

## **INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA SOBRE LA CORROSIÓN ACELERADA EN ALEACIONES DE Zr-Nb**

S. Müller, L. Lanzani

Dpto. Corrosión, Gerencia Materiales, Comisión Nacional de Energía Atómica, Buenos Aires

### **Resumen**

En este trabajo se estudió la influencia de la microestructura sobre la corrosión acelerada en las aleaciones Zr-1%Nb y Zr-2,5%Nb (material de tubo de presión CANDU). A su vez se estudió el comportamiento del Zircaloy-4, de forma tal de tener un material de referencia que no tenga niobio como aleante. Los ensayos de corrosión se realizaron en LiOH 0,1M a 340°C, en LiOH 1M a la misma temperatura y en vapor de agua a 400°C. Los resultados mostraron que la respuesta a la corrosión de las aleaciones de Zr-Nb en vapor de agua a 400°C es similar a la del Zircaloy-4 en este medio. Sin embargo, las aleaciones de Zr-Nb son más sensibles que el Zircaloy-4 frente a la presencia de LiOH. Los resultados sugieren que la concentración de niobio de la matriz es el factor determinante de la velocidad de corrosión en las aleaciones de Zr-Nb, mientras que la presencia de segundas fases en estas aleaciones ( $\beta$ -Zr/ $\beta$ -Nb/Zr-Nb-Fe) estaría asociada a la formación de óxidos no protectores en soluciones de LiOH. En LiOH 1M, la respuesta a la corrosión de las aleaciones de Zr-Nb es similar a la del Zircaloy-4, exceptuando a la aleación Zr-1Nb martensítica que presentó un aumento drástico de la velocidad de corrosión en este medio.

### **INFLUENCE OF MICROSTRUCTURE ON THE ACCELERATED CORROSION IN Zr-Nb ALLOYS**

#### **Abstract**

The influence of microstructure on the accelerated corrosion of Zr-1%Nb and Zr-2.5%Nb (CANDU's pressure tube material) has been studied. The behavior of Zircaloy-4 was also studied in order to compare the Zr-Nb alloys with an alloy that does not have niobium as an alloying element. The corrosion tests were carried out in LiOH 0.1M at 340°C, in LiOH 1M at the same temperature and in steam at 400°C. The results showed that the behavior of Zr-Nb alloys in steam at 400°C is similar to that of Zircaloy-4 in this medium. However, Zr-Nb alloys are more sensitive than Zircaloy-4 to the presence of LiOH. The results suggest that the niobium concentration in the matrix is the parameter that defines the oxidation rate in Zr-Nb alloys, while the presence of second phases in these alloys ( $\beta$ -Zr/ $\beta$ -Nb/Zr-Nb-Fe) could be related with the growth of non-protective oxides in LiOH solutions. In LiOH 1M, the corrosion resistance of Zr-Nb alloys is similar to that of Zircaloy-4, except for the Zr-1Nb martensitic material which showed a sharp increase in the oxidation rate in this medium.

## 1. Introducción

Las aleaciones M5 (Zr-1Nb-O) y ZIRLO (Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe) se utilizan actualmente como material de vaina de elementos combustibles en reactores de potencia PWR de alto rendimiento [1,2]. En estos reactores se agrega hidróxido de litio (LiOH) al agua del circuito primario de forma tal de mantener un pH aproximadamente neutro y controlar así el transporte de productos de corrosión ferrosos a través del refrigerante.

Es sabido que la resistencia a la corrosión de las aleaciones base circonio es severamente afectada frente a la presencia de LiOH en concentraciones mayores que 0,1M, en donde se produce el fenómeno de corrosión acelerada [3,4,5]. El Zircaloy-4 presenta un “uptake” de hidrógeno (grado de absorción de H) mayor a 70% al ser expuesto en LiOH 1M [4,6], mientras que la aleación Zr-2,5%Nb presenta una elevada velocidad de oxidación y una capa de óxido porosa y no adherente luego de un día en LiOH 1M [5].

La concentración de LiOH en el refrigerante primario de los reactores PWR de alto rendimiento es del orden de  $10^{-4}$  M, valor mucho menor a los que generan corrosión acelerada en estas aleaciones. Sin embargo, las condiciones de operación más severas de estos reactores (mayor quemado de combustible y mayores flujos calóricos que en los reactores PWR convencionales) pueden conducir a que la concentración de litio dentro de capas de óxido grueso y poroso formadas sobre las aleaciones de circonio alcance los niveles en los cuales la corrosión acelerada es posible [3].

Por otro lado, la corrosión a alta temperatura de las aleaciones de Zr-Nb, como es el caso de las aleaciones M5, ZIRLO y Zr-2,5%Nb (tubos de presión CANDU), depende significativamente de la microestructura del material. Esta dependencia ha sido extensamente estudiada en agua [7,8] y en soluciones diluidas de LiOH [9,10]. Sin embargo, no se encuentra información bibliográfica respecto de la influencia de la microestructura sobre la corrosión de aleaciones de Zr-Nb en soluciones concentradas de LiOH.

En este trabajo se estudió la influencia de la microestructura sobre la corrosión de las aleaciones Zr-1%Nb y Zr-2,5%Nb en soluciones de LiOH 0,1M y 1M a 340°C. A su vez se ensayaron estas aleaciones en vapor de agua a 400°C, de forma tal de comparar los resultados de los ensayos de corrosión acelerada con los obtenidos en condiciones de oxidación menos agresivas. La aleación Zircaloy-4 también fue ensayada, a fines de tener un material de referencia que no tenga niobio como aleante.

## 2. Desarrollo experimental

En la Tabla 1 se indican las distintas condiciones metalúrgicas de las aleaciones Zr-1%Nb y Zr-2,5%Nb (material de tubo de presión CANDU) que se estudiaron en este trabajo. La aleación Zr-1Nb contenía hierro como impureza. De aquí en adelante se utilizará la denominación indicada en la Tabla 1 para las distintas aleaciones estudiadas.

Se prepararon probetas de sección circular de 1cm de diámetro y 1mm de espesor a partir de cada una de las condiciones metalúrgicas de Zr-1Nb. En el caso de Zr-2,5Nb, se prepararon probetas de (1.5cm x 0.8cm x 0.1cm) a partir de las dos condiciones metalúrgicas de esta aleación, de forma tal que la cara de (1.5cm x 0.8cm) coincidiera con la cara circunferencial-axial del tubo de presión. A su vez, se prepararon probetas a partir de tubo TREX de Zircaloy-4 de tamaño similar a las anteriores. La microestructura del TREX consistía de granos equiaxiados de  $\alpha$ -Zr y precipitados de  $Zr(Fe/Cr)_2$  (diámetro < 0,5  $\mu$ m) homogéneamente distribuidos.

Previo a los ensayos de corrosión se pulieron todos los especímenes con papel abrasivo (SiC) hasta malla 1200 y se decaparon mediante pulido químico con solución fluonítrica. Luego, los especímenes se lavaron en agua a 80°C y se dejaron en desecador durante al menos un día. Finalmente, se pesaron en una balanza analítica (precisión de 0.01 mg) y se registraron sus medidas mediante un calibre (precisión de 0.005 mm) para el cálculo del área.

Los ensayos de corrosión se realizaron en autoclaves estáticas en las siguientes condiciones: solución de LiOH 0,1M a  $340 \pm 5$  °C y  $135 \pm 5$  bar; solución de LiOH 1M a  $340 \pm 5$  °C y  $125 \pm 5$  bar; vapor de agua a  $400 \pm 10$  °C y  $103 \pm 10$  bar. Se realizaron ensayos sucesivos en cada uno de los medios corrosivos, de forma tal de determinar las cinéticas de corrosión de los materiales estudiados (dadas por la evolución temporal de la ganancia en peso por unidad de área). Luego de cada ensayo se pesaron los especímenes y se analizó el aspecto visual del óxido formado sobre cada material.

### 3. Resultados

En la Figura 1 se muestran las cinéticas de corrosión obtenidas en los tres medios corrosivos estudiados. En vapor de agua a 400°C (Figura 1a) se obtuvieron cinéticas de pre-transición [3] para todos los materiales excepto para la martensita. Esta última presentó ganancias en peso significativamente mayores a las de las demás aleaciones. Todos los materiales desarrollaron una capa de óxido de color negro y adherente en este medio.

Las aleaciones de Zr-Nb presentaron cinéticas prácticamente lineales luego de ~ 14 días en LiOH 0,1M a 340°C (Figura 1b) y luego de ~ 1,5 días en LiOH 1M a la misma temperatura (Figura 1c). Cinéticas de este tipo son características del régimen de post-transición. Sin embargo, se observa una cinética aproximadamente parabólica en estas aleaciones hacia el comienzo de la oxidación en LiOH 0,1M, con un ligero cambio en la cinética después de ~ 2 días en este medio (Figura 1b). El Zircaloy-4 no sufrió corrosión acelerada en LiOH 0,1M, mientras que en LiOH 1M se obtuvo una cinética lineal desde el comienzo de la oxidación para este material.

La velocidad de corrosión de las aleaciones de Zr-Nb en LiOH 0,1M (región lineal) varió entre  $\sim 1 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$  para Zr-2,5Nb y  $\sim 2 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$  para Zr-1Nb  $\alpha'$ . El Zircaloy-4 presentó una velocidad de corrosión de  $\sim 4 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$  en LiOH 1M, mientras que las aleaciones de Zr-Nb presentaron una velocidad de  $\sim 6 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$  en este medio excepto la aleación martensítica, la cual presentó una velocidad de  $\sim 24 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ . La evolución del aspecto visual del óxido formado sobre todos los materiales en LiOH 0,1M y 1M se describe en la Tabla 2. La aleación Zr-1Nb ( $\alpha+\beta$ ) envejecida sufrió “spalling” del óxido luego de ~ 14 días en LiOH 0,1M, mientras que la martensita sufrió el mismo fenómeno luego de ~ 1,5 días en LiOH 1M.

### 4. Discusión

#### 4.1 Aspectos generales

La corrosión a alta temperatura de las aleaciones de circonio se describe generalmente mediante dos períodos denominados pre-transición y post-transición. En la pre-transición se forma un óxido protector de color negro (a veces iridiscente) y adherente, mientras que la velocidad de corrosión, descrita por la evolución temporal de la ganancia en peso del material, disminuye con el paso del tiempo [3]. En este

período, una fracción importante del óxido está constituida por cristales columnares, los cuales crecen perpendicularmente a la interfaz metal-óxido y se correlacionan con la protectividad del óxido [3,7,11].

Luego de un cierto tiempo (que depende de la aleación y del medio corrosivo) se produce el “breakdown” del óxido, fenómeno que da lugar al comienzo de la post-transición. En este período el óxido pierde gradualmente características protectoras, tiende a adoptar un color gris o blanco y a perder adherencia con el metal, pudiendo incluso llegar a sufrir “spalling” (descascamiento del óxido). A su vez, se produce un aumento de la porosidad y/o de la cantidad de fisuras dentro del óxido. La cinética de corrosión cambia abruptamente hacia un régimen lineal en el Zircaloy-4, con un aumento significativo de la velocidad de corrosión en esta aleación. En las aleaciones de Zr-Nb el cambio hacia una cinética lineal también ocurre, aunque es menos notorio [3].

Generalmente, las aleaciones de circonio tardan un tiempo considerablemente grande en llegar a la post-transición cuando son oxidadas en agua o en vapor de agua a alta temperatura. Sin embargo, este período aparece mucho antes en soluciones de hidróxido de litio de concentración mayor a 0,1M, fenómeno denominado “corrosión acelerada” [3,4,5]. La post-transición puede llegar a ocurrir desde el comienzo de la oxidación en los peores casos. Cox postula que los efectos perjudiciales del LiOH se deben a que el litio genera un mecanismo de disolución del óxido, lo que conduce a un aumento de la porosidad y, consecuentemente, de la velocidad de corrosión [3].

#### 4.2 Vapor de agua a 400°C

Las cinéticas de corrosión en vapor de agua a 400°C (Figura 1a) indican que los materiales estudiados se encuentran en la pre-transición bajo estas condiciones, excepto quizás la aleación martensítica. El aspecto visual de los óxidos formados sobre todos los materiales corresponde al de un óxido protector. Exceptuando a la martensita, no se observan diferencias significativas en la repuesta a la corrosión entre las aleaciones de Zr-Nb y el Zircaloy-4 en este régimen, lo que muestra que la presencia de  $\beta$ -Zr o de precipitados de  $\beta$ -Nb/Zr-Nb-Fe (Tabla 1) no afecta en forma significativa la respuesta a la corrosión en estas condiciones.

Diversos autores sostienen que la mayor velocidad de corrosión de las aleaciones de Zr-Nb martensíticas se debe a la sobresaturación de niobio de la matriz [8,9,12]. Sin embargo, se debe tener en cuenta que los materiales martensíticos tienen también una cantidad importante de microtensiones y microdeformaciones dentro de la red, factores que podrían afectar el crecimiento del óxido sobre el material.

#### 4.3 LiOH 0,1M

Las cinéticas obtenidas en LiOH 0,1M a 340°C indican que las aleaciones de Zr-Nb son más sensibles que el Zircaloy-4 frente a la presencia de LiOH. Dado que el Zircaloy-4 no presentó ganancias en peso mayores a  $30 \text{ mg-dm}^{-2}$ , y que presentó un óxido negro iridiscente durante toda la cinética, es posible afirmar que se encuentra en la pre-transición incluso luego de  $\sim 14$  días en este medio.

El análisis de los resultados de las aleaciones de Zr-Nb en LiOH 0,1M resulta más complejo. El ligero cambio que se observa en la cinética de estas aleaciones luego de  $\sim 2$  días sugiere que estas se encuentran inicialmente en la pre-transición, y que sufren el “breakdown” luego de  $\sim 2$  días en este medio. Cox menciona que las aleaciones de Zr-Nb suelen presentar cinéticas “paralineales”, es decir parabólicas inicialmente y

lineales luego del “breakdown” aunque sin el cambio abrupto de régimen característico de la cinética de los Zircalloys [3].

Al igual que en vapor de agua a 400°C, la aleación Zr-1Nb  $\alpha'$  presentó las mayores ganancias en peso, con una velocidad de corrosión de  $\sim 2 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$  en este caso. Sin embargo, este material desarrolló un óxido negro, a diferencia de las demás aleaciones de Zr-Nb las cuales presentaron óxidos grises, blancos o inhomogéneos como en el caso de Zr-2,5Nb (Tabla 2). Es sabido que la fase  $\beta$ -Zr presenta una mayor velocidad de corrosión que la fase  $\alpha$ -Zr [7,10] y que los filamentos de  $\beta$ -Zr presentes en Zr-2,5Nb son los responsables de la formación de bandas de óxido grises y blancas en esta aleación (Tabla 2) [10,13]. El crecimiento de óxidos grises o blancos se correlaciona con la porosidad y/o con las fisuras características de la corrosión acelerada.

Estas observaciones sugieren que la formación de óxidos no protectores en soluciones concentradas de LiOH depende fuertemente de la presencia de segundas fases en la aleación. La aleación martensítica, a pesar de haber presentado una velocidad de corrosión mayor a la de los demás materiales, desarrolló una capa de óxido negro debido a la ausencia de segundas fases en su estructura. En las demás aleaciones de Zr-Nb estudiadas, la presencia de  $\beta$ -Zr o de precipitados de  $\beta$ -Nb/Zr-Nb-Fe (Tabla 1) habría acelerado la formación de un óxido no protector. El efecto perjudicial de las segundas fases podría estar relacionado con las tensiones presentes en el óxido y/o con un mecanismo de disolución preferencial del óxido generado por el litio [3]. Por otro lado, los resultados sugieren que la presencia de niobio como aleante en aleaciones de circonio genera altas velocidades de corrosión en soluciones de LiOH, en comparación con aleaciones que no tienen niobio (como el Zircaloy-4).

#### 4.4 LiOH 1M

Como se ha mencionado, la comparación entre los resultados obtenidos en vapor de agua a 400°C y los obtenidos en LiOH 0,1M a 340°C permite inferir que las aleaciones de Zr-Nb son más sensibles que el Zircaloy-4 frente a la presencia de LiOH. Sin embargo, las cinéticas obtenidas en LiOH 1M indican que a partir de una determinada concentración de LiOH la respuesta a la corrosión de las aleaciones de Zr-Nb se equipara a la del Zircaloy-4 (exceptuando al material martensítico). La respuesta lineal de la ganancia en peso en función del tiempo indica que todos los materiales sufrieron corrosión acelerada desde el comienzo de la oxidación en LiOH 1M, es decir que todos los materiales se encuentran en la post-transición desde el comienzo de la oxidación.

La velocidad de corrosión de la martensita aumentó en un factor de  $\sim 12$  entre LiOH 0,1M y 1M, mientras que la de las demás aleaciones de Zr-Nb aumentó en un factor de  $\sim 6$ . Por otro lado, la martensita desarrolló un óxido blanco desde el comienzo de la oxidación en LiOH 1M y sufrió “spalling” luego de  $\sim 1,5$  días en este medio. Esto puede resultar contradictorio con el hecho que este material haya presentado un óxido negro durante toda la cinética en LiOH 0,1M. Es posible que con velocidades de corrosión tan altas como la que sufrió la martensita en LiOH 1M ( $\sim 24 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ ) se potencie el efecto de las tensiones del óxido, resultando en un incremento de la porosidad y/o de la formación de fisuras dentro del mismo. El aumento drástico de la velocidad de corrosión sufrido por la martensita en este medio confirma que la concentración de niobio de la matriz es el factor determinante de la velocidad de corrosión en las aleaciones de Zr-Nb, y que este efecto se potencia frente a la presencia de hidróxido de litio.

Para una mayor comprensión de los factores que llevan a la formación de óxidos no protectores en las aleaciones de Zr-Nb sería necesario analizar estos óxidos mediante

técnicas que permitan estudiar en qué zonas comienzan a formarse los poros y/o las fisuras dentro del óxido; si hay una relación entre estas zonas y las segundas fases presentes en el material; y finalmente, cuales son los mecanismos asociados a la corrosión acelerada que sufren estas aleaciones en soluciones concentradas de LiOH.

## 5. Conclusiones

En vapor de agua a 400°C, la respuesta a la corrosión de las aleaciones de Zr-Nb es similar a la del Zircaloy-4 excepto la de la aleación Zr-1Nb martensítica. Esta última presentó ganancias en peso significativamente mayores a las de las demás aleaciones en este medio.

Las aleaciones de Zr-Nb son más sensibles que el Zircaloy-4 frente a la presencia de LiOH. Las cinéticas de corrosión obtenidas sugieren que las aleaciones de Zr-Nb sufren el “breakdown” del óxido luego de ~ 2 días en LiOH 0,1M a 340°C, mientras que el Zircaloy-4 no sufre corrosión acelerada incluso luego de ~ 14 días en este medio. La presencia de niobio como aleante en aleaciones de circonio genera mayores velocidades de corrosión en soluciones concentradas de LiOH, mientras que la presencia de segundas fases en estas aleaciones parece estar relacionada con la formación de óxidos no protectores.

Los resultados obtenidos en LiOH 1M a 340°C indican que, a partir de una determinada concentración de LiOH, el comportamiento de las aleaciones de Zr-Nb se equipara al del Zircaloy-4. En este medio, la velocidad de corrosión de la martensita aumentó drásticamente hacia un valor de ~ 24 mg·dm<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup>, lo que confirma que la concentración de niobio de la matriz es el factor determinante de la velocidad de corrosión en las aleaciones de Zr-Nb.

## Referencias

- [1] G.P.Sabol, G.R.Kilp, M.G. Balfour, E.Roberts, ASTM STP 1023 (1989) 227.
- [2] J.P.Mardon, G.Garner, P.Beslu, D.Charquet, J.Senevat, Proceedings of the 1997 International Topical Meeting on LWR Fuel Performance, Portland, Oregon, 1997 p. 405.
- [3] B.Cox; Journal of Nuclear Materials 336 (2005) p. 331-368.
- [4] G.Domizzi, L.Lanzani, P.Coronel, P.Bruzzoni; Journal of Nuclear Materials 246 (1997) p. 247-251.
- [5] A.V.Manolescu, P.Mayer, C.J.Simpson; Corrosion-NACE 38 N°1 (1982) p.23-31.
- [6] S.Kass, W.W.Kirk; Transactions of the ASM 55 (1962) p. 77-100.
- [7] Y.H.Jeong, H.G.Kim, T.H.Kim; Journal of Nuclear Materials 317 (2003) p. 1-12.
- [8] H.G.Kim, Y.H.Jeong, T.H.Kim; Journal of Nuclear Materials 326 (2004) p.125-131.
- [9] K.N.Choo, Y.H.Kang, S.I.Pyun, V.F.Urbanc; Journal of Nuclear Materials 209 (1994) p. 226-235.
- [10] V.F.Urbanc, P.K.Chan, D.Khatamian, O.T.Woo; Zirconium in the Nuclear Industry: Tenth International Symposium, ASTM STP 1245 (1994) p. 116-132.
- [11] Y.H.Jeong, H.G.Kim, D.J.Kim, B.K.Choi, J.H.Kim; Journal of Nuclear Materials 323 (2003) p. 72-80.
- [12] V.F.Urbanc, R.W.Gilbert; IAEA Technical Committee Meeting on Fundamental Aspects of Corrosion of Zirconium-Base Alloys in Water Reactor Environments (IAEA Vienna 1990), paper 25.
- [13] Y.Ding, D.O.Northwood; Journal of Nuclear Materials 202 (1993) p. 180-192.

**Figuras y Tablas****Tabla 1**

Descripción de las distintas condiciones metalúrgicas de las aleaciones Zr-1%Nb y Zr-2,5%Nb estudiadas. La aleación Zr-1%Nb contenía hierro como impureza.

	<b>Tratamiento térmico</b>	<b>Microestructura</b>	<b>Denominación</b>
<b>Zr-1%Nb</b>	—	Matriz $\alpha$ -Zr y bloques de $\beta$ -Zr en los bordes de grano $\alpha$	Zr-1Nb ( $\alpha+\beta$ )
	Envejecimiento a 560°C durante 120 días	Matriz $\alpha$ -Zr y precipitados ( $\sim 0,3 \mu\text{m}$ ) de $\beta$ -Nb y de Zr-Nb-Fe	Zr-1Nb ( $\alpha+\beta$ ) envejecido
	30 min. a 1000°C seguido de temple en agua	Estructura martensítica	Zr-1Nb $\alpha'$ o martensita
	30 min. a 1000°C seguido de temple en agua Envejecimiento a 560°C durante 120 días	Matriz $\alpha$ -Zr y una distribución más homogénea de precipitados ( $\sim 0,3 \mu\text{m}$ ) de $\beta$ -Nb y de Zr-Nb-Fe	Zr-1Nb $\alpha'$ envejecido o martensita envejecida
<b>Zr-2,5%Nb (tubo de presión)</b>	—	Estructura bifásica ( $\alpha$ -Zr+ $\beta$ -Zr) característica de los tubos de presión	Zr-2,5Nb
	Envejecimiento a 560°C durante 120 días	Matriz $\alpha$ -Zr y precipitados de $\beta$ -Nb ( $\sim 0,3 \mu\text{m}$ ) alineados a lo largo de la dirección axial del tubo de presión	Zr-2,5Nb envejecido

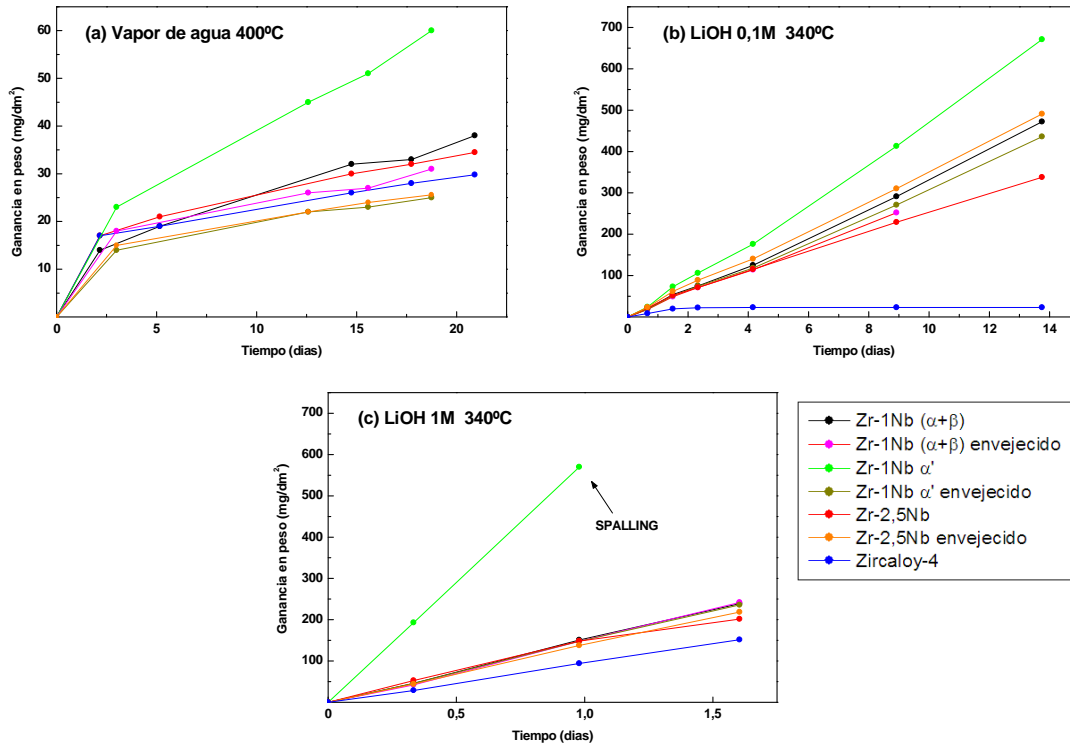


Figura 1. Cinéticas de corrosión de las aleaciones estudiadas.

Tabla 2

Evolución del aspecto visual del óxido formado sobre las aleaciones estudiadas en LiOH 0,1M y 1M a 340°C.

Aleación	LiOH 0,1M (hasta ~ 14 días)	LiOH 1M (hasta ~ 1,5 días)
Zr-1Nb ( $\alpha+\beta$ )	Aparición de tonalidad blanca luego de 2 días. Óxido gris luego de 4 días	Aparición de tonalidad blanca luego de 1,5 días
Zr-1Nb ( $\alpha+\beta$ ) envejecido	Aparición de tonalidad blanca luego de 2 días. Óxido blanco luego de 4 días. "Spalling" luego de 14 días	Óxido negro
Zr-1Nb $\alpha'$	Óxido negro	Óxido blanco desde el comienzo de la oxidación. "Spalling" luego de 1,5 días
Zr-1Nb $\alpha'$ envejecido	Aparición de tonalidad blanca luego de 2 días. Desarrollo de óxido gris claro	Óxido negro
Zr-2,5Nb	Desarrollo de bandas blancas y grises desde el comienzo de la oxidación. Óxido pulvurulento luego de 8 días	Desarrollo de bandas blancas y grises desde el comienzo de la oxidación
Zr-2,5Nb envejecido	Óxido gris	Óxido negro
Zircaloy-4	Oxido negro iridiscente	Óxido negro