



VIC

M. P. Victoria

CENTRO ATOMICO BARILOCHE
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

INSTITUTO DE FISICA "Dr. J. A. BALSEIRO"
UNIVERSIDAD NACIONAL DE CUYO

SAN CARLOS DE BARILOCHE, RIO NEGRO - ARGENTINA

Al Dr. C.A. Mallmann, con
el aprecio del autor

Wictorio

"PROPIEDADES PLÁSTICAS DE SOLUCIONES SÓLIDAS CON ORDEN DE
LARGO ALCANCE"

Tesis presentada para optar al título
de Doctor en Física de la Universidad
Nacional de Cuyo.

por

Máximo Pedro Victoria
Licenciado en Física

Instituto de Física "Dr. J. A. Balseiro" y División Física
de Metales, Centro Atómico Bariloche, C. N. E. A.-

S.C. de Bariloche, octubre 1966

A mi padre

que me mostró el camino

RESUMEN

Se han estudiado, en ensayos de tracción, las propiedades mecánicas de monocristales de las fases desordenada y ordenada de Ni_3Fe y Cu_3Au , así como también la dependencia de las curvas de tracción con el tamaño de grano de policristales de Ni_3Fe .

Con este fin, se ha medido la dependencia de los distintos parámetros de la curva de tracción con la orientación inicial del eje tensil, el tamaño de dominio ordenado, el grado de orden y la temperatura de ensayo.

Mediante técnicas de rayos X se ha estudiado la reorientación del eje tensil.

Se ha estudiado también la influencia de la presencia de más de un sistema de deslizamiento activado.

Por último se ha investigado en monocristales de Ni_3Fe el fenómeno de predeformación y ordenamiento y su dependencia del valor de la deformación inicial.

Se presenta también información sobre las características metalográficas observadas en cristales ordenados y desordenados.-

ABSTRACT

The mechanical properties of ordered and disordered Ni_3Fe and Cu_3Au singlecrystals have been investigated under tension. The dependence on the grain size of the tensile curves have also been studied in polycrystalline Ni_3Fe .

For this purpose, measurements have been made in the present investigation on the dependence of the characteristics of the ten-

sil curve with such parameters as the initial orientation of the tensile axis of the single crystals, the ordered domain size, the degree of order and the test temperature.

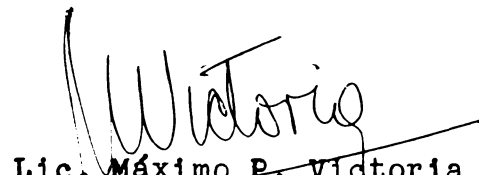
The reorientation ~~of~~ the tensile axis during deformation has been followed with X-rays techniques, studying also the influence of the activation of more than one slip system.

Finally, the phenomena of strain aging^e was investigated, and its dependence on initial deformation.

Information on the metallographic characteristics observed in ordered and disordered crystals is presented.-



Dr. A. E. Vidoz
Asesor Científico



Lic. Máximo P. Victoria

INTRODUCCION	pág. 1
------------------------	--------

CAPITULO I

I.1 - La transformación desorden-orden	pág. 2
--	--------

I.2 - Dislocaciones en la red ordenada	pág. 7
--	--------

CAPITULO II

Resultados previos a la presente investigación

II.1 - El esfuerzo crítico de cesión.	pág. 13
---	---------

II.2 - Dependencia del esfuerzo de cesión con la temperatura.	pág. 15
--	---------

II.3 - Endurecimiento por deformación	pág. 17
---	---------

II.4 - Geometría del deslizamiento, marcas superfi- ciales y configuraciones de dislocaciones. . .	pág. 19
---	---------

II.5 - Modelos de deformación plástica de aleacio- nes ordenadas.	pág. 21
--	---------

CAPITULO III

III.1 - Algunas características de las aleaciones usadas en la presente investigación.	
---	--

III.1.1 - Ni_3Fe	pág. 31
--	---------

III.1.2 - Cu_3Au	pág. 32
--	---------

III.2.2 - Equipo y técnicas experimentales	pág. 33
--	---------

CAPITULO IV

Resultados experimentales

IV.1 - Mediciones en Ni_3Fe

IV.1.1 - El esfuerzo crítico de fluencia.	pág. 47
---	---------

IV.1.2 - Endurecimiento por deformación	
a) Especímenes desordenados.	pág. 48
b) Especímenes ordenados	pág. 52

c) Dependencia con la temperatura.	pág. 55
d) Dependencia con el tamaño de dominio de antifase.	pág. 57
e) Efectos de predeformación y envejecimiento	pág. 58
IV.2 - Resultados en Cu_3Au	pág. 59

CAPITULO V

Discusión de los resultados obtenidos

V.1 - Dependencia del esfuerzo crítico de fluencia del tamaño de dominio.	pág. 62
V.2 - Características del endurecimiento por tra- bajado	pág. 63
Leyenda de las figuras.	pág. 73
Bibliografía.	pág. 78
Agradecimientos	pág. 82

INTRODUCCION

La presente investigación tiene por objeto estudiar la influencia del orden de largo alcance y del orden de corto alcance en las propiedades mecánicas de las soluciones sólidas.

Como método de trabajo para cumplir el propósito enunciado se ha estudiado en monocristales la dependencia de la curva σ - ϵ (esfuerzo de fluencia y deformación) de distintos parámetros experimentales: grado de orden, tamaño de dominio ordenado, orientación inicial del monocristal y temperatura.

El objetivo final es elaborar un modelo coherente que interprete los fenómenos presentes durante la deformación plástica de las aleaciones ordenadas.

Se ha tomado como caso particular la estructura cristalográfica $L1_2$ (3) ejemplificada por las fases ordenadas de Ni_3Fe y Cu_3Au .

Previamente se presenta en el texto un análisis crítico de los datos obtenidos por otros investigadores en estas aleaciones, así como también de los modelos teóricos desarrollados hasta el presente.

Se detallan luego los métodos experimentales usados en la presente investigación, tanto en la preparación de las aleaciones como de los monocristales y los diversos dispositivos experimentales.

Se presenta información detallada sobre los distintos resultados experimentales obtenidos.

Por último, se discuten estos resultados conjuntamente con aquellos obtenidos por otros investigadores, intentándose dar un modelo del mecanismo de deformación que dé cuenta de las características conocidas actualmente.

CAPITULO I

I.1 La transformación desorden-orden

Idealmente, una solución sólida substitucional presenta una distribución al azar de átomos de ambos constituyentes en los sitios de la red cristalográfica. Pero, en la vecindad de ciertas relaciones atómica (AB , A_3B ,) y por debajo de una temperatura que denominamos temperatura crítica T_c los átomos de las distintas especies existentes se distribuyen en sitios cristalográficos preferenciales, dando lugar a una superestructura, o **red** ordenada.

Como ejemplo, tomemos el caso más sencillo, el del latón β ($CuZn$), cuya red cristalográfica desordenada es cúbica de cuerpo centrado (Fig. 1a). Denominando sitios α a los sitios $[\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}]$, centro del cuerpo y β a los vértices $[0, 0, 0]$; la estructura con orden de largo alcance presenta los átomos de Zn en sitios α y los átomos de Cu en sitios β o viceversa, según puede verse en la figura 1b.

El ordenamiento produce también una disminución de la simetría cristalina. En el ejemplo que tratamos la estructura desordenada cúbica de cuerpo centrado se convierte al ordenarse en una estructura compuesta por dos subredes cúbicas interpenetradas. Esta reducción de la simetría cristalina da cuenta de la presencia de líneas extras en los diagramas de rayos X de la fase ordenada (líneas de superred).

Para describir el estado de orden de la solución sólida se define, según Bragg y Williams (1), el grado de orden S como:

$$S = \frac{P_A^\alpha - m_A}{1 - m_A}$$

donde P_A^α es la probabilidad de encontrar un sitio α ocupado por un átomo A y m_A es la fracción molar del componente A ($\frac{1}{2}$ en el ejemplo anterior). Según esta definición, a la aleación totalmente desordenada corresponde $S = 0$ y al caso totalmente ordenado $S = 1$.

Se puede describir también la presencia de configuraciones que se apartan localmente de la distribución al azar, utilizando para ello el parámetro de orden de corto alcance. Este parámetro se define considerando el número de vecinos próximos de la otra especie que tiene un átomo cualquiera de la red. Si este número es mayor que el presente en la aleación totalmente desordenada, se dice que la red presenta orden de corto alcance, definiendo en este caso el parámetro (2):

$$\alpha = 1 - \frac{P_{AB}}{m_A}$$

donde P_{AB} es la probabilidad de encontrar un átomo A como vecino próximo de un átomo B y m_A es la fracción molar de A.

Es generalmente aceptado, que la transformación desorden-orden toma lugar por un proceso de nucleación y crecimiento. Es decir, en distintos lugares de la red, pequeños núcleos ordenados llegan a un tamaño crítico a partir del cual crecen. Como estos núcleos se originan en promedio a distancias grandes con respecto a su dimensión original y por ello no interaccionan entre sí, es posible que al crecer den lugar a la coexistencia de regiones en las que una misma especie atómica ocupa distintas subredes. Así, en el caso del latón β , los átomos de Zn pueden ocupar, en distintas regiones, los sitios $[000]$ y $[\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}]$ alternativamente. Al crecer estos núcleos ordenados, llegarán eventualmente a ponerse en contacto el uno con el otro, dando lugar a los denominados dominios de antifase (D.A.F.).

Las regiones de contacto entre los dos son zonas de mayor energía por cuanto coexisten en ellas uniones entre átomos iguales y se denominan paredes de antifase (P.A.F.).

Se pueden caracterizar los D.A.F. por medio de un vector de translación de la red que da cuenta de la translación de un sitio cristalográfico al sitio "incorrecto" inmediato, o sea de la **trans-**lación de una subred a otra.

Para la estructura que según el "Strukturbericht" (3) denominamos B₂ (latón  ordenado) este vector corresponde a los vectores de la red

$$\pm \frac{1}{2} a_0 [111]; \pm \frac{1}{2} a_0 [\bar{1}11]; \pm \frac{1}{2} a_0 [1\bar{1}1]; \pm \frac{1}{2} a_0 [11\bar{1}]$$

Debe hacerse notar que, en el caso particular de la estructura B₂, la estructura celular de dominios de antifase, denominada a menudo "pompas de jabón" es inestable.

En el presente trabajo nos ocupamos principalmente de la estructura ordenada tipo L1₂ la cual está basada en la cúbica de cara centrada (empaquetamiento compacto). En ella los átomos de una especie ocupan los vértices del cubo y los de la otra, los centros de caras. En la Fig. 1c, tomando como ejemplo el caso de Cu₃Au ordenado, los átomos de Cu ocupan los centros de las caras (sitios A) y los de Au los vértices (sitios B).

En este caso los vectores de antifase, también indicados en la Fig. 1c son:

$$\pm \frac{1}{2} a_0 [110]; \pm \frac{1}{2} a_0 [101]; \pm \frac{1}{2} a_0 [011]$$

y los seis vectores del tipo

$$1/6 \ a_0 \{112\}$$

La presencia de dominios de antifase es detectable en mediciones de rayos X mediante la medición de la variación del ancho de las líneas de superred.

En el caso de la estructura 11_2 , los factores de estructura de las líneas fundamentales F_F y de superestructura (F_S) son:

$$\begin{aligned} F_F &= (3 f_A + f_B) \text{ para } h, k, l \begin{cases} \text{todos pares} \\ \text{todos impares} \end{cases} \\ F_S &= (f_A - f_B) \text{ " " " " } \text{mezclados} \end{aligned}$$

según estas ecuaciones, es tanto más difícil observar líneas de superestructura, cuanto más próximos son los factores atómicos de dispersión de los átomos componentes. Pero de observarse esta línea, el tamaño de los dominios está dado por el ancho de línea de superestructura según la relación:

$$\epsilon = \frac{\lambda}{\beta \cos \theta}$$

donde λ es la longitud de onda del haz de rayos X incidente, θ el ángulo de difracción de Bragg y β el aumento del ancho de línea de superestructura medido con respecto al ancho instrumental, que se toma generalmente como el ancho de línea fundamental ubicada en el mismo rango de valores.

Bain (4) detectó por primera vez la presencia de estas líneas de superred en Cu_3Au ordenado. Desde entonces la literatura presenta un gran número de trabajos sobre el tema, utilizando difracción de rayos X.

Sin embargo sólo en épocas recientes, debido al desarrollo de las técnicas de microscopía electrónica en capas delgadas, ha sido posible la observación directa de dominios de antifase. En 1958 Ogawa, Watanabe y Komoda (5) observaron por primera vez en forma directa dominios de antifase en la superred CuAu II. Fisher y Marcinkowski (6) aplicaron la técnica a la observación de dominios en Cu₃Au ordenado, dando también una explicación coherente del mecanismo que hace visibles los dominios. Remitimos al lector al trabajo de Marcinkowski (7) para más detalles de la técnica usada en microscopía electrónica.

Flin (8) tomando como incremento de la energía, al pasar de uniones AB a uniones AA o BB, la relación

$$v = E_{AB} - \frac{1}{2} [E_{AA} + E_{BB}] \quad (\text{I.1-1})$$

calcula la energía total por unidad de área de dominio de antifase como:

$$\sigma = v \left[\frac{1}{a_0^2} \frac{(h+k)}{\sqrt{N}} + \frac{1}{a_0^2} \frac{(h-k)}{\sqrt{N}} \right] = \frac{2}{a_0} \frac{h}{\sqrt{N}} ; h \geq k \quad (\text{I.1-2})$$

con $N = h^2 + k^2 + l^2$ para la estructura Ll₂.

En la Fig. 2 se muestran, en una proyección estereográfica, las líneas de contorno para la función $h/\sqrt{N}$. Puede observarse que la superficie de energía tiene máximos chatos en $(\pm 1, 0, 0)$; $(0, \pm 1, 0)$; puntos de ensilladura en $(\pm 1, \pm 1, 0)$ y valles que van de los puntos de ensilladura a los (001), puntos donde se encuentra el mínimo si se considera solamente interacción entre vecinos próximos. Usaremos estos resultados más adelante, cuando tratemos las

dislocaciones en la red ordenada.

1.2 Dislocaciones en la red ordenada.

Al producirse el orden de largo alcance en la red cristalográfica, la periodicidad en ciertas direcciones de ésta, aumenta.

En el caso de la estructura $L1_2$, este aumento en la periodicidad ocurre en la dirección $[110]$, que concuerda con la dirección de deslizamiento. Tenemos así que las dislocaciones que eran perfectas en la red desordenada, no lo son más en la ordenada. Estas deben estar unidas por P.A.F.. Por ende, si la dislocación se moviera en la red ordenada dejaría tras sí una zona de pared de antifase, ya que el vector de Burger de la dislocación coincide con el de antifase de la superestructura. El esfuerzo aplicado necesario para mover una dislocación en estas condiciones sería (22):

$$\sigma = \frac{\gamma}{b} \sim 3 \times 10^9 \text{ dinas/cm}^2$$

donde γ es la tensión superficial asociada con la pared de antifase creada y b la magnitud del vector de Burger de la dislocación. Los valores calculados en base a esta relación según puede verse están muy por encima de los esfuerzos de cesión medidos.

Keheler y Seitz (9) en 1947 indicaron el hecho de que sería más fácil el movimiento de las dislocaciones en una superestructura si estas se movieran apareadas, con una pared de antifase entre ellas, de tal forma que la zona de antifase creada por una fuera reordenada por la que le sigue. El conjunto de dos dislocaciones unidas por un límite de antifase se denomina una superdislocación. Estas fueron

observadas por primera vez, en Cu_3Au ordenado, por Marcinkowski, Brown y Fisher (10) con técnicas de microscopía electrónica de transmisión en placas delgadas.

La separación de equilibrio entre las dos superparciales que constituyen la superdislocación se obtiene equilibrando la tensión superficial del límite de antifase y la tensión repulsiva entre las dos dislocaciones del mismo tipo. Un cálculo simple de tal separación en el caso de la estructura B_2 ha sido hecho por Brown y Hermann (11) y es presentado a continuación. Tomamos una superdislocación de longitud unitaria y separación $\underline{d}$, que se encuentra en el plano xz (ver la Fig. 3).

La fuerza de repulsión entre las dos superparciales puede calcularse como:

$$F_x = \sigma_{yz} \vec{b}_h + \sigma_{xy} \vec{b}_b$$

donde $\vec{b}_h$ y $\vec{b}_b$ corresponden a las componentes de hélice y de borde respectivamente de una de las superparciales y σ_{yz} y σ_{xy} son las componentes del campo de tensión de la otra superparcial. Sus valores son

$$\sigma_{xy} = \frac{G \cdot b}{2\pi(1-\mu)} \frac{x(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \bigg|_{y=0} = \frac{G \cdot b}{2\pi(1-\mu)x}$$

$$\sigma_{yz} = \frac{G \cdot b}{2\pi} \frac{x}{(x^2 - y^2)^2} \bigg|_{y=0} = \frac{b}{2\pi x}$$

donde G es el módulo de corte, μ la relación de Poisson.

Con estas relaciones podemos calcular

$$F_x = \frac{G b^2}{2\pi} \left(\cos^2 2\theta - \frac{\sin^2 2\theta}{1 - \mu} \right) \frac{1}{x}$$

donde θ es el ángulo que forman $\bar{b}_n$ y $\bar{b}$.

La fuerza F_x es repulsiva. En una situación de equilibrio, este campo repulsivo es equilibrado por la tensión superficial de dominio de antifase, para una separación $x = d$ entre superparciales. Se tiene entonces

$$d = \frac{G b^2}{2\pi\gamma} \left\{ \cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{(1 - \mu)} \right\}$$

En el caso de la estructura Ll_2 , cuya red desordenada es cúbica de caras centradas, las superparciales están constituidas a su vez por dos dislocaciones parciales separadas por una región de falla de apilamiento, según indica el esquema en la Fig. 4.

Marcinkowski y colaboradores (10) han calculado las expresiones explícitas para r y r_1 (ver Fig. 4) considerando $r_1/r < 1$:

$$r_1 = \frac{G b^2}{2\pi(E_F + \frac{E_0}{2})} \left\{ \cos \theta \cos \left(\theta + \frac{\pi}{3} \right) \frac{1}{1 - \nu} + \right. \\ \left. \sin \theta \sin \left(\theta + \frac{\pi}{3} \right) \right\} \quad (I.2-1)$$

donde $2r_1 E_F$ es la energía de falla de apilamiento y también

$$(r-r_1) = \frac{G b^2}{2\pi E_0} \left\{ \left[\cos \theta + \cos \left(\theta + \frac{\pi}{3} \right) \right]^2 \frac{1}{(1 - \nu)} + \left[\sin \theta + \sin \left(\theta + \frac{\pi}{3} \right) \right]^2 \right\} \quad (I.2-2)$$

ecuaciones en las que tomamos

$$E_0^{L1_2} = \frac{2V}{a_0^2} \frac{h}{\sqrt{N}} S^2$$

donde $\frac{h}{\sqrt{N}}$ es la función ya analizada en la pág. 6 ecuación (I.1-2), a_0 es la constante de red, habiéndose ~~mult~~ multiplicado toda la expresión por S^2 para generalizarla (7) y también

$$V = \frac{k T_c}{0,82}$$

expresión que se obtiene, en la aproximación de Brag-Williams (12) de

$$V = k T_c / 2 F_A F_B Z$$

en donde T_c es la temperatura crítica, F_A y F_B son las fracciones atómicas de los componentes A y B respectivamente, y Z es el número de coordinación.

En base a estas ecuaciones Marcinkowski y colaboradores (7) y (13), obtienen los valores de separación que detallamos en la tabla I.

Cabe resaltar aquí que de la ecuación (I.2-1) y de los valores calculados en la tabla I, se deduce que la presencia del orden de largo alcance produce un incremento efectivo de la energía de falla de apilamiento, disminuyendo por ende el valor de r_1 .

En efecto, el valor de r_1 en la aleación desordenada se obtiene al reemplazar en la ecuación (I.2-1) el valor

$$(E_F + \frac{E_0}{2})$$

por E_F . De esta manera la energía de falla de apilamiento efectiva es incrementada por la adición del término $\frac{E_0}{2}$ al producirse el or-

denamiento.

Recientemente, sin embargo, Marcinkowski y Zwell (14) han sugerido que en el caso de Cu_3Au , la energía de falla de apilamiento disminuye por la presencia de orden. Debido al hecho que la resolución del microscopio electrónico no permite separar las parciales 1-2, 3-4 (ver Fig. 4) esta sugerencia no ha podido ser confirmada experimentalmente.

Según mencionados anteriormente, Flinn (8) ha calculado la dependencia de la energía de pared de antifase en función de su orientación cristalográfica, hallando que, salvo efectos de segundo orden debidos a la interacción entre segundos vecinos, hay un mínimo en esta energía para paredes de antifase ubicadas sobre planos en $\{100\}$.

Basándose en estas consideraciones energéticas para la producción de paredes de antifase, Flinn concluye que el plano común donde se produce la pared de antifase que une las dos superparciales, no necesariamente coincide con el plano de deslizamiento de la superdislocación, es decir, el (111) para la estructura L_{12} . Para esta estructura Flinn obtiene las siguientes configuraciones:

- 1) Para dislocaciones puras de hélice el cambio del plano común de (111) a (001) disminuye la energía de la configuración.
- 2) Para líneas de dislocación según $[2\bar{1}1]$ la energía superficial disminuye si el plano común de la superdislocación cambia del (111) al $(1\bar{1}3)$. Pero para esta orientación de la dislocación aparece además un término elástico con un mínimo en (011), de manera que la configuración de equilibrio tendrá el plano común ubicado entre $(1\bar{1}3)$ y (011).

- 3) Para el caso de una dislocación de borde cuya línea es paralela a $[11\bar{2}]$, el mínimo de la energía superficial se halla en (111), donde la interacción elástica presenta ahora un máximo. Estas dislocaciones con plano común en (111) se hallan en situación metaestable, ya que es necesario que sobrepasen una barrera de potencial apreciable para llegar al mínimo absoluto que corresponde al plano común sobre (110).

Por último, interesa conocer el proceso por medio del cual se producen las superdislocaciones. Chaudhari (15) ha esquematizado dos mecanismos mediante los que se puede activar una fuente tipo Frank-Read formada por una superdislocación, de manera de minimizar la superficie de antifase producida. Las Figs. 5a y 5b muestran dos casos extremos de anclamiento de la superdislocación. En ambos casos una doble recombinación intercambia los sitios de anclaje (etapas b y e, b y g) lo que permite continuar el ciclo de la fuente.

CAPITULO II

Resultados experimentales previos a la presente investigación.

Existen al presente cuatro artículos (12), (16), (17), (18) en los que la literatura sobre deformación plástica de soluciones sólidas con orden^{de} largo alcance ha sido analizada críticamente.

Referimo al lector a estos artículos para toda aquella información que no corresponda a la estructura $L1_2$ y a los temas específicamente tratados en el presente trabajo.

II.1 El esfuerzo crítico de cesión.

Tanto Biggs y Broom (19) como Ardley (20) y Hordon (21) han demostrado en Cu_3Au poli- y monocristalino la presencia de un máximo en el esfuerzo crítico de cesión al variar el tamaño de dominio de antifase. Este máximo fué encontrado para dominios de aproximadamente $30 \text{ \AA}$.

El análisis hecho de este comportamiento por Cottrell (22) se basa en dos suposiciones: a) el orden es perfecto aún para tamaños de dominio de antifase pequeño; b) la aleación desordenada presenta un esfuerzo de cesión menor que el de la ordenada.

Una superdislocación en su movimiento crea, por intersección con las paredes existentes, nuevas paredes de antifase y por ser estas de mayor energía el proceso demanda un mayor esfuerzo aplicado. Cuanto mayor es el tamaño de dominio inicial tanto menor es la probabilidad de que la superdislocación intersekte una pared de antifase. Si este proceso es válido aún para dominios pequeños (cuando la aleación comienza a ordenarse), según Cottrell el esfuerzo crítico de fluencia variará según la relación:

$$\tau = \frac{\gamma}{d} \left(1 - \frac{\alpha a_0}{d} \right)$$

donde γ es la energía superficial de la pared de antifase, d el diámetro promedio de los dominios y α es una constante (~ 6 para dominios cúbicos) que depende de la geometría de los dominios. Esta expresión da un máximo del esfuerzo de fluencia cuyo valor está dado por:

$$\tau_{\max} = \frac{\gamma}{4 a_0 \alpha}$$

para $d \approx 2 \alpha a_0$, cuyo valor típico en aleaciones es aproximadamente $40 \text{ \AA}$.

Ardley (21) y Logie (23) han refinado los cálculos basándose en el mismo ~~modelo~~. En particular este último investigador, basándose en los resultados de (19) calcula el ancho de la pared de antifase, obteniendo un valor de dos distancias atómicas para ésta.

Recientemente Davies y Stoloff (24) han medido simultáneamente la dureza, tamaño de dominio y grado de orden para idénticos tratamientos térmicos, en muestras policristalinas de Cu_3Au , Ni_3Fe y Ni_3Mn .

Estos investigadores observan que para los tamaños de dominio los que la dureza es máxima, el grado de orden es muy bajo (~ 0.5 para el caso Cu-Au con tamaño de dominio de $300 \text{ \AA}$). Ellos encuentran entonces que las suposiciones de partida de Cottrell no son realistas, ya que el bajo grado de orden indica la coexistencia de fases ordenadas y desordenadas. Más aún, como la separación entre superparciales varía con S^2 , estos autores pro-

ponen que el mayor esfuerzo de cesión es causado por el movimiento de dislocaciones unitarias, que crean paredes de antifase en su camino. A medida que el orden en la red crece (y con él el tamaño de dominio) las dislocaciones tienden a aparearse, hasta que, en situación de equilibrio, es el movimiento de la superdislocación y su intersección con las paredes de dominio el que determina el esfuerzo de fluencia. Pero para este proceso es necesario un esfuerzo menor que el utilizado para crear antifase con el movimiento de dislocaciones unitarias, por lo que el esfuerzo de fluencia disminuye.

II.2 Dependencia del esfuerzo de cesión con la temperatura.

Ardley (20) ha encontrado, en ensayos a temperatura en monocristales de Cu_3Au , que los especímenes previamente ordenados presentan un máximo en el esfuerzo de fluencia a temperaturas cercanas a T_c , con una disminución brusca al pasar por encima de T_c . Este mismo investigador encontró un segundo máximo en el esfuerzo de fluencia a $T'_c > T_c$; cuya posición depende de la velocidad de deformación (T'_c varía entre 520°C y 600°C para velocidades de deformación entre $3,8 \times 10^{-5} \text{ seg}^{-1}$ y $3,8 \times 10^{-3} \text{ seg}^{-1}$ respectivamente).

Kuczynski, Doyama y Fine (25) han observado también un máximo en el esfuerzo de cesión de Cu_3Au , a temperaturas próximas a T_c . Si bien en este caso las muestras fueron deformadas a temperatura ambiente (luego de haber sido templadas después de 15 a 20 hs de recocido a la temperatura en cuestión) los resultados son comparables a los ya mencionados de Ardley, ya que mientras este autor mide el efecto de la temperatura sobre probetas ordenadas y

equilibradas a 300°C, Kuczynski y colaboradores, observan el máximo en el esfuerzo de cesión para muestras templadas desde esta misma temperatura.

Kuczynski y colaboradores (25) observan también un máximo en el esfuerzo de fluencia de muestras templadas luego de recocidos entre 500°C y 590°C. A temperaturas superiores a 590°C el esfuerzo de fluencia disminuye rápidamente. Tanto este máximo, como el observado por Ardley a T_C' han sido explicados por la presencia de orden de corto alcance en la aleación.

Ardley (20) sugiere además que el aumento del esfuerzo de fluencia con la temperatura es debido a que, para temperaturas crecientes, menores que T_C , las superdislocaciones ven impedido su movimiento, ya que deben crear uniones AA δ BB en una red que no está perfectamente ordenada, lo que demanda un mayor esfuerzo aplicado.

Davies y Stoloff (17) han criticado esta explicación indicando que una superdislocación siempre devuelve la red, en promedio, a su situación inicial.

Estos autores sugieren, teniendo en cuenta que:

- a) a medida que T tiende a T_C el grado de orden disminuye;
- b) el esfuerzo crítico de corte varía inversamente con S , según muestra la Fig. 6;
- c) la separación entre las superparciales varía inversamente con S^2 ;

que a medida que la temperatura de ensayo se acerca a T_C , las superdislocaciones pueden actuar como dislocaciones unitarias siendo necesario un mayor esfuerzo para moverlas.

Sin embargo, la presencia de superdislocaciones a temperatura por encima de la crítica, observada por Marcinkowski y Zweifel (14) en Cu_3Au , indicaría que éstas deben dar cuenta por lo menos de una parte del esfuerzo de fluencia. En este sentido Cohen y Fine (52) han indicado también que el movimiento de grupos de dislocaciones puede disminuir el esfuerzo de fluencia aún en el caso en que sólo se tiene orden de corto alcance.

II.3 Endurecimiento por deformación.

La primera observación publicada respecto a las características de la curva esfuerzo de corte vs deformación de corte, de material con orden de largo alcance fué realizada en monocristales de Cu_3Au por Sachs y Weert (26) en 1931. La diferencia más notable entre el caso ordenado y el desordenado reside en el hecho de que el coeficiente de endurecimiento por deformación $\theta_{\text{ord}} = d\tau / d\epsilon$ de Cu_3Au ordenado es apreciablemente mayor

$$\left(\frac{G}{230} \right)$$

que el del caso desordenado

$$\left(\frac{G}{1000} \right)$$

Kuczynski, Doyama y Fine (25) han confirmado esta observación en Cu_3Au policristalino, observando un máximo en θ_{ord} para probetas recocidas entre 15 y 20 hs a 300°C . Debe observarse, que recocidas a temperaturas próximas a T_c , dan lugar a un tamaño de dominio de antifase mayor, lo que resulta en un más alto θ_{ord} según veremos más abajo.

El mismo tipo de comportamiento ha sido hallado por Marcin-

kowski y Miller (13) en Ni_3Mn policristalino. La Fig. 7 muestra curvas trazadas a partir de valores dados por estos autores. Se muestra así que el comportamiento citado no es privativo de Cu_3Au .

Tanto estos autores como Hordon (21) demostraron que el tamaño de dominio de antifase tiene influencia apreciable en las curvas $\sigma - \epsilon$, siendo θ_{ord} tanto mayor cuanto mayor es el tamaño de dominio de antifase.

Sin embargo, Vidoz, Lazarevic y Cahn (31) han observado efectos similares a los de Cu_3Au en las curvas de tracción de Ni_3Fe policristalino, material cuyas cinéticas de crecimiento de dominios de antifase parecieran ser mucho más lentas, y que, para los tiempos de recocido usados en la mayoría de los casos por estos autores, parecieran producir dominios pequeños ($\sim 30 \text{ \AA}$). (45)

En el mismo trabajo se analiza el efecto que Vidoz y colaboradores han denominado de deformación y envejecimiento (strain ageing). En este caso, probetas ordenadas luego de haber sido deformadas en estado desordenado, muestran un endurecimiento mayor inclusive que el de la aleación inicialmente ordenada, endurecimiento que es tanto más grande, cuanto mayor es la predeformación inicial.

Recientemente Kear (27) ha estudiado las características de la deformación de monocristales ordenados y desordenados de Cu_3Au . Este autor ha observado también la dependencia con el grado de orden inicial del espécimen, obteniendo un endurecimiento por deformación, para $S \sim 0,8$ menor que el del cristal totalmente ordenado.

En tal sentido, también Gerzha, Syutkma y Yakovleva (28) han

comprobado, en Cu_3Au y Cu_3Pd policristalino, que el coeficiente de endurecimiento por trabajado varía tanto con el tamaño de dominio de antifase como con el grado de orden.

En cuanto a la dependencia con la temperatura de ensayo, Davies y Stoloff (29) han observado que mientras el esfuerzo crítico de fluencia de Cu_3Au ordenado se mantiene prácticamente constante en el rango de $80^\circ\text{K} - 300^\circ\text{K}$, el coeficiente de endurecimiento por trabajado θ_{ord} disminuye con la temperatura, con un máximo en 350°K .

Las curvas de tracción obtenidas por estos autores presentan dos pendientes lineales bien definidas. De ellas, la inicial es menor y su extensión aumenta al disminuir la temperatura.

Resumiendo, podemos decir que el endurecimiento por trabajado del material ordenado depende tanto del grado de orden como del tamaño de dominio. A diferencia de lo que ocurre en metales puros, θ_{ord} es tanto menor cuanto menor es la temperatura del ensayo.

II.4 Geometría del deslizamiento, marcas superficiales y configuraciones de dislocación.

Si bien tanto en el caso ordenado como en el desordenado el deslizamiento en la estructura Ll_2 toma lugar en los planos de empaquetamiento compacto $\{111\}$ y según la dirección $[110]$, Tacka y sus colaboradores (30) encontraron diferencias en el marcado superficial de Ni_3Fe , Ni_3Mn , Pt_3Co , Cu_3Au y Cu_3Pd desordenado y ordenado, en réplicas observadas en el microscopio electrónico.

En el caso desordenado el deslizamiento es inhomogéneo, con bandas de deslizamiento separadas al azar a distancias que llegan

a los $6000 \text{ \AA}$ y con $500 \text{ \AA}$ de profundidad del escalón.

En contraste con estos resultados el caso ordenado muestra líneas de deslizamiento finas y homogéneamente distribuidas, **que** generalmente corresponden a un único plano de deslizamiento activado. Taoka y Sakata (32) estiman en menos de $300 \text{ \AA}$ en promedio la distancia de separación entre líneas para deformaciones del 10%. Este marcado superficial es característico de la presencia de orden en la aleación y puede comprobarse, como lo hicieron Syutkina y Yakovleva (33) que **la** presencia de orden imperfecto ya sea producido en aleaciones fuera de estequiometría o por deformaciones altas en **espécí-**menes inicialmente ordenados, producen un marcado de deslizamiento **fino**, con bandas gruesas espaciadas, similares a las del material desordenado.

Kear (27), (53) ha estudiado detenidamente las configuraciones de dislocaciones en Cu_3Au desordenado y ordenado. En el caso desordenado, en el que la curva de tracción presenta las tres zonas características de la deformación de monocristales cúbicos centrados en las caras, encuentra que, hacia el final de la zona 1 las dislocaciones están distribuidas en grupos uniformemente espaciados con deslizamiento localizado en planos conjugados. El desplazamiento promedio por plano de deslizamiento $t = \gamma d$, donde γ es la deformación de corte y d la distancia promedio entre planos activados, es de $600 \text{ \AA}$ lo que indica una estructura gruesa de bandas de deslizamiento. La distribución puede describirse como una red de Taylor, con grupos de dislocaciones alternados de signos opuestos. Esta configuración pasa en la zona 2 a una distribución en racimos ("Clusters") densos, con deslizamiento localizado intenso en los

planos conjugados.

En el caso ordenado las observaciones muestran dos características importantes:

- a) predominan las dislocaciones alargadas en el sentido del vector de Burger. En numerosos casos las dislocaciones de hélice parecieran haber hecho deslizamiento cruzado en los planos cúbicos. Como la superdislocación en orientación hélice se disocia al hacer deslizamiento cruzado, puede considerarse anclada por este proceso.
- b) El deslizamiento ocurre fundamentalmente en el plano primario, no habiendo activación del deslizamiento en planos secundarios hasta deformaciones altas.

Este autor ha observado también la estructura de dominios de antifase la que, luego de la deformación, aparece distorsionada, con la formación de nuevos segmentos en (100). Estos segmentos serían consecuencia de la completa disociación de las superdislocaciones de hélice del plano primario, que habían hecho previamente deslizamiento cruzado a (100). En otros casos (53) se observa la presencia de paredes de antifase con líneas paralelas a $[1\ 01]$ producidas por la presencia y movimiento de "jogs" en las superdislocaciones.

II.5 Modelos de deformación plástica de aleaciones ordenadas.

Discutiremos a continuación los mecanismos que han sido propuestos para explicar el endurecimiento por deformación de aleaciones ordenadas.

Flinn (8), basándose en consideraciones que ya hemos puntualizado en I.2, respecto a la energía del par de dislocaciones y

la zona de antifase que forman una superdislocación, propone tres tipos de mecanismo para la deformación según la temperatura a la que ésta se realiza:

- i) Bajas Temperaturas: entendiéndose como tales aquellas a las que no hay difusión. Las superdislocaciones estarán en situación estable o metaestable. Según lo que hemos anotado anteriormente solo para orientaciones cercanas a $[112]$, o sea el caso de borde puro, la configuración tiene las dos superparciales en el plano (111) donde se produce el deslizamiento. Estos segmentos actuarán como fuentes de Frank-Read, encontrando como obstáculos las paredes de antifase existentes al producirse el ordenamiento inicial de la aleación, según un mecanismo similar al propuesto por Cottrell para el esfuerzo de cesión. En este caso el esfuerzo de fluencia estará dado por una expresión del tipo

$$\tau = \frac{\delta}{t}$$

donde δ es la energía de antifase y t el tamaño de dominio.

- ii) Temperaturas intermedias: porciones de las superdislocaciones pueden cambiar de orientación en un proceso de activación térmica a posiciones más estables como, por ejemplo, a la configuración que tiene la zona de antifase entre las superparciales en los planos (100).

Esta situación hace que las superdislocaciones deban crear pared de antifase al moverse las superparciales en los planos (111). Por lo tanto, para estas temperaturas, el esfuer-

zo de fluencia debiera ser alto.

iii) Temperaturas elevadas: si bien las superdislocaciones toman también posiciones estables o metaestables, los procesos de difusión, activos ya a estas temperaturas, restituyen la red inicial eliminando las paredes de antifase creadas. El esfuerzo de fluencia será determinado por el movimiento viscoso de las superdislocaciones, y será menor que para el caso de temperaturas intermedias.

El mecanismo propuesto, en la etapa de bajas temperaturas, presenta la dificultad que necesita de deslizamiento múltiple para dar cuenta de la reducción de dominios y el desorden final producido por la deformación. Sin embargo Kear (27) ha observado deslizamiento en un solo plano hasta deformaciones altas.

Cohen y Bever (34) también han medido la energía almacenada durante la deformación del Cu_3Au ordenado y concluyen que el mecanismo propuesto por Flinn no da suficiente contribución como para explicar los resultados experimentales, debiendo existir otro mecanismo que contribuya a desordenar la estructura.

Más aún, Pampillo (42) ha demostrado que el modelo de Flinn predice una relación entre el coeficiente de endurecimiento por deformación θ_{ord} y los parámetros γ y τ que no está de acuerdo con las observaciones experimentales. En efecto, este autor deduce la relación

$$\theta_{\text{ord}} = \left. \frac{d\tau}{d\epsilon} \right|_{\text{ord}} = \frac{\gamma}{\alpha \tau_0} = \frac{\gamma_0 s^2}{\alpha \tau_0}$$

donde la constante α depende de la geometría de los dominios.

Puede verse que θ_{ord} debiera disminuir para τ_0 creciente, lo

contrario de lo observado experimentalmente de acuerdo con los datos de Davies y Stoloff (24).

La posibilidad de que la variación de

$$\frac{\gamma}{t_0}$$

deba tenerse en cuenta ha sido también excluida por Pampillo, ya

que $\gamma = \gamma_0 S^2$

~~##~~ y $\frac{S^2}{t_0}$

decrecer con t_0 creciente según se puede comprobar a partir de los datos de (24).

Pampillo (42) indica que, sin embargo, el mecanismo propuesto por Flinn podría contribuir a inhibir el deslizamiento en planos secundarios, dando cuenta del endurecimiento latente observado en aleaciones ordenadas.

Cabe notar también que las observaciones de Davies y Stoloff (29) dan cuenta de la existencia de un pico en el coeficiente de endurecimiento por trabajado para temperaturas en las que el mecanismo de temperatura intermedias de Flinn podría ser válido.

Kear (27) basándose en sus observaciones con microscopía electrónica, muestra que los anillos de superdislocaciones están alargados en la dirección del vector de Burger, comportamiento que puede explicarse si los segmentos de orientación de hélice hacen deslizamiento cruzado sobre los planos cúbicos, proceso energéticamente favorable, puesto que la energía de antifase es menor en estos planos.

Según Kear, el esfuerzo de fluencia para el material ordena-

do está dado por:

$$\tau = \tau_F + \tau_C$$

donde τ_F es un esfuerzo friccional y

$$\tau_C = G b/L$$

es el esfuerzo necesario para arquear los segmentos de superdislocación en orientación de borde y longitud L entre puntos de anclaje, producidos por el deslizamiento cruzado de los segmentos de hélice. Para explicar el endurecimiento presentado por el material ordenado, es necesario que L decrezca con la deformación. En un trabajo reciente, Kear (53) no ha encontrado evidencia experimental de que esto ocurra así.

Basándose también en la posibilidad del deslizamiento cruzado, Davies y Stoloff (29), (35) han tratado de explicar el endurecimiento del material ordenado con un modelo de agotamiento de las fuentes de dislocaciones.

En este modelo, los segmentos de hélice hacen deslizamiento cruzado, y anclan el anillo de superdislocación. Este proceso agota rápidamente la fuente de Frank-Read, que luego de producir un reducido número de anillo, deja de funcionar, debiéndose activar fuentes en planos vecinos, lo que da cuenta del aspecto que presentan las líneas de deslizamiento.

Para explicar el comportamiento con la temperatura de ensayo, estos autores indican que el proceso de deslizamiento cruzado implica la formación de una constricción en las superparciales. Este proceso es más difícil a bajas temperaturas, lo que daría lugar a la formación de un número menor de barreras que agoten las

fuentes de Frank-Read. Davies y Stoloff (17) han observado el mayor distanciamiento entre las bandas de deslizamiento que produce el tener mayor cantidad de deslizamiento en un menor número de planos, al deformar a bajas temperaturas. A medida que se eleva la temperatura del ensayo, la activación térmica contribuye al proceso de constricción, formándose así mayor número de barreras. Por encima de cierta temperatura, el proceso de deslizamiento cruzado resulta tan fácil como para que tome lugar en ambas superparciales, evitando así nuevamente la formación de barreras. Davies y Stoloff (17) explican así la presencia del máximo en el coeficiente de endurecimiento encontrado en Cu_3Au y Ni_3Al .

Estos autores indican también (17), que los efectos de envejecimiento y endurecimiento observados por Vidoz y colaboradores se pueden explicar si se tiene en cuenta que gran parte de las superdislocaciones serán sésiles, por haber crecido durante el recocido de ordenamiento la pared de antifase entre superparciales, en planos $\{100\}$ preferenciados energéticamente. Estas superdislocaciones actúan como barreras de aquellas superdislocaciones móviles. Para que la deformación continúe a la velocidad de deformación impuesta, nuevas fuentes, a mayor nivel de esfuerzo, deben activarse, lo que da cuenta del mayor endurecimiento.

Vidoz (36) ha criticado este tipo de teoría en base al hecho de que el deslizamiento cruzado toma lugar espontáneamente bajo el solo efecto del esfuerzo aplicado. Tanto en el caso de Kear (27) como en el de Davies y Stoloff (17) no se da cuenta de los obstáculos que deben existir para producir las constricciones necesarias para que el proceso de deslizamiento cruzado to-

me lugar. Aún cuando existiera deslizamiento cruzado, serían en último caso estos obstáculos los que controlarían el proceso de deslizamiento.

Dentro del marco de estas teorías no queda explícito tampoco, el proceso por el cual durante la deformación se produce desorden en el cristal.

El proceso de intersección entre superdislocaciones del plano de deslizamiento con aquellas no contenidas en él, ha sido analizado por Vidoz y Brown (37) y posteriormente por Popov y Orlov (38).

Los "jogs" creados en el proceso, dos en cada superparcial en el caso más general, no estarán en general alineados, creando la superdislocación al moverse un tubo de P.A.F. según indica la Fig. 8. Estos tubos necesitan energía adicional para su formación, energía que, según los autores mencionados, está dada por:

$$E_{\text{tubo}} = \left(\frac{\lambda}{\pi} \right) G b^2$$

donde

$$\lambda = \frac{\text{ancho tubo}}{d}$$

siendo d la separación entre las superparciales, G el módulo de corte y b el vector de Burger. Esta formación de tubos da una contribución al esfuerzo de fluencia de:

$$\Delta \sigma = \frac{\eta \lambda}{8 \pi} G b$$

donde η es la densidad lineal de "jogs" en las superdislocaciones.

Observamos que este modelo no tiene una dependencia explícita con el tamaño de dominio ordenado ni con la temperatura. Poste-

riormente Vidoz (39) ha propuesto algunas modificaciones que tienen en cuenta esta dependencia y que discutiremos en el Capítulo V.

Es también crítica para el modelo la existencia de deslizamiento en más de un plano cristalográfico. Como ya ha sido mencionado, Kear (33), ha encontrado evidencia de una actividad creciente en sistemas secundarios de deslizamiento con la deformación. Pero esta activación toma lugar en cantidades pequeñas comparadas con el deslizamiento en el sistema primario.

Posteriormente Vidoz y Victoria (18) han indicado que debe tenerse en cuenta un proceso de aniquilación de tubos, puesto que los "jogs" en cada superparcial tratarán de alinearse bajo el efecto de la tensión superficial del tubo de APB. Suponiendo que el proceso de aniquilación tiene lugar, luego de que la superdislocación se mueve una distancia $\frac{1}{2}b$, estos autores demuestran que es necesario solo un pequeño aumento en la densidad del bosque ρ_{bosque} ($\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$ para deformaciones de 0,5), para que el modelo sea aplicable.

El modelo puede dar cuenta también (18) de los cambios en energía almacenada durante la deformación observada por Cohen y Bever (34) en Cu_3Au y del desorden producido por la deformación, ya que los tubos de antifase producidos implican mayor energía almacenada y mayor desorden.

Vidoz y Brown (37) ha explicado también el mayor endurecimiento producido por el ordenamiento luego de predeformar el material desordenado. En general, las paredes de antifase de la superdislocación habrán crecido en planos que inmovilizan las superdislocaciones. Las nuevas fuentes activadas producen superdis-

locaciones libres de "jogs". El esfuerzo necesario para moverlas es menor que el del material inicialmente ordenado para igual deformación. Pero el proceso de intersección, que es tanto más efectivo cuanto mayor sea la predeformación inicial (que aumenta la densidad de dislocaciones del bosque) produce "jogs". Luego de una cierta deformación, la concentración de "jogs" es la de equilibrio, siendo entonces el esfuerzo de fluencia aproximadamente igual al del material inicialmente ordenado para la misma deformación total.

Popov y Kozlov (40) han discutido estos resultados en base a cálculos realizados con los diversos modelos hasta aquí presentados, llegando a la conclusión de que ninguno de ellos da el orden de magnitud correcto del esfuerzo de fluencia. Estos autores proponen por ello como causa para un mayor esfuerzo de fluencia en la aleación ordenada, el aumento de pared de antifase producido por el anillo de superdislocación que se expande.

Estos autores, igualando el aumento de energía debido al incremento en área de la pared de antifase con el trabajo extra realizado por el esfuerzo aplicado, obtienen la relación

$$\Delta \sigma = \frac{d}{b (2R + d)} \quad (\text{II.5.1})$$

donde d es el ancho de la superdislocación, R el radio del anillo formado por la misma. Para $R \gg d$ este esfuerzo es equivalente al necesario para aumentar en $(2R/d)b$ el ancho de la zona de antifase. El esfuerzo extra necesario disminuye para R creciente, es decir a medida que el anillo de dislocación se expan-

de dando lugar a la deformación. Esto ~~significa~~, que para que el mecanismo pueda explicar el aumento del esfuerzo de fluencia observado, la longitud efectiva de la superdislocación (a la que se asimila R ahora) debe disminuir, por un mecanismo de anclaje del que estos autores no dan cuenta.

Un resultado similar al de la ec. II.5.1 puede obtenerse si se tiene en cuenta la ~~tensión~~ de línea de la superdislocación.

Vasil'yev (41) ha hecho este tipo de cálculo, computando la energía de línea de la superdislocación como

$$\Gamma_{SD} = 2 G b^2 + \gamma d$$

Si se calcula ahora el esfuerzo necesario para activar una fuente Frank-Read de superdislocaciones, de longitud l , esta resulta

$$\sigma_{FR}^{SD} = \frac{2 G b + \gamma d/b}{l}$$

que es mayor en

$$\Delta \sigma = \frac{\gamma d}{b l}$$

que el esfuerzo necesario para activar una fuente Frank-Read de una dislocación simple, y que indica que las superdislocaciones son menos flexibles que las dislocaciones simples. Este resultado es similar al propuesto por Popov y Kozlov si $R \gg d$.

Vasil'yev concluye que es más importante para frenar la superdislocación, no la tensión de línea, sino la producción de antífase y defectos puntuales por los "jogs".

CAPITULO III

Método Experimental

III.1 Algunas características de las aleaciones usadas en la presente investigación.

III.1.1 Ni_3Fe .

El diagrama de fases para composiciones próximas a la estequiometría se indica en la Fig. 9. La temperatura de fusión para esta composición es de 1430°C (44). La temperatura crítica de ordenamiento se halla alrededor de $503\text{-}506^\circ\text{C}$ (43).

Por debajo de T_c el ordenamiento es sumamente lento, necesitándose velocidades de enfriamiento de $1^\circ\text{C}/\text{hs}$ en el rango $500^\circ\text{C}\text{-}400^\circ\text{C}$ para obtener ordenamiento apreciable (43).

En cuanto al tamaño de dominio, los resultados de difracción de neutrones obtenidos por Lyashchenko y sus colaboradores (45) indican que los dominios no crecen más allá de los $30 \text{ \AA}$. Por la forma en que los perfiles de las líneas de superred han sido analizados, este valor no puede tomarse como definitivo. Tampoco los escasos resultados de Wakelin y Yates (43), que dan como valor límite del tamaño de dominio algunos cientos de $\text{\AA}$, dan una información completa. Davies y Stoloff (24) por su parte han medido el tamaño de dominio en recocidos isotérmicos. Sus resultados se resumen en la Fig. 10.

De acuerdo con Wakelin y Yates (43) y Lyashchenko y colaboradores (45) el máximo grado de orden obtenible es $S = 0,9$ para composiciones ligeramente por debajo de la estequiometría (73/27 Ni:Fe). Para la estequiometría, el máximo es de $S = 0,8$.

Las cinéticas de ordenamiento han sido estudiadas por Iida (46)

de análisis calorimétrico. Sus resultados indican la presencia de orden de corto alcance para tiempos de recocido de hasta 10 hr a 490°C, al que sigue la formación de orden de largo alcance. Se observaron cambios en la energía interna para recocidos superiores a las 60 hs a 490°C.

Según Payard y Behot (47) tanto la energía de falla de apilamiento, como la energía de antifase son bajas en esta aleación. Esta observación realizada con microscopio electrónico, parece confirmarse por observaciones con el microscopio óptico realizada en el curso de la presente investigación que muestran una gran facilidad para la formación de maclas en la aleación.

III.1.1 Cu₃Au.

Cu y Au forman una serie continua de soluciones sólidas. Se conocen en ellas tres fases ordenadas, centradas alrededor de las composiciones Cu₃Au, CuAu y Au₃Cu.

Para la composición Cu₃Au, la temperatura de fusión es de 1063°C y la temperatura crítica es de 390°C.

En este caso el proceso de ordenamiento es rápido. Dominios más con $S \approx 1$ pueden obtenerse con velocidades de enfriamiento de algunos grados por día en el rango de 350°C - 400°C.

El grado de orden obtenible por recocidos isotérmicos es de 0,8. Por ser las únicas mediciones simultáneas del grado de orden y tamaño de dominio han sido llevadas a cabo, para recocidos isotérmicos, por Davies y Stoloff (24) y se indican en la

III.2.2 Equipo y técnicas experimentales.

Para la presente investigación es necesario contar con especímenes monocristalinos que hayan sido obtenidos de un mismo cristal inicial, para poder comparar los distintos resultados. Según el tipo de tratamiento que se desee estudiar, es necesario obtener entre 2 y 5 especímenes con la misma orientación cristalográfica. Para obtener especímenes que no presenten problemas de tamaño durante su tratamiento posterior, se decidió usar muestras de unos 50 mm de largo, con una longitud de deformación efectiva de 30 mm.

Luego de algunos ensayos iniciales con métodos de recristalización, se decidió usar el método de Bridgman, con algunas modificaciones. Como es bien conocido este método aprovecha el hecho que bajo ciertas condiciones de enfriamiento o de movimiento de la interfase sólido-líquido, es posible crecer un único grano en todo el espécimen macroscópico. Para obtener las condiciones de crecimiento, es necesario controlar la temperatura de la interfase en $\pm 1^{\circ}\text{C}$; así como también, en el caso de nuestros especímenes tener la posibilidad de mover la interfase a velocidades del orden de los 0,2 - 0,4 mm/min a lo largo del espécimen. Con el objeto de evitar problemas de oxidación ó de contaminación de las muestras, el proceso de crecimiento debe llevarse a cabo en vacío.

El horno usado para crecer los cristales, es un equipo de calentamiento por radiofrecuencia, marca "Lepel" de 23 Kw de potencia máxima. Adicionado a este equipo se usó una unidad de refinación zonal ("zone refining") también marca "Lepel".

En la Fig. 12a puede observarse el panel de control del sis-

En el caso de Ni_3Fe los especímenes fueron preparados de la siguiente forma.

La aleación fué producida por el Dr. C. Dean Starr de la Wilbur B. Driver Co., Newark, N.J., EE.UU. a partir de Ni y Fe electrolíticos con los que se obtuvo un primer lingote en vacío, calentando por inducción. A este lingote inicial se le agregaron pequeñas cantidades de Mn y Al puros para facilitar su posterior deformación.

A partir de chapa de unos 4 mm de espesor, se cortaron varillas de 4 x 4 mm, que fueron luego deformados en una máquina de deformación axial por impacto ("swaging machine"), hasta obtener cilindros de 3,5 mm de diámetro y longitudes entre 20 y 30 cm. Estas varillas fueron posteriormente recocidas para eliminar tensiones internas, que pudieran modificar la posición del espécimen en el molde.

Se ensayaron diversos métodos para sostener el espécimen durante el crecimiento. El más obvio, el de crecer el cristal sin molde alguno, que es el normalmente usado para el refinamiento zonal resultó inútil debido a la inestabilidad de la zona fundida, probablemente debida al pequeño diámetro de los cilindros con respecto al de la bobina de calentamiento. Se intentó también crecer el cristal en crisoles de alúmina con aproximadamente el diámetro del espécimen, pero debido a que la fase líquida de la aleación moja la superficie del crisol, resultó imposible crecer los cristales en estas condiciones ya que al solidificar se producen numerosos granos en la superficie.

Se decidió entonces usar un molde blando, constituido por un

polvo fino de alúmina, en el que se compacta el espécimen, según se indica esquemáticamente en la Fig. 13. Se usó un filtro de papel sobre este compactado, y sobre él una columna de alúmina de grano grueso. Todo el molde está comprimido por pequeños cilindros de hierro. El sistema, aún a costa de tener una alta impedancia de bombeo permite retener el molde de polvo de alúmina sin la dispersión de ésta. Luego del desgasado, el sistema llega a vacíos finales mejores que 10^{-5} mm Hg.

La baja conductividad térmica de la alúmina, así como el calentamiento directo de la muestra por inducción, permiten contener el molde en un tubo de cuarzo, aún cuando este material tiene un punto de fusión más bajo que el de la aleación. Esto hace más sencillas las tareas de preparación del crisol que si se trabajara con otros materiales refractarios usados a estas temperaturas (tubo de alúmina, por ejemplo).

La potencia óptima de trabajo fué determinada a través de varios ensayos, lo mismo que la velocidad de desplazamiento del espécimen obteniéndose los mejores resultados para velocidades de

$$0,2 - 0,25 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$$

Una vez pasado el cristal por el sistema de crecimiento, se retira del molde y se realiza una primera inspección por macroataque para comprobar si se trata efectivamente de un monocristal. A tal efecto se usó una solución de 20% de ácido clorhídrico y 80% de ácido nítrico. Con el método descrito se han crecido cristales de hasta 30 cm y 3,5 mm de diámetro (Fig. 14). Debido pro-

blemente a que no se modifican las condiciones de potencia entregada por el calefactor a lo largo del espécimen (es decir, a medida que varían las condiciones de disipación del molde) no ha sido posible obtener cristales más largos. Para tener completa seguridad de si se trata o no de un monocristal y de su perfección cristalina, se obtienen análisis de Rayos X, con el método de Laue de retroreflexión, de los dos extremos del cristal y se comparan sus orientaciones.

Una vez comprobado que el espécimen es monocristalino, se procede a cortar trozos de 50 mm de longitud. Para ello se usó una sierra de ácido, Fig. 15, según el clásico modelo de Maddin y Col (56). En nuestro caso se usó hilo de coser de algodón que se moja en la solución de ataque mencionada anteriormente. Con este método, es posible cortar el diámetro de la varilla en aproximadamente una hora sin producir deformaciones.

En algunos casos se ha usado también una cortadora a disco "Buhler" con un disco ultrafino.

Los trozos así obtenidos, Fig. 14b, son pintados en ambos extremos con pintura asfáltica. Una vez secada la pintura, se atacan con la solución de clorhídrico/nítrico hasta reducir el diámetro a 2,5 mm en una longitud de 30 mm obteniendo así los especímenes de tensión definitivos, Fig. 14c.

A continuación se da a los especímenes un tratamiento de microhomogenización de 24 hrs. a 1300°C en vacío y finalmente se los pule electrolíticamente en una solución de 20% de ácido perclórico, 80% de ácido acético, hasta obtener en la sección de ensayo una superficie especular..

Se dan a continuación los análisis químicos de la aleación:
Análisis químico realizado en Wilbur B. Driver Co.:

Ni 73,84 %
Mn 0,11 %
Al 0,042 %
C 0,019 % (estimado < 0,01%)

Análisis químico realizado en nuestros laboratorios, previo al crecimiento de los monocristales:

Ni 72,43 % At
Fe 27,58 % "

Por último el análisis realizado luego de crecer el monocristal:

Ni 72,09 % At
Fe 27,90 % At

No se observan diferencias apreciables de composición dentro del error experimental en muestras obtenidas de ambos extremos del cristal obtenido.

En el caso de Cu_3Au , la aleación preparada a partir de Au 99,9 % y Cu 99,99 % fué fundida en un tubo de cuarzo en atmósfera de N_2 . Se tuvo especial cuidado en homogeneizar el lingote fundido agitando constantemente el tubo. El cilindro resultante, de unos 9 mm de diámetro y 12 cm de largo, fué deformado en la máquina de deformación axial por impacto y en una laminadora con rodillos con canaletas hexagonales. Se efectuaron recocidos de recristalización intermedios. El resultado final, fueron varillas de unos 30 cm de largo y 3,5 mm de diámetro.

Para crecer los monocristales se usó en este caso un molde de grafito desarmable, según puede verse en la Fig. 16.

Salvo la menor temperatura de fusión, las condiciones de crecimiento fueron idénticas a las de los cristales de Ni_3Fe . Debido al mejor acoplamiento entre la bobina de calentamiento y el molde cilíndrico de grafito, que actúa como suscepto en este caso, la potencia usada fué apreciablemente menor que para el caso de Ni_3Fe .

Para atacar los cristales resultantes se usó una solución al 10% de cianuro de potasio en agua usando el cristal como un electrodo y un cilindro de grafito como segundo electrodo. Se utilizó corriente alterna con una intensidad de 3 Amp/cm².

Debido a la alta densidad de corriente necesaria para producir el ataque, solo se pueden atacar zonas sucesivas del cristal, a medida que este se va cortando en secciones de 50 mm de longitud. Esta última operación se realiza en una cortadora Juhler a disco, con el disco ultrafino.

Los cristales así obtenidos son orientados con Rayos X y luego tratados por 24 hrs. a 900°C para homogeneizarlos.

Los análisis químicos de las muestras dieron 50,79% en peso de Au. El Cu se tomó por balance.

Para obtener espécímenes de tracción con sección de deformación reducida, se usa en este caso una máscara de cinta de vidrio, de la Minnesota Mining & Manufacturing Co. Nº 69. Se pega esta cinta a 1 cm de cada extremo, y luego se pule electrolíticamente el espécimen en una solución de cianuro de potasio y ácido fosfórico (48).

Se hace notar que se comprobó que el resultado de este tipo de pulido electrolítico en aleaciones es aleatorio, y muy sensi-

ble a condiciones de pulido tales como temperatura, edad del electrolito y velocidad de movimiento del espécimen.

Tanto en el caso de Ni_3Fe como en el de Cu_3Au , los análisis químicos de los monocristales demostraron homogeneidad a lo largo de toda la muestra y valores de concentración que concuerdan, dentro del error experimental, con los del material policristalino.

Con el objeto de obtener un mismo estado inicial, común a todos los especímenes, los cristales de Ni_3Fe fueron templados en agua luego de ser recocidos por 1 hr. a 800°C . El equipo usado para el templado (Fig. 17), consiste en un tubo de cuarzo vertical, con cierres de vacío en ambos extremos (según indica el esquema Fig. 18a) colocado en el interior de un horno a resistencia eléctrica, cuya temperatura es controlada. El cierre superior permite el pasaje hermético de una termocupla (55) (ver Fig. 18b) y además contiene un sistema de suspensión de alambre, con contactos eléctricos externos, del cual se suspende un barquillo de Ni_3Fe que contiene los monocristales de Ni_3Fe a temprar. El cierre inferior se hace con una ventana de mylar.

Para templar los especímenes se hace pasar un pulso de corriente por el alambre de suspensión del barquillo, cortándolo. El barquillo perfora la ventana de mylar para caer en un recipiente que contiene el líquido del templado (agua en nuestro caso).

Luego del templado, aquellos especímenes que deban ser ordenados se recocen en hornos de vidrio, Fig. 19, en vacíos mejores que 10^{-6} mm Hg. Los hornos, a resistencia eléctrica están

controlados, siendo su temperatura regulada dentro de $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

En todos los casos tratados en el presente trabajo, los recocidos fueron isotérmicos, tratando los especímenes a distintos tiempos (entre 19 y 1000 hrs.) a 480°C . Esta temperatura fué seleccionada para poder comparar nuestros datos experimentales con aquellos obtenidos por Vidoz y colaboradores (31) y Davies y Stoloff (24) usando estos últimos como guía para conocer el tamaño aproximado de dominio de antifase en la aleación.

En el caso de Cu_3Au los especímenes son templados en agua en un tubo de cuarzo cerrado, en atmósfera de Helio, luego de haber sido colocados en un horno a resistencia eléctrica por una hora a 700°C .

Para ordenar estos especímenes se los colocó en tubos de vidrio por diferentes tiempos en un horno de sales de composición (aproximada) NaNO_2 50% ; KNO_3 50% ; mantenido a 350°C dentro de 1°C . Nuevamente, esta temperatura fué seleccionada con el objeto de usar los valores de tamaño de dominio de antifase y grado de orden obtenidos por Davies y Stoloff (24).

Una vez llevados a cabo los tratamientos térmicos antedichos los especímenes se hallan listos para ser deformados.

La deformación bajo tracción fué realizada en una máquina de tensión dura tipo Polanyi (Fig. 20 y 21). El elemento principal de la máquina lo constituye el tornillo milimétrico de rosca lapidada A que gira sobre apoyos con rulemanes B_1 y B_2 , contenidos en la jaula fija de hierro D. Un motor "Zero-Max" tipo 80/JS/100/MR de $1/4$ HP con su caja de velocidades transmite su movimiento, a través de un sistema de piñón y cadena E

manivela C, al tornillo. A la salida de la caja de engranes el sistema puede variar su velocidad entre 0 y 100 r.p.m. en forma continua, pudiendo elegirse la velocidad con el movimiento de la manivela F. El sistema permite también la rápida inversión del sentido de marcha.

El giro del tornillo milimétrico produce el desplazamiento de la plataforma G, que sostiene la jaula móvil H, a través de barras cilíndricas de acero inoxidable I_1 e I_2 , las que se desplazan sobre rufas embujadas en la plancha inferior de la jaula fija.

Pasante a través del tornillo, que es hueco, se desliza otra varilla cilíndrica articulada J. Un extremo de esta varilla lo conforma el cabezal cardánico K del que se suspenden las mordazas para el espécimen; el otro se articula en un dinamómetro L.

El espécimen se deforma entonces entre el extremo inferior de la varilla, fijo al dinamómetro, y el extremo inferior de la jaula móvil.

Los dinamómetros usados son marca J₀ Langham Thompson (Ether). Pueden soportar cargas máximas entre 500 y 1000 Lbs. Estos dinamómetros están contraluidos por anillos de Cu Be sobre los que se hayan pegados los "strain gauges", pequeñas resistencias cuya resistividad varía con la deformación impuesta al anillo por la carga.

Estas resistencias conforman un puente tipo Wheatstone cuya señal de desequilibrio es detectada y registrada en el eje Y de un registrador XY Leeds & Northrup. El sistema del dinamómetro se alimenta con 18 Volt c.c. con una sensibilidad de 4 mV/V aplicado.

En el registrador-dinamómetro se ha incluido un supresor de ruido constituido por una batería y un divisor de tensión, que

al ir hasta 50 mV en escalones de 10 mV, amplitud
 de la escala del registrador.
 La linealidad de la respuesta en mV frente a la carga apli-
 cada ha sido comprobada de dos formas:

- 1) Mediante una calibración realizada aplicando cargas sucesi-
 vas y conocidas al dinamómetro, en saltos de 1; 5; y 10 Kg
 aproximadamente.
- 2) Aplicando cargas de hasta 100 Kg en una máquina de deforma-
 ción Instron en la que el espécimen lo constituía el dina-
 mómetro en prueba, registrándose todo con los circuitos y
 registradores que se usarían luego en la máquina de tracción
 para evitar problemas de adaptación de impedancia.

En estas pruebas, los dos dinamómetros demostraron tener una
 respuesta lineal dentro del error experimental. Los factores de
 conversión expresados en Kg de carga por mm de carta desplazados
 en el registrador son

Dinamómetro	Dinamómetro
100 Lbs	1000 Lbs
0,34 Kg/mm	0,34 Kg/mm

- 3) Para medir la deformación se usó un transductor inductivo.
 Este tipo de desplazamientos lineales está constituido por un
 sistema de reluctancias, uno de cuyos brazos es variable, por el
 que pasa una aguja de ferrite en el campo de la bobina.
 Los desplazamientos se traducen en una señal de desajuste del
 flujo. Esta señal se detecta, es amplificada y rectificada pa-
 ra ser introducida en el eje X del registrador Leeds &
 para la calibración previa, realizada con un sistema de ca-

eléctrico, permite traducir esta señal en mm. El sistema también el control continuo de la velocidad de deformación de la máquina. Se realizó una calibración de la escala desde el motor y de la velocidad de desplazamiento del cabezal. Estos valores son:

Div. n°	35	30	20	10	5
Velocidad	$8,1 \times 10^{-3}$	$6,8 \times 10^{-3}$	$3,7 \times 10^{-3}$	$1,6 \times 10^{-3}$	$7,2 \times 10^{-4}$
[mm]					

En indicación de lo contrario, todos los ensayos fueron hechos a cabo con una velocidad de deformación de 10^{-4} sec^{-1} en especímenes de 30 mm de longitud de deformación.

Como ya hemos indicado, el sistema de suspensión de los especímenes articulado, lo que lo hace autoajutable frente a desalineaciones pequeñas del eje de carga.

La jaula de deformación H ha sido diseñada de forma de poder ser usada a distintas temperaturas. La plataforma L permite sostener un termo de vidrio, que se usa para ensayos a N_2 líquido. En otro punto fijo usado a temperaturas subatmosféricas, se introduce la jaula en un baño de esa sustancia, estando en un termo de boca ancha.

Para ensayos por encima de la temperatura ambiente, se usa un baño de aceite de silicones, calentado por medio de resistencias eléctricas.

En todos los casos, la temperatura sobre el espécimen, se midió con termopares de 0,5 mm de diámetro de Chromel-Alumel ubicadas

extremos de la longitud de deformación del espécimen.
Se evitaron gradientes de temperatura sobre este.
Las mordazas que sostienen los cristales son de un diseño:
bajo tracción. En ellas tres muelas de acero inoxidable
se montan sobre una matriz cónica, también de acero inoxidable.
El espécimen tiene una superficie dentada que muerde al espécimen.
El sistema se ajusta inicialmente con una tapa roscada.
Después de que la región dentada de las muelas ha mordido el espécimen,
se desliza la superficie cónica sobre la que se desliza
el espécimen bajo tracción para asegurar aún más el espécimen.
Después de que bajo los efectos de la carga, el espécimen
se mueva en las mordazas.

Para determinar la orientación del espécimen se
hizo un análisis de Rayos X. En numerosos casos se
determinó la orientación del eje tensil del espécimen en función de
la difracción. Para ello se diseñó un soporte móvil que permite
desplazarse en retroceso de distintas zonas del cristal
dentro de las mordazas y evitando así los efectos de de-
formación en las mordazas. El soporte (Fig. 22) consiste en una
cama que se desliza paralelamente a sí misma controlada
por un cremallero. Descansa sobre un cilindro de bronce. La cama
tiene una ranura que permite que el haz de Rayos X
pase a través del espécimen, el cual es colocado con las mordazas.

La fotografía gráfica del espécimen fue llevada a ca-
maras de película Reichert Mel. Para aquellos casos en

los que la observación de la estructura de líneas nuevas de deslizamiento era necesaria, se pulió el espécimen con la técnica de "Tampon", sin sacar el cristal de las mordazas, y usando un electrolito de 10% de ácido perclórico en 90% de butilcellusolve. Luego de deformar el espécimen 1% más, se realiza la observación de líneas de deslizamiento.

En algunos casos, se tomaron réplicas de la superficie de la muestra sobre un acetato, que luego de fijarse en una base de vidrio, con cinta engomada de doble faz, es aluminizado por evaporación en vacío. Esta técnica de réplicas presenta la ventaja de que el resultado final es una superficie de observación plana, puesto que resulta de rectificar la superficie del espécimen cilíndrico.

Anotamos aquí también que se observó que el envejecimiento del reactivo de 80% ácido acético y 20% de ácido perclórico, usado en el pulido electrolítico de Ni_3Fe produce figuras de corrosión. Este efecto será motivo de un estudio sistemático posterior.

CAPITULO IV

Resultados experimentales

IV.1.- Mediciones en Ni_3Fe

IV.1.1.- El esfuerzo crítico de fluencia.

La Fig. 23 muestra los efectos de tiempos crecientes de recocido a 480°C sobre el esfuerzo crítico resuelto de fluencia (E.C.R.)

Como la aleación que investigamos no presenta un punto de ceción bien definido, los especímenes fueron deformados a temperatura ambiente un 0,05%. Luego se extrapoló la parte plástica de la curva hasta intersectar con la región lineal elástica y se tomó como E.C.R. el correspondiente al punto extrapolado.

Los puntos indicados corresponden a diferentes cristales de una misma orientación y la indicación de error en cada punto corresponde a la dispersión en los valores obtenidos. Para el material desordenado (templado) se usó un solo espécimen (y por ello no lleva indicación de error) y en los puntos subsiguientes se usaron dos o más especímenes con idénticos recocidos.

La observación metalográfica de todos los especímenes ordenados mostró líneas de deslizamientos correspondientes a un solo sistema de deslizamiento activado.

En los resultados obtenidos con el cristal L6 como con el L22 (Fig. 24) puede observarse que, para ambas orientaciones, el máximo en el E.C.R. se halla en las proximidades de 36 hrs. de recocido. Se han incluido en los diagramas los tamaños de dominio obtenidos por Davies y Stoloff (24) para recocidos isotérmicos a 480°C . Debemos notar aquí que el máximo, que de acuerdo con estas mediciones se hallaría para dominios del orden de $16 \text{ \AA}$, se encuen-

en ta años de dominio por debajo de los γ contrados por el
 en mediciones de dureza (aproximadamente 40 H_V).

IV.1.1. Endurecimiento por deformación.

a) Especímenes desorientados: La Fig. 25 muestra el comporta
 de el cristal L17 bajo tracción. Este resultado es similar a los
 obtenidos para otras orientaciones.

Los valores del esfuerzo resuelto en el plano y de la defor-
 mación de corte en el plano, que se representan en esta figura
 en sido calculados mediante las fórmulas dadas por Schmid y
 (54), suponiendo deslizamiento en un solo sistema cristalo-
 gráfico:

$$\tau = \frac{\cos \psi_0}{A_0} L \sqrt{1 - \frac{\sin^2 \lambda_0}{(1 + \epsilon)^2}}$$

$$a = \frac{1}{\cos \psi_0} \left[(1 + \epsilon) \sqrt{1 - \frac{\sin^2 \lambda_0}{(1 + \epsilon)^2}} - \cos \lambda_0 \right]$$

donde

ψ_0 = ángulo formado entre la normal al plano de deslizamiento
 y la dirección inicial del eje tensil.

λ_0 = ángulo formado por la dirección de deslizamiento y el
 eje tensil.

A_0 = área inicial del espécimen.

L = carga

$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0}$ elongación porcentual.

Se puede observar que los cristales desordenados se comportan bajo tracción en forma similar a otras aleaciones de estructura cúbica centrada en las caras (49)(50) mostrando tres estados bien definidos. En la Fig. 26 se definen en una curva esquemática los parámetros típicos de endurecimiento por trabajado.

Luego de un punto de cesión, que no es observable en todos los casos, el cristal deforma en forma inhomogénea, con la formación de una o más estrangulaciones macroscópicas en el espécimen.

La deformación se propaga luego, por lo que parecieran ser bandas de Lüders, aún cuando éstas no tienen un frente bien definido. En toda esta primera etapa la curva no presenta prácticamente endurecimiento por trabajado, con pendientes entre 0 y 3,3 Kg/mm².

En la observación metalográfica, se observan evidencias de un solo sistema de deslizamiento activa^{do}, con bandas gruesas y de distribución inhomogénea según puede verse en la Fig. 27a. Una vez que la deformación ha tomado lugar a lo largo de toda la longitud del espécimen, (uniformizando la sección de este a aproximadamente una sección elíptica), se detecta una región de endurecimiento lineal o etapa II, con una pendiente típica de $G/400$ donde G es el módulo de corte.

Las observaciones metalográficas efectuadas cuando el estado II está bien desarrollado, o al final de él (puntos 2 y 3 en la Fig. 25), indican la presencia de líneas de por lo menos dos sistemas de deslizamiento activados (Fig. 27b).

Para deformaciones más grandes, la pendiente disminuye, dando

lugar a una tercera etapa en la curva de tracción. Esta etapa corresponde a procesos de recuperación dinámica y la observación metalográfica muestra el marcado característico del deslizamiento cruzado.

En la tabla II se indican los valores de los diferentes ~~parámetros~~ para cristales con distintas orientaciones iniciales, deformados a temperatura ambiente.

En general la dependencia de estos parámetros es similar a la ya observada por otros investigadores (49)(50) en soluciones sólidas de estructura cristalográfica similar.

Dentro de una dispersión del 14% los valores de τ_0 no dependen de la orientación así como tampoco parecieran hacerlo τ_{II} ó τ'_{II} . ϵ_{II} es más pequeño, cuanto más cerca se halla la orientación inicial de la línea de simetría, aunque este efecto es menos notable que en metales puros.

Los escasos valores de τ_{III} y ϵ_{III} no parecieran indicar una dependencia fuerte con la orientación. En cuanto a la dependencia de θ_{II} con la orientación, los datos recogidos indican que la pendiente es mayor para orientaciones iniciales próximas al centro del triángulo estereográfico o sea las posiciones de "fácil deslizamiento" (como por ej. la del cristal L17).

También se indica en la tabla II los valores de los parámetros correspondientes a ensayos realizados a temperaturas de 77°K y 473°K. Tanto τ_0 como θ_{II} decrecen con temperaturas crecientes.

En la Fig. 25 se muestra también la reorientación del eje

tensil del espécimen con la deformación. Los puntos numerados corresponden a las flechas con igual número en la curva de tracción correspondiente. Se observa que el eje sobrepasa en su movimiento hacia la dirección $[101]$ en algunos grados la línea de simetría $(001) - (\bar{1}\bar{1}1)$. Este hecho ha sido ya observado en otras aleaciones de estructura cúbica centrada en caras (49) (50)(51).

En la tabla III se comparan los valores de la elongación porcentual ϵ medidos, con aquellos calculados según la fórmula:

$$1 + \epsilon = \frac{\text{sen } \lambda_o}{\text{sen } \lambda_f}$$

donde λ_o y λ_f son respectivamente los ángulos medidos inicial y final, que hace el eje tensil con la dirección de deslizamiento $\bar{1}01$.

También se indica en esta tabla el resultado del cálculo inverso, es decir partiendo del valor de la elongación medido se halla el valor del ángulo final del eje tensil con la dirección $[\bar{1}01]$, $\lambda_f^{\text{calc.}}$ correspondiente. Esta cálculo se realiza suponiendo siempre deslizamiento en un solo sistema cristalográfico.

La dispersión de los valores se acentúa aún por dos factores:

- 1) La deformación inhomogénea inicial del espécimen desordenado torna muy difícil el encontrar un valor promedio a la reorientación del eje tensil.
- 2) El fuerte asterismo producido como consecuencia de la deformación hace que algunos puntos de la placa Laue obtenida se

extiendan en 2º y hasta 3º. Un promedio pesado de su intensidad es prácticamente imposible debido a la forma de los puntos.

b) Especímenes ordenados: La Fig. 25 muestra también el comportamiento bajo tracción de un espécimen recocido durante 72 hrs. a 400°C. Este tratamiento, según los resultados de Davies y Stollhoff (24), produce dominios de antifase de alrededor de 30 Å.

Luego de una pendiente inicial ligeramente menor θ_0 , a partir de un valor ϵ_0 , la curva presenta una pendiente lineal θ_{ord} hasta deformaciones altas (ver tabla IV). Hacia el final de la curva, cerca ya de la fractura, la curva presenta en algunos cristales (ver por ej. cristales L12, L14A y L17 en Fig. 28 y L16 en Fig. 44), una pendiente más alta aún.

Una observación importante que se debe hacer aquí, es que, contrariamente a lo observado por otros investigadores (26)(13)(27)(28)(29)(31), el endurecimiento por deformación del material ordenado es menor que el de la etapa II, θ_{II} , del material desordenado de idéntica orientación.

Este hecho, según puede comprobarse de los valores indicados en la tabla IV y Fig. 28, no depende de la orientación inicial del espécimen. Aunque hay pequeñas variaciones en la pendiente, esta es siempre menor que θ_{II} .

La observación metalográfica muestra líneas de deslizamiento muy finas y homogéneamente distribuidas, marcado que es característico de la fase ordenada. En todos los casos indicados en la Fig. 28 solo se observaron líneas de deslizamiento corres-

pondientes a un solo sistema de deslizamiento activado, aún para deformaciones altas, de los que la Fig. 29 es un ejemplo. En esta figura se muestra el aspecto de las líneas de deslizamiento del cristal L17 ordenado, que ha sido deformado 35%.

En algunos casos, sin embargo, para deformaciones altas o en orientaciones propicias para el deslizamiento múltiple, se han observado dos o más sistemas de deslizamiento activados. En la Fig. 29b se observan líneas correspondientes a un segundo sistema de deslizamiento, que aparecen muy separadas entre sí. Las Figs. 30a y 30b muestran las líneas de deslizamiento observadas en el cristal L27, deformado a temperatura ambiente en cuya orientación seis sistemas de deslizamiento son igualmente probables. En estas microfotografías se observan líneas correspondientes a la activación de tres sistemas distintos de deslizamiento.

La reorientación del eje tensil presenta también características peculiares según se indica en la Fig. 25, cristal L17. Se puede ver que el movimiento del eje tensil sobrepasa la línea de simetría $(001) - (\bar{1}11)$, mucho más que en el caso desordenado, sin que se noten desviaciones apreciables del trazo hacia la dirección de deslizamiento $[\bar{1}01]$.

Un ejemplo notable de este efecto, que hemos denominado de "sobrepaso total de la línea de simetría", lo constituye el cristal L14B, deformado a la temperatura de nitrógeno líquido (Fig. 31). La proyección estereográfica muestra que el último punto obtenido, indicado en la Fig. 31, ya con estrangulamiento visible

en el espécimen, corresponde a una reorientación del eje tensil que lo lleva dentro de los 7° de la dirección $[\bar{1}01]$. Si bien este valor no puede ser tomado como indicación absoluta, ya que corresponde a elongaciones del 300%, imposibles de conseguir con nuestras condiciones experimentales, es probable que el latido correspondiente haya sido obtenido en una acotadura, lo que explicaría el alto valor de la deformación. Es interesante observar que ya los puntos 3 y 4 del diagrama cuyos errores no son tan grandes, corresponden a esfuerzos aplicados en el plano conjugado del orden de 1,8 - 2 veces el aplicado en el plano primario.

Estos resultados concuerdan con las observaciones de Kear (27) en microscopía electrónica, ya que este investigador ha mostrado para el caso de Cu_3Au ordenado, que hay poca actividad en el sistema conjugado.

Dado que Vidoz y colaboradores (31) han observado en Ni_3Fe policristalino que el endurecimiento por deformación de la alcaión ordenada es mayor que el de la desordenada, se investigó la dependencia de θ_{ord} en función del tamaño de grano. Los ensayos, graficados en la Fig. 32 para granos de 1 mm de diámetro en promedio y en la Fig. 33 para una estructura "bambú", es decir, para probetas con granos que ocupan toda la sección de deformación de 2,5 mm de diámetro, indican que la diferencia $\theta_{\text{ord}} - \theta_{\text{desord}}$ parece (ver tabla V) a medida que el tamaño de grano aumenta, hasta anularse para el espécimen de estructura bambú.

En incluyen también en tabla V los resultados obtenidos con

monocristales que presentan doble deslizamiento (L24, Fig. 34) y deslizamiento múltiple (L27, Fig. 38).

Anotamos aquí que la presencia de más de un sistema en el cristal L24 se debe probablemente a defectos en la superficie del monocristal, suficientes para crear concentraciones locales de tensiones.

De la tabla V puede verse que la diferencia $\theta_{ord} - \theta_{desord}$ crece con el número de sistemas de deslizamiento activados. Veremos más adelante que este efecto es también notable en Cu_3Au .

c) Dependencia con la temperatura.

La Fig. 35 resume, junto con la tabla IV la dependencia de las curvas de tracción de Ni_3Fe con la temperatura de ensayo de las que se da un ejemplo en la Fig. 36. En la Fig. 37 se muestran las curvas para una orientación diferente.

En estas curvas puede observarse que el E.C.R. es menor cuanto mayor la temperatura, mientras que θ_{ord} es menor cuanto menor la temperatura. Este comportamiento es similar al observado en Cu_3Au por Davies y Stoloff, pero no se ha encontrado en la presente investigación un máximo de θ_{ord} en función de la temperatura del ensayo, al menos hasta la máxima temperatura usada (200°C).

También se incluye en la Fig. 35 el E.C.R. del cristal desordenado.

Para un análisis completo de la dependencia de θ_{ord} con la temperatura, se deben completar las investigaciones realizadas

en el presente trabajo, que se halla limitado por la temperatura máxima de ensayo obtenible (200°C). Tanto el E.C.R. del cristal desordenado, y en mayor porcentaje el del ordenado, varían aún fuertemente con la temperatura a la máxima temperatura de ensayo usada.

El caso presentado en la Fig. 37 (cristal L13) es también interesante porque muestra que es suficiente que se active inicialmente un solo plano de deslizamiento, aún en las proximidades de la línea de simetría, para que se inhiba el deslizamiento en los planos conjugados.

Por otro lado, para el caso en que el cristal presenta inicialmente más de un sistema de deslizamiento activado, θ_{ord} no depende de la temperatura dentro del error experimental. Tal es el caso del cristal L27, Fig. 38, cuyo eje tensil está orientado en una posición en la que seis sistemas de deslizamiento son igualmente probables. Salvo el desplazamiento en el esfuerzo inicial, las pendientes son similares en las tres temperaturas ensayadas. Si bien es improbable que los seis sistemas se hayan activado en igual medida, ya que el cristal no mantiene su forma cilíndrica, es visible en la superficie la presencia de dos y tres sistemas de líneas (ver Fig. 30). Este resultado puede ser comparado al obtenido por Vidoz (55). Estos investigadores encontraron que es prácticamente independiente de la temperatura de ensayo (por debajo de aquella donde puedan producirse procesos de recuperación) en el caso de Ni_3Fe policristalino.

d) Dependencia con el tamaño de dominio de antifase.

La lentitud con que toma lugar el proceso de crecimiento de dominios en Ni_3Fe hace difícil el estudio de la dependencia de la curva de tracción con este parámetro.

No se observan variaciones notables en la curva de tracción de cristal^{es} que han sido tratados por tiempos de recocido en los que el E.C.R. en función de tiempo de recocido varía^{án} fuertemente. En el caso del cristal L7 (Fig. 40) no hay cambios importantes de la pendiente de endurecimiento (salvo para deformaciones grandes) en dos cristales, recocidos uno 36 hrs. a 480°C (tratamiento que corresponde al máximo E.C.R.) y 108 hrs. el otro. Para este último recocido, las variaciones del parámetro de ref (Fig. 10) indican que se ha conseguido el máximo grado de orden obtenible por recocidos isotérmicos.

El efecto progresivo de la presencia de orden puede verse aún mejor en la Fig. 40 donde uno de los cristales ha sido deformado luego de recocerlo 18 hrs. a 480°C . Si bien el aumento del E.C.R. es ya notable, lo que indica la probable formación de núcleos ordenados, o la presencia de orden de corto alcance, la pendiente de esta curva es ya menor que el correspondiente θ_{II} del cristal desordenado.

La pendiente del cristal de idéntica orientación inicial, pero recocido durante 120 hrs. es apreciablemente menor. Solo por encima del 100% de deformación resuelta la pendiente crece hasta hacerse similar a la del caso desordenado.

Con el objeto de comprobar la influencia de tamaños de do-

minio de antifase mayores que los hasta aquí ensayados ($\sim 30 \text{ \AA}$), se recoció el cristal L²⁵ durante 500 hrs.. Este tratamiento según Davies y Stoloff (24), Fig. 10, produce dominios de $\sim 60 \text{ \AA}$. Los resultados de los ensayos de tracción se indican en la Fig. 41. Ellos muestran que θ_{ord} depende fuertemente del tamaño de dominio de antifase inicial, resultado comparable a los ya obtenidos en Cu_3Au policristalino (21), (28).

e' Efectos de la predeformación y envejecimiento.

Las Figs. 42 y 43 muestran la influencia de la deformación previa y el posterior ordenamiento sobre la curva de deformación.

El esfuerzo de fluencia inicial de los cristales predeformados y ordenados es similar al de aquel inicialmente ordenado.

La pendiente posterior de la curva de endurecimiento depende fuertemente de la predeformación. Si el valor de ésta corresponde a la zona I del cristal desordenado, la pendiente es similar o ligeramente mayor que aquella del cristal inicialmente ordenado, pero siempre menor que la pendiente θ_{II} del desordenado.

Pero si la predeformación ha llegado a valores que corresponden a la zona II del cristal desordenado, la pendiente resulta igual o mayor que la correspondiente θ_{II} del cristal desordenado. Este efecto es particularmente notable en el caso del ensayo 130 de la Fig. 43, donde una predeformación (resuelta) mayor en un 10% produce un cambio de 2,4 veces en la pendiente.

La observación metalográfica de los especímenes predeformados, ordenados y luego deformados nuevamente muestra, a diferencia del caso inicialmente ordenado, bandas de deslizamiento

anchas y cortas, con aspecto rugoso y con una cantidad apreciable de deslizamiento cruzado (Figs. 44a y b).

IV.2 Resultados en Cu₃Au.

Con el objeto de comprobar las variaciones debidas a distinto grado de orden y distinto tamaño de dominio, se deformaron monocristales de Cu₃Au, cuyas cinéticas, según ya se ha indicado, son mucho más rápidas.

En la Fig. 45 se muestran los resultados obtenidos para el cristal desordenado C4 (1) y dos cristales de orientación similar, con recocidos de 15 min a 350°C (según Davies y Stoloff (24) tamaño de dominio $\sim 35 \text{ \AA}$, grado de orden $\sim 0,5$) y 16 hrs. a 350°C (tamaño de dominio $\sim 170 \text{ \AA}$ y $S \sim 0,8$; el máximo obtenible por recocidos isotérmicos).

En el caso desordenado, luego de un punto de cesión inicial, la deformación toma lugar por la propagación de una banda de Lüders de frente muy bien definido, que se propaga de un extremo de la longitud de deformación al otro, siendo la pendiente de endurecimiento por deformación en esta etapa prácticamente cero. Una vez que la banda ha recorrido la totalidad del espécimen, la pendiente de la curva de tracción se eleva hasta el valor de 28,5 Kg/mm².

Metalográficamente pueden observarse en esta región líneas correspondientes a dos sistemas de deslizamiento similares a las observadas en Ni₃Fe.

La curva correspondiente al material recocido 15 min. presenta una pendiente inicial de aproximadamente 26 Kg/mm² que

por encima del 20% de deformación disminuye a 5 Kg/mm² para volver a aumentar hasta valores similares a los obtenidos en estado II de la aleación desordenada, a deformaciones del orden del 52%.

En este caso la deformación se propaga homogéneamente desde el comienzo del ensayo a lo largo de todo el espécimen.

Por último la aleación ordenada por 16 hrs., cristal C⁴ (3), presenta prácticamente una misma pendiente lineal a lo largo de todo el rango de deformación, de 34 Kg/mm².

Los cristales C2 (1) y C2 (4), recocidos por 15 min. y 16 hrs. respectivamente, pero cuya orientación es más próxima a la línea de simetría, se comportan en forma similar según puede verse en la Fig. 46, aunque la pendiente de endurecimiento por deformación es ahora más alta.

La observación con rayos X de la reorientación del eje tensil indica que en estos casos no hay prácticamente un "overshooting" de la línea de simetría como en el caso de Ni₃Fe. En la Fig. 47 se indican ~~estos~~ resultados. En el caso del cristal C⁴ (1) se indica como punto 1 el tomado en la región en la que ha ya pasado la banda de Lüders. El punto la corresponde a la zona por la que no ha pasado aún.

En este caso la falta de sobrepaso de la línea de simetría se debe probablemente a que la reorientación del eje tensil llega a la línea de simetría cuando el espécimen ha sido ya fuertemente deformado.

En la Fig. 48 se grafican los resultados obtenidos, para un monocristal cuya orientación es muy próxima a la línea de simetría (001) - (111) donde las condiciones permiten la deformación

en dos sistemas de deslizamiento simultáneamente. La relación entre las pendientes de las curvas para los diferentes tratamientos es similar al ya observado, pero las pendientes son aún más altas.

Que la activación simultánea inicial de más de un sistema de deslizamiento se traduce en pendientes más altas, puede verificarse por último en las Figs. 48 y 49 para los cristales C3 y C1, cuyo eje tensil es próximo al vértice (111) del triángulo fundamental, situación en la que seis sistemas cristalográficos tienen igual probabilidad de ser activados.

Como puede observarse en estas curvas, así como también en la tabla V, las pendientes son tanto más altas cuanto mayor es el número de sistemas activados inicialmente.

En la tabla V puede también verse que la diferencia $(\theta_{ord} - \theta_{desord})/G$ es tanto mayor cuanto mayor el número de sistemas activados.

Observamos también que en todos los casos se **mantiene** la relación entre las pendientes de endurecimiento para distintos tiempos de recocido. Es decir, a mayores tiempos de recocido corresponden pendientes más altas.

Por último, la Fig. 50 muestra el aspecto de las líneas de deslizamiento correspondientes a tres sistemas activados presentes en el cristal C1 desordenado.

En la Fig. 51 se puede observar el aspecto de las líneas, correspondientes a dos sistemas activados, en el caso del mismo cristal ordenado.

CAPITULO V

Discusión de los resultados obtenidos

V.1 Dependencia del esfuerzo crítico de fluencia del tamaño de dominio.

La teoría de Cottrell, según hemos visto en el Cap. II, pag. 14, predice un máximo de esfuerzo crítico de fluencia para tamaños de dominio de aproximadamente $40 \text{ \AA}^0$.

Los resultados obtenidos en Ni_3Fe en la presente investigación, si tenemos en cuenta los datos de Davies y Stoloff (24), indican un corrimiento de este máximo hacia tamaños de dominio más pequeños, del orden de $15\text{-}20 \text{ \AA}^0$. De acuerdo con estos autores, en 32 horas de recocido a 480°C , el parámetro de red (Fig. 10) aún varía, lo que hace suponer que el grado de orden en la aleación es bajo.

Teniendo en cuenta mediciones similares hechas en Cu_3Au (24), que indican que el grado de orden es también bajo para el tamaño de dominio en el que se encuentra el máximo en el E.C.R., parecería que en estas condiciones el mecanismo presentado por Cottrell no es aplicable. Para hacer un análisis exhaustivo sobre la validez de este modelo son aún necesarias mediciones simultáneas del grado de orden y tamaño de dominio en mono y policristales de Ni_3Fe .

Tampoco el modelo de Davies y Stoloff (24) puede dar cuenta de los resultados obtenidos. En efecto, estos autores suponen que los defectos responsables del esfuerzo de fluencia, en el caso de la aleación con bajo tamaño de dominio y bajo grado de orden, son

dislocaciones unitarias, que se mueven creando paredes de antifase en su camino. A tamaños de dominio mayores (y mayor grado de orden) el proceso de intersección de dominios se torna importante, ya que las dislocaciones están en ese caso apareadas.

Consideramos que este cambio de proceso (de movimiento de dislocaciones unitarias a superdislocaciones) debiera afectar también la forma de toda la curva de tracción. Sin embargo, las curvas de tracción obtenidas con cristales recocidos a 480°C por tiempos similares a aquellos que producen el máximo en el E.C.R. (Cristal L7, fig. 39) o aún menores (Cristal L5, fig. 40) no difieren fundamentalmente de las obtenidas para cristales de la misma orientación, pero tratados con tiempos de recocido superiores. Estos cristales tienen ya el máximo grado de orden obtenible por recocidos isotérmicos, y podemos suponer que en ellos son las superdislocaciones las responsables de la deformación plástica. Así el cristal L5 (fig. 40) recocido 18 horas, presenta ya las características principales de la curva de tracción de cristales recocidos por encima de las 70 horas, siendo la pendiente θ_{ord} menor que la θ_{II} del cristal desordenado.

No tenemos actualmente un modelo alternativo para explicar estas mediciones. Presentamos, como posibilidades, dos mecanismos:

a) Suponer a los dominios ordenados separados por paredes de antifase extendidas, debidas al bajo grado de orden. El corte de los dominios por las superdislocaciones se calcula entonces en una forma similar al usado en el caso de endurecimiento por precipitación, teniendo en cuenta la mayor tensión de línea de la superdislocación.

- b) Suponer que el esfuerzo crítico está también determinado por la producción de tubos de antifase. El esfuerzo debe variar, de acuerdo con (39), con la densidad lineal de los tubos. Esta, a su vez, es función de la densidad del bosque, que debe variar con el tratamiento térmico. Se asocia para ello a las dislocaciones con las paredes de antifase, cuyo número disminuye a medida que crecen los dominios ordenados.

V.2 Características del endurecimiento por trabajado

Según las observaciones realizadas por otros investigadores y los resultados obtenidos en la presente investigación, para elaborar un modelo de la deformación plástica de aleaciones ordenadas con estructura $L1_2$, es preciso tener en cuenta las siguientes características de la deformación:

- 1.- La pendiente θ_{ord} es tanto mayor cuanto mayor es el tamaño de dominio ordenado inicial.
- 2.- θ_{ord} es fuertemente dependiente del número de sistemas de deslizamiento activados inicialmente. La presencia de deslizamiento secundario modifica más el endurecimiento por trabajado del material ordenado, que el del desordenado.
- 3.- Tanto las observaciones de microscopía electrónica (27), como el estudio de la reorientación del eje tensil durante la deformación, indican la inhibición del deslizamiento en sistemas secundarios.
- 4.- θ_{ord} es tanto menor, cuanto menor es la temperatura de ensayo. Esta dependencia, débil en el caso de los monocristales de Ni_3Fe estudiados en este trabajo, desaparece prácticamente cuando se tiene deslizamiento múltiple.

- 5.- Los monocristales de Ni_3Fe presentan efectos debidos a la predeformación y ordenamiento. La pendiente de endurecimiento por deformación es mayor que θ_{II} del cristal desordenado, solo si el material ha sido predeformado a valores de la deformación dentro del estado II en fase desordenada.
- 6.- El marcado superficial en el material ordenado muestra líneas de deslizamiento muy finas y homogéneamente distribuidas.

No podemos ofrecer, por carecer de información suficiente (no se tiene aún, por ejemplo, datos sobre la longitud y desarrollo de las líneas de deslizamiento), un modelo cuantitativo de la deformación de aleaciones ordenadas. Creemos, sin embargo, que se pueden obtener conclusiones generales respecto al tipo de modelo que debe usarse.

Por lo pronto, ninguno de los modelos existentes hasta la fecha, puede dar cuenta de todas las características enunciadas.

Desde el punto de vista fenomenológico, el modelo de intersección de dominios ordenados de Flinn (8), precisa de extenso deslizamiento secundario, que no se observa.

En cuanto al modelo de deslizamiento cruzado (29), (35) no da en forma explícita una dependencia con el tamaño de dominio ordenado del endurecimiento. Tampoco explica la influencia de la activación de más de un sistema de deslizamiento, o el endurecimiento efectivo de sistemas de deslizamiento distintos del primario.

Tampoco el modelo de tubos de antifase de Vidoz y Brown (37) da cuenta de la dependencia con el tamaño de dominio o la tempera-

tura. Recientemente Vidoz (39) ha modificado este modelo, dando cuenta de la dependencia con estos parámetros. Presentamos a continuación un resumen de los resultados de este investigador.

El esfuerzo debido al arrastre de tubos de pared de antifase puede calcularse como:

$$\tau_T = \eta \frac{\lambda_G b}{2 \pi} \quad (\text{v.2.2})$$

donde η es la densidad lineal de tubos de antifase en la superdislocación. El valor de η será diferente según se trate de una dislocación de hélice o de borde, ya que en el primer caso las muescas pueden moverse a lo largo de la superdislocación, aniquilando el tubo de antifase cuando la superdislocación se ha movido una cierta distancia.

La deformación plástica en escala macroscópica del cristal comienza al llegar el esfuerzo aplicado al valor del esfuerzo crítico resuelto en aquellos sistemas cristalográficos más convenientemente orientados respecto al eje de tracción. En los sistemas conjugados, en los que el esfuerzo resuelto aplicado es inicialmente menor, la reorientación del eje tensil con la deformación hace este esfuerzo tanto más grande, cuanto mayor es la deformación en el sistema primario. La activación de las fuentes en el sistema conjugado tiene lugar al alcanzar el esfuerzo resuelto un valor igual o mayor que el del sistema primario.

El nivel de esfuerzo necesario para activar el sistema conjugado dependerá del tamaño inicial de dominio ordenado, ya que las dislocaciones móviles en el sistema primario habrán producido, por

intersección, un incremento del area de las paredes de antifase.

La variación del esfuerzo correspondiente a este proceso de intersección con la deformación, está dado, según Pampillo (42) por

$$\tau_d = \frac{\gamma}{t_0} \frac{\epsilon_p}{\alpha}$$

donde t_0 es el tamaño inicial de dominio, α una constante (~ 6 para dominios cúbicos) y ϵ_p es la deformación de corte en el plano primario.

El proceso de activación del sistema conjugado toma lugar entonces a una cierta deformación ϵ_p^* que es función de la intersección de $\tau_d = \tau_d(\epsilon_p)$ con $\tau_c = \tau_c(\epsilon_p)$ (variación del esfuerzo en el sistema conjugado con la deformación), que depende logicamente del tamaño inicial del dominio ordenado, siendo menor cuanto mayor es el tamaño de dominio.

Mientras el deslizamiento tiene lugar en el sistema primario solamente, el esfuerzo de corte está dado por

$$\tau_p = \tau_0 + \tau_e + \tau_T$$

donde τ_0 es el esfuerzo de corte inicial que incluye las interacciones con los dominios en el sistema primario, y τ_e corresponde a la contribución de la interacción elástica entre dislocaciones. Como la densidad de dislocaciones del bosque se mantiene constante durante esta primera etapa, la contribución τ_T al esfuerzo de fluencia es también constante.

Por encima del valor ϵ_p^* , situación en la que se activa el sistema conjugado, el esfuerzo está dado por la contribución de la interacción elástica más el término que corresponde al arras-

tre de los tubos de antifase

$$\tau_p = \tau_o + \tau_e + \tau_T$$

Debido al deslizamiento de las dislocaciones en el sistema primario, las fuentes de dislocaciones en el sistema conjugado tendrán muescas producidas por la intersección con las dislocaciones móviles del sistema primario. Al activarse, estas fuentes deben producir entonces tubos de antifase. Esto dificultará fuertemente el deslizamiento en el sistema conjugado.

El bosque de dislocaciones móviles del sistema primario presenta una densidad mayor, ya que solo este sistema ha contribuido a la deformación ϵ_p^* . La densidad de muescas en las dislocaciones del sistema conjugado será entonces mayor, y también lo será por ello el número de tubos de antifase producidos al moverse estas dislocaciones. Este hecho implica que bajo el esfuerzo aplicado, las dislocaciones del sistema conjugado se moverán distancias menores que aquellas del sistema primario, siendo menor por lo tanto, la contribución del sistema conjugado a la deformación.

Los resultados de sobrepaso de la línea de simetría (001) - (111) por el eje tensil del cristal durante la deformación, obtenidos en la presente investigación, pueden entonces explicarse por la inhibición que encuentran al desarrollo de su movimiento las dislocaciones del sistema conjugado.

La importancia que tiene en el proceso de deformación plástica de la aleación ordenada la presencia de más de un sistema de deslizamiento activado, puede dar cuenta también de las diferencias encontradas entre el comportamiento de Ni_3Fe monocrista-

lino ordenado y desordenado, y los policristales del mismo material.

En el caso monocristalino, una vez sobrepasado el esfuerzo crítico resuelto, la deformación continúa en el plano primario hasta alcanzar el valor ϵ_p^* . La deformación provee así de un medio para inhibir el sistema conjugado. Este se activará finalmente, pero su distancia de deslizamiento será mucho menor que la del sistema primario por las razones ya enunciadas.

En el caso policristalino, en cambio, la regla de Von Mises (57) impone restricciones a la deformación plástica. Según esta regla, debe haber por lo menos cinco sistemas de deslizamiento independientes para obtener deformación plástica apreciable de un policristal, sin que se produzca fractura. Debido a las constricciones impuestas por los granos adyacentes de diferente orientación, luego de una pequeña deformación en el sistema más favorecido, los esfuerzos en los distintos sistemas de deslizamiento tienden a uniformarse, actuando entonces varios sistemas de deslizamiento en forma simultánea. La contribución debida al deslizamiento secundario es en este caso mucho mayor que para los monocristales.

Una situación intermedia de este comportamiento lo constituye el policristal con estructura "bambú" (fig. 33). Aquí una parte apreciable de la superficie de cada grano está constituida por la superficie libre del cristal, donde las constricciones son menores.

La uniformización de esfuerzos requiere entonces más deformación primaria que en el caso policristalino, pero menor que en monocristales. La diferencia de pendientes de endurecimiento por trabajado con el caso desordenado es ya aquí prácticamente nula, (tabla V).

La situación es similar en aquellos monocristales de Ni_3Fe 6 Cu_3Au en los que la orientación inicial del cristal facilita el deslizamiento doble o múltiple (ver cristal de Ni_3Fe L27, fig. 38 y figs. 48 y 49 en el caso de Cu_3Au , así como también la tabla VI).

Si en la expresión V.2.2. tomamos η como (39):

$$\eta = k \rho_c L_p$$

donde ρ_c es la densidad de dislocaciones en el sistema conjugado, L_p la distancia de deslizamiento en el sistema primario y k una constante que da cuenta del hecho que no todo proceso de intersección produce muescas ($k = 1$ en este caso), la expresión V.2.1 puede escribirse como

$$\tau_p = \tau_e + \frac{G b \lambda}{2 \pi} L_p \rho_c$$

y

$$\frac{d \rho_c}{d \epsilon} = \frac{2 \pi}{G b \lambda} \frac{1}{L} \frac{d \tau_p}{d \epsilon}$$

Tomando las pendientes $d \tau_p / d \epsilon$ de los distintos cristales de Cu_3Au , se indican en la Tabla VII los valores calculados del incremento en la densidad de dislocaciones del sistema conjugado, con la deformación ($d \rho_c / d \epsilon$). Dentro de lo aproximado del cálculo, los valores obtenidos son razonables.

Los efectos encontrados de predeformación y ordenamiento (figs. 42 y 43) están también relacionados con la activación y movilidad del sistema conjugado. Si el cristal desordenado ha sido predeformado a valores de la deformación dentro del estado I, la densidad de dislocaciones en el sistema primario aumenta.

Al ordenar el material en estas condiciones, las paredes de antifase crecerán en gran parte en planos (100), favorecidos energéticamente, anclando las dislocaciones. Al deformar nuevamente el material, deben producirse superdislocaciones nuevas, con la región de antifase en planos que permitan el deslizamiento. El esfuerzo crítico corresponderá al de la aleación ordenada, más una contribución de la interacción elástica con las restantes superdislocaciones, cuya densidad es ahora mayor que la del caso inicialmente ordenado. La deformación prosigue luego como en este material.

La situación es distinta si el material desordenado ha sido deformado luego de la transición al estado II. En este caso se observa un rápido aumento de la densidad de dislocaciones en el sistema secundario. Al ordenar y deformar nuevamente el espécimen, las superdislocaciones móviles del sistema primario encuentran una mayor densidad de superdislocaciones en el sistema conjugado, lo que, a través de su intersección, implica una mayor densidad de muescas (y por lo tanto de tubos de antifase) en las superdislocaciones del sistema primario. Esto provoca un aumento en el esfuerzo de fluencia.

La dependencia con el tamaño de dominio inicial proviene, según ya hemos indicado, del efecto de inhibición de las fuentes de superdislocaciones del sistema conjugado, y también a través del valor del esfuerzo crítico τ_0 . Para tamaños de dominio grandes, τ_0 será pequeño y el esfuerzo correspondiente en el sistema conjugado llegará a este valor para una deformación ϵ_p^* menor que en el caso de dominios pequeños, en que τ_0 es mayor. Esto significa que cuanto menor es τ_0 (mayor tamaño de dominio) menor es la deformación a la cual se activa el sistema secundario.

Las diferencias en el tamaño inicial de dominio ordenado pueden explicar las distintas pendientes de endurecimiento por deformación encontradas en Cu_3Au (tamaño de dominio de $0,1\mu$ en (27)) y Ni_3Fe ($\sim 30 \text{ \AA}$ en la mayoría de los casos presentados en esta investigación). Esta situación se ve confirmada por los resultados siguientes:

- a) En Cu_3Au , cristales en los que se ha crecido tamaños de dominio pequeños ($\sim 30 \text{ \AA}$), no presentan un endurecimiento por deformación mayor que el cristal desordenado, para ninguna de las orientaciones estudiadas (Figs. 45, 48 y 49). Si bien hay en este caso superpuestos efectos debidos probablemente al bajo grado de orden, para los que tenemos actualmente explicación, este modifica solamente la pendiente inicial de la curva, según puede observarse en el cristal C3 (3) (Fig. 48) y comparando con los casos anteriores.
- b) Tamaños de dominio mayores en Ni_3Fe (Cristal L22, fig. 41) producen una mayor pendiente. En este caso el diámetro de dominio es de $\sim 60 \text{ \AA}$.

En cuanto al efecto de la temperatura puede ser explicado, siguiendo a Vidoz (37), por la dependencia de la temperatura de la producción de dislocaciones en el sistema conjugado. Si bien la activación térmica actuará en la misma forma en el sistema primario que en el conjugado, dada la pequeña magnitud de la distancia de deslizamiento de este último respecto al sistema primario, la activación térmica será porcentualmente mayor en el caso del sistema conjugado.

A medida que elevamos la temperatura, esta contribución por-

centual de la activación térmica en el sistema conjugado, producirá una mayor densidad conjugada con respecto al caso de temperaturas inferiores. Esta mayor densidad conjugada da cuenta de los esfuerzos de fluencia crecientes con la temperatura observados.

Si, en cambio, el cristal está inicialmente en condiciones de deformar en dos o más sistemas cristalográficos, la contribución porcentual de la activación térmica es la misma en todos los sistemas de deslizamiento activados. Por ello no hay en el cristal L27 (Fig. 38) deformado con deslizamiento múltiple, diferencias en θ_{ord} para distintas temperaturas de ensayo, como tampoco la hay en Ni_3Fe policristalino, según Vidoz y colaboradores (31).

En forma cualitativa el modelo propuesto por Vidoz (37) puede dar cuenta de las características principales de la deformación plástica de las aleaciones ordenadas de estructura $L1_2$. Para un análisis cuantitativo es preciso contar con otros datos experimentales, cuya medición sugerimos a continuación:

- a) Medición de longitud de líneas de deslizamiento en distintas etapas de la curva de tracción.
- b) El estudio de movilidad de dislocaciones por medio de figuras de corrosión.
- c) La medición de volúmenes de activación del proceso de deformación.
- d) El estudio detallado del endurecimiento de los sistemas conjugados, mediante el uso de rayos X y las técnicas desarrolladas por Kocks y sus colaboradores (58).
- e) La medición del tamaño de dominio con técnicas de microscopía electrónica. De esta manera se podría observar posiblemente la formación de tubos de S.D. en función de la deformación.

Leyenda de las Figuras

- Fig. 1 a) Estructura cúbica de cuerpo centrado (latón β desordenado).
- b) Estructura B2 ordenada, caso latón β .
- c) Estructura $L1_2$. Se indican también los vectores de antifase $\frac{1}{2} a_0 [\bar{1}01]$ y $\frac{1}{6} a_0 [\bar{2}11]$.
- Fig. 2 Proyección estereográfica de las líneas de contorno de la función $h/\sqrt{N} = h/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$, proporcional a la energía de pared de antifase, en la estructura $L1_2$ (según Flinn (8)).
- Fig. 3 Esquema de una superdislocación de longitud unitaria.
- Fig. 4 Representación esquemática de una superdislocación en la red $L1_2$ (según Marcinkowski (7)).
- Fig. 5 Dos casos de activación de una fuente de Frank-Read formada por una superdislocación (según Chauthari (15)).
- Fig. 6 Variación del esfuerzo crítico resuelto con el grado de orden en Cu_3Au (según Ardley (20)).
- Fig. 7 Curvas de tracción de Ni_3Mn policristalino para distintos tratamientos térmicos (Extraído de Marcinkowski y Miller (13)).
- Fig. 8 Tubo de pared de antifase creado por las muescas (jogs) en una superdislocación (según Vidoz y Brown (37)).
- Fig. 9 Diagrama de fases del sistema Ni-Fe para composiciones superiores al 50% At Ni. (44).
- Fig. 10 Variación del parámetro de red y tamaño de dominio en Ni_3Fe con tiempos crecientes de recocido a 480°C (extraído de Davies y Stoloff (24)).

- Fig. 11 Variación del grado de orden y tamaño de dominio en Cu_3Au con recocidos isotérmicos a 350°C .
- Fig. 12 a) Vista del panel de control de la fuente de radiofrecuencia "Lepel".
b) Unidad de refinación zonal usada en el crecimiento de los monocristales.
- Fig. 13 Esquema del molde blando de polvo de Al_2O_3 usado para crecer monocristales de Ni_3Fe .
- Fig. 14 Diversas etapas en la preparación de especímenes monocristalinos de Ni_3Fe .
- Fig. 15 La sierra de ácido, usada para cortar monocristales de Ni_3Fe .
- Fig. 16 Molde separable de grafito, usado para crecer monocristales de Cu_3Au .
- Fig. 17 Vista del equipo de templado.
- Fig. 18 Esquema del horno de templado, cierre pasante para termocupla y del barquillo de templado.
- Fig. 19 Vista del sistema de vacío y hornos para recocidos de ordenamiento en Ni_3Fe .
- Fig. 20 Vista de la máquina de tracción y equipo registrador.
- Fig. 21 Esquema de la máquina de tracción.
- Fig. 22 Vista del soporte móvil usado para el análisis de Rayos X de los monocristales durante la deformación.
- Fig. 23 Variación del esfuerzo crítico de fluencia con el tiempo de recocido a 480°C . Cristal L6 de Ni_3Fe .
- Fig. 24 Variación del esfuerzo crítico de fluencia con el tiempo de recocido a 480°C . Cristal L22 de Ni_3Fe .

- Fig. 25 Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L17, desordenado y ordenado y reorientación del eje tensil durante la deformación.
- Fig. 26 Parámetros característicos de la curva de tracción de un monocristal de aleación con estructura cúbica centrada en las caras.
- Fig. 27 a) Líneas de deslizamiento en monocristal de Ni_3Fe desordenado. $\epsilon \sim 20\%$ - Deformado, pulido y deformado 1% nuevamente. Réplica - 250 X.
b) Líneas de deslizamiento en el cristal desordenado. $\epsilon \sim 45\%$. Réplica - 160 X.
- Fig. 28 Curvas de tracción de monocristales de Ni_3Fe ordenados, con diferentes orientaciones iniciales del eje tensil.
- Fig. 29 a) Líneas de deslizamiento en monocristal de Ni_3Fe ordenado. $\epsilon \sim 20\%$. Pulido y deformado 1% nuevamente. Contraste de fase 250 X.
b) Líneas de deslizamiento correspondientes a dos sistemas de deslizamiento en un monocristal de Ni_3Fe ordenado. $\epsilon \sim 40\%$. Contraste de fase 250 X.
- Fig. 30 a) Líneas de deslizamiento de dos sistemas de deslizamiento activados, cristal L22 $\epsilon \sim 20\%$, contraste de fase 250 X.
b) Deslizamiento múltiple en el monocristal de Ni_3Fe L27 $\epsilon \sim 20\%$. Contraste de fase 250 X.
- Fig. 31 a) Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L14, deformado a 293°K y 277°K.
b) Reorientación del eje tensil del monocristal L14.

- Fig. 32 Curvas de tracción de Ni_3Fe policristalino. Tamaño de grano ~ 1 mm.
- Fig. 33 Curvas de tracción de Ni_3Fe policristalino con estructura "bambú".
- Fig. 34 Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L24 con deslizamiento doble.
- Fig. 35 Dependencia con la temperatura de ensayo, para monocristales de Ni_3Fe de las orientaciones indicadas, de θ_{ord} y del E.C.R. del material ordenado y desordenado.
- Fig. 36 Curvas de tracción de monocristales de Ni_3Fe deformados a 77°K, 293°K y 473°K.
- Fig. 37 Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L13. El cristal ordenado ha sido deformado a 77°K y 293°K.
- Fig. 38 Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L27, con deslizamiento múltiple deformado a 80°K, 293°K y 473°K.
- Fig. 39 Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L7 para diferentes tiempos de recocido a 480°C.
- Fig. 40 Curvas de tracción del monocristal de Ni_3Fe L5, para diferentes tiempos de recocido.
- Fig. 41 Dependencia de la curva de tracción con el tamaño de dominio ordenado. Monocristal de Ni_3Fe L25.
- Fig. 42 Efecto de la predeformación y posterior ordenamiento. Monocristal de Ni_3Fe L20.
- Fig. 43 Efecto de la predeformación y posterior ordenamiento. Monocristal de Ni_3Fe L16.

- Fig. 44 a) Líneas de deslizamiento en el monocristal L20C, pre-deformado, pulido, ordenado y deformado nuevamente. 80 X.
b) Idem anterior - Réplica - 400 X.
- Fig. 45 Curvas de tracción para diferentes tratamientos térmicos del monocristal de Cu_3Au C4.
- Fig. 46 Idem que el anterior, monocristal de Cu_3Au C2.
- Fig. 47 Reorientación del eje tensil de los monocristales C2' y C4 de Cu_3Au .
- Fig. 48 Curvas de tracción para diferentes tratamientos térmicos de monocristal de Cu_3Au C2 y C3 - Deslizamiento doble.
- Fig. 49 Idem que el anterior - Monocristales C4 con deslizamiento múltiple.
- Fig. 50 a) Líneas de deslizamiento correspondientes al cristal C4 desordenado - $\epsilon \sim 24\%$ 250 X.
b) Líneas de deslizamiento correspondientes al cristal C4 ordenado - $\epsilon \sim 20\%$ 250 X.

REFERENCIAS

1. W.L. BRAGG y E.J. WILLIAMS - Proc. Roy. Soc. (London) A 145, 699 (1934).
2. H. BETHE - Proc. Roy. Soc. A 150, 552 (1935).
3. P.P. EWALD y C. HERMANN - Strukturbericht I Akademische Verlagsgesellschaft, M.B.H., Leipzig.
4. E.C. BAIN - Chem. and Met. Eng. 28, 65 (1923).
5. S. OGAWA, D. WATANABE, H. WATANABE y T. KOMODA - Acta Cryst. 11, 872 (1958).
6. R.M. FISHER y M.J. MARCINKOWSKI - Phil. Mag. 6, 1385 (1961).
7. M.J. MARCINKOWSKI - "Theory and Direct Observation of Anti-phase Boundaries and Dislocations in Superlattices" en "Electron Microscopy and Strength of Crystals", G. Thomas y J. Washburn, editores, pág. 333. Interscience publishers (1963).
8. P.A. FLINN - Transac. of the Metal. Soc. of AIME 218, 145 (1960).
9. J.S. KOEHLER y F. SEITZ - J. Appl. Mechanics, 14, A 217 (1947).
10. M.J. MARCINKOWSKI, N. BROWN y R.M. FISHER - Acta Met. 9 129 (1961).
11. N. BROWN y M. HERMAN - Trans. Am. Inst. Mining, Met. Petrol. Enrs. 206 1353 (1956).
12. T. MUTO e Y. TAKAGI Solid State Physics, Vol. 1, pág. 193, F. Seitz y D. Turnbull, editores - Academic Press, 1955.
13. M.J. MARCINKOWSKI y D.S. MILLER - Phil. Mag. 6 871 (1961).
14. M.J. MARCINKOWSKI y L. ZWELL - Acta Met. 11 373 (1963).
15. P. CHAUDHARI - Acta Met. 14 69 (1966).

16. J.H. WESTBROOK - Mechanical Properties of Intermetallic Compounds, pág. 1 - J.H. Westbrook editor, John Wiley, 1960.
17. N.S. STOLOFF y R.G. DAVIES - "The Mechanical properties of ordered alloys" Progress in Materials Science, vol. 13 (1), B. Chalmers editor, Pergamon Press 1966.
18. A.E. VIDOZ y M. VICTORIA - "Influencia del orden de largo alcance en las propiedades mecánicas de las Soluciones Sólidas" Informe Nº 130 - CNEA - Bs. As. 1965.
19. W.D. BIGGS y T. BROOM - Phil. Mag. 45 246 (1954).
20. C.W. ARDLEY - Acta Met. 3 525 (1955).
21. M.J. HORDON - Transac. Metall. Soc. AIME 227 260 (1963).
22. A.H. COTTREL - Relation of Properties to Microstructure, ASM Seminar, pág. 131.
23. H.J. LOGIE - Acta Met. 5 106 (1957).
24. R.G. DAVIES y N.S. STOLOFF - Acta Met. 11 1347 (1963).
25. C.G. KUCZYNSKI, M. DOYAMA y M.E. FINE - J. Appl. Physics, 27 651 (1956).
26. G. SACHS y H. WEERTS - Z. Phys. 67 507 (1931).
27. B.H. KEAR - Acta Met. 12 555 (1965).
28. L.A. GERZHA, V.I. SYUTKINA y E.S. YAKOVLEVA - Fiz. Met. Metalloved. 18 770 (1964).
29. R.G. DAVIES y N.S. STOLOFF - Phil. Mag. 12 297 (1965).
30. T. TAOKA, K. YASUKOCHI y R. HONDA - Conf. Mech. Properties of Intermetallic Compounds, J.H. Westbrook editor, pág. 192 - Wiley, 1960.
31. A.E. VIDOZ, D.P. LAZAREVIC y R.W. CAHN - Acta Met. 11 17 (1963).

32. T. TAOKA y S. SAKATA - Acta Met. 5 61 (1957).
33. V.I. SYUTKINA y E.S. YAKOVLEVA - Fiz. Metal. Metalloved. 14 745 (1962).
34. J.B. COHEN y M.B. BEVER - Trans AIME 218 155 (1960).
35. R.G. DAVIES y N.S. STOLOFF - Phil. Mag. 2 349 (1964).
36. A.E. VIDOZ - Acta Met. 10 1099 (1965).
37. A.E. VIDOZ y L.N. BROWN - Phil. Mag. 7 1167 (1962).
38. L.I. VASIL'YEV y A.N. ORLOV - Fiz. Metal. Metalloved 15 481 (1963).
39. A.E. VIDOZ - a publicarse - Comunicación a la reunión de la AFA. Mayo 1966.
40. L. Ye. POPOV y E.V. KOZLOV - Fiz. Metal. y Metalloved. 17 755 (1964).
41. L.I. VASIL'YEV - Fiz. Metal y Metalloved 20 97 (1965).
42. C.A. PAMPILLO - Phil. Mag. 124 693 (1966).
43. R.J. WAKELIN y E.L. YATES - Proc. Phys. Soc. LXXIB 221 (1953).
44. M. HANSEN y K. ANDERKO - "Constitution of binary alloys" pág. 678 - Mc Graw Hill Book Co. - New York - 1958.
45. B.G. LYASHCHENKO, D.F. LITVIN, I.M. PUZEI e In. G. ABOV - Soviet Phys. Crystal 2 59 (1957).
46. S. IIDA - J. Phys. Soc. Japan 7 373 (1952) ~~Ibid~~ 2 346 (1954).
47. M. FAYARD y F. BEHOT - Comptes Rendus 236 3668 (1963).
48. R. BAKISH y W.D. ROBERTSON - Trans. Met. Soc. AIME 203 424 (1955).
49. W. PFEIFFER y A. SEEGER - Phys. Stat. Sol. 2 668 (1962).

- 50. T.E. MITCHELL y P.R. THORNTON - Phil. Mag. 8 1127 (1963).
- 51. G.R. PIERCY, R.W. CAHN y A.H. COTTREL - Acta Met. 3 331 (1955).
- 52. J.B. COHEN y M.E. FINE - Le journal de Physique et le Radium 23 749 (1962).
- 53. B.H. KEAR - Acta Met. 14 659 (1966).
- 54. E. SCHMID y W. BOAS - F.A. Hughes & Co. Londres, pág. 57.
- 55. T. HALPERN - Tesis - Max Plank Institute Für Metallorschung Stuttgart, Alemania - 1960.
- 56. R. MADDIN y W.R. ASHOR - Rev. Sci. Instruments 21 881 (1950).
- 57. R. Von MISES - Z. Angew. Math. Mech. 8 161 (1928).
- 58. Ver, por ejemplo, U.F. KOCKS - Trans. Metallurgical Soc. AIME 230 1160 (1964).

AGRADECIMIENTOS

El autor desea expresar su agradecimiento a:

Sus compañeros de trabajo durante el periodo en que se realizó esta investigación.- En particular a los Lics. R. Medrano, C. Pampillo y C. Varotto con quienes, por estar sus temas de trabajo relacionados con el de la presente investigación, el autor ha tenido una más directa relación.

Al Lic. M.A. Audero por su invaluable colaboración en el desarrollo de la parte experimental de este trabajo.

A los Dres. G. Shoeck, J. Dorn, W. Green, A. Goldberg, J. Shyne, T. Halpern, E. Bisogni y el Ing. J. Kittl, con quienes el autor ha discutido resultados de esta investigación en diversas oportunidades.

Al Dr. R. Platzek, por su valiosa colaboración en el diseño y construcción de la máquina de tracción.

Al Ing. D. Vasallo, quien pusiera a punto la técnica de réplicas y fotografía.

Al Sr. R. Runge y personal de la División Física de Metales, así como también al Sr. E. Hamann y al personal del Taller Gráfico a su cargo.

A la S^{ta}. H. Klenk y al Sr. R. Sábato, por su colaboración en la preparación del manuscrito y fotografías del presente trabajo.

En particular, el autor expresa su agradecimiento al Dr. A. E. Vidoz, quien propusiera el tema de trabajo, por su constante apoyo y estímulo.

Por último, agradece a la Comisión Nacional de Energía Ató-

- 83 -

mica por la provisión de los laboratorios de la División Física de Metales del Centro Atómico Bariloche, donde se llevara a cabo esta investigación, y al Army Research Office de U.S.A. que subvencionara parcialmente el presente trabajo.

TABLE I

ALEACION	V(ergs)	$E_{(111)}$ (ergs/cm ²)	E_F (ergs/cm ²)	r_1^b	r^b [Å]	r_1^z	r^z	$r^{obs.}$
Cu ₃ Au	11,1×10 ⁻¹⁴	92	40	17	102	8	65	95 130
Ni ₃ Mn S=1	127×10 ⁻¹⁴	114 75	20	27 35	120 176	12 17	78 114	110-170
Ni ₃ Mn S=0.55		24	20	63	503	31	331	196-590

TABLE V

	kg/mm ²		
TAMANO GRANO	Odesord.	Oord.	Oord.- Odesord.
0,1	170	260	90
1mm	100	141	41
2,5mm	92	92	0
L27 desl. mult.	107	254	147
L24 desl. doble	106	106	0

TABLE 11

CRISTAL N	λ	φ	T(°K)	[kg/mm ²]							[kg/mm ²]		
				τ_o	τ_{II}	τ_{II}'	τ_{II}''	ϵ_r	ϵ_{II}	ϵ_{III}	θ_r	θ_{II}	θ_{III}
L 5	41°	60°	293°	3,3	3,46	3,56	13,61	0,455	0,235	0,989	0,73	19,1	4,4
L 7	45°	47°		3,15	3,7	3,95		0,5	0,395		1,51	13,67	
L 8	36°	55°		3,20	3,55	3,70	9,60	0,397	0,27	0,835	1	13,6	7,7
L 10	36°30'	55°30'		3,50	3,5	3,70		0,368	0,216		0,58	13,3	
L 12	41°	56°30'		3,05	3,9	4,1	10,3	0,510	0,425	0,915	3,3	15,4	9,0
L 16	43°	51°30'		3,35	3,50	3,55	11,8	0,345	0,295	0,856	1	16,1	4,6
L 17	43°	47°30'		3,30	4,15	4,6	1,4	0,470	0,352	0,905	3,3	22,2	4,7
L 20	42°	48°		3,40	3,85	3,9	11,9	0,540	0,465	1,0	1	17,4	6,5
L 9	37°	56°30'	473°	2,55	2,60	2,61	7,65	0,467	0,36	0,92	~0	10,5	
L 13	35°	54°	80°	5,3	6,8	7,85	13,35	0,425	0,260	0,660	6,4	23,8	7,4
L 14	37°	59°		5,1	5,35	5,50	11,9	0,625	0,420	0,910	0,68	22,8	7,4

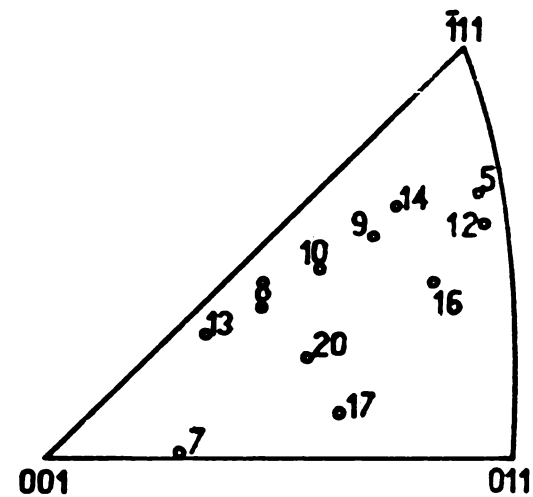


Tabla III

CRISTAL N°	PUNTO N°	a	ε	$\chi_{(110)}$	ε _{calc.}	Θ _{calc.}
14 A (ORDENADO)	1	0,469	0,203	30°30'	0,158	29°15'
	2	0,827	0,366	25°30'	0,365	25°30'
	3	1,107	0,497	22°	0,569	23°7'
14 B (ORDENADO)	1	0,431	0,186	31°	0,141	29°42'
	2	0,744	0,328	28°	0,252	26°17'
	3	1,000	0,448	23°	0,504	23°57'
	4	1,465	0,668	18°	0,902	20°38'
	5	1,520	0,697	7°	3,823	20°16'
14 C (DESORDENADO)	1	0,461	0,199	27°	0,295	29°21'
	2	0,799	0,353	26°	0,341	25°45'
	3	1,126	0,506	26°	0,341	22°58'
17 A (ORDENADO)	1	0,402	0,218	37°	0,198	37°36'
	2	0,668	0,378	33°	0,341	32°38'
	3	0,883	0,513	28°	0,535	29°25'
	4	1,062	0,629	25°	0,730	27°8'
	5	1,318	0,797	23°	0,901	24°25'
	6	1,478	0,905	21°	1,073	23°
17 B (DESORDENADO)	1	0,348	0,207	35°	0,295	38°
	2	0,665	0,376	31°	0,442	32°41'
	3	0,876	0,509	29°	0,532	29°30'
	4	1,006	0,592	27°	0,636	27°49'

TABLE IV

CRISTAL N°	λ	φ	T(°K)	z (kg./mm ²)	kg./mm ² $\Theta_{ord.}$	Θ_o	TRATAMIENTO A 450°C.	ϵ_o	kg./mm ² ($\Theta_{ord.} - \Theta_o$)
L 5	41	60	293°	24,9	9	5,3	120 HRS.	0,359	10,1
L 7	45	47	293°	5,3	5,8	4,6	36 "	0,25	7,87
L 7				4,5	6,1	6,1	108 "	0,32	5,57
L 8	36	55		4,75	5,8	3,9	120	0,37	7,8
L 10	36°30'	55°30'		5,7	7,4	5,8	72	0,445	5,9
L 12	41	56°30'		4,8	7,3	3,7	72	0,375	8,1
L 13	35°	54°		5,35	12,0	8	72	0,345	
L 14	37°	59°		6,25	6,5	4,9	72	0,275	
L 16	43	51°30'		5,15	11,21	5,1	72	0,270	4,9
L 17	47°30'	43		5,65	5,9	4,2	72	0,290	16,3
L 20	42°	48°		5,9	7,1	5,5	72	0,250	11,5
L 9	37	56°30'	473°	3,8	7,3		72		3,2
L 13	35°	54°	80°	7,5	11,2	3,6	72	0,195	12,6
L 14	37°	59°		7,1	5,6	3,7	72	0,255	16,0

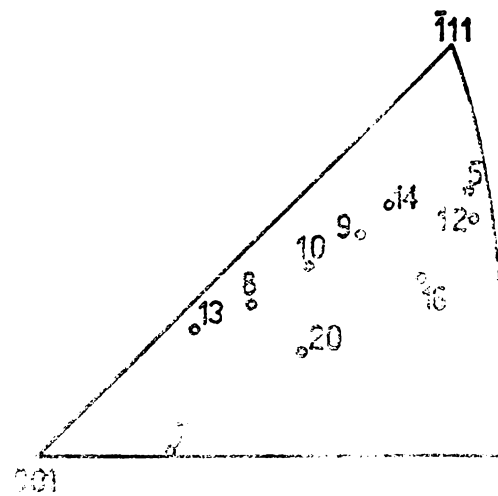


TABLA VI

CRISTAL . Nº	TRATAMIENTO	ESFUERZO DE CESION (kg/mm ²)	$\Theta = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \epsilon} \left(\frac{\text{kg.}}{\text{mm}^2} \right)$	OBSERVACIONES
C4 (1)	TEMPLADO DESDE 700°C	10,6 12,2	28,5	DESLIZAMIENTO SIMPLE
C4 (2)	RECOCIDO 15m. A 350°C	10,8	35,0	
C4 (3)	RECOCIDO 16 HRS. A 350°C	7,7	42,0 34,0	
C2 (2)	TEMPLADO DESDE 700°C	13,8	35,5	DESLIZAMIENTO DOBLE
C3 (2)	RECOCIDO 15m. A 350°C	11,2	52,4	
C2 (3)	RECOCIDO 16HRS. A 350°C	7,9	76,6	
C1 (4)	TEMPLADO DESDE 700°C	13,3	63,3 52,5	DESLIZAMIENTO MULTIPLE
C1 (1)	RECOCIDO 15m. 350°C	17,6	63,2	
C3 (3)	RECOCIDO 1 HR. A 350°C	12,9	98,7	
C1 (2)	RECOCIDO 16HRS. A 350°C	9,6	139,6 161,7	
C3 (1)	RECOCIDO 16HRS. A 350°C	9,9	159	
C2 (1)	RECOCIDO 15m. 350°C	10,0	88,6 13,1	DESLIZAMIENTO SIMPLE + DOBLE
C2 (4)	RECOCIDO 16HRS. A 350°C	6,9	51,7	

TABLA VII

$\frac{1}{x} = \frac{\Theta}{G}$	DESLIZAMIENTO SIMPLE	DESLIZAMIENTO DOBLE	DESLIZAMIENTO MULTIPLE
$\frac{1}{x} \left \begin{smallmatrix} \text{DESOR.} \\ \text{ORD.} \end{smallmatrix} \right.$	$5,9 \times 10^{-3}$	74×10^{-3}	$13,3 \times 10^{-3}$ 11×10^{-3}
$\frac{1}{x} \left \begin{smallmatrix} 15 \text{ m.} \\ \text{ORD.} \end{smallmatrix} \right.$	$7,3 \times 10^{-3}$ $0,67 \times 10^{-3}$	$10,9 \times 10^{-3}$	$13,1 \times 10^{-3}$
$\frac{1}{x} \left \begin{smallmatrix} 1 \text{ HR.} \\ \text{ORD.} \end{smallmatrix} \right.$			20×10^{-3}
$\frac{1}{x} \left \begin{smallmatrix} 16 \text{ HRS.} \\ \text{ORD.} \end{smallmatrix} \right.$	$8,77 \times 10^{-3}$ $7,09 \times 10^{-3}$	$15,9 \times 10^{-3}$	29×10^{-3} $33,8 \times 10^{-3}$ $33,1 \times 10^{-3}$
$\frac{16 \text{ HRS.}}{G} \left \begin{smallmatrix} \Theta_{\text{ord}} - \Theta_{\text{des}} \end{smallmatrix} \right.$	$2,87 \times 10^{-3}$ $1,2 \times 10^{-3}$	$8,5 \times 10^{-3}$	$15,7 \times 10^{-3}$ $22,6 \times 10^{-3}$
$\frac{15 \text{ m.}}{G} \left \begin{smallmatrix} \Theta_{\text{ord}} - \Theta_{\text{des}} \end{smallmatrix} \right.$	$1,4 \times 10^{-3}$ $-5,23 \times 10^{-3}$	$3,5 \times 10^{-3}$	$-0,2 \times 10^{-3}$ $2,1 \times 10^{-3}$
$\frac{d\theta F}{dG}$	5×10^8	15×10^9	28×10^9

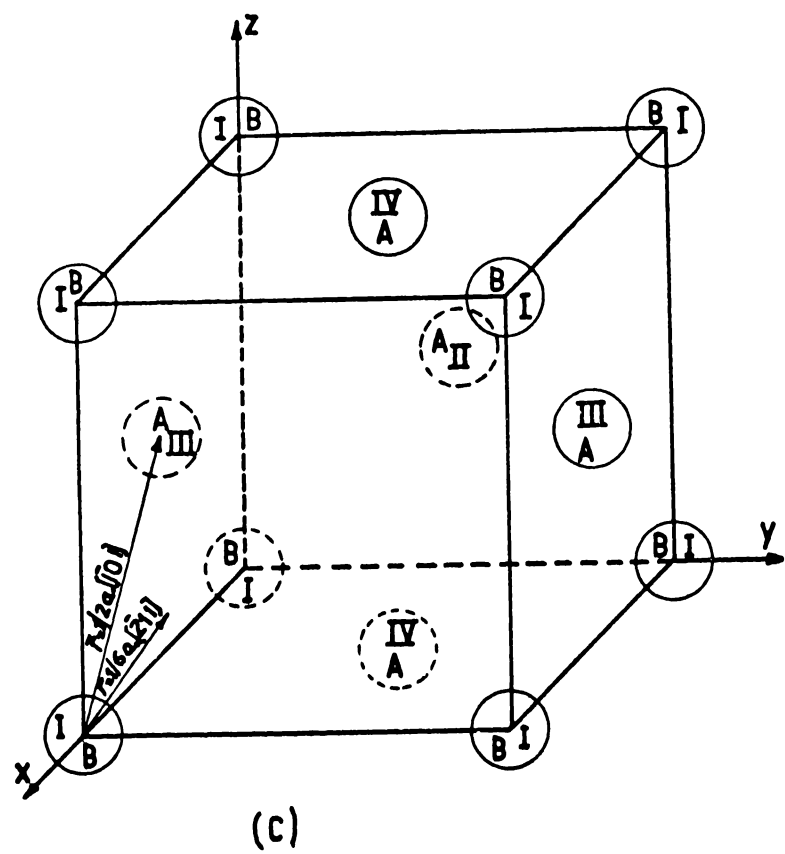
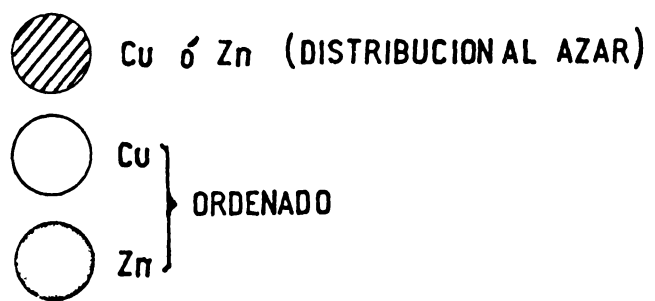
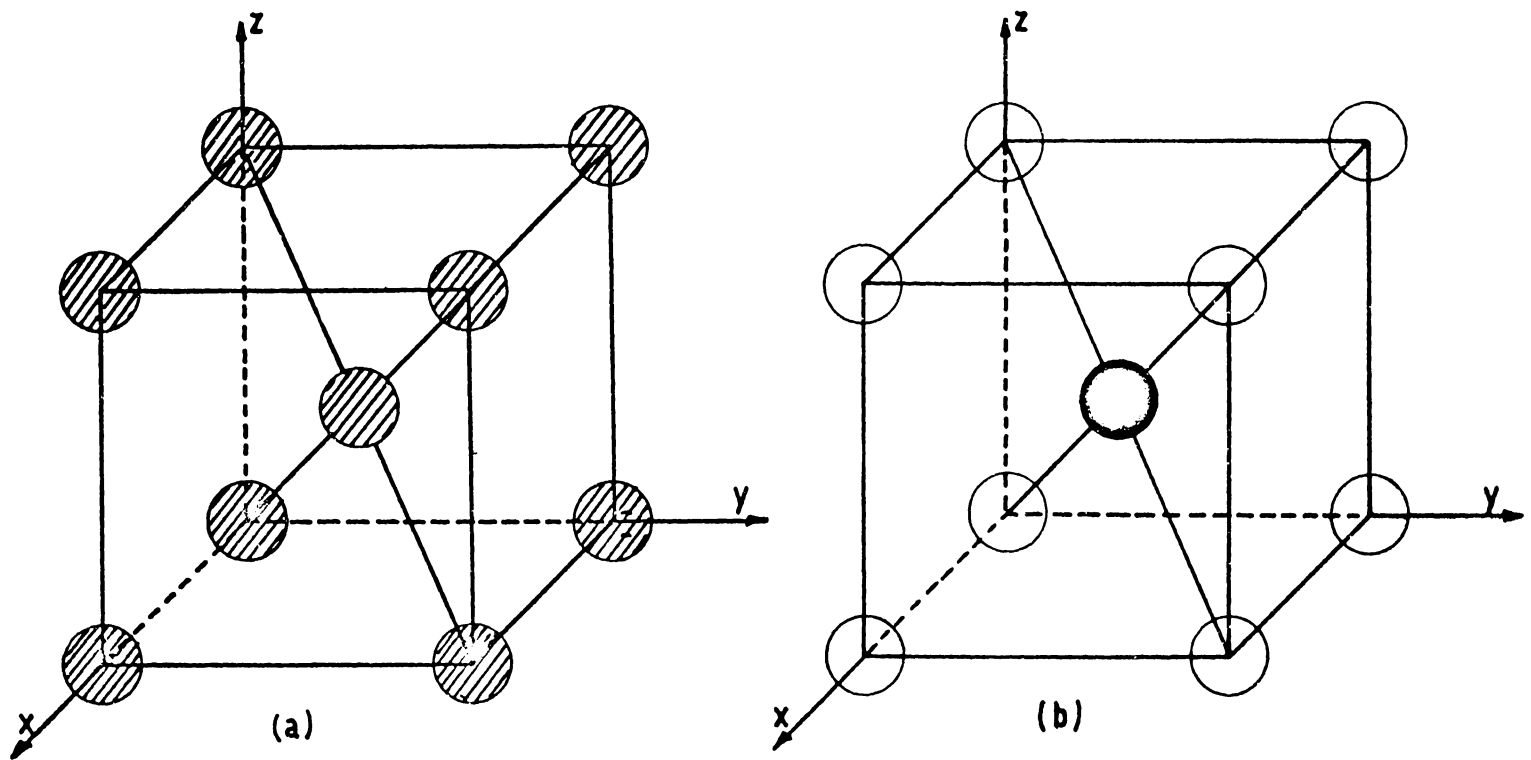


FIG.1

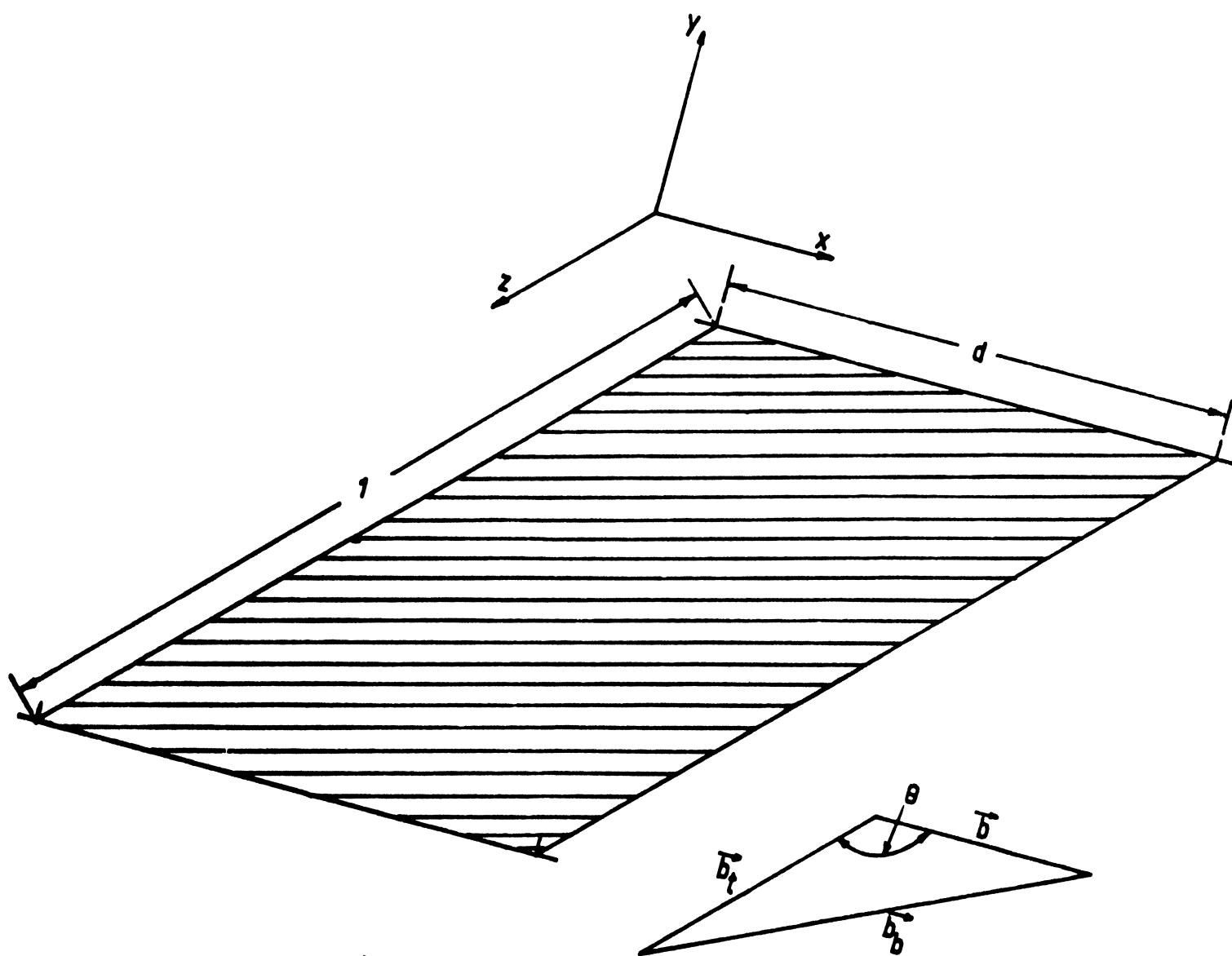


FIG. 3

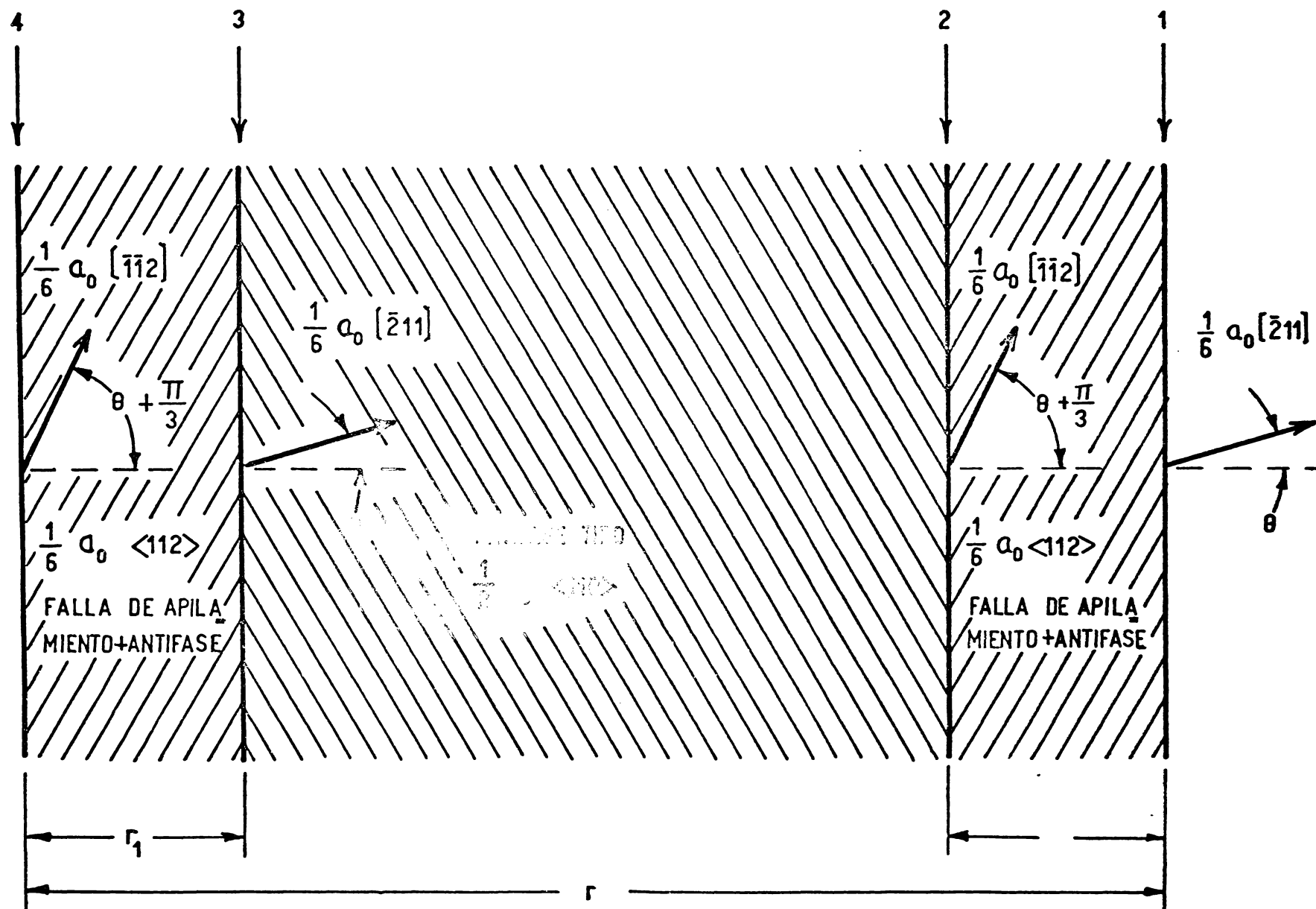


FIG. 4.

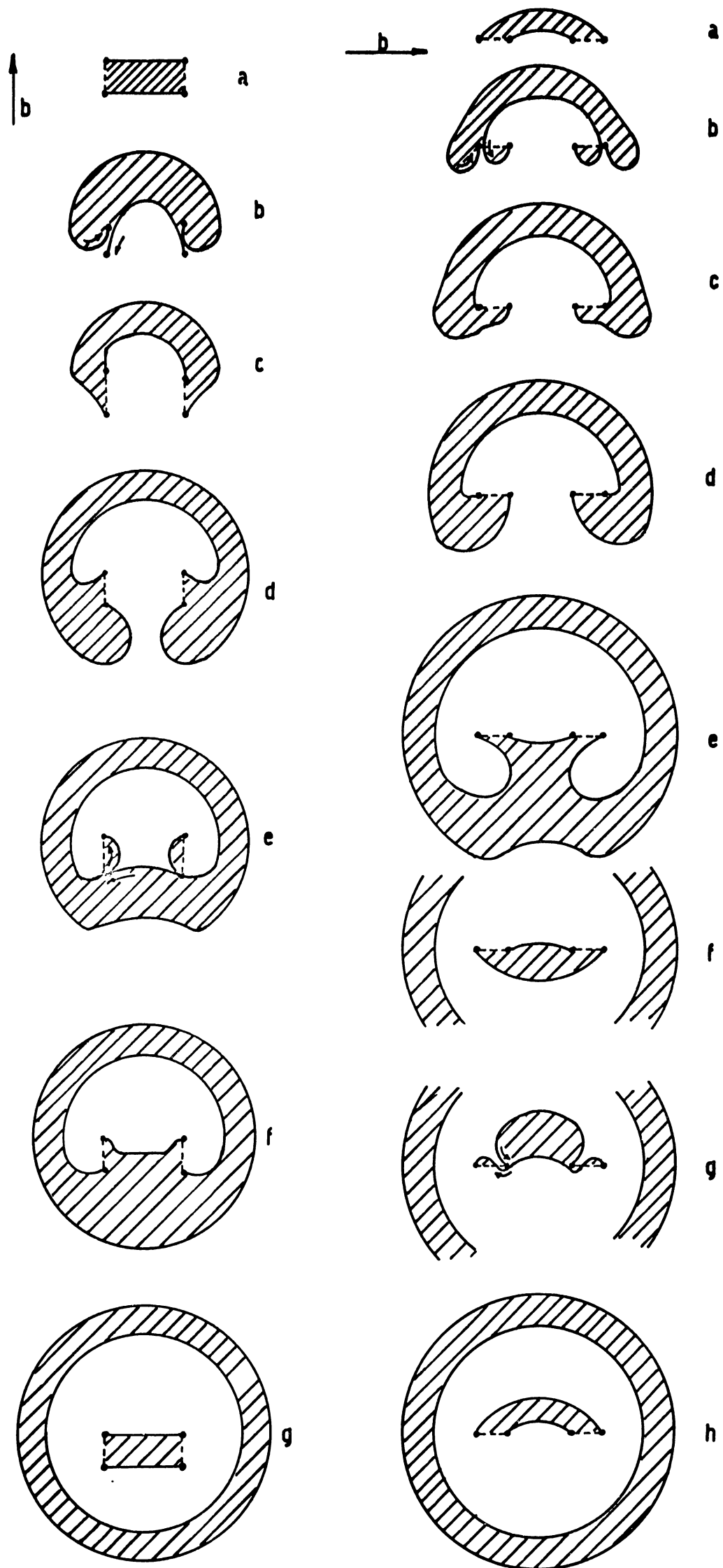


FIG. 5

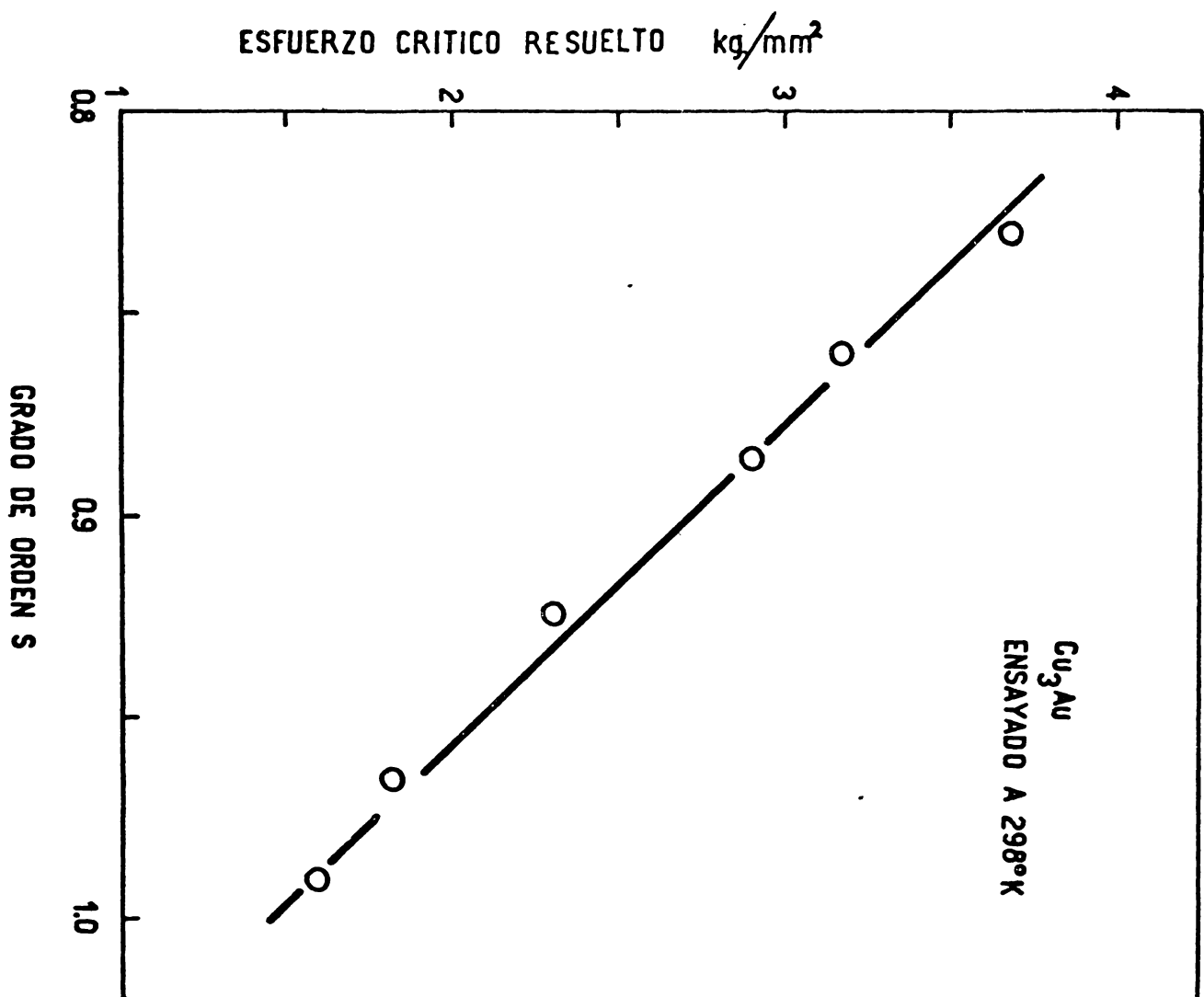
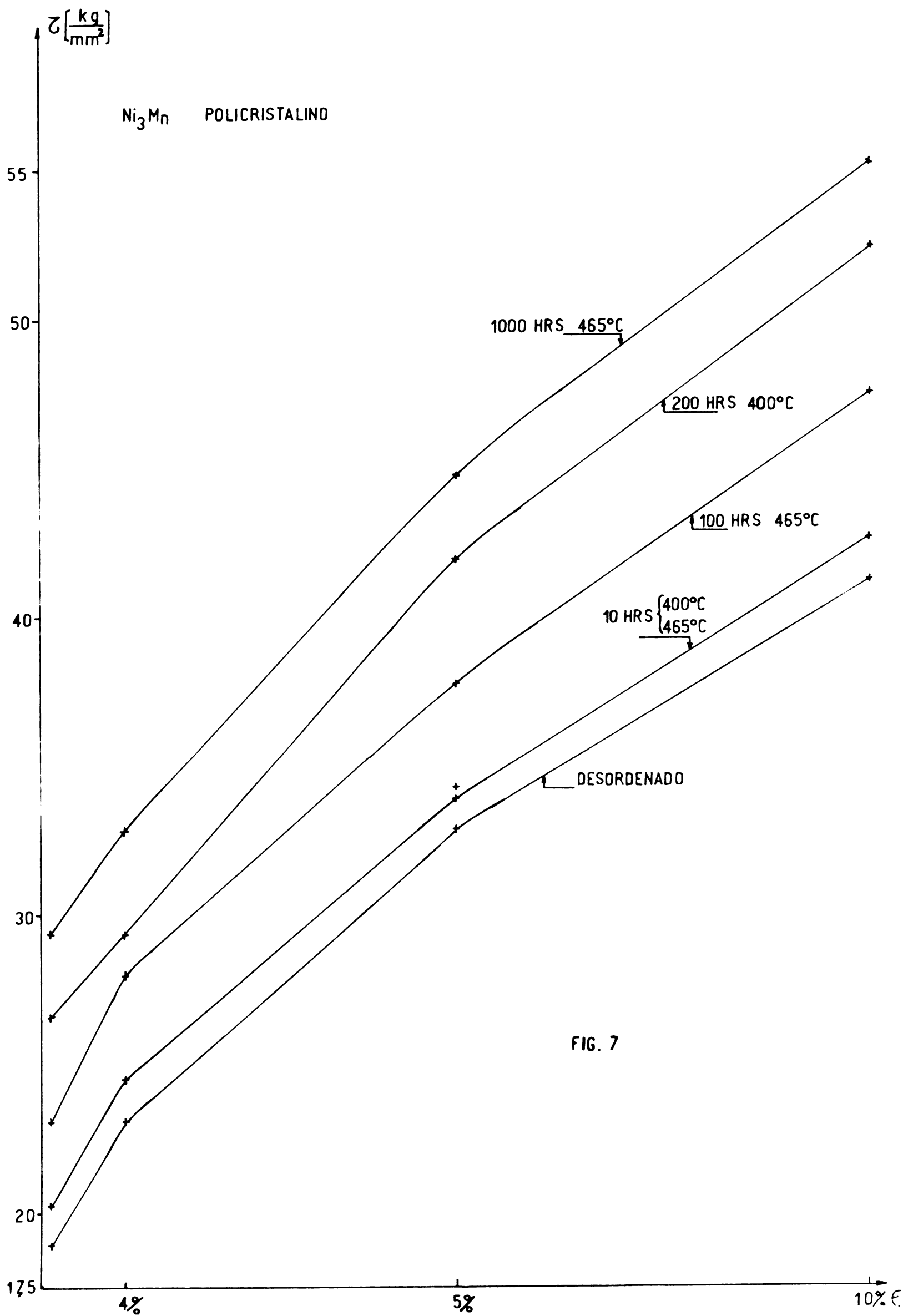


FIG. 6



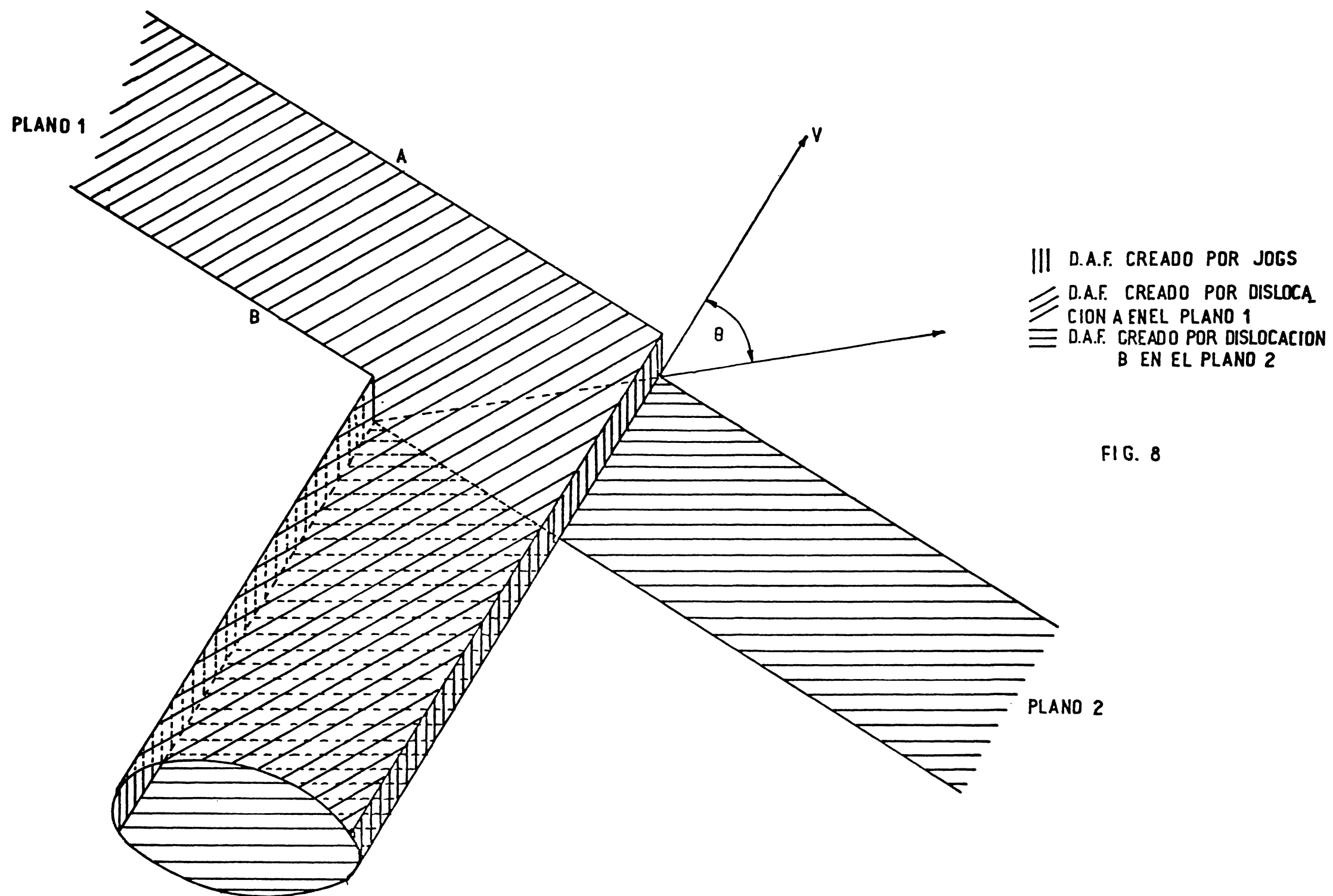


FIG. 8

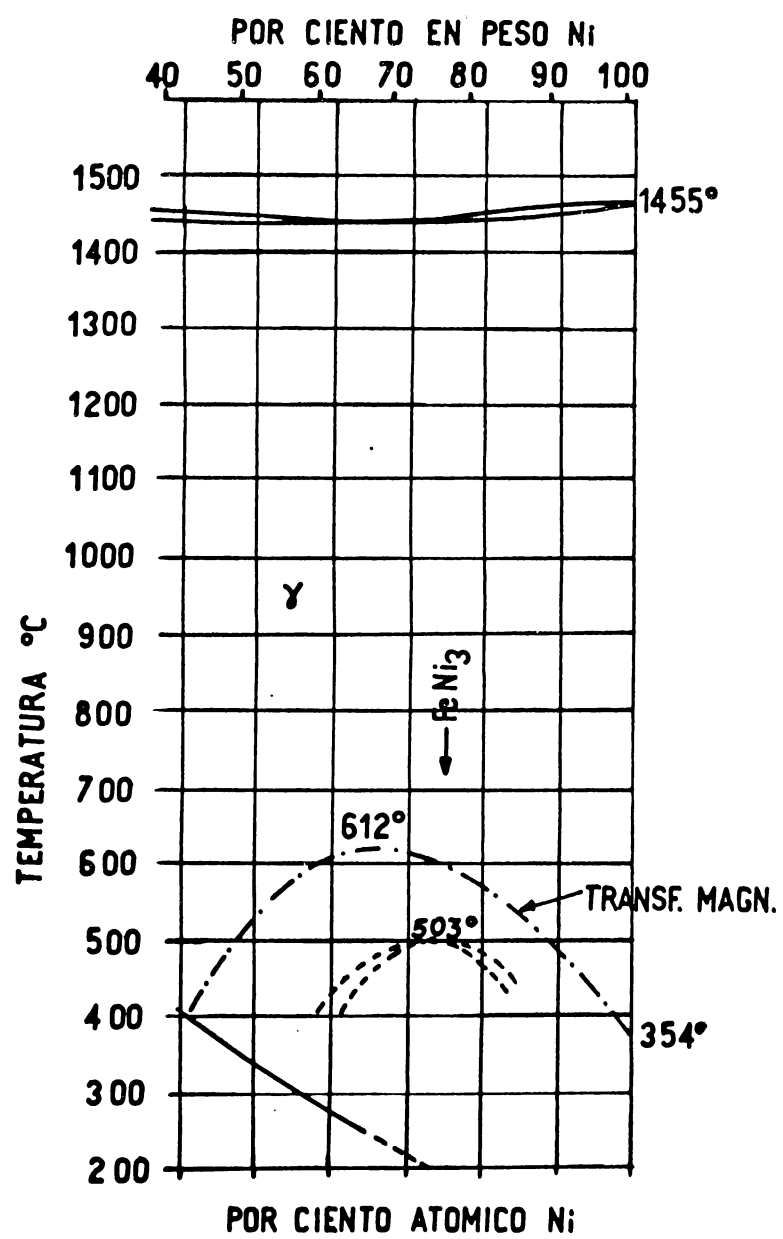
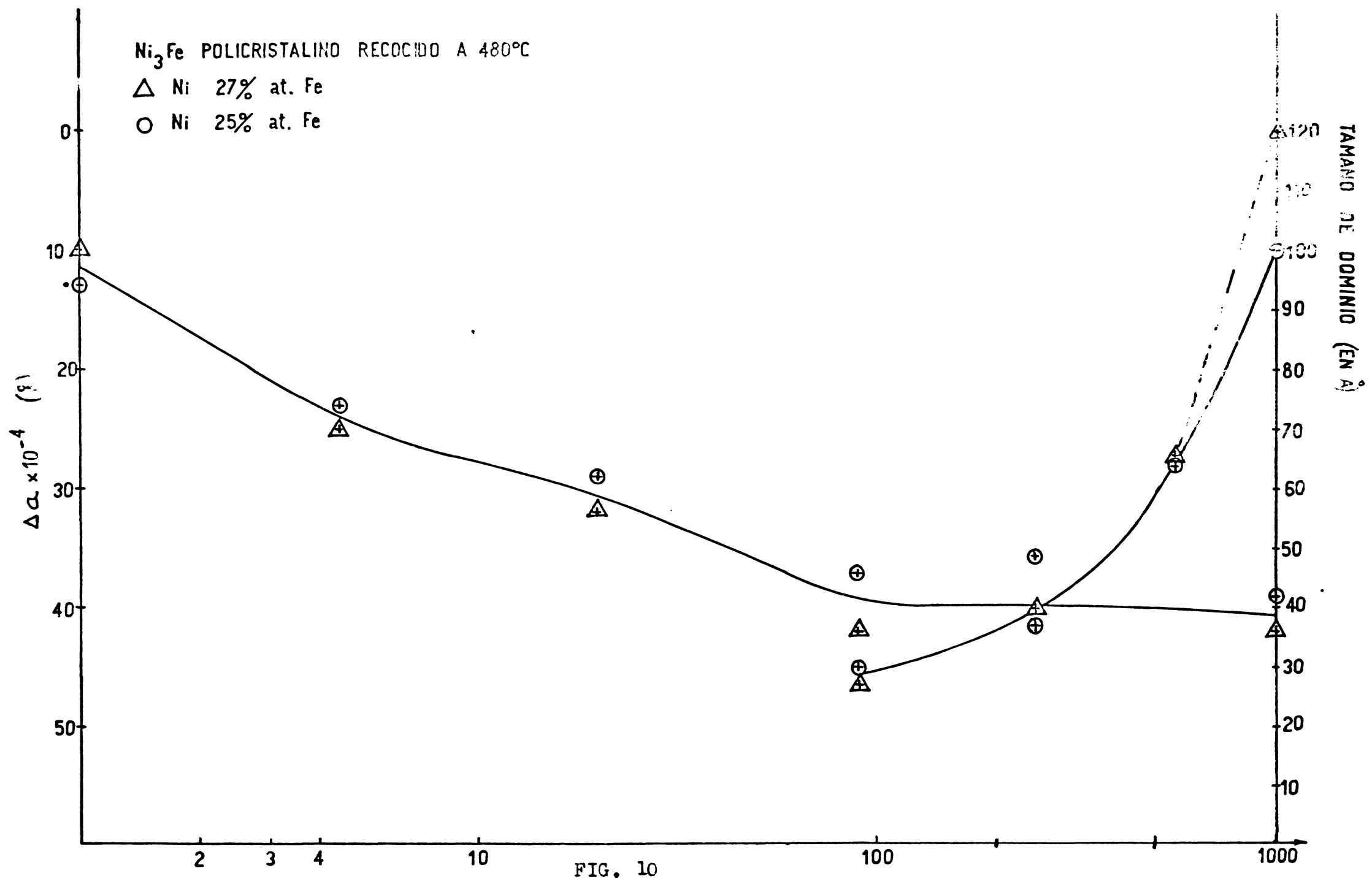


FIG. 9



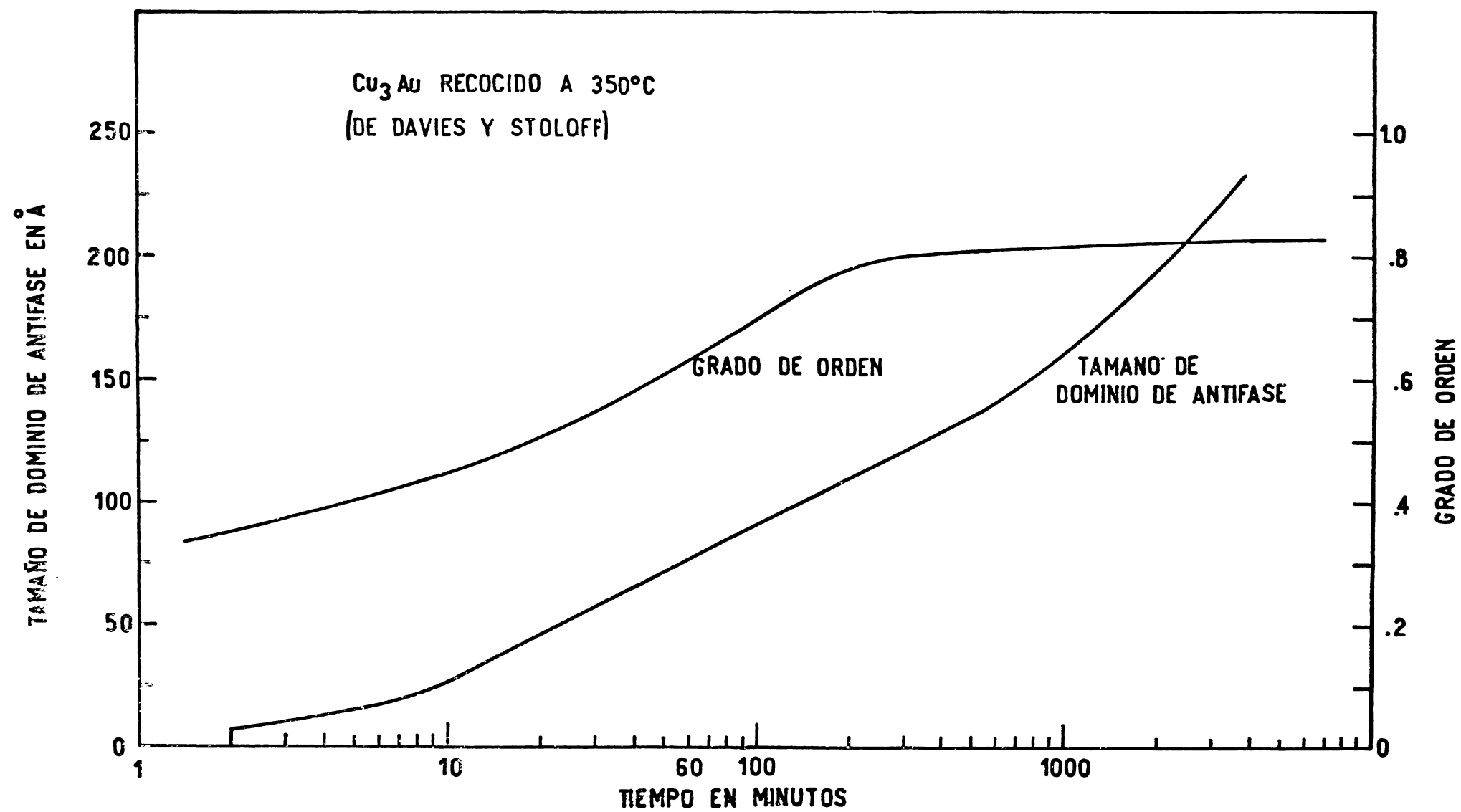
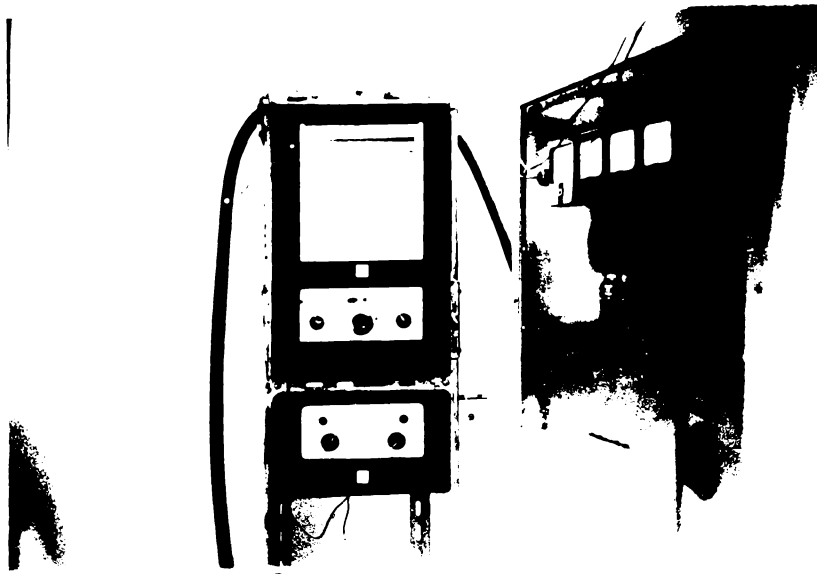
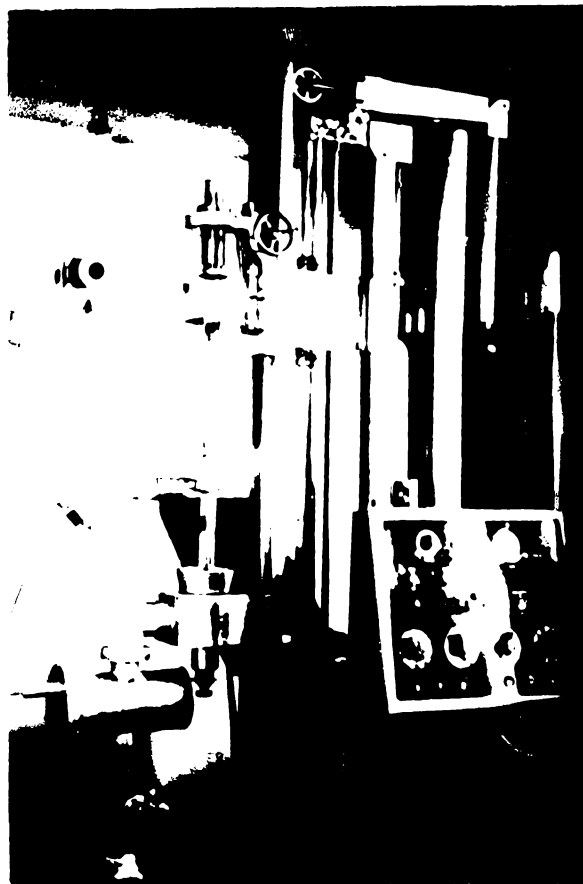


FIG.11

FIG. 12



(a)



(b)

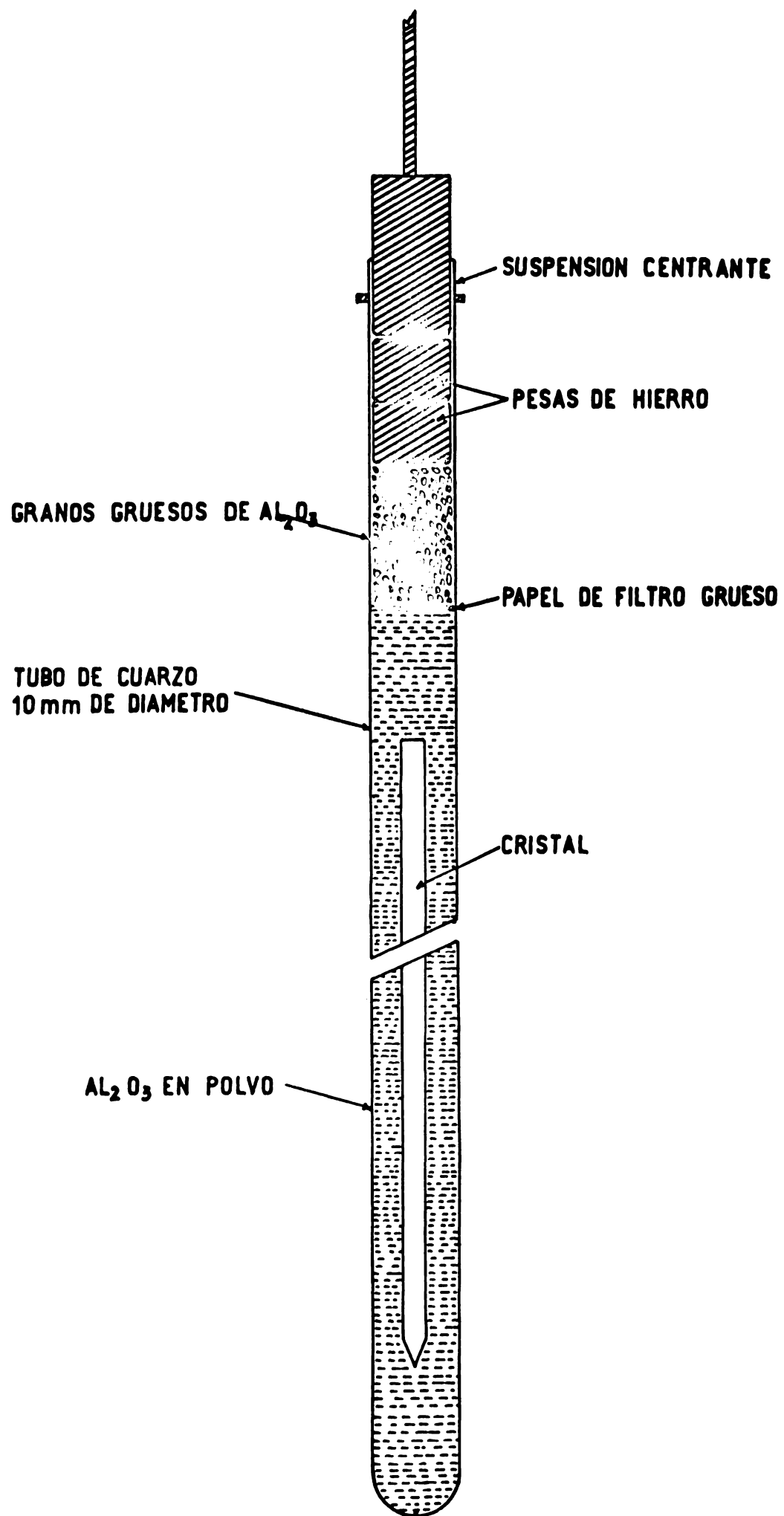


FIG. 13

FIG. 16

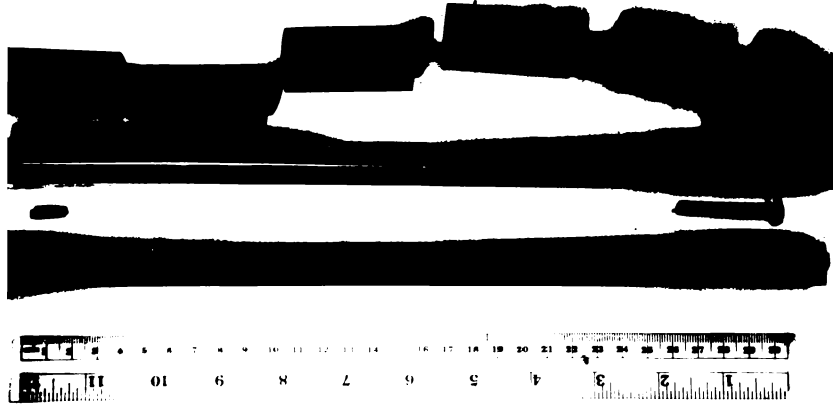


FIG. 15

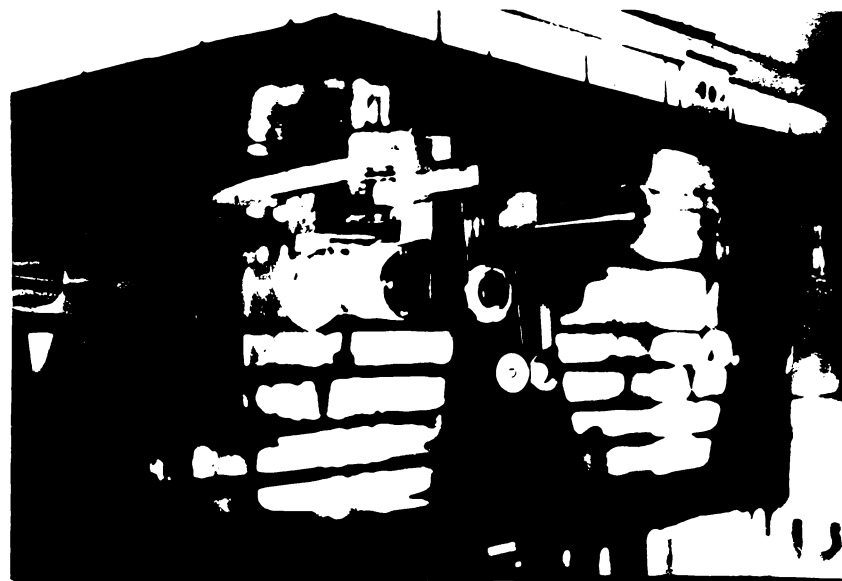
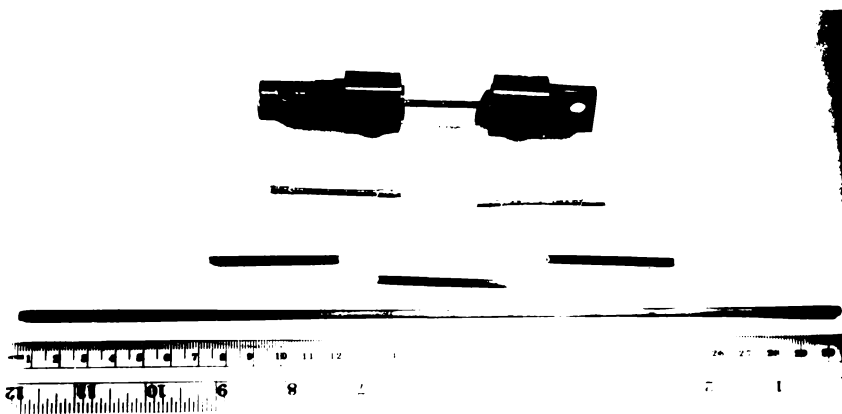


FIG. 14



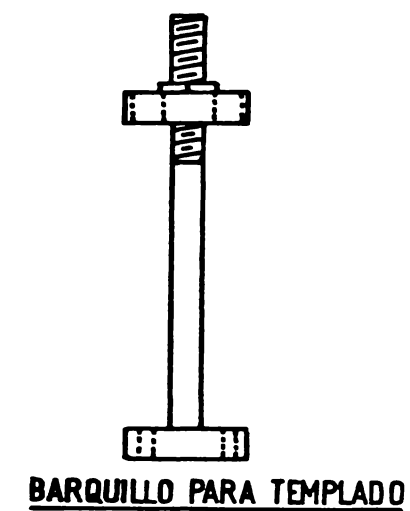
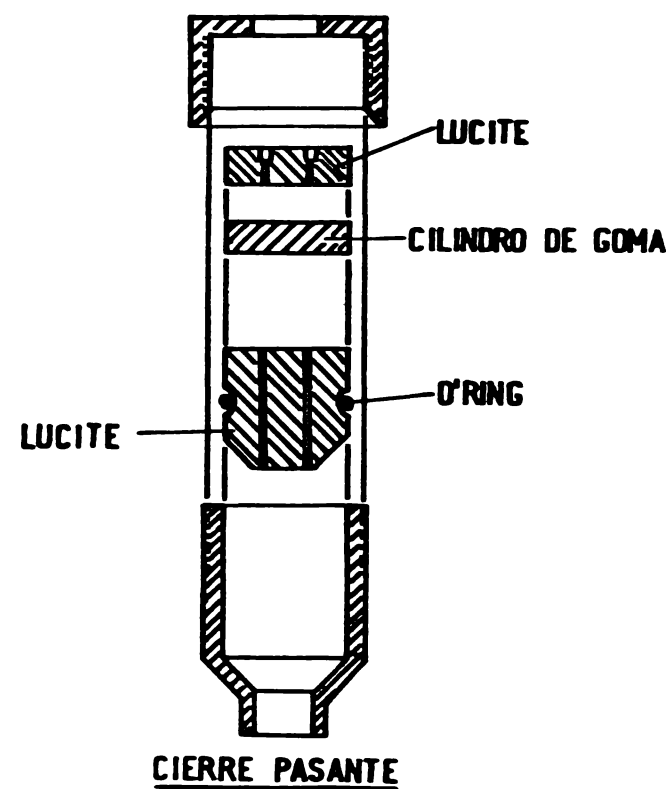
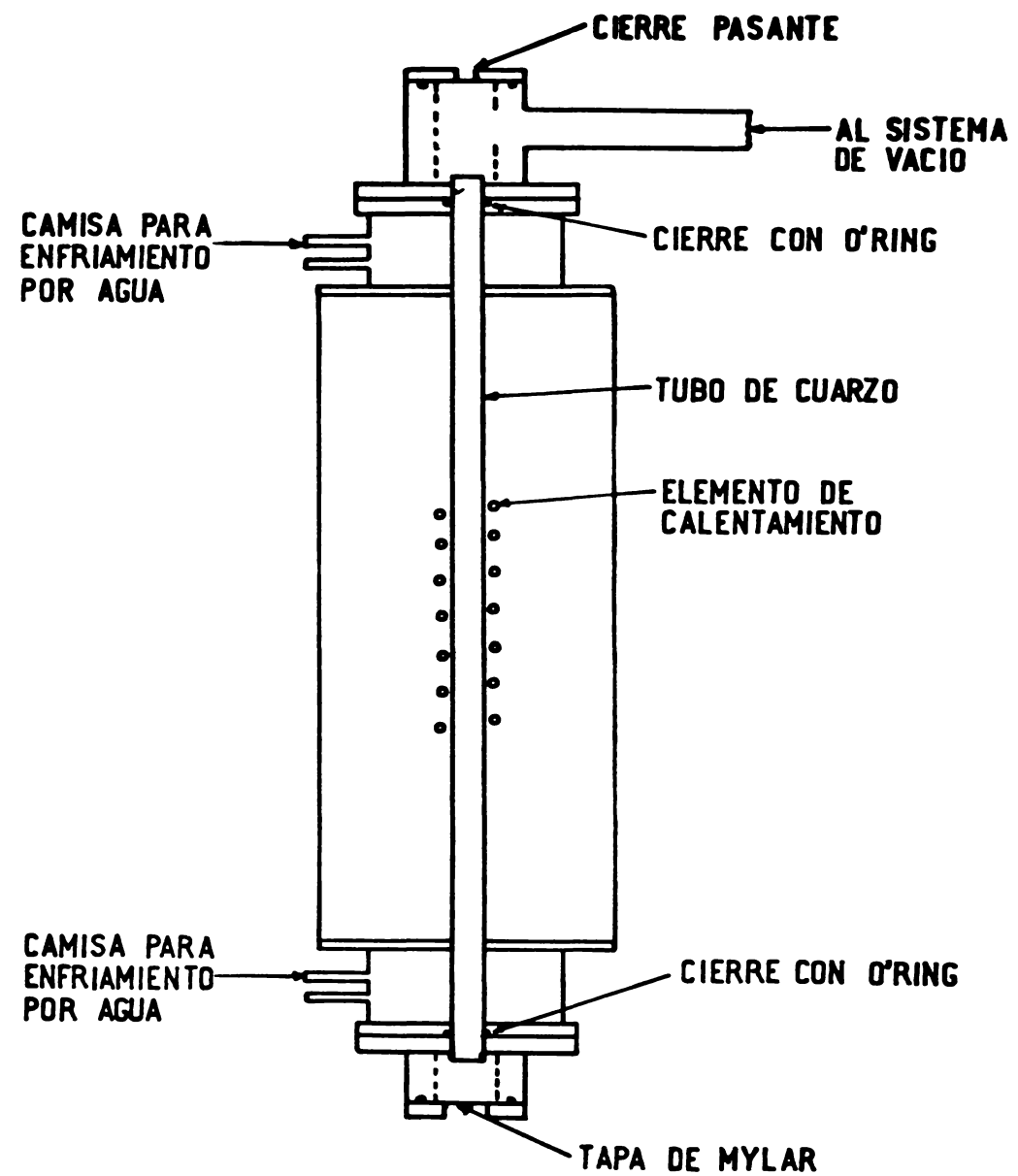


FIG 18



FIG. 17

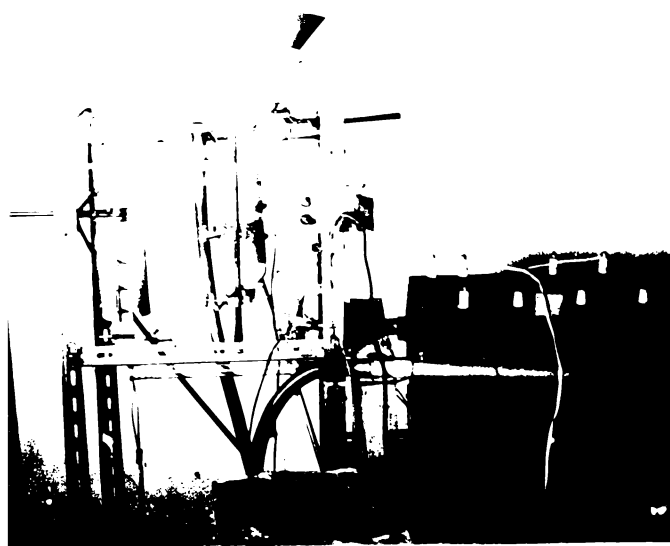


FIG. 19

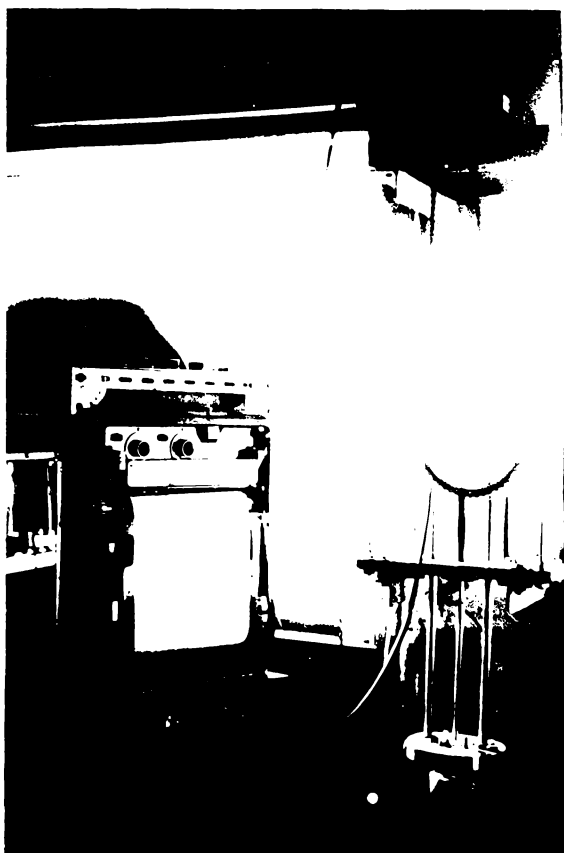


FIG. 20

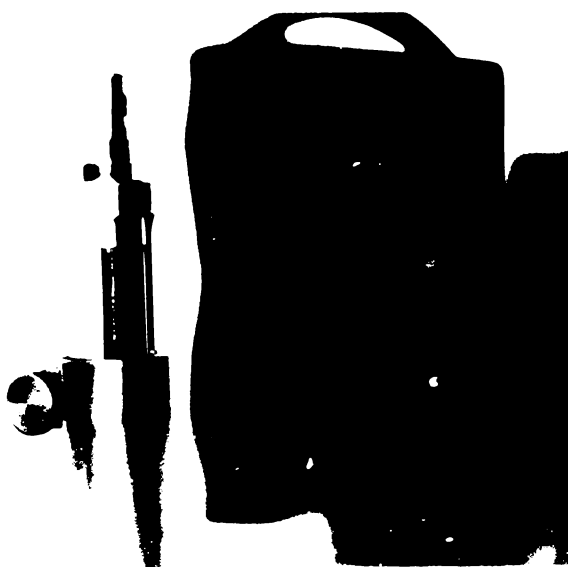
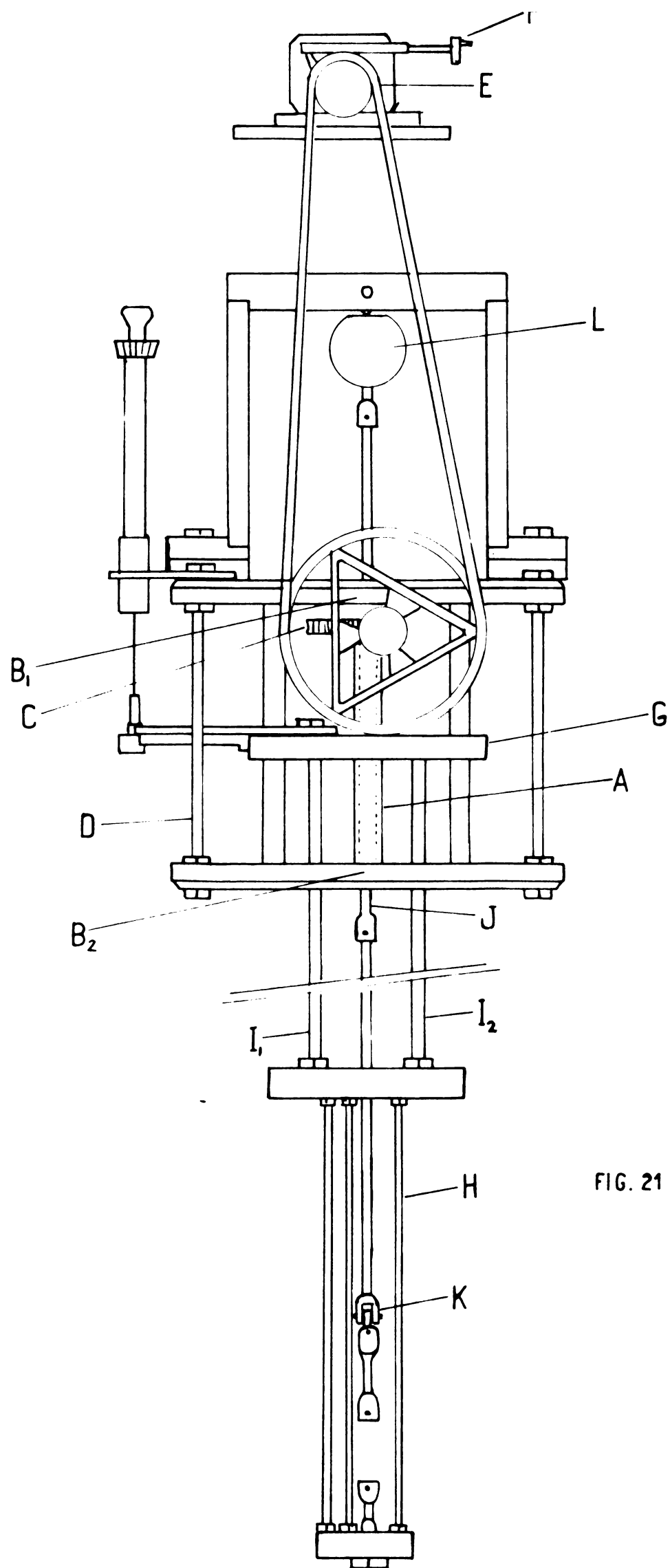


FIG. 22



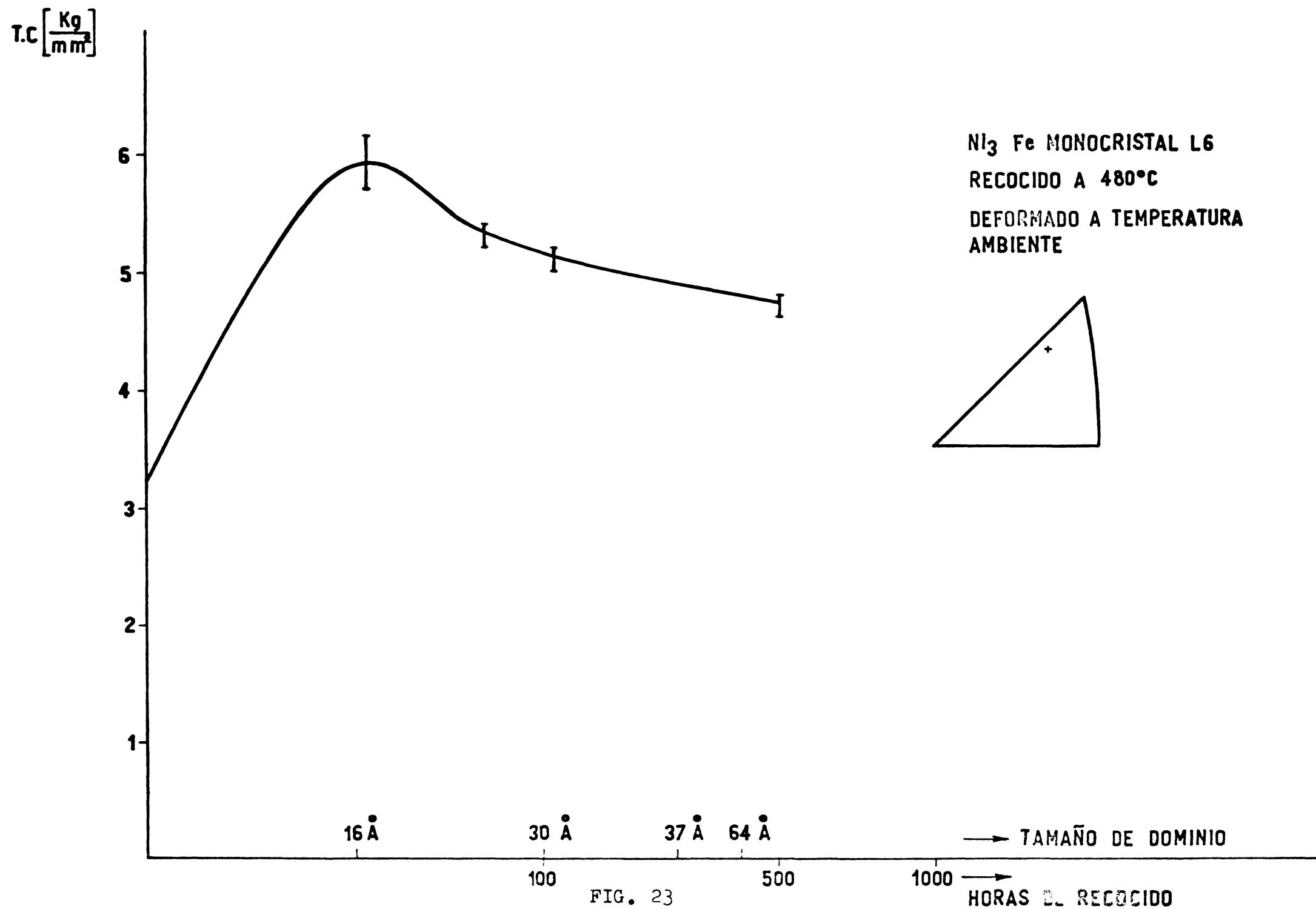
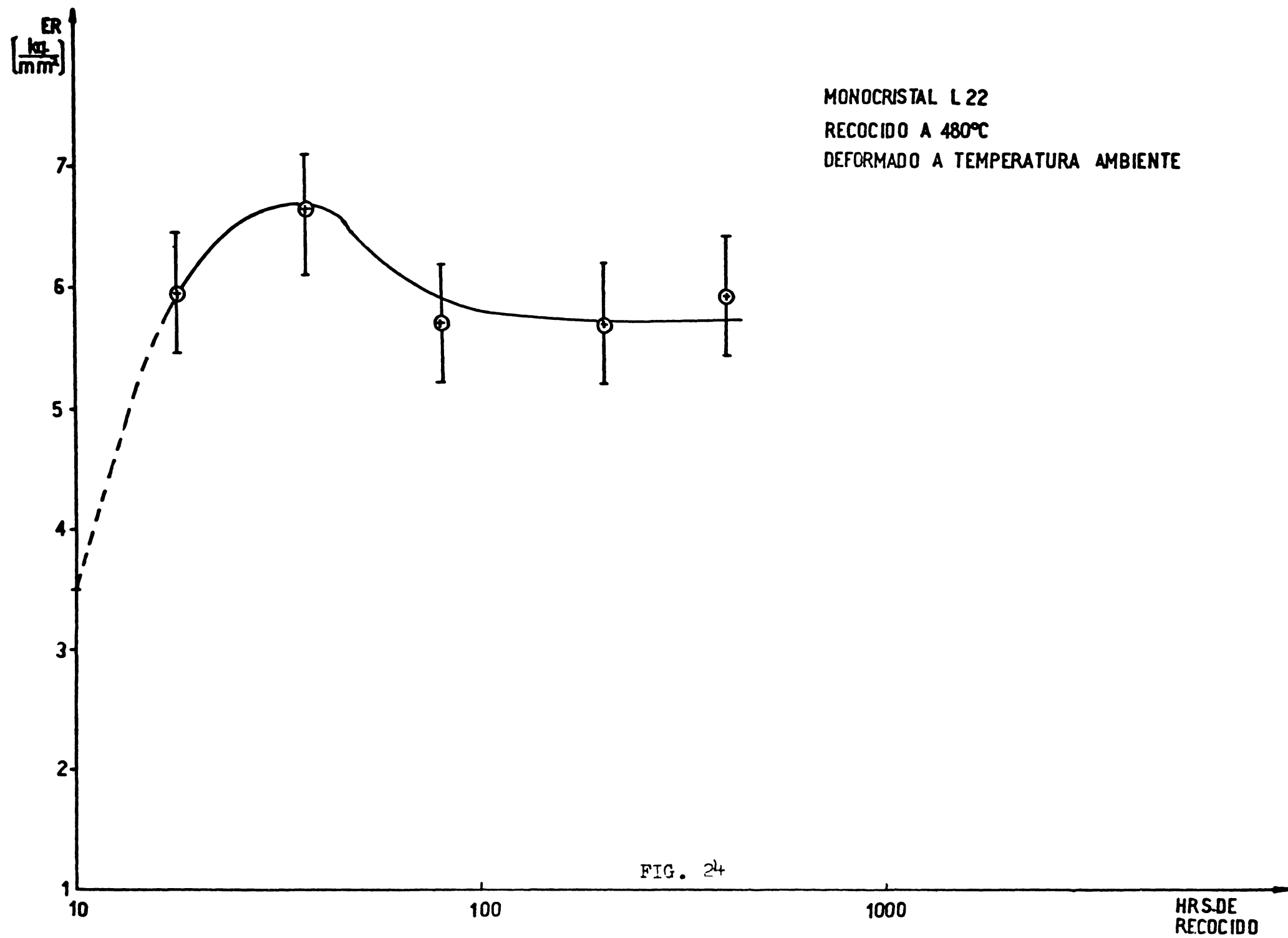


FIG. 23



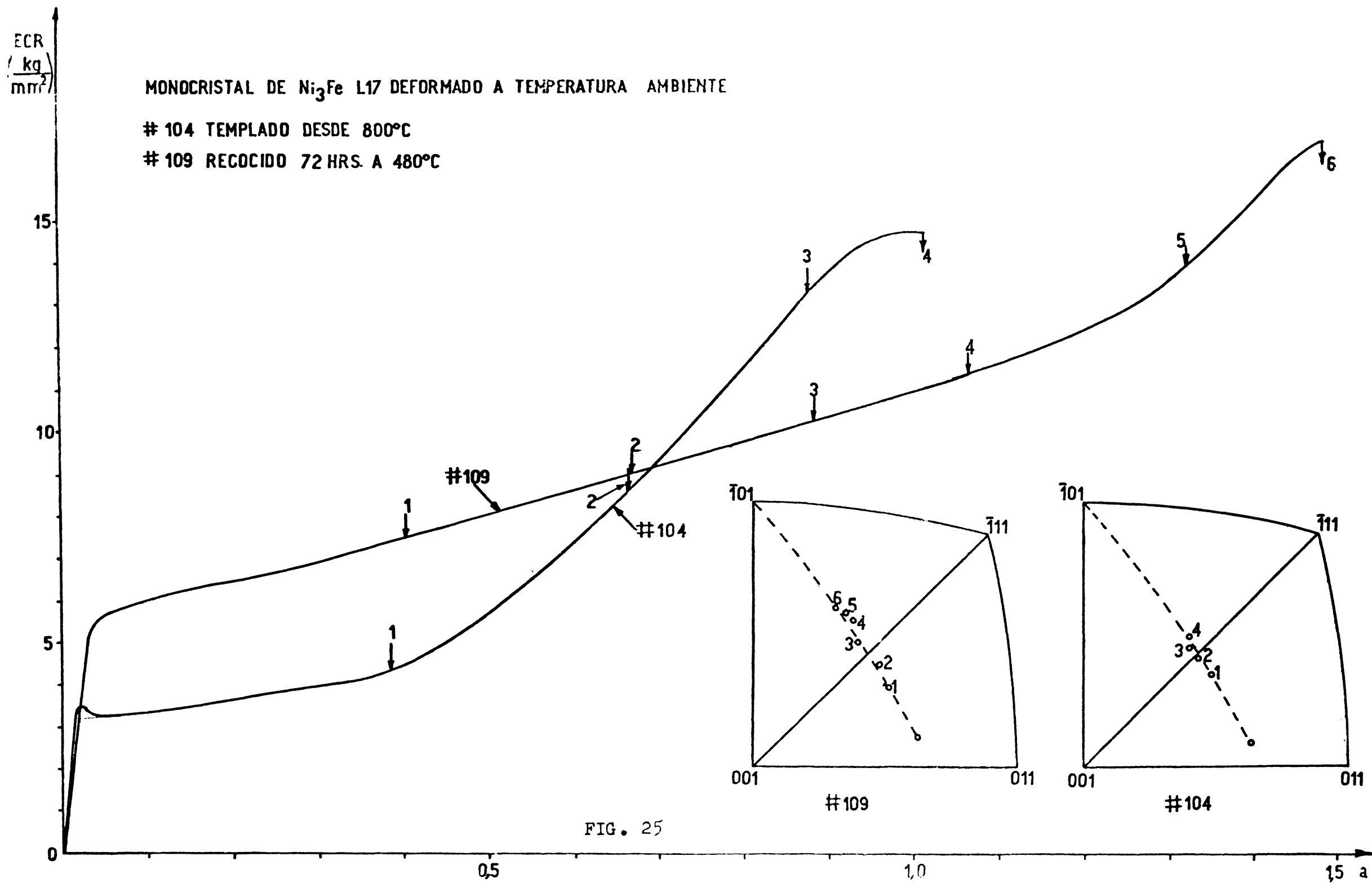


FIG. 25

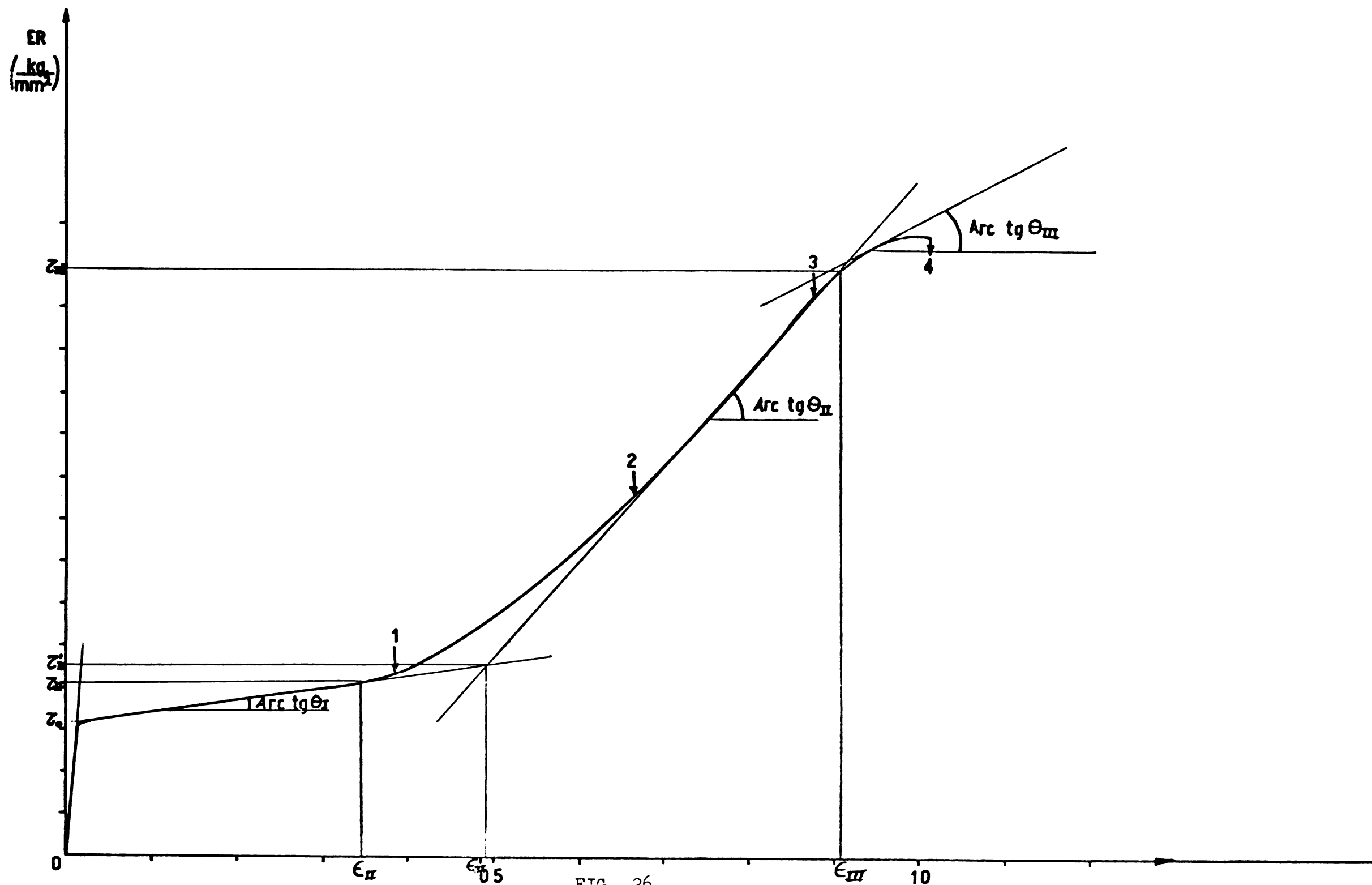
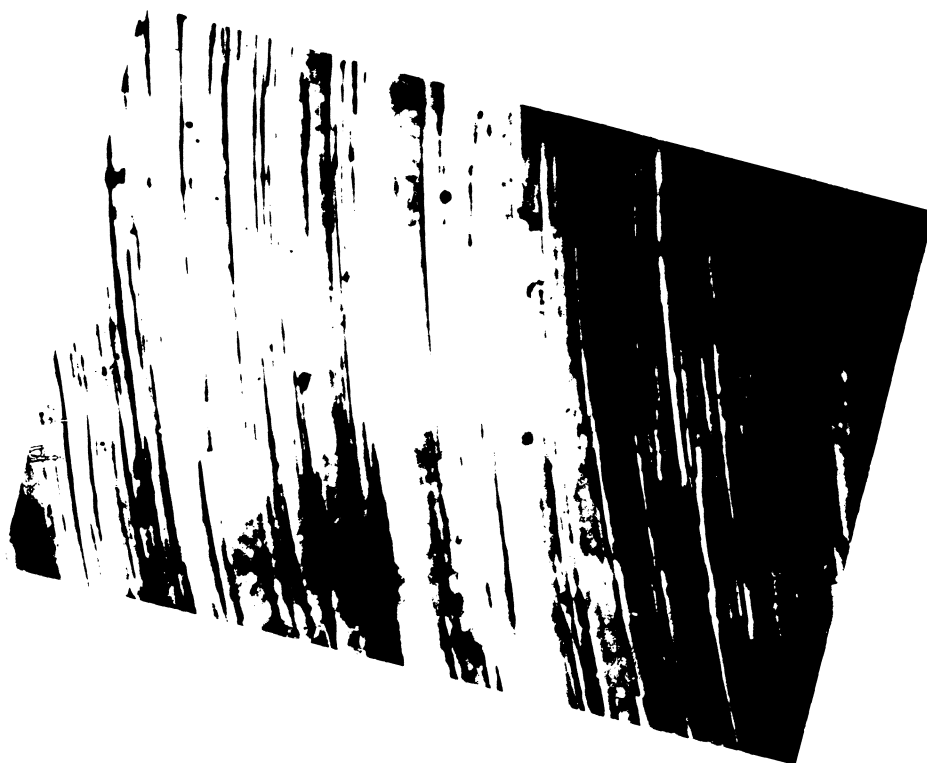
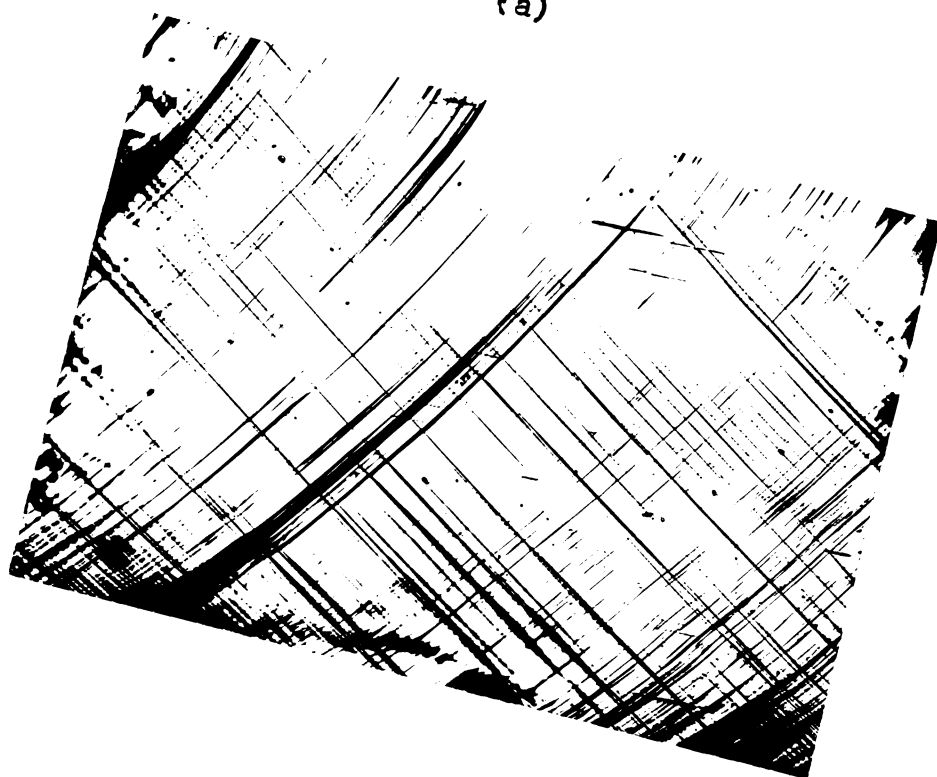


FIG. 26

FIG. 27



(a)



(b)

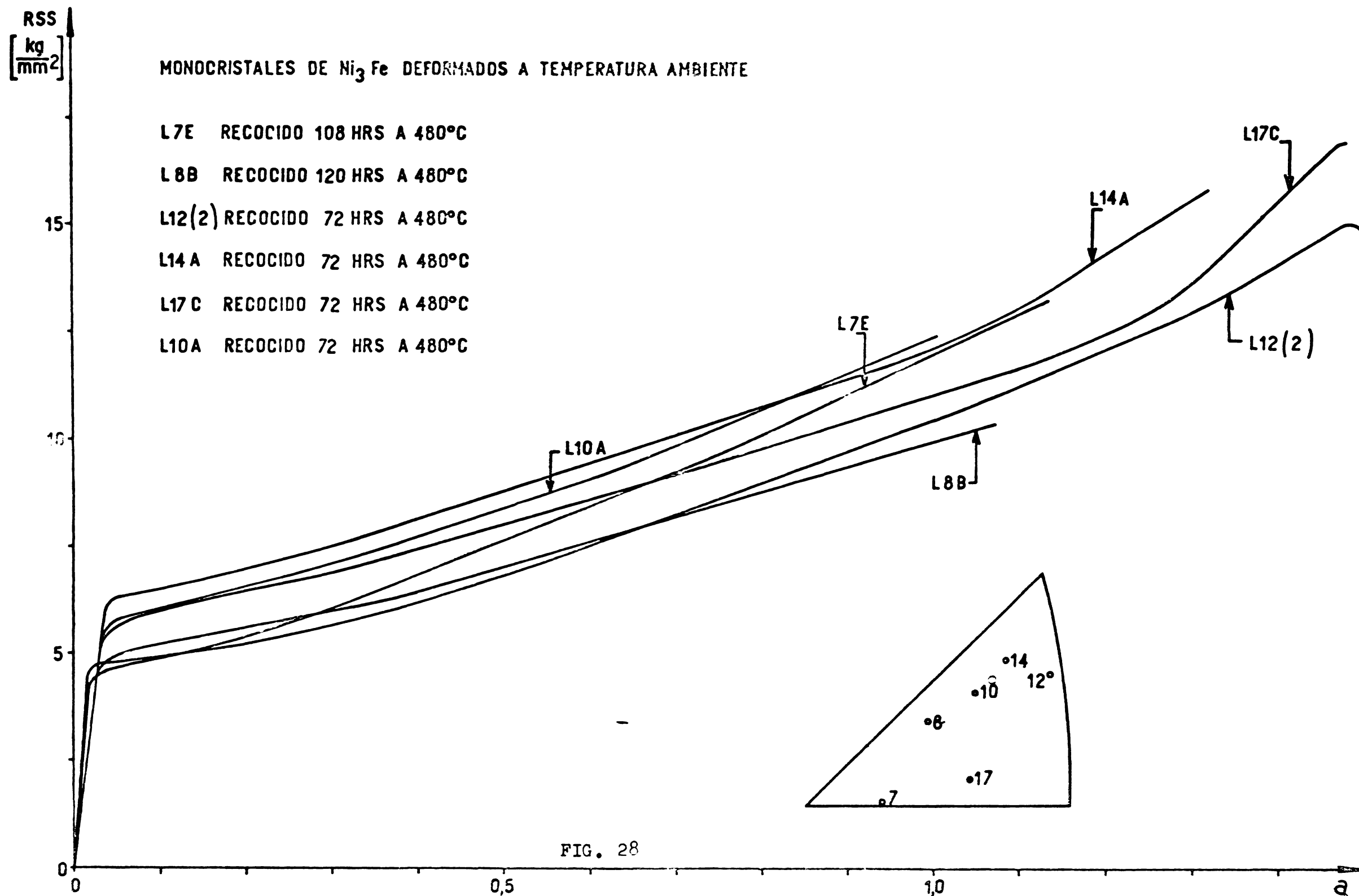
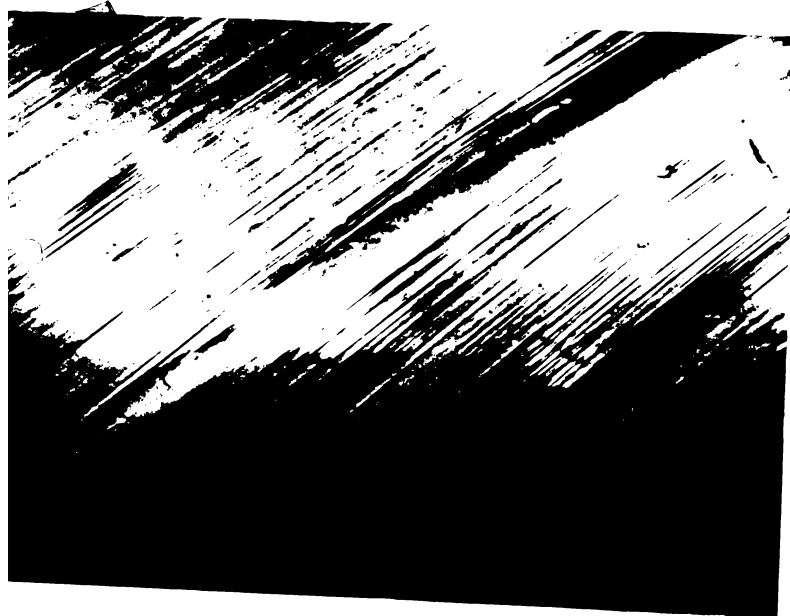
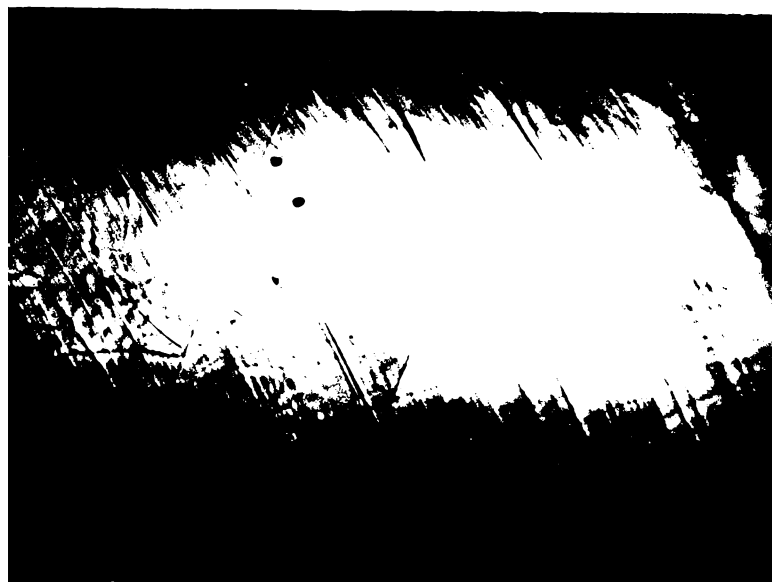


FIG. 29

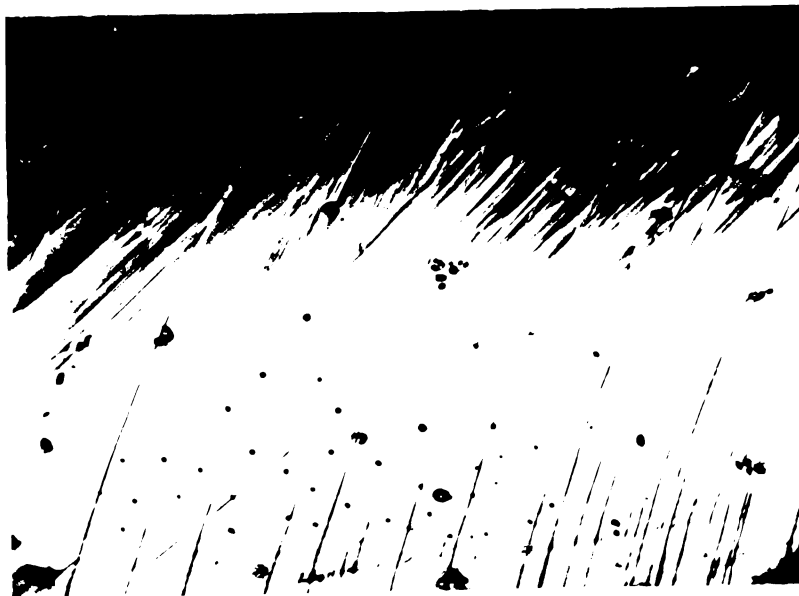


(a)



(b)

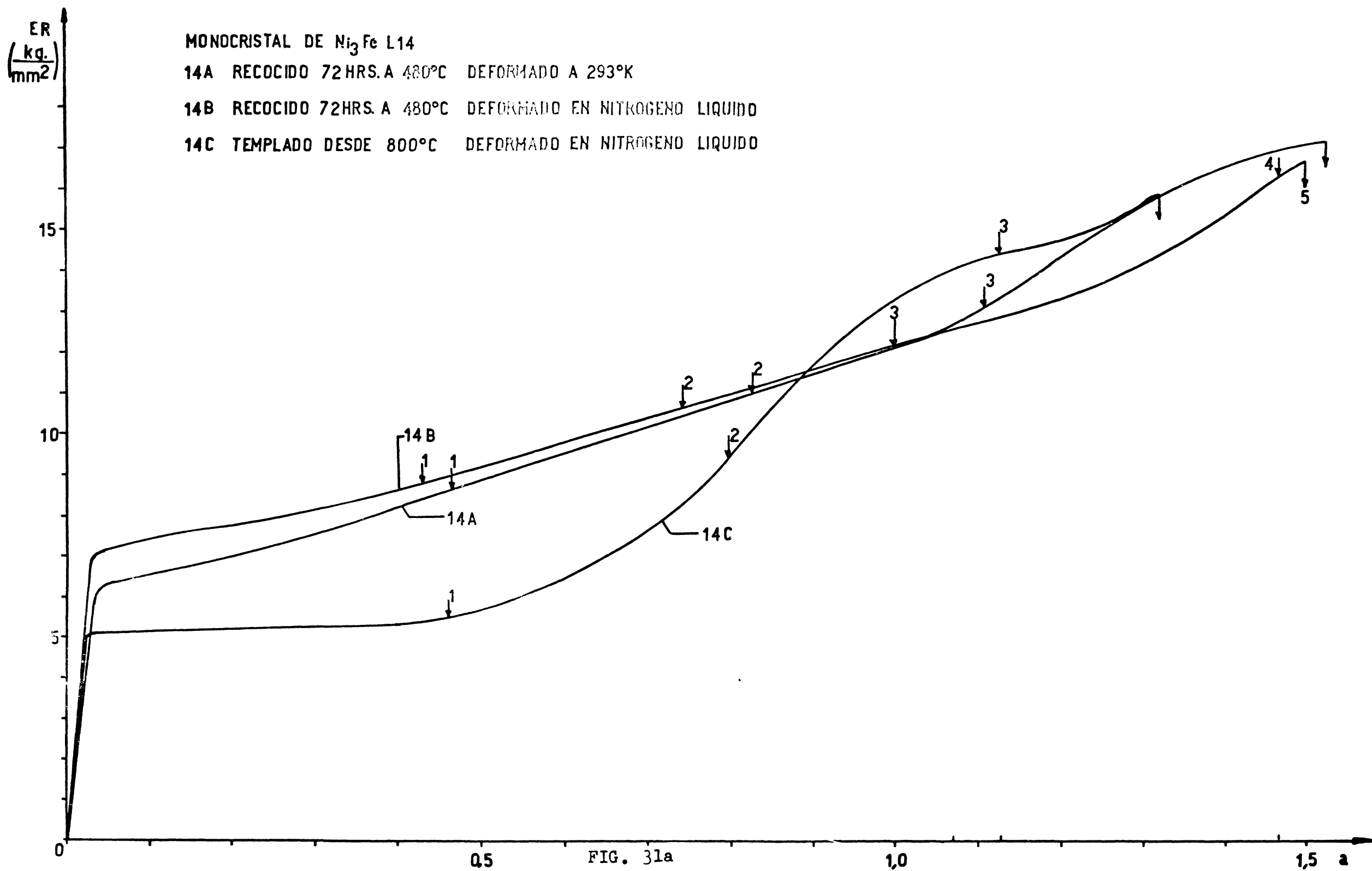
FIG. 30

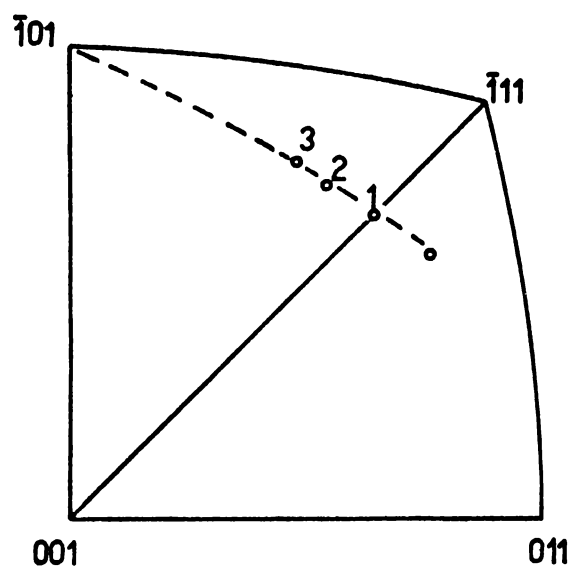


(a)

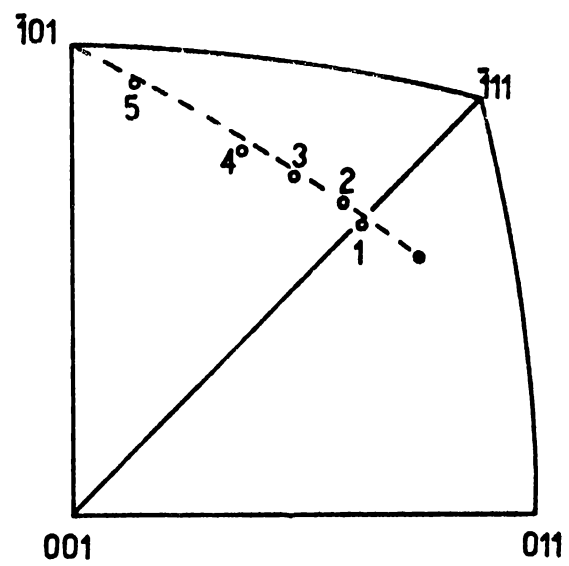


(b)

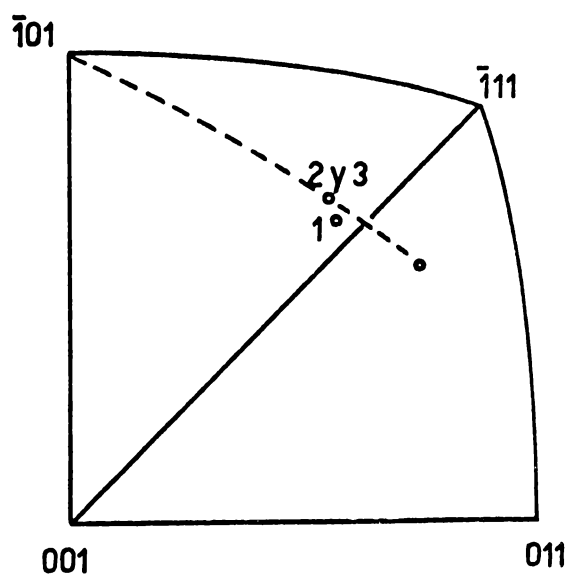




14 A



14 B



14 C

FIG. 31b

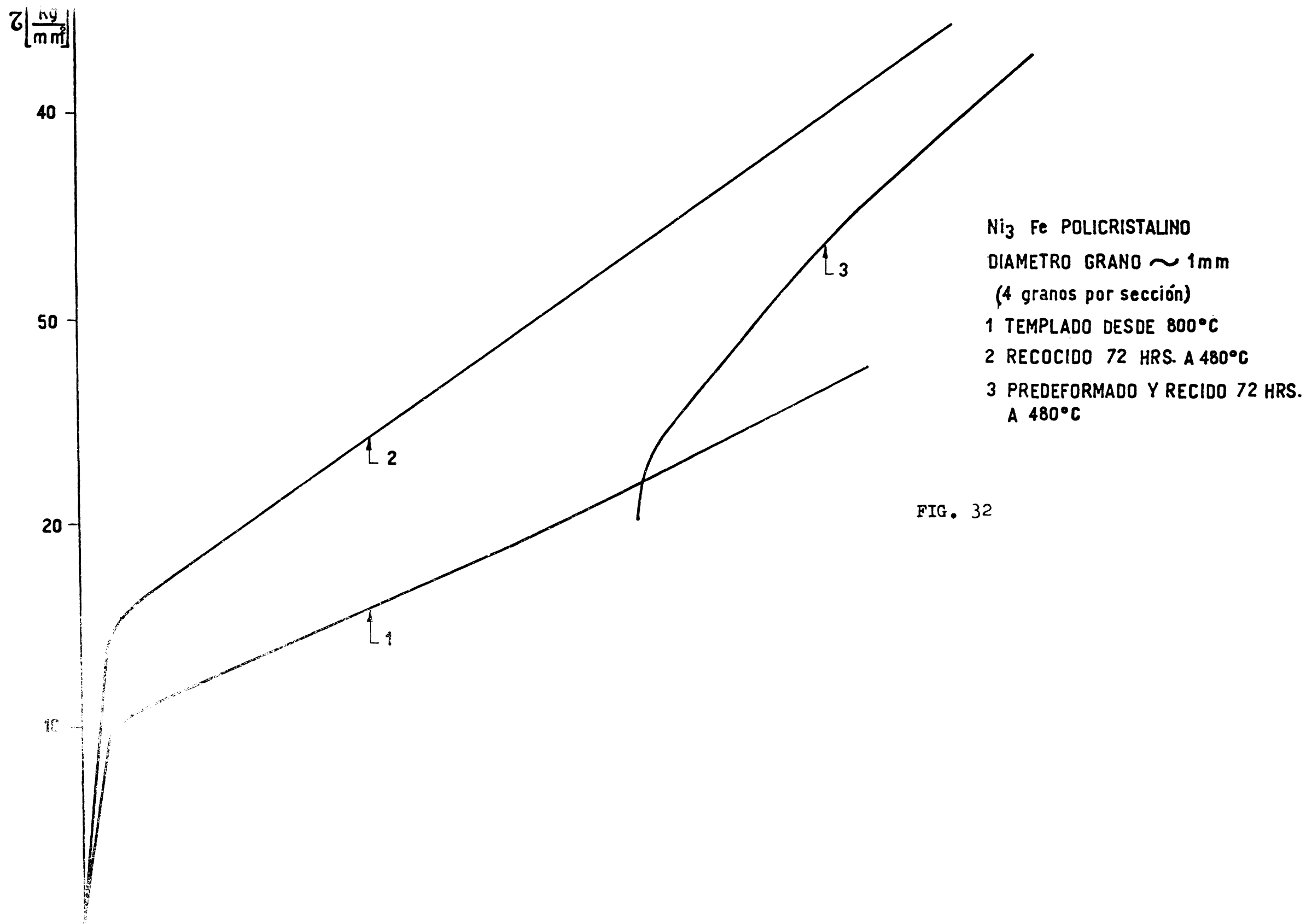


FIG. 32

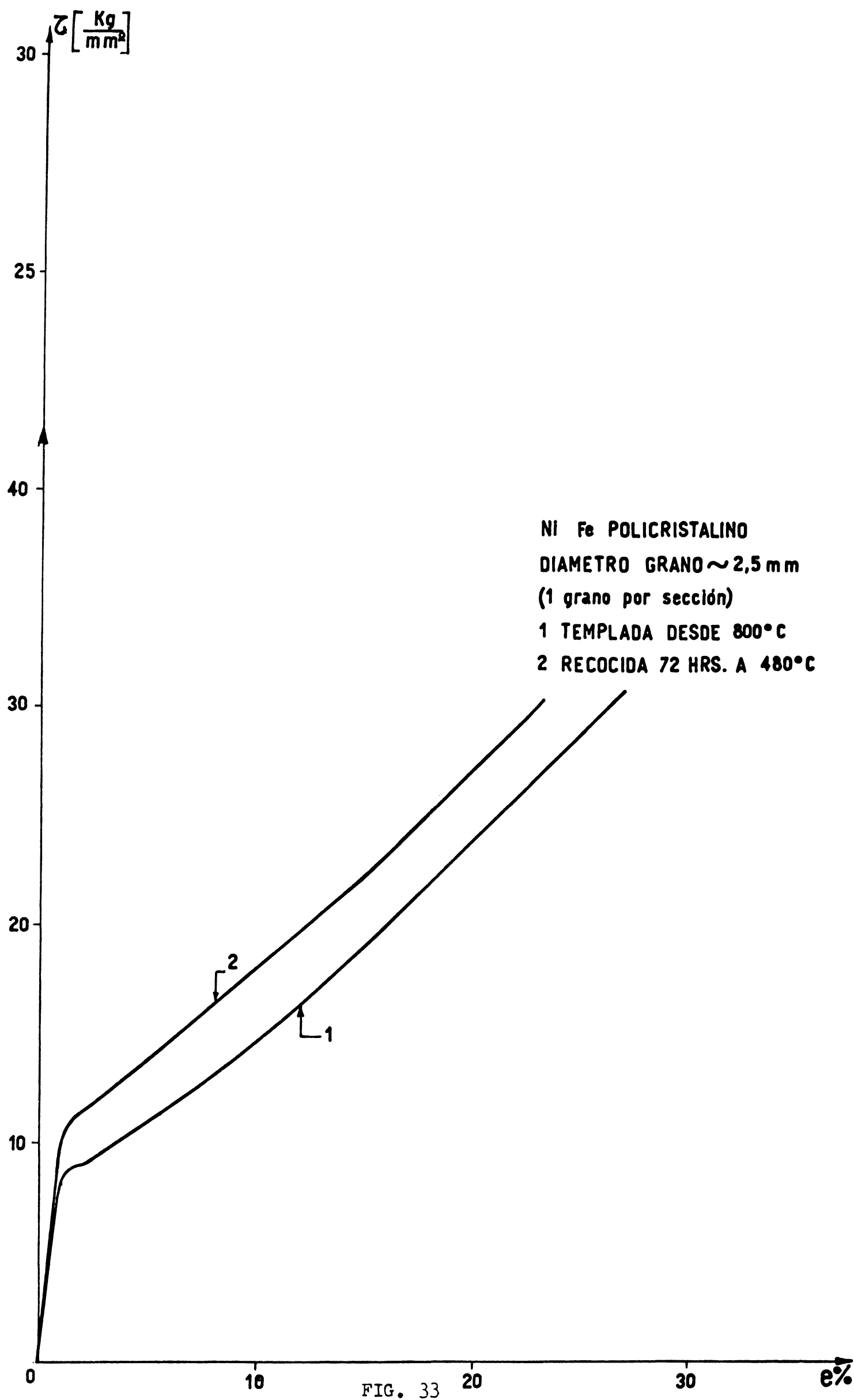
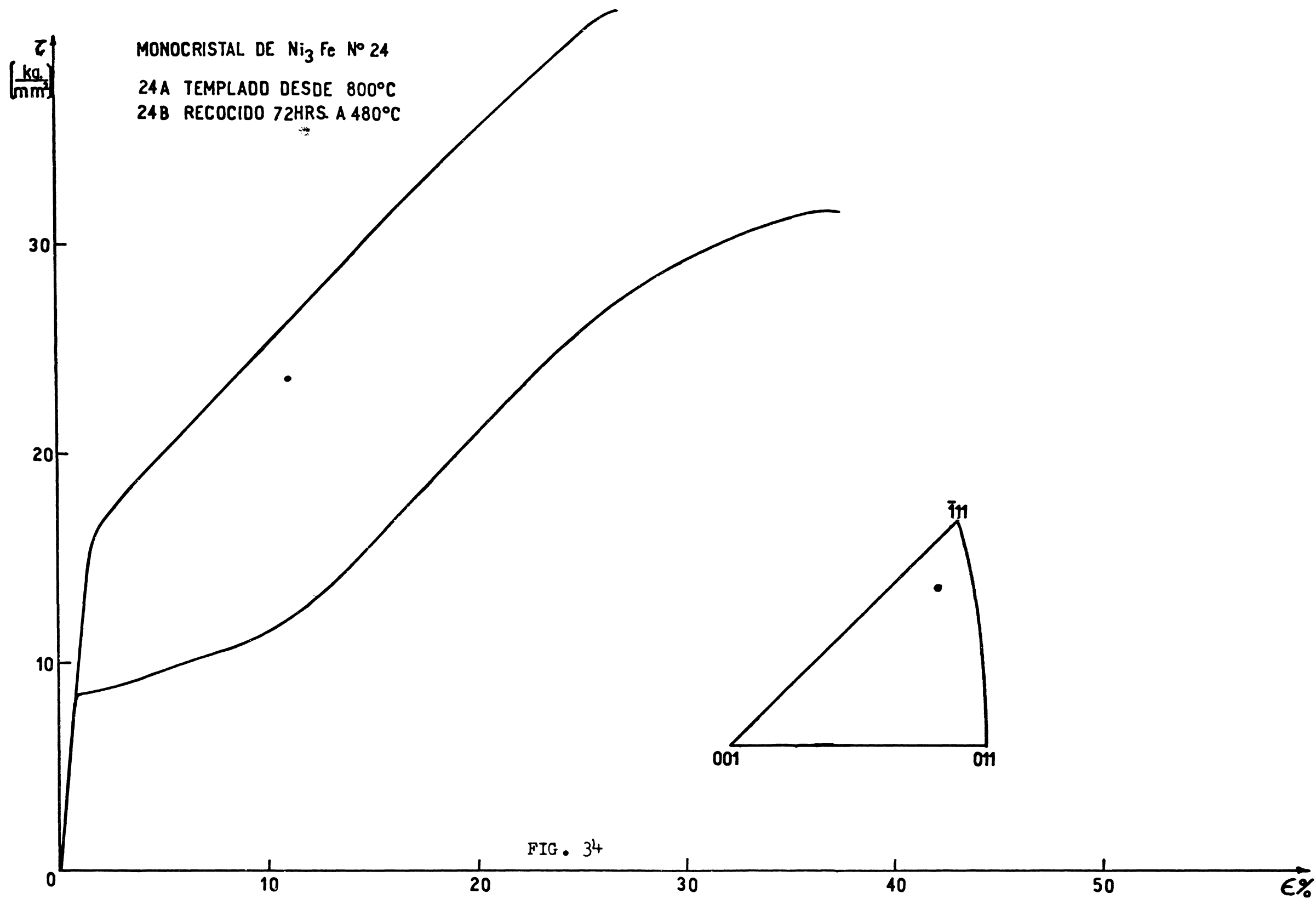


FIG. 33



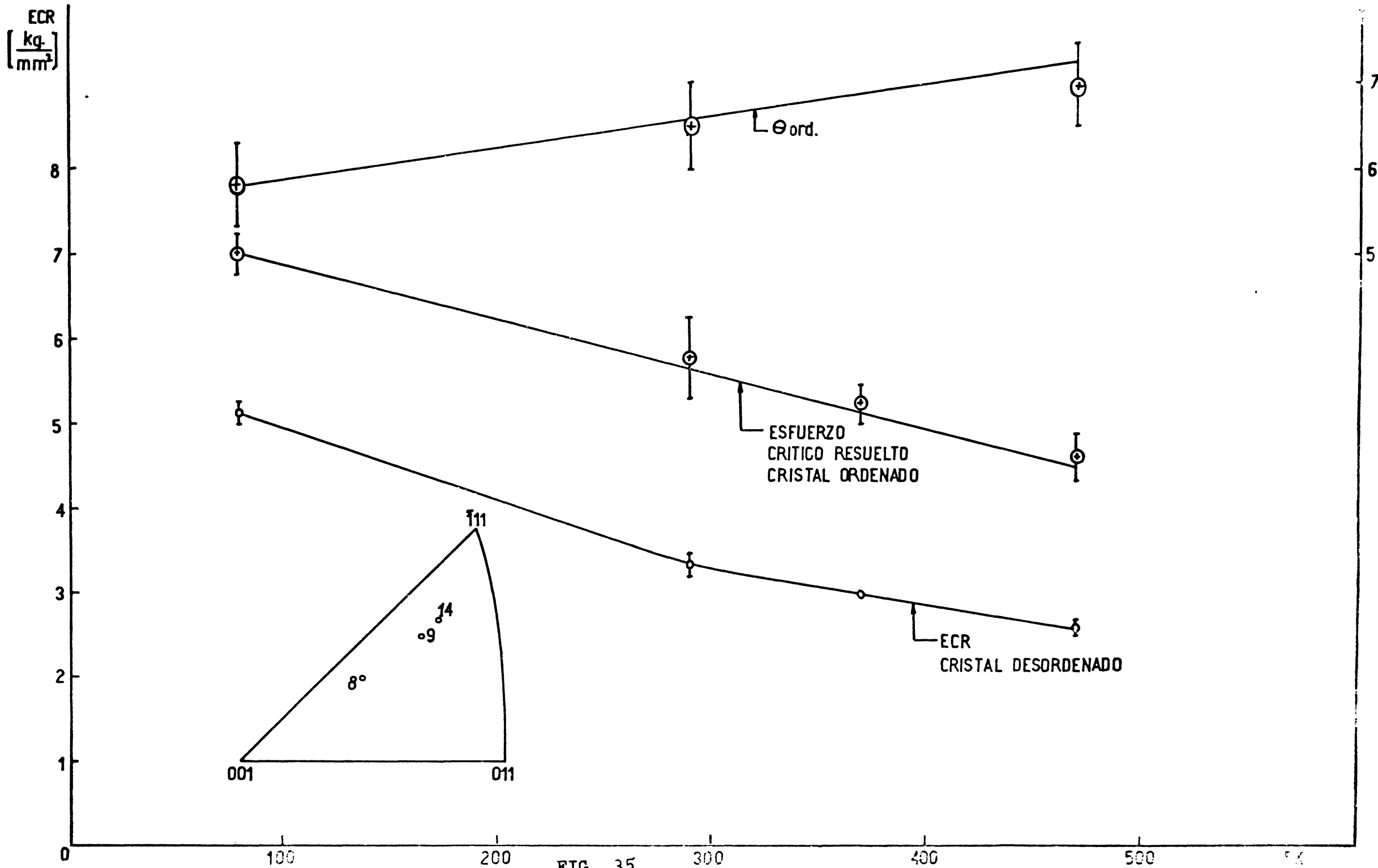
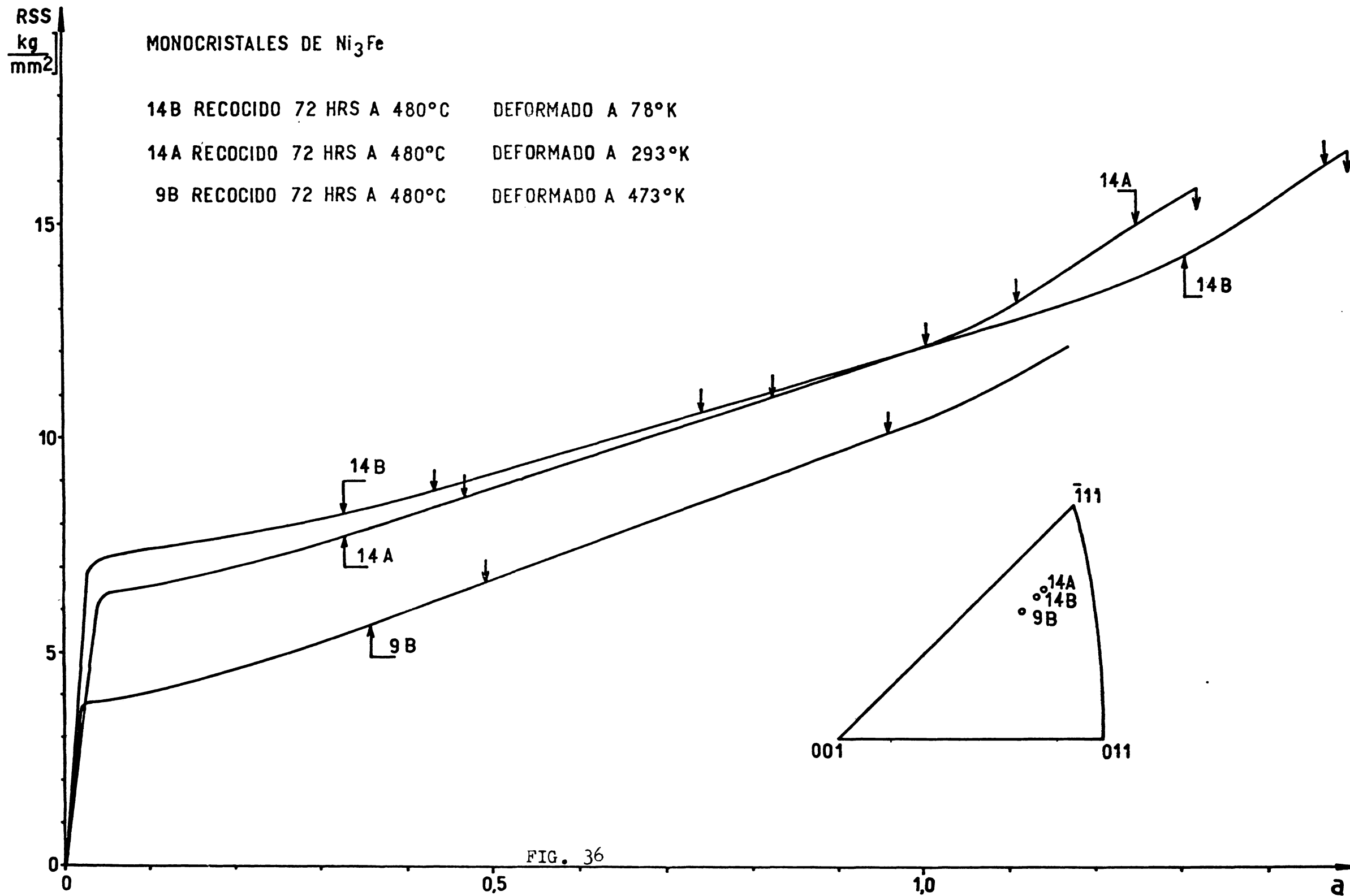


FIG. 35



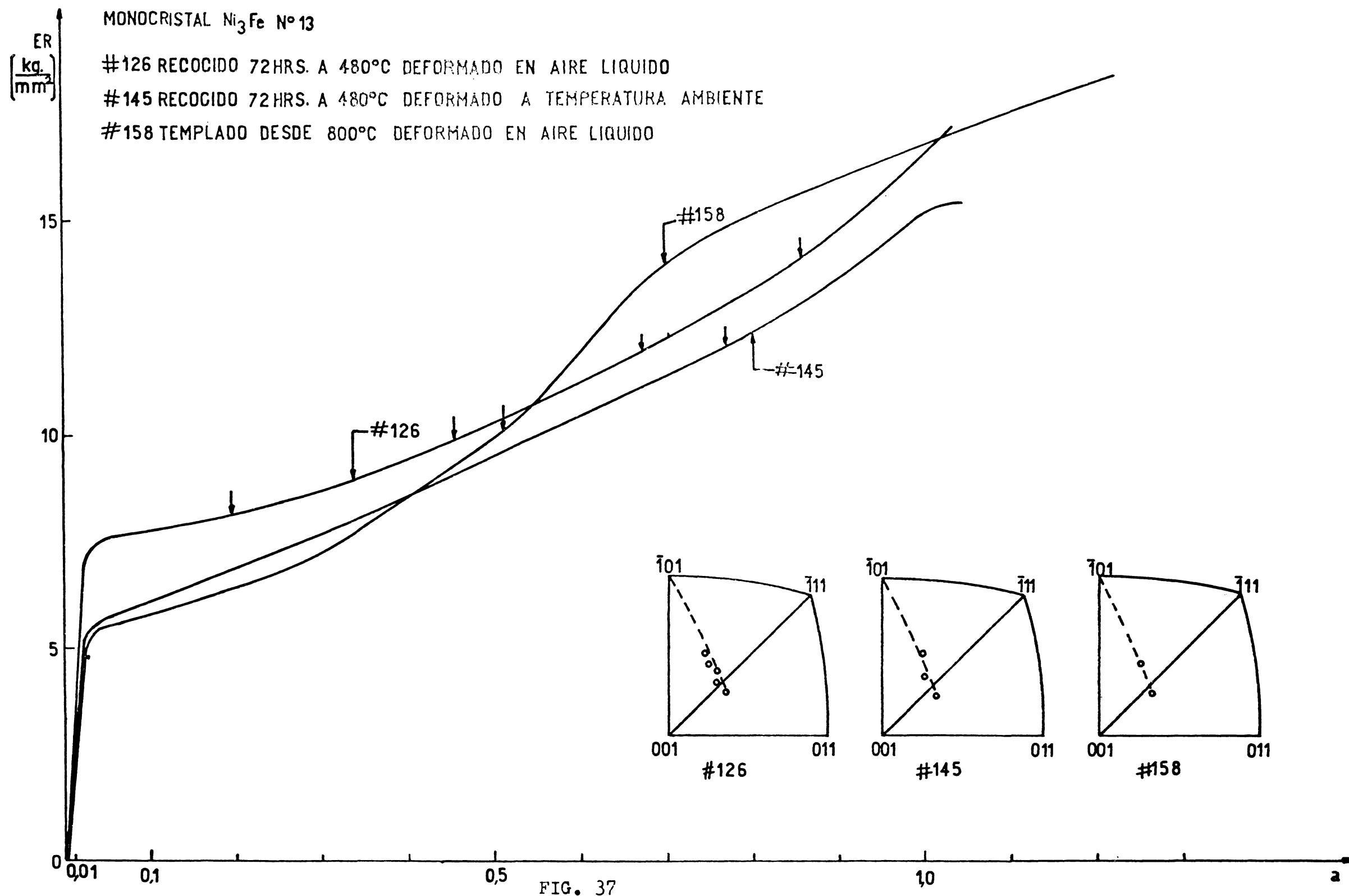


FIG. 37

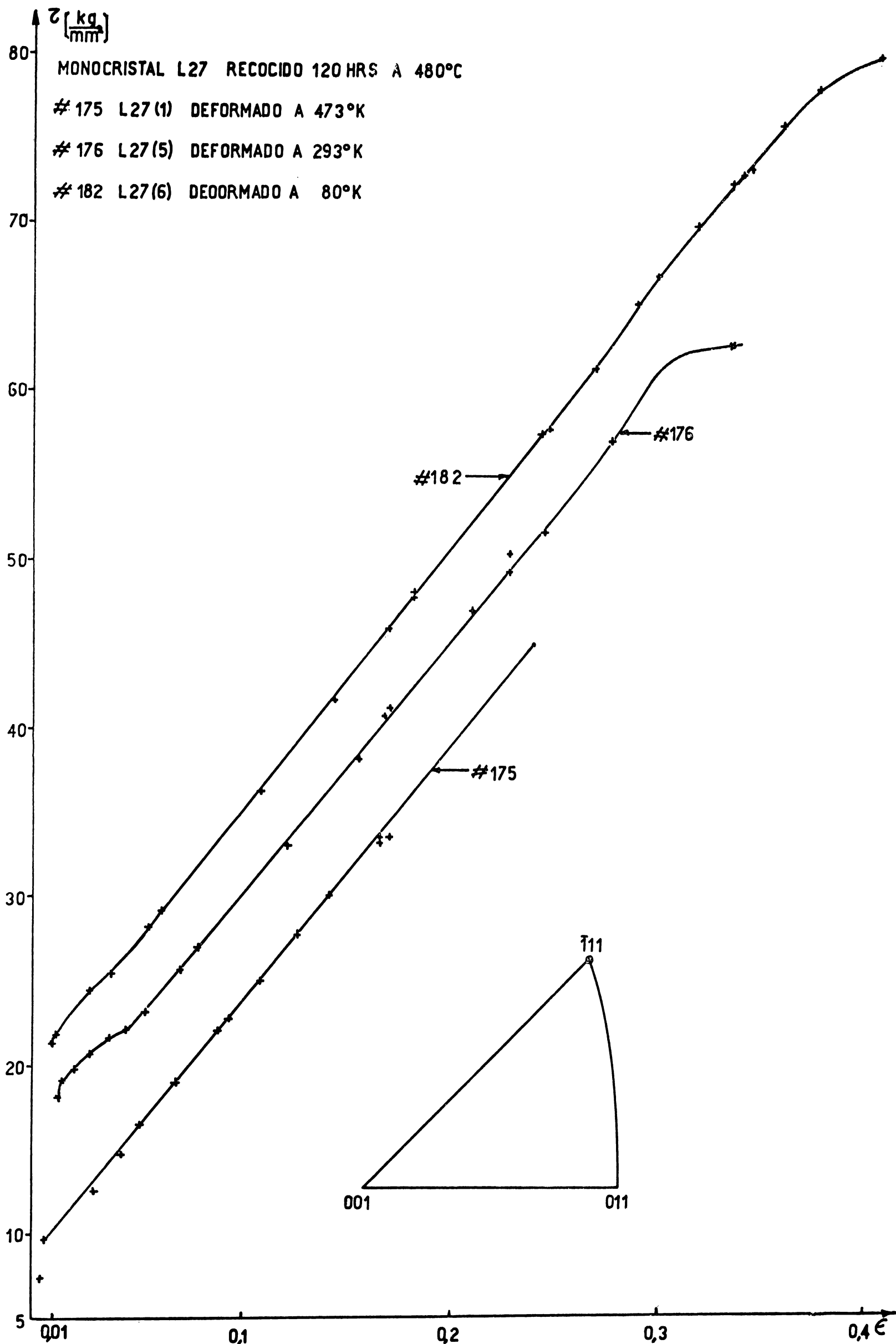


FIG. 38

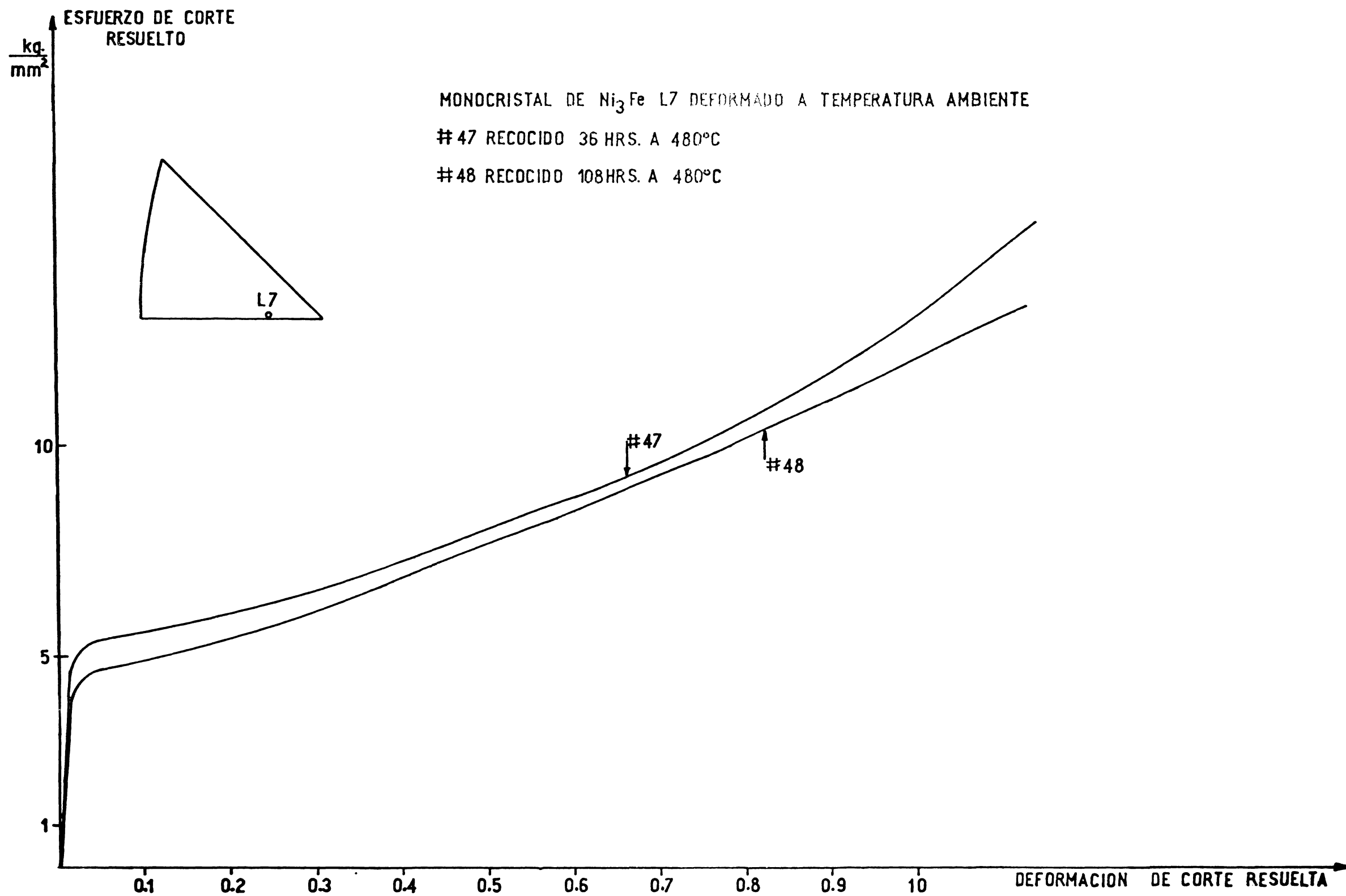
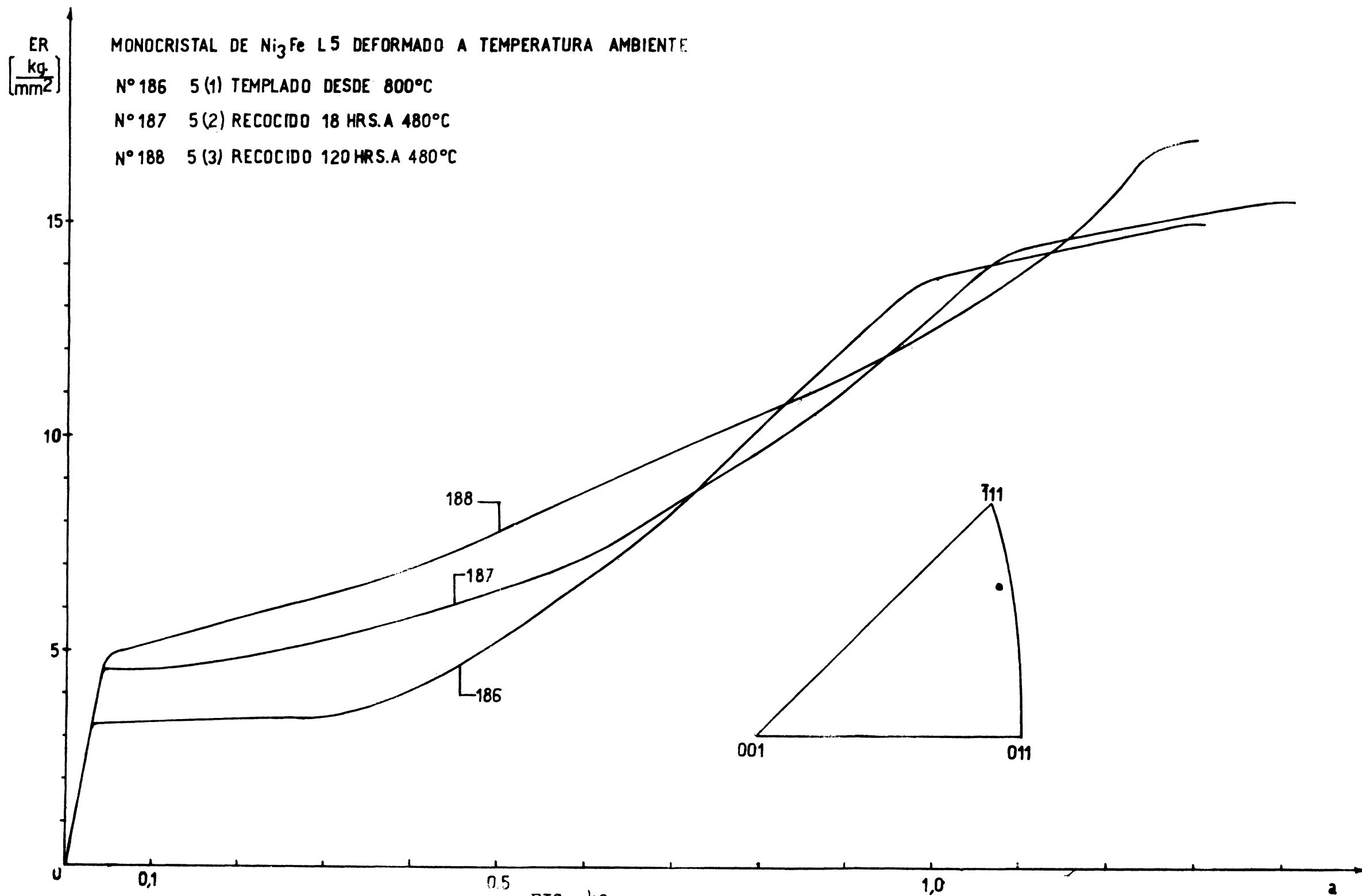
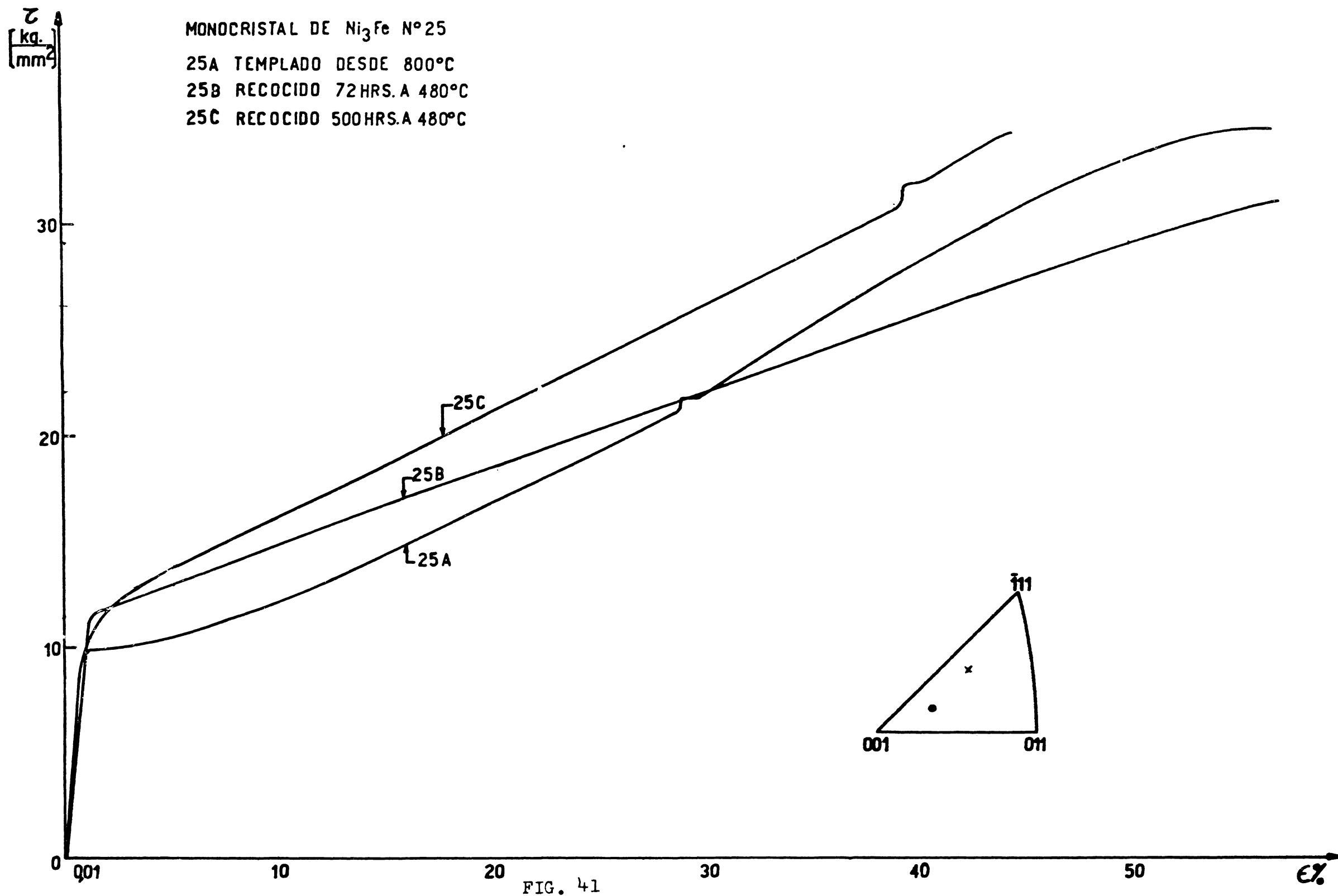


FIG. 39





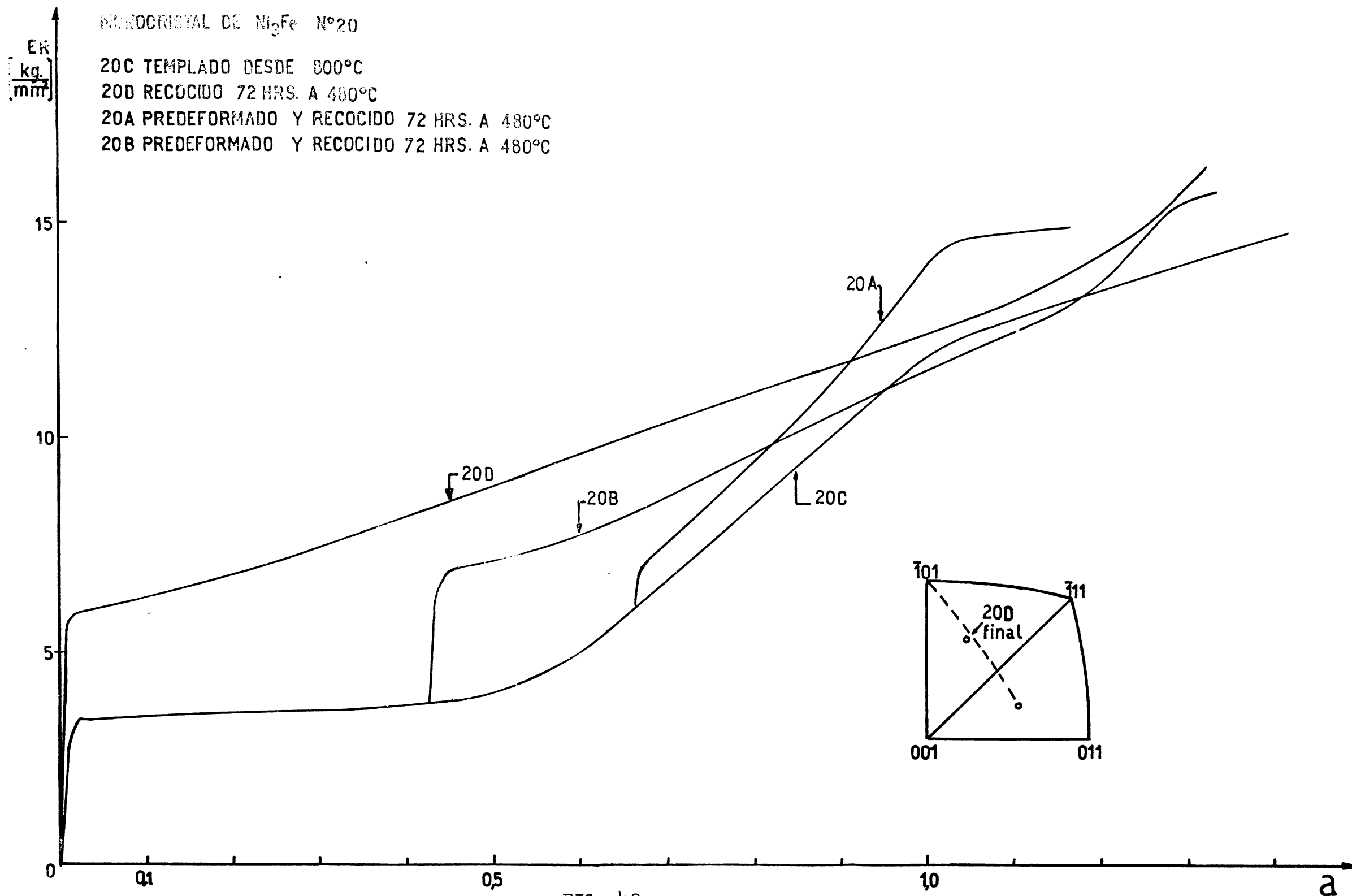


FIG. 42

MONOCRISTAL Ni_3Fe N°16 DEFORMADO A TEMPERATURA AMBIENTE

#142 TEMPLADO DESDE 800°C

#140 PREDEFORMADO Y RECOCIDO 72 HRS. A 480°C

#130 PREDEFORMADO Y RECOCIDO 72 HRS. A 480°C

#141 RECOCIDO 72 HRS. A 480°C

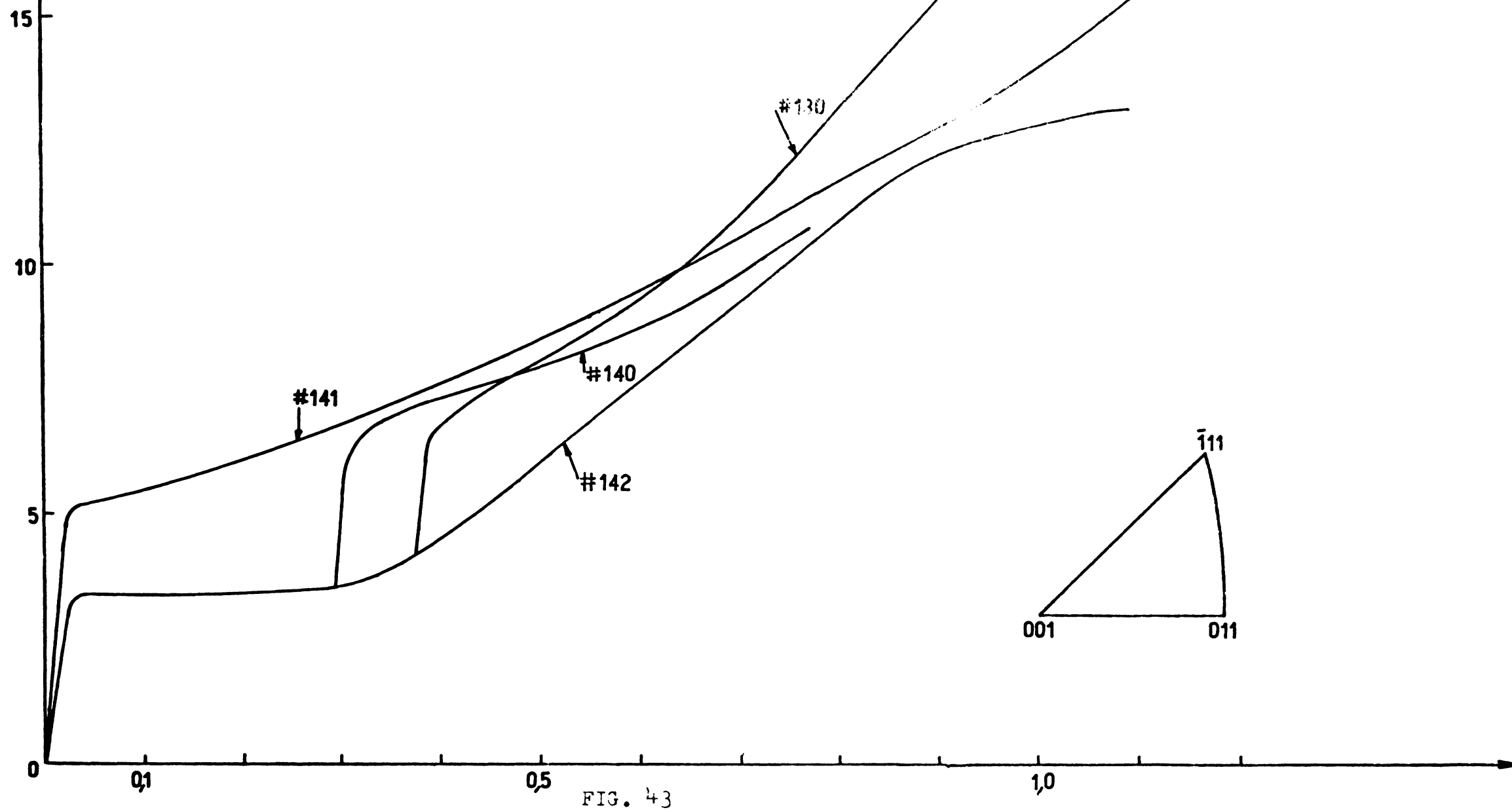
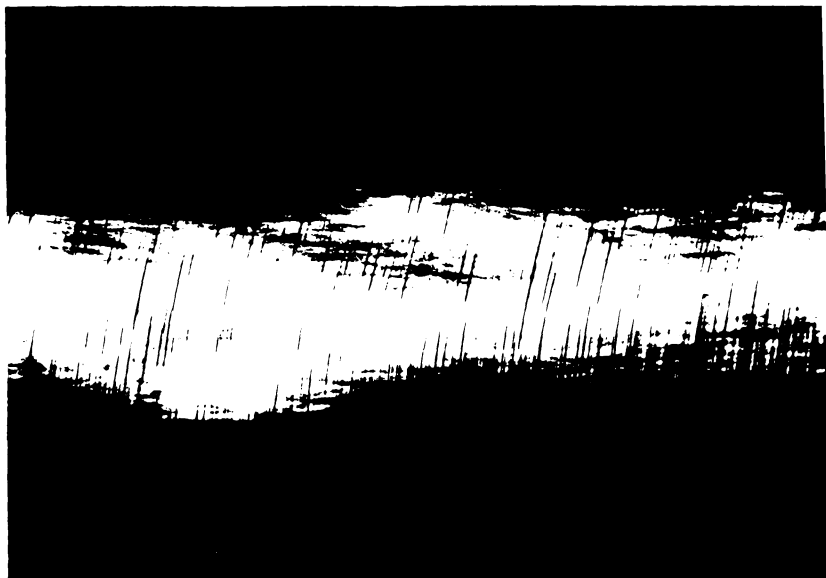


FIG. 44



(a)

(b)

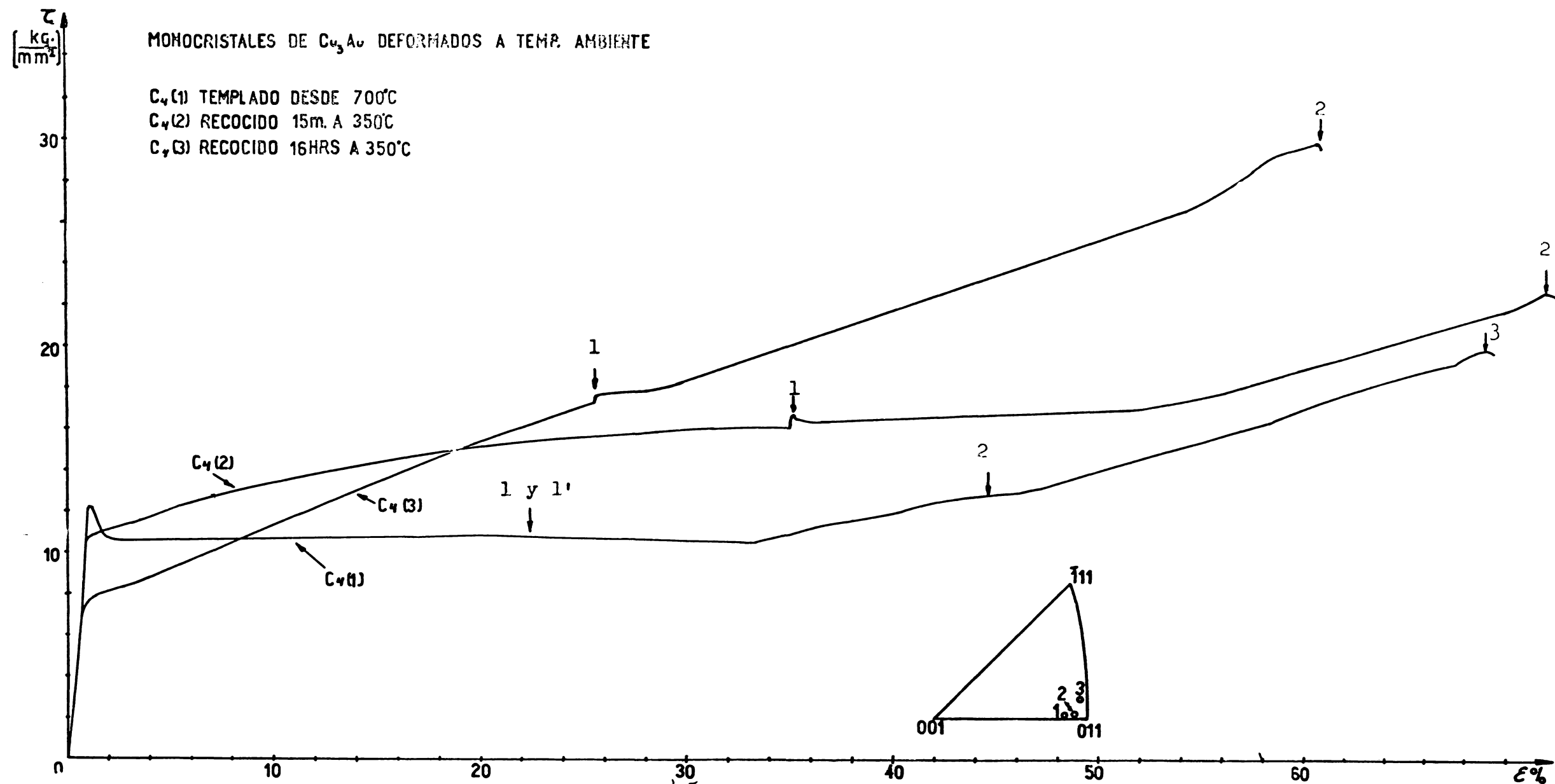
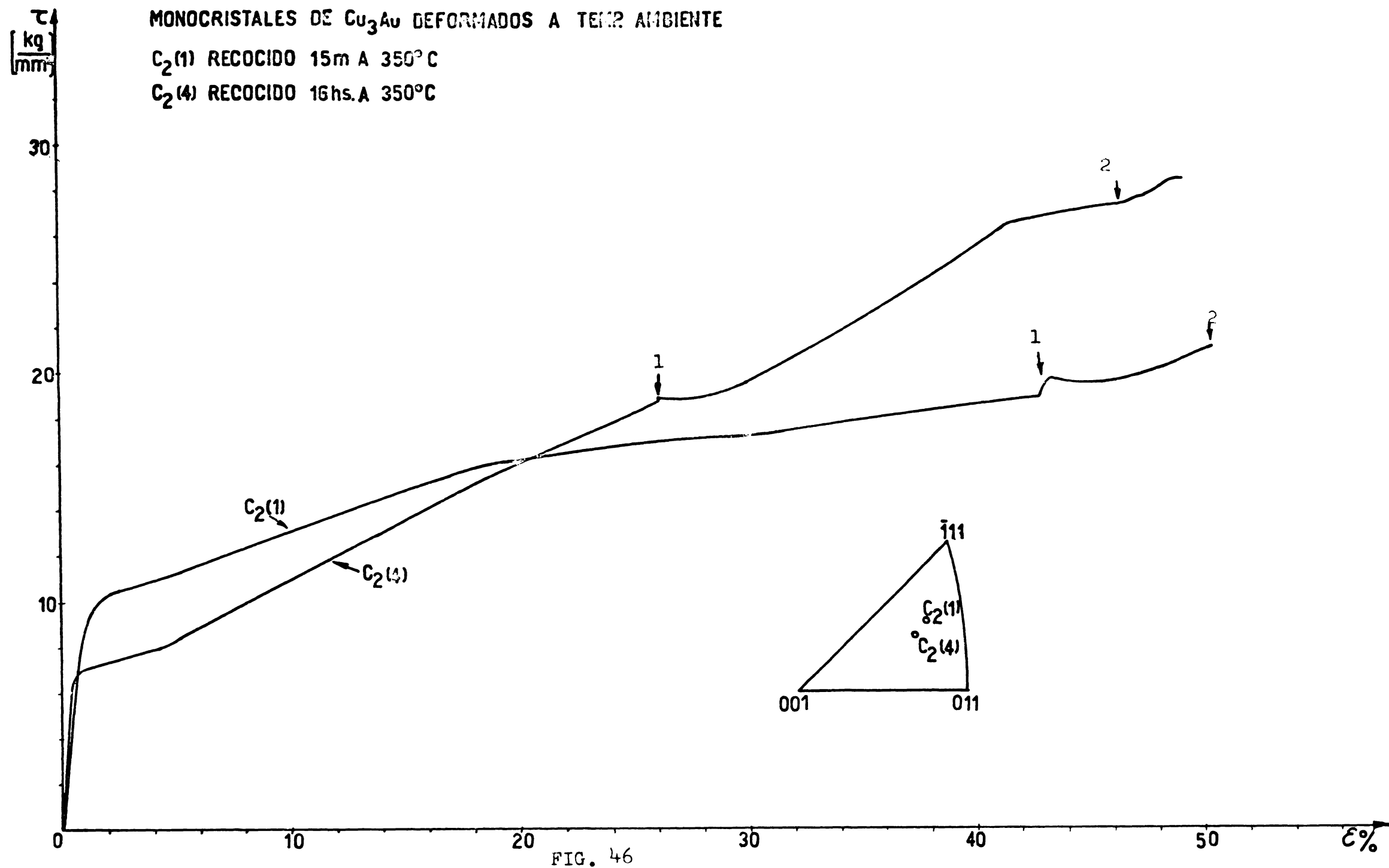


FIG. 45



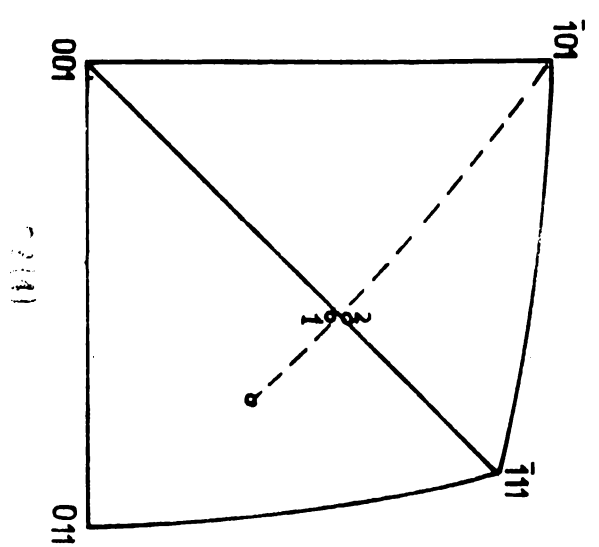
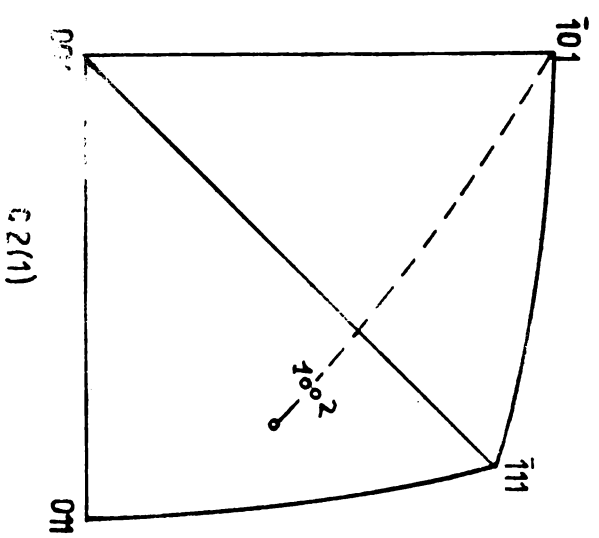
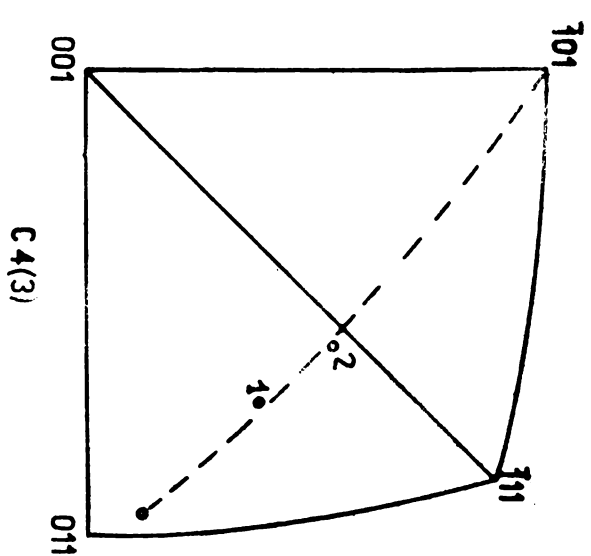
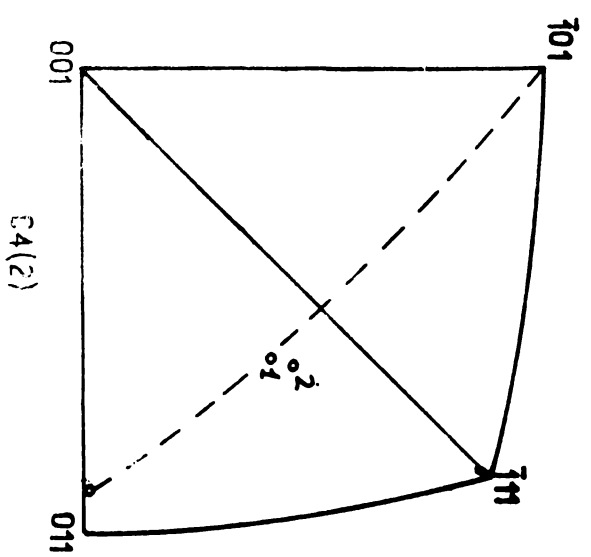
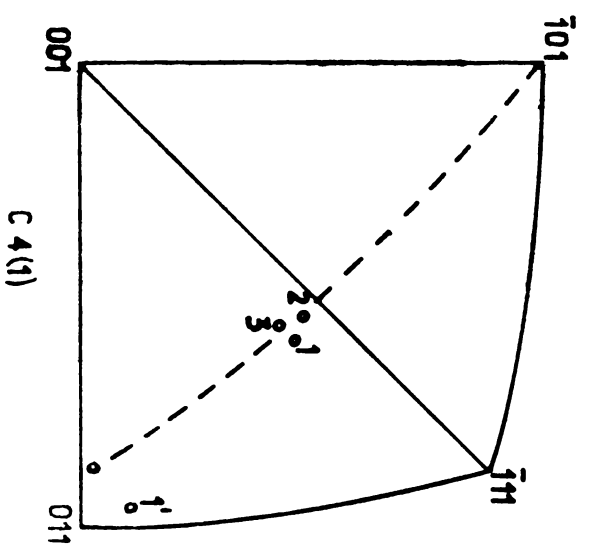
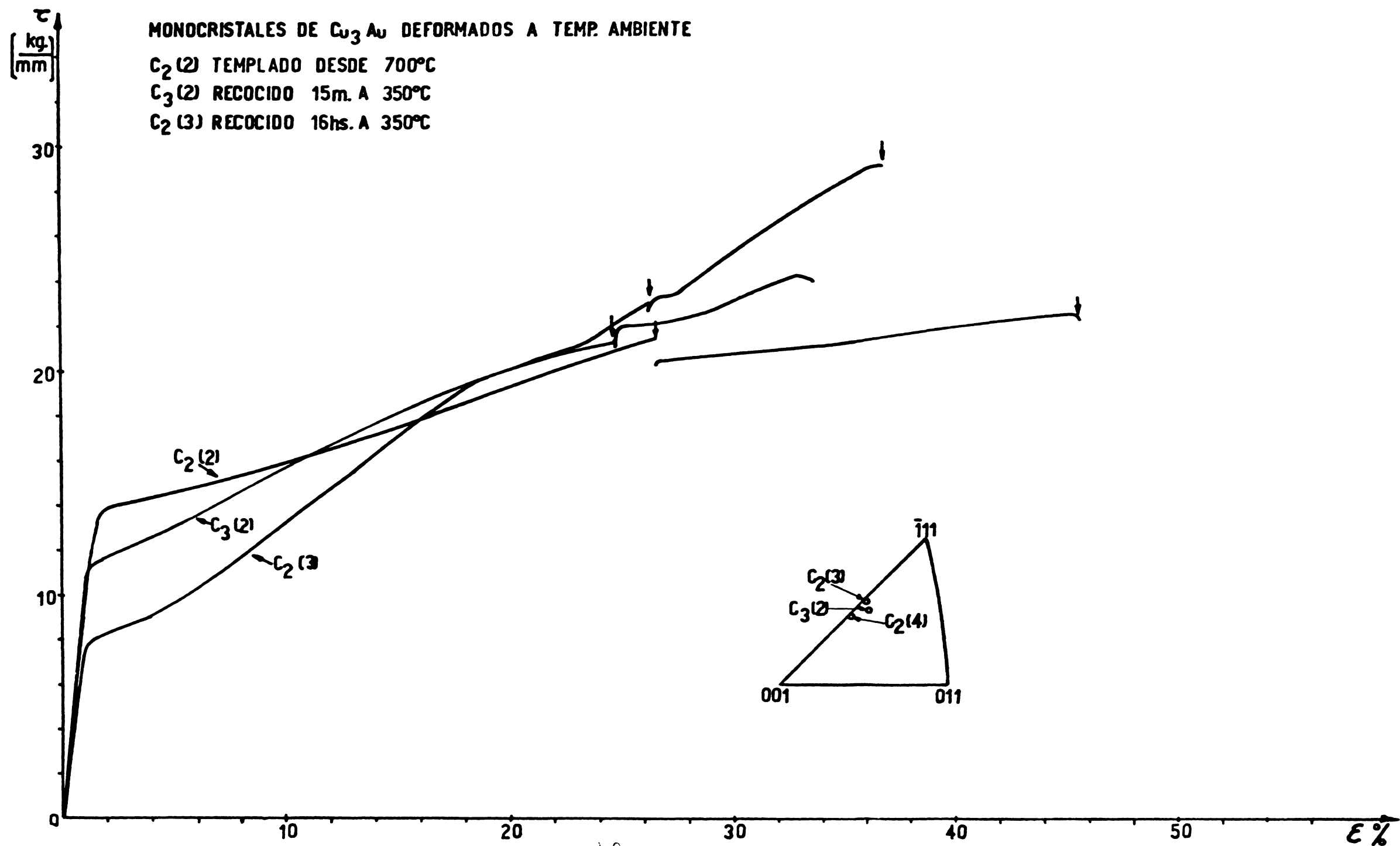


FIG. 47



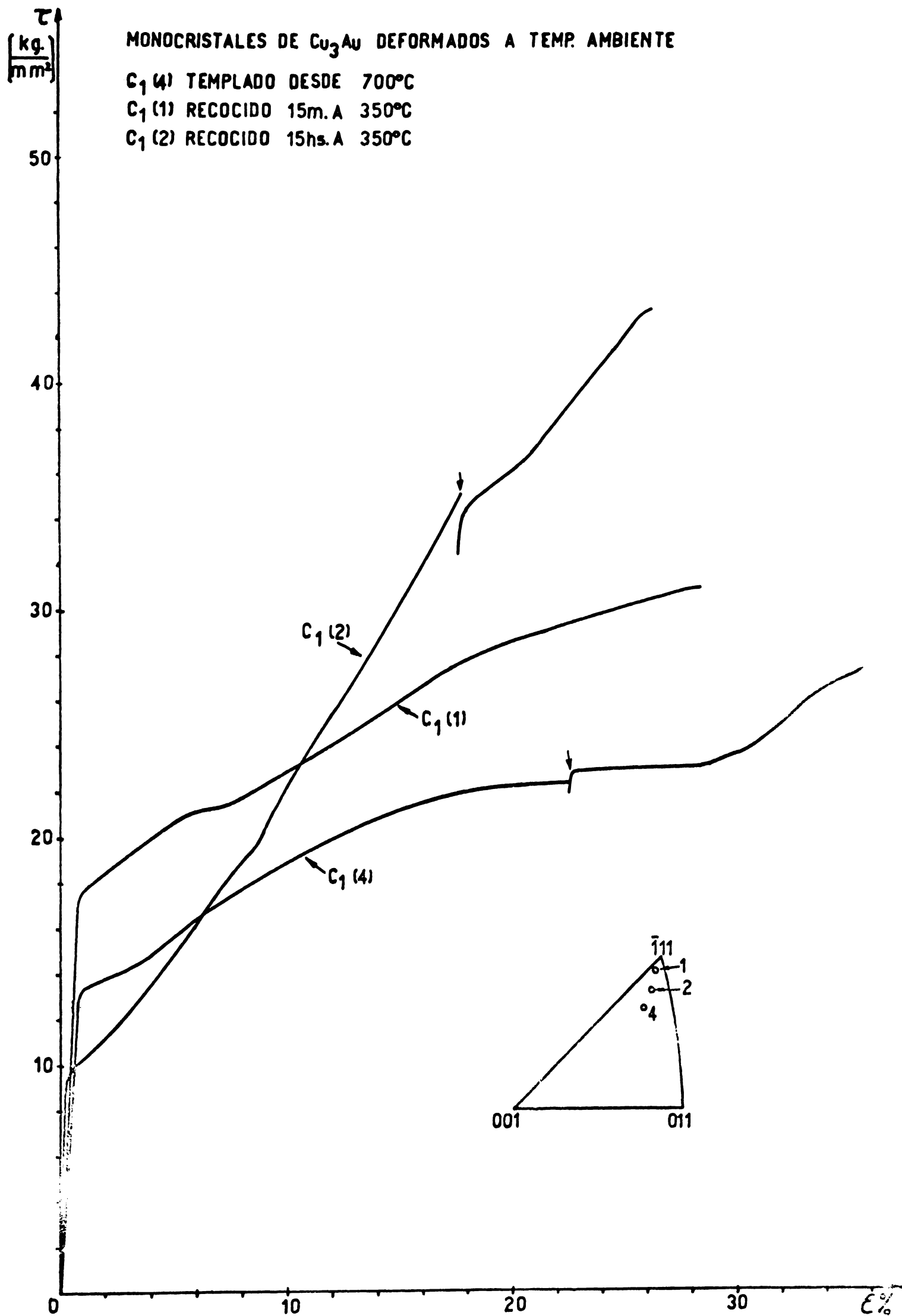
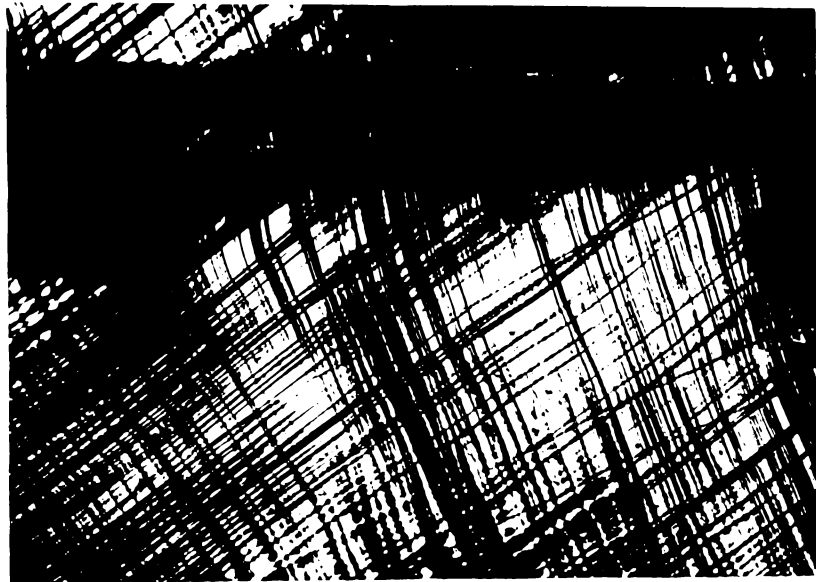
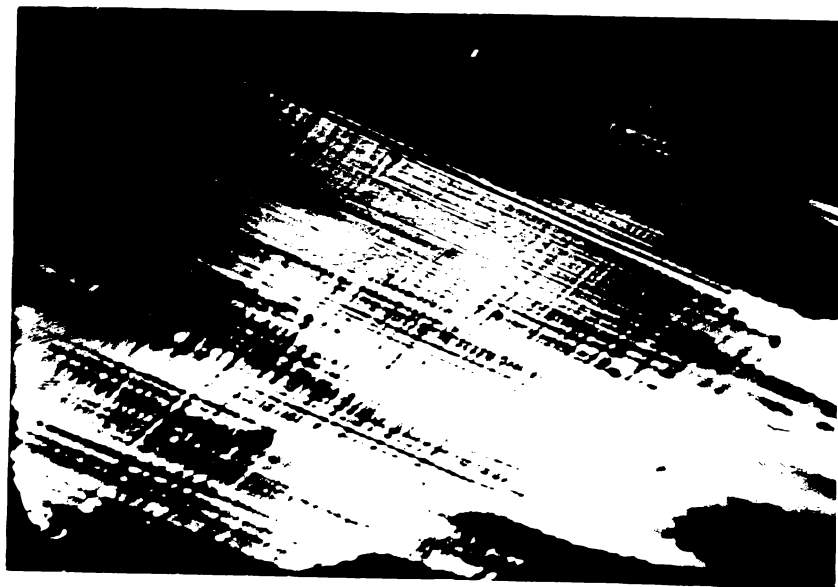


FIG. 49

FIG. 50



(a)



(b)