

Tesis de Posgrado

Estudio de la evolución de la recristalización de uranio fuertemente deformado en frío

Volman, Sara

1963

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias
Químicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Volman, Sara. (1963). Estudio de la evolución de la recristalización de uranio fuertemente deformado en frío. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1150_Volman.pdf

Cita tipo Chicago:

Volman, Sara. "Estudio de la evolución de la recristalización de uranio fuertemente deformado en frío". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1963. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1150_Volman.pdf

EXACTAS UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



UBA

Universidad de Buenos Aires

FCEN-BA

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

ESTUDIO DE LA EVOLUCION
DE LA
RECRISTALIZACION DE URANIO FUERTEMENTE
DEFORMADO EN FRIO

SARA VOLMAN

TESIS: 1150

Tesis presentada para optar al
Título de Doctor en Química
(Orientación aplicada hacia la
Química Tecnológica)

AÑO 1963

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

ESTUDIO DE LA EVOLUCION
DE LA
RECRISTALIZACION DE URANIO FUERTEMENTE
DEFORMADO EN FRIO

SARA VOLMAN

R. de Tesis: 1150

RESUMEN
AÑO 1963

RESUMEN

En el presente trabajo se estudia la evolución de la recristalización de uranio fuerte y débilmente deformado en frío, desde dos aspectos diferentes.

En la primera parte se analiza la evolución de la estructura muy fuertemente deformada en frío por laminación. La evolución de este fenómeno se siguió por medio de la micrografía y ensayos de durometría. Para cada estructura se realizaron ensayos de tracción analizándose luego las curvas correspondientes.

El estudio de las estructuras restauradas y parcialmente recristalizadas permitió descubrir y explicar interesantes anomalías en el comportamiento plástico del uranio. Estas anomalías en la ductilidad del uranio son semejantes a las encontradas en metales que cristalizan en el sistema hexagonal compacto (Zn-Mg) y en cúbico de cara centrada (Fe).

Debido a la heterogeneidad de la estructura de laminado la evolución de la recristalización no es homogénea. Con recocidos cortos a baja temperatura se observa que la recristalización avanza por zonas. Así pues, en una estructura parcialmente recristalizada encontramos simultáneamente zonas restauradas y zonas recristalizadas. Estas estructuras presentan gran ductilidad, resultado obtenido en los ensayos de tracción. La deformación se realiza por zonas presentando una primer región con fluencia como si actuaran granos grandes. La segunda región de -

endurecimiento por trabajado variable y una tercer región de gran alargamiento a carga constante.

La importancia tecnológica de estas conclusiones reside en el desarrollo de un nuevo método de laminado de uranio que simplifica y abarata la operación.

Después de 5 hs 450°C micrográficamente se observa una estructura totalmente recristalizada. La estructura presenta cierta clase de bandeo, zonas en que los granos están débilmente desorientados entre sí. Al aumentar la temperatura, aumenta también la desorientación entre los granos y el tamaño. Los ensayos de tracción realizados con estas estructuras muestran un cambio en el endurecimiento por trabajado durante el ensayo. Presentan poca elongación y alta carga de rotura, característica de la fragilidad del uranio.

Para recocidos prolongados no se observa un crecimiento exagerado de grano, fenómeno observado en uranio de pureza semejante pero distinta composición. El máximo tamaño de grano obtenido es de 40μ , y aumentando el factor tiempo los granos se reorientan eliminándose límites de grano de gran ángulo. Las inclusiones inhiben fuertemente el crecimiento de grano cuando la "fuerza motriz" es sólo la tensión superficial del límite de grano. Una impureza como el H_2 en concentraciones tan pequeñas como 10 ppm, podría ser responsable de esta inhibición. Las curvas tensión/deformación permite ser una fluencia en su primera parte semejante a la de las estructuras parcialmente recristalizadas.

Todos los estudios realizados en uranio muestran la gran importancia del método de preparación del material en su comportamiento posterior. Se estudió en detalle el efecto del recocido previo a la laminación, que son: a) recocido en fase β (30 minutos a 720°C) + 2 hs a 500°C, y b) 48 hs 350°C. El recocido a) es el utilizado por muchos investigadores en la preparación del metal y el b) es el recocido preconizado en este trabajo, para la obtención de una estructura parcialmente recristalizada.

Micrográficamente se observa que en el material con el recocido previo de 48 hs 350°C, la recristalización avanza más rápidamente siguiendo las mismas etapas que en el material con recocido de fase β .

Por medio de los ensayos de durometría (Vickers Pyramidal Numbers) no se observa la anomalía obtenida en la ductilidad, su evolución es normal, es decir coincide con lo observado en los demás metales. En estructuras laminadas o totalmente recristalizadas (sin bandeado) la forma de la impronta es cuadrada, mientras que en estructuras bandeadas la impronta se deforma tomando forma romboédrica.

En la segunda parte se analizan las condiciones para las que se inicia la recristalización en estructuras débilmente deformadas por tracción. La evolución de este fenómeno se siguió micrográficamente. Por medio de los ensayos de tracción y el análisis de las curvas tensión/deformación por el método de

ferencial se determinó el valor de la tensión crítica necesaria para producir recristalización. Este valor, que se obtuvo experimentalmente haciendo ensayos por aproximación en policristales de 15μ y 40μ coincide con el punto de transición de la curva de tracción de estructuras bien recristalizadas y tamaño de grano uniforme. La tensión correspondiente a ese punto es cercana a los 50 Kg/mm^2 observado experimentalmente y es la misma para granos grandes y monocristales. Esta tensión es independiente del porcentaje de alargamiento.

En estructuras de grano la forma de la curva depende de la orientación, por lo tanto no es posible, en muchas de ellas aplicar el método diferencial.

Se puede observar que los valores del alargamiento para $\sigma = 50 \text{ Kg/mm}^2$ para 15μ es de 3.25% ya que para granos de 2000μ llega a 12.75%.

Aplicando la ecuación de Ludwick se observa que los coeficientes en la parte de ordenada al origen no varían sistemáticamente con el tamaño de grano. El valor del punto de transición varía mucho con el tamaño de grano, acercándose los valores para policristales de 15μ a 40μ , siendo el mismo valor que el obtenido por el método diferencial.

Sava Valera

PADRINO DE TESIS:

Dr. ALBERTO ZANETTA

OBJETIVOS DEL TRABAJO

En el presente trabajo se estudia la recristalización de uranio desde dos aspectos diferentes.

En la primera parte se analiza la evolución de la estructura laminada producida por los tratamientos térmicos de recristalización y crecimiento de grano. El estudio de las estructuras restauradas y parcialmente recristalizadas permitió descubrir y explicar interesantes anomalías en el comportamiento plástico del uranio. La importancia tecnológica de estas conclusiones reside en el desarrollo de un nuevo método de laminado de uranio que simplifica y abarata la operación. El estudio de la evolución de la estructura luego de recocidos prolongados permitió revelar igualmente aspectos desconocidos del crecimiento de grano.

En su segunda parte se estudian las condiciones para las que se inicia la recristalización en estructuras débilmente deformadas. Por el análisis diferencial se determinó el punto de transición que coincide con la tensión crítica necesaria para producir recristalización. Este valor, obtenido experimental y analíticamente para policristales de 15μ , es el mismo para los monocristales observado experimentalmente e independiente del porcentaje de alargamiento.

INTRODUCCION

Se resumen a continuación los trabajos realizados sobre el uranio hasta este momento en los temas de mayor interés para el presente estudio.

I 1. Trabajado del metal

Las propiedades mecánicas de un metal determinan su comportamiento en los diferentes procesos de trabajado.

El uranio presenta tres transformaciones: α , β , y γ , siendo fuertemente anisótropo en sus fases α y β .

Sus propiedades varían considerablemente con el grado de pureza, el método de fabricación o el tratamiento térmico. - Las dificultades de obtención de monocristales perfectos de dimensiones adecuadas no ha permitido obtener los valores exactos de las constantes según las distintas direcciones cristalográficas.

Las curvas de tensión/deformación para sollicitaciones de tracción, compresión o torsión permiten obtener los valores de alargamiento, estricción y carga a la rotura. Estos datos, así como los de dureza, resiliencia y fatiga son útiles para conocer la capacidad de deformación de una estructura y la temperatura óptima de trabajado.

Las temperaturas de trabajado en caliente del uranio son: fase α entre 400°C y 640°C; en fase β entre 660°C y 720°C, y por encima de 720°C para la fase γ . Ya en la fase γ el uranio es totalmente plástico, pero presenta un gran inconveniente práctico: su reactividad con los gases y con otros metales.

T A B L A No. I
 Parámetros de red a
 distintas temperaturas ⁽¹⁾

Fase	Sistema Cristalino	Temperatura	Parámetros	
		°C	Å	
α	Ortorrómico	320	25°C	a ₀ = 2.8541 ± 0.003 b ₀ = 5.8692 ± 0.0015 c ₀ = 4.9563 ± 0.0004
			200°C	a ₀ = 2.8675 b ₀ = 5.8660 c ₀ = 4.9775
			400°C	a ₀ = 2.886 b ₀ = 5.861 c ₀ = 5.005
			650°C	a ₀ = 2.920 b ₀ = 5.834 c ₀ = 5.064
β	Tetragonal	668	720°C	a ₀ = 10.759 ± 0.001 b ₀ = 5.656 ± 0.001
γ	Cúbico de cuerpo cen- trado	774	805°C	a ₀ = 3.525

T A B L A No.II

Propiedades Mecánicas
Características a la Temperatura Ambiente

Módulo de Young	19.500 a 22.500 Kg/mm ² (2)
Módulo de Coulomb	4.600 a 8.500 Kg/mm ² (3)
Coefficiente de Poisson	0.29 a 0.49 (3)
Módulo de Dilatación Cúbica	deformado: 6.300 Kg/mm ² (3) recocido: 10.500 Kg/mm ² ()
Límite Elástico	L.E 0.002% L.E 0.02% L.E 0.2% 4 ⁺ -1 Kg/mm ² 9 ⁺ -2 Kg/mm ² 20 ⁺ -7 Kg/mm ²
Carga de Rotura	Bruto de colada: 43 ⁺ -5 Kg/mm ² Bruto de trafilado: 45 ⁺ -9 Kg/mm ² (2) Alambre enderezado: 37 ⁺ -7 Kg/mm ²
Alargamiento a la Rotura	Colado o trafilado: 5 ⁺ -2% (2)
Estricción a la Rotura	Colado o trafilado: 9 ⁺ -4% (2)
Cisallamiento a la Rotura	Bruto 80 a 115 Kg/mm ²
Dureza (trafilado en σ)	R _c = 71.1 ± 0.2 Ensayo Rockwell C H _v = 205 ± 7 Ensayo Vickers

T A B L A No.III

Coeficientes de Dilatación en fase
según las direcciones cristalográficas⁽⁴⁾

Dirección	125 $25 \cdot 10^{+6}$	325 $25 \cdot 10^{+6}$	625 $25 \cdot 10^{+6}$
a_0	21.7	26.5	36.7
b_0	-1.5	-2.4	-9.3
c_0	23.2	23.9	34.2
Δv	45.8	48.6	61.5

Las temperaturas de trabajado en frío son menores de 300°C.

Para la preparación del material en forma de varillas, Fisher⁽⁵⁾ ha seguido el siguiente esquema:

1a.Etapa: a) Material de fundición recocido a 1000°C durante 5 hs, templado en agua. b) recocido a 800°C durante 5 hs, templado en agua.-

2a.Etapa: c) 77% de reducción del área por forjado a 300°C, utilizando un baño de aceite o en diferentes pasos como sigue:

- c') I) 10% de reducción del área - recocido 1 h a 600°C.
 II) 15% " " " " - " 1 h a 575°C.
 III) 30% " " " " - " 1 h a 525°C.
 IV) 30% " " " " - " 1 h a 475°C.
 V) 40% " " " " - final

Las reducciones no pudieron ser mayores debido a la escasa ductilidad del material recocido en fase α . (Fotografía No.9).

Para la preparación del material en forma de láminas, Yario y Lloyd⁽⁶⁾ han seguido el siguiente esquema.

1a.Etapa: Material de fundición prensado en caliente a 600°C (baño de plomo), en dirección paralela al eje del cilindro de fundición, 35% de reducción.

2a.Etapa: Laminación en caliente, a 600°C en dirección perpendicular al eje original del cilindro, 35% de reducción (4% de reducción por pasada).

3a.Etapa: Enderezado por prensado a 600°C (sin reducción).

4a.Etapa: Maquinado a temperatura ambiente para obtener una forma geométrica regular y remover las superficies contaminadas de los tratamientos a 600°C.

5a.Etapa: Recocido a 720°C, 30 minutos con enfriamientos al aire, las muestras se encuentran en un recipiente en vacío dentro de un baño de plomo.

6a.Etapa: Recocido a 500°C, 5 hs, enfriamiento en el horno hasta temperatura ambiente. Las muestras se encuentran en vacío dentro de un baño de plomo.

7a.Etapa: Laminación a temperatura ambiente en dirección paralela al eje del cilindro original. El material acepta hasta el 80% de reducción para llegar al espesor final (8% de reducción por pasada).

En el presente trabajo se ha elegido como última deformación la laminación. La preferencia por este tipo de trabajado se debe a la mayor uniformidad de la deformación y la posibilidad de controlar y conocer exactamente la reducción otorgada a la lámina.

I.2 Textura de Laminación

Las texturas de uranio han sido obtenidas por el método del difractómetro por reflexión con la modificación desarrollada por Schulz⁽⁷⁾. Dada la fuerte anisotropía del uranio las texturas obtenidas por los diferentes tratamientos, presentan bastante dispersión y en general no pueden ser expresadas por un simple par de valores. En la Tabla No.IV se resumen los resultados obtenidos hasta el presente por diferentes autores.

I.3 EFECTOS DEL TRATAMIENTO TERMICO

La estructura deformada que se encuentra sometida a un tratamiento térmico, va pasando por diferentes etapas hasta llegar a la recristalización. Estos pasos pueden ser sucesivos o simultáneos según el metal, las condiciones previas de trabajo y los tratamientos térmicos.

T A B L A No.IVComponentes Mayor y Menor de las
Texturas de Laminación del Uranio

L A M I N A C I O N								
Mueller, Knott y Beck (8)			Seymour (9)			Mitchell y Rowland(10)		
1	2	3	1	2	3	1	2	3
$(4, \bar{17}, 26)$ (146)	410	(110)						
(9.0.25) (103)	010	010	(102)	010	(010)	(101)	010	(010)
$(4, \bar{14}, \bar{45})$ (139)	$\bar{5}52$	$(\bar{4}, 12, 5)$ (141)						
$(\bar{0}38)$	031	(041)	(014)	040	(051)			

1. Plano paralelo a la superficie de la lámina
2. Eje paralelo a la dirección de laminado
3. Plano perpendicular a la dirección de laminado
- . Componente principal

I.3.a. Recuperación

En uranio fuertemente deformado en frío y luego recocido por períodos muy cortos entre 400°C y 600°C, se ha identificado la restauración⁽¹¹⁾. Se ha obtenido una marcada definición de las líneas del diagrama de difracción mucho antes de que se observe recristalización.

Madsen⁽¹¹⁾ ha estudiado la restauración de la resistividad. La Figura No.1 muestra que por debajo de 475°C la pendiente de la curva de ΔR en función del logaritmo del tiempo, aumenta con la temperatura de manera tal que la energía de activación calculada de acuerdo con las curvas aumenta a medida que la variación progresa (Figura No1).

I.3.b Poligonización

En uranio, Cahn⁽¹²⁾ ha observado estructuras poligonizadas provenientes de deformación a alta temperatura. También vio este fenómeno durante el ciclado térmico en fase α ⁽¹⁷⁾.

Madsen⁽¹¹⁾ en su estudio de la recristalización y recuperación del uranio no observa metalográficamente la poligonización y atribuye el afinamiento de las líneas de difracción a una recuperación. Evidentemente, este es un caso claro de la falta de límites exactos en las definiciones de ambos fenómenos.

Otros autores, Calais, Lacombe y Simenel⁽¹⁴⁾ estudiaron la recuperación y recristalización de monocristales imperfectos y obtenidos por cambio de las fases $\beta \rightarrow \alpha$. En el cambio de fase se produce una subestructura que se ha dado en llamar poligonizada, -

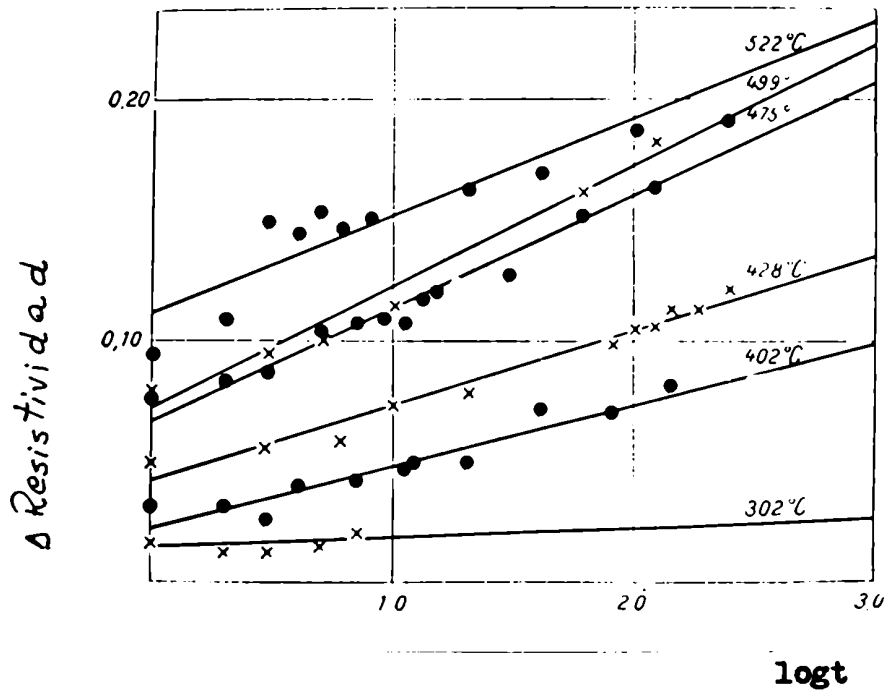


Figura No.1: Variación de la resistividad del martillado en función del tiempo de recocido (11).

pues los granos se encuentran divididos en subgranos o bandas de orientación vecina hasta de 10° a 12° .

El estudio de la recuperación de estas estructuras imperfectas es hasta ahora poco concluyente.

I.3.c. Recristalización in situ

Cabane y Petit⁽¹⁵⁾ han estudiado el comportamiento de uranio laminado con un 80% de reducción en espesor a temperatura ambiente. Ellos observaron, por medio de análisis dilatométrico, que se produce recristalización sin cambio de orientación entre 320°C y 420°C .

Madsen⁽¹¹⁾ obtiene este mismo resultado con uranio de 56% de laminado y en uranio con 66% de forjado y cree estar en presencia de una verdadera recristalización in situ.

El trabajo de Cabane y Petit ha dado lugar a una serie de verificaciones sobre texturas de recocido, realizadas por Yario, Lloyd y Mueller que serán discutidas en I.4.

I.3.d. Recristalización Primaria

La recristalización propiamente dicha o recristalización primaria, ha sido estudiada extensamente por Cahn⁽¹²⁾, Cabane y Petit⁽¹⁵⁾, Madsen⁽¹¹⁾, Yario y Lloyd⁽⁶⁾ y otros.

Cahn establece que los puntos de intersección de maclas y las maclas por sí solas, actúan como lugares preferenciales para la recristalización.

Cabane y Petit han realizado un estudio dilatométrico

trico y micrográfico para ver la evolución de la recristalización en uranio de alta pureza con 80% de laminado. Micrográficamente observan una gran heterogeneidad de la estructura en la placa bruta de laminado siendo a) zona maclada y b) zona no maclada, alargada en la dirección de laminado. Después de recocidos a 320°C, 360°C, 390°C, observaron que a) las zonas macladas son reemplazadas por bandas de pequeños cristales (ϕ : 2 μ) y b) las zonas no macladas forman una filigrana fina con cristales que llegan a ϕ :10 μ y en estas zonas, por efecto análogo al ciclado térmico (13) aparecen maclas muy finas paralelas a la dirección de laminado. Por encima de 440°C desaparece la heterogeneidad en la chapa y se obtiene recristalización total.

Yario y Lloyd repitieron el trabajo de Cabane y Petit para comprobar las anomalías observadas por esos autores. Estudiaron extensamente el porcentaje de recristalización por el método micrográfico. Han dividido la estructura fuertemente deformada a temperatura ambiente en 2 categorías: 1) áreas fuertemente deformadas y 2) áreas débilmente deformadas. Las zonas 1) que coinciden con la zona maclada observada por Cabane y Petit están divididas en 2 porciones: A y B.

En la estructura de laminado la zona A ocupa un 43%, la zona B un 36%. Se caracterizan por recristalizar primero con grano muy fino. La porción B recristaliza en forma de pequeños granos muy contrastados y luego le sigue la zona A que recristaliza en bandas de pequeños granos. Las bandas A se encuentran siempre separando material aún deformado (zona 2). Las zonas 2 que coinciden con la zona no maclada observada por Cabane y Petit, están divididas en las porciones C y D. En la estructura de laminado un 18% corresponde a la zona C y 3% a la zona D.

Con recocidos de hasta 5 minutos a 400°C ambas presentan poligonización y crecimiento de subgranos. La diferencia entre las zonas C y D sólo se refiere a la velocidad de este proceso. La zona D presenta poligonización aún cuando ya existe un 98% de recristalización. Recién con 15 hs. a 450°C la recristalización es total, pero presenta un bandeo considerable.

Madsen habla de las áreas con "motitas" que son las zonas a) vistas por Cabane y Petit, y postula que estas áreas presentes en material reducido 40% en el espesor llegan de granos en donde las bandas de deformación intersectan a las maclas en un ángulo muy oblicuo.

Sábato⁽¹⁸⁾ ha observado recristalización en uranio durante forjado en frío y en caliente. Por medio de un 70% de reducción por forjado en frío obtiene recristalización parcial. Con forjado a 550°C y 50% de reducción, nuevamente observaron recristalización parcial. En ambos casos con recocidos de 1 minuto a 550°C obtiene recristalización total.

La recristalización de policristales deformados a temperatura ambiente fué estudiada por Fisher⁽¹⁹⁾, Holden⁽²⁰⁾, Cahn⁽²¹⁾ Calais⁽²²⁾ y Libanati⁽²³⁾.

Fisher y Holden dan como porcentaje de deformación mínima a aplicar al uranio policristalino para provocar la recristalización, alrededor del 1%. Este valor es pequeño comparado al valor admitido para otros metales, que es del orden de 2.5% a 3%.

Los granos obtenidos en la recristalización no son mayores de 2 mm, muy pequeños comparados con los obtenidos en Fe, Al, Cu (varios cm).

Cahn ha propuesto efectuar la deformación crítica no a la temperatura ambiente, sino a temperaturas superiores a los 400°C donde la deformación plástica se efectuará más fácilmente por deslizamiento que por maclado. Esta deformación deberá ser seguida por una recristalización a alta temperatura para no engendrar maclas de deformación en el curso del enfriamiento.

Calais ha estudiado la recristalización de monocristales imperfectos de uranio por medio de deformación crítica con los distintos modos de deformación. Por este método ha obtenido cristales perfectos del orden de 10 a 12 mm x 2 a 5 mm x 0.5 a 1 mm.

Como conclusión de este estudio se llega a 1) deslizamiento mayor con deslizamiento cruzado, conduce a granos muy grandes de deformación crítica, comprendido entre 10 y 12%. 2) Sistema de macla y sistema de deslizamiento mayores, la deformación crítica es menor, entre 2 y 6%. 3) Un sistema mayor de maclas ((112),(172) o (121)), acompañado de deslizamientos o maclas menores (130), la deformación está situada entre 3 y 6%. 4) Bandas mayores de deformación, la deformación mínima necesaria para la formación de nuevos cristales perfectos de recristalización, varían entre 6 y 10 %.

Libanati, Calais y Lacombe han obtenido grandes cristales que crecieron luego de la deformación crítica, deformando por tracción de 2 a 7% partiendo de policristales y luego recociendo en el límite superior de la fase α (48 hs a 650°C).

I.3.c Crecimiento de Grano

Madsen⁽¹¹⁾, ha obtenido como máximo tamaño de grano 30μ , y considera como causa más probable de la detención del cre-

cimiento la presencia de inclusiones y el examen microscópico muestra los límites de granos frenados en muchos puntos por las inclusiones - (uranio con composición de impurezas 5000 ppm).

I.3.f. Recristalización Secundaria

Se ha observado recristalización secundaria, crecimiento exagerado o crecimiento discontinuo en uranio de alta pureza (100 ppm). Libanati⁽²³⁾ ha obtenido cristales de un tamaño medio de 3 a 4 mm y 1 a 2 mm, diseminados en una estructura de grano fino y alargados en la dirección paralela a la de laminado.

I.4 Texturas de Recristalización

En el uranio fuertemente deformado por laminación la textura de recristalización, aparece después de 420°C⁽¹⁵⁾.

Por medio de curvas dilatométricas Cabane y Petit observaron que la reorientación no comienza antes de 412°C, ella continúa a 431°C y recién es completa a 467°C. La dilatometría permite afirmar que este cambio de orientación es un fenómeno mucho más isotérmico y rápido que el proceso de recocido que le precede. Si se continúa el recocido a las temperaturas superiores no hay más cambios de textura hasta que se produce la transformación alotrópica.

Lloyd y Mueller⁽²⁴⁾ han estudiado las orientaciones preferidas de 5 tipos distintos de material y obtuvieron datos con rayos X para 4 figuras polares (020), (110), (002) y (200). Ellos han observado un cambio en la orientación preferida, recociendo aún a ba-

jas temperaturas en largos períodos de tiempo. La orientación preferida observada después de recristalización completa a 380°C y 400°C es similar y difiere poco de la textura de laminación, pero diferente de la recristalización a 450°C. Las variaciones observadas en la textura resultante de recocidos a diferentes temperaturas están relacionadas con las direcciones cristalográficas de los granos que crecen absorbiendo a los muy pequeños establecidos en la primer etapa de la recristalización.

T A B L A No.V

Componentes mayor y menor de las texturas de
recristalización del uranio

Recristalización Primaria						Recristalización Secundaria		
Mueller, Knott y Beck (8)			Mitchell y Rowlands(10)			Libanati, Calais, Lacombe(23)		
1	2	3	1	2	3	1	2	3
(9,0,25)								
(103)	010	(010)	(102)	010	(010)	(203)	010	(010)
(100)	010	(010)				(110)	110	(140)
(7,7,19)*		(3,13,0)*						
(113)	110	(140)						
(2,2,15)								
(116)	411	(553)						

1. Plano paralelo a la superficie de la lámina.
 2. Eje paralelo a la dirección de laminado.
 3. Plano perpendicular a la dirección de laminado.
 *. Componente principal.

I.5 Modos de Deformación

La deformación plástica de uranio de fase α fué extensamente estudiada por Cahn⁽²⁵⁾. Los sistemas de deformación que más comunmente se presentan son: maclado y deslizamiento y menos frecuentemente bandas de deformación (kinking).

Las maclas no se ensanchan pero son muy numerosas. Se forman por calentamiento y enfriamiento, por deformación (extensión, compresión, bandeado) o por abrasión. Se ubican cerca del polo (130) y las menos tienen el sistema $\{112\}$, otras cerca del polo (172) y $\{121\}$.

El deslizamiento se produce sólo por deformación, las líneas de deslizamiento son muy finas a temperatura ambiente y cuando son muy numerosas están cercanas entre sí (aproximadamente 1μ). Se observa también deslizamiento cruzado. Como ocurre en otros metales, la dirección de deslizamiento es la más densa, siendo para uranio $\langle 001 \rangle$ y el plano más denso $\{010\}$. También ocurre pero más ocasionalmente en la dirección $\langle 011 \rangle$ y plano $\{110\}$ con el eje $[1\bar{1}2]$. Las bandas de deformación (kinking) se encuentran después de una deformación por compresión o tracción.

Calais, Lacombe y Simenel han estudiado los mecanismos de deformación actuantes durante la deformación por tracción de monocristales imperfectos de α . Para ciertas orientaciones han observado el predominio de ciertos mecanismos como el deslizamiento (010) o las maclas (172), o (112) o (121) acompañados de mecanismos menores.- Por lo tanto, se puede explicar la gran dispersión de valores de deformación crítica necesaria para la recristalización. Cuando actúan bandas de deformación la recristalización procede de un mecanismo de germina-

ción orientada, y en el caso de deformación por deslizamiento la recristalización se produce por crecimiento selectivo.

I.6 Curvas Tensión-Deformación

El estudio de la deformación por tracción ha sido utilizado para la obtención cualitativa de los modos de deformación actuales en el uranio. El trabajo de Lacombe, Calais y Simenel⁽¹⁴⁾ de algunas curvas de tracción de monocristales imperfectos de uranio, mostró las sinuosidades ocasionadas por la producción de maclas (Gráfico No.2).

Como en este trabajo se estudian las curvas tensión deformación de policristales, se considera necesario resumir algunos estudios realizados en otros metales.

La representación gráfica de la tensión necesaria para obtener un cierto alargamiento en un policristal deformado por tracción, es una curva que generalmente sigue la ley de la ecuación de una parábola. Existen casos en los que las curvas no son exactamente parabólicas debido a diversos fenómenos que se desarrollan en el curso de la deformación.

De una manera general se puede considerar una curva de deformación compuesta de 4 zonas (Gráfico No.3).

1) Porción reversible: OA - 2) Primera zona de deformación plástica: AB
3) Porción lineal: BC - 4) Zona de grandes deformaciones: CD.

1) En el caso de metales puros y bien recristalizados, la pendiente de la porción reversible es del orden de $\frac{E}{5}$ a $\frac{E}{10}$ (E: módulo elástico

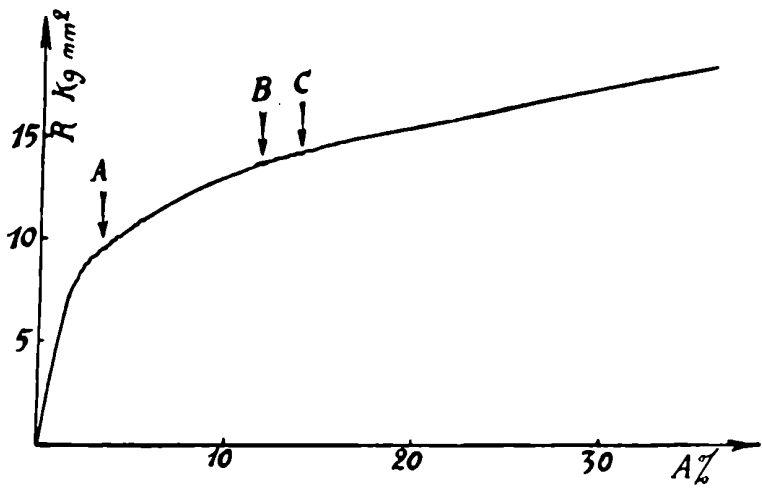


Figura No.2: Curva de tracción de un monocristal imperfecto estirado siguiendo el eje [120]. En A las inflexiones son debidas a la aparición de maclas (172 luego del deslizamiento (010). En B, valor de la deformación crítica. En C aparición de maclas (130).

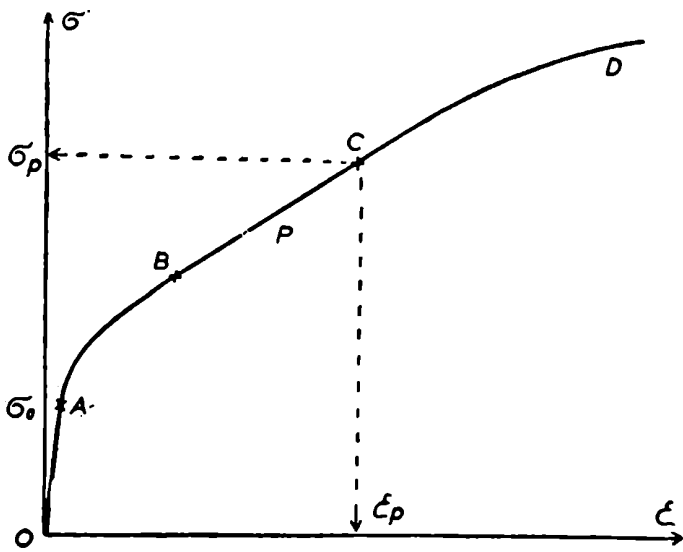


Figura No.3: Descomposición de una curva de tracción en el caso más general.

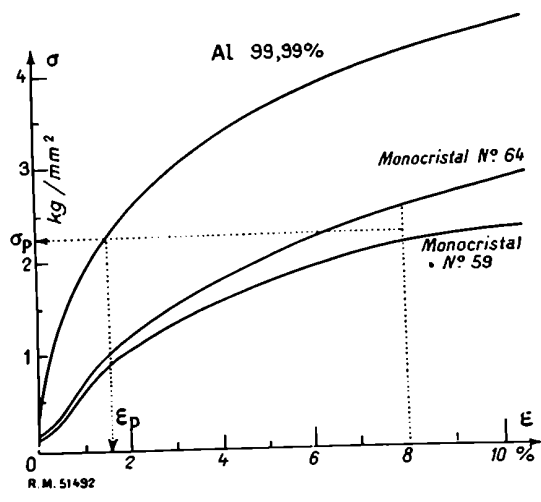


Figura No.4: Comparación de la curva de tracción de un policristal con la de un monocristal que se deforma con dos sistemas de deslizamiento.

teórico). Esta primera parte de las curvas de tracción es una porción "pseudo-elástica".

2) Primer zona de deformación plástica: cuando se ha pasado el límite de proporcionalidad, los deslizamientos comienzan a ser bloqueados sobre las barreras de Cottrell y no son más reversibles, aparece la consolidación que varía según una ley de la forma $\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{\alpha}{\varepsilon^{(1-m)}}$ donde (1-m) tiene un valor negativo en el caso de monocristales, mientras que en policristales es del orden de $\frac{1}{2}$. A esta zona se la puede llamar "elástica-plástica" pues tiene una cierta proporción de deslizamientos reversibles. El aporte más importante para esta zona es la consolidación intergranular σ_j que crece más rápidamente al principio de la deformación, llegando a un máximo al final de esta zona. A partir de esta región todo nuevo aumento en la consolidación de un policristal es sólo intracristalino.

3) Zona de deformación lineal: los límites de grano no intervienen más y el mecanismo de deformación es el mismo en un monocristal que en el policristal. Este mecanismo de deformación necesita un cierto valor de la tensión y es función de la temperatura y de las impurezas. Este valor de la tensión es el necesario para arrancar a las dislocaciones apiladas sobre las barreras de Cottrell. El punto de transición que aparece en esta zona, es un fenómeno de origen intracristalino bien definido, y por lo tanto existe en los poli y monocristales.

4) Zona de grandes deformaciones: A partir del punto de transición, las dislocaciones son arrancadas, y permiten el desarrollo de nuevos bucles por un aumento de tensión más débil; el porcentaje de consolidación de-

minuye y la curva se inflexiona. Al mismo tiempo, el rearrreglo de las dislocaciones al apilarse en paredes produce una fragmentación de los granos observable con rayos X⁽²⁶⁾.

Las curvas de tracción pueden representar, en realidad, por dos parábolas, para las cuales se puede admitir la expresión matemática de Ludwick⁽²⁷⁾. Las ecuaciones son $\sigma = \sigma_0 + A\varepsilon^m$ y $\sigma' = \sigma'_0 + B\varepsilon^n$ donde σ : tensión aplicada, ε : alargamiento racional, σ_0 y σ'_0 : límite de proporcionalidad, A, m y B, n : coeficientes.

Por medida directa de la pendiente en cada punto de la curva tensión deformación, se constata que el punto de transición - corresponde a un cambio de curvatura. Es necesario señalar que el cambio es brusco, y no es una zona de transición o superposición de 2 términos parabólicos. Este punto de transición es característico del metal y lo designaremos con el nombre P.T.

Crussard y Jaoul⁽²⁸⁾ han propuesto un método diferencial, que es representar en coordenadas log-log la pendiente de la curva de tracción $d\sigma/d\varepsilon$ en función de ε . Los puntos aparecen alineados sobre 2 rectas que se cortan en el punto de transición.

Jaoul⁽²⁹⁾ (30) realizó experiencias en Al y en Fe y determinó que el punto de transición coincide con el valor de la deformación crítica para producir la recristalización, siendo para distintos tamaños de grano de 2,25 Kg/mm² (Gráfico No.4). Tomando el valor de la tensión del punto de transición para policristales, observó que corresponde al de deformación crítica para monocristales. Ha observado en metales bcc que para diversas temperaturas de tratamiento térmico - después de la deformación, algunas probetas han recristalizado mientras

que otras conservan su estructura deformada. Se puede señalar, que los tratamientos térmicos en alto de la fase α de Fe no permite la recristalización de monocristales, aún después de una fuerte deformación; es que no se han alcanzado los fenómenos correspondientes al punto de transición con los monocristales. En Al, Jaoul ha observado que los gémenes de recristalización en los monocristales se ubican en las intersecciones de deslizamientos donde se forman los empilamientos de dislocaciones⁽³¹⁾.

TECNICAS EXPERIMENTALES

II.1 Máquina de Ensayo

1.1. Micromáquina de Ensayo

Se ha utilizado una micromáquina Chevenard tipo - M134 con la que se pueden realizar ensayos de tracción, flexión y cismiento. En el presente trabajo se realizaron sólo ensayos de tracción.

Se ha cambiado el modelo original de la probeta debido: 1) a la cantidad necesaria de material para el mismo, y 2) las dificultades para obtener una alineación perfecta de los agujeros con el cuello de la probeta. La Fotografía No.5 muestra un esquema detallado del nuevo modelo diseñado al respecto, que resulta más práctico y económico.

En las deformaciones se han utilizado los distintos resortes de carga según las necesidades, variando entre 50 Kg y 350 Kg. El curso de la deformación se observa sobre una pantalla, pudiéndose obtener un registro fotográfico u observar sobre un vidrio esmerilado. En el eje de abscisas se lee directamente alargamiento y sobre el eje de ordenadas carga en Kg. El aparato dispone de un potenciómetro para variar la velocidad de deformación. En el presente trabajo se ha utilizado la misma velocidad en todos los ensayos, y constante durante la experiencia, 0.50 mm/min que equivale a 12.5% de alargamiento/min. Todos los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente.

1.2 Máquina de Tracción a Mano

Para la deformación de probetas en forma de bandas

se ha construído una máquina de deformación a mano, como se ve en la Fotografía No.6. Las mordazas son tronco-cónicas y amarran a la probeta acercándose hasta que las 2 caras quedan paralelas. Además se dispone de un acople para microscopio, pudiéndose observar la evolución de la deformación. El alargamiento se puede conocer haciendo marcas sobre la probeta.

También se ha utilizado la máquina de ensayos CIFIC de 10 Ton., pudiendo conocer en ella la carga aplicada. Para tal efecto ha sido necesario construir mordazas prolongadoras pues los cabezales de la máquina se encuentran a 20 cm de distancia. El error en la lectura es de ± 5 Kg.

I.3 Dureza

Para determinar la dureza de las distintas estructuras se utilizó el durómetro Vickers. Generalmente se trabajó con 20 Kg para estructuras recristalizadas y 30 Kg para las laminadas. El valor obtenido está dado en V.P.N.

2. Microscopio

El microscopio utilizado para la realización del presente trabajo es un MEF Reichert. Como ventaja en su uso es que la probeta se apoya sobre una platina giratoria, que además dispone de 2 desplazamientos horizontales, con la cara a estudiar para abajo. Es de utilidad para probetas no perfectamente planas y examinarlas con gran aumento.

Dispone de un polarizador y analizador, de gran u-

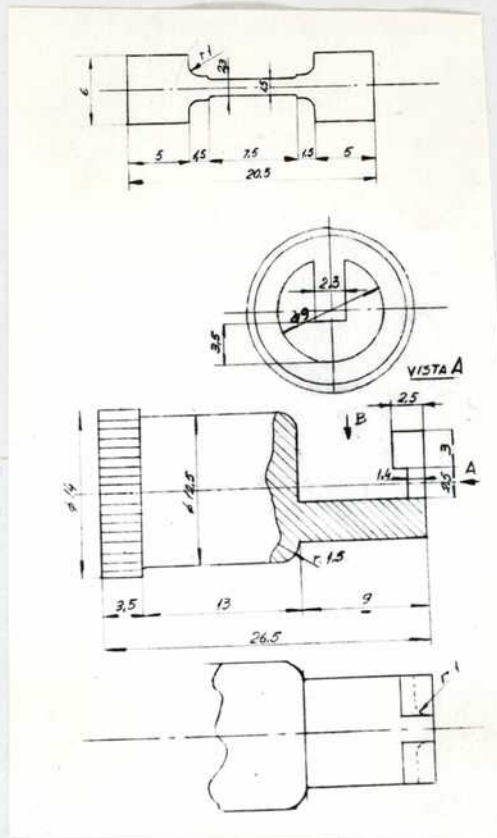


Figura No.5: Esquema de la mordaza y microprobeta de tracción.

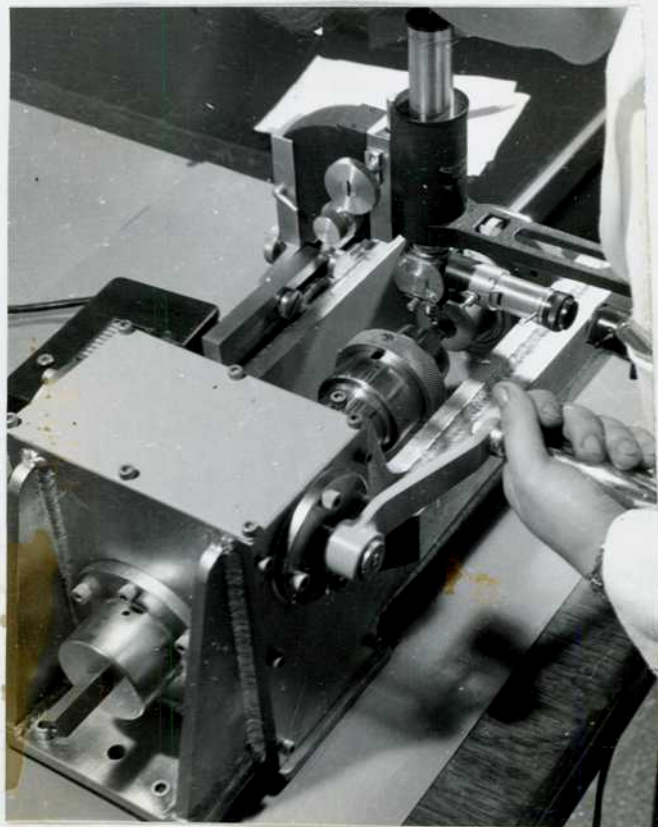


Figura No.6: Máquina de tracción manual con microscopio acoplado.

so en uranio.

También se realizó microdurometría Meyer con el microdurómetro accesorio.

3. Generador de Rayos X.

Los diagramas de difracción de los cristales han sido obtenidos en un generador de rayos X P.S.Northamerican Philips Co. tipo E 53001/12031. Se utilizó cátodo de tungsteno con 35 KV y 15 mA.

La probeta se monta sobre un porta-probeta que dispone de 3 movimientos (en la dirección de los ejes: x, y z), construido al efecto para la mejor centralización del punto a ser analizado.- El film se encuentra frente a la probeta, obteniéndose el diagrama tipo Laue en retorno. Para disminuir el tiempo de exposición, se pone -- frente al film una plancha fosforescente que permite mayor absorción del haz.

4. Hornos

4.1 Hornos Eléctricos

Los tratamientos térmicos se realizan en hornos hoizontales construidos al efecto. Para recocidos a temperatura constante se utiliza un sistema de regulación con una precisión de $\pm 7^{\circ}\text{C}$.

También se construyó un horno alimentado en toda su longitud (50mm) por 3 resistencias que pueden ser conectadas en serie o con alimentación independiente. La probeta se hace circular a lo largo del gradiente térmico a una velocidad de 1.5 cm/h, que se obtiene -

por medio de un sistema motor-reductor (Fotografía No.7).

Además se construyó un horno que tiene un sistema de regulación muy preciso. El horno dispone de una zona de 10 cm de temperatura uniforme, y el sistema de regulación permite obtener velocidades de enfriamiento del orden de $0.5^{\circ}\text{C}/\text{h}$. El circuito de enfriamiento se pinta sobre el papel de un regulador, con pintura de metal conductor (en este caso utilizamos plata). La pluma, que es conductora recibe la señal del eje x y abre o cierra el circuito de alimentación al tocar la pintura. El circuito que alimenta al eje y posee un motor-reductor que acciona el cursor del potenciómetro de manera tal que el eje recibe una caída de potencial de 10 mV a 0 mV en 100 hs. (Como una pulgada de longitud del papel equivale a 1 mV, el papel recorre 10 pulgadas en 100 hs.). La Fotografía No.8 ilustra el circuito de regulación que se construyó. La señal de temperatura se realiza a través de 4 termocuplas puestas en serie de Ni-NiCr, consiguiendo una precisión de -0.05 mV (aproximadamente 0.25°C).

La reducción en las oscilaciones de temperatura se logró por medio de:

- a) La conexión de una resistencia en serie, de modo que al abrirse el circuito de alimentación del horno la corriente circulante disminuye, pero no cae a cero.
- b) La colocación de la ampolla que contiene las muestras dentro de otra ampolla de cuarzo abierta en un extremo. Ambas ampollas se colocan dentro de un tapón cilíndrico de cerámica de 15 cm de longitud y de diámetro exterior igual al diámetro interno del horno. Este tapón dispone de 4 canaladuras en los que se apoyan las 4 termocuplas. Además

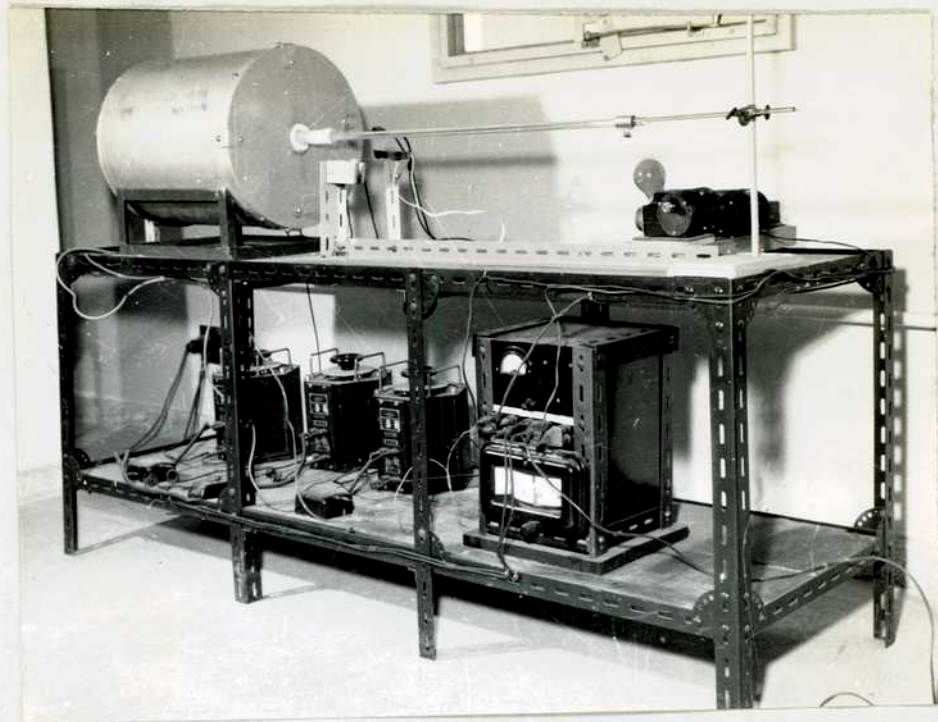


Figura No.7: Instalación del horno de recocido.

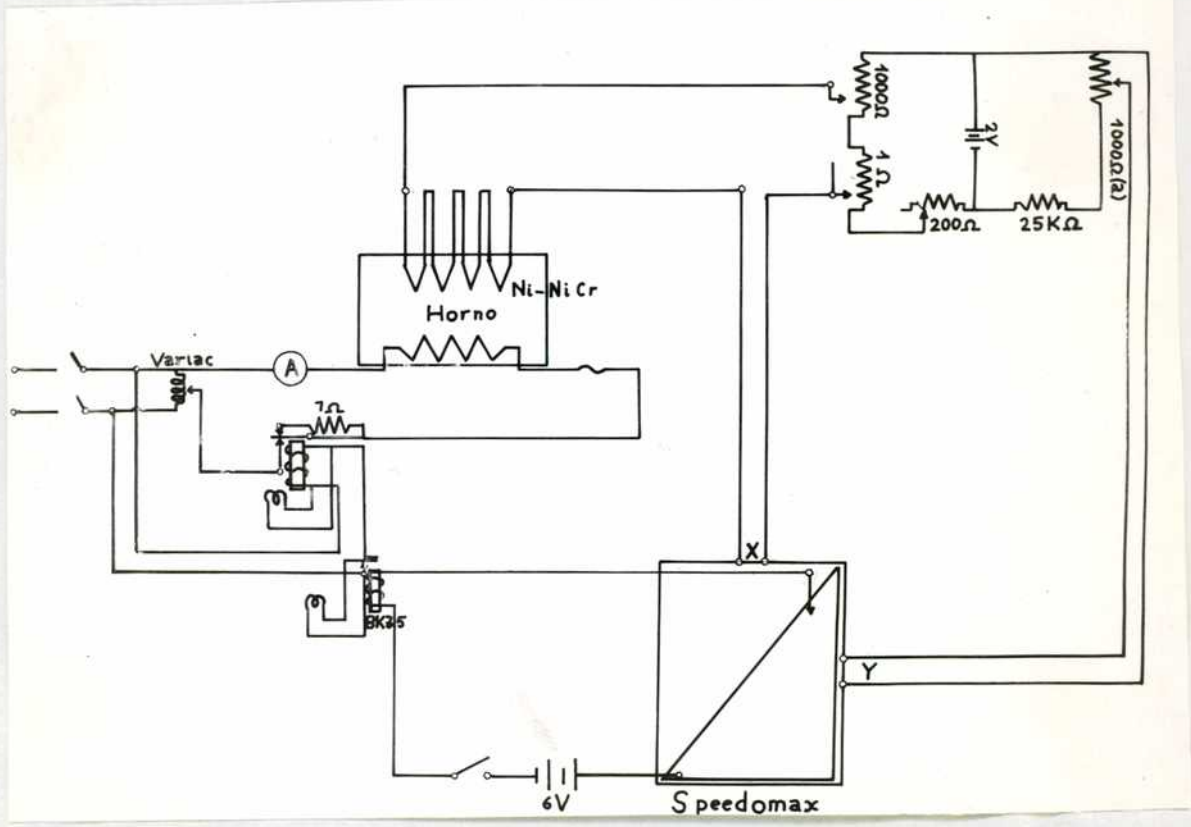


Figura No.8: Sistema de regulación para horno de recocido.

el resto de tubo, hacia ambos lados, está tapado con tapones de cerámica para evitar corrientes de aire.

La temperatura se registra durante todo el proceso en un registrador de 1 mv de escala total para potenciales hasta 29 mV a 30 mV. Para este registro se dispone de otra termocupla que pasa por el centro del tubo y se encuentra adosada a la ampolla que contiene las probetas.

4.2 Horno de Sales

Para recocidos de mayor cantidad de material, en la etapa de preparación del material, se ha utilizado un baño de sales de 65% CO_3K_2 + 35% CO_3Li_2 . Para tal fin se dispone de un horno vertical que tiene temperatura casi constante en toda su longitud. Las sales se encuentran dentro de un recipiente de hierro, y se utilizan cucharas que también son de hierro. Estas sales funden a 510°C y pueden trabajar hasta 700°C . El efecto corrosivo de estas sales ha sido disminuído considerablemente por haber introducido una pieza de uranio durante las primeras 24 hs., saturando así las sales.

5. Aparato para sellar ampollas al vacío y bajo atmósfera de argón

Dada la gran oxidabilidad del uranio, es necesario efectuar todo recocido en atmósfera inerte o en vacío. Las probetas se sellan en pequeñas ampollas de vidrio pyrex, supremax o cuarzo, según la temperatura que se realizará el ensayo.

Para recocidos hasta 400°C se utiliza pyrex bajo atmósfera de argón.

Hasta 650°C se utiliza supremax bajo vacío estático obtenido por medio de una bomba mecánica. Para mayores temperaturas se utiliza cuarzo bajo vacío. En todos los casos se quemas virutas de uranio como "getter". La Fotografía No.9, muestra el aparato construído a tal fin. Una serie de llaves de 2 o 3 vías permite hacer vacío, introducir o almacenar argón en cualquier zona del aparato. La columna barométrica permite medir la presión de las ampollas a sellar.

6. Laminadora

Se utilizó una laminadora a dúo, con rodillos de trabajado en caliente y acabado en frío.

Diámetro: 125 mm - Tabla: 200 mm.

Dispone de 4 velocidades: 32, 25, 12.5, 6 m/min.

Equipada con motor sincrónico de 10 HP.

7. Prensa

Se utilizó una prensa de hasta 60 toneladas, con una velocidad de deformación de 2.5 mm/seg.

8. Metalografía

Para la observación metalográfica de la superficie del metal se utiliza: 1°) a) pulido mecánico a papel bajo agua desde 80 hasta 600; b) pulido mecánico a papel seco de 0 a 000. 2°) Pulido electrolítico.

El baño electrolítico es una solución de ácido acético, anhídrido crómico y agua, y se trabaja con una densidad de co---



Fotografía No.9: Aparato para el sellado de ampollas de vacío.

corriente de 0.075 amp/cm^2 (32). La ventaja de este electrolito a base de ácido crómico es que debido a la débil densidad de corriente, tiene una velocidad de disolución débil (50 a $60 \mu/\text{hora}$) y uniforme en toda la superficie de la muestra.

La probeta se encuentra animada de un movimiento de rotación lento sobre sí mismo (20 vueltas/min.). La temperatura del baño es importante mantenerla entre 6°C y 8°C pues a mayor temperatura aparecen figuras de ataque. Para la revelación ulterior de la estructura se utiliza luz polarizada u otros métodos de ataque.

En el presente trabajo se ha utilizado el grabado Robillard⁽³³⁾ y luego formación de capas epitáxicas de óxido. El grabado Robillard consiste en un ataque anódico del metal con el electrolito del pulido electrolítico, utilizando una tensión muy baja de 3 a 5 volts.

Este ataque electrolítico revela los bordes de granos, las maclas, bandas de deformación y los subgranos de poligonización. Con el grabado se observan más detalles que con el examen en luz polarizada. El gran interés en el método del grabado electrolítico es de permitir el crecimiento ulterior de capas epitáxicas de óxido que facilitan considerablemente el examen microscópico del uranio

La capa epitáxica de óxido se forma simplemente dejando la superficie grabada en contacto con el aire a temperatura ambiente⁽³³⁾. Se constata el crecimiento progresivo de las capas de óxido con matices de interferencia que aparecen epitáxicamente, es decir, según la orientación. El crecimiento de la capa es lento, obteniéndose buen contraste después de varios días.

MATERIALES UTILIZADOS

1. Composición

Se ha trabajado con uranio de distintas purezas. Al principio se utilizó uranio argentino operación 13, que se presenta en lingotes de fundición de 65 mm de diámetro. Con este material se han puesto a punto las distintas operaciones, no habiéndose completado el trabajo con él para evitar las derivaciones provocadas por un alto contenido de impurezas.

Luego se trabajó con uranio de alta pureza obtenido por electrólisis⁽³⁴⁾. El contenido de impurezas de este material es el siguiente (en ppm):

C: 15 N 10 O 16 Si 20 Mg 1

Algunas experiencias complementarias fueron realizadas con uranio de origen alemán con el siguiente contenido de impurezas (en ppm):

Si: 45	N: 2.7	Cl: 7.5	As: 1.7	B: 0.1	Cd: 0.5	Fe: 275
Mn: 10	Cr: 6	Cu: 4	Co: 1.8	Ni: 1.8	Al: 700	V: 4
Mo: 1	P: 6.7					

2. Preparación del Metal

Partiendo de un cilindro de 30 mm de altura se llega a una lámina de 1 mm de espesor mediante las siguientes operaciones:

2.1 Prensado

La estructura de fundición se rompe deformando por prensado en caliente un 50%, en la dirección paralela al eje del cilindro. Para tal fin se monta el cilindro entre 2 planchas con soportes - del espesor que tendrá al final la muestra. El espesor final es de 16 mm.

2.2 Laminación en Caliente

Se lamina a 600°C en la dirección perpendicular al eje del cilindro llevando el espesor hasta 10 mm; con reducciones del 8% por pasada. Para el cálculo del porcentaje de deformación se emplea la ecuación $\frac{e_i - e_f}{e_i} \times 100$, donde e_i es el espesor inicial y e_f el espesor final.

Las muestras luego son frenteadas en el torno, dejando un paralelepípedo sin defectos de superficie.

2.3 Laminación en Frío

La laminación se realiza luego de un recocido intermedio de ablandamiento. Se utilizaron tratamientos térmicos diferentes:

a) Recocidos en fase α entre 475°C y 600°C.

La Figura No.10 muestra un aspecto de una plancha de uranio alemán laminado 30% en frío, luego de un recocido de 1 h a 525°C según el método indicado por Fisher (parágrafo I.1). Se advierten cracks profundos que inutilizan el material y que comenzaron a manifestarse con 20% de

reducción en frío. Este comportamiento obligó a desechar el método empleado por Fisher para el laminado.

b) Recocido con cambio de fase .

Este consiste en 2 etapas: a) 30 minutos a 720°C (fase β) para obtener una estructura con orientación al azar; b) 2 horas de 500°C para eliminar las tensiones creadas en el cambio de fase.

La única modificación que realizamos con respecto al original fué la disminución del recocido en fase α . Se ha reducido el tiempo de 5 hs. a 2 hs pues los resultados fueron los mismos.

La Fotografía No.11 muestra una plancha de uranio americano laminada 73% en frío. El material laminado por este tratamiento se identifica con la letra X.

c) Recocido de 48 hs. a 350°C .

La aplicación de este tratamiento térmico se deduce de las conclusiones de esta tesis. Este recocido no produce recristalización total pero aumenta la ductilidad del material (véase parágrafo 1.1.2.1). Ha sido utilizado para laminar uranio de alta pureza y también uranio alemán en menor pureza. Se llegó a espesores de $30\ \mu$.

La Fotografía No.12 muestra el aspecto de una plancha de uranio alemán laminada 85% en frío. Puede observarse que la superficie no presenta escamas ni poros grandes y los bordes no están crackeados. El material laminado por este tratamiento se identifica con la letra Y.

La evolución de la estructura se siguió por medio de la dureza Vickers obteniéndose una relación lineal entre la dureza y el porcentaje de laminado como se ve en el Gráfico No.13.



Figura No.10: Uranio alemán^{1x}
laminado por método Fisher,
20% de reducción en frío.



Figura No.11: Uranio ameri-^{1x}
cano. Material X laminado.
73% de reducción en frío.

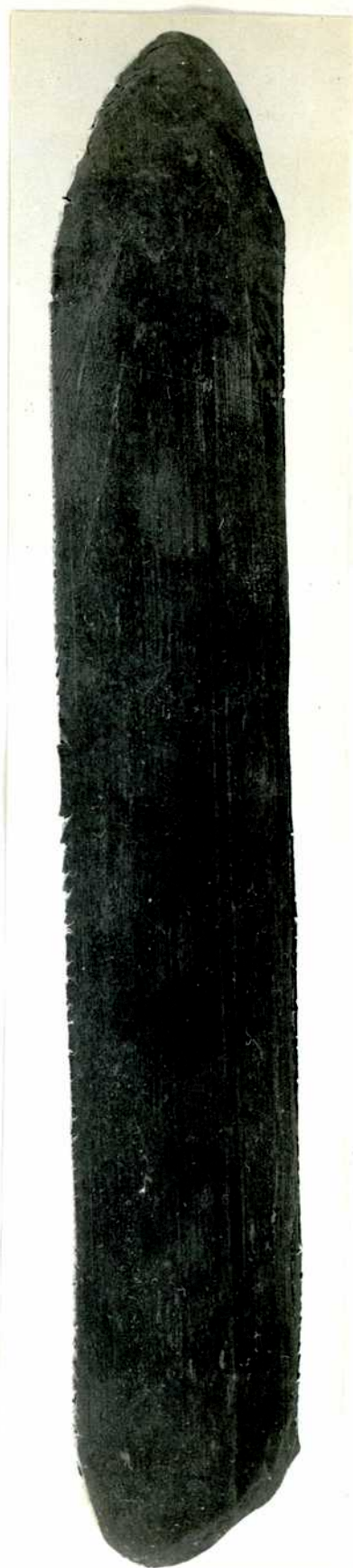


Figura No.12: Uranio alemán^{1x}
laminado con el método obte-
nido en esta tesis. 85% de
reducción en frío.

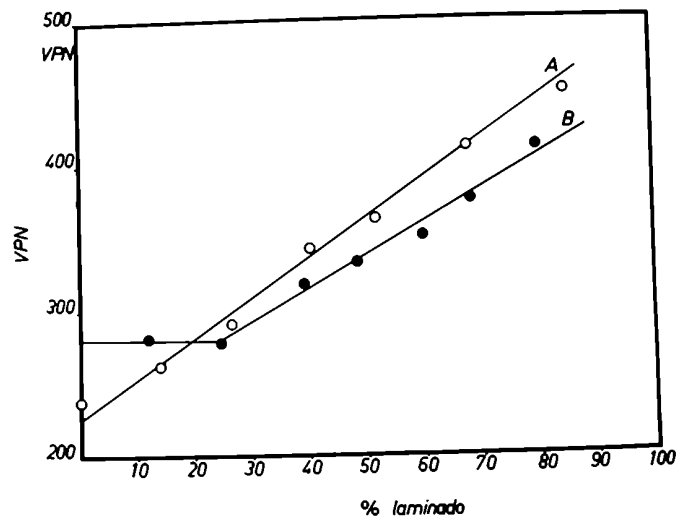


Gráfico No.13: Dureza UPN en función del porcentaje de laminado.

A: Material laminado luego de un recocido de 48 hs a 350°C.

B: Material laminado luego de un recocido de 30 minutos 720°C + 2 hs 500°C.

RESULTADOS

A. Evolución de la Recristalización en Estructuras de laminación

1. Estudio Metalográfico y de las Curvas Tensión/Deformación

1.1. Material laminado luego de un recocido previo de 30 minutos a 720°C + 2 horas a 500°C.-

Este material se individualizará con la letra X.

La estructura de laminado es la que se observa en la Figura No.14, un detalle de su aspecto de la deformación por tracción se muestra en la Fotografía No.15. La curva tensión/deformación es la de la Figura No.16, con una tensión a la rotura de 110 Kg/mm² y 18% de alargamiento.

Para estudiar la evolución de la recristalización se efectuaron recocidos desde 300°C a 630°C y se variaron los tiempos entre 1 minuto y 15 días, obteniéndose toda una gama de estructuras - parcial y totalmente recristalizadas.

1.1.1. Con 15% de reducción por laminación en frío.

Tratamientos térmicos posteriores a la laminación: 5 hs a 565°C con enfriamiento lento.

La Fotografía No.17 muestra la estructura obtenida. En ella se puede apreciar que los granos de recristalización tienen forma alargada en la dirección de laminado. El tamaño de grano no es muy uniforme debido a la heterogeneidad en la deformación, siendo su valor promedio de 100 μ aproximadamente. Los granos se encuentran agrupados en bandas de orientación vecinos y por su forma se advierte

que el crecimiento de grano no ha terminado.

La Figura No.18 muestra la deformación de la estructura luego de la tracción a rotura.

La curva tensión/deformación es del Gráfico No.19 con una tensión a la rotura de 64 Kg/mm^2 y 9% de alargamiento.

1.1.2. Con 80% de reducción por laminación en frío.

1.1.2.1. Tratamientos térmicos posteriores a la laminación

α . 5 horas a 300°C .

Micrográficamente no se detecta recristalización. La Fotografía No.20 muestra el detalle de la deformación por tracción en la dirección de laminado. La curva tensión/deformación correspondiente es la No.141 del Gráfico No.22.

β . 5 horas a 350°C .

Se observa una estructura parcialmente recristalizada característica, cuyo porcentaje de recristalización es difícil de determinar por variar de un extremo a otro de la probeta (Fotografía No. 23). La Fotografía No.21 fué obtenida después de la tracción. La curva tensión/deformación es la No.125 del Gráfico No.18.

γ . 48 horas a 350°C

Quedan escasas zonas sin recristalizar (zonas D) (ver parágrafo I.3.d) y el crecimiento de grano en las zonas A y B no es

homogéneo (Fotografía No.24). La deformación por zonas según la etapa de recristalización es claramente mostrada en la Figura No.25. La Fotografía No.26 muestra el detalle de la deformación en una zona no recristalizada y en la Fotografía No.27 puede verse la deformación de una zona recristalizada de grano muy chico (5μ).

No se pudo observar variación cuantitativa de la microdureza en estas zonas, sino solamente una pequeña deformación de la impronta (Fotografía No.28) en las bandas no recristalizadas.

δ . 5 horas a 380°C .

Aumenta el porcentaje de recristalización y el crecimiento de grano. La curva 138 del Gráfico No.22 corresponde a una probeta que ha sufrido este tratamiento. La Fotografía No.29 ilustra el estado original, mientras que en la Figura No.30 obtenida después de la tracción se observa una banda del tipo D que comenzó a recristalizar.

é . 1 hora a 400°C .

Se obtiene un 95% de recristalización (Fotografía No.31), la curva 116 del Gráfico No.22 ha sido obtenida de esta estructura.

Análisis de las Curvas de Tracción:

1^o) Para este tipo de estructuras se observa un alargamiento anormal con respecto a las estructuras totalmente recristalizadas.

La forma de la curva no es parabólica por no ser un metal perfectamente recristalizado. La mayor diferencia entre ellas es la primera y segunda zonas de las curvas.

La primera región presenta un deslizamiento semejante al observado en monocristales o en probetas de tamaño de grano grande, sean por cambio de fase o de deformación crítica. El deslizamiento es mayor para menor porcentaje de recristalización.

La segunda región es más empinada debido a que actúan otros sistemas de consolidación; esta zona presenta menor pendiente a medida que aumenta el porcentaje de recristalización.

La última región que corresponde a las grandes deformaciones es coincidente con las distintas estructuras manteniéndose casi constante la tensión durante todo el alargamiento.

En todos los casos se observó rotura frágil y se produjo en el centro del cuello.

2º) Los ensayos de tracción realizados en 3 direcciones diferentes con respecto a la dirección de laminado, dan elongaciones muy semejantes.

1.1.2.2. Estructuras Totalmente Recristalizadas

El cuadro siguiente, resume los tratamientos térmicos posteriores a la laminación:

T A B L A No.VI

Tratamientos térmicos posteriores a la laminación
para obtener estructuras totalmente recristalizadas
a partir de material X

No.	Recocido	Tamaño Grano μ	Observaciones
I	5 hs 450°C	14	Bandeado Pronunciado
II	5 hs 565°C	15	Sin Bandeado
III	1' 600°C	9	Bandeado Pronunciado
IV	5 hs 600°C	17	Sin Bandeado
V	24 hs 600°C	40	Sin Bandeado
VI	15 días 600°C	40	Bandeado

Observando metalográficamente las distintas estructuras se observa la evolución del crecimiento de grano luego de la recristalización primaria. Con recocidos a baja temperatura (I 5 hs. a 450°C) se obtiene un tamaño de grano de 15 μ y bandas con orientación preferida muy pronunciada, dispuestas siempre en la dirección de laminado (Fotografía No.32).

A medida que se aumenta la temperatura los granos se van individualizando por crecimiento selectivo, es así que ya a 565°C la estructura es bien contrastada, el bandeo es mínimo (Fotografía No. 33), y con 24 hs a 600°C (V) el tamaño de grano aumentó a 40 μ (Fotografía No.34).

Prolongando el recocido mucho tiempo (de 7 a 15 días a 600°C) no se pudo conseguir hacer crecer más el grano, sino que se volvió a una estructura con bandeado pronunciado (Fotografía No.35)

El recocido No.III de 1 minuto a 600°C permitió obtener estructuras totalmente recristalizadas pero de tamaño de grano inferior a 10 μ y con orientación preferencial por bandas muy notoria.

Los resultados presentan una cierta dispersión debido al grado de recristalización y crecimiento de grano obtenido. Micrográficamente la estructura de recristalización es la que muestra la Fotografía No.36, observándose heterogeneidad en el tamaño de grano.- La curva No.159 fué obtenida de otra probeta y la estructura de deformación por tracción es la que se ve en la Fotografía No.37. Así pues, se ve en el Gráfico No.40 la curva 149 con una estructura de deformación como muestran las figuras 38 y 39.

El Gráfico No.41 resume las curvas de tensión/deformación de los distintos tratamientos térmicos. En la deformación cada grano actúa individualmente pudiendo apreciar las figuras 42 y 43 como los distintos sistemas de deformación terminan en el límite de grano.

Análisis de las Curvas de Tracción

1º) Las curvas de tracción de estas estructuras - presentan muy poco alargamiento y poca tensión a la rotura.

La forma de la curva para una estructura totalmente recristalizada sin bandeado es parabólica, no así las que presentan

bandeado. Por lo tanto, en una curva como la IV es aplicable la ecuación de Ludwick, habiéndose determinado en ella el punto de inflexión y las constantes A y m para la primera zona, y B y n para la segunda. Por medio del análisis diferencial representando $d\sigma/d\epsilon$ en función de ϵ en escalas logarítmicas los puntos se alinean sobre 2 rectas que se cortan en un punto. El valor de la tensión en el punto de transición coincide con el valor de la tensión para la obtención de la recristalización posterior de una estructura totalmente recristalizada que es de 50 Kg/mm^2 con un alargamiento de 3%.

2º) Los ensayos de tracción realizados en 3 direcciones diferentes con respecto a la dirección de laminado, dan curvas superponibles, por lo tanto no se nota el efecto del ángulo formado entre la dirección de tracción y de laminación.

1.2 Material Laminado 80% en frío luego de un Recocido Previo de 48 hs a 350°C .

Este material se individualizará con la letra Y.

La estructura de laminado es la que se observa en la Figura No.44, un detalle de su aspecto de la deformación por tracción se muestra en la Fotografía No.45. La curva tensión/deformación es la de la Figura No.46, con una tensión a la rotura de

1.2.1. Estructuras Parcialmente Recristalizadas

Tratamientos térmicos posteriores a la laminación.

β. 5 horas a 350°C .

Se observa una estructura parcialmente recristali-

zada (Fotografía No.47) pero con mayor porcentaje de recristalización que el tratamiento β del material X. La curva tensión/deformación es la No.216 del Gráfico No.48.

γ . 48 hs a 350°C.

Se puede apreciar la Fotografía No.49 obtenida de la estructura y su comportamiento después de la deformación (Fotografía No.50). Se observa un menor bandeo comparando con la Fotografía No.25 para el mismo tratamiento térmico. En el Gráfico No.48 la curva 202 corresponde a este recocido.

δ . 5 hs a 380°C.

La estructura resultante de este tratamiento es como lo muestra la Fotografía No.51. La curva tensión/deformación correspondiente es la No.217 del Gráfico No.48.

Análisis de las Curvas de Tracción.

Este tipo de estructuras presentan mucho alargamiento pero mayor tensión a la rotura que la obtenida con material X.

Las curvas no son parabólicas, y presentan 2 regiones bien diferenciadas. La primer zona debida al endurecimiento por trabajado presenta una pendiente pronunciada sin observar deslizamiento - previo.

La zona de grandes deformaciones la tensión varía poco para mayor porcentaje de recristalización.

1.2.2. Estructuras Totalmente Recristalizadas.

T A B L A No.VII

Tratamientos Térmicos Posteriores a la Laminación para
obtener estructuras totalmente Recristalizadas
a partir de material Y

No.	Recocido	Tamaño Grano μ	Observaciones
I	5 hs 450°C	14	Estructura bandeada
II	5 hs 565°C	16	Poco bandeado
III	1' 600°C	9	Poco bandeado
IV	5 hs 600°C	35	Sin bandeado
V	24 hs 600°C	50	Sin bandeado
VI	150 hs 350°C	13	Bandeado pronunciado

Observando metalográficamente las distintas estructuras se observa una evolución del crecimiento de grano luego de la verdadera recristalización. Con recocidos del tipo I (5 hs a 450°C) se obtiene un tamaño de grano de 14 μ con bandas de granos que presentan una orientación preferida pronunciada (dispuestas en la dirección de laminado (Fotografía No.52). A medida que aumenta la temperatura la estructura se ve bien contrastada y los granos han crecido (Fotografía No.53) y con 24 hs a 600°C (V) el tamaño de grano aumentó (Fotografía No.54).-

Con recocidos prolongados se observa bandeado pronunciado, así pues a 350°C se obtiene una estructura totalmente recristalizada pero con una fuerte textura. Las bandas crecen en la dirección de laminación (Fotografía No.55).

Con recocidos de 1 minuto a 600°C se obtiene estructura totalmente recristalizada y con orientación preferida notoria. Las curvas de tensión/deformación se observan en el Gráfico No.56.

El Gráfico No.56 resume las curvas tensión/deformación correspondientes a las distintas estructuras obtenidas. Para estructuras bien contrastadas (recocido IV), los granos actúan individualmente en la deformación, como muestra la Fotografía No.57.

Análisis de las curvas de Tracción.

Las estructuras que presentan bandeado, en la primer zona de la curva se observa mayor deslizamiento, comparando con una estructura muy contrastada (tratamiento III).

En estas estructuras se observa punto de fluencia para recocidos por encima de los 400°C , siendo muy marcado para el caso I (5 hs a 450°C).

En la curva de tracción obtenida del tratamiento No.IV debido a su forma parabólica, es aplicable la ecuación de Ludwick y el análisis diferencial. El punto de transición de la curva se presenta a 50 Kg/mm^2 con 3.5% de alargamiento.

2. Durometría

En el cuadro siguiente se resumen los valores de -

dureza en V.P.N. de las distintas estructuras obtenidas en los casos 1.1. y 1.2.

T A B L A No.VIII

Materi al	Lamina ción	5 hs	48 hs	5 hs	1'	5 hs	5 hs	24 hs	150 hs
		350°C	350°C	380°C	600°C	450°C	565°C	600°C	350°C
					III	I	II	V	VII
X	335	298	275	285	260	235	222	222	
Y	471	290	253		250		222	220	203
									183
									223
Mate rial		15 días 600°C		$\beta \rightarrow \alpha$					
		VI							
X		200	210	179					
			190						
Y				175					

En estructuras que presentan bandeado, la impronta se deforma según la zona que incluyó tomando forma romboédrica, de allí la dispersión de los resultados observados. En estructuras lamina das o totalmente recristalizadas (sin bandeado) la forma de la impron ta es cuadrada.

B. Evolución de la Recristalización en Policristales Débilmente Deformados.

1. Estructuras de Tamaño de Grano hasta 100μ .

Estas estructuras policristalinas se obtienen mediante los diferentes tratamientos térmicos enumerados en los párrafos A 1.1.1, A 1.1.1.2 y A 1.2.2. Luego de la deformación por tracción sin llegar a rotura, las probetas fueron sometidas a un recocido de 48 hs a 630°C con enfriamiento lento.

Para cada serie de policristales se ensayaron deformaciones por debajo y por encima del punto de deformación crítica. En el Gráfico No.58 se ilustra un caso de 3 probetas provenientes de un mismo recocido (tratamiento No.IV) traccionadas a distintas tensiones.

En la Tabla No.IX se ilustran 2 casos experimentales de la deformación crítica y los resultados obtenidos luego del recocido de 48 hs a 630°C .

T A B L A No.IX

Determinación Experimental del Valor de la Tensión Crítica para obtener Recristalización de Estructuras Policristalinas

Tratamiento Térmico	Probeta No.	Deformación	Tensión	Resultados
		%	Kg/mm ²	
IV 5 hs 600°C	89	1	46.3	Restauración
	90	3	61	Deform.crítica.Algunos granos.
	92	4	83	Recristaliz.total
V 24 hs 600°C	101	3.5	27.6	Restauración
	102	4.75	52.5	Def.crit.Alg.granos
	103	9.9 rot.	78	Recristaliz.total

La Fotografía No.59 ilustra el aspecto obtenido en una probeta luego de haber sufrido deformación crítica y la Fotografía No.60 cuando ha recristalizado totalmente.

Las Fotografías Nos.61, 62 y 63 muestran las distintas etapas de la recristalización, así pues la Figura 61 es la etapa de la restauración, la Figura 62 presenta la coalescencia de granos débilmente desorientados y la Foto 63 la aparición de un nuevo grano en la matriz de grano chico.

2. Estructuras de Tamaño de Grano mayor de 100μ .

Las estructuras policristalinas de tamaño mayor - han sido obtenidas por medio de la deformación crítica sobre grano chico y recocido luego 48 hs a 630°C . Los granos obtenidos son perfectos a la escala del diagrama de Laue, pero debido a sus dimensiones no se pudo determinar la orientación cristalográfica.

Además se obtuvieron probetas con un tamaño de grano medio de 500μ por cambio de fase $\beta \rightarrow \alpha$ (Fotografía No.64) y monocristales por cambio de fase obtenidas con el horno descrito en el párrafo No. 4.1, como el que se ve en la Fotografía No.65.

La Tabla No.X resume los valores de las tensiones y deformaciones aplicadas a estas estructuras y los resultados obtenidos luego de un recocido de 48 hs a 630°C .

T A B L A No.X

Determinación Experimental del Valor de la Tensión Crítica
para Obtener Recristalización de Estructuras de Grano Grande

Tamaño de Grano μ	Probeta No.	Deformación	Tensión	Resultados
		%	Kg/mm ²	
200	90	5.5	50	Restauración
440	96-2	5	48	Deformación crítica. Algunos granos
500	121	29	50	Deformación crítica. Algunos granos
500	120	19	77.5	Recristaliz.total
1000	94-2	2.8	44	Restauración
2000	95-2	15.2	55.5	Deformación crítica. Algunos granos
2500	96-3	5 rotura	28	Restauración
3000	92-2	4 rotura	23	Restauración
Monocristal	50	4 rotura	15	Restauración
Monocristal	51	25	50.5	Deformación crítica. Algunos granos

DISCUSION DE RESULTADOS

A) 1. Influencia del Porcentaje de Laminado en Frío.

La recristalización por zonas característica del uranio provocada por la heterogeneidad de la deformación, es más marcada cuanto menor es el porcentaje de reducción por laminado. El crecimiento de grano también está afectado por esta heterogeneidad (Figura No.17).

Con 15% de reducción por laminado la velocidad de crecimiento es mayor que la velocidad de nucleación y para una dada temperatura pocos núcleos pueden crecer absorbiendo la matriz deformada, alcanzando tamaños de alrededor de 10μ . Estos períodos cortos son insuficientes para que las impurezas anclen el límite de grano.

Elevados porcentajes de deformación (mayor de 60%) causan una nucleación muy copiosa, invirtiéndose las velocidades de crecimiento con respecto a la nucleación, y con recocidos en el límite superior de la fase α el tamaño de grano obtenido es muy pequeño (15μ) y su crecimiento posterior se ve reducido por la naturaleza del metal, como se verá en el parágrafo siguiente.

2. Influencia de las Impurezas.

El uranio utilizado en el presente trabajo (< 100 ppm) no presenta recristalización secundaria, fenómeno observado por otros autores⁽²³⁾ en uranio de pureza semejante pero distinta composición. En efecto, con recocidos de 48 hs a 630°C no se obtuvo más de 40μ como tamaño de grano mientras que Libanati, Calais y Lacombe han obte-

nido granos de varios mm diseminados en estructura de grano chico con sólo 24 hs a 630°C . Esto permite deducir que sólo cierta clase y concentración (muy baja y bastante crítica) de impurezas determinan el fenómeno de crecimiento selectivo.

El crecimiento normal de grano también se ve afectado por la presencia de impurezas. Este efecto ha sido observado por Madsen⁽¹¹⁾ en uranio con 500 ppm de impurezas. En este trabajo, utilizando uranio con 100 ppm hemos observado el mismo fenómeno.

Para uranio laminado 80% en frío, recocidos prolongados a 630°C no permiten obtener un tamaño de grano mayor de $40\ \mu$.

Las inclusiones inhiben fuertemente el crecimiento de grano cuando la "fuerza motriz" es sólo la tensión superficial del límite de grano. Además, la "fuerza motriz" es inversamente proporcional al radio de curvatura del límite de grano.

Una impureza como el H_2 que aún en concentraciones tan pequeñas como 1- ppm, se distribuye finamente y precipita como UH_3 en el límite de grano⁽³⁵⁾⁽³⁶⁾, podría ser responsable de esta inhibición.

Los granos de $40\ \mu$ poligonales poseerían precipitados finos de UH_3 . Este precipitado no es detectable micrográficamente.⁽³⁷⁾⁽³⁸⁾

3. Influencia de la Dirección de Tracción con Respecto a la Dirección de Laminado.

No se ha observado ninguna influencia del ángulo formado entre la dirección de tracción y la dirección de laminado en la deformación por tracción. Las curvas de tracción obtenidas de estas es

estructuras en dirección paralela y perpendicular con la dirección de la laminado, son coincidentes.

4. Influencia del Grado de Recristalización y Crecimiento de Grano sobre la Ductilidad.

El presente estudio pone de relieve anomalías en la ductilidad del uranio, que son semejantes a las encontradas en metales que cristalizan en el sistema hexagonal compacto⁽³⁹⁾ y en el Fe⁽⁴⁰⁾

Herenguel, Whitwham y Priester⁽⁴¹⁾, observaron una evolución anormal de las propiedades de resistencia y dureza del Zn a temperatura ambiente, y constataron un ablandamiento marcado a medida que se aumenta la reducción de espesor por laminado en frío. Los efectos de la deformación y los tratamientos térmicos en un metal hexagonal son diferentes a los obtenidos para metales que cristalizan en el sistema cúbico.

El estudio de la recristalización aclara ciertos aspectos de esta anomalía en la ductilidad del uranio.

Debido a la heterogeneidad de la estructura de laminado la evolución de la recristalización no es homogénea. Con recocidos cortos a baja temperatura se observa que la recristalización avanza por zonas. Cuando tenemos estructura parcialmente recristalizada, encontramos simultáneamente zonas restauradas y zonas recristalizadas (tratamientos β , σ , δ), figuras 23, 24 y 29.

Las texturas de estructuras parcialmente recristalizadas varían poco con los recocidos y son semejantes a la textura de laminado.

La variable tiempo no tiene influencia notoria en estas texturas, aunque se haya producido un aumento considerable en el porcentaje de recristalización.

Recién después de recocidos a 450°C (tratamiento - térmico No.I) se observa un notorio cambio en la textura, puede decirse que se ha producido verdadera recristalización. Micrográficamente se vió que esta estructura presenta también cierta clase de bandeo, zonas en que los granos están débilmente desorientados entre sí. Al aumentar la temperatura de recocido la desorientación entre granos aumenta y también el tamaño de grano. Un recocido de 1 minuto a 600°C - que produce recristalización total pero bandeo muy pronunciado, se pudo verificar la gran influencia de ésta sobre la deformación.

Aumentando el tiempo de recocido a mayores temperaturas (500°C a 630°C), se produce una reorientación de los granos eliminándose los límites de gran ángulo.

La dureza no revela la anomalía observada en la ductilidad. La evolución de la dureza con la recristalización ocurre de la manera clásica. Sólo se observa un cambio en la forma de la impronta, así pues en zonas bandeadas toma forma romboédrica con el eje mayor en la dirección de la banda.

Las curvas tensión/deformación de las distintas estructuras reflejan las variaciones observadas en todas ellas. Las estructuras parcialmente recristalizadas se deforman por zonas y la curva de tracción correspondiente presenta distintas regiones. Puede verse en el Gráfico No.22 cómo la primer región de las curvas presentan fluencia como si actuaran granos grandes o granos provenientes de reco

cidos $\beta \rightarrow \alpha$ (comparar con la curva No.120, Gráfico No.22). Luego de una segunda región de endurecimiento por trabajado variable, presenta un gran alargamiento a carga constante. Es decir, que las bandas restauradas y las zonas recristalizadas in situ (sin variación de textura) se deforman como un grano fuertemente poligonizado (Figura 20, 21, 26).

Las curvas tensión/deformación de la Figura No.41 corresponden a estructuras totalmente recristalizadas, muestran en cambio endurecimiento por trabajado durante el ensayo (excepto la No.VI que trataremos aparte). Presentan poca elongación y alta carga de rotura, característica de la fragilidad del uranio luego de estos recocidos. La fragilidad está causada por la estructura de grano fino que impide la prolongación de la deformación a través del límite (Fotografía Nos. 42 y 43). Las diferencias observadas entre las curvas I, II, IV y V se explican por la estructura que cada temperatura de recocido produce en uranio una textura variable. El alargamiento que muestra la curva V (recocido 24 hs a 600°C) se debe al mayor tamaño de grano y evolución de la textura.

Para recocidos prolongados, curva VI, la curva tensión/deformación permite ver una fluencia en su primera parte semejante a la de las estructuras parcialmente recristalizadas. En efecto, la observación micrográfica mostró el agrupamiento de los granos en bandas débilmente desorientadas que se comportan nuevamente como granos grandes provenientes del cambio de fase $\beta \rightarrow \alpha$.

El recocido de 1 minuto a 600°C permitió obtener probetas totalmente recristalizadas con diferencias en la evolución de

la recristalización. Las curvas Nos. 149 y 159 del Gráfico No.40 muestran que cuando se tienen bandas, la deformación atraviesa los límites de grano con poca inflexión (Fotografía No.39) y el material es muy dúctil. En cambio cuando los límites de grano presentan mayor ángulo, el material es más frágil (curva No.159) (Fotografía No.37)

Las observaciones y resultados mencionados anteriormente, permitieron hacer una elección del recocido más conveniente previo a la laminación: 48 hs a 350°C que presenta ventajas notorias.

En efecto, en el parágrafo I.1 se discuten las técnicas operatorias utilizadas por diferentes autores para la preparación del uranio a laminar.

Fundamentalmente se usó: a) el recocido en fase que produce estructuras dúctiles de granos grandes poligonizados (curva 120, Gráfico No.22), y que aceptan deformación por laminado hasta de 80%; b) recocidos en el límite superior de la fase α (500-600°C) que producen estructuras poco dúctiles (curvas I,II,IV,V, Gráfico 41) y que no aceptan más de 20% a 40% de reducción por laminación según la etapa de la reducción.

El método a) exige la realización de recocidos a altas temperaturas que deben realizarse al vacío debido a la alta reactividad y fácil contaminación del material. El método b) si bien utiliza temperaturas algo menores (límite de utilización en hornos de vidrio pyrex), no proporciona estructuras suficientemente dúctiles.

El recocido preconizado en este trabajo, de 48 hs. a 350°C produce una estructura parcialmente recristalizada que es muy dúctil (curva σ Gráfico No.22), soporta grandes deformaciones y con poco endurecimiento por trabajado.

La preparación del material a esta temperatura presenta pocas dificultades técnicas, ya que los recocidos son realizables en hornos eléctricos de fácil construcción o bien en baños de sales - pues a esta temperatura es baja la reactividad del uranio.

5. Influencia del Recocido previo a la Laminación.

Todos los estudios realizados en uranio muestran - la gran importancia del método de preparación del material en su comportamiento posterior. Es entonces interesante comparar el comportamiento en la recristalización de las estructuras laminadas alrededor de 80% en frío para material X e Y.

El Gráfico No.13 muestra que el material Y endurece más rápidamente que el X durante el laminado. La evolución de la dureza por los tratamientos térmicos es la misma y ambos materiales recristalizados son igualmente blandos.

La observación metalográfica de la recristalización en material Y muestra igualmente recristalización por bandas y en forma sucesiva. Las estructuras parcialmente recristalizadas del material Y presenta la misma forma que la del material X (Gráfico 22 y 41). El porcentaje de recristalización para los mismos recocidos es mayor en X que en Y. Por esa razón en recocidos de 1 minuto a 600°C se obtienen estructuras siempre frágiles ya que ésta corresponde a una etapa más avanzada de la recristalización.

Respecto a las estructuras totalmente recristalizadas (Gráfico No.56), corresponden los mismos comentarios que para el Gráfico No.41. Se puede concluir que si bien la evolución de la recristalización es más rápida para material Y, sufre las mismas etapas.

B) Análisis de las Curvas Tensión/Deformación para Policristales débilmente Deformados.

Utilizando el método diferencial⁽²⁹⁾ se determinó el punto de transición para las curvas de tracción de policristales de distinto tamaño de grano, pero uniforme y bien recristalizado en cada caso. En el Gráfico No.66 se representan 2 ejemplos, uno para policristales de 15μ y tratamiento IV, otro para policristales de 40μ (tratamiento V). En ambos casos se observa que la tensión correspondiente a ese punto es cercana a los 50 Kg/mm^2 .

Paralelamente la experiencia indicó (curvas Gráfico No.58) que la tensión crítica es de 50 Kg/mm^2 .

La variación del alargamiento crítico para producir recristalización con el tamaño de grano, ha sido señalado por Libnati, Calais y Lacombe⁽²³⁾, pero en ese trabajo las condiciones experimentales no permitían la determinación de la tensión aplicada.

La Tabla No.X muestra que aumentando el tamaño de grano, aumenta la elongación pero se mantiene el valor para la tensión crítica en 50 Kg/mm^2 . En estructuras de grano grande la forma de la curva depende de la orientación, por lo tanto no es posible, en muchas de ellas, aplicar el método diferencial. Existen orientaciones muy dúctiles que aceptan mucha deformación con poca carga, ej. 4% y 15 Kg/mm^2 . Estas estructuras no recristalizan aún con recocidos prolongados en el límite superior de fase α . En cambio se observan casos como el monocristal No.51 de la Tabla No.X que recristaliza sólo cuando la tensión alcanzada supera los 50 Kg/mm^2 .

Se puede observar el Gráfico No.67, la dispersión

de valores para el alargamiento para el valor de $\sigma = 50 \text{ Kg/mm}^2$, siendo desde 3.25% para un policristal de 15μ hasta 12.75% para granos de 2000μ . Estos datos coinciden con los observados por Calais⁽¹⁴⁾.

Estas observaciones y los datos anteriores corroboran la idea de que el valor de 50 Kg/mm^2 deducido de la curva tensión/deformación para policristales de hasta 40μ puede extenderse a estructuras de tamaño de grano mayor y monocristales.

Este mismo concepto fué esbozado por Jaoul en sus trabajos sobre el Al⁽²⁹⁾ y el Fe⁽³⁰⁾. Ha observado que el punto de transición se debe principalmente a un aumento de la consolidación intracristalina, es por eso que la forma de la curva se ve afectada por el tamaño de grano. La recristalización no es posible sino cuando la resistencia a la deformación debida a la distorsión de la red cristalina, alcanza un cierto valor. Los monocristales de Al que sólo presentan 1 sólo sistema de deslizamiento nunca recristalizan.

Para metales que cristalizan en el sistema cúbico de cuerpo centrado, postula que la deformación a partir de la cual la curva se inflexiona corresponde a la deformación crítica de recristalización. Se puede suponer que a partir de este alargamiento en los granos, se efectúa un arreglo de dislocaciones conteniendo una fragmentación.

Aplicación de la Ecuación de Ludwick.

Se tomó como valor para el límite de proporcionalidad $\sigma_0 = 0$, pudiendo determinar A y m para la primera parte de la curva y B y n para la segunda parte.

T A B L A No. XI

Valores de las Constantes de la Ecuación de Ludwick
para las Curvas Tensión/Deformación

μ	3.000	2.500	2.000	1.000	440	100	40	15
N granos/mm ²	0.11	0.16	0.25	1	5.3	100	625	4.450
m	1	1.072	1.192	1.235	1.327	1,664	1.11	0.966
n	0.625	0.425	0.404	0.727	0.466	0.81	0.78	0.601
P.T.	10	13.5	20	31.5	35	40	45	50
A Kg/mm ²	7	12.5	14.5	10	8	8.2	13	16.5
B Kg/mm ²	7.8	13.2	18	15.5	20.5	16	18.5	24

Se observa que los coeficientes en la parte de ordenada al origen no varían sistemáticamente con el tamaño de grano.

El valor de P.T. (punto de transición) varía mucho con el tamaño de grano, acercándose los valores para policristales de 40 a 15 μ , siendo el mismo valor que el obtenido por el método diferencial.



↑ D.L.
D.T.

150x

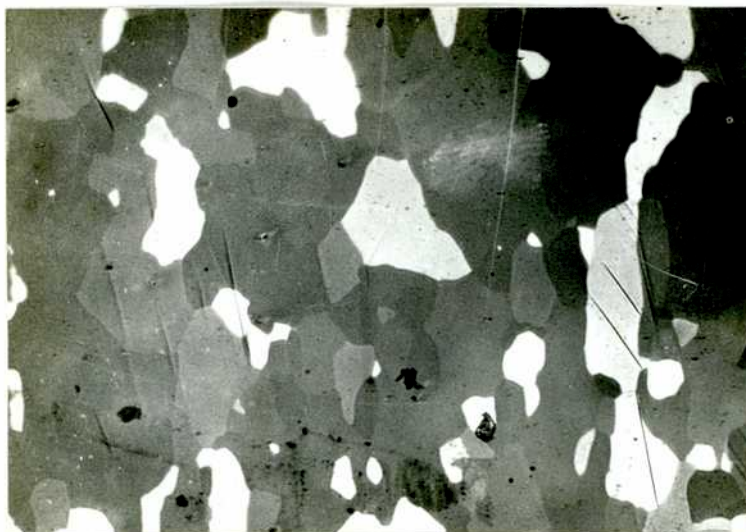
Figura No.14: Pulido Pruna. Luz polarizada
Laminado con reducción del 75% en frío.



↑ D.L.
D.T.

150x

Figura No.15: Pulido Pruna. Oxidación at-
mosférica. Estructura laminada deformada
por tracción.



4 D.L.
D.T.

150x

Figura No.17: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Material X laminado con reducción del 15%. Recocido 5 hs 565° C. T.G.:100



150x

Figura No.18: Pulido Pruna. Luz oblicua. Idem que Figura 17 luego de la tracción.

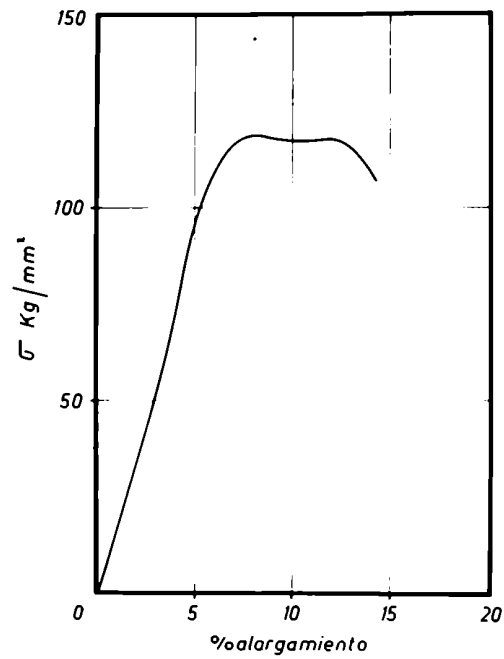


Gráfico No.16: Curva tensión/deformación de material X laminado con 73% de reducción en frío.

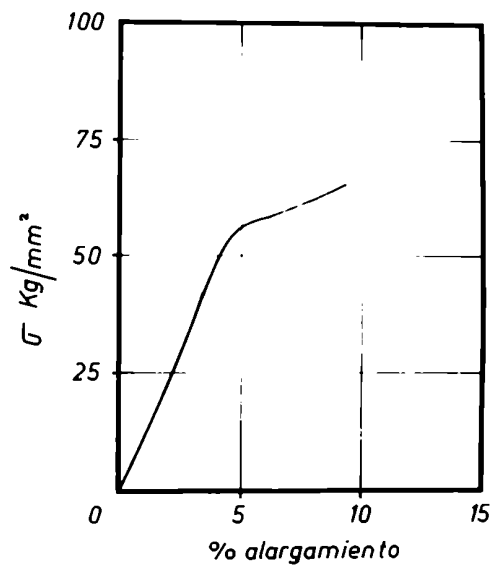


Gráfico No.19: Curva tensión/deformación de material X laminado 15%, recocido 5 hs 565°C.



D.L.
D.T.

800x

Figure No.20: Pulido Pruna. Material X laminado 75% en frío. Recocido 5 hs 300°C. Deformación por tracción. Obsérvese la de formación de las bandas restauradas.



D.L.
D.T.

800x

Figure No.21: Pulido Pruna. Idem que 20 para recocido de 5 hs 350°C.

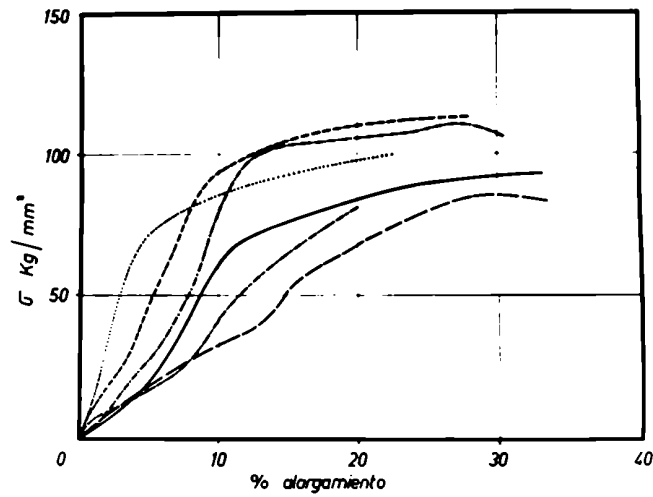


Gráfico No.22: Curvas tensión/deformación de Estructuras parcialmente recristalizadas.

-----	recocido	5 hs	300°C
-----	"	5 hs	350°C
-----	"	48 hs	350°C
-----	"	5 hs	380°C
.....	"	1 h.	400°C
-----	"	pasaje	$\beta \rightarrow \alpha$



150x

Figura No.23: Pulido Pruna - Luz polarizada. Material X recocido 5 hs 350°C. Estructura parcialmente recristalizada.



A+B

150x

Figura No.24: Pulido Pruna - Luz polarizada. Material X recocido 48 hs 350°C. Obsérvese el crecimiento de grano en las zonas A y B.



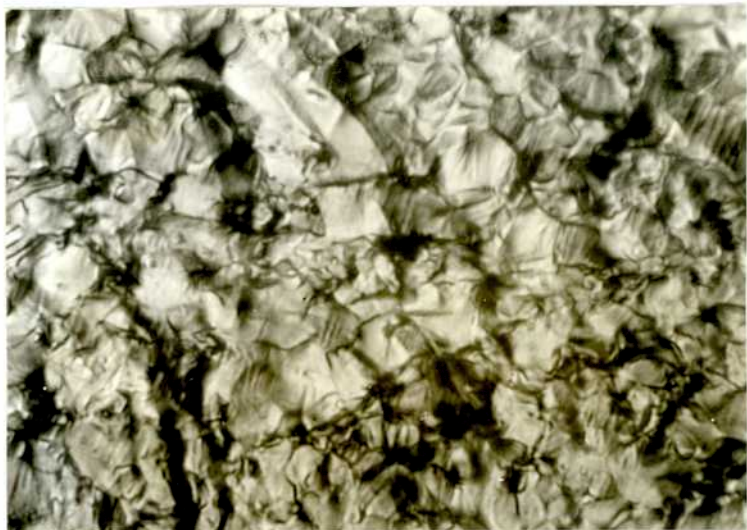
150x

Figura No.25: Pulido Pruna. Estructura de la deformación por tracción de material X recocido 48 hs 350°C.



800x

Figura No.26: Idem que No.25. Deformación de la zona C+D.



800x

Figura No.27: Pulido Pruna - Luz oblicua
Idem que Figura 25, deformación de zona
recristalizada de tamaño de grano: 5 μ .



C+D 600x

Figura No.28: Pulido Pruna. Improntas
de microdureza en banda restaurada y
recristalizada.



150x

Figura No.29: Pulido Pruna - luz polarizada - Material X recocido 5 hs 380°C



C+D

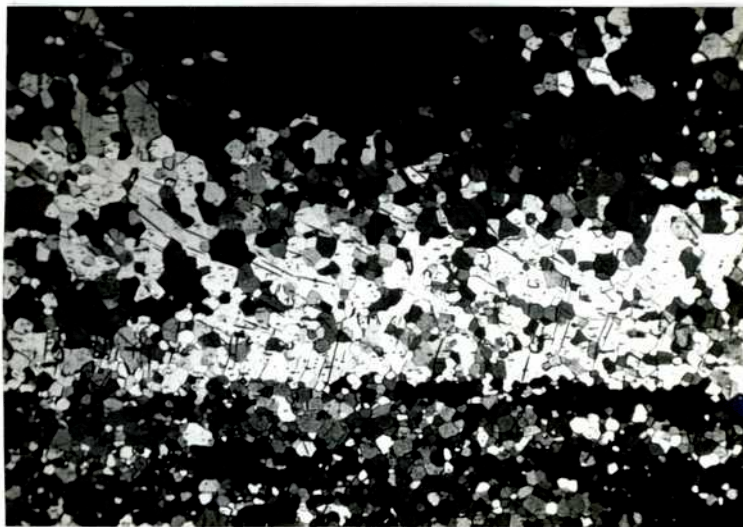
800x

Figura No.30: Idem que No.29 luego de la deformación por tracción. Compárese con la figura No.26.



150x

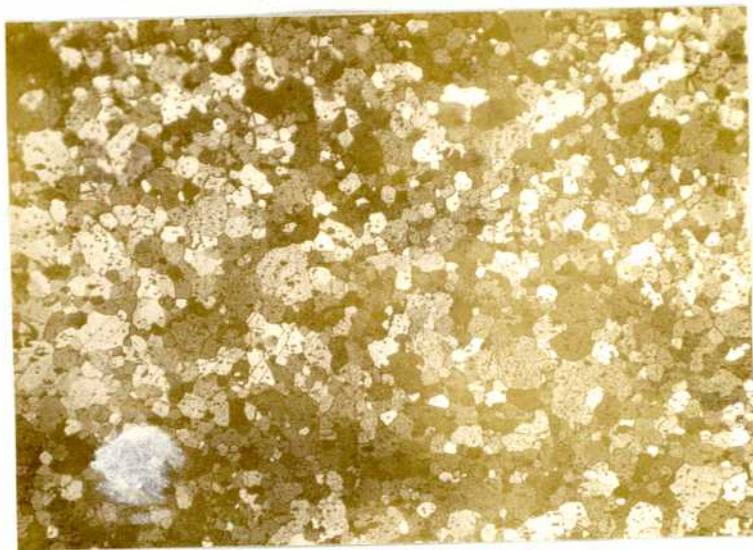
Figura No.31: Pulido Pruna - luz polarizada - 95% recristalización.
Material X recocido 1 h. 400°C.



150x

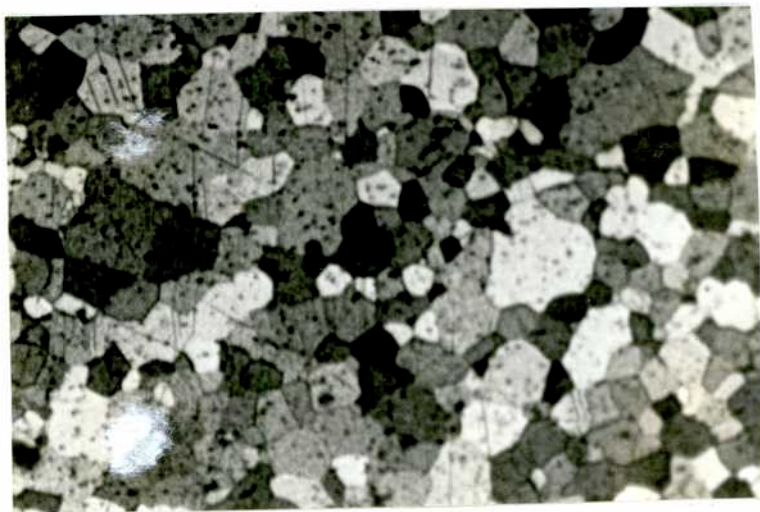
D.L.

Figura No.32: Grabado Robillard - oxidación atmosférica - Material X recocido 5 hs 450°C (I). Obsérvese el bandeado.



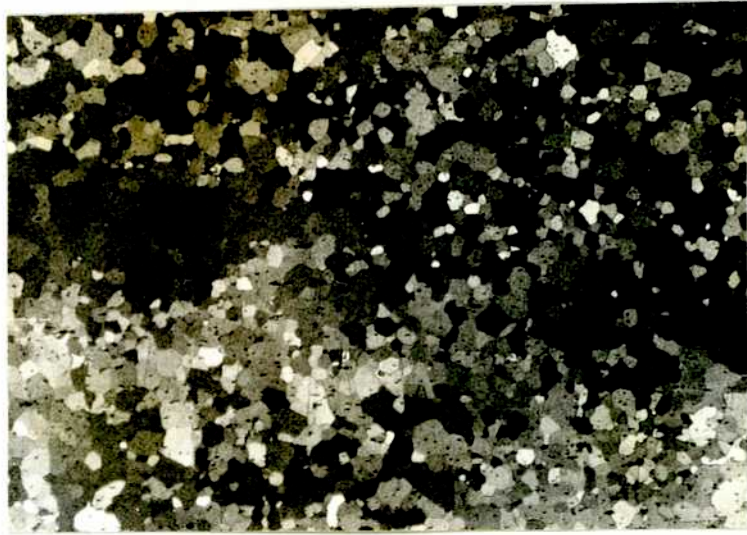
150x

Figura No.33: Grabado Robillard - oxidación atmosférica - Material X recocido 5 hs 565°C (II). Tamaño de grano: 15 μ .



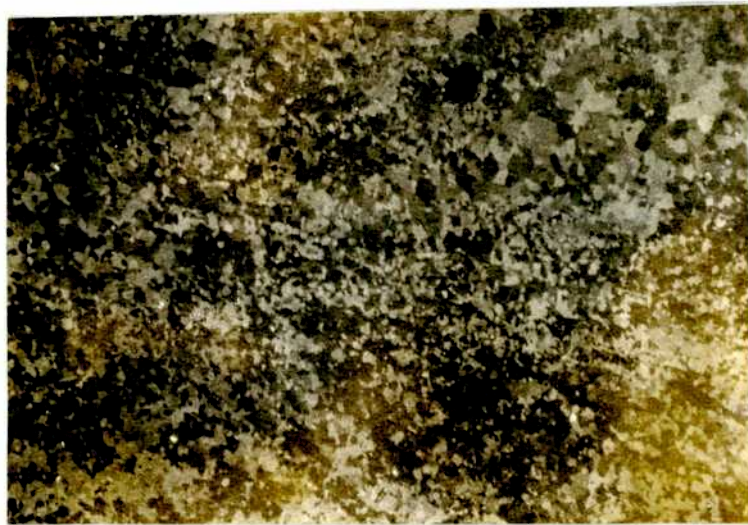
150x

Figura No.34: Grabado Robillard - oxidación atmosférica - Material X recocido 24 hs 600°C (V) - Tamaño de grano: 40 μ .



75x

Figura No.35: Grabado Robillard-oxidación atmosférica. Material X recocido 15 días 600°C (VI). Obsérvese el bandeo.



150x

Figura No.36: Pulido Pruna - Luz polarizada. Material X recocido 1' 600°C. Tamaño de grano 9 ~~µ~~.



150x

Figura No.37: Deformación de zona de gr
no chico.



450x

Figura No.38: Deformación por tracción de
una banda.



450x

Figura No.39: Material X recocido 1' 600°C
Deformación por tracción de una banda.

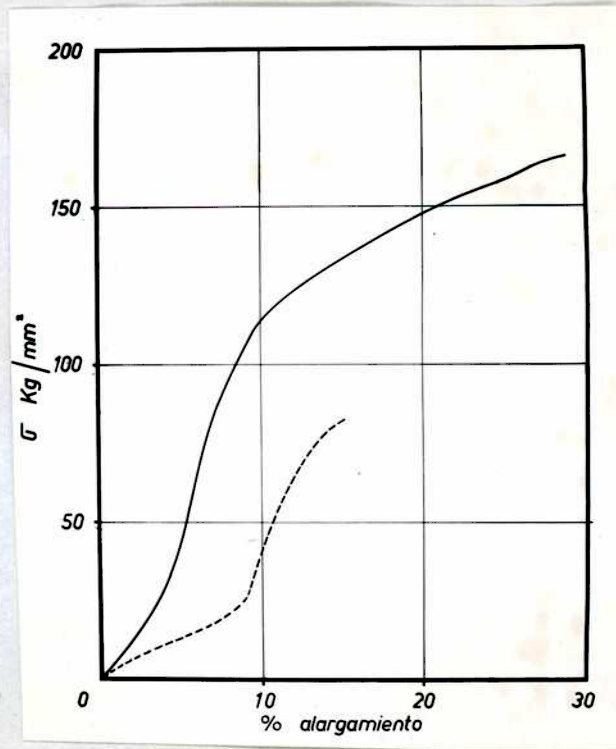


Grafico No.40: Curvas tensión/deformación

----- : curva No.149

————— : curva No.159

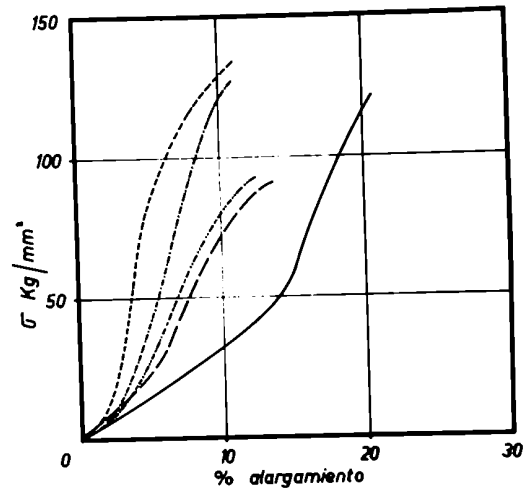
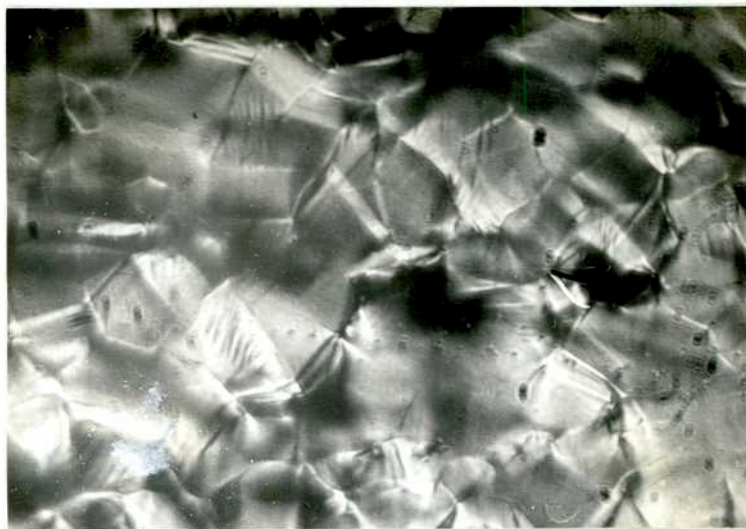


Gráfico No.41: Curvas tensión/deformación de Estructuras totalmente recristalizadas.

— · — · —	: recocido	5 hs	450°C	(I)
— · — · —	"	5 hs	565°C	(II)
— · — · —	"	5 hs	600°C	(IV)
— · — · —	"	24 hs	600°C	(V)
— · — · —	"	15 días	600°C	(VI)



450x

Figura No.42: Material X recocido 24 hs
600°C (V), Deformación por tracción.



800x

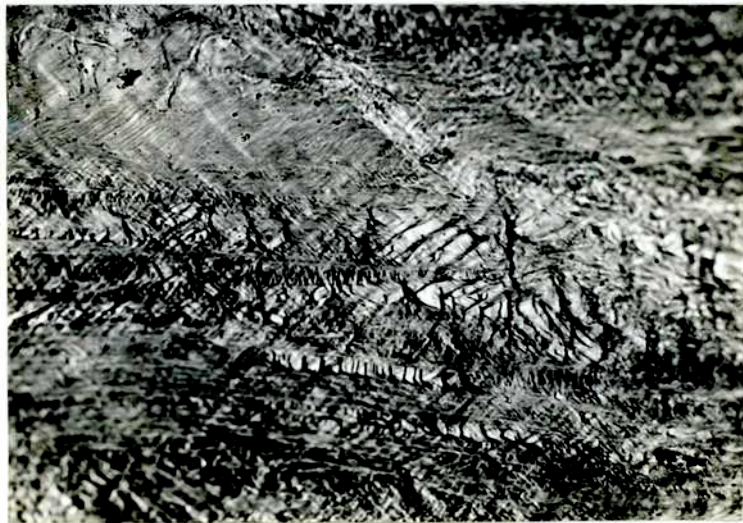
Figura No.43: Material X recocido 24 hs
600°C (V). Deformación por tracción.



150x

→ D.L.

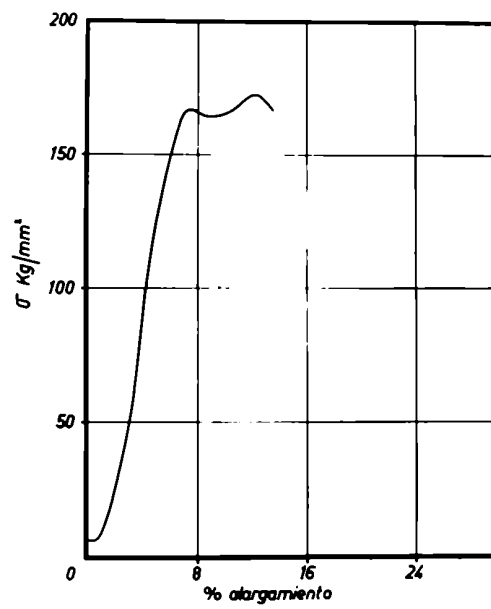
Figura No.44: Pulido Pruna. Luz polarizada. Estructura de laminación. Material Y laminado 80% en frío.



320x

→
D.L.
D.T.

Figura No.45: Idem que Fig.44, deformado por tracción a rotura.



**Gráfico No.46: Curva tensión/deformación.
Material Y laminado 80% en frío.**



150x
Figura No.47: Pulido Pruna. Luz polari-
zada. Material Y recocido 5 hs 350°C.

→
D.L.



150x
Figura No.49: Pulido Pruna. Luz polari-
zada. Material Y recocido 48 hs 350°C.

→
D.L.

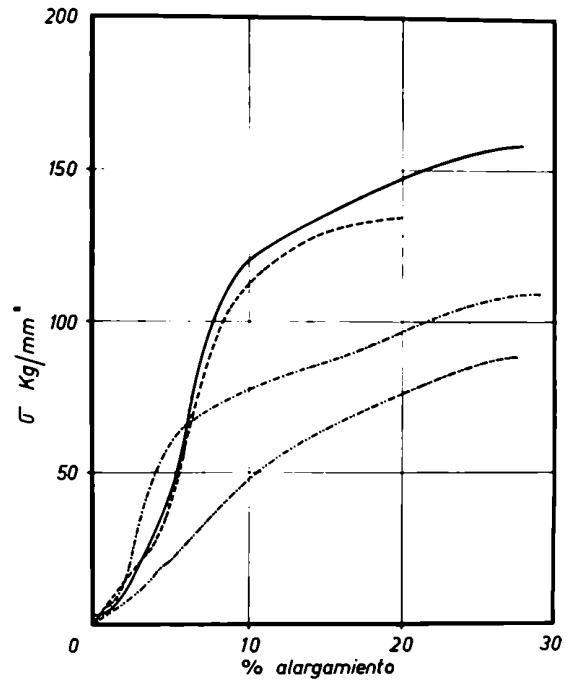
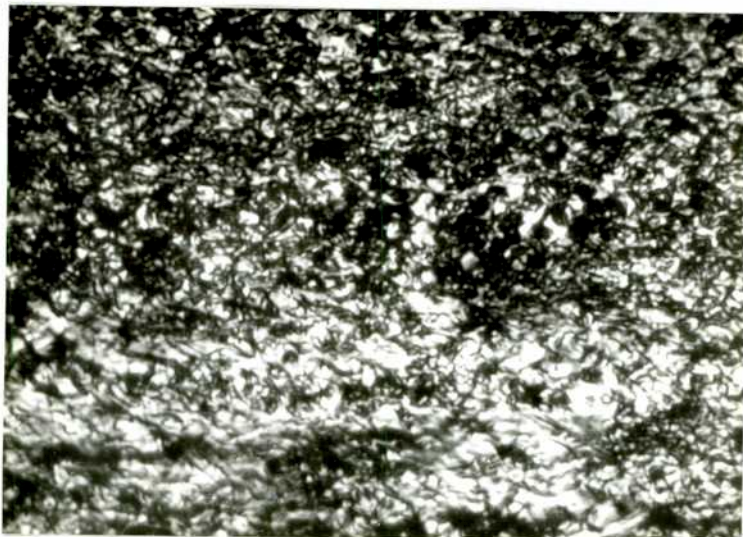


Gráfico No.48: Curvas tensión/deformación de estructuras parcialmente recristalizadas.

————— : recocido 5 hs 350°C (β)
 - - - - - : " 48 hs 350°C (γ)
 - · - · - : " 5 hs 380°C (δ)
 - · - · - : " pasaje β → α



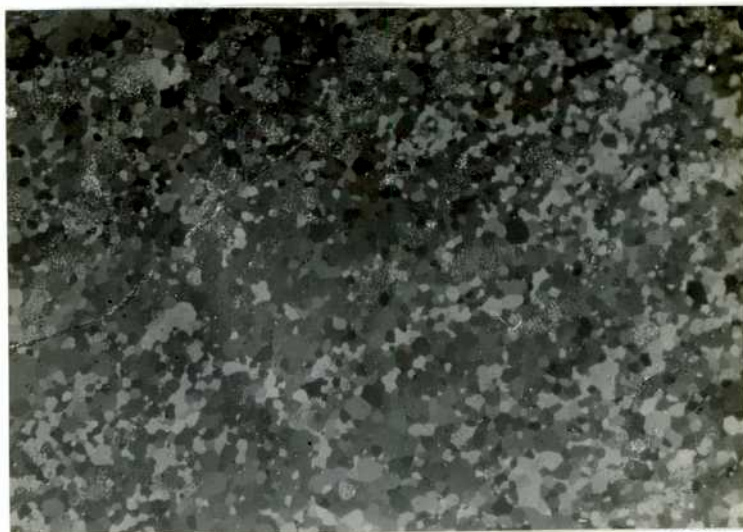
300x

Figura No.50: Pulido Pruna. Luz polarizada. Idem que Fig.49 luego de la deformación por tracción a rotura.



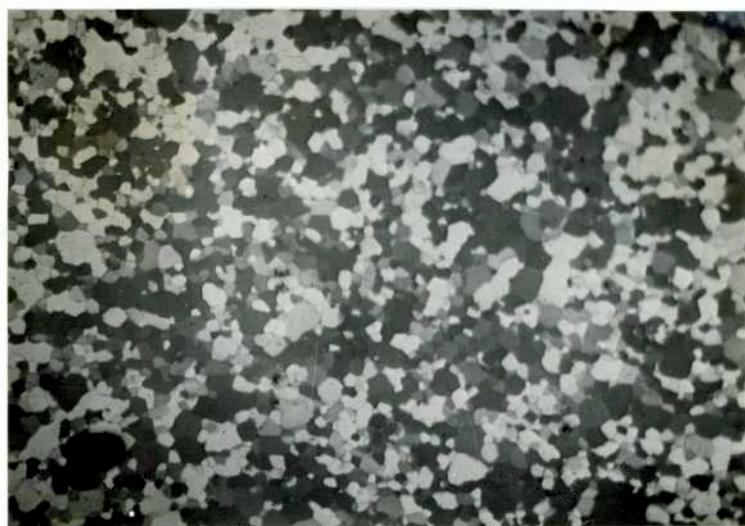
150x

Figura No.51: Pulido Pruna. Luz polarizada. Material Y recocido 5 hs 380°C.



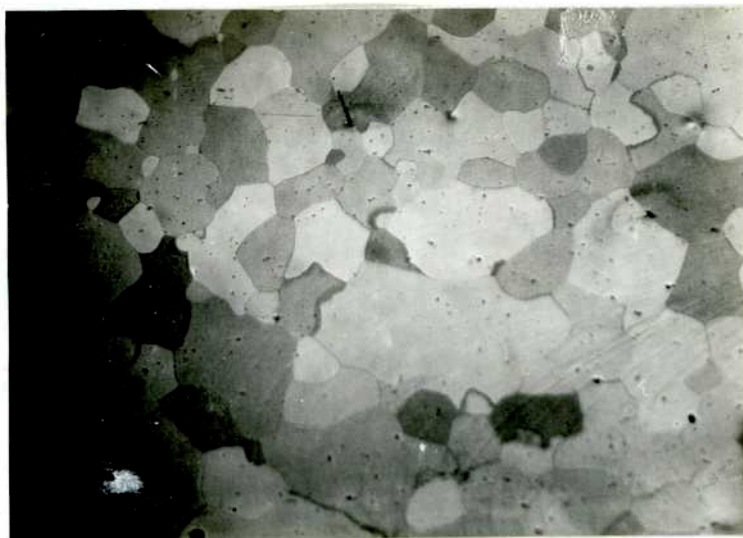
150x

Figura No.52: Pulido Pruna. Luz polarizada. Material Y recocido 5 hs 450°C.



150x

Figura No.53: Pulido Pruna. Luz polarizada. Material Y recocido 5 hs 565°C.



280x

Figura No.54: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Material Y recocido 24 hs 600°C.



150x

Figura No.55: Pulido Pruna. Luz polarizada. Material Y recocido 150 hs 350°C. Obsérvese el bandeado.

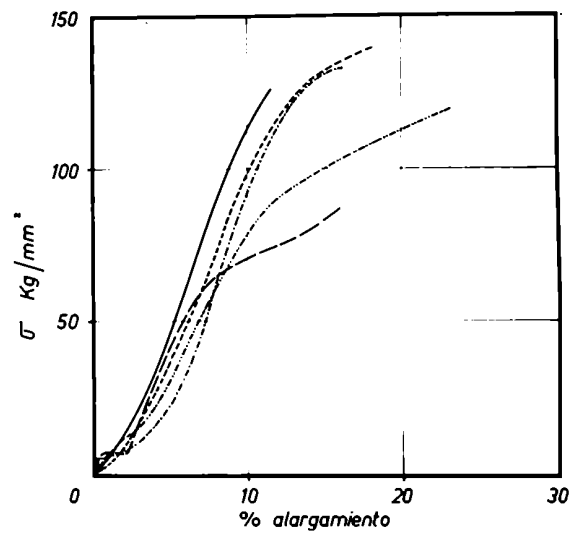


Gráfico No.56: Curvas tensión/deformación de estructuras totalmente recristalizadas.

-----	: recocido	5 hs	450°C	(I)
-----	: "	1'	600°C	(III)
-----	: "	5 hs	600°C	(IV)
-----	: "	24 hs	600°C	(V)
-----	: "	150 hs	350°C	(VII)



300x

Figura No.57: Pulido Pruna. Luz oblicua. Detalle de la deformación de la estructura de 24 hs 600°C

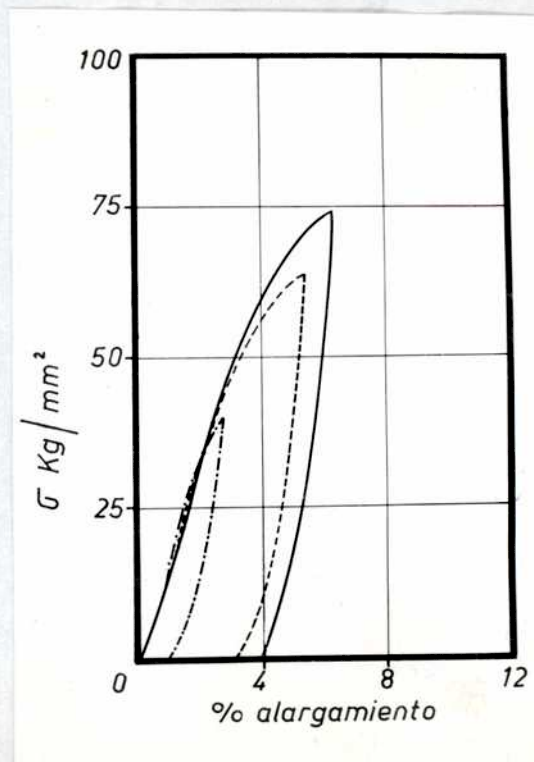


Gráfico No.58: Curvas tensión/deformación de 3 probetas del mismo tratamiento (5 hs 600°C) traccionadas a 3 tensiones distintas.



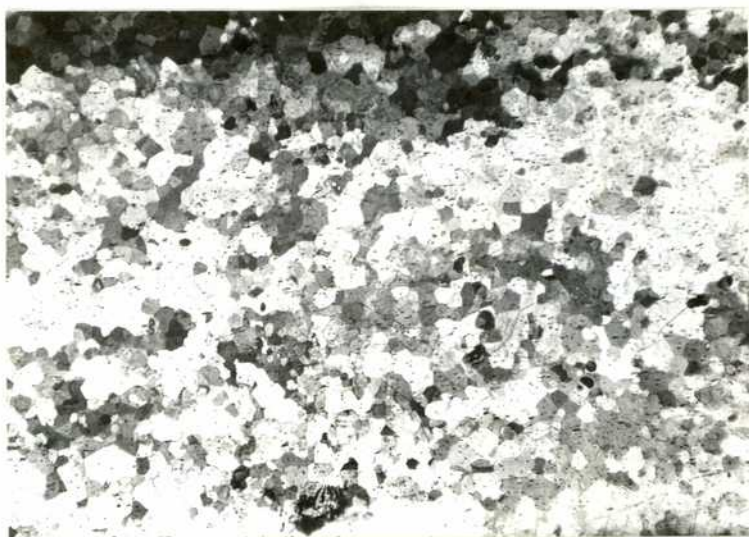
25x

Figura No.59: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Recristalización total en una microprobeta de tracción.



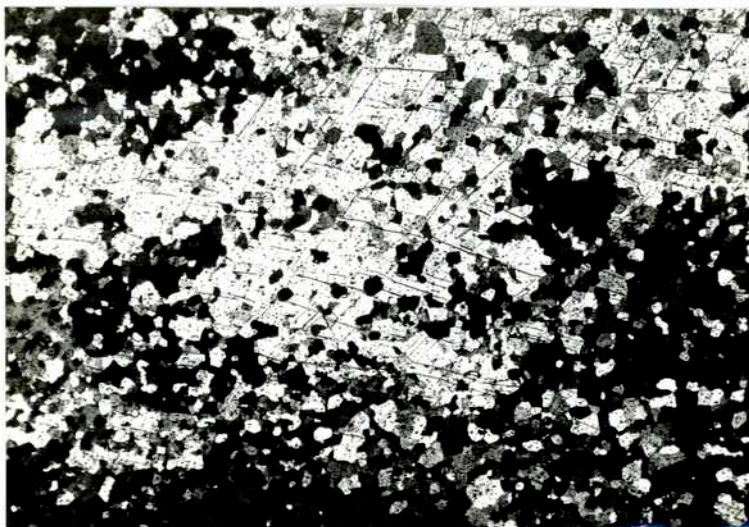
25x

Figura No.60: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Recristalización por deformación crítica en una microprobeta de tracción.



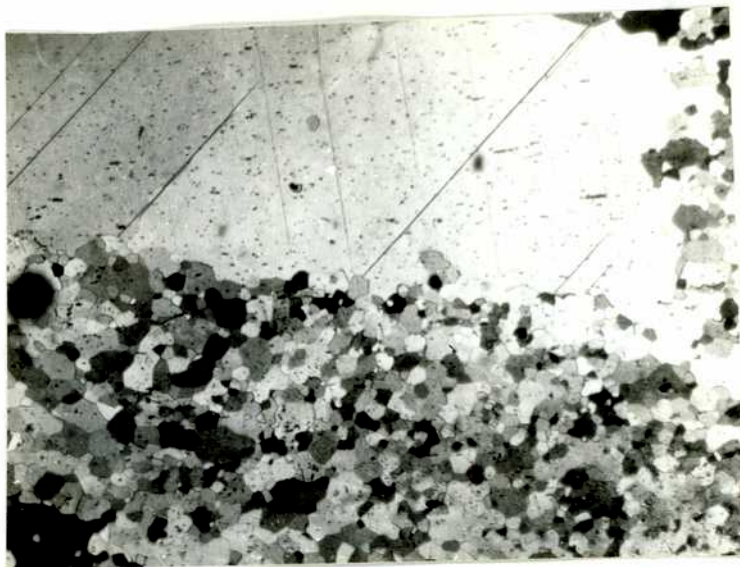
70x

Figura No.61: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Estructura restaurada.



70x

Figura No.62: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Coalescencia de granos en matriz restaurada.



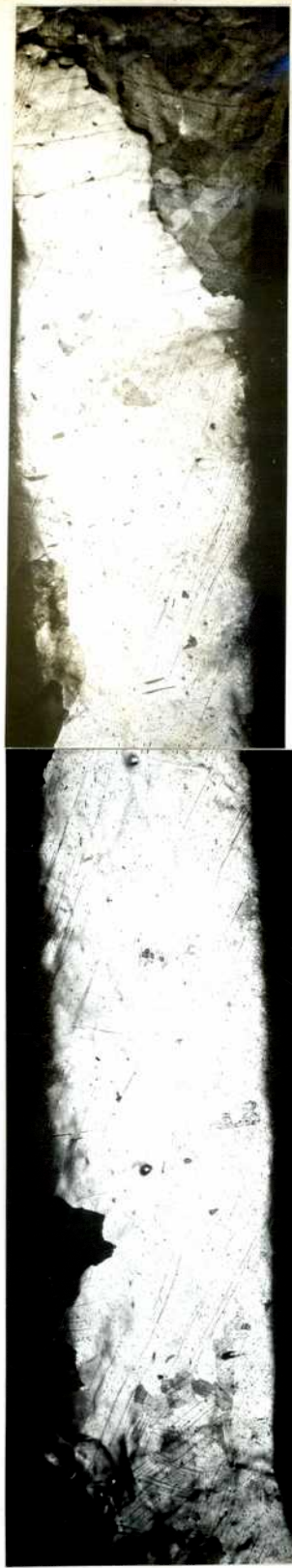
150x

Figura No.63: Grabado Robillard - oxidación atmosférica. Nuevo grano después de la deformación.



150x

Figura No.64: Grabado Robillard - oxidación atmosférica. Estructura de cambio de fase



25x

Figura No.65: Grabado Robillard. Oxidación atmosférica. Monocristal obtenido por cambio de fase .

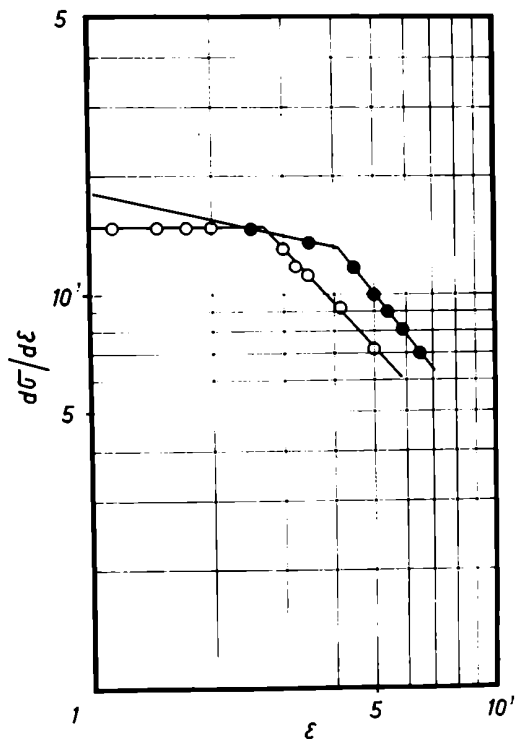


Gráfico No.66.

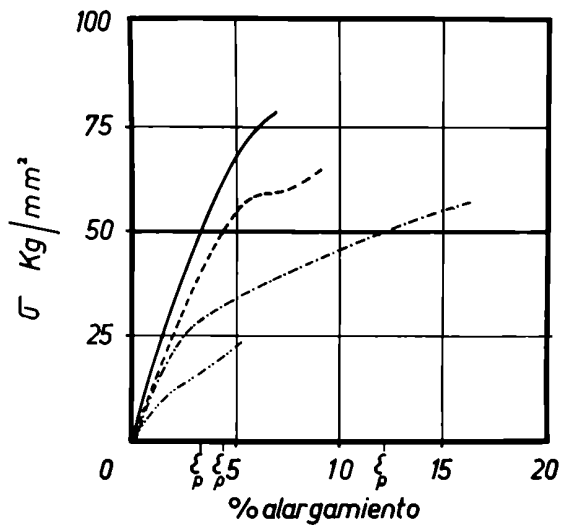


Gráfico No.67: Curvas tensão/deformação para 3 estruturas.

— : 15μ - · - · - : 200μ
 - - - : 100μ - · - · - : monocristal

REFERENCIAS

- 1.- F.G.Foote, Conferencia de Ginebra 8-P-555.
- 2.- F.E.Simon, Report BR 280, A,BDDA 112(1943).
- 3.- Katz y Rabinowitch, The Chemistry of Uranium - 1951.
- 4.- J.R.Bridge, C.M.Schwartz, D.A.Vanhan, Journal of Metals (1956), p.1282.
- 5.- Fisher, Trans.AIME.
- 6.- W.R.Yario y L.T.Lloyd, ANL 5966.
- 7.- M.Mueller, H.Knott, Rev.Sci.Inst. 25,(1954) 1115.
- 8.- M.Mueller, H.Knott y P.Beck, Trans.AIME 203 (1955) 1214.
- 9.- W.Seymour, Trans.AIME 200,(1954) 999.
- 10.- C.H.Mithcell y G.F.Rowland, Acta Met.2 (1954), 559.
- 11.- P.E.Madsen, Rev.Met.52, No.2(1955) 973.
- 12.- R.W.Cahn, J.Inst.Metals 76(1949) 121.
- 13.- J.E.Burke y A.Turkalo, Trans.AIME 194(1952), 651.
- 14.- P.Lacombe, D.Calais y Mme.Simanel, J.of Nuclear Materials vol.1 (1959) No.4.
- 15.- C.Cabane y Petit, Rev.Met.51, No.9(1954) 603.
- 16.- R.W.Cahn, AERE M/R 744, 1951.
- 17.- Ch.Chiswick, Conferencia de Ginebra, 8-P-555.
- 18.- J.A.Sábato, R.W.Cahn, J.of Nuclear Materials 3(1961) No.1, 115.
- 19.- Fisher, USAEC, ANL 5160.
- 20.- Holden, Knolls Atomic Power Laboratory, No publicado 1950.
- 21.- R.W.Cahn, AERE M/R 740.
- 22.- D.Calais, Rapport CEA No.1734.
- 23.- Mme.Libanati, D.Calais y P.Lacombe, J.of N.Materials 8(1963) No.3.1
- 24.- L.T.Lloyd y M.Mueller, ANL 6327.
- 25.- R.W.Cahn, Acta Met. 1(1953), 49.

- 26.- B.Jaoul, Pub.Sc.Tech.Ministr.de l'Air No.290.
- 27.- P.Ludwick, Elemente der Technologischen Mechanik, Berlin 1909.
- 28.- B.Jaoul y Crussard, Rev.Met. 47(1950) No.8.
- 29.- B.Jaoul, Journal of the Mech.and Physics of Solids 5, No.1,95.
- 30.- B.Jaoul y Mme.González, Les Mémoires Scientifiques de la Rev.Met. 58, No.2, pag.81.
- 31.- B.Jaoul, Bricot, P.Lacombe, Rev.Met. 54(1957) 81.
- 32.- M.Pruna, P.Lehr y G.Chardon, Rev.Met. 61(1954).
- 33.- A.Robillard, G.Durand y P.Lacombe, C.R.acad.Sc.242,(1956).
- 34.- B.Blumenthal, ANL 5019 (1953).
- 35.- W.D.Davis, Rapport KAPL-1548(1956).
- 36.- H.Mogard y G.Cabane, Rev.Met. 51(1954) p.616.
- 37.- Dickerson, Gerds y Vanghan, Trans AIME 206(1956) 456.
- 38.- Robillard y D.Calais, C.R. 245(1957) 59.
- 39.- J.C.McDonald, Trans AIME 212(1958) 45.
- 40.- B.Simonsen, Acta Met.II,1963,62.
- 41.- J.Herenguel, D.Whitwham y B.Priester, C.R.t.252(1961)2710.

AGRADECIMIENTOS

- Mi sincero reconocimiento al Dr.A.ZANETTA por haber honrado la presente tesis con su padrinazgo.
- Agradezco a la Dr.NELLY H.A.de LIBANATI por haberme introducido en el tema y por su dedicación y empeño puestos al dirigir el presente trabajo.
- Agradezco al Prof.JORGE A.SABATO por haber mantenido su interés en el trabajo durante todo su desarrollo.
- Agradezco al Sr.ROBERTO SABATO por su invaluable ayuda en el trabajo experimental.
- Agradezco a todo el personal perteneciente al Departamento de Metalurgia de la Comisión Nacional de Energía Atómica por su valiosa colaboración prestada en todo momento.

También quiero expresar mi agradecimiento a las siguientes instituciones que hicieron posible la realización del trabajo:

- Al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas, por el apoyo económico otorgado para la ejecución del presente trabajo.
- Al Departamento de Metalurgia perteneciente a la Comisión Nacional de Energía Atómica por haberme permitido el uso de sus instalaciones.
- Al Argonne National Laboratory por haber facilitado el material utilizado en las experiencias realizadas.

Dr. Nelly Zanetta
Laura Volman

I N D I C E

	Pág.
Objetivo del trabajo	1
Introducción	2
I.1. Trabajado del metal	2
I.2. Textura de laminación	7
I.3. Efectos del tratamiento térmico	7
I.3.a Recuperación	9
I.3.b Poligonización	9
I.3.c Recristalización in situ	11
I.3.d Recristalización primaria	11
I.3.e Crecimiento de grano	14
I.3.f Recristalización secundaria	15
I.4 Texturas de Recristalización	15
I.5 Modos de deformación	17
I.6 Curvas Tensión/Deformación	18
Técnicas Experimentales	
II.1 Máquinas de Ensayo	23
1.1 Micromáquina de ensayo	23
1.2 Máquina de tracción a mano	23
1.3 Dureza	24
2 Microscopio	24
3 Generador de Rayos X	26
4 Hornos	26
4.1 Hornos eléctricos	

	Pág.	
4.2	Horno de sales	29
5.	Aparato para sellar ampollas al vacío	29
6.	Laminadora	30
7.	Prensa	30
8.	Metalografía	30
Materiales Utilizados		
1.	Composición	33
2.	Preparación del metal	33
2.1	Prensado	34
2.2	Laminación en caliente	34
2.3	Laminación en frío	34
Resultados		
A.	Evolución de la recristalización en estructuras de laminación	
1.	Estudio metalográfico y de las curvas tensión/deformación	
1.1	Material X	38
1.1.1	Con 15% de reducción en frío	38
1.1.2	Con 80% de reducción en frío	39
1.1.2.1	Estructuras parcialmente recristalizadas	39
1.1.2.2	Estructuras totalmente recristalizadas	41
1.2	Material Y	44
1.2.1	Estructuras parcialmente recristalizadas	44
1.2.2	Estructuras totalmente recristalizadas	46
2.	Durometría	47

B.	Evolución de la recristalización en policristales débilmente deformado	
1.	Estructuras de tamaño de grano hasta 100 .	49
2.	Estructuras de tamaño de grano mayor de 100 .	50

Discusión de Resultados

A.	Evolución de la recristalización en estructuras de laminación	
1.	Influencia del Porcentaje de laminado en frío	52
2.	Influencia de las impurezas	52
3.	Influencia de la dirección de tracción con respecto a la dirección de laminado	53
4.	Influencia del grado de recristalización y crecimiento de grano sobre ductilidad	54
5.	Influencia del recocido previo a la laminación	58
B.	Evolución de la recristalización en policristales débilmente deformados	
1.	Análisis de las curvas tensión/deformación	59
2.	Aplicación de la ecuación de Ludwick	60