

# CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL DE LA ALEACION EXCEL

Celiz Oroza Z.E., Lani Saumell M., Versaci R.A., Bozzano P.B.

División Microscopia Electrónica y Difracción. Centro Atómico Constituyentes.

Comisión Nacional de Energía Atómica.

Instituto Sabato. Universidad Nacional de San Martín.

Av. Gral. Paz 1499, San Martín, Buenos Aires, Argentina

Email: [celiz@cnea.gov.ar](mailto:celiz@cnea.gov.ar)

## RESUMEN

La microestructura de muestras de la aleación Excel, fue estudiada mediante microscopía óptica y electrónica de barrido. Se analizaron las fases presentes por difracción de rayos X identificándose los picos característicos de las fases  $\alpha$ -Zr (HCP),  $\beta$ -Zr (BCC) e hidruro  $\delta$  (FCC). La fuerte intensidad relativa de ciertos picos indica que las muestras están texturadas, con un predominio de polos basales en planos radiales-longitudinales y de polos prismáticos en planos radiales-circunferenciales.

## ABSTRACT

The microstructure of Excel alloy was studied by optical and scanning electron microscopy. X-ray diffraction was used to analyze the present phases. Characteristic peaks of  $\alpha$ -Zr (HCP),  $\beta$ -Zr (BCC) and  $\delta$  hydride (FCC) were identified. The high relative intensities of certain peaks suggest that samples are textured. Basal poles were dominant in radial-longitudinal planes and prismatic poles have the highest concentration in radial-tangential planes.

## INTRODUCCION

Los programas de investigación de la aleación Excel (Zr-3.5Sn-0.8Mo-0.8Nb) se iniciaron en los años 80 para su posible uso como material estructural en tubos de presión de reactores de potencia tipo CANDU. Uno de los factores limitantes de la vida útil de los tubos, es la fragilización debido a la reorientación de hidruros desde planos C-A a planos R-A que facilitan el mecanismo de falla por rotura diferida o fenómeno RDIH [1].

Los ensayos comparativos realizados entre Excel y Zr-2.5%Nb, demostraron que presenta mayor resistencia al creep y estabilidad dimensional durante las condiciones de servicio, además de una menor susceptibilidad a la reorientación de hidruros [2].

El objetivo de este trabajo fue el estudio preliminar de la microestructura de probetas con diferente contenido de hidrógeno, de un tubo canadiense de Excel, mediante microscopía óptica, electrónica de barrido y difracción de rayos X. Los resultados permitirán inferir sobre el comportamiento mecánico de esta aleación y evaluar su factibilidad como material de reemplazo para la fabricación de tubos de presión.

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material de partida consistió en probetas maquinadas a partir de un tubo de presión, las cuales fueron sometidas a una carga gaseosa con hidrógeno y ensayadas por el grupo de Daño por Hidrógeno del CAC.

La ruta de fabricación del tubo de presión abarcó un proceso de extrusión a 760°C, seguido por una etapa de trabajado en frío al 5% y finalmente un tratamiento térmico a 400°C por 24 horas para aliviar tensiones.

La preparación previa de las muestras se realizó mediante el corte de secciones transversales (planos R-C) y longitudinales (planos R-A) de las probetas, inclusión en resina polimérica, pulido mecánico con papeles abrasivos y posterior ataque químico para revelar los hidruros y las fases presentes.

La observación y adquisición de imágenes se efectuaron con el microscopio óptico Olympus BX-60 M y con el microscopio electrónico de barrido FEI QUANTA 200 en el modo de alto vacío con electrones secundarios.

La medición y conteo de hidruros se realizó con el software Scandium.

Las muestras masivas seleccionadas para difracción se analizaron en un difractómetro de rayos X Philips PW 3710 con ánodo de cobre y un tamaño de paso de 0.026.

## RESULTADOS

### Microscopía óptica y electrónica

En la Fig.1 puede apreciarse una secuencia de micrográficas ópticas de muestras con contenido de hidrogeno de 0 y de 62 ppm. Los hidruros se observan en negro y en (b) y (d), planos R-A, se alinean respecto a la dirección axial del tubo, mientras que en (a) y (c), planos R-C, se acomodan al azar y su orientación no sigue una dirección definida. La micrografía electrónica (a) de la Fig.2 muestra con más detalle la morfología del hidruro macroscópico compuesto por plateletas de hidruros más pequeños que yacen sobre distintos planos de hábito. En (b) se observan las fases  $\alpha$  y  $\beta$  de Excel y algunos hidruros.

La distribución de tamaños de los hidruros de muestras con contenidos de 0, 29 y 62 ppm se presenta en la Fig.3. Los hidruros de planos R-A miden entre 2 y 82 micrones y aquellos de los planos R-C, presentan menor tamaño con longitudes entre 1 y 53 micrones. El rango predominante de tamaño en todos los casos es de 5 a 15 micrones.

### Difracción de Rayos X

La identificación de las fases presentes en las probetas de Excel se realizó seleccionando muestras con 0 y 62 ppm, correspondientes al menor y al mayor contenido de hidrógeno.

Los difractogramas se presentan en la Fig.4. Los picos experimentales coinciden con  $\alpha$ -Zr (HCP),  $\beta$ -Zr (BCC) e hidruro  $\delta$  (FCC) pero éste último solo se detectó en la muestra del plano R-A de 64 ppm de hidrógeno.

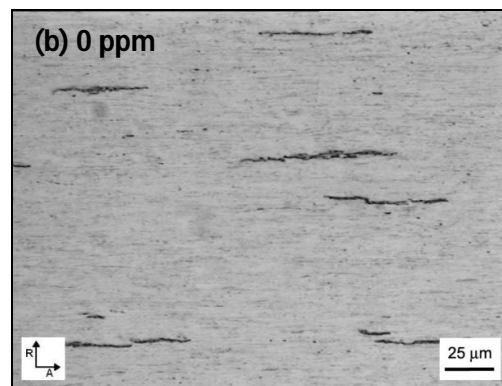
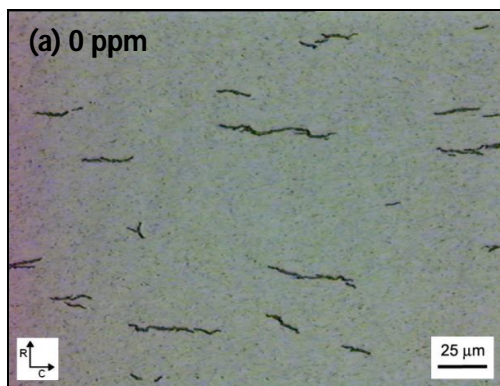
Las muestras analizadas exhiben una fuerte textura con predominio de planos basales (0002) en planos R-A y prismáticos (10 $\bar{1}$ 10) en planos R-C.

## CONCLUSIONES

Las muestras estudiadas presentan una microestructura fina de granos alargados  $\alpha$ -Zr rodeados de fase  $\beta$ -Zr, acorde con el tratamiento termomecánico que recibe el material durante su fabricación. Las etapas de extrusión y de trabajado en frío a las que se somete el tubo de presión, produce una orientación preferencial de los granos que se evidencia en los difractogramas con picos muy intensos de ciertas familias de planos.

La presencia de hidrógeno promueve la precipitación de hidruros del tipo  $\delta$  incluso en las muestras de 0 ppm, debido al contenido inicial de hidrógeno en el tubo "as received". Los hidruros observados presentan diferentes tamaños y orientaciones. Aquellos hidruros macroscópicos vistos fácilmente en el microscopio óptico son en realidad apilamientos de hidruros más pequeños conformando el hidruro principal.

Los difractogramas exhiben un corrimiento de los picos respecto a los picos teóricos debido probablemente a distorsiones de la red por cambios en la estructura o composición de las fases. Algunos picos experimentales no pudieron identificarse, por lo que se hace necesaria la aplicación de otras técnicas de caracterización, como microscopía de transmisión, para reconocer todas las fases y precipitados de esta aleación.



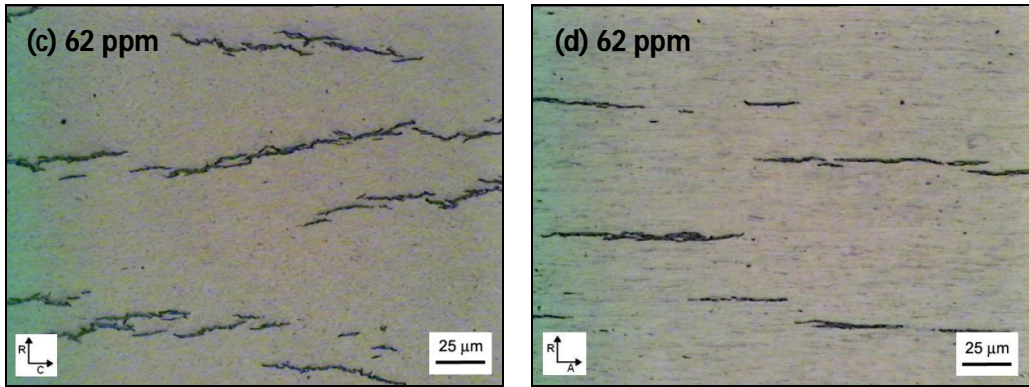
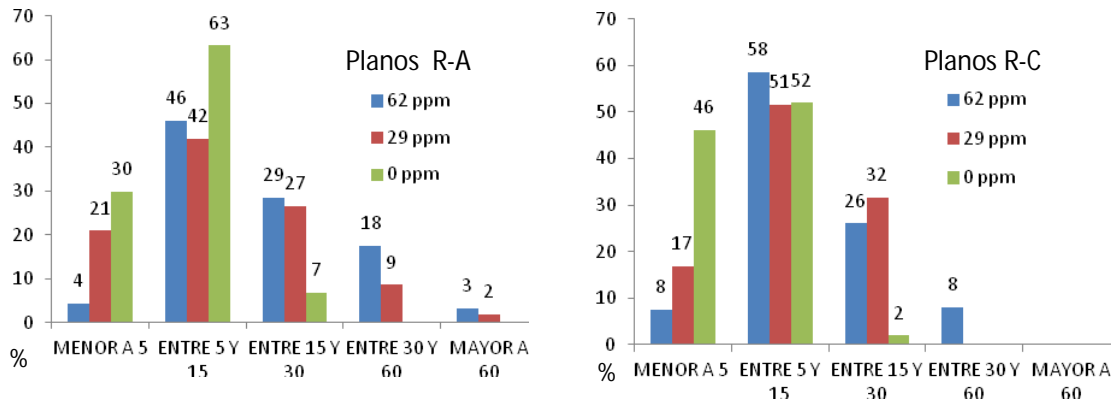


Fig. 1: Micrografías ópticas de muestras con 0 y 62 ppm de H. Los hidruros se observan como líneas más oscuras de distintos largos y orientaciones.

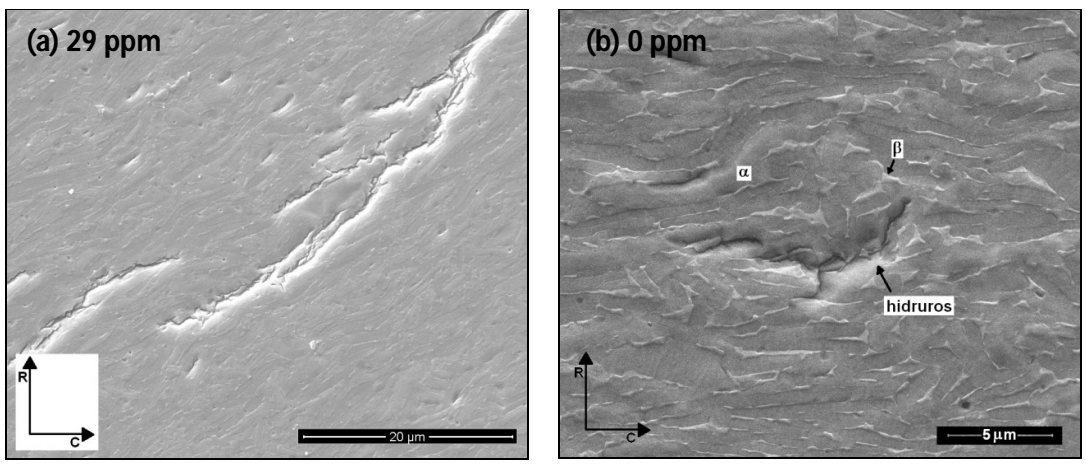


Fig. 2: Micrografías electrónicas de muestras de Excel. En (a) el hidruro principal está formado por placas de hidruros más pequeños. En (b) se distinguen claramente las fases constitutivas de la aleación Excel.

Fig. 3: Distribución de tamaños de los hidruros presentes en las muestras con 0, 29 y 62 ppm de H.

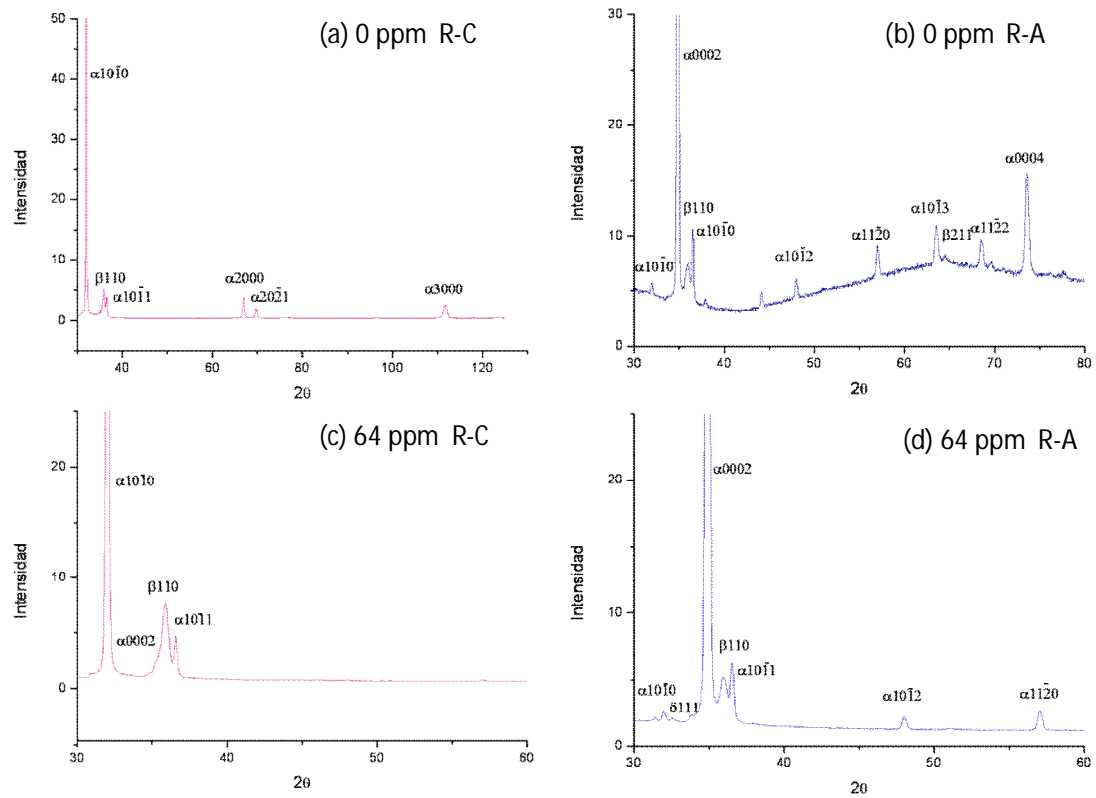
Fig. 4: Difractogramas de muestras con 0 y 64 ppm de H. En (a) y (c) se evidencia un predominio de planos prismáticos y en (b) y (d) se concentran los planos basales. Esto denota la presencia de textura u orientación preferencial de granos.

#### AGRADECIMIENTOS

A Gladys Domizzi, Lucio Ponzoni e Ignacio Mieza del Grupo Daño por Hidrógeno por el otorgamiento de las probetas de Excel y su continua colaboración.

#### REFERENCIAS

- [1] C. E. Ells, et al. The behaviour of hydrogen in Excel alloy, J. Alloy Compound 231 (1995).
- [2] B. A. Cheadle, R. A. Holt, Low in reactor creep Zr-base alloy tube, Canadian Patent



Atomic Energy of Canada (1984).