



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

PROF. JORGE A. SABATO

**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN**

**COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA**

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

**EFFECTO DEL GRADO DE
DEFORMACIÓN PLÁSTICA Y
CICLOS DE TRATAMIENTOS
TÉRMICOS EN LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS DE Zr_{0.4}Y_{0.6}
RECRISTALIZADO**

Nicolás Litvack

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTIN
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
“Prof. Jorge A. Sabato”**

**Efecto del grado de deformación plástica y ciclos de
tratamiento térmico en las propiedades mecánicas del
Zircaloy-4 recristalizado^(*)**

Por Ing. Nicolás Litvack

Directores

**Dr. Abraham David Banchik
Ing. Daniel Bianchi**

^(*) Tesis para optar al título de Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales

República Argentina

2005



Resumen

El desarrollo de la textura cristalina en un producto depende, para un dado material, de su historia de fabricación. La evolución de la misma es el resultado de una combinación de patrones de deformación y ciclos térmicos aplicados en forma conjunta o separada.

En el presente trabajo, niveles de deformación plástica superiores al 50% y diferentes ciclos de tratamientos térmicos (en tiempos y temperaturas) han sido aplicados sobre productos planos y tubulares de Zircaloy-4. Mediante difracción de rayos X y la posterior obtención de figuras de polo directas se ha analizado la evolución de la textura cristalina para cada ruta de fabricación.

Se ha observado que niveles de deformación plástica superiores al 90% sin la aplicación de tratamientos térmicos intermedios, no modifica substancialmente el ángulo clásico de inclinación del polo basal respecto de la dirección normal/radial del producto final obtenido ($\phi \approx \pm 25^\circ$). Por el contrario, la aplicación de niveles intermedios de deformación plástica (50% – 60%) intercalados con más de dos tratamientos térmicos de recristalización, permite modificar el ángulo de inclinación del polo basal aproximando a este último a un ángulo $\phi \approx 0^\circ$ respecto de la dirección normal del producto final. Por otra parte, la modificación de la textura cristalina observada por difracción de rayos X se puso de manifiesto mediante la determinación de los coeficientes de anisotropía R y P.

Los resultados aquí obtenidos buscan tener una aplicación práctica directa en la fabricación de tubos de calandria sin costura endurecidos por textura cristalina.





Abstract

The development of crystallographic texture in a product depends, for a given material, of its fabrication history. In our case, the evolution of that texture results from a combination of cold working and thermal cycles applied together or separately.

In the present work, cold working levels ranging from 50% to approximately 90% and different heat treatment cycles has been applied to Zircaloy-4 sheets and tubes. Using X-ray diffraction techniques and the direct pole figure method, the evolution of crystallographic texture has been analyzed for each fabrication route.

We observed that cold working levels up to 90% without intermediate annealing heat treatment do not change significantly the classic angle between basal pole and the normal/radial direction of the product ($\phi \approx \pm 25^\circ$). Furthermore, the application of intermediate cold working levels (50% - 60%) and more than two intermediate annealing heat treatments exhibits a marked modification of the basal pole orientation. The basal poles appear now parallel to the normal direction ($\phi \approx 0^\circ$) of the product.

Additionally, the crystallographic texture change observed with X-ray procedures was evaluated by the measure of anisotropic parameters R and P.

The results here obtained will be use in the future as a basis for the design of a fabrication route capable to obtain in a HPTR process, seamless calandria tubes strengthened by crystallographic texture.



para Majo y mi familia

TABLA DE CONTENIDOS

Primera Parte: Marco Teórico

1. Introducción General

1.1. Introducción	2
1.2. Nuevas exigencias para el tubo de calandria	3
1.3. Condiciones de servicio de un tubo de calandria. Hacia un tubo de mayores prestaciones.	4
1.4. Endurecimiento por textura cristalina	5
1.5. Objetivo del presente trabajo	7

2. Mecanismos de Deformación en Circonio y Zircaloy

2.1. Introducción	10
2.2. Mecanismos de deformación en Circonio y Zircaloy	10
2.2.1. Sistemas de deslizamiento	10
2.2.2. Sistemas de maclado	11
2.2.3. Factores que influyen sobre los mecanismos de deformación	12
2.2.3.1. El factor de Schmid	12
2.2.3.2. Tensión de corte critica resuelta	15
2.2.3.3. Dependencia de las impurezas y elementos de aleación	15
2.2.3.4. Dependencia de la Temperatura de Deformación	16
2.2.3.5. Las condiciones de compatibilidad	16

3. Textura Cristalina y su Caracterización

3.1. Introducción	19
3.2. Tipos de textura cristalina	19
3.3. Representación de la textura cristalina	20
3.4. La figura de polos	21

3.4.1 Aspectos fundamentales	21
3.4.2. Obtención de la figura de polos (técnicas experimentales)	25
3.4.2.1. El método de reflexión	26
3.4.2.2. Interpretación de una figura de polos	28
3.5. Análisis cuantitativo de la textura cristalina	30
3.5.1. Angulo de máxima intensidad para el polo basal ($\phi_{\max}$)	30
3.5.2. El factor de textura F	30
3.5.3. El factor de textura f	31
3.5.3.1. Fundamentos del factor f	32

4. Texturas de Deformación y de Recristalización

4.1. Introducción	36
4.2. Texturas de deformación	36
4.2.1. Texturas de laminación en metales HCP	36
4.2.2. Texturas de deformación en Circonio y Zircaloy	37
4.2.2.1. Texturas de deformación en chapas	37
4.2.2.2. Texturas de deformación en tubos	40
4.3. Texturas de recristalización o de recocido	42

Segunda Parte: Desarrollo Experimental

5. Material de Trabajo y Equipos de Proceso

5.1. Caracterización del material de trabajo	45
5.1.1. Origen del material de trabajo	45
5.2. Equipo para tratamientos térmicos	48
5.3. Equipamiento para laminación de chapas y tubos	49
5.3.1. Laminación de chapas	49
5.3.2. Laminación de tubos	49
5.3.3. El proceso Roll Extrusion	50

6. Técnicas Experimentales en la Medición de Textura

6.1. Preparación de muestras para textura	53
6.1.1. Preparación de muestras a partir de tubos de calandria.	53
6.1.2. Preparación de muestras a partir de tubos de pequeño diámetro	55
6.1.3. Preparación de muestras a partir de chapas laminadas	55
6.2. Medición de textura – Equipamiento	56

7. Diseño de Rutas de Fabricación

7.1. Introducción	59
7.2. Desarrollo de rutas mediante la laminación de chapas	59
7.3. Diseño de una ruta en función del grado de deformación plástica aplicado	60
7.3.1. Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos	62
7.4. Diseño de una ruta en función del porcentaje de reducción por paso de laminación	67
7.4.1. Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos	67
7.5. Diseño de una ruta en función de la temperatura de recocido	70
7.5.1. Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos	70
7.6. Diseño de una ruta en función de la velocidad de calentamiento	73
7.6.1. Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos	74
7.7. Diseño de una ruta de fabricación en función de la aplicación de tratamientos térmicos intermedios	77
7.7.1. Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos	77
7.8. Resumen de los resultados obtenidos	83

8. Propiedades Mecánicas

8.1. Introducción	85
8.2. Deformación anisotrópica del tubo de calandria	86

8.2.1. Ecuaciones básicas de la teoría de plasticidad	86
8.2.2. Aplicación a un tubo de calandria	86
8.3. Medición de los índices de anisotropía	88
8.3.1. Ensayos de tensión uniaxial	88

9. Discusión de Resultados y Conclusiones

9.1. Introducción	93
9.2. Discusión de resultados	93
9.3. Conclusiones	108

Apéndice I

AI.1. Análisis Cuantitativo de las figuras de polos. Curvas de distribución de intensidades y cálculo del factor de textura de Kearns y Källström	110
AI.1.1. Cálculo del factor de textura f de Kearns	110
AI.1.2. Curvas de distribución de intensidades $I(\phi)$	111
AI.1.3. Cálculo del factor de textura F de Källström	118
AI.1.4. Curvas de distribución de intensidades $I(\phi)$	119

Apéndice II

AII.1. Medición del factor de textura f de Kearns mediante dilatometría diferencial	122
AII.2. Mediciones	123
AII.2.1. Equipamiento y material de trabajo	123
AII.2.2. Experiencias y Resultados	123
AII.3 Comentario sobre los resultados obtenidos	126

Referencias	130
-------------	-----

PRIMERA PARTE
MARCO TEORICO

1

INTRODUCCION GENERAL

1.1 Introducción

En la provincia de Córdoba, a 40 kilómetros de la localidad de Embalse, se encuentra instalado un reactor nuclear de uranio natural y agua pesada del tipo CANDU 6 (CANada Deuterium Uranium). Un esquema simplificado del canal de combustible de este reactor, destinado a la generación de energía eléctrica, se muestra en la figura 1.1.

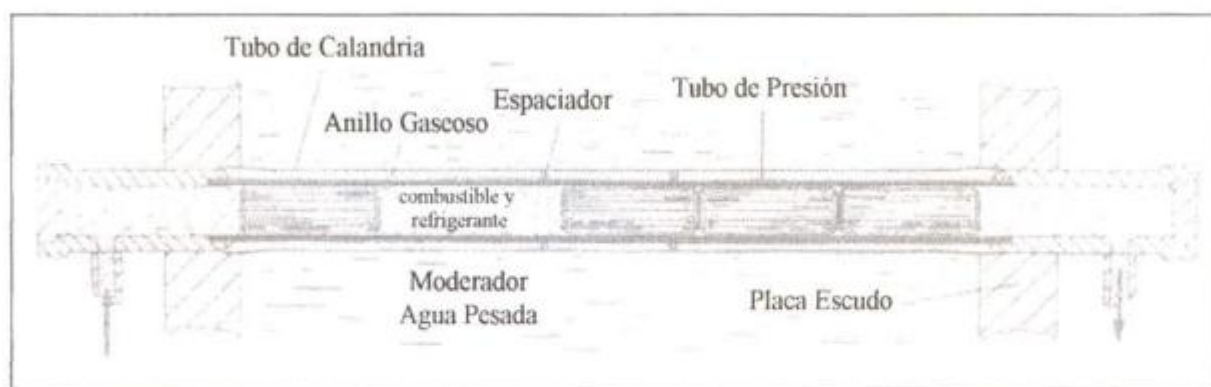


Figura 1.1. Esquema de un canal de combustible en un reactor tipo CANDU [7].

De acuerdo a este esquema de diseño, el tubo de calandria (TC) desempeña dos funciones principales [1]:

- aislar al tubo de presión (TP) del agua pesada que opera como moderador.
- controlar la deflexión de todo el canal de combustible que se inicia al cabo de unos pocos años a partir de la puesta en marcha del reactor.

Entre los tubos de presión y de calandria, existe un anillo gaseoso de CO_2 seco mantenido éste por cuatro separadores anulares llamados "garter springs". Los TC fueron fabricados originalmente a partir de una aleación a base de circonio, el zircaloy-2. En la actualidad, la aleación que se especifica para estos tubos es el zircaloy-4. En la tabla 1.1 se detalla la composición química nominal correspondiente a estas dos aleaciones.

Los TC actualmente en servicio en la central de Embalse, son tubos con costura, en estado de recocido de recristalización, obtenidos a partir de chapa laminada, posteriormente rolada a la forma de tubo y luego soldada. En su estado terminado, el TC mide 6 metros de largo, 132 milímetros de diámetro exterior y 1.42 milímetros en el espesor de pared. De acuerdo a sus diseñadores, la prestación en servicio de los mismos, ha sido excelente hasta el presente [2-3].

Aleación	Sn	O	Fe	Cr	Ni	Zr
Zircaloy-2	1.20 – 1.70	0.09 – 0.16	0.07 – 0.20	0.05 – 0.15	0.03 – 0.08	balance
Zircaloy-4	1.20 – 1.70	0.09 – 0.16	0.18 – 0.24	0.07 – 0.13	---	balance

Tabla 1.1. Composición química nominal de las aleaciones Zry-2 y Zry-4. Los valores informados corresponden a porcentajes en peso de cada uno de los elementos. Según Norma ASTM B350.

1.2 Nuevas exigencias para el tubo de calandria

Los TP diseñados como recipientes de presión Clase I funcionan bajo el concepto de "leak before break" [4]. Esto significa que basados en la ductilidad del material a partir del cual estos tubos son fabricados (Zr-2,5Nb), se espera poder detectar una fuga de fluidos antes de que se produzca la propagación de una fisura en forma inestable. En vistas de que tal premisa no fue satisfecha en el incidente acontecido en el año 1983 en la estación generadora nuclear Pickering [2], una serie de estudios fueron llevados a cabo a fin de analizar las consecuencias prácticas asociadas a la rotura de un tubo de presión en servicio. Una revisión de estos experimentos y modelizaciones, muestran la existencia de un considerable número de modos en los cuales el TP fallado y los elementos combustibles que se encuentran en su interior, pueden interactuar con el TC [4].

El incidente acontecido en el reactor Pickering antes mencionado, como así también aquel acontecido en el año 1986 en la estación generadora Bruce [2] motivaron la puesta en marcha, por parte de la agencia nuclear canadiense (AECL), de programas de estudio más profundos sobre el comportamiento mecánico del tubo de calandria frente a una posible falla del TP. El objetivo perseguido por estos programas es lograr que, si el TP falla en servicio, el TC pueda soportar sin inconvenientes la presión de trabajo del sistema de transporte de calor, como así también las interacciones que tendrían lugar entre el TC y el TP con todos los elementos que a este último lo componen. Si se tiene en cuenta que un reactor CANDU se compone de alrededor de 350 canales de combustible, estrechamente espaciados uno con otros, las ventajas económicas y operativas asociadas a un trabajo de contención por parte del TC ante un hipotético accidente, resultan más que evidentes.

1.3 Condiciones de servicio de un tubo de calandria. 'Hacia un TC de mayores prestaciones.

Durante el régimen normal de operación del reactor, las tensiones a las que se encuentra sometido el TC son relativamente bajas. No obstante ello, el peso de los componentes del canal de combustible (elementos combustibles, tubo de presión y agua del sistema de transporte de calor), dan como resultado la flexión y ovalización del TC [5]. La presión interna correspondiente al anillo de aislación térmica de CO₂ no produce mayores efectos, ya que esta es cercana a la presión atmosférica.

Las modelizaciones llevadas a cabo, señalan que en caso de rotura del TP, el agua correspondiente al sistema de transporte de calor llenaría el anillo gaseoso inicialmente como vapor. De esta manera el TC se vería presurizado hasta una presión estimada de 10 MPa [5]. Asimismo la temperatura del mismo se elevaría hasta unos 170°C (la temperatura del moderador es de $\approx 70^\circ\text{C}$ y la temperatura normal del fluido del TP es de $\approx 280^\circ\text{C}$). El TC se encuentra fijo en sus extremos a la llamada placa portatubos; de esta manera el estado de tensión durante un eventual accidente sería el correspondiente a uno de presurización con extremos fijos (solicitud biaxial) [2].

Durante los ensayos que simulan este tipo de condiciones, se observó que el TC fallaba invariablemente en el cordón de soldadura o en la zona adyacente al mismo, más precisamente en la llamada zona afectada por el calor [1-6]. Por esta razón los programas de investigación tendientes a mejorar las propiedades del TC frente a las solicitudes correspondientes a un eventual accidente, buscaron dicha mejora a través de varios posibles caminos [1]. Uno de estos caminos, era el de emplear un TC sin costura.

En el año 1991, AECL solicitó a CNEA (Argentina) la fabricación de tubos de calandria sin costura. La fabricación de estos tubos fue llevada a cabo con la colaboración de la empresa FAESA Argentina utilizando la tecnología HPTR (High Precision Tube Reducing) de origen ruso. Las experiencias de fabricación que se extendieron hasta 1996, dieron como resultado tubos de calandria sin costura de excelente calidad en función de los requerimientos exigidos por AECL al momento de su fabricación: terminación superficial, tolerancias dimensionales y propiedades mecánicas uniaxiales.

En el año 2000 y 2002, AECL publicó dos trabajos donde se compara las propiedades mecánicas biaxiales de los tubos fabricados por Argentina entre 1991 y 1996 con una nueva generación de tubos de calandria sin costura fabricados mediante un proceso llamado Roll Extrusion [3-7]. Estos trabajos muestran que bajo una solicitud del tipo biaxial, los tubos canadienses resisten un nivel de presión 20% superior al ser comparados en igualdad de

condiciones con los tubos nacionales (figura 1.2). La mejora de las propiedades mecánicas biaxiales que manifiestan los tubos canadienses se encuentra asociada, según consta en los trabajos publicados, a un fenómeno conocido como *endurecimiento por textura cristalina*. El mismo se explica a continuación.

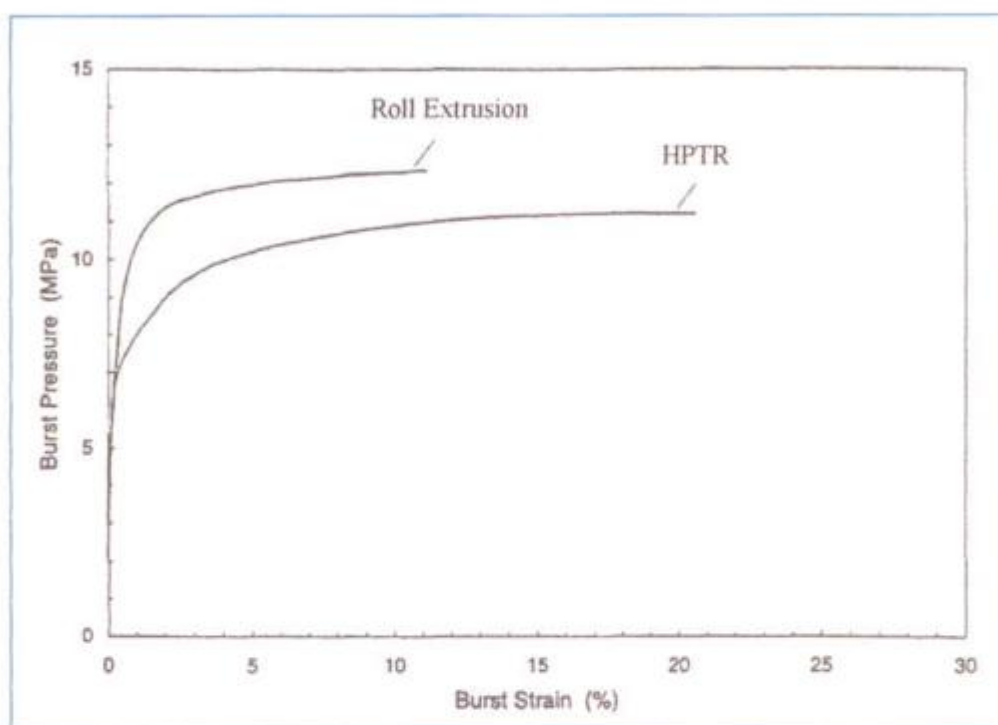


Figura 1.2. Ensayo de explosión en tubos de calandria. Comparación de propiedades mecánicas biaxiales entre un tubo procesado mediante HPTR y otro mediante Roll Extrusion [5].

1.4 Endurecimiento por textura cristalina

El Zry-2 y Zry-4 (tabla 1.1) son aleaciones base circonio empleadas para la fabricación de tubos de calandria y, como tales, se trata de materiales que poseen una estructura cristalina del tipo hexagonal compacta. Este tipo de estructura se caracteriza por tener no sólo un escaso número de sistemas de deformación sino que los mismos son particularmente asimétricos si se los compara con aquellos que poseen las estructuras cúbicas. Por esta razón, sus propiedades mecánicas resultan ser fuertemente dependientes de la textura cristalina desarrollada durante el proceso de fabricación del tubo. Se entiende por textura cristalina, una alineación preferencial de la red cristalina de varios de los granos que conforman un agregado policristalino. El siguiente ejemplo gráfico y sobre simplificado, será de utilidad para interpretar con mayor claridad lo dicho anteriormente.

Supongamos que se fabrica un tubo con las características de textura mostradas en la figura 1.3A y que sobre el mismo se lleva a cabo un ensayo en donde se aplica una presión interna (P_i) manteniendo fijos sus extremos.

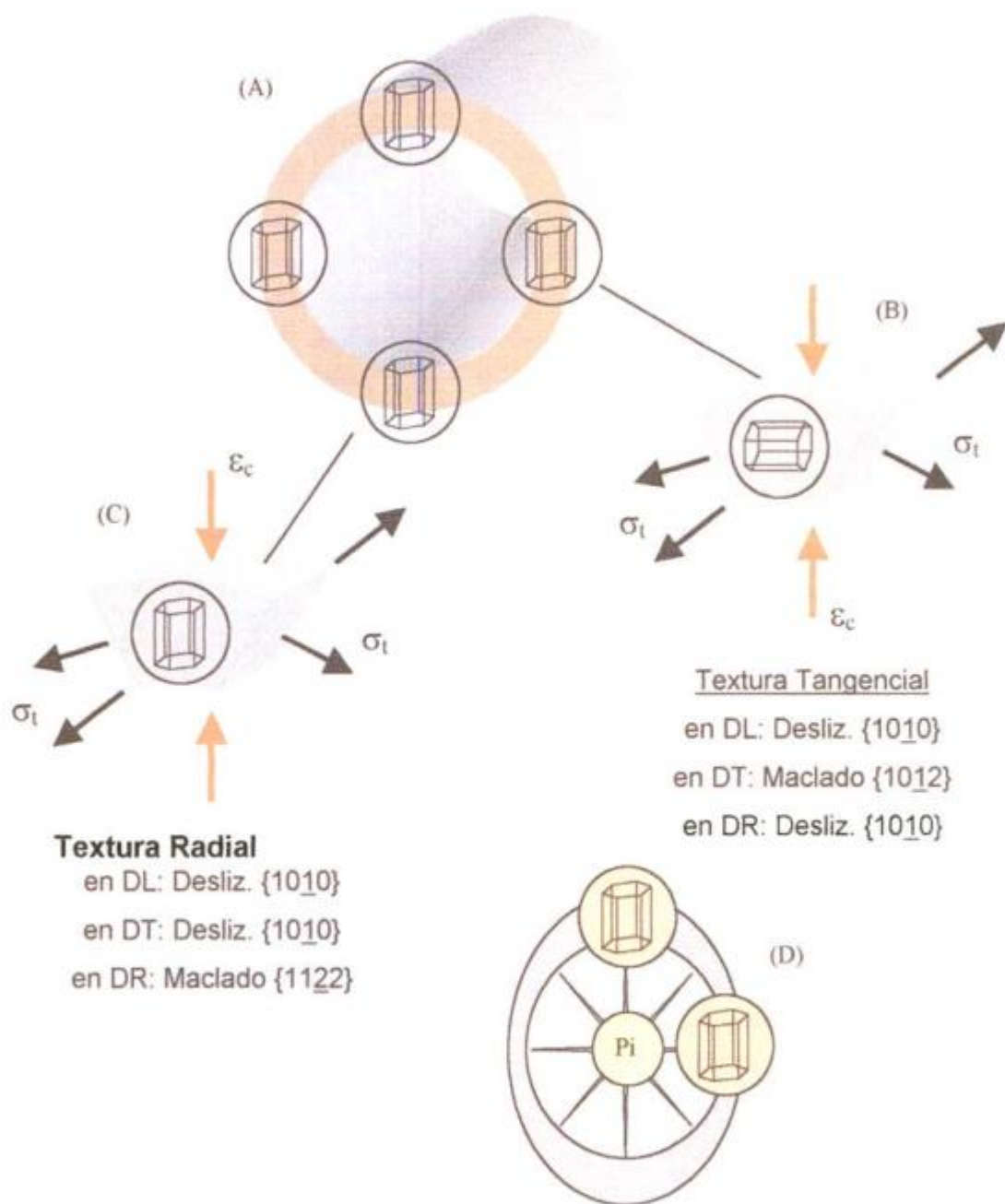


Figura 1.3. Endurecimiento por textura cristalina [8]. (A) Tubo fabricado con dos tipos distintos de textura cristalina. (B) Estado de tensiones sobre sección de tubo con textura tipo tangencial. (C) Estado de tensiones sobre sección de tubo con textura tipo radial. (D) Aspecto de la deformación macroscópica del tubo debido a la aplicación de presión interna P_i .

Debido a la aplicación de presión interna y a que como se dijo antes, se mantendrían fijos los extremos del tubo, el mismo será solicitado por tensiones de tracción tanto en la dirección longitudinal como en la dirección tangencial o circunferencial. Consecuentemente, como resultado de este estado de tensiones (biaxial), operará una deformación en compresión sobre la dirección radial del tubo (figura 1.3B y 1.3C). Sin embargo, dado que la orientación de las celdas hexagonales (red cristalina de los granos que conforman el tubo) no es la misma en toda su circunferencia, los sistemas de deformación actuantes no serán los mismos. En aquellos casos donde la textura cristalina se caracteriza porque la dirección normal al plano basal es perpendicular a la dirección radial del tubo (figura 1.3B), la deformación operará por un mecanismo de deslizamiento sobre los planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$. Por otra parte, en aquellos casos donde la textura cristalina se caracteriza porque la dirección normal al plano basal es paralela a la dirección radial del tubo (figura 1.3C), la deformación operará por un mecanismo de macla del tipo $\{11\bar{2}2\}$. De esta manera, el concepto de *endurecimiento por textura cristalina* se entiende al tener en cuenta que bajo una sollicitación biaxial, la tensión de corte crítica resuelta (tccr) correspondiente al mecanismo de macla $\{11\bar{2}2\}$ es 1.5 veces mayor que la tccr correspondiente al mecanismo de deslizamiento sobre los planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$. Puede decirse entonces que bajo una sollicitación de este tipo, las paredes del tubo con una textura tipo radial son más duras que aquellas con una textura tipo tangencial. Esto explica entonces la ovalización y localización de la deformación observadas en el tubo luego de realizar este tipo de ensayo (figura 1.3D).

1.5 Objetivo del presente trabajo

En la actualidad, se estudia la posibilidad de mantener operativa más allá de su plazo original de vida útil la Central Nuclear Embalse. Esto implica que será necesario el remplazo de componentes estructurales críticos. Uno de ellos es el canal de combustible compuesto por los tubos de presión y de calandria. Las rutas de fabricación empleadas en Argentina entre 1991 y 1996 para obtener tubos de calandria sin costura mediante el proceso HPTR dieron como resultado una textura cristalina que no explota al máximo la posibilidad del endurecimiento por textura. En este caso, la mayor parte de los cristales presentaban sus celdas hexagonales inclinadas aproximadamente $\pm 25^\circ$ respecto de la dirección radial del tubo (figura 1.4A). Por otra parte, y de acuerdo a los trabajos canadienses, los tubos fabricados mediante el proceso Roll Extrusion presentan la mayoría de los cristales con sus celdas hexagonales en coincidencia con la dirección radial (figura 1.4B) y por ende manifiestan un marcado endurecimiento por textura cristalina.

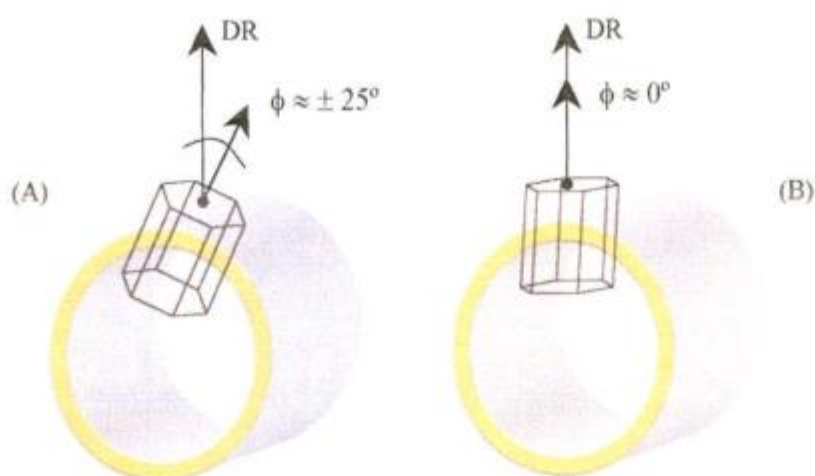


Figura 1.4. (A) Textura cristalina desarrollada en el proceso HPTR. (B) Textura cristalina desarrollada en el proceso Roll Extrusion.

En función de la potencial necesidad de nuevos tubos de calandria mejorados en sus propiedades mecánicas biaxiales a través del endurecimiento por textura, el objetivo del presente trabajo será el de estudiar cómo la textura cristalina es modificada por las distintas variables de proceso asociadas a la laminación y al tratamiento térmico de tubos sin costura fabricados con aleaciones de circonio y, en particular, con zircaloy-4. La información así obtenida, será aplicada al diseño de una ruta de fabricación capaz de obtener mediante el empleo de la tecnología HPTR (disponible localmente) tubos de calandria sin costura endurecidos por textura cristalina.

2

**MECANISMOS DE
DEFORMACION EN
CIRCONIO Y ZIRCALOY**

2.1 Introducción

Los metales con una estructura cristalina del tipo hexagonal compacta (hcp) poseen al compararlos con los metales de estructura cúbica, no sólo un escaso número de sistemas de deslizamiento, sino también, una distribución bastante asimétrica de los mismos. Como consecuencia de esto se tiene que:

- a) Los mecanismos de macla compiten con los de deslizamiento durante la deformación plástica, jugando los primeros un papel esencial dependiendo de las condiciones de deformación.
- b) El escaso número de sistemas de deslizamiento, su distribución asimétrica y las estrictas relaciones de orientación cristalográfica asociadas al maclado generan la formación de marcadas texturas de deformación.
- c) Si el material es tratado térmicamente luego de una operación de deformación, se obtiene también el desarrollo de una marcada textura de recrystalización.
- d) En función de la textura cristalina y de los mecanismos de deformación, las propiedades mecánicas se manifiestan altamente anisotrópicas.

2.2 Mecanismos de deformación en Circonio y Zircaloy

2.2.1 Sistemas de Deslizamiento

En la estructura alfa del circonio el deslizamiento tiene lugar, a temperatura ambiente y hasta aproximadamente 500°C, sobre los planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$ a lo largo de la dirección $a <1\bar{2}10>$. Asimismo, y sobre la misma dirección, se ha observado deslizamiento sobre el plano basal (0001) aunque sólo a elevadas temperaturas (figura 2.1A).

Por otra parte, en las regiones de elevada concentración de tensiones tales como bordes de grano, han sido detectados indicios de deslizamiento del tipo $\{10\bar{1}1\}$ en la dirección $[2\bar{1}10]$. Los sistemas de deslizamiento con componente en la dirección c han sido observados sólo bajo condiciones de elevada constricción y también a altas temperaturas de deformación. Se trata de aquellos que tienen lugar sobre los planos piramidales de primer y segundo orden $\{10\bar{1}1\}$ y $\{11\bar{2}1\}$ en una dirección $(c + a)$ (figuras 2.1B y 2.1C).

Al sistema primario de deslizamiento que opera en circonio y zircaloy lo conforman el plano prismático $\{10\bar{1}0\}$ y la dirección de deslizamiento $\langle 1\bar{2}10 \rangle$. Este sistema no contiene elementos que permitan deformación en la dirección c . Sin embargo dados los elevados niveles de ductilidad observados, otros mecanismos de deformación debe haber presentes para satisfacer el criterio de compatibilidad de Von Mises (ver 2.2.3.5).

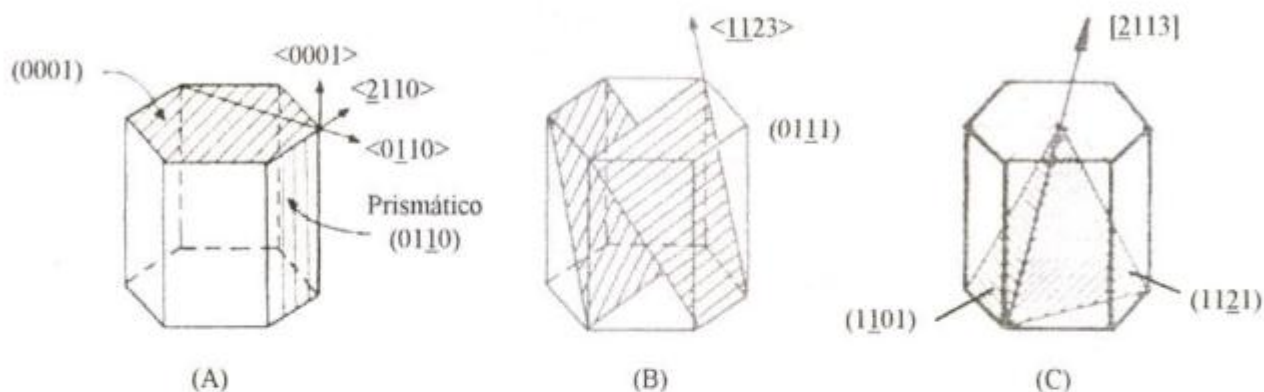


Figura 2.1. Sistemas de deslizamiento en circonio y zircaloy [8-9].

Dado que mecanismos como el deslizamiento de bordes de grano y maclado son considerados insuficientes debido a su pequeña contribución para con la deformación, el deslizamiento prismático con vectores de Burgers del tipo $(c + a)$ han sido repetidamente empleados para dar una explicación a la ductilidad observada [8-9].

2.2.2 Sistemas de Maclado

Bajo tensiones de tracción actuantes sobre la dirección paralela al eje c , maclas del tipo $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ son activadas. Bajo las mismas condiciones, aunque menos comúnmente, lo son las maclas del tipo $\{11\bar{2}1\} \langle 11\bar{2}6 \rangle$ (figura 2.2) [8-9].

Por otra parte, bajo tensiones de compresión actuantes sobre la dirección paralela al eje c , se ha observado la activación de maclas del tipo $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$. Mientras que a elevadas temperaturas las maclas observadas son del tipo $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$ (figura 2.2) [8-9].

Los mecanismos de macla, aun para el circonio, no permiten elevadas velocidades de deformación. Sin embargo éstos juegan un papel importante en la deformación global al permitir que sectores de la red incorrectamente orientados para que opere la deformación por sistemas de deslizamiento, sean reorientados hacia posiciones más favorables permitiendo de este modo mayores niveles de deformación.

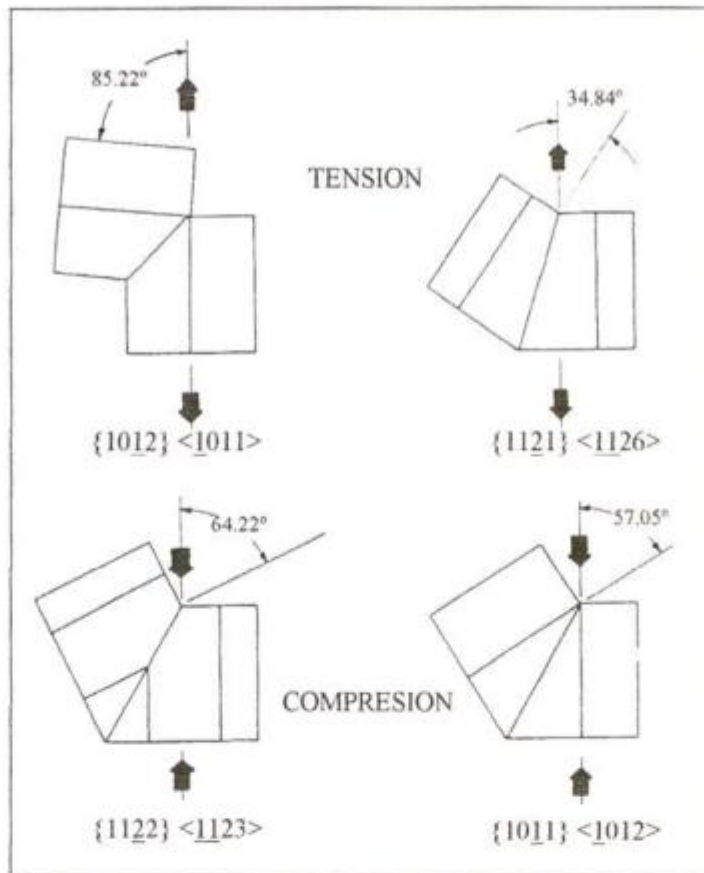


Figura 2.2. Sistemas de macla en circonio alfa. Rotación de la red asociada a la formación de la macla [9].

2.2.3 Factores que influyen sobre los mecanismos de deformación

Los siguientes factores deben ser tenidos en cuenta a fin de predecir sobre la actividad de uno u otro mecanismo (deslizamiento / maclado) de deformación [8].

2.2.3.1 El Factor de Schmid

El factor de Schmid es una relación puramente geométrica entre el modo de deformación correspondiente y la dirección del esfuerzo actuante.

$$\text{(Ley de Schmid)} \quad \tau = \frac{F}{A} \cdot \cos \phi \cdot \cos \lambda \quad (1)$$

En la figura 2.3 se encuentra representada la relación entre la tensión de corte resuelta operativa sobre el plano y la dirección de deslizamiento, la fuerza externa actuante, y las dimensiones del espécimen. En el dibujo, la dirección normal al plano de deslizamiento o plano de macla fue designada mediante $[h'k'l']$ dado que en las redes hcp los planos y direcciones que poseen los mismos índices de Miller-Bravais no son necesariamente normales entre sí. Una excepción de esto son los planos basal y prismático.

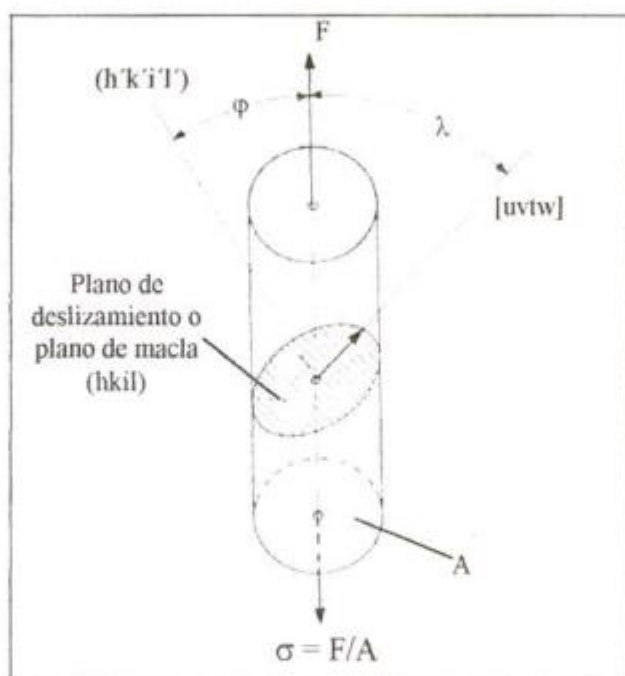


Figura 2.3. Relación angular entre la tensión de corte actuante en el sistema de deformación y la fuerza externa aplicada [8].

Donde:

τ = tensión de corte resuelta sobre el plano y la dirección de deslizamiento

F = fuerza externa aplicada

A = sección transversal del espécimen

ϕ = ángulo entre la normal al plano de deslizamiento y la dirección de la fuerza externa aplicada

λ = ángulo entre la dirección de deslizamiento y la dirección de la fuerza externa aplicada

μ = factor de Schmid = $(\cos \phi \cdot \cos \lambda)$

La misma relación es aplicada correspondientemente a la deformación por maclado, donde:

τ = tensión de corte resuelta sobre el plano de macla en la dirección de corte

φ = ángulo entre la normal al plano de macla (K_1) y la dirección de la fuerza externa aplicada

λ = ángulo entre la dirección de corte de macla (η_1) y la dirección de la fuerza externa aplicada

En los metales hcp, las tensiones de corte resuelta para los varios modos de deformación son fuertemente dependientes de la dirección de la fuerza externa aplicada; especialmente con respecto al eje c. Esta dependencia de orientación se ve ilustrada en la figura 2.4, la cual muestra los factores de Schmid para importantes modos de deslizamiento y maclado operativos en circonio para los rangos angulares entre el polo basal y la dirección de la fuerza externa aplicada que van de 0° a 90°.

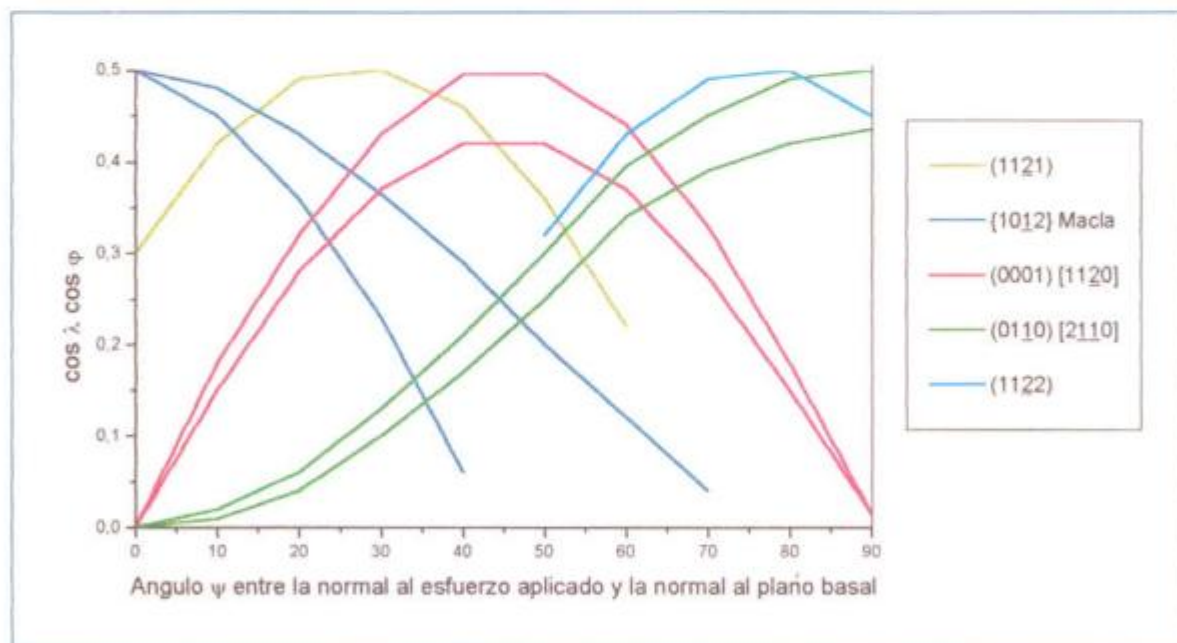


Figura 2.4. Dependencia del factor de Schmid para varios sistemas de deslizamiento y maclado en circonio según la orientación de la celda hcp [8].

Asimismo, respondiendo al bajo número de sistemas de deslizamiento, los metales hcp dentro de ciertas orientaciones, muestran una marcada tendencia a manifestar tanto endurecimiento como ablandamiento geométrico. Este comportamiento es causado sólo por

el cambio del factor de Schmid debido a una rotación de la red durante la deformación, siendo independiente entonces de las reacciones de dislocación.

2.2.3.2 Tensión de Corte Crítica Resuelta

Para un dado sistema de deformación, el deslizamiento tendrá lugar si la tensión de corte resuelta excede un cierto valor crítico. Este valor es conocido como la *tensión de corte crítica resuelta* (*tccr*) y constituye una propiedad del material que puede ser influenciada por la temperatura, impurezas, como también por la historia mecánica y térmica del material (velocidad de deformación y de recristalización).

Sobre varios metales hcp son llevadas a cabo experiencias con monocristales a fin de poder obtener la *tccr* en una escala macroscópica. Además de lo que más arriba se mencionó como factor influyente sobre la *tccr*, también tienen importante influencia tanto el método de ensayo como la precisión de las mediciones realizadas. Es por esta razón que las *tccr* citadas en la literatura varían ampliamente.

Para materiales policristalinos donde el valor del límite convencional de fluencia al 0.2% de deformación es dado en lugar de la tensión de corte crítica resuelta, debe decirse que es posible derivar este último valor tanto para los modos de deslizamiento como de macla, a través de ensayos de tracción o compresión de muestras texturadas. En la tabla 2.1 se citan algunos valores obtenidos por distintas referencias para circonio y zircaloy. Con el fin de eliminar imprecisiones asociadas al material y a la técnica de ensayo, se presentan en la misma, los cocientes correspondientes a las *tccr* derivadas para varios modos de deformación.

Material	Forma	Condición de ensayo a T ambiente	$\frac{t_{CRC}\{10\bar{1}2\}_{macla}}{t_{CRC}\{10\bar{1}0\}_{desliz}}$	$\frac{t_{CRC}\{11\bar{2}0\}_{macla}}{t_{CRC}\{10\bar{1}0\}_{desliz}}$	$\frac{t_{CRC}\{11\bar{2}2\}_{macla}}{t_{CRC}\{10\bar{1}0\}_{desliz}}$	ref
Zr (hcp)	---	---	1.50	---	2.00	10
Zircaloy-4	chapa	uniaxial	1.55	---	2.03	10
Zircaloy-4	tubo	biaxial	1.25	1.35	1.45	10

Tabla 2.1. Relaciones establecidas entre la *tccr* correspondiente a distintos sistemas de deformación en circonio y zircaloy.

2.2.3.3 Dependencia de las Impurezas y Elementos de Aleación

La t_{CCR} requerida para iniciar un modo de deformación puede verse influenciada por impurezas y elementos de aleación bajo la forma de solución sólida intersticial y sustitucional o de fases precipitadas. Los factores decisivos son: cambios en el espaciado interplanar, cambios en el campo de tensiones elásticas como consecuencia de distorsiones en la red y cambios en la energía de falla de apilamiento.

2.2.3.4 Dependencia de la Temperatura de Deformación

Lo que hasta ahora ha sido expuesto es aplicable para temperaturas del orden de la T ambiente. Sin embargo para temperaturas de trabajo considerablemente mayores o menores a esta última, es posible que ciertos modos de deformación puedan no operar o que nuevos modos se vuelvan activos. Por ejemplo, el maclado es un mecanismo preponderante frente al deslizamiento a bajas temperaturas de deformación. Sucede lo contrario para temperaturas más elevadas. En este caso, los factores decisivos son aquellos procesos térmicamente activados como la superposición de campos de tensiones elásticas causados por elementos de impureza y la coalescencia de las componentes de dislocaciones helicoidales para el deslizamiento cruzado.

2.2.3.5 Las Condiciones de Compatibilidad

Asumiendo que durante el proceso de deformación se mantiene el volumen constante, en un grano individual dentro de un agregado policristalino deben existir de acuerdo al criterio de compatibilidad de Von Mises, al menos cinco sistemas de deformación mutuamente independientes para asegurar la deformación de ese grano sin que aparezcan fisuras en los bordes del mismo. Estas condiciones de compatibilidad, que exigen la adaptación de la deformación en los bordes de grano y en otros elementos microestructurales similares, resultan en la superposición de tensiones tanto internas como externas. Este efecto, que se vuelve más pronunciado según el grano se hace más pequeño y la diferencia de orientación al grano vecino es mayor, hacen difícil estimar las tensiones resultantes responsables del inicio de un sistema de deformación como así también anticipar qué sistema particular es el que se va activar en un dado grano [11].

Para materiales policristalinos, Ashby [12], ha ilustrado la complicada interacción de dislocaciones que se produce a lo largo de los bordes de grano para evitar la formación de

pliegues y cavidades durante el proceso de deformación (figura 2.5). Las interacciones se vuelven aún más complejas si se incluye como mecanismo de adaptación las reacciones de macla que se dan en los materiales hcp.

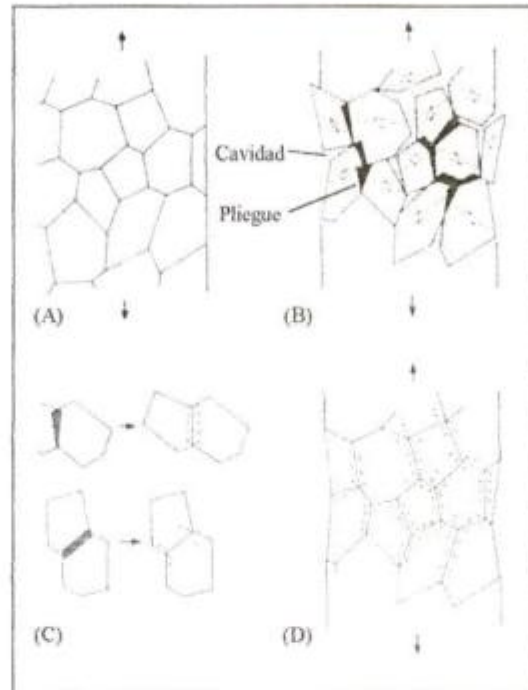


Figura 2.5. (A) Modelo de deformación para un material policristalino. (B) Formación de pliegues y cavidades debido a la activación de un único sistema de deformación. (C y D) Adaptación de la deformación mediante la introducción de dislocaciones [12].

3

**TEXTURA CRISTALINA
Y SU
CARACTERIZACION**

3.1 Introducción

La presencia de textura cristalina en un material policristalino, implica la existencia de una distribución preferencial de los granos que conforman al policristal. La textura, no tiene en cuenta la forma de los granos, sino la distribución en orientaciones de los mismos dentro del material [13]. Para dar un ejemplo sobre esto último, en las figuras 3.1A y 3.1B se muestran dos formas completamente distintas de granos que poseen una misma textura cristalina relativa a la alineación de sus planos basales (0002).

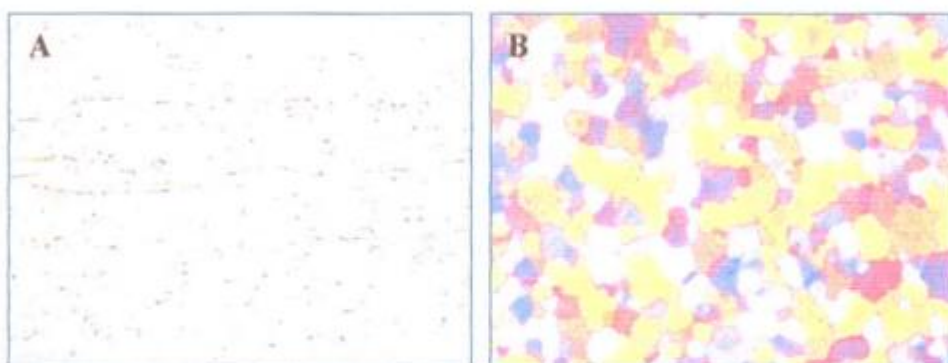


Figura 3.1. (A) Granos alargados en la dirección de laminación de una chapa de Zry-4 (B) mismo material luego de un recocido de recristalización (granos equiaxiados). La posición de los polos basales (0002) dista aproximadamente $\pm 30^\circ$ respecto de la dirección normal de la chapa en ambos casos.

3.2 Tipos de Textura Cristalina

En general, se pueden clasificar dos tipos de textura: *fibra* y *chapa* [13-14]. La primera de ellas, *de fibra*, exhibe una simetría rotacional alrededor de un eje. Idealmente, una sola dirección cristalográfica en cada grano se encuentra alineada a una dirección dada de la muestra (figura 3.2A). A esta dirección se la conoce como eje de fibra. Ejes de fibra pueden ser la dirección de crecimiento de granos columnares en una pieza fundida, el eje de simetría de un alambre trefilado o también la dirección normal a la superficie de una chapa comprimida o laminada. En todos los casos, los granos se encuentran alineados al azar sobre el plano que es normal al eje de fibra. El segundo tipo de textura, *de chapa*, exhibe tres planos de simetría mutuamente perpendiculares. Si bien este tipo de textura es comúnmente observado en chapas laminadas, la misma no es exclusiva a este tipo de productos sino que es también observada por ejemplo en tubos extrudados. Son dos los parámetros empleados para describir este tipo de textura: un plano del espécimen que coincida con uno de los tres planos de simetría y una dirección de simetría contenida en

dicho plano. En el caso de chapas laminadas, tanto el plano como la dirección de laminación son adoptados como parámetros de referencia. Así por ejemplo, la designación $\{hkil\} \langle uvtw \rangle$ corresponde a la llamada **componente de textura** de una chapa laminada la cual indica que los granos poseen el plano de la familia $\{hkil\}$ paralelo al plano de laminación y la dirección $\langle uvtw \rangle$, coplanar a esta familia, paralela a la dirección de laminación (figura 3.2B). En adelante, y dada la naturaleza de nuestro trabajo, nos referiremos sólo al segundo tipo de textura.

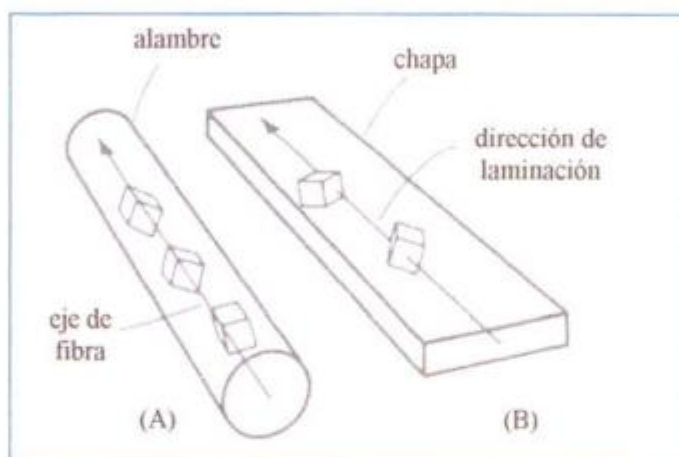


Figura 3.2. Tipos de textura. (A) Textura tipo fibra; (B) textura tipo chapa [13].

Por otra parte, en la literatura, la textura cristalina suele estar clasificada dentro de otros dos subgrupos [9]. Estos se corresponden con las llamadas "texturas de deformación" y "texturas de recristalización o de recocido". En el siguiente capítulo se profundizará sobre esto último.

3.3 Representación de la Textura Cristalina

La textura cristalina puede ser evaluada utilizando métodos semi-cuantitativos o cuantitativos. El primero de ellos se refiere a la determinación de las denominadas figuras de polos (FDP). El segundo consiste en la evaluación de la Función Distribución de Orientaciones Cristalinas (FDOC).

La interpretación de la distribución de orientaciones preferenciales, o componentes de textura, presentes en un policristal, se puede asociar en términos de las orientaciones de un monocristal equivalente. Ello implica que, para chapas o tubos laminados, se pueda describir una componente de textura $\{hkil\} \langle uvtw \rangle$, de manera tal que los planos $\{hkil\}$ son

paralelos a la superficie de la muestra y una dirección $\langle uvw \rangle$, en esos planos, es paralela a una dirección principal de la muestra (por ejemplo, la dirección de laminación en el caso de chapas).

El método de la figura de polos, es la técnica que permite mediante difracción de rayos X, dar una descripción completa de la distribución de las intensidades difractadas medidas para una dada familia de planos difractantes $\{hkl\}$, con respecto a una terna de ejes fija a la muestra. Mediante el estudio de dos o más figuras de polos, correspondientes a un mismo material, se puede dar una buena descripción de la distribución de las orientaciones preferenciales de los granos en el material y obtener una representación aceptable de las componentes principales de textura.

La información que se obtiene a partir de una figura de polos es semi-cuantitativa, en el sentido que cada orientación preferencial tiene asociado un valor de densidad de polos, el cual está representado por la relación entre las intensidades difractadas por la muestra con textura y aquellas correspondientes a una muestra patrón sin textura. Por otra parte, para efectuar un análisis cuantitativo a fin de obtener los valores de las fracciones en peso y la dispersión de cada componente de textura, se puede utilizar la denominada Función Distribución de Orientaciones Cristalinas (FDOC). Dicha función puede ser obtenida a partir de un tratamiento matemático de los resultados experimentales obtenidos de las figuras de polos.

Dentro de los objetivos de nuestro trabajo, la figura de polos medida por difracción de rayos X, fue utilizada como técnica para representar y describir la textura cristalina de los productos planos y tubulares de Zry-4 obtenidos. El cálculo de los factores de textura (3.5.3) a partir de las figuras de polos, resultó un método satisfactorio para el análisis de la evolución de la textura y la correlación entre dichos factores y las propiedades mecánicas del material cuando éste fue sometido a distintos procesos termomecánicos.

3.4 La Figura de Polos

3.4.1 Aspectos Fundamentales

La orientación de un plano cristalino puede ser representada por la orientación de su normal. Así, todos los planos en un cristal pueden ser representados mediante una serie de normales emanando desde algún punto dentro de este cristal. Si una esfera de referencia es descrita en torno a este punto (figura 3.3), las rectas normales intersectarán la superficie de la esfera. Estos puntos de intersección son llamados *polos*, y sus posiciones dependen

de la orientación del cristal. Los polos pueden luego ser proyectados sobre un plano normal a cualquier diámetro seleccionado de la esfera empleando el extremo diametralmente opuesto como punto de proyección. A este plano de proyección se lo conoce con el nombre de *proyección estereográfica* y es usada como medio para ilustrar la textura cristalina a través de la llamada figura de polos [15].

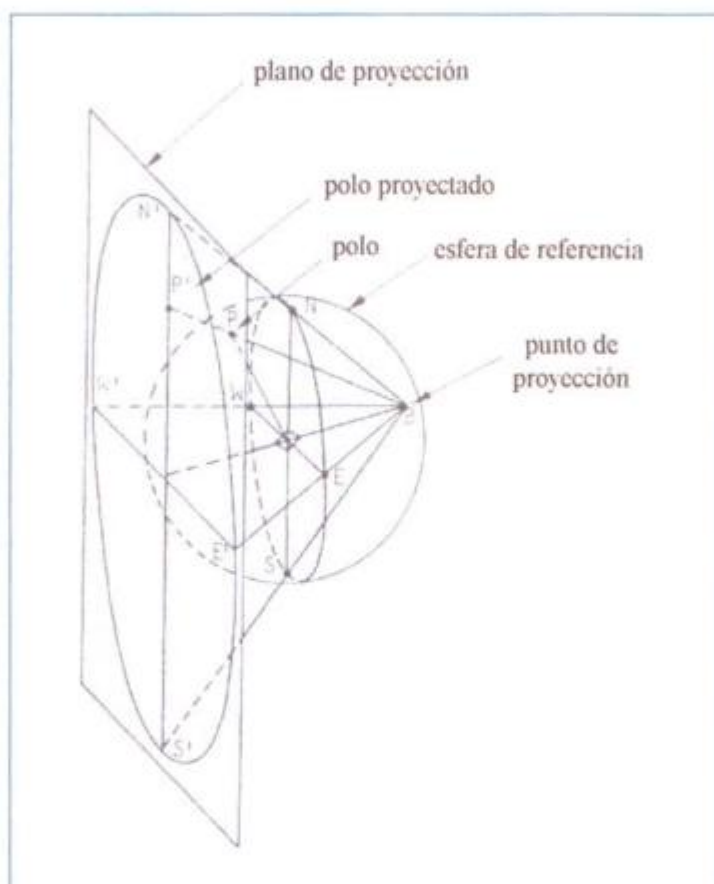


Figura 3.3. Proyección estereográfica [15].

De acuerdo a lo introducido en el párrafo anterior, la figura de polos directa está representada por una proyección estereográfica en el plano de la muestra, donde se encuentra la distribución de direcciones normales (llamadas polos) a una familia específica de planos cristalinos. Los ejes de la proyección estereográfica corresponden a los tres ejes principales de la muestra (figura 3.4). Si la muestra es una chapa, estos ejes serán: la dirección normal (DN), la dirección transversal (DT) y la dirección longitudinal o de laminación (DL). Si la muestra es un tubo, los ejes serán: la dirección radial (DR), la dirección tangencial (DT) y la dirección longitudinal o de laminación (DL). Por lo general, el centro de la proyección coincide con la dirección normal o radial, según se trate de una chapa o de un tubo.

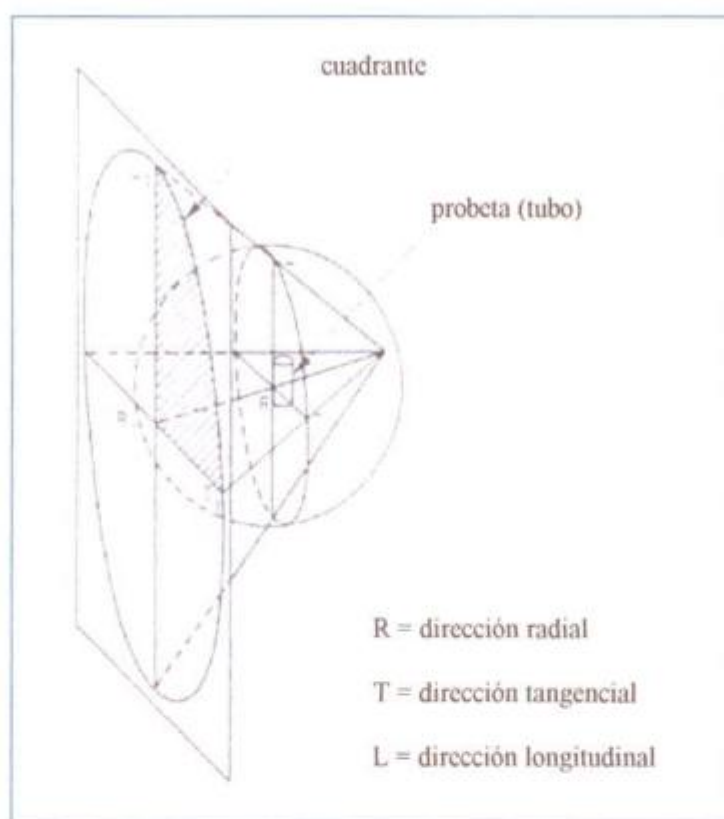


Figura 3.4. Direcciones de referencia proyectadas desde un tubo para ilustrar un cuadrante de la figura de polos directa [15].

Experimentalmente, la figura de polos es obtenida a partir de una experiencia de difracción de rayos X. La difracción de rayos X es regida por la conocida ley de Bragg:

$$\lambda = 2.d_{hkl} \cdot \sin \theta \quad (1)$$

donde:

λ = longitud de onda de los rayos incidentes sobre el material

d_{hkl} = espaciado cristalino entre planos de la familia $\{hkl\}$

θ = ángulo formado entre el haz incidente y la familia de planos $\{hkl\}$

Teniendo en cuenta que la intensidad difractada en una dirección, por los planos de la familia $\{hkl\}$ que satisfacen la ley de Bragg, es proporcional al número de ellos (figura 3.5), la textura cristalina puede ser expresada en forma cuantitativa por medio del llamado *coeficiente de textura* (CT) [15-16]. Este coeficiente se define como el cociente entre el número de planos cristalinos difractantes de un dado tipo y orientación presentes en la muestra analizada y el número de planos cristalinos difractantes de ese mismo tipo pero

presentes en una muestra especialmente preparada, con orientaciones completamente al azar (muestra sin textura).

$$CT_{(hkl)} = \frac{N_{(hkl)}}{N_{R(hkl)}} \quad (2)$$

donde:

CT = coeficiente de textura para planos cristalinos de un dado tipo y orientación

$N_{(hkl)}$ = número de planos cristalinos del tipo (hkl) con una dada orientación en la muestra con textura.

$N_{R(hkl)}$ = número de planos cristalinos del tipo (hkl) en una muestra con orientaciones al azar (sin textura).

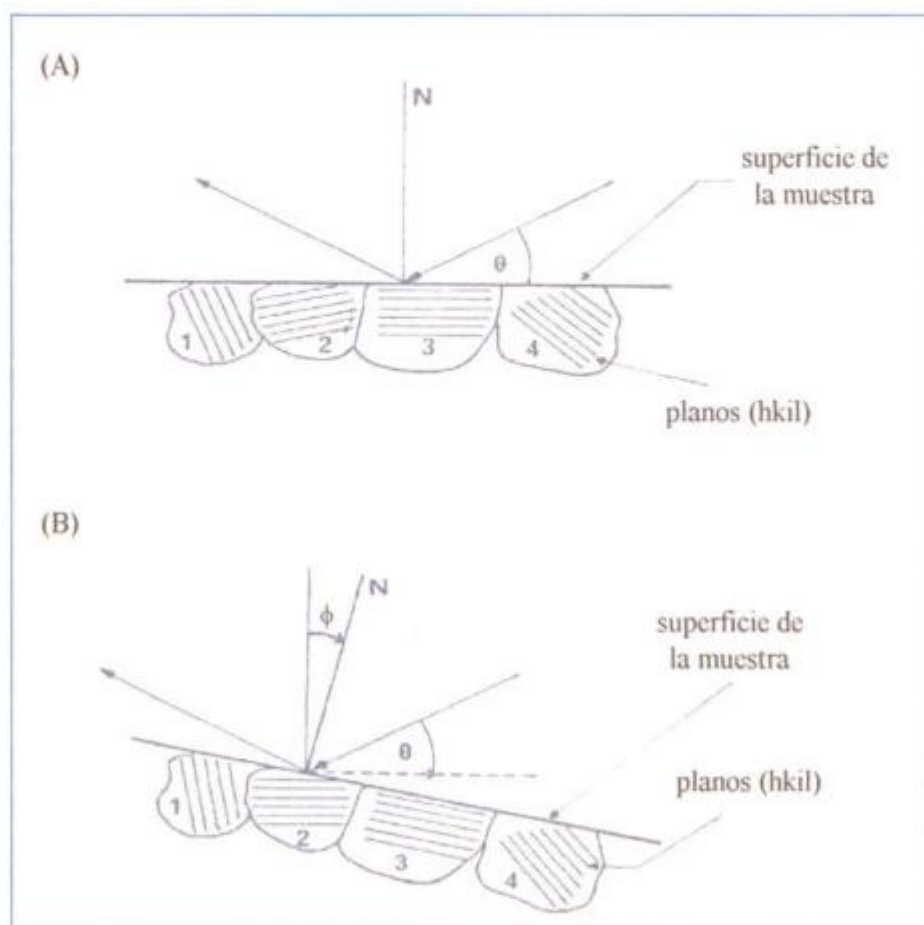


Figura 3.5. Difracción de rayos X en un policristal. (A) el grano 3 posee una familia de planos que contribuye a la difracción; no ocurre lo mismo con los granos 1, 2 y 4. (B) al rotar la muestra un ángulo ϕ el grano que contribuye ahora a la difracción es el número 2 [16].

Como se dijo anteriormente, la intensidad difractada es proporcional al número de planos que satisfacen la ley de Bragg en un dado momento, por lo tanto el CT puede ser expresado como:

$$CT_{(\alpha,\phi)} \approx \frac{I_{(\alpha,\phi)}}{I_{R(\alpha,\phi)}} \quad (3)$$

donde:

$I_{(\alpha,\phi)}$ = intensidad difractada por la muestra con textura ubicada en la posición angular (α,ϕ) .

$I_{R(\alpha,\phi)}$ = intensidad difractada por la muestra sin textura ubicada en la posición angular (α,ϕ) .

α = ángulo de rotación de la muestra ($0^\circ \rightarrow 360^\circ$) alrededor de un eje normal a la misma. (figura 3.6).

ϕ = ángulo de rotación de la muestra ($0^\circ \rightarrow \pm 90^\circ$) alrededor de la dirección transversal, (figura 3.6) medido a partir de un eje normal a la superficie de la muestra.

En el uso práctico de la figura de polos, es bastante común hablar de "*intensidad normalizada*" o de "*densidad de polos*" para referirse a lo que más arriba definimos como coeficiente de textura. Densidad de polos igual a la unidad significa que en la dirección correspondiente no hay orientaciones preferenciales; por otra parte valores mayores a 1 corresponden a una orientación preferencial de los cristales según determinadas direcciones principales de la muestra. Valores menores que la unidad indican una distribución de orientaciones al azar con respecto a la muestra.

3.4.2 Obtención de la figura de polos (técnicas experimentales)

Para obtener una figura de polos completa, es necesario superponer dos técnicas de difracción de rayos X. La técnica de transmisión, desarrollada por Decker, Asp y Harker [16-17], permite obtener las zonas periféricas de la figura ($\approx 30^\circ < \phi \leq 90^\circ$). Por otra parte, la técnica de reflexión desarrollada por Schulz [16-17] permite obtener la zona interior de la figura de polos ($0^\circ < \phi \leq \approx 75^\circ$); siendo ϕ el ángulo de inclinación o de rotación de la muestra, medido a partir de su normal.

La técnica de transmisión, es empleada actualmente con poca frecuencia debido a las complicaciones que implica la necesaria preparación de láminas delgadas. Por otra parte la técnica de reflexión, presenta una limitación de tipo geométrica entre el haz de rayos X y la muestra cuando se incrementa más allá de 75° el valor de ϕ . Esta limitación se manifiesta

como un fenómeno de desfocalización sencillamente porque el haz, al incrementarse ϕ , tiende a quedar paralelo a la muestra.

Para evitar el empleo de la técnica de transmisión, dos aproximaciones han sido adoptadas [18]: en primer lugar, Schulz reconoció que en el método de reflexión, el volumen de difracción y absorción permanece constante independientemente del ángulo de inclinación. Respecto a esto, no es necesario aplicar corrección alguna. En segundo lugar Chernock y Beck en 1952, mostraron que la desfocalización geométrica puede ser minimizada mediante una correcta alineación de la muestra, disminuyendo el ancho de la rendija de emisión del haz e incrementando el ancho de la rendija de recepción. Actualmente con los equipos y software que permiten efectuar las correcciones adecuadas, se efectúan los cálculos para corregir la desfocalización geométrica, y de ésta manera se pueden considerar ángulos de inclinación del orden de 85° para muestras del tipo planas. En el desarrollo de nuestro trabajo, sólo la técnica de reflexión ha sido empleada para obtener las figuras de polos.

3.4.2.1 El Método de Reflexión

El método descrito, fue desarrollado y publicado por Schulz en 1949 [16-17]. Requiere una muestra plana, de suficiente grosor, de tal manera que al ser rotada, la absorción y el volumen efectivo de difracción permanecen constantes. En el caso particular de tubos, las técnicas experimentales posibilitan la obtención de muestras planas.

Durante el estudio, la muestra puede realizar dos movimientos de rotación: alrededor de la normal a su superficie (ángulo α) y alrededor de la dirección transversal (ángulo ϕ). El montaje y los movimientos se esquematizan en la figura 3.6. En la posición inicial ($\phi = 0$) la normal a la muestra bisecta al ángulo formado entre el haz incidente y el difractado hacia el contador (figura 3.7), por lo tanto coincide con la normal de los planos $\{hkl\}$ difractantes. La intensidad registrada es en este caso la correspondiente al centro de la figura de polos. Al inclinar la muestra un ángulo ϕ , la rotación según el ángulo α corresponde a explorar un círculo concéntrico mayor de la figura de polos.

El sistema de colimación del equipamiento hace que el haz incidente irradie una zona rectangular muy angosta de la muestra. Para obtener una mejor estadística de la intensidad difractada se agrega a la muestra un movimiento de oscilación paralelo al plano de la misma; se obtiene así información de una zona mayor sobre la cual se promedian las intensidades registradas y además se reducen posibles efectos de muestras con tamaño de grano grande.

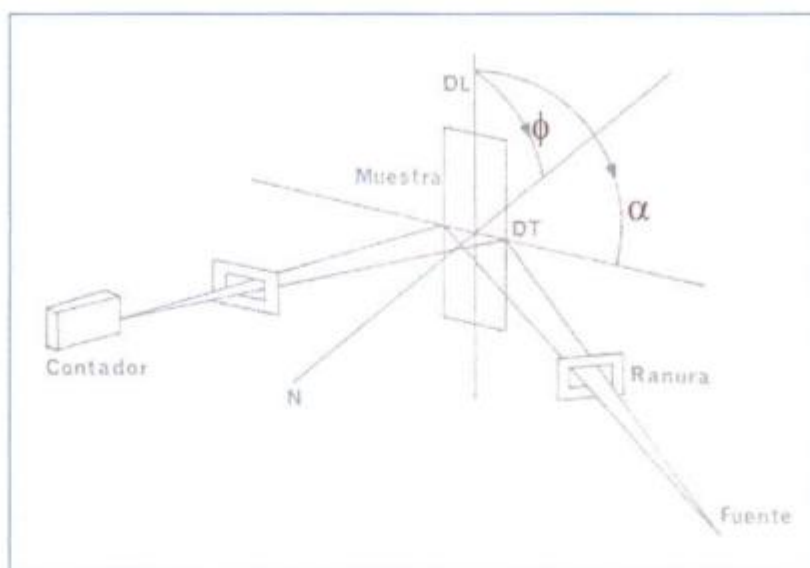


Figura 3.6. Método de reflexión. Esquema del montaje y de los movimientos de rotación de la muestra [16].

Como fue expresado en 3.2.1, la figura de polos se representa en el referencial muestra, (DL, DT, DN) para el caso de chapas y (DL, DT, DR) para el caso de tubos, tal como se muestra en la figura 3.8. El valor de ϕ correspondiente a cada círculo representa al ángulo entre DR y la normal al plano difractante. Por otra parte cada círculo concéntrico, en si mismo, representa la rotación de la muestra alrededor de su normal (ángulo α).

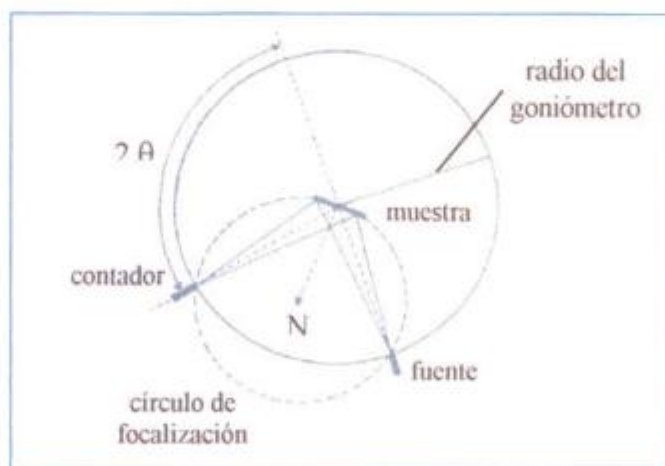


Figura 3.7. Geometría de focalización del goniómetro [16].

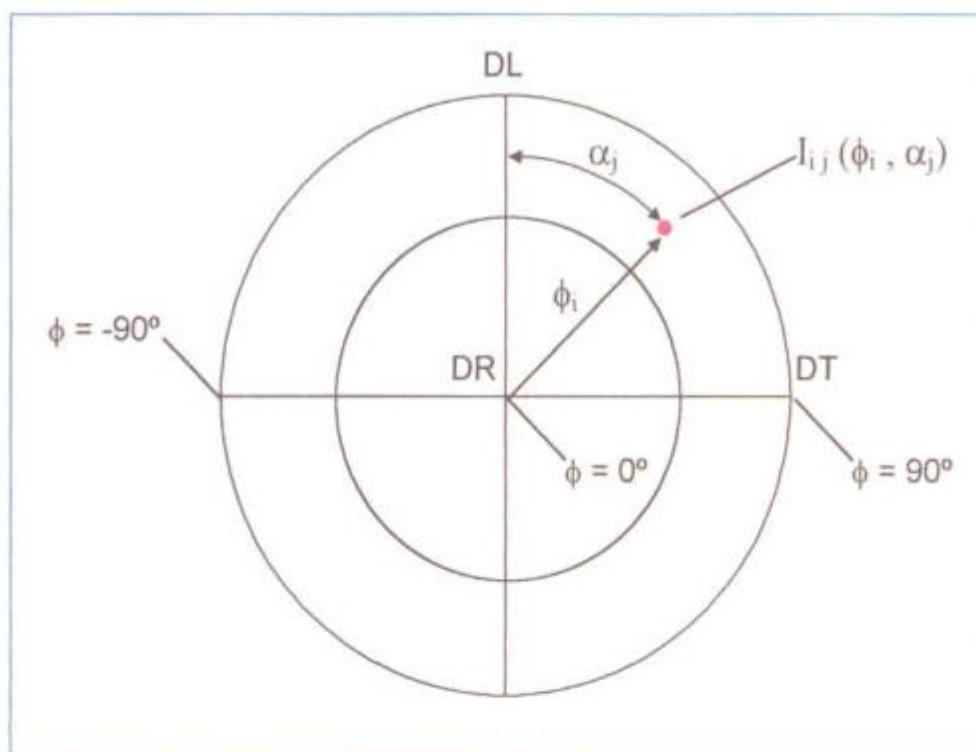


Figura 3.8. Representación básica de una figura de polos

3.4.2.2 Interpretación de una figura de polos

La figura 3.9 esquematiza la orientación cristalina característica que presenta una chapa de Zry-4 luego de haber sido deformada en frío. En la figura 3.10 se presenta la figura de polos experimental correspondiente al plano basal (0002) obtenida para la chapa esquematizada en la figura 3.9. Las líneas de nivel que se aprecian en la misma, unen puntos de igual densidad de polos o, lo que es lo mismo, intensidad normalizada. Desde un punto de vista cualitativo, puede apreciarse entonces la presencia de dos zonas equidistantes en $\approx \pm 25^\circ$ respecto a DN y hacia DT, donde la densidad de polos basales es mayor comparada con el resto de las posiciones posibles dentro de la figura. Esto indica que la mayoría de los granos en el interior de la chapa, poseen su red cristalina orientada de manera que la normal al plano basal dista de la DN hacia la DT $\approx \pm 25^\circ$. Por su parte, la tabla a la derecha de la figura indica la posición angular en α y ϕ correspondiente a los puntos de máxima y mínima intensidad registrados.

La figura de polos mostrada en la figura 3.10 se la conoce con el nombre de "bimodal" [18], debido a la distribución simétrica que presentan las líneas de nivel. A este tipo de figuras, se las suele representar por uno solo de sus cuatro cuadrantes (figura 3.11).

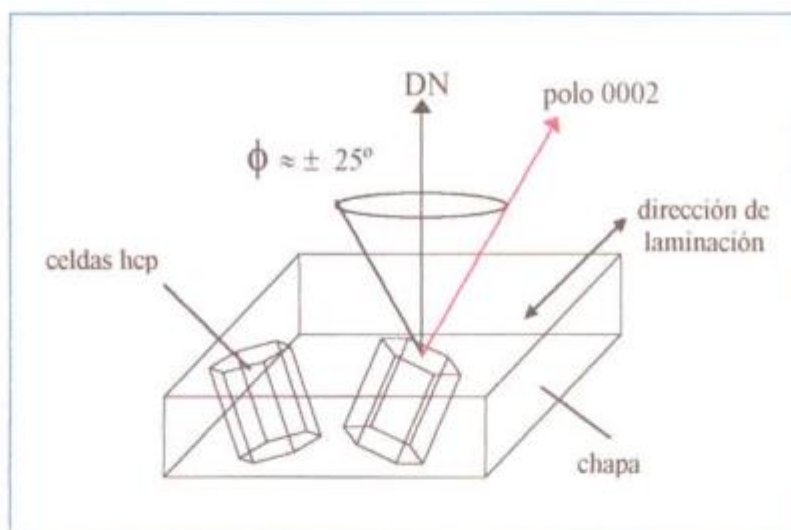


Figura 3.9. Textura cristalina típica para una chapa de Zry-4 deformada en frío. Los polos basales (0002) se encuentran a $\approx \pm 25^\circ$ distantes de la normal a la superficie de la chapa.

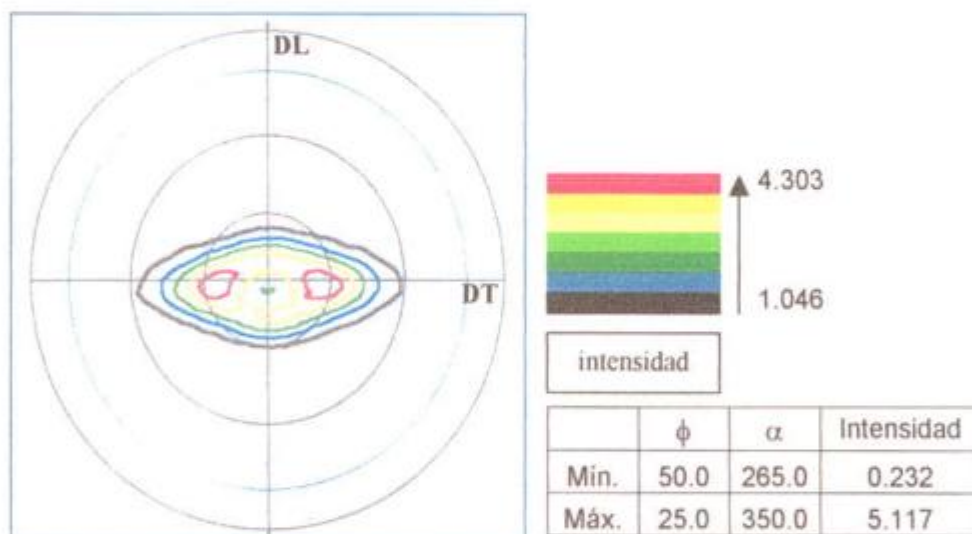


Figura 3.10. Figura de polos {0002} experimental y escala de colores/intensidad para las líneas de nivel.

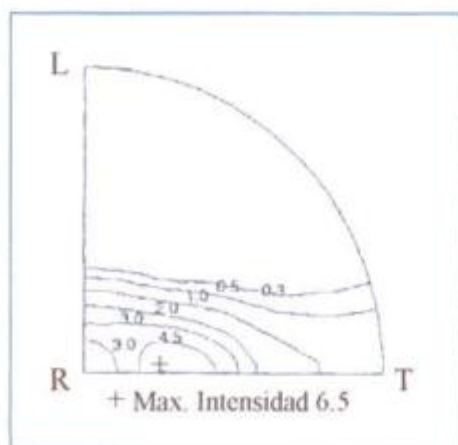


Figura 3.11. Figura de polos correspondiente a un tubo de Zry-4. Deformación en frío 78% [19].

3.5 Análisis Cuantitativo de la Textura Cristalina

Una vez que la textura ha sido obtenida por difracción de rayos X, la información obtenida debe ser procesada para permitir comparaciones cuantitativas entre determinaciones llevadas a cabo sobre distintas muestras. En función de esto, serán analizadas en los siguientes puntos, algunas definiciones cuantitativas relativas a la textura cristalina. Las mismas, serán de gran utilidad al momento de comparar la textura desarrollada en cada una de las rutas de fabricación diseñadas en el presente trabajo.

3.5.1 Angulo de máxima intensidad para el polo basal (ϕ_{max})

Muchos investigadores reportan la textura en términos de ϕ_{max} [20-21]. El mismo se define como el ángulo al cual se registra el pico de intensidad (máxima densidad de polos) para el polo basal en el plano DR-DT (tubo) o DN-DT (chapa) de la figura de polos. Usualmente se informa al mismo tiempo el valor pico de intensidad correspondiente a dicho ángulo. Como fue desarrollado en puntos anteriores éste se expresa como múltiplo de la intensidad correspondiente a la muestra con orientaciones al azar.

Ventajas: a) se obtiene directamente de la figura de polos, b) define la ubicación del punto de máxima intensidad para los polos basales.

Desventajas: resulta poco adecuado para llevar a cabo correlaciones con otras propiedades.

Limitaciones: tiene en cuenta sólo un aspecto de la textura. No permite ningún análisis sobre la distribución de los polos basales.

3.5.2 El factor de textura F

Källström [22] definió el factor de textura F para cuantificar la misma en el plano DR-DT (tubo) o DN-DT (chapa). Dicho factor se define como:

$$F = \frac{\int_{-\pi/2}^{\pi/2} I(\phi) \cos 2\phi \, d\phi}{\int_{-\pi/2}^{\pi/2} I(\phi) \, d\phi} \quad (4)$$

donde, $I(\phi)$ representa la función distribución de intensidades correspondiente a los polos basales en función del ángulo ϕ sobre el plano DR/N-DT. El factor $(\cos 2\phi)$ tiene por finalidad hacer que el rango de valores de F varíe entre $F = 1$ para una textura caracterizada por todos los polos basales orientados en forma radial (tubo) / normal (chapa) y $F = -1$ para cuando todos los basales se orientan en forma tangencial (tubo) / transversal (chapa).

Ventajas: a) los valores de F son fácilmente comparables entre una muestra y otra, b) los valores de F pueden asociarse con una distribución particular de los polos basales. Ejemplo: $F = 0$ indica una concentración de polos basales a un ángulo $\phi = 45^\circ$.

Desventajas: el factor $(\cos 2\phi)$ definido en la ecuación no tiene una base física.

Limitaciones: a) sólo considera la textura sobre el plano DR/N-DT, b) no considera como los polos basales se encuentran distribuidos en el plano DR/N-DT.

3.5.3 El factor de textura f

El factor de textura f propuesto por J. J. Kearns [23] es una medida ampliamente empleada en la industria para cuantificar la textura cristalina en materiales hexagonales. El mismo, es un parámetro de orientación que mide la fracción efectiva cristales con polos basales paralelos a una dada dirección de referencia. Para nuestro caso particular de estudio, se trata de la dirección radial en el caso de tubos, y la dirección normal en el caso de chapas. El factor de textura de Kearns se define como:

$$f_i = \frac{1}{N} \int_0^{\pi/2} I(\phi) \sin \phi \cos^2 \phi d\phi \quad (5)$$

donde $i = t, l, r$ indica la dirección de referencia sobre la que se calcula el factor (tangencial, longitudinal, radial); $I(\phi, \alpha)$ es la función distribución de intensidades correspondiente a los polos basales para los ángulos ϕ y α . Por otra parte, N es una constante de normalización dada por:

$$N = \int_0^{\pi/2} I(\phi) \sin \phi d\phi \quad (6)$$

El factor f pueden asumir valores entre 0 y 1:

$f = 0 \rightarrow$ cristales con sus polos basales $\perp$ a la dirección de referencia.

$f = 1 \rightarrow$ cristales con sus polos basales $\parallel$ a la dirección de referencia.

$f = 1/3 \rightarrow$ caso isotrópico, orientación de los cristales al azar.

Además, por constancia de volumen, se verifica que:

$$f_t + f_l + f_r = 1 \quad (7)$$

Ventajas: a) puede ser calculado a partir de la figura de polos, b) los valores de f son fácilmente comparables entre una muestra y otra, c) es un parámetro ampliamente utilizado en todas las industrias, d) la correlación existente entre los factores correspondientes a las tres direcciones principales de la muestra, permite corroborarlos unos con otros.

Desventajas: una gran cantidad de cálculo es necesaria para obtener el factor.

Limitaciones: a) define la fracción de polos basales para una dirección particular sin considerar la distribución de los mismos en un plano específico de la muestra, b) la relación $f_t + f_l + f_r \neq 1$ puede resultar diferente de la unidad, en caso de existir un gradiente de textura en la muestra.

Como se dijo anteriormente, el factor de textura de Kearns, es un parámetro ampliamente utilizado en la industria para cuantificar y poder así comparar la textura cristalina desarrollada en distintos productos. Por esta razón y dado que en el presente trabajo se lo ha seleccionado también como un parámetro de comparación entre las distintas muestras desarrolladas, se profundizará en el siguiente punto sobre los fundamentos del mismo.

3.5.3.1 Fundamentos del factor f

J. J. Kearns definió al factor de textura en su trabajo original como:

$$f = \sum V_i \cos^2 \phi_i \quad (8)$$

donde, como se mencionó en puntos anteriores, f representa la fracción efectiva de celdas o granos que poseen sus polos basales paralelos a la dirección de referencia. Por su parte, V_i es la fracción en volumen de cristales que poseen sus polos basales inclinados un ángulo ϕ_i con respecto a la dirección de referencia.

La sumatoria anterior, puede ser escrita en forma integral como:

$$f = \int_0^{\pi/2} I(\phi) \sin \phi \cos^2 \phi d\phi \quad (9)$$

Como se indicó en la ecuación (8), para calcular f debe primero evaluarse V_i , que es el número de polos basales en función de su ángulo de inclinación respecto a la dirección de referencia. Esta distribución, es derivable a partir de la información obtenida para construir la figura de polos.

La figura 3.12 representa una distribución al azar de polos basales interceptando la esfera de referencia.

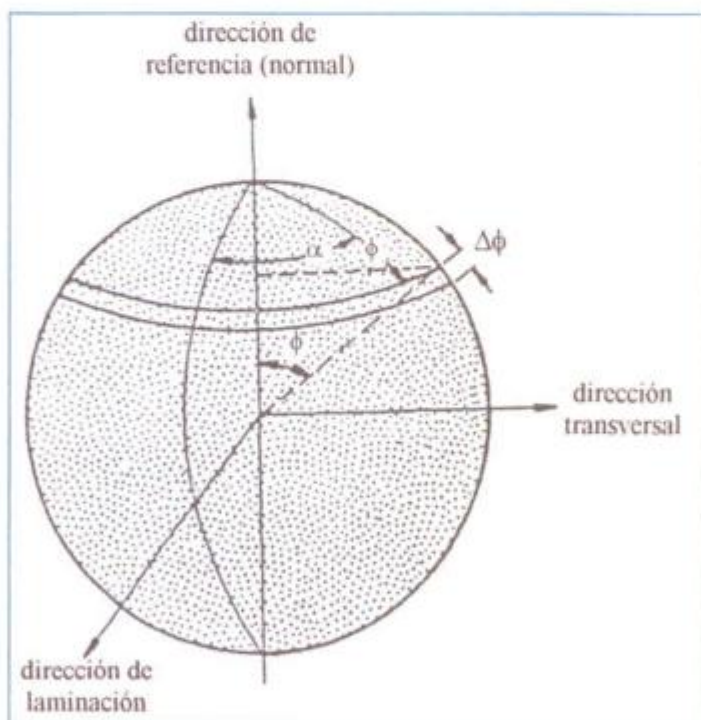


Figura 3.12. Polos basales correspondientes a una muestra con orientaciones al azar, interceptando la esfera de referencia [23].

Como un caso particular, se considerará que la muestra analizada se trata de una chapa laminada y que la dirección de referencia es la normal al plano de laminación. El ángulo ϕ define la inclinación de los polos basales respecto a la dirección de referencia seleccionada. El ángulo α define direcciones en el plano de la chapa.

Para calcular V_i como una función del ángulo ϕ , es necesario evaluar el volumen de metal correspondiente a cada banda $\Delta\phi$ desde $\phi = 0$ hasta $\phi = \pi/2$. El volumen de metal en cada banda $\Delta\phi$ es proporcional al número de polos en dicha banda. Esto es a su vez, igual al producto entre la densidad de polos en función de ϕ , $I(\phi)$, promediada sobre los 360° de α y el tamaño de la banda $\Delta\phi$. Por la geometría mostrada en la figura 3.12, puede verse que el tamaño de la banda es proporcional a su circunferencia, la cual es proporcional al $\sin \phi$. Por lo tanto el volumen de metal en una banda $\Delta\phi$ es proporcional a $I(\phi)(\sin \phi)(\Delta\phi)$ y la fracción en volumen está dada por:

$$V_{\Delta\phi} = \frac{\int_{\phi_1}^{\phi_2} I(\phi) \sin \phi d\phi}{\int_0^{\pi/2} I(\phi) \sin \phi d\phi} \quad (10)$$

Finalmente para evaluar $V_{\Delta\phi}$ en función de ϕ , es necesario determinar primeramente como $I(\phi)$ varía con ϕ . En la figura 3.13 se presenta a modo de ejemplo, la función distribución de intensidades obtenida experimentalmente $I(\phi)$ y las correspondientes curvas $I(\phi)(\sin \phi)$ y $I(\phi)(\sin \phi)(\cos^2 \phi)$ que deben ser integradas según la ecuación (9) para obtener $V_{\Delta\phi}$ y el factor f .

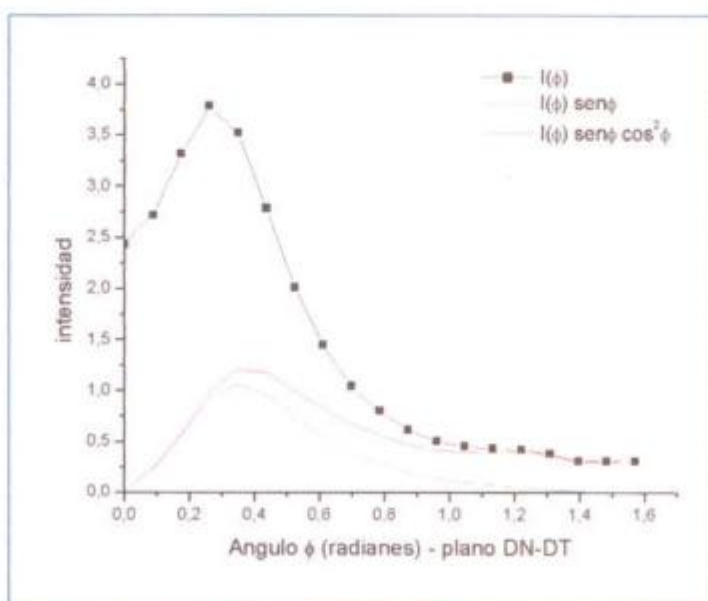


Figura 3.13. Función distribución $I(\phi)$ y curvas $I(\phi) \sin \phi$ - $I(\phi) \sin \phi \cos^2 \phi$ obtenidas para una muestra de tubo de Zry-4 laminado en frío 78%.

4

TEXTURAS DE DEFORMACION Y DE RECRISTALIZACION

4.1 Introducción

El desarrollo de la textura cristalina en un producto depende, para un dado material, de su historia de fabricación. La evolución de la misma es el resultado entonces de una combinación de patrones de deformación y ciclos térmicos aplicados en forma conjunta o separada.

El proceso de fabricación de un tubo de calandria mediante el uso de la tecnología HPTR involucra por un lado la aplicación de deformación en frío a temperatura ambiente, por otro, la aplicación de ciclos de tratamientos térmicos de recocido dentro del campo de estabilidad de la fase *alfa*; éstos están destinados a recuperar o bien recristalizar la matriz deformada. En función de ello, se describirán a continuación las texturas de deformación observadas por otros investigadores correspondientes a procesos de laminación en frío, en particular, aquellos asociados a condiciones de deformación plana tal como se da en la producción de tubos de calandria. Asimismo, serán descritas también las características de textura analizadas en distintos trabajos luego de la aplicación de tratamientos térmicos.

4.2 Texturas de deformación

4.2.1 Texturas de laminación en metales hcp.

Las texturas cristalinas típicas correspondientes a la laminación en frío de metales hcp se encuentran categorizadas en tres grupos de acuerdo a la relación *c/a*.

- Los metales o aleaciones con una relación *c/a* mayor a la ideal (1.633) como el cinc (1.856) y el cadmio (1.886), poseen sus polos basales inclinados $\pm 15^\circ$ - 25° respecto a DN sobre el plano DN-DL. La dirección $[11\bar{2}0]$ se encuentra alineada a la dirección de laminación (figura 4.1A).
- Los metales o aleaciones con una relación aproximadamente igual a la ideal, como el magnesio (1.624) y el cobalto (1.628) poseen sus polos basales concentrados en la dirección normal. En este caso no existe una dirección particular alineada con la dirección de laminación (textura tipo fibra 0001) (figura 4.1B).
- Los metales o aleaciones con una relación *c/a* inferior a la ideal como el circonio (1.593) y el titanio (1.587), poseen una textura típica caracterizada por tener sus polos basales inclinados $\pm 20^\circ$ - 40° respecto a DN sobre el plano DN-DT. En este caso la dirección $[10\bar{1}0]$ se encuentra alineada con la dirección de laminación (figura 4.1C).

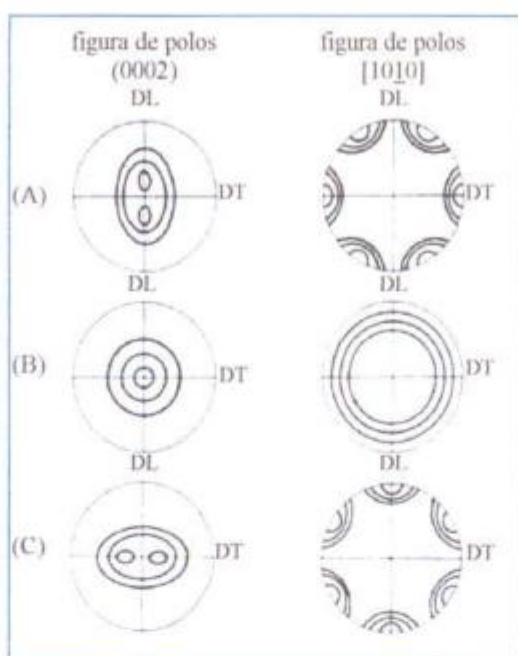


Figura 4.1. Texturas de laminación típicas en metales hcp con distintas relaciones c/a [8].
(A) >1.633 (B) ≈ 1.633 (C) <1.633 .

4.2.2 Texturas de deformación en Circonio y Zircaloy

En la mayoría de los análisis de textura llevados a cabo sobre productos como alambres, chapas o tubos, se ha observado que el plano basal se encuentra alineado en forma paralela a la principal dirección de deformación. Sin embargo, los polos basales se orientan diferente en función de las condiciones de deformación impuestas por cada proceso en particular. Asimismo, en todos los productos semi-terminados deformados en frío, la dirección $[10\bar{1}0]$ se encuentra alineada con la dirección de laminación.

4.2.2.1 Texturas de deformación en chapas

Las primeras explicaciones concretas en el desarrollo de textura en Zr, fueron dadas por Hobson [24]. Luego de sus experiencias de laminación empleando monocristales de Zr con distintas orientaciones iniciales, concluyó que en las etapas iniciales de deformación, el maclado era el mecanismo responsable del desarrollo de textura, mientras que el deslizamiento lo era en las etapas finales.

Años antes del trabajo publicado por Hobson, experiencias de laminación en chapas y tubos (material policristalino) [25-26], dieron lugar a explicaciones semi-cuantitativas sobre el desarrollo de textura. En estas experiencias, se observó que luego de operaciones de

laminación en frío, utilizando niveles de reducción entre 20% y 50% sobre lingotes fundidos con orientaciones al azar, se desarrollaba una textura caracterizada por polos basales perpendiculares a la dirección de laminación e inclinados $30^\circ - 40^\circ$ respecto de la dirección normal de la chapa (figura 4.1C y 4.2). Este tipo de textura se observó estable; subsecuentes operaciones de reducción sólo la hacían más intensa.

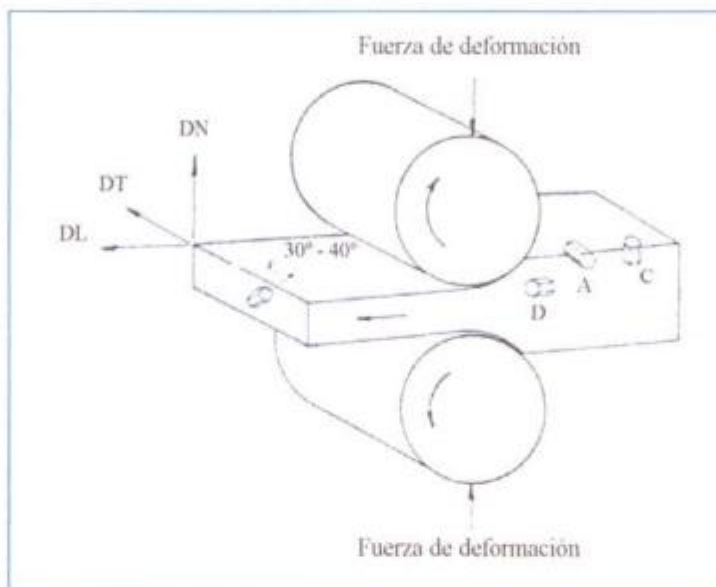


Figura 4.2. Desarrollo de textura cristalina durante la laminación en frío de chapa [25].

Durante la laminación, la deformación se produce por compresión en DN, por tensión en DL y, en menor medida, dependiendo de las dimensiones de la chapa, por tensión también en DT. Al laminar un lingote con orientaciones al azar, los granos con polos basales dentro de los 30° sobre la dirección de laminación (granos con orientación tipo D en figura 4.2), se deformarán por maclado $\{10\bar{1}2\}$. Esto produce una reorientación de los polos basales del material maclado hacia DN y DT debido a una rotación de la red de $\approx 85^\circ$. En caso de ocurrir un ensanchamiento de la chapa, los granos con polos basales dentro de los 30° sobre DT (granos tipo A), se deformarán también por maclado $\{10\bar{1}2\}$ reorientando así la red maclada hacia DN. Por último, los granos tipo C, con polos basales dentro de los 30° sobre DN, se deforman por compresión a través de maclas tipo $\{11\bar{2}2\}$. Esto da como resultado que la red maclada reoriente, por una rotación de $\approx 64^\circ$, sus polos basales hacia DL y DT. Posteriormente, maclas de orden superior del tipo $\{10\bar{1}2\}$ y $\{11\bar{2}1\}$ activadas por componentes de tensión, vuelven a reorientar el material hacia DN [11].

En un trabajo llevado a cabo por Tenckhoff [11], se investigó la evolución de la textura cristalina que tiene lugar en cada grano individual luego de una serie de secuencias de

laminación en frío sobre una chapa policristalina. Tenckhoff inició el estudio, a diferencia de trabajos anteriores, dentro del rango de deformación 0%-20%. Sus experiencias demostraron que:

- 1) Cada grano individual satisface el criterio de compatibilidad de Von Mises. Al menos cinco sistemas de deformación mutuamente independientes, se demostraron activos.
- 2) Los mecanismos de macla se activan en forma simultánea con los de deslizamiento; incluso para niveles de deformación del orden de 0.5%. En un policristal, esto ocurre independientemente de la posición inicial de los polos basales, incluso para aquellas orientaciones donde el deslizamiento a través de los planos prismáticos es más favorable.
- 3) Además de los sistemas de macla, para bajos niveles de deformación sólo se observa deslizamiento a través de los planos prismáticos en la dirección α . Este mecanismo causa efectos menores en la rotación de la red, aún cuando la deformación total sea muy importante.
- 4) En aquellos granos con polos basales inicialmente orientados hacia DL y DT y, para posiciones intermedias en el meridiano DL-DT, maclas del tipo $\{10\bar{1}2\}$ y $\{11\bar{2}1\}$ son activadas. Las mismas tienden a orientar el polo basal hacia DN (posición estable final). Alternativamente, para una orientación inicial en torno a DN, los polos basales son alejados hacia DL y DT por maclas primarias $\{11\bar{2}2\}$. Casi simultáneamente, maclas de orden superior del tipo $\{10\bar{1}2\}$ y $\{11\bar{2}1\}$ reorientan la red hacia la posición estable, nuevamente en torno a DN (figura 4.3).
- 5) Los procesos arriba descriptos se extienden hasta niveles de deformación entre 20% y 40%. Para mayores niveles de deformación, se observa la activación de maclas de orden superior hasta el punto de no ser posible una identificación precisa de las mismas. La microestructura resultante, se caracteriza por la presencia de celdas de deformación. La aparición de estas características microestructurales, coincide con una posterior alineación de los polos basales hacia DN y con una dispersión de $\pm 30^\circ - 40^\circ$ hacia DT.
- 6) Para estos elevados niveles de deformación los bordes generados por la gran cantidad de maclas existentes previenen el desarrollo de nuevas maclas. Este nivel de constricción plástica favorece la activación de sistemas de deslizamiento con componentes $c + \alpha$. La dispersión final que manifiestan los polos basales de $\pm 30^\circ - 40^\circ$ hacia DT se atribuye específicamente a la activación del sistema piramidal $\{11\bar{2}1\}$.

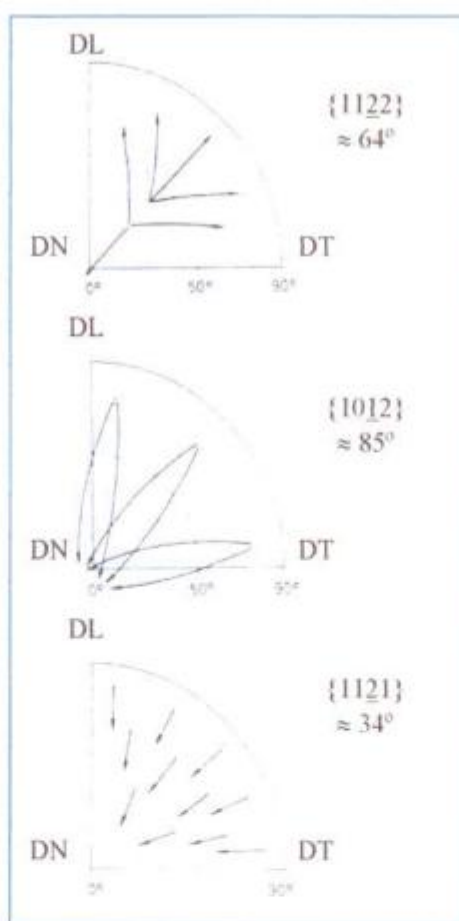


Figura 4.3. Rotaciones de la red cristalina debido a la activación de sistemas de macla. Dependencia con la orientación inicial de la matriz $\{11\}$.

4.2.2.2 Texturas de deformación en tubos

La laminación de tubos de calandria mediante el proceso HPTR es similar, desde el punto de vista de las condiciones de tensión-deformación impuestas sobre el material, a la laminación de chapa bajo condiciones de deformación plana. Es decir, aquella donde la relación ancho/espesor de la misma es mayor a 6 antes de iniciar el proceso de laminación. Bajo estas condiciones, se verifica que la chapa se deforma sólo por compresión en la dirección del espesor y por tensión en la dirección de laminación. La deformación que ocurre en la dirección transversal se considera despreciable.

En la fabricación de productos tubulares, a la relación que se impone entre los parámetros de reducción, se la conoce bajo el nombre de índice Q. El mismo se define como:

$$Q = \frac{\ln\left(\frac{t}{T}\right)}{\ln\left(\frac{d}{D}\right)} \quad (1)$$

donde t es el espesor final del tubo, T el espesor inicial, d el diámetro medio final y D el diámetro medio inicial. Cuando $Q \gg 1$ (proceso HPTR – tubo de calandria) significa que la reducción en espesor es mayor a la reducción en diámetro. Bajo estas condiciones, la deformación en la dirección tangencial del tubo es despreciable. Se verifica así una situación análoga a la de deformación plana en chapas y, por lo tanto, un patrón de textura equivalente. Las posibles texturas de deformación que resultan de la aplicación de distintos índices Q en la fabricación de productos tubulares, se esquematizan en la tabla 4.1.

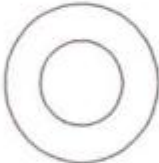
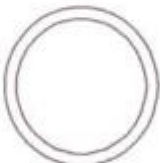
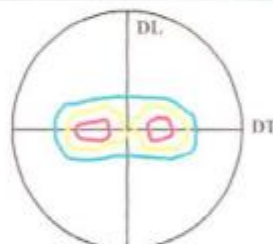
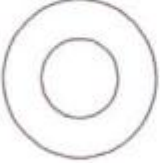
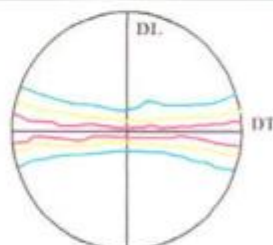
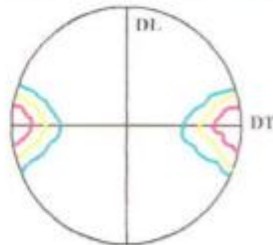
Índice Q	Proceso de Reducción		Figura de polos (0002) (esquemáticamente)
	Producto Inicial	Producto Final	
> 1			
$= 1$			
< 1			

Tabla 4.1. Relación esquemática entre la textura de deformación resultante y los parámetros de reducción utilizados en el proceso de fabricación [8].

4.3 Texturas de Recristalización o de Recocido

En la condición de laminado en frío, los granos de la fase alfa poseen la dirección $[10\bar{1}0]$ paralela a la dirección de laminación. Por otra parte, el polo basal manifiesta, tanto para el caso de chapas laminadas bajo deformación plana como para tubos procesados con un índice $Q > 1$, un pico de máxima intensidad entre $\pm 20^\circ - 40^\circ$ respecto a DN, sobre el plano DN-DT. Las mediciones de textura llevadas a cabo luego de tratamientos térmicos a distintas temperaturas, muestran que:

- 1) Para temperaturas de TT hasta 400°C , el cambio en la textura cristalina se manifiesta en un refuerzo de la textura original de deformación y en una muy ligera disminución del ángulo de inclinación de los polos basales hacia DN [27].
- 2) Para temperaturas de TT entre 400°C y 800°C , la figura de polos correspondiente al polo basal no manifiesta cambio significativo. Sin embargo, la figura de polos correspondiente al plano prismático manifiesta una rotación gradual con el aumento de temperatura sobre el eje c. Esta rotación de 30° reorienta ahora, en coincidencia con la dirección de laminación, la dirección $[11\bar{2}0]$ [27-28]. Asimismo, se ha observado también un incremento en la fracción de polos basales coincidentes con DN (f_N) [3-21].
- 3) Estudios más recientes llevados a cabo mediante técnicas de EBDS (electron back scattering diffraction) [29], han podido seguir más de cerca el proceso de recuperación y de recristalización en una matriz deformada al 80%. Desde el punto de vista de la textura, se observó la evolución característica de la misma descrita ya en líneas anteriores. No obstante, la puntualidad de la técnica de estudio utilizada permitió observar, en la matriz deformada, pequeñas zonas donde la dirección $[11\bar{2}0]$ coincidía con la dirección de laminación en lugar de la correspondiente $[10\bar{1}0]$.
- 4) Con relación al proceso HPTR, Nagai y colaboradores [20] observaron en mediciones posteriores al tratamiento térmico de recristalización, un alejamiento ($\approx 8^\circ$) de los polos basales hacia DT y, consecuentemente, una disminución en el factor de textura f_R . Tales determinaciones fueron realizadas sobre vainas laminadas con valores de Q superiores a la unidad hasta una reducción en área del 71% y tratadas térmicamente a 580°C durante dos horas.

SEGUNDA PARTE

DESARROLLO

EXPERIMENTAL

5

**MATERIAL DE
TRABAJO Y EQUIPOS
DE PROCESO**

5.1 Caracterización del material de trabajo

5.1.1 Origen del material de trabajo

Las experiencias de laminación, tanto de productos planos como tubulares, fueron llevadas a cabo utilizando como materia prima tubos extrudados de pared gruesa (12mm), delgada (4mm) y tubos de calandria sin costura en etapas intermedias de laminación (con espesores de pared variable entre 3mm y 1.4mm). Todos los productos, empleados como materia prima para las operaciones de laminación que competen al presente trabajo, son de zircaloy-4 grado nuclear según normas ASTM B350 y ASTM B353. Tanto los tubos extrudados de pared gruesa, como aquellos empleados para la fabricación de tubos de calandria son de origen extranjero (Teledyne Wah Chang Albany). Los tubos de calandria sin costura fueron laminados en Argentina por CNEA y FAESA entre los años 1991 y 1996.

5.1.2 Análisis microestructural de la materia prima

En el caso de tubos extrudados, se observa una microestructura constituida por granos heterogéneos, tanto en forma como en tamaño, de circonio α . Es característico en este tipo de productos, la presencia simultánea de granos deformados, pequeños granos recristalizados y granos crecidos. En las figuras 5.1 y 5.2 se muestran estas características.

Fundamentalmente, en el caso de la materia prima correspondiente a tubos de calandria en etapas de laminación intermedias, el análisis metalográfico fue de suma utilidad para identificar, en algunos casos, el tipo de ruta de fabricación empleada y el estado metalúrgico de los mismos (acritud / recocido). En la figura 5.3 se observa una microestructura típica de deformación en frío (78%) constituida por granos α alargados en la dirección de laminación.

En las figuras 5.4 y 5.5 se muestra una clara diferencia en el tamaño de grano recristalizado correspondientes a dos distintas rutas de fabricación para tubos de calandria empleados como materia prima en el presente trabajo. El mayor tamaño de grano, como cabe esperar, corresponde al tubo cuya ruta de fabricación comprendió el menor grado de deformación en frío (54%).

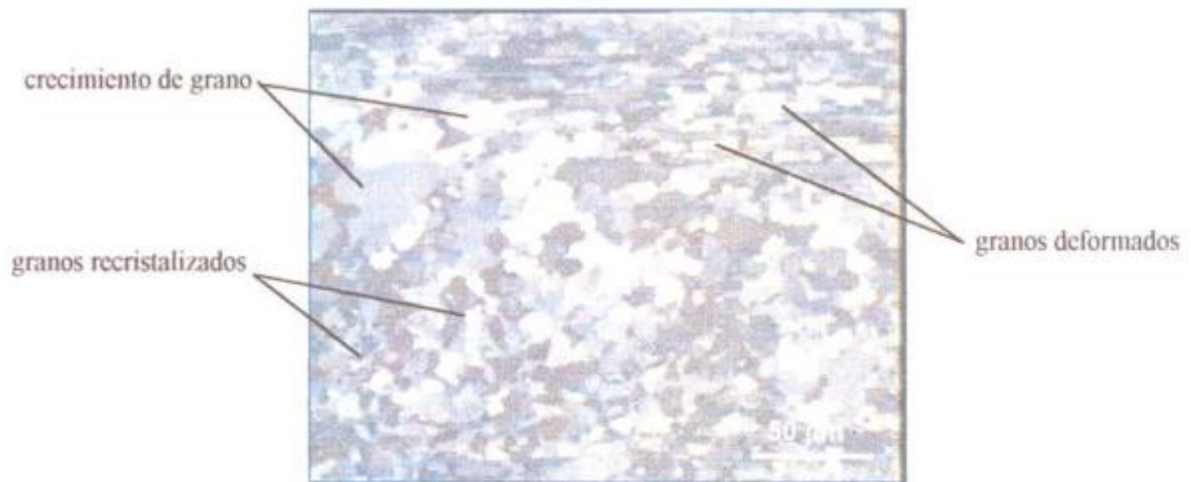


Figura 5.1. Microestructura de un tubo extrudado. Corte longitudinal.

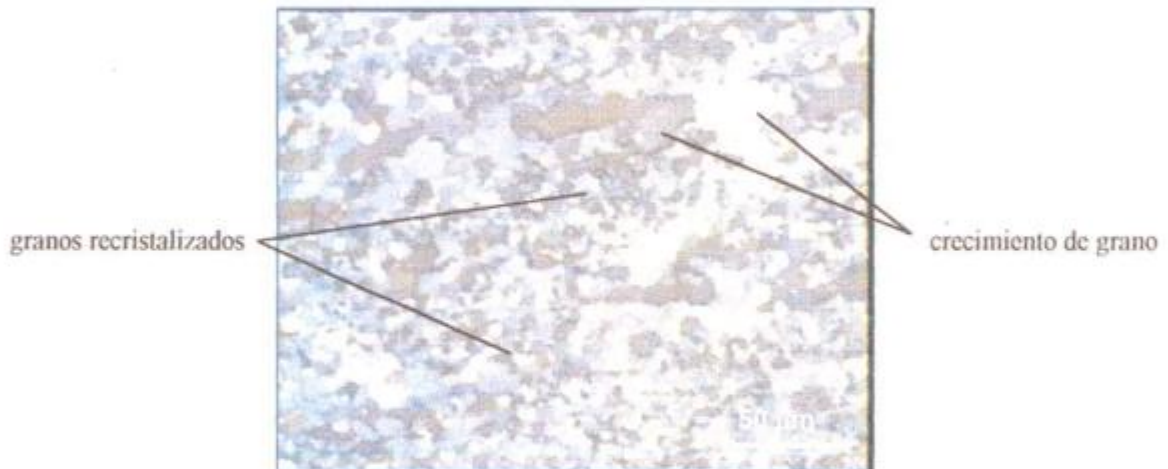


Figura 5.2. Microestructura de un tubo extrudado. Corte longitudinal.

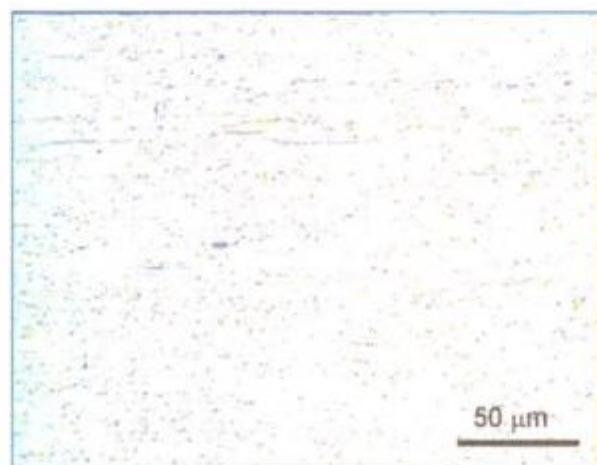


Figura 5.3. Miroestructura correspondiente a un tubo de calandria en una etapa intermedia de su fabricación. Deformación en frío 78%.

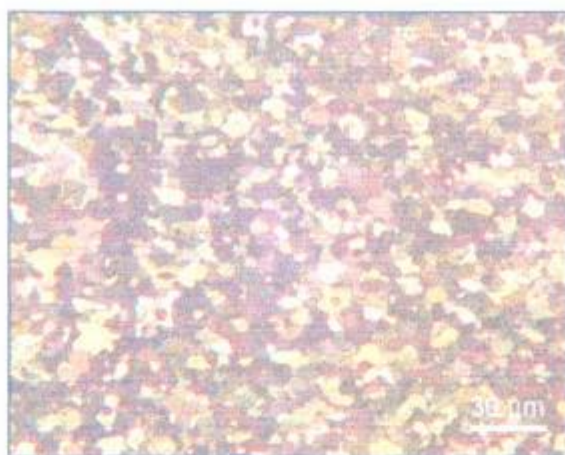


Figura 5.4. Microestructura constituida por granos equiaxiados de Zr alfa, correspondiente a un tubo de calandria laminado en frio (54%) y luego recocido durante 1 hora a 700°C.

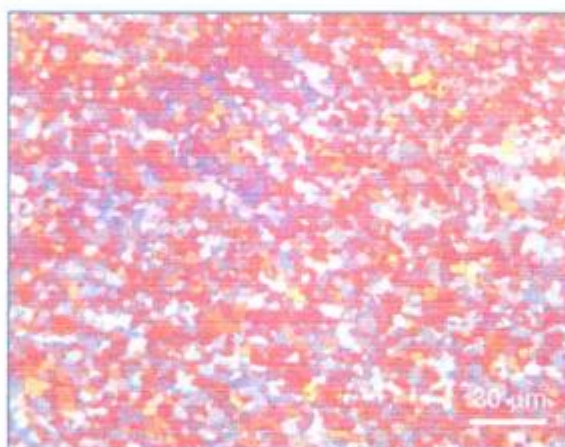


Figura 5.5. Microestructura constituida por granos equiaxiados de Zr alfa, correspondiente a un tubo de calandria laminado en frio (78%) y luego recocido durante 1 hora a 700°C.

La técnica metalográfica empleada para la preparación de muestras, revelado y posterior observación de la microestructura, se detalla a continuación [21-22]:

- 1) Inclusión de la muestra en resina fenólica.
- 2) Desbaste con papeles de SiC (240 → 2400).
- 3) Pulido mecánico con paño de Al_2O_3 (0.5μm).
- 4) Pulido y ataque químico con una solución de H_2O (50%) + HNO_3 (47%) + HF (3%) mediante el empleo de hisopos.
- 5) Anodizado en solución de H_2O (99.5%) + H_2SO_4 (0.5%). Cátodo de acero inoxidable. Voltaje aproximado 30V.
- 6) Observación en microscopio óptico bajo luz polarizada.

5.2 Equipo para tratamientos térmicos

El circonio y sus aleaciones, dada su fuerte tendencia a la oxidación en caliente, requiere de una instalación para tratamientos térmicos capaz de llevar a cabo los mismos bajo altos niveles de vacío. La figura 5.6 esquematiza la instalación empleada para tal fin en el presente trabajo.

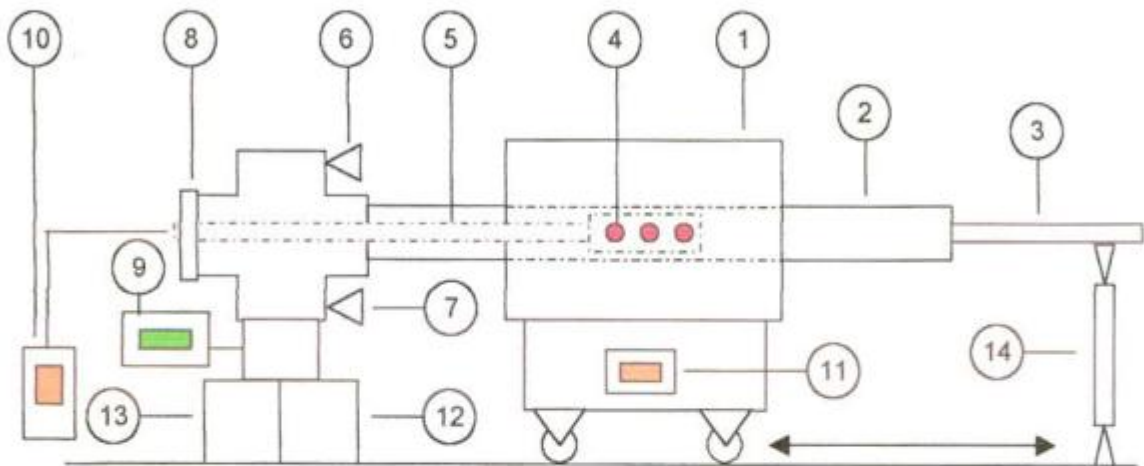


Figura 5.6. Esquema de la instalación para tratamientos térmicos. No a escala.

Componentes de la instalación:

- 1) Horno eléctrico de resistencia con facilidad para permitir el desplazamiento axial del mismo.
- 2) Cámara de vacío. La misma consiste en un tubo de acero inoxidable AISI 304L de diámetro interior 4".
- 3) Tubo de acero inoxidable AISI 304L. Sirve como extensión de apoyo para la cámara de vacío. Sobre el mismo se lleva a cabo el precalentamiento del horno. No posee comunicación con la cámara de vacío.
- 4) Tres sensores de temperatura localizados en el portamuestra.
- 5) Lanza portamuestra.
- 6) Válvula de apertura y cierre al exterior.
- 7) Válvula de apertura y cierre entre la cámara de vacío y las bombas de vacío.
- 8) Boca de carga.
- 9) Lector digital de presión
- 10) Lector digital de temperatura. El mismo adquiere los datos de temperatura censados por las termocuplas ubicadas en el portamuestra.
- 11) Lector digital y control de temperatura del horno.

- 12) Bomba de vacío mecánica. Permite alcanzar niveles de vacío del orden de 10^{-2} bar.
- 13) Bomba de vacío de alta frecuencia. Permite alcanzar niveles de vacío del orden de 10^{-6} bar.
- 14) Columna telescópica de soporte.

5.3 Equipamiento para laminación de chapas y tubos

5.3.1 Laminación de chapas

Dependiendo del espesor inicial del material, fueron utilizadas dos laminadoras planas distintas. Para el caso de espesores menores a 4mm, se empleó un equipo marca Stanat TA315, equipado con dos rodillos de 127 milímetros de diámetro y 203 milímetros de longitud. Por otra parte, para la laminación de espesores menores o iguales a 12 milímetros, se empleó un equipo sin marca equipado con dos rodillos de 215 milímetros de diámetro y 355 milímetros de longitud.

En ambos casos, se utilizó kerosene como agente lubricante.

5.3.2 Laminación de tubos

La laminación de tubos sin costura de pequeño diámetro fue llevada a cabo en una máquina HPTR 815. Tanto en la laminación de tubos de pequeño diámetro, como en la laminación de tubos de calandria de gran diámetro utilizando la máquina HPTR 60-120, se produce durante el proceso de deformación, una reducción del espesor de pared del producto primario manteniéndose constante el diámetro interno del mismo.

Antes de iniciar el proceso de laminación, se coloca en el interior del producto primario (tubo extrudado) un mandril recto macizo (figura 5.7). La reducción del espesor de pared del tubo se logra por el accionar de tres (pueden ser cuatro) rodillos acanalados situados en el interior de la "caja de laminación" la cual avanza y retrocede varias veces por minuto deformando por compresión el espesor de pared del extrudado contra el mandril. Para que la deformación sea homogénea en toda la circunferencia del tubo, al retroceder la caja de rodillos (en ese momento no hay contacto entre éstos y el tubo) éste rota unos pocos grados y la caja avanza nuevamente. Alcanzado el nivel de deformación deseado en toda la circunferencia, el tubo ya laminado localmente avanza hacia la salida de la caja de rodillos repitiéndose el proceso nuevamente.

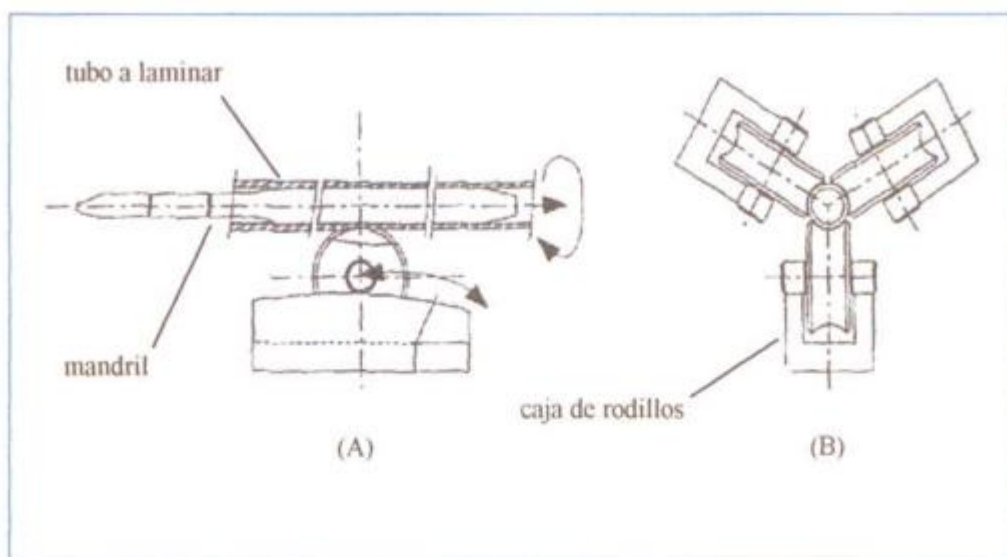


Figura 5.7. Esquema de una laminadora tipo HPTR. (A) Vista lateral (B) Vista de frente [3].

5.3.3 El proceso Roll Extrusion

Tanto en la introducción del presente trabajo como en capítulos posteriores se menciona al proceso Roll-Extrusion como aquel utilizado por AECL para la fabricación de tubos de calandria sin costura; resulta oportuno en este capítulo una breve descripción del mismo.

El proceso Roll-Extrusion combina una primera etapa de reducción del espesor de pared del tubo extrudado (materia prima) aplicada sobre el diámetro externo (External Roll-Extrusion) con una segunda etapa donde la reducción del espesor de pared es aplicada sobre el diámetro interno (Internal Roll-Extrusion). En el primer caso, el diámetro interno permanece constante (figura 5.8A), mientras que en el segundo caso es el diámetro exterior el que se mantiene sin cambio durante la etapa de reducción (figura 5.8B). Entre la primera etapa y la segunda etapa, el producto es sometido a un tratamiento térmico de recristalización.

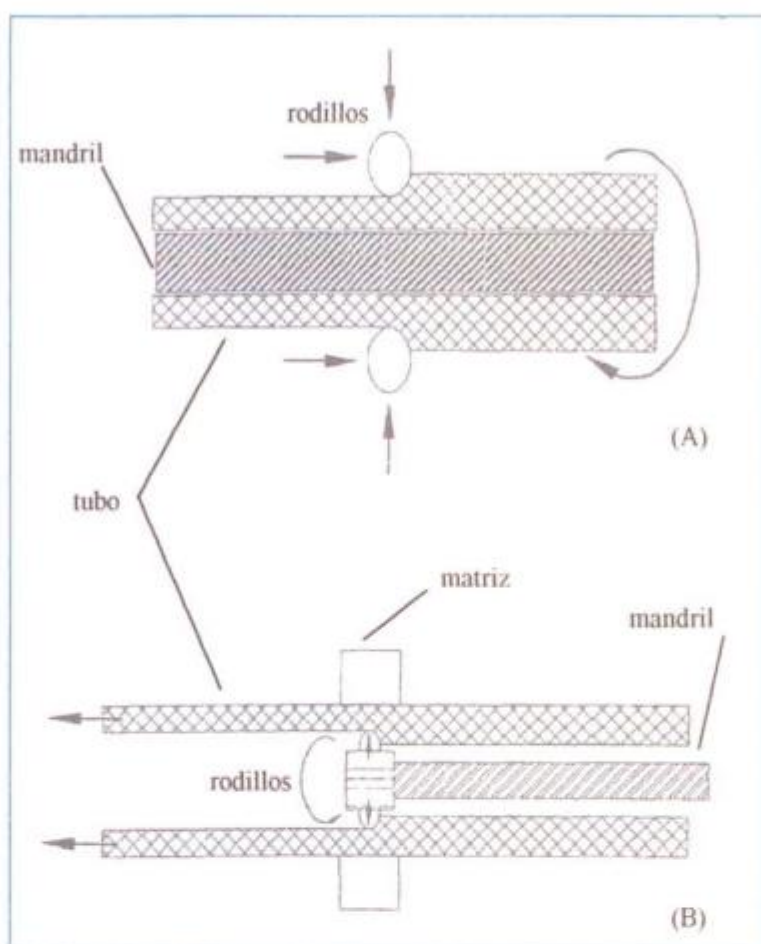


Figura 5.8. Proceso Roll-Extrusion. (A) External Roll-Extrusion (B) Internal Roll-Extrusion [3].

6

**TECNICAS
EXPERIMENTALES EN
LA MEDICION DE
TEXTURA**

6.1 Preparación de muestras para textura

La técnica empleada para la preparación de muestras de textura, se encontró para cada caso particular, subordinada a los siguientes aspectos:

- 1) La dirección de fabricación que se deseaba estudiar.
- 2) La profundidad a la cual se deseaba llevar a cabo el estudio.
- 3) Las dimensiones del portamuestras en el goniómetro de textura.
- 4) Las dimensiones mínimas de la superficie del material en estudio.
- 5) La terminación superficial.
- 6) El tipo de producto final obtenido (tubo / chapa) y las dimensiones del mismo para el caso de tubos.

En la figura 6.1 se esquematizan las tres direcciones principales de fabricación tanto para un tubo como para una chapa.

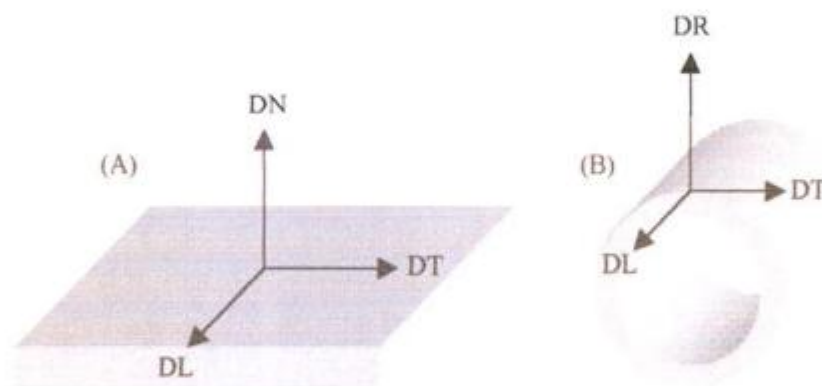


Figura 6.1. Direcciones principales de fabricación. (A) Chapa: dirección longitudinal (DL), dirección transversal (DT), dirección normal (DN). (B) Tubo: dirección longitudinal (DL), dirección tangencial (DT), dirección radial (DL).

Fundamentalmente, es en función del producto final obtenido y de la dirección de fabricación respecto de la cual se desee determinar la orientación de los polos basales, el tipo de probeta a confeccionar para estudiar mediante difracción de rayos X la textura cristalina.

6.1.1 Preparación de muestras a partir de tubos de calandria.

En el caso particular de tubos de calandria, el gran diámetro de los mismos (132 mm)

permitió confeccionar lo que se da por llamar "probetas compuestas" [21-22] para estudiar la orientación de los basales respecto a DR. La obtención de las mismas, se esquematiza paso a paso en la figura 6.2.

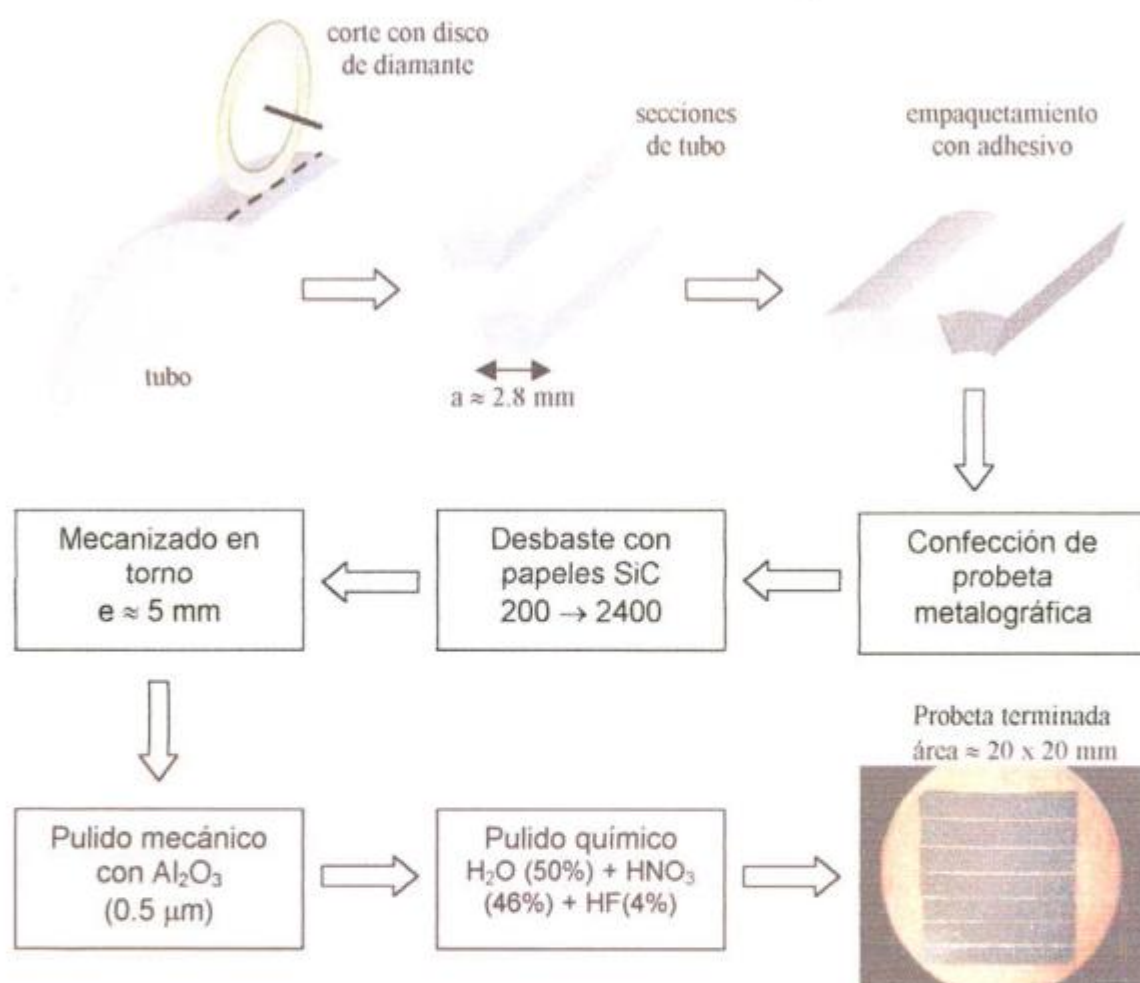


Figura 6.2. Fabricación de una probeta compuesta. Secuencia completa.

Es necesario aclarar que el mecanizado en torno luego de la operación de desbaste con papeles de SiC, es llevada a cabo sobre la base de la inclusión metalográfica de resina fenólica y no sobre la superficie del paquete metálico. Esto es así, a fin de satisfacer el espesor máximo de probeta admisible en el portamuestras del goniómetro de textura. Por otra parte, el desbaste con papeles no sólo se emplea para eliminar rugosidades y gradualmente capas de material deformado, sino que también permite llevar a la profundidad deseada (relativa al espesor de pared del tubo) la superficie metálica a estudiar.

6.1.2. Preparación de muestras a partir de tubos de pequeño diámetro.

Alternativamente, la preparación de probetas de textura para el caso de tubos de pequeño diámetro (≈ 12 mm), fue llevada a cabo de acuerdo a la técnica desarrollada por Tenckhoff y Rittenhouse [23]. La misma, se esquematiza paso a paso en la figura 6.3.

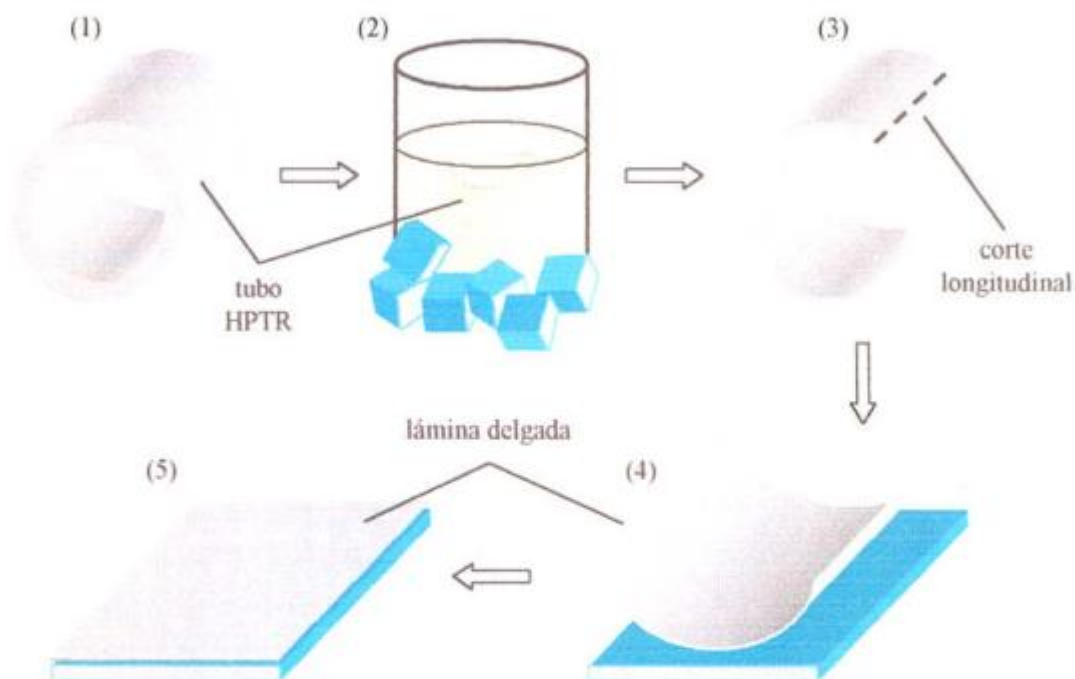


Figura 6.3. Obtención de una lámina delgada para estudio de textura. Secuencia completa.

Descripción de la secuencia:

- 1) Obtención de tubo sin costura de pared delgada ($e \approx 0.3$ mm) mediante proceso HPTR.
- 2) Adelgazamiento del espesor de pared hasta ($e \approx 0.05$ mm) mediante solución refrigerada compuesta por H_2O (50%) + HNO_3 (40%) + HF (10%).
- 3) Corte longitudinal.
- 4) Doblado elástico sobre portaobjetos de vidrio.
- 5) Pegado con adhesivo sobre portaobjetos de vidrio.

6.1.3 Preparación de muestras a partir de chapas laminadas.

En este caso, la preparación de muestras para estudiar la orientación de polos basales respecto a DN, se describe en la siguiente secuencia de pasos:

- 1) Corte de una superficie de (20 x 20 mm) con disco de diamante.
- 2) Inclusión de la muestra en una pastilla de resina fenólica.

- 3) Operación de desbaste de la superficie metálica con papeles de SiC (200 $\rightarrow$ 2400).
- 4) Operación de mecanizado del espesor de la pastilla hasta ($e \approx 5$ mm).
- 5) Pulido mecánico de la superficie metálica con Al_2O_3 (0.5 μm).
- 6) Pulido químico de la superficie metálica con solución compuesta por: H_2O (50%) + HNO_3 (47%) + HF (3%).

6.2 Medición de textura – Equipamiento.

La determinación experimental de textura cristalina fue llevada a cabo en un equipo Philips X-PERT, el cual cuenta con un goniómetro adaptado para realizar movimientos de la muestra según la técnica experimental de Schulz (punto 3.4.2.1) (figura 6.4).

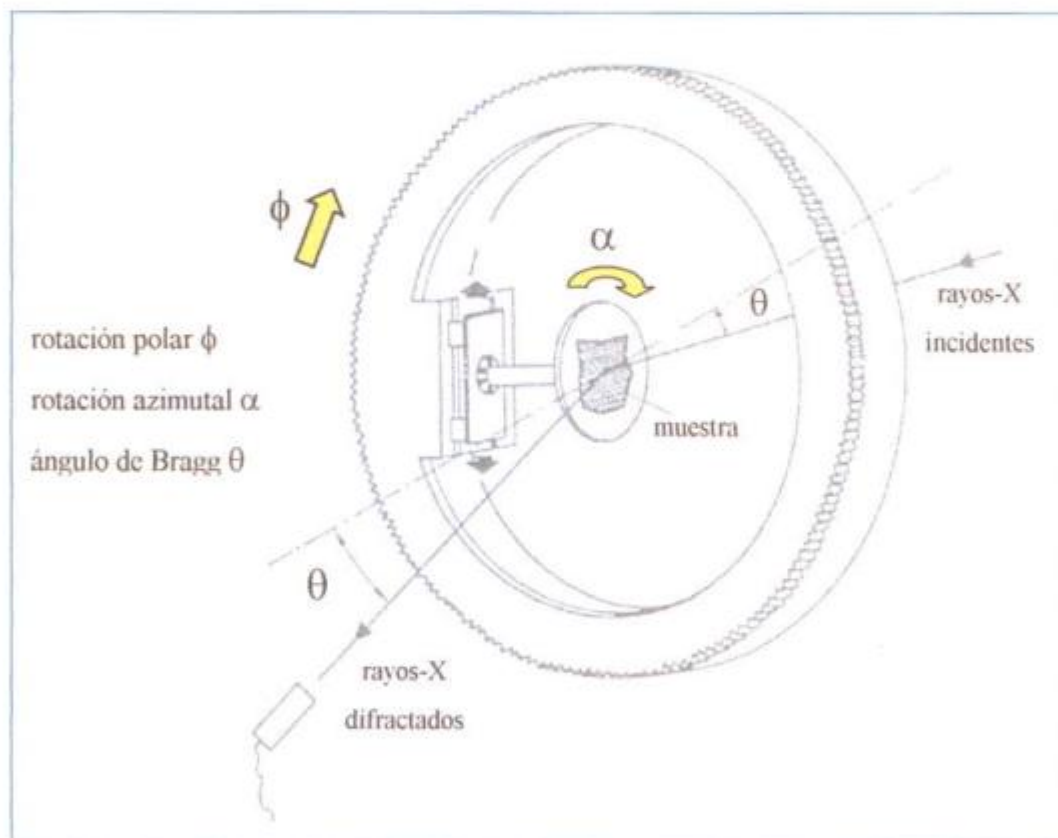


Figura 6.4. Esquema y movimientos de un goniómetro de textura [53].

Las figuras de polos medidas fueron las correspondientes a los planos 00.2, 10.0 y 10.1. La posición angular 2θ de los mismos fue determinada para cada muestra en un equipo Philips PW3710 mediante la obtención de un diagrama de difracción. Del análisis de los mismos se obtuvieron los parámetros de red para el zircaloy-4:

$a = 3.2294\text{\AA}$; $c = 5.1450\text{\AA}$; $c/a = 1.5932$.

Fijada la posición angular 2θ para cada plano difractante $\{hkl\}$, se efectuó el registro de las intensidades difractadas, utilizando radiación X correspondiente a un tubo con anticátodo de Cr ($\lambda K_{\alpha} = 2.2897\text{\AA}$). Para explorar todas las orientaciones del espacio, las intensidades difractadas fueron medidas para posiciones variables de la muestra: cada 5° en el azimut (ángulo α) variando desde 0° a 360° y cada 5° en la inclinación de la normal a la muestra (ángulo ϕ) desde 0° a 80° . A fin de obtener una medida estadísticamente representativa, la muestra experimenta un movimiento oscilatorio de $\pm 5\text{mm}$.

La técnica de medición y determinación de figuras de polos, fue corroborada inicialmente midiendo muestras de tubo de calandria medidas en 1996 por AECL en Canadá. La tabla 6.1 resume los resultados obtenidos para la figura de polos 00.2.

Medición	Angulo de máxima intensidad	Zona de Máxima Intensidad	Factor de Textura f_R
AECL (1996)	30°	5.0	0.60
CNEA (2004)	30°	4.5	0.61

Tabla 6.1. Comparación de valores característicos obtenidos de la figura de polos 00.2 medida por AECL y por CNEA en muestras de tubo de calandria.

7

**DISEÑO DE RUTAS DE
FABRICACION**

7.1 Introducción

Como fuera expresado oportunamente en el capítulo introductorio, el objetivo último del presente trabajo es el de diseñar una ruta de fabricación a través de la cual sea posible obtener mediante el empleo de la tecnología HPTR (High Precision Tube Reducing) disponible en el país, tubos de calandria sin costura endurecidos por textura cristalina. Esto se traduce en la necesidad de desarrollar una ruta alternativa a las ya conocidas que permita modificar la tradicional orientación de polos basales respecto a DR ($\phi \approx \pm 20^\circ - 40^\circ$) en el plano DR-DT; por otra en donde los mismos se encuentran paralelos a la dirección radial ($\phi \approx 0^\circ$).

En el capítulo IV, se analizaron las texturas de deformación y de recristalización publicadas y aquellas variables de proceso que podrían incidir en el desarrollo de las mismas. No obstante ello, en la actualidad, resulta complicado obtener un panorama completo sobre la conexión que existe entre esas variables de proceso y la textura cristalina. La producción de tubos de circonio implica un gran interés comercial y por lo tanto, la publicación de trabajos sobre el tema, se ve restringida por obvias cuestiones de secreto industrial [26-27]. El resultado neto de esto, como se dijo antes, es un panorama incompleto sobre las reales condiciones que derivan en la textura cristalina buscada.

En el presente capítulo, serán analizadas las distintas rutas de fabricación diseñadas por el grupo de trabajo. Las mismas, fueron planteadas sobre la base de un conjunto de variables que le son propias al proceso de fabricación de un tubo de calandria sin costura obtenido por medio de la tecnología HPTR. Estas variables son:

- 1) Grado de deformación plástica aplicado.
- 2) Porcentaje de reducción por pasada de laminación.
- 3) Temperatura a la que se lleva a cabo el recocido de recristalización.
- 4) Velocidad de calentamiento hasta alcanzar la temperatura de recocido.
- 5) Número de tratamientos térmicos intermedios.

7.2 Desarrollo de rutas mediante la laminación de chapas

Durante el proceso de laminación de chapa, la misma es deformada por compresión en la dirección normal. Como resultado, ésta se alargará en la dirección de laminación mientras que, en la dirección transversal, el alargamiento es mínimo. Esto se conoce como deformación plana y ocurre cuando:

$$\frac{a}{e} > 6 \quad (1)$$

Donde a y e corresponden a las dimensiones del ancho y espesor de la chapa respectivamente.

Por otra parte, durante el proceso de laminación HPTR de tubos de calandria sin costura, se produce por compresión en la dirección radial una importante reducción del espesor de pared del tubo manteniéndose el diámetro original esencialmente constante. Se verifica entonces que:

$$\frac{R_e}{R_d} \gg 1 \quad (2)$$

Donde R_e y R_d corresponden a la reducción en el espesor y en el diámetro del tubo respectivamente. Desde el punto de vista de las condiciones de tensión-deformación, este proceso es equivalente a la laminación de chapa llevada a cabo bajo la condición de deformación plana. De esta manera, los patrones de textura cristalina obtenidos para ambos procesos son equivalentes y comparables [8]. En virtud de esto último y de que las ventajas operativas y económicas que implican la prueba de distintas rutas de fabricación laminando chapa son evidentes frente a la laminación de costosos tubos de calandria sin costura, en el presente trabajo la mayor parte de las rutas de fabricación planteadas fue puesta a prueba sobre chapas deformadas bajo la condición de deformación plana.

7.3 Diseño de una ruta en función del grado de deformación plástica aplicado

En el año 2000 y 2002, la agencia nuclear canadiense AECL publicó dos trabajos titulados *"Strengthening Candu Calandria Tubes by Crystallographic Texture"* y *"Development of Crystallographic Texture in Candu Calandria Tubes"* respectivamente donde compararon, como ya se habló en el capítulo I, la textura cristalina desarrollada en tubos de calandria sin costura fabricados mediante el proceso Roll-Extrusion (RE), con la textura cristalina desarrollada en tubos nacionales fabricados mediante el proceso HPTR. En ambos trabajos se arriba a la conclusión de que posiblemente las diferencias en los patrones de textura (tipo radial para RE y tipo bimodal para HPTR) se deben a la mayor cantidad de deformación en frío aplicada en el proceso RE y no a las características distintas de cada proceso en sí mismo. En la figura 7.1 se ha reproducido el gráfico publicado en el segundo trabajo canadiense, donde muestra esta aparente relación entre el grado de deformación plástica aplicada y el factor de textura radial de Kearns.

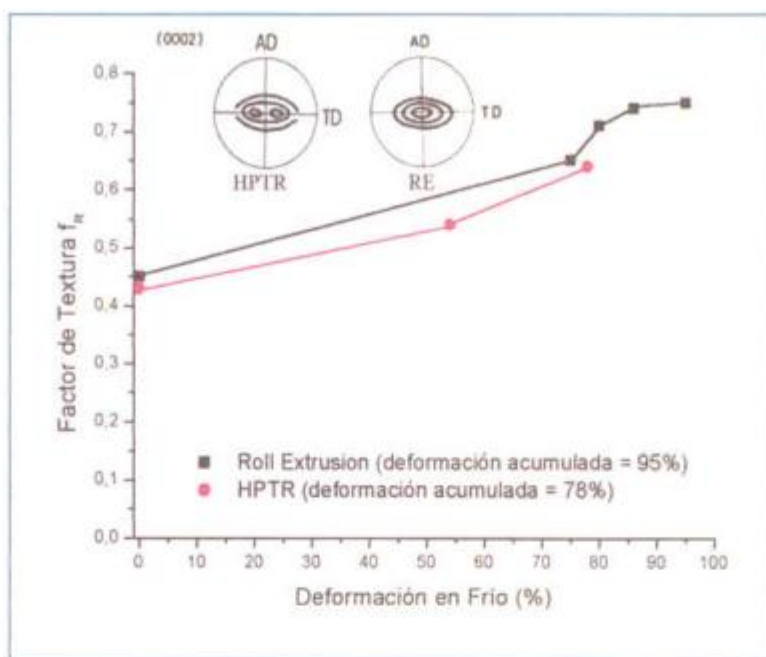


Figura 7.1. Dependencia del factor de textura radial de Kearns con la cantidad de deformación en frío acumulada [3].

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en los trabajos de laminación canadienses, la variable de proceso que inicialmente se estudió, fue precisamente, el grado de deformación plástica acumulado en el material y su incidencia en el desarrollo de la textura cristalina. A tal fin, bajo condiciones de deformación plana, se procedió a laminar chapas de Zry-4 hasta alcanzar distintos grados de deformación plástica. Dado que el rango de deformación comprendido entre el 54% y el 78% había sido ya explorado localmente y documentado en los trabajos canadienses, restaba a este respecto, cubrir el rango de valores de deformación plástica que se extendía más allá del 78% y que no había sido explorado mediante el uso de la tecnología HPTR.

Como materia prima para llevar adelante esta primera etapa del estudio, se emplearon secciones de tubo de calandria con una deformación en frío acumulada del 54%. Por su parte, el tubo de calandria había sido previamente laminado mediante el proceso HPTR a partir de un tubo extrudado con un espesor de pared de 6.5mm y una orientación de sus polos basales respecto a DR ($\phi \approx \pm 45^\circ$) sobre el plano DR-DT. Las rutas de fabricación desarrolladas, se encuentran esquematizadas en la figura 7.2A.

Alternativamente, para corroborar la equivalencia del modo de deformación, entre chapas laminadas bajo condiciones de deformación plana y tubos laminados mediante el proceso HPTR, se procedió a laminar dos tubos sin costura de pequeño diámetro ($\approx 12\text{mm}$)

utilizando la máquina HPTR-815 diseñada para tal fin. La ruta de fabricación correspondiente a los mismos, se detalla en la figura 7.2B.

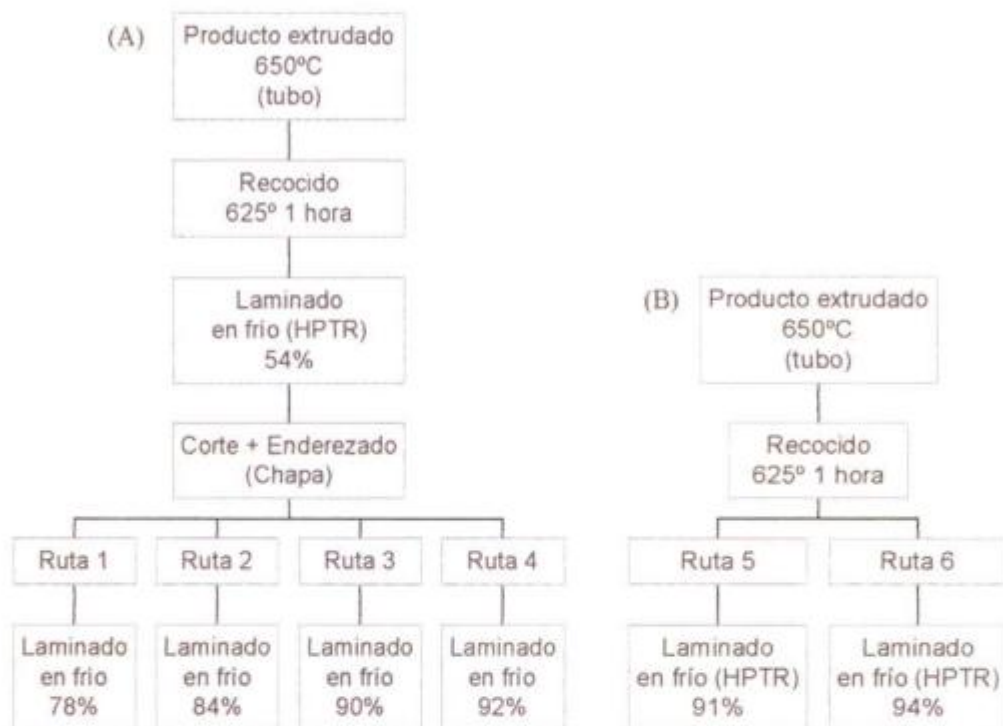


Figura 7.2. (A) esquema de rutas de fabricación para productos planos (chapa). (B) esquema de rutas de fabricación para productos tubulares.

Finalizadas las operaciones de laminación, se procedió a preparar muestras para la medición de textura cristalina. En la siguiente sección, se muestran las figuras de polos obtenidas. El análisis cuantitativo que derivó de las mismas se presenta en el apéndice AI.

7.3.1 Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos.

Las rutas de fabricación analizadas fueron: ruta 1, ruta 2, ruta 4 y ruta 6.

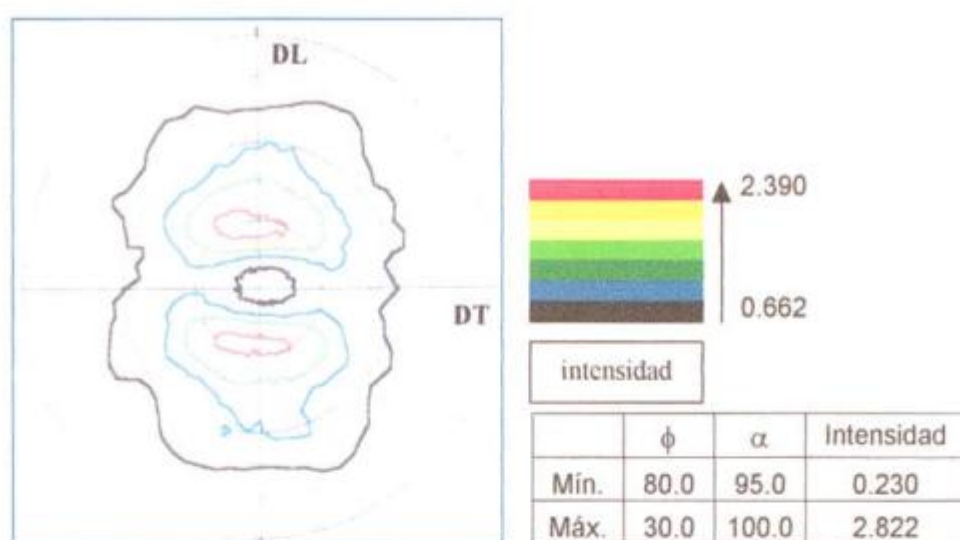


Figura 7.3. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Ruta 1

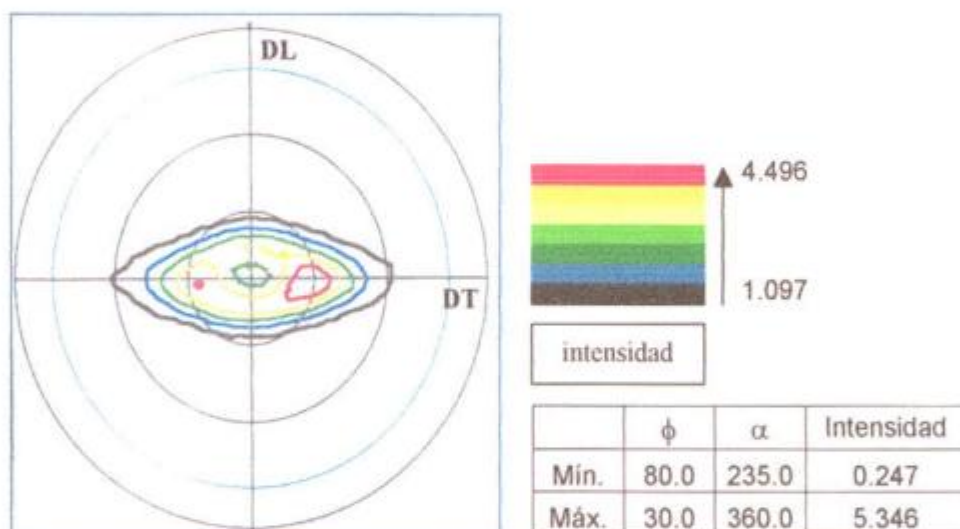


Figura 7.4. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 1

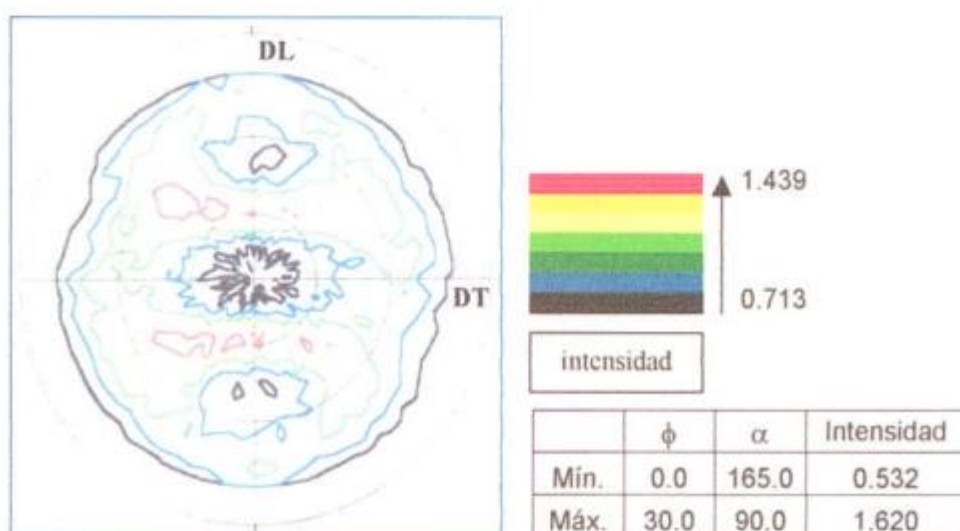


Figura 7.5. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Ruta 1

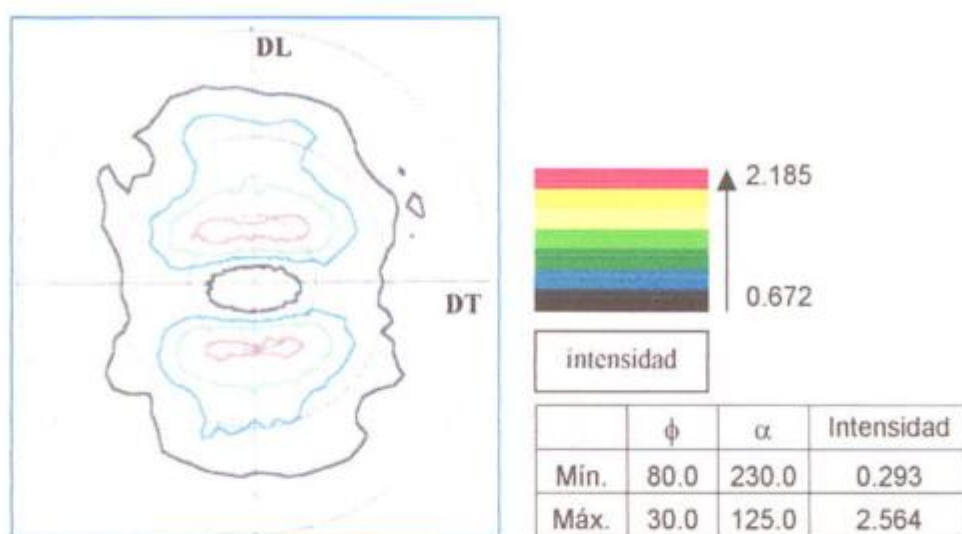


Figura 7.6. Figura de polos $\{1011\}$. Ruta 2

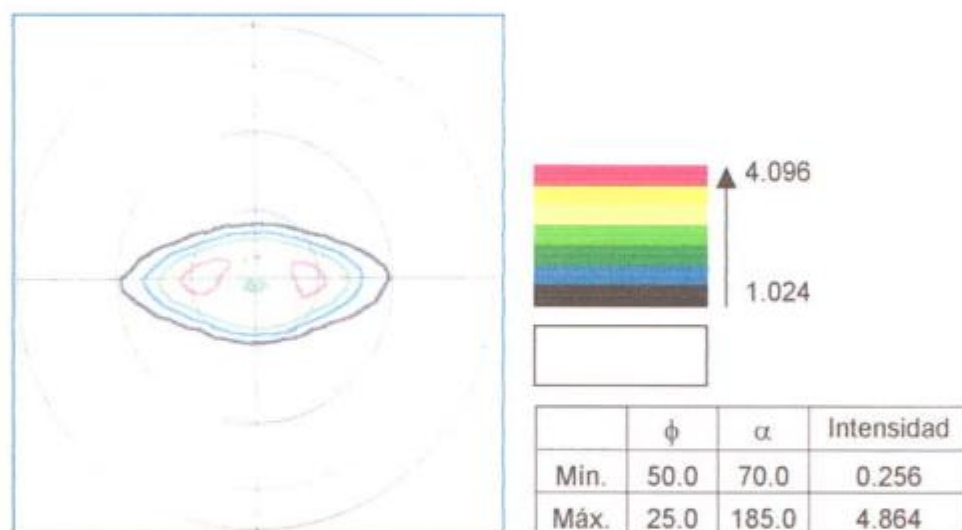


Figura 7.7. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 2

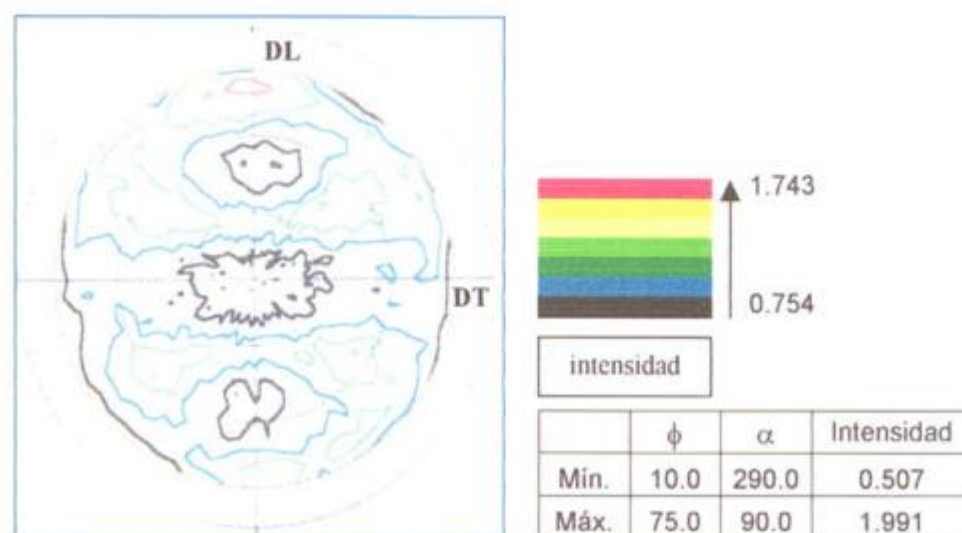


Figura 7.8. Figura de polos $\{1010\}$. Ruta 2

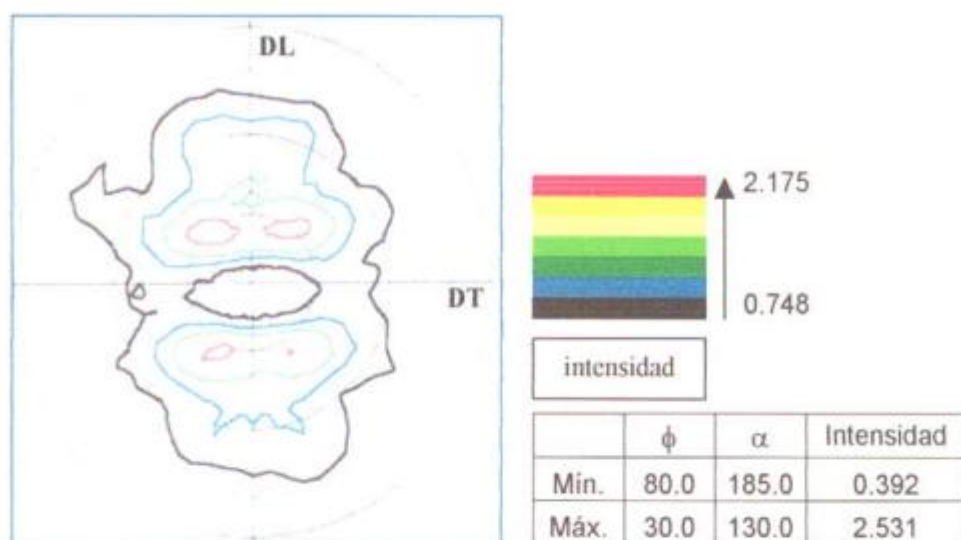


Figura 7.9. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Ruta 4.

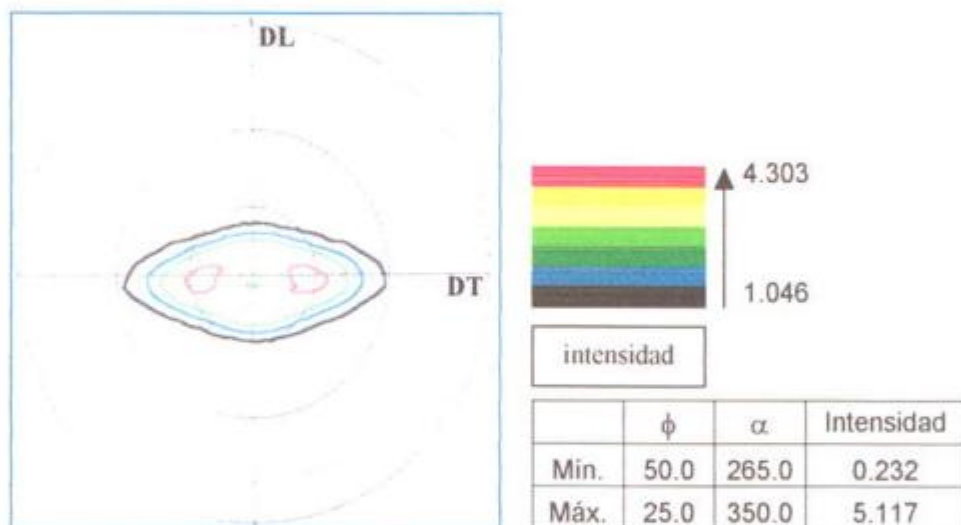


Figura 7.10. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 4

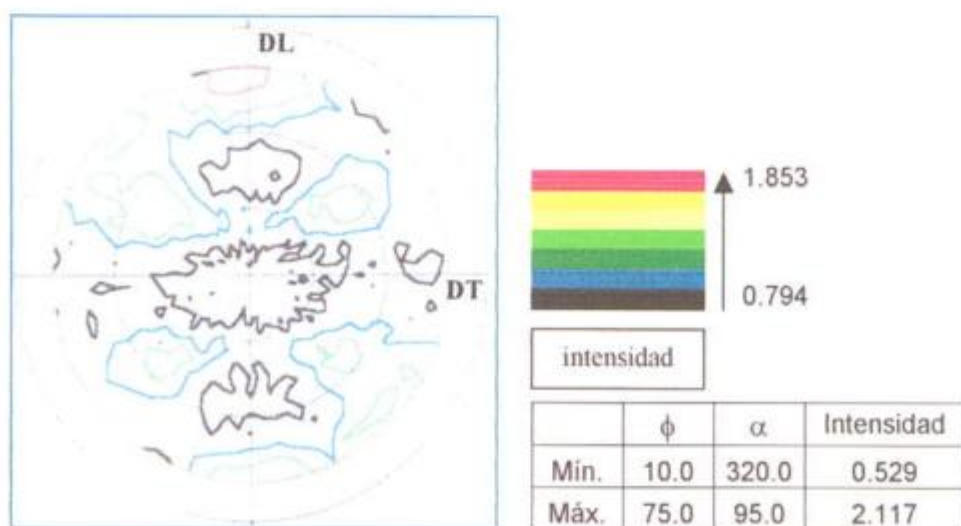


Figura 7.11. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Ruta 4

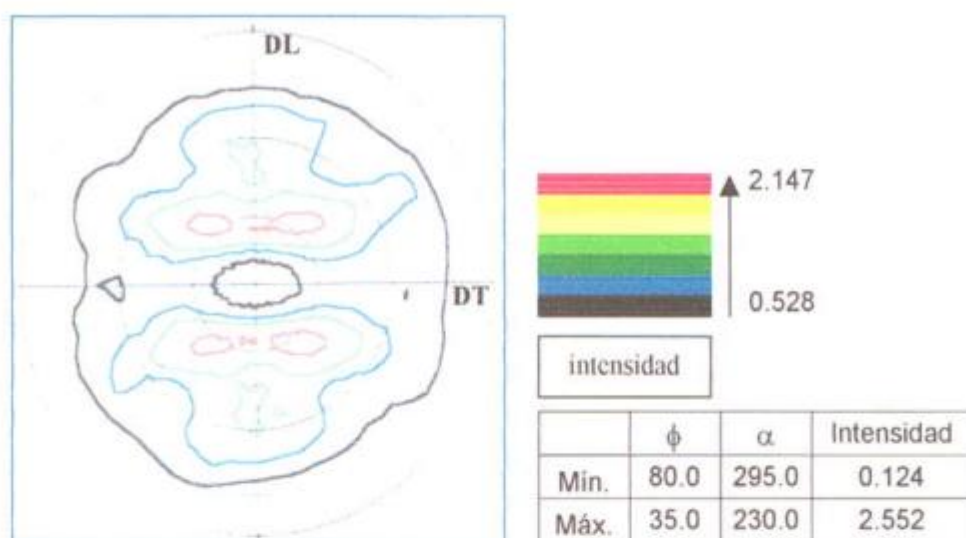


Figura 7.12. Figura de polos $\{1011\}$. Ruta 6

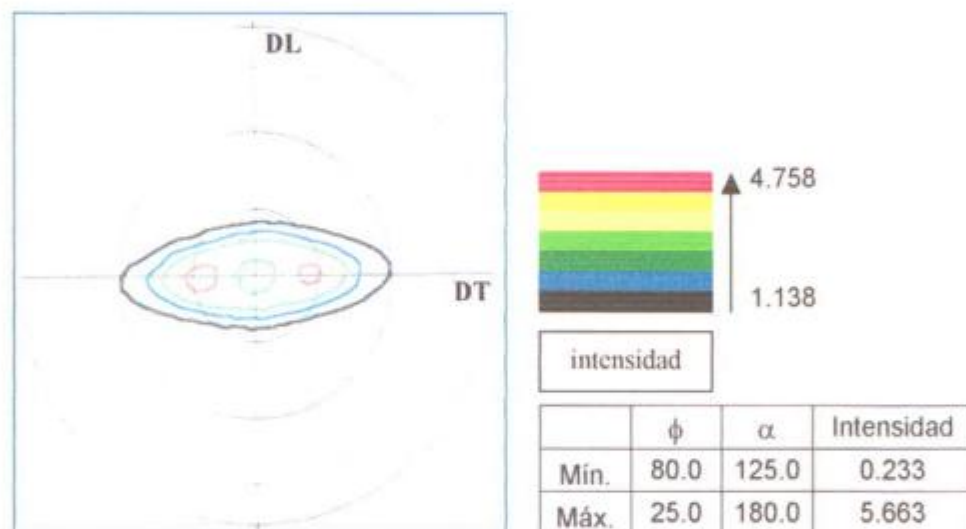


Figura 7.13. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 6

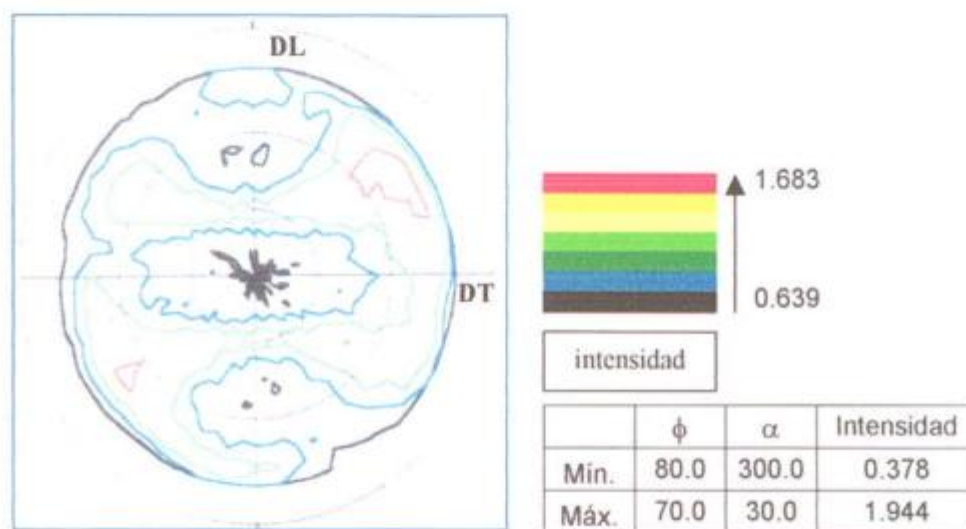


Figura 7.14. Figura de polos $\{1010\}$. Ruta 6

7.4 Diseño de una ruta en función del porcentaje de reducción por paso de laminación

Con el fin de evaluar la incidencia que tiene en el desarrollo de un patrón de textura cristalina el porcentaje de reducción que se aplica al material en cada pasada de laminación, se procedió a deformar en frío y bajo condiciones de deformación plana chapa de Zry-4 siguiendo dos secuencias distintas de fabricación. Las mismas se describen en la figura 7.15.



Figura 7.15. Esquema de rutas de fabricación.

Finalizadas las operaciones de laminación, se procedió a preparar muestras para la medición de textura cristalina. En la siguiente sección, se muestran las figuras de polos obtenidas. El análisis cuantitativo que derivó de las mismas se presenta en el apéndice AI.

7.4.1 Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos.

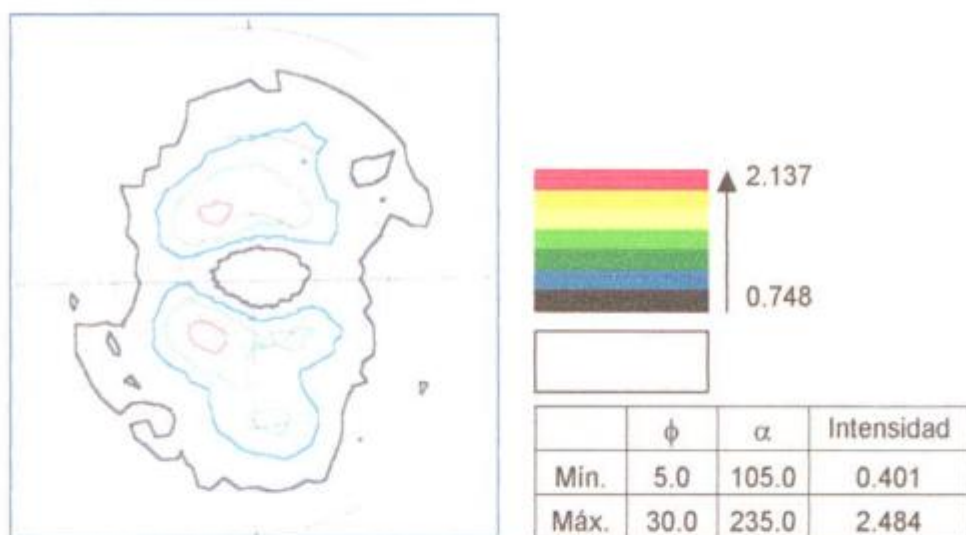


Figura 7.16. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Ruta 7

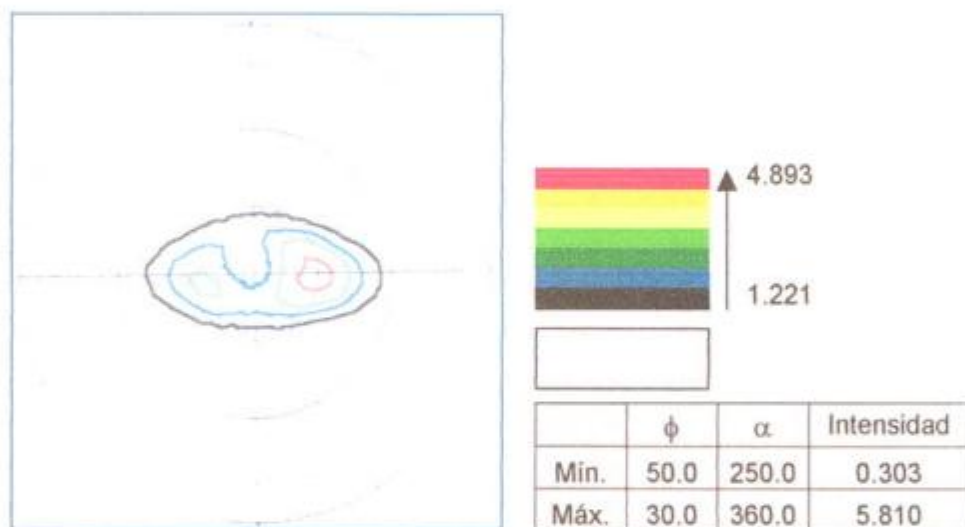


Figura 7.17. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 7

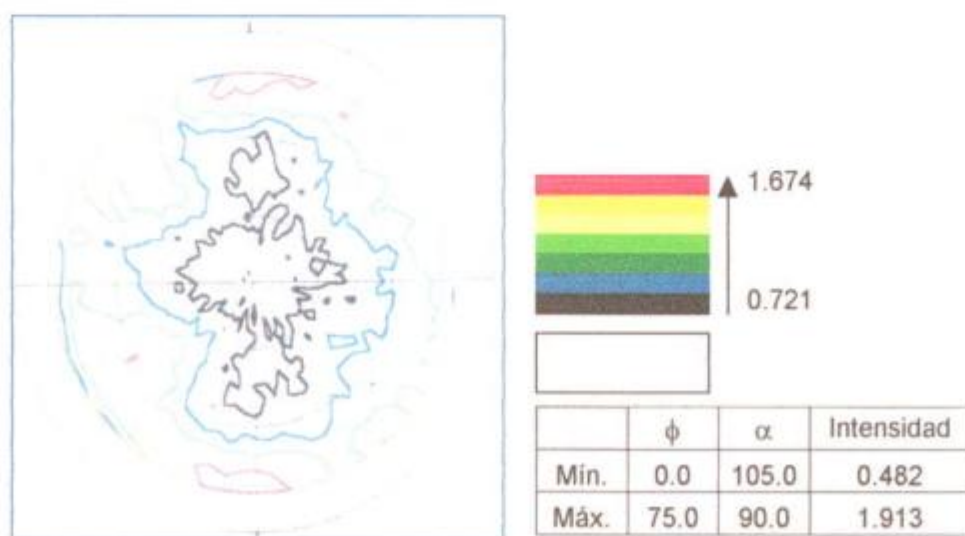


Figura 7.18. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Ruta 7

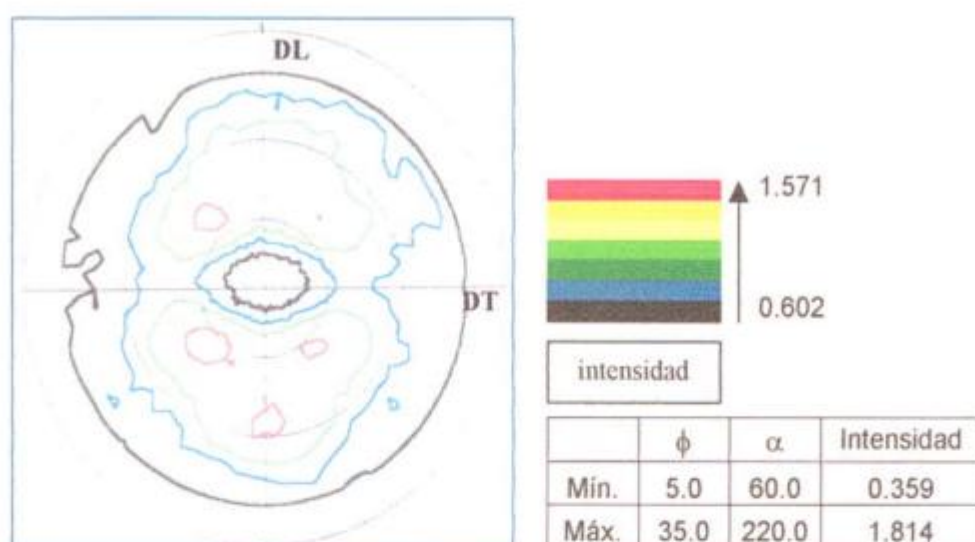


Figura 7.19. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Ruta 8

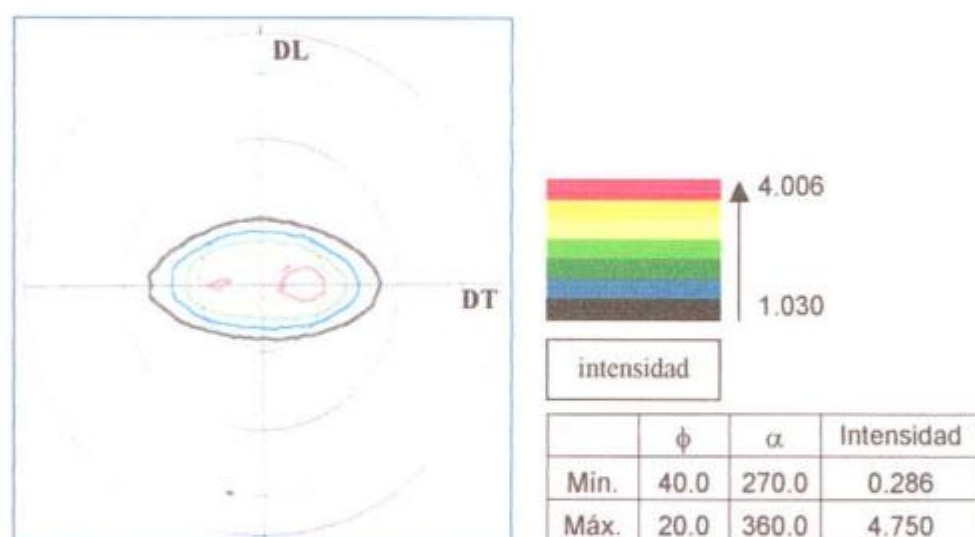


Figura 7.20. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 8

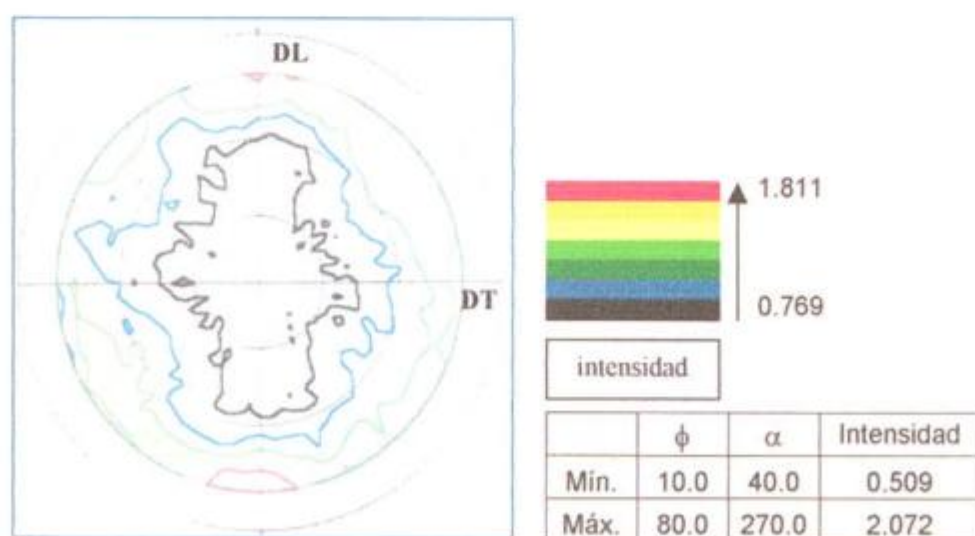


Figura 7.21. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Ruta 8

7.5 Diseño de una ruta en función de la temperatura de recocido.

El estado metalúrgico de servicio de un tubo de calandria es recocido y recristalizado. En función de esto, es necesario llevar a cabo dicho tratamiento térmico finalizado el proceso de deformación plástica o, incluso también, como una etapa intermedia dentro de una ruta de fabricación dada.

En este punto se buscará entonces evaluar la incidencia que tiene en la evolución de la textura cristalina, la temperatura elegida para llevar a cabo el tratamiento de recocido. Esta evaluación fue llevada a cabo sobre material procedente de la ruta de fabricación N°4 con un 92% de deformación en frío.

Los tratamientos térmicos fueron llevados a cabo bajo vacío en la instalación descrita en 5.3. Las temperaturas de tratamiento seleccionadas fueron 585°C y 750°C. En ambos casos, el tiempo de permanencia a la temperatura de recocido fue de 1 hora.

Finalizados los tratamientos arriba descritos, se procedió a preparar muestras para la medición de textura cristalina. En la siguiente sección, se muestran las figuras de polos obtenidas. El análisis cuantitativo que derivó de las mismas se presenta en el apéndice AI.

7.5.1 Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos.

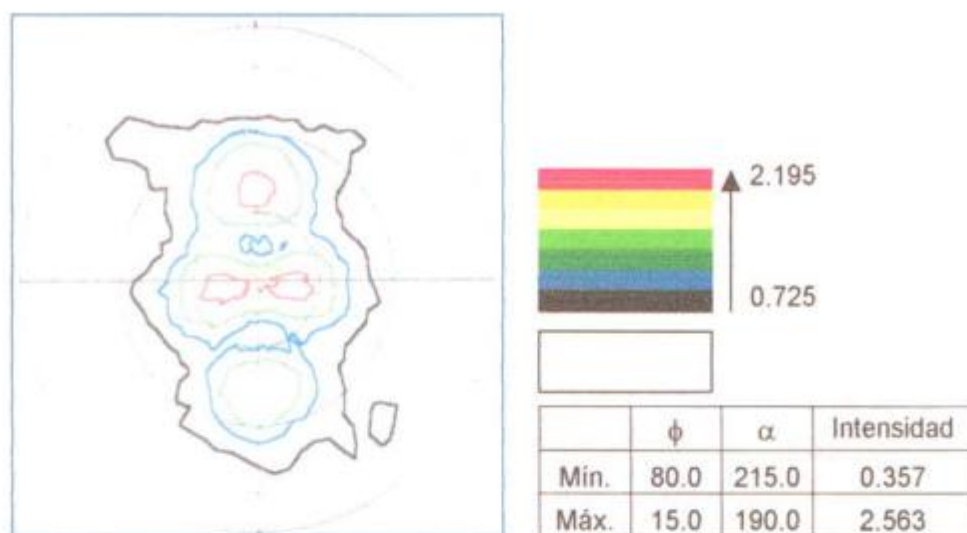


Figura 7.22. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. TT585°C

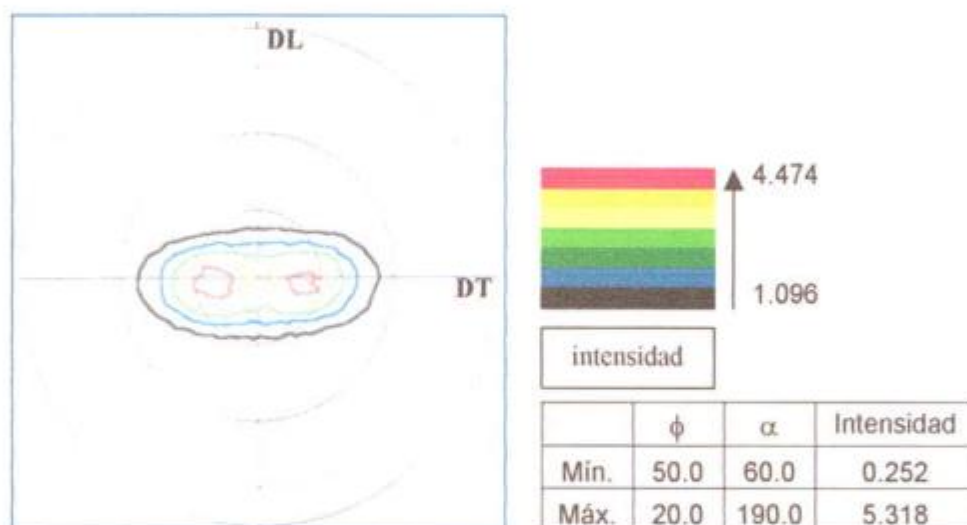


Figura 7.23. Figura de polos $\{0002\}$. TT585°C

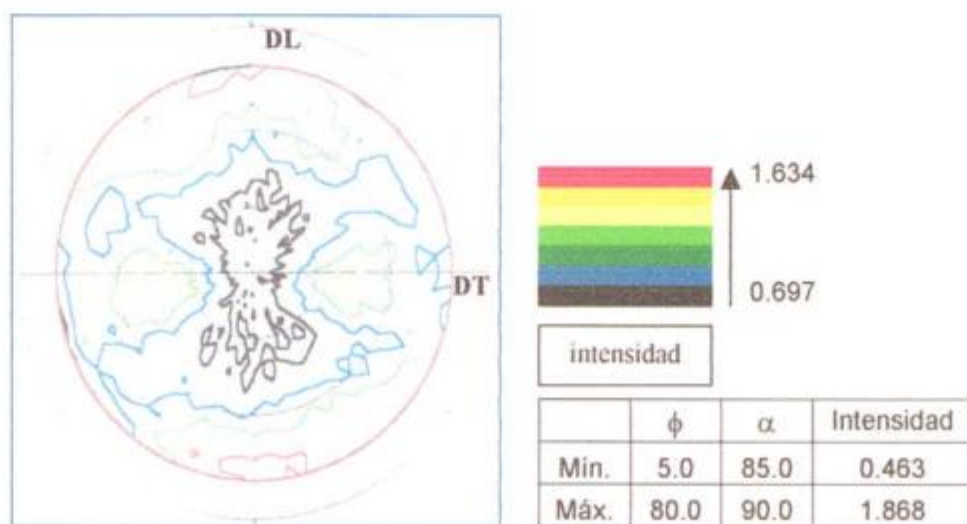


Figura 7.24. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. TT585°C

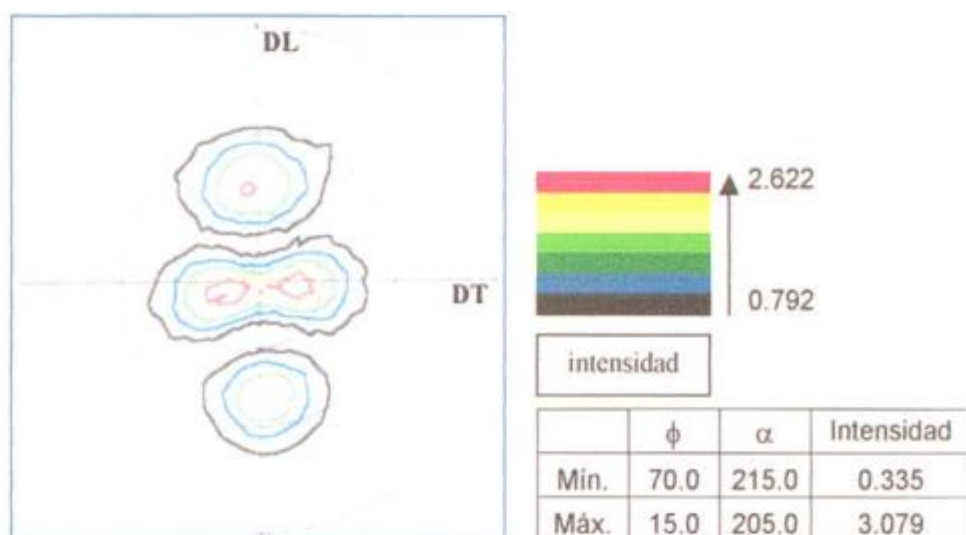


Figura 7.25. Figura de polos $\{1011\}$. TT750°C

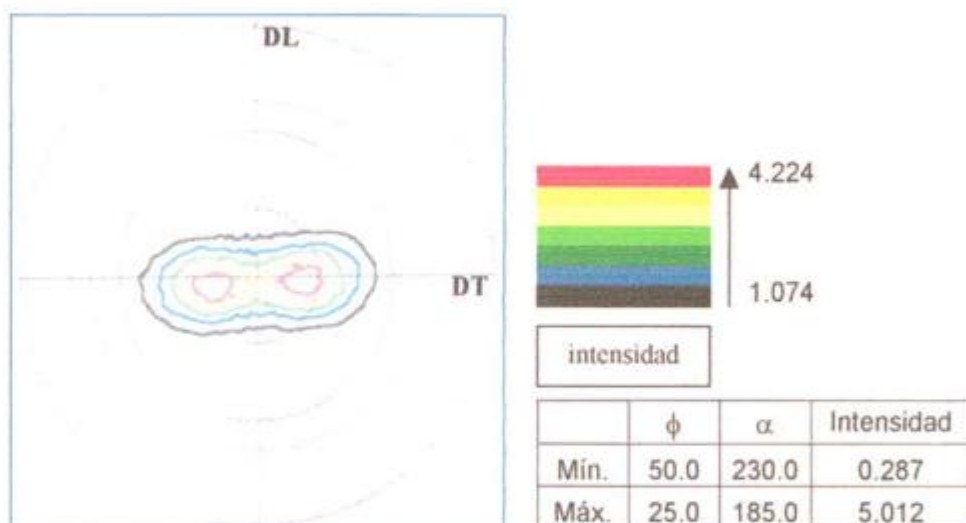


Figura 7.26. Figura de polos $\{0002\}$. TT750°C

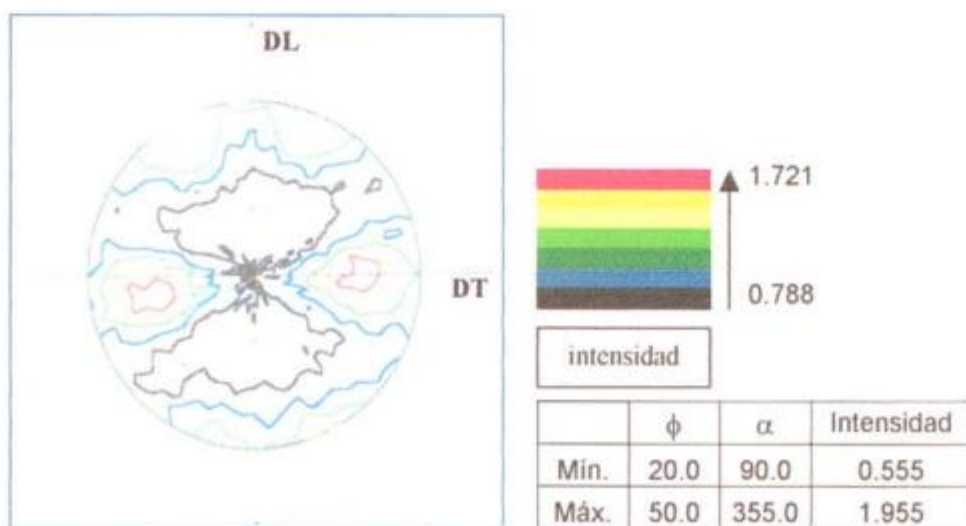


Figura 7.27. Figura de polos $\{1010\}$. TT750°C

7.6 Diseño de una ruta en función de la velocidad de calentamiento

Un tratamiento convencional de recocido, no sólo implica el tiempo de permanencia a la temperatura de recocido propiamente dicha, sino que involucra además un tiempo asociado a la rampa de calentamiento. Este último, abarca industrialmente, un rango que puede ir desde varios minutos hasta horas.

En el capítulo IV se desarrolló lo que se encuentra publicado y se conoce, acerca de texturas de recristalización en circonio y sus aleaciones. Ninguno de los trabajos allí citados manifiesta un particular interés en la posible influencia que podría tener en el patrón final de textura la velocidad de calentamiento (el tiempo empleado por la rampa de calentamiento para alcanzar la temperatura de recocido seleccionada). Para el caso de otros materiales, tales como aceros, cobre y aleaciones tipo Fe-3Si, la situación no es la misma, siendo posible encontrar numerosos trabajos que tratan sobre el tema [38-39-40].

H.Hu en 1960, fue el primero en notar la dependencia que tenía la textura de recristalización con la velocidad de calentamiento en monocristales de Fe-3Si. Observó que el monocristal, desarrollaba una textura del tipo (110)[001] para elevadas velocidades de calentamiento, y otra del tipo (210)[001] para bajas velocidades. Si bien las experiencias de Hu han sido repetidas en numerosas oportunidades, hasta el momento el fenómeno resulta difícil de explicar [40]. En el caso de aceros se ha observado, por una lado, el desarrollo de texturas más intensas comparadas con aquellas desarrolladas durante tratamientos convencionales [39], por otro, la extinción de alguna de las componentes de textura que se encontraban presentes luego del proceso de deformación en frío [38].

En el presente punto se busca evaluar cualitativamente que incidencia tiene la velocidad de calentamiento en la textura de recristalización desarrollada en muestras de Zry-4. Para tal fin, se compararán los patrones de textura obtenidos sobre material perteneciente a la ruta N°4 tratado térmicamente a través de tres secuencias distintas (figura 7.28). En general, la técnica empleada para lograr elevadas velocidades de calentamiento consiste en el empleo de bobinas de inducción magnética. Generalmente éstas son de flujo longitudinal para el caso de aleaciones ferrosas y de flujo transversal para el caso de aleaciones no ferrosas. Otra de las técnicas utilizadas, consiste en el empleo de baños de sales o metales fundidos que se encuentran a la temperatura de recocido al momento de sumergir la muestra de material en estudio [40]. En nuestro trabajo, se utilizó la segunda de las técnicas citadas.



Figura 7.28. Esquema de tratamientos térmicos aplicados sobre material deformado en frío 92%

Lo que se busca lograr al sumergir la muestra en el baño de aluminio líquido, es que la misma, alcance la temperatura de recocido, en pocos segundos. Para tal fin fueron preparadas pequeñas muestras tipo placa con las siguientes dimensiones: 30mm (largo) x 25mm (ancho) x 0.5mm (espesor). Finalizados los tratamientos arriba descriptos, se procedió a preparar muestras para la medición de textura cristalina. En la siguiente sección, se muestran las figuras de polos obtenidas. El análisis cuantitativo que derivó de las mismas se presenta en el apéndice AI.

7.6.1 Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos.

Las figuras de polos presentes en esta sección, corresponden a las secuencias B y C. Las figuras correspondientes a la secuencia A, fueron presentadas en 7.5.1.

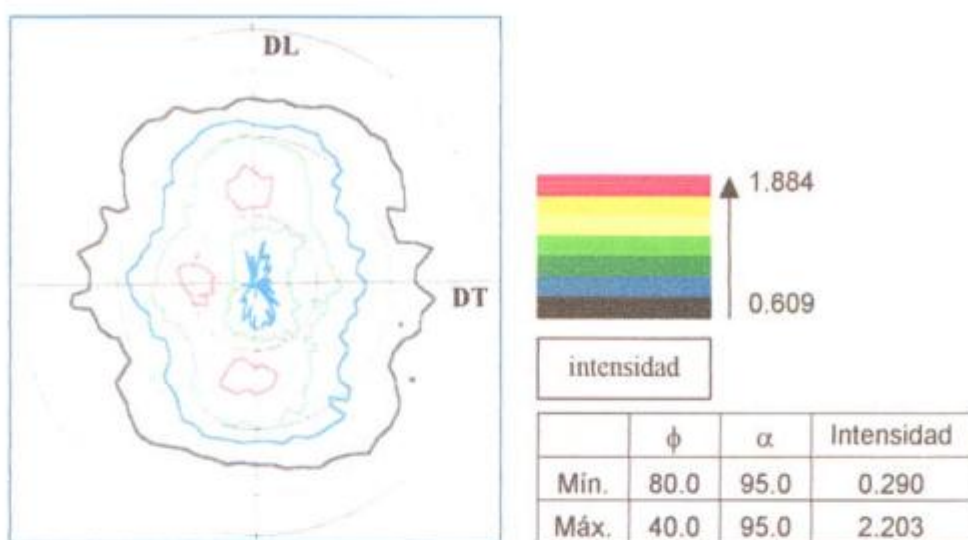


Figura 7.29. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Sec. B.

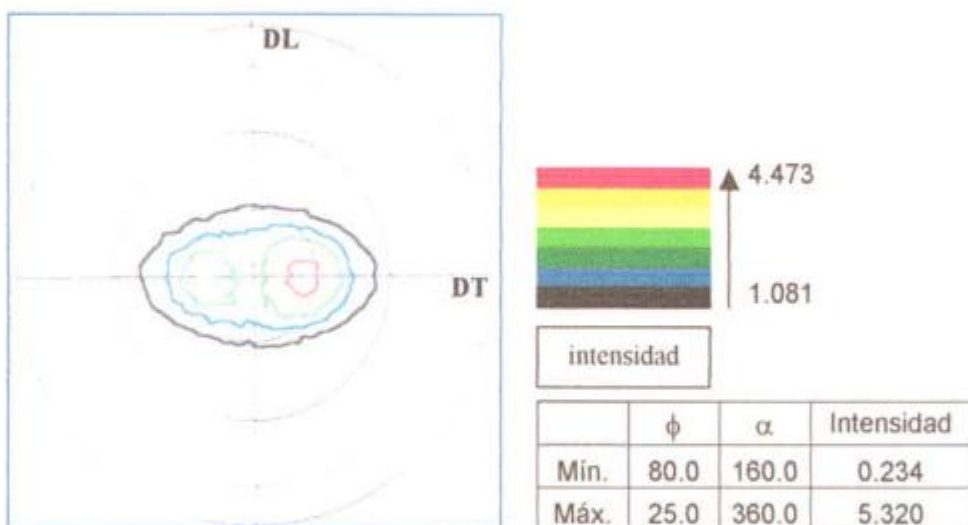


Figura 7.30. Figura de polos $\{0002\}$. Sec. B

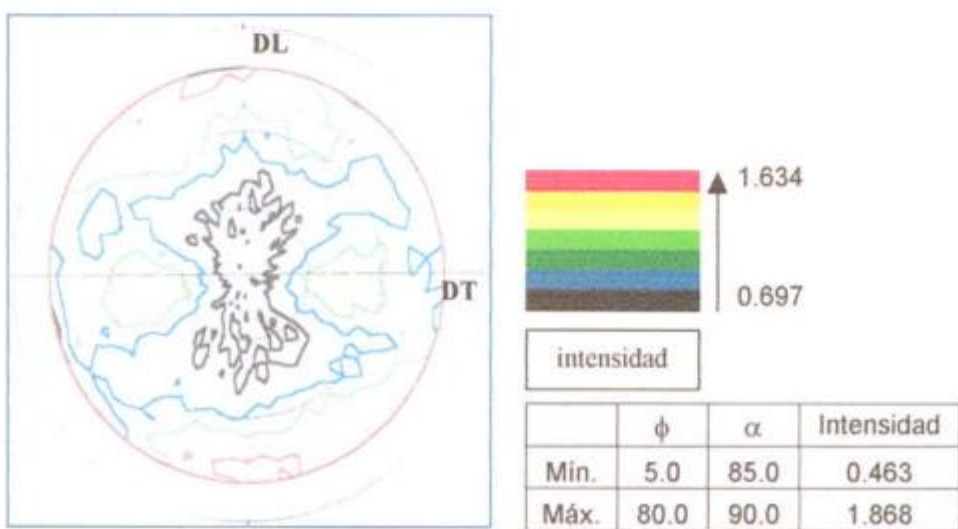


Figura 7.31. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Sec. B

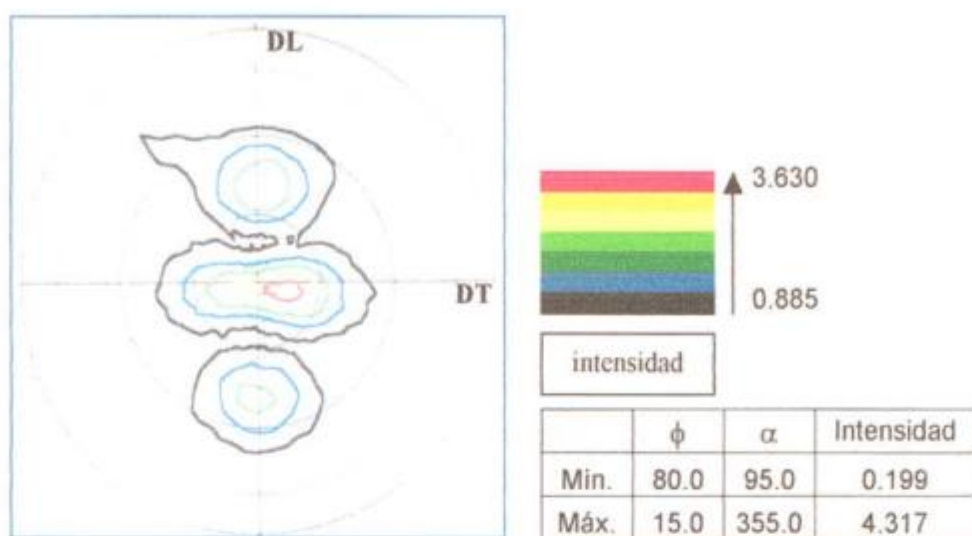


Figura 7.32. Figura de polos $\{1011\}$. Sec. C

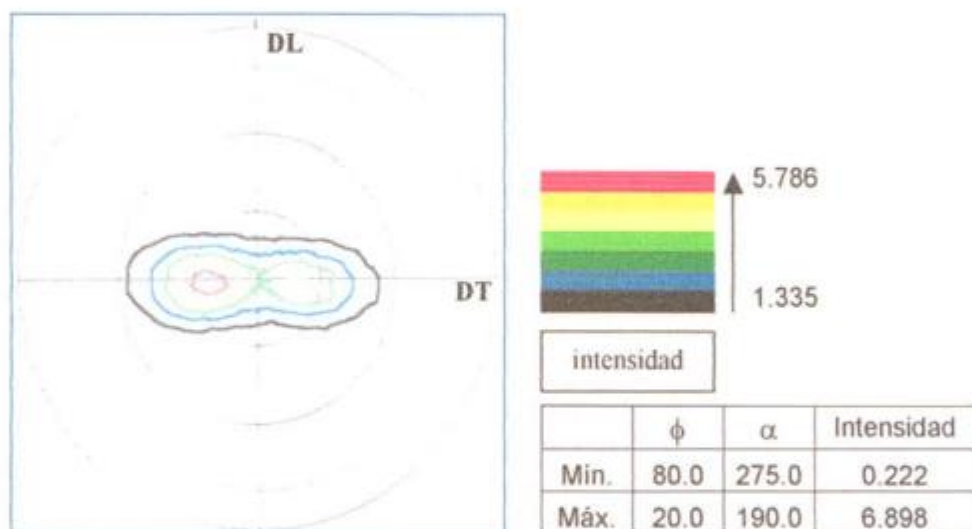


Figura 7.33. Figura de polos $\{0002\}$. Sec. C

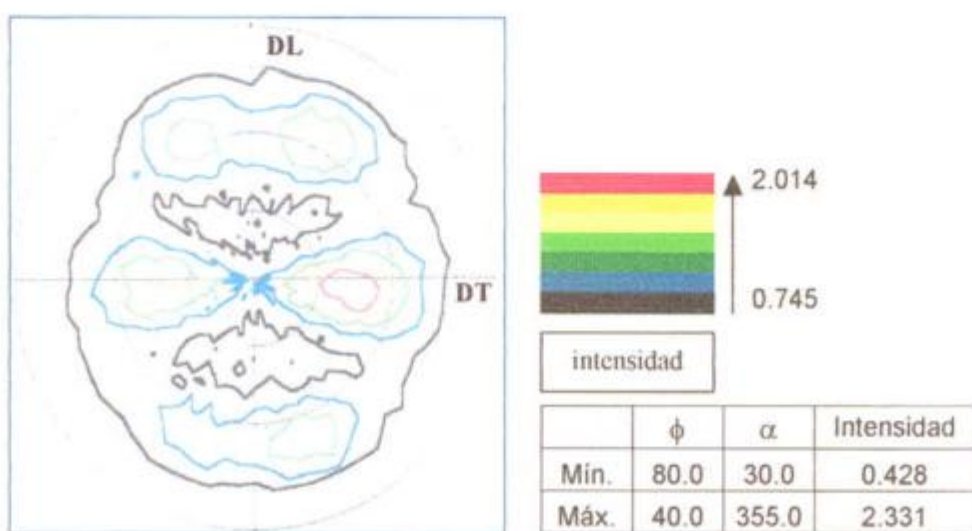


Figura 7.34. Figura de polos $\{1010\}$. Sec. C

7.7 Diseño de una ruta de fabricación en función de la aplicación de tratamientos térmicos intermedios.

Con el fin de evaluar la incidencia que tiene en el desarrollo de un patrón de textura cristalina la incorporación de tratamientos térmicos intermedios entre etapas de laminación, se procedió a deformar en frío bajo condiciones de deformación plana chapa de Zry-4 siguiendo 6 secuencias distintas de fabricación. Las mismas se describen en la figura 7.35.

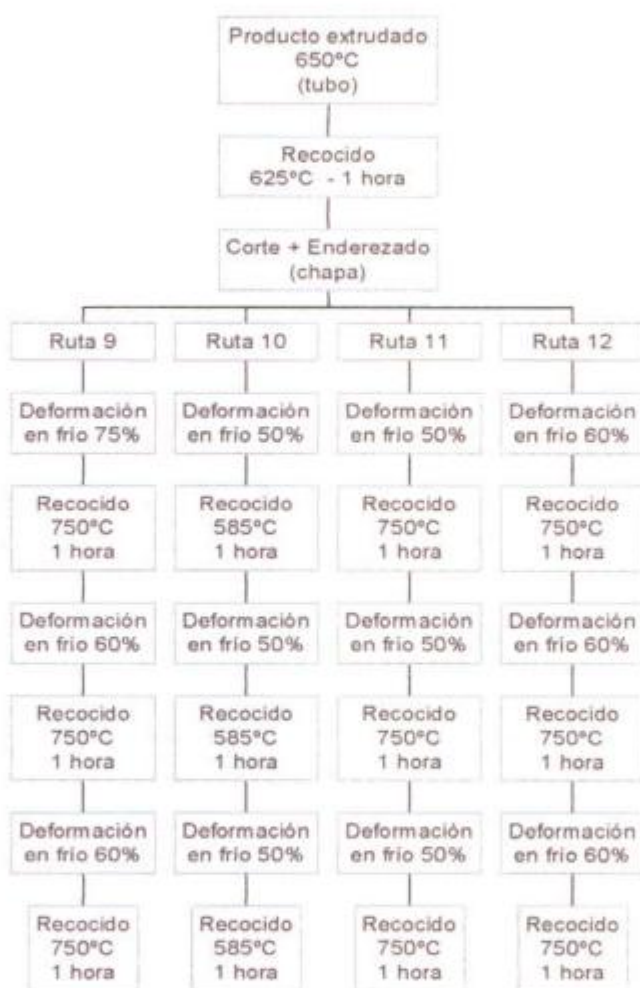


Figura 7.35. Esquema de rutas de fabricación.

Finalizadas las operaciones de laminación, se procedió a preparar muestras para la medición de textura cristalina. En la siguiente sección, se muestran las figuras de polos obtenidas. El análisis cuantitativo que derivó de las mismas se presenta en el apéndice AI.

7.7.1 Evaluación de la textura cristalina. Figuras de polos.

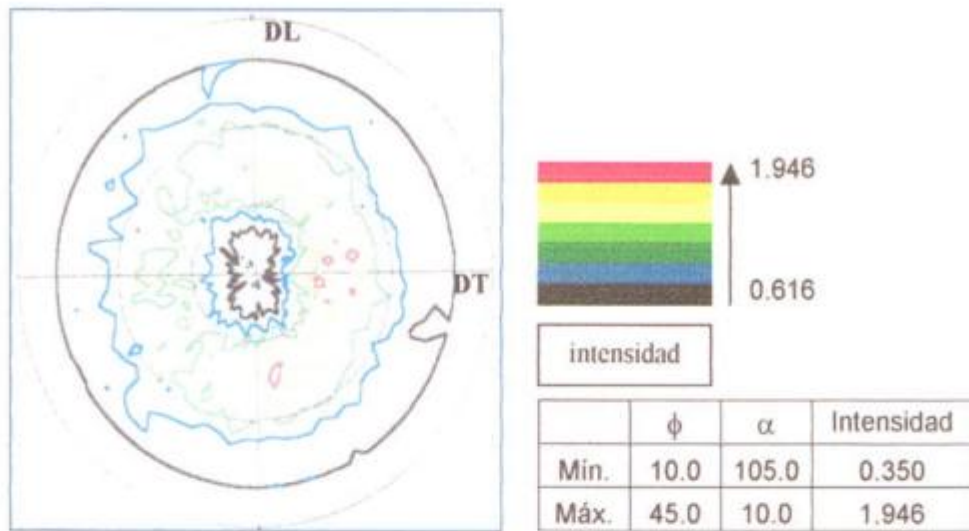


Figura 7.36. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Ruta 9

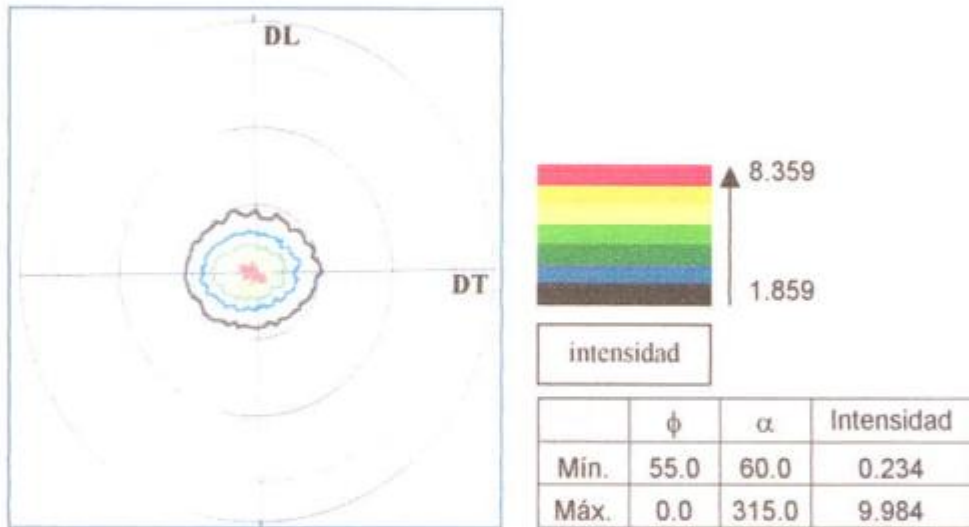


Figura 7.37. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 9

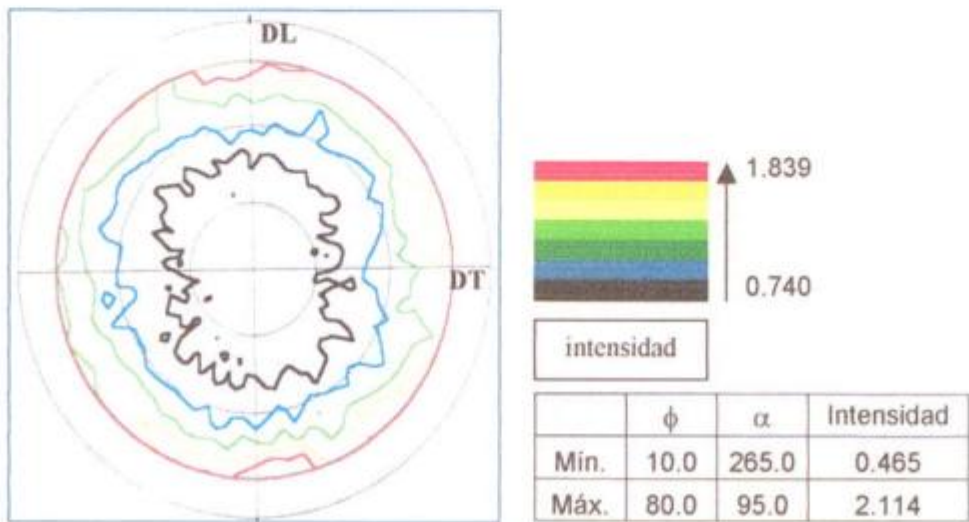


Figura 7.38. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Ruta 9

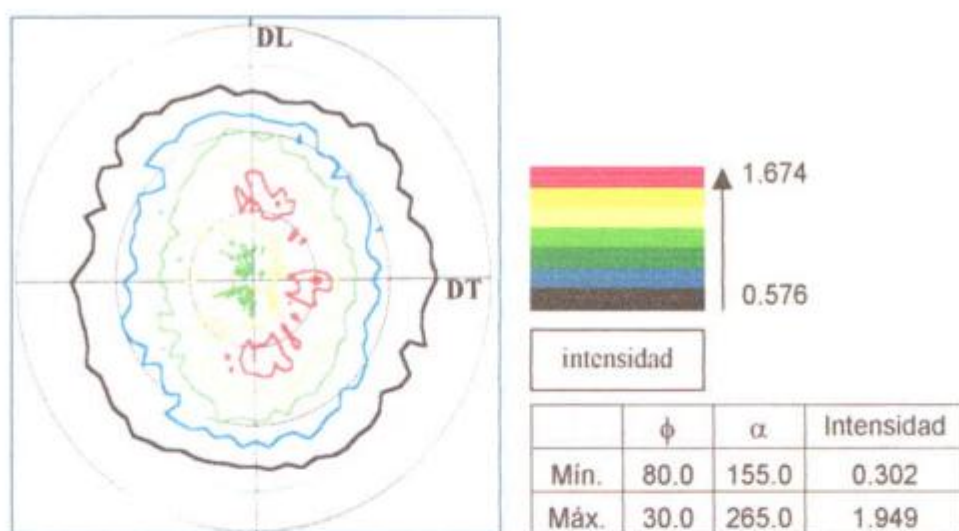


Figura 7.39. Figura de polos $\{1011\}$. Ruta 10A

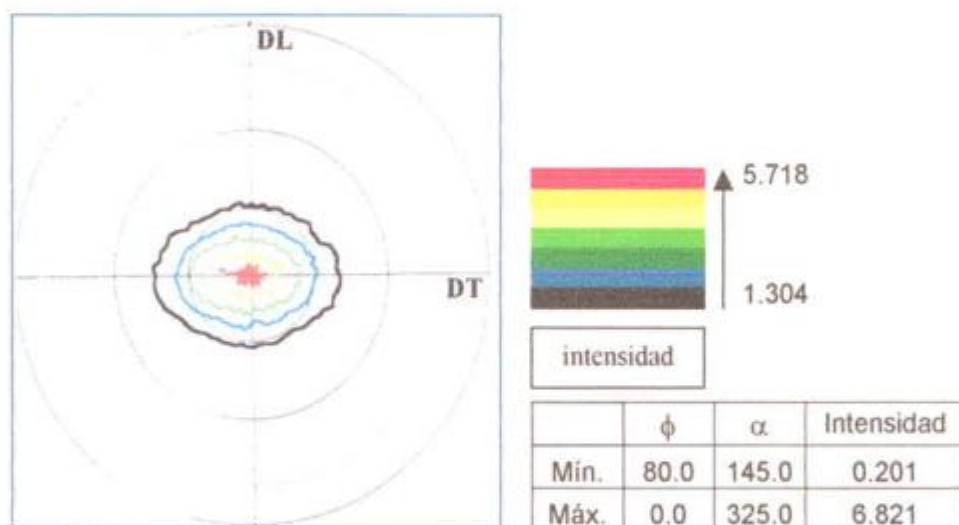


Figura 7.40. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 10A

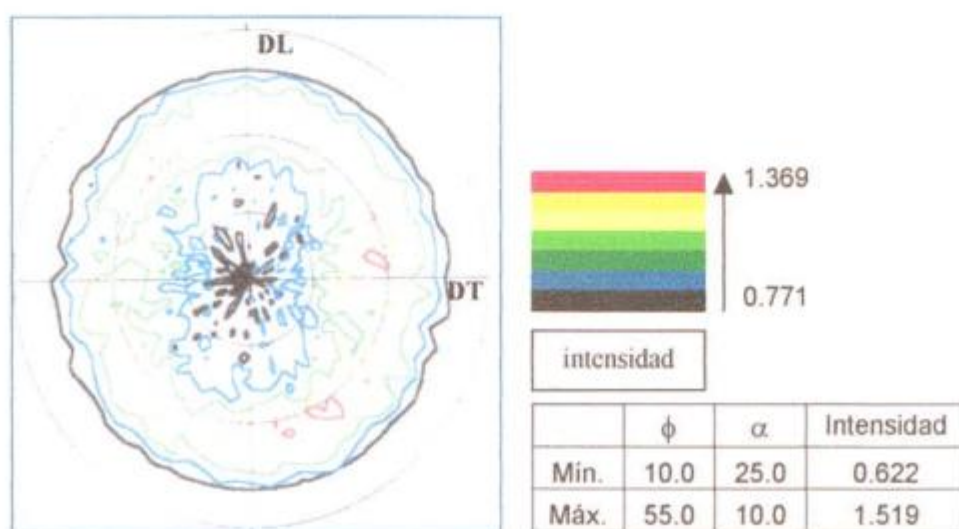


Figura 7.41. Figura de polos $\{1010\}$. Ruta 10A

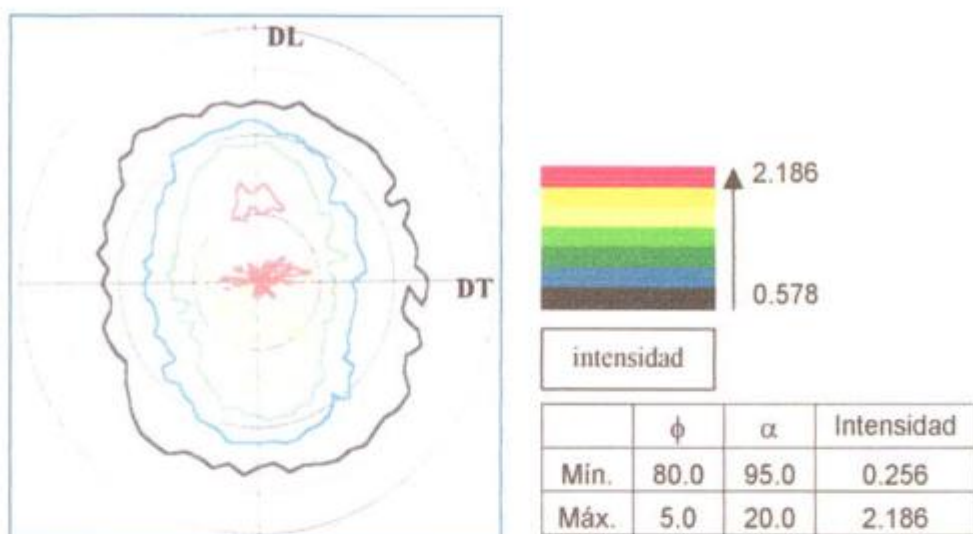


Figura 7.42. Figura de polos $\{1011\}$. Ruta 10B

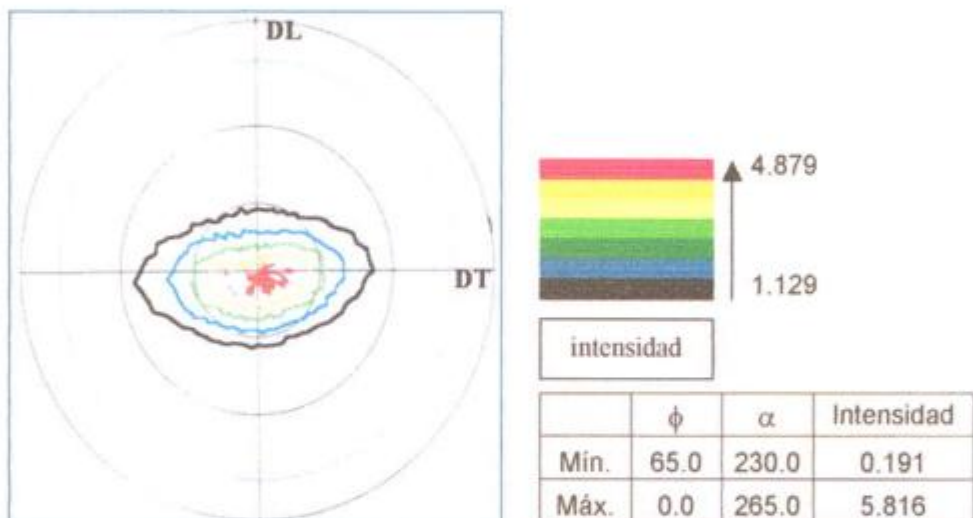


Figura 7.43. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 10B

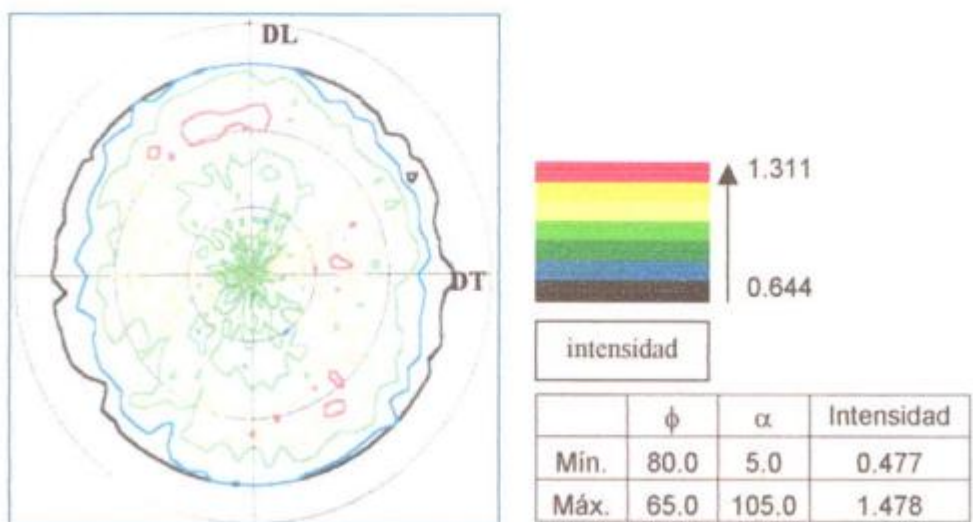


Figura 7.44. Figura de polos $\{1010\}$. Ruta 10B

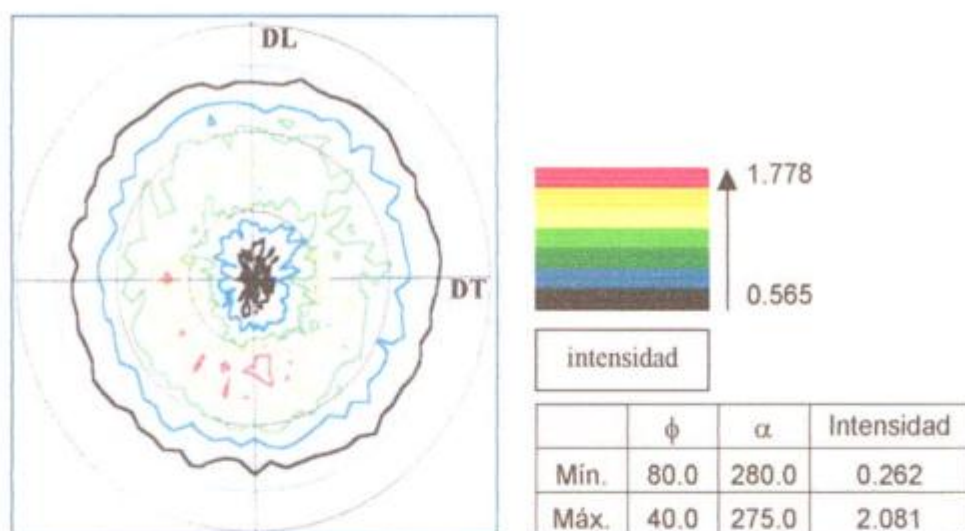


Figura 7.45. Figura de polos $\{10\bar{1}1\}$. Ruta 11

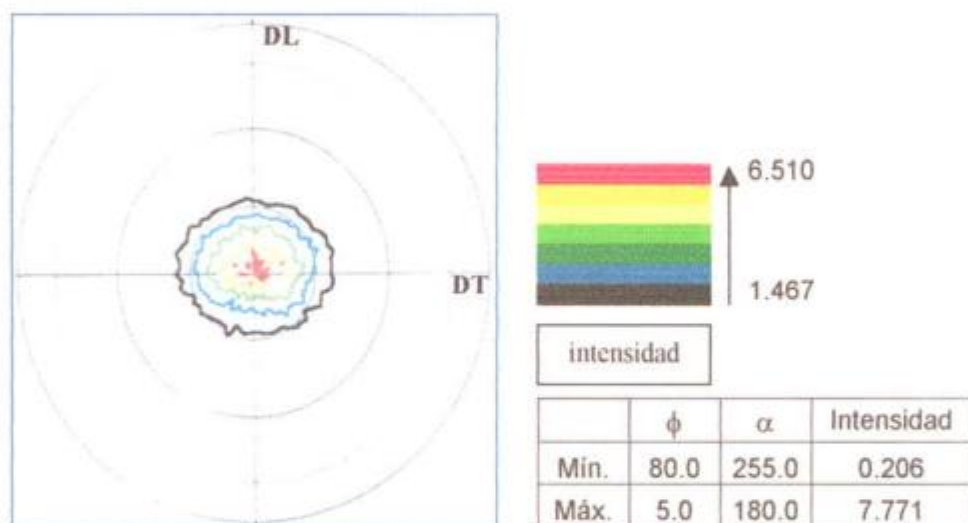


Figura 7.46. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 11

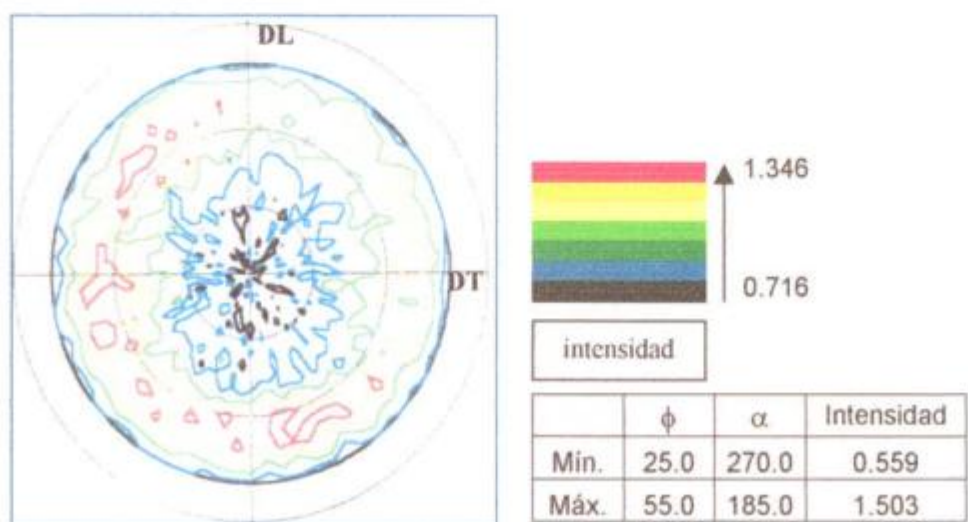


Figura 7.47. Figura de polos $\{10\bar{1}0\}$. Ruta 11

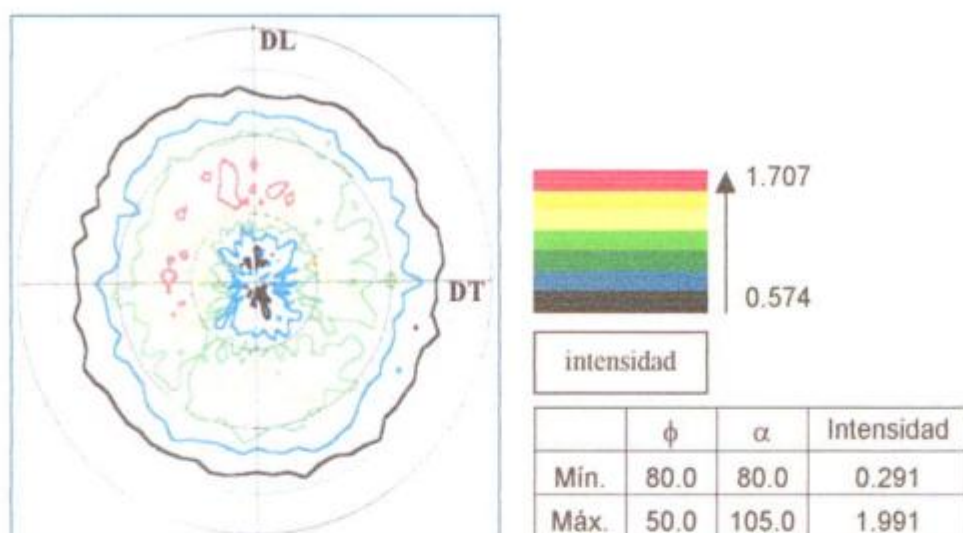


Figura 7.48. Figura de polos $\{1011\}$. Ruta 12

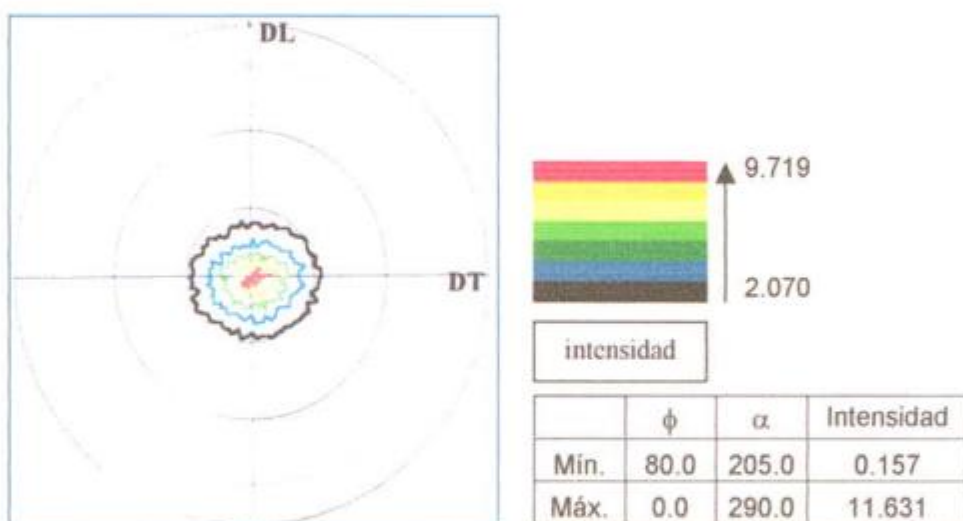


Figura 7.49. Figura de polos $\{0002\}$. Ruta 12

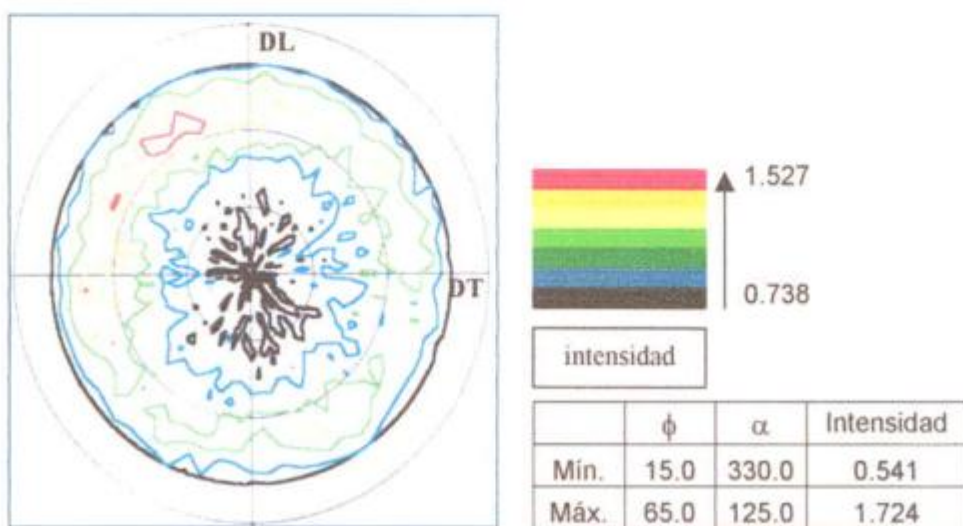


Figura 7.50. Figura de polos $\{1010\}$. Ruta 12

7.8 Resumen de los resultados obtenidos

En la siguiente tabla, se presenta un resumen cuantitativo de los valores obtenidos y calculados a partir de las figuras de polos correspondientes al plano 00.2.

Muestra	Angulo de Máxima Intensidad ($\phi_{\max}$)	Pico de Intensidad	Factor de Textura f_N
Ruta 1	30°	5.346	0.613
Ruta 2	25°	4.864	0.587
Ruta 4	25°	5.117	0.559
Ruta 6	25°	5.663	0.577
Ruta 7	30°	5.810	0.519
Ruta 8	20°	4.750	0.545
Ruta 4 + TT585°C – 1h	20°	5.318	0.573
Ruta 4 + TT750°C – 1h	25°	5.012	0.600
Ruta 4 + TT750°C – 5"	25°	5.320	0.594
Ruta 4 + TT 750°C – 2'	20°	6.898	0.610
Ruta 9	0°	9.984	0.657
Ruta 10A (*1)	0°	6.821	0.657
Ruta 10B (*2)	0°	5.816	0.631
Ruta 11	0°	7.771	0.662
Ruta 12	0°	11.631	0.703

(*1) Valores medidos en la mitad del espesor de la muestra.

(*2) Valores medidos sobre la superficie de la muestra.

8

**PROPIEDADES
MECANICAS**

8.1 Introducción

Como fue oportunamente desarrollado en el capítulo introductorio, los programas de estudio llevados adelante por la agencia nuclear canadiense AECL relativos a la mejora de propiedades mecánicas biaxiales en tubos de calandria, resultaron en el desarrollo y obtención de tubos sin costura fabricados a partir el proceso Roll Extrusion [3-7]. A través del mismo y como consta en los trabajos citados, se pudo lograr una textura radial intensa y por lo tanto un marcado endurecimiento por textura cristalina. En dichos trabajos, el estudio y comparación de propiedades mecánicas de tubos argentinos y canadienses se centró en la realización de ensayos que permitieron evaluar los efectos de la textura cristalina en las propiedades mecánicas biaxiales. La experiencia más directa en la obtención de datos al respecto, fue la práctica de ensayos de explosión manteniendo fijos los extremos del tubo. En segundo lugar, fue la determinación mediante ensayos de tensión uniaxial de los índices de anisotropía plástica R y P; definiéndose a los mismos como:

$$R = \frac{\varepsilon_x}{\varepsilon_z} \quad (1)$$

Donde ε_x y ε_z corresponden a la deformación en el ancho y en el espesor de la probeta respectivamente durante un ensayo de tensión uniaxial en donde además, la dirección de aplicación de la carga, es paralela a la dirección de laminación de la chapa o el tubo. Por otra parte, el índice de anisotropía P, se define como:

$$P = R_{90} \quad (2)$$

Donde R_{90} es el índice medido cuando la dirección de aplicación de la carga es perpendicular a la dirección de laminación de la chapa o el tubo. Mediante el empleo de estos índices de anisotropía, obtenidos a partir de ensayos de tracción unidireccional, es posible calcular en forma teórica las relaciones de tensión-deformación que se establecen en un tubo de calandria sometido a un ensayo de explosión manteniendo fijos los extremos del mismo.

8.2 Deformación anisotrópica del tubo de calandria

8.2.1 Ecuaciones básicas de la teoría de plasticidad.

Basados en la teoría de plasticidad de Hill [41] para materiales anisotrópicos, el criterio de fluencia correspondiente a un estado tridimensional de tensiones en las tres direcciones principales, está dado por:

$$F(\sigma_y - \sigma_z)^2 + G(\sigma_z - \sigma_x)^2 + H(\sigma_x - \sigma_y)^2 = 1 \quad (3)$$

Las constantes de anisotropía F , G y H , se relacionan con la tensión de fluencia uniaxial (X , Y , Z) en las direcciones principales a través de:

$$G + H = \frac{1}{X^2}, \quad H + F = \frac{1}{Y^2}, \quad F + G = \frac{1}{Z^2} \quad (4)$$

Por su parte, los incrementos de deformación plástica $d\varepsilon$ en las tres direcciones principales, se relacionan con las tensiones principales a través de:

$$d\varepsilon_x = C[H(\sigma_x - \sigma_y) + G(\sigma_x - \sigma_z)] \quad (5a)$$

$$d\varepsilon_y = C[F(\sigma_y - \sigma_z) + H(\sigma_y - \sigma_x)] \quad (5b)$$

$$d\varepsilon_z = C[G(\sigma_z - \sigma_x) + F(\sigma_z - \sigma_y)] \quad (5c)$$

8.2.2 Aplicación a un tubo de calandria

Para un tubo al cual se le aplica presión interna manteniendo fijos sus extremos, σ_z es aproximadamente cero (figura 8.1). El criterio de fluencia puede ser escrito como:

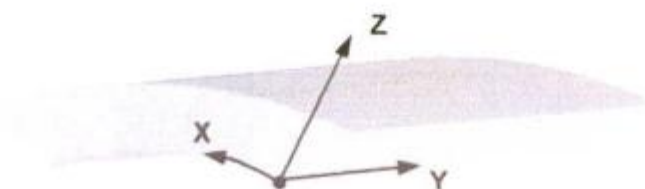


Figura 8.1. Geometría y direcciones principales de tensión: X = circunferencial, Y = longitudinal, Z = radial.

$$F\sigma_y^2 + G\sigma_x^2 + H(\sigma_x - \sigma_y)^2 = 1 \quad (6)$$

En un ensayo de tensión uniaxial, en la dirección longitudinal, $\sigma_x = \sigma_y = 0$. Se define entonces:

$$\frac{d\varepsilon_x}{d\varepsilon_z} = R \quad (7)$$

A partir de (3) y (6)

$$R = \frac{H}{F} \quad (8)$$

Alternativamente, en un ensayo de tensión uniaxial en la dirección transversal, se define

$$\frac{d\varepsilon_y}{d\varepsilon_z} = P \quad (9)$$

A partir de (3) y (6)

$$P = \frac{H}{G} \quad (10)$$

En el ensayo de explosión con extremos fijos, $\sigma_z = 0$ y $d\varepsilon_y = 0$. Por lo tanto:

$$F\sigma_y + H\sigma_y - H\sigma_x = 0 \quad (11)$$

de donde

$$\sigma_y = \frac{\sigma_x R}{1 + R} \quad (12)$$

Ahora es posible derivar

$$\sigma_x = Y \sqrt{\frac{(1 + R)^2 P}{R(1 + P + R)}} \quad (13)$$

Donde σ_x es la tensión de fluencia biaxial en la dirección circunferencial en función de la tensión de fluencia uniaxial Y en la dirección longitudinal.

Alternativamente, puede escribirse

$$\sigma_y = X \sqrt{\frac{(1+R)(1+P)}{1+R+P}} \quad (14)$$

Donde σ_y es la tensión de fluencia en la dirección circunferencial en función de la tensión de fluencia uniaxial X en la dirección transversal.

La ventaja que involucra el análisis teórico anterior, tiene que ver con la posibilidad de conocer a través de la información obtenida en un ensayo relativamente simple como es el de tensión uniaxial, el comportamiento de un tubo durante un ensayo biaxial de explosión con extremos fijos. Es necesario tener en cuenta, que este cálculo teórico considera a los índices R y P constantes hasta alcanzar la rotura. Esto no es estrictamente cierto ya que durante el periodo de deformación plástica tiene lugar una rotación de la textura cristalina y por lo tanto los mismos no son constantes al progresar la deformación. En la referencia [3], se presentaron valores experimentales correspondientes a los ensayos de explosión y los valores teóricos obtenidos mediante las ecuaciones (13) y (14). Allí puede verse que, si se promedian los valores teóricos calculados con las dos ecuaciones mencionadas, el error respecto al valor experimental es inferior al 10%.

8.3 Medición de los índices de anisotropía

A continuación, se detallará la medición de los índices de anisotropía plástica R y P llevada a cabo sobre los productos planos obtenidos al final de las rutas de fabricación 10, 11 y 12. La importancia de la medición de los mismos no sólo está asociada a que son una forma industrialmente empleada para caracterizar la textura cristalina [42], sino que además, como fue desarrollado en puntos anteriores, permitirán en nuestro caso particular predecir el comportamiento de un tubo de calandria sometido a una sollicitación del tipo biaxial.

8.3.1 Ensayos de tensión uniaxial

La determinación de los índices R y P fue llevada a cabo mediante la práctica de ensayos de tensión uniaxial, siguiendo los lineamientos establecidos en la norma ASTM E517-98 "Standard Test Method for Plastic Strain Ratio r for Sheet Metal".

Descripción del ensayo:

- 1) **Máquina de tracción:** MTS universal servo-hidráulica.
- 2) **Extensómetro:** MTS con salida digital. $L_0 = 25\text{mm}$. Resolución electrónica $1 \times 10^{-4} \text{ mm}$.
- 3) **Celda de Carga:** 2500 Kg. Error de medición $\pm 0.1\%$.
- 4) **Velocidad de deformación:** 0.04/minuto.
- 5) **Probeta:** según ASTM E517-98, Tipo A – alternativa (figura 8.2).

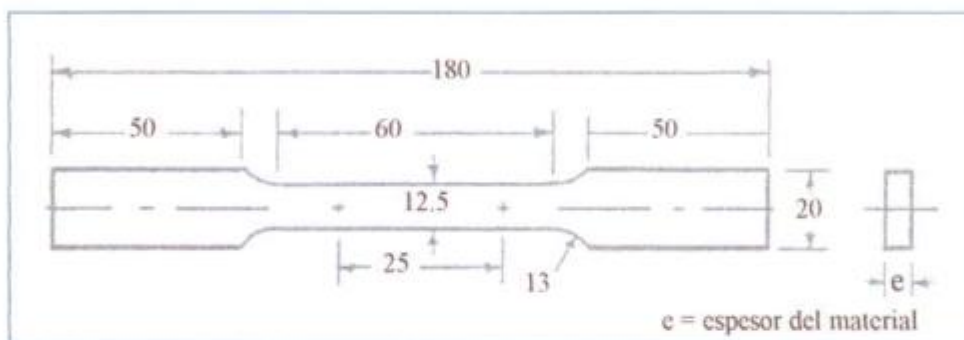


Figura 8.2. Dimensiones (milímetros) correspondientes a la probeta tipo A (alternativa). Según Norma ASTM E517-98.

- 6) **Deformación aplicada:** 3.75%. Se recomienda no emplear niveles de deformación superiores al 4% [43]. De esta manera, se busca minimizar los efectos producidos por la rotación de la textura cristalina que tiene lugar durante el ensayo.
- 7) **Procedimiento de ensayo:** según norma ASTM E517-98 punto 9.2 "Procedimiento Manual".
- 8) **Medición de la deformación:** sobre cada una de las probetas de ensayo, fueron practicadas dentro de la longitud calibrada 13 improntas de microdureza Vickers (500g) tal como se esquematiza en la figura 8.3. Antes y después de realizados los ensayos se midió la separación de las mismas. La medición fue llevada a cabo utilizando el sistema óptico (400x) y la mesa de coordenadas (equipada con dos micrómetros X-Y de resolución 0.01mm) de un microdurómetro Shimadzu.

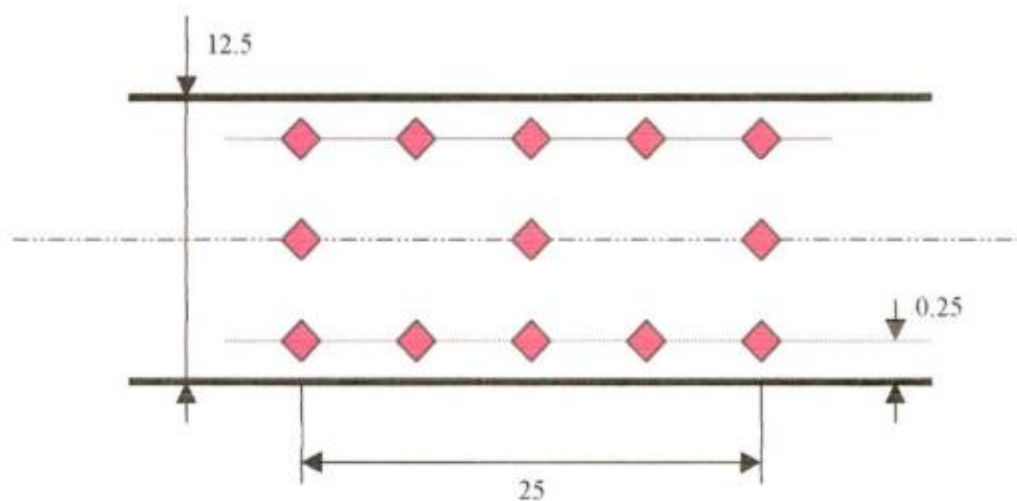


Figura 8.3. Esquema de ubicación de improntas Vickers (rombos rojos) dentro de la longitud calibrada. Dimensiones en milímetros. No a escala.

- 9) **Método de cálculo:** según Norma ASTM E517-98 punto 10. Como ya fue descrito en puntos anteriores, el índice de anisotropía plástica R se define como:

$$R = \frac{\varepsilon_x}{\varepsilon_z} \quad (15)$$

donde

$$\varepsilon_x = \ln\left(\frac{x_f}{x_o}\right) \quad \text{y} \quad \varepsilon_z = \ln\left(\frac{z_f}{z_o}\right)$$

Asumiendo que el volumen permanece constante

$$\varepsilon_z = \ln\left(\frac{l_o x_o}{l_f x_f}\right) \quad (16)$$

Para evitar valores negativos se invierte como sigue

$$R = \frac{\ln\left(\frac{x_o}{x_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f x_f}{l_o w_o}\right)} \quad (17)$$



10) Resultados:

RUTA	f_N	TIPO y N° de PROBETA		INDICE DE ANISOTROPIA		TENSION DE FLUENCIA (MPa)
				R	P	
10	0.631	longitudinal	1	4.28	---	382.7
			2	3.61	---	384.2
		transversal	1	---	6.12	360.3
			2	---	6.52	404.1
11	0.662	longitudinal	1	8.83	---	310.6
			2	8.50	---	313.0
		transversal	1	---	9.46	334.5
			2	---	10.85	330.1
12	0.703	longitudinal	1	9.63	---	314.2
			2	10.20	---	288.0
		transversal	1	---	10.30	337.6
			2	---	11.44	336.8



9

DISCUSION DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

9.1 Introducción.

En el capítulo VII fueron presentados los resultados vinculados al estudio realizado sobre la incidencia que tienen en el desarrollo de la textura cristalina, una serie de variables propias al proceso de fabricación de un tubo de calandria mediante la tecnología HPTR. Las variables de proceso estudiadas fueron:

- 1) Grado de deformación plástica aplicado.
- 2) Porcentaje de reducción por pasada de laminación.
- 3) Temperatura a la que se lleva a cabo el recocido de recristalización.
- 4) Velocidad de calentamiento hasta alcanzar la temperatura de recocido.
- 5) Número de tratamientos térmicos intermedios.

Posteriormente, en el capítulo VIII, se presentaron los resultados correspondientes a la evaluación de los índices de anisotropía plástica R y P medidos para las rutas de fabricación 10, 11 y 12.

Será el objetivo del presente capítulo, analizar los resultados obtenidos y extraer las necesarias conclusiones que permitan esbozar los lineamientos básicos de una ruta de fabricación factible para obtener, mediante la tecnología HPTR, tubos de calandria sin costura endurecidos por textura cristalina.

9.2 Discusión de resultados.

9.2.1 La primer variable de proceso estudiada fue el grado de deformación plástica aplicado al material. Desde un punto de vista cualitativo, las figuras de polos obtenidas muestran para las rutas de fabricación analizadas las siguientes características de textura:

- a) La alineación de la dirección $[10\bar{1}0]$ con la dirección de laminación (figuras 7.5, 7.8, 7.11 y 7.14).
- b) Una figura de polos (0002) característicamente bimodal, con picos de máxima intensidad entre 25° y 30° respecto a DN sobre el plano DN-DT (figuras 7.4, 7.7, 7.10 y 7.13).

Para el rango de deformación que se extiende desde 0% (producto extrudado) hasta 50% se observa una rotación importante de los polos basales hacia DN de 15° . No obstante, para el rango de deformación que se extiende desde 50% hasta 94% sólo se observó una leve rotación posterior de $\approx 5^\circ$ hacia la dirección normal (figura 9.1).

El desarrollo de la textura de deformación medida y observada en estas secuencias de fabricación, está de acuerdo con los estudios y observaciones realizadas por Tenckhoff [8-11], Hobson [24], Pelloux [9] y Picklesimer [26] entre otros. Se observa que los polos basales evolucionan hacia su posición estable final a niveles de deformación relativamente bajos, inferiores al 50%. Posteriores secuencias de laminación destinadas a incrementar el grado de deformación plástica tuvieron como principal efecto sobre la textura estable final, sólo hacerla más intensa (figura 9.2) en lugar de modificarla radicalmente [45].

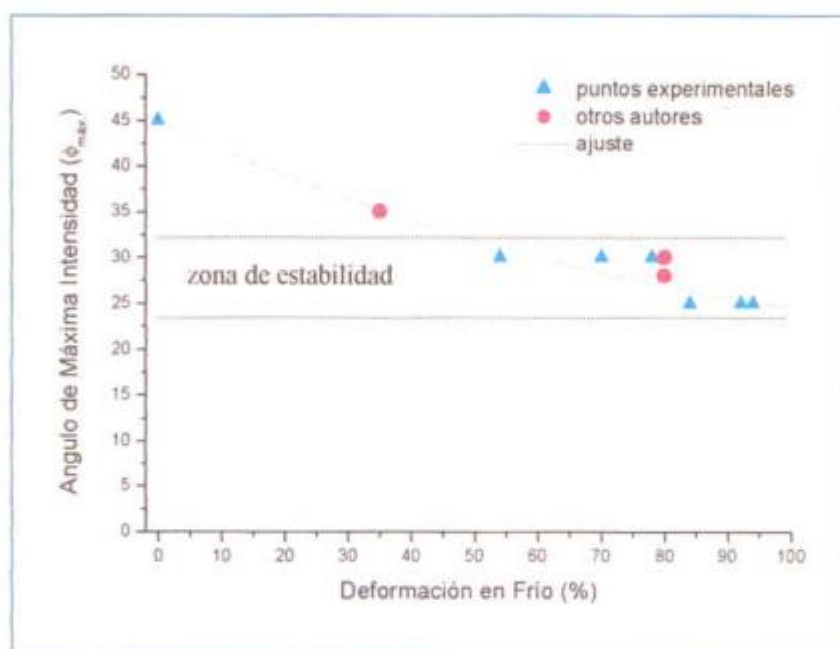


Figura 9.1. Evolución de la posición angular en el plano DN-DT de los polos basales 0002 en función del grado de deformación plástica aplicado sobre el material. Zona de estabilidad observada para deformaciones > 50%.

Este comportamiento responde, por un lado, a una saturación de los mecanismos de macla disponibles y responsables directos del posicionamiento “temprano” de los polos basales en las cercanías de DN [11]. Por otro, a la activación de sistemas de deslizamiento con componentes $c + a$ [9-11-26]. Basados en cálculos para operaciones de laminación [11], el máximo factor de Schmid resultante cuando los polos basales manifiestan una inclinación entre 30° y 50° respecto a DN, corresponde al plano piramidal $\{11\bar{2}1\}$. Esto significa que alcanzado el nivel de saturación para los sistemas de macla, la deformación en compresión que impone la laminación, sería acomodada principalmente por este sistema piramidal. Esto último explica la posición estable final de los polos basales inclinados entre 20° y 40° respecto de DN independientemente del nivel de deformación plástica impuesto al material. Este punto será retomado en la sección 9.2.5.

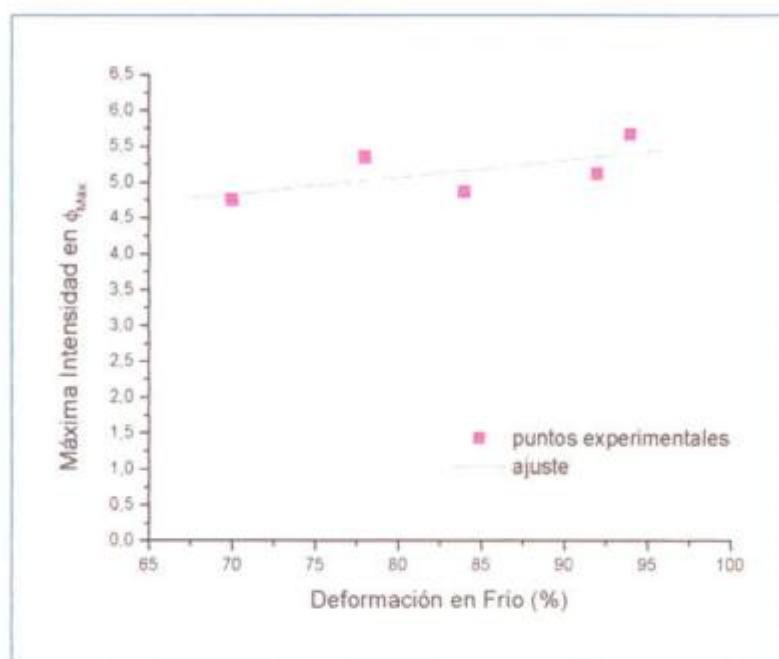


Figura 9.2. Incidencia del grado de deformación plástica en el pico de intensidad correspondiente a los polos basales 0002.

El mismo patrón de textura cristalina presentado en esta parte de nuestro trabajo, fue también observado en operaciones similares de laminación descritas en las referencias [29-44-45] donde fueron alcanzados niveles de deformación en frío de 80%, 83% y 88% respectivamente.

Por otra parte, el factor de textura f_N manifestó un comportamiento acorde a la evolución de la figura de polos. Se observa que el mismo se incrementa sensiblemente al aumentar los niveles de deformación plástica, no obstante y dado que el acercamiento de los polos basales se estabiliza a partir de un dado nivel de deformación (figura 9.1), es de esperar que la fracción de polos basales paralelos a DN evolucione de una manera similar (figura 9.3).

9.2.2 El porcentaje de reducción que se imprime al material, cada vez que éste ingresa al canal de laminación no resultó ser, a juzgar por los resultados obtenidos, una variable decisiva en el desarrollo de la textura. Las figuras de polos demuestran, aún para la secuencia en donde el material fue forzado a una deformación importante del 70% en tan sólo dos "golpes" de laminación, las características típicas de una textura de laminación para chapa de zry-4; es decir, la alineación de la dirección $[10\bar{1}0]$ con la dirección de laminación (figuras 7.18 y 7.21) y una dispersión de los polos basales de 20° - 30° respecto a DN sobre el plano DN-DT (figuras 7.17 y 7.20).

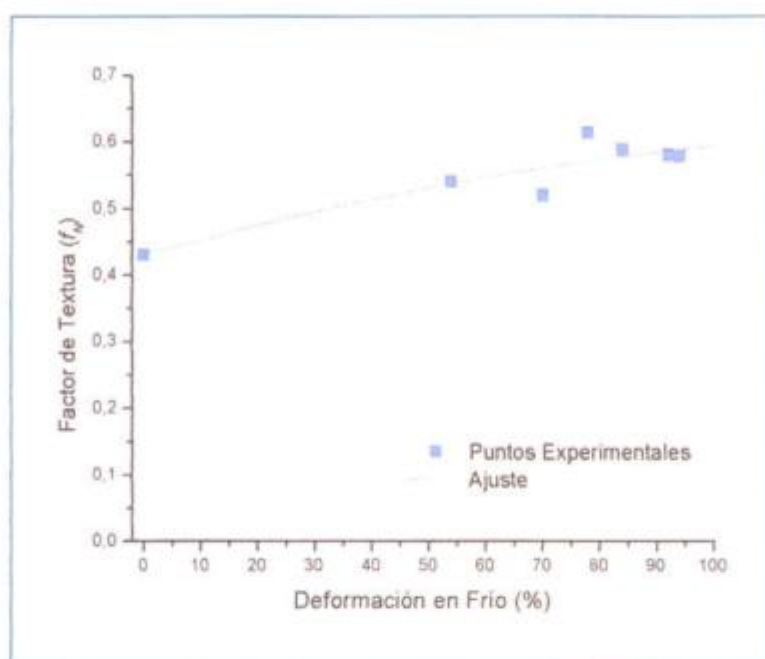


Figura 9.3. Evolución del factor de textura f_N en función del grado de deformación plástica aplicado sobre el material.

9.2.3 Los tratamientos térmicos de recocido, llevados a cabo a 585°C y 750°C, dieron como resultado en ambos casos una matriz de granos alfa completamente recrystalizados (figuras 9.4A y 9.4B). Desde un punto de vista cualitativo las figuras de polos (0002) no manifestaron un cambio substancial en la distribución de polos basales en comparación con la muestra en estado de acritud (figuras 7.9, 7.23 y 7.26). A este respecto, no se observó un desplazamiento de los mismos hacia DT, tal como fuera documentado en la referencia [20] (capítulo IV) para tubos deformados mediante el proceso HPTR con altos valores de Q (proceso equivalente al de deformación plana en chapas).

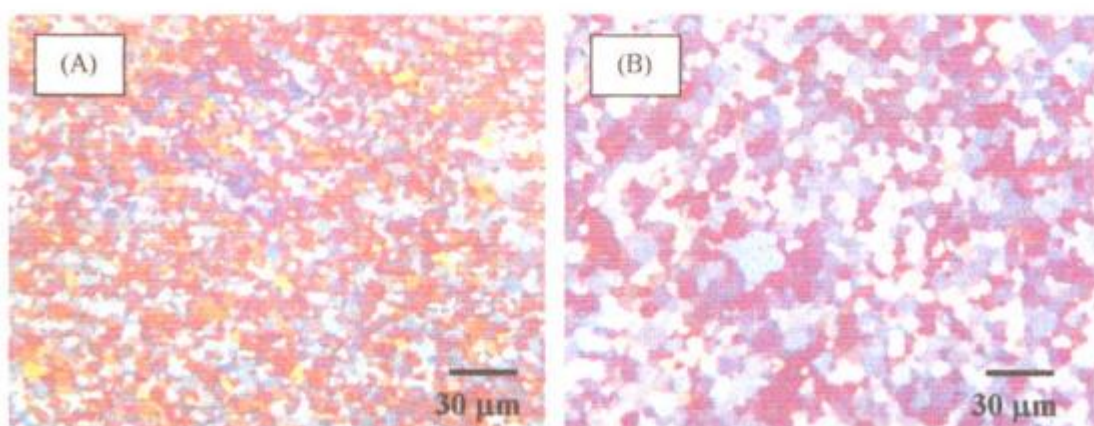


Figura 9.4. Microestructuras de recrystalización, granos equiaxiados de circonio alfa. (A) TT 585°C, 1 hora (B) TT 750°C, 1 hora.

Por otra parte, en relación con la muestra deformada (ruta 4), el cálculo del factor de textura f_N muestra una tendencia de incremento de la fracción de polos basales paralelos a DN con la temperatura de tratamiento. El factor F_N de Källström (ver A1.3) fue también calculado para verificar la misma (figura 9.5). Esta observación está de acuerdo con una tendencia análoga observada en las referencias [3-21].

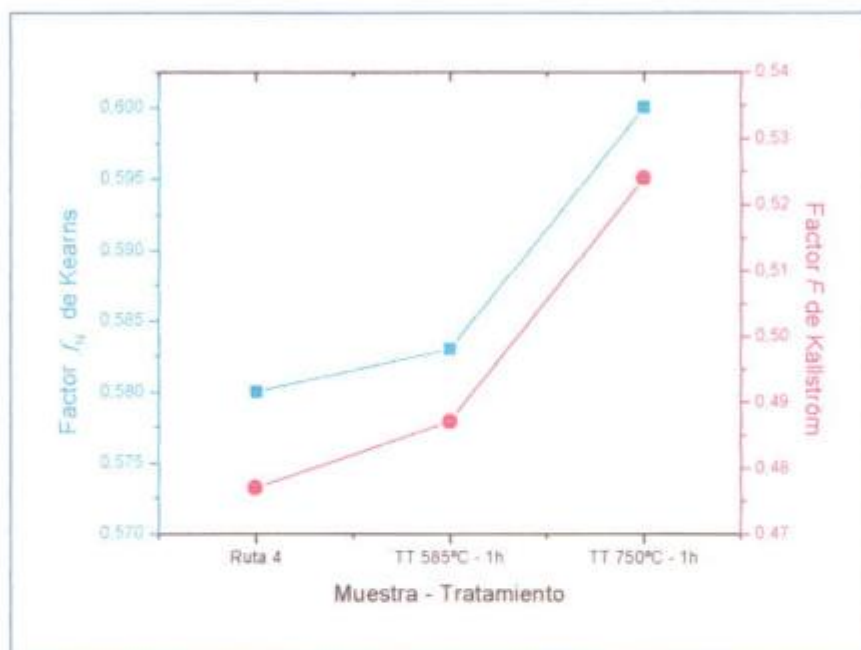


Figura 9.5. Evolución del factor de textura f_N y F_N para dos temperaturas de tratamiento térmico (585°C y 750°C). El punto correspondiente a Ruta 4 representa a la muestra en estado de acritud.

El cambio más significativo, en lo que respecta a la modificación de la textura cristalina se observa en las figuras de polos correspondientes a los planos (10 $\bar{1}$ 0) y (10 $\bar{1}$ 1). Este cambio está asociado con una rotación de la red en torno al eje c de 30° en donde la dirección [11 $\bar{2}$ 0] coincide ahora, en lugar de la dirección [10 $\bar{1}$ 0], con la dirección de laminación. Tal rotación se produce gradualmente, con el incremento de la temperatura. Así en las figuras 9.6A y 9.6B (los hexágonos son una representación en el plano de la celda hcp), puede observarse que mientras la muestra tratada a 750°C ya manifiesta una rotación definida de la red cristalina, la muestra tratada a 585°C presenta una mezcla de orientaciones, entre la textura de deformación y la textura de recrystalización. Por su parte, incluso para la muestra tratada a 750°C, la figura de polos correspondiente al plano (10 $\bar{1}$ 1) pone en evidencia la presencia de leves picos (entre $\pm 30^\circ$ -60° respecto a DN sobre el plano DN-DL) asociados aún a una textura de deformación (figura 7.25).

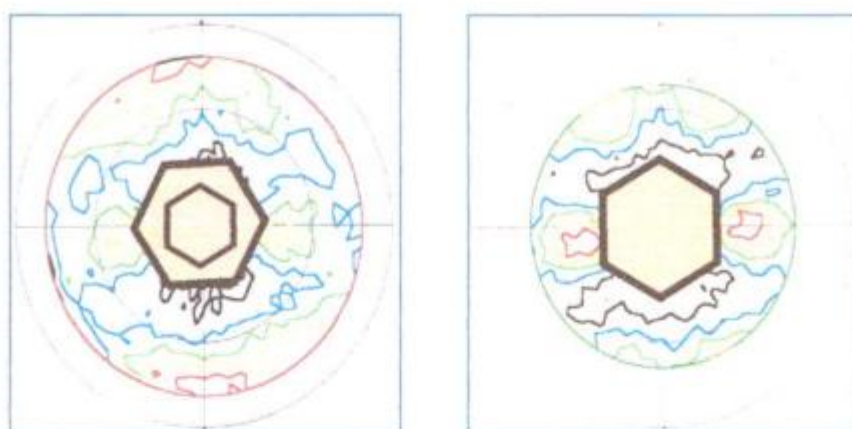


Figura 9.6. Efecto de la temperatura de TT en la rotación de la celda hcp en torno a su eje c. (A) TT a 585°C, coexistencia de textura de deformación (hexágono central grande) y de recrystalización (hexágono central pequeño). (B) TT a 750°C, textura de recrystalización perfectamente definida.

9.2.4 Las experiencias destinadas a evaluar la incidencia de la velocidad de calentamiento en la textura (punto 7.6) durante un tratamiento de recocido mostraron los siguientes resultados. Por un lado, la muestra tratada durante 5 segundos a 750°C, manifiesta una microestructura caracterizada por una matriz completamente recrystalizada equivalente a aquella que resultó del tratamiento convencional durante una hora a la misma temperatura (figura 9.7A y 9.7B).

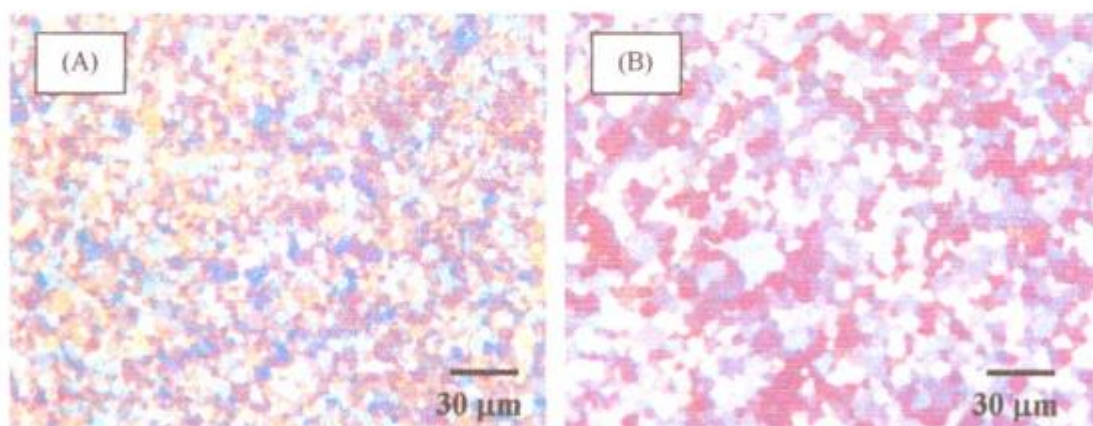


Figura 9.7. Microestructuras de recrystalización, granos equiaxiados de circonio alfa. (A) TT 585°C, 1 hora (B) TT 750°C, 1 hora.

Las figuras de polos correspondientes a esta secuencia de tratamiento, en particular la del plano (10 $\bar{1}$ 0), muestran una textura cristalina similar a la que se observó en la muestra tratada en forma convencional a 750°C. No obstante y debido posiblemente al corto tiempo de tratamiento la figura de polos para el plano (10 $\bar{1}$ 1) manifiesta aún picos importantes correspondientes a la textura de deformación. La muestra tratada térmicamente según la

secuencia C, 120 segundos a 750°C, presenta a diferencia de la secuencia B una textura cristalina más definida en lo que respecta a la rotación de la red en torno al eje c , manifestando así características análogas a la muestra tratada en forma convencional (durante una hora) a 750°C.

En forma notoria, la muestra tratada según la secuencia C, manifiesta en comparación con la secuencia A, un incremento del 35% en el pico de máxima intensidad para el polo basal; esto posiblemente esté asociado con la concentración del mismo hacia uno de los lados de la figura de polos. No obstante estas observaciones, los tratamientos de calentamiento a alta velocidad, no dieron como resultado una modificación en el ángulo típico de inclinación de los polos basales respecto a la dirección normal de la chapa.

Por su parte, los cálculos del factor de textura f_N correspondientes a las secuencias B y C muestran al igual que los tratamientos convencionales, un incremento de la fracción de polos basales alineados a DN con relación a la muestra deformada en frío (figura 9.8).

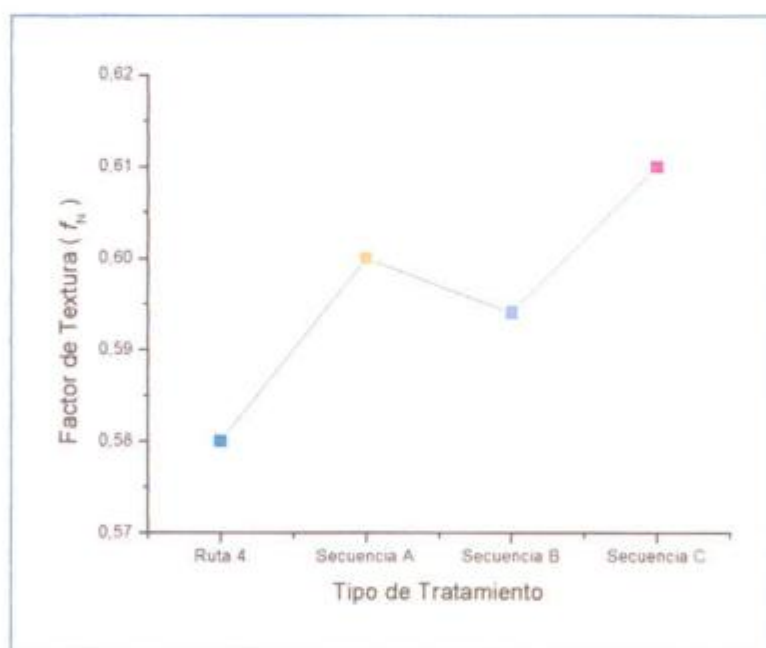


Figura 9.8. Evolución del factor de textura f_N para las secuencias de tratamiento térmico A, B y C. El punto correspondiente a Ruta 4 representa a la muestra en estado de acritud.

9.2.5 Contrariamente a lo observado en los trabajos de laminación canadienses [3-7], el incremento de los niveles de reducción más allá del 78% (rutas 2 a 6) no dio como resultado una evolución de la textura cristalina en la dirección buscada, es decir, aproximar los polos basales en torno a DN con ángulos de inclinación cercanos a cero grado.

En el presente trabajo, los resultados obtenidos a partir de las experiencias de laminación y posterior obtención de figuras de polos, están de acuerdo con las observaciones realizadas por Hobson [24] y Tenckhoff [11] en monocristales y en policristales respectivamente. Tomando en cuenta sólo los polos basales, la textura cristalina evolucionó hacia una posición estable de los mismos en torno a los 30° respecto a DN para niveles de deformación relativamente bajos e inferiores al 60% (figura 9.1). Para estos niveles de deformación el material en proceso se caracteriza por:

- a) La alineación preferencial de polos basales con la dirección de máximos esfuerzos de compresión. Los mecanismos de macla son los principales responsables de la rotación experimentada por la red en este sentido, habiendo disminuido el ángulo de inclinación de los polos basales de $\pm 45^\circ$ a aproximadamente $\pm 30^\circ$ respecto a DN.
- b) Una matriz altamente deformada que previene la continuidad del maclado de deformación [11].
- c) Anulados los mecanismos de macla, la deformación en compresión debe ser acomodada por sistemas de deslizamiento piramidales. La existencia y participación de estos sistemas con componentes $c + a$ en la deformación del circonio y sus aleaciones ha sido ampliamente documentada [46-47-48-49]. Para operaciones de laminación caracterizadas por esfuerzos de compresión en la dirección normal y de tensión en la dirección longitudinal, consideraciones sobre el factor de Schmid resultante y sobre la inclinación preferencial de los polos basales (figura 9.9), indican al plano piramidal $\{11\bar{2}1\}$ como aquel mejor orientado para acomodar la deformación en compresión [11]. La actividad de este sistema de deslizamiento explicaría alguna pequeña rotación de la red, como así también la estabilidad de los polos basales entre $\pm 20^\circ$ - 30° respecto a DN (figura 9.1) aún cuando la laminación continúe hacia niveles de deformación más elevados.

Los resultados obtenidos durante las experiencias de laminación hasta niveles de deformación del orden del 94%, ponen en evidencia a los mecanismos de macla como los principales responsables en el proceso de rotación de la red cristalina y consecuentemente en la formación de textura. La anulación de estos mecanismos para un determinado nivel de deformación implica desde el punto de vista del movimiento a gran escala de los polos basales, la no evolución y estabilización de los mismos.

El diseño de rutas de fabricación con tratamientos térmicos intermedios (punto 7.7) buscó evaluar si, una vez alcanzada la saturación de los mecanismos de macla, la posterior recristalización de la matriz y consecuentemente la posibilidad de activarlos nuevamente, permitían continuar con la evolución de la textura cristalina hacia el centro de la figura de polos. Por otra parte, de acuerdo a la figura 9.9, la posibilidad de acercar los polos a menos de 17° respecto a DN permitiría que los planos de deslizamiento piramidales $\{10\bar{1}1\}$ y $\{11\bar{2}2\}$ mejor orientados desde el punto de vista del factor de Schmid, acomodasen la deformación por compresión mediante rotaciones de la red hacia ángulos más cercanos a la dirección normal. Esto en lugar del plano $\{11\bar{2}1\}$ que tiende a estabilizar la textura en torno a los 30° respecto a DN (figura 9.9).

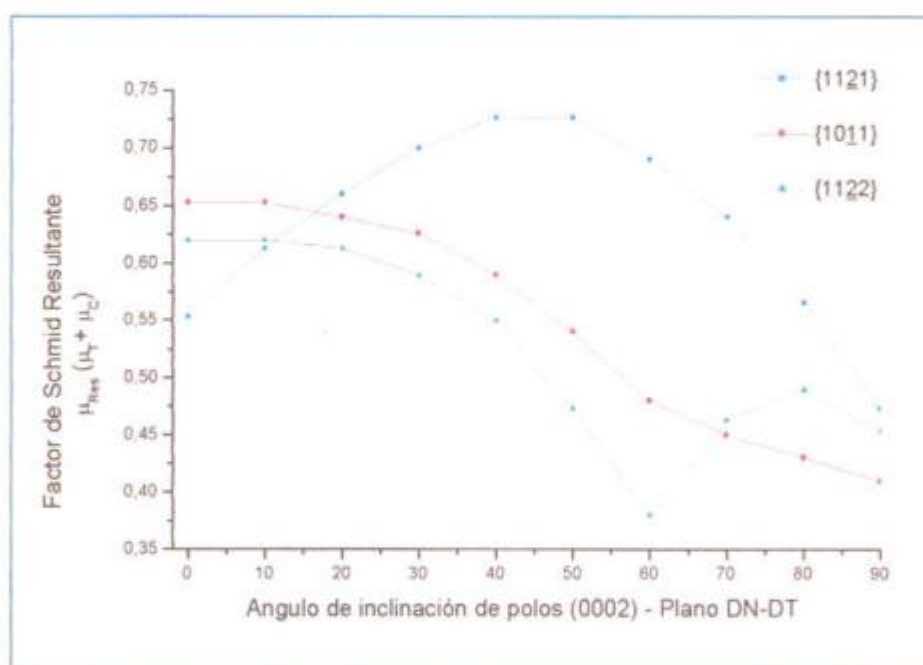


Figura 9.9. Factor de Schmid resultante correspondiente a distintos sistemas piramidales de deslizamiento en función del ángulo de inclinación del polo basal respecto a DN (0° // DN; 90° // DT).

Dado que las evaluaciones descritas en 7.5 y 9.2.3 acerca de la incidencia de la temperatura de recocido en la evolución de la textura, no permitieron elaborar desde un punto de vista estadístico conjeturas demasiado concluyentes sobre la conveniencia de utilizar altas o bajas temperaturas de tratamiento, dicha variable fue nuevamente incorporada en el diseño de las rutas 9, 10, 11 y 12 a fin de poder determinar una posible tendencia.

Desde el punto de vista de la posición de los picos de máxima intensidad correspondientes a los polos basales, la textura cristalina muestra haber experimentado a lo largo de estas

secuencias de fabricación, una rotación muy importante hacia la dirección normal (figuras 7.37, 7.40, 7.43, 7.46 y 7.49). Esto dio como resultado que la inclinación de los mismos respecto a DN y sobre el plano DN-DT se redujera de 45° (materia prima) hasta 0° en el producto terminado.

Las figuras de polos obtenidas para el plano (0002) y el análisis cuantitativo que derivó de las mismas, permite hacer algunas observaciones. La textura se muestra más intensa en las rutas donde el porcentaje de reducción para cada etapa de laminación fue mayor y donde la temperatura de tratamiento térmico fue más alta (figura 9.10). El factor de textura f_N exhibe una tendencia similar a la que manifiesta el pico de máxima intensidad (figura 9.10). Así, entre las rutas 10 y 11 donde los porcentajes de reducción fueron en ambos casos del 50% para cada etapa de laminación, la muestra tratada térmicamente a 750°C exhibe una textura más intensa y concentrada en torno a DN que aquella perteneciente a la muestra tratada a 585°C. Esta tendencia apoya lo observado inicialmente en 9.2.3.

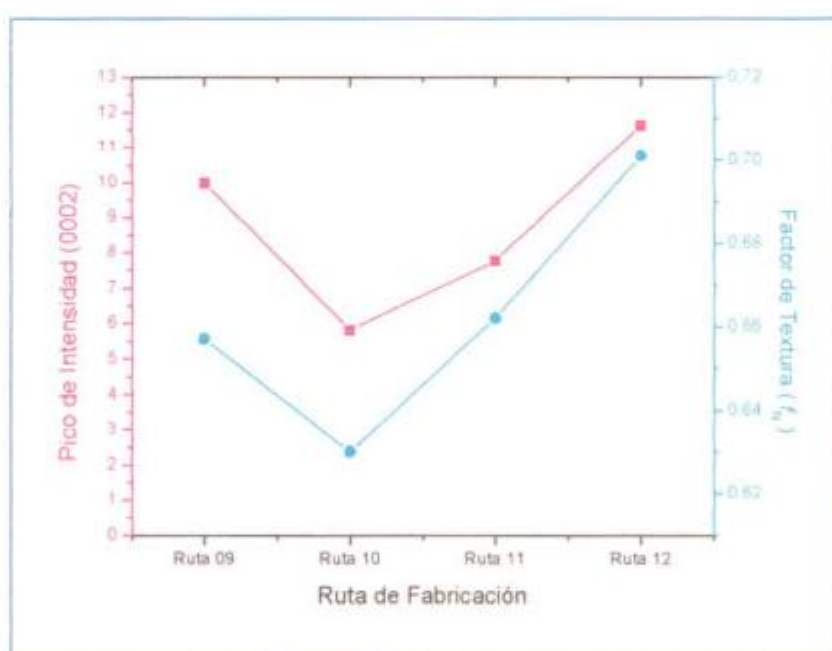


Figura 9.10. Comparación cuantitativa de la textura cristalina. Ruta 09: deformación por etapa (dpe) = 60% + TT750°C. Ruta 10: dpe 50% + TT585°C. Ruta 11: dpe 50% + TT750°C. Ruta 12: dpe 60% + TT750°C.

Los análisis efectuados sobre la ruta 10, en muestras obtenidas a algunas décimas de la superficie y a la mitad del espesor de la chapa, pusieron en evidencia la existencia de un gradiente de textura. De acuerdo a estos resultados, la misma se hace más intensa hacia el centro de la chapa (figura 9.11). Similar comportamiento cabría esperar en la ruta de fabricación 11 donde, al igual que en la ruta 10, el espesor final del producto es de 1,45mm.

Para las rutas 9 y 12 donde el espesor final se encuentra por debajo del milímetro, no se esperaría observar gradientes de textura considerables.

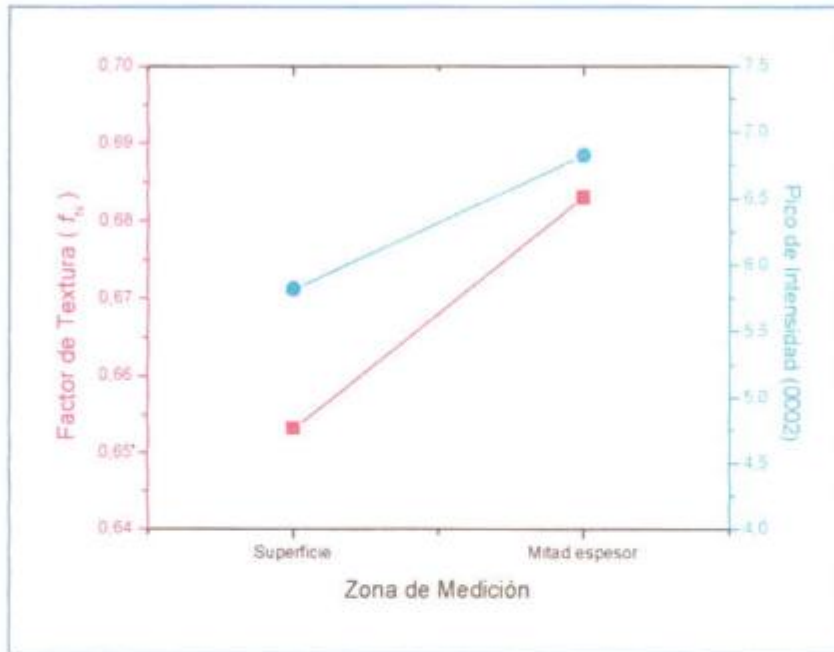


Figura 9.11. Gradiente de textura observado para la ruta 10. El mismo se refleja en el factor de textura f_N y en el pico de intensidad correspondiente al polo 0002.

Al igual que fuera observado en 9.2.3, las figuras de polos correspondientes al plano (1010) muestran para la ruta 10 tratada térmicamente a 585°C, la presencia simultánea de las componentes de textura de deformación y de recristalización (figuras 7.41 y 7.44). Sin embargo, y contrariamente a lo observado en ese punto, las muestras tratadas a 750°C también manifiestan una indefinición sobre cual de las direcciones se alinea paralela a DL (figuras 7.38, 7.47 y 7.50).

Al observar las figuras de polos correspondientes al plano piramidal (1011) (figuras 7.36, 7.45 y 7.48) puede notarse que el mismo, sobre el plano DN-DT, se encuentra inclinado respecto a la dirección normal de la chapa entre 40° y 50° (posición angular favorable desde el punto de vista del factor de Schmid con relación a la dirección de máximos esfuerzos de compresión). Asimismo, es dable observar en las figuras de polos correspondientes al plano basal, que el área de máxima intensidad comprende un radio de aproximadamente 10° - 15° en torno a DN. Esta nueva zona de estabilidad podría ser explicada, en lugar de aquella situada a $\pm 30^\circ$, si la deformación en compresión es acomodada por los planos piramidales {1011} y {1122} mejor orientados ahora que los planos de la familia {1121} y que, a diferencia de este último, tenderían a reorientar la red hacia las proximidades de DN.

9.2.6. La evaluación de propiedades mecánicas descritas en el capítulo VIII, centrada fundamentalmente en la medición de los índices de anisotropía R y P, comprendía dos objetivos. El primero, era el de observar la respuesta mecánica asociada al nuevo patrón de textura obtenido a través de las rutas 10, 11 y 12 (tabla 8.1). Este patrón, a diferencia del correspondiente a las primeras rutas de fabricación, permitía inferir a priori la posibilidad de observar el fenómeno de endurecimiento por textura cristalina. El segundo, comparar los resultados obtenidos con aquellos publicados en las referencias [3-7] que corresponden al material procesado mediante Roll Extrusion y que, claramente, demuestran la posibilidad de un marcado endurecimiento por textura (tabla 9.1).

Las mediciones llevadas a cabo se manifestaron sensibles a la textura del material ensayado. Así, en la figura 9.12 puede verse que tanto R como P se incrementan en aquellas muestras donde la concentración de polos basales era más intensa en torno a DN.

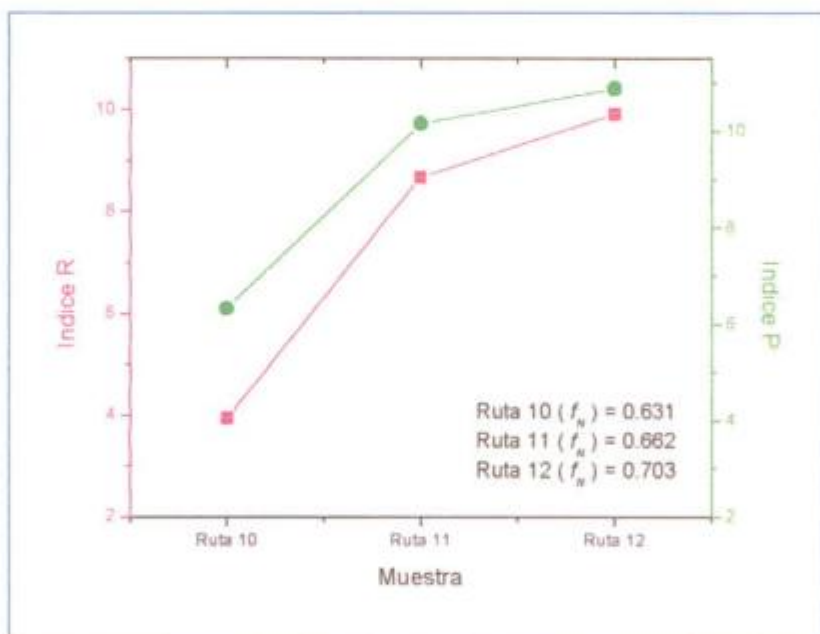


Figura 9.12. Incidencia de la textura cristalina en los índices de anisotropía plástica R y P.

Por otra parte, al observar los resultados expuestos en la tabla 9.1, las rutas de fabricación 11 y 12 presentan valores correspondientes a los índices de anisotropía que permiten interpretar la manifestación de un marcado efecto de endurecimiento por textura cristalina en la dirección del espesor de la chapa. A este respecto, al aplicar las ecuaciones (13) y (14) presentadas en el capítulo VIII se comprueba que bajo una sollicitación biaxial, no es posible inferir un comportamiento del material (bueno o malo) sólo en función de la propiedad

mecánica uniaxial (tabla 9.2). A este respecto, es posible apreciar que el material con mayores propiedades uniaxiales no es el que mejor desempeño tendría en caso de una sollicitación biaxial bajo la condición de extremos fijos.

RUTA ó PROCESO	TIPO y Nº de PROBETA		INDICE DE ANISOTROPIA		TENSION DE FLUENCIA (MPa)
			R	P	
Roll Extrusion Ref. [3-7]	longitudinal	1	6.2	---	363.0
		2	8.9	---	
	transversal	1	---	9.0	380.0
		2	---	10.1	
HPTR Argentina 1991-1996 Ref. [3-7]	longitudinal	1	2.0	---	417.0
		2	2.5	---	
	transversal	1	---	4.2	457.0
		2	---	4.2	
10	longitudinal	1	4.28	---	382.7
		2	3.61	---	384.2
	transversal	1	---	6.12	360.3
		2	---	6.52	404.1
11	longitudinal	1	8.83	---	310.6
		2	8.50	---	313.0
	transversal	1	---	9.46	334.5
		2	---	10.85	330.1
12	longitudinal	1	9.63	---	314.2
		2	10.20	---	288.0
	transversal	1	---	10.30	337.6
		2	---	11.44	336.8

Tabla 9.1. Comparación de resultados obtenidos durante las experiencias de medición de los índices de anisotropía plástica R y P.

RUTA o PROCESO	Tensión de Fluencia (MPa)		INDICE DE ANISOTROPIA		Tensión de Fluencia (solicitud biaxial) (MPa)	
	Long.	Trans.	R	P	Ec. (13)	Ec. (14)
HPTR 1991-1996	417.0	457.0	2.25	4.20	678.4	688.3
10	383.5	382.2	3.95	6.32	715.3	685.3
11	311.2	323.3	8.66	10.15	731.2	753.9
12	301.1	337.2	9.92	10.87	737.3	822.4
Roll-Extrusion	363.0	380.0	7.55	9.55	820.5	848.3

Tabla 9.2. Tensión de fluencia bajo solicitud biaxial calculada mediante las ecuaciones (13) y (14) presentadas en 8.2.2. Los valores de tensión de fluencia, R y P aquí mostrados, corresponden al promedio de los valores correspondientes expuestos en la tabla 9.1.

La diferencia relativa a la tensión de fluencia que se aprecia al comparar la ruta 10 con la 11 y 12 puede ser atribuida, no sólo a un efecto de la diferencia en textura cristalina (factor de mayor importancia), sino también a una diferencia en el tamaño de grano desarrollado durante el proceso de fabricación (figura 9.13): Ruta 10 ($G = 11.5$), Ruta 11 ($G = 8.5$), Ruta 12 ($G = 9$). En relación con la muestra procesada a través de Roll-Extrusion, las diferencias encontradas en la tensión de fluencia con las rutas 11 y 12 podrían atribuirse a dos aspectos:

- a) el tamaño de grano ($G = 11.5$ para Roll-Extrusion). No obstante y de acuerdo a la ecuación propuesta por Hall-Petch, el incremento en la tensión de fluencia para esta diferencia en tamaño de grano no superaría los 20MPa.
- b) finalizado el proceso de fabricación, el tubo fue sometido a una etapa de enderezado seguida de un tratamiento a 500°C para relevar tensiones. Esto introduce en el mismo un reconocido estado de acritud leve que incrementa la tensión de fluencia que el material tenía al finalizar el último recocido de recrystalización.

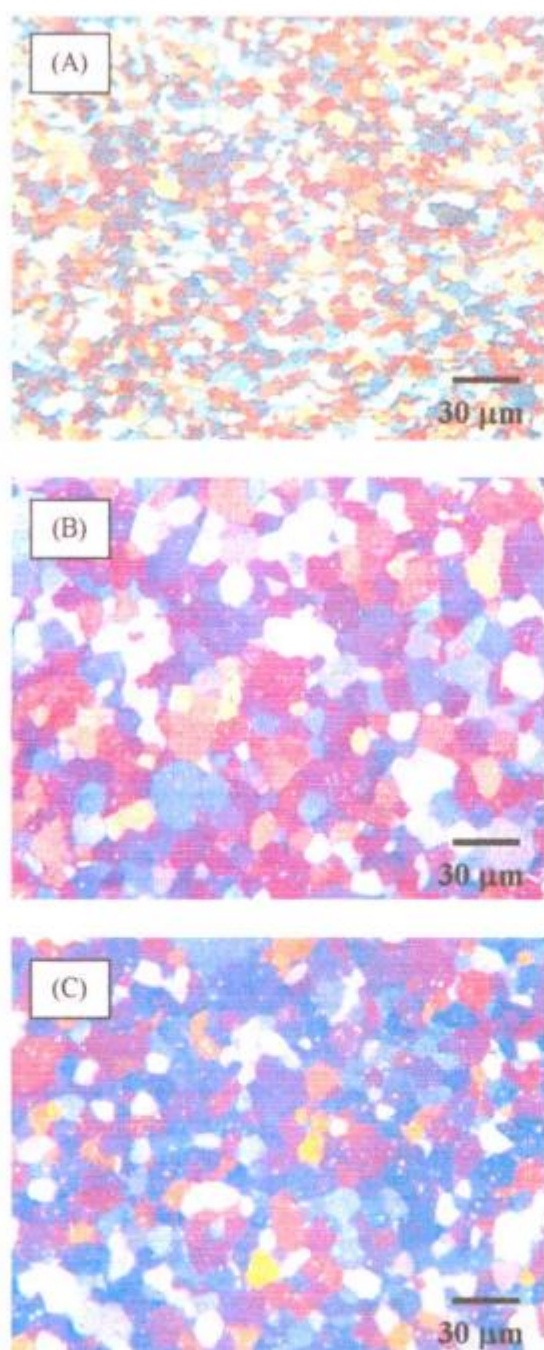


Figura 9.13. Microestructuras de recristalización, granos equiaxiados de circonio alfa. Tamaño de grano ASTM. (A) Ruta 10: $G = 11.5$ (B) Ruta 11: $G = 8.5$ (C) Ruta 12: $G = 9$.

9.3 Conclusiones.

Los resultados obtenidos a partir de las rutas de fabricación evaluadas en el presente trabajo permitirían establecer en el futuro algunos lineamientos básicos necesarios para el diseño de una ruta de fabricación aplicable al proceso HPTR de tubos de calandria sin costura endurecidos por textura cristalina. A este respecto, deberá tenerse en cuenta que:

- 1) Sólo aquellas rutas de fabricación que combinaron niveles medios de deformación plástica (50% - 60%) seguidos de tratamientos térmicos intermedios, dieron como resultado una modificación de la textura cristalina en la dirección buscada (polos basales // DN).
- 2) La temperatura de tratamiento térmico aplicada en estas secuencias de fabricación, demostró ser una variable que impone la toma de una decisión de compromiso. Una baja temperatura de tratamiento (585°C) asegura una tensión de fluencia mayor que aquella obtenida para el caso de una elevada temperatura de tratamiento (750°C). Sin embargo, el pequeño tamaño de grano recristalizado desarrollado a bajas temperaturas no favorece la rotación de la textura cristalina atribuida al desempeño de los mecanismos de macla durante las etapas de laminación. Esto se traduce en propiedades mecánicas biaxiales disminuidas frente al material obtenido mediante las rutas que tienen asociado una temperatura de tratamiento más elevada.
- 3) A juzgar por los resultados globales (textura cristalina y propiedades mecánicas) obtenidos en las rutas 11 y 12, el nivel de deformación plástica aplicado en cada etapa de reducción debería ser maximizado. Esta premisa se contrapone con la limitación que posee el equipo HPTR de no admitir espesores de materia prima superiores a los 14mm. Teniendo en cuenta que el tubo de calandria posee un espesor final de 1,4mm; la máxima reducción acumulada que es posible imprimir al material es del 90%.
- 4) En función de lo expresado en los dos puntos anteriores, serán necesarios nuevos programas de estudio que permitan determinar tanto la temperatura de tratamiento térmico como el nivel de deformación más adecuado para cada una de las etapas que componen al proceso completo de fabricación.

APENDICE I

AI.1 Análisis Cuantitativo de las figuras de polos. Curvas de distribución de intensidades y cálculo del factor de textura de Kearns y Källström.

A continuación, se presenta el análisis cuantitativo que deriva de la matriz de datos (16 x 72) proveniente de la determinación y construcción de las figuras de polos. En el capítulo III, se introdujo el marco teórico sobre el que se basa el factor de textura de Kearns; aquí serán presentadas las curvas de distribución de intensidades para cada secuencia de fabricación planteada y el valor del factor de textura f resultante.

AI.1.1 Cálculo del factor de textura f de Kearns

En el capítulo III se definió al factor de textura de Kearns como:

$$f_i = \frac{1}{N} \int_0^{\pi/2} I(\phi) \sin \phi \cos^2 \phi d\phi \quad (1)$$

donde $i = T, L, N$ indica la dirección de referencia sobre la que se calcula el factor (transversal, longitudinal, normal); $I(\phi)$ es la función distribución de intensidades promediada en los 360° de α correspondiente a los polos basales para los ángulos ϕ y N es una constante de normalización dada por:

$$N = \int_0^{\pi/2} I(\phi) \sin \phi d\phi \quad (2)$$

De acuerdo a la definición, para obtener $I(\phi)$ es necesario hacer para cada posición polar ϕ ($0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, \dots, 80^\circ$), un promedio de las intensidades censadas en los 360° de rotación azimutal α de la muestra. Con los datos así obtenidos, es posible construir la curva experimental $I(\phi)$ y calcular a partir de ésta las dos restantes: $I(\phi) \sin \phi$ e $I(\phi) \sin \phi \cos^2 \phi$. La evaluación del área bajo estas dos últimas curvas se hizo en forma automática utilizando la función de integración con que cuenta el programa Microcal Origin 6.0.

Nota: dado que el método de reflexión utilizado para obtener las figuras de polos, permitió adquirir intensidades hasta un ángulo polar $\phi = 80^\circ$, el valor de intensidad promedio

correspondiente a los dos anillos restantes, 85° y 90° , se obtuvo por extrapolación de la función $I(\phi)$.

AI.1.2 Curvas de distribución de intensidades $I(\phi)$

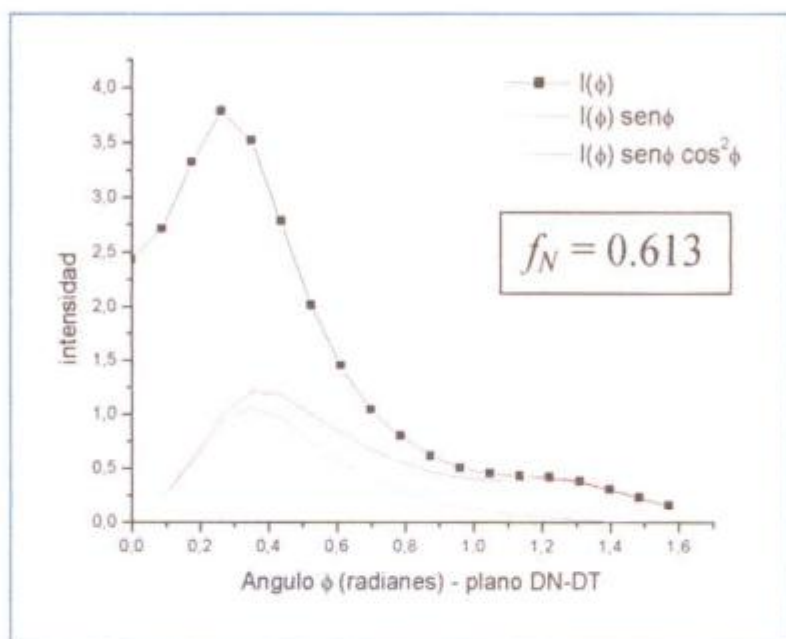


Figura AI.1. Función distribución de intensidades según datos figura de polos $\{0002\}$ – Ruta 1.

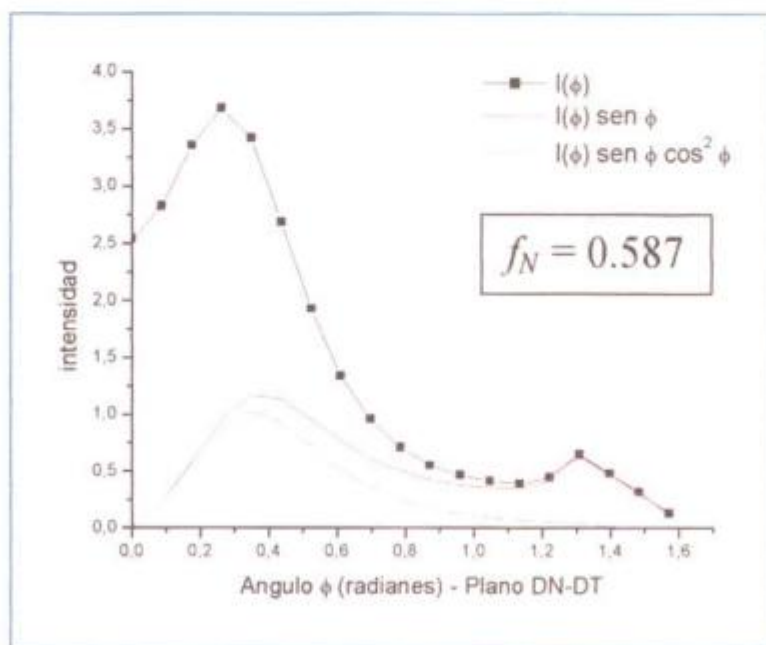


Figura AI.2. Función distribución de intensidades según datos figura de polos $\{0002\}$ – Ruta 2.

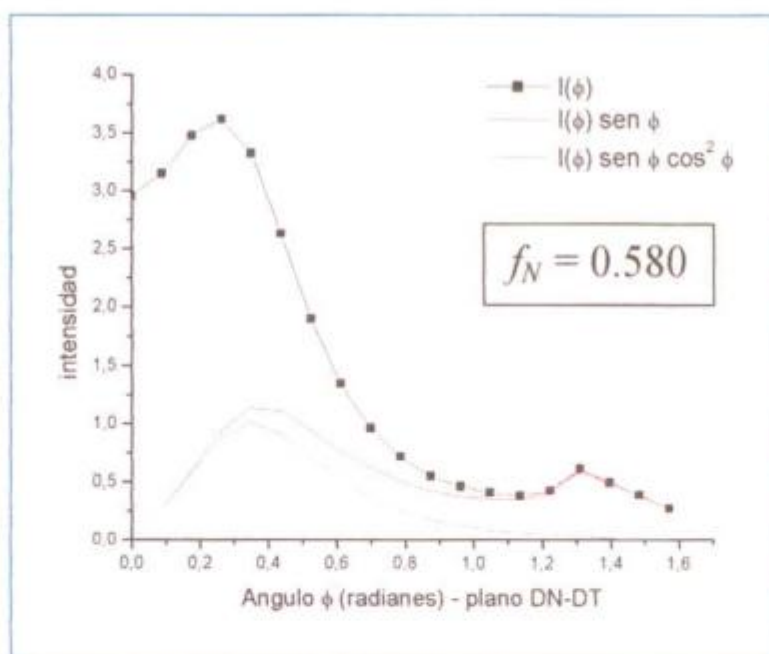


Figura A1.3. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 4.

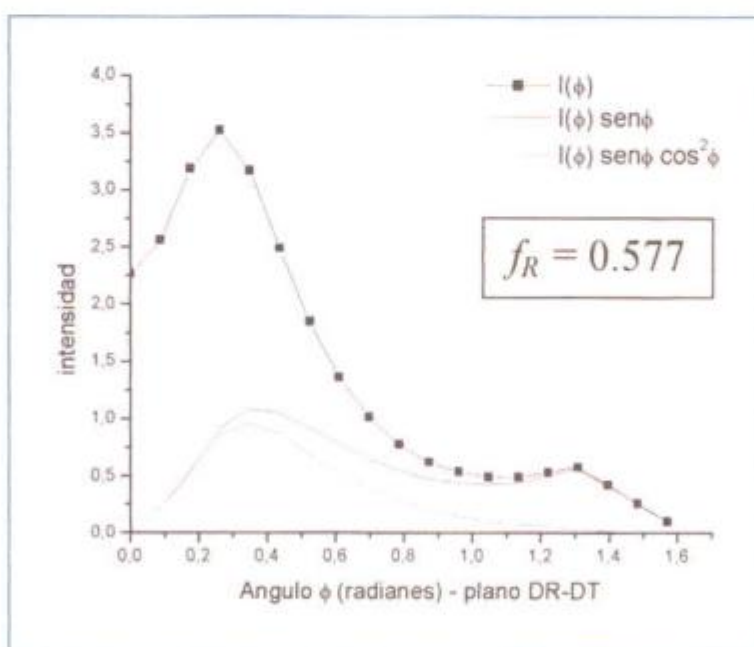


Figura A1.4. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 6.

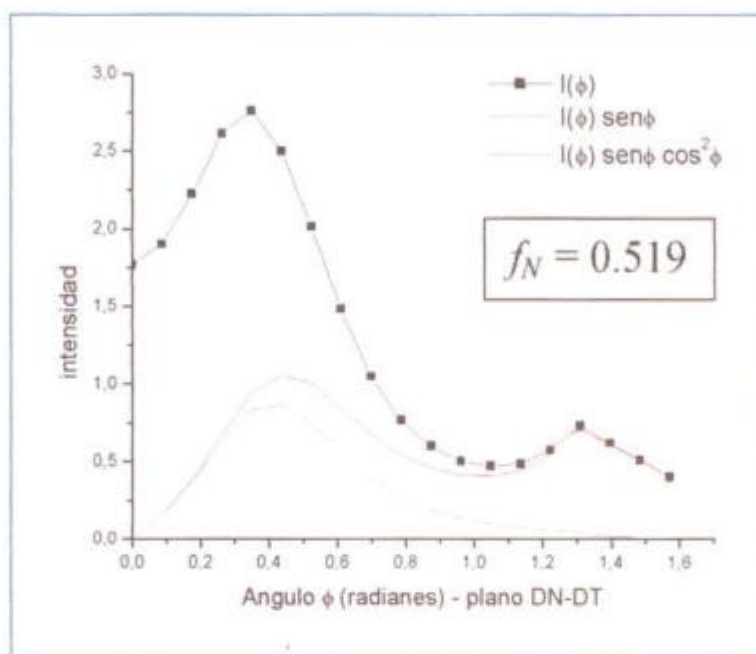


Figura AL5. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 7.

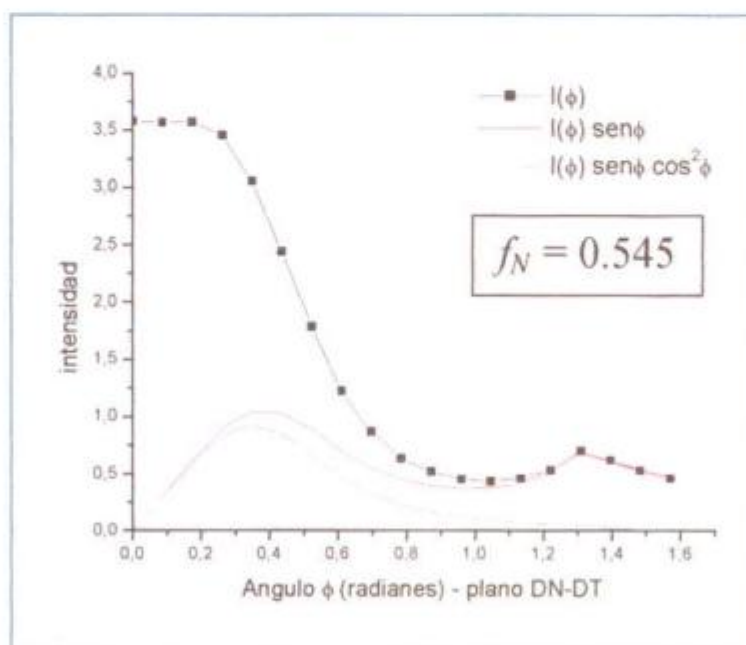


Figura AL6. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 8.

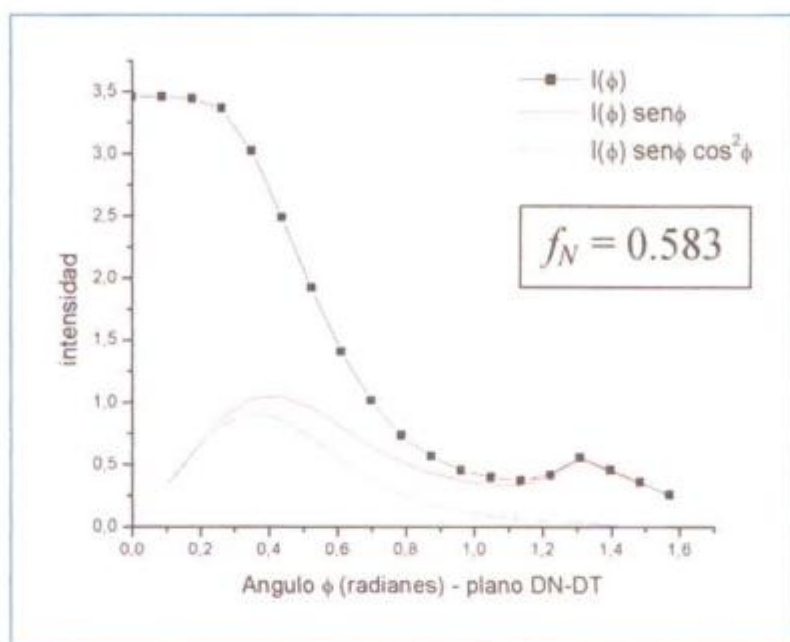


Figura A1.7. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – TT 585°C.

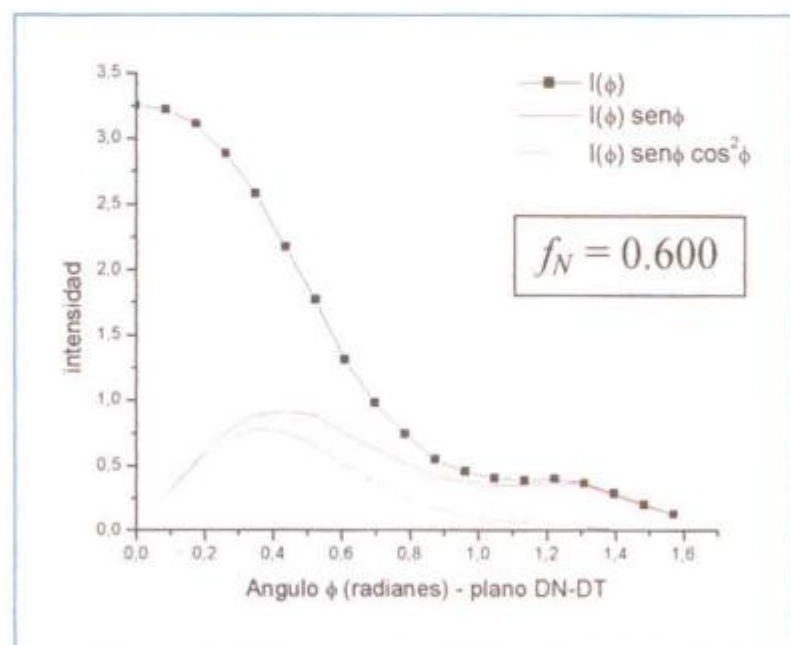


Figura A1.8. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – TT 750°C.

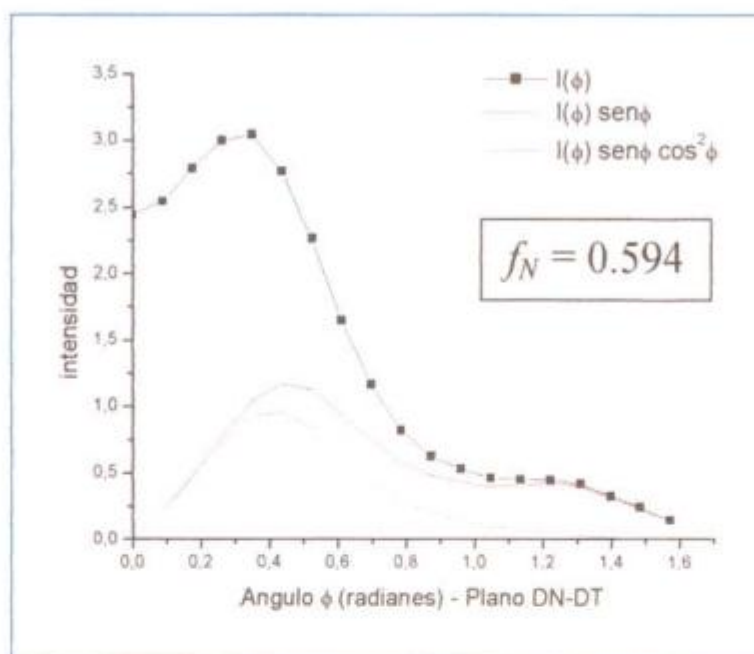


Figura AL9. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Secuencia B.

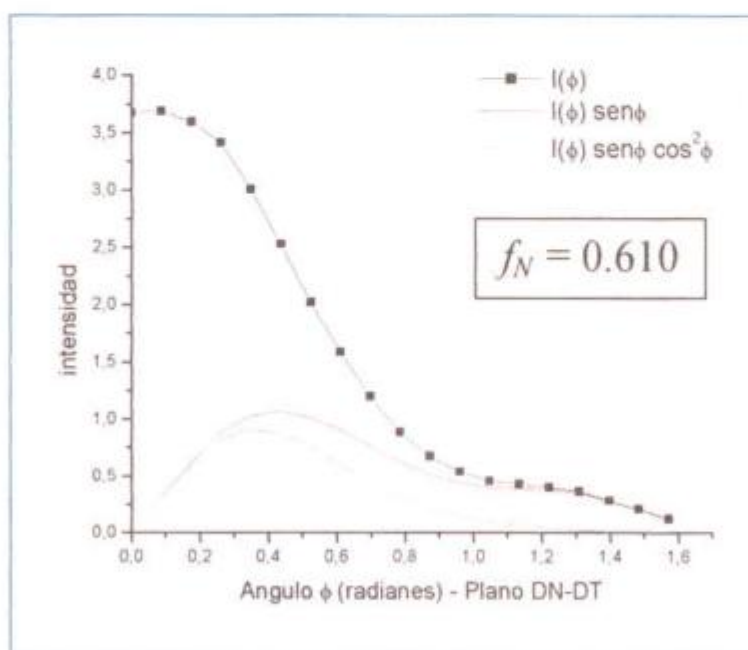


Figura AL10. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Secuencia C.

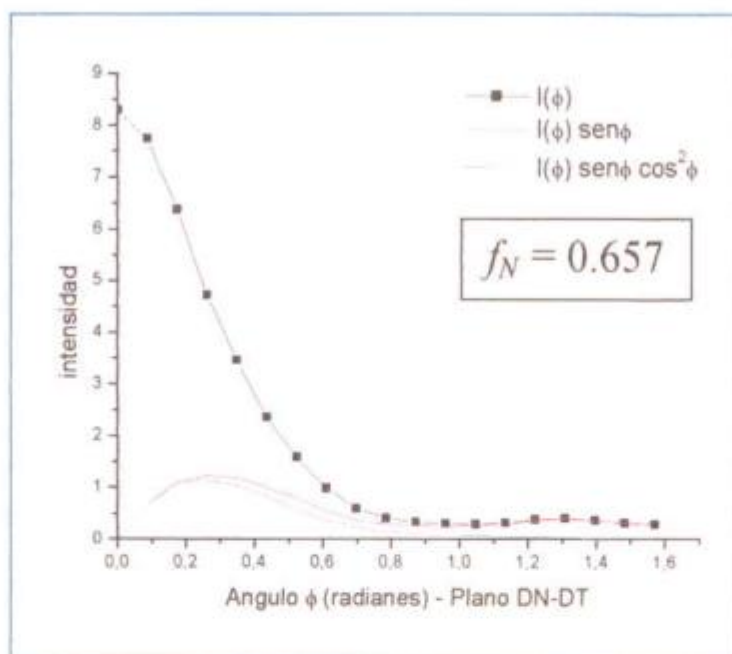


Figura AL11. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 9.

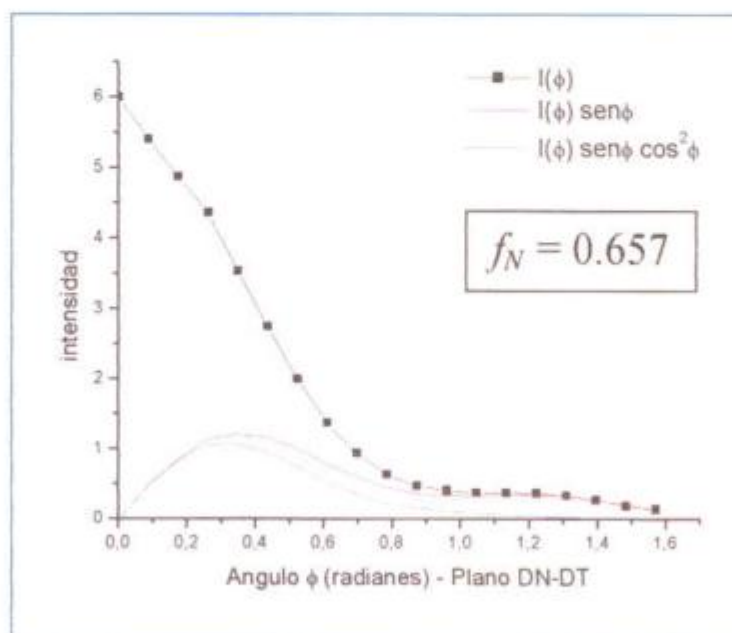


Figura AL12. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 10A.

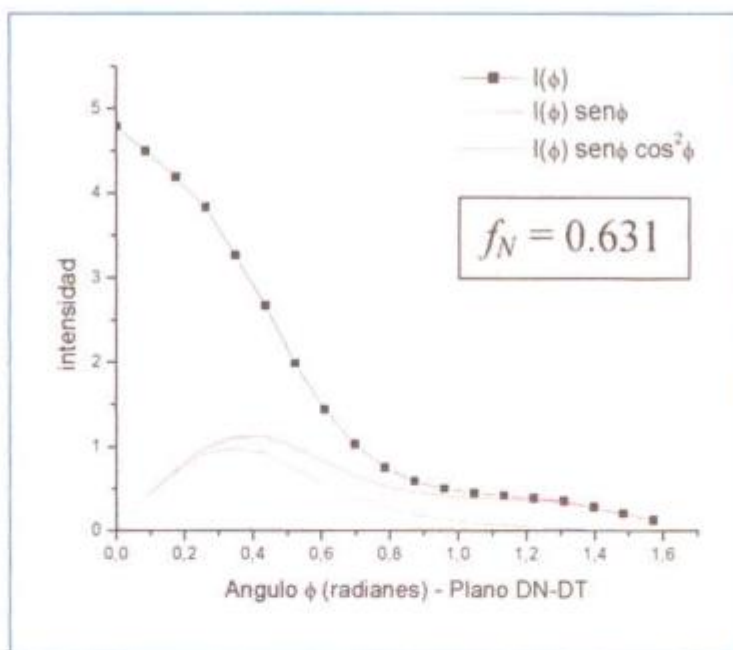


Figura AL13. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 10B.

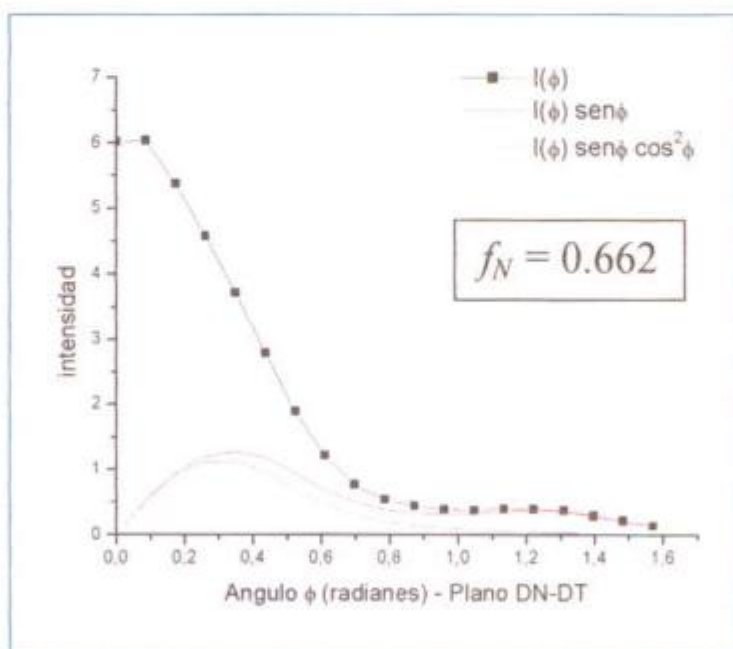


Figura AL14. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 11.

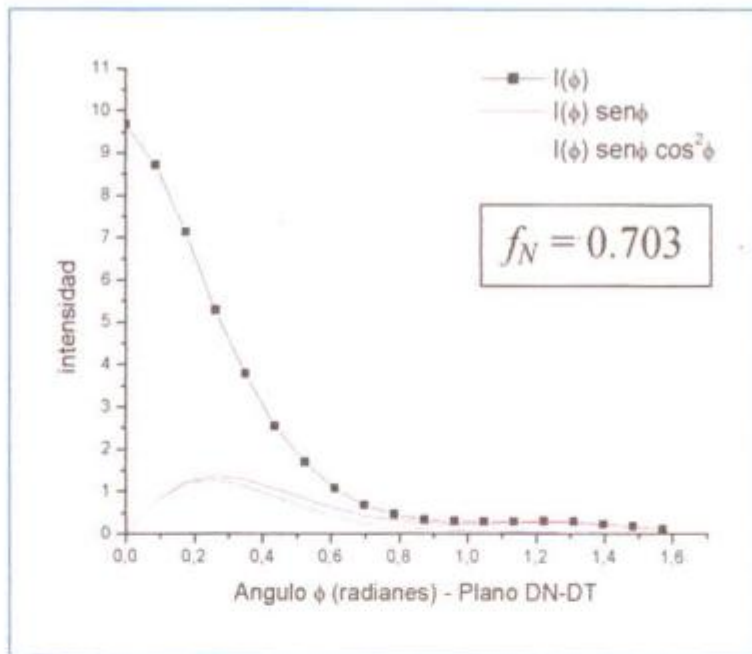


Figura AL.15. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 12.

AI.1.3 Cálculo del factor de textura F de Källström.

En el capítulo III se definió al factor de textura F de Källström como:

$$F = \frac{\int_{-\pi/2}^{\pi/2} I(\phi) \cos 2\phi d\phi}{\int_{-\pi/2}^{\pi/2} I(\phi) d\phi} \quad (3)$$

donde, $I(\phi)$ representa la función distribución de intensidades correspondiente a los polos basales en función del ángulo ϕ sobre el plano DR/DN-DT. El factor $(\cos 2\phi)$ tiene por finalidad hacer que el rango de valores de F varíe entre $F = 1$ para una textura caracterizada por todos los polos basales orientados en forma radial (tubo) / normal (chapa) y $F = -1$ para cuando todos los basales se orientan en forma tangencial (tubo) / transversal (chapa). $F = 0$ indica una concentración de polos basales a un ángulo $\phi = 45^\circ$.

De acuerdo a la definición, para obtener $I(\phi)$ es necesario extraer de la matriz de datos el valor de intensidad para cada posición polar ϕ (0° , 5° , 10° , 80°) correspondiente sólo al

De acuerdo a la definición, para obtener $I(\phi)$ es necesario extraer de la matriz de datos el valor de intensidad para cada posición polar ϕ (0° , 5° , 10° , 80°) correspondiente sólo al plano DN-DT; es decir para los ángulos de rotación azimutal α 0° y 180° . Con los datos así obtenidos, es posible construir la curva experimental $I(\phi)$ y calcular a partir de ésta la curva $I(\phi) \cos 2\phi$. La evaluación del área bajo estas dos últimas curvas se hizo en forma automática utilizando la función de integración con que cuenta el programa Microcal Origin 6.0.

Nota: dado que el método de reflexión utilizado para obtener las figuras de polos, permitió adquirir intensidades hasta un ángulo polar $\phi = 80^\circ$, el valor de intensidad correspondiente a los dos anillos restantes, 85° y 90° , se obtuvo por extrapolación de la función $I(\phi)$.

AI.1.4 Curvas de distribución de intensidades $I(\phi)$

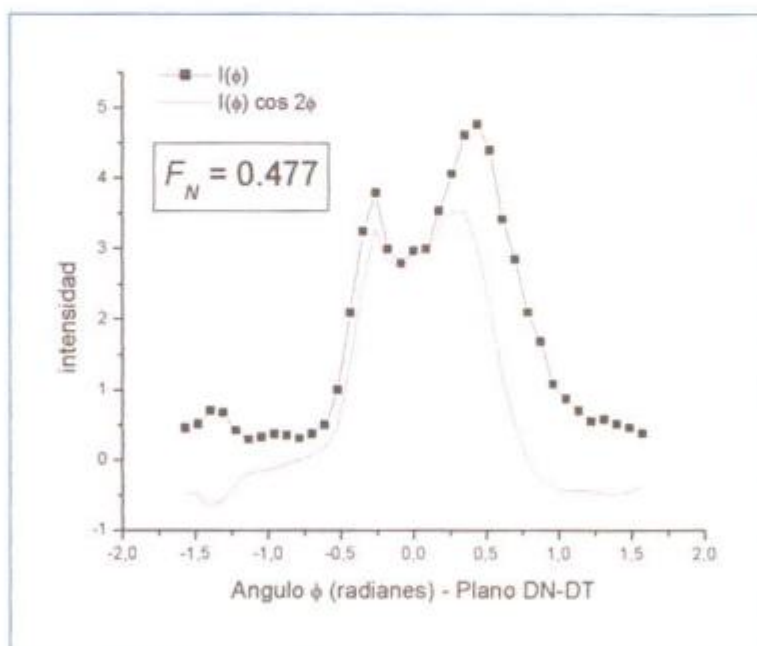


Figura AI.16. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – Ruta 4.

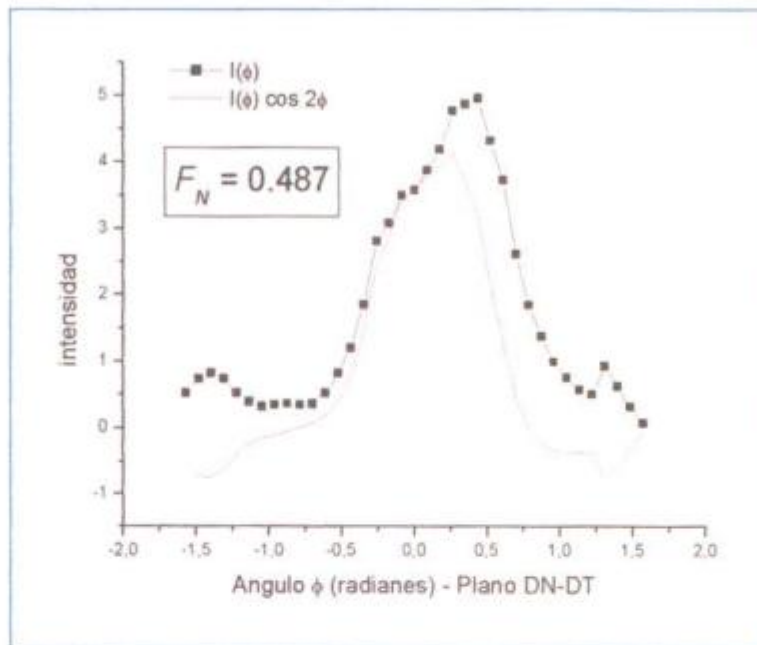


Figura AL17. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – TT 585°C.

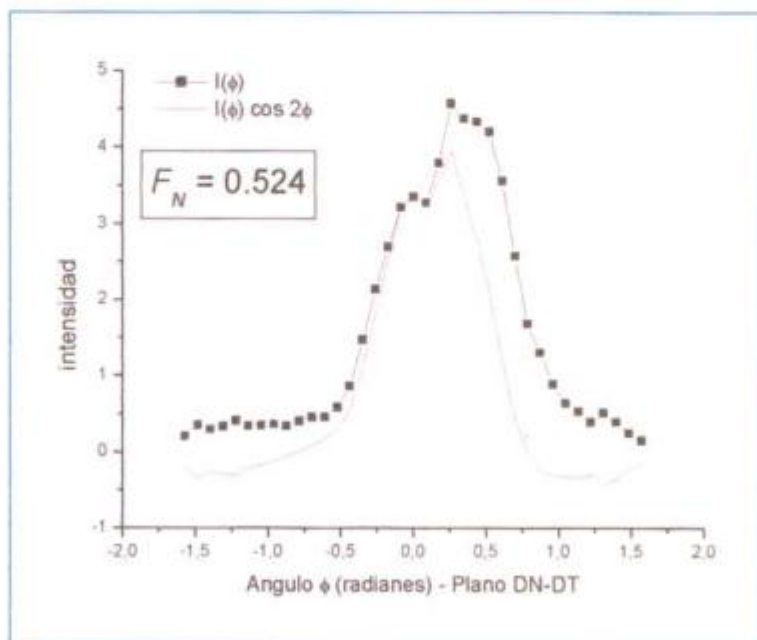


Figura AL17. Función distribución de intensidades según datos figura de polos {0002} – TT 585°C.

APENDICE II

AII.1 Medición del factor de textura f de Kearns mediante dilatometría diferencial.

La estructura cristalina hexagonal compacta del circonio y sus aleaciones manifiesta un marcado nivel de anisotropía no sólo en sus propiedades mecánicas, sino también en sus propiedades físicas. Así por ejemplo, el coeficiente de expansión térmica paralelo al eje [001] es aproximadamente el doble que aquel correspondiente a la dirección perpendicular al mismo. Teniendo esto en cuenta, cabe esperar que muestras policristalinas que exhiben una textura cristalina definida, manifiesten diferentes coeficientes de expansión térmica según sea la dirección de fabricación sobre la que se lleve a cabo la medición (longitudinal, transversal, normal).

J.J. Kearns [23] observó la existencia de una relación lineal entre el factor de textura f y la expansión térmica lineal relativa ($\Delta L / L_0$) (figura AII.1).

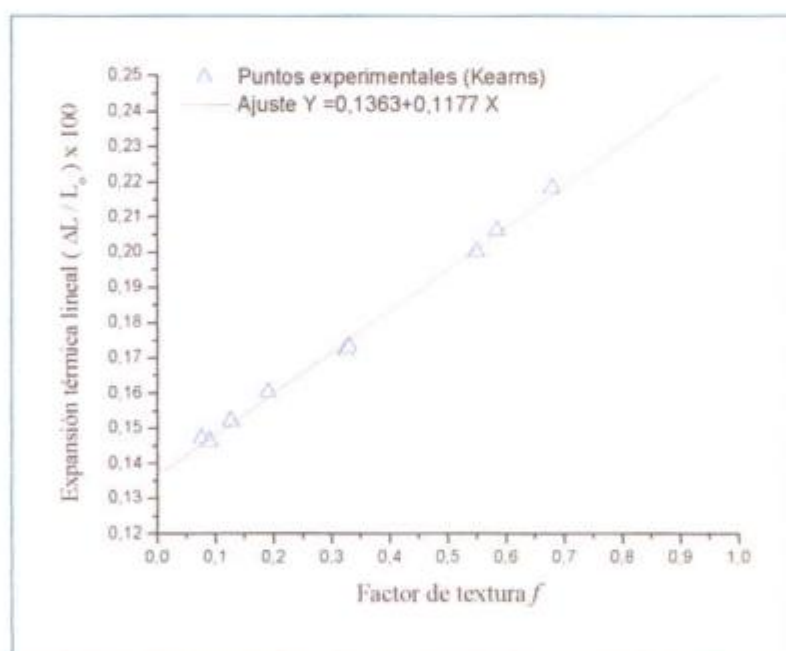


Figura AII.1. Relación lineal entre el factor de textura y la expansión térmica lineal para Zry-4. Obtenida para el rango de temperatura 0°C – 300°C [23].

Para construir esta recta Kearns realizó sobre muestras sometidas a distintos ciclos de deformación plástica y tratamientos térmicos, cálculos del factor f mediante difracción de rayos-X. Luego, y una vez conocido el factor f midió mediante dilatometría absoluta la expansión térmica correspondiente a cada una de las mismas.

Utilizando el camino inverso, mediante mediciones dilatométricas y el empleo de la recta obtenida por Kearns, sería posible la obtención del factor de textura f' sin la necesidad de utilizar difracción de rayos-X.

AII.2 Mediciones

AII.2.1 Equipamiento y material de trabajo

Las corridas dilatométricas, fueron llevadas a cabo en un dilatómetro diferencial marca Shimadzu TMA 60H. Muestras laminadas y recristalizadas de Zry-4 fueron calentadas hasta 300°C bajo una atmósfera protectora de N_2 . La dilatación térmica de las mismas fue contrastada mediante el uso de un bloque de alúmina. Dicho bloque no se trata de un patrón certificado; por esta razón el coeficiente de expansión térmica lineal del mismo fue extraído de la base de datos adjunta en el software del equipo.

Las muestras de Zry-4 fueron medidas sobre la dirección longitudinal. Se conoce que el factor de textura f_L correspondiente a esta dirección asume valores de 0.06 ± 0.03 tanto para el caso de tubos como chapas laminadas [3-33-50].

AII.2.2 Experiencias y Resultados

Muestra 1

- Rango de temperatura en estudio: T ambiente – 300°C.
- Velocidad de calentamiento: 5°C/minuto.
- Temperatura Máxima: 301.98°C.
- Tiempo de permanencia a T máxima: 30 minutos.
- Coeficiente de dilatación térmica (Al_2O_3) rango 20°C-1200°C:

$$\alpha = 4,4859 \times 10^{-6} + 6,5458 \times 10^{-9} T - 2,8428 \times 10^{-12} T^2$$

Mediante la integración de α , se obtuvo el $\Delta L/L_0$ correspondiente al bloque de alúmina en función de la temperatura:

$$\Delta L/L_0 = 4,4859 \times 10^{-6} T + 3,2729 \times 10^{-9} T^2 - 0.9476 \times 10^{-12} T^3$$

A través del mismo y multiplicándolo por la longitud inicial del patrón ($5170 \mu\text{m}$) es posible calcular la dilatación que experimenta el mismo durante el ciclo de calentamiento. La curva de dilatación correspondiente a la muestra 1 de Zry-4 (línea azul) se obtiene sumando las curvas *experimental* (línea negra) y *alúmina* (línea roja) (figura AII.2).

Conocida la curva de dilatación para el Zry-4 es posible obtener la dilatación relativa $\Delta L/L_0$ dividiendo los valores de la curva por la longitud inicial de la muestra 1 ($5130 \mu\text{m}$).

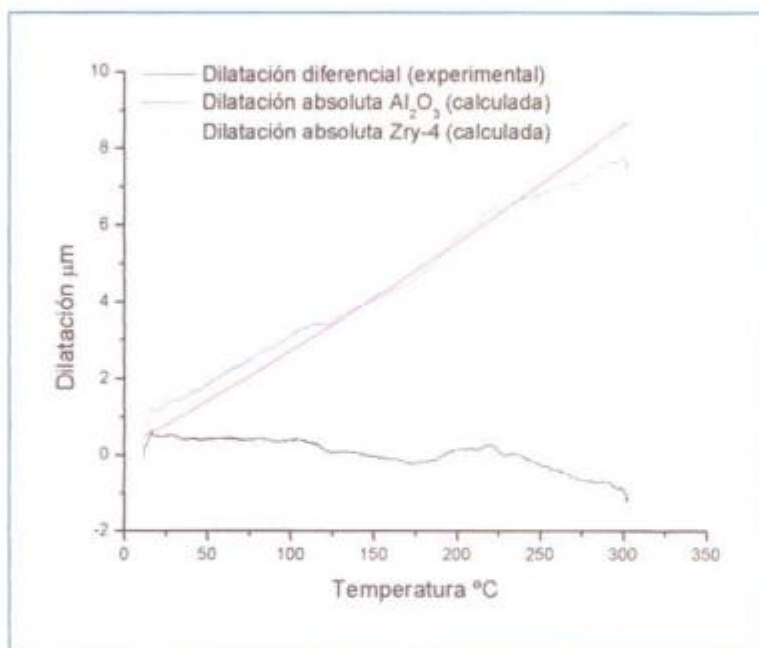


Figura AII.2. Curvas dilatométricas, diferencial y absolutas obtenidas para la muestra 1.

Se obtiene así para la muestra 1 de Zry-4: $\Delta L/L_0 \times 100 (301.98^\circ\text{C}) = 0.14748$. Con este valor, y utilizando la ecuación de la recta de Kearns (figura AII.1), se obtiene el factor de textura longitudinal $f_L = 0.095$.

Muestra 2 – Ensayo 1

- Rango de temperatura en estudio: T ambiente – 300°C .
- Velocidad de calentamiento: $5^\circ\text{C}/\text{minuto}$.
- Temperatura Máxima: 300.61°C .
- Tiempo de permanencia a T máxima: 30 minutos.
- Coeficiente de dilatación térmica (Al_2O_3) rango 20°C - 1200°C :

$$\alpha = 4,4859 \times 10^{-6} + 6,5458 \times 10^{-9} T - 2,8428 \times 10^{-12} T^2$$

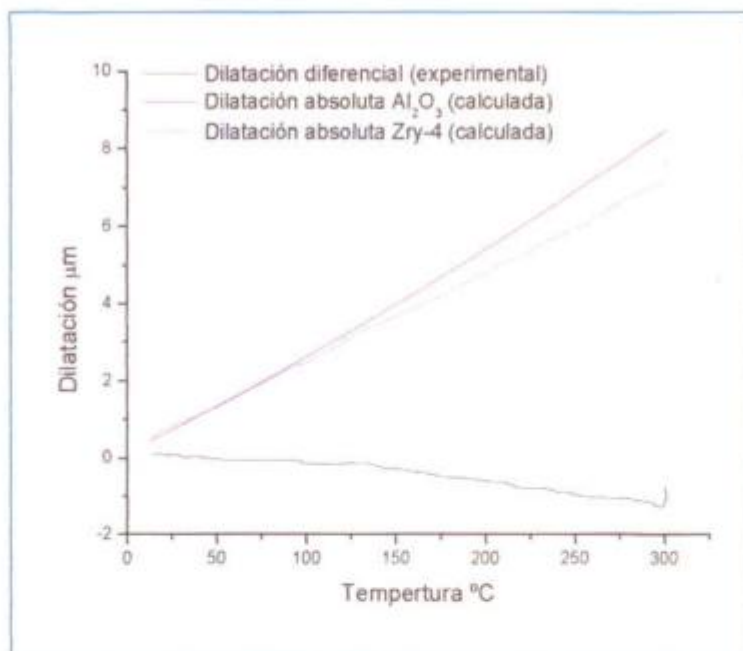


Figura AII.3. Curvas dilatométricas, diferencial y absolutas obtenidas para la muestra 2 – ensayo 1.

Se obtiene así para la muestra 2 de Zry-4 (longitud inicial 5160μm): $\Delta L/L_0 \times 100$ (300.61°C) = 0.14610. Con este valor, y utilizando la ecuación de la recta de Kearns (figura AII.1), se obtiene el factor de textura longitudinal $f_L = 0.083$.

Muestra 2 – Ensayo 2

- Rango de temperatura en estudio: T ambiente – 300°C.
- Velocidad de calentamiento: 1°C/minuto.
- Temperatura Máxima: 301.12°C
- Tiempo de permanencia a T máxima: 60 minutos.
- Coeficiente de dilatación térmica (Al₂O₃) rango 20°C-1200°C:

$$\alpha = 4,4859 \times 10^{-6} + 6,5458 \times 10^{-9} T - 2,8428 \times 10^{-12} T^2$$

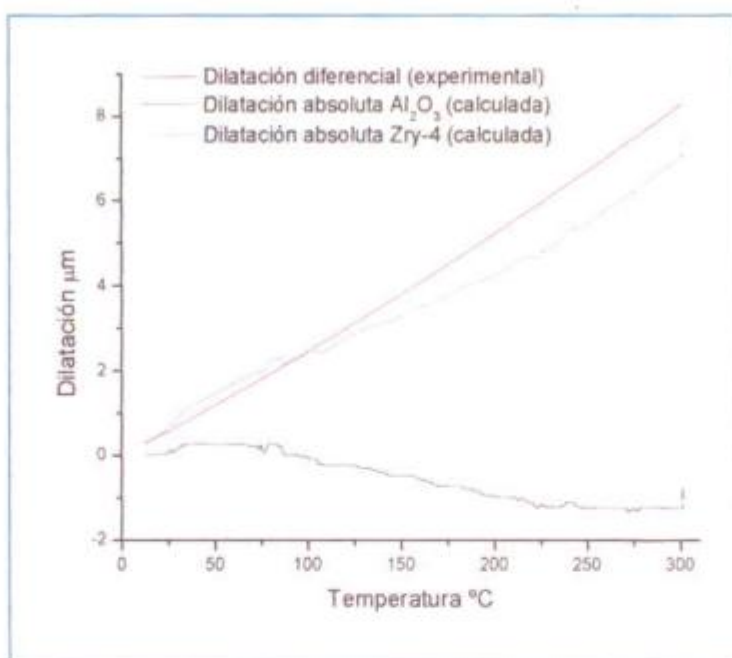


Figura AII.4. Curvas dilatométricas, diferencial y absolutas obtenidas para la muestra 2 – ensayo 2.

Se obtiene así para la muestra 2 de Zry-4 (longitud inicial 5160μm): $\Delta L/L_0 \times 100$ (301.12°C) = 0.14327. Con este valor, y utilizando la ecuación de la recta de Kearns (figura AII.1), se obtiene el factor de textura longitudinal $f_L = 0.059$.

AII.3 Comentario sobre los resultados obtenidos

Si bien el número de ensayos llevados a cabo no fue lo suficientemente grande como para establecer una estadística, los valores del factor de textura longitudinal f_L obtenidos mediante dilatometría diferencial están de acuerdo con los valores característicos (0.06 ± 0.03) que usualmente son medidos mediante difracción de rayos-X en chapas laminadas (figura AII.5).

Al observar las curvas correspondientes a la muestra 2 (ensayos 1 y 2), puede apreciarse que al alcanzar la máxima temperatura y mantenerla durante un periodo de 30 y 60 minutos respectivamente, la probeta de zircaloy experimenta una dilatación a T constante. Esto podría explicarse al tener en cuenta la diferencia que existe entre la conductividad térmica del zircaloy-4 y de la alúmina, 21.5 W/m°K y 35.6 W/m°K respectivamente [51].

Aparentemente, la muestra de zircaloy-4 exhibe en relación con la muestra de alúmina, un retraso en su respuesta al incremento de temperatura que tiene lugar en el interior de la cámara calefactora.

La muestra 1, por su parte, manifestó un comportamiento inverso al anteriormente descrito. Esto se atribuye a que, mientras que la muestra 2 poseía un espesor más cercano al de la muestra de alúmina, la muestra 1 poseía uno 6 veces menor que el de aquella; siendo en este último caso, por una cuestión de tamaño de probeta, la alúmina quien manifestó un retraso frente al incremento de temperatura.

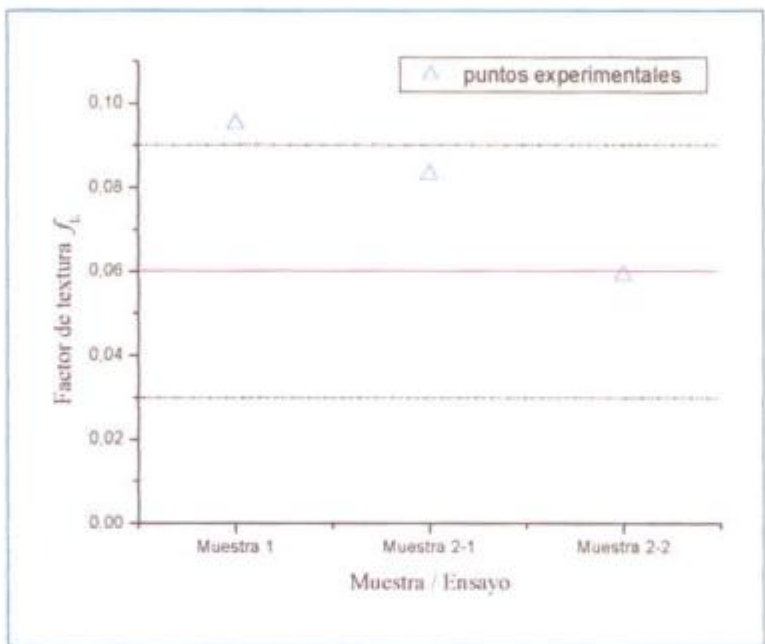


Figura AII.5. Puntos experimentales obtenidos mediante dilatometría diferencial y banda de valores característicos para el factor de textura longitudinal medido con rayos-X en tubos y chapas laminadas.

En función de esto último, adquiere considerable relevancia el tiempo al que se mantienen ambas probetas una vez alcanzada la máxima temperatura.

Teniendo en cuenta la textura cristalina de las probetas ensayadas, caracterizada por la ausencia casi total de polos basales en la dirección longitudinal o de laminación, los coeficientes de expansión térmica lineal medidos hasta $\approx 300^{\circ}\text{C}$ son acordes a los valores de expansión térmica reportados para monocristales de circonio ensayados según la dirección (100) (ver tabla).

Muestra	Coeficiente de expansión térmica lineal	Monocristal de Circonio (dirección 100)
1	$5.267 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$	$5.14 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$ [ref. 52]
2-1	$5.218 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$	
2-2	$5.117 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}$	



La técnica de dilatometría diferencial ha dado resultados que son consistentes y acordes con aquellos obtenidos mediante difracción de rayos-X. La utilización de esta técnica como herramienta concreta para la medición de los factores de textura requeriría la realización de un mayor número de pruebas y ensayos como así también la construcción de una recta de referencia (recta de Kearns) propia. Dada la temperatura relativamente baja a la que fueron llevadas a cabo las experiencias y, al empleo de una atmósfera protectora de N_2 , la formación de una capa de óxido en las probetas de zircaloy ha sido despreciada. Lo adecuado o no de esta simplificación debería ser corroborado. Por otra parte, y sin lugar a dudas, el empleo de un patrón de referencia certificado mejoraría la confiabilidad de los resultados obtenidos.



REFERENCIAS

REFERENCIAS

- 1) C.E. Ells, C.E. Coleman, R.R. Hosbons, E.F. Ibrahim y G.L. Doubt. "*Prospects for Stronger Calandria Tubes*", AECL-10339 (1990).
- 2) C.E. Ells, C.E. Coleman, V. Fidleris. E.T.C. Ho y A.R Causey. "*The Behaviour of the CANDU Calandria Tubes*", AECL-9514 (1987).
- 3) J.R. Theaker y C.E. Coleman. "*Development of Crystallographic Texture in CANDU Calandria Tubes*", Zirconium in the Nuclear Industry - ASTM STP 1423 (2002) pp.449-467.
- 4) P.S. Kundrupi y A.P. Muzumdar. "*Structural Response of Calandria Tube to a Spontaneous Rupture of the Pressure Tube*", International Journal of Pressure Vessel and Piping - Vol. 31 (1988) pp.241-253.
- 5) C.E. Coleman, R.W.L. Fong, G.L. Doubt, T. Nitheanandan y D.B. Sanderson. "*Improving the Calandria Tubes for CANDU Reactors*", AECL-11815 (1987).
- 6) K. Kapoor, C. Padmaprabu, S.V. Ramana Rao, T. Sanyal, B.P. Kashyap. "*Effect of Processing on Properties of Thin Walled Calandria Tubes for Pressurised Heavy Water Reactor*", Journal of Nuclear Materials - Vol. 312 (2003) pp.125-133.
- 7) C.E. Coleman, R.W.L. Fong "*Strengthening CANDU Calandria Tubes by Crystallographic Texture*", AECL-2461 (2000).
- 8) E. Tenkhoff "*Deformation Mechanism, Texture and Anisotropy in Zirconium and Zircaloy*", ASTM STP 966 (1988).
- 9) R.G. Ballinger, G.E. Lucas, R.M. Pelloux, "*The Effect of Plastic Strain on the Evolution of Crystallographic Texture in Zry-2*", Journal of Nuclear Materials 126 (1984) pp.53-55.
- 10) E. Tenkhoff "*Operable Deformation Systems and Mechanical Behaviour of Textured Zircaloy Tubing*", ASTM STP 551 (1974) p.182.
- 11) E. Tenkhoff, "*The Development of Deformation Texture in Zirconium During Rolling in Sequential Passes*", Metallurgical Transactions A, Vol.9A (1978) pp.1401-1412.
- 12) M.F. Ashby, "*The Deformation of Plastically Non-homogeneous Materials*", Philosophical Magazine, Vol. 21 (1970) p.413.
- 13) G.Y. Chin "*Textured Structures*", Metals Handbook Vol. 9, (2000) p.700.
- 14) Y.N. Wang, J.C. Huang, "*Texture Analysis in Hexagonal Materials*", Materials Chemistry and Physics 81 (2003) pp.11-26.
- 15) J.E. Winegar, "*Measurement of Crystallographic Texture at CRNL*", AECL-5626 (1977).
- 16) M.I.Gonzalez "*Evolución de las Orientaciones Cristalinas en la Fabricación de Tubos de Zry-4*", Tesis de Licenciatura – UBA, (Nov. 1986).

- 17) H.S. Peieser, H.P. Rooksby, A.J.C. Wilson, "Methods of Examining Orientation Texture", X-Ray Diffraction by Polycrystalline Materials – Chapman & Hall Limited (1960) pp.298-322.
- 18) D.B. Knorr, R.M. Pelloux, "Quantitative Characterization of Crystallographic Texture", Journal of Nuclear Materials, Vol.71 (1977) pp.1-13.
- 19) AECL-SPK Chalk River National Laboratories Report (Dec. 1996).
- 20) N. Nagai, T. Kakuma, K. Fujita, "Texture Control of Zircaloy Tubing During Tube Reduction", ASTM STP 754 (1982) pp.26-38.
- 21) D. Charquet, E. Alheritiere, G. Blanc, "Cold Rolled and Annealed Textures of Zircaloy-4 Thin Strips" ASTM STP 939 (1987) pp.663-672.
- 22) K. Källström, T. Anderson, A. Hofvenstam, "Creep Strength of Zircaloy Tubing at 400°C as Dependent on Metallurgical Structure and Texture", ASTM STP 551 (1974) p.162.
- 23) J. J. Kearns, "Thermal Expansion and Preferred Orientation in Zircaloy", WAPD-TM-472 (1965).
- 24) D.O. Hobson, "Textures in Deformed Zirconium Single Crystals", Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol.242 (1968) pp.1105-1110.
- 25) B.A. Cheadle, C.E. Ells, W. Evans "The Development of Texture in Zirconium Alloys Tubes", Journal of Nuclear Materials, Vol. 23 (1967) pp.199-208.
- 26) M.L. Picklesimer, Electrochemical Technology 4, N°7-8 (1966).
- 27) E. Tenkhoof, P.L. Rittenhouse, "Annealing Textures in Zircaloy Tubing", Journal of Nuclear Materials, Vol.35 (1970) pp.14-23.
- 28) B.A. Cheadle, C.E. Ells, "The Effect of Heat Treatment on the Texture of Fabricated Zr-Rich Alloys", Electrochemical Technology 4 (1966) p.329.
- 29) D. Chaubet, B. Bacroix, J.L. Bechade, "An EBDS Study of Static Recrystallization of Cold Rolled Zry-4 Sheets", Materials Science Forum, Vols. 408-412 (2002) pp.797-802.
- 30) Zirconium and Hafnium and Their Alloys, Metals Handbook Vol. 9 pp.497-502
- 31) P.D. Kaufmann, P. Danielson, E.F. Baroch, "Improved Metallography of Zirconium Alloys" ASTM STP 551 (1974) pp.52-62.
- 32) J.E. Winegar, "Measurement of Crystallographic Texture at CRNL", AECL-5626 (1977) pp.27.
- 33) J.E. Lewis, G. Schoenberger, R.B. Adamson, "Texture Measurement Techniques for Zircaloy Cladding: A Round-Robin Study", ASTM STP 754 (1982) pp.39-62.
- 34) E. Tenckhoff, P.L. Rittenhouse, ASTM – STP 458 (1969) pp. 50-67.
- 35) M.L. Picklesimer, "Anisotropy in Zircaloy", ASTM STP 939 (1987) p.23.

- 36) J. Grewen, *Textures of Hexagonal Metals And Alloys and their Influence on Industrial Application*, Pont-à Mousson Conference on Texture (1973) p13.
- 37) E. Tenckhoff, ASTM STP 754 (1982) pp18-21
- 38) I.V.Alexandrov, G.J.Davies, "Texture Development in the Ultrarapid Annealing of Cold Rolled Copper and Steel", *Materials Science and Engineering*, 75 (1985) L1-L4.
- 39) D.Muljono, M.Ferry, D.P.Dunne, "Influence of Heating Rate on Anisothermal Recrystallization in Low and Ultra Low Carbon Steels", *Materials Science and Engineering A303* (2001) pp.90-99.
- 40) B.K.Sokolov, A.K.Sbitnev, V.V.Gubernatorov, I.V.Gervasyeva, L.R.Vladimirov "Influence of the Annealing Heating Rate on the Recrystallization Texture of Fe-3Si", *Textures and Microtextures*, vol.27, N°1-4 (1996) pp427-443.
- 41) W.A.Backofen, "Deformation Processing", Addison-Wesley Co. (1972) p.29.
- 42) C.S.Cook, G.P.Sabol, K.R.Sekera, S.N.Randall "Texture Control in Zircaloy Tubing Through Processing", ASTM STP 1132 (1991) pp.80-95.
- 43) "Zirconium Alloy Fuel Clad Tubing", Sandvik Especial Metals, Engineering Guide (1989) p46.
- 44) J.L. Béchade, B.Bacroix, R. Guillen, "The Effects of the Cold Rolling on the Texture of Zircaloy-4 Sheets", *Materials Science Forum*, Vol. 157-162 (1994) pp.617-626.
- 45) L.P.M.Brandao, C.S.Costa Viana, "Texture in Zircaloy-4: Effect of Thermomechanical Treatments", *Materials Science Forum*, Vol.157-162 (1994) pp.1365-1370.
- 46) E. Tenckhoff, "Operation of Dislocations with (c+a) Type Burgers Vector During Deformation of Zr Single Crystals", *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol.63 (1972) pp.192-197.
- 47) A. Akhtar, "Compression of Zr Single Crystals Parallel to the c – Axis", *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 47 (1973) pp.79-86.
- 48) O.T.Woo, G.J.C.Carpenter, S.R.McEwen, "<C> Component Dislocations in Zirconium Alloys", *Journal of Nuclear Materials*, Vol.87 (1979) pp.70-80.
- 49) P.Merle, "Evidence of Pyramidal Slip Mode in Cold Rolled Zry-4 Sheets", *Journal of Nuclear Materials*, Vol.144 (1987) pp.275-277.
- 50) J.M.Dahl, R.W.McKenzie, J.H.Schemel "Thermomechanical Control of Texture and Tensile Properties of Zry-4 Plate", ASTM STP 551 (1974) pp.147-159.
- 51) "Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials", ASM Handbook Vol.2 (1990).
- 52) B.A.Cheadle "Introduction to the Physical Metallurgy of Zirconium Alloys", Lecture N°1 AECL CRNL-1208 (1974) p.6.



- 53) Henri Francillette "*Etude Experimentale et Numerique des Evolutions de Textures du Zirconium 702 α au Cours du Laminage et de la Compression Plane a la Temperature Ambiante*" L'Universite Paris-Nord (1997) p.36.

