

Ablandamiento cíclico del Zircaloy-4: subestructuras de dislocaciones y tensiones internas

S. Hereñú, I. Alvarez-Armas y A.F. Armas

INSTITUTO DE FÍSICA ROSARIO - CONICET
UNIVERSIDAD NACIONAL DE ROSARIO
BV. 27 DE FEBRERO 210 BIS, 2000 ROSARIO, ARGENTINA
e-mail: armas@ifir.ifi.rosario.edu.ar

El objetivo del presente trabajo consiste en caracterizar las estructuras de dislocaciones observadas en probetas de Zircaloy-4 fatigadas a temperatura ambiente. Se pretende correlacionar dichas subestructuras con el comportamiento observado de las tensiones de fricción y retroceso definidas en ensayos cíclicos. Se realizaron ensayos cíclicos bajo control de deformación total con un rango de deformación de 0.01 y velocidad de deformación de $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. A diferencia de lo observado comúnmente en la literatura donde, en probetas recocidas, el comportamiento en la fatiga está caracterizado por un endurecimiento cíclico atribuido a la formación de una estructura de celdas de dislocaciones, este material presenta un fuerte ablandamiento cíclico. El porcentaje de ablandamiento observado a temperatura ambiente y bajo estas condiciones mecánicas es superior al veinte por ciento. La etapa de ablandamiento cíclico se corresponde con un decrecimiento en la tensión de fricción. Esto podría ser atribuido a un aumento de la movilidad de las dislocaciones debido a una progresiva eliminación de los obstáculos de corto alcance con el ciclado.

The purpose of the present study is to characterize the dislocation structure observed in fatigued specimens of Zircaloy-4 at room temperature. The correlation between these substructures and the behavior observed in the Friction and Back Stress defined in cyclic tests is intended. Total strain controlled cyclic tests with a constant strain range of 0.01 and strain rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ are carried out. The usual fatigue behavior of annealed specimens observed in literature is characterized by cyclic hardening related to the formation of cells dislocation structure. However this material shows an evident cyclic softening. A 20% of cyclic softening at room temperature and with the mechanic conditions established above is observed. The softening stage could be associated with a decrease of the Friction Stress. This could be attributed to an increase of the dislocation movility due to a progressive elimination of near obstacles.

Introducción

El Zircaloy-4 es una aleación de zirconio, estaño, hierro y cromo que es utilizada para construir las vainas de los elementos combustibles de los reactores nucleares. Dada su importancia tecnológica es necesario entender los mecanismos fundamentales que ocurren durante la vida en fatiga de dicho material.

En el presente trabajo se caracterizan las estructuras de dislocaciones observadas en probetas de Zircaloy-4 fatigadas a temperatura ambiente. El objetivo es correlacionar dichas subestructuras con el comportamiento observado de la tensión de fricción σ_F y de retroceso σ_B definidas en ensayos cíclicos⁽¹⁾.

A diferencia de lo observado en la literatura donde, en probetas recocidas, el comportamiento en fatiga consiste de un endurecimiento cíclico (atribuido a la formación de estructuras densas de dislocaciones), este material presenta ablandamiento cíclico⁽²⁾.

En la literatura se ha propuesto, como explicación de este ablandamiento, un modelo basado en la rotación de la textura, inducida por ciclado, hacia una dirección más favorable para el deslizamiento prismático⁽³⁾. Sin embargo en el presente trabajo se propone que la etapa de ablandamiento se corresponde con un decrecimiento en la tensión de fricción debido a la progresiva eliminación, provocada por el ciclado, de obstáculos de corto alcance lo cual facilitaría el movimiento de las dislocaciones.

Procedimiento Experimental

Probetas fatigadas de bajo número de ciclos fueron maquinadas a partir de barras de Zircaloy-4 con la siguiente composición química (w %):

Sn-1.37, Fe-0.14, Cr-0.10, C-0.01, O-0.14, N-0.004, H-20ppm, balance Zirconio.

Las condiciones detalladas de los ensayos como asimismo la geometría de las probetas fueron reportados previamente⁽⁴⁾.

Se realizaron ensayos cíclicos controlados por deformación total usando una onda triangular en una máquina INSTRON modelo 1362. La deformación total usada en los ensayos fue de $\Delta \epsilon_t = 0.01$. Se realizaron ensayos a temperatura ambiente con una velocidad de deformación total de $\dot{\epsilon}_t = 2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Con el fin de relacionar el comportamiento mecánico con las estructuras de dislocaciones de los especímenes fatigados, se prepararon láminas delgadas de probetas cicladas hasta 50, 2000 y 5000 ciclos respectivamente. Estas se obtuvieron a partir de discos de secciones cortadas perpendicularmente y paralelamente al eje de tracción y fueron pulidas electroquímicamente con una unidad Tenupol. Como electrolito se usó una solución de 95% de ácido acético y 5% de ácido perclórico. La subestructura de dislocaciones fue observada con un microscopio electrónico de transmisión Philips EM 300 operado a 100kV.

Resultados y Discusión

La Figura 1 describe el comportamiento de la tensión de pico en tracción de los lazos de histéresis durante la fatiga del Zircaloy-4 a temperatura ambiente. Se destaca un notable ablandamiento el cual se produce durante la primera parte de la vida en fatiga del material. Se observa que, después de 2500 ciclos, la tensión de pico disminuye a más de un 20% de la tensión correspondiente al primer lazo de histéresis. Luego del ablandamiento, el material alcanza una etapa de saturación que se continúa con un leve endurecimiento que culmina con la fractura. De la figura se infiere que el Zircaloy-4 presenta un comportamiento "anómalo" teniendo en cuenta los dos hallazgos básicos conocidos en la literatura⁽⁵⁾:

- i) El endurecimiento por fatiga es típico de materiales recocidos.
- ii) El ablandamiento se presenta en materiales previamente endurecidos.

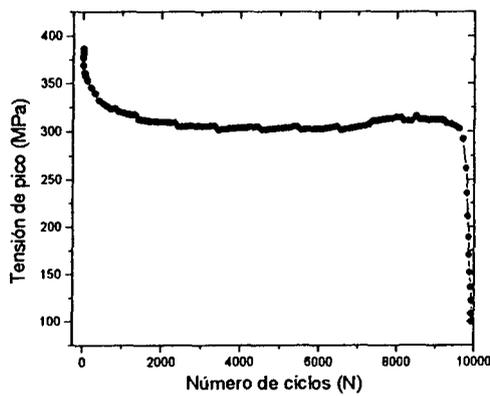


Figura 1

Dos parámetros de fundamental importancia para entender el comportamiento de dislocaciones en metales fatigados son la tensión de fricción σ_F y la tensión de retroceso σ_B ⁽¹⁾. La tensión de fricción es una medida de la resistencia que experimenta una dislocación debida a irregularidades de la red tales como átomos extraños, partículas de precipitado o dislocaciones de foresta, cuando ésta se mueve por su plano. Esta tensión es también conocida como tensión de corto alcance.

La tensión de retroceso esta asociada a tensiones de largo alcance que afectan al movimiento de las dislocaciones. El origen de esta tensión puede provenir del apilamiento de dislocaciones, bordes de grano o estructuras de dislocaciones tales como madejas o paredes de multipolos de dislocaciones⁽⁶⁾.

Utilizando la relación entre la tensión de fluencia σ_S , la tensión de pico σ_E , la tensión de fricción σ_F y la tensión de retroceso σ_B , (Fig. 2) Kuhlmann-Waildsdorf y Laird llegaron a las siguientes expresiones:

$$\sigma_F = \frac{\sigma_E - \sigma_S}{2} \quad (1)$$

$$\sigma_B = \frac{\sigma_E + \sigma_S}{2} \quad (2)$$

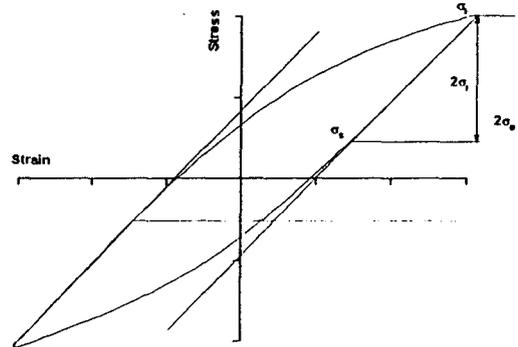


Figura 2

La Figura.3 muestra la variación de la tensión de fricción y la tensión de retroceso, medidas de los lazos de histéresis para el Zircaloy-4 a temperatura ambiente, en función del número de ciclos.

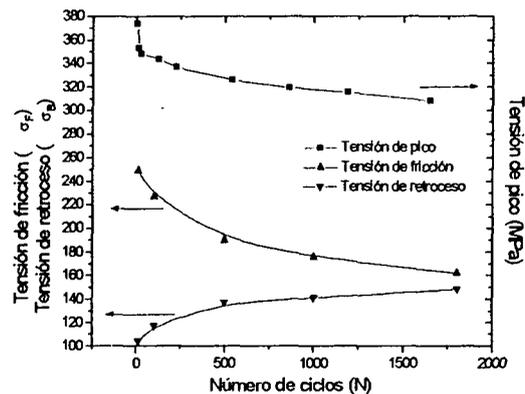


Figura 3

Como se observa en la Figura 3, la tensión de fricción disminuye en función del número de ciclos mientras que la de retroceso muestra un incremento pronunciado durante los primeros ciclos que se hace más lento en el transcurso del ensayo.

Dado que la disminución observada en la tensión de fricción es más pronunciado que el aumento de la tensión de retroceso, se puede concluir que el ablandamiento está relacionado con este decrecimiento en la tensión de fricción.

En este trabajo se propone que el decrecimiento observado en la tensión de fricción puede ser explicado por una mayor movilidad de las dislocaciones debido a la disminución de obstáculos de corto alcance provocado por el ciclado.

La microestructura observada para la probeta ensayada hasta 50 ciclos, Figura 4, se caracteriza por dislocaciones

de hélice que empiezan a dragar a los jogs indicando que su movilidad se ha incrementado.



Figura 4

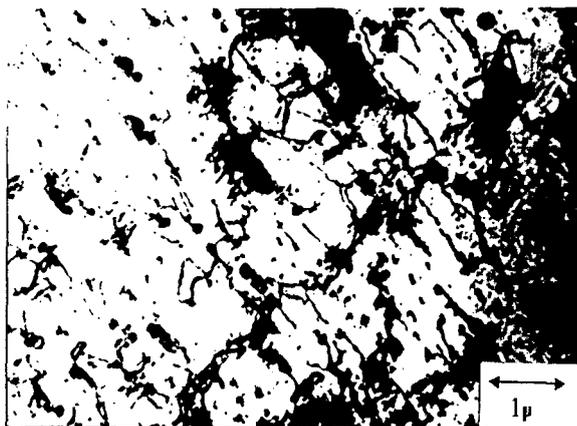


Figura 5

A medida que el ciclado continua se forman “madejas de dipolos de borde” con dislocaciones de hélice en los canales libres dejados por éstas. Esto se observa en la Figura 5, donde se muestra la estructura correspondiente a una probeta ensayada a 2000 ciclos.

Finalmente, para probetas ensayadas hasta 5000 ciclos (Fig 6), la subestructura se caracteriza por un lado por la formación de densas “madejas de dipolos de borde” y por el otro debido a la ausencia de dislocaciones de hélice en los canales. Se propone en este trabajo que el aumento observado en la tensión de retroceso es consecuencia de la formación de estas madejas.

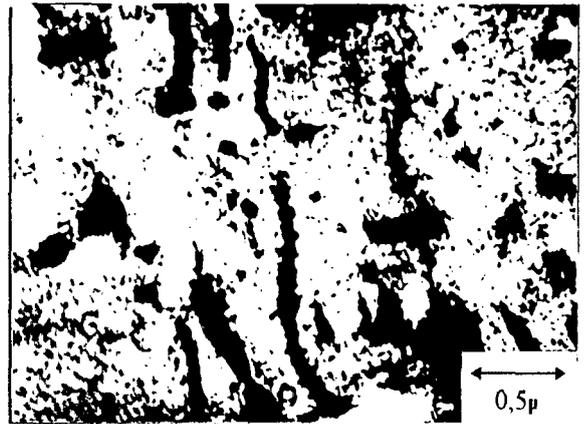


Figura 6

Con el fin de tratar de explicar el ablandamiento singular observado en este material fatigado a temperatura ambiente, Lee and Kwun ⁽³⁾ han propuesto un modelo que llaman: “Ablandamiento cíclico inducido por textura”. Según este modelo, durante la deformación cíclica, los cristales de la probeta rotan de una manera tal que incrementan el factor de Schmid correspondiente a los sistemas principales de deslizamiento $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$.

Esta rotación tendría como efecto facilitar el deslizamiento prismático por lo que se produciría el ablandamiento cíclico observado en la Figura 1. Con el fin de corroborar estos resultados se le realizó a una probeta ciclada previamente hasta principios de la zona de saturación un recocido de una hora a 593K. Como consecuencia de este tratamiento térmico se debería esperar: ⁽⁷⁾

- i) mayor movilidad y creación de defectos puntuales.
- ii) aniquilación o redistribución de dislocaciones móviles.
- iii) ninguna variación de la textura.

Por lo tanto, este recocido no debería cambiar la tensión de pico correspondiente a la zona previa a la saturación, si la textura fuera la responsable del ablandamiento. Sin embargo la tensión de pico luego de este tratamiento térmico aumenta en forma apreciable como lo muestra la Figura 7.

En el presente trabajo se propone que el ablandamiento cíclico observado esta asociado con un decrecimiento en la tensión de fricción. Esto podría explicarse por una mayor movilidad de las dislocaciones al disminuir sus obstáculos de corto alcance con el ciclado. La resistencia al movimiento de las dislocaciones por su plano de deslizamiento puede provenir de átomos de soluto, precipitados o dislocaciones de foresta. La determinación de cual de estos obstáculos disminuye con el ciclado es motivo de las investigaciones actuales.

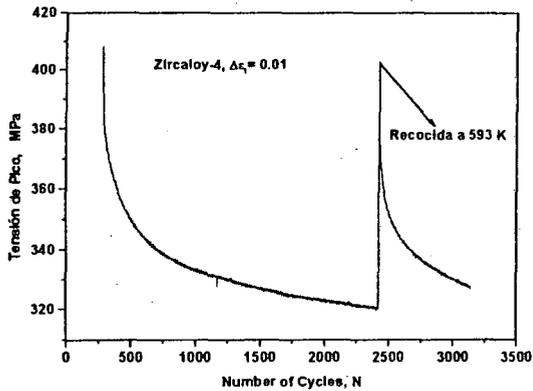


Figura 7

Referencias

- 1 - Campbell Laird, in "Fatigue and Microstructure" - Papers presented at the 1978 ASM Materials Science Seminar, ASM, 1979.
- 2 - M.G. Moscato, M. Avalos, I. Alvarez-Armas, S. Hereñú, P. Turner y A.F. Armas. Análisis de ablandamiento observado en Zircaloy-4 durante ensayos cíclicos a temperatura ambiente. AFA (1996).
- 3 - D.H. Lee and S.I. Kwun. Scripta Metallurgica et Materialia, Vol 31, N°11, pp 1475-1480, (1994).
- 4 - Armas A.F y Alvarez I in "Zirconium in the Nuclear Industry", ASTM, STP.939, De Admson y Swam, ASTM, 617, (1987).
- 5 - Lukas, in "Fatigue of Metallic Materials", Elsevier Scientific Publishing Company (1980).
- 6 - J.C. Grosskreutz and M. Mughrabi, in "Constitutive Equations in Plasticity". A.S. Argon, MIT. Press, Cambridge, M.A (1975).
- 7 - Paul G. Shewmon, in "Transformation in Metals" McGraw-Hill Book Company (1969).