

22 a 27 de abril de 1990

ANAIS - PROCEEDINGS

TRATAMENTOS TERMOMECAÑICOS EM LIGAS Zr-Nb

Waldemar A. MONTEIRO
Marco G. YAMAUIE

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEAR
Caixa Postal 11049 - Pinheiros
05499 - São Paulo - BRASIL

SUMÁRIO

As ligas de zircônio têm sido largamente utilizadas na indústria nuclear devido a baixa absorção de nêutrons térmicos, à elevada resistência mecânica e excelente resistência à corrosão, além de uma "transparência" aos nêutrons melhor que um fator de 15 quando comparado aos aços especiais em reatores refrigerados a água. Existem algumas ligas de zircônio de uso corrente na indústria de reatores, onde são empregadas, por exemplo, como materiais encamizantes.

Este trabalho apresenta dados preliminares sobre a caracterização mecânica e microestrutural das ligas Zr-Nb, com variação da porcentagem de Nb, que sofrem tratamentos mecanotérmicos visando obter informações sobre a recuperação e a recristalização das referidas ligas. As técnicas utilizadas foram a metalografia óptica e eletrônica e ensaios mecânicos das ligas Zr-Nb (0,25%, 0,5%, 1,0%, 1,5% Nb).

ABSTRACT

The use of zirconium alloys in the nuclear industry is widespread and mainly due to the low absorption cross section to the thermal neutrons, to the high mechanical strength and to the excellent corrosion resistance. There are some zirconium alloys with current use in the reactor industry, where they are employed as cladding materials.

This paper presents a preliminary data of the mechanical and microstructural characterization of Zr-Nb alloys (with variation of the percentage of Nb) after thermomechanical treatments concerning the recovery and recrystallization of the zirconium-niobium alloys.

INTRODUÇÃO

As ligas de zircônio são caracterizadas pelas seguintes propriedades que as fazem interessantes para aplicações nucleares (reatores PWR, BWR):

- Satisfatória estabilidade a alta temperatura e boa resistência a corrosão, em água e no vapor, a temperaturas da operação comum em reatores refrigerados a água;
- Baixa secção de choque aos neutrons térmicos;
- Tendência relativamente baixa à fragilidade sob irradiação com partículas energéticas;
- Resistência relativamente boa à ruptura por corrosão sob tensão;
- Adequada usinabilidade.

Uma outra vantagem do uso de ligas de zircônio para reatores refrigerados a água é devido ao fato que há uma "transparência aos neutrons" melhor que um fator de 15 quando comparado aos aços especiais.

Existem algumas ligas de zircônio (Zircaloy - 2, Zircaloy-4, Zr - 2,5 wt % Nb) de uso corrente na indústria de reatores, onde são empregadas como materiais para encamisantes de elementos combustíveis bem como tubos-guia para condutores de água, espaçadores e outros componentes de reatores refrigerados a água⁽¹⁾.

Muitos trabalhos já foram desenvolvidos em ligas de Zircaloy 2 e 4 e também em ligas Zr-Nb, apesar disto ainda existem considerações em aberto sobre tratamento mecanotérmicos que poderiam esclarecer processos básicos de precipitação e presença de 2^{as} fases, prejudiciais ou benéficas às ligas em estudo^(2,3,4).

Neste trabalho apresentamos as microestruturas bem como os valores de medidas de microdureza das ligas Zr-Nb nos estudos brutos de fusão, solubilização e após laminação a frio em diferentes porcentagens de redução em área. Este estudo é o primeiro de uma série que procurará obter resultados sobre a recuperação e recristalização das ligas Zr-Nb.

CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS

As ligas utilizadas neste estudo foram as seguintes:

- Zr-0,25% Nb;
- Zr-0,5% Nb;
- Zr-1,0% Nb, e;
- Zr-1,5% Nb (em peso, principais impurezas: 0-1000 - 1300 ppm e Fe-300 - 700 ppm).

Do material de partida foram retiradas amostras retangulares de aproximadamente 3cm x 3cm x 1cm. Estas amostras foram posteriormente solubilizadas a 650°C por 1 hora, e atmosfera protetora, seguido de têmpera em água mais gelo.

Após a solubilização, as amostras foram laminadas a frio em vários passos de redução (2%, 5%, 10%). Após cada passo de redução, eram retiradas amostras para observação óptica e eletrônica bem como para realização de medidas de microdureza Vickers (massa = 100g).

As amostras para microscopia óptica e medidas de microdureza foram embutidas e sofreram polimento mecânico, seguido de ataque químico (22mlHNO₃+3mlHF+25mlH₂O) e/ou polimento eletrolítico de anodização (60ml etanol + 35ml H₂O + 20ml de glicerina + 10ml de ácido lático + 5ml de ácido fosfórico + 2g de ácido cítrico) (5).

As amostras utilizadas para a microscopia eletrônica de transmissão (discos de 3mm de diâmetro, espessura de 250µm) sofreram polimento eletrolítico por jato duplo (Tenupol) com uma solução de metanol e ácido perclórico a temperatura de -15°C com ddp de 12V, obtendo-se ao final as chamadas "folhas finais" onde existem regiões suficientemente transparentes (300nm) aos elétrons (200KV) para os registros das observações microestruturais. Todas as observações microestruturais foram realizadas em um microscópio eletrônico de transmissão JEM-200C (200KV).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Vamos primeiramente alguns aspectos microestruturais (MET) destas ligas, nas diferentes condições estudadas.

Na figura 1 temos a micrografia eletrônica de uma microestrutura da liga Zr-1,5% Nb, bruto de fusão, que consiste de pacotes de lamelas α:β dividindo uma relação de orientação comum. Cada grão β primário é subdividido em um número de pacotes cujo tamanho e orientação depende do número de variantes cristalográficas produzidas durante a transformação.

Na figura 2 podemos ver a micrografia eletrônica de uma microestrutura da liga Zr-1,0% Nb, bruto de fusão que apresenta os mesmos detalhes da figura anterior. Podemos observar o contraste associado com as discordâncias na interface α:β, que é muito complexo; temos aqui arranjo de discordância do tipo (000C) na interface α:β.

A figura 3 ilustra melhor o aspecto das discordâncias na interface α:β em micrografia eletrônica da microestrutura da liga Zr-0,5% Nb, onde se pode ver as discordâncias acomodando o desajuste entre os planos (0002)_α e (110)_β. O mesmo aspecto foi encontrado por Perovic and Weatherly recentemente (6).

A figura 4 apresenta a micrografia eletrônica de uma microestrutura da liga Zr-0,25% Nb, estado bruto de fusão, onde se notam grãos alongados com baixa precipitação da fase β (Nb). Na figura 5, temos a microestrutura desta mesma liga solubilizada a 650°C por 1 hora. Não houve modificação acentuada entre as duas microestruturas.

Na figura 6 podemos ver a micrografia eletrônica de uma microestrutura da liga Zr-0,25% Nb, solubilizada (650°C por 1 hora atmosfera inerte) e laminada a 5% de deformação a frio. A microestrutura apresenta um arranjo de discordâncias bem como anéis de discordâncias no interior dos grãos; não há presença significativa da fase β (Zr) em contorno de grão, encontramos também, dispersos no interior dos grãos pequenos precipitados da fase β (Nb).

A figura 7 nos mostra a micrografia eletrônica da microestrutura da liga Zr-0,5% Nb, solubilizada (650°C por 1 hora, atmosfera inerte) e laminada a 5% de deformação a frio, que apresenta um arranjo de discordância bem como pequenos anéis de discordân-

cias no interior dos grãos α (Zr), além da presença da fase β (Zr) preferencialmente circundando o contorno de grão de α (Zr).

Na figura 8 podemos ver a micrografia eletrônica de uma microestrutura da liga Zr-1,5% Nb, solubilizado a 650°C por 1 hora, em atmosfera inerte, e laminada a 5% de deformação a frio. O interior dos grãos apresenta uma rede de discordâncias juntamente com a precipitação da fase β (Nb), também está presente a fase β (Zr) que contorna os grãos da fase α (Zr).

A tabela 1 apresenta os valores médios das medidas de microdureza Vickers obtidas (carga : 100g) para as ligas Zr-Nb nos estados bruto de fusão, solubilizado, solubilizado e laminado a frio (2% e 5% de deformação). No estado bruto de fusão, a microdureza foi mais elevada, devido ao resfriamento lento ocorrido nas ligas metálicas fazendo com que durante este processo tenhamos a presença de maior precipitação além da mudança parcial de fase β (Zr) para a α (Zr) com formação da estrutura de Widmanstätten (plaqueta α (Zr) cercada por β (Zr), além da precipitação rica em β (Nb); os contornos de grão apresentam uma elevada densidade de discordâncias devido a formação da estrutura de Widmanstätten. Com o tratamento térmico de solubilização, seguido de têmpera em água gelada, o material teve um decréscimo atuado nos valores medidos de microdureza devido a maior presença de α (Zr) e diminuição desta densidade de discordâncias em contornos de grão. Com as laminações subsequentes, tivemos um aumento na resistência mecânica do material, devido a maior presença de discordâncias no interior dos grãos que são ancorados pela interação entre elas e pela presença de precipitados finos da fase cúbica β (Nb), que pode ser comprovada por meio das micrografias eletrônicas apresentadas neste trabalho.

CONCLUSÃO

Neste trabalho foram apresentadas microestruturas das ligas Zr-Nb no estado bruto de fusão, no estado solubilizado e no estado solubilizado e laminado a frio. A microestrutura do material inicial e/ou solubilizado evidencia a preponderância da fase hexagonal α (Zr), tendo a outra fase cúbica β (Zr) presente em todos os contornos da fase α (Zr). Temos também a presença dos precipitados β (Nb) principalmente no interior dos grãos α (Zr). A laminação do material previamente solubilizado trouxe um aumento da resistência mecânica devido a presença de um emaranhado de discordâncias no interior dos grãos e que interagem umas com as outras bem como os precipitados β (Nb) presentes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Douglas, D.L.; Atomic Energy Review, 1971 Supplement, International Atomic Energy Agency, Viena, pp 464.
2. Northwood, D.O. and Lim, D.T. Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 18, Oct - Dec, 1979, p. 441.
3. Aldridge, S.A. and Cheadle, B.A., Journal of Nuclear Materials, vol. 42, 1972, p. 32.
4. Shemyakin, V.N. and Bainova, G.D., Fiz. Met. Metallovedeniie, vol. 60, nº 4, 1985, p. 827.
5. Kaufmann, R and Danilson, P.D., Improved Metallography of zirconium alloy, ASTM STP, 551, (1974), p. 52.
6. Perovic, V. and Weatherly, G.C., The β to α transformation in a Zr-2,5 wt % Nb alloy, Acta Metall. Vol.37, pp. 813, (1989).

TABELA I - Valores de microdureza Vickers (carga = 100g)
das ligas Zr-Nb

LIGAS	COMO RECEBIDO	SOLUBILIZADA	SOLUBILIZADA E LAMINADA À FRIO (2%)	SOLUBILIZADA E LAMINADA À FRIO (5%)
Zr-0,25% Nb	188	69,4	70,2	75,5
Zr-0,50% Nb	205	84,1	98,9	106,4
Zr-1,0% Nb	236	96,9	100,0	107,6
Zr-1,5% Nb	285	104,4	112,5	121,5

FIGURAS



Fig. 1 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 1,5% Nb, bruto de fusão, consistindo de pacotes de lamelas α (Zr): β (Zr). Presença de precipitados β (Nb). fu



Fig. 2 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 1,0% Nb, bruto de fusão; presença marcante de discordância na interface α : β . fu



Fig. 3 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 0,5% Nb, bruto de fusão, presença maior da fase α , circundada pela fase β , onde também está presente as discordâncias devido ao desajuste entre α (Zr) e β (Zr). Precipitação de Nb.



Fig. 4 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 0,25% Nb, bruto de fusão; grão alongados, baixa precipitação de β (Nb)

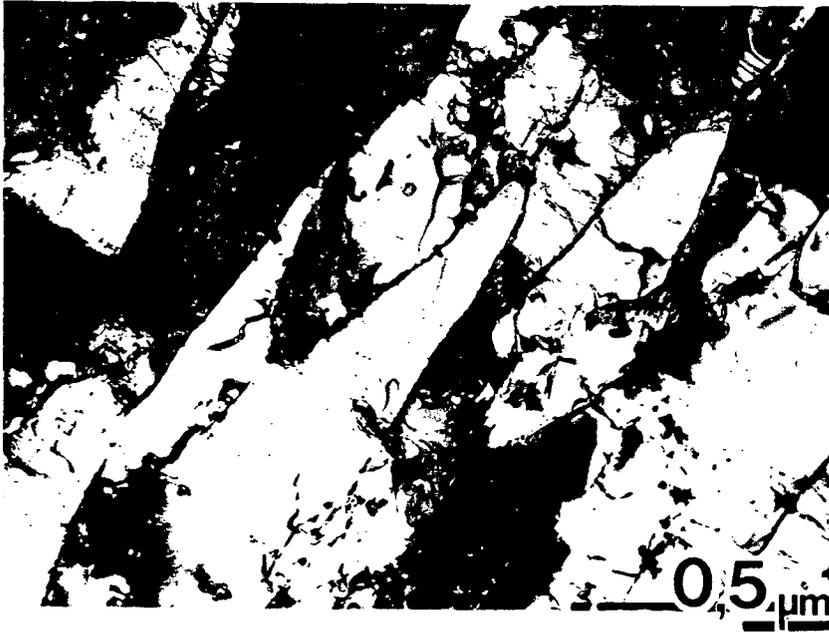


Fig. 5 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 0,25% Nb solubilizada a 650°C por 1 hora. Diminuição da densidade de discor_ãncia na interface α (Zr): β (Zr).



Fig. 6 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 0,25% Nb, solubilizada seguida de laminação (5% de deformação); presença de discor_ãncia no interior dos grãos de α (Zr).



Fig. 7 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 0,5% Nb, solubilizada seguida de laminação a frio (5% de deformação); Arranjo de discordância no interior dos grãos.

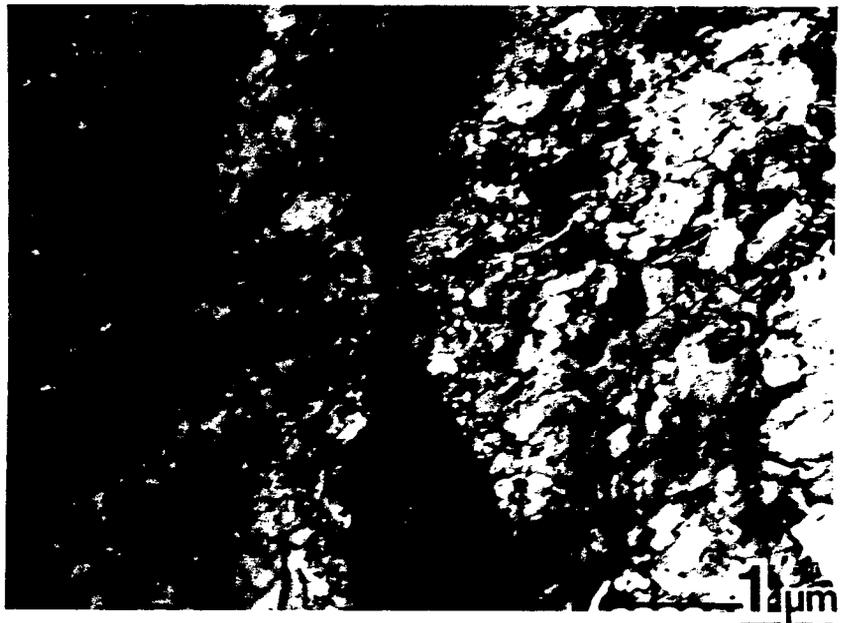


Fig. 8 - Microestrutura (MET) da liga Zr - 1,5% Nb, solubilizada seguida de laminação a frio (5% de deformação); presença de arranjo de discordâncias, precipitados de β (Nb) e da fase β (Zr) circundando os grãos α (Zr)