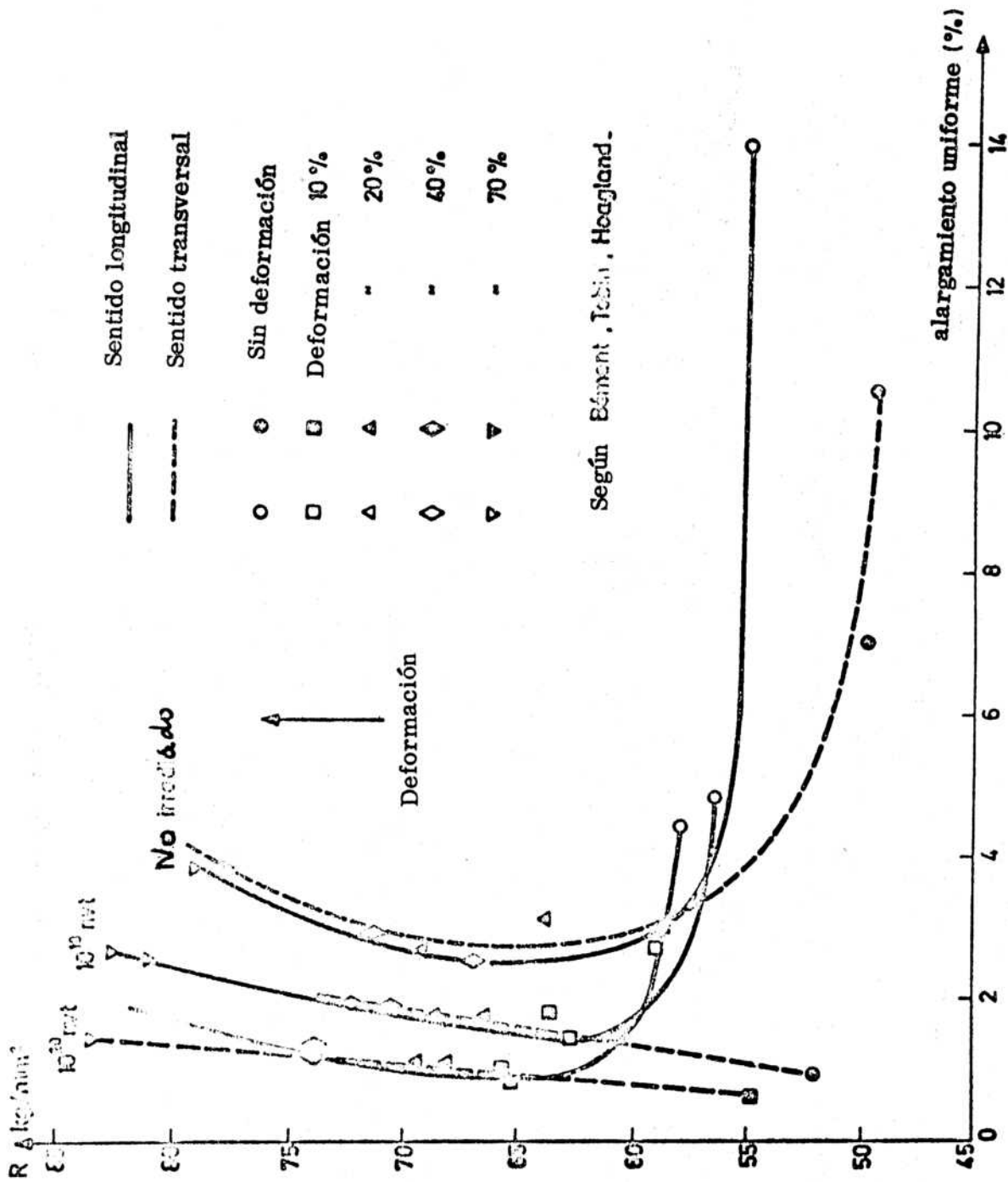
o ——— Estirado 15%



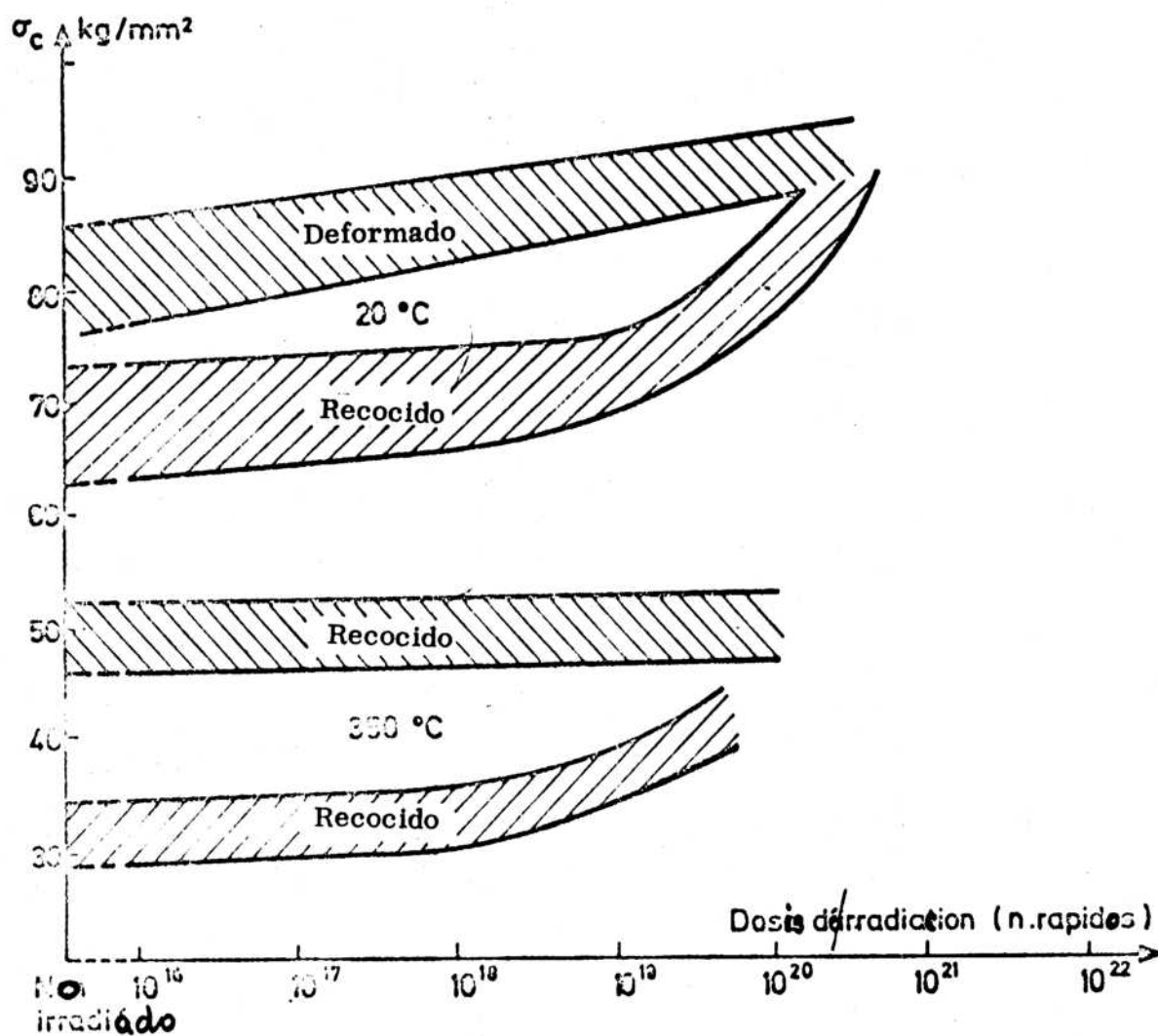
Características mecánicas del Zircaloy 2 irradiado



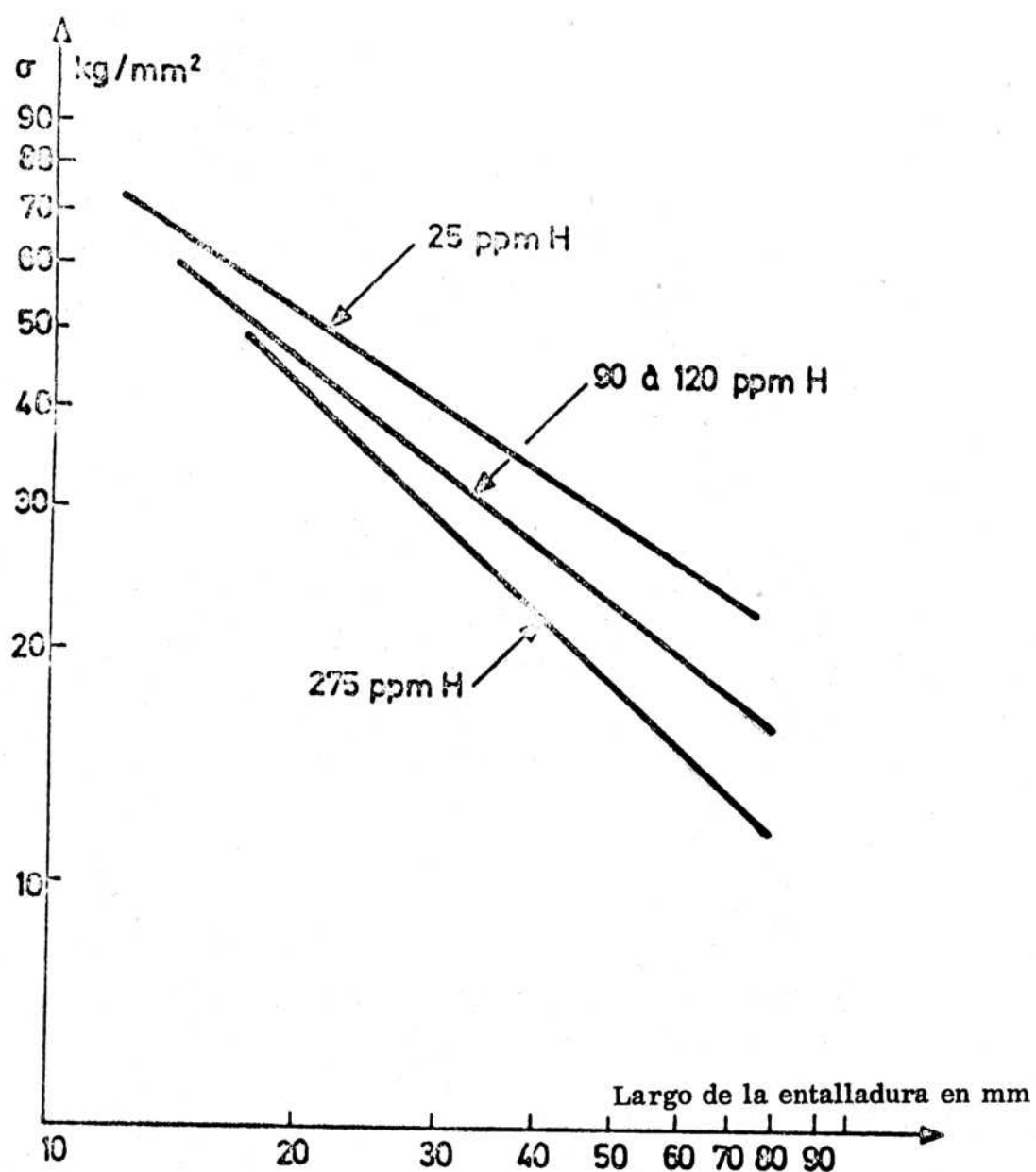
Endurecimiento del Zircaloy recocido por irradiación



Efecto de irradiación sobre la ductilidad del Zircaloy

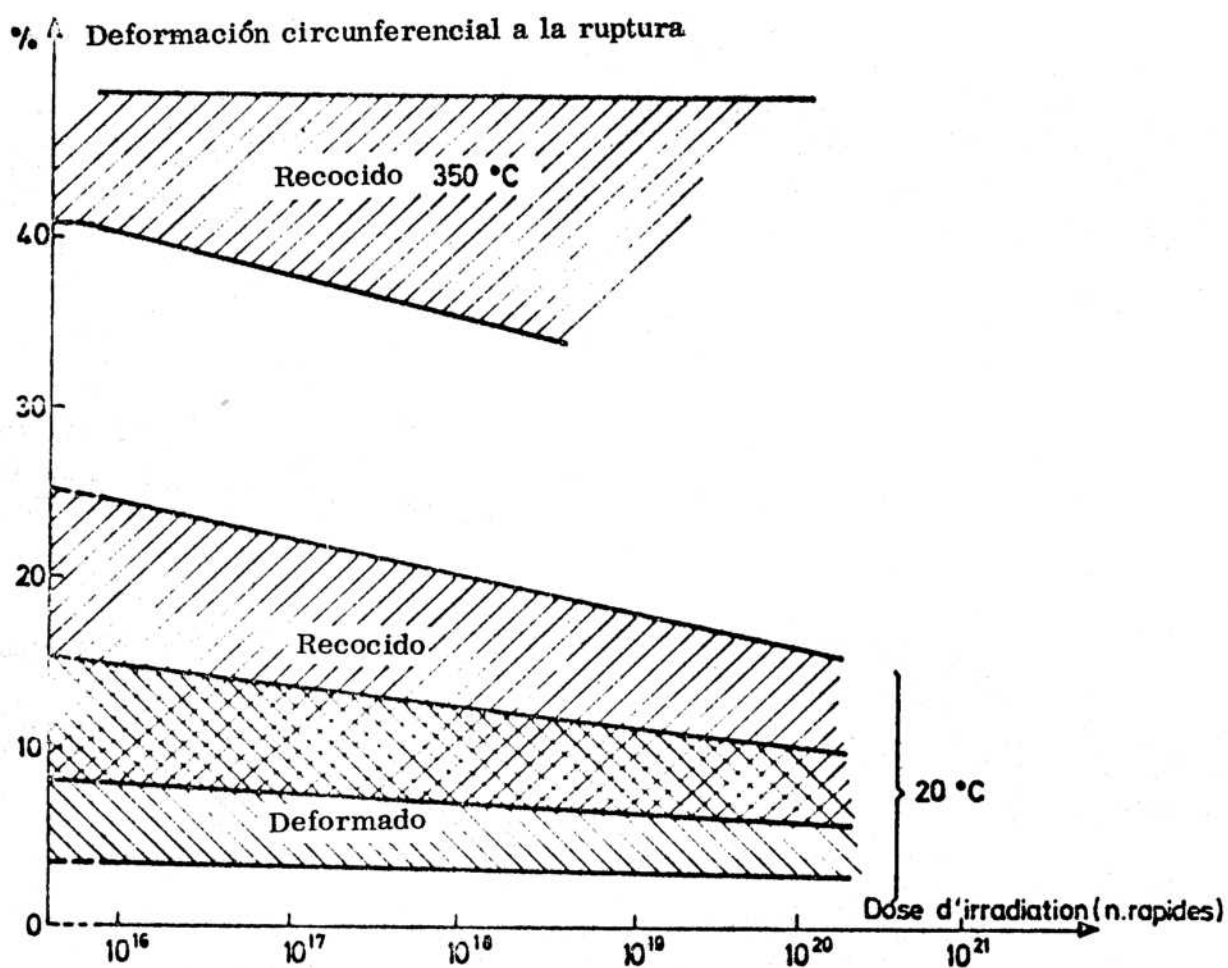


Efecto de la irradiación sobre la tensión circunferencial a la ruptura de los tubos de fuerza en Zircaloy 2

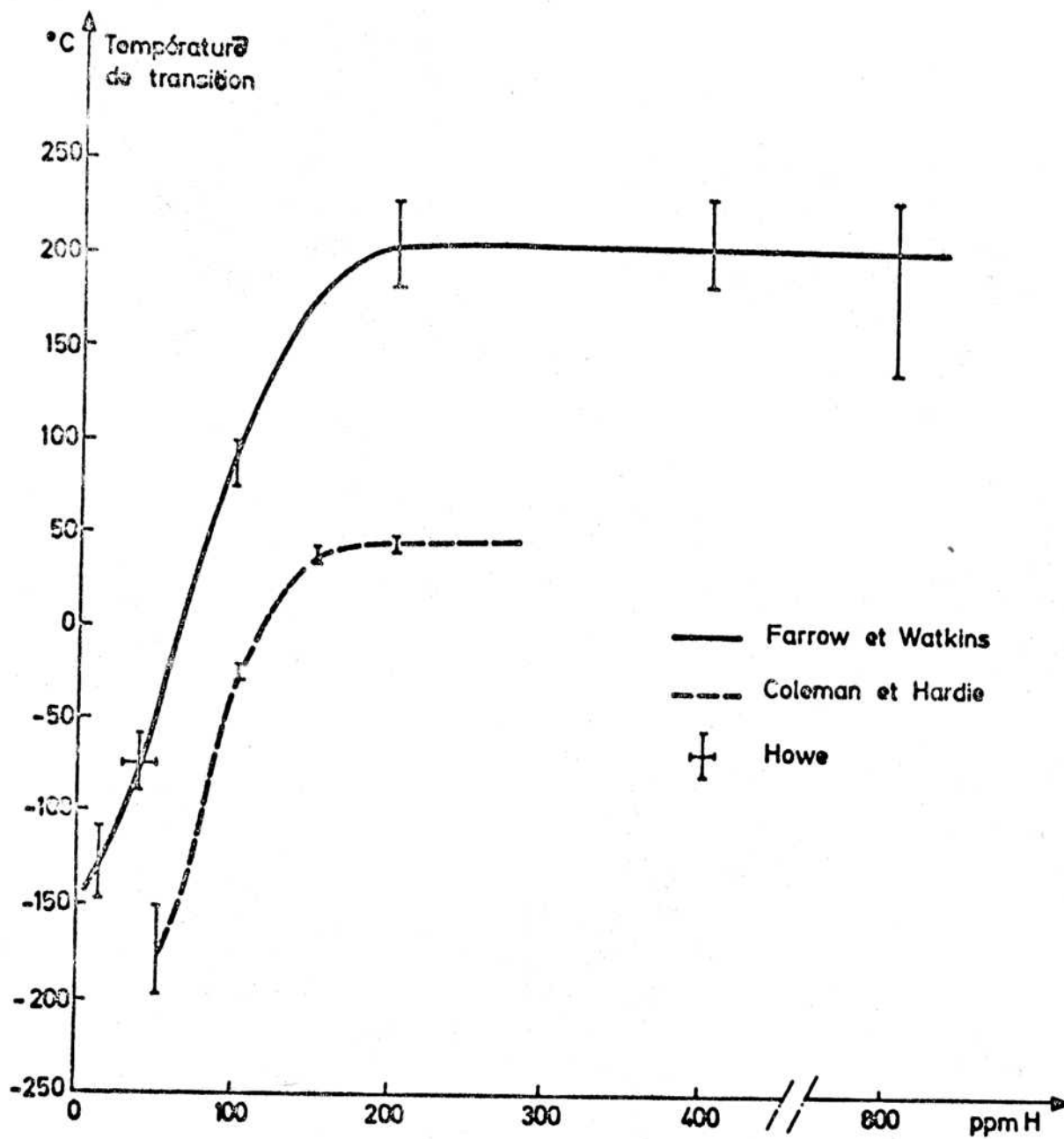


Fragilidad del Zircaloy 2

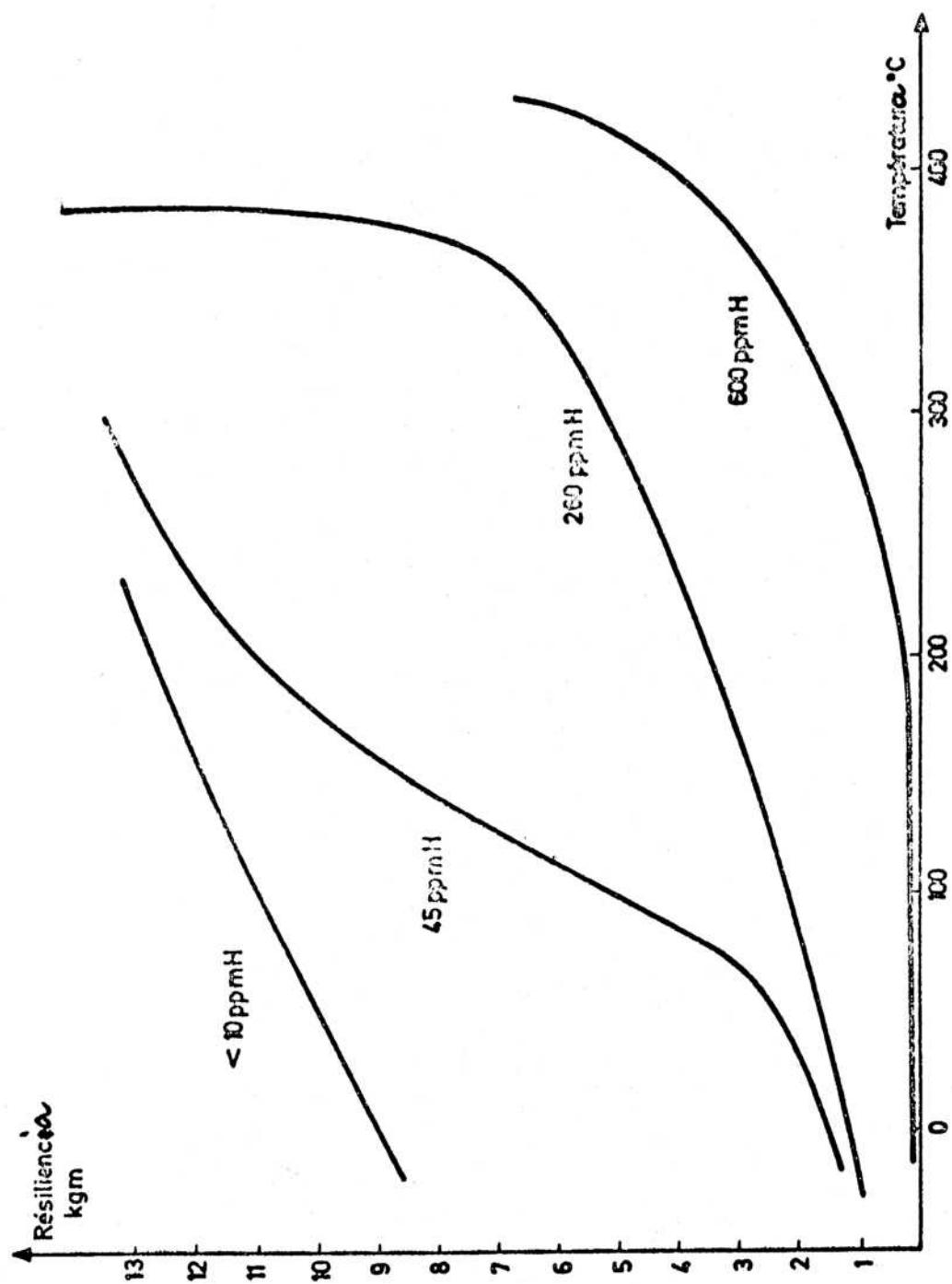
Tensión circunferencial de ruptura



Efecto de la irradiación sobre la ductilidad de los tubos de fuerza en Zircaloy 2

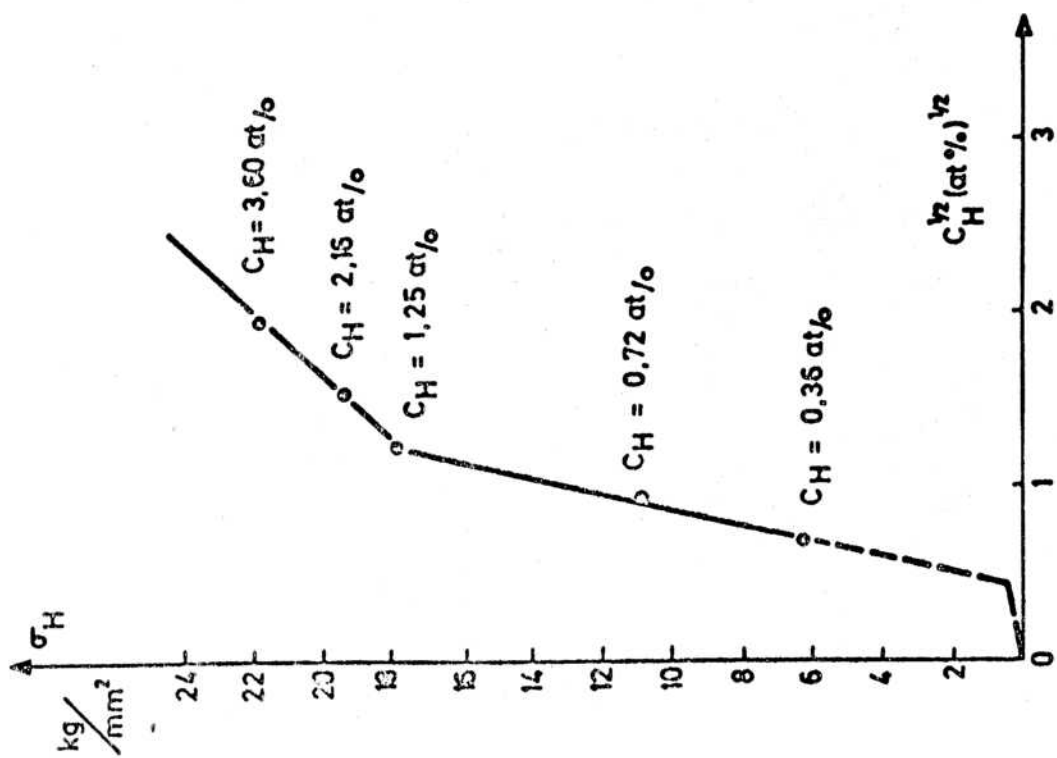
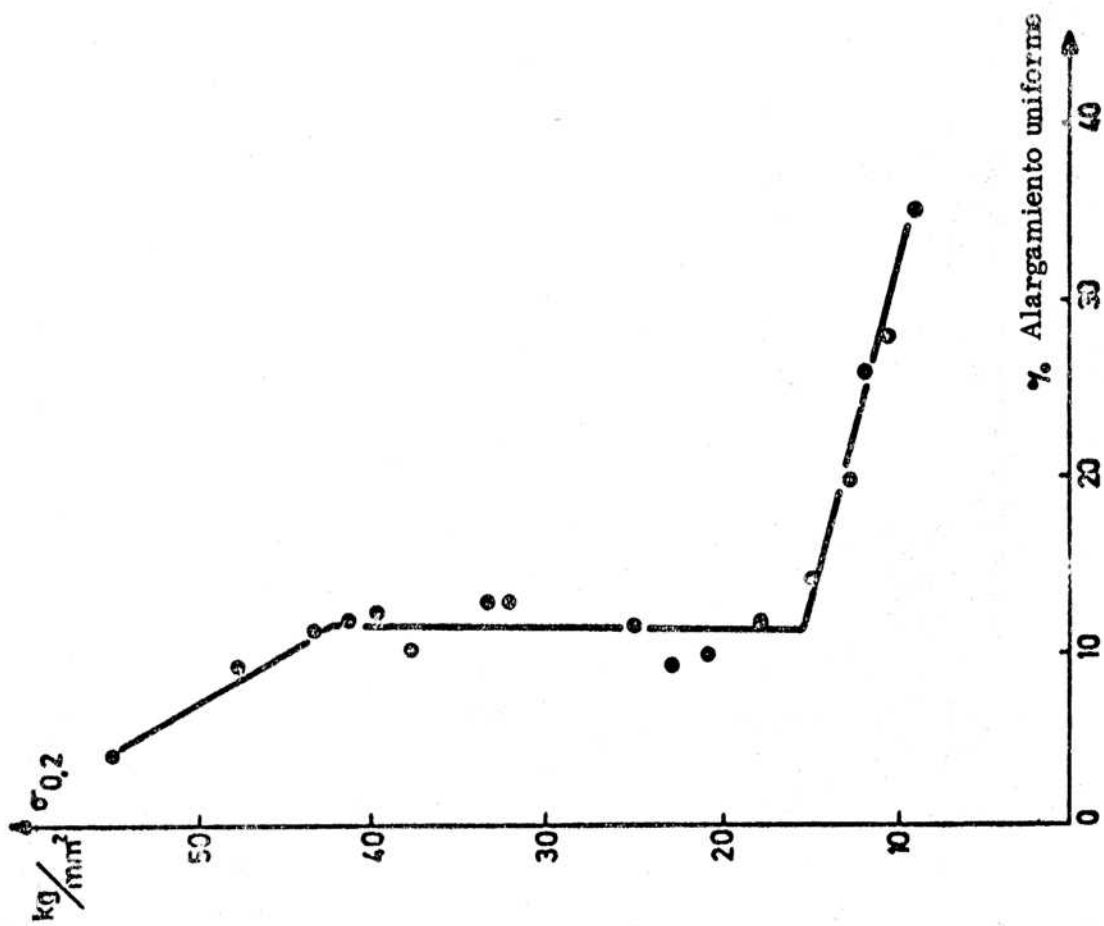


Transition du Zirconium en résilience en pliage

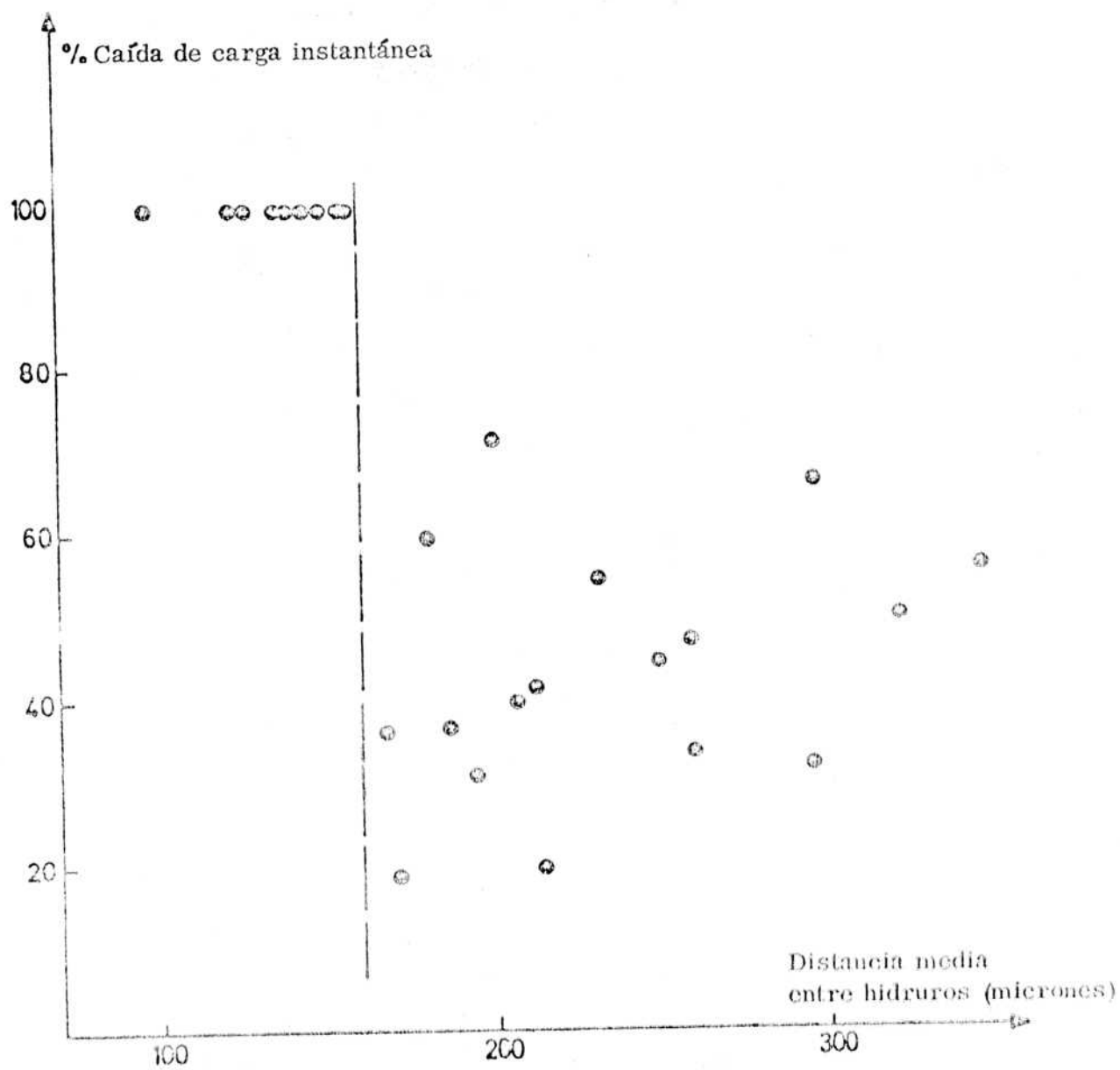


Según Coleman et Hardie

Transition ductile - fragile del Zirconium



Influencia del tenor en hidrógeno sobre las propiedades mecánicas del Zirconio



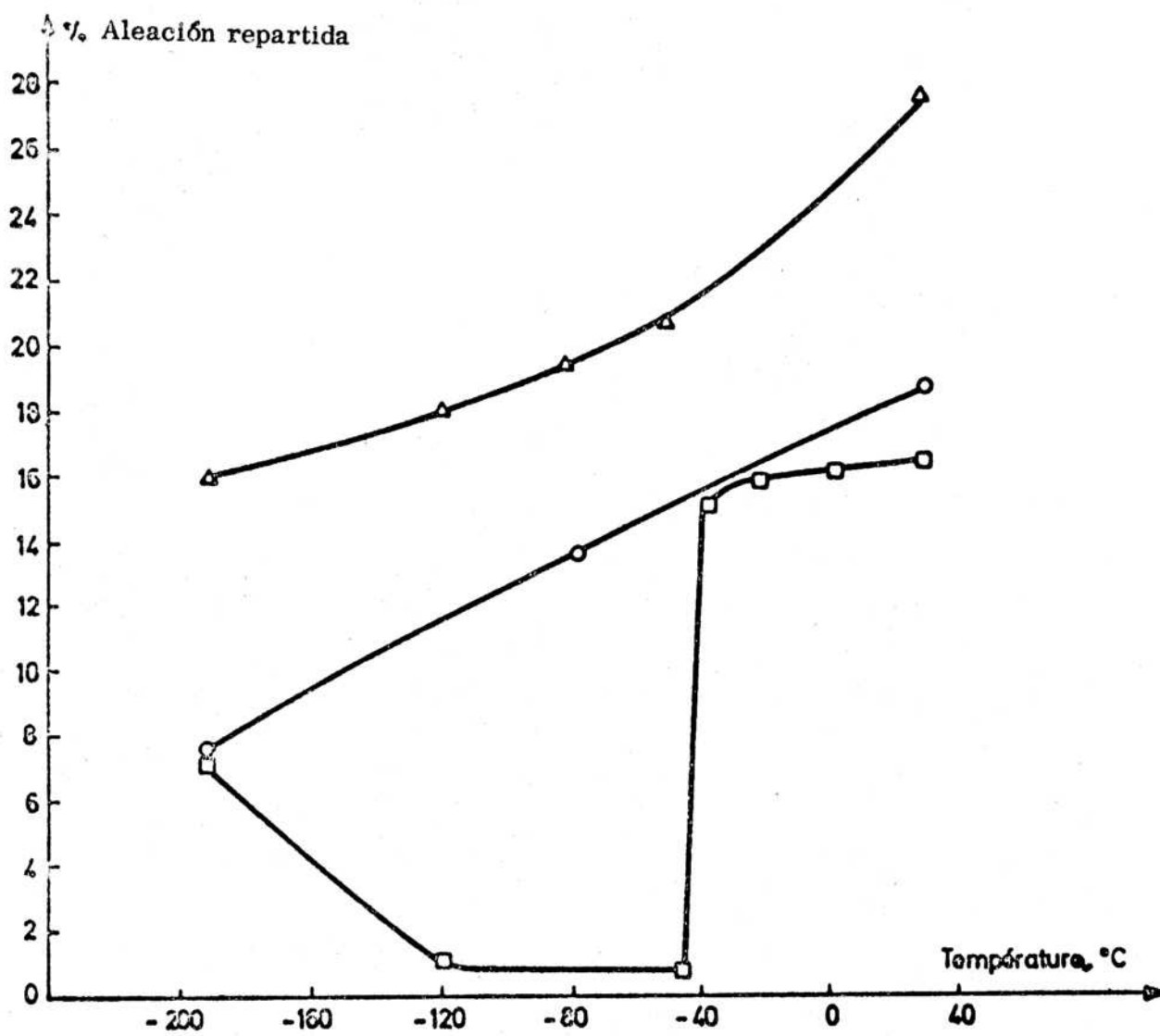
Según Coleman et Hardie

Influencia del espaciado de los hidruros sobre la fragilidad del Zirconio

△ V recocido en vacío

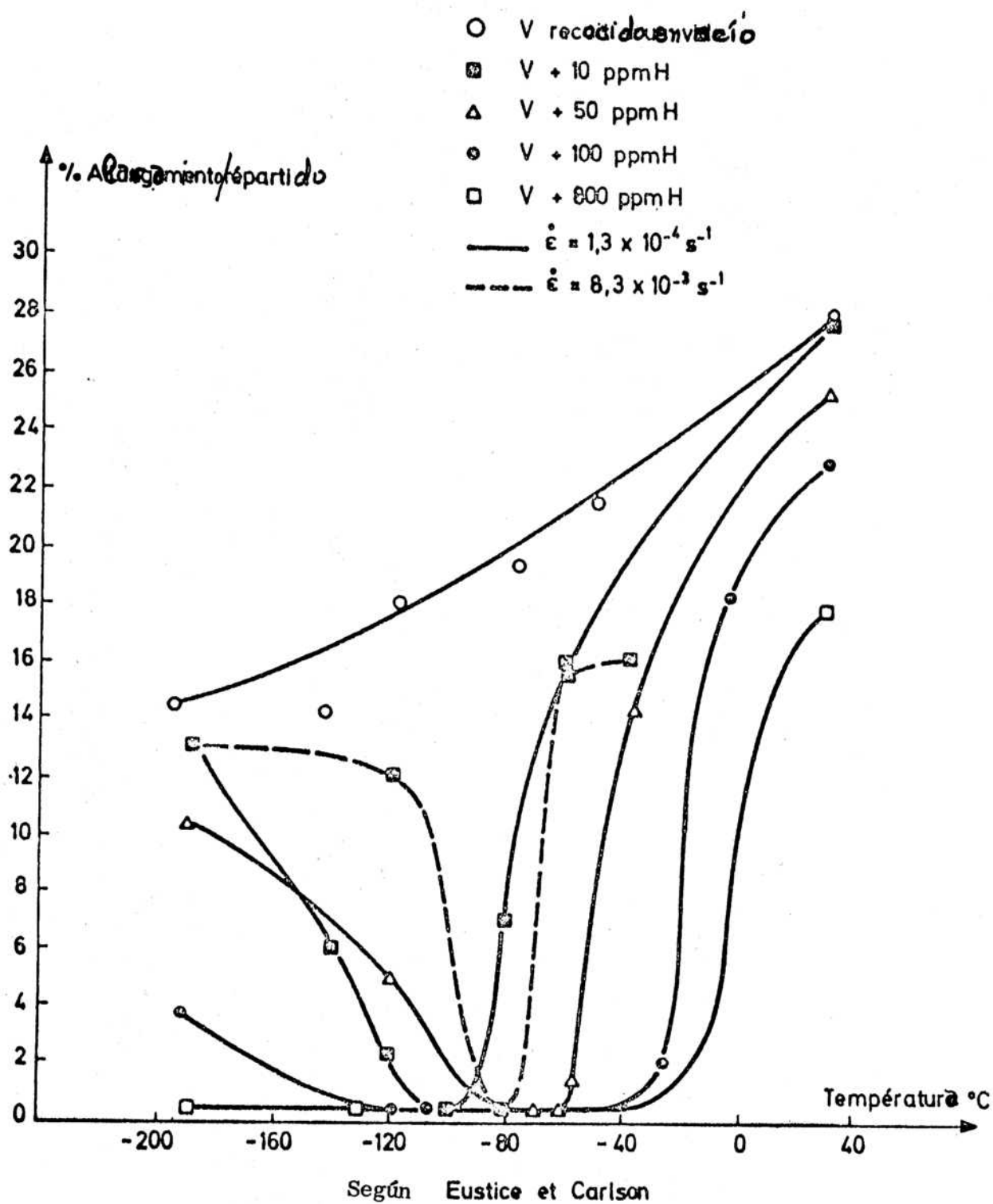
○ V + 600 ppm O

□ V + 600 ppm O + 50 ppm H



Según Eustice et Carlson

Comparación de los efectos de O y H sobre la ductilidad del Vanadium



Influencia del tenor en hidrógeno sobre la ductilidad del Vanadium

EFFECTOS DE IRRADIACION

Cuando una red metálica es bombardeada por partículas con energías superiores a las de la agitación térmica, se producen diversos defectos; su naturaleza, su densidad y su distribución dependen a la vez de la radiación incidente-dosis, flujo, espectro de energía y sobre todo potencial de interacción y de las características de la red bombardeada (estructura cristalina, constantes elásticas, temperatura, contenido de defectos puntuales e impurezas). Se ha tratado primero de clasificar estos fenómenos complejos y luego de definir modelos sencillos para la creación y la evolución de los defectos.

Estos modelos han sido confrontados primero con los fenómenos macroscópicos que provocan la irradiación; pero un análisis más fino se confirmó necesario y se hizo posible por las mediciones físicas a bajas temperaturas con las cuales se intenta todavía ahora de identificar los defectos y conjuntos de defectos que se comprueban más numerosos de lo que se suponía al principio. Es necesario que en definitiva se vuelva a los ensayos en caliente para estudiar la naturaleza y la acción de los agregados más voluminosos así como los productos de las reacciones nucleares.

I. RADIACIONES

En un reactor nuclear se encuentran casi todas las radiaciones pero las más importantes desde el punto de vista de los efectos sobre la materia son evidentemente los neutrones, porque por el hecho de ser eléctricamente neutros tienen poderes de penetración mucho más grandes que las partículas alfa o los electrones.

Las energías de los neutrones van de algunos MeV para los más rápidos que surgen de una fisión hasta algunas decenas de eV al final de su recorrido, es decir del orden de magnitud de las energías de desplazamiento en las redes metálicas.

Hay que considerar también a los fragmentos de fisión, por lo general, 2 por fisión. Sus energías iniciales son del orden de 95 MeV para uno, 67 MeV para el otro. En un sólido que contiene elementos fisionable (U, aleaciones de U, Pu, Th, UO_2) lo esencial de los efectos de irradiación es producido para los fragmentos de fisión a causa de su masa y de su energía. El recorrido de los productos de fisión es del orden de 10μ . A todo lo largo de este recorrido están cargados positivamente y es la interacción de esta carga positiva con los electrones la que es responsable de la mayor parte (80 a 85%) de la pérdida de energía. El resto, es decir: 10 a 20 MeV por cada producto de la fisión, se pierde en colisiones elásticas con los átomos de la red. Estas energías son considerables con respecto a las energías de unión de los átomos y se concibe que en los materiales fisionables, en particular los combustibles nucleares, los efectos de irradiación sean considerables.

Por el contrario, en los materiales de estructura (vainas o piezas diversas que sirven de armazón a los elementos combustibles) los productos de fisión no penetran (o solamente por difusión como lo hemos visto precedentemente) y los defectos creados se deben principalmente a los neutrones. Pero éstos tienen energías suficientes como para efectuar colisiones violentas con varios átomos antes de ser frenados lo suficiente como para terminar su recorrido por una reacción nuclear con un núcleo de la red. Los primeros átomos chocados llamados primarios pueden a su vez efectuar colisiones violentas con otros y así siguiendo, de manera que el conjunto de los defectos de irradiación en estos materiales, como en los materiales fisionables, resulta siempre del desplazamiento de átomos cargados de alta energía en la red.

A causa de la complejidad de estos fenómenos, muchos estudios fundamentales han utilizado irradiaciones con electrones que presentan varias ventajas, en particular:

- haces finos y focalizados en una dirección elegida.
- energía regulable, lo que permite determinar los umbrales para producción de defectos característicos.
- ausencia de radioactividad inducida (salvo si se bombardean elementos fisionables).
- mayor facilidad de realización de las experiencias a temperatura controlada, sobre todo a las muy bajas temperaturas donde cualquier recocido de los defectos es bloqueado.

Pero la irradiación con electrones no permite reproducir todos los defectos posibles.

II DEFECTOS

Se imponen dos observaciones preliminares:

- A diferencia de las vacancias, intersticiales, impurezas, etc. los defectos de irradiación nunca están en equilibrio térmico. Su estado metaestable se manifiesta por el hecho de que la concentración de cada tipo de defecto, decrece cuando se eleva la temperatura del material irradiado; esta ley de decrecimiento nos informa justamente sobre la naturaleza del defecto.

Por otra parte los proyectiles que crean los defectos son casi siempre eléctricamente cargados. En efecto, los fotones ceden su energía a los electrones y estos electrones a su vez bombardean los núcleos y los sacan de su posición de equilibrio. En cuanto a los neutrones, antes de alcanzar una energía del orden de kT , sufren un número muy grande de choques con átomos: estos toman de los neutrones una parte de su energía pero pierden electrones y se mueven por la red como partículas cargadas.

Los defectos resultantes de esta ionización son importantes para los cristales iónicos. Pero en los metales, los electrones (o los positrones) saltan a la parte superior de la banda de conducción y de caen al nivel normal de los electrones libres sin crear defectos. Entonces no hablaremos más del aspecto "eléctrico" de la irradiación.

Las colisiones de los "primarios" provocan vacancias que resultan de la salida de los "secundarios", e intersticiales, que resultan a menudo de una cadena de colisiones de reemplazamiento; si éstos están a algunas distancias interatómicas de la vacancia madre hay una fuerte energía de interacción el conjunto se llama un par de Frenkel cercano; cada primario crea cerca de 100 pares en el aluminio puro. A mayor distancia, la energía de interacción se vuelve débil, se habla de par de Frenkel alejado pero esta acción de par es menos válida.

Las colisiones también pueden provocar en las direcciones compactas de la red transferencias de energía y de cantidad de movimiento sin que haya transferencia de masa: este fenómeno se llama *fo-cush*.

En fin, la sucesión de choques de un primario (Cascada), transforma su trayectoria rectilínea del principio en una línea quebrada. La mayor parte de los intersticiales son expulsados de la zona

terminal como los bolos de un juego de bowling; entonces esta región de la red donde se detiene un primario es rica en vacancias, se la llama zona lagunar, y está rodeada de una zona con intersticiales.

Si las características de la red (motivo cristalino, energía de vínculo) son tales que los intersticiales permanecen cercanos a las vacancias este conjunto (20 vacancias por un primario de 1000 eV) es muy inestable; hay una recombinación casi inmediata de las vacancias con los intersticiales; este hundimiento se llama punta de desplazamiento o punta de Brinkman.

Este esquema de la punta de desplazamiento es, por otro lado una aproximación que no toma en cuenta las energías de migración de los intersticiales (o las supone nulas) en su retorno hacia las vacancias. Estas energías intervienen por el contrario en el modelo de la punta térmica: la energía cinética del primario cerca del final de su recorrido se convierte en vibraciones térmicas en un tiempo muy corto (10^{-11} s): se podría hablar entonces de un aumento de temperatura muy elevado pero como este volumen no contiene un número de átomos suficientes para aplicar la estadística de Maxwell Boltzmann es preferible hablar de energías; es esta energía que permite una migración rápida y una aniquilación mutua de los defectos. Este modelo es también en realidad una aproximación porque utiliza para las energías de migración los valores medidos fuera de fila cuando en esta zona llena de defectos habría sin duda que tomar valores no nulos pero más débiles.

En los metales puros queda entonces muy poca energía almacenada bajo la forma de defectos, pero para las aleaciones hay que considerar que cada intersticial no vuelve necesariamente a la vacancia de la cual salió. Por consiguiente si la aleación es inicialmente ordenada este mecanismo de irradiación la desordenará (p. ej. la fase ordenada U_4Mo_2).

En las aleaciones de dos fases las puntas de desplazamiento situadas a caballo sobre las dos fases crean instantáneamente una solución sólida de concentración intermedia entre el límite de solubilidad y la composición de la segunda fase. Esta solución sobresaturada se descompondrá más o menos rápidamente, pero es de esperar que este efecto de las puntas de desplazamiento crea, al estado de régimen permanente, una solución sólida más concentrada que la que puede conseguir fuera de pila a la misma temperatura (caso de las aleaciones U-Si).

Cuando son eyectados paralelamente a una fila compacta de la red cristalina, los átomos golpeados forman intersticiales a una distancia mucho más grande de la zona de vacancias (del orden de 4 a 20 distancias interatómicas). Si la dirección del choque forma un ángulo pequeño con la dirección compacta el choque siguiente estará todavía mejor alineado: se dice que hay focalización; esto terminará naturalmente con la formación de un intersticial o una fila que contendrá un átomo en exceso (intersticial disociado o crowdion). Si la dirección del choque es todavía poco inclinada con respecto a una dirección compacta pero a igual distancia de las filas de átomos paralelos éstos van a reflejar el átomo incidente tomándole poca energía: se trata entonces de una canalización. El efecto final es el mismo que para la focalización: un intersticial a gran distancia.

En estos dos casos no se puede hablar más de par de Frenkel ya que las vacancias e intersticiales están alejados y no habrá recombinación inmediata; la zona de vacancias será menos inestable. Por otra parte los fenómenos de focalización y canalización serán tanto más frecuentes cuanto más perfecta será la red, es decir a baja temperatura y lejos de los defectos de todas clases: puntuales, dislocaciones, bordes y sub-bordes.

Como lo dijimos al principio de este capítulo todos estos defectos de irradiación son meta-

estables: tan pronto como la temperatura es suficientemente elevada la agitación térmica permite su difusión en la red y ésta lo lleva, tarde o temprano a sumideros, es decir otro accidente de la red en los cuales se eliminan. La asociación de estos defectos con impurezas podrá mejorar la estabilidad (por reducción del campo de tensión) y reducir mucho su movilidad. Pero a alrededor de 3000°C para el aluminio, 7000°C para el acero, los defectos de irradiación han desaparecido o se han convertido en lazos de dislocaciones bastantes grandes y pocos numerosos como para no modificar notablemente las características mecánicas.

Hay, en cambio, otra categoría de defectos que no pueden recuperarse: son ellos los productos de las reacciones nucleares. Los más conocidos son los productos de fisión, átomos formados por la división de los núcleos de uranio y que pueden tener un número atómico muy variable con un máximo de probabilidad para $M = 137$ y 96 . Entre estos átomos figuran el krypton y el xenon cuyas solubilidades son muy pequeñas y que quedarán por consiguiente asociados con vacancias y otros defectos; se agruparán también formando burbujas responsables de un hinchamiento a alta temperatura. Este último fenómeno es espectacular e hizo olvidar que existen muchas otras especies de átomos producidos por la fisión; en los combustibles de los reactores a neutrones rápidos que deben permanecer en pila hasta tasas de combustión del orden de $0,5$ a 2% ; otros productos de fisión se forman en concentraciones más pequeñas pero sus solubilidades siendo también más pequeñas, su efecto sobre las características mecánicas pueden volverse importantes.

Por otra parte, estos átomos extraños pueden difundir no solamente en el material fisiónable sino también en la vaina. Este es el caso del plutonio del cual hemos hablado ya a propósito de la difusión, los demás productos de fisión pueden también penetrar y difundir en la vaina y alterar sus propiedades mecánicas.

Los neutrones pueden de la misma manera arrancar un protón o una partícula α (núcleo de helio) a todos los elementos. Las secciones eficaces de estas reacciones nucleares son elevadas en el caso de B y Li para los neutrones térmicos; son mucho más pequeñas pero no despreciables en el caso de los neutrones rápidos con muchos otros átomos.

Los protones no preocupan demasiado a los metalurgistas, pues difunden sin duda bastante rápido fuera de la red donde fueron creados, sin embargo, no se excluye que puedan añadir su efecto al del helio. El estado del helio en la red cristalina no se conoce; probablemente se encuentra inicialmente en inserción y podría recaer en sustitución por encuentro con la vacancia; el radio chico de este átomo así como su fuerte compresibilidad hacen pensar que su solubilidad no es despreciable; por lo menos en los metales como Ag o Zr que disuelven el oxígeno mucho más voluminoso y sobre todo a 700°C donde aparece la fragilidad intergranular de la cual hablaremos nuevamente al final de este curso.

III PRINCIPIO DE LOS CALCULOS TEORICOS

Los cálculos relativos a los efectos de irradiación se clasifican en dos categorías complementarias:

En la teoría de los choques se parte de una forma de potencial de interacción, y se estudian los intercambios de energía entre proyectil y blanco; no se conoce la forma exacta de estos potenciales solamente se los puede ubicar entre dos casos límites:

El potencial coulombiano; característico de la interacción de dos cargas eléctricas.

El potencial de las esferas rígidas, infinito al contacto y nulo más allá.

Aunque estos dos casos extremos no correspondan a la realidad se los utiliza frecuentemente como aproximación porque tienen una forma sencilla. En particular se muestra fácilmente que si partículas interaccionan como esferas rígidas la energía media es la mitad de la energía de la partícula incidente; se puede decir también que en promedio, el proyectil cede la mitad de su energía al átomo blanco.

Este análisis extendido a un gran número de choques da la pérdida de energía por choque o por defecto creado, de donde se deduce el número de defectos creados en condiciones simples de irradiación. Estos cálculos han sido primero llevados con aproximación de un sólido constituido por átomos dispuestos al azar (pero con la misma densidad que el sólido real); esto es lo que se llama el método de Montecarlo. Las profundidades de penetración parecen bien predichas por estos cálculos. Si se toma en cuenta la estructura de la red cristalina se pueden prever los fenómenos de focalización y de canalización que cambian la distribución de los defectos y reducen la eficacia de la irradiación para la producción de defectos.

La otra aproximación consiste en calcular las características de cada tipo de defecto a partir de las medidas macroscópicas relativas a un estado determinado de restauración y de las previsiones teóricas del número de defectos creados. Se comparan luego estos valores de volumen, energía, resistividad, etc. del defecto con los resultados de los cálculos de dinámica de la red (p.ej. interacción de los electrones con el potencial perturbador del defecto).

Daremos simplemente las definiciones de las principales magnitudes e indicaciones sobre la marcha de los cálculos.

a. Secciones eficaces

Sea un flujo F de partículas 1 pasando en la vecindad de una partícula 2; $d\nu$ el número de partículas 1 que son desviadas por unidad de tiempo en un ángulo sólido de $d\omega_0$ alrededor de una dirección dada en coordenadas polares por θ_0 y ϕ_0 - $d\nu$ es proporcional a F y a $d\omega_0$:

$$d\nu = F \cdot \sigma_1(\theta_0, \phi_0) d\omega_0$$

$\sigma_1(\theta_0, \phi_0)$ es la sección eficaz diferencial de desviación para la dirección (θ_0, ϕ_0)

Si se pone $d\sigma_1 = \sigma_1(\theta_0, \phi_0) d\omega_0$

el número de partículas 1 desviadas por 2, en la unidad de tiempo es:

$$\nu = \int_0^{4\pi} F d\sigma_1 = F\sigma_1$$

σ_1 es la sección eficaz total de desviación.

El flujo F es igual al producto del número de partículas 1 por unidad de volumen, por su velocidad: $F = n v_0$

Entonces las partículas 1 desviadas por 2 son contenidas en un cilindro centrado sobre 2, de sección σ_1 y de altura $n v_0$; se puede decir que 2 es equivalente a un blanco de superficie σ_1 . Se expresa en Fermi; 1 Fermi = 10^{-24} cm².

El número de partículas 2 que, después del choque tiene una energía comprendida entre W y $W + dW$ es

$$dV = F B(W) \frac{dW}{dW_0}$$

El factor de proporcionalidad $B(W)$ es la sección eficaz de transferencia de energía. Se la puede relacionar con la sección eficaz de desviación.

$$B(W) = - \frac{\pi}{k^2 \cos^2 \varphi} \sigma_2(\varphi)$$

$$k^2 = \frac{4m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2}$$

se lo llama coeficiente de transferencia porque

$$\frac{W}{W_0} = k^2 \cos^2 \varphi$$

b) Libre recorrido medio

Se calcula con las aproximaciones de Bohr:

- reemplazo de la red por una disposición de los átomos al azar, con una densidad constante.
- elección de una ley de variación de libre recorrido medio con la energía p.ej. $\lambda(E) = C.E.$
- isotropía de difusión, en el sistema de centro de las masas (origen de los ejes en el centro de gravedad del conjunto proyectil-blanco)
- asimilación del recorrido medio total con la penetración (hipótesis exacta solamente para átomos pesados desplazándose en una matriz de átomos livianos).

Con estas hipótesis la probabilidad para que un primario de energía E_1 tenga, después del choque, una energía entre E_2 y $E_2 + dE_2$, es $g(E_1 + E_2) = \frac{1}{E_1}$ esta probabilidad es entonces independiente de E_2 y

$$\bar{L}(E_0) = 2 \lambda(E_0)$$

El recorrido total medio es igual a la suma del recorrido medio a la energía inicial (hasta el primer choque) y de los recorridos entre los choques ulteriores (cuya suma es, en realidad, igual al recorrido medio hasta el primer choque).

Con estas magnitudes y las hipótesis recordadas arriba, se calculan los libres recorridos en los distintos casos de potenciales de interacción de formas simples.

En el método de Vineyard, se utiliza un potencial de repulsión del tipo Born-Mayer $[V(r) = V_0 e^{-r/\rho}]$ y la cohesión del cristal es simulada por fuerzas que actúan sobre los átomos de superficie

del cristalito al cual el cálculo es aplicado. Se resuelven las ecuaciones del movimiento (del tipo $F_i = m \ddot{v}_i$) para los N átomos de cristalito, con las condiciones iniciales correspondientes al choque del primario sobre uno de los átomos. Este método conviene para energías iniciales de varias decenas a varias centenas de eV, trazando las trayectorias como una sucesión de pequeños segmentos recorridos durante intervalos de tiempo pequeños con respecto al periodo de vibración atómica.

Cuando la energía inicial alcanza varios millares de eV, el cristalito debe incluir un gran número de átomos, y entonces hay que simplificar los cálculos; esto es lo que hicieron Holmes y sus colaboradores con el potencial de las esferas rígidas.

Estos dos tipos de cálculos han sido utilizados para prever los fenómenos de focalización y de canalización. Se demuestra así que una fila densa puede focalizar un choque de alta energía sólo si el impulso está rigurosamente en el eje de la fila. La menor desviación defocaliza las colisiones: entonces la focalización se puede observar sólo para las energías pequeñas (30 a 80 eV). Por el contrario, la canalización es todavía estable con fuertes energías: las filas compactas confinan la trayectoria en el canal que delimitan; las trayectorias pueden ser así varias decenas de veces más largas que en una dirección cualquiera del cristal.

IV O OBSERVACION DE LOS DEFECTOS DE IRRADIACION

Se vuelve muy difícil por su pequeñez y por la radioactividad de las muestras irradiadas.

El microscopio a emisión de iones ha permitido, con su poder separador del orden de varias distancias interatómicas, la puesta en evidencia de vacancias (Brandon y colab.) y puede ser de intersticiales (Muller). Sobre el platino bombardeado por neutrones, Attardo y Galligan han podido ver zonas conteniendo 40 a 50 vacancias lo que corresponde bien a los cálculos de Liddiard.

Al microscopio electrónico, los más pequeños defectos observables son puntos (dots) que son sin duda las imágenes de pequeños lazos de vacancias o de intersticiales, cuyo efecto de endurecimiento disminuye a medida que su radio crece.

La identificación de los defectos de irradiación es, afortunadamente, facilitada por el estudio de sus efectos sobre las propiedades físicas.

V CREACION DE LOS DEFECTOS DE IRRADIACION

A. Medidas de longitud y de parámetro

Vook y Wert por una parte, Simmons y Balluffi por otra, han medido las variaciones de longitud y las variaciones de parámetro del cobre irradiado a baja temperatura por deuterones (hasta 10^{17} d.cm⁻²). Estas dos variaciones son función lineal de la dosis de deuterones y son iguales en valor relativo

$$\frac{\Delta l}{l} = \frac{\Delta a}{a}$$

Este resultado importante significa que vacancias e intersticiales han quedado separados (agregados tendrían un volumen diferente de la suma de los volúmenes de los defectos individuales).

Esta linealidad no se observa para la variación de longitud del plutonio a baja temperatura (Lallement y colab.). (Este metal, por sus desintegraciones α se irradia a sí mismo). Mas allá de 100h la longitud de la muestra aumenta menos rápido que la ley lineal: ésto es el fenómeno de saturación que es frecuente para las irradiaciones fuertes y que se recontrará para los efectos sobre las propiedades mecánicas.

B. Medidas de resistividad eléctrica

Han sido utilizadas porque son de ejecución fácil, y de gran sensibilidad pero su interpretación es delicada.

Han servido a Lucasson y Walker para determinar la energía de umbral para muchos metales. Esta es anisotrópica, se la puede expresar por $p E_s$, p designando la probabilidad de eyección.

Se admite que $\Delta\rho$ es proporcional a la sección eficaz del desplazamiento:

$$\sigma_d(w) = p(E) \sigma(w)$$

donde $\sigma(w)$ representa la sección eficaz, conocida, de choque culombiano (para electrones relativistas, pero las energías de umbral así determinadas son naturalmente independientes de la naturaleza de la partícula incidente).

Lucasson y Walker han conseguido un muy buen acuerdo entre las curvas experimentales $\Delta\rho(w)$ y $\sigma_d(w)$ cualquiera sea la función p , a condición de elegir bien E_{so} y E_{sm} , valores límites de las energías correspondientes a los $\Delta\rho$ medidos cuando no hay todavía ninguna eyección y cuando todos los electrones salen de los átomos cualquiera sea su dirección. Se define habitualmente un umbral medio correspondiente a la función escalera para p y $E_{so} = E_{sm} = E$. Así han sido determinados los valores E_s para Ni 24 eV - Cu 22 eV - Ag 28 eV - Pt 36-37 eV - Al 16 eV.

Cuando la energía de las partículas incidentes pasa estos umbrales se detectan los defectos creados por una variación de resistividad; las irradiaciones, como las medidas, tienen que ser hechas a temperaturas bastante bajas para evitar cualquier aglomeración o recombinación de los defectos individuales.

El caso más sencillo es cuando la variación de la resistividad es una variación lineal de la dosis integrada; así para una dosis de 10^{14} n cm⁻² se consiguen $\Delta\rho$ escalonándose de $0,5 \cdot 10^{-11}$ Ω cm para Au recristalizado a $3,3 \cdot 10^{-11}$ Ω cm para Al trabajado.

Pero esta ley sufre numerosas excepciones: cuando hay ya defectos puntuales antes de irradiación (producidos por trabajados) se observa una curvatura positiva, es decir que la resistividad crece más rápido que la ley lineal.

Más generalmente se observan curvaturas negativas, es decir una tendencia hacia la saturación para dosis de irradiación elevadas.

Esto se puede explicar por:

- la migración de los defectos seguida por su coalescencia o su aniquilamiento progresivo cuando la temperatura es demasiado elevada como para que tengan una movilidad despreciable.
- el aniquilamiento inmediato de dos defectos creados a corta distancia uno del otro. Cada defecto es así el centro de un volumen de recombinación atómica lo que fija un límite superior a la concentración de defectos puntuales: $C = V_{at}/V_r$
- la recombinación en el interior de las puntas de desplazamiento o de las puntas térmicas.
- la eficacia decreciente de las colisiones focalizadas (Burgers y colab.): la probabilidad que tienen estas colisiones de encontrar una vacancia (o más bien determinar en el interior del volumen de recombinación de una vacancia) es casi nula al principio de la irradiación y crece con la dosis.

En todos los casos el análisis del fenómeno lleva a la misma relación:

$$\frac{dc}{dt} = A - Bc$$

c: concentración de pares, intersticiales o vacancias, que corresponde bien a la ley experimental

$$\Delta \dot{\rho} = -P \Delta \rho + Q$$

que lleva a estimar a 300 V at el volumen de recombinación.

Para las irradiaciones fuertes con neutrones rápidos, la saturación se debe también al recubrimiento; cuando una punta de desplazamiento recubre parcialmente otra la concentración de defectos en la parte común es solamente igual a la de las regiones no comunes.

Se puede también alcanzar la saturación en el uranio a causa de la gran eficacia de los productos de fisión para la producción de defectos.

Entonces las medidas de resistividad solas no permiten analizar los fenómenos de aproximación a la saturación. Sin embargo son muy útiles para un chequeo fácil de la concentración total de defectos producidos por una irradiación dada.

C. Medidas de fricción

Un defecto cuya simetría es inferior a la de la red (p.ej. un intersticial disociado pero no una vacancia) interactúa con la imantación si el metal es ferromagnético (histéresis magnético) y con un campo de tensión (histéresis mecánico). Por consiguiente medidas de primera imantación o de decremento logarítmico de oscilaciones permiten seguir la formación o la desaparición de los defectos de baja simetría solamente. Estos métodos son más complicados que las medidas de resistividad pero son muy interesantes a causa de la clasificación de los defectos que permiten realizar (Moser).

D. Medidas de energía almacenada

Las medidas calorimétricas han sido muy utilizadas para el estudio de los defectos de

irradiaciones en el grafito (efecto Wigner); permitieron alcanzar directamente el parámetro más útil para el tratamiento de los conjuntos de bloques de grafito utilizados como modelador.

Luego, se los ha extendido a bajas temperaturas para precisar la interpretación de los estados de restauración de los defectos: la rotación de un intersticial disociado puede dar lugar a un defecto de fricción pero si se llega a encontrarse con una vacancia no habrá calor desarrollado (Bonjour).

E. Medidas de longitud y de parámetro cristalino

Son delicadas sobre muestras irradiadas y por consiguiente utilizadas menos a menudo, han dado resultados idénticos a las de resistividad.

F. Microscopía electrónica

Se puede ver por transmisión lazos de vacancias o de intersticiales o tetraedros. Si se introducen antes de irradiación tales defectos por templado y recocido se puede seguir su evolución en el microscopio: así Venables y Balluffi observan la disminución de magnitud de los tetraedros de fallas de apilamiento en el oro irradiado y recocido a 0°C; esto parece probar que los intersticiales en el oro migran sólo a partir de 0°C.

VI MIGRACION DE LOS DEFECTOS DE IRRADIACION

Hemos visto que los defectos "elementales" son o las vacancias o intersticiales disociados. Los vecinos próximos de estos defectos son normalmente átomos de la red, pero puede haber también átomos extraños u otros defectos (más allá del volumen de recombinación). Cada una de estas configuraciones tiene una energía propia y será entonces susceptible de migrar a una temperatura diferente. En el curso de esta difusión los defectos podrán aniquilarse (recombinación de un par de Frenkel), o aglomerarse en agregados más o menos complejos (lazos, tetraedros, asociaciones con impurezas, microburbujas).

Por analogía con las cinéticas de las reacciones químicas se puede escribir que la variación de concentración de un tipo de defecto es:

$$\frac{dc}{dt} = -K_0 c^{\nu} \exp \left(- \frac{E_m}{kT} \right)$$

E_m es la energía de activación para la migración y la desaparición de este defecto y ν el orden de la reacción de depuración; se puede tener $\nu = 1$: éste es el caso de un defecto que cae de manera irreversible en un sumidero no saturable: la velocidad es proporcional a la concentración residual del defecto (por ejemplo desaparición del defecto sobre una superficie o una interface)

$\nu = 2$: éste es el caso de un aniquilamiento vacancia intersticial porque estos dos tipos de defectos tienen concentraciones más o menos iguales.

$\nu > 2$: las cinéticas pueden ser más complicadas pero sólo de manera transitoria pues rápidamente una reacción más lenta controla la ley de depuración.

Distinguiremos siguiendo a Quéré dos tipos de desplazamiento:

a. Efectos de báscula

Un defecto anisotrópico como el intersticial disociado, puede ser detectado por una medida de fricción magnética o mecánica, se puede imaginar que el cambio de orientación de este defecto se hace con o sin desplazamiento de su centro de gravedad. Moser ha conseguido así para el recocido alrededor de 1000K de un hierro irradiado una constante de tiempo para el efecto de báscula:

$$\theta = \theta_0 \exp E_b/kT$$

con $\theta_0 = 10^{-10}$ s y $E_b = 0,25$ eV: energía inferior a la de una migración por difusión clásica e igual a la de la depuración del defecto que se elimina a 1000K: como la simple rotación no puede eliminar este defecto se deduce que en el hierro la intersticial disociada se elimina por un efecto de báscula con translación.

Según Seeger, no ocurriría lo mismo para el níquel pues para este metal habría una diferencia entre las energías de activación para reflexión y para la migración.

b. Difusión

La mayor parte de los estudios de restauración se refieren a los metales cúbicos de caras centradas y especialmente el cobre para los cuales las etapas son bastante bien individualizadas; esta clasificación es a veces un poco arbitraria pues la mejora de sensibilidad de los aparatos han hecho aparecer "sous-stades", correspondientes a la restauración de defectos diferentes. En este sentido se puede decir que no hay dos defectos de igual geometría si se quiere considerar un número suficiente de vecinos. Pero cuanto más se multiplican las etapas más se achica el intervalo de temperatura donde aparecen y más se vuelve insegura la medida de la energía de migración.

Reproducimos abajo el cuadro de las interpretaciones, tomadas de la tesis de Moser:

MODELO	ETAPA I	ETAPA II	ETAPA III	ETAPA IV	ETAPA V
Van Bueren	Aniquilamiento de pares próximos	Migración de intersticiales	Migración de bivacancias	Migración de vacancias	Autodifusión
Blewitt y Koehler	Difusión de crowdion	Recombinación de intersticiales vacancias	Migración de vacancias	Superposición de varios procesos	
Seeger, Sosin y Brinkman	Aniquilamiento de pares próximos. Rearreglos en las zonas lagunares	1o. Recombinación de pares alejados 2o. Migración de bivacancias	Migración de intersticiales	Migración de vacancias	Autodifusión
Corbett y Walker	Aniquilamiento de pares próximos. Migración de intersticiales	Migración de di-intersticiales	Migración de vacancias o destrucción de agregados		Autodifusión

Se ve que el acuerdo es más o menos realizado para la etapa I; esta ha sido descompuesta en 5 sub-etapas: las tres primeras corresponderían a la de combinación intersticial-vacancia que forman pares más o menos próximos (es decir con un número más o menos grande de saltos); para las dos últimas, el equipo de Seeger ha propuesto también la migración de crowdions con o sin correlación, es decir con recombinación con la vacancia-madre o con otra vacancia.

La etapa II es prácticamente inexistente para un metal muy puro, y tanto más asentado cuanto menos impuro es el metal. Entonces se le atribuyó a la migración de intersticiales atrapados por un átomo de pureza; según un estudio reciente de Burger y colaboradores, parece que las temperaturas de las dos sub-etapas de la etapa II son independientes de la dosis de irradiación; estos autores han interpretado este hecho sugiriendo que esta etapa correspondería a un rearrreglo local sin aniquilamiento de un defecto.

La etapa III tiene una energía de activación de 0,65 eV (para Cu) y una cinética de orden 2. La interpretación que parece ser la más válida actualmente atribuye esta etapa a la migración del intersticial disociado (pues la energía de migración de las vacancias es de 1,08 eV).

Es entonces en este caso solamente durante la etapa IV que las vacancias migran y se eliminan sobre sus sumideros (nudos o dientes de dislocaciones, bordes ...) En fin, durante la etapa V, los lazos formados por aglomeración de vacancias o de intersticiales, desaparecen por trepado.

El estudio de los metales cúbicos centrados lleva a un esquema análogo: así Moser ha mostrado que los defectos de irradiación en el hierro se restauran en 5 etapas cuyas 3 primeras corresponden a migraciones de intersticiales, y las dos últimas a asociaciones de vacancias.

Los argumentos que apuntalan los modelos de migración para cada una de las etapas, combinan las informaciones que utilizan la comparación con los defectos de templados (intersticial o vacancia), la medida de energía almacenada (que da la concentración por defecto que se recupera en esta etapa si se puede calcular la energía liberada por este rearrreglo), la anisotropía del defecto (un defecto isótropo se detecta con medidas de la resistividad o de energía pero no da lugar a ninguna banda de fricción), la variación de las características del defecto con el contenido en impurezas, la cinética del recocido, etc. ...

VII EFECTOS MACROSCOPICOS DE LA IRRADIACION

La identificación de los defectos de irradiación por las medidas físicas de las cuales acabamos de hablar, han facilitado la interpretación de los fenómenos macroscópicos que han sido muy estudiados desde la puesta en marcha de los primeros reactores.

A. Difusión acelerada

Todos los tipos de defectos de irradiación pueden acelerar la difusión sobre todo a bajas temperaturas cuando las vacancias en equilibrio son poco numerosas. Dienes y Damask han traducido este fenómeno por la relación

$$D' = D + \frac{K}{\alpha}$$

donde D' es el coeficiente de difusión bajo irradiación
 K la velocidad de creación de defectos por irradiación
 α concentración de sumieros para estos defectos

Esta expresión se verifica muy bien para la puesta en orden del latón β templado; se ordena en 6 días de irradiación a 50°C cuando haría falta 30.000 años para alcanzar el mismo estado fuera de pila. Según Schule, hay una diferencia entre las temperaturas de puesta en orden por irradiación (- 50 a + 100°C) y por templado (+ 20 a + 100°C); esto se explicaría si los defectos de irradiación responsables de la aceleración fueran no vacancias pero intersticiales.

La irradiación acelera también la puesta en orden en la aleación FeNi (Paulevé) ($T_c = 250$ a 370°C para 37 a 70% Ni) - y el endurecimiento estructural (que es una forma de puesta en orden) (caso de los AlZn - Horak y Blewitt).

El orden creado por irradiación es siempre limitado por el desorden provocado por las colisiones focalizadas y sobre todo por las puntas de desplazamiento. Este desorden es algunas veces el fenómeno más aparente (Ni_3Mn : Aronin - U_2Mo : Bloch y al.) Cuando el compuesto irradiado es complejo y refractario, el desorden creado por irradiación se vuelve tal que la estructura cristalina desaparece; es la amorfización descubierta para U_3Si , luego U_6Fe (J. Bloch).

B. Endurecimiento

A propósito de la fragilización por irradiación, el endurecimiento por los defectos puntuales han sido evocados. Este fenómeno ha sido puesto en evidencia de manera espectacular desde 1950 (Billington y Siegel); en 1951, Blewitt y Coltman mostraron que una irradiación a 20°C podía elevar la tensión crítica de cizallamiento para monocristales de cobre de 0,2 a 7,5 kg/mm².

Bastante rápidamente, dos modelos se han opuesto para explicar las interacciones de dislocaciones con los defectos de irradiación: bloqueo de las fuentes y endurecimiento por fricción.

Resumamos primero los hechos experimentales:

La subida del límite elástico del cobre irradiado es proporcional a la raíz cuadrada de la dosis de irradiación mientras ésta se quede débil (Diehl), varía después como la raíz cúbica de la fluencia (Blewitt). Se puede acercarse de este último resultado las medidas más finas de la tensión necesaria para desbloquear las dislocaciones, conseguidas viendo la variación de la fricción interna con la amplitud de deformación: Thomson y Paré han observado una ley en $\phi^{1/3}$ a partir de 10^{11} n. cm⁻².

Si la irradiación está hecha a baja temperatura, los defectos no pueden migrar hacia las dislocaciones; se observa efectivamente un endurecimiento mucho más débil, que sería debido principalmente a los defectos producidos en la vecindad inmediata de las dislocaciones (Lomer, Thomson y Holmes).

Volvamos a las curvas de tracción: la deformación de los metales irradiados es al principio muy heterogénea: se observa una propagación de bandas de Luders con límites bien definidos, correspondientes a un plato sobre las curvas de tracción. Luego, la tasa de endurecimiento por trabajado $\frac{d\sigma}{d\epsilon}$ es más débil que sobre las muestras testigo no irradiados.

La ley de $\phi^{1/2}$ ha sido justificada teóricamente por Seeger si se admite que la concentración de defectos que endurecen es proporcional a la dosis de irradiación (lo que no es siempre el caso: Barnes) se tiene $\lambda = C \phi^{1/2} \lambda_0$ siendo la distancia media entre defectos en un plano de deslizamiento.

Ahora bien, en la teoría de Seeger para el endurecimiento por trabajado (interacciones de dislocaciones que se deslizan sobre planos vecinos), la tensión para una deformación dada es inversamente proporcional a λ . A esta teoría, se prefiere actualmente la de endurecimiento por junturas atractivas o repulsivas en la red de Frank (Saada); pero este modelo no ha sido todavía aplicado a los metales irradiados. Por otra parte, la ley en $1/3$ no tiene soporte teórico.

El bloqueo de las fuentes parece a primera vista explicar mejor el fuerte aumento del límite elástico seguido de un endurecimiento débil: se observa en efecto que dislocaciones barren defectos o más bien agregados de defectos; el pasaje de otras dislocaciones es después más fácil en esta huella. Pero Worzala ha abrasado superficialmente un cristal de cobre irradiado: en el curso de la tracción la mitad de las nuevas bandas de deslizamiento se han formado en las regiones alejadas de las precedentes (5% solamente si no se hace abrasión); la estructura de las bandas no obstante no se modifica por esta abrasión; en fin ni la tensión crítica de deslizamiento ni la deformación total en la etapa I se modifican. En conclusión, se puede entonces decir que hay un anclaje de las dislocaciones por los defectos (bloqueo de las fuentes) pero la deformación está controlada por el endurecimiento producido por los obstáculos formados sobre los planos de deslizamiento.

El endurecimiento por irradiación de los metales y aleaciones cúbicas centradas y sobre todo del hierro y de los aceros ha sido estudiado en particular por Hull y Mogford y por Wronski y colaboradores. El resultado más general es la observación de un crecimiento del término σ_0 de la ley de Hall y Petch mientras que K_y sería poco afectado y talvez aún disminuido; en realidad no es seguro que la ley de Petch sea aplicable a los metales irradiados. Harries y Eyre han notado que el coeficiente de proporcionalidad de la ley:

$$\Delta\sigma = A \phi^{1/2}$$

es independiente del flujo instantáneo (entre $3 \cdot 10^{11}$ y $3 \cdot 10^{13} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$): esto significa que el endurecimiento no está controlado (a 20°C) por la difusión de defectos hacia las dislocaciones; por consiguiente no depende del número de átomos desplazados pero más bien del número de agregados formados por las puntas de deslizamiento.

La comparación de los resultados relativos a los aceros se complica por la presencia frecuente de huellas de boro cuya fisión produce partículas α cuyos defectos se unen a los de neutrones. Por otra parte, los átomos livianos (O, N, C) a menudo presentes en el hierro y los me-

tales refractarios son trampas para los defectos puntuales y los agregados, que estabilizan.

Para analizar los mecanismos de endurecimiento por irradiación Mme Milasin y J. Mal-kin han utilizado la teoría del deslizamiento activados térmicamente, es decir que han calculado los parámetros :

Volumen de activación:
$$V_a = K T \left(\frac{\Delta \log \epsilon}{\Delta \tau_a} \right)_T$$

y Energía de activación:

$$Q_a = -V_a T \left(\frac{\partial \tau_a}{\partial T} \right)_\epsilon$$

Se constata que hasta 200°K la deformación del hierro irradiado es controlado por la tensión de Peierls.

Más allá, ciertos defectos probablemente de naturaleza intersticial, se vuelven la principal fuente de endurecimiento y son demasiado importantes para ser franqueados por activación térmica.

El efecto de la irradiación sobre el zircaloy ha sido ya evocado a propósito de la fragilización. Se recordará solamente a título de ejemplo el estudio de Mme Cibois, J. Lemaire y M. Weisz: la irradiación eleva el límite elástico y hace aparecer un plato como para los aceros. Un trabajado previo disminuye el endurecimiento por irradiación: $\frac{\Delta E}{E} = 20\%$ para el material trabajado y 65% para la aleación recocida antes de la irradiación. En fin, los endurecimientos por trabajado y por irradiación se acumulan a 200°C y desaparecen para las mismas temperaturas de recocido (alrededor de 100 h a 300-400°C) lo que hace pensar que tienen causas análogas.

Se ve que las leyes fenomenológicas de este endurecimiento por irradiación están bastante bien exploradas, y por otra parte similares para responsables de este endurecimiento se han desviado hacia la búsqueda de los defectos elementales y de las primeras etapas de recocido que se han confirmado ya bastante complicadas. En realidad, las propiedades físicas, utilizadas para estos estudios, son generalmente casi completamente restauradas a las temperaturas a las cuales subsiste un importante endurecimiento por irradiación. Es por eso que se ha buscado una correlación entre el endurecimiento y los agregados más voluminosos visibles con el microscopio electrónico: no parece que esta correspondencia haya sido siempre bien establecida y queda un importante trabajo para hacer en esta dirección.

No se puede concluir este capítulo sin citar el mecanismo más eficaz de endurecimiento: el provocado por las microburbujas de gas: helium o gas de fisión.

Estos productos de reacción nuclear pueden asociarse a vacancias y formar así gérmenes de burbujas cuyo crecimiento está controlado por el equilibrio de la presión del gas y de la tensión superficial $\frac{2\sigma}{r}$ (Cottrell). Mlle Lévy ha mostrado que las muy débiles solubilidades de los

gases raros en los metales explican la germinación homogénea de las burbujas; mas precisamente, comparando el tiempo necesario para formar un germen (encuentro aleatorio de n átomos de gas) con el tiempo puesto por estos átomos para alcanzar una dislocación, se encuentran densidades de dislocación razonables (10^7 dislocaciones/cm²) si el germen está constituido por tres átomos de helio solamente. La consecuencia inmediata de estas condiciones de germinación es que una variación de la densidad de dislocaciones puede modificar la distribución de microburbujas.

Estas burbujas endurecen los metales irradiados de manera muy eficaz, a causa de su distribución intergranular y sobre todo de su pequeñez. Pero hubo pocos estudios de este efecto, ~~concentrándose la atención~~ sobre la fragilidad que implican a temperatura elevada:

C. Fragilización a alta temperatura

Aunque la germinación homogénea parece ser la regla sobre todo a baja temperatura y con bajas concentraciones en gas, se observan siempre sobre los bordes de grano burbujas mucho más gordas que las situadas en los granos (formados por germinación homogénea o sobre dislocaciones). Esto se explica sin duda por una mayor movilidad de las vacancias y de los átomos de gas en los bordes de grano.

Hyam y Sumner han aplicado a una burbuja de gas raro, la ecuación de los gases perfectos, suponiendo que una tensión exterior es aplicada y que no hay variación del número de átomos de gas en la burbuja. Se encuentra así fácilmente la relación:

$$\sigma = 2\gamma \left(\frac{1}{r} - \frac{r_0^2}{r^3} \right)$$

r_0 : radio inicial

Esta función tiene un máximo para:

$$r = r_c = r_0 \sqrt{3}$$

$$\sigma = \sigma_c = \frac{4}{3\sqrt{3}} \frac{\gamma}{r_0}$$

Esto muestra que una tensión suficiente puede agrandar elásticamente una burbuja hasta que la relación de tensión superficial permita a la burbuja desarrollarse, aún bajo una tensión más débil. Si se trata de una burbuja sobre un borde de grano, este proceso lleva rápidamente a una ruptura intergranular.

La relación precedente ha sido verificada experimentalmente por Mlle Lévy al someter muestras de aleaciones Al Li irradiadas a tratamientos de recocido bajo presiones hidrostáticas variadas

P	a) en el volumen	radio medio de las burbujas en Å	
		b) sobre las dislocaciones	c) en los bordes
vide	150-250	300-700	1000-3000
6 Kbars	50-75	150-250	250-400
8 Kbars	40-75	100-200	150-300

Sin embargo el tamaño de las burbujas observadas en las aleaciones irradiadas bajo tensión o deformadas por creep después de irradiación es generalmente más débil que el radio crítico (el berilium es un caso particular que verifica muy exactamente la relación de Hyam y Sumner (Frenkel y colaboradores). No se debe excluir este mecanismo de fragilización que puede volverse preponderante en una vaina de acero inoxidable irradiada a $10^{23} \text{ n cm}^{-2}$. Pero se debe encontrar una explicación para los casos de fragilidad constatados para las irradiaciones menos fuertes.

Woodford, Smith y Motteff han observado en muestras de acero inoxidable tipo A 286 (15 Cr - 25 Ni - Ti - Al) irradiados a 700°C a $5 \cdot 10^{19} \text{ n cm}^{-2} > 1 \text{ MeV}$, y sometido al creep (fluencia) a 650°C , burbujas de 75 a 500 Å después de recocidos a $760-955^\circ\text{C}$: como estas burbujas están concentradas no sobre los bordes de grano sino alrededor de los precipitados de Ti N, han concluido que existían ya durante el creep (fluaje) con un tamaño demasiado débil para ser detectadas; han sugerido que la fragilidad intergranular era debida a un bloqueo de las dislocaciones por estas microburbujas, impidiendo el aflojamiento de las tensiones alrededor de los bordes de grano.

Sin embargo, es poco probable que una diferencia de tamaño de las burbujas abajo de 50 Å pueda explicar una reducción de duración de creep fluaje en un factor 10. Por otra parte, esta aleación representa un caso particular donde el boro, porque está asociado al Ti N intergranular, no aporta ninguna mejora de la ductilidad en caliente. White y Rossard han estudiado una aleación Fe Ni a 25% que presenta como los aceros inoxidables corrientes una ruptura intergranular debida a la abertura de fisuras de Zener; una adición de 50 ppm de boro mejora mucho la ductilidad en caliente de esta aleación y este efecto es ligado a una mayor movilidad de los bordes (modificación por el boro de los precipitados intergranulares). En cambio en el níquel puro cuya ruptura resulta de una cavitación, Silvent y Sainfort han mostrado que el efecto favorable del boro corresponde a una reducción de la movilidad de los bordes.

Estos resultados ponen en evidencia dos puntos importantes:

el boro mejora la ductilidad en caliente de la mayoría de los aceros refractarios y aleaciones de níquel. Un primer efecto positivo de la irradiación es entonces de suprimir bastante rápidamente los 9/10 de este boro (10B).

para explicar la fragilización a bajos contenidos en helio, hay que tener en cuenta los modos de deformación en caliente.

Es la razón por la cual Sainfort ha propuesto un modelo basado sobre el hecho de más allá de una cierta temperatura (temperatura de equicohesión), la deformación no es más homogénea; una parte creciente de la deformación se produce en la vecindad de los bordes de grano, sea por deslizamiento intergranular, sea por migración de los bordes. Como estas deformaciones no son más uniformes, la continuidad de material no puede ser conservada y cavidades aparecen sobre los bordes, probablemente desde el principio de la deformación. Tan pronto como estas cavidades aparecen los átomos de helio vienen allí por difusión, y Sainfort ha mostrado que basta juntar los átomos de helio en radio de 1 micrón alrededor de la cavidad para crear en esta una presión tal que la tensión crítica de Hyam es alcanzada (suponiendo una concentración global en helio de 10^{-7} atómica).

Antes de terminar este capítulo, dos observaciones se imponen:

- la fisión del boro produce también litio, que puede bajar la tensión superficial facilitando así la realización de las condiciones críticas para el crecimiento espontáneo de una cavidad.

- las reacciones (n, p) son tan probables como las reacciones (n, α) . Hasta ahora el papel del hidrógeno en la fragilización no ha podido ser ni probado ni descartado. A causa de su muy grande movilidad en las estructuras austeníticas a altas temperaturas, una gran parte por lo menos debe difundir fuera de la vaina pero no es imposible que una cierta presión parcial de hidrógeno se crea en las cavidades en equilibrio con la concentración instantánea de protones creados sin cesar durante la irradiación.

D. Hinchamiento

Volvamos al equilibrio de una burbuja de gas; aplicando la ley de los gases perfectos, se escribe:

$$\left(\frac{4}{3} \pi R^3 \cdot \frac{2\gamma}{R} \right) = n k T \quad \text{si hay } n \text{ átomos de gas}$$

Al tomar la diferencial de esta fórmula, se ve que la llegada de un átomo de gas suplementario ($dn=1$) implica una variación de volumen

$$\Delta V = \frac{3 R k T}{4 \gamma}$$

lo que representa para una burbuja de 0.1 a 10μ de radio, una afluencia de 40 a 4000 vacancias (tomando un volumen atómico de $20 \text{ \AA}^3$).

Este aumento considerable de volumen es proporcional a $n^{\frac{3}{2}}$ es decir para una reacción nuclear dada $\propto \frac{3}{2}$ - relación verificada en ciertos casos particulares (Be, Cu - B, U γ). Pero el uranio α entre 400 y 550°C está sujeto a un hinchamiento mucho más importante.

Esto apareció ya en la publicación de Pugh que presentaba los hinchamientos de 30 muestras de las cuales 4 habían aumentado de volumen de manera "anormal". Granata y Saraceno han mostrado que estos resultados expresados bajo la fórmula $\frac{\Delta V}{V} = f(T)$ a tasa de combustión constante, son bastante coherentes y muestran que hay un máximo de hinchamiento alrededor de 470°C.

Leggett y sus colaboradores han demostrado que este fenómeno es esencialmente distinto del hinchamiento por burbujas de gas: después de irradiación a 450°C un recocido fuera de pila a 600°C provoca un aumento de densidad: se trata entonces más bien del cierre por sinte-rización de cavidades vacías (o bajo presión débil). Por otra parte los exámenes estadísticos de las láminas finas de uranio irradiado prueban que una formación continua de microburbujas no puede dar cuenta del hinchamiento superior a 3 a 4% para 1% de átomos fisiónados.

Hudson ha observado, en el uranio a 620°C a 0,1% de tasa de combustión, cavidades intergranulares de 150 a 1000 Å de diámetro. Aunque esta temperatura sea superior al intervalo donde se observa los fuertes hinchamientos, es tentador explicar este fenómeno por una cavitación intergranular. Las tensiones necesarias para un tal proceso no faltan en el uranio:

- tensiones de crecimiento (que decrecen cuando la temperatura sube, y de crecen con la potencia específica).
- tensiones "térmicas" provocadas por los gradientes de temperatura en los elementos combustibles, o más precisamente sus variaciones radiales y longitudinales en el curso de los ciclos neutrónicos (paradas del reactor) (Blanchard).

Para Harrison estas tensiones, cualquiera sea su origen, podrían explicar el hinchamiento exagerado, o mas bien el final del desarrollo de las burbujas o cavidades cuando el tamaño crítico es alcanzado. He aquí una interpretación del umbral de hinchamiento que Angerman y Caskey han observado, por lo menos para el uranio puro (sus observaciones para las aleaciones no prueban que haya un umbral).

Ciertos hechos experimentales no son explicados por estos modelos y hay que reconocer que los estudios actuales permiten considerar elementos combustibles de hinchamiento bastante reducido, pero que no dan explicación completa del mecanismo de hinchamiento.

Primero Paoli y Mme lehmann han medido (sobre muestras irradiadas sin tensión ni gradiente térmico) hinchamientos que crecen regularmente con la tasa de combustión, lo que está en contradicción con la noción de umbral.

El dominio de temperatura está siempre situado entre 400 y 550 °C como Leggett y colaboradores lo habrían encontrado; por otra parte el efecto de una presión hidrostática es muy importante, y variable según la composición de las aleaciones.

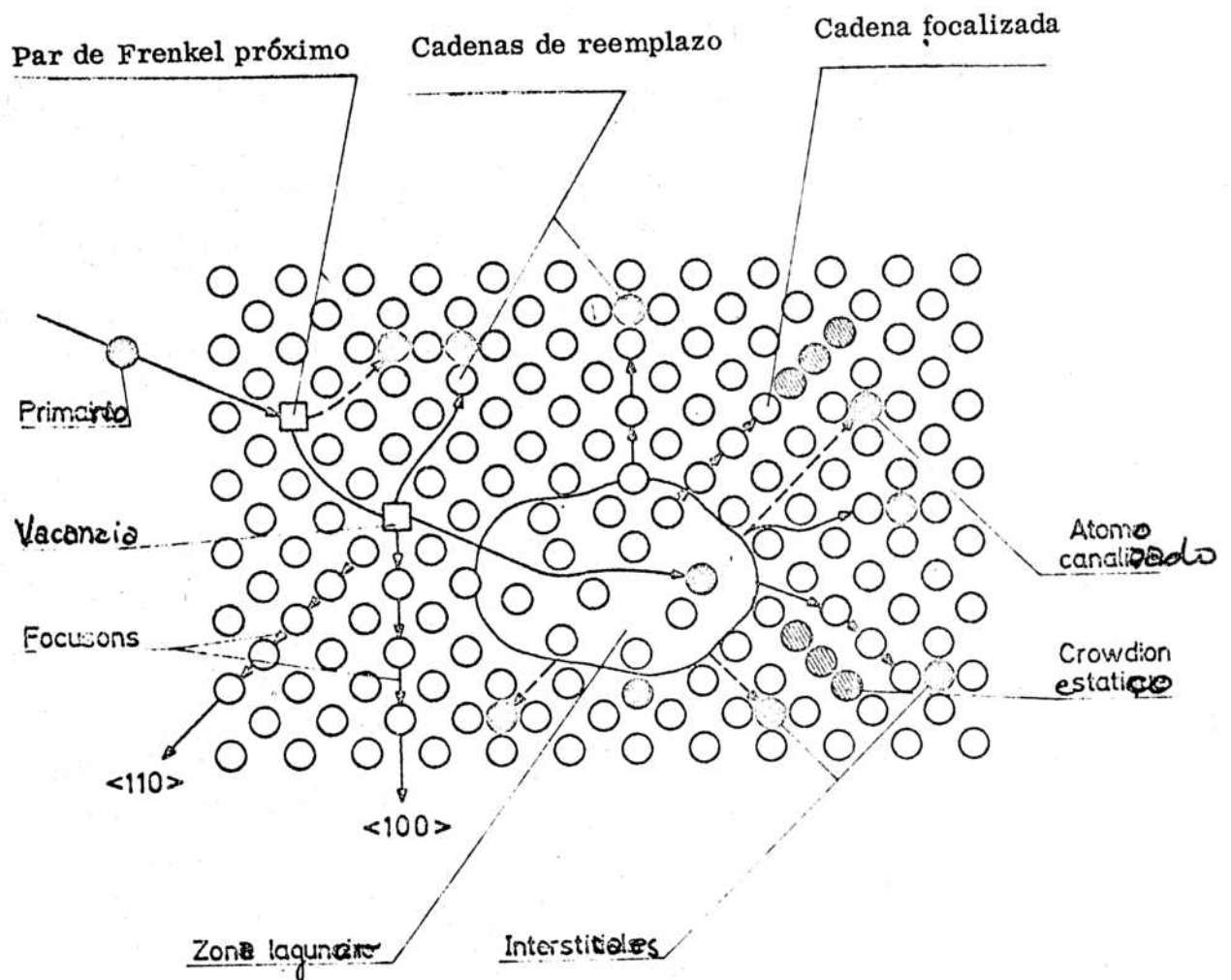
Este último parámetro es particularmente importante. Como Bellamy lo había ya señalado la distribución inicial de los precipitados no tiene relación con las de las microburbujas (y a posteriori con las cavidades mas voluminosas). No se puede entonces conservar el esquema simple de los precipitados - gérmenes. Pero Brinkman ha sugerido que la irradiación puede aumentar las solubilidades y que puede haber asociaciones entre los átomos de gas (Kr y Xe) y ciertas adiciones o impurezas (Si en particular).

BIBLIOGRAFIA

- C. ALLAIN y col. Journal des matériaux nucléaires 16 (1965) 54
- C. L. ANGERMAN y G. R. CASKEY
Journal des matériaux nucléaires 13 (1964) 182
- L. R. ARONIN M. I. T. 1107 (1953)
- M. J. ATTARDO y J. M. GALLIGAN
Phys. Rev. Letters 17 , 191 (1966)
- R. S. BARNES Symposium on flow and fracture in nuclear environ -
ments (1964) Chicago - ASTM 40
- R. G. BELLAMY cité par B. Hudson
Journal des matériaux nucléaires 22, 2 (1967) 121
- D. S. BILLINGTON y S. SIEGEL Metal Progress - 58, 847 (1950)
- P. BLANCHARD Communication personnelle
- T. H. BLEWITT y R. R. COLTMAN
Phys. Rev. 82 , 769 (1951)
Journal des matériaux nucléaires 2, 277 (1960)
- Mme. J. BLOCH, J. DOULAT y J. BLIN
Journal des matériaux nucléaires 3, 327 (1961)
- Mme J. BLOCH Journal des matériaux nucléaires 6, 203 (1962)
- E. BONJOUR y col. C. R. Acad. Sc. 259 , 4027 (1964)
- D. G. BRANDON y col. J. Phys. Soc. Japan 18, II, 324 (1963)
- J. A. BRINKMAN Am. J. Phys. 24, 246 (1956)
- G. BURGER y col. Phys. Stat. Sol. 4, 281 (1964)
- G. BURGER y col. 10eme colloque de métallurgie - Saclay 1966
- G. BURGER y col. Phys. Letters 20, 124 (1966)
- Mme CIBOIS, J. LEMAIRE y M. WEISZ
6eme colloque de metallurgie Saclay 1962 199
- G. COLOMBE, N. AZAM y Mme J. LEHMANN
Journal des matériaux nucléaires 18 (1966) 66

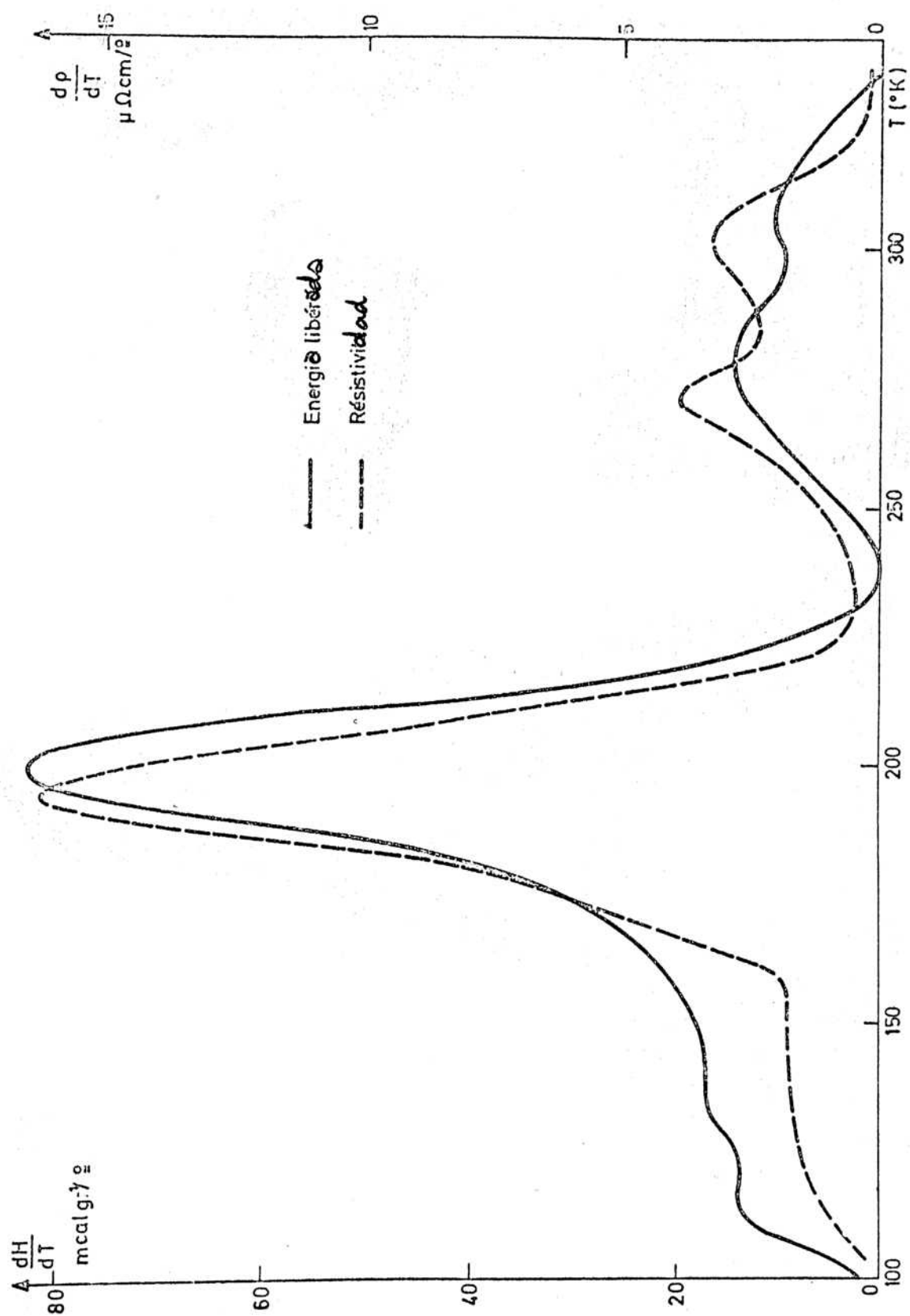
- A. H. COTTRELL Structural processes in creep - Londres
Iron and Steel Institute (1961)
- J. DIEHL y col. Phys. Letters 4, 236 (1963)
- G. J. DIENES y A. C. DAMASK J. Appl. Phys. 29, 1713 (1958)
- J. M. FRENKEL y col. 10eme colloque de metallurgie Saclay 1966 - 175
- J. B. GIBSON y col. (G. H. VINEYARD)
Phys. Rev. 120 (1960) 1229
- S. GRANATO y F. SARACENO Journal des matériaux nucléaires 9 (1963) 367
- D. R. HARRIES y B. L. EYRE Symposium Chicago (1964) ASTM 105
- J. W. HARRISON AERE R 5229 (1966)
- J. A. HORAK y T. H. BLEWITT Bull. Am. Phys. Soc. 11, 2, 210 (1966)
- B. HUDSON Journal des matériaux nucléaires 22, 2, (1967) 121
- D. HULL y I. L. MOGFORD Philosophical Magazine (1961) 6, 353
- E. D. HYAM y G. SUMNER Radiation Damage in Solids- IAEA Venise (1962) II 323
- R. LALLEMENT y P. SOLENTE Phys. Letters 13, 109 (1964)
- R. LALLEMENT y D. A. WIGLEY Phys. Stat. Sol (1967) - a paraître
- LEGGETT y col. Rapport HW 79 559 - BNWL SA 54 (1965)
- Mlle LEVY Rapport CEA 2529 (1964)
10eme colloque de metallurgie Saclay 1966 159
- J. N. LOMER Philosophical Magazine 8, 951 (1963)
- A. LUCASSON, P. LUCASSON y R. M. WALKER
Conférence de Berkeley (G. B.) (1961)
- Mme N. MILASIN y J. MALKIN 10eme colloque de metallurgie de Saclay 1966 131
- P. MOSER These Grenoble 1965
Mém. Scient. Rev. Met. 63 (1966) 4 - 343
5 431
- E. W. MULLER J. Phys. Soc. Japan 18, Suppl. II - 1 (1963)

- P. PAOLI y Mme J. LEHMANN Journal des matériaux nucléaires a paraitre
- J. PAULEVE y col. C.R. Acad. Sc. 254, 965 (1962)
- S. F. PUGH Journal des matériaux nucléaires 4 (1961) 177
- Y. QUERE Les défauts ponctuels - Masson (1967)
- W. SCHULE Phys; Letters 14, 81 (1965)
- A. SEEGER y col. Proc. 18th Summer School Enrico Fermi
New York (1962)
- A. SEEGER 2eme conf. de Geneve sur l'énergie atomique 6
250, (1958)
- A. SILVENT y G. SAINFORT Journal des matériaux nucléaires á paraitre
- R.O. SIMMONS y R.W. BALLUFFI Phys. Rev. 109, 335 (1958)
- D.O. THOMSON y V.K. PARE ORNL 3480 (1963)
- D.O. THOMSON y D.K. HOLMES J. Appl. Phys. 27, 713 (1956)
- J.A. VENABLES y R.W. BALLUFFI Philosophical Magazine 11, 1021 (1965)
- R. VOOK y C. WERT Phys. Rev. 109, 1529 (1958)
- F. WHITE y C. ROSSARD C.R. Acad. Sc. (1967) 264, C, 556
- D.A. WOODFORD, J.P. SMITH y J. MOTEFF AIME Meeting Cleveland (oct. 1967)
- J. F. WORZALA 10eme colloque de métallurgie de Saclay 1966 121
- A.S. WRONSKI y col. Symposium on flow and fracture in nuclear environ-
ments Chicago (1964) ASTM 69

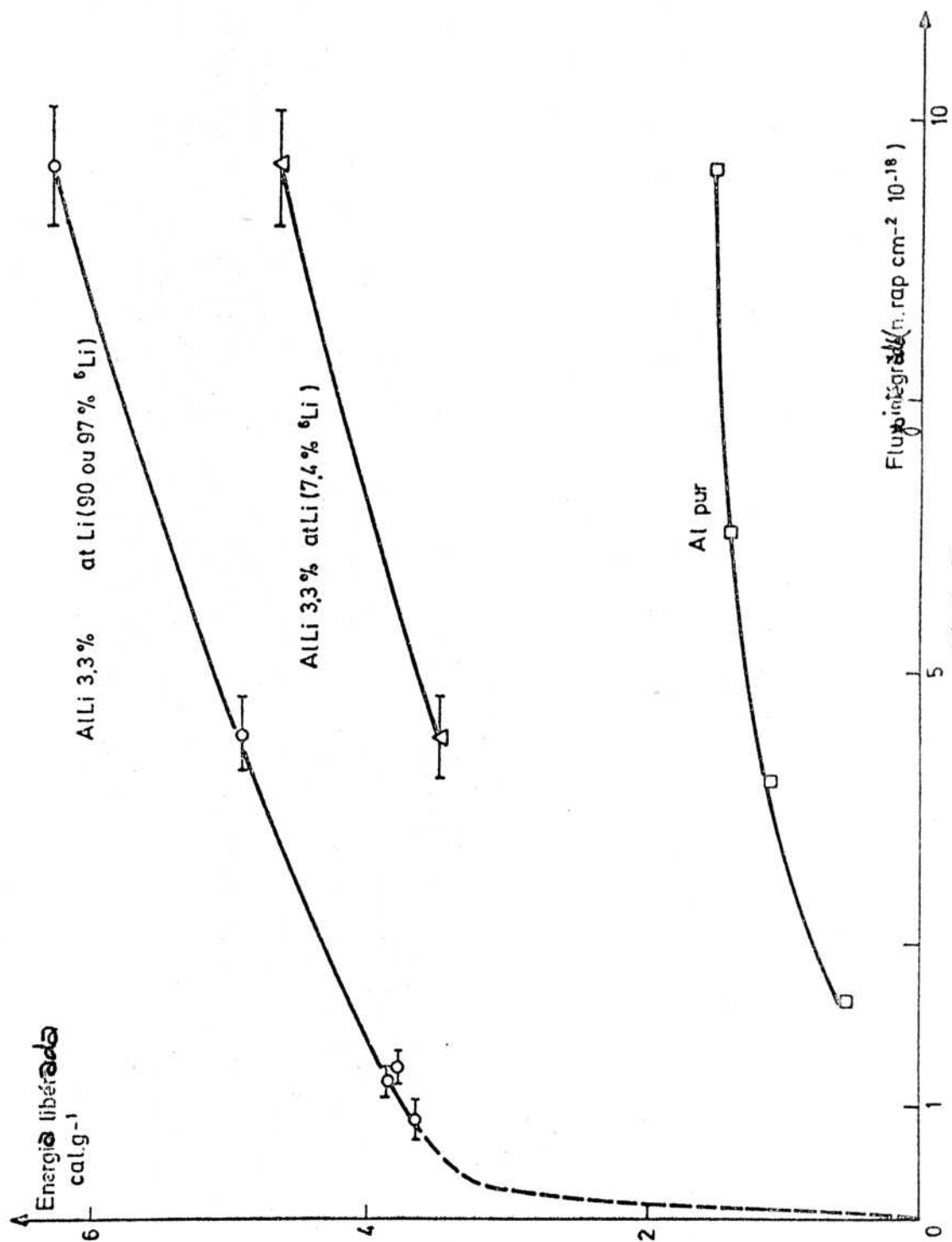


Plan {110} en CFC

Esquema de defectos de irradiación

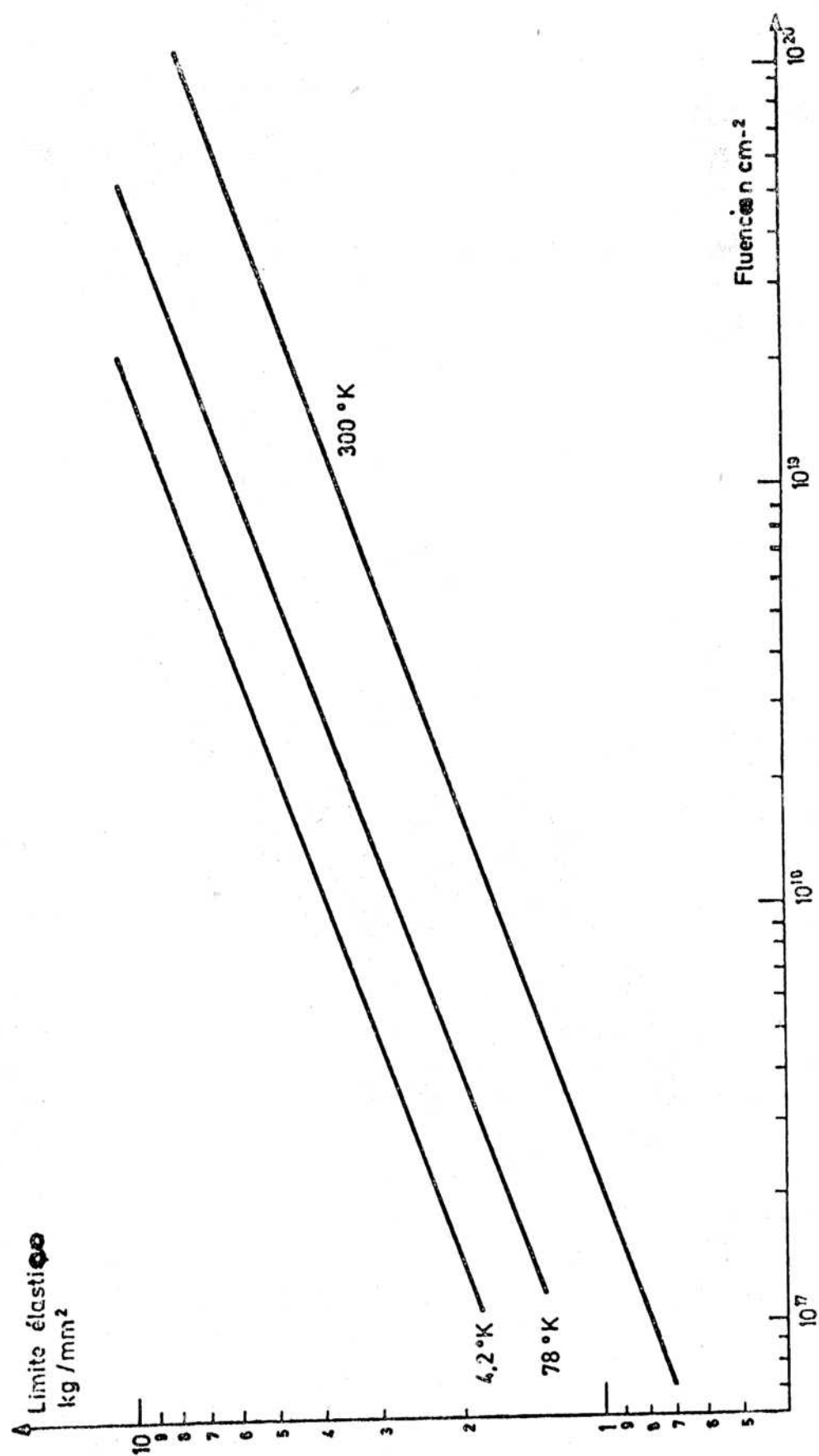


AlLi 3.3% Li.natural - $9 \cdot 10^{18}$ n.rap.cm⁻². según Pissavy
 Recocido de los defectos después de la irradiación

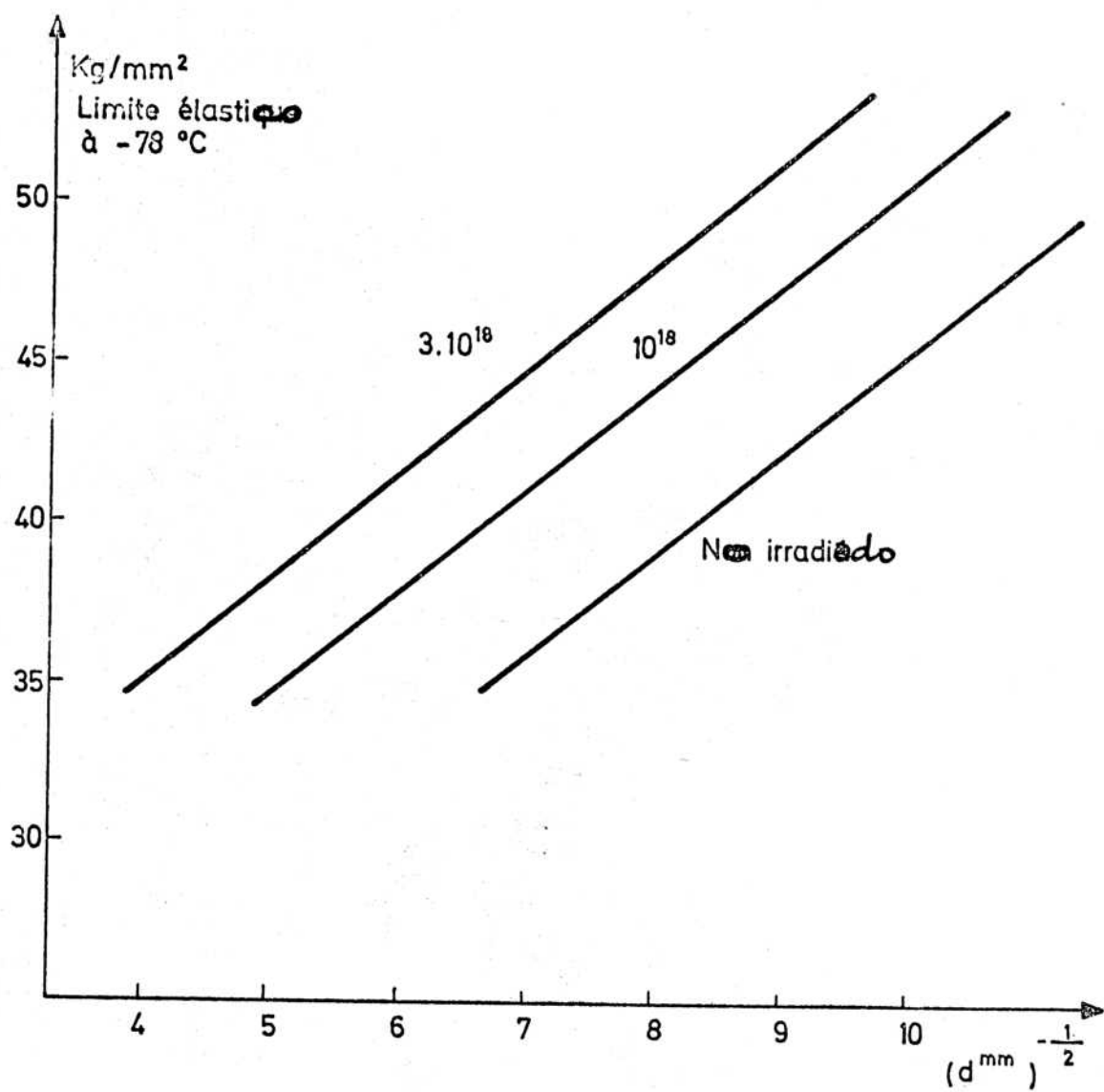


selon Pissavy

Saturation des effets de irradiation



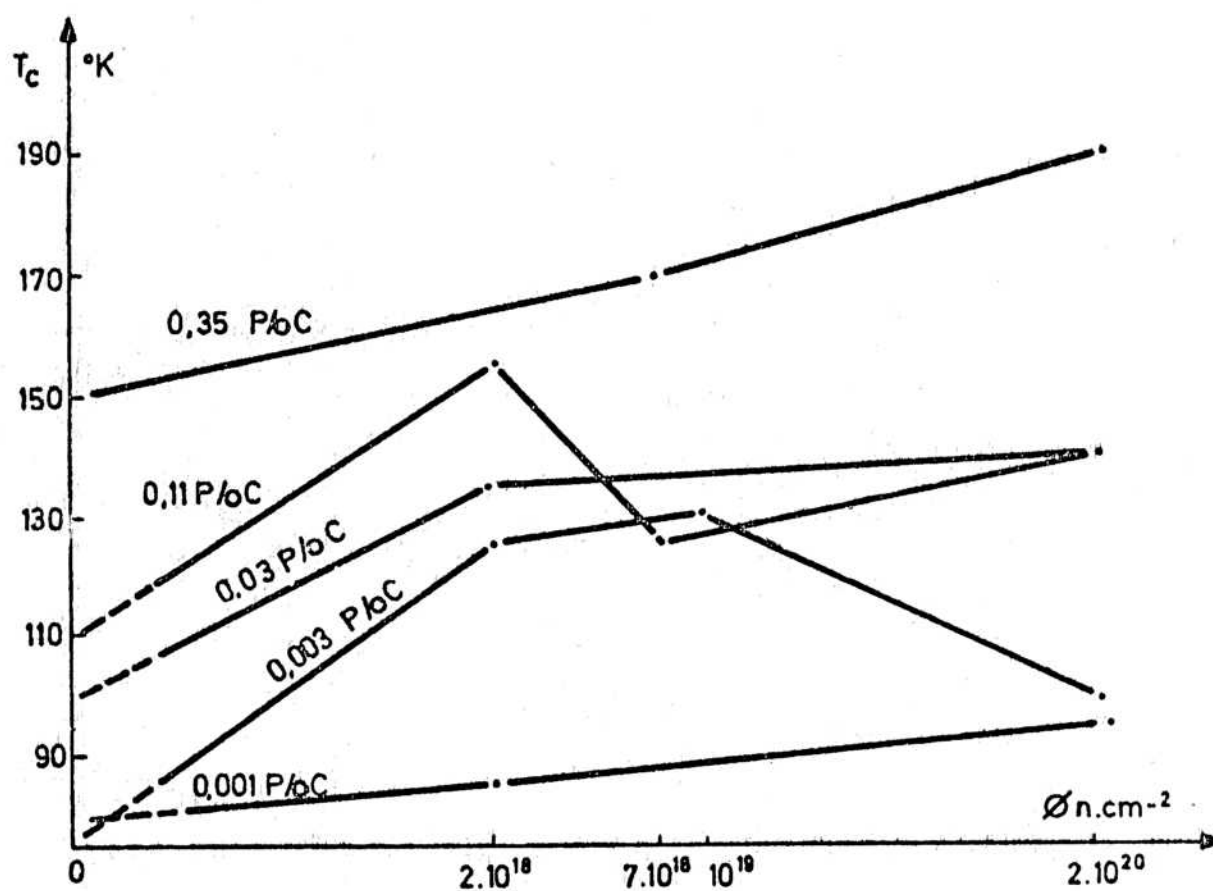
Segunda Bleveira y Col
Endurecimiento por irradiación



Endurecimento por irradiation

T_c^* : Temperatura a la cual la estricción disminuyó su mitad

ϕ : Dosis de irradiación ($E > 1 \text{ MeV}$)



Influencia del tenor en carbono de hierro
sobre la fragilización por irradiación

(según Chow y Mc Rickard)

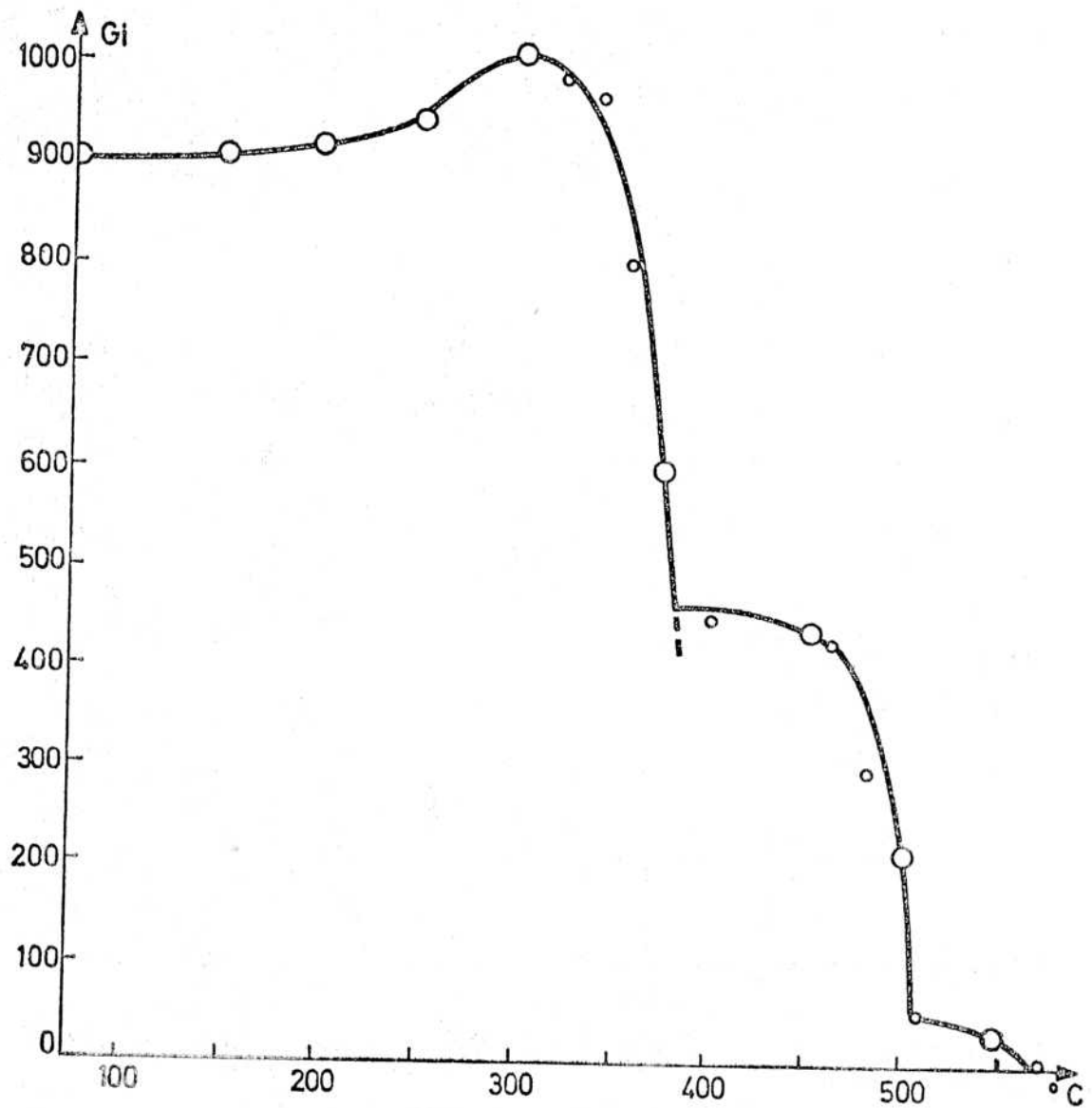
Velocidad de fisión : $1,8 \cdot 10^{12} \text{ f cm}^{-3} \text{ s}^{-1}$

○ : media sobre 30 muestras

◦ : media sobre 3 a 10 muestras

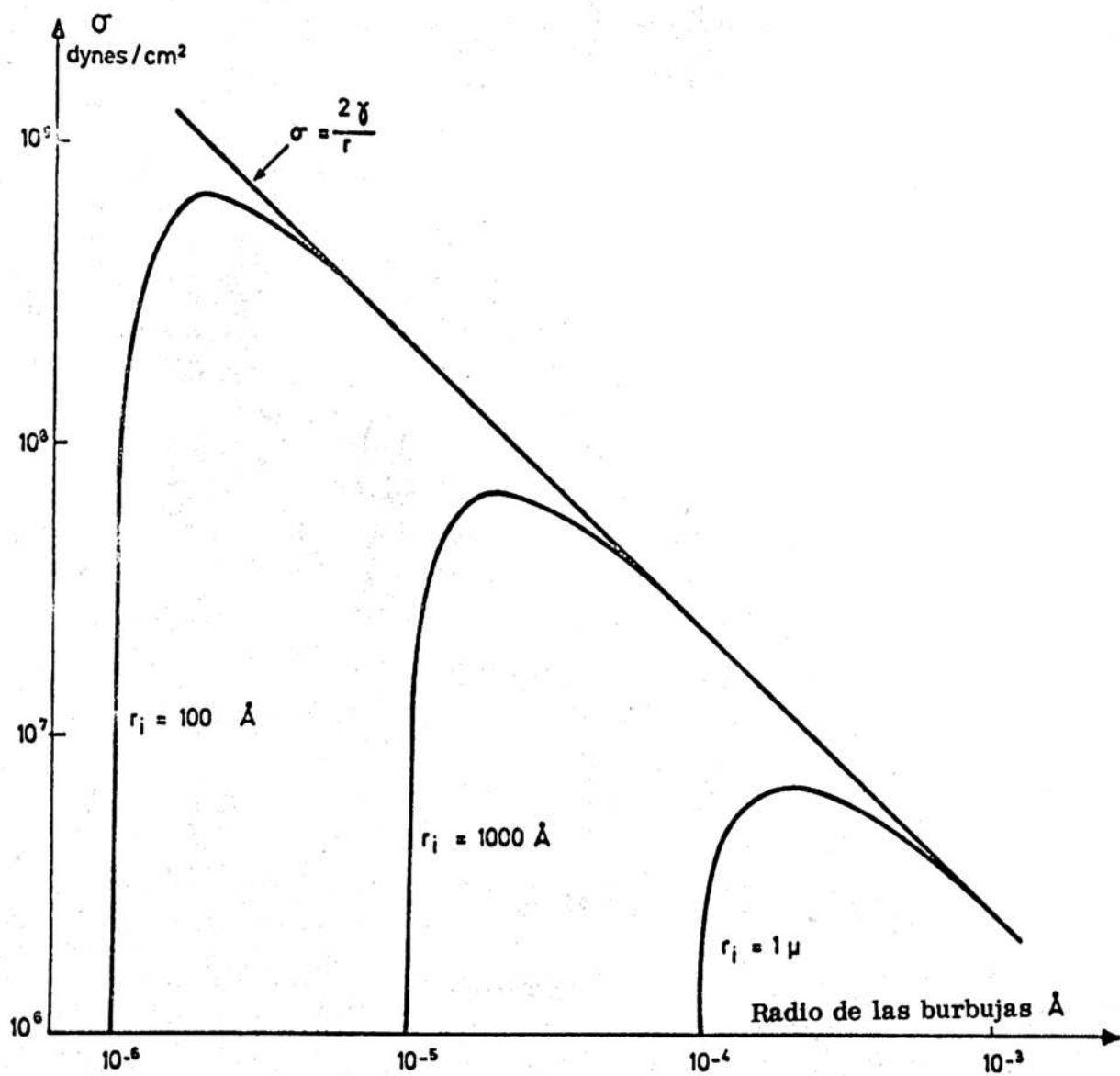
• U - Fe 250 ppm - Al 700 ppm - C 1000 ppm

S.N. Buckley - AERE - R 5262 - Août 1966



Variación del % de crecimiento G_i
con la temperatura de irradiación

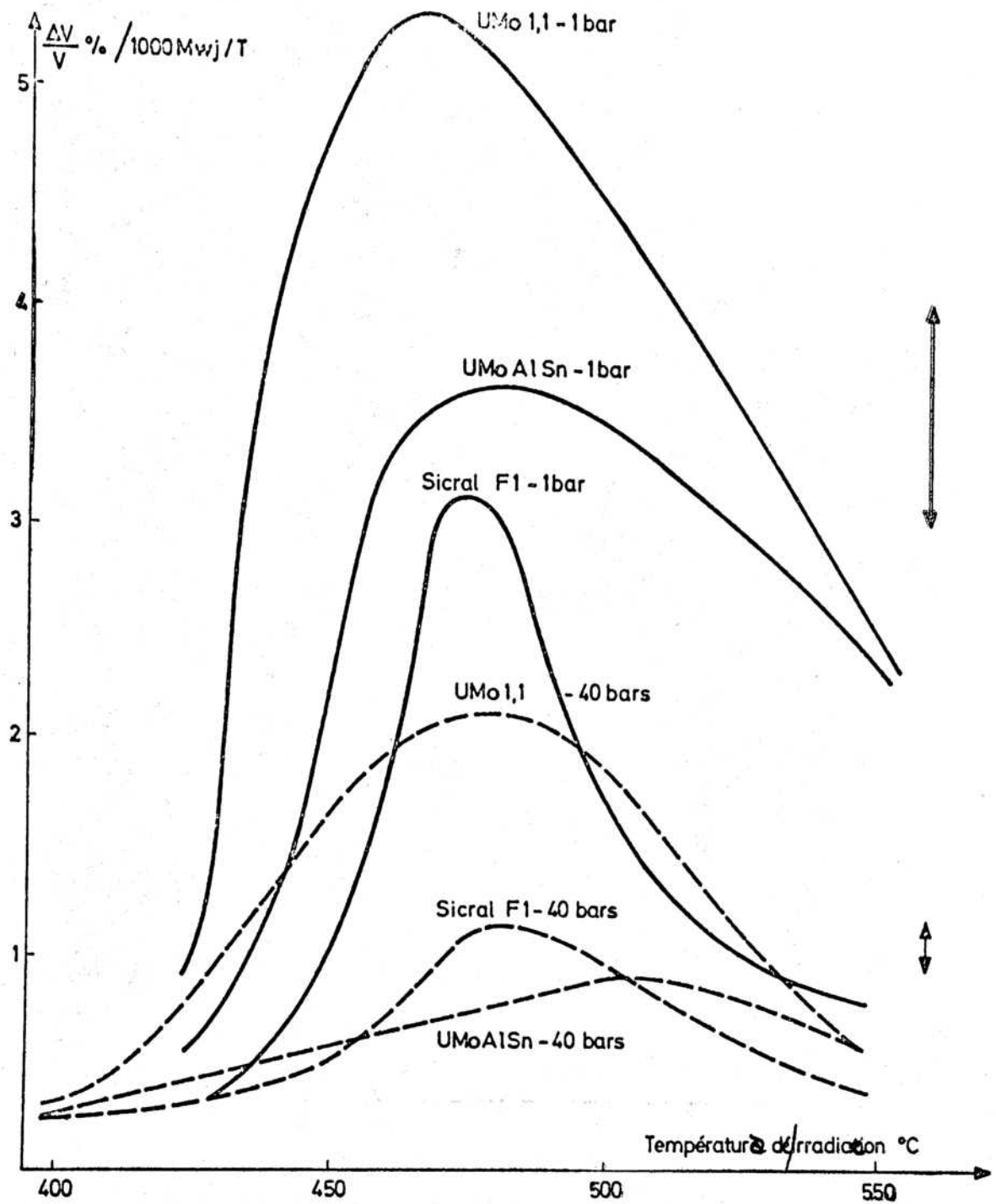
$$\sigma = 2\gamma \left[\frac{1}{r} - \frac{r_1^2}{r^3} \right]$$



Según Hyam y Sumner

Fragilización por irradiación

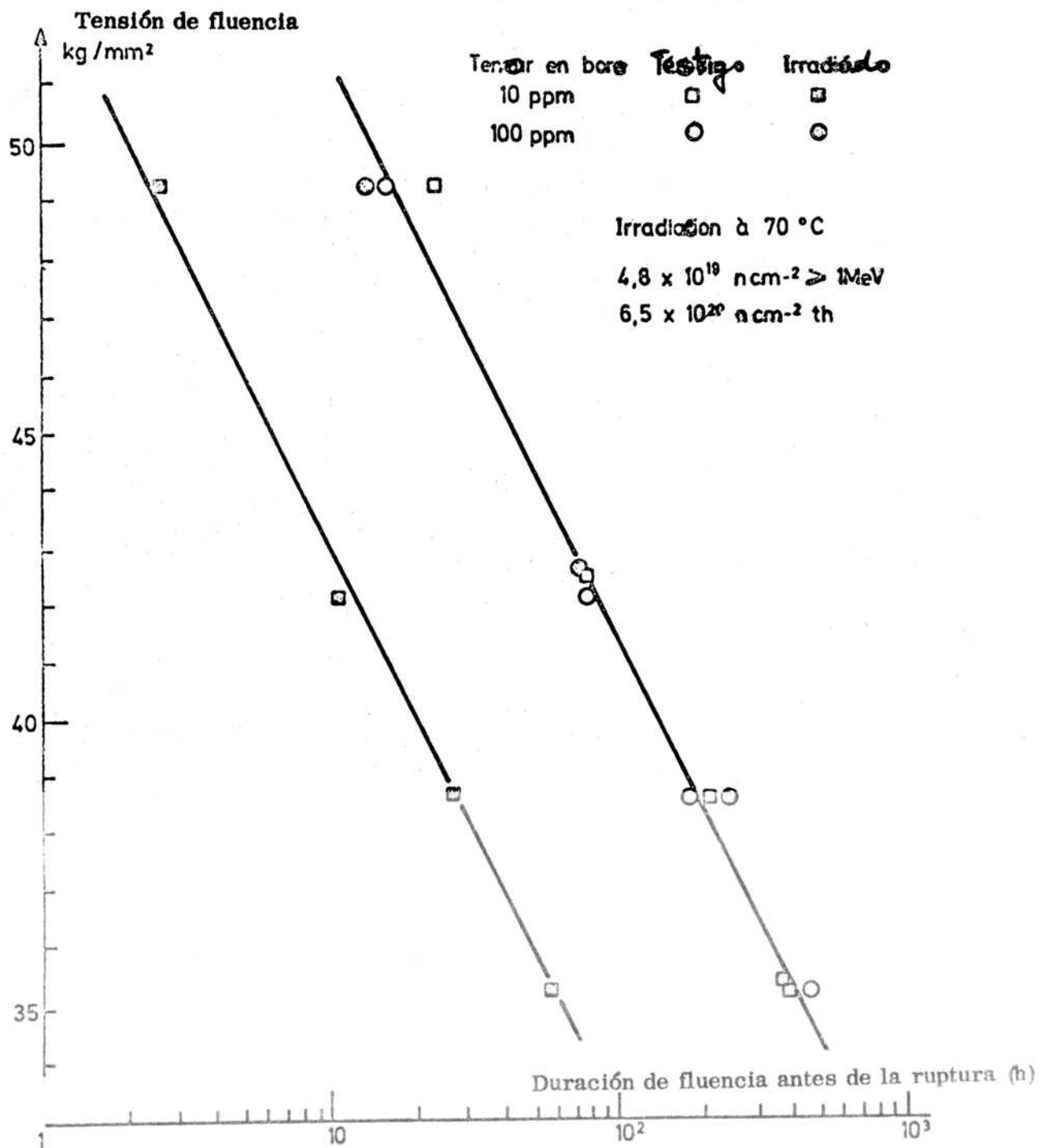
Crecimiento de las burbujas bajo tensión



Hinchazón de las aleaciones de U

Fluencia a 650°C de un acero inoxidable

A 206 : 15Cr-25Ni-Ti-Al



Según Woodford, Smith y Moteff

Fragilización a alta temperatura por irradiación - Rol del boro

