

## ENSAYOS MECANICOS BIAXIALES EN ZIRCALOY - 4

S. Mintzer, R. Bordoni y J. Falcone

C.N.E.A. - Gerencia de Desarrollo - Departamento  
Combustibles Nucleares

### INTRODUCCION

Las vainas de las barras combustibles en servicio están sometidas a creep con un estado de tensiones biaxiales, debido principalmente a la presión ejercida por el refrigerante e interacción pellet-vaina producida por expansiones térmicas del combustible. Por otro lado, en la fabricación de los tubos de Zry-4 que se utilizan como vainas se introduce una textura determinada la cual provoca anisotropía en las propiedades mecánicas, por lo cual los ensayos uniaxiales no bastan para considerar dichas propiedades, siendo de fundamental importancia la realización de ensayos biaxiales para lograr un mejor conocimiento del comportamiento mecánico de las vainas con propósitos de diseño y también para la recepción y evaluación de tubos.

El presente trabajo describe la implementación de un equipo que posibilita la realización continua de ensayos de creep biaxiales por presión interna con un estado de tensiones: axial/circunferencial de 0,5. También se obtuvieron curvas de creep:  $\epsilon_{\theta} vs t$  (siendo " $\epsilon_{\theta}$ ": deformación circunferencial y  $t$  el tiempo) para vainas de zircaloy-4 del tipo Atucha, no irradiadas, para distintas temperaturas y tensiones. Se encontraron asimismo las expresiones empíricas que ajustan estos valores experimentales y los parámetros correspondientes (como ser energía de activación para creep biaxial).

### PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

#### Preparación de las probetas de ensayo

Los tubos de Zry-4 tipo Atucha se cortaron de una misma vaina para eliminar posibles diferencias de trabajo mecánico y la correspondiente variación en

la textura de deformación entre vainas distintas. La inspección metalográfica de los tubos dio un tamaño de grano medio de  $8 \mu\text{m}$  al estado deformado (por el tratamiento previo fábrica). Las determinaciones de tamaño de grano se efectuaron en un corte transversal de los tubos. Como reactivo de macroataque se utilizó una solución diluída de ácido nítrico (47%) y ácido fluorhídrico (3%). Dimensiones típicas de los tubos con tapones (también de Zry-4) fueron: diámetro interior = 10,794 mm, diámetro exterior = 11,908 mm, longitud = 12,3 cm. A fin de poder efectuar también un control de la elongación axial total de los tubos, en cada uno se efectuaron mediciones de las longitudes inicial y luego de deformados

#### Equipo de Creep Biaxial

En la fig. 1 se puede observar un diagrama esquemático del equipo. La medición de las deformaciones circunferenciales se efectúa mediante transductores de desplazamiento (tipo LVDT). Previo a su uso fue necesario efectuar un control de calibración de los mismos, el que se realizó primero con galgas calibradas y luego con un Banco de Mediciones. La Fig. 2 es una curva de calibración típica. Además de la determinación de la sensibilidad de los transductores de desplazamiento, la calibración permitió establecer los rangos de linealidad, quedando fijados de esta forma los límites de posibilidades de trabajo. Se estableció que podían detectarse deformaciones de hasta  $0,1\%$ . Debido a que los ensayos de creep se efectuaron a temperaturas relativamente altas y los transductores sólo permitían medir deformaciones a temperatura ambiente, fue necesaria la correspondiente instrumentación de los tubos de ensayo (Fig. 1). Una vez instalados los tubos a ensayar en el interior del horno, el acoplamiento de los mismos con los transductores se efectuó a través de orificios practicados en el horno, mediante tubos finos de cuarzo con un extremo en forma de O a través del cual pasa la probeta. Una vaina también de cuarzo en el interior de dichos tubos presiona los transductores cuando se producen variaciones en el diámetro de las probetas de ensayo. El cuarzo, frente a otros materiales, presenta muy bajos coeficientes de rozamiento y de dilatación. La lectura de las señales eléctricas provenientes de los transductores se efectuó directamente con un milivoltímetro o por intermedio de un registrador x-t con el cual se puede registrar elongación-tiempo de hasta 6 probetas simultáneamente. El horno (H) donde van montados los tubos de ensayo está calefaccionado por circulación de aire caliente,

de esta forma se obtiene una distribución más homogénea de la temperatura (variaciones de temperatura inferiores a  $3^{\circ}\text{C}$ ). El control de la temperatura del horno se efectuó mediante una termocupla Níquel-Nichrome conectada a un controlador del tipo ON-OFF. La presión interna en los tubos de ensayo se establece presurizando argón a través de capilares de acero inoxidable desde el sistema de presión. El argón a presurizar es provisto por el cilindro (T), el flujo gaseoso se efectúa mediante un compresor de gases (C), éste permite una presión máxima de descarga de  $1400 \text{ kg/cm}^2$ . El dispositivo de control y registro (R-C) va conectado con un manómetro (M) que cuenta con un reostato que permite utilizarlo como divisor de tensión y va conectado en serie con una fuente estabilizada, permitiendo obtener una señal proporcional a la presión, la que es tomada por el controlador poniendo el motor del compresor o deteniéndolo. En el transcurso del ensayo el controlador regula automáticamente la presión interna de los tubos de ensayo manteniéndola constante.

#### RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los ensayos de creep biaxiales se efectuaron cubriendo un rango considerable de tensiones y temperaturas. En todos los casos la relación de tensiones axial a circunferencial inicial fue de 0,5.

En las Figs. 3 (a), (b) y (c) se representa gráficamente deformación circunferencial ( $\epsilon_{\phi}$ ) vs. tiempo (t) a distintos valores de tensión circunferencial inicial ( $\sigma_{\phi} = 23, 29,8., 34 \text{ y } 39 \text{ kg./mm}^2$ ) para ensayos efectuados a una misma temperatura ( $350^{\circ}\text{C}$ ). En las gráficas se observa que el creep biaxial presenta el comportamiento usual de las curvas de creep uniaxial: una etapa inicial o "primario" (creep transitorio), una etapa lineal o "secundaria" (creep estacionario) y otra etapa a mayores deformaciones (creep acelerado) que conduce a inestabilidad plástica y posterior ruptura de las probetas. En dichas gráficas y a medida que crece la tensión aplicada ( $\sigma_{\phi}$ ) se observa, para creep estacionario, que la velocidad de deformación aumenta y la extensión de la misma disminuye. Comportamiento análogo presenta el creep transitorio (considerando la transición primaria-estacionaria en el punto de inflexión de la curva de creep). Aún más notable que la tensión, sobre la velocidad de deformación

y extensión de las etapas es el efecto de la temperatura de ensayo en el creep circunferencial (estos ensayos se efectuaron a una misma tensión,  $\sigma_0 = 23\text{kg/mm}^2$  y en el rango de temperaturas de  $350^\circ\text{C}$ - $460^\circ\text{C}$  o sea Zry-4 en fase  $\alpha$  y por debajo de la temperatura de recristalización). Esto se puede apreciar claramente en las Figs. 4 (a) y 4 (b). Así, mientras el creep estacionario se extiende a un intervalo de tiempo de aproximadamente 2,2 horas (en detalle, Fig. 4 (c) para  $T = 460^\circ\text{C}$ , a  $T = 350^\circ\text{C}$  se extiende a tiempos superiores a 1000 horas.

También se comprobó la importancia de efectuar un registro continuo de la deformación en el transcurso del ensayo de creep, comparando este tipo de procedimiento con otro consistente en descargar la presión y apagar el horno (para poder efectuar las mediciones de variación de diámetro a temperatura ambiente) y volver al estado anterior. De este último modo se introduce una gran dispersión en los valores de la deformación circunferencial.

### DISCUSION

La deformación por creep puede describirse en forma más general y para cualquier material por una expresión del tipo  $\epsilon = F(\sigma, t, T)$ . Usualmente y para simplificar el problema se considera que las variables pueden ser separables. En el estado estacionario (o secundario) que es el que se va a considerar, la dependencia de la velocidad de creep ( $\dot{\epsilon}$ ) con la tensión aplicada ( $\sigma$ ), en el caso de ensayos uniaxiales a temperatura constante, satisface para diversos metales y aleaciones la ley de Norton (1):

$$\dot{\epsilon} = C \sigma^m$$

En donde C y m son coeficientes en principio independientes de  $\sigma$ . La gran ventaja de la relación anterior frente a otras relaciones empíricas es su sencillez.

En el caso en que el material está sometido a un estado múltiple de tensiones, el caso uniaxial se puede extrapolar recurriendo al concepto de tensiones ( $\sigma_e$ ) y deformaciones ( $\epsilon_e$ ) efectivas de las plasticidad:

$$\dot{\epsilon}_e = B \cdot \sigma_e^m$$

Para aleaciones de Circonio existen formulaciones (2, 3) que relacionan tensiones y deformaciones para estados generales de tensiones (obtención del locus de fluencia) basadas esencialmente en teorías de plasticidad para medios amigóticos. En el caso más simple de creep por presión interna por aplicación directa de las leyes usuales de la plasticidad y considerando el creep como proceso termicamente activado resulta (4) para la velocidad de creep circunferencial en el secundario:

$$\dot{\epsilon}_c = A \left( \frac{\sqrt{3}}{2} \right)^n \cdot e^{-\frac{Q}{RT}} \cdot \sigma_0^n \cdot (1 + \epsilon_0)^n$$

A: factor dependiente de la subestructura y anisotropía  
 Q: energía de activación para creep biaxial.  
 R. cte. de los gases. T: temperatura absoluta (°K)  
 $\sigma_0 = P \cdot D / 2 \cdot e$ : tensión aplicada.  
 P: presión interna, D: diámetro interior, e: espesor de pared.

#### Dependencia con la Tensión:

La Fig. 5 es una representación logarítmica de la velocidad de deformación en función de la tensión aplicada  $\sigma_0$  ( $tem_2 = 350^\circ C$ . En el rango de tensiones:  $\sigma_0 \approx 20-40 \text{ kg/mm}^2$  claramente puede diferenciarse la existencia de dos regiones. Una a relativamente bajas tensiones ( $\sim 20-34 \text{ kg/mm}^2$ ) en que en primera aproximación se puede considerar en ensayos biaxiales, la ley de Norton para creep circunferencial, caracterizada por un coeficiente de sensibilidad a la tensión de  $n_1 = 4,1$  y un factor  $A = 2,9 \cdot 10^4$ . Otra región a mayores tensiones aplicadas. ( $\sigma_0 > 35 \text{ kg/mm}^2$ ) que presenta notables desviaciones de dicha ley. Una estimación del coeficiente de sensibilidad a la tensión en esta región de  $n_2 \approx 15$ . En esta región un pequeño incremento positivo de la tensión aplicada produce un gran aumento en la velocidad de deformación circunferencial. Es interesante considerar el comportamiento de los tubos de Zry-4 en esta región.

En la Fig. 3(c) se observa que para una tensión aplicada de  $\sigma_0 = 39 \text{ kg/mm}^2$  se produce ruptura del tubo (prácticamente a comienzos del terciario) a una deformación de  $\sim 19\%$  muy inferior a la deformación de  $\sim 12\%$  (etapa de creep acelerado bien definida) que alcanza el tubo a  $\sigma_0 = 23 \text{ kg/mm}^2$  (Fig. 4(c)). El tubo Fig. 3(c) no alcanza a acomodar el aumento en la velocidad de deformación plástica produciéndose la rotura del mismo. Es posible que a valores de n relativamente

elevados a temperaturas cercanas a 350°C el mecanismo de deformación favorecido por las tensiones aplicadas sea el de deslizamiento cruzado de dislocaciones.

El resultado indica que para un mismo tipo de tubos un aumento del coeficiente de sensibilidad a la tensión conduce a una pérdida de ductilidad del material. Este no deforma de modo uniforme, en cualquier lugar del tubo en donde exista concentración de tensiones superior a la media o bien para pequeñas diferencias en el espesor de las paredes del tubo, la deformación será mayor y se producirá fractura localizada.

#### Dependencia con la temperatura

La Fig. 6 representa en escala semilogarítmica velocidad de creep circunferencial versus la inversa de la temperatura absoluta para una tensión aplicada de  $\sigma_0 = 23 \text{ kg/mm}^2$  (coeficiente de correlación: 0,9994). La energía de activación aparente para creep circunferencial se puede obtener a partir de la pendiente de la recta:

$$Q \cdot R \cdot T^2 \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_0}{\partial T} \right)_{\sigma_0} = 123225 \text{ joule/mol}$$

Además de depender de la tensión aplicada ( $Q = Q_0 - \Delta v \cdot f(\sigma_0)$ );  $\Delta v$  = volumen de activación) la energía de activación para creep depende de la temperatura (salvo en la etapa en que el creep está controlado principalmente por el trepado de dislocaciones, en donde es prácticamente independiente de la misma), el valor medido puede considerarse en principio como un valor promedio de las energías en el rango de temperaturas considerando.

La rapidez de cambio en la densidad de dislocaciones en cualquier instante de tiempo está determinada por la rapidez de endurecimiento y la rapidez de recuperación. En creep estacionario existe un balance entre dos procesos (5). Puesto que el valor de la energía de activación obtenido es comparable al valor medido de la energía de activación por autodifusión del Zr en fase  $\alpha$  (6) ( $Q_0 = 113041 \text{ Joule/mol}$ ) es posible que en el rango de temperaturas: 350°C - 460°C, el trepado de dislocaciones de borde también pueda contribuir al proceso de recuperación en creep biaxial. Este efecto es particu-

larmente notable en el estado transitorio (7). Otra contribución al proceso de creep resulta al considerar el movimiento de "jogs" (8).

Reemplazando los valores de los parámetros obtenidos en la expresión (11) resulta para la velocidad de creep circunferencial en el secundario y para tubos de Zry-4 tipo Atucha en el rango de tensiones:  $\sim 20 \text{ kg/mm}^2$  -  $34 \text{ kg/mm}^2$ :

$$\dot{\epsilon}_\theta = 2,9 \cdot 10^4 \left(\frac{\sqrt{3}}{2}\right)^{4,1} \cdot e^{-\frac{129225}{RT}} \cdot \sqrt{4,1} (1 + \epsilon_\theta)^{4,1}$$

La dependencia de la deformación circunferencial con el tiempo puede obtenerse por integración de la expresión anterior.

#### REFERENCIAS

1. Norton: High Temperature Creep Stainless Steel - Mc Grow-Hill, 1929.
2. H. Maki, M. Ooyama: journal of Nuclear Sci. and Tech.: 1975, 12 423.
3. Y. Miyamoto, Y. Komatsu, T. Kakuma, N. Nagai: Journal of Nuclear Mats: 1976, 61, 53
4. S. Mintzer, R. Bordoni y J. Falcone: Informe Interno CNEA; N° 11980
5. R. Lanneborg: Metal Science Journal N° 1969, 3, 161.
- 6: F. Dyment: Tesis (CNEA), J. of Mat. Sci.: 1968, 3, 349
7. A publicar
8. C. Barret-Nix: Acta Met.: 1965, 1247.

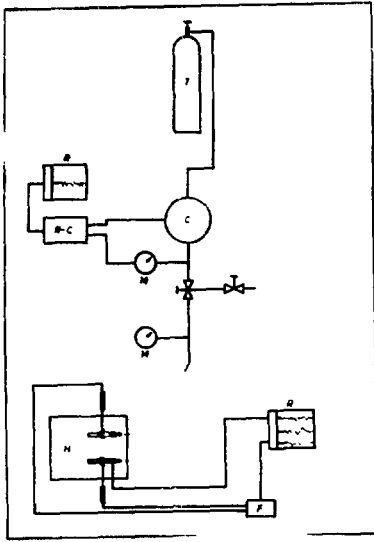


Fig. 1

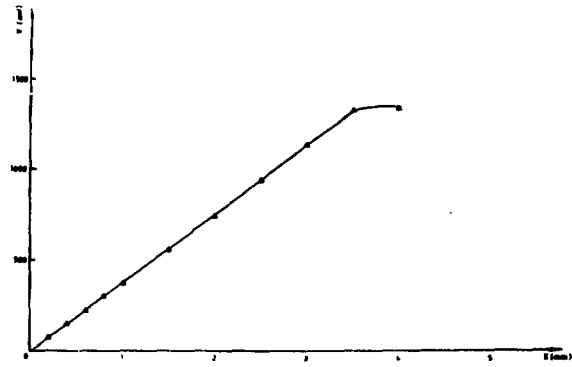


Fig. 2

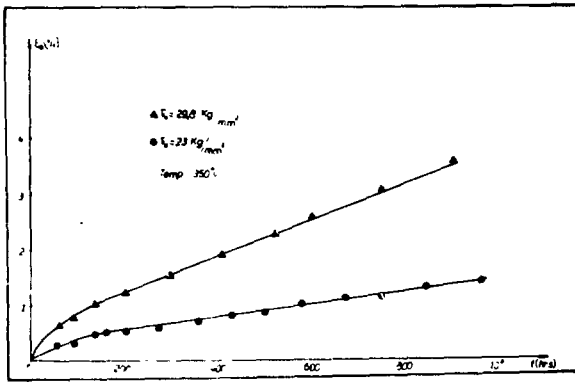


Fig. 3 (a)

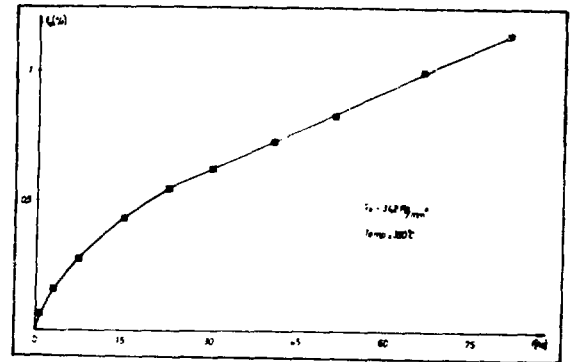


Fig. 3 (b)

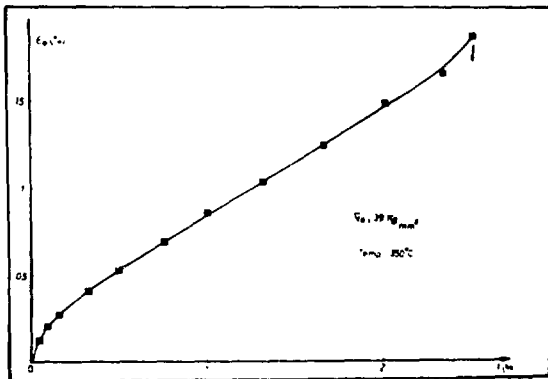


Fig. 3 (c)

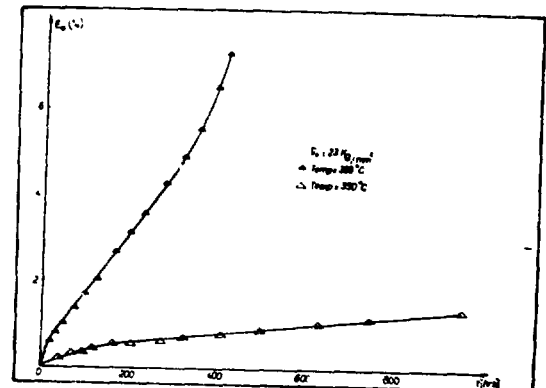


Fig. 4 (a)



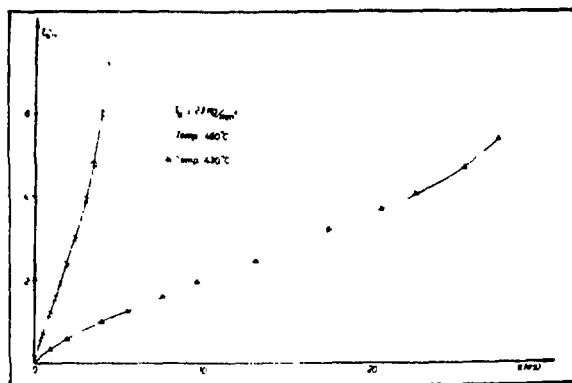


Fig. 4 (b)

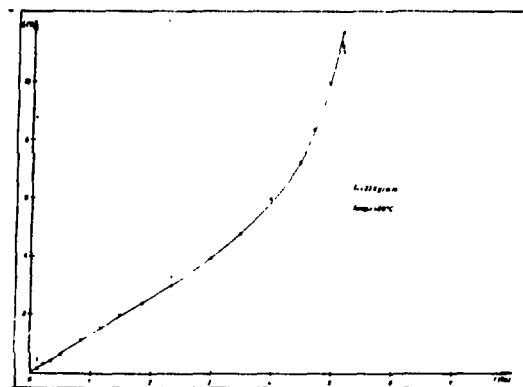


Fig. 4 (c)

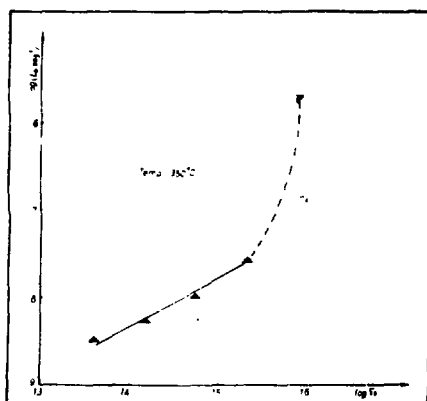


Fig. 5

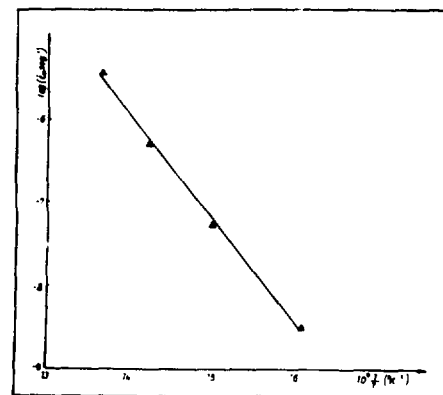


Fig. 6