

ESTUDIO DE LA TEXTURA CRISTALINA DE TUBOS DE PRESIÓN DE Zr-2.5%Nb MEDIANTE FIGURAS DE POLOS DRX

Buioli, C.P.⁽¹⁾, Dr. Banchik, A. D.⁽¹⁾, Dr. Vizcaíno, P.⁽¹⁾,
Samper, R.⁽¹⁾, Testone, S.⁽¹⁾

⁽¹⁾ Laboratorio de Materiales y Fabricación de Aleaciones Especiales (LMFAE)-
Departamento de Tecnología de Aleaciones de Circonio - Centro Atómico Ezeiza (CAE)
- Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) - Pcia. de Buenos Aires -
ARGENTINA. E-mail: constanzabuioli@yahoo.com.ar

ABSTRACT

This work presents the study of crystalline texture of Zr-2.5%Nb pressure tubes (A, B and C); structural components of CANDU nuclear power reactors^[1]. The study of texture was made using the RX diffraction technique, making measurements of direct pole figures^[2], in a Phillips diffractometer with pole goniometer (IFIR-CONICET). The texture was determined calculating the coefficients of JJ Kearns^[3]. The samples used correspond to transversal sections of the tubes, front and back, and were characterized making de measurements of five pole figures with Miller index (001), (100), (101), (102) and (110), in order to represent in a complete way the texture in the material. The calculated Kearns coefficients were compared with the specifications given by the designer of pressure tubes AECL^[4].

RESUMEN

En este trabajo se presenta el estudio de la textura cristalina de los componentes estructurales nucleares para reactores de potencia tipo CANDU, correspondientes a tubos de presión de Zr-2.5%Nb^[1]. Para ello, se estudiaron las secciones transversal, radial y axial de los mismos, mediante la técnica de DRX, realizando la medición de la figura de polos directa^[2] en un difractor Phillips con goniómetro de polos (IFIR-CONICET). Para cada una de las muestras, se conformaron cinco figuras de polos con índices (001), (100), (101), (102), y (110) representativas de la textura presente en el material. Como estudio cuantitativo se calcularon los coeficientes de textura de J.J. Kearns^[3], y se compararon con las especificaciones dadas por el diseñador de tubos de presión AECL^[4].

Palabras clave: Textura cristalina – Tubo de presión – Coeficientes J.J. Kearns.

1. INTRODUCCIÓN

1.1 COEFICIENTES DE KEARNS

La textura cristalina determina la existencia de una orientación preferencial de los cristalitas que conforman un policristal. Una forma de caracterizar en qué proporción estos cristalitas están orientados en una dirección es mediante los coeficientes de Kearns^[3]. En particular para una estructura hexagonal compacta (hcp), que es el caso del Zr, interesa el estudio de una propiedad P en una determinada dirección \hat{n} de referencia, correspondiente, en nuestro caso, a la normal a la muestra. Dicha propiedad se puede proyectar de la siguiente forma^[6]: $P = f P_{//} + (1 - f) P_{\perp}$ (1), con $P_{//}$ correspondiente al valor de la propiedad en la dirección basal c del hexágono, P_{\perp} correspondiente a cualquier dirección perpendicular y siendo f el factor de textura. Su

fórmula explícita está dada por: $f = \frac{\int_0^{90^\circ} d\phi TC(\phi) \cos^2 \phi \sin \phi}{\int_0^{90^\circ} d\phi TC(\phi) \sin \phi}$ (2), donde la *densidad de*

polos $TC(\phi)$ es proporcional al volumen de granos cristalinos de la muestra con su eje c inclinado un ángulo ϕ respecto de \hat{n} . A su vez, a cada pico de difracción le corresponde un ángulo ϕ y un dado α (rotación de monocristales en torno a su eje propio c), y para un mismo ϕ la intensidad TC (normalizada) debe ser promediada en α . El valor de f está acotado entre 0 y 1 debido a su construcción y, en resumen, determina la fracción de monocristales que se encuentran orientados según la dirección \hat{n} de referencia^[4].

1.2 FIGURA DE POLOS DIRECTA ^[7]

Un método preciso para determinar la textura cristalina de un material es mediante la construcción de la figura de polos directa. El mismo consiste en la medición de intensidad correspondiente a una familia cristalográfica de planos específica $\{hkl\}$, para todas las orientaciones medidas respecto de un sistema de direcciones principales. En nuestro caso de interés, correspondientes a la direcciones normal tangencial, radial y axial. Las mediciones deben ser realizadas con un goniómetro de polos, que rota la muestra según un eje normal a la misma y otro coincidente con la dirección transversal. De esta manera, se obtiene la contribución de los cristales pertenecientes a la familia $\{hkl\}$ en posición de difracción. La representación de intensidades, normalizada por la suma total de intensidades, en función de cada orientación, se realiza en una proyección standard de las tres direcciones principales. A tal representación se la conoce como “figura de polos $\{hkl\}$ ”. La información obtenida mediante la figura de polos permite calcular los coeficientes de Kearns para caracterizar la textura cristalina.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material de estudio corresponde a tubos de presión de Zr-2.5%Nb, laminados en 2 pasos a temperatura ambiente y luego tratados térmicamente para relevar el efecto de tensiones residuales. La nomenclatura correspondiente a estos tubos es A, B y C, correspondientes a los extremos denominados “Front” (cabeza) y “Back” (cola).

Mediante la técnica DRX utilizando un goniómetro de polos, la textura cristalina de un tubo se puede caracterizar en sus 3 direcciones principales; transversal, radial y axial ^[5], a partir de las mediciones realizadas sobre una sola muestra con una determinada sección normal. En este caso en particular, se efectuaron las mediciones de las muestras con normal en la dirección transversal. Las probetas son preparadas mediante un pulido metalográfico y luego un ataque químico con el fin de revelar la microestructura bifásica propia de la aleación.

Las mediciones RX de las figuras de polos directas se efectuaron mediante un difractómetro Phillips con cuna de Euler y tubo de cobre (IFIR-CONICET). Se eligió un paso de 5° por 5°, y un tiempo por paso de 1 seg. La geometría de medición corresponde a la de haz paralelo. Debido a esto las figuras de polos deben ser corregidas debido a efectos ópticos. Para la descripción de la textura de los tubos, se midieron las figuras directas correspondientes a los polos (001), (100), (101), (102), (110) para las muestras transversales de los mismos, en ambos extremos de los tubos (figura 1, 2 y 3). Es importante aclarar que se midieron cinco figuras de polos para cada muestra, con el objetivo de tener una descripción certera de la textura para cada tubo y que encuentre concordancia con los resultados obtenidos a partir de cada uno de los polos. Por último, los grados de libertad en la medición de las figuras de polos corresponden al giro de muestra sobre su eje de simetría principal (azimutal) y un tilteo de la muestra según algún eje de simetría perteneciente al plano de la superficie de la muestra.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 DESCRIPCIÓN GENERAL

En las figuras 1, 2 y 3 se presentan las figuras de polos características para poder evaluar el comportamiento de la textura en los tubos de presión. A partir de observar las 3 figuras correspondientes al polo (001), vemos que presentan un máximo general de densidad de polos en la dirección transversal. Esto se traduce en que los ejes c de los prismas hexagonales apuntan principalmente en la dirección transversal. Más aún, las curvas de nivel correspondientes al polo (001) describen una elipse, con normal en la dirección transversal, semieje mayor en la dirección radial y menor en la axial. En concordancia con lo descrito, los planos prismáticos (100) encuentran su único máximo de densidad en la dirección axial. A su vez, los planos piramidales de primer orden no presentan una intensidad considerable en las figuras correspondientes al polo (101), así como tampoco los planos de segundo orden en la figura (102). Por último, para la figura correspondiente al polo (110), vemos presente la simetría hexagonal propia de la estructura hcp del material.

3.2 COEFICIENTES DE KEARNS

La textura del tubo A tiene su contribución principal en la dirección transversal (54%), en segundo lugar en la dirección radial (38%) y por último en la dirección axial (8%). Dichos porcentajes fueron calculados a partir del promedio de coeficientes entre los extremos front y back de dicho tubo (tabla 1). En particular, deteniéndonos en esta comparación, vemos que el coeficiente axial presenta el mayor rango de variación con una disminución en esta dirección. Este resultado se puede atribuir al proceso de deformación del material presente en la laminación del tubo.

Los coeficientes calculados se encuentran dentro de la especificación del diseñador de tubos de presión AECL^[4]: $0,03 \leq f_{AXIAL} \leq 0,09$, $0,27 \leq f_{RADIAL} \leq 0,39$, $0,55 \leq f_{TRANSV} \leq 0,67$, en su primer cifra significativa redondeada, y a su vez $0,95 \leq \sum_i f_i \leq 1,05$ para la suma en las 3 direcciones perpendiculares.

La textura del tubo B respeta la misma tendencia descripta, con porcentajes en las direcciones transversal, radial y axial del 56%, 38% y 6% respectivamente (tabla 2). Los coeficientes calculados también se encuentran dentro de la especificación del diseñador de tubos de presión AECL^[4], en su primer cifra significativa redondeada, y respetan la relación $0,95 \leq \sum_i f_i \leq 1,05$ para la suma de direcciones principales.

En el caso particular del tubo C, extremo back, los valores se encuentran fuera de tal margen con una diferencia cuadrática media de 0,06 y 0,02 respecto de los valores límite de la especificación respectivamente ($f_{inferior}=0,55$ y $f_{superior}=0,39$). Los coeficientes restantes se encuentran dentro de los valores pre-establecidos para su primera cifra significativa. El comportamiento de la textura respeta misma tendencia general, con valores porcentuales dados por el 53%, 38% y 9% en las 3 direcciones principales (tabla 3).

Como observación general, comparando el comportamiento de los extremos front y back en este orden particular, se presenta una tendencia de disminución para los coeficientes transversal y axial, y una tendencia de crecimiento para el coeficiente radial. Tales variaciones siempre respetan el margen establecido para la suma de los 3 coeficientes. A su vez, los coeficientes promedio pueden considerarse como representativos de la textura cristalina para cada uno de los tubos.

4. CONCLUSIONES

Los coeficientes calculados en su comportamiento general se encuentran dentro de la especificación del diseñador de tubos de presión AECL^[4], o en el margen de la misma.

La textura de los tubos de presión respeta la proporción de su contribución en cada una de las direcciones principales del tubo.

Comparando los coeficientes de los extremos front y back de un mismo tubo, se presentan tendencias de comportamiento que pueden atribuirse a los procesos de fabricación de los mismos.

Por último, los coeficientes promedio se consideran como representativos de la textura en el material.

5. REFERENCIAS

1. R. Adamson, F. Garzarolli, C. Patterson, P. Rudling, A. Strasser, K. Coleman, "ZIRAT15 Annual Report", Advanced Nuclear Technology International, Sweden, 2010.
2. B. D. Cullity: Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing Co., Inc. 1956.
3. J.J. Kearns, WAPD TM-472, Westinghouse Electric Corp., Pittsburgh, PA, 1965.
4. AECL internal report.
5. C.P. Buioli, A.D. Banchik, P. Vizcaíno. XI Congreso Iberoamericano de Metalurgia y Materiales y X Congreso CONAMET/SAM 2010, 2 al 5 de noviembre de 2010, Viña del Mar, Chile.
6. W. Boas and J.K. Mackenzie, "Anisotropy in Metals", Progress in Metal Physics, Vol. 2, 1950, pp.90-120.
7. J X-Ray Diffraction, Procedures, H.P. Klug, L.E Alexander, John Wiley and Sons, Inc. 1954.

APÉNDICE DE FIGURAS Y TABLAS

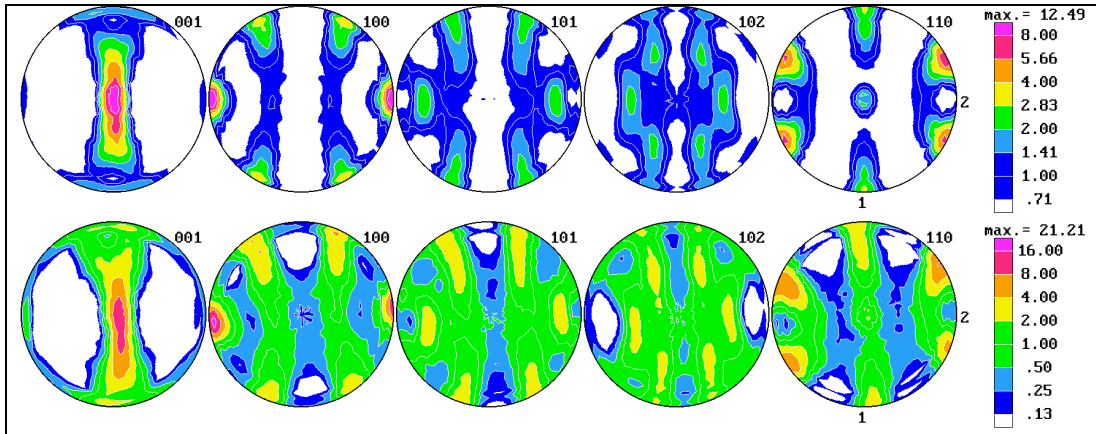


Figura 1. Figuras de Polos directas de tubos de presión de Zr-2.5%Nb correspondientes a tubo A laminado extremo cabeza (línea superior) y extremo cola (línea inferior).
De izq. a der.: polos (001), (100), (101), (102), (110).
Nomenclatura tubo B Front & Back.

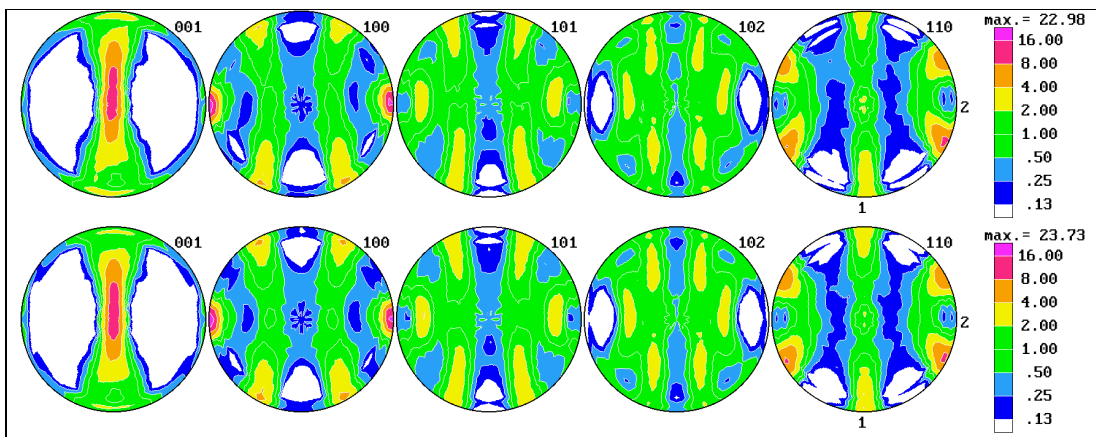


Figura 2. Figuras de Polos directas de tubos de presión de Zr-2.5%Nb correspondientes a tubo B laminado extremo cabeza (línea superior) y extremo cola (línea inferior).
De izq. a der.: polos (001), (100), (101), (102), (110).
Nomenclatura tubo: B Front & Back.

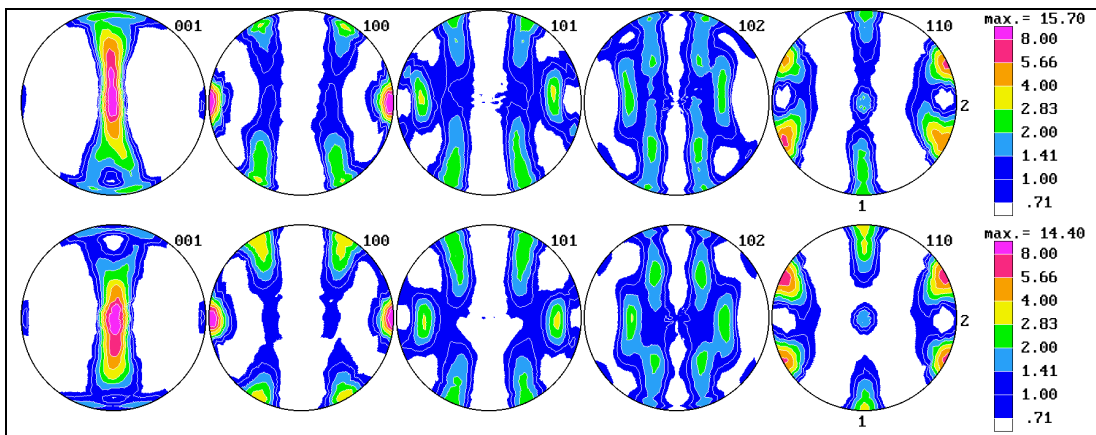


Figura 3. Figuras de Polos directas de tubos de presión de Zr-2.5%Nb correspondientes a tubo C laminado extremo cola (línea superior) y extremo cabeza (línea inferior).
De izq. a der.: polos (001), (100), (101), (102), (110).
Nomenclatura tubo: C Front & Back.

Tabla 1. Coeficientes de Kearns tubos de presión de Zr-2.5%Nb;
A Front y Back.

Muestra	$f_{\text{transversal}}$	f_{radial}	f_{axial}	f_{total}
<i>Transversal Zr-2.5%Nb (A Front)</i>	0,529	0,360	0,094	0,982
<i>Transversal Zr-2.5%Nb (A Back)</i>	0,528	0,389	0,066	0,983
Promedio	0,529	0,374	0,080	0,983

Tabla 2. Coeficientes de Kearns tubos de presión de Zr-2.5%Nb;
B Front y Back.

Muestra	$f_{\text{transversal}}$	f_{radial}	f_{axial}	f_{total}
<i>Transversal Zr-2.5%Nb (B Front)</i>	0,562	0,369	0,054	0,985
<i>Transversal Zr-2.5%Nb (B Back)</i>	0,537	0,389	0,059	0,985
Promedio	0,550	0,379	0,056	0,985

Tabla 3. Coeficientes de Kearns tubos de presión de Zr-2.5%Nb;
C Front y Back.

Muestra	$f_{\text{transversal}}$	f_{radial}	f_{axial}	f_{total}
<i>Transversal Zr-2.5%Nb (C Front)</i>	0,543	0,337	0,103	0,983
<i>Transversal Zr-2.5%Nb (C Back)</i>	0,494	0,412	0,079	0,984
Promedio	0,518	0,374	0,091	0,984