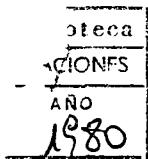


FABRICACION DE ALEACIONES DE Zr-Nb (0-10)% Y
PREPARACION DE PROBETAS DE USO EN LABORATORIO

J. C. Bolcich y H. Peretti

Div. Ciencia de Materiales
Centro Atómico Bariloche
Comisión Nacional de Energía Atómica



INTRODUCCION:

A los efectos de poder realizar estudios en aleaciones de Zr-Nb por su interés en la construcción de componentes para reactores (tubos de presión) y su posible extensión a otros elementos (vainas, tapones etc.) (1,2,3), se generó en nuestro laboratorio la necesidad de implementar las facilidades que permitieran la obtención de esas aleaciones en distintos porcentajes.

Dado que dicho estudio comprende: ensayos de deformación, observaciones con microscopía óptica y con microscopía electrónica, fue necesario obtener barras, botones y láminas delgadas respectivamente.

MATERIAL UTILIZADO:

En la preparación de las aleaciones se utilizaron fracciones de los siguientes materiales:

- Zirconio en esponja de pureza nuclear, prensado y sin prensar.
- Zirconio en lingote de pureza nuclear de 5 Kgr.
- Niobio en barra de 3mm. de diámetro de pureza 99.99%.

Las composiciones de las muestras fueron: Zr puro y Zr-Nb en concentraciones de (2,5-5-7,5-10)% en peso.

FUNDICION:

La fusión se realizó en un horno de arco de electrodo no consumible (tungsteno), sobre crisol de cobre refrigerado en una atmósfera de argón de alta pureza (4,5).

El horno de arco es alimentado por una fuente de soldadura tipo "TIG" con una corriente máxima de 300 Amp. El vacío se efectúa por medio de una bomba rotativa (10 micrones presión min.), purgándose con argón 2 ó 3 veces antes de establecer el arco. La presión de trabajo es de 40 Torr. aproximadamente. El crisol, consiste en un cilindro de cobre al cual se le ha maquinado una cavidad semiesférica en el centro de su cara superior, donde se funden los botones (fig.1). A ambos lados, hay dos cavidades longitudinales de sección semicilíndrica que hacen las veces de lingotera horizontal, donde se obtienen las barras. El material se refunde no menos de cuatro veces dando vuelta el botón cada vez con el fin de homogeneizar la aleación.

En algunos casos la esponja se fundió directamente mientras que en otros se prensó con una presión de 6000 Kgr/cm². Se observó que esta operación es conveniente para esponja poco compacta o muy porosa, consiguiéndose así un arco más uniforme y homogéneo.

Sin embargo, se pensó que el gas ocluido en las cavidades de la esponja prensado podía demorar más tiempo en desgasar y favorecer la contaminación gaseosa durante la fusión. Para verificar esto se utilizó el criterio de medición de microdureza, (6) ya que como es sabido, la tenacidad del Zirconio aumenta rápidamente con el incremento en el contenido de Oxígeno y Nitrógeno. Se realizaron mediciones comparativas de microdureza en botones fundidos a partir de esponja prensada y sin prensar, no habiéndose observado diferencias significativas en uno y otro caso. Además dichos valores de microdureza resultaron similares a los medidos en el lingote de 5 Kgr. y en una fracción refundida de éste.

SOLIDIFICACION:

Los botones obtenidos presentan una estructura de grano fuertemente dependiente de la geometría del crisol ya que éste condiciona la forma de extraer el calor del botón. Es así que se obtienen granos originales β alargados y paralelos al eje del crisol (fig.2).

En la parte inferior, que se encuentra en contacto con el crisol se forman granos originales β de menor tamaño, lo cual se explicaría porque la nucleación se ve favorecida por el sobreenfriamiento. Esta morfología es de importancia fundamental para la posterior laminación de los botones.

LAMINACION:

Para todas las aleaciones se ha comprobado que es muy difícil laminar directamente un botón tal como sale del horno de arco. Es necesario cortar una placa en planos paralelos al plano del dibujo de la fig.2 (paralelo al eje de simetría de revolución del crisol) y proceder a laminar según dicho eje de simetría. De esa manera se lamina en el sentido longitudinal de los granos.

Alterando esas condiciones geométricas de laminación se producen fisuras en el material.

De la manera descripta se puede laminar Zr. puro y aleaciones de 2.5% y 5% en peso de Nb. Los espesores mínimos alcanzados fueron de 0.20mm, desde aproximadamente 2mm. En Zr. 10% Nb. se consiguió laminar parcialmente la placa (aprox. un 15%) luego de templarla. La fase que así se obtiene es β (bcc) con precipitados ω siendo más fácil deformar en esta fase que en la hexagonal compacta presente en el material luego de fundir. Dichas fases se determinaron con observaciones de microscopía óptica y electrónica (7).

En Zr. 7,5% Nb. no fué posible laminar de ningún modo, ni siquiera después de templar la muestra, posiblemente debido a que en ese caso la aparición de fase ω para esa composición es máxima (8) relativa a la fase β .

OBSERVACIONES METALOGRAFICAS Y MEDICIONES DE MICRODUREZA:

Se efectuaron observaciones de la microestructura por medio de un microscopio REICHERT MeF, en botones de todas las composiciones enunciadas y con distintos tratamientos térmicos, a saber:

- Sin tratamiento térmico, es decir, como salieron del horno.
- Templados desde 1000°C y enfriando en agua a 0°C.
- Recocidos, calentando durante 3 horas a 800°C y enfriando lentamente en el horno

En b y c las muestras se encapsularon en vycor y en atmósfera de argón.

Utilizando el microdurómetro correspondiente al microscopio empleado se efectuaron en todas las muestras mediciones de microdureza. Para cada valor, se hicieron cuatro impresiones con cargas P de (30-50-70-100)grs. midiéndose las diagonales d resultantes, en micrones. Gráficamente log P vs. log d, se obtuvo por interpolación la carga P_{20} , correspondiente a una deformación standarizada $d=20\mu$

Se define la microdureza H a 20μ , por:

$$H_{20\mu} = \frac{1855 \cdot P_{20}}{d_{20\mu}^2}, \text{ donde poniendo P en gramos}$$

y d en micrones, resulta H en Kgr/mm^2 .

Los valores de microdureza así hallados se dan en el gráfico N.°1

MUESTRAS SIN TRATAMIENTO TERMICO:

En Zr puro y Zr 2,5% Nb la dureza es baja y del orden de 70Kgr.mm^2 . Este resul-

tado se explicaría debido a que la transformación de fase ocurre a altas temperaturas, donde la difusión es alta y de esa manera, las tensiones internas formadas en el material, disminuyen.

En las aleaciones con mayor contenido de Nb, la transformación de fase ocurre a temperaturas menores, formándose una estructura de Widmanstätten (9), (foto 1, Zr-7,5% Nb) sin relajación de tensiones lo que implica un aumento en los valores de dureza.

MUESTRAS TEMPLADAS:

En Zr puro y en aleaciones de (2,5-5-7,5)% de Nb; aparece una fase con características de martensita (10-11-12) (foto 2, Zr-5%Nb).

En Zr 10% Nb aparece la fase β .

La dureza para el Zr puro es de 190Kgr/mm²; luego en 2,5% y 5% Nb baja a 135/Kgr mm². Con microscopía óptica se observan placas de martensita. En Zr-7,5% Nb la dureza aumenta a 175Kgr./mm², ya que comienza a aparecer la fase β con precipitados ω y en Zr-10% Nb la dureza es mayor aún e igual a 190Kgr/mm² porque solamente aparece la fase β con precipitados ω (7).

MUESTRAS RECOCIDAS:

En Zr puro, la dureza es de 134Kgr/mm². Aparecen grandes granos α equiaxiales.

En las aleaciones, la dureza es menor y del orden de 75Kgr/mm²; excepto en Zr 5% Nb donde es mayor. En este caso la diferencia se explica debido a que el tamaño de la impresión (20 μ), es del orden del tamaño de los granos; mientras que en las demás aleaciones los granos son menores en tamaño y el endurecimiento por deformación es menor. Cuando efectuamos impresiones mas grandes, que abarcaron varios granos, la dureza medida en Zr 5% Nb era equivalente a las demás aleaciones.

Se observaron granos alargados (foto 3-Zr-Nb 5%)

AGRADECIMIENTOS:

Deseamos dejar expresado nuestro agradecimiento a la Div. Bajas Temperaturas por habernos facilitado el horno de arco y todas aquellas personas que han contribuido a llevar a cabo el presente trabajo, muy especialmente a Manfred Ahlers, Miguel Angel Audero y Ricardo Rapacioli por su permanente espíritu de colaboración.

REFERENCIAS:

1. C.Tyzac et al., J.Nuclear Materials 66 (1977) 163.
2. W.Evans, J.E.LeSurf and W.R.Thomas, AECL-2890, Chalk River, Ontario, 1967.
3. J.C.Bolcich, R.Rapacioli y M.Ahlers, VII Reunión Científica AATN, San Rafael (Mendoza), 1978 (primera presentación)
4. A.Leyt, CNEA-TE/41, Buenos Aires, 1970.
5. B.J.Holt, J.V.Diaz, J.G.Huber and C.A. Luengo, S-026/77, Instituto de Física Gleb Wataghin, Univ. Estadual de Campinas, Campinas, S.P.Brasil, 1977.
6. A.T.Churchman, Proc.Roy.Soc. A226 (1954) 216.
7. J.C.Bolcich, R.Rapacioli y M.Ahlers, Idem ref. (3), (segunda presentación).
8. D.J.Cometto, G.L.Houze, Jr., and R.F.Hehemann, Trans.Met.Soc. AIME, 233 (1965)30.
9. G.T.Higgins and E.E.Banks, Electrochemical Technology, 4 (1966) 341.
10. K.Holm, J.D.Embury and G.R.Purdy, Acta Met. 25 (1977) 1191.
11. P.D.Kaufmann, P.Danielson and E.F.Baroch, Zirconium in Nuclear Applications. ASTM STP 551, Am.Soc. for Testing and Materials, 1974, pp.52-62.
12. A.G.Mc Mullen and J.Gordon Parr, Canadian Metallurgical Quaterly, 4 (1965) 117.

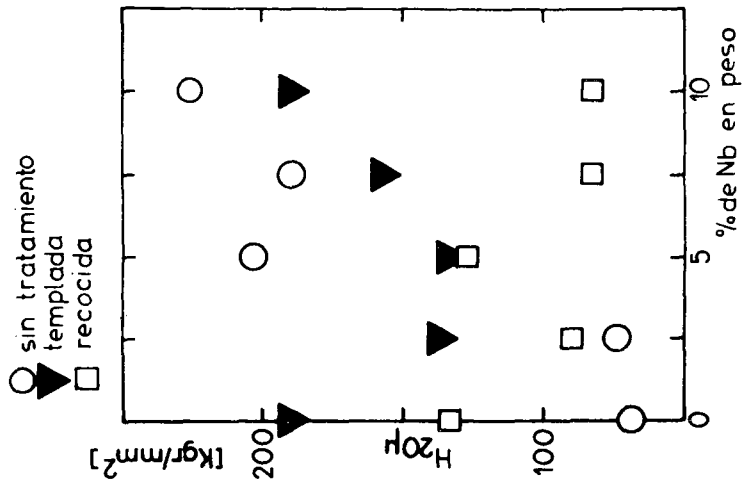


Gráfico 1

Microdureza $H_{20\mu}$ vs. composición para aleaciones de Zr-Nb con distintos tratamientos térmicos.

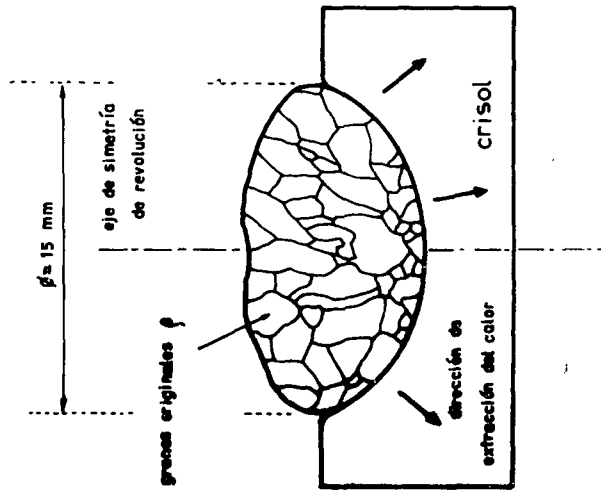


Figura 2

Macroestructura de solidificación en un botón de Zr-Nb, x5.

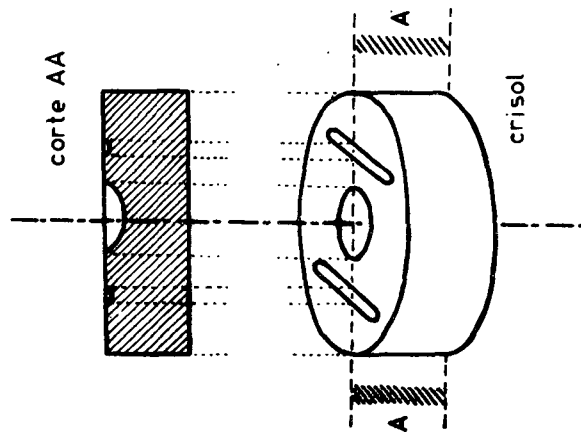


Figura 1

Crisol de cobre.



Foto 1.

Zr-7,5% Nb sin tratamiento, x80

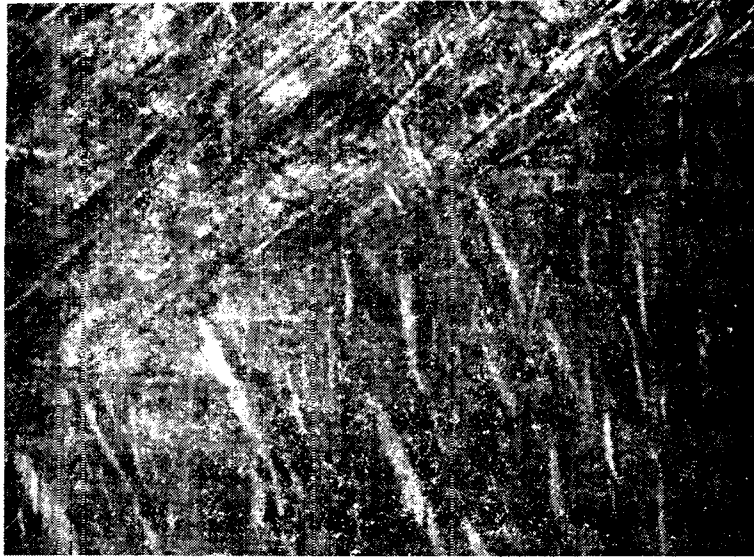


Foto 2

Zr-5%Nb templada, x450.

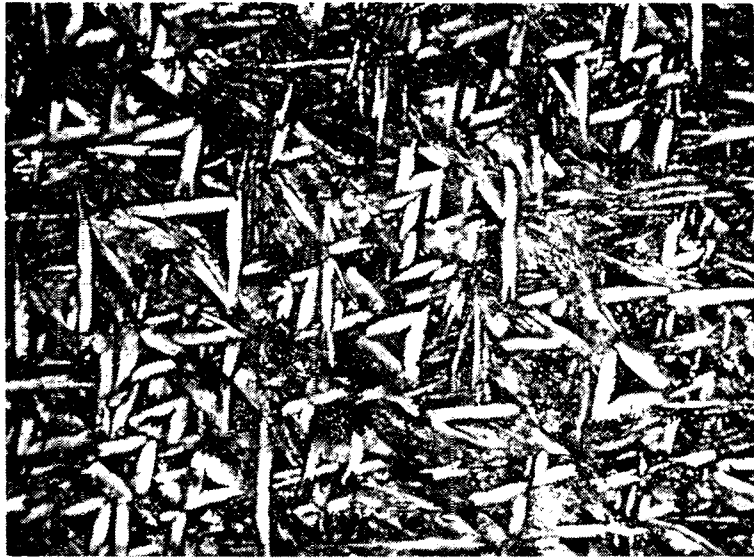


Foto 3

Zr-5% Nb recocida, x450.