

04.85.06

C.N.E.A. Bibliotecas	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº	AÑO
1	1985

34

Publicación: Tesis (Marcos L. Sade)

Este trabajo no va al INIS

Trabajos: \_\_\_\_\_

\*INIS - CAT. - AC - FOLLETO

Fecha 12/11/85

Firma [Handwritten Signature]

\*marcar lo que corresponda

FATIGA Y TRANSFORMACION MARTENSITICA EN MONOCRISTALES

DE Cu-Zn-Al

Tesis presentada al Instituto Balseiro

Universidad Nacional de Cuyo,

para optar al titulo de Doctor en Física.



Dr. Manfred Ahlers  
Asesor Científico



Lic. Marcos L. Sade  
Doctorando

San Carlos de Bariloche, Río Negro, Argentina

1985

A mis padres

y hermanos.

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco profundamente al Dr. M. Ahlers por el asesoramiento y apoyo brindados durante todo este trabajo.

A todos los compañeros de las Divisiones Metales y Metalurgia, que me alentaron constatemente, en particular:

- al Dr. M. Chandrasekaran por sus enseñanzas a través de discusiones científicas y por las impartidas en otros ámbitos;
- al Dr. R. Rapacioli, por múltiples sugerencias y su colaboración en diversos capítulos de esta tesis;
- al Dr. F.C. Lovey, cuya cooperación y ayuda han sido sumamente valiosas en la concreción de este trabajo;
- a la Lic. A. Uribarri por su participación en el capítulo V;
- a la Lic. A. Abu Arab por su apoyo y especial colaboración en la confección del trabajo.

Sería injusto no nombrar específicamente a R. Stuke y a P. Bavdaz quienes, a través de estos años han resuelto eficientemente los numerosos problemas planteados, como así también, más recientemente, Carlos Cotaro. El Sr. R. Delgado, ya fallecido, preparó buena parte de las muestras aquí utilizadas.

Al personal del Centro Atómico Bariloche e Instituto Balseiro, en general, por su permanente buena disposición; en particular, a las Secciones Electromecánica, Taller de Vidrios, Electrónica, Biblioteca, Criogénicos, Centro de Cómputos y Secretaría.

Al Departamento de Materiales de la CNEA (Centro Atómico Constituyentes), por su amplia colaboración y apoyo técnico en los trabajos realizados en el Microscopio Electrónico de Barrido.

A los amigos, por su estímulo constante.

-----

## INDICE

I.- Introducción.	1
I.1.- La transformación martensítica.	1
I.2.- Cristalografía de la transformación.	2
I.3.- Transformaciones martensíticas en aleaciones con base Cu-Zn.	4
I.4.- Detalles sobre las estructuras martensíticas.	5
I.4.1.- Monoclinicidad de la estructura 10R.	8
I.4.2.- Detalles sobre la estructura 6R (fct).	11
I.5.- Efecto pseudoelástico y efecto memoria.	11
I.6.- Efectos del ciclaje y fatiga.	14
II.- Detalles y método experimental.	23
II.1.- Preparación de aleaciones.	23
II.2.- Preparación de monocristales.	23
II.3.- Orientación de monocristales.	23
II.4.- Preparación de muestras para tensión y ciclaje.	24
II.5.- Tratamientos térmicos.	24
II.6.- Pulido de las muestras.	24
II.7.- Determinación de la Ms de las muestras.	24
II.8.- Microscopía óptica.	26
II.9.- Análisis de trazas de superficies.	26
II.10.- Microscopía electrónica de transmisión.	26
II.11.- Pulido de muestras para microscopía electrónica.	27
II.12.- Microscopía electrónica de barrido.	28
II.13.- Ensayos de fatiga.	29
III.- Resultados experimentales.	34
III.1.- Influencia de la tensión sobre la fatiga.	34
III.2.- Influencia de la velocidad de deformación y de la frecuencia sobre $N_f$ .	38
III.3.- Variación de las curvas tensión-deformación con el ciclado.	38
III.4.- Observaciones de superficies con microscopía óptica.	39
III.5.- Observaciones con microscopía óptica del	44

interior de las muestras cicladas.	
III.6.- Densidad de las trazas de volumen.	47
III.7.- Observaciones de las muestras fatigadas mediante microscopía electrónica de transmisión.	50
III.8.- Observaciones con microscopía electrónica de barrido.	52
III.9.- Influencia de los defectos sobre la transformación martensítica (Microscopía óptica).	57
III.10.- Influencia de los defectos sobre la transformación martensítica (Microscopía electrónica de barrido).	58
III.11.- Influencia de tratamientos adicionales sobre la vida de fatiga.	61
III.12.- Influencia de la deformación elástica de la fase beta.	63
III.13.- Formación de más de una variante martensítica.	64
III.14.- Experimentos preliminares de compresión.	64
III.15.- Microfractografía (M.E.B.).	66
III.16.- Discusión parcial de resultados.	69
IV.- Fatiga a bajas temperaturas.	73
IV.1.- Introducción.	73
IV.2.- Detalles y método experimental.	73
IV.3.- Ensayos de fatiga.	75
IV.4.- Resultados experimentales.	75
IV.4.a.- Dependencia de la vida a la fatiga con la tensión.	75
IV.4.b.- Observaciones con microscopía óptica.	79
IV.4.c.- Observaciones con microscopía electrónica de barrido.	83
IV.5.- Discusión parcial de resultados.	85
V.- Dislocaciones en fatiga pseudoelástica en latones.	87
V.1.- Resumen	87
V.2.- Introducción.	87
V.3.- Detalles y método experimental.	88
V.4.- Resultados experimentales.	92

V.4.1.- Arreglos de dislocaciones	92
V.4.2.- Determinación del vector de Burgers de las dislocaciones.	100
V.5.- Resultados en muestras cicladas en aire líquido.	103
V.6.- Discusión parcial de resultados.	105
VI.- Mecanismos de deformación de la estructura 18R.	111
VI.1.- Introducción.	111
VI.2.- Método experimental.	112
VI.2.1.- Preparación de monocristales de martensita.	113
VI.3.- Resultados experimentales.	114
VI.4.- Discusión sobre la formación de 2H y de maclas de 18R.	117
VI.5.- Estudios sobre la estructura 2H.	119
VI.6.- Resultados y discusión sobre detalles de la estructura 2H.	120
VII.- Conclusiones generales.	131
Apendice A.- Análisis de trazas.	138
Apendice B.- Corte de muestras para el estudio de dislocaciones y procesamiento de datos.	143
B.1.- Corte de muestras para M.E.	143
B.2.- Determinación de las características de las dislocaciones.	145
B.3.- Relación de los resultados de los puntos 1 y 2.	150
B.4.- Determinación de otros parámetros relevantes.	150
Bibliografía	153

## RESUMEN

Las aleaciones de CuZnAl presentan en cierto rango de composiciones una fase bcc (beta) a altas temperaturas, que se puede retener en forma metaestable a temperaturas menores que la ambiente. Esta fase beta metaestable puede sufrir transformaciones de fase martensíticas mediante cambios de temperatura o aplicación de tensiones. En caso de obtener dicha transformación por aplicación de tensiones, un monocristal de fase beta transforma a un monocristal de fase martensita, retransformando a la fase inicial una vez que se quitan las tensiones aplicadas. Este fenómeno es el llamado efecto pseudoelástico. X

Si bien, cumplido un ciclo de transformación - retransformación, el material vuelve a su estructura inicial, repetido el ciclo una cantidad suficiente de veces, el material llega a la fractura (fatiga), indicando claramente que fenómenos irreversibles se producen en el mismo a medida que aumenta el número de ciclos. En este trabajo se estudia la fatiga asociada al efecto pseudoelástico, y los distintos fenómenos irreversibles que se originan en el material.

Distintas técnicas fueron utilizadas en este trabajo, entre las que se cuentan ensayos de deformación, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y de transmisión.

Experimentos de ciclaje efectuados a temperaturas cercanas a la ambiente, indicaron que la resistencia a la fatiga no está afectada dentro del error experimental, por la orientación del cristal, ni por el porcentaje de deformación, sí en cambio por la temperatura y por la tensión de trabajo.

Se estudian las consecuencias del ciclaje sobre la superficie de las muestras y en el interior, encontrándose distinto tipo de defectos con clara relación con las características de la transformación martensítica. Con respecto a la superficie, se concluye que se superponen dos tipos de defectos, aquéllos del tipo extrusión-intrusión alineados en el plano de hábito de la transformación, y defectos alineados en el plano basal de la estructura martensítica. Se comprobó mediante microscopía electrónica de barrido, que la unión de varios defectos en el plano de hábito forma minifisuras de 1 micrón de ancho, constituyendo la etapa de nucleación de las fisuras, que

provocan finalmente la fractura del material.

Estudiando el interior del material, se muestra que cambios microestructurales irreversibles son originados, como ser la formación de arreglos de dislocaciones, con la formación en algunos casos de otras estructuras martensíticas, que quedan retenidas en zonas de alta deformación.

Los arreglos de dislocaciones fueron estudiados con detalle, al igual que las dislocaciones que los componen. Para estas últimas, fue necesario utilizar técnicas de simulación de micrografías por computadora, dado que la anisotropía elástica de la fase beta no permite usar los criterios de invisibilidad para la determinación de los vectores de Burgers de las dislocaciones. Los arreglos de dislocaciones están dispuestos en trazas paralelas al plano de hábito y al plano basal de la martensita, siendo la mayor parte de las dislocaciones encontradas, mixtas con vector de Burgers del tipo  $\langle 100 \rangle$ .

Experimentos de ciclaje a temperatura de aire líquido, mostraron que junto con la tensión de trabajo, la temperatura es el otro parámetro que más fuertemente influye sobre la resistencia a la fatiga del material, obteniéndose números de ciclos dos órdenes de magnitud mayor que para temperatura ambiente. Este resultado es razonable de acuerdo al tipo de defectos superficiales que se forman a baja temperatura. En este caso, los defectos en el plano basal se forman de igual manera que a temperatura ambiente, mientras que la nucleación de los defectos en el plano de hábito, se produce a un número de ciclos notablemente mayor y con características de mayor fragilidad.

Dado que en cada ciclo el material se encuentra a las tensiones más elevadas, en fase martensítica, se estudian los mecanismos de deformación de esta estructura. Estos varían claramente con la orientación. Sin embargo esta variación, no se ve reflejada en una dependencia con la orientación, de la resistencia a la fatiga, indicando que la nucleación de las fisuras juega un papel relevante en la fatiga de estos materiales.

Los distintos aspectos estudiados permiten así obtener una descripción general sobre los procesos que tienen lugar durante la fatiga de estos materiales a través de la transformación martensítica.

## ABSTRACT

Cu-Zn-Al alloys present a body-centred cubic beta phase which is stable over a certain range of concentrations at high temperatures and can be retained as a metastable phase at lower temperatures on sufficiently rapid cooling. This beta phase can undergo a martensitic transformation on further cooling or tensioning. When tensioning a beta single crystal, a martensitic single crystal generally is obtained which retransforms to the parent phase on releasing the stress. This is known as the pseudoelastic effect.

Once a complete cycle is carried out, the alloy recovers its original structure. However, on cycling a large number of times the material fractures (fatigue), clearly showing that non-reversible changes take place on increasing the number of cycles. The fatigue associated with the pseudoelastic effect as well as the corresponding non-reversible phenomena are studied in this work.

Different techniques have been used for this purpose, i.e. tensile tests, optical microscopy, scanning and transmission electron microscopy.

Cycling experiments near room temperature have indicated that within the experimental error, resistance to fatigue is not affected by crystal orientation nor by the percentage of strain; instead a dependence on temperature and stress is found.

On analysing the consequences of cycling on the surface and in the bulk of the material, different types of defects were found which are clearly related to the martensitic transformation. With respect to the surface, it is concluded that two types of defects overlap: those called extrusion - intrusion type parallel to the transformation habit plane and those parallel to the martensitic basal plane. By scanning electron microscopy, it was verified that the nucleation of fissures that finally lead to fracture is due to micro-fissures of about one micron width formed by the union of several defects in the habit plane.

In the bulk of the material non-reversible microstructural changes take place as dislocations arrangements along with the formation, in some cases, of other martensitic

structures that are retained in highly deformed zones.

Dislocations arrangements as well as the dislocations themselves have been studied in detail. For the latter, it was necessary to employ computational simulation techniques for the micrographs as the beta-phase elastic anisotropy does not allow the application of invisibility criteria for the determination of Burgers vectors.

Dislocations arrangements are elongated in the direction which forms the intersection of the habit plane and the basal plane of the martensite, most of the dislocations being of the mixed type with  $\langle 100 \rangle$  Burgers vectors.

Cycling experiments at liquid air temperature have shown that along with stress, the temperature is the other parameter that strongly influences the life of a material under fatigue. The number of cycles before fracture is two orders of magnitude greater than that at room temperature which is consistent with the surface defects that form at low temperatures. Basal plane defects are formed in the same way as at room temperature but the nucleation of habit plane defects takes place at a remarkably higher number of cycles and has greater fragility characteristics.

The material is in the martensite state for the highest stress values, so the deformation mechanisms of the martensitic phase have also been studied. These are clearly related to orientation. However, a dependence of the resistance to fatigue on orientation has not been found, implying that it is fissure nucleation and not its growth, which plays a relevant role in the fatigue behaviour of these materials.

The different aspects studied in this work made it possible to obtain a general description of the processes taking place during fatigue of these materials through the martensitic transformation.

## 1. INTRODUCCION

Muchos materiales que transforman martensíticamente presentan algunos fenómenos interesantes como ser la pseudoelasticidad y el efecto memoria. Estos efectos además de ser interesantes del punto de vista científico, han tenido varias aplicaciones tecnológicas hasta la fecha. Un factor que influye fuertemente sobre la utilidad de estos materiales es su comportamiento a la fatiga, ya que comunmente estos materiales son ciclados entre diferentes fases. La fatiga ha sido estudiada mayormente en policristales debido al uso de éstos en aplicaciones; por ejemplo en Cu-Zn-Al (79MEL.a) (79JAN) (78DEL) (82JAN) (82OSH), Cu-Al-Ni (77YAN) (79RIT), Cu-Zn-Sn (82BRD), y Ni-Ti (79MEL.b). Algunos estudios también se han realizado en monocristales, como ser en Cu-Al-Ni (81SAK) (79BRD) (75ROD.b) y Cu-Zn-Sn (81BRD). Sin embargo no está claro aun qué factores determinan la resistencia a la fatiga en los monocristales, y como están éstos relacionados con la transformación martensítica. En este trabajo se estudia la fatiga asociada a la transformación martensítica en monocristales de Cu-Zn-Al. En este capítulo se detallan algunos aspectos relativos a la transformación martensítica y a los antecedentes referentes a la fatiga en estos materiales. Algunos de los puntos descritos a continuación se encuentran ampliamente desarrollados en la bibliografía, por lo cual su extensión será mínima.

### 1.1.- La transformación martensítica.

Las transformaciones martensíticas se encuentran en diversos tipos de aleaciones como ser aceros y no ferrosas, y si bien hay características particulares en cada caso, presentan algunas propiedades generales, que se mencionarán en primer lugar. Estas transformaciones se producen variando la temperatura o mediante aplicación de tensiones y van acompañadas de un cambio estructural, donde la fase cristalográfica formada como consecuencia de la transformación recibe el nombre de martensita, denominándose matriz a la fase original. Son procesos sin difusión, caracterizados por movimientos cooperativos de átomos, por lo cual la composición de la

aleación no varía. Existen relaciones cristalográficas bien definidas entre ambas fases para cada transformación. La interfase no es aleatoria sino que es un plano bien definido llamado plano de hábito. En general tiene índices irracionales.

La transformación va acompañada de un cambio de forma. Este cambio se ve limitado sin embargo por la matriz que rodea la zona de transformación. En la superficie del material, en el lugar de la transformación se observa cierto relieve (escalón) cuya magnitud es función de la orientación.

En la zona de estabilidad de la martensita, la energía libre de la fase martensítica debe ser menor que la de la matriz. Para que se pueda nuclear la martensita, la diferencia entre dichas energías debe ser mayor que las energías de superficie y de deformación involucradas en la transformación. Si la igualdad de energías libres se produce para cierta temperatura  $T_0$  hace falta usualmente un sobreenfriamiento para llegar a la temperatura de transformación  $M_s$ .

I.2 Cristalografía de la transformación

Se mencionan aquí algunos aspectos básicos sobre las teorías fenomenológicas que se han desarrollado para predecir las características cristalográficas de la transformación. Se consideran características cristalográficas de la transformación a: plano de hábito, relaciones de orientación y magnitud del cizallamiento macroscópico. Estas teorías se basan en la existencia de un plano invariante ( que no sufre distorsión ni rotación) durante la transformación. Este plano sería el plano de hábito, interfase entre ambas estructuras.

Las teorías fenomenológicas desarrolladas consideran a la transformación como constituida por varios procesos, si bien nada dicen acerca del mecanismo de la transformación, ni del orden en que dichos procesos puedan ocurrir. Estos serían 3:

- a) La distorsión de Bain: Esta da lugar al cambio de estructura entre la fase matriz y la martensita, por ejemplo a través de la dilatación y/o contracción de sus ejes principales, y de acomodamientos locales de átomos.
- b) Deformación de red invariante: En general la distorsión de Bain no es suficiente para lograr un plano sin distorsión; de

ahí que sea necesario una deformación adicional para cumplir con ese requisito. El tipo de deformación varía con la transformación considerada, pudiendo ser tanto deslizamiento como maclado.

c) Rotación: Si bien, entre las deformaciones de los puntos a y b se puede obtener un plano sin distorsión, para que éste sea totalmente invariante, debe no sólo no sufrir deformación alguna, sino coincidir en el espacio; ésto se puede lograr mediante una rotación de cuerpo rígido.

En general, la distorsión de Bain se deduce a partir del conocimiento de las estructuras de matriz y martensita, mientras que la deformación de red invariante con la posterior rotación se determinan para que la interfase de coexistencia matriz-martensita sea un plano invariante. Esta teoría se puede aplicar gráfica y analíticamente. El método gráfico utiliza la proyección estereográfica y es menos preciso que el algebraico. Este último asigna matrices a cada proceso involucrado en la transformación total, que se puede escribir como:

$$P_1 = RPB \text{ en que}$$

B = matriz correspondiente a la distorsión de Bain.

P = matriz correspondiente a la deformación de red invariante.

R = matriz asociada a la rotación de cuerpo rígido.

Un vector cualquiera del plano de hábito debe permanecer invariante con la transformación total. De ahí que si  $\vec{x}$  es un vector perteneciente al plano de hábito,  $\vec{x} = RPB \vec{x}$ . La descripción hecha aquí se corresponde con el modelo de Wechsler, Lieberman y Read (53WEC) (59WEC) (58LIE).

El modelo fenomenológico de la transformación realizado por Bowles y Mackenzie (57MAC) no difiere sustancialmente del modelo descrito, presentando como diferencia la posibilidad de una dilatación en el plano de hábito.

Ahlers (74AHL.a) propone un modelo que explica satisfactoriamente la cristalografía de la transformación. En el mismo se describe el movimiento de los átomos (a diferencia de los modelos fenomenológicos mencionados anteriormente), descomponiendo la transformación en 2 partes: un cizallamiento primario y uno secundario cuya magnitud se ajusta para cumplir con la condición de plano de hábito sin distorsión.

I.3.- Transformaciones martensíticas en aleaciones con base Cu-Zn.

Las aleaciones con base Cu-Zn, tienen para una composición electrónica aproximadamente igual a 1.5 una estructura tipo bcc a altas temperaturas. Esta fase puede retenerse templando en un medio a temperatura ambiente, pasando a constituir una fase metaestable. En particular para e/a = 1.48 (utilizada a lo largo de este trabajo), las aleaciones ternarias presentan un eutectoide en sus diagramas de fase, por lo cual la estabilidad de la fase beta es mayor a temperaturas relativamente bajas. Esto disminuye la probabilidad de descomposición en varias fases aún cuando en lugar de templar la aleación, se la enfríe lentamente al aire, (de hecho, dicha descomposición no se ha observado en ninguna de las muestras estudiadas).

Durante ese enfriamiento muchas de estas aleaciones sufren sendos procesos de ordenamiento a dos temperaturas diferentes, primero a un orden de largo alcance tipo B2 y luego a un orden también de largo alcance tipo D0<sub>3</sub>. Teniendo en cuenta que la transformación martensítica ocurre sin difusión y mediante pequeños movimientos (fracciones de distancias interatómicas) cooperativos de átomos, se puede inferir que la martensita heredará el orden de la matriz. El estudio de estructuras martensíticas mediante el uso de diagramas de difracción ha permitido corroborar esta aseveración(74DEL). El orden ha sido también relacionado con la capacidad termoelástica de este tipo de aleaciones (73DUN).

Rapacioli y Ahlers(77RAP) estudiaron la variación de las temperaturas de orden para aleaciones de CuZnAl de concentración electrónica 1.48, en función de la concentración de Zn (c<sub>Zn</sub>). En todos los casos encontraron que T<sub>B2</sub> > T<sub>D03</sub>, variando T<sub>B2</sub> relativamente poco con c<sub>Zn</sub>, mientras que la variación de T<sub>D03</sub> en función de c<sub>Zn</sub> es mucho más pronunciada. En las aleaciones utilizadas en los experimentos analizados en los próximos capítulos, usando los resultados de (77RAP), las temperaturas de orden T<sub>B2</sub> se encuentran en el intervalo [730°C,820°C] y la temperatura de orden T<sub>D03</sub> es en todos los casos mayor o igual que 430°C. En todas las muestras estudiadas

martensita presentan dominios de orden DO<sub>3</sub>.

Si a esa fase beta metaestable se la enfría, a una cierta temperatura  $M_s$  que es función de la composición (74AHL.b), comienza la transformación martensítica. A partir de un solo grano de la fase beta pueden formarse hasta 24 cristales de la fase martensítica ( que se denominan variantes), con planos de hábito bien definidos. Estos planos de hábito son cercanos a planos del tipo  $\{110\}_{\text{beta}}$ . La cantidad de variantes que se forman como consecuencia de una transformación espontánea (inducida por disminución de temperatura por debajo de  $M_s$ ) es correctamente predicha por las teorías fenomenológicas comentadas en el punto anterior. En general su disposición no es al azar sino que forman grupos de autoacomodación. Dichas variantes están entre sí en relación de macla (76SCH). La formación de grupos de variantes de autoacomodación es tal que los cambios de forma que se originan con la formación de cada variante, se compensan entre sí, resultando un cambio de forma neto nulo).

La transformación finaliza a una temperatura llamada  $M_f$ . Si se calienta ahora a la martensita, ésta comienza a retransformar a la fase matriz a una temperatura que se denomina  $A_s$  finalizando la retransformación a una temperatura  $A_f$ . La transformación es por lo tanto cuasi reversible, presentando cierta histéresis ( del orden de 10°K en estas aleaciones). Esta reversibilidad con poca histéresis es el origen del adjetivo termoelástica con el que se califica a esta transformación.

#### I.4.- Detalles sobre las estructuras martensíticas.

Las estructuras martensíticas obtenidas en las aleaciones en base CuZn son de las llamadas estructuras compactas con apilamiento de periodos largos. En aleaciones de CuZnAl, utilizadas a lo largo de este trabajo, las estructuras martensíticas usuales son denominadas 1BR, 6R(fct), 2H (hexagonal).Cuál de estas estructuras es la formada, depende de la composición y de las condiciones de temperatura y tensiones aplicadas a la matriz. Para una concentración electrónica  $e/a = 1.48$ , la martensita que se forma en el volumen más frecuentemente tiene estructura 1BR, de ahí que algunos

aspectos de esta estructura se tratarán con cierto detalle en los próximos párrafos.

Las estructuras martensíticas mencionadas consisten en apilamientos de planos compactos con una secuencia que se repite cada 18, 6 ó 2 planos según se trate de 18R, 6R o 2H. El número de planos pertenecientes a un período da origen al número que forma parte de la denominación. Dichos planos compactos (también llamados planos basales) se originan en planos del tipo  $\{110\}_{\text{beta}}$ .

Distintos modelos explican la inversión de planos del tipo  $\{110\}_{\text{beta}}$  en planos basales de la martensita. Según uno de ellos (63NIS), un plano  $(101)_{\text{beta}}$  se convierte en plano basal por dilatación en la dirección  $[10\bar{1}]_{\text{beta}}$  y contracción según  $[0\bar{1}0]_{\text{beta}}$  (ver figura I.1). En general a los planos basales se les denomina A, B, C, A', B' y C'. La diferencia entre A y A', B y B', C y C' proviene del orden heredado de la fase matriz (Ver fig. I.2)

A los efectos de precisar con más detalle la estructura, debe tenerse en cuenta que los átomos en el plano basal no forman hexágonos perfectos, sino que existe una distorsión producto de la diferencia en los tamaños atómicos. Esta distorsión es común para las 3 estructuras mencionadas.

Una vez analizados los planos basales (que son similares para las 3 estructuras mencionadas), resta describir el apilamiento de los mismos, que es el siguiente

18R : AB'CB'CA'CA'BA'BC'BC'AC'AB'A...

6R : AB'CA'BC'A...

2H : AB'A...

Estos distintos apilamientos, según la estructura considerada, pueden obtenerse variando la densidad de fallas en el plano basal (el sistema de deslizamiento sería  $\langle 100 \rangle_0 (001)_0$ ). Esta sería la deformación de red invariante de la transformación.

Es usual describir estas estructuras con una celda ortorrómbica ( que se indica con un subíndice 0), en que el  $[100]_0$  y  $[010]_0$  están indicadas en la figura I.1, mientras que el eje  $[001]_0$  es normal al plano basal. Los parámetros de la celda a, b y c se miden respectivamente en las direcciones

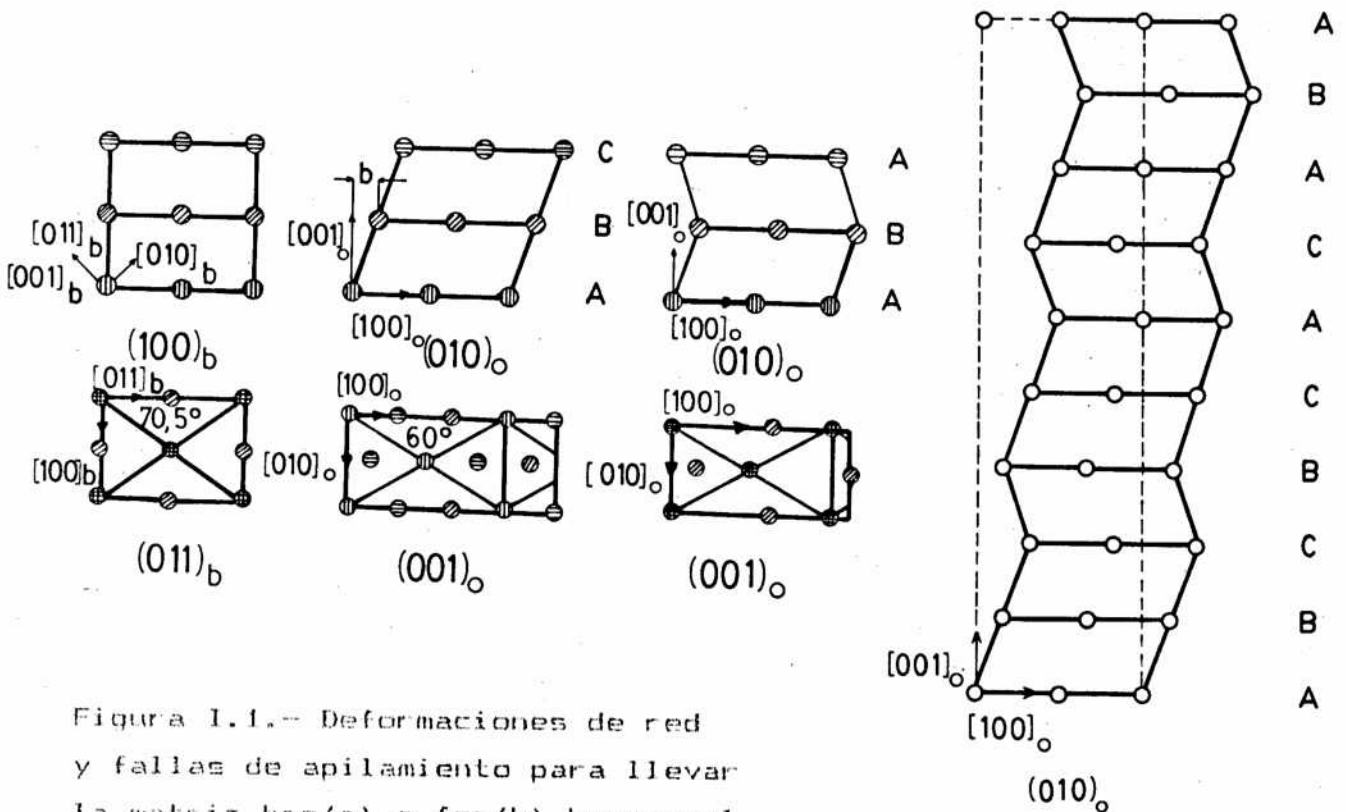


Figura 1.1.- Deformaciones de red y fallas de apilamiento para llevar la matriz bcc (a) a fcc (b), hexagonal (c) y 9R (d). En d el rectángulo en línea punteada señala el plano a-c de la celda ortorrómbica unidad con apilamiento 9R; no está considerada la distorsión monoclinica (según Warlimont et Al (74WAR)).

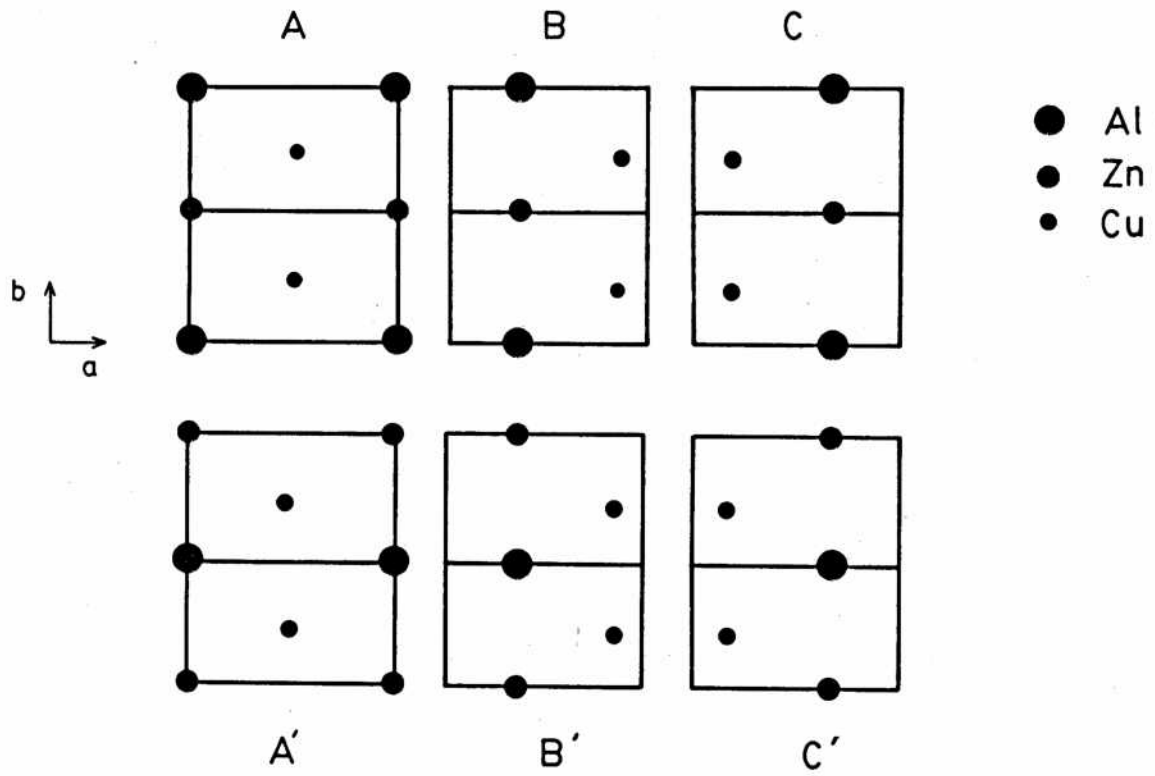


Figura 1.2.- Configuración atómica de los 6 planos basales que constituyen el apilamiento de estructura 18R.

1100L, 1010L y 1001L. Sin embargo, las diferencias en tamaños atómicos ( que causan la distorsión en el plano basal), provocan que los planos B' y C no resulten de un desplazamiento igual a  $1/3$  1100L, respecto al plano A, sino que en realidad la posición de dichas capas estaría levemente desplazada. Cuando esto sucede la estructura recibe el nombre de modificada, a diferencia de las que no presentan la modificación que se denominan normales. En el caso de la estructura 1BR, estos desplazamientos dan origen a una monoclinicidad de la red, llevando al eje c, a formar un ángulo menor que 90° con a, lo que ha sido observado con microscopía electrónica de transmisión( en este caso se llama a la estructura M1BR, aunque en el resto de este trabajo se la seguirá denominando 1BR).

En el capítulo VI se analizarán con cuidado las características de estructura 2H y se verá que en las aleaciones de CuZnAl estudiadas, la estructura 2H que se puede inducir a partir de la estructura 1BR, es modificada, si bien dicha modificación no altera el carácter ortorrómbico de la estructura (BSSAD).

A diferencia de lo que sucede con la estructura 2H modificada, la modificación de las estructuras 1BR y 6R provoca una monoclinicidad en dichas estructuras. A continuación se analiza la monoclinicidad de la estructura 1BR.

1.4.1.- Monoclinicidad de la estructura 1BR.

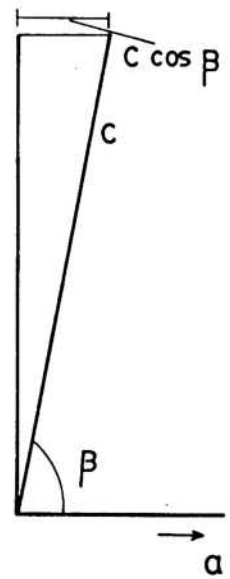
Considerando la figura 1.3 se tiene que

$$c \cos\beta = 6 \cdot [\text{corrimiento}] \implies [\text{corrimiento}] = c \cos\beta / 6$$

en que se denomina [corrimiento] al desplazamiento de la capa B' respecto de la posición  $1/3 a_0$ .

Los números que están a continuación de las letras, que indican en la figura 1.3 la secuencia de planos de apilamiento, señalan los planos para los cuales existe corrimiento de átomos. Por ejemplo el +1 a la izquierda del B' que está encima del A indica que en ese plano hay un corrimiento de la posición  $1/3 a_0$ . Este corrimiento se explica comparando los esquemas de las distribuciones atómicas de los plano A y B' de la fig.1.2.

El átomo de Al del plano B' se "acomoda" sobre 3 átomos del plano A ( uno de Zn y dos de Cu); el menor tamaño de los átomos de Cu respecto del de Zn ocasiona el corrimiento del átomo de Al. Este mismo razonamiento se aplica para cada par de planos consecutivos de la secuencia de apilamiento. Los signos + y - indican que en algunos casos el corrimiento cambia de signo, de ahí que en la columna que está más a la izquierda de la figura I.3.b se han anotado los corrimientos netos tomando en cuenta las compensaciones que se van produciendo. De dicha figura resulta que para un período (18capas) hay 6 "corrimientos netos", cuya suma debe ser igual a la proyección del eje c (inclinado) sobre el eje a, dado que son justamente esos corrimientos los que dan origen a la inclinación del eje.



+1	[	-1	A	_____		
		+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
		+1	[	-1	C'	_____
				+1	A'	_____
		+1	[	+1	C'	_____
				-1	B'	_____
		+1	[	+1	B'	_____
				+1	A'	_____
		+1	[	-1	A'	_____
				+1	C'	_____
		+1	[	+1	A'	_____
				+1	C'	_____
		+1	[	-1	B'	_____
				+1	C'	_____
		+1	[	+1	B'	_____
				+1	A'	_____
		+1	[	-1	C'	_____
+1	B'			_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	A'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	C'	_____		
		+1	B'	_____		
+1	[	+1	C'	_____		
		+1	A'	_____		
+1	[	-1	B'	_____		
		+1	C'	_____		
+1	[	+1	B'	_____		
		+1	A'	_____		
+1						

Si uno quiere conocer la posición exacta de la capa B', respecto al eje c de la estructura monoclinica, se tiene:

$$X = a_0/3 + [\text{corrimiento}]'$$

en que el [corrimiento]' indica que se considera como origen al eje c inclinado, mientras que el [corrimiento] sin la ' indica que la posición se está refiriendo al eje c de la estructura ortorrómbica. De la ecuación anterior se obtiene :

$$X = a_0/3 + [\text{corrimiento}] - c \cos \beta / 18 =$$

$$= a_0/3 + c \cos \beta / 6 - c \cos \beta / 18 \implies X = a_0/3 + c \cos \beta / 9.$$

La posición exacta de los átomos en las distintas capas es importante a los efectos del cálculo del factor de estructura. Este último puede escribirse para la estructura 18R como el producto  $F = F_A \cdot F_1$ , en que  $F_A$  corresponde a la distribución de átomos en el plano basal y  $F_1$  da cuenta de la secuencia de apilamiento. El procedimiento para las estructuras 2H y 6R es similar, cambiando solamente  $F_1$ .

$$F_A = f_{a1} + f_{z1} \exp 2\pi i K/2 + f_{cu} [\exp 2\pi i (H/2 + K/4) + \exp 2\pi i (H/2 + 3K/4)]$$

Para 18R :

$$F_1 = [1 + \exp 2\pi i (H/x + K/2 + L/18) + \exp 2\pi i (2H/x + 2L/18)] \cdot [1 + \exp 2\pi i (H/3 + K/2 + 3L/18) + \exp 2\pi i (2H/3 + 6L/18)] \cdot [1 + \exp 2\pi i (K/2 + 9L/18)]$$

El x en los denominadores del primer corchete es igual a  $a_0/X$  y toma en cuenta que la posición de los átomos en las capas B' y C es distinta de  $a_0/3$  y  $2a_0/3$ . Conviene mencionar por qué en el segundo corchete de  $F_1$  no aparece el x. Para ello es suficiente considerar la posición de algunas capas, dado que los 3 sumandos del primer corchete corresponden a los planos A, B', C y los 3 del 2º corchete a las ternas A, B', C; B' C, A' y C, A', B respectivamente.

Si uno quiere conocer la posición de la cuarta capa ( que es del tipo B'), se tiene :

$X = a_0/3 + [\text{corrimiento}]' = a_0/3 + [\text{corrimiento}] - 3 c \cos \beta/18 = a_0/3$ , en que ahora  $3 c \cos \beta/18$  es la distancia del eje  $c$  ortorrómbico al monoclinico, a esa altura, medido en la dirección  $[100]$ . De aquí surge que el término correspondiente a esta cuarta capa (B') presenta un  $H/3$  en su exponente.

Para la séptima capa a partir de A, que es tipo C, se tiene que su posición es

$X = 2a_0/3 + [\text{corrimiento}]' = 2a_0/3 + 2[\text{corrimiento}] - 6 \cos \beta/18 = 2a_0/3$ . Restar  $6 \cos \beta/18$  permite referir la posición al eje  $c$  inclinado. El resultado  $2H/3$  es el que aparece en el exponente del término correspondiente en  $F_1$ . Obsérvese que los exponentes  $H/3$  y  $2H/3$  en los términos comentados surgen de considerar el corrimiento de los átomos y tomar como origen al eje  $c$  inclinado.

Una descripción similar a la hecha aquí se encuentra para  $\text{Cu}_{30}\text{Au}_{25}\text{Zn}_{45}$  (76KUB), que también presenta una estructura 18R modificada.

#### I.4.2.- Detalles sobre la estructura 6R (fct).

En la figura II.4 se puede ver que el número de corrimientos netos a lo largo cada período es 6, de ahí que

$$c \cos \beta = 6 \cdot [\text{corrimiento}]$$

en que  $c$  es el correspondiente a la red monoclinica. La posición de la primer capa B', tomando como origen al eje  $c$  de la estructura monoclinica es :

$X = a/3 + [\text{corrimiento}]' = a/3 + c \cos \beta/6 - c \cos \beta/6 = a/3$   
ya que  $c \cos \beta/6$  es también la distancia entre los ejes  $c$  de la estructura ortorrómbica y de la monoclinica. Por este motivo, si bien la estructura es modificada y los corrimientos de los átomos están presentes, la ubicación de los átomos están indicados con  $H/3$ ,  $2H/3$ , etc., en el correspondiente factor de estructura.

#### I.5.- Efecto pseudoelástico y efecto memoria .

Las transformaciones martensíticas en estas aleaciones pueden obtenerse mediante aplicación de tensiones. Si se aplica tensión a la fase matriz, a una temperatura mayor que  $A_r$ , una sola variante de martensita se induce, y ésta es la más favorecida por el factor de Schmid. Al quitar la carga ( siempre que la martensita no se haya deformado plásticamente ) se produce la transformación inversa 18R-beta, con cierta histéresis. Un ciclo típico se ve en la fig. I.5. Este fenómeno recibe el nombre de pseudoelasticidad.

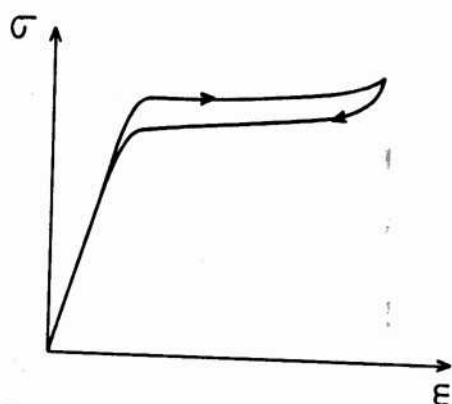


Figura I.5.-  
Forma de la curva  
tensión-deformación  
para una transforma-  
ción beta-18R.

Si se aplica tensión a una temperatura menor que  $A_r$ , pero mayor que  $M_s$ , se produce la transformación mencionada, pero al descargar queda en el material una deformación remanente, que se puede eliminar calentando al material por encima de  $A_r$ . El porcentaje de deformación remanente, depende de la diferencia entre la temperatura experimental y  $A_r$ . Cuanto más lejos esté una temperatura de la otra, mayor será la deformación remanente, que corresponde a una cantidad de martensita retenida. Al calentar por encima de  $A_r$ , lo que se logra es retransformar esa martensita retenida a la fase matriz con la consiguiente recuperación de la forma. A este fenómeno se lo conoce con el nombre de efecto memoria.

También se conoce con el nombre de efecto memoria a la deformación de cierto material en estado martensítico con la posterior recuperación de la forma inicial al calentar por encima de la temperatura de retransformación. El cambio de forma, muy grande en algunos casos, constituye el origen de diversas aplicaciones.

Al aplicar la carga a la fase matriz, a los efectos de tener el fenómeno pseudoelástico, la temperatura de trabajo debe cumplir una condición adicional. Esta es, que se alcance en primer lugar la transformación martensítica y no la deformación plástica de la fase beta. En general la situación queda descrita por un diagrama del tipo observado en la figura I.6. A los efectos de contar con el fenómeno pseudoelástico, el parámetro relevante no es la temperatura experimental ( $T_{exp}$ ) sino la diferencia entre  $T_{exp}$  y  $M_s$ . Como esta última depende de la composición, es fácil adecuar las condiciones experimentales para estar suficientemente lejos de la zona de deformación plástica de la fase beta.

Tanto el efecto memoria como el pseudoelástico tienen su explicación en el mismo fenómeno, que es el cambio de estructura entre la matriz y la fase martensítica y su cuasi reversibilidad, ya sea variando las condiciones de tensión aplicada o de temperatura (cambia la fuerza de empuje).

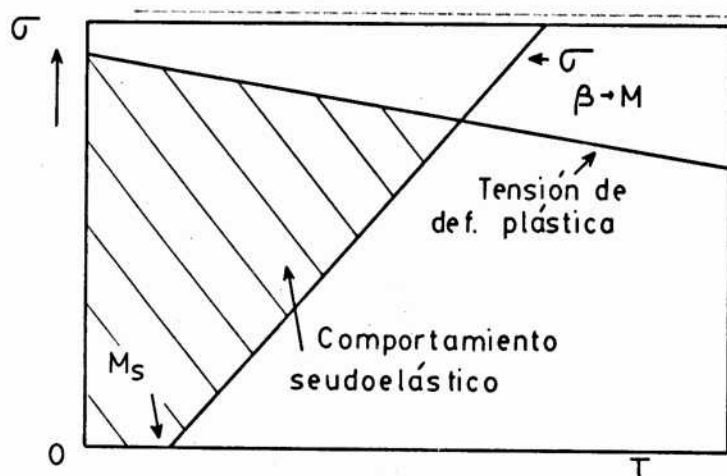


Fig.I.6.- Variación de la tensión de transformación y de la tensión de deformación plástica de la fase beta en función de la temperatura.

Si se aplican tensiones al material a temperaturas menores que  $M_s$  hay que discernir al menos entre 2 casos:

a) Que el material se encuentre en estado martensítico constituyendo una sola variante (es el caso en que se induce la martensita mediante aplicación de tensiones por encima de  $A_1$  y se la retiene templando por debajo de  $M_1$ . Aquí se pueden encontrar mecanismos de transformación martensita a martensita (ver capítulo VI).

b) Que el material sea polivariante de martensita, en cuyo caso en primer lugar se tiene un movimiento de interfases que conducen a la formación de un monocristal martensítico (BOSAB), y si se sigue aumentando la tensión aplicada, se encuentran mecanismos como en el punto a.

## 1.6. Efectos del ciclaje y fatiga.

Varios trabajos se han efectuado hasta la fecha con el fin de analizar la respuesta de los materiales con efecto memoria, a la fatiga asociada a la transformación martensítica. En ésta, a diferencia del ciclaje efectuado en el estudio de la fatiga en diversos materiales, se produce un cambio de estructura en cada ciclo.

Esto presenta 2 aspectos que hacen de su estudio el centro de interés de varios investigadores:

a) Por un lado el conocimiento y posible control de los factores que dan lugar a la fatiga de los materiales con efecto memoria constituye un requisito ineludible para el desarrollo de diversas aplicaciones de los mismos.

b) En un ciclo pseudoelástico efectuado como el observado en la figura 1.5, el material vuelve a la estructura inicial, con una deformación remanente nula. Sin embargo, al cabo de un cierto número de ciclos, el material llega a la fractura (79BR0) (81BR0). Esto es un claro indicio de que ciertos procesos irreversibles se van llevando a cabo en el material a medida que estos ciclos se van sucediendo. El conocimiento de dichos procesos irreversibles, constituye un aspecto básico en la comprensión de la transformación por un lado y de los mecanismos de fatiga por otro.

El hecho de que la mayor parte de las aplicaciones de estos materiales se efectúen con policristales ha hecho que éstos hayan sido mayoritariamente estudiados en los aspectos relacionados con la fatiga. En todos los casos se acepta una influencia fundamental de los bordes de grano en la acumulación de tensiones que conducen a la formación de fisuras con la posterior fractura del material.

A continuación se exponen algunos de los resultados fundamentales obtenidos ciclando muestras a través de la transformación martensítica, en policristales en primer lugar y luego en monocristales. En general, salvo mención expresa los ensayos han sido en tracción.

-Policristales de CuAlNi

Yang et Al (77YAN) y Ritter et Al (79RIT) analizaron muestras cicladas en compresión. Los resultados más salientes de dichos trabajos son :

- La existencia de un endurecimiento en las curvas de tensión-deformación, que alcanza la saturación a un número relativamente bajo de ciclos ( aproximadamente 30 ciclos).
- La irreversibilidad creciente de la transformación (placas de martensita que no vuelven a la fase matriz) con el número de ciclos. Esto es adjudicado a interacciones entre dislocaciones de la matriz y las placas de martensita.
- comportamiento acorde a la ley de Coffin-Manson
- formación de  $\beta'$  o  $\gamma'$  según las características específicas de cada experimento (tensión, número de ciclos, etc), en que la formación de  $\gamma'$  es perjudicial en lo referente a la resistencia a la fatiga. Las características de estas estructuras son similares a las que se encuentran en CuZnAl, siendo  $\gamma'$  del tipo 2H con apilamiento AB'AB'... y  $\beta'$  del tipo 18R, con apilamiento AB'CB'CA'CA'BA'BC'BC'AC'AB'A... (79TOK). Hay autores que agregan un subíndice para indicar la existencia del orden, llamando  $\beta_1$ ,  $\gamma_1$ ,  $\beta'_1$  a las estructuras presentes. Aquí se prescinde del mismo, dándose por supuesto la existencia de dicho orden.
- Fractura producida por nucleación de fisuras en borde de grano, originado por acomodamiento de deformaciones provenientes de granos vecinos, en forma similar a lo que sucede en aleaciones que no sufren transformaciones de fase.
- Propagación de la fisura por unión de pequeñas fisuras nucleadas en numerosos sitios de bordes de grano ( adjudicado al tipo de experimento realizado en compresión).
- Arreglos de dislocaciones fueron observados en M.E.. En particular se encontraron dislocaciones en las interfases entre beta y los 2 tipos de martensita existentes.
- No encontraron alteraciones de orden en la matriz como consecuencia del ciclaje, aún en aquellas zonas fuertemente deformadas.
- En un trabajo más reciente Sakamoto et Al (82SAK) analizan con microscopía electrónica de barrido, superficies de fractura de muestras fatigadas, encontrando que éstas responden a

fractura frágil en bordes de grano. En un modelo simplificado los autores proponen que el desplazamiento originado en placas de martensita contiguas, y cuyos planos de hábito intersectan a los bordes de grano, produce una cavidad en caso de no encontrarse modos de deformación que compatibilicen las deformaciones. Dicha cavidad daría origen a fisura. De acuerdo a esto sugieren como condiciones para disminuir la formación de fisuras en bordes de grano: a) disminuir tamaños de placas martensíticas y de granos de la matriz; b) mejorar las condiciones de deformación plástica (por ejemplo variando el tamaño de grano); aumentando la textura en el material.

- Policristales de CuZnSn.

Los estudios realizados en estas aleaciones (75DVO) (82BRO) permitieron evaluar el efecto de algunos parámetros (tamaño de grano/espesor, etc) sobre la resistencia a la fatiga, y cambios en las muestras como consecuencia del ciclaje.

Dvorak y Hawbolt (75DVO) usaron como parámetro para cuantificar los vínculos a los cuales están sometidos los granos de una estructura (grain constraint) al cociente entre el tamaño de grano (gs) y el espesor de la muestra (t). Si bien estudiaron básicamente como influye gs/t sobre Ms y otros parámetros de la transformación, algunos experimentos de ciclaje indicaron que: a) La forma del ciclo se estabiliza a partir de  $N=4$ ; b) el ciclaje disminuye la histéresis de las curvas tensión-deformación, aumentando la deformación permanente (asociada a martensita retenida). La magnitud de la deformación permanente para un número de ciclos determinado es mínima a mayor gs/t.

L.C. Brown (82BRO), a diferencia de Dvorak et Al, extiende los ensayos de ciclaje hasta la fractura de las muestras, y si bien concluye de forma análoga respecto a la influencia de gs/t sobre el material, deduce (comparando resultados obtenidos con otras aleaciones) que el factor realmente relevante en la resistencia a la fatiga, es la tensión aplicada. Las fracturas analizadas muestran que son las fisuras nucleadas en los bordes de grano, las que determinan la vida de las muestras, aumentando la posibilidad de deformación y formación de fisuras en aquellos

granos donde se ha formado martensita.

-Aleaciones de NiTi.

Estas aleaciones al igual que las otras mencionadas anteriormente presentan el efecto memoria de forma. Sin embargo los cambios de estructura asociados a las transformaciones martensíticas son considerablemente diferentes a los presentes en aleaciones con base CuZn o CuAl (78NIS). Por este motivo, se menciona aquí solamente que las propiedades de fatiga son distintas para estas aleaciones, presentando una mejor respuesta del material (79MEL.b).

- Policristales de CuZnAl.

Varios trabajos han sido efectuados en estos materiales (78DEL) (79JAN) (79MEL.a) (82OSH) (82JAN). Delaey et Al (78DEL) ciclaron hasta la fractura muestras martensíticas y en fase beta, encontrando mejor respuesta a la fatiga en las aleaciones en fase martensita (en ésta la deformación en cada ciclo está asociada a una reorientación de variantes). En ambas se observaron luego de la fractura dislocaciones retenidas en bordes de granos; en las martensíticas, además de las dislocaciones se habían formado maclas en el plano basal. Las interfases entre variantes constituían sitios de acumulación de deformaciones al igual que los bordes de grano.

Janssen et Al (79JAN), además de ratificar mediante ensayos adicionales los resultados del párrafo anterior, encontraron que el refinamiento de grano y la textura mejora la respuesta del material a la fatiga, análogamente a lo que se había visto en CuAlNi.

Melton y Mercier (79MEL.a) efectuaron ensayos de rotación-flexión. También aquí las muestras martensíticas alcanzan un mayor número de ciclos que las pseudoelásticas a una tensión dada, siendo la fractura intergranular la presente en todos los experimentos efectuados.

En un trabajo más reciente Janssen et Al (82JAN) comprueban que aleaciones preparadas por metalurgia de polvos presentan propiedades netamente superiores que el resto de las aleaciones.

Este comportamiento es atribuido a una acumulación de factores: refinamiento de grano, textura en dirección  $\langle 110 \rangle$  y presencia de partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. En estas aleaciones es menor el efecto de endurecimiento de deformación (disminución de la deformación reversible con el número de ciclos). En el mismo trabajo detallan la disminución del ancho del ciclo de histéresis con el número de ciclos. Si bien encontraron fisuras en bordes de grano adjudicadas a acumulación de tensiones en los mismos, estos autores consideran que no puede radicar en esto solamente la causa de la fatiga.

R.Oshima y N.Yoshida(82OSH) amplían el rango de temperaturas de ciclaje, llegando hasta temperaturas de aire líquido. Dado que trabajaron con una aleación de  $M_s = 0^\circ\text{C}$ , el cambiar la temperatura implicaba un cambio en el tipo de deformación de acuerdo a la ubicación de  $T_{\text{tr}}$  respecto a  $M_f, M_s, A_s$  y  $A_f$ . Independientemente de la temperatura de trabajo, el comportamiento de la aleación en fase martensítica es superior al de la fase beta, estando presente la fractura intergranular en la mayor parte de los casos. Observaron también la formación de dislocaciones con el ciclaje, que son identificadas como de tipo hélice con  $b$  del tipo  $\langle 111 \rangle$ , aunque sin especificar la metodología empleada para el análisis de las mismas.

Jeff Perkins y R.O.Sponholz concentraron su atención en el efecto del entrenamiento de las muestras sobre el efecto doble memoria (84PER) y si bien el tipo de experimento al que someten a las muestras presenta varias diferencias con las técnicas utilizadas en este trabajo, es conveniente mencionar algunos de los aspectos salientes del mismo. El ciclo al que someten a las muestras consiste en : a) partiendo del policristal en fase beta ( $T > A_f$ ), traccionarlo un 3%, manteniendo constante la deformación; b) enfriamiento de la muestra a  $T < M_f$ ; c) llevar la tensión a cero mediante movimiento del cabezal; d) quitando la sujeción a una de las mordazas que sujeta la muestra, calentar a  $T > A_f$ , permitiendo cambios en la longitud de la muestra. El punto b involucra una transformación a martensita asistida por tensión. Observaron un aumento en la densidad de dislocaciones con el ciclaje, el que se atribuye a la disminución de la tensión de deformación observada con la repetición del punto a.

Dichas dislocaciones serían también responsables de cierta cantidad de martensita retenida a medida que avanza el entrenamiento. Tanto las dislocaciones como la martensita retenida serían la causa de la nucleación de una variante preferencial de martensita que colaboraría fuertemente con el efecto doble memoria.

En el trabajo presentado por Thumann y E. Hornbogen en el encuentro de discusión realizado en Bélgica (B4THU), experimentos de ciclaje realizados en rotación-flexión provocan variaciones en la temperaturas de transformación  $M_s$  de las muestras, indicando que cambios microestructurales surgen como consecuencia del ciclaje mecánico (También analizan consecuencias del ciclaje térmico).

Detalles sobre consecuencias del ciclaje en aleaciones de AuCd pueden encontrarse en (75LIE).

#### Trabajos efectuados en monocristales

La experiencia acumulada en este tema en muestras monocristalinas es menor que para policristales. Tal como se ha visto, los bordes de grano juegan un papel importante en todo experimento de ciclaje y/o fatiga en policristales. Este hecho puede enmascarar otros fenómenos presentes en estas aleaciones, por lo cual el estudio de los monocristales permitiría profundizar en aspectos de difícil solución a través del estudio exclusivo de policristales.

Varios trabajos han sido efectuados en monocristales de CuAlNi (79BRO) (81SAK) (83SAK). L.C. Brown efectuó experimentos de ciclaje hasta cierto porcentaje de deformación en muestras de CuAlNi a través de la transformación beta-beta'. Esto limitaba las tensiones aplicadas a mayores de 140 MPa, dado que tensiones menores implicaban la formación de  $\beta'$ . Se pueden resumir sus resultados de la siguiente forma:

a) No se observa influencia de la orientación ni del medio sobre la fatiga, b) no se observa influencia del porcentaje de deformación, en cambio sí de la tensión aplicada, c) hay influencia del estado de la superficie; detectan nucleación de fisuras para  $N < 0.06N$ , para una de las muestras

electropulidas y  $N = 0.54N_0$  para una de las muestras no electropulidas; d) las fisuras actúan como sitios de nucleación de la martensita inducida; e) No se observaron cambios que indicaran modificaciones en la estructura interna del material.

Sakamoto et Al (81SAK), obtienen resultados similares a los obtenidos por Brown, aunque la dependencia con la tensión no es tan pronunciada, diferencia que los autores adjudican a las condiciones de la superficie (muestras electropulidas en (81SAK)). Las muestras fueron cicladas en tensión, no observándose modificaciones en las curvas de tensión-deformación, excepto una ligera disminución en la tensión de transformación y aumento de la tensión de retransformación con el ciclaje. Los análisis fractográficos hechos con microscopía electrónica de barrido, indican básicamente fractura frágil y algunas pocas indicaciones de ductilidad. Es conveniente mencionar que suponen la acumulación de defectos tipo dislocaciones en las interfases beta-beta' con el ciclaje, si bien no hay detalles sobre esto en dicho trabajo. La formación de dichos defectos que darían origen a fisuras y la baja tenacidad (low toughness) de la aleación serían la causa de la fractura del material.

En un trabajo posterior H. Sakamoto (83SAK) incorpora en el estudio de la fatiga de monocristales de CuAlNi, otros mecanismos de deformación además de la transformación beta-beta' estudiada en los 2 trabajos mencionados anteriormente. Estos son: deformación elástica de beta, deformación de martensita  $\gamma'$  multivariante, deformación elástica de martensita  $\gamma'$  monovariante, transformación  $\gamma' \rightleftharpoons \beta''$ , movimiento de maclas (101), en martensita  $\gamma'$  monovariante. La estructura  $\beta''$  es también del tipo 18R pero con un apilamiento del tipo: AB'AB'CA'CA'CA'BC'BC'BC'AB'A... diferente al correspondiente a  $\beta'$  (79TOK).  $\beta''$  se induce por aplicación de tensiones a partir de  $\gamma'$ , mientras que a partir de  $\beta$  se induce  $\beta'$  (79UIS). Para ninguno de los modos de deformación utilizados en los experimentos de ciclaje, se encontró influencia de la orientación, ni de la velocidad de deformación. Las curvas de tensión-deformación presentaron mínima o ninguna modificación con el ciclaje excepto para el último modo de deformación mencionado. En todos los casos la fractura fue del tipo frágil. Comparando sus resultados con experimentos efectuados en

policristales, verificaron que los últimos presentan menor  $N_f$  a igual tensión aplicada.

Monocristales de CuZnSn fueron estudiados por L.C. Brown (BIBRO). Aquí la transformación presente es similar a la existente en CuZnAl y a la transformación beta-beta' de CuAlNi. Los resultados obtenidos en las muestras de CuZnAl no presentan diferencias sustanciales con los encontrados en CuAlNi, si bien habría indicios de un pequeña ductilidad presente en CuZnSn. Esto traería aparejado un crecimiento más lento de las fisuras y una respuesta ligeramete superior para esta aleación, aunque esto último basado en un criterio que compara  $N_f$  para el cociente tensión aplicada/ tensión para la fractura, mientras que las curvas de  $N_f$  vs. tensión son similares para ambas aleaciones.

En este trabajo se ha elegido a la aleación de CuZnAl para su estudio, en primer lugar por existir experiencia suficiente sobre las transformaciones de fase martensíticas presentes en este material. Por otro lado existía una experiencia razonable en el área de policristales, mientras que no ocurría lo mismo para monocristales. Estos son los que se estudian aquí.

Tanto la experiencia obtenida en policristales como en monocristales, resumida más arriba, indican que cambios microestructurales surgen como consecuencia del ciclaje, y que ni siquiera en policristales se pueden adjudicar todos los efectos observados a la acumulación de tensiones en bordes de grano. He aquí la importancia de eliminar a los bordes de grano mediante el estudio de monocristales que permita separar los fenómenos presentes en la aleación.

Se han estudiado distintos aspectos relacionados con los cambios microestructurales del material con el ciclaje y la respuesta del mismo a la fatiga, analizando procesos que tienen lugar tanto en el volumen como en la superficie y la influencia de varios parámetros sobre el material.

En el capítulo II se describen las técnicas fundamentales utilizadas en el presente trabajo, haciéndose especial énfasis en los detalles vinculados con los ensayos de ciclaje. Los resultados de dichos experimentos, en particular el tipo de

defectos superficiales y de volumen que se originan en el material se detallan en el capítulo III. En el capítulo IV se estudian experimentos efectuados a temperatura de aire líquido donde se aprecia y discute una respuesta diferente del material al ciclaje.

En el capítulo V se estudian los arreglos de dislocaciones y las características de las mismas que se forman en las muestras. Teniendo en cuenta que el material se encuentra en fase martensítica en el máximo de tensión de cada ciclo reviste importancia conocer los mecanismos de deformación de la martensita, que se estudian en el capítulo VI. Una discusión general y exposición de las conclusiones se encuentra en el capítulo VII.

## II. DETALLES Y METODO EXPERIMENTAL

Considerando que varias de las técnicas utilizadas en el presente trabajo han sido descritas en diversas publicaciones (73ARN) (73RAP) (79RAP) y trabajos internos de la División Metales del Centro Atómico Bariloche, pocas especificaciones se consideran suficientes para algunas de ellas.

### II.1.- Preparación de aleaciones

Se prepararon aleaciones de Cu-Zn-Al, utilizándose metales de pureza 99,999 %. Dichos metales fueron pulidos químicamente y luego del pesaje correspondiente, encapsulados en tubos de cuarzo, en atmósfera de Argon (a una presión de aproximadamente 10 mm Hg). En todos los casos la composición electrónica de las aleaciones utilizadas fue de 1.48, eligiéndose la composición a utilizar acorde a la temperatura de transformación  $M_s$  deseada. En los capítulos correspondientes se indican las composiciones de las aleaciones utilizadas en el presente trabajo. Las cápsulas de cuarzo fueron puestas a temperaturas suficientemente elevadas, en hornos resistivos, garantizando mediante agitaciones intermitentes, una mezcla adecuada de los componentes. Las aleaciones fueron luego templadas en agua a temperatura ambiente.

### II.2.- Preparación de monocristales.

Trozos de aleación fueron pulidos químicamente (en solución de ácido nítrico 50% y agua, con lavado posterior en agua) y encapsulados en tubos de cuarzo o vycor en atmósfera de Argon. Se crecieron monocristales utilizando la técnica de Bridgman, templándose los mismos en agua a temperatura ambiente. Los cristales fueron recocidos a 800°C durante 2 horas y enfriados al aire.

### II.3.- Orientación de los monocristales utilizados.

Para la orientación de los monocristales se utilizó la

técnica de Laue por reflexión (68BARR). Dicha determinación se efectuó en la fase beta del cristal.

#### II.4.- Preparación de muestras para tensión y ciclaje.

A partir de los monocristales, fueron preparadas en una máquina de electroerosión, muestras cilíndricas de longitud y diámetro especificados más adelante, con su parte central de menor diámetro que los extremos (cabezas), permitiendo así su inserción en las mordazas correspondientes. El proceso de electroerosión permite dar la forma requerida a las muestras a utilizar introduciendo un daño mínimo al material.

#### II.5.- Tratamientos térmicos.

Salvo especificación contraria, todas las muestras, una vez fabricadas en la máquina de electroerosión, fueron puestas a 800°C durante 30 minutos y dejadas enfriar al aire. Excepto en aquellos casos mencionados especialmente, el tratamiento térmico se efectuó con anterioridad al pulido de las muestras.

#### II.6.- Pulido de las muestras.

Excepto en aquellos casos donde se especifica algo diferente todas las muestras fueron pulidas mecánicamente primero (con papel de lija grado 600 micrones) y luego electrolíticamente. Para éste se usó una solución de ácido nítrico (15%) y alcohol metílico y la tensión aplicada fue de aproximadamente 4 voltios durante un tiempo de 5 minutos. El lavado posterior se efectuó sumergiendo sucesivamente la muestra en no menos de 3 recipientes con alcohol metílico. Es conveniente mencionar que un buen pulido se logra dejando circular corriente y cortando el pasaje de la misma varias veces durante el tiempo de pulido. La formación de una capa superficial y la caída de la misma deben verse correspondientemente, dando lugar a una superficie brillante.

#### II.7.- Determinación de la Ms de las muestras.

En aquellos casos en los que se consideró necesario se midió la temperatura de transformación  $M_s$  de las muestras. Para ello, soldando una termocupla a la muestra, se varió la temperatura de la misma, graficando dicha variación en función del tiempo. Al comenzar la transformación beta-1BR o la inversa, se produce un cambio en la concavidad de la curva, asociado a los intercambios de calor que tienen lugar durante el cambio de fase.

En algunos casos se determinó la temperatura de transformación a partir de la relación existente entre la misma y la tensión necesaria para que la muestra comience a transformarse a una temperatura dada. Para ello basta considerar que la relación entre la tensión resuelta en el sistema primario de transformación ( $\tau$ ) y la temperatura experimental ( $T_{exp}$ ) es lineal, siendo  $\tau=0$  para  $T_{exp}=M_s$ .

$$\tau = [d\tau/dT] \text{ (Kg/mm}^2\text{K)} (T_{exp} - M_s)$$

La tensión resuelta es  $\tau = \mu\sigma$  en que  $\sigma$  es la tensión aplicada (carga dividida por el área de la sección transversal de la muestra) y  $\mu$  es el factor de Schmidt.

$$\mu = \cos \lambda \cos \phi$$

$\lambda$  = ángulo entre el eje tensil de la muestra y la normal al plano de hábito de la transformación .

$\phi$  = ángulo entre el eje tensil de la muestra y la dirección de deslizamiento de la transformación. Dada una muestra con su eje tensil en el triángulo unidad  $[001][011][\bar{1}11]$  (con referencia a la red bcc), el polo del plano de hábito se encuentra aproximadamente a 6 grados del  $(101)_{bcc}$  y la dirección de deslizamiento es  $[101]_{bcc}$ . De lo anterior resulta:

$$\mu\sigma = [d\tau/dT](T_{exp}-M_s) \Rightarrow \sigma = \frac{1}{\mu} [d\tau/dT](T_{exp}-M_s)$$

$$M_s = T_{exp} - \mu\sigma / [d\tau/dT]$$

de donde puede obtenerse la  $M_s$  de una muestra a partir de la temperatura experimental y viceversa, conociendo por supuesto la

orientación de su eje tensil. El valor de  $[d\tau/dT]$  considerado es  $0.1 \text{ Kg/mm}^2\text{K}$ , que concuerda con trabajos anteriores (75AHL) y experimentos realizados durante este trabajo. Esto resulta particularmente útil para muestras de Ms menor que la temperatura de ebullición del aire líquido.

#### II.8.- Microscopía óptica.

El análisis de las superficies de las muestras permite obtener útil información referente a distintos procesos, ya sea de deformación plástica o relacionados con transformaciones de fase. Respecto a éstas, el uso de luz incidente polarizada (S2CON) permite aprovechar la anisotropía óptica de algunas fases involucradas (como es el caso de la martensita 18R), para una identificación inicial de las mismas. Se ha utilizado un microscopio óptico metalográfico Reichert para las observaciones realizadas.

#### II.9.- Análisis de trazas en superficies.

Muchos fenómenos relacionados con la transformación martensítica o con la deformación plástica, muestran claras preferencias cristalográficas; observándose en numerosos casos, trazas en las superficies de las muestras. La determinación de planos y direcciones a los cuales correspondan dichas trazas aporta información relevante sobre los fenómenos acaecidos, y constituye una tarea delicada por las rotaciones que están involucradas en todo sistema óptico. Dicho análisis necesita de una relación adecuada entre la determinación de superficies de referencia mediante el uso de rayos X y la rotación de la muestra alrededor de su eje tensil bajo observación en el microscopio óptico. Detalles de este análisis se encuentran en (69JOH) y en el apéndice A.

#### II.10.- Microscopía electrónica.

En muchos casos, para la determinación de defectos en el volumen del material o de distintas estructuras se recurre al microscopio electrónico de transmisión. Para este trabajo se

utilizó uno de 100 KV, tipo Philips 300, existente en el C.A.B. Esta técnica se encuentra extensamente estudiada en distintos libros y publicaciones (79THO), por lo cual solo se mencionan a continuación detalles sobre el pulido de las muestras.

#### II.11.- Pulido de muestras para microscopía electrónica.

En todos los casos, las muestras cortadas por electroerosión, son sometidas a un pulido preliminar rápido (jet). El electrolito usado en este paso es una solución de 20 % de ácido fosfórico en agua destilada. Logrado así un adelgazamiento en la parte central de la muestra, se pasa a un pulido final de tipo electrolítico, hasta la formación de un agujero en la parte central de la muestra. Usualmente, la zona alrededor del mismo es suficientemente delgada para el pasaje de electrones a través de la misma.

El electrolito usado fue del tipo 1 o 2 según el caso:

1) 15% de ácido nítrico en alcohol metílico, con lavado posterior en alcohol metílico ; 4 Voltios.

2) Acido fosfórico saturado en óxido crómico con lavado posterior en agua destilada; 1,5 Voltios.

El pulido 2 es considerablemente más lento que el 1 y en particular para las muestras en fase beta permite obtener una mejor superficie observable. Para algunos temas de este trabajo, en particular el estudio detallado de dislocaciones que se analiza más adelante, se utilizó el siguiente pulido, que llamaremos 3 para distinguirlo de los 2 anteriores. En este, usado especialmente para la fase beta el pulido inicial (jet) es idéntico al ya descrito, mientras que el pulido final es ahora del tipo doble jet. Este se realiza en un equipo que tiene incorporada una celda fotovoltaica que corta el pulido cuando se forma un agujero en la muestra, permitiendo el paso de la luz a través de la misma. El electrolito usado está constituido por:

250 ml ácido fosfórico

5 grs de urea

250 ml alcohol etílico

50 ml alcohol propílico

500 ml agua destilada

Para el pulido de la fase beta se enfría el electrolito

hasta una temperatura entre 0 y 3°C. Un buen pulido se obtiene para una tensión de 17 voltios, una corriente de aproximadamente 200 mA y una velocidad de flujo igual a 7,5 en la escala del equipo disponible (Tenupol-Struers). El lavado posterior se efectúa en agua para quitar el grueso del electrolito remanente sobre la muestra y luego en no menos de 4 recipientes con agua destilada. En algunos casos es conveniente disolver en alguno de ellos poca cantidad de ácido cítrico.

Salvo excepciones, las muestras pulidas de esta forma requieren un pulido posterior en un electrolito del tipo 2 mencionado más arriba, siendo suficiente 1 o 2 minutos a una tensión de 1.5 voltios, con lavado posterior en varios recipientes con agua destilada. Este pulido juega el papel de "limpieza" de la muestra.

#### II.12.- Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Esta técnica es particularmente poderosa para el análisis de defectos, fisuras u otros detalles superficiales. Si bien se pueden encontrar más detalles sobre la misma en (BOWIL) (B3IPO.a) (B3IPO.b), se comentan a continuación algunos aspectos de esta técnica.

En un M.E.B. incide un haz colimado de electrones sobre la muestra. Este haz puede explorar una zona de la misma, haciendo un barrido horizontal de la superficie y otro a 90 grados, de donde viene el nombre del equipo. Estos electrones suficientemente acelerados, interactúan con los electrones de la muestra, dando origen a distintos fenómenos, como ser la emisión de electrones secundarios, de electrones retrodifundidos, fotones, rayos X, electrones Auger y otros. Cualquiera de estas señales (de acuerdo al equipo disponible) puede ser detectada, suficientemente amplificada y llevada a formar cierta imagen en una pantalla de televisión. Estas imágenes aportan diferentes informaciones según cual sea la señal estudiada.

Consideremos a título de ejemplo la formación de imágenes en el modo emisor (electrones secundarios detectados). El haz de electrones barre una zona de la muestra en 2 direcciones perpendiculares entre sí (x e y). Los electrones secundarios emitidos son captados por un detector; la

señal es amplificada y se usa para modular un haz que incide sobre una pantalla de un tubo de rayos catódicos. Cada punto de la pantalla que se corresponderá con un punto en la muestra, tendrá mayor o menor brillo, de acuerdo a la mayor o menor emisión de electrones secundarios del correspondiente punto de la superficie analizada.

La imagen resultante en la pantalla en este caso da una buena idea del relieve o topografía superficial, de donde resulta la gran utilidad de esta técnica, ya que la resolución es mucho mayor que la que se obtendría con un microscopio óptico (100 Å en el modo emisor mencionado). Además de una mayor resolución, una ventaja adicional se obtiene por la gran profundidad de foco obtenida en las imágenes, lográndose así simultaneidad del foco para puntos pertenecientes a superficies muy irregulares.

Las imágenes obtenidas en el modo emisor descrito en el párrafo anterior reciben el nombre de "imagen Z". Las imágenes tipo Y también utilizadas en el presente trabajo se diferencian por no estar el haz incidente en la pantalla, modulado por la señal de electrones secundarios, sino deflecionado en una dirección perpendicular a la dirección de barrido. La magnitud de la deflección es proporcional a la cantidad de electrones secundarios detectados desde el punto correspondiente en la muestra. En algunos casos las imágenes Y aportan información adicional sobre el relieve superficial.

Respecto a la influencia de la topografía superficial sobre las imágenes obtenidas en el modo emisor se puede pensar en una analogía óptica (83IPD.a). De esto resulta que la imagen observada es similar a la que uno observaría mirando a la muestra desde el haz incidente, y estando la superficie iluminada por una fuente luminosa más bien difusa, que de acuerdo a la convención usual de presentación de micrografías, se considera ubicada en el ángulo superior izquierdo.

### II.13.- Ensayos de fatiga

Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina de ensayos mecánicos Instron modelo 1123. Las muestras fueron cicladas entre una deformación correspondiente a la fase beta

del material y otra deformación para la cual la muestra hubiera transformado a la fase martensítica en un 50 % (salvo mención expresa). Una fotografía del equipo utilizado para el ciclaje se puede ver en la fig. II.1. Se detallan a continuación algunos aspectos de los experimentos de fatiga.

El equipo disponible permite 3 formas distintas de instrumentar el ciclaje e inclusive mezclas de las mismas:

i) Usando el módulo de ciclaje en carga, se puede fijar para el experimento a efectuar, los límites mínimo y máximo de carga a aplicar.

ii) Usando el módulo de ciclaje en deformación se fijan los límites de deformación mínima y máxima. Este módulo requiere el montaje de un sensor de deformaciones en la muestra, siendo la información proveniente del mismo, la que alimenta el módulo de ciclaje.

iii) Se fijan los desplazamientos mínimo y máximo de cabezal de la máquina, lo que se corresponde con una deformación mínima y máxima de la muestra ( el módulo que se utiliza en este caso se llama "medición de extensión").

Experimentos preliminares indicaron la conveniencia de elegir el método iii para efectuar el ciclaje. Esta decisión surge de lo siguiente:

A cada porcentaje de muestra transformada de beta a martensita le corresponde una cierta elongación. Dicha elongación depende de la orientación del eje de la probeta (74MIU) y al igual que en aleaciones de CuZnSn y AuCuZn, la elongación correspondiente a la transformación total disminuye a medida que el eje tensil se aleja del  $\langle 100 \rangle_{\beta}$ , siendo mínima para orientaciones cercanas al  $\langle 111 \rangle_{\beta}$ . Como la característica principal del ciclaje efectuado es la transformación martensítica, es fundamental garantizar en cada ciclo cierto porcentaje de transformación. Por lo dicho más arriba, esto se puede lograr fijando un cierto porcentaje de deformación para cada ciclo. Si además se considera que con el ciclaje se producen variaciones en la curva tensión-deformación, lo que se detalla más adelante, se deduce que el ciclaje entre valores de carga (i) no es el más indicado. Esto es particularmente importante para el límite máximo no siendo tan crítico para el mínimo, ya que las

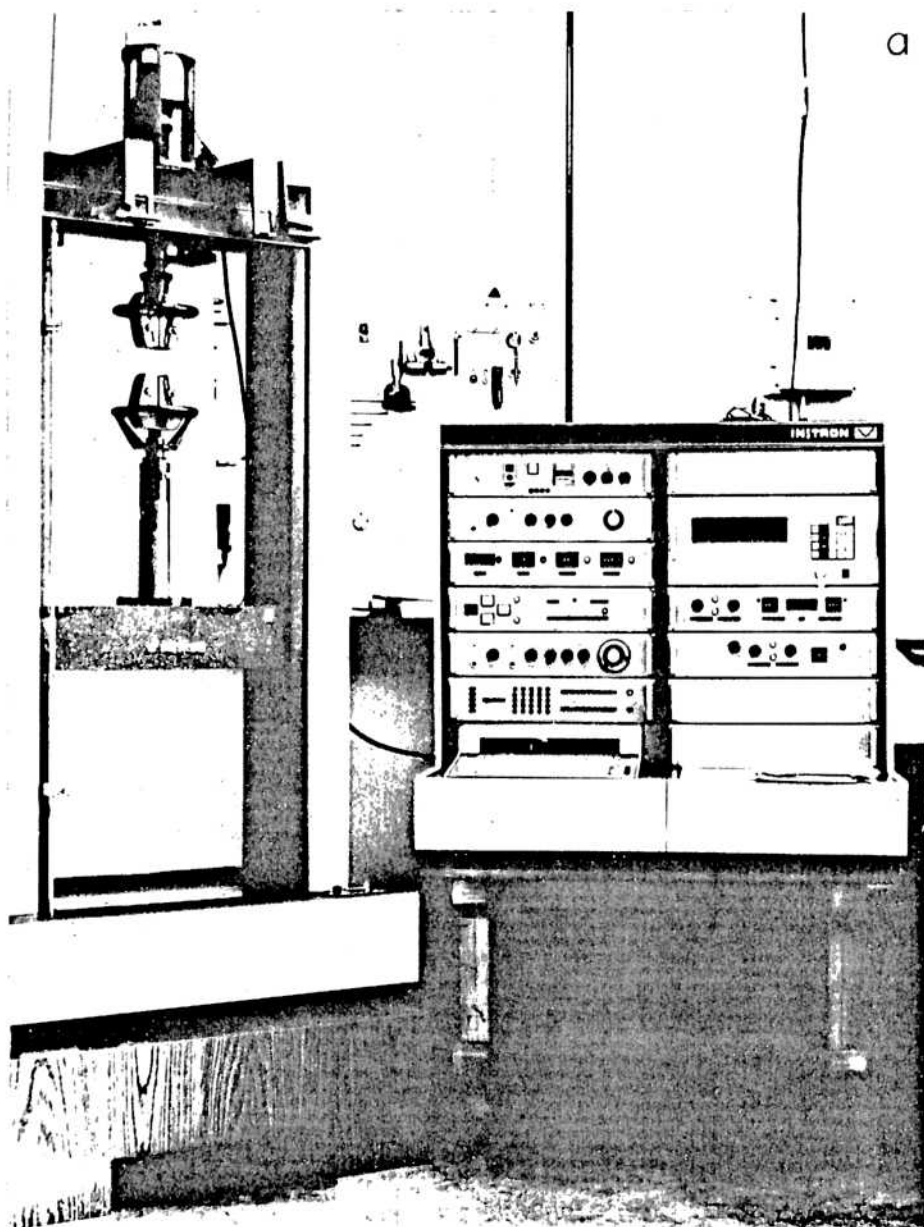
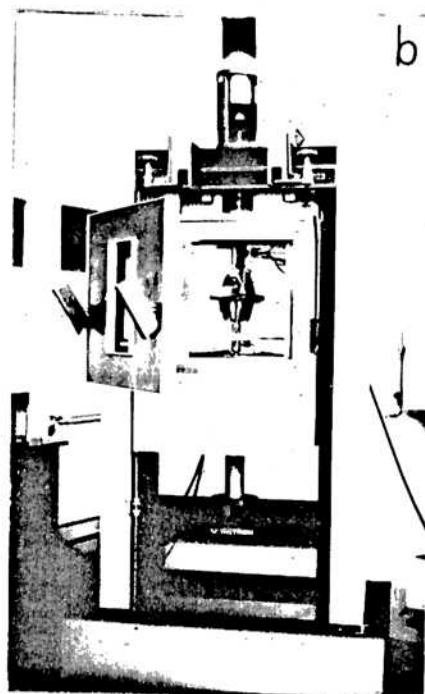


Figura 11.1.- a) Máquina de ensayos de deformación, INSTRON modelo 1123, utilizada en los experimentos de ciclaje; b) Se ve el horno donde se efectuaron los ensayos a temperaturas mayores que la ambiente.



variaciones no se observan en la zona elástica de la fase beta. El método ii no se consideró apropiado dado que el sensor de deformaciones disponible daña la superficie en 2 puntos de la misma, pudiendo esto afectar la formación de defectos superficiales.

Elegido el método iii para controlar el ciclaje y dado que el módulo correspondiente fija los límites en mm de desplazamiento del cabezal (que equivale en una primera aproximación a la elongación de la muestra), con una precisión de 0.1 mm; se efectuó para cada probeta un ciclo inicial beta-18R completo. Con dicho ciclo es inmediato conocer las elongaciones de la probeta, correspondientes a las distintas etapas de la transformación (zona elástica de la fase beta, comienzo de la transformación, meseta de la curva y fin de la transformación), de donde se eligen las elongaciones límite.

La muestra está en uno de sus extremos unida a través de mordazas y prolongadores, a la celda de carga (que convierte la carga aplicada en una tensión eléctrica) y en el otro, unida al cabezal cuyo movimiento por lo tanto trae aparejado una deformación de la muestra. Trabajando con el módulo de extensión, el cabezal recibe la instrucción de desplazarse hacia abajo y hacia arriba (carga y descarga) N veces y no percibe la fractura de la muestra, por lo cual se podría estar contabilizando ciclos con la muestra ya fracturada. La forma de evitar esto es utilizar el módulo de ciclaje en carga. Este tiene un dispositivo que interrumpe el ciclaje si durante algún ciclo la tensión alcanza en la descarga un valor dado prefijado al comienzo del experimento. Si dicho valor se fija igual a 0, resulta inmediato que se detendrá el ciclaje en caso de fractura, pues la relajación de tensiones, lleva la carga a 0.

Otro factor a tenerse en cuenta es la inercia mecánica del sistema. En general, cuando se efectúan los primeros ciclos, para verificar que se induce una sola variante de martensita o cualquier otro dato de la transformación, se utiliza una velocidad de deformación de 0.5 mm/min, que usualmente es bastante más baja (hasta 2 órdenes de magnitud) que la velocidad utilizada posteriormente durante el ciclaje. A velocidades mayores, la inercia que tiene el cabezal provoca pequeñas variaciones en las cargas límite o deformaciones límite, que

deben tomarse en cuenta, ya sea para no exceder las cargas aceptables ni ir por debajo de la carga nula, lo que podría introducir efectos adicionales de compresión.

La última etapa que atraviesa la muestra previo a su ciclaje, salvo casos particulares, es su pulido ya descrito más arriba. De ser necesario dejar como última etapa el tratamiento térmico efectuado y no el pulido, debe tomarse en cuenta que durante el tratamiento térmico se forma en la superficie una capa de óxido. En caso de tener que estudiar la superficie, dicha capa puede dificultar el análisis de los resultados. Este es el motivo de haber efectuado en primer lugar el tratamiento térmico y luego el pulido superficial.

Una última observación es conveniente hacer aquí. Previo a considerar al experimento de ciclaje "en marcha", debe hacerse una observación de la muestra durante las transformaciones sucesivas a la velocidad final de deformación requerida y comparar con la variante formada en los primeros ciclos de prueba a menor velocidad. Esto es particularmente útil en el caso de que el eje tensil este cercano a la línea  $[100][011]_{\text{b.c.c.}}$ . Una pequeña rotación del eje aquí puede dar lugar a que más de una variante de martensita sea favorecida por el Factor de Schmidt y por lo tanto sea inducida. Esa rotación, que puede estar ausente a bajas velocidades, puede surgir a velocidades mayores, provocada por el brusco cambio en el movimiento del cabezal. En más de un experimento esta situación imponía un límite máximo a la velocidad a utilizar, para conservar la formación de una sola variante de 18R durante el ciclaje. Variando la diferencia existente entre la temperatura de trabajo ( $T_{\text{exp}}$ ) y la  $M_s$  de las muestras se pudieron obtener distintos valores de tensión máxima aplicada ( $\sigma_{\text{máx}}$ ) en cada ciclo. La frecuencia del ciclado fue de 50 ciclos por minuto en promedio, si bien éste y otros detalles se darán en las tablas correspondientes.

En aquellos ensayos efectuados a temperaturas mayores que la ambiente, se utilizó un horno que permitía mantener la temperatura con variaciones menores que un grado centígrado.

Los ensayos a temperaturas menores que la temperatura ambiente fueron efectuados en atmósfera de aire líquido para  $T_{\text{exp}}$  mayor que  $-186^{\circ}\text{C}$  manteniendo la temperatura constante  $\pm 2$

### III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

#### III.1.- Influencia de la tensión sobre la fatiga.

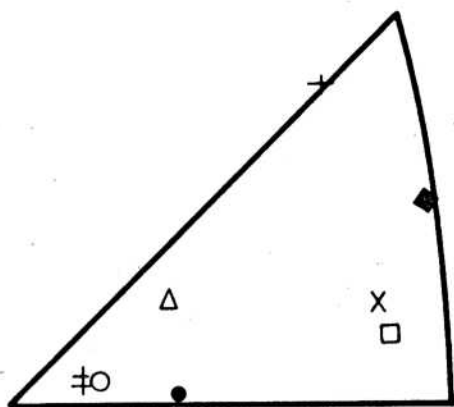
La orientación del eje tensil de las muestras utilizadas en esta parte del trabajo se encuentran en la Fig.III.1.

En la figura III.2 se ha graficado el número de ciclos (Se entiende que es a través de la transformación pseudoelástica beta-18R) hasta la fractura, en función de la tensión máxima aplicada en cada ensayo ( $\sigma_{max}$ ). La tensión máxima aplicada no difiere apreciablemente de la tensión crítica necesaria para inducir la martensita ya que durante la transformación, la pendiente de la curva tensión-deformación se hace aproximadamente nula en la mayoría de los casos. Esto no sucede para orientaciones cercanas al  $\langle 111 \rangle_{hkl}$ , ya que en este caso la pendiente de la curva dista de hacerse 0 durante la transformación. Debe tenerse en cuenta que se producen variaciones en la curva tensión-deformación durante el ciclaje, y que si bien se detallan más adelante, se encontró que  $\sigma_{max}$  para el ciclo N se mantiene dentro del intervalo  $\sigma_{max}(N=1) \pm 10\%$ . Las flechas asociadas a algunos símbolos indican que el ciclaje fue detenido sin haberse alcanzado la fractura. En la figura III.2 se pueden ver los resultados provenientes de composiciones diferentes, distintas temperaturas de trabajo (ver tabla III.1), y distintas orientaciones.

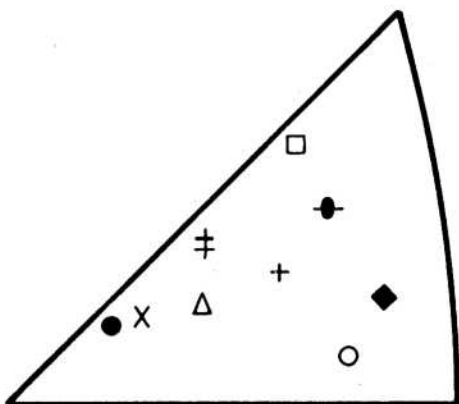
La dispersión de los puntos es apreciable. En principio los 2 puntos correspondientes a la dirección cercana a la  $[111]_{hkl}$ , no permiten asegurar una variación de  $N_f$  con la orientación (una tercer muestra de igual orientación rompió a un  $N_f$  más alto). Una ausencia de dependencia entre  $N_f$  y la orientación fue también obtenida por Sakamoto (83SAK) y Brown (79BRO), quienes trabajaron en muestras de Cu-Al-Ni. No fue posible deducir una relación sistemática entre  $N_f$  y algún otro parámetro más allá de una evidente disminución de  $N_f$  con la tensión máxima aplicada y un aparente corrimiento a mayores valores de  $N_f$  para experimentos a bajas temperaturas. Esto último se menciona aquí en forma preliminar pero será estudiado en detalle en el capítulo IV.

En la figura III.2 se puede ver también el número de

a (○); b (●); c (Δ); d (+); e (◆)  
f (⊕); g (□); h (x)



i (●); j (○); k (□); l (x); m (+)  
n (◆); o (⊕); p (Δ); q (⊕)



r (⊕); s (◆); t (○); u (●); v (+); w (●)

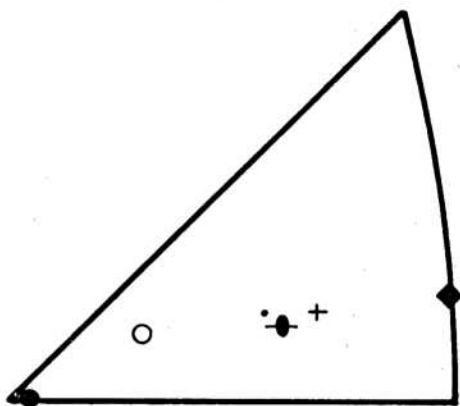


Figura III.1.-

Orientación de los ejes  
tensiles de las muestras  
utilizadas. Las letras  
se corresponden con las  
de la tabla III.1.



TABLA III.1

Muestra	Frecuencia (ciclos/min)	Longitud (mm)	Ms (°C)	T <sub>exp</sub> (°C)	$\sigma_{\text{máx}}$ MN/m <sup>2</sup>	Nf (ciclos)	
a	1	56	7.2	0	53	98.9	21444
	2	50	7.2	0	60	97.5	38817
b	1	48	9.1	0	60	150.7	4990
	2	50	9.1	0	47	108.2	23376
	3	55	9.1	0	44	96.5	22935
c	1	50	20.4	0	TA	40.1	>10 <sup>5</sup>
d	1	60	8.0	0	TA	152.7	50
	2	45	8.0	0	TA	157.1	85
	3	50	8.0	0	TA	108.2	13350
e	1	50	11.2	0	TA	74.7	21843
	2	50	12.4	0	TA	84.2	532799
f	1	50	9.4	-35	TA	124.3	19920
	2	53	9.4	-35	TA	116.9	19458
g	1	53	11.5	0	TA	99.8	56000
	2	53	11.5	0	TA	83.1	40903
h	1	50	11.0	0	60	133.8	3646
	2	50	11.0	0	TA	56.8	>15263
	3	50	11.0	0	TA	40.2	>15200
i	1	53	7.6	-35	TA	136.4	4997
	2	53	8.4	-35	TA	158.3	6265
j	1	53	8.4	-35	TA	165.6	3216
	2	53	8.4	-35	TA	153.6	>3010
k	1	50	10.2	-35	TA	236.0	2000
	2	49	9.6	-35	TA	232.0	525
l	1	53	9.2	-35	TA	142.9	2799
	2	53	9.2	-35	TA	135.7	4137
	3	53	9.2	-35	TA	128.4	3499
m	1	52	12.8	-35	TA	148.5	2890
	2	50	12.8	-35	TA	153.9	3746
	3	50	12.8	-35	TA	147.9	1538
n	1	60	10.2	-35	TA	170.8	4273
	2	18	34.2	-35	TA	170.8	4112
p	1	50	8.5	-35	TA	120.5	18600
r	1	52	11.7	-35	TA	139.2	7307
r	1	6	19.2	-35	80	255.0	4005
	2	53	19.2	-35	60	269.0	3028
s	1	28	12.0	-35	TA	173.3	8200
	2	28	36.0	-35	TA	181.5	4988
t	1	52	10.1	-260	-186	162.3	13936
u	1	50	13.2	-200	-116	147.3	38750
	2	46	13.2	-200	-110	195.0	4692
v	1	50	13.2	-200	-106	199.8	5794
	2	50	13.2	-200	-110	202.7	70870
	3	48	13.2	-200	-79	292.2	2169
w	1	30	29.0	0	50	133.3	5508

ciclos para el cual se empiezan a ver con el microscopio óptico, marcas permanentes en la superficie de las muestras. Debe destacarse aquí que para un número de ciclos aún bajo respecto a la vida de las muestras, se encuentra cierto grado de irreversibilidad en las mismas.

### III.2.- Influencia de la velocidad de deformación y frecuencia sobre $N_r$ .

Se hicieron experimentos preliminares para determinar la influencia de la velocidad de deformación y de la frecuencia de ciclaje sobre la vida de las muestras. Para ello, de un mismo monocristal se fabricaron muestras de igual diámetro y longitudes diferentes (3 a 1). De esa forma, todos los parámetros de trabajo son idénticos para las muestras del mismo cristal, excepto uno. Si se fija la velocidad de deformación se obtiene una relación entre las frecuencias de ciclaje igual a la relación de longitudes y viceversa. Los resultados obtenidos hasta este momento ( ver tabla III.1, muestras n y s), no permiten deducir ninguna relación sistemática, ya que  $N_r$  cae dentro de la dispersión de puntos de la curva de  $N_r$  en función de la tensión máxima.

### III.3.- Variación de las curvas tensión-deformación con el ciclado.

Se observaron cambios en las curvas de tensión-deformación durante el ciclado. En la figura III.3 se pueden ver dichas curvas para los ciclos números 1 y 6023 para una de las muestras utilizadas. Se puede apreciar un cambio acentuado en la pendiente durante la transformación (endurecimiento) asociado a cierta disminución en la tensión necesaria para comenzar la transformación. Para varias muestras se determinó la variación de la pendiente de la curva durante la transformación beta-1BR en función del número de ciclos graficándose el resultado obtenido para 2 muestras en la fig.III.4. Se puede ver que el endurecimiento comienza a aumentar llegando luego a un valor de saturación. El valor de saturación, aún considerando la tensión resuelta difiere en aproximadamente el 25 % entre una muestra y

otra.

La variación de la pendiente durante la transformación requiere un número mínimo de ciclos para hacerse evidente (este número no es constante, pero no se encuentran cambios apreciables para un número menor que 1000 ciclos) y en algunas muestras no se notaron cambios hasta  $N = 3000$ .

Para una de las muestras cicladas se graficó la variación de  $\sigma_{\text{neto}} - \sigma_{\text{neto}}$ , junto con al pendiente asociada a la transformación (fig. III.4b). En dicho gráfico se aprecia que la disminución en la tensión de transformación alcanza un valor del 25 %, y que análogamente a lo que sucede con la pendiente asociada a la transformación, tiende a un valor de saturación.

Tal como se explicó en el capítulo de detalles experimentales, el ciclaje se efectuó fijando los límites de deformación de la muestra. La tensión máxima correspondiente a cada ciclo puede variar con  $N$ , pero si bien no se ha encontrado un comportamiento general para dicha variación, se encontró que en las muestras cicladas a temperaturas cercanas a la ambiente, se mantiene dentro del valor inicial  $\pm 15$  %. Para las muestras cicladas a temperatura de aire líquido dicha variación fue mayor.

Si se interrumpe el ciclaje de una muestra permitiendo el envejecimiento de la misma a temperatura ambiente, se observa al reiniciar el ciclado, que el endurecimiento disminuye suavemente (dicha recuperación no superó el 15 % en las muestras analizadas). Si en cambio, una vez interrumpido el ciclaje, se coloca la muestra 60 minutos a  $800^{\circ}\text{C}$  con un posterior enfriamiento al aire, se ha observado la disminución del endurecimiento a su valor inicial correspondiente a los primeros ciclos de transformación.

#### III.4.- Observaciones de superficies con microscopía óptica

Luego de quitar la carga aplicada y con un número de ciclos apreciable, sin haber llegado necesariamente a la fractura, se observó la superficie de las muestras con microscopía óptica. Se encontraron marcas características,

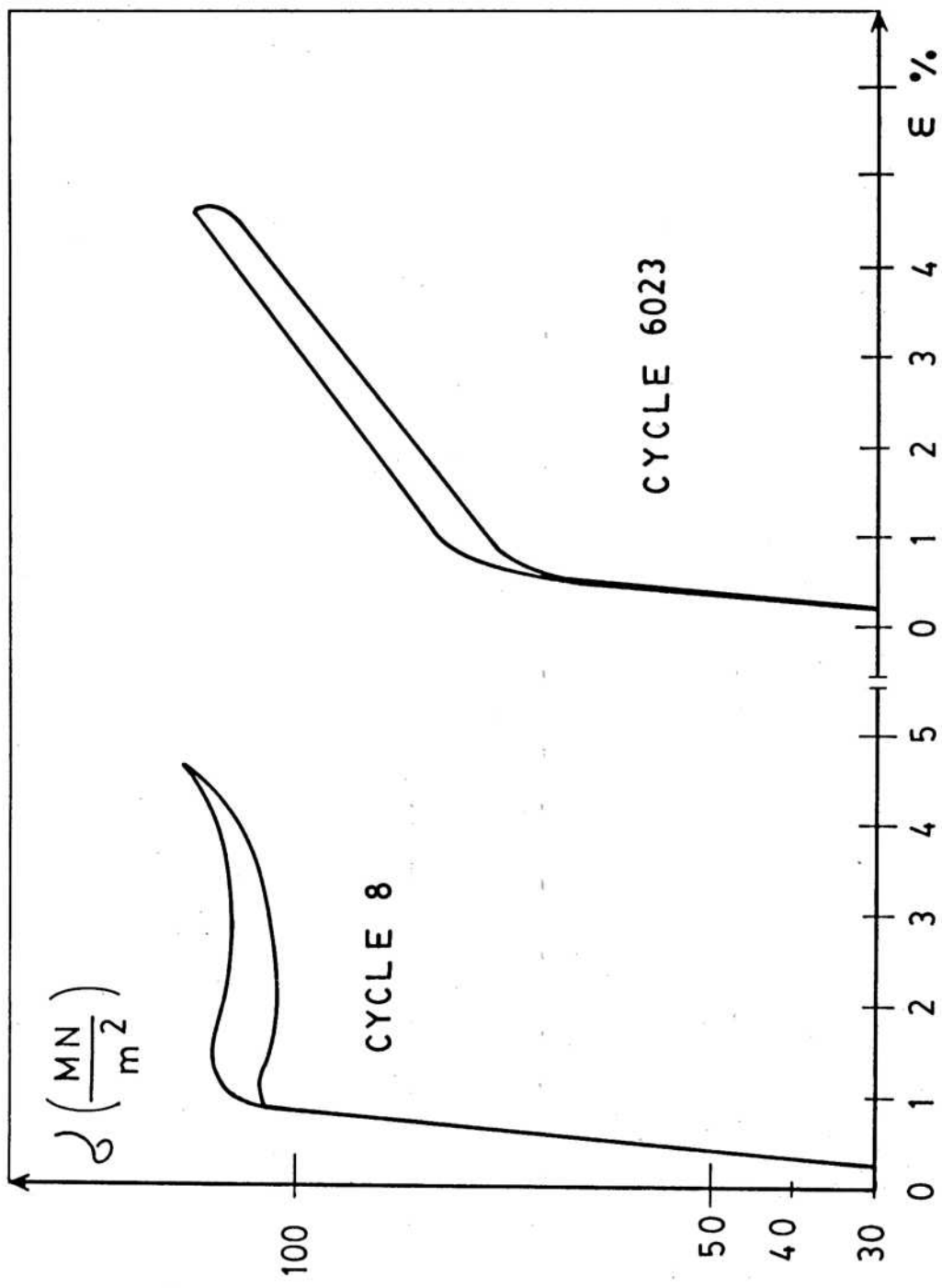


Figura III.3.-  
 Curvas de tensión-de-  
 formación de un cris-  
 tal ciclado a tempera-  
 tura ambiente durante  
 los ciclos octavo y N°  
 6023 (orientación g)

dependientes de la orientación de la superficie observada. La fig. III.5a muestra un ejemplo donde se ven bandas que son paralelas a las bandas de martensita que aparecen al traccionar la muestra. Pequeñas marcas aparecen distribuidas dentro de estas bandas.

Debe notarse que dichas marcas no aparecen distribuidas con igual densidad para todas las orientaciones de las superficies observadas para una muestra dada (suponiendo que uno rote la muestra alrededor de su eje tensil y se esté observando la superficie lateral cilíndrica). En la figura III.5b se ve otra superficie lateral donde se observa la variación en la densidad de defectos superficiales. La mayor densidad se observa cuando la superficie observada contiene a la dirección  $d$  del cizallamiento macroscópico de la transformación  $\beta \rightarrow 18R$  o a direcciones pertenecientes al plano de hábito y que no estén más lejos que a 45 grados de  $d$ . Por lo tanto, en aquellas superficies para las cuales el escalón en la superficie debido a las placas martensíticas es menor, las marcas son más pronunciadas. Fuera de esta región, se ven pocas o ninguna marca según el caso. Para magnificaciones mayores se puede ver que muchas marcas aunque no todas, están alargadas según direcciones bien definidas que dependen de la orientación de los monocristales y de la superficie observada.

En la figura III.6 se muestran marcas alargadas, casi paralelas, inclinadas y casi normales a la traza del plano de hábito. Cuando dichas marcas son paralelas a la traza del plano de hábito son más largas y rectas, mientras que cuando son inclinadas la imagen es más difusa e irregular. No todas las marcas están visiblemente alargadas en una dirección bien definida.

Distintas características relacionadas con la aparición de estas marcas fueron analizadas para 3 monocristales diferentes y los resultados están resumidos en la proyección estereográfica de la fig. III.7. Las orientaciones de los ejes tensiles para los 3 monocristales están indicadas en el triángulo fundamental de la misma figura. En primer lugar se efectúa el análisis de las superficies para las cuales las marcas son más pronunciadas, y aparecen en mayor cantidad, y en segundo lugar se describen las direcciones de "elongación" de

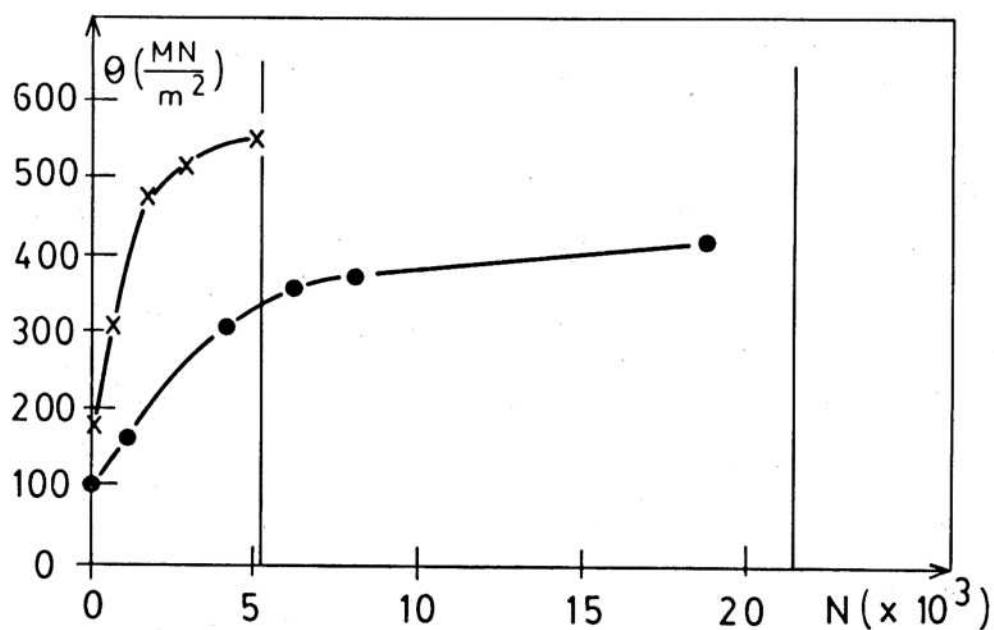


Figura III.4a.- Pendiente  $\theta$  de la curva tensión-deformación durante la transformación martensítica vs. número de ciclos para 2 orientaciones b y a (x y • respectivamente). Fractura indicada por línea vertical.

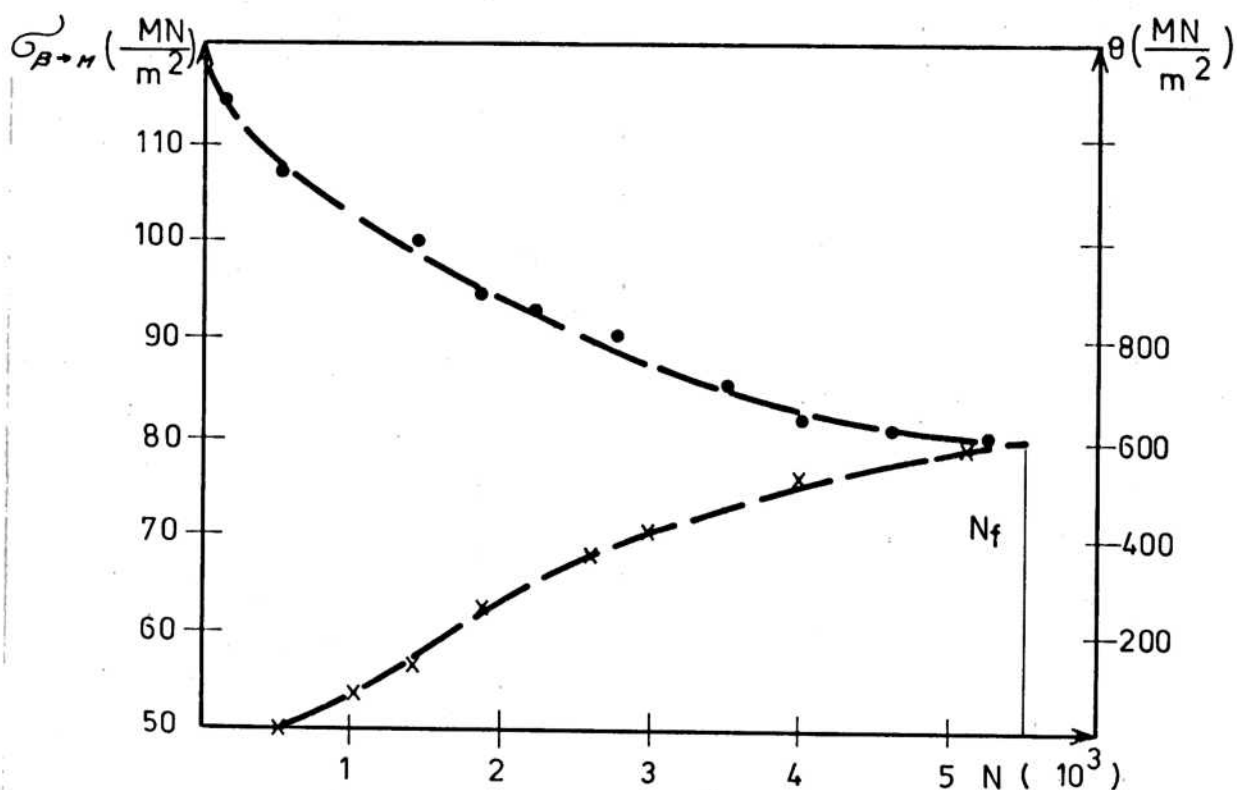


Figura III.4b.- Pendiente  $\theta$  (símbolo X) y  $\sigma_{\beta+H}$  (símbolo •) vs. número de ciclos  $N$  para una misma muestra ( $w$  en la tabla III.1).

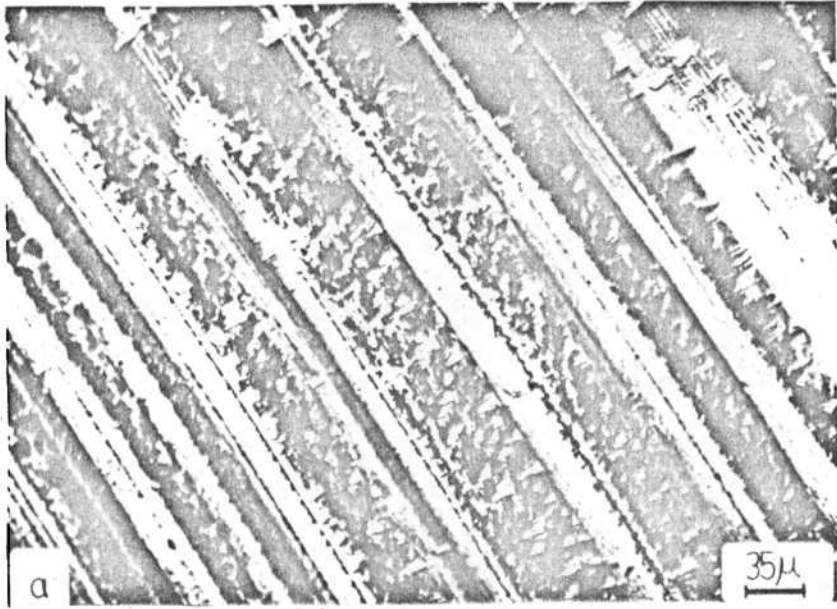


FIG. III.5.- Superficies de una muestra fatigada . En la figura b se aprecia el cambio de densidad de defectos .

las marcas en sí mismas. En la figura III.7 se indican la normal al plano de hábito (HP) y la dirección correspondiente d del cizallamiento macroscópico de la transformación martensítica. La región sombreada incluye aquellas direcciones pertenecientes al plano de hábito tales que, cuando éstas pertenecen a la superficie observada, las marcas producidas por el ciclaje aparecen en densidad apreciable ( en otras palabras, cuando el plano de observación formado por el eje tensil y la traza del plano de hábito incluye direcciones de la parte sombreada). Debe notarse que la zona sombreada es simétrica respecto de d y que el cambio de densidad es bien visible cuando el plano de observación incluye direcciones pertenecientes al plano de hábito, al borde de la zona sombreada (Ver fig. III-5d).

Las direcciones de elongación de las marcas ( ver fig. III.6), que fueron analizadas para varias superficies de los 3 cristales están graficadas en la fig. III.7 con los mismos símbolos. Resulta directamente de la figura que dichas direcciones pertenecen aproximadamente a un plano ( al que corresponde un meridiano en la proyección estereográfica), cuya normal está indicada por las letras BP. Este plano es paralelo al  $(110)_{\beta}$ , que se convierte luego de la transformación en el plano basal de la estructura martensítica 18R, (es decir el  $(001)$ ). De aquí en adelante para abreviar se llamará plano basal a este plano  $(110)_{\beta}$ .

III.5.- Observaciones con microscopía óptica del interior de las muestras cicladas.

Varias muestras fueron estudiadas luego de ser fatigadas hasta un distinto número de ciclos, algunas con orientaciones del eje tensil cercanas al  $[100]_{\beta}$  y otras con orientaciones del eje en el centro del triángulo fundamental de la proyección estereográfica. De las muestras cicladas, fueron cortadas por electroerosión rodajas de caras planas. Estas fueron pulidas mecánicamente primero (papel de lija de 600 micrones) y luego electrolíticamente. Toda la superficie observada mostró la existencia de ciertas trazas como se puede ver en la fig. III.8 para una muestra de eje tensil  $[100]_{\beta}$ . Estas trazas resultarían de un electropulido preferencial y sugieren la

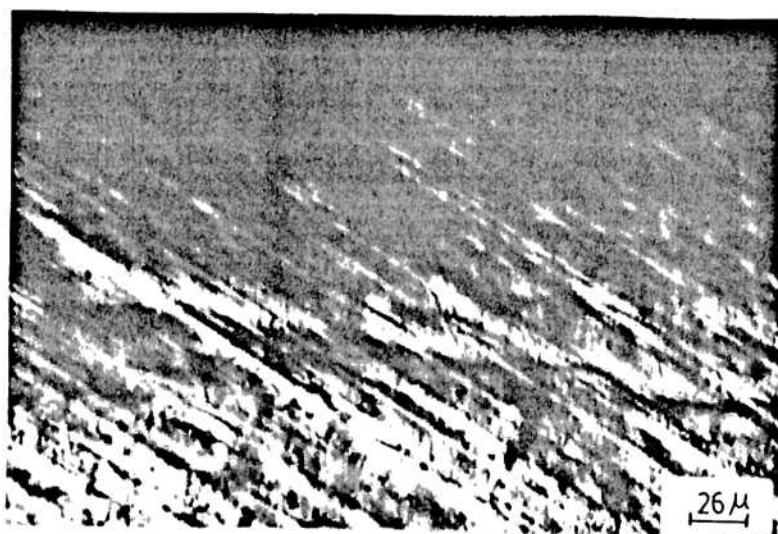
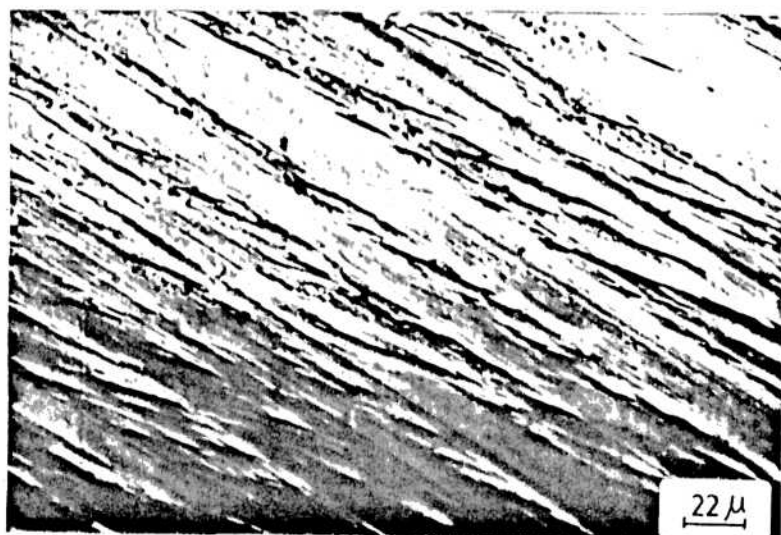
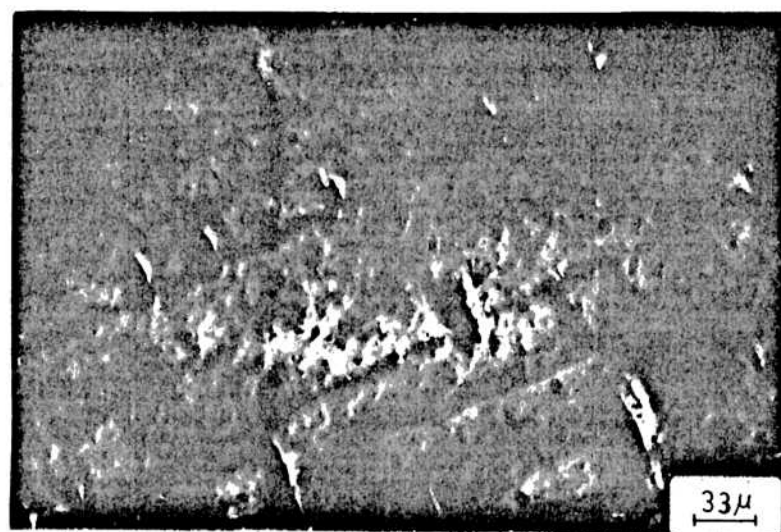


Figura III.6.- Marcas superficiales permanentes casi normales a las placas martensíticas (arriba), inclinadas (medio) y paralelas al plano de hábito (abajo).

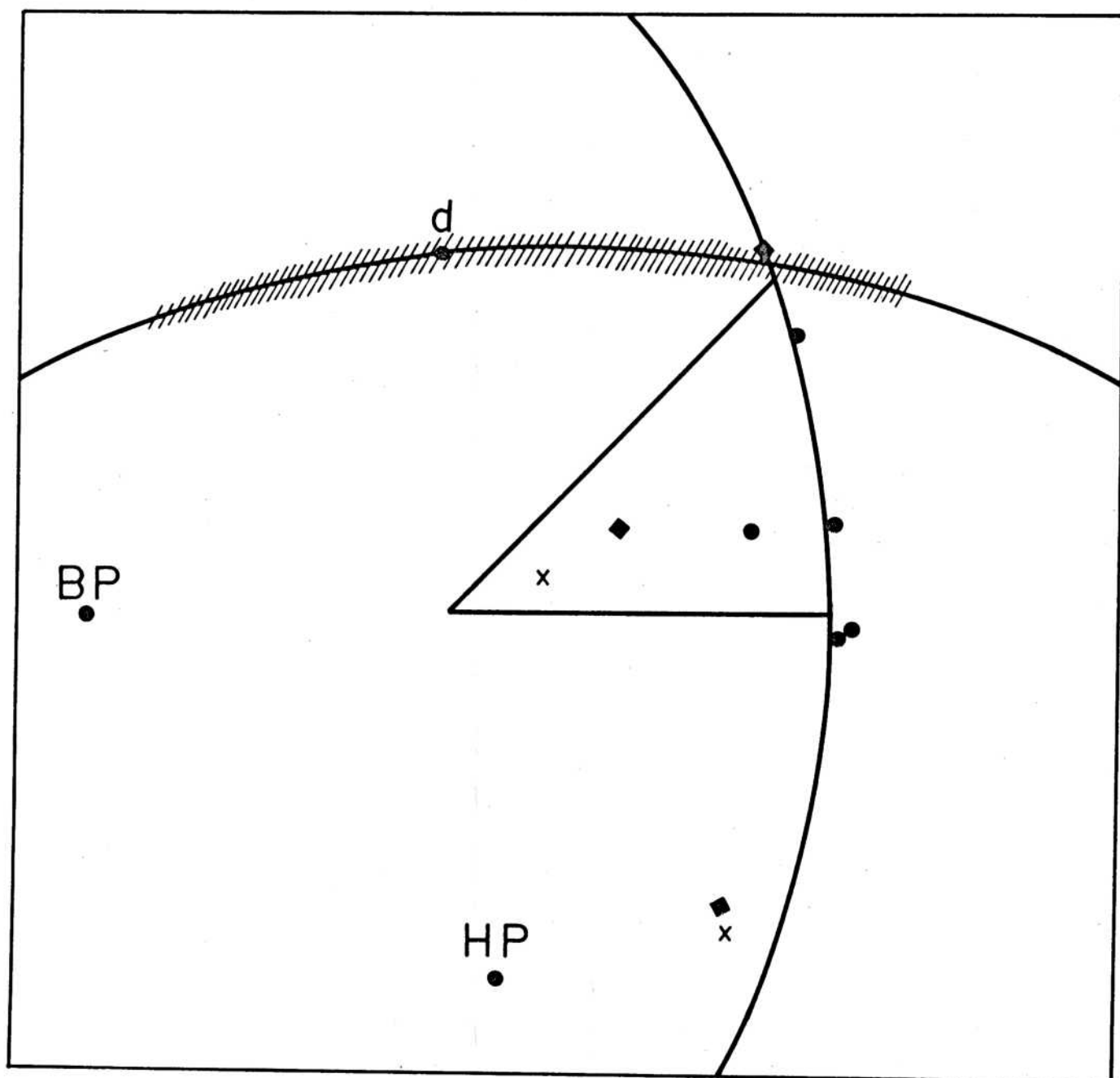


Fig. III.7.- Análisis estereográfico de las marcas superficiales para monocristales con orientaciones diferentes. HP: normal al plano de hábito; d: dirección del cizallamiento macroscópico; BP: normal al plano basal. La zona sombreada indica alta densidad de marcas superficiales, cuando la superficie observada contiene alguna de las direcciones del plano de hábito, comprendida en dicha zona (ver texto).

existencia de defectos alineados. Se efectuó un análisis de trazas de 2 superficies, para lo cual se realizaron cortes a 90 grados de una misma muestra, mostrando que las trazas observadas yacen en el plano  $(110)_{\beta}$  correspondiente al plano basal de la fase martensítica. Resultados similares se obtuvieron con muestras de eje tensil en el centro del triángulo. Las trazas observadas son largas y derechas cuando yacen en la intersección entre el plano basal y el plano de hábito. Estas trazas serán llamadas trazas de volumen (o defectos de plano basal) de ahora en adelante.

Las trazas de volumen fueron también observadas en regiones cercanas a la superficie del cristal original, terminando algunas incluso en la misma superficie (Ver fig. III.8c). Asegurar si la densidad de las trazas varía a medida que uno se acerca a la superficie requiere una evaluación cuantitativa más detallada, y no ha sido determinado.

### III.6.- Densidad de las trazas de volumen

Se encontró un incremento en la densidad de trazas de volumen con el número de ciclos. Tres muestras fueron fabricadas a partir de un monocristal de orientación cercana al  $[123]_{\beta}$  y luego cicladas hasta  $N = 1500$ ,  $8400$  y  $15600$  ciclos respectivamente. Estos experimentos se efectuaron a temperatura ambiente (el número de ciclos para la fractura era de aproximadamente 20000). Las muestras cicladas fueron cortadas mediante electroerosión, en un plano paralelo al eje tensil de las mismas, pero perpendicular al plano formado por el eje tensil y la dirección  $d$  del cizallamiento macroscópico de la transformación martensítica. En las 3 muestras se observaron trazas de volumen. Es interesante destacar que dichas trazas estaban perfectamente definidas ya para 1500 ciclos. La densidad de las mismas fue medida contando las intersecciones entre una línea recta ficticia y las trazas. La distancia media entre las mismas fue de  $500$ ,  $53$  y  $44$  micrones  $\pm 10\%$  para  $N = 1500$ ,  $8400$  y  $15600$  ciclos respectivamente. En las figura III.9a, b y c se observan las superficies analizadas para las 3 muestras cicladas.

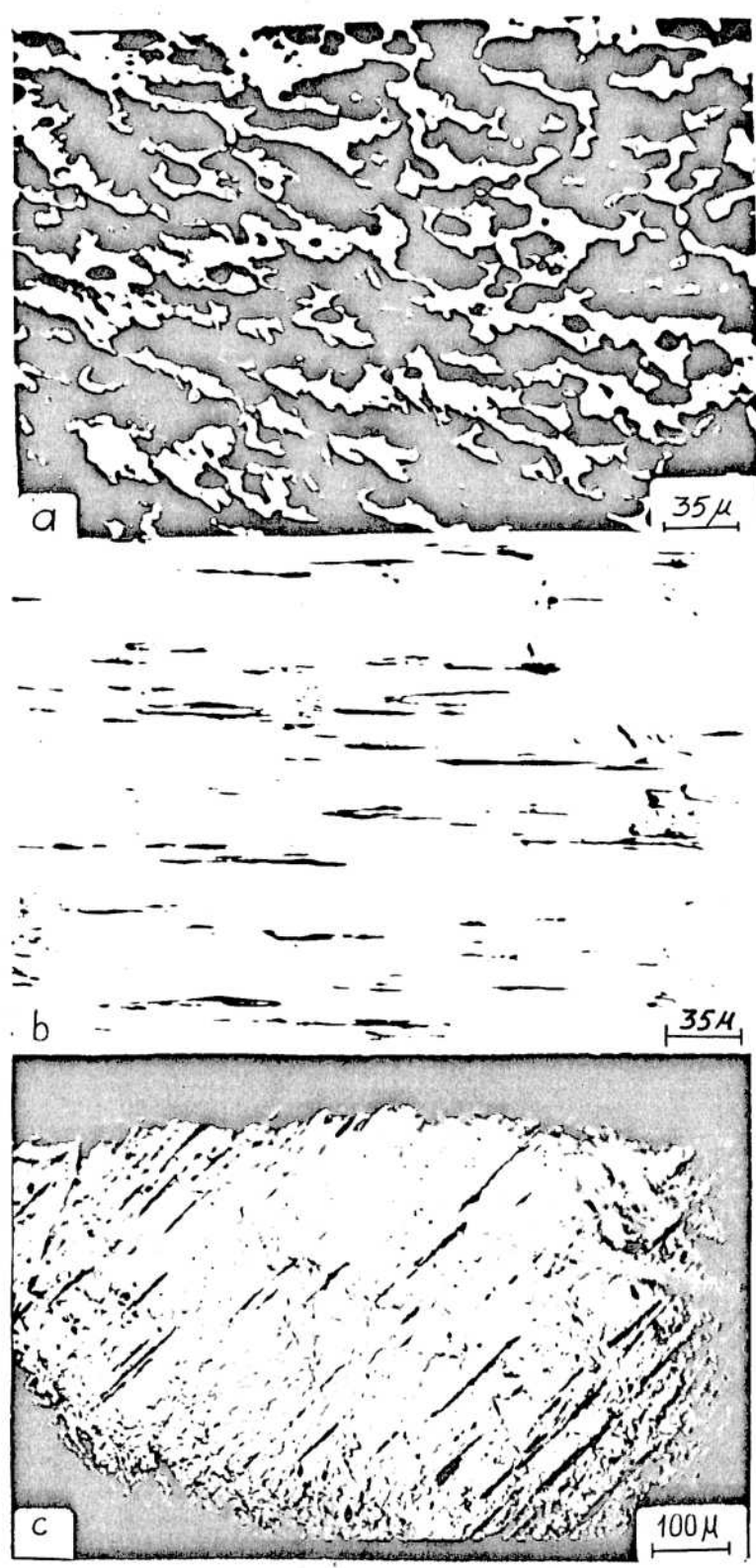


Figura III.8.- a,b: Fotografías de microscopía óptica de dos superficies  $(112)_\beta$  perpendiculares al plano  $(110)_\beta$  correspondientes al plano basal en la martensita. a: polo  $(112)$  más cercano al triángulo unidad, b) polo  $(112)$  a  $90^\circ$  de la dirección  $\langle 111 \rangle$  del triángulo unidad. ; c: se observa la llegada de los defectos a la superficie de la muestra (borde superior en la figura), polo correspondiente a la superficie observada igual que en b.- Orientación a (fig.III.1)

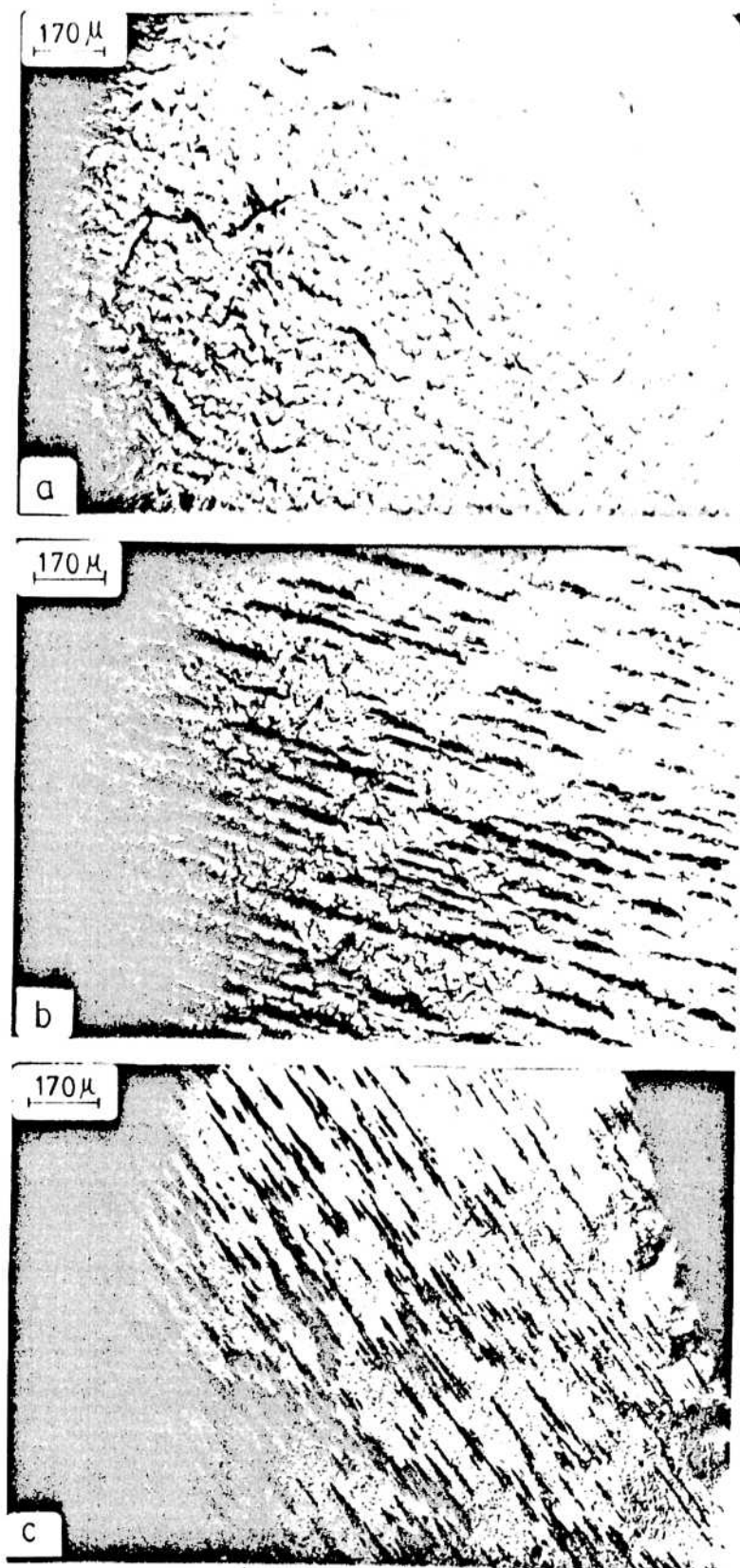


FIG.III.9.- Fotografías obtenidas con M. óptica del interior de tres muestras provenientes de un mismo cristal, cicladas hasta distinto número de ciclos : a)  $N = 1500$ ; b)  $N = 8000$  y c)  $N = 15600$  ciclos. En la figura se ve nitidamente la llegada de dichos defectos al borde de la muestra.

### III.7.- Observación de las muestras fatigadas mediante microscopía electrónica de transmisión.

Las muestras fatigadas y estudiadas ópticamente de la forma descrita en la sección anterior, fueron utilizadas nuevamente en estudios de microscopía electrónica de transmisión. Se encontró que durante el electropulido necesario para el adelgazamiento de las muestras se producía una disolución preferencial en ciertas regiones de las muestras. El aspecto de esos agujeros resultantes se puede ver en la fig.III.10, donde las orientaciones de las superficies observadas son las mismas que las de la fig.III.8. Estas 2 figuras son aparentemente similares. En la fig.III.10a se ven orificios circulares aislados y agregados de los mismos en líneas de dirección bien definida, paralela a la traza del plano basal. En la fig.III.10b en cambio los orificios son más largos y rectos. Este resultado implica que los defectos responsables de pulido preferencial tienen forma cilíndrica y yacen en la intersección del plano basal y el plano de hábito.

Un intento fue realizado para observar la estructura de los defectos en regiones aún no perforadas o adyacentes a los agujeros formados. La foto III.11a fue tomada en la misma región que la III.10a. En la misma se ven arreglos desordenados de dislocaciones. El análisis de los diagramas de difracción de dicha zona no indicaron la existencia de estructuras distintas a la beta. En las figuras III.11b y c tomadas en una región adyacente a un agujero, (correspondiente a la región observada en la fig.III.10b), se encuentran defectos alargados. Estos defectos consisten en dislocaciones aisladas (fig.III.11b) con la proyección de la línea de dislocación paralela a una dirección  $\langle 111 \rangle_{\text{beta}}$  o en arreglos (fig.III.11c) de dislocaciones, también elongadas en la misma dirección.

Luego del ciclado se encontraron también otros arreglos de dislocaciones en algunas muestras. Si bien éstos al igual que los mencionados más arriba se tratarán con más detalle en el capítulo V, se puede adelantar aquí que la mayor parte de las dislocaciones generadas por el ciclaje tienen vector de Burgers del tipo  $\langle 100 \rangle_{\text{beta}}$ , y que se acumulan formando bandas pertenecientes en su mayoría a planos del tipo  $\{110\}_{\text{beta}}$ , los

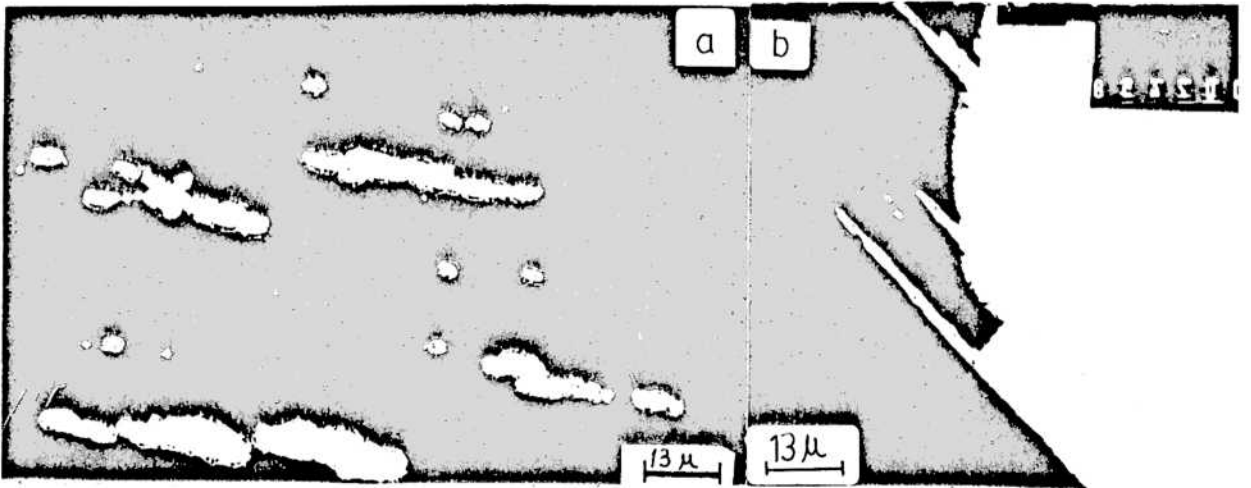


Fig.III.10.- Formación de agujeros durante el electropulido para un eje tensil cercano al  $[100]$ . Superficie en a y b son las mismas que en las figuras III.8a y III.8b.

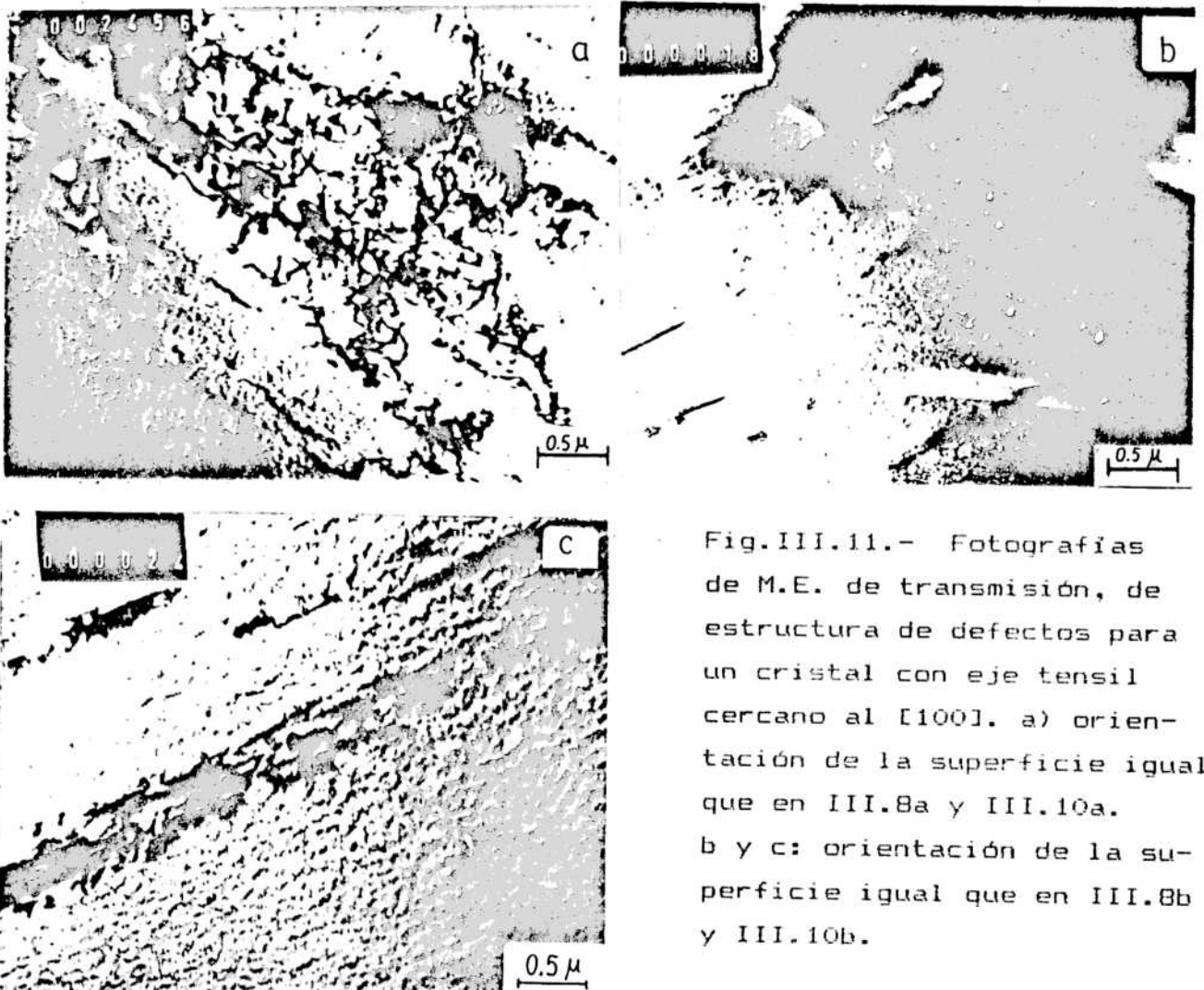


Fig.III.11.- Fotografías de M.E. de transmisión, de estructura de defectos para un cristal con eje tensil cercano al  $[100]$ . a) orientación de la superficie igual que en III.8a y III.10a. b y c: orientación de la superficie igual que en III.8b y III.10b.

más cercanos a los que producida la transformación martensítica, se convierten en el plano de hábito de la misma y en el plano basal de la estructura 18R inducida. Además de zonas de bcc con gran densidad de dislocaciones, se encontraron en algunos casos regiones donde otras estructuras se formaron y quedaron retenidas. Un ejemplo se muestra en la fig.III.12a para la muestra v.1( tabla III.1). Algunas de las bandas que ahí se muestran resultaron ser de estructura hexagonal como queda evidenciado en la fig.III.12b. En el diagrama de difracción de la misma, se puede observar la superposición de un diagrama de difracción de fase bcc correspondiente a un eje de zona  $[111]_{bcc}$  y uno de "hexagonal" maclado (debido al orden de largo alcance la estructura hexagonal está ortorrómbicamente distorsionada). Se verificó que rotando la muestra alrededor de la normal al plano basal de una de las estructuras macladas, se llegaba a los diagramas de difracción correspondientes a la estructura hexagonal. No está claro aún de qué forma depende la formación de distintas fases de la orientación, número de ciclos, u otros parámetros. De aquí surge la necesidad de estudiar la formación de otras fases martensíticas a partir de la estructura 18R, en particular de la estructura hexagonal. A los efectos de un mejor ordenamiento del trabajo, resultados adicionales se analizan en el capítulo VI.

### III.8.- Observaciones por microscopía electrónica de barrido.

A los efectos de obtener mayor información de los defectos originados en la superficie de las muestras por el ciclado, se efectuaron observaciones con microscopía electrónica de barrido. Las fotos de la fig.III.13 fueron tomadas a superficies que contenían una alta densidad de marcas superficiales. En las figuras III.13a hasta e, la superficie de la muestra está prácticamente horizontal en el microscopio, mientras que la foto de la fig.III.13f fue tomada a la superficie con una fuerte inclinación de la muestra ( es decir con el eje tensil de la misma a pocos grados de la dirección del haz electrónico). Las fig.III.13 a hasta e indican que se forman agujeros en la superficie, que permanecen chicos para bajo número de ciclos (fig.III.13a), pero que aumentan de tamaño

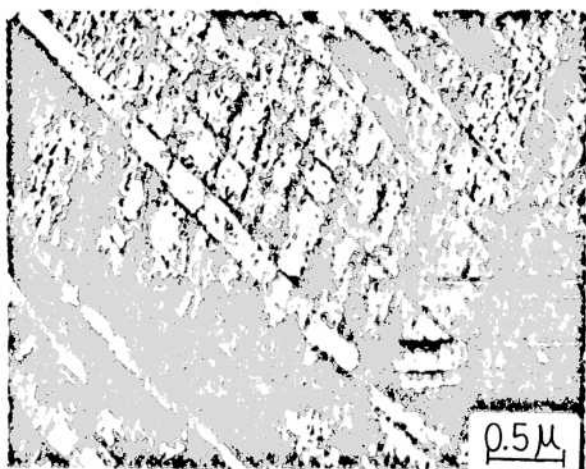


Fig.III.12a.- Fotografía de microscopía electrónica de transmisión de una región con estructura distinta a la de la matriz.

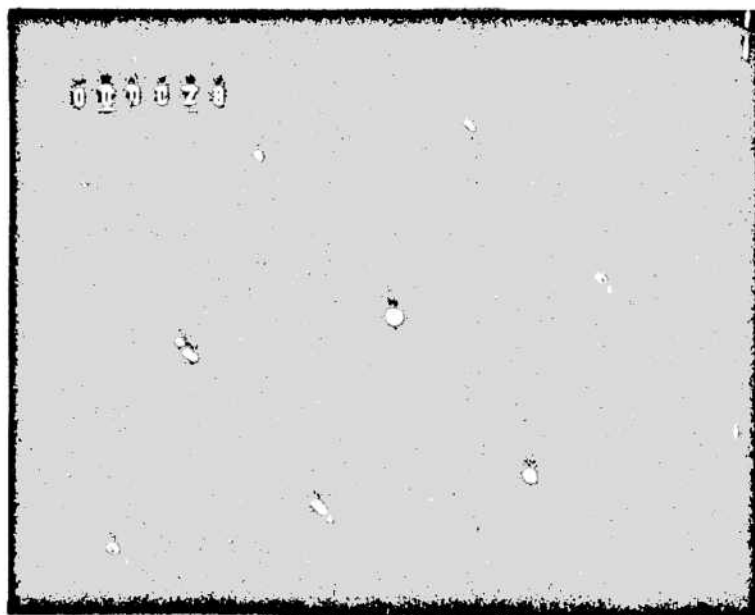


Figura III.12b.- Diagrama de difracción de la matriz y de las bandas de la fig.III.12a.

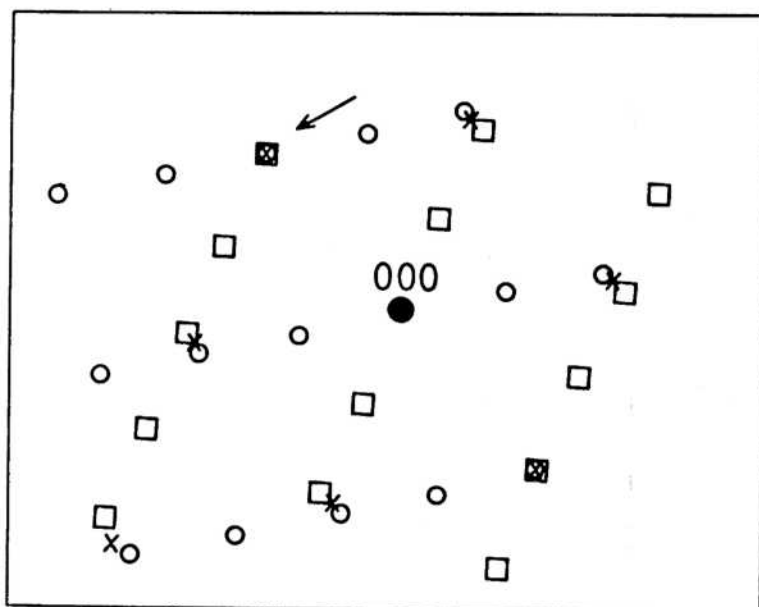


Figura III.12c.- Interpretación del diagrama de la fig.b.  
 x: puntos del eje de zona  $[111]_{\text{b.c.c.}}$   
 □: puntos de eje de zona  $[210]_0$  y su macla. Flecha: plano de macla  $(121)_0$ .

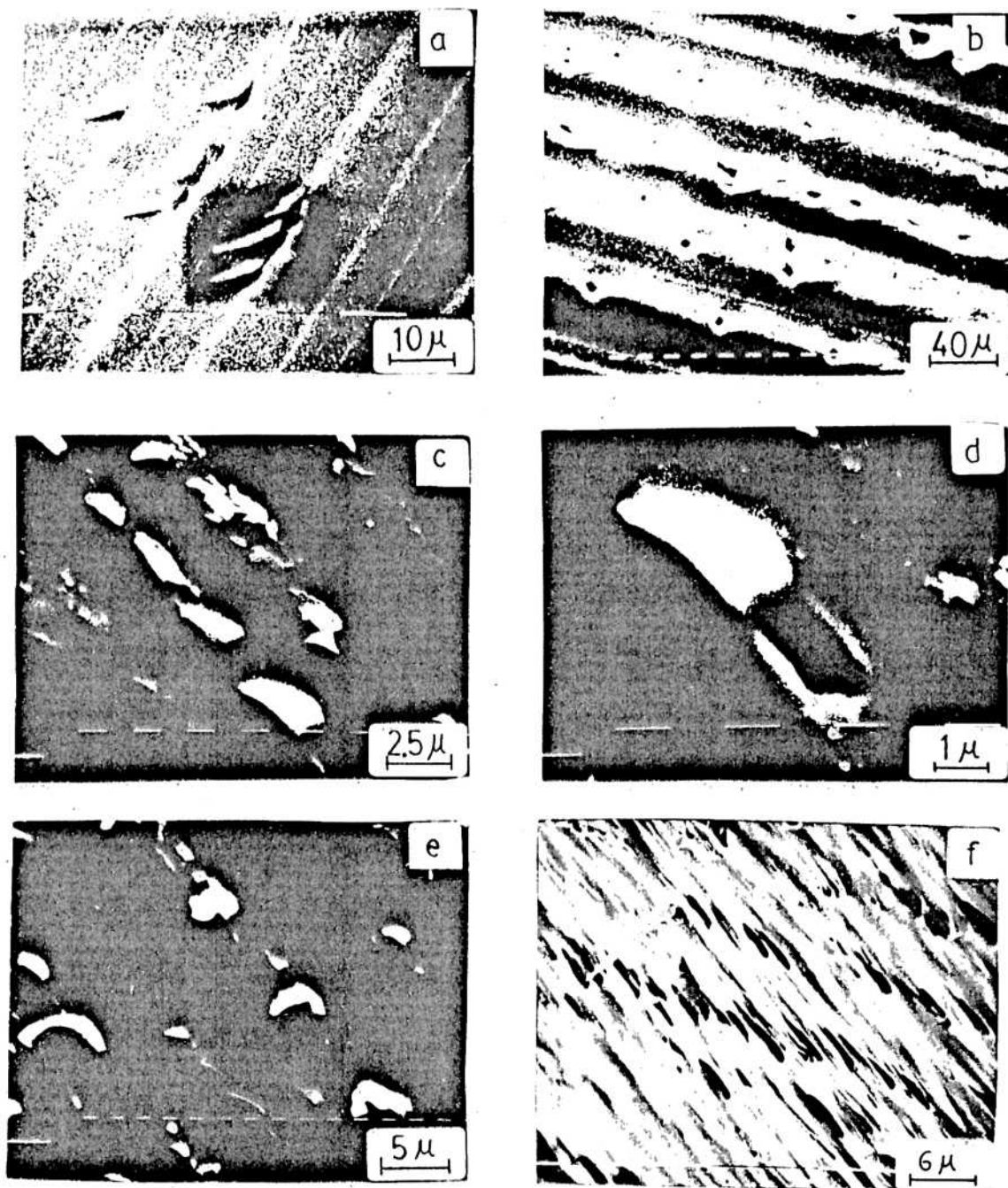


Fig.III.13.- Fotografías de microscopía electrónica de barrido de un área conteniendo alta densidad de marcas o defectos. Orientación del cristal:  $j$  (ver fig.III.1).  
 (a) a (e): superficie de la muestra horizontal en el microscopio.  
 (f): superficie inclinada. Número de ciclos  $N = 1000$  para (a) y  $N = 24478$  para las figuras de (b) a (f).

(fig.III.13b-d) y se unen formando una fisura continua de aproximadamente 1 micrón de ancho (fig III.13e). Ya al comienzo del ciclaje las salientes superficiales elongadas están bien definidas. Su orientación coincide con aquéllas observadas en microscopía óptica y son las mismas trazas o defectos analizados previamente. Al continuar el ciclado, lenguas o extrusiones asociadas a cada agujero se pueden encontrar en cantidades progresivamente mayores. Estas extrusiones requieren un análisis más detallado para determinar su orientación. Su forma es bien visible en la fig.III.13f. Debe destacarse que todos los defectos de las fotos en la fig.III.13 están alineados en "bandas" que yacen en la intersección del plano de hábito y la superficie observada, de donde resulta su correspondencia con los defectos observados con microscopía óptica (fig.III.5a).

En la fig.III.14 se ve el aspecto de otra muestra con 6355 ciclos, tensión máxima en cada ciclo 98 MN/m<sup>2</sup> y orientación [133], en una superficie con alta densidad de defectos alineados también en el plano de hábito de la transformación. En la fig.III.14b se distingue claramente dicha alineación, mientras que la III.14c confirma la formación de fisuras mayores a partir de la unión de los defectos más chicos.

En la fig.III.15 que muestra áreas fuera del rango de alta densidad de defectos superficiales, las trazas no están asociadas con fisuras ni con extrusiones (se muestran imágenes "Z" e "Y" del mismo defecto). Dichos defectos tienen la misma orientación que los encontrados en el volumen (defectos de plano basal), y yacen en la intersección de dicho plano con la superficie observada. Esto se verificó efectuando un análisis de trazas a la misma muestra con microscopía óptica y rayos X. Conviene mencionar que los análisis de orientaciones de defectos complementando técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido se complican sustancialmente en el caso de direcciones que no pertenezcan a la superficie de la muestra. Aparentemente las marcas no producen agujeros o fisuras cuando la superficie está suficientemente inclinada respecto a aquélla que contiene a la dirección d.

Los resultados de MEB mostrados hasta aquí indicarían la existencia de 2 tipos de defectos : a) aquéllos que se alinean según el plano de hábito de la transformación, formando fisuras

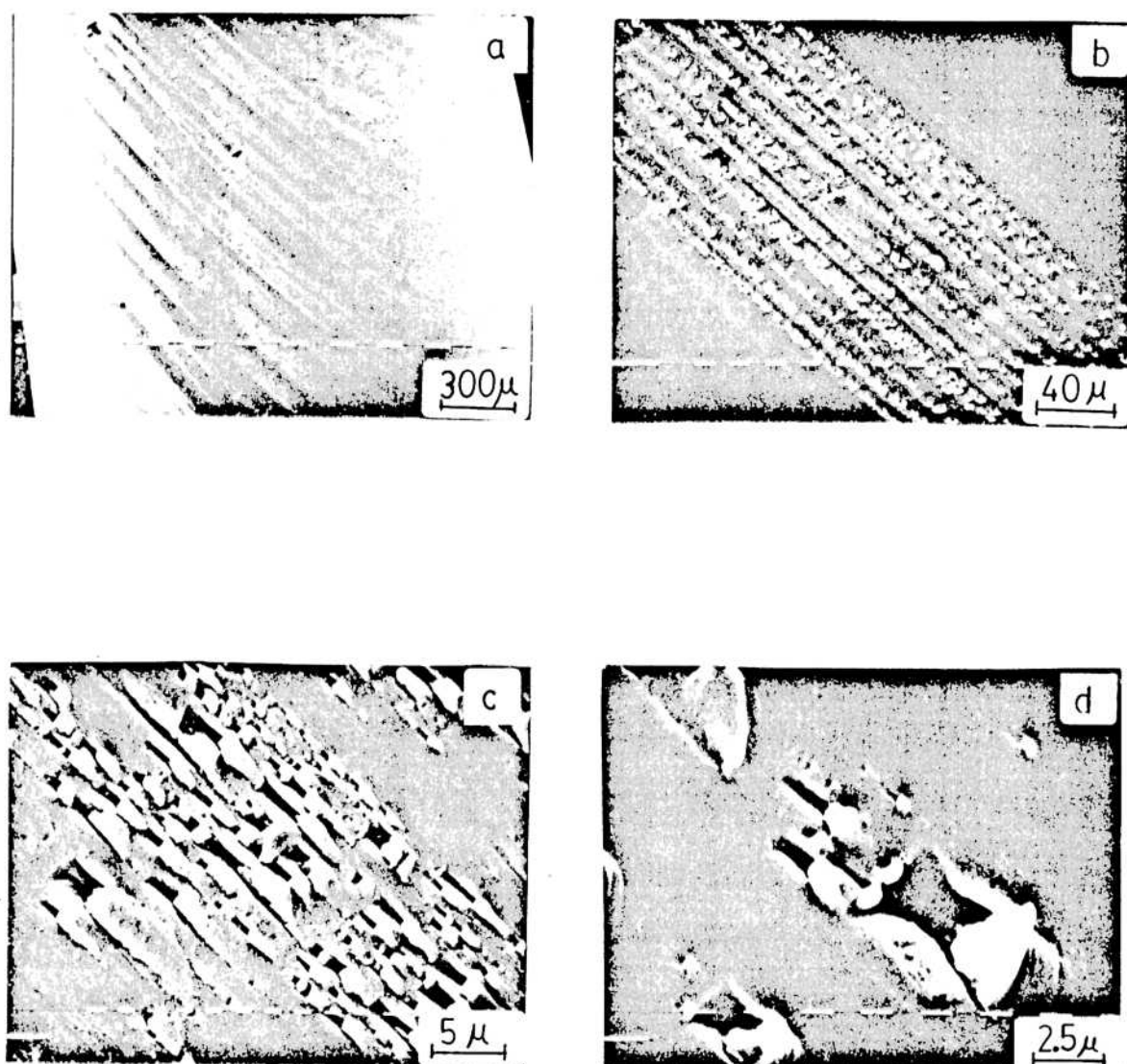


Fig.III.14.- Fotografías obtenidas con microscopía electrónica de barrido, de la superficie de una muestra con 6355 ciclos de transformación beta-18R,  $\sigma_{\text{máx}}$  en cada ciclo 98 MN/m<sup>2</sup> y orientación [133]. (a), (b), (c) y (d) : defectos superficiales alineados en bandas de traza paralela al plano de hábito de la transformación, observados con magnificación creciente.

y extrusiones (los podemos llamar defectos de plano de hábito), y b) los que resultan de la intersección de los defectos de plano basal con la superficie, que si bien no dan lugar a fisuras, presentan cierto relieve. Esta clasificación de los defectos presentes se verá ratificada con experimentos posteriores (especialmente de fatiga a bajas temperaturas).

De aquí también resulta que en la zona que consideramos de menor densidad de defectos, no se forman los del plano de hábito y sí los del plano basal, aunque estos últimos no aparecen en cantidades muy elevadas.

La zona considerada de mayor densidad de defectos, se caracteriza evidentemente por la presencia de los defectos de plano de hábito, que son por su morfología, los de mayor relevancia en dichas superficies, pero también muestra la presencia de defectos del tipo plano basal. Un ejemplo de esto se encuentra en la fig. III.16. Se puede hablar aquí de superposición de 2 fenómenos. La fig. III.16a muestra una cantidad apreciable de defectos de plano de hábito y un defecto de plano basal separado de los primeros. En las fig. III.16b y c se ve la superficie de otra muestra con gran cantidad de defectos alineados en bandas paralelas al plano de hábito y algunos defectos tipo plano basal.

III.9.- Influencia de los defectos sobre la transformación martensítica.

(Microscopía óptica)

Muestras fatigadas fueron traccionadas hasta tensiones críticas para la transformación martensítica y observadas simultáneamente con el microscopio óptico. La interacción entre los defectos superficiales y las placas martensíticas pudo verse mejor en regiones con una baja densidad de defectos o lo que es igual, donde se forman preferentemente los defectos de plano basal. En la fig. III.17a se muestra una región parcialmente transformada bajo la tensión adecuada (fotografía tomada con microscopía óptica). Las bandas martensíticas son visibles, e inclinadas respecto a ellas yacen los defectos superficiales que no son aquí los asociados a agujeros o extrusiones. Mientras que las bandas martensíticas son rectas y paralelas en la región

que no contiene defectos, puede notarse que segmentos de las bandas son discontinuos donde se intersectan con aquéllos. Esto implica que cierta deformación asociada con la martensita, se acumula en la región con defectos.

A los efectos de averiguar si las trazas de volumen también actuaban como obstáculos, la muestra fue cortada en un plano paralelo al de la figura III.17a, pulida mecánica (papel de lija de 600 micrones) y electrolíticamente y posteriormente traccionada. El resultado de ésto se observa en la figura III.17b (microscopía óptica) donde se encuentra el mismo tipo de interacción encontrada para la superficie en la fig.III.17a. Puede concluirse de aquí, que los defectos actúan como obstáculos para la transformación martensítica, aunque no todos necesariamente tienen la misma fuerza como obstáculos. En segundo lugar, esto es una verificación de que los defectos de plano basal en la superficie son la intersección del mismo tipo de fenómeno encontrado en el volumen, con la superficie de la muestra.

III.10.- Influencia de los defectos sobre la transformación martensítica.

(Microscopía electrónica de barrido)

Se consideró conveniente aproximarse al mismo problema con la técnica de MEB, dada la mayor magnificación y profundidad de campo alcanzables. No contándose hasta el presente con un dispositivo que permitiera traccionar la probeta dentro de dicho equipo, se procedió a traccionar la muestra fuera del mismo, con un pequeño dispositivo manual, y una vez alcanzada la tensión deseada, se introdujo el dispositivo completo en la cámara.

En primer lugar se tomó una muestra sin ciclado previo y se la traccionó hasta lograr una transformación parcial de la misma. En las fig.III.18a y b, se observan las bandas de martensita inducidas ( imagen "Z" e imagen "Y" respectivamente). Si bien no se puede sacar de aquí una conclusión general, es perfectamente apreciable cómo la imagen "Y" resalta la topografía superficial en este caso, respecto a la imagen "Z" ( Obsérvese el escalón formado al pasar de la matriz, zona más oscura, fig.III.18b, a las bandas de 18R que aparecen con un

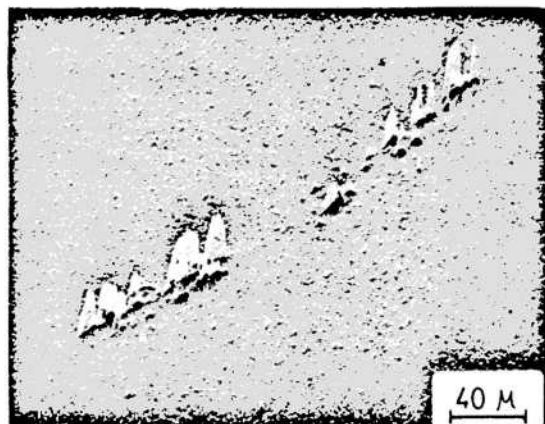
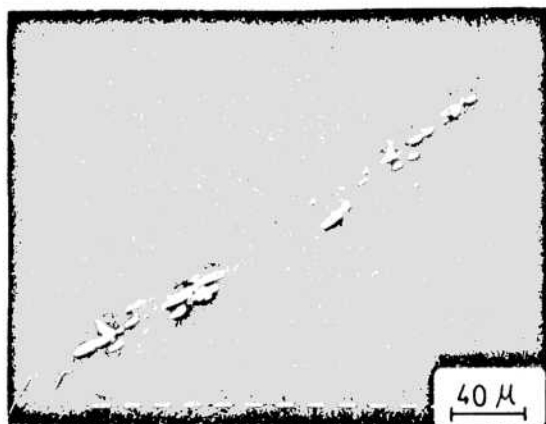


Figura III.15.- Fotografías de microscopía electrónica de barrido tomadas en una superficie de baja densidad de defectos. Izquierda: imagen "Z", derecha: imagen "Y". Orientación de los defectos: intersección del plano basal con la superficie observada.

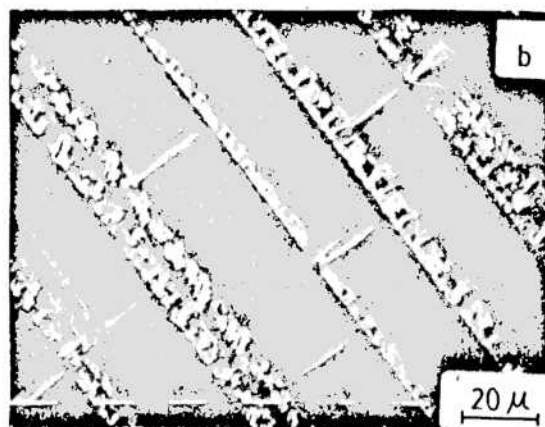
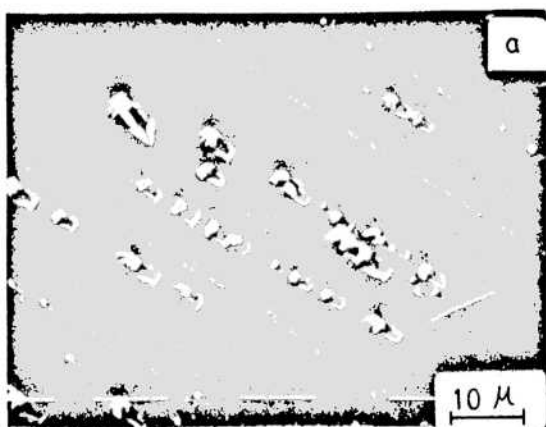


Figura III.16.- Fotografías de de M.E.B. a) cantidad apreciable de defectos de plano de hábito, y un defecto de plano basal en muestra con 6700 ciclos, eje ten-  
 $[023]$  y  $\sigma_{\text{máx}}=71 \text{ MN/m}^2$ ; b)  
 y c) : defectos de plano de hábi-  
 y de plano basal, en muestra con 6162 ciclos, eje tensil muy pró-  
 ximo a  $[013]$  y  $\sigma_{\text{máx}}=133 \text{ MN/m}^2$ .

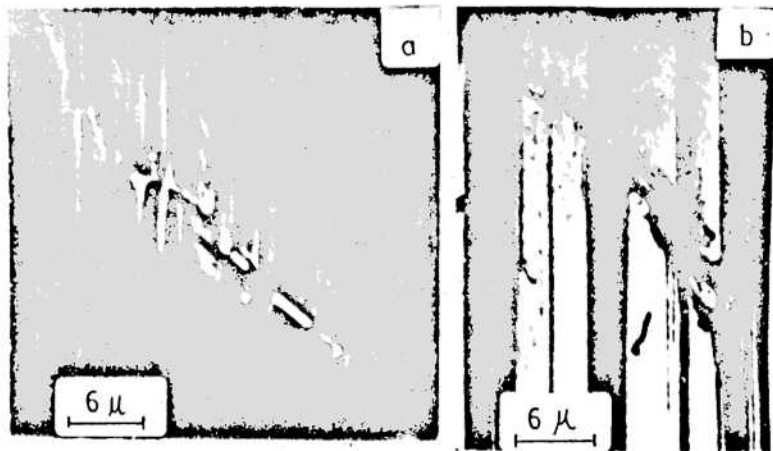


Figura III.17.- Fotos de M.O. Muestra parcialmente transformada; bajo aplicación de carga; trazas verticales: bandas martensíticas; trazas inclinadas: defectos de plano basal. a): superficie de la muestra; b) interior luego de efectuar corte paralelo a la superficie observada a ( 17506 ciclos previos,  $\sigma_{\text{máx}} = 54 \text{ MN}/\text{m}^2$  y orientación del eje próxima a [013]).

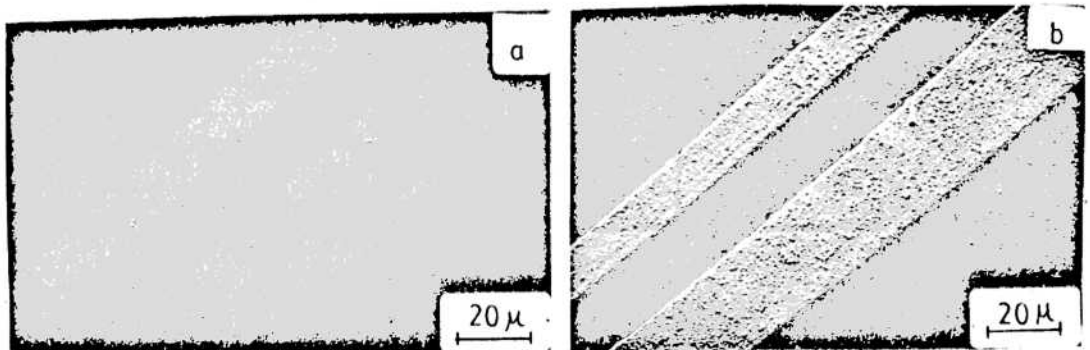


Figura III.18.- Fotografía de M.E.B.: muestra sin ciclado previo, traccionada hasta inducir parcialmente la transformación y puesta posteriormente en la cámara del M.E.B. (a) imagen "Z" y (b) imagen "Y" respectivamente. El escalón en la superficie se aprecia fácilmente en la imagen "Y".

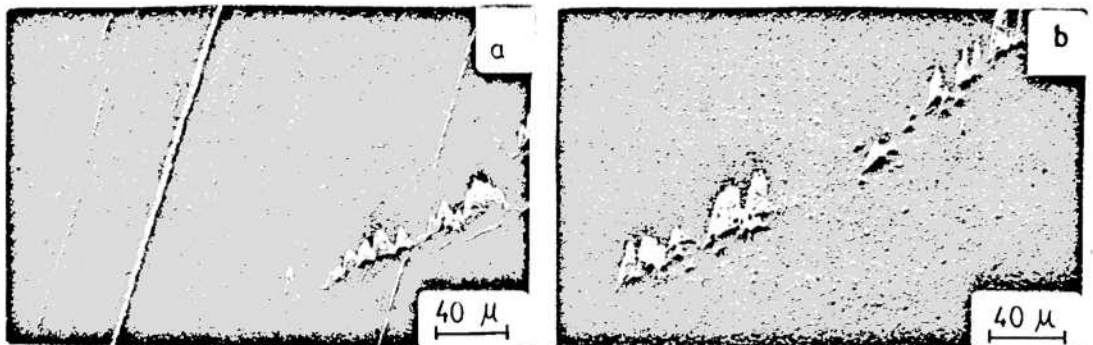


Figura III.19.- Fotografías de M.E.B.: Muestra con 20315 ciclos. en la zona de menor densidad de defectos. a) muestra bajo carga, transformada parcialmente a martensita; b) misma zona que en (a), sin carga aplicada a la muestra (muestra retransformada a la fase beta).

gris más claro). Hacemos uso aquí del hecho conocido del relieve superficial que origina el cizallamiento primario de la transformación martensítica.

La fig.III.19a muestra bandas de martensita inducidas en una probeta con 20315 ciclos previos ( $N_f$  estimado  $10^6$  ciclos), en la zona de menor densidad de defectos. La muestra se encuentra aquí bajo una tensión aplicada suficiente para inducir parcialmente una transformación beta-18R. Una clara discontinuidad de las bandas martensíticas se puede ver en el cruce con los defectos de plano basal. En la fig.III.19b se ve la misma zona sin carga aplicada a la muestra, con defectos del tipo plano basal. Al haber quitado la tensión, las bandas de 18R han desaparecido, es decir se produjo la retransformación a la fase beta.

Más complicado es el aspecto presente en zonas de mayor densidad de defectos (que son preferentemente los de plano de hábito) siendo un problema abierto para estudios posteriores.

### III.11.- Influencia de tratamientos adicionales sobre la vida de fatiga.

Se hicieron 2 conjuntos de experimentos adicionales con la siguiente finalidad: encontrar la forma en que la presencia o ausencia de los defectos de volumen afecta a la vida de las muestras fatigadas mediante la aplicación de tratamientos térmicos intermitentes apropiados para eliminarlos y en segundo lugar para analizar la influencia de los defectos superficiales eliminando los mismos mediante pulidos intermedios.

En el primer conjunto de experimentos se ciclaron 4 muestras de un mismo monocristal (orientación b de la fig.1) hasta un número de ciclos  $N_1$ , puestas a  $800^\circ\text{C}$  durante 30 minutos, enfriadas al aire y vueltas a ciclar hasta un número total de ciclos  $N_{1+1}$ . Este procedimiento fue repetido hasta alcanzar la fractura para  $N_f$ . La tabla III.2 muestra los resultados. La muestra 01 fue ciclada hasta la fractura sin tratamientos térmicos intermedios.

Para verificar la influencia de estos tratamientos térmicos sobre los defectos internos, una muestra adicional de

la misma orientación fue fatigada hasta los 8000 ciclos y luego cortada. Llevando la muestra a 800°C durante 30 minutos, enfriando luego al aire, un pulido electrolítico más una observación con microscopía óptica mostró que no quedaban trazas de defectos en el interior de la muestra.

TABLA III.2

Muestra	$\sigma_{\text{máx}}$ (MN/m <sup>2</sup> )	$N_i$	$N_f$
01	158.5	-----	5932
02	159.0	1000,2000,3000,4000,5000	5178
03	160.4	4000	5667
04	106.4	1000,2000,3000,4000	4604

Los resultados de la tabla III.2 muestran que la eliminación de los defectos de volumen no prolonga la vida de las muestras fatigadas. Los valores de  $N_f$  obtenidos caen dentro de la dispersión de la figura III.2.

En el segundo conjunto de experimentos, 3 muestras de orientación cercana a la  $t$  de la fig.III.1, fueron preparadas a partir de un mismo monocristal y luego fatigadas. A los  $N_i$  ciclos la superficie fue pulida mecánica (papel de lija de 600 micrones) y electrolíticamente y vuelta a ciclar. De la reducción en el diámetro de la muestra se vio que en cada pulido una capa de aproximadamente 25 micrones era eliminada. En la tabla III.3 se encuentran los resultados.

TABLA III.3

Muestra	$\sigma_{\text{máx}}$ (MN/m <sup>2</sup> )	$N_i$	$N_f$
01	172.1	cada 1000 ciclos	22000
02	165.6	-----	6000
03	171.9	2500,5000,7500	7848

Aparentemente la vida de las muestras puede incrementarse

si se quitan las fisuras superficiales, como lo efectuado en la muestra 01. Cuando las fisuras han penetrado una mayor profundidad, y el pulido no las elimina, la vida no es sustancialmente incrementada considerando la dispersión de la fig. III.2. Esto resulta directamente de los resultados de la tabla III.3.

### III.12.- Influencia de la deformación elástica de la fase beta.

Se consideró necesario evaluar la influencia que pudiera tener la zona correspondiente a la deformación elástica de la fase beta. Para ello se tomaron 2 muestras A y B de temperaturas  $M_s = -80^\circ$  y orientaciones [125] y [123] respectivamente. Se les efectuó el tratamiento térmico y pulido habituales.

#### i) Muestra A:

A una temperatura de  $100^\circ\text{C}$  se cicló la muestra en la zona elástica de la fase beta, hasta una tensión máxima de  $168 \text{ MN/m}^2$ . Se detuvo el ciclaje para un  $N = 22687$ , (valor un orden de magnitud mayor que el  $N_c$  correspondiente a esa tensión, para el ciclaje a través de la transformación). A continuación se la observó en el microscopio óptico:

a) en la superficie no se observó ningún tipo de trazas.

b) Previo corte con la máquina de electroerosión de 2 superficies que formaban  $90^\circ$  entre sí, y paralelas al eje tensil, se le hizo un pulido sin encontrar defectos de volumen. A continuación se redujo la temperatura a  $80^\circ\text{C}$ , a la cual se cicló la muestra pero ahora a través de la transformación martensítica ( $\sigma_{\text{máx}}$  igual a  $19 \text{ MN/m}^2$ ). La muestra fracturó para  $N_f = 1412$ , observándose en el microscopio óptico la formación de los defectos superficiales alineados en el plano de hábito, quedando retenidas cerca de la fractura algunas bandas de martensita.

#### ii) Muestra B:

Se repitió el experimento detallado en i), pero cambiando algunos parámetros:  $T_{\text{exp}} = 70^\circ\text{C}$  para el ciclaje durante la deformación elástica de beta y  $T_{\text{exp}} = 20^\circ\text{C}$  para el ciclaje

asociado a la transformación;  $\sigma_{\text{máx}} = 27,5$  y  $32 \text{ MN/m}^2$  respectivamente. Se cicló la muestra sin llegar a la tensión de transformación, hasta  $N = 19.500$  y a diferencia del caso i, se llevó la muestra a  $800^\circ\text{C}$  durante una hora con enfriamiento posterior al aire, pulido habitual previo al ciclaje beta-18R, siendo  $N$ , en éste igual a 800 ciclos.

### III.13.- Formación de más de una variante martensítica.

Como una ratificación adicional de la incidencia de las características cristalográficas de la transformación martensítica sobre la formación de fisuras o defectos en la superficie, se cicló una muestra cuyo eje tensil esta a  $40^\circ$  del  $[001]_{\text{beta}}$ , sobre la línea  $[001][011]_{\text{beta}}$ , sabiendo que esto favorece por igual a la formación de 2 variantes de 18R, de igual plano basal pero distintos planos de hábito.

Se efectuaron 24478 ciclos a la muestra, y se la observó posteriormente con microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Con microscopía óptica se efectuó el análisis de trazas, encontrándose bandas con defectos superficiales, paralelas a los 2 planos de hábito esperados. En la fig. III.20 se ve la superficie de dicha muestra observada con MEB. En la fig. III.20a se tiene una imagen con poca magnificación donde se distinguen las trazas de bandas paralelas a los 2 planos de hábito. En las figuras III.20 b y c se ven con detalle los defectos alineados según la variante izquierda, mientras que en las fig. III.20 d y e se ven los de la variante derecha. Es inmediato de aquí la similitud de los defectos formados en las zonas propias de ambas variantes, siendo la diferencia principal la alineación de los mismos según ambos planos de hábito. Análogos resultados se encontraron para otra muestra del mismo cristal que la anterior, pero con 6700 ciclos.

### III.14.- Experimentos preliminares de compresión.

A los efectos de comenzar los estudios de fatiga asociados a la compresión a través de la transformación martensítica, se preparó una muestra cilíndrica de diámetro 3.95 mm y longitud 8 mm. Se le efectuó el mismo tratamiento térmico

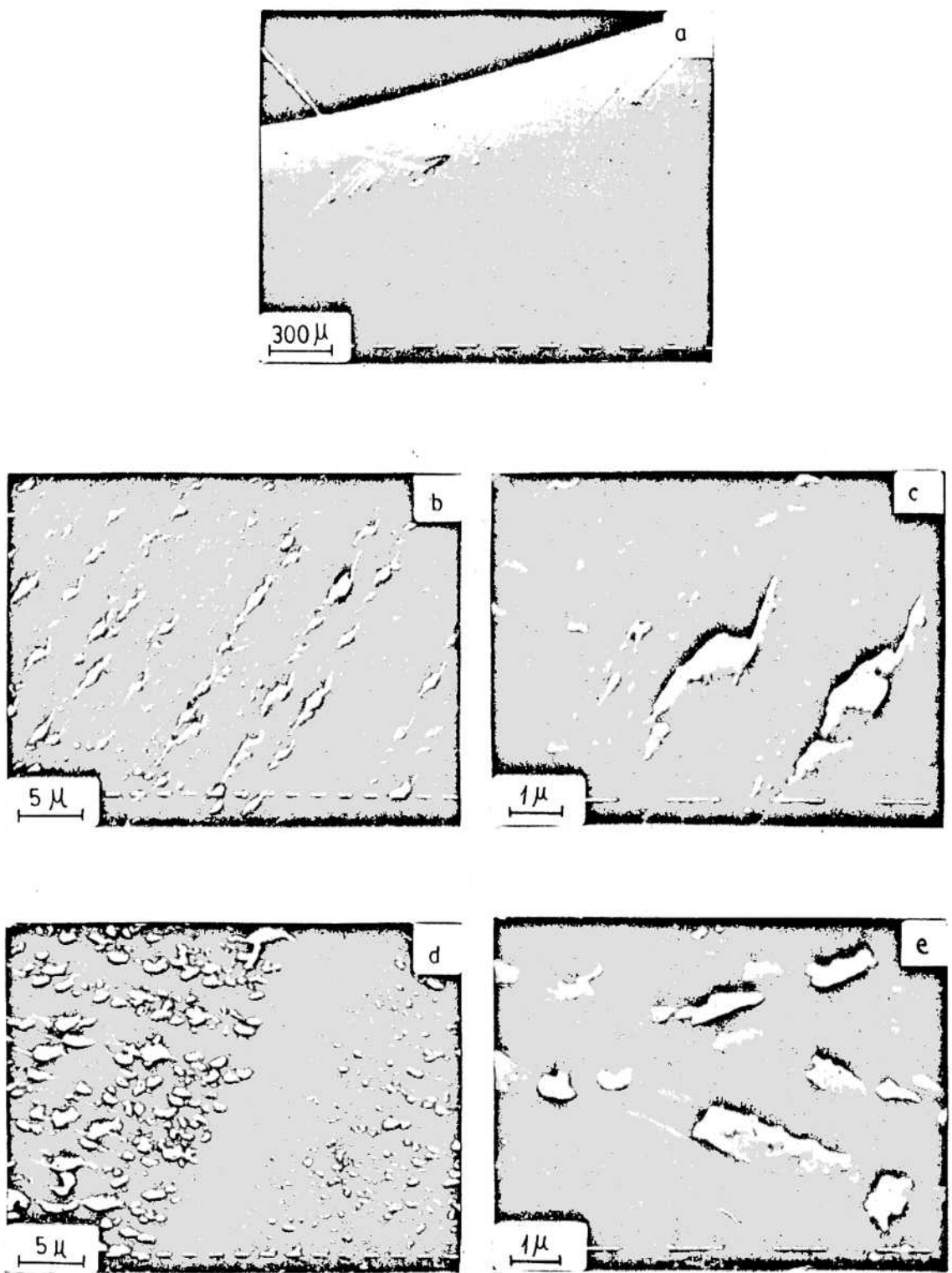


Figura III.20.- Fotografías de microscopía electrónica de barrido de una muestra que al ser ciclada transformaba a 2 variantes de martensita. a) Se observan trazas paralelas a los 2 planos de hábito. b) y c) : imágenes con distinta magnificación de los defectos alineados en bandas paralelas al plano de hábito de la variante que aparece a la izquierda en (a). d) y e): imágenes con distinta magnificación de los defectos alineados según la variante que aparece a la derecha en (a).

que a las muestras cicladas en tracción (30 minutos a 800°C con enfriamiento posterior al aire). Fue posteriormente pulida con papel de lija de 600 micrones más pulido electrolítico. La tensión máxima en cada ciclo fue de 146 MN/m<sup>2</sup> y la frecuencia era 26 ciclos/minuto. El ciclaje fue efectuado a temperatura ambiente.

Dos hechos son significativos en lo referente al experimento realizado:

a) Se detuvo el ciclaje para un número de ciclos igual a 149732. Si se observa la figura III.2, se encuentran casi 2 órdenes de magnitud entre el valor de N alcanzado para esta muestra y el N. esperado para igual tensión máxima aplicada en ciclaje en tracción.

b) La muestra fue analizada con microscopía electrónica de barrido, para distintas orientaciones de la superficie. En la figura III.21 se ven dos imágenes, donde claramente se aprecian los mismos tipos de defectos superficiales encontrados en el ciclaje por tracción. En particular en la figura III.21a, se observan trazas paralelas al plano de hábito, con defectos en el plano basal, formando cierto ángulo con las trazas del plano de hábito y en la figura III.21.b, se pueden ver defectos alineados según el plano de hábito, del tipo extrusión - intrusión, análogos a los encontrados en tracción. Esto fue verificado con un análisis de trazas de varias superficies efectuado con M.O. y R.X.

#### II.15.- Microfractografía ( M.E.B. )

En algunas muestras cicladas hasta la fractura, se estudiaron las superficies de fractura con el M.E.B. En la figura III.22, se observan imágenes obtenidas para la muestra 01 de la tabla III.2, con N<sub>f</sub> = 5932). La combinación de planos tipo clivaje que indican características de fragilidad en la fractura, con cierta fibrosidad que a la vez indica que la fractura no es completamente frágil, ha sido encontrada en numerosas muestras fatigadas.

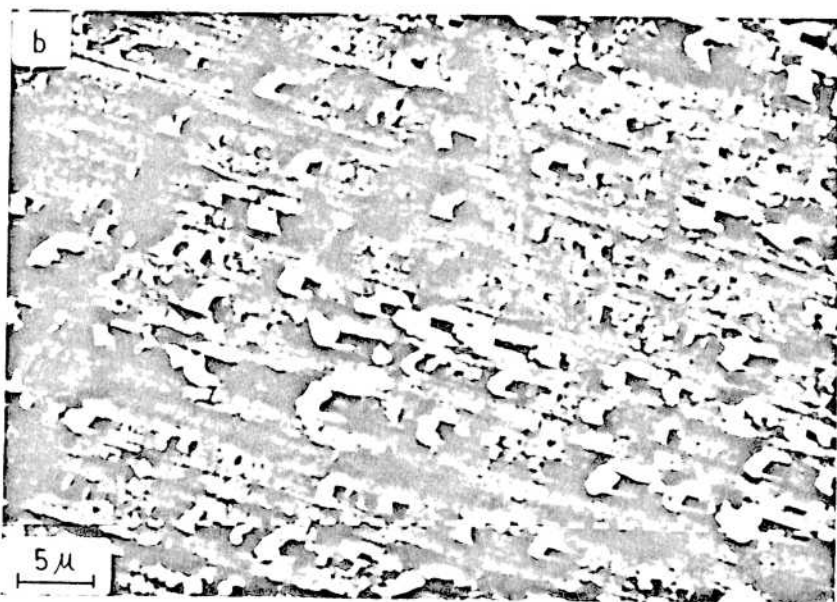
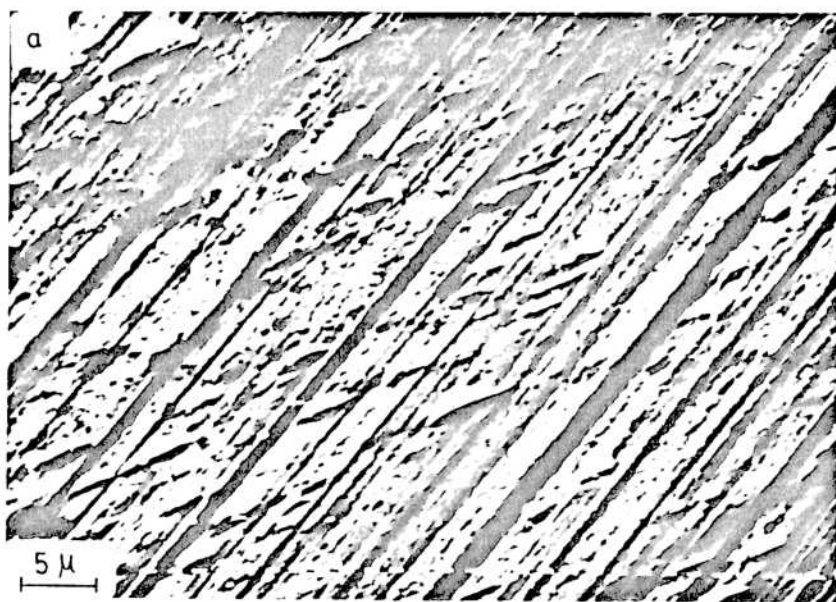


Figura III.21.- Fotografías obtenidas con microscopía electrónica de barrido de una muestra ciclada en compresión a través de la transformación martensítica. a) bandas paralelas al plano de hábito, con defectos tipo plano basal inclinadas respecto a las primeras. b) defectos tipo extrusión-intrusión alineados según el plano de hábito. (Nº de ciclos efectuados = 149732).

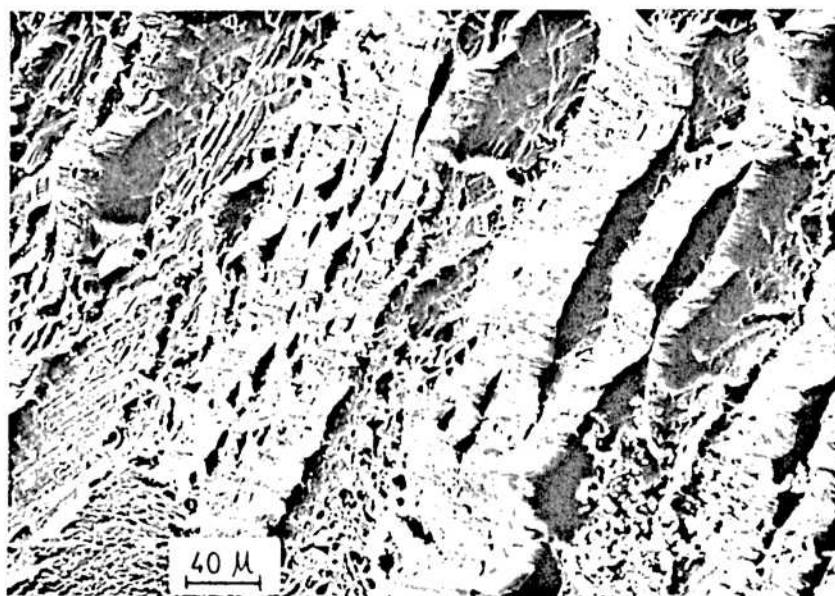
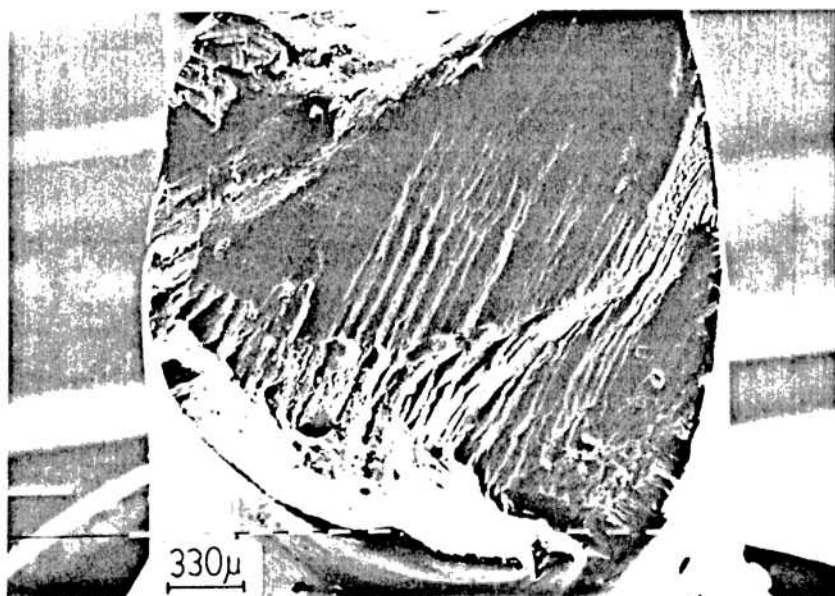


Figura III.22.- Fotografía obtenida con microscopía electrónica de barrido, de la superficie de fractura de la muestra 01 de la tabla III.2. (N<sub>e</sub> = 5932)

### III.14.- Discusión parcial de los resultados.

Los resultados obtenidos hasta este punto permiten hacer una descripción y análisis sobre los procesos que tienen lugar durante los ciclos de fatiga.

a) Durante el ciclaje a través de la transformación martensítica se introducen en el material arreglos de dislocaciones en el interior del cristal. La densidad de estos arreglos aumenta con el número de ciclos y es conveniente mencionar que si bien algunas zonas del cristal muestran alta densidad de dislocaciones, otras zonas permanecen sin signos de deformación o concentración de tensiones visibles. El origen de las primeras dislocaciones durante la transformación se discute con detalle en el capítulo V.

b) Los arreglos de dislocaciones pueden intervenir como obstáculos para el crecimiento de las bandas martensíticas en el interior del cristal, de acuerdo a observaciones efectuadas con microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Por otra parte la transformación inicial es facilitada por las tensiones retenidas en los arreglos de dislocaciones, después de la desaparición de la martensita al descargar en los ciclos anteriores. Esto permite comprender el cambio observado en las curvas de tensión-deformación durante la fatiga. Cuando los defectos internos desaparecen (mediante la aplicación de tratamientos térmicos intermedios), la transformación puede producirse más homogéneamente y no se observa endurecimiento en la pendiente asociada a la transformación.

c) Los arreglos de dislocaciones también se forman en regiones cercanas a las superficies, actuando como obstáculos para el avance de la transformación, de acuerdo a las observaciones efectuadas. Esto implica que deformaciones importantes se crean localmente cuando una banda de martensita es detenida ante un obstáculo. Deformaciones de hasta un 17 % deben ser acomodadas. Es improbable que este acomodamiento pueda hacerse elásticamente o por la formación reversible de fases martensíticas, ya que las deformaciones son demasiado grandes e inhomogéneas. Es

razonable suponer que cierta deformación plástica permanente es introducida. Los cambios que aquí resultan son distintos a los encontrados en el interior, ya que dan origen a agujeros y extrusiones si la dirección  $d$  del cizallamiento martensítico está suficientemente cerca de la superficie. En una versión muy simplificada, debido a la condición de tensión plana, la presencia de la superficie permite una relajación de tensiones no permitida en el interior: para ciertas orientaciones de la superficie una porción de material es empujado hacia afuera perpendicularmente a la superficie para reducir la densidad de masa incrementada cuando la banda martensítica es detenida ante un obstáculo. Por otra parte la reducción en la densidad de masa puede evitarse si durante la retransformación el material es empujado hacia el interior, originando los agujeros. Mediante qué mecanismos de deformación se producen transportes de masa en direcciones cercanas a la normal a  $d$ , constituye un problema abierto hasta el presente. Resulta claro de los experimentos y observaciones efectuadas que los agujeros crecen con el número de ciclos, juntándose finalmente para formar fisuras paralelas al plano de hábito. Esto puede considerarse como la etapa de nucleación de la fisura.

d) La fisura superficial se propaga hacia el interior hasta que la fractura ocurre. Si bien en la etapa de nucleación de la fisura, los arreglos de dislocaciones juegan un papel importante como obstáculos, éstos no parecen tener un rol importante en la velocidad de propagación como quedó evidenciado con los tratamientos intermedios. A qué profundidad de la fisura se produce la transición de la etapa de nucleación a la de crecimiento no está claro aún. Los resultados presentes indican que una vez formadas las fisuras superficiales, el crecimiento se produce fundamentalmente con las siguientes características: la vida de fatiga no es modificada por la presencia o ausencia de los arreglos de dislocaciones; tampoco se encontró dependencia con la orientación. Esto es sorprendente ya que con la orientación, la distribución de tensiones en la punta de la fisura cambia y podría esperarse como consecuencia la activación de distintos sistemas de cizallamiento influenciando así el crecimiento de una fisura dúctil. La vida a la fatiga no está

afectada por la composición, pese a que ésta afecta a la tensión crítica de activación de distintos sistemas en la martensita (73ARN) (82BAR) (82SAD) (82AND). El único parámetro que afecta fuertemente a la fatiga es la temperatura y ésto será tratado en detalle en el capítulo siguiente. En la fig. III.23 están graficados datos para monocristales de Cu-Al-Zn, Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Sn. Se puede ver que todos los puntos caen dentro de la dispersión sobre una misma curva de tensión vs.  $N_f$ , lo que indicaría que la fatiga en materiales pseudoelásticos está principalmente relacionada con propiedades generales de la transformación martensítica y en menor grado a propiedades específicas de la aleación considerada.

Los experimentos efectuados en compresión presentan dos aspectos significativos:

a) resistencia a la fatiga considerablemente mayor ( dos órdenes de magnitud ) respecto a probetas cicladas en tracción, con tensiones de trabajo similares. Esto es esperable, dado que las tensiones de compresión no permiten la apertura de las fisuras. Esto tiene especial importancia en lo referente a posibles aplicaciones de estos materiales. Dado que los diversos dispositivos diseñados, utilizan las tensiones involucradas cuando se somete a la muestra a través de un cambio de temperatura a través de la transformación martensítica, modificaciones que utilicen tensiones de compresión en lugar de tracción pueden aumentar considerablemente, la vida de los cristales utilizados.

b) Formación de defectos alineados en el plano de hábito tipo extrusión-intrusión de morfología similar a los encontrados para los ensayos en tracción. Considerando que el plano de hábito para ensayos de compresión es diferente al que se tiene traccionando una muestra de igual eje tensil, siendo aproximadamente normal a éste, con un factor de Schmid muy pequeño, ésto consituye una ratificación adicional de la influencia de las características cristalográficas de la transformación martensítica sobre los defectos inducidos en las muestras. Asimismo, ésto es un indicio de que el mecanismo de nucleación de las fisuras, sería análogo al presente en los ensayos de tracción.

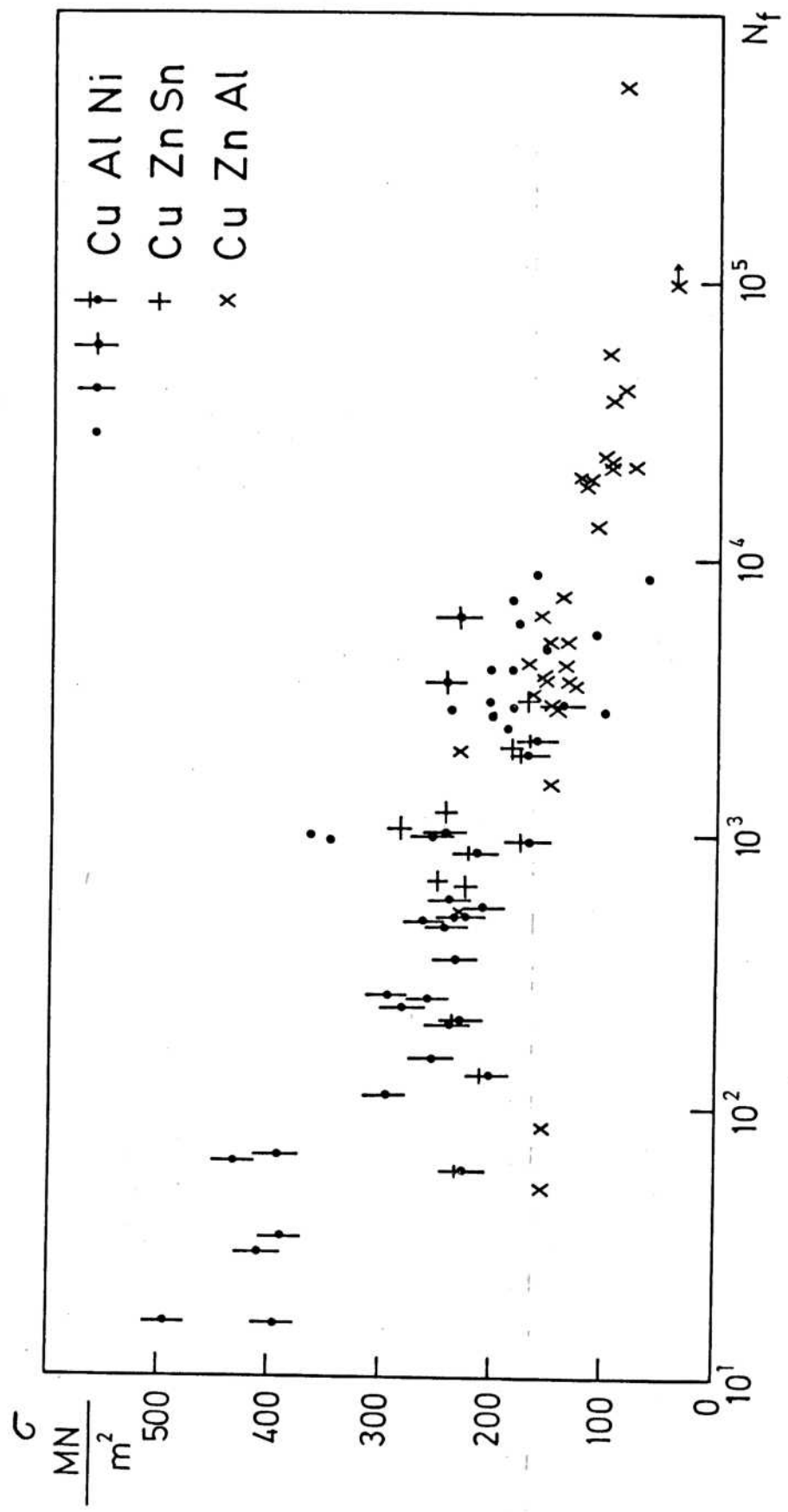


Figura III.23.- Tensión  $\sigma$  vs. número de ciclos  $N_f$  para la fractura por fatiga para monocristales de CuAlNi (• (81SAK), + (75BR0), CuZnSn(+ (81BR0), y CuZnAl (x, este trabajo). No están incluidos los puntos de baja temperatura.

## IV.- FATIGA A BAJAS TEMPERATURAS

### IV.1.- Introducción

Algunos experimentos mencionados en el capítulo anterior parecían indicar una respuesta distinta del material ante el ciclaje a través de la transformación beta-18R, si éste se realizaba a temperaturas considerablemente menores que la temperatura ambiente. Esto motivó la realización de experimentos adicionales en los cuales la temperatura de trabajo fue la del aire líquido. La finalidad de los mismos era determinar con precisión la influencia de la temperatura sobre el ciclaje beta-18R y la fatiga del material, comparando la respuesta a la fatiga a bajas temperaturas ( que se abreviará de aquí en adelante como "FTB") con aquella a temperaturas alrededor de la ambiente ( que se abreviará "FTA").

### IV.2.- Detalles y método experimental

Dado que buena parte de los detalles experimentales son comunes a los del capítulo anterior, bastarán aquí algunos comentarios adicionales. Los monocristales utilizados fueron crecidos con el método de Bridgman en tubos de cuarzo. Las composiciones de las aleaciones utilizadas se muestran en la tabla IV.1. Las mismas fueron elegidas con una temperatura de transformación  $M_s$  que permitiera inducir la martensita a temperatura experimental  $T_{exp}$ , a una tensión suficientemente más baja que la necesaria para deformar plásticamente la fase matriz. La mayor parte de las muestras fueron deformadas en aire líquido a  $-186^{\circ}C$ , pero para facilitar las comparaciones realizadas, 2 muestras con igual tratamiento térmico y  $M_s = -60^{\circ}C$  fueron cicladas a temperatura ambiente. Todas las aleaciones tenían una concentración electrónica de 1.48.

A partir de los monocristales, se prepararon muestras cilíndricas por electroerosión. La longitud útil de las mismas era de 6.8 mm y el diámetro en la misma zona, de 2.8 mm, con cabezas de mayor diámetro (5mm), que permiten la inserción de las muestras en las mordazas utilizadas. Todas las muestras fueron sometidas a las mismas condiciones de tratamiento térmico

TABLA IV.1

Muestra	Aleación	Frecuencia (ciclos/min)	T <sub>exp</sub> (°C)	$\sigma_{\text{máx}}$ MN/m <sup>2</sup>	N <sub>r</sub>	Símbolo
1-1	*	44	-186	251	> 24000	●
1-2	*	44	-186	268	>101382	●
1-3	*	53	-186	265	> 26346	●
2-2	*	52	-186	253	> 99329	+
3-1	*	50	-186	237	31773	○
4-1	*	50	-186	240	215374	□
10-1	**	74	20	215	2927	⊙
10-2	**	57	20	276	2234	⊙

\* Cu-62.97 at %, Zn-26.06 at %, Al-10.97 at %

\*\* Cu-67.34 at %, Zn-17.33 at %, Al-15.33 at %

( 30 minutos a 800°C con enfriamiento posterior al aire) y pulido posterior ( mecánicamente con papel de lija de 600 micrones) y electrolíticamente ( 4 a 5 minutos en una solución de 15 % de ácido nítrico en alcohol metílico bajo una tensión de 4 voltios).

#### IV.3.- Ensayos de fatiga

Dado que el gabinete para trabajo a temperaturas menores que la ambiente, que está integrado a la máquina de ensayos de deformación Instron 1123, permite llegar solamente a -70°C, se justifica describir con un poco más de cuidado la implementación de los ensayos realizados. Para éstos se prepararon mordazas especiales (ver figura IV.1a) y un dispositivo ( fig.IV.1b ) que unido al cabezal de la máquina, permitiera sumergir la muestra en aire líquido o en vapores del mismo según la necesidad. De esta forma el cabezal de la máquina cuyo movimiento origina la tensión aplicada a la muestra estaría rígidamente unido a la parte inferior de la muestra, mientras que la parte superior de la misma quedaría unida a la celda de carga a través de un prolongador (Ver fig.IV.1c). El movimiento hacia abajo del cabezal provocaría así una tensión tipo tracción a la muestra. Los ensayos fueron efectuados en tracción, con una frecuencia promedio de 50 ciclos/ minuto (ver tabla IV.1); en que cada ciclo se realizaba entre una deformación correspondiente a la fase beta y otra correspondiente a un 50 % de transformación a la fase martensítica.

Las muestras indicadas por el mismo número inicial en la tabla IV.1 fueron preparadas a partir del mismo monocristal. Las orientaciones de los ejes tensiles están indicadas en el triángulo unidad de la fig.IV.2.

#### IV.4.- Resultados experimentales

##### IV.4.a.- Dependencia de la vida a la fatiga con la tensión

La tensión máxima de ciclaje y el correspondiente número de ciclos para la fractura (Nf) se pueden ver en el gráfico de la figura IV.2. En el mismo las cruces indican los resultados

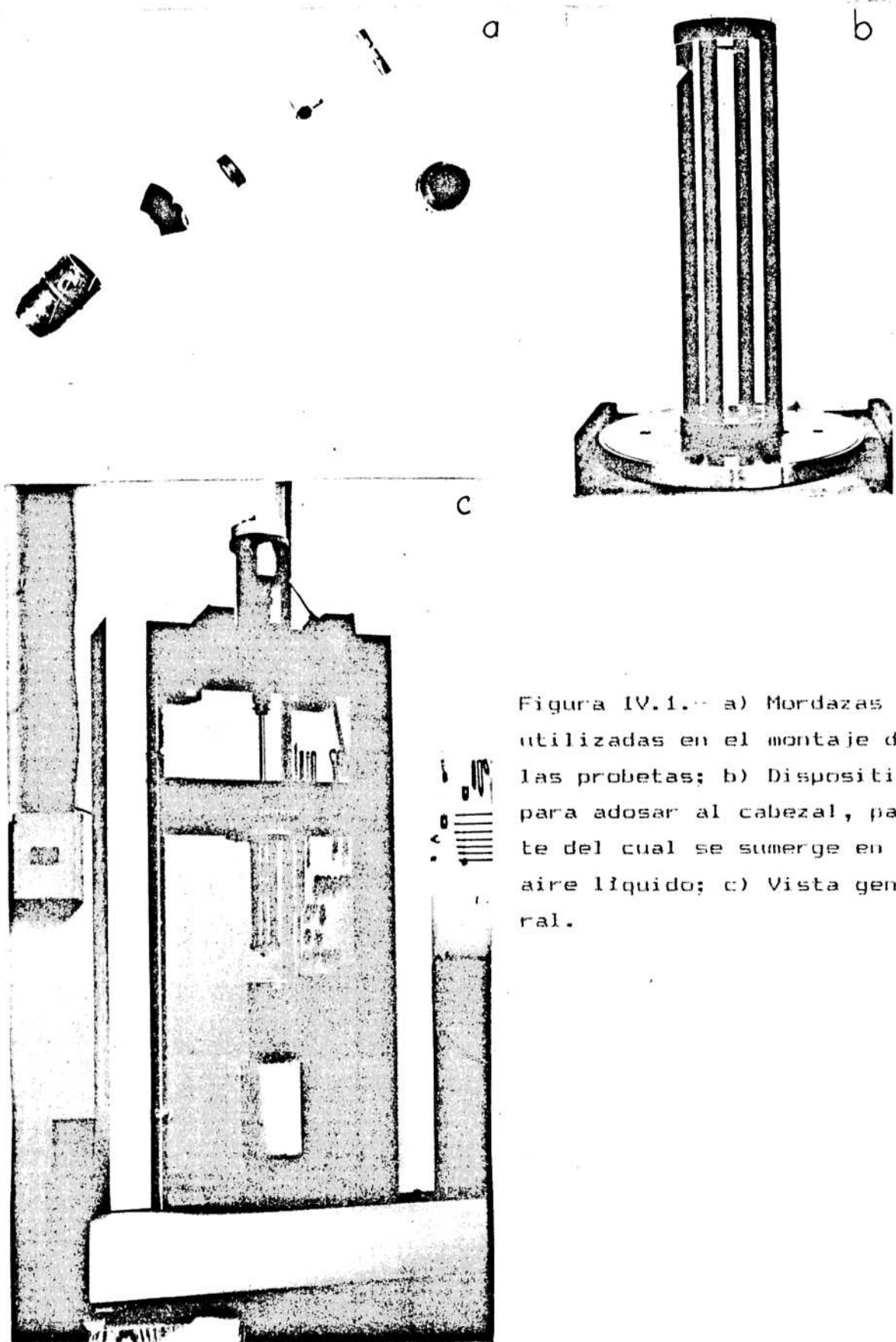


Figura IV.1. -- a) Mordazas utilizadas en el montaje de las probetas; b) Dispositivo para adosar al cabezal, parte del cual se sumerge en aire líquido; c) Vista general.

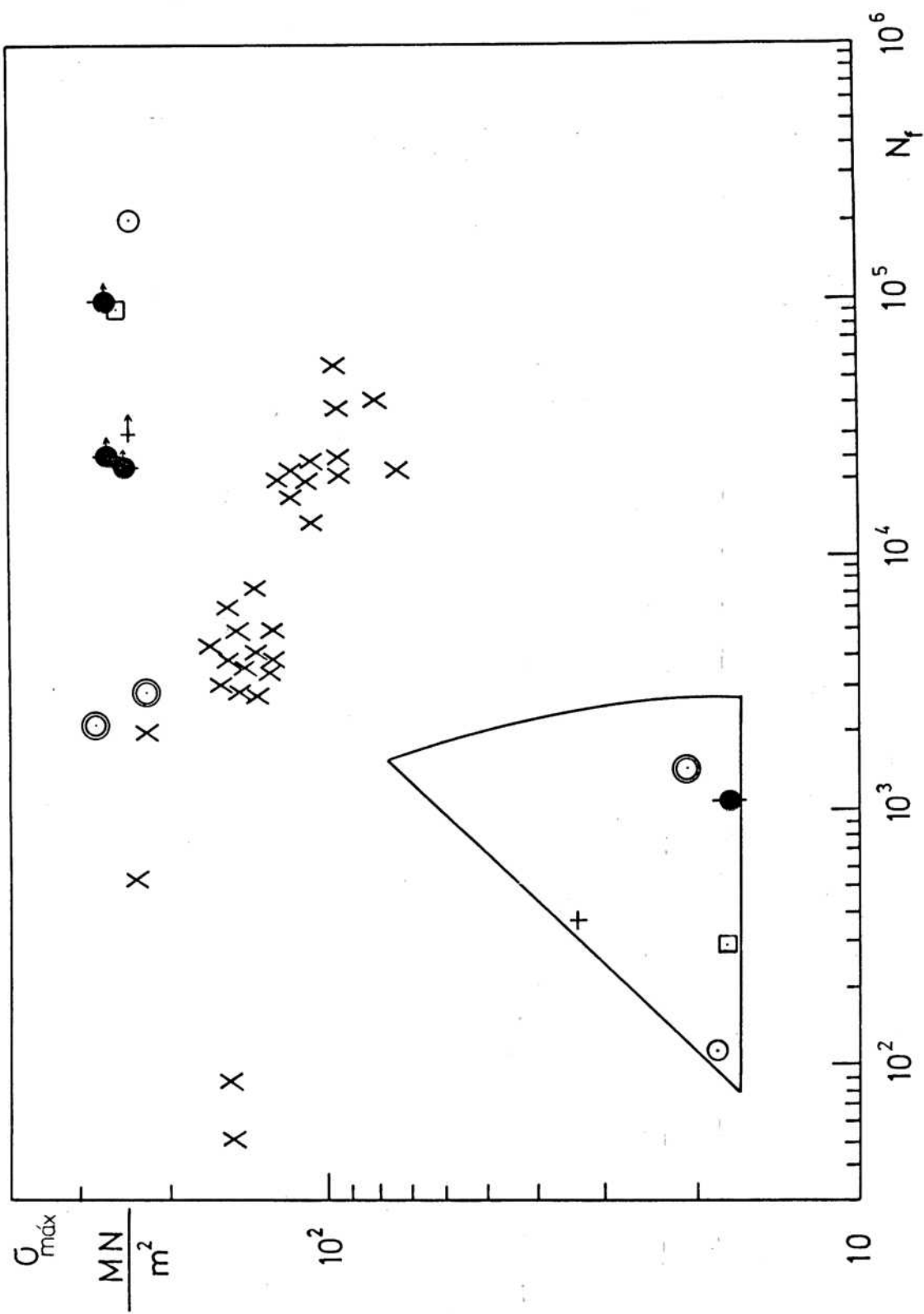


Fig. IV.2.- Número de ciclos para la fractura  $N_f$ , vs. la tensión máxima aplicada  $\sigma_{\text{máx}}$ . La flecha indica que la muestra no ha fracturado. Los resultados previos de muestras cicladas a temperatura ambiente o más altas están indicadas con x. La orientación de los ejes tensiles se ven en el triángulo unido. Símbolos iguales a los de la tabla IV.1.

de FTA del capítulo anterior. También se observan los resultados para las muestras cicladas a  $-186^{\circ}\text{C}$  y para las muestras 10-1 y 10-2 fatigadas a temperatura ambiente. Estas últimas han sido consideradas aquí para un análisis comparativo más claro, ya que además de haber sido sometidas a idéntico tratamiento térmico, su tensión de ciclaje y la orientación del eje tensil son las mismas que para las muestras 1-1, 1-2 y 1-3. Los símbolos con una flecha hacia mayores valores de N indican que el ciclaje ha sido detenido sin haberse alcanzado la fractura. Los resultados de la figura IV.2 indican claramente que a temperaturas aquí llamadas bajas (aire líquido) el número de ciclos para la fractura es incrementado por lo menos en 2 órdenes de magnitud comparado con respecto a dicho número para ensayos cercanos a temperatura ambiente.

Análogamente a lo observado para el ciclaje a temperatura ambiente, también aquí se ha encontrado un endurecimiento asociado a la transformación martensítica a medida que aumenta el número de ciclos. En la figura IV.3 están graficados para 2 muestras, la pendiente de la curva tensión-deformación, durante la transformación para distintos N. Se ve que dicho endurecimiento permanece bajo hasta un número de ciclos entre 2500 y 7500, aumenta luego fuertemente y alcanza algún valor de saturación. La diferencia en los valores de saturación entre ambas muestras es fuertemente debida a diferencias en el factor de Schmidt, y desaparece cuando el coeficiente de endurecimiento se determina a partir de una relación entre tensión y deformación resueltas, usando el sistema más favorable para la transformación martensítica.

#### IV.4.b.- Observaciones con microscopía óptica

Luego del ciclaje de las muestras, se encuentran en la superficie de las muestras fatigadas, trazas derechas y largas como las de la figura IV.4a. Cuando el número de ciclos es suficientemente grande, se encuentran regiones como las reproducidas en la figura IV.4b. Estas consisten en el mismo tipo de trazas como en la figura IV.4a, pero ahora con un contraste adicional asociado a las mismas. Fotografías tomadas a mayor magnificación indican que el contraste mencionado es

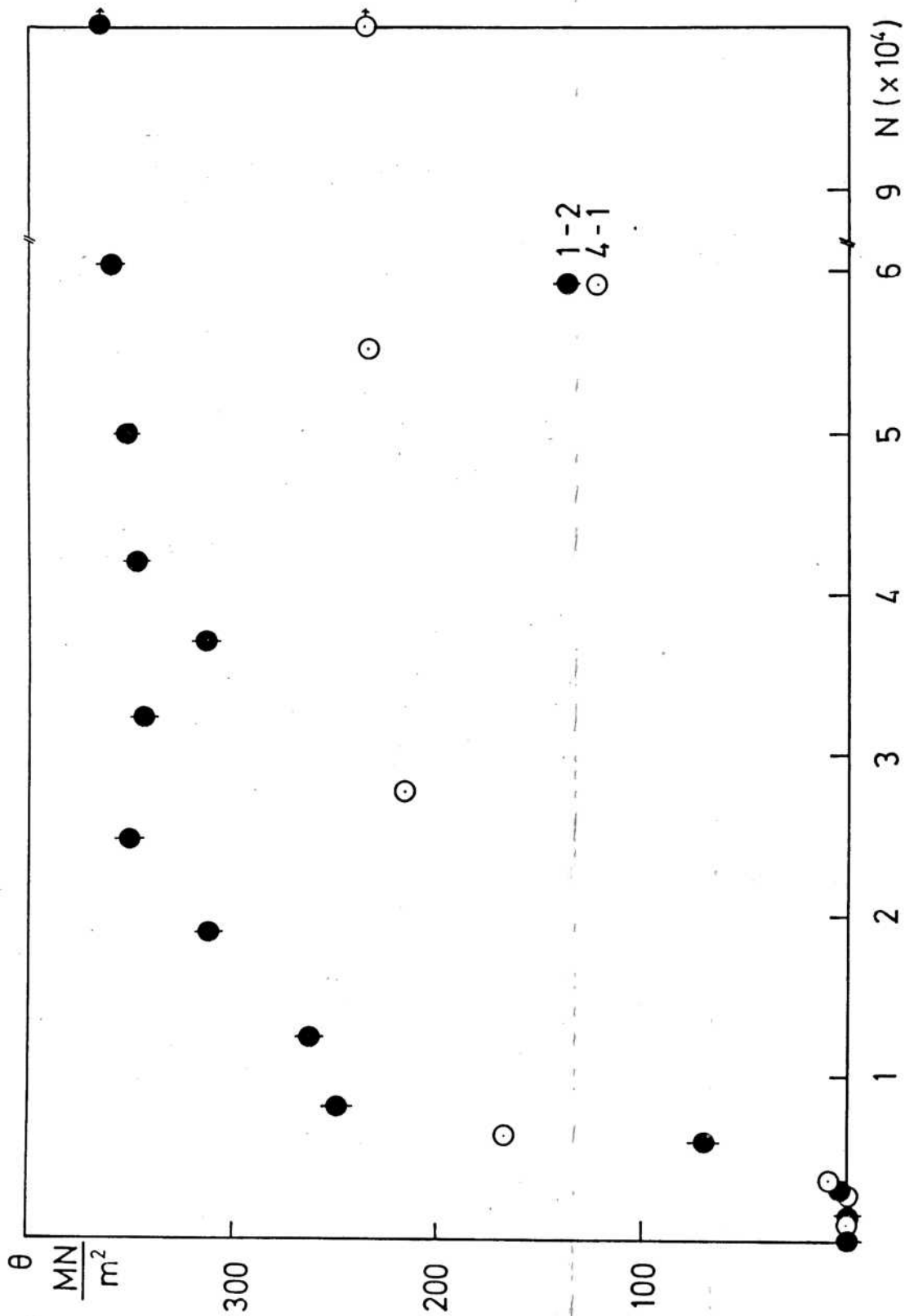
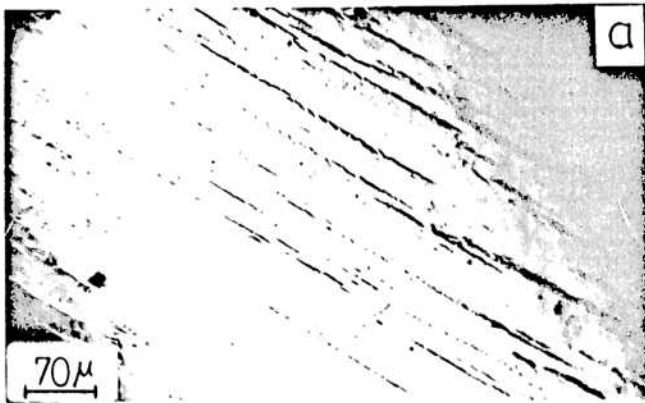
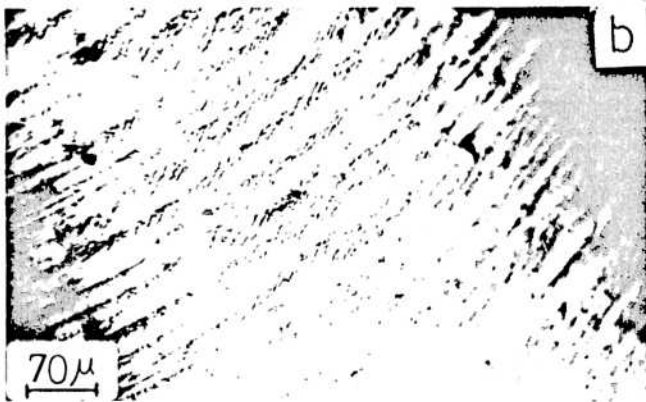


Fig. IV.3.- Pendiente  $\theta$  de la curva  $\sigma - \epsilon$ , durante la transformación beta-18R vs. el número de ciclos, para 2 muestras. Los símbolos son los mismos que en la fig. IV.2 y tabla IV.1.

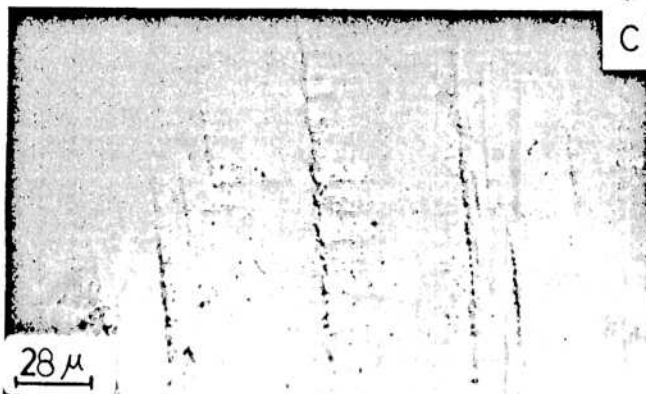
Figura IV.4.- Defectos superficiales observados con microscopía óptica en la muestra 2-2 para distintas áreas superficiales.



a) Marcas o defectos de plano basal.



b) Defectos de plano basal asociados a zonas con contraste diferente.



c) Marcas cortas y finas que terminan sobre los defectos de plano basal.

debido a marcas superficiales pequeñas y finas , con dirección no al azar, que se extienden desde las marcas o trazas mas largas.

Se analizó la orientación de las marcas gruesas y finas para varias orientaciones de las superficies, y los resultados están indicados en la proyección estereográfica de la figura IV.5. Las orientaciones de los ejes tensiles están indicadas en el triángulo unidad ( análogo a la figura IV.2). El análisis de trazas efectuado para las marcas correspondientes a la figura IV.4a para distintas orientaciones de la superficie de la muestra condujo a puntos que yacen aproximadamente sobre el meridiano llamado " plano basal". Estas trazas en la superficie de la muestra son entonces intersecciones de dichas superficies con defectos planares que yacen en planos del tipo  $(110)_{\text{beta}}$ , que luego de la transformación martensítica se convierten en el plano basal (compacto) de la martensita 18R. A estos defectos se les llamará marcas o defectos de plano basal de aquí en adelante. Del capítulo anterior resulta que el mismo tipo de defectos de plano basal también se originan en las muestras cicladas a temperatura ambiente. Estos defectos están también en el interior del material tanto en FTA, demostrado anteriormente como en FBT. Esto último fue verificado cortando una de las muestras fatigadas a  $-186^{\circ}\text{C}$ , puliendo luego mecánica y electrolíticamente. Los defectos son pulidos preferencialmente y pueden verse en microscopía óptica.

Las trazas de las marcas finas y cortas (figura IV.4c) que aparecen asociadas a los defectos de plano basal, fueron analizadas para una muestra. La orientación de las mismas ( símbolo  $\phi$  en la figura IV.5) para distintas orientaciones de la superficie yacen en un meridiano llamado "plano de hábito", que es paralelo al plano de hábito de la variante de martensita inducida por tensión. Estas marcas finas fueron observadas sólo para muestras de FBT. En FTA, tal como se ha analizado, el resultado en la superficie es más complejo, formándose gran cantidad de defectos alineados en bandas paralelas al plano de hábito y que son altamente visibles para cierto rango de orientaciones de las superficies observadas. Este tipo de bandas no se han encontrado en ningún caso en FBT.

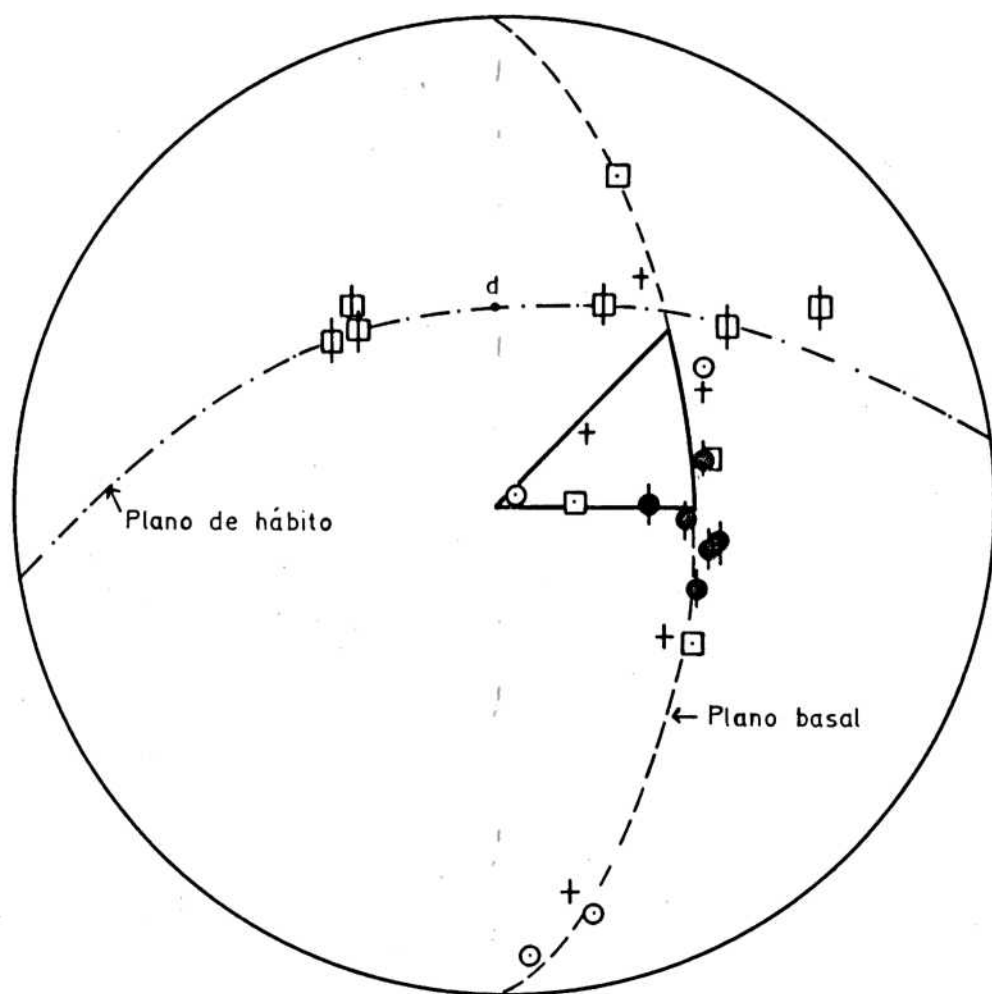


FIG. IV.5.- Análisis estereográfico de los defectos de superficie. Los símbolos son los mismos que en la fig. IV.2 y la tabla IV.1;  $d$  es la dirección de cizallamiento macroscópico. Los símbolos que caen en el meridiano "plano basal" corresponden a las trazas superficiales observadas en la figura IV.4a. El símbolo  $\oplus$  indica la orientación de las trazas correspondientes a las marcas finas, para la muestra 2-2 (observadas en la fig. IV.4c).

#### IV.4.c.- Observaciones con microscopía electrónica de barrido

En primer lugar se comparan los resultados de FTA para la muestra 10-1 con aquéllos para las muestras de FTB 1-1 ,1-2 y 1-3. Estas muestra tienen aproximadamente la misma orientación del eje tensil y fueron cicladas a la misma tensión. Los tratamientos térmicos y condiciones de pulido fueron idénticas constituyendo la temperatura experimental y la composición las diferencias principales.

En la figura IV.6 se ve una región superficial de la muestra 10-1 (FTA) para la cual la dirección de cizallamiento macroscópico de la transformación yace aproximadamente en la superficie observada. Los detalles que ahí se encuentran coinciden con lo estudiado en el capítulo anterior para FTA: aparecen defectos consistentes en agujeros con una extrusión correspondiente, alineados con las trazas del plano de hábito de la transformación. En la misma figura se observan otras marcas inclinadas respecto al plano de hábito. Fue verificado que las mismas yacen en la intersección del plano basal de la estructura 18R con la superficie, y por lo tanto se corresponden con los defectos de volumen encontrados en el interior del cristal luego de cortar y pulir electrolíticamente las muestras, ya estudiados en el capítulo anterior.

La figura IV.7 muestra las marcas gruesas, para las muestras de FBT ( la fotografía fue tomada en modo emisor, modulación "Y"). Se verificó que su orientación corresponde a las marcas o defectos del plano basal. Estas marcas fueron encontradas en gran número y cubriendo toda la superficie del cristal. Si bien este tipo de defectos es similar a los de plano basal encontrados por MEB para las muestras de FTA, aparecen en mayor número y más pronunciados en FTB. Resulta inmediatamente que estos defectos se corresponden con los analizados por microscopía óptica de la figura IV.4a.

En aquellas muestras de FBT que fueron fatigadas a un mayor número de ciclos aparecen sobre la superficie marcas pequeñas y finas que terminan sobre los defectos del plano basal. La figura IV.8a muestra una región con alta densidad de dichas marcas finas, tomada con MEB. Las mismas se corresponden con aquéllas observadas por microscopía óptica en la figura



Fig. IV.6.- Fotografía tomada con MEB de la superficie de la muestra 10-1 (FTA). Trazas del plano de hábito con defectos consistentes en agujeros y extrusiones alineados sobre las mismas. Se ven defectos de plano basal inclinados respecto al plano de hábito.

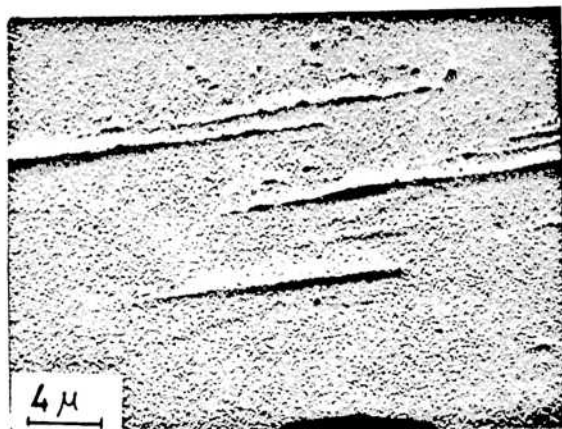


Fig. IV.7.- Fotografía tomada con MEB de los defectos de plano basal sobre la superficie de la muestra 1-3 (Modulación "Y").

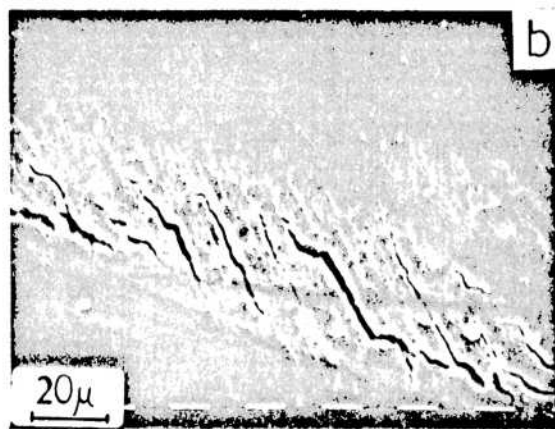


Fig. IV.8.- a) Fotografías de MEB de las marcas finas ( correspondientes a la figura IV.4c); b) Región de marcas finas conteniendo fisuras.

IV.4c y son las trazas resultantes de la intersección del plano de hábito con la superficie. En la figura IV.8b se muestra una región superficial donde se han formado fisuras en el interior de un grupo de marcas finas. Se puede ver en la misma figura que dichas fisuras son paralelas a las trazas del plano de hábito. Luego de un número alto de ciclos estas configuraciones son frecuentes.

#### IV.5.- Discusión parcial de resultados

La vida de las muestras aumenta considerablemente cuando el ciclaje se efectúa a  $-186^{\circ}\text{C}$  comparando con los resultados obtenidos a temperatura ambiente. Además de la tensión de ciclaje, la temperatura parece ser el único parámetro encontrado hasta el momento, que afecta sistemáticamente el comportamiento del material frente a la fatiga.

Los resultados experimentales indican que durante el ciclaje, se crean defectos alineados en el plano basal, tanto en FTA como en FTB. De la similitud en apariencia se puede inferir que se crean en forma similar en ambos casos. La aparición de los mismos con una densidad mucho mayor a bajas temperaturas se puede explicar por el mayor número de ciclos que alcanzan las muestras previo a la fractura, ya que se ha visto en las muestras cicladas a temperatura ambiente, que el número de dichos defectos aumenta con el número de ciclos.

Si bien las fisuras empiezan a aparecer en la superficie, alineadas preferencialmente en el plano de hábito tanto en FTA como en FTB, el mecanismo de formación no sería el mismo: en FTA se crean agujeros asociados a extrusiones. Estos están alineados en el plano de hábito y coalescen hasta formar una fisura superficial continua luego de un número suficientemente alto de ciclos. Un ejemplo de esto se ve en la fig.IV.6, y más detalles se encuentran en el capítulo anterior. En FTB no se observan agujeros con extrusiones asociadas a los mismos; el relieve superficial es menor que para FTA y las fisuras tienen una apariencia más frágil. En la fig.IV.8 las extrusiones, que son características en FTA, están ausentes. Por lo tanto hay menos deformación plástica asociada con la formación de fisuras en la superficie para FTB que para FTA. En principio se puede

relacionar el cambio en el mecanismo de formación de fisuras con la transición de la formación de un agujero "dúctil" debido a deformación plástica, a una fisura "frágil" en regiones de alta densidad de defectos, debido al aumento en la tensión de fluencia en materiales bcc con la disminución de temperatura.

La formación de fuertes deformaciones locales se puede interpretar de la siguiente manera: durante el ciclaje se forman defectos en el plano basal (el mecanismo de formación de los mismos se analizará mas adelante) . Estos defectos actúan como obstáculos para la propagación de las placas martensíticas, lo que se manifiesta con el aumento en la pendiente asociada a la transformación en la curva tensión-deformación. Esto crea grandes deformaciones en la intersección provocando relajación por deformación plástica en regiones cercanas a la superficie, si la tensión de fluencia es suficientemente baja (como en FTA); o conduciendo a un fuerte incremento en la densidad de defectos con una decohesión final si la tensión es muy alta para acomodar deformaciones plásticas apreciables.

En el capítulo anterior se presentaron resultados que mostraron la importancia decisiva de la formación de fisuras superficiales para la fractura por fatiga. Los resultados presentes constituyen una ratificación adicional para esa afirmación: a FTB la nucleación de fisuras es más difícil, dado que las primeras fisuras se ven a un número de ciclos considerablemente más alto que en FTA. Correspondientemente la vida a la fatiga se incrementa. Si fuera posible suprimir o demorar la nucleación de fisuras en FTA, debería aumentar considerablemente la vida de las muestras.

## V. DISLOCACIONES EN FATIGA PSEUDOELASTICA EN LATONES

### V.1.- Resumen

En este capítulo se analizan, con microscopía electrónica de transmisión, las dislocaciones que se forman en las muestras, luego de haber sido sometidas a ciclaje a través de una transformación martensítica. Las dislocaciones aparecen formando arreglos particulares, según direcciones cristalográficas claramente relacionadas con la transformación. Los vectores de Burgers de las dislocaciones fueron determinados mediante un método de simulación de contraste de micrografías por computadora. Esto fue necesario dado que la anisotropía elástica del material impide la aplicación del criterio de invisibilidad parcial.

### V.2.- Introducción

Como es sabido, en cada ciclo de transformación pseudoelástica, al suprimir la tensión aplicada, el material vuelve a su estructura original mediante la retransformación de 1BR a bcc, teniéndose una deformación plástica remanente nula cuando la carga llega a cero. Sin embargo, esta reversibilidad no deja al material, al menos luego de un cierto número de ciclos en el mismo estado inicial. Prueba de ello son los distintos tipos de defectos formados tanto en el interior como en la superficie de las muestras al cabo del ciclaje, como se ha analizado en los capítulos anteriores. Para una mejor comprensión de la evolución sufrida por las muestras, es necesario estudiar con detalle el tipo de dislocaciones que se forman en el interior. En los capítulos III (85SAD.a) y IV (85SAD.b) se estudiaron los efectos que tiene el ciclaje a través de la transformación martensítica inducida por tensión, sobre las propiedades mecánicas, la formación de defectos tanto en la superficie como en el interior de las muestras, influencia de la temperatura y otros. Aquí se tratará con más detalle una faceta de la fatiga; ésta es la referente a la estructura de dislocaciones obtenidas como consecuencia del ciclaje.

El análisis de las dislocaciones se efectuó en la fase bcc. La anisotropía elástica de esta fase impide la aplicación del criterio de invisibilidad parcial para la determinación del vector de Burgers de las dislocaciones (73HEA). De ahí que para obtener dichos resultados, se hayan desarrollado métodos para hacer dichas determinaciones mediante técnicas de simulación del contraste de micrografías de microscopía electrónica de transmisión, de dislocaciones, por computadora (73HEA). Dichos métodos se basan en la teoría dinámica de 2 haces (Howie y Whelan), que introduce un término para el campo de desplazamiento alrededor de la dislocación, para lo cual se considera al cristal como un medio elástico continuo. Para este estudio, se adaptó un programa de computación desarrollado por Head et al. (73HEA), a las facilidades de cálculo existentes en el CAB. La adaptación e implementación del programa de cálculo y buena parte de las simulaciones fueron efectuadas por la Lic. Alejandra Uribarri.

### V.3.- Detalles y método experimental

Las muestras utilizadas para este estudio están indicadas, con las correspondientes composiciones y temperaturas de transformación, en la tabla V.1. La forma de preparación de las mismas es similar a lo detallado en el capítulo II, por lo cual no se hacen aclaraciones especiales aquí, excepto los detalles intrínsecos al estudio de dislocaciones a efectuar. Dichas muestras eran de forma cilíndrica de longitud 20 mm en su parte central y diámetro 3 mm. Todas las muestras fueron puestas a 800°C durante 30 minutos y luego dejadas enfriar al aire. Las muestras fueron cicladas entre una deformación correspondiente a la zona elástica de la fase beta y otra correspondiente a un porcentaje de transformación martensítica del 100 %. Los detalles correspondientes a cada muestra están indicados en la tabla V.2. Las muestras cicladas fueron luego cortadas adecuadamente por electroerosión en discos de 0.3 mm de espesor, que fueron pulidos con un sistema de doble jet.

Si bien en el apéndice B se detalla el método utilizado, para cortar las muestras y procesar los datos, se mencionan a continuación algunos aspectos básicos. El estudio a efectuar de

las dislocaciones requería conocer no sólo el plano de corte de

TABLA V.1

Muestra	Composición (at.%)			Ms (°C)
	Cu	Zn	Al	
1	68.13	15.79	16.08	-22
2	68.13	15.79	16.08	-20
3	74.89	17.55	7.56	-15
4	68.43	15.14	16.43	-5
5	68.53	14.94	16.53	3
6	67.93	16.14	15.93	-29
7	67.93	16.14	15.93	-33

Tabla V.1.- Composición de las aleaciones utilizadas y la correspondiente temperatura de transformación a martensita Ms.

TABLA V.2

Muestra	T <sub>exp</sub> (°C)	$\sigma_{m\acute{a}x}$ (MN/m <sup>2</sup> )	N ciclos	Símbolo
1	--	--	0	△
2	25	190.0	10	●
3	20	88.0	1094	×
4	60	130.0	6162	+
5	50	133.0	5508 (N <sub>1</sub> )	⊙
6	20	120.0	1000	□
7	20	110.0	6000	◇

Tabla V.2.- Detalles correspondientes al ciclado de las muestras. Los ejes tensiles de las muestras están indicados con el mismo símbolo en el triángulo unidad de la figura V.1.

las muestras a observar en el M.E., sino también la relación

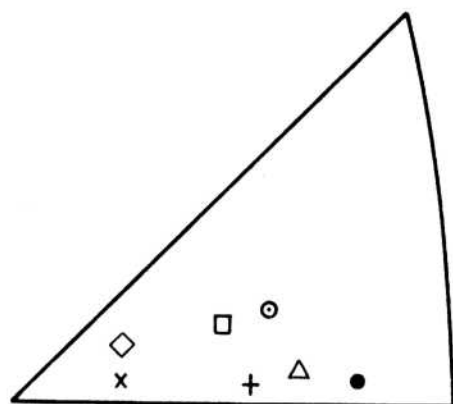
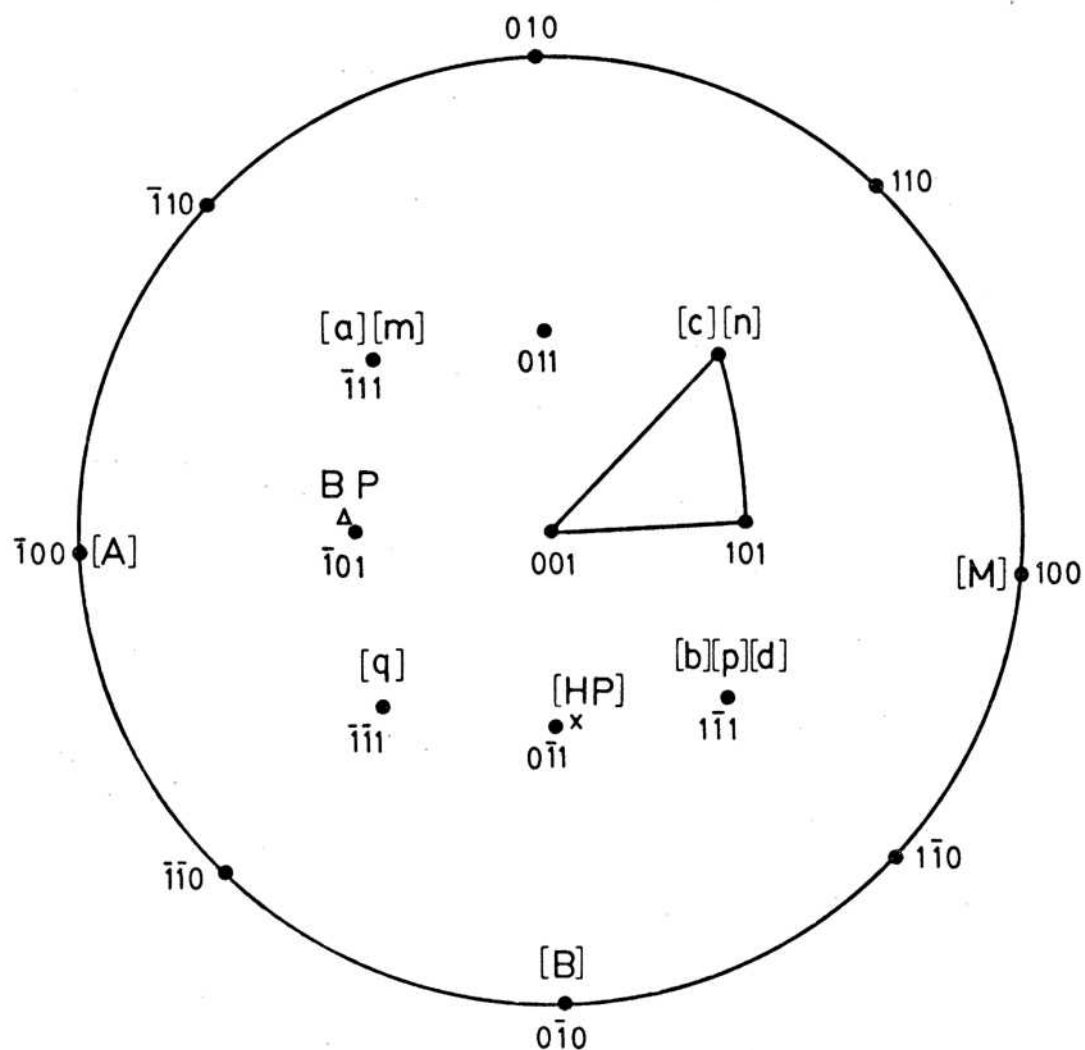


Fig.VI.- Proyección estereográfica: [a], [b], [c], [m], [n], [p], [q], [d], indican las diferentes dislocaciones con líneas del tipo  $\langle 111 \rangle$ . BP y HP: polos del plano basal de la martensita y del plano de hábito respectivamente. [A] y [B]: trazas de las bandas de dislocaciones. Ejes tensiles en el triángulo unidad de la izquierda, que se corresponde con el triángulo marcado en la proyección estereográfica.

entre direcciones del mismo y los aspectos cristalográficos de la transformación martensítica (plano de hábito y plano basal). Esto implica conocer como mínimo 2 direcciones de la lámina a observar, en relación a la probeta de tracción.

En la mayor parte de los casos el corte de las muestras fue efectuado en un plano perpendicular a la dirección del tipo  $\langle 100 \rangle$  más cercana al eje tensil. Los motivos de esta elección fueron los siguientes:

a) En toda orientación del tipo  $\langle 100 \rangle$  no se forma la martensita superficial (80LOV), con lo cual se evita una complicación en el contraste debido a la presencia de esta fase en la superficie.

b) Las proyecciones del tipo  $\langle 100 \rangle$  son las que contienen la mayor cantidad de elementos de simetría de la estructura cúbica, lo cual facilita la identificación de defectos equivalentes.

c) El hecho de que el  $[100]$  elegido sea el más cercano al eje tensil, facilita la orientación y corte de las muestras sin perder la referencia con dicho eje y con las características de la muestra.

Se pueden distinguir 3 etapas en el método experimental: (El método se encuentra detallado en el apéndice B)

1) Orientación de la probeta, para efectuar los cortes con la determinación sin ambigüedades de direcciones en los mismos en relación con las características macroscópicas de la muestra. En algunos casos es conveniente determinar mediante análisis de trazas en un microscopio metalográfico, el plano de hábito de la transformación martensítica, previo al corte de las muestras, en particular en aquellos casos en que más de una variante pudiera ser favorecida. Esto es particularmente accesible en aquellas muestras con un número suficiente de ciclos dado que en éstas se forman defectos en la superficie, alineados según el plano de hábito, como se analizó en el capítulo III.

2) Determinación de las características de las dislocaciones (línea, forma de agrupación, vector de Burgers, etc) independientemente de la probeta de la cual se obtuvo el corte. En forma resumida se comenta aquí que en esta etapa, se toman

fotos de la dislocación a estudiar, bajo distintas condiciones de difracción, con diferentes direcciones de haz incidente. Se obtienen simulaciones por computadora de una dislocación de igual línea para los diferentes vectores de Burgers propuestos, con idénticas condiciones de difracción que las micrografías del microscopio electrónico. Se identifica al defecto cuando se obtiene buen acuerdo entre las imágenes experimentales y las computadas para varias condiciones de difracción .

3) La superposición de los resultados de los puntos 1 y 2 a fin de relacionar el tipo de defectos estudiados con la transformación martensítica.

#### V.4.- Resultados experimentales

Se detallan a continuación los distintos tipos de dislocaciones y arreglos de las mismas para las muestras estudiadas.

##### V.4.1.- Arreglos de dislocaciones:

La muestra 1 con el tratamiento térmico mencionado más arriba, y sin ciclos de transformación martensítica, presenta pocas dislocaciones, apareciendo éstas aisladas usualmente, en buen acuerdo con los resultados obtenidos por Rios Jara (84 RIO).

En la muestra con 10 ciclos de transformación no se observaron arreglos especiales de dislocaciones, en comparación con el estado de las muestras previo al ciclaje. En las restantes muestras en cambio, gran cantidad de dislocaciones se encontraron formando arreglos especiales. Estos arreglos así como las dislocaciones que los componen, presentan características comunes a todas las muestras estudiadas y algunos aspectos que varían para algunas muestras. Una diferencia cualitativa es el aumento en la densidad de dislocaciones con el número de ciclos y la presencia de martensita retenida en zonas con alta densidad de dislocaciones.

A los efectos de una presentación ordenada de los resultados, se analizan 2 subgrupos de muestras: subgrupo 1

(muestras 3,4 y 5) y subgrupo 2 (muestras 6 y 7). En todos los casos, varios discos de cada muestra fueron estudiados.

Subgrupo 1 (muestras 3,4 y 5):

Las dislocaciones son en su casi totalidad de 3 tipos; [a], [b], y [c]. Una imagen de éstas se puede ver en las figuras V.2a y V.2b. Las direcciones de las líneas de estas dislocaciones son del tipo  $\langle 111 \rangle$ . Los índices exactos en función del eje tensil y el plano de hábito de la transformación se pueden ver en la proyección estereográfica de la fig.V.1. En la misma se ve que las líneas de las dislocaciones [a] y [b] yacen en los planos (0 $\bar{1}$ 1) y (101) que son los más cercanos a los correspondientes plano de hábito y plano basal de la martensita inducida en cada ciclo respectivamente, mientras que la línea de la dislocación [c] yace en la intersección de ambos planos. Conviene adelantar aquí que los vectores de Burgers de estas dislocaciones son el [001] cercano al eje tensil para la dislocación [a] y [010] (figura V.1) para las dislocaciones [b] y [c].

Las dislocaciones [a],[b] y [c] se encontraron formando arreglos. Estos consisten en bandas de dislocaciones cuyas trazas no son al azar sino que siguen dos direcciones bien definidas: [100] y [010]. Estas direcciones son consistentes con las trazas del plano de hábito y plano basal respectivamente, de la martensita inducida en cada ciclo, para el eje de zona analizado.

A título de ejemplo se tienen las bandas [A] de dislocaciones( figura V.2a), cuya traza según se ve en la fig.V.1, coincide con la traza del plano de hábito. En estas bandas se observaron dislocaciones del tipo [a]. En particular en la probeta 4, algunas bandas de la martensita inducida quedaron retenidas, lo que permitió una verificación entre la relación de las respectivas trazas. Las dislocaciones [b] y [c] estaban distribuidas en bandas cuya traza se denomina [B]. De la fig.V.1 se desprende que la dirección [B] coincide con la traza del plano basal en el plano observado.

Estas bandas [B] de traza paralela a la del plano basal, contienen en general dislocaciones del tipo [b] y [c]. Sin

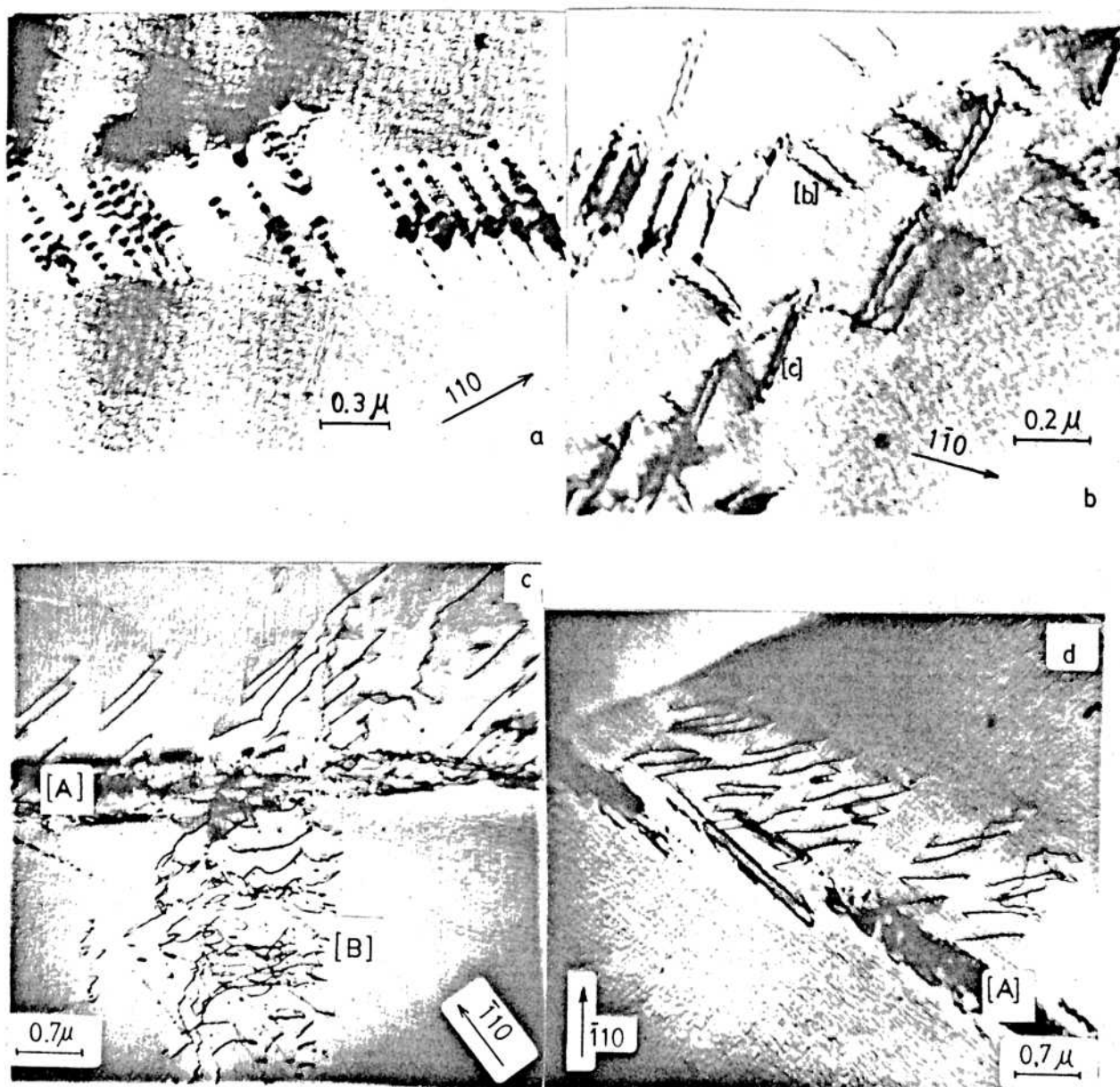


Fig.V.2.- Arreglos de dislocaciones en muestras del subgrupo 1:

a) Muestra 4: Banda tipo [A] (paralela al plano de hábito) conteniendo dislocaciones tipo [a] ( $\vec{u} = [\bar{1}11]$ ,  $\vec{b} = [001]$ ). Condiciones de difracción:  $B \sim [001]$ ,  $\vec{g} = [110]$ ,  $w = 0$ , FN =  $[001]$ .

b) Muestra 4: Dislocaciones tipo [b] ( $\vec{u} = [1\bar{1}1]$ ,  $\vec{b} = [010]$ ) y [c] ( $\vec{u} = [111]$ ,  $\vec{b} = [010]$ ), formando una banda tipo [B] (paralela a la traza del plano basal). Condiciones de difracción:  $B \sim [001]$ ,  $\vec{g} = [1\bar{1}0]$ ,  $w = 0$ , FN =  $[001]$ .

c) Muestra 3: Bandas tipo [A] y [B] conteniendo arreglos complejos de dislocaciones. Condiciones de difracción:  $B \sim [001]$ ,  $\vec{g} = [1\bar{1}0]$ ,  $w > 0$ , FN =  $[001]$ .

d) Muestra 3: Banda tipo [A]. Condiciones de difracción:  $B \sim [001]$ ,  $\vec{g} = [1\bar{1}0]$ ,  $w > 0$ , FN =  $[001]$ .

embargo, pueden contener arreglos más complejos de dislocaciones con líneas curvas como puede verse en las figuras V.2c y V.2d. La mayor parte de estas líneas curvas consisten en una sucesión de segmentos de dislocaciones tipo [b] y [c].

Las dislocaciones tipo [b] y [c] son predominantes en todas las muestras observadas mientras que las dislocaciones tipo [a] formando las bandas [A] se observan con baja frecuencia. Ocasionalmente otros tipos de dislocaciones fueron observados, como las dislocaciones tipo [d], cuya línea está indicada en la figura V.1, y dislocaciones de borde con el vector de Burgers  $\vec{b} = \langle 001 \rangle$ .

La muestra 5 justifica un análisis más detallado por el estudio complementario efectuado con la misma. Esta muestra fracturó en el ciclo N° 5508 sobre una de sus cabezas. Se observó cuidadosamente en el microscopio óptico, encontrándose en la superficie, los defectos de plano de hábito y de plano basal característicos del ciclaje a través de la transformación martensítica inducida (855AD.a). Esto fue verificado con un análisis de trazas de varias superficies. Se le cortaron a la muestra los 2 extremos asegurando de que en el cilindro central se observaran sólo los defectos superficiales mencionados. La muestra así obtenida fue enfriada en alcohol bajo observación con una lupa, hasta su transformación a martensita. En la superficie se observaron algunas bandas cuyas trazas eran paralelas a la del plano de hábito de la martensita inducida. Dichas bandas ocupaban un porcentaje chico del total de la muestra. Por otra parte, en estado martensítico, la longitud de la muestra se incrementó en un porcentaje levemente inferior al estiramiento obtenido durante el ciclaje. Esto induce a pensar que las bandas observadas constituían una segunda variante y que el resto de la muestra habría transformado a la misma variante que se induce por tensión. Este es el llamado efecto doble memoria. Posteriormente a esto se efectuó la orientación de la muestra para el estudio de las dislocaciones con el M.E. En los discos obtenidos a partir de esta muestra, la mayor parte de las bandas de dislocaciones observadas eran paralelas a la traza del plano basal, conteniendo dislocaciones del tipo [b] y [c] en su mayoría.

En discos de las muestras 4 y 5 se encontró martensita

retenida en zonas con alta densidad de dislocaciones. Como ejemplo se muestra en la fig.V.3, bandas de martensita formada entre bandas de dislocaciones. En uno de los discos analizados de la muestra 5 se verificó que la estructura de esta martensita era 18R, con el eje c cercano a la dirección  $[110]$ . El conocimiento del eje c y de la traza del plano de hábito de esta martensita ([M] en la figura V.1), si bien no determina unívocamente a la variante martensítica, restringe a sólo 2 variantes probables (una con plano de hábito cercano a  $(0\bar{1}1)$  y otra con plano de hábito cercano a  $(011)$ ).

#### Subgrupo 2 (muestras 6 y 7)

Estas muestras presentaron un aspecto común con el subgrupo 1 y éste es la presencia de dislocaciones formando bandas con trazas en direcciones consistentes con las del plano de hábito y plano basal (fig.V.4). La diferencia es que además de las dislocaciones presentes en el subgrupo 1, también se encuentran dislocaciones que reciben el nombre de [m], [n], [p] y [q] cuyas líneas están indicadas en la proyección de la fig.V.1 y con vectores de Burgers del tipo  $\langle 100 \rangle$ , indicados en la tabla V.3. El motivo de separar en un subgrupo diferente a estas muestras es sólo a los efectos de recalcar que además de aumentar el tipo de dislocaciones presentes en las muestras, incorpora como vector de Burgers de algunas de ellas  $\langle [m]$  y  $[q] \rangle$  al  $[100]$ , ausente en el subgrupo 1.

En las figuras V.5a y V.5b, se pueden ver dislocaciones en un corte paralelo al plano basal. Las dislocaciones son aquí una sucesión de segmentos en las direcciones  $\langle 111 \rangle$  pertenecientes al plano basal de la martensita.

En las figuras V.5c y V.5d, se observan bordes de dominio mecánicos tipo  $DD_2$ , en zonas donde se han formado dislocaciones. La relación entre la dirección de las dislocaciones, el vector de Burgers y las trazas de los dominios mecánicos indican que estas dislocaciones han deslizado en planos  $(101)$  dejando bordes de dominio en el material. Esto es consistente con el hecho de que la longitud del vector de Burgers determinado es la mitad de un período de traslación de

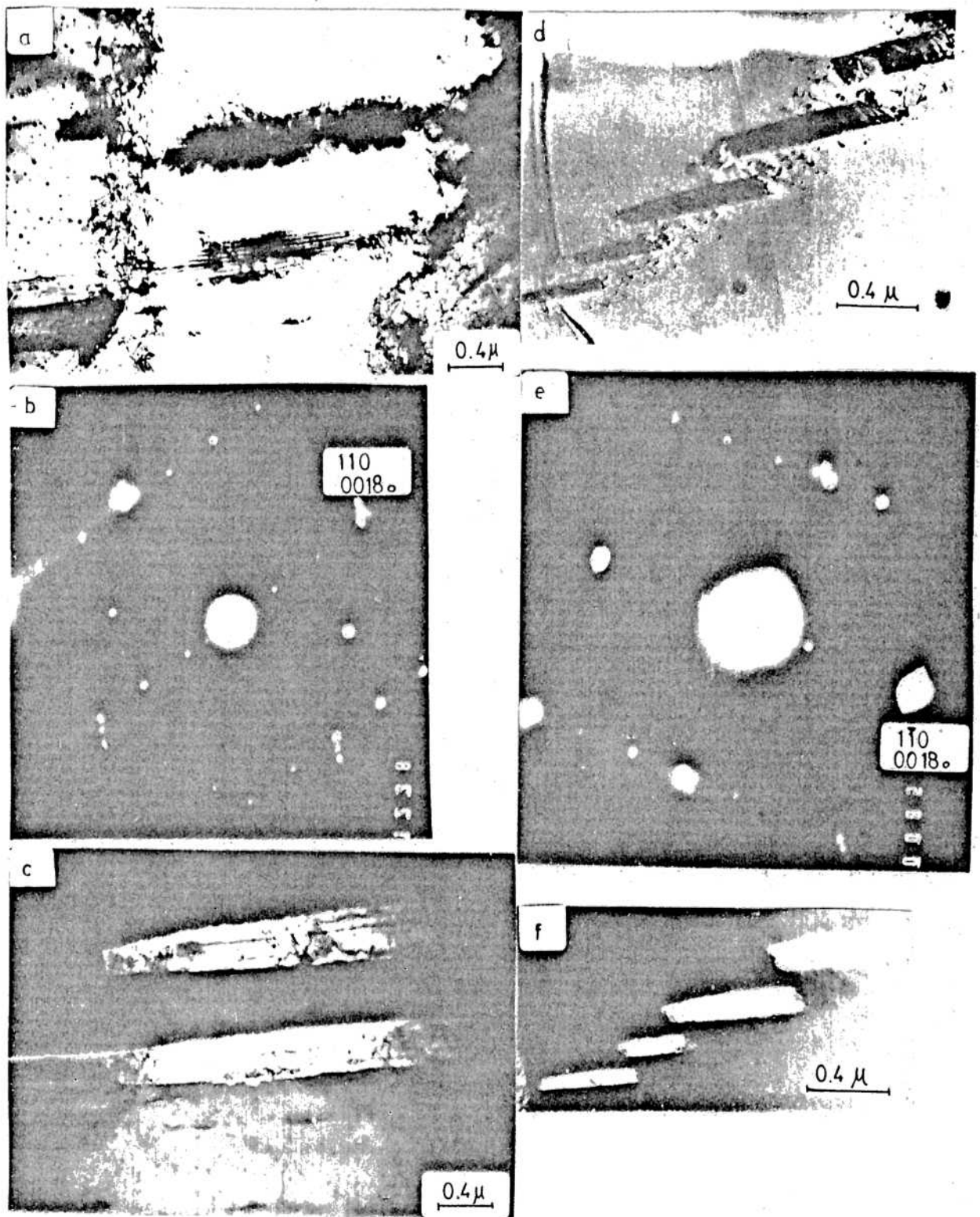


Fig.V.3.- Placas de martensita en zonas de bandas de dislocaciones. Secuencia de campo claro, diagrama de difracción y campo oscuro respectivamente: a, b y c corresponden a la muestra 5 y d, e y f a la muestra 4.

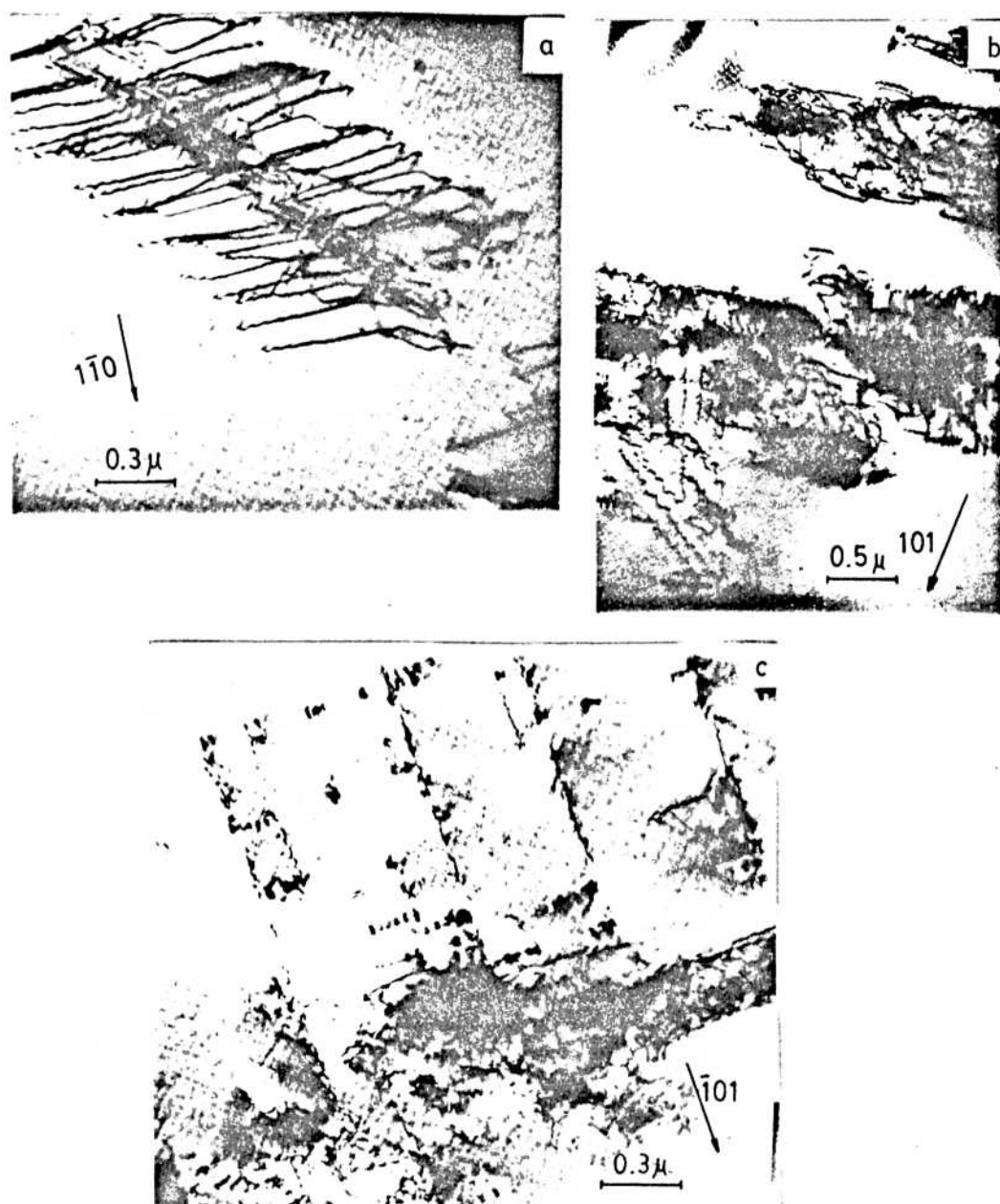


Fig.V.4.- Arreglos de dislocaciones. Muestra del subgrupo 2.  
 a) Muestra 6 (tabla V.2),  $F = [001]$ ,  $B = [001]$ ,  $\vec{g} = [1\bar{1}0]$ ; banda de dislocaciones paralelas al plano basal (banda [B]).  
 b) Muestra 6,  $F = [010]$ ,  $B = [010]$ ,  $\vec{g} = [101]$ . Bandas con traza tipo [B].  
 c) Muestra 6,  $F = [010]$ ,  $B = [010]$ ,  $\vec{g} = [1\bar{0}1]$ ; Banda de traza [B].

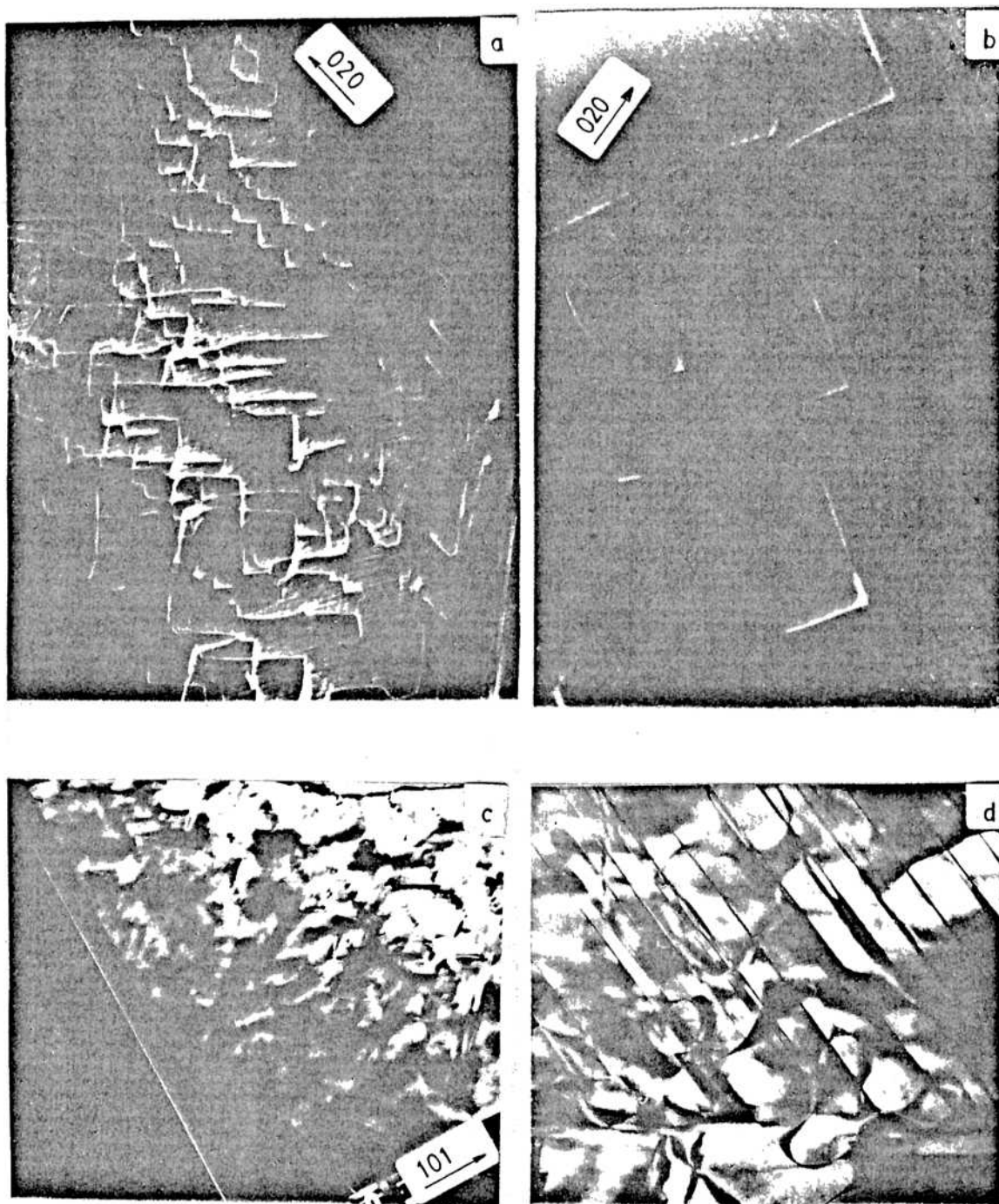


FIG.V.5.- Muestra 6; corte paralelo al plano basal;  $F = [\bar{1}01]$ .  
 a) Dislocaciones formadas por sucesión de segmentos en las direcciones  $[111]$  y  $[\bar{1}\bar{1}1]$  pertenecientes al  $(\bar{1}01)$ ; campo oscuro, WB ("weak beam" excitado  $3g$ ) ;  $\bar{g} = [020]$ .  
 b) Idem. a ; mayor magnificación.  
 c) Campo claro;  $B \sim [\bar{1}01]$ ;  $\bar{g} [101]$ .  
 d) Dominios mecánicos tipo DO;  $\bar{g} = [111]$ . (misma zona que la foto c)

la estructura  $DO_3$  en la dirección correspondiente.

#### V.4.2.- Determinación del vector de Burgers de las dislocaciones

Los vectores de Burgers de las dislocaciones fueron determinados por el método de simulación por computadora descrito más arriba. Los resultados finales se resumen en la tabla V.3. De esta tabla se desprende que las dislocaciones estudiadas son mixtas, mientras que la [d] que es de tipo hélice.

La presencia de dislocaciones con líneas del tipo  $\langle 111 \rangle$  y vector de Burgers  $\langle 100 \rangle$ , más la presencia de algunas dislocaciones con dirección  $\langle 111 \rangle$ , tipo hélice, justifica detallar con cierto cuidado dónde se encuentran dificultades

TABLA V.3

Dislocación	línea	$\vec{b}$ (vector de Burgers)
[a]	[111]	*[001]
[b]	[ $\bar{1}$ 11]	*[010]
[c]	[111]	*[010]
[d]	[1 $\bar{1}$ 1]	*[1 $\bar{1}$ 1]
[m]	[ $\bar{1}$ 11]	*[100]
[n]	[111]	*[001]
[p]	[1 $\bar{1}$ 1]	*[001]
[q]	[ $\bar{1}$ $\bar{1}$ 1]	*[100]




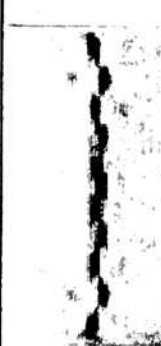




















Tabla V.3.- Características de las dislocaciones estudiadas.

para distinguirlas entre sí. Para ello se muestran en la figura V.6 las fotografías con las correspondientes simulaciones para los ejes de zona y vectores de difracción más relevantes. Se han considerado solamente los  $\vec{b}$  presentes y una sola línea, ya que el estudio para dislocaciones de otras líneas de la misma familia requiere simplemente buscar el caso equivalente. En particular se menciona que para el plano de corte estudiado, si

Fig. V.6.-- Imágenes experimentales y simuladas de las dislocaciones  
(Programa de simulación adaptado e implementado por la Lic. A. Uribarri  
a partir de (73HEA)).

B	g	b = [010]		b = [100]	
		Experimental	Simulada	Experimental	Simulada
001	110				
001	$\bar{1}10$				
011	200				
011	$01\bar{1}$				
$0\bar{1}1$	$\bar{2}00$				
$0\bar{1}1$	011				

Fig. V.6.- Imágenes experimentales y simuladas de las dislocaciones  
 (Programa de simulación adaptado e implementado por la Lic. A. Uribarri  
 a partir de (73HEA)).: CONTINUACION

B	g	b = [111]		b = [001]	
		Experimental	Simulada	Experimental	Simulada
001	110				
001	$\bar{1}10$				
$0\bar{1}1$	$\bar{2}00$				
$0\bar{1}1$	011				
011	$01\bar{1}$				
011	200				

la dislocación presenta contraste simétrico cuando  $\vec{u}$  (dirección de la línea) es perpendicular a  $\vec{g}$ , ésta puede tener  $\vec{b} = [001]_{\text{ms}}$  o ser de hélice, siendo necesario ir a los ejes de zona  $[011]$  y  $[0\bar{1}1]$  para dilucidar cual es el  $\vec{b}$  correcto. Análogamente, en caso de no ser simétrica, para distinguir entre los otros  $\vec{b}$  del tipo  $\langle 100 \rangle$ , también es necesario rotar la muestra hasta los ejes de zona  $[011]$  y  $[0\bar{1}1]$ . Las diferencias de contraste se aprecian en la figura V.6.

#### V.5.- Resultados obtenidos en muestras cicladas en aire líquido.

A continuación se detallan los resultados obtenidos en muestras cicladas a temperatura de aire líquido. Las 2 muestras elegidas para su estudio son la 1-1 y la 1-3 de la tabla IV.1, si bien para comodidad de la lectura se repiten sus datos fundamentales:

Muestra	Frecuencia (ciclos/min)	T. <sub>exp</sub> (°C)	$\sigma_{\text{máx}}$ (MN/m <sup>2</sup> )	N <sub>i</sub>
1-1	44	-186	251	>24000
1-3	53	-186	265	>26346

Al igual que para las muestras anteriores, varios discos fueron analizados por cada una. Los resultados fundamentales pueden resumirse de la siguiente manera:

- 1) Las dislocaciones formadas en gran cantidad, aparecen formando arreglos alineados en direcciones paralelas a las trazas de los planos del tipo  $\{110\}_{\text{ms}}$  que se convierten en el plano basal de la martensita y el plano de hábito de la transformación respectivamente (fig.V.7), en forma análoga a lo que sucede en muestras cicladas a temperatura cercana a la ambiente.
- 2) Las dislocaciones que se forman son básicamente de dos tipos:
  - i) dislocaciones mixtas con  $\vec{b} = [010]$  y dirección del tipo  $\langle 111 \rangle$ . Al igual que antes, si bien existen dislocaciones en

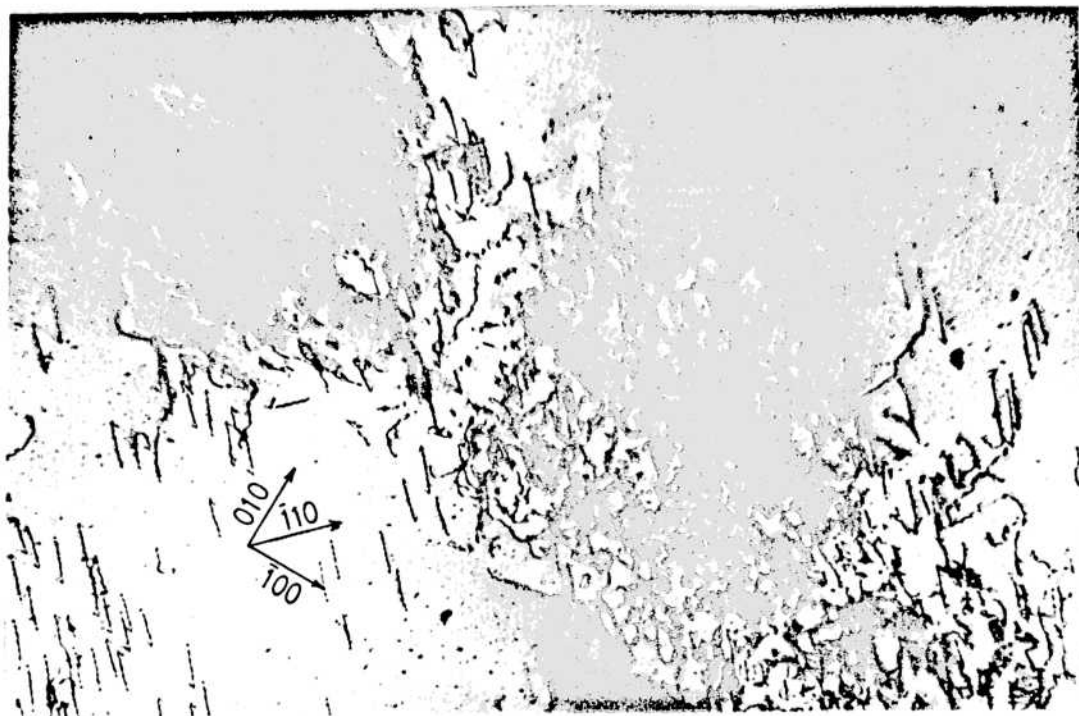


Fig.V.7.- Arreglo de dislocaciones en la muestra 1.3 ciclada a temperatura de aire líquido. Eje de zona  $[001]$ ,  $\bar{g} = [\bar{1}10]$ . Direcciones  $[100]$  y  $[010]$  pertenecen al plano de hábito y plano basal respectivamente.

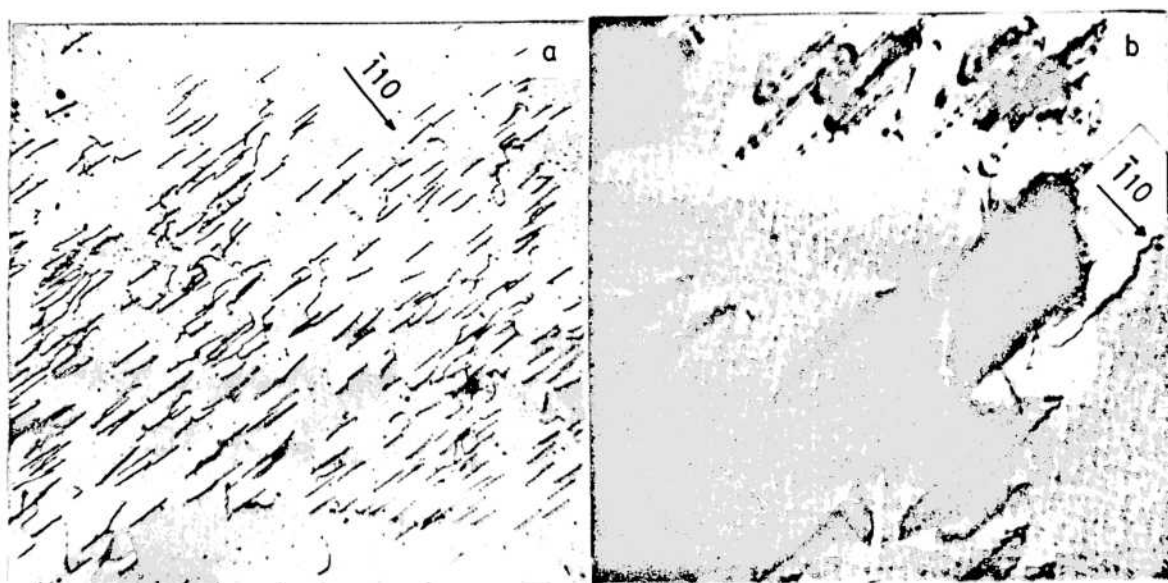


Fig.V.8.- Dislocaciones en la muestra 1.3.

- a) Dislocaciones tipo  $[c]$  ( $\bar{u} = [111]$ ,  $\bar{b} = [010]$ )  
 $B [001]$ ,  $\bar{g} = [\bar{1}10]$
- b) Dislocaciones tipo  $[c]$  ( $\bar{u} = [111]$ ,  $\bar{b} = [010]$ ) y dislocaciones de hélice de  $\bar{b} = [111]$  (contraste simétrico),  
 $B [001]$ ,  $\bar{g} = [\bar{1}10]$ .

todas las direcciones  $\langle 111 \rangle$ , las dislocaciones más numerosas son aquellas que deslizan en el plano  $[110]$  que se transforma en el plano basal de la martensita inducida. En particular, es de hacer notar que la probeta 1-3 presentó preferentemente dislocaciones con línea  $[111]$  (fig. V.8a), es decir, la dirección  $\langle 111 \rangle$  que corresponde a la intersección entre el plano basal y el plano de hábito.

ii) dislocaciones de hélice con  $\vec{b}=[111]$ , que aparecen en mayor cantidad que en el caso de las muestras cicladas a temperaturas cercanas a la ambiente (fig.V.8b)

3) Formación de otra estructura, sin plano de hábito definido, con estructura del tipo 2H (fig.V.9). Cerca de esta martensita retenida, se encuentra la mayor cantidad de dislocaciones de hélice .

#### V.6.- Discusión parcial de resultados.

Un primer aspecto a considerar es la incidencia de la deformación plástica de la fase bcc sobre la formación de los arreglos de dislocaciones estudiadas. Hay dos argumentos que permiten suponer que el efecto de dicha deformación puede ser descartado en primera aproximación:

a) La tensión de ciclaje es mucho menor que la necesaria para deformar plásticamente a la fase bcc (85ROM).

b) Las dislocaciones características de una deformación plástica en la fase bcc de aleaciones de Cu-Zn-Al (85ROM) son de tipo hélice con vector de Burgers del tipo  $\langle 111 \rangle$ , distintas a las que se observan con mayor frecuencia en las muestras cicladas a través de la transformación martensítica.

Los resultados obtenidos muestran que a pesar de que la deformación de la fase bcc en los casos estudiados, ocurre a través de una transformación martensítica ( donde no hay dislocaciones en juego), ciertas dislocaciones comienzan a acumularse en el material a medida que aumenta el número de ciclos. Estas dislocaciones guardan una cierta relación cristalográfica con la martensita transformada, en particular,

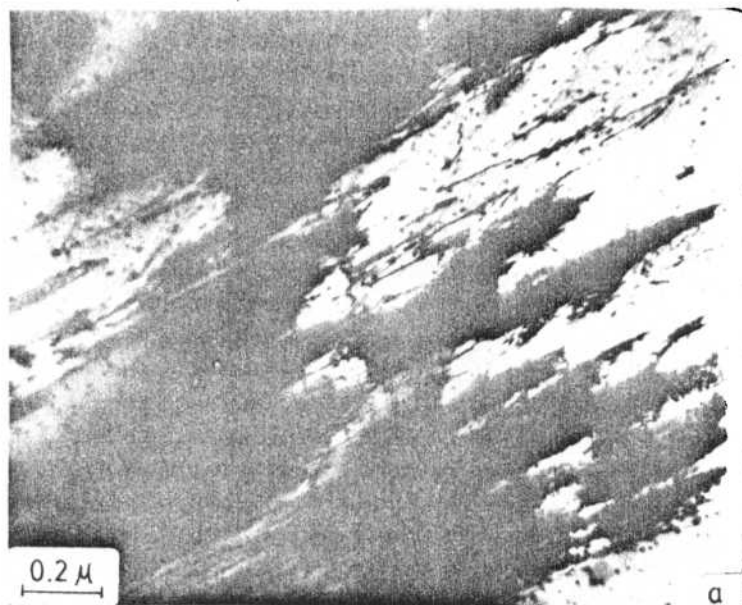
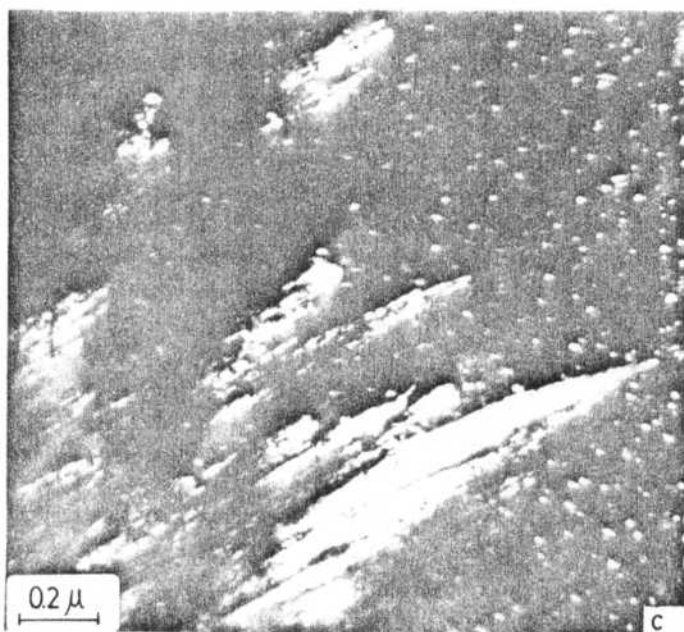
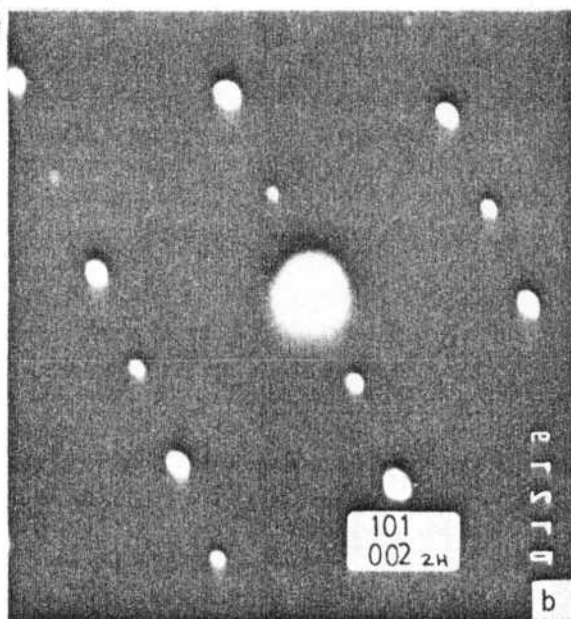


Fig.V.9.- Martensita tipo 2H formada en la muestra 1.1 ciclada en aire líquido.

a) Campo claro: martensita 2H y dislocaciones.

b) Difracción; eje de zona  $[\bar{1}\bar{1}1]$ .

c) Campo oscuro con una reflexión de la estructura 2H.



las dislocaciones más predominantes (tipos [b] y [c]) tienen como plano de deslizamiento el correspondiente al plano basal de la martensita y más aún, estas dislocaciones se acumulan en bandas ya sea paralelas a este plano o al plano de hábito.

Dislocaciones producidas por ciclos de transformación martensítica bcc-19R ya sea espontánea y/o producida por tensión, fueron estudiadas en forma muy general por Kajiwara (76KAJ) y más específicamente por Rios Jara (84RIO). Este último realizó la determinación de los vectores de Burgers, pero no obtuvo la relación cristalográfica de las dislocaciones con la variante de martensita transformada, salvo en algunos casos, en particular cuando estudió el efecto doble memoria. No obstante, Kajiwara (76KAJ) propuso que las dislocaciones pueden originarse en la intersección de las fallas de apilamiento de la martensita con el plano de hábito cuando esta interfase avanza o retrocede durante el ciclaje (térmico en este caso). Por otra parte Rios Jara (84RIO) propuso un mecanismo diferente aduciendo que las dislocaciones pueden generarse en la interfase de acoplamiento entre dos variantes paralelas pero nucleadas independientemente.

Para corroborar estos mecanismos se realizaron experimentos de transformación espontánea in situ en el microscopio electrónico. Con los mismos no se pudo confirmar la generación de dislocaciones mediante alguno de estos dos mecanismos sugeridos. De todas maneras los resultados de estos experimentos no son concluyentes debido a que solamente se puede estudiar detenidamente un ciclo de transformación; en el ciclo siguiente, en general, no se repite la aparición de las mismas placas de martensita.

Se encontraron dislocaciones luego de retransformar térmicamente en aquellas zonas donde intersectaban más de una variante martensítica; no así en las zonas observadas donde una sola variante de martensita se había formado. Este hecho más la existencia de martensita retenida en algunas zonas con bandas de dislocaciones, sugiere como mecanismo probable para la formación de los primeros arreglos de dislocaciones, la formación de una segunda variante de martensita que acompaña a la formación de la martensita inducida en cada ciclo y que desaparece al retransformar. Andrade et Al. (83AND) sugieren un mecanismo

similar para la formación de los conglomerados de dislocaciones con el agregado de que se formaría una estructura fcc (alfa') en la zona donde se intersectan las 2 variantes; sería la deformación de la fase alfa' la que daría origen a las dislocaciones, desapareciendo tanto la segunda variante como la alfa' al retransformar. La formación de la segunda variante no se ha confirmado experimentalmente hasta el presente. Por otra parte, a nivel macroscópico, buena parte de los experimentos realizados indican que una sola variante es la inducida. Prueba de esto son las trazas paralelas al plano de hábito con defectos alineados que se forman en la superficie como consecuencia del ciclaje. En aquellos casos en que un segundo conjunto de trazas es observado en la superficie, éste corresponde en general a orientaciones del eje tensil que favorecen por igual a dos variantes martensíticas. Aún en el caso de que la formación local de una segunda variante martensítica fuera aceptada en forma general, la formación de la fase alfa' como mecanismo de formación de dislocaciones, no explica la acumulación de dislocaciones en bandas como se ha observado.

En lo que respecta al modelo de Rios Jara, se pueden formular 2 objeciones:

i) Los vectores utilizados por este autor (84R10) para describir las fallas en el plano basal no son únicos sino que hay otros vectores que igualmente las describen. De acuerdo a Lovey et Al. (84L0V), las fallas en el plano basal son de dos tipos: tipo cúbico (ausencia de dos planos en la secuencia 9R) y tipo hexagonal (inserción de dos planos extra). Estos defectos pueden caracterizarse por vectores de falla del tipo  $1/18[002]$ . Usando el criterio de R. Jara, la combinación de dos fallas de este tipo daría un vector  $1/18[004]$ , que no se corresponde con vectores de Burgers del tipo  $\langle 100 \rangle$  encontrados para las dislocaciones.

ii) La unión de dos placas martensíticas de la misma variante daría lugar a fallas del tipo  $(128)_0$ , y éstas darían origen a las dislocaciones. En los experimentos realizados en este trabajo en el microscopio electrónico no han sido observadas dislocaciones en zonas de ese tipo. En forma adicional, las fallas del tipo  $(\bar{1}28)_0$  (equivalentes a las del tipo  $(128)_0$  y presentes en cantidad similar) deberían generar dislocaciones en la zona de una sola variante, y tampoco han sido observadas

en este caso.

Por lo tanto, el mecanismo de generación de las dislocaciones con la transformación cíclica beta-martensita es un problema abierto. A los mecanismos sugeridos por Kajiwara (76KAJ), Rios Jara (84RIO), y al relacionado con la formación de dos variantes de martensita, se puede agregar una tercera posibilidad: las dislocaciones pueden generarse a través de un mecanismo de multiplicación de las dislocaciones preexistentes en la fase bcc que interactúan con la placa martensítica que crece o retrocede. Con respecto a este último, se puede considerar que la mayor interacción debería ser con la punta de la placa martensítica, dado que de acuerdo a Delaey et Al (84DEL.a), dicha zona se caracteriza por una distorsión considerable (mayor que la correspondiente a una sola dislocación de la fase matriz). Consideraciones hechas en (84DEL.a) indican que la deformación en la punta de la placa martensítica, es equivalente al de una dislocación de hélice de dirección  $\langle 110 \rangle$ . Interacciones mayores serían originadas en la intersección de placas martensíticas con arreglos de dislocaciones ya formados, provocando un aumento de tensión en dichas zonas con aumento de densidad de dislocaciones.

Debido a que la simetría de una variante de martensita es menor que la simetría de la matriz, es de esperar que haya una interacción preferencial de la martensita con algunas orientaciones de dislocaciones. Con respecto a esto, es de destacar que las dislocaciones más numerosas son aquellas con líneas y vector de Burgers en el plano  $(\bar{1}01)$  que se transforma en el plano basal de la martensita. Dado que la dirección  $[010]$  del vector de Burgers se transforma luego en una dirección compacta en el plano basal, estas dislocaciones reúnen las condiciones para deslizar en dicho plano en la fase martensítica.

Resulta, entonces, sugestivo que las dislocaciones más numerosas puedan deslizar tanto en la fase bcc (plano  $(\bar{1}01)$ ) como en la martensita (plano basal). Si bien resulta difícil proponer un mecanismo concreto de interacción entre la martensita y las dislocaciones, es de hacer notar que la interacción más fuerte podría ocurrir entre la punta ("tip") de la placa que avanza con las dislocaciones que encuentra en el camino. Esta proposición se basa en el hecho de que hay una

gran distorsión en la zona de intersección entre la punta de la martensita y la matriz.

Otros posibles centros de interacción relativamente fuertes están localizados en el plano de hábito :éstos son la intersección de los defectos tipo (I28) con la matriz en el plano de hábito.

El hecho de que buena parte de las dislocaciones presentes en las muestras cicladas a  $-196^{\circ}\text{C}$ , constituyen arreglos similares a los encontrados en las probetas anteriores, permite suponer mecanismos de formación y multiplicación de defectos similares para ambos tipos de ensayos. Sin embargo la formación de mayor número de dislocaciones de hélice más la formación de martensita de estructura hexagonal (2H), indica que fenómenos adicionales se llevan a cabo. La ausencia de un plano de hábito definido en la fase 2H formada, es un claro indicio de una fuerte distorsión. El hecho de que en general, las dislocaciones de hélice estén presentes cerca de la estructura 2H, permite suponer que la formación de dicha fase está asistida por deformación. Por otra parte, es sabido que la formación de la fase hexagonal es uno de los mecanismos posibles de deformación de la estructura 18R, no siendo posible hasta el presente asegurar cuál de las dos fases involucradas inicialmente dan origen a la estructura hexagonal.

Aquí es conveniente considerar dos diferencias significativas entre las muestras cicladas a baja temperatura respecto a las cicladas a temperatura ambiente: a) la tensión utilizada en los ensayos de fatiga de las primeras es mayor que para las últimas; b) el número de ciclos es considerablemente mayor, para una tensión dada, a baja temperatura (esto ha sido tratado en el capítulo IV).

Sabiendo que los defectos formados en el volumen, constituyen obstáculos para el avance de la martensita, con las consiguientes tensiones acumuladas en las interfases, la mayor tensión aplicada en cada ciclo permite entender la mayor cantidad de dislocaciones de hélice formadas en estas muestras, que es un mecanismo de deformación de la fase beta (BSROM). Por otra parte la existencia de una estructura hexagonal, indicaría que la fase 18R juega un papel relevante en la relajación de tensiones mediante la formación de 2H, que es uno de los mecanismos de deformación de la martensita (capítulo VI).

## VI. MECANISMOS DE DEFORMACION DE LA ESTRUCTURA 18R

### VI.1.- Introducción

Si se considera que en los experimentos de fatiga asociada a la transformación martensítica, las muestras se encuentran en estado de monocristal de martensita 18R o 9R para las tensiones más elevadas de cada ciclo, adquiere importancia el conocimiento de los mecanismos de deformación de dicha fase.

Estos mecanismos han recibido una atención considerable en distintas aleaciones con efecto memoria, ya que entre los mismos no están solamente la deformación plástica por deslizamiento, sino que se producen en muchos casos transformaciones a otras estructuras a las que también se les denomina martensíticas. El tipo de estructura martensítica obtenida de esta forma es función de varios factores, como ser la composición de la aleación y la orientación del eje tensil entre otros. A título de ejemplo, ha sido posible transformar la estructura 18R a estructuras del tipo fct o hexagonal: en CuAl (71TAS) (73TAS), en CuZn (74ARN) (78SCH), en CuZnAl (82BAR) (79BAR) (73ARN) (72KHA). Transformaciones inter-martensíticas se encuentran también en CuAlNi (76OTS) (75ROD), AuCdCu (75MIU). Debido al orden de largo alcance la martensita hexagonal presenta una distorsión ortorrómbica, sin embargo de aquí en adelante se hará referencia a la misma como hexagonal.

Cuando un monocristal de 18R o 9R de Cu-Zn o Cu-Zn-Al, obtenido por tracción a partir de un monocristal de la fase beta, es traccionado, se obtiene una fase fct siempre que la orientación del eje tensil correspondiente a la fase beta no esté más alejado que 24 a 26 grados del  $\langle 100 \rangle_{\text{beta}}$  (73ARN) (78SCH) (79BAR). El sistema de cizallamiento para esta transformación es el  $[100]_{\text{fct}}(001)_{\text{fct}}$  en la red ortorrómbica, correspondiente al sistema  $(111)_{\text{fcc}}\langle 112 \rangle_{\text{fcc}}$  en una red fcc. Conviene mencionar aquí que las propiedades mecánicas de esta estructura fct no están estudiadas con suficiente detalle. Experimentos preliminares (BOSAD) en algunas muestras indican que esta fase es considerablemente más dúctil que la estructura 18R de la cual proviene. Una vez finalizada la transformación

1BR-fct, a tensiones casi iguales a la de transformación comienza el deslizamiento en planos del tipo  $\{111\}_{fcc}$  con un adelgazamiento pronunciado en la zona deformada.

Experimentos realizados en este trabajo para orientaciones del eje tensil para las cuales no se induce la fase fct, indican la presencia de al menos 2 mecanismos de deformación adicionales, a saber: la formación de una fase hexagonal y el maclado de la estructura 1BR. Ambos mecanismos se estudian a continuación.

Es esperable, y ha sido encontrado que mediante una reorientación apropiada seguida de aplicación de tensiones de la estructura 1BR, se puede inducir una fase hexagonal 2H mediante un sistema de cizallamiento  $[\bar{1}00]_{\beta}(001)_{\beta}$  (B2BAR). No debería ser posible sin embargo, inducir un cristal de 2H traccionando un monocristal de la fase beta, cualquiera sea su orientación, dado que la formación de una fase hexagonal mediante un sistema  $[\bar{1}00]_{\beta}(001)_{\beta}$  estaría asociada con un acortamiento de la muestra. Esto parecería estar en contradicción con los resultados obtenidos por Tas et al. (73TAS), que mostraron la formación de una estructura hexagonal a partir de traccionar cristales polivariantes de martensita de Cu-Zn-Al. No resulta claro en forma inmediata si la interacción entre las tensiones aplicadas y los bordes inter-variantes, o algún sistema distinto al  $[\bar{1}00]_{\beta}(001)_{\beta}$  es activado.

A continuación se detalla cómo por aplicación de tracción de cristales monovariantes de 1BR, para orientaciones del eje más lejanas que  $24$  a  $26^{\circ}$  del  $\langle 100 \rangle_{\beta}$ , se producen los mecanismos de maclaje y de formación de una variante tipo hexagonal, haciéndose un análisis detallado de su estructura. De ahí se verá cómo se resuelve la contradicción mencionada más arriba. Otros mecanismos de deformación plástica se han encontrado en algunos casos, cerca de las tensiones de fractura, pero éstos no se tratan aquí.

## VI.2.- Método experimental

Dado que buena parte de las técnicas utilizadas en esta parte del trabajo son comunes a las ya explicadas en el capítulo II, se hará hincapié aquí únicamente en aquellos aspectos no

mencionados previamente.

La composición de la aleación utilizada fue Cu-12% at. Zn-18% at. Al con temperatura de transformación Ms igual a 50°C. Se crecieron monocristales de fase beta mediante la técnica de Bridgman, que fueron orientados usando la técnica de Laue de RX. Dado que la estructura de los cristales era martensítica a temperatura ambiente y que se deseaba la orientación correspondiente a la fase beta de los mismos, era necesario obtener el diagrama de Laue con el cristal a una temperatura que asegurara que sólo puntos de la fase beta fueran obtenidos en la placa radiográfica. Si bien esto se puede lograr calentando al cristal por encima de la temperatura de retransformación As, resultó mas práctico proceder de la siguiente forma: a) Se cortó al cristal en su extremo, perpendicularmente a su eje, puliendo dicha cara con papel de lija grado 600 micrones, y luego químicamente sumergiendo dicho extremo en una solución de ácido nítrico (50 %) y agua. b) Se colocó al cristal 15 minutos a 800°C y luego se lo enfrentó al haz de rayos X, dejándolo enfriar al aire. Con 4 minutos de exposición era suficiente para que quedaran nítidos los puntos correspondientes a la fase beta sobre la placa radiográfica ( tensión 50 kV, corriente 20 mA) y no aparecieran puntos espúreos.

#### VI.2.1.- Preparación de monocristales de martensita

El punto de partida en los experimentos de deformación fue el de monocristal martensítico, de ahí que se detalla a continuación la obtención de cada uno de ellos. Se distinguen aquí 2 métodos distintos que dan origen a las muestras monovariantes de 18R: tipo 1 y tipo 2.

Muestras tipo 1: a) A partir del monocristal de diámetro 6 mm se preparaban por electroerosión muestras que en su parte central tenían 3 mm de diámetro y 20 mm de longitud. Las cabezas de la muestra que servirían para su inserción en las mordazas tenían 6 mm de diámetro. b) Estas muestras se colocaban a 800°C durante 15 minutos y se dejaban enfriar al aire hasta los 100°C. c) A 100°C se inducía un monocristal de 18R por aplicación de tensiones de tracción. d) Se enfriaba bajo tensión

por debajo de Ms. Al retirar la muestra de la máquina de ensayos mecánicos, toda la región entre las mordazas, se había convertido en monocristal de 1BR estable a temperatura ambiente. Las muestras así preparadas tenían a temperatura ambiente su parte central monovariante de martensita y sus cabezas polivariantes, a diferencia de las muestras tipo 2 que eran monovariantes de martensita tanto en la parte central como en las cabezas de la muestra.

Muestras tipo 2: a) Se colocaba un cristal de diámetro 7 u ocho mm a 800°C durante 15 minutos y se lo dejaba enfriar al aire hasta los 100°C. b) Se introducía en la máquina de ensayos mecánicos en mordazas que ajustaban sus extremos y se inducía un monocristal de 1BR a 100°C, por aplicación de tracción. c) Se enfriaba bajo tensión por debajo de Ms. d) Al quitar el cristal, toda la zona que había estado entre las mordazas era 1BR estable a temperatura ambiente. e) De la zona monovariante 1BR se preparaban por electroerosión probetas para tracción adelgazando la parte central. Vemos que de esta forma las cabezas de estas probetas son también monocristales de martensita, de la misma variante que la parte central.

Todas las muestras fueron pulidas mecánicamente con papel de lija de 600 micrones y electrolíticamente. La tracción se efectuó a una velocidad de 0.025 min<sup>-1</sup>. Previo a los ensayos de deformación se efectuaba una observación cuidadosa de las muestras, con microscopía óptica, para garantizar la presencia de una sola variante de martensita. Luego de los ensayos mecánicos las muestras fueron estudiadas con Rayos X, microscopía óptica y microscopía electrónica.

### VI.3.- Resultados experimentales.

En la figura VI.1 se pueden ver las orientaciones de las muestras utilizadas en esta parte del trabajo. Todas las muestras excepto la 9 y 10 eran del primer tipo.

Muestras tipo 1: Cuando se usaron mordazas en las que se apoyaban las cabezas de las muestras, la fractura se producía cerca de las cabezas a tensiones bajas. Por lo tanto se usaron mordazas que presionaban rígidamente las cabezas de las

muestras, si bien es claro que esto podría conducir a tensiones de doblamiento considerables. Dado que se producía en algunos casos deslizamiento en las mordazas, las curvas de tensión-deformación presentaban irregularidades. Sin embargo no se observaban etapas de endurecimiento reproducibles que pudieran asociarse con la formación de trazas en la superficie. La fractura de las muestras se producía a 540 MN/m<sup>2</sup>.

En las muestras fracturadas se podía ver con microscopía óptica bandas en la superficie. Aquéllas en la muestra 3 fueron analizadas en detalle y se ven en la figura VI.2a. Por análisis de superficies se determinó que dichas bandas son paralelas al plano basal de la martensita 18R (e inclinadas respecto al plano de fractura). Para la orientación tratada, el ángulo entre el eje tensil de la muestra y el plano basal es pequeño, de ahí que una determinación precisa de la dirección de cizallamiento era difícil. En la proyección estereográfica de la figura VI.3 se muestran el eje tensil (A), el plano basal (001). (el subíndice indica ortorrómbico), el plano de hábito HP y el rango de direcciones posibles de cizallamiento d. La dirección d fue determinada de las orientaciones para las cuales las trazas de las bandas se hacían invisibles. El rango de direcciones posibles para d está centrado a 60° de la dirección [100].

Con microscopía electrónica de transmisión se observó que las bandas tenían estructura hexagonal (2H). Se confirmó que el plano de hábito era paralelo al plano basal, y que los planos basales de las estructuras 18R y 2H eran paralelos entre sí con un error menor de 3 grados (no se observaron cambios en las distancias entre planos basales y entre átomos en el plano basal para las 2 estructuras. Se determinaron las relaciones para la estructura 2H, de los parámetros de red a en la dirección [100]., b en [010]. y c en [001].:

$$b/a = 1.20 \pm 0.02; \quad c/a = 0.96 \pm 0.02$$

Las otras muestras (1,2,4 a 9, 11 y 12) presentaron maclas 18R y una segunda variante de estructura 2H (que llamaremos variante 2 de ahora en adelante. Resulta de aquí que el maclado para las orientaciones del eje estudiadas, constituye un mecanismo de deformación frecuente. La figura VI.2b muestra el aspecto de las maclas en una de las muestras.

Muestras tipo 2: Estas muestras pudieron deformarse con mordazas en las que apoyaban las cabezas de las muestras. Una curva tensión-deformación se puede ver en la figura VI.5. Se puede notar un endurecimiento hasta la tensión de fractura. Previo a la fractura se producen algunas caídas de tensión pero éstas están asociadas a bandas paralelas al plano de fractura, de acuerdo a observaciones realizadas con microscopía óptica, y por lo tanto no están relacionadas con las otras bandas visibles.

Las bandas que se observaron con microscopía óptica (figura VI.6) fueron estudiadas mediante un análisis de superficies. Los resultados están en la proyección estereográfica de la figura VI.3. El plano de hábito está inclinado en  $28^\circ$  grados con respecto al plano basal y la dirección de cizallamiento es perpendicular a la dirección  $[010]$ . Estas bandas son por lo tanto diferentes a aquéllas descritas en detalle para las muestras tipo 1. Las llamaremos variante 2.

Por microscopía electrónica de transmisión se verificó que dichas bandas poseen una estructura 2H, hexagonal con distorsión ortorrómbica, no maclada (análogamente a la variante 1), y que el plano basal es normal al de la estructura 18R. En la figura VI.7 se muestran algunos diagramas de difracción que prueban esto: la figura VI.7a representa un diagrama de difracción de la fase 2H con el eje de zona paralelo al  $[100]_{2H}$ . Los puntos  $(00\bar{2})_{2H}$  y  $(040)_{2H}$  están indicados (corresponderían a los puntos  $(0002)$  y  $(2\bar{1}\bar{1}0)$  respectivamente en la notación usual para las fases hexagonales). Una región adyacente de estructura 18R, sin rotaciones adicionales, presenta un diagrama de difracción con eje de zona paralelo al  $[001]$ . La orientación de los ejes  $[100]$  y  $[010]$  de la estructura 18R con relación a los de 2H están también indicados en la fig. VI.7 como a y b, respectivamente. Por lo tanto, de la figura VI.7a surge la siguiente relación de orientaciones entre 18R y 2H:

$$\begin{aligned} [100]_{18R} // [001]_{2H}; [010]_{18R} // [010]_{2H}; \\ [001]_{18R} // [100]_{2H} \end{aligned}$$

Los diagramas de las figuras VI.7b y VI.7c se muestran para probar que la estructura es efectivamente 2H. Estos se obtienen luego de rotar el cristal 1BR alrededor de los ejes  $[100]_0$  y  $[010]_0$ , respectivamente, ángulos adecuados llegándose a los diagramas esperados.

#### VI.4.- Discusión sobre la formación de 2H y de maclas de 1BR.

Los resultados descritos más arriba han mostrado que para orientaciones más alejadas que  $24^\circ$  del  $\langle 100 \rangle_{\text{beta}}$ , 2 de los mecanismos de deformación presentes son el maclaje de la fase 1BR y la formación de la fase hexagonal. Esta última puede inducirse entonces por tensiones no solamente por un cizallamiento en el sistema  $[\bar{1}00]_0(001)_0$ , sino también mediante aplicación de tracción de monocristales de fase beta, obteniéndose 2 variantes de estructura 2H:

variante 1:  $(001)_{1BR}$  paralelo al  $(001)_{2H}$  con error menor de 3 grados; plano de hábito paralelo al plano basal, dirección de cizallamiento aproximadamente a  $60^\circ$  de  $[100]_{1BR}$ .

Debe notarse que la variante 1 se forma para las mismas orientaciones que la 2, siendo la única diferencia que la variante 1 apareció menos frecuentemente. Es probable que tensiones de doblamiento hayan existido en estas muestras, y que por lo tanto la componente de la tensión de cizallamiento de la tensión aplicada no sea la única tensión actuante. De cualquier forma, el hecho de que la dirección de cizallamiento no sea paralela al  $[100]_0$  implica que un mecanismo de transformación diferente al  $[\bar{1}00]_0(001)_0$  es responsable de esta transformación. Una interpretación de este resultado debe tener en cuenta que el vector de Burgers del cizallamiento en el plano  $(001)_{1BR}$  debería ser el menor posible (excluyendo al  $[100]_{1BR}$ ) y que no debería cambiar el orden de largo alcance. La transformación de orden a DO<sub>3</sub> se produce en esta aleación a  $683^\circ\text{K}$ , y por lo tanto no puede modificarse por las tensiones de cizallamiento disponibles. La elección más sencilla es un cizallamiento promedio cada 6 planos con vector de Burgers  $a/3 [230]_{1BR}$ . Este forma  $30^\circ$  con la dirección  $[010]_{1BR}$ , y es consistente con la dirección de cizallamiento determinada

experimentalmente. Esta transformación a una fase hexagonal conduce a una elongación de la muestra como requiere el ensayo de tracción. Si en lugar de un cizallamiento cada 6 planos, se produce cada 3 planos, se obtiene una estructura 18R maclada, asociada con una elongación. El hecho de que se obtenga la estructura 18R maclada y la fase hexagonal indica que la diferencia en energía entre ambas estructuras no es muy grande, lo que es coherente con los resultados obtenidos por Barceló et Al. (82BAR). Dado que, como se ve en la figura VI.3, el factor de orientación de Schmidt es pequeño, y que el porcentaje de transformación a la fase hexagonal es pequeño, es razonable esperar que no se produzcan cambios apreciables en la curva tensión-deformación cuando comienza la transformación, siendo por lo tanto difícil determinar las tensiones críticas de transformación (aún cuando las tensiones de doblamiento estuvieran ausentes).

Variante 2: Esta presenta mayores dificultades para su explicación. Un plano de hábito similar había sido observado por Otsuka y Shimizu (79OTS) en Cu-Al-Ni. Ellos interpretaron esos resultados mediante un maclado adicional  $(101)_{2H}$  (o sea un maclado  $[10\bar{1}2]_{H..}$ ). En este trabajo no se ha encontrado maclada a la estructura hexagonal, por lo cual ese mecanismo no es aplicable a la aleación de Cu-Zn-Al. En un trabajo realizado por Rios Jara et Al. (83RIO) (84RIO) se observa la transformación de una estructura 18R a otra con idéntico plano de hábito que la variante 2, pero mediante un procedimiento experimental diferente. En base a la igualdad del plano de hábito con la variante 2 de este trabajo y argumentos energéticos, dichos autores sugieren que la estructura resultante sería hexagonal. Si bien se recomienda remitirse a la bibliografía mencionada para más detalles, vale la pena mencionar aquí que en dichos trabajos la transformación estudiada está asociada a una contracción de la muestra 18R. Para un análisis comparativo más profundo sería conveniente verificar mediante microscopía electrónica la estructura y relaciones de orientación de dicha martensita con la 18R, no efectuado hasta el momento dadas las dificultades experimentales para retener dicha fase.

Los resultados obtenidos pueden racionalizar las observaciones de Tas et al. (73TAS), que muestran la obtención de

una fase hexagonal a partir de policristales de martensita 18R para orientaciones de la fase beta cercanas a la línea que une los polos  $(\bar{1}11)$  y  $(011)$  del triángulo unidad. Estas observaciones eran difíciles de compatibilizar con un cizallamiento de transformación del tipo  $[\bar{1}00]_{\beta} \cdot (001)_{\alpha}$ . Los resultados presentados aquí, han indicado claramente, que no solamente la orientación de los cristales, sino que tensiones de doblamiento en este caso, o interfases entre variantes en el caso de Tas et al. (73TAS) pueden jugar un papel importante. Esto se corrobora por la diferencia en el rango de orientaciones para las cuales se encuentran estructuras hexagonales luego de ensayos de deformación en ambos estudios.

Conviene destacar aquí, que si bien se ha prestado especial atención a la formación de 2H, y de maclas de 18R (en particular en las muestras tipo 1), en varias muestras analizadas se observó la presencia de otros mecanismos de deformación, que si bien no están suficientemente estudiados, se puede afirmar que corresponden a deformación plástica sin cambio de estructura. De aquí se puede decir que un monocristal de martensita presenta como mecanismos de deformación:

- a) para orientaciones del eje tensil no más alejadas que 24 grados del  $\langle 100 \rangle_{\beta}$  :
  - transformación a una estructura tipo fct.
- b) para orientaciones del eje tensil más alejadas que 24 grados del  $\langle 100 \rangle_{\beta}$  :
  - transformación a distintas variantes de 2H
  - maclado de 18R
  - otros procesos de deformación plástica no totalmente estudiados hasta el presente.

#### VI.5.- Estudios sobre la estructura 2H

Las estructuras martensíticas pueden representarse convenientemente por una celda unidad con simetría rombohédrica (R) o hexagonal (H). Las estructuras más comúnmente encontradas son denominadas 2H, 3R, 9R o 18R, donde el número indica el número de capas atómicas en un período de la secuencia de apilamiento (77NIS) (74DEL). Estudios más detallados de las estructuras han mostrado que en algunos casos la martensita tipo

R posee una celda unidad monoclinica, debido al orden de red de largo alcance. En estos casos, con respecto a un plano basal dado, los átomos en los planos vecinos están desplazados de sus posiciones normales  $a/3$  y  $2a/3$  a  $x_0 = a/x$  y  $2x_0$ , respectivamente, con  $x < 3$ . Aquí  $a$  es un parámetro de red en la dirección  $[100]$ , de la red ortorrómbica (distorsionada monoclinicamente); en una red fcc distorsionada, correspondería a una distancia  $(\sqrt{6} a_{fcc} / 2)$  paralelo a  $\langle 112 \rangle_{fcc}$ . Las estructuras cristalinas con posiciones de apilamiento a  $x \neq 3$  han sido llamadas 9R modificada o 18R modificada, correspondiendo la notación M9R o M18R respectivamente. Estas han sido encontradas en varias aleaciones, como ser Cu-Zn (75TAD), Cu-Au-Zn (76KUB), Cu-Zn-Ga (76SAB) y Cu-Zn-Al (77CHA). Modificaciones similares fueron encontradas en martensitas tipo H, por ejemplo en Au-Cd (77TAD.a) y Ag-Cd (77TAD.b)

Los resultados de este capítulo muestran que en aleaciones de Cu-Zn-Al, se pueden producir estructuras 2H mediante transformaciones de martensita a martensita, inducidas por aplicación de tensiones a cristales de M18R, para ciertas orientaciones del eje tensil. Hasta el momento, sin embargo, no había suficiente detalle sobre la estructura 2H, para determinar si es también una estructura modificada y cómo está esto relacionado con la red de M18R. Esto se realiza a continuación.

#### VI.6.- Resultados y discusión sobre detalles de la estructura 2H.

En la figura VI.8a se muestra un diagrama de difracción del plano basal de la estructura 2H. Un análisis cuidadoso de las distancias entre las reflexiones  $(000)$ , y  $(020)$ , y entre  $(000)$ , y  $(320)$ , muestra que el arreglo de los átomos en el plano basal no forma un hexágono exacto, sino que las direcciones  $[210]$ , y  $[2\bar{1}0]$ , son más cortas que la  $[010]$ , en un 2.8 % aproximadamente. Aquí se están utilizando los índices relativos a una red ortorrómbica. Dado que la fase beta original posee un orden  $D0_3$ , el parámetro de red  $b$  en la dirección  $[010]$ , es el doble que para estructuras ordenadas  $B_2$ . Se ha encontrado que la relación entre los parámetros de red en las direcciones  $[010]$ , y  $[100]$ , es  $b/a = 1.20 \pm 0.02$ .

Este resultado ya indica que la estructura 2H es modificada pues para una estructura 2H normal se deduce la relación  $b/a = 1.15$ . La figura VI.8a también muestra que la intensidad de la reflexión (120) es menor que la de (200), lo que también sugiere la existencia de una estructura modificada. Las reflexiones (100), (110), (211), etc., se deben al orden  $DO_3$  o Heusler de la fase beta.

En la figura VI.9a se muestra el diagrama de difracción con eje de zona  $[010]_0$ . De éste se deduce que los ejes  $[001]_0$  y  $[100]_0$  de la estructura 2H forman 90 grados entre sí y que la relación entre los correspondientes parámetros de red es  $c/a = 0.96 \pm 0.02$  (Para la estructura 2H normal sería  $c/a = 0.94$ ). Debe notarse también que las intensidades de las reflexiones (200) y (201) son casi las mismas, mientras en la estructura  $N2H$ , se esperaría menor intensidad para (200).

Con el fin de verificar si la estructura 2H es normal o modificada, se analizó el diagrama de difracción correspondiente al eje de zona  $[2\bar{3}0]_0$ , que se muestra en la figura VI.10a. Las reflexiones (321),  $(3\bar{2}\bar{1})$ , etc. que aparecen señaladas por flechas en la figura están prohibidas para la  $N2H$  y tampoco pueden aparecer por doble difracción. Su presencia es probablemente la indicación más fuerte de que la estructura es del tipo modificada.

En la figura VI.11a se muestra el diagrama de difracción correspondiente al eje de zona  $[100]_0$ . Este diagrama es característico de todas las estructuras martensíticas en estas aleaciones con orden  $DO_3$  o Heusler de largo alcance en fase beta, ya que no es afectada por la secuencia de apilamiento.

Los diagramas de difracción observados y las distribuciones de intensidades correspondientes se comparan ahora con los valores calculados. El parámetro desconocido es el corrimiento  $x_0 = a/x$  de un átomo con respecto a los átomos del plano basal vecino. El  $x_0$  se ajustará en los cálculos hasta obtener el mejor acuerdo con los resultados experimentales.

En la figura VI.12 se indican las posiciones de los átomos en el plano basal y el corrimiento en la dirección  $[100]_0$  de una estructura 2H derivada de una fase beta con orden de largo alcance tipo Heusler. El corrimiento puede ser positivo o negativo; en la estructura 2H, alterna su signo

cuando se considera el segundo plano respecto al primero, y el tercero con respecto al segundo, etc. (Para una red 3R todos los desplazamientos son ya sea positivos o negativos). El factor de estructura para M2H puede expresarse de la siguiente manera:

$$F = F_A \cdot F_1 \quad (\text{ecuación VI.1})$$

$$F_A = f_{Al} + f_{Zn} \exp 2\pi i K/2 + f_{Cu} [\exp 2\pi i (H/2 + K/4) + \exp 2\pi i (H/2 + 3K/4)]$$

$$F_1 = 1 + \exp 2\pi i (H/x + K/2 + L/2)$$

Se ha tomado en cuenta la desviación de la composición de la aleación utilizada respecto a la composición estequiométrica  $Cu_2AlZn$ , asumiendo que el exceso de átomos de Cu está distribuido al azar en los sitios correspondientes al Al y al Zn. Para la composición de la aleación utilizada donde está indicado  $f_{Al}$  y  $f_{Zn}$  se ha considerado respectivamente  $(12 f_{Zn} / 25 + 13 f_{Cu} / 25)$  y  $(18 f_{Al} / 25 + 7 f_{Cu} / 25)$ . En la tabla VI.1 se dan los valores de intensidades para algunas reflexiones significativas, usando  $x = 3$  (N2H),  $x = 2.80$ ,  $2.70$  y  $2.60$ . En las figuras VI.8b a VI.11b se ven los diagramas de difracción simulados con una computadora HP-85, y que fueron calculados para un  $x = 2.70$ , correspondientes a los diagramas experimentales de las figuras VI.8a a VI.11a. Si se utilizan valores de  $x$  fuera del rango  $2.80 \geq x \geq 2.60$ , los diagramas calculados presentan discrepancias con los experimentales, claramente apreciables.

Los resultados obtenidos para la estructura M2H se comparan ahora con los correspondientes a la martensita 18R a partir de la cual se obtuvo la 2H, mediante la aplicación de tracción. Dado que fue posible obtener regiones de estructura 18R y 2H adyacentes, en las muestras observadas, los diagramas de difracción pudieron estudiarse simultáneamente. Un primer resultado obtenido de dicho análisis indica que la distancia entre planos basales y los parámetros de red  $a$  y  $b$  son iguales para ambas estructuras, ya que las reflexiones correspondientes se superponen perfectamente. Para completar la comparación entre

las estructuras M18R y M2H, es necesario relacionar los  $x_0$  de ambas redes.

Chakravorty y Wayman han estudiado la estructura de una martensita 18R para una composición similar a la nuestra (77CHA). Es conveniente por lo tanto comparar sus resultados con los nuestros. Ellos encuentran los siguientes parámetros de red :  $a = 0.4553\text{nm}$ ,  $b = 0.5452\text{nm}$  y  $c = 3.8977\text{nm}$  paralelo al eje [001], inclinado debido a la distorsión ortorrómbica, que modifica el ángulo entre [001] y [100], de 90 a 87.5 grados. El ángulo está relacionado con la densidad de fallas de apilamiento próximo a 1/3 y con el corrimiento  $x_0 = a/x$  por:

$$\cos \beta = [18a (1-2\alpha)]/cx - 2a/c \quad (\text{ecuación VI.2})$$

Si se asume que su  $x$  y el de M2H son iguales, se obtiene para su ángulo  $\beta$  y nuestro  $x$  un intervalo para  $\alpha$  :  $0.315 > \alpha > 0.329$  correspondiente a  $2.80 > x > 2.60$ . Se muestra a continuación como el  $\alpha$  deducido de esta forma concuerda, dentro de los errores experimentales, con el valor teórico derivado a partir de los requerimientos cristalográficos de las transformaciones martensíticas.

La martensita 18R ha sido considerada formalmente como una fase con celda tetragonal centrada en las caras de tetragonalidad  $\varphi = c_{\text{ret}}/a_{\text{ret}}$  con fallas de apilamiento cuya densidad está determinada por el requerimiento de que el plano de hábito no tenga distorsión. Si ésto es posible, podrían expresarse todas las cantidades derivadas para la aleación de Cu-Zn-Al en función solamente de  $\varphi$ .

De los requerimientos de que el plano de hábito sea no distorsionado y que el cambio de volumen sea nulo durante la transformación de beta a 18R, surge que (74WAR) (74AHL.a):

$$3.33 \varphi = 2.264 + 3\alpha \quad (\text{ecuación VI.3})$$

También  $\varphi$  está relacionado con la temperatura  $M_s$  por (74AHL.b):

$$\varphi = 0.902 + 1.345 \cdot 10^{-4} M_s \quad (\text{ecuación VI.4})$$

Por lo tanto, para la aleación de Chakravorty y Wayman con  $M_s =$

20°C surge  $\varphi = 0.941$  mientras que para la nuestra,  $\varphi = 0.945$ . De la ecuación VI.3 se obtiene  $\alpha = 0.29$  que es menor que el valor 0.315 (para  $M_s = 20^\circ\text{C}$ ), obtenido más arriba. Sin embargo, la diferencia es demasiado chica para ser significativa, tomando en cuenta los posibles errores experimentales. Conviene mencionar aquí que estudios realizados con microscopía electrónica de transmisión usando el criterio de invisibilidad (B4AND) y de alta resolución (B4LOV) indican que las fallas en el plano basal no se corresponden realmente con un cizallamiento con vector de desplazamiento  $1/3 [100]_0$ . Esto sugiere la posibilidad de que otros mecanismos puedan influir en la transformación estudiada. Otro aspecto que debe notarse, es el cambio en el ángulo que se ha encontrado como resultado de la estabilización de la martensita bajo ciertas condiciones (B4HUM) (B4DEL). Sin embargo éste no altera los análisis realizados. Por otra parte los estudios efectuados en dichos trabajos fueron en martensita obtenida térmicamente, debiendo verificarse si la martensita 18R inducida por tensiones sufre un proceso similar.

La tetragonalidad determina también  $x$  y las relaciones  $b/a$  y  $c/a$  de la estructura 2H. De relaciones geométricas sencillas se obtiene :

$$x = 1 + 2\varphi^2$$

$$b/a = 2\sqrt{1 + 2\varphi^2} ; c/a = 2\sqrt{2}\varphi/(1 + 2\varphi^2)$$

Para la red 2H con  $\varphi = 0.945$ , estas relaciones conducen a  $x = 2.79$ ,  $b/a = 1.20$ ,  $c/a = 0.96$ . Comparando con los resultados experimentales se observa que  $x$  está un poco por encima del rango previamente determinado, y que las relaciones  $b/a$  y  $c/a$  concuerdan con los valores experimentales. Por lo tanto, el análisis detallado de la estructura M2H muestra que cristalográficamente la M2H puede considerarse como una red tetragonal centrada en las caras con fallas de apilamiento en cada segundo plano. Puede concluirse que en las aleaciones utilizadas, las estructuras 2H y 18R difieren sólo por su apilamiento (no energéticamente). Esto implica especialmente que la distancia entre átomos primeros vecinos permanece incambiada, hecho significativo para la evaluación de energías

de intercambio de vecinos próximos y su relación con la estabilidad de las fases.

De la medida de la tensión necesaria para inducir en Cu-Zn-Al, la estructura M2H a partir de M18R, se ha concluido que la diferencia de energía entre ambas fases es 0(82BAR). Es usual separar la energía de formación en la suma de 2 términos : uno proveniente del movimiento de los electrones en un potencial periódico de red ("energía electrónica"), y otro que toma en cuenta el desvío de la periodicidad causado por la configuración atómica de las distintas especies en los sitios de la red ("energía configuracional"). Si solamente las energías de intercambio de los pares de primeros vecinos y segundos vecinos son distintas de cero, entonces los resultados presentes indican que la diferencia en la energía configuracional entre M2H y 18R es cero, ya que el número de pares de primeros vecinos y segundos vecinos no varía. Por lo tanto, para la aleación presente, también la diferencia en la energía electrónica debe ser nula. Por otra parte, si la diferencia en energía electrónica no es nula, entonces deberían ser no nulas las energías de intercambio de pares de mayor orden que segundos vecinos, y para la composición de la aleación utilizada ambos aportes se cancelarían. Un argumento fuerte para considerar distinta de cero la energía de intercambio correspondiente a pares de terceros vecinos proviene de la observación de que para una concentración electrónica constante, la diferencia entre 3R y 18R es fuertemente dependiente de la composición, un resultado no esperable si solamente existieran los aportes de los pares de primeros y segundos vecinos.(79BAR). Esta afirmación junto con las conclusiones de esta parte del trabajo indican que la diferencia en la contribución de la energía electrónica entre M18R y M2H es distinta de cero.

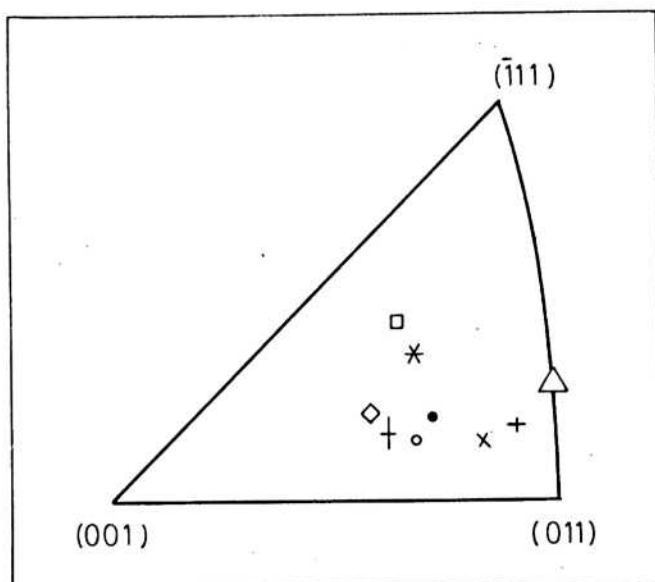


Fig.VI.1.- Orientaciones de los ejes tensiles referentes a la red bcc. Muestra 1, 11, 12 (●); 2 (○); 3, 5 (†); 4 (◇); 6 (Δ); 7 (\*); 8 (+); 9 (X); 10 (□).

Fig.VI.2a.- Bandas observadas en la muestra 3 después de la fractura, (MO).

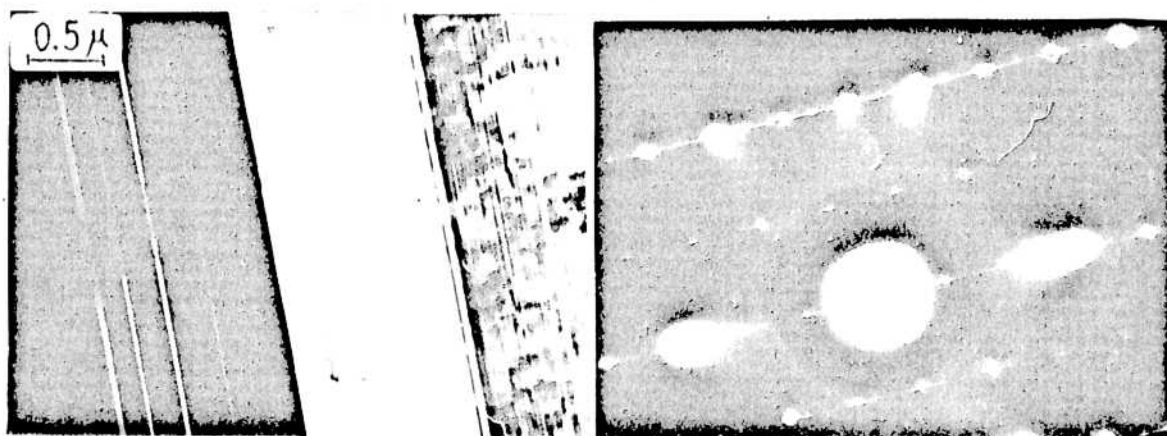
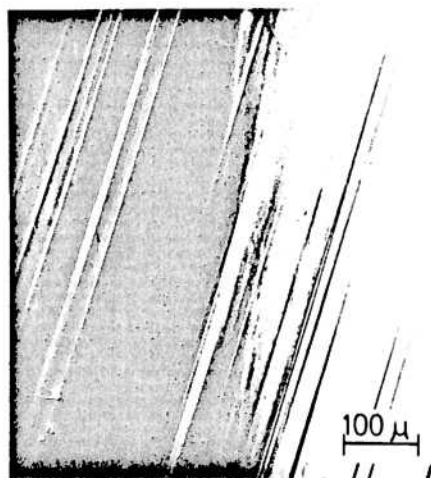


Fig.VI.2b.- Izquierda: Maclas observadas (MET) en la muestra 7; derecha: diagrama de difracción correspondiente (eje de zona [010].)

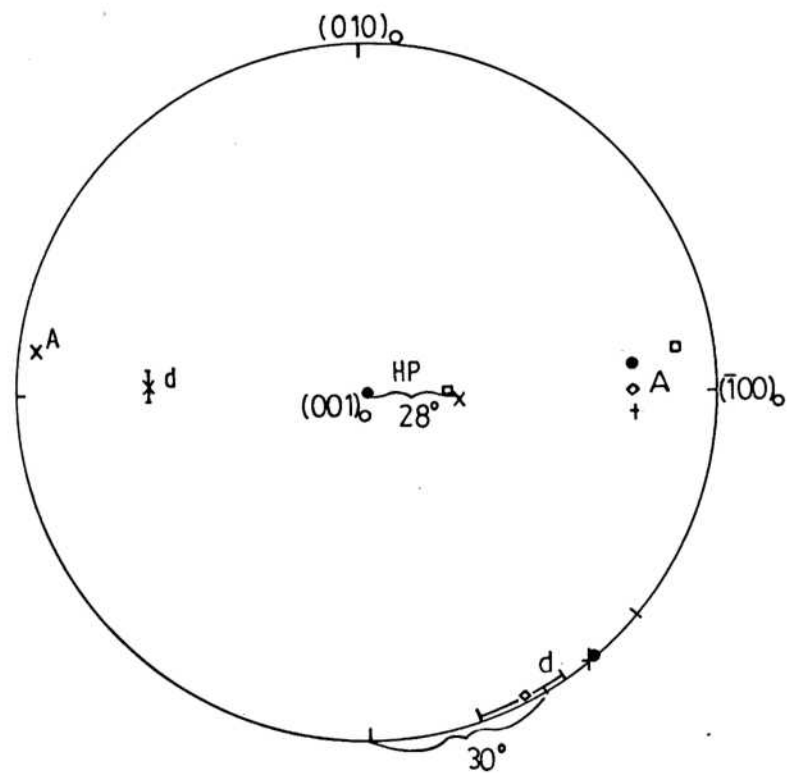


Fig. VI.3.- Proyección estereográfica: HP indica planos de hábito observados, d la dirección de cizallamiento; A los ejes tensiles correspondientes.

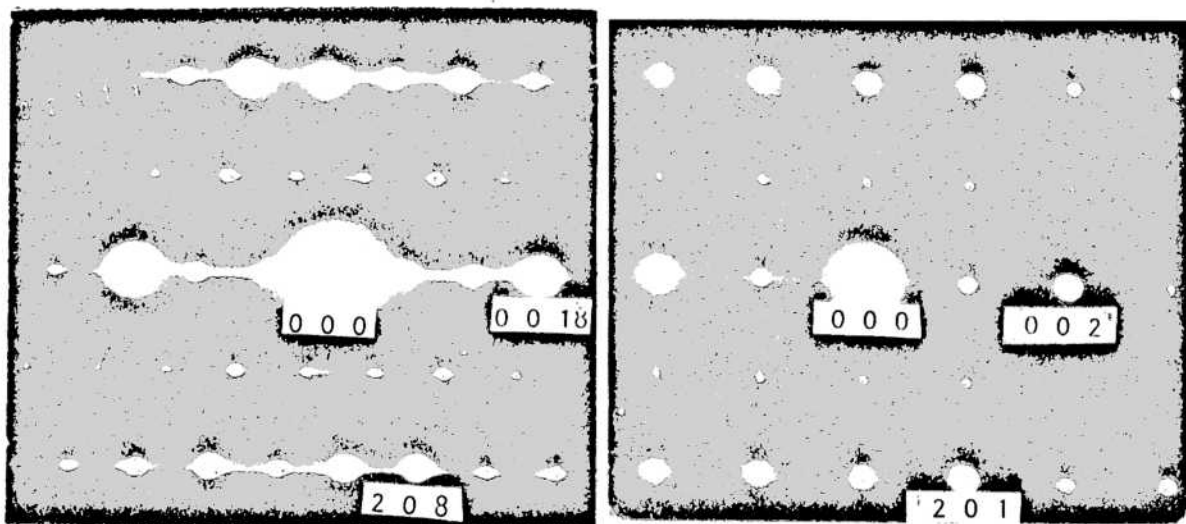


Fig. VI.4.- Diagramas de difracción. Izquierda: 18R (eje de zona  $[010]_{18R}$ ). Derecha: diagrama hexagonal (eje de zona  $[010]_{2H}$ , correspondiente al  $[11\bar{2}0]$ )

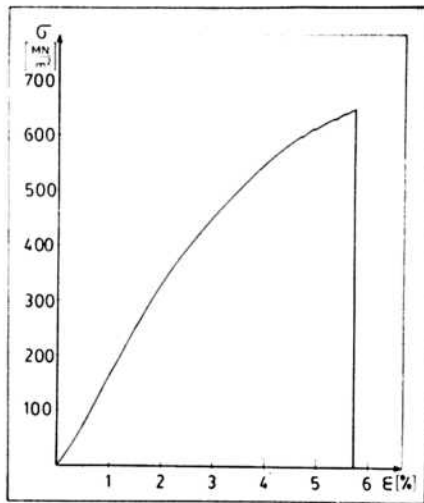


Fig.VI.5.- Curva de tensión-deformación para la muestra 10 (muestra tipo 2).

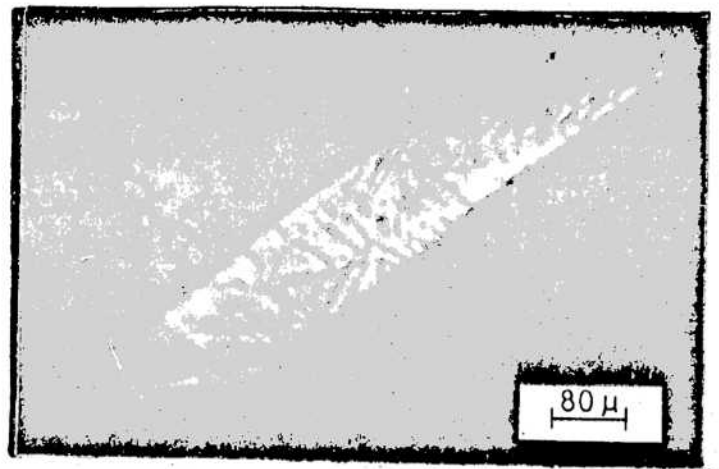


Fig.VI.6.- Foto de microscopía óptica (MO), mostrando una de las bandas después de la fractura, en muestras tipo 2. Las trazas que cruzan dicha banda son paralelas al plano de fractura.

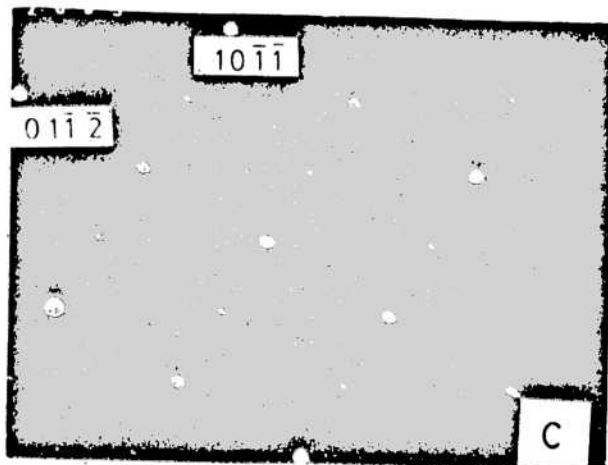
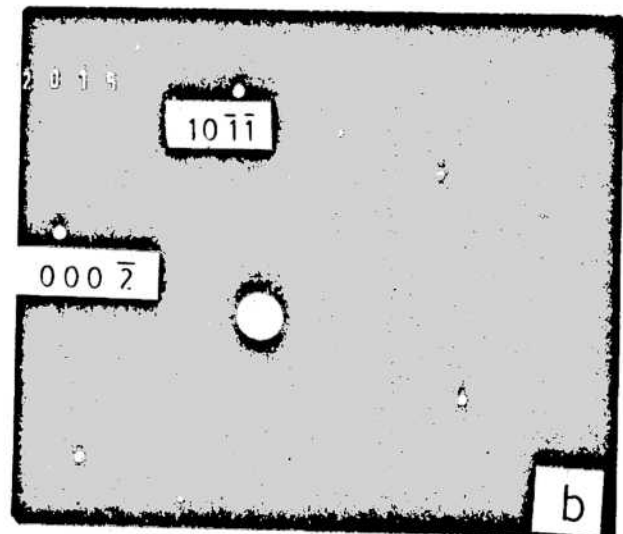
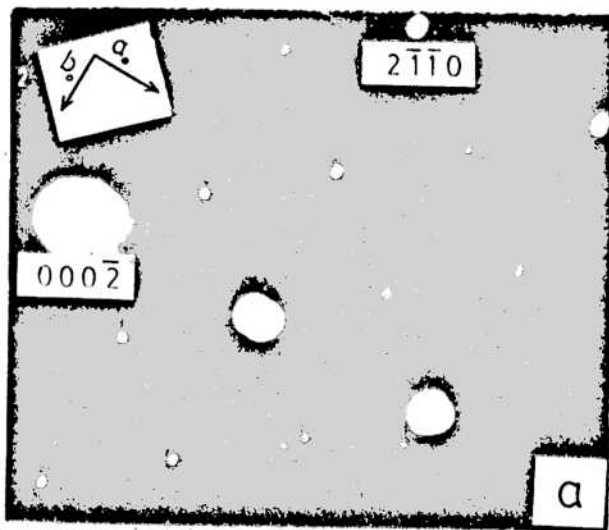


Fig.VI.7.- Diagramas de difracción de la variante 2H tipo 2: a) Eje de zona  $[100]_{2H}$ . Las flechas denominadas  $a_0$  y  $b_0$  son paralelas a  $[100]_0$  y  $[010]_0$  de un cristal 18R adyacente. b) Muestra rotada alrededor de  $[100]_{18R}$ ; eje de zona  $[210]_{2H}$ . c) Muestra rotada alrededor de  $[010]_{18R}$ , eje de zona  $[\bar{1}01]_{2H}$ .

TABLA VI.1

Reflexión h k l	Intensidad			
	N2H x=3	M2H x=2.6	M2H x=2.7	M2H x=2.8
0 2 0	1.03	1.03	1.03	1.03
0 4 0	100.00	100.00	100.00	100.00
1 2 0	6.25	1.58	2.46	3.54
2 0 0	6.25	31.39	22.17	15.11
2 0 1	56.25	19.34	27.99	37.36
3 2 0	100.00	61.47	77.97	90.34
3 2 1	0.00	4.66	1.37	0.25
4 0 0	6.25	0.02	0.00	0.25
4 0 1	56.25	97.12	99.32	90.34

Intensidades de las reflexiones más significativas para diferentes valores de x. A la reflexión más intensa se le asignó el valor 100; las otras reflexiones fueron normalizadas a dicho valor.

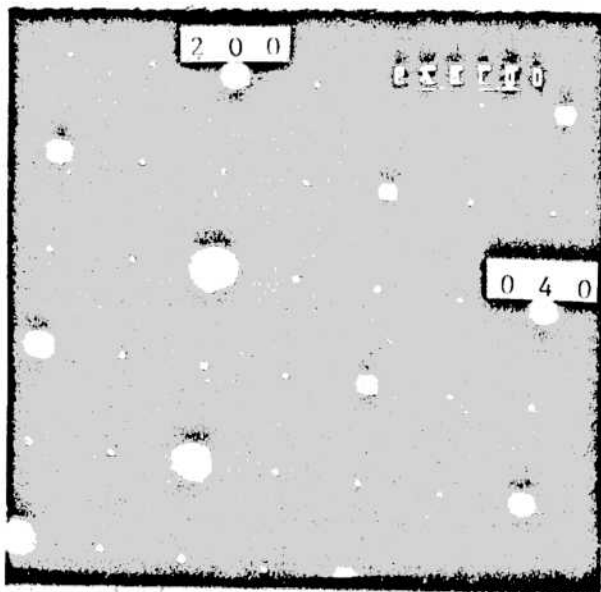


Fig.VI.8a.- Diagrama de difracción (MET), con eje de zona  $[001]_0$ , para M2H.

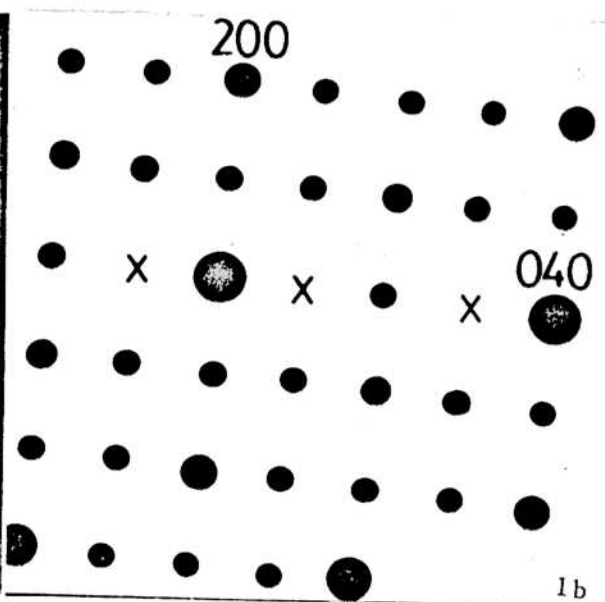


Fig.VI.8b.- Diagrama de difracción calculado para un eje de zona  $[001]_0$  y  $x_0 = a/2.7$  (x: puntos de doble difracción)

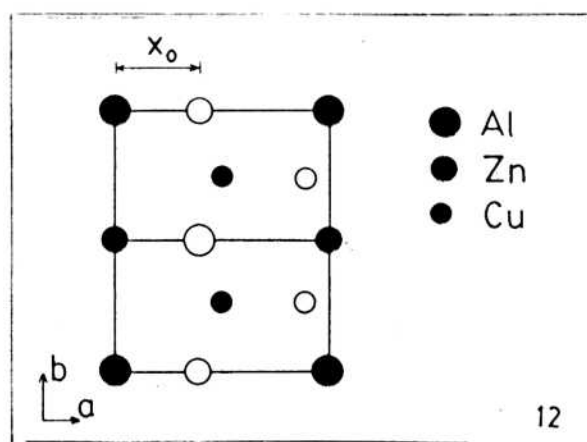
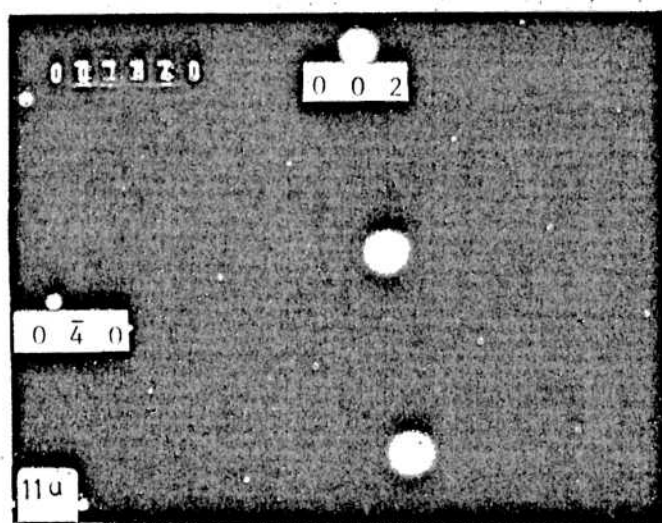
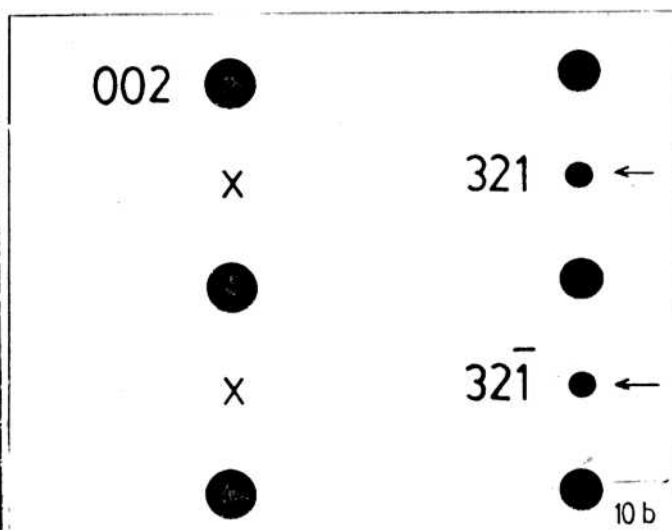
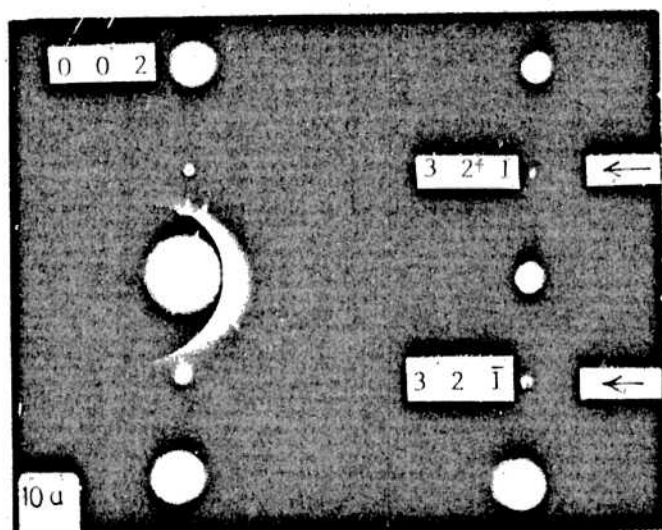
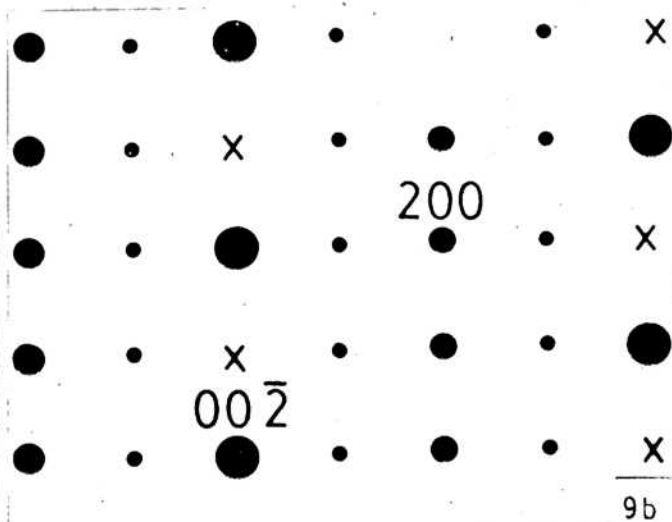
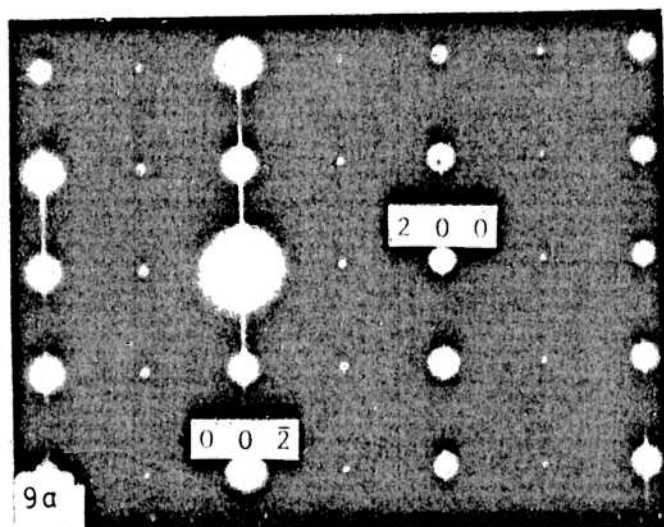


Fig.VI.9a,10a,11a: Diagramas de difracción(MET) con ejes de zona  $[010]$ ,  $[2\bar{3}0]$ , y  $[100]$ , respectivamente, para la M2H. Fig. VI.9b,10b, los correspondientes diagramas de difracción calculados. Las flechas en 10b indican puntos prohibidos para N2H (x indica doble difracción). Los diámetros de los círculos muestran cualitativamente la relación de intensidades.

Fig.VI.12.- Posiciones de los átomos en el plano basal (o :plano B')

## VII.- CONCLUSIONES GENERALES

- En este trabajo, se han estudiado los efectos que tienen sobre los monocristales de CuZnAl, el ciclaje a través de la transformación pseudoelástica beta-18R. Esta transformación, inducida por tensiones, si bien deja al material en la misma estructura original al fin de cada ciclo, repetida N veces provoca modificaciones microestructurales en el material, que se han estudiado en detalle. En los distintos capítulos, a partir del tercero, y al final de los mismos se han efectuado discusiones sobre los resultados de los mismos. En este capítulo se analizan las conclusiones generales de lo hecho hasta aquí, con una síntesis de los conceptos fundamentales discutidos.

- La respuesta a la fatiga en monocristales de CuZnAl, ha sido estudiada con la ayuda de diversas técnicas, que incluyen microscopía óptica, microscopía electrónica de transmisión y de barrido.

- El ciclaje a través de la transformación martensítica origina cambios microestructurales que se reflejan en cambios en el interior del cristal ( formación de arreglos de dislocaciones, formación de otras estructuras martensíticas que quedan retenidas, etc.), formación de defectos superficiales, modificación en las curvas de tensión-deformación.

- En el interior del cristal de las muestras cicladas a temperatura ambiente, se forman defectos consistentes en arreglos de dislocaciones con martensita retenida en algunos casos. La densidad de estos arreglos aumenta con el número de ciclos llegando a una densidad de saturación. Estos arreglos yacen en planos del tipo  $110_{\text{beta}}$  (de aquí en adelante no se pondrán subíndices cuando éstos correspondan a la estructura beta), que se transforman en el plano basal de la martensita y el plano de hábito de la transformación respectivamente. Aquellos arreglos dispuestos en el plano que se transforma en el plano basal (que llamamos plano basal para abreviar), han sido observados con microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y de transmisión, y están elongados en la dirección del tipo  $\langle 111 \rangle$  que es intersección entre el plano basal y el de hábito.

- A temperaturas de aire líquido se generan arreglos de dislocaciones en el interior del cristal, tanto en el plano de hábito como en el plano basal, análogamente a lo que sucede a temperaturas cercanas a la ambiente.

- Tanto en las muestras cicladas a temperatura ambiente como en aquellas cicladas a temperaturas de aire líquido, se encontró martensita retenida en zonas de alta densidad de dislocaciones.

- En particular en las muestras cicladas a temperatura de aire líquido grandes cantidades de martensita del tipo hexagonal 2H (sin plano de hábito definido), quedaron retenidas. Cerca de éstas se observan dislocaciones tipo hélice.

- Los arreglos de dislocaciones, se forman según direcciones paralelas a las trazas del plano de hábito y del plano basal en la superficie observada. La dirección de la mayoría de las dislocaciones observadas en las muestras es del tipo  $\langle 111 \rangle$ . Unas pocas dislocaciones de borde con  $\vec{b} = \langle 010 \rangle$ , se encuentran en muestras sin ciclos y cicladas, sin cambios apreciables en su densidad. Esto indica que son las dislocaciones con dirección  $\langle 111 \rangle$  las originadas por las transformaciones sucesivas.

- Para determinar el vector de Burgers de las dislocaciones fue necesario, utilizar un método de simulación de imágenes con computadora, dado que el criterio de invisibilidad no es válido en materiales con anisotropía elástica. La mayor parte de las dislocaciones con dirección  $\langle 111 \rangle$  originadas con el ciclaje, son mixtas con  $b$  del tipo  $\langle 100 \rangle$ . Buena parte de las dislocaciones tienen  $\vec{b} = [010]$  perteneciente al plano basal y direcciones  $\langle 111 \rangle$  pertenecientes al mismo plano. Esto indica que dicho plano es un plano de deslizamiento de buena parte de las dislocaciones.

- También se encontraron algunas dislocaciones tipo hélice con  $\vec{b} = \langle 111 \rangle$ ; éstas aparecen en mayor cantidad en las muestras cicladas a baja temperatura.

- Los arreglos de dislocaciones llegan hasta la superficie. En ésta se considera válida la condición de tensión plana. En las muestras cicladas a temperatura ambiente, las dislocaciones dan origen a dos tipos de defectos en la superficie: a) intrusiones-extrusiones alineados según el plano

de hábito, que con el número de ciclos tienden a juntarse formando fisuras con ancho del orden de  $1\mu\text{m}$ . Esto puede considerarse la etapa de nucleación de las fisuras que conducen finalmente a la fractura; b) defectos en el plano basal. Estos se superponen a los del punto a, pero a diferencia de estos últimos, no originan fisuras visibles hasta la resolución accesible con microscopía electrónica de barrido.

- En las muestras cicladas en aire líquido, se observan principalmente defectos en el plano basal y defectos alineados en el plano de hábito se encuentran para números altos de ciclos, pero con una morfología distinta a la de extrusión-intrusión presentes a temperatura ambiente. Esto ratifica las consideraciones sobre la existencia de dos tipos de defectos superficiales que a temperatura ambiente, provoca imágenes superficiales complicadas ocasionadas por la superposición de ambos.

- Muestras cicladas en compresión a través de la transformación martensítica, presentan en la superficie defectos similares a los obtenidos por tracción, alcanzando en compresión, un número de ciclos al menos dos órdenes de magnitud mayor.

- La ausencia a baja temperatura de defectos del tipo extrusión-intrusión, con una resistencia a la fatiga, no menor a dos órdenes de magnitud que la correspondiente a temperatura ambiente, es consistente con el hecho de que la formación de defectos tipo extrusión-intrusión alineados en el plano de hábito, constituye la etapa de nucleación de las fisuras a temperaturas cercanas a la ambiente (mediante la unión de varios de ellos).

- En experimentos realizados a baja temperatura, la nucleación de pequeñas fisuras (aunque con características más frágiles que a mayor temperatura), se dan en defectos alineados según el plano de hábito. El cambio en el mecanismo de nucleación puede atribuirse al hecho de que la tensión de deformación plástica de la fase bcc aumenta a menor temperatura, haciéndose más frágil la aleación.

- El papel que juega la nucleación de las fisuras en la resistencia a la fatiga, resulta claro a partir del análisis conjunto de los resultados de los ensayos de ciclaje de

temperatura ambiente y baja temperatura. A baja temperatura, la nucleación de los defectos que originan las fisuras, es considerablemente más difícil, produciéndose a un número de ciclos mucho mayor; concordante con esto es el número de ciclos mucho mayor para la fractura.

- La incidencia de la transformación martensítica quedó evidenciada por la relación cristalográfica entre los defectos superficiales y de volumen con las características de la variante inducida (plano de hábito, plano basal). Prueba adicional de esto se encontró en las muestras que transformaban a más de una variante martensítica, con una clara correspondencia entre los defectos superficiales formados y la variante inducida en la zona analizada. Experimentos realizados hasta tensiones similares (variando levemente la temperatura), sin llegar a transformar a martensita, no mostraron efectos apreciables sobre el material, indicando que la deformación elástica de la fase beta no tiene incidencia en los cambios estudiados. Esto es coherente con resultados obtenidos en CuAlNi (79BRD), si bien los experimentos realizados en dicho trabajo varían la temperatura en 76°C. A la vista de la dependencia de los resultados de fatiga con la temperatura, dicha diferencia no es despreciable.

- H. Sakamoto, en sus estudios de monocristales de CuAlNi, compara los resultados a la fatiga asociada a distintos modos de deformación, encontrando que aquellos casos con avance de interfase tienen peor respuesta respecto a aquéllos con intervariantes o maclas (los modos de deformación elástica tienen sin duda la mejor respuesta, en forma concordante con los experimentos aquí realizados). Como consecuencia de ello prevén la pérdida de coherencia de la red y la existencia de algún proceso irreversible con el avance y retroceso de la interfase. Los resultados presentes en este trabajo indican que dichos procesos irreversibles están ligados a la formación de defectos en la superficie y en el volumen (arreglos de dislocaciones).

- Tensiones internas retenidas en cada ciclo facilitan el comienzo de la transformación posterior, disminuyendo la tensión de transformación con el número de ciclos. Por otra parte los arreglos de dislocaciones actúan como obstáculos para el avance

de la martensita, de acuerdo a observaciones realizadas con microscopía óptica y electrónica.

- Los cambios en las curvas de tensión-deformación (aumento en la pendiente asociada a la transformación) se originan en los arreglos de dislocaciones a baja temperatura análogamente a lo que sucede a temperatura ambiente. Cuando se eliminan los arreglos de dislocaciones mediante tratamientos térmicos adecuados, se obtienen curvas de tensión-deformación similares a cuando la muestra no tiene ciclos previos. Cierta recuperación en las curvas de tensión-deformación se obtiene, deteniendo el ciclaje y dejando envejecer a temperatura ambiente.

- Aquí surge el interrogante sobre si la transformación que se observa a la velocidad de deformación 0.5 mm/min, para la cual se grafican los ciclos, se produce de la misma forma a las velocidades en las que se efectúa el ciclaje (entre 50 y 100 mm/min). En el caso en que a estas velocidades, el material no retransformase completamente, otros mecanismos podrían estar presentes en la martensita que no retransformara. Dado que el graficador de la máquina Instron 1123, no permite reproducir las curvas para dichas velocidades, se conectó un graficador Rhode-Schwarz durante el ciclaje de la muestra  $w$  de la tabla III.1. Este que posee velocidades considerablemente mayores permitió asegurar para dicha muestra, que efectivamente la retransformación se llevaba a cabo, resultando una mayor histéresis en cada ciclo, característica del aumento de la velocidad de deformación.

- En trabajos realizados con CuAlNi (B1SAK) y CuZnSn (B1BRO), no se encontraron cambios en las curvas de tensión-deformación; sin embargo en dichos trabajos, los números de ciclos hasta los cuales se verificó que las curvas se mantenían sin modificaciones, no superaba  $10^3$ . En experimentos realizados en este trabajo, las modificaciones en las curvas de tensión - deformación y los defectos de volumen, cuya formación explica dichas variaciones, no se han observados hasta números de ciclos del orden de  $1.5 \times 10^3$ , lo que requeriría verificaciones adicionales en aleaciones de CuAlNi y CuZnSn para determinar si las variaciones en las curvas de tensión - deformación, no fueron observadas por escaso número de ciclos o

por propiedades diferentes en dichas aleaciones.

- El crecimiento de las fisuras puede ocurrir solamente en el caso de que se nucleen en la superficie. La eliminación de los núcleos de fisuras mediante pulido superficial aumenta la resistencia a la fatiga. El crecimiento de las fisuras no estaría afectado por los arreglos internos de dislocaciones, cuya eliminación mediante tratamientos térmicos adecuados no altera el número de ciclos alcanzados finalmente. Tampoco se encontró dependencia de  $N_f$  con el porcentaje de deformación análogamente a resultados obtenidos en otras aleaciones (BISAK).

- En cada ciclo la muestra se encuentra durante cierto tiempo en estado martensítico, en el rango de tensiones más alto de la deformación. Ya sea para acomodar las tensiones acumuladas cuando la martensita interseca a los defectos internos, o para permitir relajación de tensiones en las puntas de los núcleos de las fisuras, es esperable que los mecanismos de deformación de la martensita jueguen un rol importante. Estos mecanismos fueron analizados en el capítulo VI.

- Los mecanismos de deformación de la martensita son claramente dependientes de la orientación. Sin embargo dicha dependencia con la orientación no se refleja en una dependencia de la resistencia a la fatiga con dicho parámetro. Esto es un fuerte indicio de la importancia de la nucleación de los defectos que dan origen a las fisuras sobre el crecimiento de las mismas, en la vida de las muestras.

- Observaciones de la superficie de fractura con microscopía electrónica de barrido, indican que ésta presenta características predominantes de fragilidad y en menor medida de deformación plástica. Brown (79BRO) deduce de sus resultados en CuAlNi que la fragilidad de la aleación es con alta probabilidad la causa de una respuesta pobre del material a la fatiga. Para esto compara resultados de CuAlNi (frágil) con los de NiTi (mucho menos frágil). Sin embargo, no parece ser éste el motivo fundamental, pues la condición de fragilidad es función de la orientación del cristal. Por ejemplo, la fase bcc presenta deformación plástica previa a la fractura (en aquellos casos en que se alcanza la deformación previa a la formación de martensita). En el caso de ser la martensita la estructura en la cual se produce la fractura del material, para las

orientaciones mayores de  $26^\circ$  del [001], la fractura es frágil (aún en aquellos casos en los que se forma la estructura 2H, o maclas de 18R), mientras que para orientaciones próximas al [100], se forma la fase fct que de acuerdo a experimentos realizados (BOSAD), es claramente dúctil.

- La composición de la aleación no afecta dentro de la dispersión característica de los experimentos de fatiga, la resistencia de los distintos monocristales, de acuerdo a la figura III.23, donde están graficados datos para monocristales de CuZnAl, CuAlNi, CuZnSn.

- Cambios microestructurales son también producidos en las muestras cicladas a temperaturas más bajas (aire líquido), aunque la resistencia a la fatiga es considerablemente mayor en estos casos, constituyendo la temperatura el parámetro de mayor influencia sobre  $N_f$  en el caso de monocristales (además de la tensión de trabajo).

- A los efectos de considerar los resultados de este trabajo para los cristales que se utilizan en aplicaciones tales como máquinas generadoras de energía, debe recordarse que en éstas, los ciclos no son isotérmicos como en los experimentos realizados aquí, sino que la temperatura varía pasando a través de  $M_s$ . Sin embargo, experimentos realizados en CuAlNi, muestran un acuerdo razonable entre resultados obtenidos mediante ciclaje térmico, habiendo deformado previamente un porcentaje similar al obtenido con el ciclaje isotérmico. Esto es un primer indicio de que resultados obtenidos con ciclaje isotérmico pueden ayudar fuertemente a la comprensión de la fatiga bajo variación de temperatura.

-----

## APENDICE A

### ANALISIS DE TRAZAS

Se consideró necesario describir el método utilizado, dadas las dificultades experimentales que surgen de las rotaciones involucradas y que no se encuentran detalladas en la bibliografía.

El método a seguir es el siguiente:

1) Se obtiene el diagrama de Laue por reflexión de una superficie lateral de la probeta, que además supondremos de forma cilíndrica (a dicha superficie de referencia la llamaremos A). Este diagrama se obtiene con el eje tensil de la muestra ubicado en forma vertical. Debe identificarse sin ambigüedad cuál es la superficie de la muestra tomada como referencia y cuál extremo de la misma apunta hacia arriba. Si a la placa radiográfica se le hace un corte en un extremo de forma que mirando a la placa desde la muestra, ésta tenga el aspecto de la figura A.1a, una vez expuesta la misma a los RX, debe rotarse  $180^\circ$ , quedando en la posición de la fig.A.1b (el giro de  $180^\circ$  es alrededor de un eje que pase por el centro de la placa y paralelo al eje de la muestra).

2) Se lleva el diagrama de Laue de la figura A.1b a su proyección estereográfica correspondiente, con lo cual se tiene, no sólo la superficie de referencia identificada, sino una dirección de la misma, que es el eje tensil de la muestra (fig.A.1c).

3) Se lleva la muestra al microscopio óptico, colocándola en un dispositivo que permita rotarla alrededor de su eje, y ubicándola de forma que :

i) el eje de la probeta quede perpendicular al haz de luz que incide sobre la misma, con el extremo de la muestra que llamábamos "arriba", apuntando ahora hacia la derecha.

Recordemos que la probeta está ahora en posición horizontal.

ii) que sea la superficie A perpendicular al haz de luz incidente sobre la probeta ( es decir, la superficie A es la que se estaría observando con el sistema ocular).

4) Se gira la proyección estereográfica de la fig.A.1c,  $90^\circ$  dejando el eje ( con la dirección "arriba") apuntando

también hacia la derecha en forma concordante con la posición actual de la muestra (Ver fig.A.1d). Se ubica debajo de la proyección estereográfica, la red de Wulff de forma que los meridianos queden dispuestos como algunos que se han dibujado en la misma fig.A.1d).

Se supone a continuación que las trazas a estudiar corresponden a un defecto planar. El caso de la determinación de una dirección está contenido en el método a describir. Se seleccionó para esta tarea el sistema de observación para obtención de placas de 9 x 12 cm que el microscopio Reichert existente en la División Metales del CAB, si bien se puede prescindir en muchos casos de la obtención de la placa, trabajando directamente sobre la pantalla de vidrio del mismo tamaño, donde se observa la imagen de la muestra.

Debe mencionarse que afortunadamente el extremo derecho de la muestra (que llamamos "arriba" desde un comienzo) se corresponde con el extremo derecho en la pantalla y que su posición no es afectada en absoluto por el hecho de que la muestra tenga la superficie A hacia abajo o hacia arriba.

5) Supongamos que en la pantalla mencionada se observa una imagen de la superficie A, como se ve en la fig.A.1e, con la traza del plano a determinar. Se mide el ángulo entre el eje (arriba) y la traza del plano, que llamamos  $\alpha_1$ ; y se dibuja en la proyección estereográfica un punto correspondientemente de la forma indicada en la fig.A.1f (punto P1). Una observación apresurada indicaría una contradicción con el dibujo de la fig.A.1e. Sin embargo se puede demostrar la corrección del procedimiento de la siguiente manera:

Es fácil verificar que el borde L de la muestra en la imagen de la fig.A.1e se corresponde con el borde real de la muestra que se encuentra más alejado del observador, mientras que el borde M en la imagen se corresponde con el borde de la muestra más cercano al mismo. Se puede ver haciendo pasar un lápiz desde la posición cercana al observador hacia la más alejada al mismo, entre el objetivo y la muestra y viendo el movimiento correspondiente en la pantalla.

Si se tiene presente que la muestra ubicada sobre la platina tiene su cara A (superficie de referencia) mirando hacia

abajo, mientras que la proyección estereográfica de la fig.A.1f representa a la superficie A mirándola desde la fuente de RX, resulta que si se rotara la muestra  $180^\circ$  alrededor de su eje dejando que A esté hacia arriba para mirar a la superficie de la misma forma que a la proyección estereográfica, el borde L, de ser el más alejado del observador pasa a ser el más cercano. De ahí que  $\alpha_1$  se mide sobre el semicírculo L de la proyección de la fig.A.1f.

6) Tendríamos así determinada una dirección perteneciente al plano incógnita. Para obtener otras hay que rotar la muestra. Para ello se fija la siguiente convención. Se llama giro horario o antihorario de acuerdo a como se ve desde la derecha ("arriba"). Se gira la muestra un ángulo  $B_1$  cualquiera en sentido antihorario. Supongamos que luego de esta rotación, la imagen que se tiene en la pantalla es del tipo de la fig.A.1g. Se dibuja un punto P2, en la proyección estereográfica de la fig.A.1f, sobre el meridiano que está a un ángulo  $B_1$  del círculo mayor.

Surge aquí la pregunta de por qué el punto P2 se marca sobre un meridiano que está formando un ángulo  $B_1$  desde el semicírculo L y no desde el M. El motivo es el siguiente. Girar la muestra en sentido antihorario, es equivalente a dejar la muestra quieta y girar la proyección estereográfica en sentido contrario, o sea horario. En este caso el semicírculo L rota, pero sigue intersectando el hemisferio superior mientras que el M rota pasando al hemisferio inferior. Del punto de vista de la proyección estereográfica, es equivalente a decir que el M queda fuera de nuestro alcance, no así el L, motivo por el cual es en éste donde se marcan los puntos.

7) Se repite el procedimiento varias veces, obteniendo así varios puntos P1,P2,P3,..., que indican direcciones pertenecientes a un mismo plano que se obtiene rotando la red de Wulff, hasta obtener un meridiano que contenga a la mayor cantidad posible de puntos obtenidos. Hecho esto se encuentra fácilmente el polo correspondiente, que en la figura A.1f, notamos y llamamos P (69JOH).

8) La información tal como se tiene hasta este punto no es fácil de manejar por lo cual se acostumbra efectuar rotaciones en la proyección estereográfica a los efectos de

hacer más directo el análisis posterior de los resultados. Para ello, habitualmente 2 rotaciones son suficientes (no debe olvidarse que en cada rotación, todas las direcciones o polos significativos deben rotarse a sus nuevas posiciones):

i) Se lleva el (100) (se supondrá para simplificar que los índices están referidos a la fase beta, si bien este método es de aplicación general) más cercano al polo A al centro de la proyección, llamando sistema primado a la nueva proyección obtenida. A título de ejemplo el eje pasa a ocupar una nueva posición que llamaremos eje'. Esta rotación permite ubicar con facilidad el triángulo  $\langle 100 \rangle \langle 110 \rangle \langle \bar{1}11 \rangle$ , en el cual se encuentra el eje'.

ii) Se lleva el (100)' más cercano al eje' al centro de la proyección obteniéndose así un sistema secundario. Por ejemplo, el eje' pasa a ocupar una nueva posición eje''. Realizando este paso el eje'' estará en uno de los 8 triángulos dibujados en la fig.A.1h.

En caso de no quedar el eje'' en el triángulo rayado de la fig.A.1h, una rotación muy sencilla de la proyección lo lleva al mismo. En algunos casos se logra simplemente girando o invirtiendo la hoja de la proyección.

Se considera conveniente que si una persona aplica este análisis por primera vez, lo efectúe en primer lugar sobre un problema conocido y recién con el método verificado lo aplique a otro problema. Esta sugerencia proviene de que algunos errores pueden provenir de rotaciones de  $180^\circ$  que originan resultados cristalográficamente atractivos aunque no equivalentes a los correctos.

-----

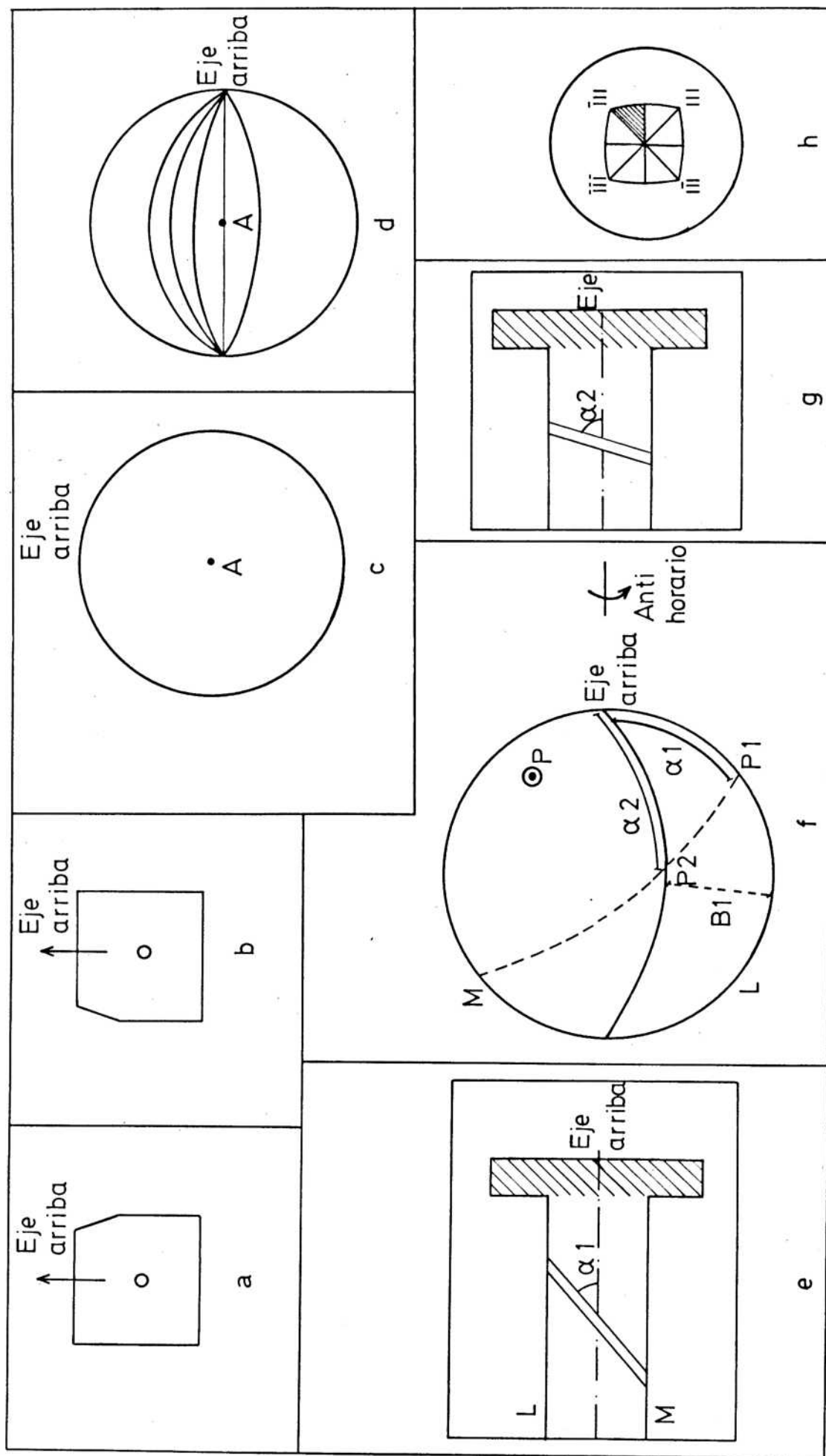


Fig. A.1.- Distintas etapas a seguir durante el análisis de trazas,  
( ver texto )

## APENDICE B

### CORTE DE MUESTRAS PARA EL ESTUDIO DE DISLOCACIONES Y PROCESAMIENTO DE DATOS.

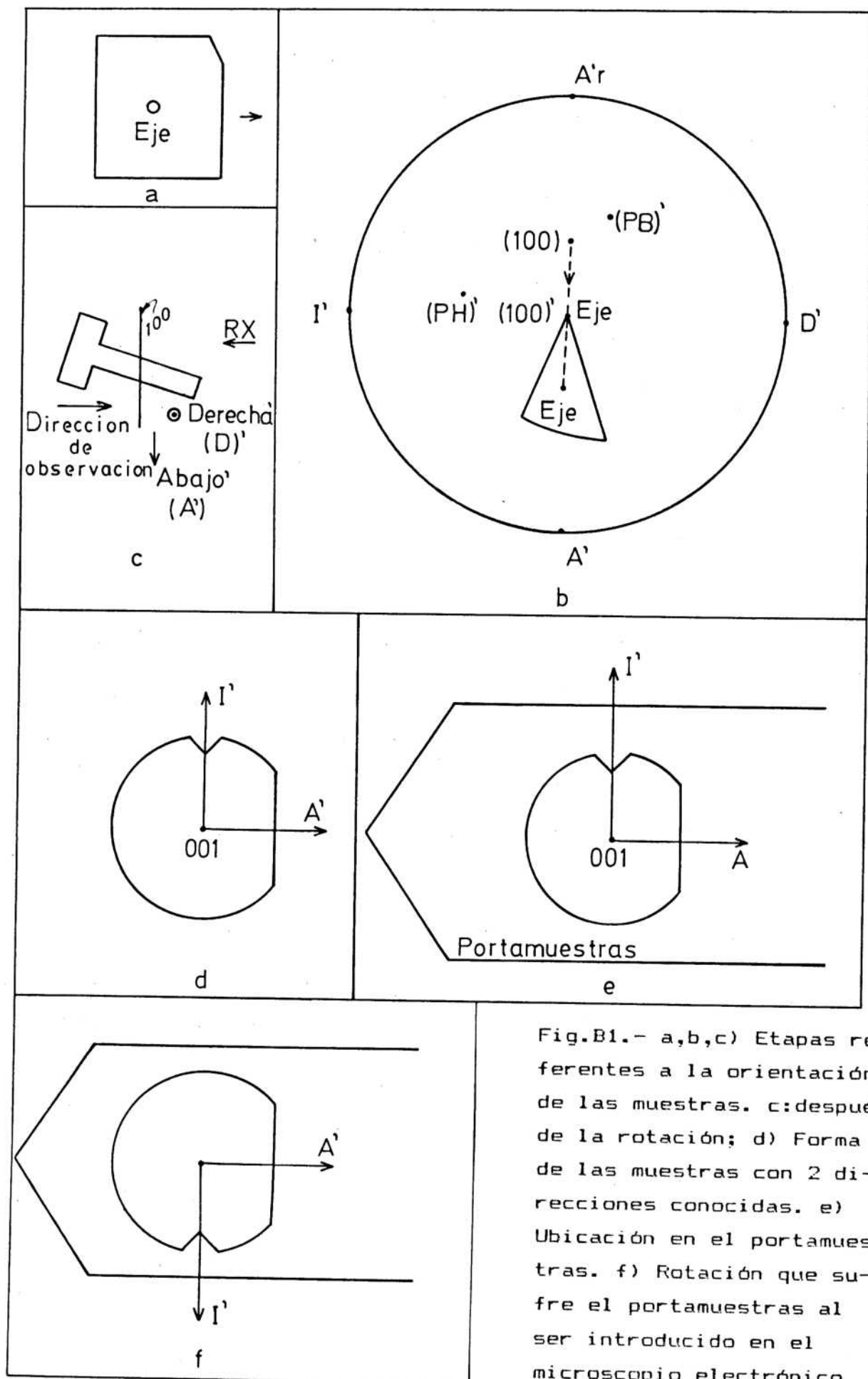
#### B.1.- Corte de muestras para M.E.

Se supone que el corte que se desea hacer es para un eje de zona  $\langle 100 \rangle$  (se consideran los índices referidos a la fase beta), pero en particular el más cercano al eje tensil. Este eje de zona tiene las siguientes ventajas: no se forma martensita superficial (SOLOV), facilitándose de esta forma el análisis de las imágenes y constituye una proyección de alta simetría, lo que resulta útil para el estudio de defectos equivalentes. El procedimiento para cualquier otro caso es similar.

a) Se obtiene en primer lugar un diagrama de Laue por reflexión del plano de la muestra perpendicular al eje tensil (se coloca a la muestra previamente en un goniómetro). Se lleva dicho diagrama a la proyección estereográfica correspondiente. Si mirando a la placa radiográfica desde la muestra, ésta tiene la forma de la fig.B.1a, se obtiene la proyección estereográfica sin ninguna rotación de la placa (fig.B.1b). Esto es simplemente una convención, pero una vez elegida, debe respetarse ya que es relevante a los efectos de los pasos posteriores. La fig.B.1b tiene ya indicada la rotación que se menciona a continuación.

b) Se lleva el polo (100) más cercano al eje en la proyección estereográfica, al centro de la proyección. Se rota la muestra de la misma forma, recordando que se debe respetar la convención utilizada; es decir sentido horario o antihorario, o hacia "arriba" o "abajo", se fija mirando desde atrás del goniómetro hacia la fuente de RX (lo que es equivalente a mirar de izquierda a derecha en la fig.B.1c).

c) Siempre que fue posible, se indicó en la proyección estereográfica de la fig.B.1b, la ubicación del plano de hábito de la transformación. Esto es accesible en las muestras cicladas ya que por lo visto anteriormente, buena cantidad de defectos se alinean en dicho plano haciendo visible sus trazas con relativa facilidad. Este paso es muy conveniente cuando el



eje tensil hace probable más de una variante durante la aplicación de carga a la muestra, y constituye simplemente una verificación en aquellos casos en que el eje tensil se encuentra suficientemente lejos de los bordes del triángulo fundamental.

d) Se cortan láminas por electroerosión. Tal como ya se mencionó, no basta con marcar en la lámina una única dirección pues quedaría todavía una indeterminación de  $180^\circ$ , o sea cuál cara de la lámina se va a observar. A título de ejemplo, si una vez hecha la rotación la muestra queda como en la figura B.1c, se ve que 2 direcciones fáciles de reconocer son las llamadas Abajo' (A') y Derecha' (D'). La ' permite recordar que se ha efectuado una rotación, y los nombres abajo y derecha no son más que las direcciones que ve el observador desde atrás de la muestra (izquierda en la fig. B.1c) mirando hacia la fuente de RX, una vez efectuada la rotación. La dirección D' en dicha figura es perpendicular al papel y apunta hacia afuera. La izquierda' (I') sería perpendicular al papel pero hacia adentro. La dirección Arriba', se abrevia Ar' para distinguirla de A'. En general resultó cómodo ubicar la muestra en la máquina de electroerosión de tal forma que cada lámina quedaba marcada como en la fig. B.1d. La pequeña entrada que indicaba la dirección I' se podía hacer simultáneamente para varias láminas previo al corte de cada una, mientras que el corte que indica aproximadamente la dirección A' por motivos geométricos, debía hacerse para no más de 2 o 3 láminas por vez.

e) Se colocó la lámina en el portamuestras del M.E. como indica la fig. B.1e. Al introducir el portamuestras en el M.E., la muestra sufre una rotación de  $180^\circ$  pasando a la posición indicada en la fig. B.1f. Esta posición de la muestra es la que vería un observador parado en el filamento emisor de electrones de la columna.

## B.2.- Determinación de las características de las dislocaciones

Durante el trabajo con el M.E. se analizó la dislocación elegida sin tener en cuenta en un principio su disposición respecto a las características de la muestra. Esto último se considera en el punto B.3. Se siguen en los pasos descritos a continuación las convenciones sugeridas por (73HEA) cuyo

programa de simulación fue utilizado en este trabajo.

A los efectos de hacer posible la simulación de las dislocaciones mediante el cálculo por computadora, es necesario obtener para cada defecto varias imágenes, a partir de las cuales se extraen ciertos parámetros que constituirán datos de entrada para el programa de cálculo (resolución de las ecuaciones de Howie-Whelan). Algunos de estos parámetros son la dirección  $\vec{B}$  del haz (eje de zona) con referencia a la orientación de la muestra, el vector  $\vec{g}$  de difracción y la línea  $\vec{u}$  de la dislocación. Debe notarse que la condición para tomar las fotografías es la correspondiente a "doble haz", para la cual es válida la teoría usada en el programa de cálculo. En esta condición la mayor parte de la intensidad del haz electrónico, se reparte en el diagrama de difracción, entre el punto correspondiente al haz transmitido y un sólo punto más correspondiente al haz difractado. El vector de difracción  $\vec{g}$  es perpendicular a la familia de planos que da origen a dicho punto en el diagrama de difracción, en la dirección a la cual el haz transmitido es desplazado en el diagrama de difracción. Se describe a continuación la determinación para cada imagen del  $\vec{B}$  correspondiente, teniendo presente que en este tipo de trabajo, es fundamental la determinación de los índices exactos con referencia al eje de zona de partida, que como se mencionó más arriba es el [001] en este caso.

a) Mapa de orientaciones.

La finalidad del llamado mapa de orientaciones es la de determinar los índices de los ejes de zona utilizados para el estudio de una dislocación, con referencia a un diagrama de partida, que en nuestro caso es el [001]. Es conveniente de aquí en adelante fijar una convención para el sentido de  $\vec{B}$ , utilizándose la misma que se utiliza en (73HEA), es decir considerar positivo el sentido de  $\vec{B}$  cuando apunta hacia arriba, es decir, opuesto al haz electrónico.

Suponiendo que el corte analizado es aproximadamente paralelo al (001), comparando la proyección estereográfica standard en el (001) con el diagrama de difracción se indicó en la proyección la dirección en la pantalla que corresponde a las 12 horas, imaginando a la pantalla como el círculo de un reloj. Con la proyección estereográfica orientada igual que el diagrama

de difracción de la pantalla, se indican las direcciones de haz utilizadas en cada caso ( $\vec{B}$ ). Una parte de la muestra orientada con el plano (001) perpendicular al haz electrónico. Se gira la muestra a partir de dicha orientación, siguiendo las líneas de Kikuchi, que están fijas al cristal (de ahí que pequeños giros de la muestra son perfectamente apreciables). En la proyección estereográfica se considera que el cristal está fijo y que lo que cambia es la dirección del haz. La situación real es la inversa: mediante rotaciones adecuadas, se llevan direcciones cristalográficas del cristal a coincidir con el haz electrónico. Un ejemplo se ve en la fig. B.2a. En ésta, el [001] se ha llevado hacia la izquierda y abajo, correspondiendo con un supuesto movimiento del nudo de líneas de Kikuchi correspondiente al [001], en la misma dirección y sentido en la pantalla del M.E., para llegar a la condición de B1 buscada. B1 estaría entonces "arriba" y a la "derecha" del [001].

b) Una vez alcanzado el eje de zona deseado se obtiene la condición de doble haz. Ello implica una rotación de unos pocos grados respecto de los ejes de zona con bajos índices. En la proyección estereográfica debe tomarse nota del sentido en que se ha efectuado dicha rotación. En esta etapa del trabajo se toma nota de la familia de direcciones a la que pertenece el vector de difracción  $\vec{g}$  (por ej.  $\langle 110 \rangle$ ) y la dirección en la pantalla en "horas". La determinación de los índices exactos de  $\vec{g}$  se detalla a continuación. Conviene mencionar que para una estructura que no sea cúbica tendrían que utilizarse 2 proyecciones estereográficas diferentes para ejes de zona y vectores  $\vec{g}$ , que serían de direcciones y normales a planos respectivamente. En el caso aquí estudiado, siendo una fase bcc no es necesario hacer dicha distinción.

c) Determinación de los índices de  $\vec{g}$ .

Se rota la proyección estereográfica del punto a,  $180^\circ$  alrededor de un eje perpendicular a la proyección y que pase por el centro de la misma. No se alteran en absoluto los índices de la proyección indicados en el punto a. En todo caso los índices quedarían mirando hacia arriba, pero no se ha hecho esto para facilitar la lectura. Recién ahora, se ubican los vectores  $\vec{g}$ , asignándole los índices. A título de ejemplo, si  $\vec{g}$  es del tipo  $\langle 110 \rangle$  a las 13 horas, los índices correctos serían  $[1\bar{1}0]$  (Ver

fig.B.2a y b). La dirección indicada por la hora se toma respecto a la proyección rotada.

Para comprender el motivo de esta rotación hay que considerar que el mapa de orientaciones describe el movimiento de direcciones que apuntan hacia la pantalla ( en el mismo sentido que el haz electrónico). Esos mismos movimientos, en una proyección estereográfica con sentido positivo hacia arriba, que es la convención adoptada, se representarían con rotaciones de igual magnitud, pero relacionadas con las primeras mediante una rotación de  $180^\circ$  alrededor de un eje perpendicular a la proyección, y que pase por el centro de la misma. Por otra parte el vector de difracción  $\vec{g}$  es compatible con el que se tiene en el cristal. De ésto surge que una de las proyecciones debe rotarse respecto a la otra para asignar índices coherentemente.

Por otra parte, rotaciones electromagnéticas que se producen en el M.E. afectan por igual al mapa de orientaciones y al diagrama de difracción, por lo cual la rotación de  $180^\circ$  no se ve afectada.

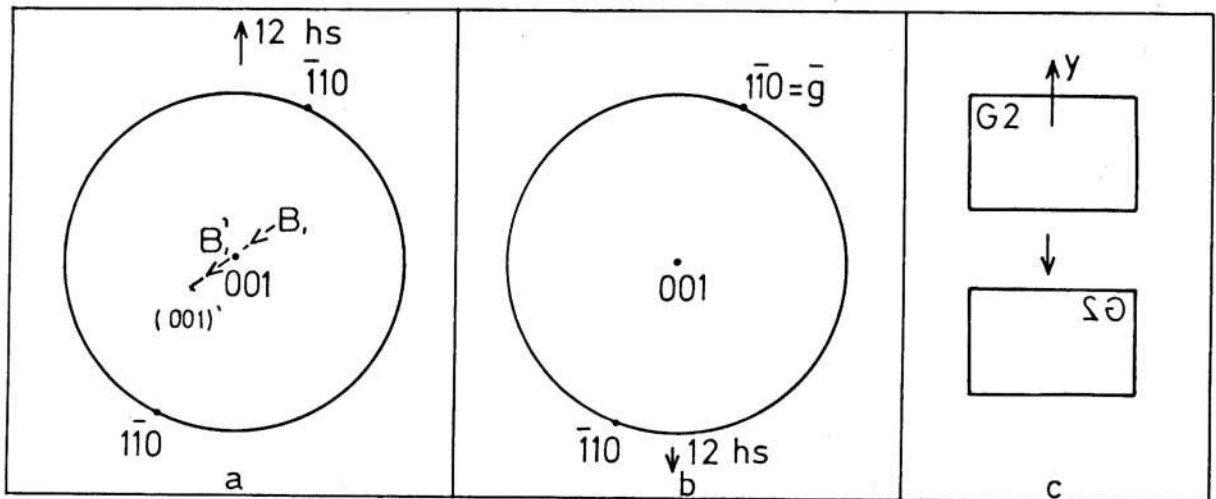


Fig.B2.- a) Determinación del mapa de orientaciones; b) Rotación necesaria para asignar índices correctos a los vectores  $\vec{g}$  utilizados; c) Rotación a efectuar en las placas fotográficas previo a la obtención de datos a partir de las mismas.

d) Obtenidas varias imágenes de la dislocación a estudiar para distintos  $\vec{B}$  y  $\vec{g}$ , se debe extraer la información de las

placas fotográficas.

i) En primer lugar se debe fijar con la mayor precisión el  $\vec{E}$ . Se verificó que con un error menor o igual a  $2^\circ$  se pueden utilizar los ángulos de giro indicados en el portamuestras de doble giro, con referencia a la ubicación del diagrama de difracción (001) correspondiente al plano en que se cortó la muestra. Una forma más precisa de determinar el  $\vec{E}$  utiliza las líneas de Kikuchi del diagrama de difracción (69JOH).

ii) Las placas fotográficas deben utilizarse de acuerdo a como uno ve la imagen en la pantalla fluorescente, es decir con la emulsión hacia arriba. Es sencillo verificar que si una parte de la placa con el número impreso por el M.E. al derecho (fig. B.2c), a los efectos de dejar la emulsión hacia arriba, debe girarse  $180^\circ$  respecto al eje "y", quedando invertido el número impreso en la placa.

iii) Superponiendo las placas de campo claro y de difracción correspondientes, se deja fija la de difracción y se gira en sentido antihorario la imagen de campo claro ( $90^\circ$  en el caso de SA17, para el M.E. de la Div. Metales del C.A.B.). Superponiendo el campo claro ya rotado a la imagen de difracción se traza la dirección y sentido del  $\vec{g}$  elegido para dicha imagen. El origen de esta rotación es el mecanismo de formación de imágenes en el M.E., que provoca rotaciones de éstas respecto al diagrama de difracción. La magnitud de dicha rotación es función de la magnificación y debe calibrarse para cada M.E.

iv) Se miden los ángulos entre  $\vec{g}$  y la línea de la dislocación a estudiar y se ubica en el meridiano del  $\vec{E}$  correspondiente en la proyección estereográfica que resulta del punto B.2c. Tenemos así las proyecciones de la línea en cada uno de los  $\vec{E}$  utilizados. Resulta obvio que una imagen de la dislocación para un solo eje de zona no sería suficiente para determinar la línea, ya que en ese caso uno contaría solamente con una proyección de la misma pudiendo la dirección exacta ser cualquiera de las que están en el plano que contiene dicha proyección y la dirección del eje de zona correspondiente. Sabiendo que la dislocación cumple con dicha condición para todos los ejes de zona para los cuales se obtuvieron imágenes, resulta directa la aplicación del siguiente punto para la determinación exacta de la dirección buscada.

v) Se hace pasar un meridiano por B1 y la proyección de  $\vec{u}$  en B1, por B2 y la proyección de  $u$  en B2, etc. La intersección de dichos meridianos nos da la línea  $\vec{u}$ .

Cualquier otra dirección se determina de la misma manera.

B.3.- Relación de los resultados obtenidos en los puntos 1 y 2.

Para esto trabajamos con 2 proyecciones estereográficas:

1) La que resulta del punto 1 ( orientación para cortar la muestra). Se la llamará proyección 1 para abreviar.

2) La que resulta del punto 2 ( con los resultados de las dislocaciones). Se la llamará proyección 2.

a) Se toma la proyección 2 ( en su estado final del punto 2, o sea rotada  $180^\circ$ ). (Ver en la fig.B.3a hacia donde apuntan las "12 horas". En dicha posición el eje del portamuestras está hacia las 11 horas, tal como está indicado en la misma figura.

b) Se toma la proyección 1 y se la ubica con el eje del portamuestras paralelo al eje de la proyección 2 (Ver fig.B.3b). No debe olvidarse aquí de la rotación mencionada en B.1e.

c) Superpuestas la proyección 1 que resulta del punto b a la proyección 2, se rotan los polos (plano de hábito, plano basal, eje ) de la proyección 1,  $180^\circ$  respecto a un eje perpendicular al papel y en la posición que resulte, se los ubica en la proyección 2 que resulta del punto a. La proyección resultante se ve en la fig.B.3c.

Esta rotación proviene de la convención utilizada en el estudio de dislocaciones, de considerar positiva la dirección hacia arriba, o sea contraria al sentido de movimiento de los electrones.

B.4.- Determinación de otros parámetros relevantes.

Si bien se remite a la bibliografía (73HEA) para mayores detalles, conviene mencionar la necesidad de determinar otros parámetros, para proceder a la simulación del defecto:

a) Normal a la muestra :  $\vec{F}$  ( que en los casos estudiados en este trabajo son cercanas al [001] ).

b) Desviación del cristal de la condición de difracción de

Bragg.

- c) El coeficiente de absorción anómalo.
- d) El espesor de la muestra.

-----

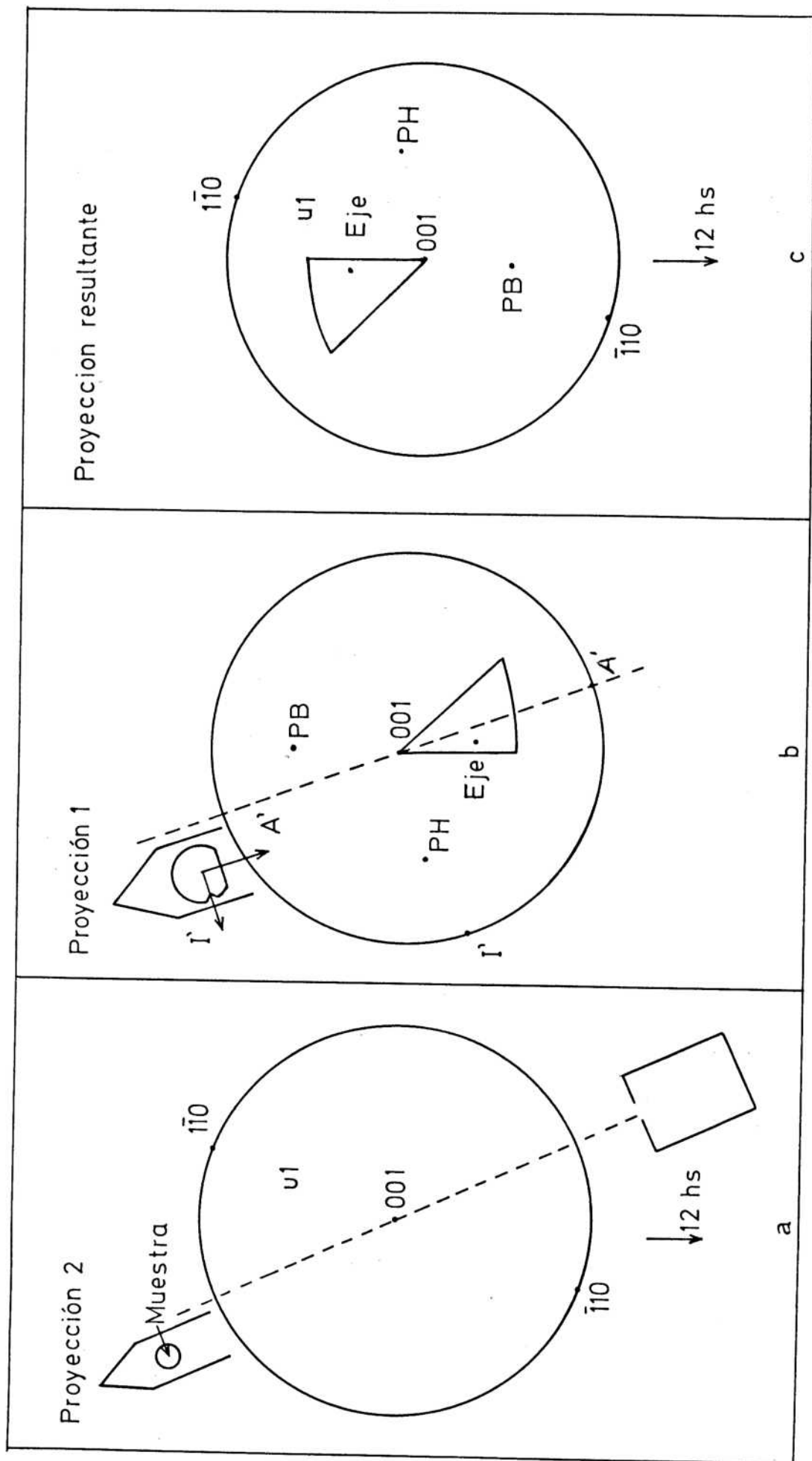


Fig. B3.- a) Proyección 2 con los resultados de las dislocaciones. b) Proyección 1 resultante de la orientación de las muestras al ser cortadas. c) Superposición de ambas con rotación de los polos del eje, plano basal, plano de hábito.

## BIBLIOGRAFIA

- (52CON).- G.K.Conn & F.J.Bradshaw,"Polarized light in metallography", London Butterworths Scientific Publications,1952.
- (53WEC).- M.S.Wechsler,D.S.Lieberman & T.A.Read, Trans. AIME Journal of Metals (1953)1503.
- (57MAC).- J.K.Mackenzie & J.S.Bowles, Acta Met. 5(1977)137.
- (58LIE).- D.S.Lieberman, Acta Met. 6(1958)680.
- (59WEC).- M.S.Wechsler, Acta Met. 7(1959)793.
- (63NIS).- Z.Nishiyama & S.Kajiwara, Jap.J.Appl.Phys. 2 (1963)478.
- (63BARR).- Ch.Barret & T.B.Massalski,"Structure of metals" Mc.Graw Hill Series in Materials Science.
- (69JOH).- D.Johari & G.Thomas, "The stereographic projection and its applications", Techniques of metals research Vol IIA, Ed.Runshah.
- (70POP).- H.Pops, Metall.Trans. 1(1970)251.
- (71TAS).- H.Tas,L.Delaey & A.Deruyttere, Scripta Met. 5 (1971)1117.
- (72KHA).- A.Q.Khan,G.Van Der Perre & L.Delaey, Journal of Materials Science 7(1972)1401.
- (73ARN).- W.Arneodo & M.Ahlers, Scripta Met. 7(1973)1287.
- (73DUN).- D.P.Dunne & C.M.Wayman, Met.Trans. 4(1973)147.
- (73HEA).- A.K.Head,P.Humble,L.M.Clarebrough, A.J.Morton & C.T.Forwood, North Holland Publishing Co.,(1973).
- (73RAP).- R.Rapacioli & M.Ahlers, Scripta Met. 7(1973)977.
- (73TAS).- H.Tas,L.Delaey & A.Deruyttere, Z.Metallkde 64 (1973)855.
- (74AHL.a).- M.Ahlers, Z.Metallkde 65(1974)636.
- (74AHL.b).- M.Ahlers, Scripta Met. 8(1974)213.
- (74ARN).- W.Arneodo & M.Ahlers, Acta Met. 22(1974)1475.
- (74DEL).- L.Delaey & H.Warlimont, Progr. in Materials Science 18(1974)23 .
- (74MIU).- S.Miura, S.Maeda, N.Nakanishi, Phil.Magazine 30(1974) 565.
- (74WAR).- H.Warlimont & L.Delaey, Progr. in Materials Science 18(1974).
- (75AHL).- M.Ahlers, Scripta Met. 9(1975)71.
- (75LIE).- D.S.Lieberman,M.A.Schmerling & ,R.W.Karz, Shape Memory Effects in Alloys ,Ed.J.Perkins, Plenum Press ,New York (1975)203.
- (75MIU).- S.Miura, M.Ito & N.Nakanishi, Scripta Met. 9(1975)247.
- (75ROD.a).- C.Rodriguez & L.C.Brown, Metallurgical Transactions 7A(1976)265.
- (75ROD.b).- C.Rodriguez & L.C.Brown, Shape Memory Effects in Alloys, ed.J.Perkins, Plenum Press, New York (1975)29.
- (75TAD).- T.Tadaki, M.Tokoro & K.Shimizu, Trans JIM 16 (1975)285.
- (76KAJ).- S.Kajiwara, Proc. 1st. JIM. Symp. (1976)81.
- (76KUB).- H.Kubo & K.Shimizu, Trans. JIM 17(1976)330.
- (76OTS).- H.Otsuka H.Sakamoto & H.Shimizu, Scripta Met. 10 (1976)983.
- (76SAB).- T.Saburi, S.Nenno, S.Kato & K.Takata, J.Less Comm. Met. 50(1976)223.
- (76SCH).- T.A.Scroeder & C.M.Wayman, Acta Met. 25(1977)1375.

- (77CHA).- S.Chakravorty & C.M.Wayman, Acta Met. 25(1977)989.  
(77RAP).- R.Rapacioli & M.Ahlers, Scripta Met. 11(1977)1147.  
(77TAD.a).- T.Tadaki & K.Shimizu, Trans. JIM 18(1977)735.  
(77TAD.b).- T.Tadaki, S.Hamada & K.Shimizu, Trans. JIM 18  
(1977)135.  
(77YAN).- N.Y.C.Yang, C.Laird, & D.P.Pope, Metall. Trans.A, 8A  
(1977)955.  
(78DEL).- L.Delaey, J.Janssen, D.van de Mosselaer,G.Dullenkopf  
& A.Deruyttere, Scripta Met. 12(1978)373.  
(78NIS).- Z. Nishiyama, Martensitic transformations, Academic  
Press, New York,(1977) .  
(78SCH).- T.A.Schroeder & C.M.Wayman, Acta Met. 26(1978)1745.  
(79BAR).- G.Barceló, M.Ahlers & R.Rapacioli, Z.Metallkunde  
70(1979)732.  
(79BRO).- L.C.Brown, Met.Trans.A, 10A(1979)217.  
(79JAN).- J.Janssen, M.Follon & L.Delaey, ICSMAS, Ed. P.  
Haasen,V.Gerold & G.Kostorz, Pergamon Press, Oxford  
(1980)1125.  
(79MEL.a).-K.N.Melton & O.Mercier, Scripta Met. 13(1979)73.  
(79MEL.b).-K.N.Melton & O.Mercier,Acta Met. 27(1979)137.  
(79OTS).- H.Otsuka & H. Shimizu, Proc. ICOMAT 79,  
Cambridge, p.607.  
(79RAP).- R.Rapacioli, Tesis presentada al Instituto Balseiro,  
U.N. de Cuyo, para optar al titulo de Dr. en Física  
(1979).  
(79RIT).- A.Ritter, N.Y.C.Yang,D.P.Pope & C.Laird, Metall.  
Trans. 10A(1979)667.  
(79THO).- G.Thomas & M.Goringe,"Transmission electron  
microscopy of materials", Ed. John Wiley & Sons (1979).  
(79TOK).- M.Tokonami, K.Otsuka, K.Shimizu, Y.Iwata & I.  
Shibuya, Proc. ICOMAT 79, Cambridge, p.639.  
(80LOV).- F.C.Lovey, M.Chandrasekaran & M.Ahlers, Z.Metallkunde  
71(1980)37.  
(80SAB).- T.Saburi & C.M.Wayman, Acta Met. 25(1977)1375.  
(80SAD).- M.Sade, Trabajo Especial para la Licenciatura  
en Física , Instituto Balseiro, (1980).  
(80WIL).- D.Williams, Journal of Metals 32(1980)16.  
(81BRO).- L.C.Brown, Metall. Trans.A, 12A(1981)353.  
(81DEL).- L.Delaey,M.Chandrasekaran,M.Andrade & J.Van  
Humbeeck, Proc.Int.Conf.Solid Phase Transformations  
Ed. H. I.Aaronson,D.E.Laughlin, R.F.Sekerka  
& C.M. Wayman, Pittsburg (1981)1429.  
(81SAK).- H.Sakamoto,K.Shimizu & K.Otsuka, Trans. JIM 22(1981)579.  
(82AND).- M.Andrade,L.Delaey, & M.Chandrasekaran, Proc.  
ICOMAT 82, J.Physique 43(1982)C4-673.  
(82BAR).- G.Barceló & M.Ahlers, Scripta Met. 16(1982)1.  
(82BRO).- L.C.Brown, Metall. Trans. 13A(1982)25.  
(82JAN).- J.Janssen,F.Willems,B.Verelst,J.Maertens &  
L.Delaey,Proc. ICOMAT 82, J.Physique 43(1982)C4-809.  
(82KAJ).- S.Kajiwara & T.Kikuchi, Acta Met. 30(1982)589.  
(82OSH).- R.Oshima & N.Yoshida,Proc. ICOMAT 82,J.Physique 43(1982)  
C4-803.  
(82RIO).- D.Rios Jara,M.Morin,C.Esnouf & G.Guénin,Proc.ICOMAT 82  
J.Physique 43(1982)C4-735.  
(82SAD).- M.Sade, R.Rapacioli, F.C.Lovey & M. Ahlers, Proc.  
ICOMAT 82, J.Physique 43(1982)C4-647.  
(82SAK).- H.Sakamoto,Y.Kijima & K.Shimizu, Trans. JIM  
23(1982)585.  
(83AND).- M.Andrade,J.Janssen & L.Delaey, "Some TEM

- observations of fatigued pseudoelastic Cu-Zn-Al alloys"; comunicación privada (1983).
- (83IPO.a).- M. Ipohorski & M.R. Marrapodi, "Interpretación de imágenes en microscopía electrónica de barrido", Publicación interna CNEA (1983).
- (83IPO.b).- M. Ipohorski & N.J. Marccone, "Microanálisis dispersivo en energía en el microscopio electrónico de barrido", Publicación interna CNEA (1983).
- (83RIO).- D. Ríos Jara, M. Morin & G. Guenin, Conference in Transformations in solids (1983).
- (83SAD).- M. Sade & F.C. Lovey, Scripta Met. 17(1983)333.
- (83SAK).- H. Sakamoto, Trans. JIM 24(1983)665.
- (84AND).- M. Andrade, M. Chandrasekaran & L. Delaey, Acta Met. 32(1984)1809.
- (84DEL).- L. Delaey, T. Suzuki & J. Van Humbeeck, Scripta Met. 18(1984)899.
- (84DEL.a).- L. Delaey, G. Van Tendeloo, Y. Murakami, J. Van Landuyt, M. Morin & G. Guenin, a publicarse en Phys. Stat. Sol.
- (84HUM).- J. Van Humbeeck, J. Janssen, Mwamba-Ngoie & L. Delaey, Scripta Met. 18(1984)893.
- (84LOV).- F.C. Lovey, W. Coene, D. Van Dyck, G. Van Tendeloo, J. Van Landuyt & S. Amelinckx, Ultramicroscopy 15(1984)345.
- (84LOV.a).- F. Lovey, G. Van Tendeloo, J. Van Landuyt, L. Delaey, S. Amelinckx, Phys. Stat. Sol. (a), 86(1984)553.
- (84PER).- J. Perkins & R.O. Sponholz, Met. Trans. A, 15A(1984)313.
- (84RIO).- D. Ríos Jara, Tesis presentada a la Universidad Claude-Bernard Lyon 1, para optar al título de Dr. en Ciencias (1984).
- (84THU).- M. Thuman & E. Hornbogen, Encuentro de discusión sobre aleaciones de Cu-Zn-Al, Leuven, Bélgica (1984)81.
- (85ROM).- R. Romero, comunicación privada (1985).
- (85SAD.a).- M. Sade, R. Rapacioli & M. Ahlers, Acta Met. 33(1985)487.
- (85SAD.b).- M. Sade & M. Ahlers, Scripta Met. 19(1985)425.

-----