

# Estudio por Microscopía Electrónica de Transmisión de Zircaloy-4 deformado cíclicamente entre 573 y 873K

M. G. Moscato, I. Alvarez – Armas, A. F. Armas

Instituto de Física Rosario (IFIR) -CONICET - Universidad Nacional de Rosario  
Bv. 27 de Febrero 210 Bis – (2000) Rosario - Argentina  
e-mail: moscato@ifir.ifer.edu.ar

El objetivo del presente trabajo es analizar las estructuras de dislocaciones que se producen durante la fatiga del Zircaloy-4 con el fin de dar un fundamento microscópico a los mecanismos de fatiga. El análisis se hace principalmente dentro del rango de "temperaturas intermedias", donde se ha informado que este material presenta un comportamiento mecánico anómalo. Se realizaron ensayos de fatiga con amplitud y velocidad de deformación constante a diversas temperaturas entre 573 y 873K. El estudio de la microestructura se hizo mediante microscopía electrónica de transmisión. Según la etapa de endurecimiento del material se observan distintos tipos de estructuras, éstas son: un arreglo de atados de dislocaciones, y una estructura de paredes de dislocaciones que coexisten con los atados. Se observan además "debris" de dislocaciones próximos a dichas paredes. Dos mecanismos serían responsables de la formación de las estructuras encontradas.

The purpose of the present study is to analyze the dislocations configurations produced in Zircaloy-4 during fatigue in order to give microscopic support to the fatigue deformation mechanisms. This work is primarily concerned within the "intermediate temperature" range, where abnormal mechanical behavior of Zircaloy-4 have been reported. Strain controlled cyclic tests with constant strain range and constant strain rate were carried out. The tests were performed in air and in the temperature range from 573 to 873K. The microstructure was studied using transmission electron microscopy techniques. According to the hardening stage of the material, different microstructure configurations can be distinguish, these are: an array of dislocations bundles, and a set of dislocations walls that coexists with the bundles. Dislocations debris were also observed next to the walls. It can be speculated that two mechanisms could account for the formation of the dislocation structure.

## Introducción:

El estudio de la subestructura desarrollada durante la deformación cíclica es uno de los principales temas de investigación en fatiga. Es útil dar fundamento microscópico a los mecanismos de deformación cíclica y establecer la relación entre el comportamiento mecánico y las estructuras de dislocaciones. Sin embargo, la mayor parte de estas investigaciones ha sido realizada en metales con estructuras fcc y bcc y en sus aleaciones. La información disponible sobre la estructura de dislocaciones en metales con estructura hcp fatigados, tales como el zirconio y sus aleaciones, es escasa. Estos materiales son importantes para la industria nuclear ya que son usados para las vainas de elementos combustibles de los reactores térmicos. El objetivo de este trabajo es analizar las estructuras de dislocaciones producidas durante el ciclado del Zircaloy-4 dentro del rango de temperaturas que va desde 573 hasta 873K. En particular, se analizaron los arreglos de dislocaciones que aparecen dentro del rango de temperaturas intermedias, en donde se ha informado que este material presenta un comportamiento mecánico anómalo tanto en fatiga como en tracción<sup>(1,2)</sup>.

## Procedimiento Experimental

Probetas de fatiga de bajo número de ciclos fueron maquinadas a partir de barras de Zircaloy-4 con la siguiente composición química (en wt.%): Sn-1.37, Fe-0.14, Cr-0.10, C-0.01, O-0.14, N-0.004, H-20 ppm, Zr-balance. El tamaño de grano promedio fue de 20  $\mu\text{m}$ .

Se realizaron ensayos cíclicos controlados por deformación total usando una forma de onda triangular en una máquina Instron modelo 1362. El rango de deformación total usado fue  $\Delta\epsilon_t = 0.01$  y la velocidad de deformación total  $\dot{\epsilon}_t = 2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Los ensayos, comenzados siempre en tracción, se realizaron en aire en un rango de temperaturas que va desde 573 hasta 873K.

Con el fin de relacionar el comportamiento mecánico con la estructura de dislocaciones de los especímenes fatigados, se prepararon láminas delgadas a partir de secciones cortadas perpendiculares y, en algunos casos, paralelas al eje de tracción. Los discos obtenidos fueron electropulidos con una unidad Tenupol. Como electrolito se usó una solución de 10% de ácido perclórico, 35% de n-butanol y 55% de metanol. La subestructura de dislocaciones fue estudiada con un microscopio electrónico de transmisión Philips EM 300 operado a 100 KV.

## Resultados y Discusión

La Figura 1 muestra el comportamiento cíclico del Zircaloy-4 a distintas temperaturas. A 573K se produce una etapa de endurecimiento rápido seguido por un pequeño ablandamiento que alcanza un estado de saturación donde la tensión de fluencia permanece constante hasta la falla del material. A 873K no hay ni endurecimiento ni ablandamiento desde el primer ciclo hasta la fractura. Este carácter de saturación ha sido explicado por procesos de trepado y deslizamiento

cruzado de dislocaciones que se activan a altas temperaturas y que relajan tensiones<sup>(3)</sup>.

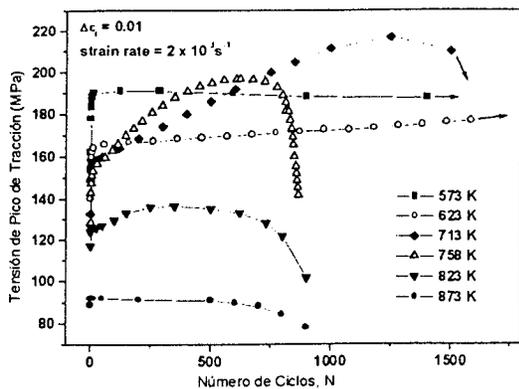


Figura 1: Comportamiento cíclico del Zircaloy-4 a distintas temperaturas

A partir de la figura, se infiere también que, dentro del rango de temperaturas intermedias, el comportamiento cíclico de este material puede dividirse en tres etapas. La primera etapa, que representa una velocidad de endurecimiento alta pero decreciente, podría atribuirse al endurecimiento típico esperado para materiales recocidos<sup>(4)</sup>. Sin embargo, en la segunda etapa, en lugar de alcanzar un estado de saturación, el material presenta un pronunciado endurecimiento cíclico con una notable dependencia lineal del número de ciclos. Finalmente, en la tercer etapa, la velocidad de endurecimiento disminuye y la tensión cae como consecuencia de la falla del espécimen.

En la Figura 2 se muestra la microestructura desarrollada en una probeta fatigada a 713K hasta 50 ciclos, la cual corresponde al final de la primer etapa de endurecimiento y al comienzo de la etapa de endurecimiento cíclico lineal. La estructura consiste en atados de dislocaciones de borde casi perpendiculares a una dirección de deslizamiento primaria,  $\langle a \rangle$ , y canales con una menor densidad de dislocaciones de hélice rectas alineadas con dos sistemas de deslizamiento primarios.

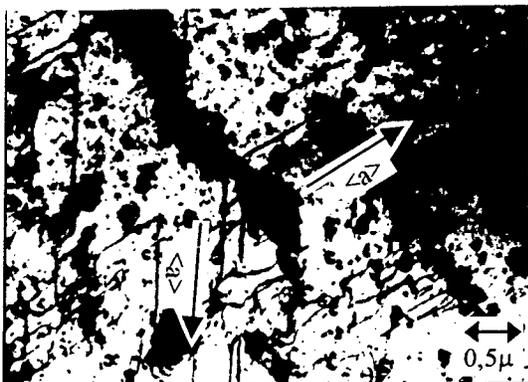


Figura 2: Estructura de dislocaciones de una probeta fatigada a 713K hasta 50 ciclos

En la estructura de dislocaciones producida durante la etapa de endurecimiento cíclico lineal aparecen, además de los atados de dislocaciones de borde, un nuevo

conjunto de paredes de dislocaciones, llamadas "paredes longitudinales", orientadas paralelas a la dirección de deslizamiento primario tal como muestra la Figura 3, correspondiente a una probeta fatigada a 713K y hasta los 500 ciclos. Esta estructura es similar a la llamada "estructura de laberinto" observada en materiales fcc deformados cíclicamente.

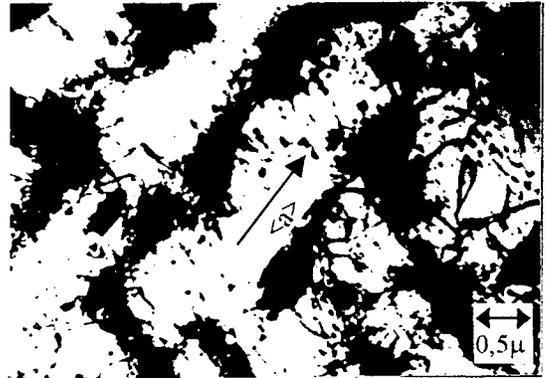


Figura 3: Estructura de dislocaciones de una probeta fatigada a 713K hasta 500 ciclos.

Finalmente, la Figura 4 muestra que para una probeta fatigada hasta la fractura la microestructura es, similar a la de la etapa de endurecimiento cíclico lineal pero con los atados y paredes más densas.



Figura 4: Estructura de dislocaciones de una probeta fatigada a 713K hasta fractura.

Una observación detallada de la Figura 3 permite distinguir, próximas a las paredes longitudinales, dislocaciones de hélice con jogs y gran cantidad de loops (lazos) de dislocaciones elongados con su eje mayor perpendicular a la dirección de deslizamiento primaria. El tamaño de los mismos varía entre 30 y 300nm. La presencia de loops de dislocaciones se verifica también en las Figuras 2, y 4.

En una magnificación de las paredes longitudinales, Figura 5, puede verse que efectivamente éstas están, en parte, constituidas por "debris" (trozos) de dislocaciones. Por lo tanto, puede pensarse que serían dos los mecanismos responsables de la formación de las estructuras de dislocaciones y, en consecuencia, del endurecimiento cíclico lineal del material fatigado.



Figura 5: Detalle de paredes longitudinales.

Uno de ellos, sería el incremento de la acumulación de dislocaciones debido a interacciones más fuertes entre átomos de soluto y dislocaciones, efecto conocido como envejecimiento por deformación dinámico<sup>(5)</sup>. El otro sería un mecanismo de endurecimiento por "debris"<sup>(6,7)</sup> que involucra el deslizamiento cruzado múltiple de dislocaciones de hélice y la formación de loops de dislocaciones los cuales se convertirían en obstáculos para las dislocaciones móviles. Presumiblemente estén operando ambos mecanismos simultáneamente, pero es necesario continuar con el estudio de las estructuras para poder determinar cuál de los dos, si es que alguno lo es, es el mecanismo dominante.

#### Referencias

- 1 - W. R. Thorpe and I. O. Smith, *Journal of Nuclear Materials*, **78**, 49-57 (1978)
- 2 - D. Lee and P. T. Hill, *Journal of Nuclear Materials*, **60**, 227-230 (1976)
- 3 - I. Alvarez-Armas, A. F. Armas and R. Versaci, *Journal of Materials Science*, **25**, 2454-2458 (1990)
- 4 - M. Klesnil and P. Lukás, in "Fatigue of Metallic Materials. Materials Science Monograph", Elsevier, Amsterdam (1980)
- 5 - A. F. Armas, I. Alvarez-Armas, G. Moscato, *Scripta Materiala*, **34**, 281-285 (1996)
- 6 - J. J. Gilman, *Journal of Applied Physics*, **33**, 2703-2709 (1962)
- 7 - C. E. Feltner, *Phil. Magazine*, **12** 1229-1248 (1965)