

## EVOLUCION DE LA MICROESTRUCTURA DE Zr-2.5 Nb DURANTE TRATAMIENTOS TERMICOS

Campitelli E.N.<sup>(1)</sup>, Banchik D.A.<sup>(1)</sup>, Versaci R.A.<sup>(2)</sup>

(1) LMFAE, C.A.E, (2) C.A.C; C.N.E.A

**Objetivos.** Este trabajo tiene, como objetivos básicos, los dos siguientes: **1)** Adquirir experiencia en la preparación de láminas delgadas de aleaciones de circonio para su uso como especímenes T.E.M. Construir un prototipo adelgazador de doble jet capaz de realizar esta tarea con la terminación adecuada y resultados reproducibles con el fin de ser usado en trabajo posterior (punto 2). Familiarizarse con los parámetros relevantes del proceso de adelgazamiento y reflejar esta experiencia en el prototipo. Las láminas deben poseer suficiente área con buena transmisión y buen soporte mecánico, deben estar libres de deformaciones y residuos de pulido. **2)** Hacer uso de observaciones T.E.M y metalografías para estudiar la evolución microestructural durante tratamientos térmicos, de muestras de la aleación Zr-2.5 Nb. Las mismas fueron obtenidas de un tubo de presión del tipo usado en las centrales CAN.D.U, inicialmente en la condición A.R ("As Received"). Dicha aleación sirvió, en esta aplicación, en reemplazo del Zircaloy 2, por su mejor resistencia al creep y a la corrosión.

**Procedimientos.** Para la construcción del prototipo se buscó información de experiencias previas en bibliografía especializada y folletos técnicos de equipos comerciales. Se construyeron las piezas componentes en teflon, platino y P.V.C. Estas piezas cumplen las funciones de portajets, cámara de pulido, bombeo, portamuestras, electrodos, etc., típicos en cualquier equipo comercial. Se ensayaron diferentes parámetros de construcción (dimensiones, presión del jet, etc.) y condiciones de pulido (voltaje, reactivo, temperatura, etc.). También se implementó una electrónica de emisión y detección de pulsos infrarrojos para la interrupción automática del pulido. Este es, según la literatura, el método más eficiente (criterio: láminas utilizables / total de láminas procesadas) y de resultados más reproducibles.

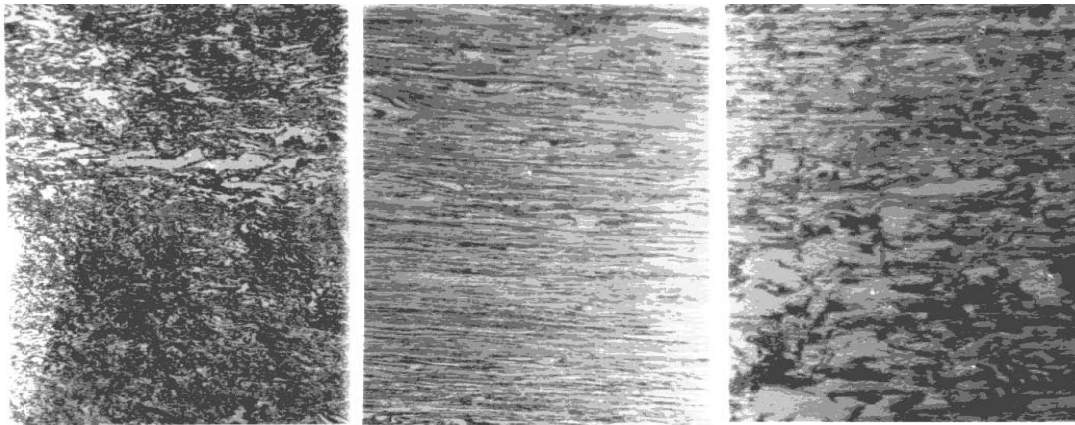
Para las evaluaciones metalográficas se obtuvieron diversos cortes mediante disco diamantado, de un anillo obtenido del tubo de presión por corte con un torno. Las muestras fueron sometidas a diversos tratamientos térmicos: a) 2 horas a 600 °C, b) 2 días a 400 °C, c) 4 días a 400 °C y d) 4 días a 300 °C. De algunas de estas muestras se obtuvieron cortes de tres orientaciones perpendiculares para la obtención de láminas delgadas, las otras fueron pulidas mecánicamente con papel de carburo de silicio y luego químicamente con una solución de ácido fluorhídrico al 3% en 47 % nítrico y 50% agua. Las muestras fueron luego examinadas en microscopio óptico con luz polarizada y se obtuvieron placas fotográficas. Las muestras para microscopía de transmisión se prepararon con el prototipo mencionado. Se procedió fabricando series del mismo material de partida y variando los parámetros ya mencionados hasta dar con el resultado óptimo descripto arriba. Se examinaron luego las láminas con un microscopio PHILLIPS EM 300 a 100 K.V con el propósito de caracterizar la microestructura para cada tratamiento (en algunos casos la ausencia de ciertos defectos también caracterizó la microestructura).

El Zr-2.5 Nb consta fundamentalmente de dos fases:  $\alpha$ -Zr (hexagonal, aproximadamente 0.6 % de Nb), y  $\beta$ -Zr (cúbica, aproximadamente 20 % de Nb). El examen de la microestructura se concentró en los siguientes aspectos:

**fase a:** Tamaño de grano promedio, interfaces  $\alpha$ - $\alpha$ , precipitados  $\beta$ -Nb, hidruros, arreglos de dislocaciones y otros defectos como fallas de apilamiento o maclas y estado cristalino de la matriz en general.

**fase b:** Caracterización de la morfología en general, metalografías y micrografías T.E.M en las tres direcciones principales del tubo, enriquecimiento en Nb, identificación de precipitados  $\omega$ , tamaño y forma final de los precipitados de fase  $\beta$ .

**Resultados.** El prototipo fue adecuado para la obtención de láminas, además de las láminas de Zr-Nb mencionadas, se obtuvieron con el láminas de Zircaloy 2 y Zircaloy 4. Las muestras desarrollaron cavidades centradas y de superficie brillante, con perforaciones del orden de 100 micrones, satisfaciendo los requerimientos mencionados. Las metalografías de los diferentes cortes del tubo de presión muestran las siguientes características morfológicas de la fase  $\beta$ : Identificando cada muestra según la alineación de su normal con respecto a las direcciones axial, radial y tangencial del tubo, se encuentra que en los cortes axial y tangencial la fase  $\beta$  se presenta en forma

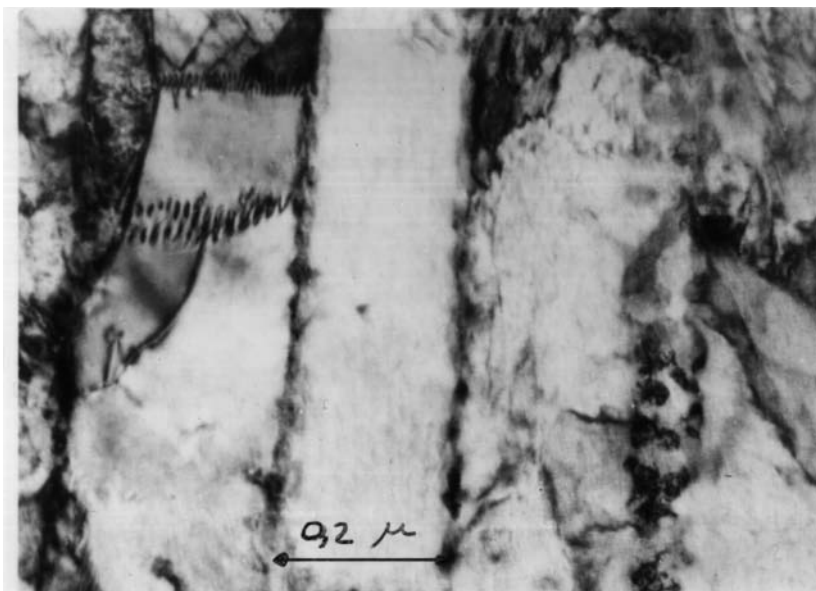


**Figura 1. Tres cortes perpendiculares de un tubo de presión de Zr-2.5 Nb (700 aumentos)**  
a) Sección axial .                      b) Sección tangencial.                      c) Sección radial

de largos y delgados filamentos, alineados de forma irregular o serpenteante en el primer caso y de forma mucho más regular y recta en el segundo (Figuras 1.a y 1.b), es decir, siguiendo la dirección de extrusión. El corte radial difiere bastante de los anteriores. La fase  $\beta$  presenta en este caso manchas irregulares de una superficie promedio considerablemente mayor.(Figura 1.c).

A continuación se resumen los aspectos más importantes revelados por las micrografías electrónicas. **Fase a:** En las muestras sin tratamiento térmico la matriz se encuentra muy deformada (los patrones de difracción no presentan bandas de Kikuchi), no se aprecia claramente contraste de dislocaciones aisladas. En la dirección tangencial los granos tienen un ancho promedio de 0.5 micrones aproximadamente aunque es posible ver de 0.1  $\mu$  y hasta de 3  $\mu$ . Debido a la gran longitud de los granos, estos se salen de la zona observable en la lámina, registrándose largos superiores a 50  $\mu$ , no se aprecian en este estado interfaces  $\alpha$ - $\alpha$ . En las muestras tratadas a 400 °C ya es posible apreciar contraste por dislocaciones aisladas. Se observaron estructuras en forma de entramados de líneas a 45 grados con respecto a la interfase  $\alpha$ - $\beta$  debidas posiblemente a contraste residual de redes de dislocaciones. Si bien se encontraron algunas maclas aisladas, su

número no es importante. No se hallaron rastros de precipitados de Nb ni de hidruros dentro de la matriz  $\alpha$ . En las muestras tratadas a 600 °C la matriz ya se aprecia más clara debido a la menor densidad de dislocaciones, en los patrones de difracción se aprecian las bandas de Kikuchi bien formadas. Se observaron interfases  $\alpha$ - $\alpha$  y arreglos de



**Figura 2:**  
**Micrografía del**  
**corte tangencial de**  
**una muestra**  
**tratada a 600 °C.**  
**Se aprecian**  
**apilamientos de**  
**dislocaciones (2°**  
**grano desde izq.**  
**arriba), interfase**  
**a-a (ídem medio) y**  
**fase b precipitada**  
**(4 líneas verticales**  
**interrumpidas**  
**entre los granos a).**

dislocaciones atravesando la fase  $\alpha$  en dirección perpendicular a la axial y asociados con frecuencia a las mismas (Figura 2).

**Fase b:** En las muestras sin tratamiento térmico la fase es continua. En la dirección tangencial los filamentos tienen un ancho típico de 0.1  $\mu$ . No pudo observarse en este caso ninguna estructura interna, como ser precipitados  $\omega$  (aunque esto no significa que no se hallen presentes ya que pueden ser invisibles por la alta densidad de dislocaciones). En las muestras a 400 °C (ambas) es posible distinguir zonas claras dentro de la fase  $\beta$  produciendo igual contraste que la fase  $\alpha$ , aunque no conectadas con aquella. Las muestras a 600 °C presentan una fase  $\beta$  ya totalmente precipitada con un volumen menor que el inicial, los precipitados son de bordes redondeados y de tamaño poco homogéneo (Figura 2) variando por zonas entre décimas y centésimas de micrón.

**Conclusiones.** El prototipo resultó apto para la fabricación de láminas. Las observaciones realizadas en la aleación Zr-2.5 Nb, concuerdan con la información encontrada en literatura en los siguientes aspectos: La fase  $\beta$  Zr presenta una morfología consistente de capas delgadas ("film network") alineadas en forma aproximadamente circunferencial entre las cuales se halla la fase  $\alpha$  (vista tangencialmente tiene el aspecto de filamentos lo cual ha llevado a alguna confusión en la literatura). Dicha fase metaestable evoluciona durante tratamientos térmicos hacia el equilibrio dando una distribución de precipitados de  $\beta$  Nb. Es posible que dicha evolución se dé a través de una fase intermedia, los precipitados de fase  $\omega$ , aunque no se tiene evidencia directa de dicha fase, las muestras a 400 °C parecen indicar vestigios de esta transformación, en ese caso los precipitados se encontrarían presentes ya en el tubo en la condición "A.R".

**Agradecimientos:** Se agradece especialmente a la Dra. P.Bozano y Dr. M.Ipohorski y a los Sres. N.Marcone y B.Pentkes por sus consejos y ayuda en el microscopio y en la preparación de muestras, al Ing.D.Bianchi y al Sr.Szieber por su apoyo permanente en muchas tareas, finalmente al Ing. J.Maino por su apoyo con la electrónica.