

## MICROTEXTURA DE TUBOS DE ZRY-4 OBTENIDA CON TÉCNICA EBSD

C.P.Buioli (1), G. Juárez (1), P. Vizcaino (1), T. Úngar (2), A. Révész (2), S. Kalácska (2)

(1) Depto. Tecnología de Aleaciones de Circonio, CAE, CNEA, Buenos Aires, Argentina

(2) Eötvös-Loránd University (ELTE), Dept. Materials Physics, Budapest, Hungary

Email: constanzabuioli@yahoo.com.ar

El objetivo de este trabajo es describir la microtextura de muestras de Zircaloy 4 utilizando la técnica de EBSD, usando un 3D Dual Beam Scanning Electron Microscope, perteneciente al *Department of Materials Physics, Eötvös University (ELTE), Budapest, Hungary*. Se busca evaluar la microtextura de un tubo extrudado y recristalizado de Zry4 (TREX), y de un tubo posteriormente laminado en frío (deformación 22%), para ser usado en vainas combustibles en el reactor de potencia tipo CANDU (Central Nuclear Embalse) [1]. El procedimiento de preparación de muestras consiste en dos etapas principales, el pulido mecánico y el electro-pulido. El pulido mecánico fue realizado en una pulidora automática standard. Se utilizaron papeles de SiC con la siguiente secuencia de granulometrías y tiempos; N° 600 (20 min), N° 1200 (1 min), N° 2500 (2 min) & N° 4000 (5 min). Luego, se realizaron dos pulidos sucesivos con pasta de diamante (1um, por 10 min y 0.3um por 20 min) y para terminar, se efectuaron dos pasos utilizando sílica coloidal (0.05um, por 30 min y 0.02um por 60 min). En el caso del electropulido, la solución de 70% de ethanol, 20% de ácido perclórico y 10% de glicerina fue la que produjo mejores resultados en la superficie de la muestra, aplicando una tensión de 25V y manteniendo una corriente de alrededor de 1.4A, durante 30seg. En la figura 1 se observa la microestructura del tubo TREX (SEM), en la sección normal axial del tubo. En particular, para el punto identificado como 4 en dicha figura, se presenta el patrón de difracción de Kikuchi correspondiente, figura 2 [2]. La indexación de planos y direcciones cristalográficas realizada con el software del equipo así como la asignación de su orientación (ángulos de Euler) se observan en la figura 3 [3]. Cabe destacar que el patrón de Kikuchi tiene intensidad considerable y está bien resuelto, con lo cual la indexación del software se ajusta muy bien al patrón medido. La figura 4 muestra un mapeo de orientaciones completo de una región de 100um x100um del tubo TREX (datos crudos), y se presenta a modo de referencia la figura de polos inversa para describir las orientaciones de la región escaneada en el policristal. El mapeo está acompañado por su mapa de calidad, figura 5. La microestructura respeta la forma típica de grano equiaxial y el tamaño grano característico ( $d_{prom}=4.9um$ ,  $\sigma=2.1um$ , según el estudio estadístico que se realizó a partir de todos los mapeos) [4]. A partir de la figura 4 se visualiza la marcada textura del tubo TREX. Se observa una distribución de orientaciones en la que mayoritariamente los planos prismáticos, (1010) y (2110), son paralelos a la superficie de la muestra (cara axial del tubo). Dicho rango de orientaciones tienen asignadas la gama de colores desde el azul hasta el verde en la figura de polos inversa (figura 4). Por otra parte, no se observan granos con sus planos basales paralelos a la superficie de la muestra (eje c normal a la cara axial del tubo). El estudio de textura se completó realizando varios mapeos y los datos de orientación se unificaron al construir una única figura de polos (0002). Se construyeron las figuras de las direcciones prismáticas y piramidales, y se calcularon los coeficientes de Kearns promedio de todos los mapeos realizados sobre el mismo tubo trex,  $\langle f_A \rangle = 0.12$ ,  $\langle f_R \rangle = 0.42$  y  $\langle f_T \rangle = 0.46$  [5]. La descripción general de la textura concuerda con los resultados obtenidos mediante DRX [6] y se busca optimizar la técnica de EBSD con el fin de poder caracterizar gradientes de textura en forma localizada.

### REFERENCIAS

[1] R. Adamson, F. Garzarolli, C. Patterson, P. Rudling, A. Strasser, K. Coleman (2010) "ZIRAT15 Annual Report", Advanced Nuclear Technology International, Sweden.

## 4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)

- [2] O. Engler & V. Randle (2010) "Introduction to texture analysis, Macrotecture, Microtexture & Orientation Mapping", Fl. US, CRC Press, pp. 175-201.
- [3] H. J. Bunge (1982) "Texture Analysis in Materials Science", London, UK. Butterworth & Co.
- [4] A.V.Flores (2014) "Typical Zirconium Alloys Microstructures in Nuclear Components" *Pract. Metallogr.* 51-9: 656-674
- [5] J.J. Kearns (1965) "Thermal expansion and preferred orientation in Zircaloy", WAPD TM-472, Westinghouse Electric Corp.
- [6] E. Tenckhoff (1988) "Deformation mechanism, texture, and anisotropy in zirconium and zircaloy", Special Technical Publication (STP 966), Philadelphia, USA, American Society for Testing and Materials,

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis directores, jefes y pares, al Grupo de Neutrones (CAB) por su continua colaboración y al grupo de Física de Materiales del Dr. Úngar por realizar dicho trabajo en conjunto.

## FIGURAS

