

1

1
1
1
1

01.82.04

TRANSFORMACIONES DE  
FASE SIN DIFUSION  
EN ALEACIONES DE  
ZR - Nb      Y      ZR - Nb - AL

JUAN CARLOS BOLCICH

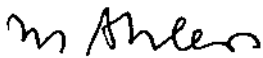
1982

01.82.04

C. N. E. A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº	AÑO 1982

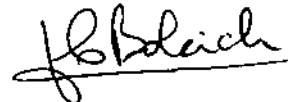
T R A N S F O R M A C I O N E S     D E     F A S E  
S I N     D I F U S I O N     E N     A L E A C I O N E S  
D E     Z r - N b     Y     Z r - N b - A l

Tesis presentada al Instituto J.A.Balseiro,  
Universidad Nacional de Cuyo, para optar al título de  
Doctor en Física



Dr. Manfred Ahlers

Asesor Científico



Lic. Juan Carlos Bolcich

Doctorando

San Carlos de Bariloche

A Maggie,

por su confianza, estímulo y aliento permanente

A Alejandro, Diego, Ivanna, Ursula, Bárbara

A mis padres

A mis tíos y padre,

como primeros maestros de Taller

## AGRADECIMIENTOS

- A Manfred Ahlers, por el asesoramiento, enseñanzas y muy importante apoyo brindados durante el desarrollo de este trabajo
- A Hernán Peretti, con quien compartimos este trabajo, por su invaluable colaboración especialmente en la microscopía óptica y rayos X.
- A J.P.Abriata, por su constante aliento profesional y contribución en la discusión de los diagramas de fase
- A F.Lovey, M.Chandrasekaran y R.Rapacioli, por su apoyo con el trabajo de microscopía electrónica
- A R.Stuke, por su contribución en la construcción de equipos, dibujos, y apoyo constante en el laboratorio con brillante nivel profesional
- A J.De Nicola y P.Baudaz, por el desarrollo del horno de arco y trabajos de laboratorio
- A M.A.Audero, por su ayuda en las primeras etapas de evaluación de micrografías, preparación de muestras y aliento permanente
- Al Pepe Saura y A.Caneiro, por su estímulo constante
- A E.Browne, por su ayuda con los programas de cálculos cristalográficos
- A M.Ipohorski, por sus consejos
- A H.Toscano y R.Versaci, por sus contribuciones con la microscopía electrónica de barrido
- A H.Schneider, C.Petersen y M.Bocek, del KFK-Karlsruhe, por facilitar equipos y discusión de mediciones de propiedades mecánicas
- A H.Tutzauer, con quien preparamos las primeras muestras de aleaciones
- A P.Aguilar, por los trabajos de laminación y pulidos metalográficos

- A J.C.Almagro por facilitar la fuente del horno de arco y a D.Arias por observaciones de homogeneidad de las muestras
- A los demás miembros de la División Metales, que con su tarea específica o presencia colaboraron en la realización de este trabajo
- Al Taller de Vidrio y Sección Electromecánica, por la construcción de equipos y trabajos diversos
- A J.Tomba y Mirta Rangone, por la preparación de dibujos y copia de fotografías
- A Ruty Glücklich y Ester Moricz; por el tipeado y contribución en el "armado" de la Tesis
- Al Dr. W.Meckbach, por sus enseñanzas de Física Experimental

## RESUMEN

Se describe fenomenológicamente la transformación martensítica y se enuncian las teorías cristalográficas más generalizadas, como así también algunos criterios aplicados a la estabilidad de fases en aleaciones de Zirconio y efectos asociados a la transformación martensítica, como el pseudoelástico y TRIP.

Debido a la similitud entre el Zirconio y el Titanio respecto a estructuras, diagramas de fase, etc., se brinda un resumen de la bibliografía correspondiente a ese material, en especial el tipo de dislocaciones reportadas. Asimismo, se muestran los diagramas de fase de equilibrio de los sistemas binarios Zr-Nb y Zr-Al con una recopilación de las fases metaestables para el Zr-Nb.

Para el desarrollo experimental de este trabajo, se construyeron equipos como para la fundición de las muestras, horno de tratamiento térmico y dispositivo de deformación sobre la platina del microscopio óptico. Otros ensayos y observaciones se realizaron con equipamiento existente, como máquinas de deformación, microscopías óptica y electrónicas de transmisión y de barrido.

Distintos estudios relativos a la estabilidad de la fase  $\beta$  retenida por templado en la aleación Zr-10%Nb, muestran la dificultad para modificarla por tratamiento termomecánico.

En el sistema ternario Zr-Nb-Al, a pesar de formarse precipitados  $\omega$  luego del templado, es posible mediante deformación plástica inducir una transformación de fase martensítica. Variando levemente el contenido de Nb -alrededor del 7% en peso- es posible obtener por templado

martensita espontánea  $\alpha'$  o una martensita que por sus características morfológicas denominamos combada  $\alpha'_C$ . Incrementando del orden de 0,5% de Nb en peso, se retiene fase  $\beta$  a partir de la cual se puede obtener martensita inducida por deformación  $\alpha'_D$ .

Se presentan resultados experimentales de deformación a distintas temperaturas entre  $-193$  y  $100^\circ\text{C}$ , con un análisis de las morfologías y cantidad de placas formadas a cada temperatura, como así también observaciones de la zona de fractura y efecto TRIP.

De un análisis de múltiples superficies sobre proyecciones estereográficas, resultan un plano de hábito tipo  $(334)_\beta$  para  $\alpha'$  y  $\alpha'_D$ , un plano de macla tipo  $(10\bar{1}1)$  y una subestructura fina dentro de las maclas formada por dislocaciones de hélice con vector de Burgers tipo  $1/3 \langle 1\bar{2}10 \rangle$ . También se da para cada caso las relaciones de orientación entre placas y placa-matriz, verificándose las llamadas relaciones de Burgers  $(0001)_\alpha \parallel (011)_\beta$  y  $[11\bar{2}0]_\alpha \parallel [111]_\beta$ .

De la medición del módulo de deformación macroscópica  $S$  (0.114) comparado con el resultante por cálculo,  $S$  (0,188), se indica que la subestructura interna es debida a deformación de la placa para compensar el  $S$  y no a la transformación. Ese resultado, junto con un análisis de módulos elásticos, explican la alta histéresis en temperatura y deformación observadas, indicando a las aleaciones de Zirconio como un caso intermedio entre latones y aceros.

Cálculos cristalográficos con la teoría WLR, muestran dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  activas para la transformación y no a las del tipo  $\langle a \rangle$ . El sistema  $\{10\bar{1}1\} [\bar{2}113]$  ajusta al plano de hábito medido.

## ABSTRACT

A phenomenological description of the martensitic transformation is presented, including a description of the more generalized crystallographic theories, of the criteria applied to the phase stability in Zirconium alloys and of other effects associated with the martensitic transformation as pseudoelasticity and TRIP.

Because of the similarities between Zirconium and Titanium, with respect to their structures, phase diagrams, etc., a résumé of the literature is given referring to these materials and including the dislocation types reported. Also, the equilibrium phase diagrams of the binary systems Zr-Nb and Zr-Al are shown, with a compilation of the Zr-Nb metastable phases.

In the experimental part we describe the equipment developed for this work, consisting of an arc furnace for melting samples, a furnace for thermal treatment and a tension device for mounting on the optical microscope slide. Other tests and observations were performed with existing equipment, such as deformation machines, optical microscopes and transmission and scanning electron microscopes.

Various studies concerning the stability of the  $\beta$  phase which was retained after quenching in the Zr-10% Nb alloy, show the difficulty in modifying it by thermomechanical treatments.

In the ternary system Zr-Nb-Al it is possible to induce a martensitic phase transformation by plastic deformation, in spite of the formation of  $\omega$  precipitates after quenching. Changing lightly the Nb content around 7 wt% it is feasible to obtain spontaneous martensite  $\alpha'$  by quenching. Also a martensite is observed which is called "bended"  $\alpha'_C$  because of its morphological characteristics.

Increasing Nb approximately by 0,5 wt%, the  $\beta$  phase is retained on quenching, and subsequently a martensite  $\alpha'_D$  can be stress induced.

Experimental results on deformation which have been performed at different temperatures between  $-193$  and  $100^\circ\text{C}$  are presented, including an analysis of the morphology and amount of plates formed at each temperature, and also observations of the fractured zone and the TRIP effect.

From multisurface trace analysis for both  $\alpha'$  and  $\alpha'_D$  we found a  $(334)_\beta$  type habit plane, a  $(10\bar{1}1)$  type twinning plane and a fine substructure inside the twins formed by screw dislocations with Burgers vector type  $1/3 \langle 1\bar{2}10 \rangle$ . Also, in each case the orientation relationship between the plates and the matrix are given, by the so called Burgers relations  $(0001)_\alpha \parallel (011)_\beta$  and  $[11\bar{2}0]_\alpha \parallel [111]_\beta$ .

By comparing the measured macroscopic shear modulus  $S = 0.114$  with the calculated one,  $S = 0.188$  it is indicated that the internal substructure is due to plastic deformation inside the plate in order to reduce  $S$  and not to the transformation itself. This result, together with an analysis of the elastic moduli, can explain the high temperature or strain hysteresis between transformation and retransformation, placing the martensitic transformation for Zirconium alloys as an intermediate case between those for brasses and steels.

Crystallographic calculations using the WLR theory, show that the  $\langle c+a \rangle$  type dislocations can describe the lattice invariant shear of the transformation but not the  $\langle a \rangle$  type. The system  $\{10\bar{1}1\} [\bar{2}113]$  adjusts to the measured habit plane.

## INDICE

	Página
I. INTRODUCCION	1
II. TRANSFORMACION MARTENSITICA	4
1. Definiciones y características generales	4
1.1. Naturaleza sin difusión de la transformación	5
1.2. Plano de hábito	5
1.3. Relaciones de orientación	6
1.4. Salto en la superficie	6
1.5. Transformación mediante un movimiento cooperativo de átomos	6
1.6. Generación de imperfecciones en la red	6
1.7. Caracter heterogéneo	7
2. Teorías cristalográficas fenomenológicas de la transformación martensítica	7
2.1. Condiciones que deben considerarse en la formulación de las teorías de transformación martensítica	8
2.2. Análisis cristalográfico de la transformación empleando álgebra matricial	9
2.3. Determinación del plano de hábito, y del desplazamiento macroscópico S	12
3. Posibles criterios aplicados a la estabilidad de fase en aleaciones de zirconio	13
4. Efectos asociados con la transformación martensítica. Seudoelasticidad y Efecto TRIP	17
4.1. Seudoelasticidad	17
4.2. Efecto TRIP	18

5.	Relaciones termodinámicas	19
6.	Algunos aspectos de la transformación martensítica en aleaciones de Titanio	21
III.	DIAGRAMAS DE FASE	26
1.	Estados de equilibrio estables y metaestables en el sistema zirconio-niobio	26
1.1.	Diagrama de equilibrio - fases estables	26
1.2.	Fases metaestables en el sistema Zirconio-Niobio	27
1.2.1.	Fase martensítica por templado	27
1.2.1.1.	Temperaturas de comienzo de la transformación $M_s$	28
1.2.2.	Transformación martensítica inducida por deformación	30
1.2.3.	Envejecimiento de la fase martensítica	32
1.2.4.	Transformación $\beta$	34
1.2.4.1.	Temperatura de comienzo de la transformación omega - $M_s$	39
1.2.5.	Formación de fase $\omega$ por presión	40
1.2.6.	Fase alfa Widmanstätten	40
2.	Diagrama de fases de equilibrio en el sistema Zirconio-Aluminio en la región rica en zirconio	41
IV.	CARACTER DE LAS DISLOCACIONES EN Zr y Ti	43
1.	Revisión bibliográfica	43

V.	EQUIPAMIENTO	55
1.	Preparación de muestras	55
1.1.	Fundición	55
1.2.	Homogeneidad de las muestras	58
1.3.	Contaminación gaseosa del Zr y aleaciones	58
1.4.	Estimación de contaminación gaseosa, durante las operaciones de recocido (antes de templar) y de fundición de las muestras	64
1.5.	Contenido de gases en aleaciones y zirconio de partida. Análisis químico	66
2.	Equipos de medición	67
2.1.	Microscopio óptico -TDMO - Pulido de muestras	67
2.2.	Rayos X	70
2.3.	Microscopía Electrónica de transmisión - Pulido de muestras	71
2.4.	Microscopía electrónica de barrido	73
2.5.	Máquinas de deformación	73
2.6.	Hornos para tratamientos térmicos	74
VI.	ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DE LA FASE $\beta$ EN LA ALEACION Zr-10% Nb	76
1.	Antecedentes	76
2.	Parte experimental	76
3.	Resultados	77
3.a.	Enfriamiento a 77°K	77
3.b.	Deformación a 77°K-220°K y 300°K	77
3.c.	Deformación a 700°K - calentamiento rápido	78
3.d.	Deformación a 700°K - calentamiento lento	78

3.e.	Envejecimiento de (1-5) min. y deformación a temperatura ambiente	78
3.f.	Envejecimiento de 10 hs	79
4.	Discusión de resultados	79
VII.	ESTUDIO DE ESTABILIDAD DE FASES EN ALEACIONES TERNARIAS DE: Zr-Nb-Al	81
1.	Resultados de deformación por laminación	83
2.	Resultados de deformación en TDMO	86
3.	Curvas de enfriamiento	87
4.	Ensayos de resistividad	88
5.	Resultados de histéresis en temperatura	89
6.	Espectros de difracción con rayos X	91
7.	Resultados de microscopía óptica	91
8.	Medición de planos de hábito	93
9.	Resultados de microscopía electrónica de barrido	95
10.	Resultados de microscopía electrónica de transmisión	107
10.1.	Martensita inducida por deformación	107
10.1.1.	Morfología	107
10.1.2.	Relaciones de orientación	110
10.1.2.1.	Entre la matriz y las placas de martensita	110
10.1.2.2.	Entre variantes de placas de martensita	111
10.2.	Martensita espontánea	112
10.2.1.	Morfología	112
10.2.2.	Relaciones de orientación	113
10.2.2.1.	Entre la matriz y las placas de martensita	113
10.2.2.2.	Entre variantes de placas de martensita	113
10.3.	Martensita combada	113
10.3.1.	Morfología	113

10.3.2.	Relaciones de orientación	114
10.3.2.1.	Entre la matriz y las placas de martensita	114
11.	Ensayos de deformación en máquina de ensayos universales	144
11.1.	Ensayos de deformación por tracción	144
11.1.2.	Resultados experimentales	145
11.2.	Ensayos de deformación por compresión	146
12.	Deformación macroscópica S	148
12.1.	Medición del módulo de la deformación macroscópica	148
VIII.	ANALISIS DE RESULTADOS EN ALEACIONES DE Zr-Nb-Al	156
1.	Microscopía electrónica de transmisión	156
1.1.	Martensita inducida por deformación	156
1.1.1.	Análisis de muchas superficies	156
1.1.2.	Análisis de la posibilidad de tener micromaclas	158
1.1.3.	Análisis de la segunda familia de trazas de subestructura fina "rayitas cruzadas" m'	159
1.2.	Martensita espontánea	159
1.2.1.	Análisis de muchas superficies	159
1.2.1.1.	Plano de hábito	161
1.2.1.2.	Plano de macla	162
1.2.1.3.	Subestructura interna dentro de las variantes de maclas	163
1.3.	Martensita combada	163
1.3.1.	Análisis de muchas superficies	163
1.4.	Determinación del caracter de las dislocaciones	167
1.4.1.	Criterios generales sobre la condición de invisibilidad	167
1.4.2.	Evidencias experimentales	168

2.	Subestructura fina	171
2.1.	Comentarios adicionales sobre análisis de la subestructura fina	175
3.	Ensayos de deformación en máquina de ensayos Universales	176
3.1.	Discusión de los resultados de deformación por tracción	176
4.	Determinación de los sistemas activos para compensar el desplazamiento macroscópico S	184
4.1.	Sistema que da la mayor proyección del S	185
4.2.	Cálculo de los factores de Schmid	187
4.3.	Comparación con los resultados experimentales	191
5.	Efecto TRIP - Plasticidad inducida por transformación	191
5.1.	Definición - Terminología - Formación de placas de martensita	191
5.2.	El efecto TRIP, en función del endurecimiento al prolongarse la deformación - Condiciones de estabilidad plástica	195
5.2.1.	Deducción de la ecuación de inestabilidad plástica	196
5.3.	Relación entre $\sigma_y$ (tensión de fluencia normal de la fase matriz) y $\sigma_c$ (tensión crítica para comenzar a inducir martensita por deformación)	198
5.4.	Comentarios adicionales	199
6.	Módulos elásticos	203
6.1.	Conceptos relativos a la estabilidad de fases	203
6.2.	Efecto sobre la selección de sistemas de deformación y tensión $\tau \sim G$	209
6.3.	Comparación entre las tensiones críticas para deformar las placas de martensita y/o la matriz.	210

6.4.	Energía elástica asociada a la distorsión generada en la fase matriz por las placas de martensita	213
IX.	CALCULOS CRISTALOGRAFICOS	218
1.	Cálculo de la distorsión de Bain	218
2.	Cálculo de la matriz de rotación de la transformación	220
3.	Cálculo del deslizamiento microscópico $g$ , desplazamiento macroscópico $S$ y plano de hábito con la teoría WLR	222
3.1.	Cálculo usando sistema de deslizamiento con dislocaciones tipo $\langle a \rangle$	222
3.1.1.	Cálculo de la matriz $M$ de cambio de base	223
3.1.2.	Diagonalización de la matriz de la transformación	225
3.1.3.	Comparación entre resultados experimentales y valores calculados	231
3.1.4.	Cálculo con el sistema de deslizamiento de red invariante, según la dirección $d \equiv \langle 11\bar{2}0 \rangle$ paralela a una dirección $\langle 100 \rangle$	232
3.2.	Cálculo usando sistema de deslizamiento con dislocaciones tipo $\langle c+a \rangle$	233
3.2.1.	Sistema $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{2}112 \rangle$	233
3.2.1.1.	Cálculo de la matriz $M$ de cambio de base	233
3.2.2.	Sistema $\{10\bar{1}0\} \langle 1\bar{2}13 \rangle$	239
3.2.2.1.	Cálculo de la matriz $M$ de cambio de base	239

X. CONCLUSIONES	243
1. Aleación binaria Zr-10%Nb en peso	243
2. Aleación ternaria Zr-(7-10)%Nb-1%Al en peso	243
3. Equipamiento	246
4. Alcance tecnológico	246
5. Extensión del trabajo	247
REFERENCIAS	251
LISTADO DE TABLAS	265
APENDICES	267
APENDICE 1: Resultados de análisis de gases e impurezas metálicas en Zirconio y aleaciones	269
APENDICE 2:	
2.1. Cálculo suponiendo dislocaciones del tipo $\langle a \rangle$	275
2.2. Cálculo suponiendo dislocaciones del tipo $\langle c+a \rangle$	276
2.2.1. Sistema $\{10\bar{1}1\} [2113]$ -g y autovalores	
2.2.2. Sistema $\{10\bar{1}0\} [1\bar{2}13]$ -autovalores	
2.2.3. Autovectores, planos de hábito y deformación macroscópica en base ortogonal	284
LISTADO DE PROYECCIONES ESTEREOGRAFICAS	295

## INTRODUCCION

El estudio de la metalurgia física del Zirconio y sus aleaciones es motivo de especial interés por dos razones fundamentales:

a) Las necesidades en cuanto al consumo de energía han producido el desarrollo de reactores nucleares de potencia con el fin de obtener energía a partir de la fisión nuclear. Entre los distintos modelos de reactores desarrollados, desde el punto de vista de diseño, la posibilidad de disponer de un material de baja sección eficaz de captura de neutrones térmicos y además reunir otros requisitos indispensables como resistencia a la corrosión, buenas propiedades mecánicas y estabilidad frente al daño por irradiación, han hecho factible el empleo de combustibles nucleares en estado natural o con muy poco enriquecimiento. El material a que hacemos referencia, es el Zirconio [77TROW].

Esta primera razón, necesidad y conveniencia del empleo del Zirconio, produjo el desarrollo de procesos como el Kroll, mediante el cual la obtención de Zirconio metálico de una razonable pureza (99,98%) es accesible [76ARM]. También, a través de otros procesos como el Van Arkel y el denominado Zirconio "iodide", se consigue este metal con purezas de hasta 5N. El disponer de esta materia prima y de técnicas en los laboratorios (fundición y tratamientos térmicos en alto vacío y/o atmósfera controlada) como para poder preparar este metal, o aleaciones del mismo, en condiciones de baja contaminación (el Zirconio es uno de los metales reactivos, inicialmente empleado como getter en válvulas electrónicas por su bajo potencial de oxígeno), hizo posible a los investigadores llevar a cabo estudios relacionados con propiedades de este metal y, a su vez, el conocimiento adquirido constituye una buena base para las aplicaciones requeridas por la generación de energía.

Diversas aleaciones han sido desarrolladas hasta el presente para ser usadas como vainas de elementos combustibles nucleares y otros componentes para reactores, ya sea como parte del elemento combustible (separadores, patines, tapones, etc.) o en la fabricación de elementos estructurales (tubos de presión) [79CIR].

Las aleaciones más conocidas e inicialmente empleadas, son el Zircaloy 2 y el Zircaloy 4. Otras, como Ozhe-nite, Valloy, Scanuk y  $Zr_3Al$ , se continúan estudiando en distinta medida.

En particular, para los elementos estructurales, se encontró que aleaciones fabricadas de Zr-Nb con bajo contenido de Nb (1 - 5)% en peso, presentan una aceptable performance y en algunas propiedades mejor comportamiento que las aleaciones anteriormente mencionadas [64ELL] [68WIL] [74CHE].

Parte del esfuerzo se ha orientado en encontrar una aleación lo suficientemente estable y adecuada para trabajar en reactores con vapor sobrecalentado. Incrementar la temperatura del refrigerante, a valores entre 450 y 500°C, produciría un aumento en la eficiencia de conversión de energías pudiendo sobrepasar el 40% [70WIL].

b) Desde el punto de vista del estudio de las transformaciones de fase martensíticas, el Zirconio aparece como un caso intermedio entre los latones y aceros, por la amplitud de la histéresis entre la transformación y retransformación.

Además, de acuerdo a la experiencia acumulada en nuestro laboratorio en estudio de aleaciones y transformaciones de fase y en algunas de las propiedades investigadas resultantes en latones -como efectos memoria y pseudoelástico- se pensó que sería interesante poder disponer de una aleación base Zirconio que presentara alguno de esos comportamientos. Una aleación de Ti-Ni (Nitinol), también presenta esas propiedades [75HAR].

El análisis de estudios publicados sobre Zr-Nb nos permitió suponer que ese sistema reúne las condiciones necesarias como para lograr las propiedades mencionadas. El mismo presenta, para aleaciones diluidas en Nb, transformación martensítica espontánea y para mayores concentraciones de Nb se puede retener la fase de alta temperatura  $\beta$ , luego del templado.

Si bien en el transcurso de la investigación se encontró con dificultades que se discutirán en el texto, para obtener los efectos mencionados por características que le son propias al sistema binario Zr-Nb, se consiguió con la adición de un tercer elemento -en este caso aluminio- modificar por tratamientos termomecánicos la fase retenida después del templado y la aparición de un efecto asociado denominado TRIP.

El estudio de las estructuras obtenidas a través de distintas técnicas de observación y de las propiedades mecánicas asociadas, permiten suponer que se podría disponer -desde el punto de vista mecánico- de una aleación tenaz y estable a altas temperaturas como para ser usada en la construcción de componentes para reactores [81BOL].

## II. TRANSFORMACION MARTENSITICA

### 1. Definiciones y características generales

La transformación de fase martensítica es una transformación de fase en materiales en estado sólido, que ocurre mediante el movimiento cooperativo de átomos. Al producto de una transformación martensítica se lo llama martensita. La estructura correspondiente, presenta particularidades que la caracterizan, como ser "saltos" en la superficie de la muestra, existencia de imperfecciones en la red y formación sin difusión.

Una dada martensita puede tener muchas otras características, que aunque parezcan intrínsecas a ella no necesariamente son pruebas de que ha sucedido una transformación martensítica. Por ejemplo, históricamente, la palabra martensita implicaba una alta dureza como propiedad particular de estas estructuras, sin embargo no puede ser considerada como un buen criterio de caracterización. Asimismo, la alta velocidad de transformación no se puede aplicar en general a la transformación martensítica, ya que si bien en la mayoría de los aceros el tiempo de formación de un cristal martensítico es del orden de  $10^{-7}$  seg. , en otras aleaciones el proceso de crecimiento es lo suficientemente lento como para ser seguido con un microscopio.

La existencia de un plano de hábito y una relación de orientación definida, resultan como una consecuencia propia de la transformación martensítica, pero éste no es un criterio suficiente, ya que por ejemplo algunos precipitados que presentan esas características no pueden ser clasificados como martensita.

En general la transformación martensítica se puede clasificar como una transformación de primer orden. En las transformaciones de primer orden, a presión constante, existe una discontinuidad en la curva de entalpía vs. temperatura correspondiendo ello a un cambio en la pendiente de la curva de energía libre vs. temperatura, es decir una

discontinuidad en  $(\partial G/\partial T)_p$ . En las transformaciones de segundo orden, la discontinuidad se presenta en  $(\partial^2 G/\partial T^2)_p$ . [78NIS].

### 1.1. Naturaleza sin difusión de la transformación

Una característica muy importante de la transformación martensítica es que localmente no hay cambios en la composición química del material. Por lo tanto la transformación se produce sin difusión, esto es los átomos se mueven distancias de a lo sumo un parámetro de red, respecto al átomo vecino.

Una condición para que ocurra la transformación es que la energía libre de la fase martensítica sea menor que la energía libre de la fase matriz. A una dada temperatura  $T_0$ , (Fig. 1) esas energías son iguales. Si disminuye la temperatura lo suficiente como para que esa diferencia de energías libres supere las energías de superficie y energía de deformación debido a la transformación, puede ocurrir la transformación martensítica. Esa condición se cumple a una temperatura característica que denominamos  $M_s$ . El grado de sobreenfriamiento será mayor cuanto más grande sea la diferencia entre las propiedades de las dos estructuras cristalinas.

### 1.2. Plano de hábito

La morfología de la martensita aparece en general con forma de placas o agujas. Entre dichas placas o agujas y la fase matriz se presenta una interfase definida y en general rectilínea. Ello implica la existencia de un plano invariante o plano de hábito.

### 1.3. Relaciones de orientación

Debido a las características generales de la transformación martensítica, fundamentalmente debido a la no difusión, entre la fase matriz y la fase martensítica, se cumplirán definidas relaciones de orientación cristalográficas. Para el caso del zirconio, entre la fase bcc y la fase hcp, tenemos las llamadas relaciones de Burgers (Ver punto III.1.2.).

### 1.4. Salto en la superficie

Cuando una placa de martensita se forma sobre una superficie libre del material, aparece un salto o relieve. Ese relieve no es irregular y el ángulo de inclinación respecto a la superficie libre tiene un valor definido dependiendo de la orientación del cristal.

### 1.5. Transformación mediante un movimiento cooperativo de átomos

Las características enunciadas, de que las placas de martensita presentan un plano de hábito, relaciones de orientación definidas con la matriz y saltos en la superficie, indican que esas condiciones son el resultado de un movimiento coordinado y ordenado de la configuración atómica que tiene lugar durante la transformación.

### 1.6. Generación de imperfecciones en la red

Debido al movimiento cooperativo de átomos, localmente hay un cambio de forma, lo que genera fuertes tensiones en la matriz adyacente a la placa con el fin de restringir

ese cambio de forma. Muchas veces las deformaciones elásticas no son suficientes para relajar esas tensiones, desarrollándose así una deformación plástica. La misma puede producirse mediante el movimiento de dislocaciones, como en el caso de la deformación plástica convencional. El movimiento de dislocaciones perfectas dará lugar a deslizamientos, mientras que el movimiento de dislocaciones parciales dará lugar a fallas de apilamiento o maclas internas.

### 1.7. Caracter heterogéneo

Esta característica se debe al hecho de que los núcleos críticos de martensita no aparecen uniformemente en todo el material.

## 2. Teorías cristalográficas fenomenológicas de la transformación martensítica

Las teorías inicialmente desarrolladas son las de Bowles y Mackenzie [54BOW], que denominaremos teoría B-M, y la de Wechsler, Lieberman y Read [53WEC], que denominaremos teoría W-L-R. Ambas fueron desarrolladas independientemente y se las considera totalmente equivalentes.

Otras teorías desarrolladas con posterioridad son las de Bullough y Bilby [56BUL] y otra por Bilby y Frank

[60BIL]. Estas presentan algunas variaciones en su formulación, respecto a las teorías B-M y W-L-R.

En particular, desarrollaremos la teoría W-L-R.

## 2.1. Condiciones que deben considerarse en la formulación de las teorías de transformación martensítica

### 1. Existencia de un plano invariante;

La transformación martensítica tiene lugar debido a un movimiento "cooperativo" de átomos, lo que implica que entre la fase matriz y la nueva fase producida, deberá existir una alta coherencia cristalográfica. Es así que durante la transformación, la interfase deberá estar formada por un plano sin distorsión, sin sufrir una rotación, a menos que la fase matriz rote. A un plano con esas características se lo denomina plano invariante y a una deformación sobre el plano invariante se la denomina deformación de plano invariante.

De acuerdo a lo anterior, las propiedades cristalográficas de la transformación martensítica deberán ser descritas y ajustadas por una deformación de plano invariante. Consecuentemente, características como plano de hábito y relaciones de orientación, deberán ajustarse a esa restricción.

2. La distorsión de Bain aislada, no presenta un plano invariante. En general, la llamada distorsión de Bain producirá una dilatación según uno de los ejes principales y una contracción según un eje perpendicular al anterior.

Graficamente, si consideramos una porción esférica unitaria del material en su fase matriz antes de la transformación, luego de producirse la distorsión de Bain, dicha esfera transformará en un elipsoide que representará la nueva fase martensítica. Los conos iniciales 'AOB' y 'COD'; transformarán en los conos AOB y COD, definidos por la

intersección de la esfera unitaria con el elipsoide y estarán definidos por vectores que no cambian de longitud en la deformación de la red (Fig. 3).

A dichos vectores los denominamos "vectores de módulo constante". Cualquier otro vector, sobre la esfera unitaria inicial, que no se ubique sobre el cono 'AOB' o 'COD', luego de la distorsión de Bain cambiará su longitud. De esa manera, sólo con la distorsión de Bain no se podrá cumplir con el primer requisito de tener un plano invariante o sin distorsión, entre las fases matriz y producto.

Para salvar ese inconveniente, se agrega otra deformación además de la distorsión de Bain.

### 3. Deformación complementaria de red invariante:

La deformación complementaria, no deberá producir un nuevo cambio en la estructura cristalina, luego del producido por la distorsión de Bain. Por lo tanto, para cumplir con esa condición, deberá ser microscópicamente inhomogénea, excepto que la deformación total macroscópica sea homogénea.

Como modo de deformación inhomogénea, se puede considerar una deformación por deslizamiento o maclado, pudiendo ser considerada macroscópicamente como un simple deslizamiento.

Es así que definimos a la deformación complementaria de red invariante a aquélla que aplicada luego de la distorsión de Bain, produce un plano invariante o sin distorsión, o el llamado "plano de hábito".

## 2.2 Análisis cristalográfico de la transformación empleando álgebra matricial

De acuerdo a lo descripto en los puntos anteriores, se considera a una transformación martensítica compuesta por:

- a) una deformación de la red, comunmente denominada distorsión de Bain.
- b) una deformación de red invariante, microscópica e inhomogénea.
- c) una rotación. Las operaciones b y c, son necesarias para tener un plano de hábito.

Denominamos B, D y R a las matrices que nos dan respectivamente las tres transformaciones mencionadas.

La deformación de red invariante D que actúa sobre la estructura cristalina martensítica, puede suceder físicamente antes, después o simultáneamente a la distorsión B de Bain. Sólo conocemos el estado inicial y final del material. Matemáticamente, suponemos que primero actúa B. Entonces, es conveniente luego de la distorsión de Bain, producida según un sistema de ejes coordenados ortogonales (x,y,z), efectuar un cambio de base a un sistema de ejes coordenados ortogonales que denominamos (dtn). A la matriz correspondiente, la denominamos M. En general, se eligen los ejes de la nueva base, de forma tal que la dirección de  $\underline{d}$  coincida con la de la deformación, mientras que  $\underline{t}$  intersección con  $\underline{d}$ , definan el plano sobre el cual se producirá la deformación inhomogénea y  $\underline{n}$  será normal a dicho plano.

Explícitamente, la forma de las matrices B, C y M se podrán escribir como:

$$B = \begin{vmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{vmatrix} \quad D = \begin{vmatrix} 1 & 0 & 0 \\ g & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix} \quad M = \begin{vmatrix} d_1 & d_2 & d_3 \\ t_1 & t_2 & t_3 \\ n_1 & n_2 & n_3 \end{vmatrix}$$

La única matriz cuyos elementos resultarán de valores medidos es B, donde cada elemento diagonal indicará la contracción o dilatación sufrida por cada eje (x,y,z) en la distorsión de Bain.

Los elementos de la matriz D y R, se determinan de la condición de tener un plano invariante. Dependiendo del sistema operativo para la deformación de red invariante, lo que se elige por medio de M, se obtendrán distintos valores para la deformación de corte g.

Un vector  $\underline{x}$  de la matriz, transformara en un vector  $\underline{y}$  en la nueva fase martensítica del modo siguiente:

$$\underline{y} = R.M.^{-1}.D.M.B.\underline{x}$$

El módulo del vector  $\underline{y}$  será:

$$\underline{y}^2 = \underline{x}.B^T.M^T.D^T.M.R^{-1}.R.M^{-1}.D.M.B.\underline{x}$$

La matriz R es ortonormal, por lo que su inversa coincidirá con la traspuesta. Lo mismo se cumplirá para la matriz M ( $R^{-1}.R = I$ ;  $M.M^{-1} = I$ ). Los ejes del elipsoide de la transformación, los podemos obtener diagonalizando la matriz  $\underline{A}$ , donde:

$$A = B^T.M^T.D^T.D.M.B$$

Es decir que:

$$\underline{y}^2 = \lambda^2 \underline{x}^2 = \underline{x}.\underline{A}.\underline{x}$$

de donde:

$(A - \lambda^2.I)\underline{x} = 0$  , a partir de la cual, se obtendrán los autovalores de la ecuación, calculando el determinante igualado a cero. Matemáticamente, implica tener solución distinta de la trivial.

De la condición de tener un plano de hábito, uno de los autovalores  $\lambda_1$  deberá ser igual a la unidad. Entonces, a partir del determinante, quedará una ecuación de grado 6 en  $\lambda$ , que se puede dividir por  $\lambda^2 - \lambda_1 = \lambda^2 - 1$ , resultando una ecuación bicuadrática fácilmente resoluble, obteniéndose así los valores de  $\lambda_2$  y  $\lambda_3$ .

El valor de  $g$ . se puede calcular a partir del determinante igualado a cero, tomando  $\lambda=1$  (raiz  $\lambda_1$ ). Luego, conociendo ese valor de  $g$  y empleando nuevamente la ecuación del determinante igualado a cero, se calculan de la manera descripta los autovalores  $\lambda_2$  y  $\lambda_3$ .

### 2.3. Determinación del plano de hábito y del desplazamiento macroscópico S

Las mismas, están deducidas en el Cap.6 del libro de Nishiyama [78NIS]. Aquí, sólo transcribiremos las expresiones que emplearemos luego en el cálculo.

El plano de hábito en la base diagonal, presenta dos soluciones, que están dadas por:

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad 1/M, \quad \delta_K K/M)$$

donde:

$$\delta_K = \pm 1$$
$$M = \left| \frac{\lambda_3^2 - \lambda_2^2}{1 - \lambda_2^2} \right|^{1/2}$$
$$K = \left| \frac{\lambda_3^2 - 1}{1 - \lambda_2^2} \right|^{1/2}$$

El módulo del desplazamiento macroscópico S, está dado por:

$$S = \{(\lambda_3^2 - 1) \times (1 - \lambda_2^2)\}^{1/2}$$

Conociendo los autovalores, es posible determinar los autovectores correspondientes y pasar luego de la base diagonal a la base ortogonal (x,y,z).

De esa manera, se consigue expresar el plano de hábito y deformación macroscópica S en la base original (x,y,z).

### 3. Posibles criterios aplicados a la estabilidad de fases en aleaciones de Zirconio

Hasta el presente, no existe una teoría general que permita explicar la estabilidad de las distintas fases en las aleaciones de zirconio. No obstante, es posible efectuar algunas predicciones mediante la aplicación y sistematización de resultados empíricos, lo que para determinados sistemas binarios puede emplearse como un "criterio" de estabilidad.

Dentro de la tabla periódica de los elementos, el zirconio se ubica en el grupo IV B en el segundo largo período y al comienzo de los elementos de transición. Su estructura electrónica en la condición de átomo libre es la del  $(Kr) (4d)^2 (5s)^2$ , considerándose de valencia a los dos electrones de la capa d y a los dos electrones de la capa s. Ello daría al zirconio una valencia igual a 4. Sin embargo, está en discusión si es la misma para ambos estados alotrópicos y en el caso de aleaciones que varíe con la concentración [78VER].

Cuando el Zirconio es aleado con elementos de transición, a la derecha de la tabla periódica y con elementos del grupo IB, los bordes de fase  $\alpha/\beta$  bajan, pero cuando el soluto pertenece a alguno de los grupos IIIA, IVA o VA, los bordes de fase aumentan. Los elementos ubicados a la izquierda del zirconio y las tierras raras que actúan favorablemente para la formación de soluciones sólidas desde el punto de vista de su tamaño y factor electroquímico, pueden tender a aumentar la estabilidad relativa de la fase  $\alpha$ , mientras que el Niobio y Tantalio, que pertenecen al grupo VB, y el Molibdeno y Tungsteno, que pertenecen al grupo VIB, tienden a estabilizar la fase  $\beta$  [79NOR].

El comportamiento de diferentes aleantes correspondientes a metales de transición fue realizado por Panda and Bhan [73PAN]. Determinaron la influencia de la configuración electrónica de las capas de valencia, factor

de tamaño atómico y estructura cristalina. La máxima solubilidad sólida en fase B del Zr, se ubica para una concentración electrónica por átomo, entre 4.08 a 4.69. Reportan así una fuerte dispersión respecto al valor de 4.18, correspondiente a una concentración donde se produce el "contacto" entre la segunda zona de Brillouin de la estructura bcc y la esfera de Fermi.

Uy and Burr [62UY] aplicaron el criterio de las valencias metálicas de Pauling para determinar la estabilidad alotrópica de las aleaciones de Zr. Sugieren que un soluto cuya valencia metálica de Pauling sea menor que la del Zr, que es considerada igual a 4, tiende a estabilizar la fase  $\alpha$  (ver Tabla 1). Vemos que los elementos pertenecientes a los grupos IA, IIA, IIIA, IIIB, IVB, VB y VIB son estabilizadores  $\alpha$ , mientras que aquellos elementos pertenecientes a los grupos IVA, VA, VIIA, VIIIA, IB y IIB son estabilizadores  $\beta$ . Explicaron la estabilidad de fases sobre la base de que un soluto con mayor valencia aumenta el nivel inicial de Fermi y consecuentemente baja la temperatura de transformación para el cambio a una estructura diferente, lo que puede suministrar un nivel de Fermi más bajo.

En otro trabajo, Uy and Burr [66UY], realizaron una determinación más cuantitativa para determinar los bordes de fase en los sistemas de aleaciones binarias de Zr. Emplearon el calor molar parcial de la mezcla que lo correlacionan con la valencia metálica del soluto. Definieron un parámetro de estabilización  $Q_B$  como:

$$Q_B = \Delta \bar{H}_a - \Delta \bar{H}_b$$

donde  $\Delta H_a$  es el calor molar de la mezcla en la fase  $\alpha$ , y  $\Delta H_b$  es el calor molar de la mezcla en la fase  $\beta$ .

Suponiendo que  $Q_B$  es independiente de la temperatura y de la composición, obtienen para las fracciones molares la siguiente relación:

$$\frac{X_a}{X_b} = \exp. \left( \frac{-Q_B}{RT} + C \right)$$

donde C es una constante de integración que puede ser despreciada para el análisis [66UY].

El signo algebraico de  $Q_B$ , indica cual es la fase estabilizada. Si:

$Q_B < 0$ , estabiliza la fase  $\alpha$  ( $X_a > X_b$ )

$Q_B > 0$ , estabiliza la fase  $\beta$  ( $X_a < X_b$ )

Esos autores estudiaron también el efecto de la valencia y de la diferencia de tamaños atómicos sobre el  $Q_B$ .

Cálculos de la diferencia de energía libre entre las dos fases alotrópicas del Zr y Ti fueron realizados por Kaufman [59KAU] a partir de datos termodinámicos existentes, siendo posible determinar las temperaturas de transformación martensítica en aleaciones de Zr-Ti. Sus cálculos fueron aplicados a distintas aleaciones con base Ti, pero no realizó un trabajo similar para aleaciones base Zr, a excepción del sistema Zr-Ti.

La influencia de la relación concentración electrónica por átomo ( $e/a$ ) fue estudiada por Luke y colaboradores [64LUK]. Calcularon las relaciones empleando las valencias de Pauling, por considerar que las mismas representaban mejor el número de electrones involucrados en el proceso. En la Fig. 4 se encuentran graficadas las relaciones ( $e/a$ ) como función del porcentaje atómico de solutos. También se muestran las fases que son estables para los distintos rangos de ( $e/a$ ). Para valores de ( $e/a$ ) menores de 4.06 sólo aparece fase hexagonal, mientras que se retiene el 100% de fase  $\beta$  si dicha relación es mayor que 4.144. En la zona intermedia entre los valores mencionados pueden coexistir fases  $\alpha'$ ,  $\beta$  y  $\omega$ . Consideran que no interesa el soluto que interviene en la aleación, sino simplemente es importante la relación ( $e/a$ ). Si se producen aleaciones con solutos que tienen valencia de Pauli menor que 4, tenderán a estabilizar la fase  $\alpha$ , mientras que aquellos solutos con valencia de Pauli mayor que 4, tenderán a estabilizar la fase  $\beta$ .

El criterio de Luke ajusta a algunas observaciones experimentales realizadas sobre sistemas binarios. Sin embargo Northwood [78NOR] trabajó sobre aleaciones ternarias, demostrando la no aplicabilidad del criterio de Luke sobre esos sistemas.

La estabilidad de las fases de Laves, que aparecen en las aleaciones de Zr, depende fundamentalmente de la relación de tamaños atómicos [73PAN]. Si los átomos que intervienen en la aleación presentan diferencias en tamaño, de alrededor de un 20-30%, ellos pueden apilarse en estructuras cristalinas con un número de coordinación mayor que 12, considerado el valor máximo alcanzable en estructuras formadas con esferas de igual tamaño y de esa manera se pueden formar compuestos con fases de Laves. El Zr junto con la mayoría de los metales de transición, forma fases de Laves del tipo  $AB_2$ , donde el Zr constituye el elemento tipo "A" del compuesto. Las fases de Laves pueden presentar uno o dos de los tipos de estructura C15 (cúbico, tipo  $MgCu_2$ ), C14 (hexagonal, tipo  $MgZn_2$ ) y C36 (hexagonal, tipo  $MgNi_2$ ) [70RUM].

Una clasificación de los diagramas de equilibrio correspondientes a aleaciones binarias de Zr, fue realizada por R. Versaci [78VER]. Utilizó el modelo de clasificación propuesto por Pultsin [69PUL] para aleaciones de Ti. Brinda información recopilada sobre la valencia de los distintos elementos, estructura de los compuestos, parámetros de red, transformación  $\alpha/\beta$ , estabilidad de las fases y datos termodinámicos.

Es de esperar que el efecto del oxígeno sobre la estabilidad de las fases metaestables sea el de estabilizar la fase  $\alpha$ , tal como sucede con la transformación de equilibrio  $\alpha/\beta$ , aumentando la temperatura de transformación Mg [64LUK]. Se puede suponer que los átomos de oxígeno intersticiales, capturan electrones de la banda de conducción formando iones. De ese modo, se producirá una depresión en el número efectivo de electrones por átomo, favoreciendo la estabilidad de  $\alpha$ .

Un diagrama de fase unificado (electrones libres vs cambio en el número de electrones 'd') fue desarrollado por Vohra [79VOH]. El mismo, da cuenta de la estabilidad de la fase  $\omega$  bajo presión en Zr puro y aleaciones o en aleaciones

sometidas a tratamiento térmico o tratamiento de presión. En el caso de alear con Nb, cuya valencia de Pauling es igual a 5, aumenta la ocupación de la banda 'd', produciendo la estabilización de las fases  $\omega$  y  $\beta$ . En el Zr puro, bajo presión, el intervalo de energía libre entre las fases  $\alpha$  y  $\beta$  disminuye, debido a la transferencia inducida por presión, de electrones desde la banda 's' hacia la banda 'd'.

#### 4. Efectos asociados con la transformación martensítica Seudoelasticidad y efecto TRIP

##### 4.1. Seudoelasticidad

Esta propiedad puede presentarse por formación de fase martensítica o por reorientación de placas de martensita ya existentes.

En el primer caso, cuando se tensiona una aleación en estado metaestable y susceptible a la transformación martensítica a temperatura constante  $T_1$ , es posible obtener una curva tensión-deformación tal como se representa en la Fig. 5. Es necesario que  $T_1$  sea mayor que  $A_f$ , donde  $A_f$  es la temperatura a la cual la transformación inversa es completada sin la aplicación de tensiones. En esa figura el tramo AB representa deformación elástica pura de la fase matriz. En el punto b, correspondiente a un valor de tensión  $\sigma_{T_1}^{P-M}$ , se comienzan a formar las primeras placas de martensita. La transformación será completa cuando se alcance el punto C. La pendiente del tramo BC, indica la facilidad con que se produce la transformación martensítica. Si se continúa aplicando tensión, el material que se encontrará en el punto C en la condición de totalmente transformado, continuará deformando elásticamente,

tal como lo representa el tramo CD de la curva. En el punto D comenzará la deformación plástica de la martensita, deformándose el material plásticamente hasta que se llegue a la fractura. Si se deja de aplicar tensión antes de alcanzar el punto D, por ejemplo el punto C', la deformación se recupera en varias etapas. La parte C'F de la curva corresponde a la descarga elástica de la martensita. Al alcanzar el punto F que corresponde a una tensión  $\sigma_{T_1}^{M-P}$  comenzará la retransformación martensítica, disminuyendo la fracción de martensita hasta que la fase matriz sea completamente restablecida (punto G). El tramo GH representa la descarga elástica de la fase matriz. La deformación total, no necesariamente puede recuperarse en forma completa. Ello dependerá si ha sucedido alguna deformación irreversible durante la carga o descarga del material. La diferencia entre  $\sigma_{T_1}^{P-M}$  y  $\sigma_{T_1}^{M-P}$ , determinará la histéresis de la transformación por aplicación de tensiones. El área encerrada entre las curvas de carga y descarga, dará la cantidad de energía disipada en el ciclo.

Curvas similares de tensión-deformación, se pueden obtener en algunos materiales como en latones, cuando estando inicialmente todo en fase martensítica y con placas en distintas orientaciones, por aplicación de tensión, se produzca una polarización en la orientación de las placas [74KRI].

#### 4.2. Efecto TRIP

El mismo aparece cuando en una aleación, en la cual se ha retenido por templado la fase de alta temperatura, se produce deformación plástica y transformación martensítica inducida por deformación (plástica). Ello permite obtener

en general una apreciable cantidad de deformación, comportándose así el material en forma dúctil y presentando, no obstante, un alto grado de endurecimiento y tensión máxima de rotura.

TRIP, proviene de la abreviación de Transformation Induced Plasticity. Mayores detalles y características se dan en el punto VIII.5.

## 5. Relaciones termodinámicas

[74WAR] [72OLS]. Esquemáticamente, suponemos que las energías libres químicas de la fase matriz o pariente (P) y la fase martensítica (M), varían con la temperatura y se relacionan tal como lo indica la Fig. 1 (a). A la temperatura  $T_0$ , ambas energías libres serán iguales.

La función  $G(T)$  para cada fase, es en general desconocida. Sin embargo, podemos escribir la siguiente relación, para el cambio de energía libre química  $\Delta G_{ch}^{P-M}$ .

$$\Delta G_{ch}^{P-M} = G^M - G^P = \Delta H^{P-M} - T \cdot \Delta S^{P-M}$$

donde  $\Delta H$  es el cambio de entalpía, y  $\Delta S$  es el cambio de entropía de la transformación. A la temperatura  $T_0$  de equilibrio, se cumplirá que:

$$\Delta H^{P-M} = T_0 \Delta S^{P-M} \quad , \quad \Delta G_{ch}^{P-M} = 0$$

$\Delta H^{P-M}$ , puede ser medido con técnicas de calorimetría y  $T_0$  puede ser estimado si se conocen las temperaturas de comienzo y finalización de la transformación martensítica  $M_s - M_f$  y las temperaturas de comienzo y terminación de la transformación  $A_s - A_f$ , respectivamente:

$$T_0 \approx (A_s - M_s)/2 \approx (A_f - M_f)/2$$

de donde es posible determinar  $\Delta S^{P-M}$ .

Si aplicamos carga mecánica externa al material, se desarrollará en él un estado de tensiones  $\sigma$  y deformaciones  $\epsilon$ , produciéndose un trabajo que contribuirá al cambio de energía libre.

El trabajo  $W$ , será igual a:

$$W = \sigma \cdot \epsilon$$

El cambio de energía libre total  $\Delta G^{P-M}$ , será igual a:

$$\Delta G^{P-M} = \Delta G_{ch}^{P-M} + W$$

Es decir, que por medio de la aplicación de tensiones, será posible tener transformación martensítica a una temperatura  $M_s^\sigma > M_s$ .

$M_s$ , es la temperatura en la cual sin aplicación de tensiones externas, el cambio de energía química  $\Delta G_{ch}^{P-M}$  es lo suficientemente alta como para generar una "fuerza de transformación" capaz de balancear las energías de distorsión elástica, deformación plástica, energía interfacial y otras componentes de energía resultantes de la formación de placas de martensita.

En un gráfico de cambio de energía libre  $\Delta G^{P-M}$  vs  $T$ , puede apreciarse el efecto de aplicación de una tensión sobre la temperatura  $T_0$ . Fig. 1 (b). A medida que  $\sigma$  aumenta, también aumentará  $T_0$ , es decir que si la fuerza de transformación permanece constante, aumentará la temperatura a la cual puede tenerse transformación martensítica.

A medida que la temperatura  $T$  aumenta, la tensión necesaria para balancear el cambio de energía libre y producir así la transformación, puede dar lugar a dos casos bien separables:

a) Que la tensión aplicada sea menor que la tensión de fluencia, en cuyo caso puede producirse un efecto pseudo-elástico. Sin embargo, hay que tener en cuenta que se puede tener transformación martensítica asistida por tensión o inclusive formación espontánea de martensita,

con deformación plástica en las placas, matriz o ambas (tal es el caso de la muestra  $\alpha'$ , punto VIII.1.2).

- b) Que la tensión aplicada sea mayor que la tensión de fluencia a esa temperatura, pudiendo producirse la transformación originando el denominado efecto T.R.I.P. Si la temperatura T es demasiado alta, el material deformará plásticamente sin producirse transformación martensítica.

## 6. Algunos aspectos de la transformación martensítica en aleaciones de Titanio

Debido a la similitud en las propiedades físicas entre el Titanio y Zirconio, consideramos importante efectuar una breve reseña de la literatura, concerniente a investigaciones de transformación martensítica en aleaciones de Titanio.

Dependiendo de la aleación, es posible encontrar cuatro tipos diferentes de martensitas en aleaciones de Titanio. La más común, que aparece en aleaciones diluidas, comprende una transformación desde la fase cúbica bcc a una hexagonal hcp, presentando un plano de hábito del tipo  $(334)_\beta$ . En aleaciones más concentradas, es posible tener dos tipos de martensita: una que presenta un plano de hábito cercano a  $(344)_\beta$ , como por ejemplo en Ti-Mn [54WEI] Y Ti-Mo [56LIU][59GAU] con estructura hexagonal; y la otra donde la estructura a hcp degenera para aleaciones más concentradas en una ortorrómbica, caso de las aleaciones de Ti-Re, Ti-Nb [58BAG], Ti-Mo [79DAV] y Ti-Ta [71BYW]. En aleaciones comerciales de Titanio, se han observado estructuras fcc ó fct, tales como en Ti-Fe y Ti-Mn [69HAM].

En aleaciones de Titanio, de alta pureza, es posible encontrar morfología de martensita masiva, consistente en placas sin maclado interno y con una dirección común vista sobre una superficie, es decir un corte del material. Estrictamente, por tratarse de placas hay dos direcciones

comunes [69ERI]. También, podemos decir que en general la martensita masiva ocurre para aquellas aleaciones diluidas que presentan esta transformación, mientras que la morfología de placas aciculares con maclado interno ocurre para aleaciones concentradas. Tal es el caso del Ti-Cu, que para contenidos de Cu menores del 4% presenta el primer tipo de morfología y para 6% y 8% aparece la acicular maclada [70WIL], similar a la martensita masiva en aceros con bajo contenido de carbono y aleaciones de Fe-Ni.

Resultados similares, son reportados para Zr-Ti por Banerjee and Krishnan [73BAN] donde con 5% de Ti la morfología es masiva y con 10% de Ti es acicular, mientras que en Ti-Mo estudiado por Davis et al. [79DAV] encontraron una transición en la morfología, subestructura y cristalografía, al aumentar el contenido de Mo. Para composiciones menores del 4% de Mo, la estructura cristalina es hcp, mientras que para mayores es ortorrómbica. El cambio de masiva a acicular, es completo para composiciones por encima del 4% Mo. La estructura cambia para esas composiciones de dislocada a maclada y con fallas. Estos autores [79DAV], midieron también las velocidades mínimas críticas en función de la composición de la aleación, para tener transformación martensítica por templado.

Las relaciones de orientación para la transformación bcc-hcp, cumplen con las relaciones de Burgers [34BUR].

La subestructura de las placas presentan, en general, dislocaciones, fallas de apilamiento y maclado preferentemente sobre planos del tipo  $(10\bar{1}1)$ .

Las maclas dentro de las placas de martensita, se las considera producidas durante la transformación o por medio de tensiones de transformación, luego de producida ésta a altas temperaturas [69PAT]. El espesor de las variantes de maclas es mucho mayor que el maclado interno comunmente observado en los aceros. Las dislocaciones son observadas tanto en la matriz como dentro de las variantes de maclas.

Los planos operativos para deformación por deslizamiento, son del tipo  $(10\bar{1}0)$  y  $(10\bar{1}1)$ . El deslizamiento sobre planos del tipo  $(0001)$  es muy poco frecuente por el alto valor del CRSSS comparado con los otros planos. No obstante, gran parte de las dislocaciones y fallas de apilamiento observadas en aleaciones de Titanio se encuentran sobre planos basales, lo que indica que se trataría de defectos producidos durante la transformación.

Cristalográficamente, las martensitas con plano de hábito tipo  $(334)_\beta$  pueden ser ajustadas y explicadas mediante el uso de las teorías fenomenológicas, como la de Mackenzie y Bowles [57MAC].

La naturaleza en zig-zag de los planos de hábito en las martensitas macladas internamente, como en Ti-Mu [69HAM], ha sido determinada como formada por un plano invariante para cada interfase matriz-variante de macla [77HAM]. Estudios teóricos adicionales al respecto, explican que esas interfases en zig-zag o facetas, ocurrirían debido a que cada plano que forma la interfase individual tendría una orientación con el vector de Burgers mínimo contenido en la zona de la línea invariante [79KNO].

Los mecanismos de la transformación martensítica en titanio y sus aleaciones fueron estudiados teóricamente por H.M.Otte [71OTT], quien partiendo de distintos sistemas de deformación por deslizamiento y maclado, reportados para las estructuras bcc y hcp y considerando solamente deformación con vectores de Burgers racionales, determinó los posibles planos de hábito y modos de deformación más probables. Como resultado, indica a los sistemas  $\langle 111 \rangle_\beta$   $(11\bar{2})_\beta \equiv \langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle_\alpha$   $(\bar{2}112)_\alpha$  y  $\langle 111 \rangle_\beta (\bar{1}01)_\beta \equiv \langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle_\alpha$   $(\bar{1}011)_\alpha$  como los más favorables.

El efecto de distintos elementos aleantes sobre las fases metaestables de aleaciones de Titanio beta, fue estudiado empíricamente por Yolton y colaboradores [79YOL].

Determinaron la influencia de distintos elementos aleantes sobre la temperatura de transición beta, el efecto sobre la posición de la nariz (tiempo y temperatura) de una curva 'C' de los diagramas TTT. Analizaron sus datos con valores de difusión correspondientes a cada elemento.

TABLA N° 1

Efecto de la valencia del soluto sobre la estabilidad de fases del Zirconio

Elemento	Valencia Metálica de Pauling	Valencia Química ordinaria	Fase alotrópica estabilizada
Sb	1.56	3,5	α
Ge	2.56	4	α
Sn	2.56	2,4	α
Pb	2.56	2,4	α
Al	3	3	α
Y	3	3	α
Gd	3	3	α
Tb	3	3	α
Dy	3	3	α
Ho	3	3	α
Er	3	3	α
Lu	3	3	α
In	3.56	3	α
Hf	4	4	α
Cd	4.56	2	α
Si	2.56	4	ninguno
Zr	4	4	-
Ti	4	4	B
Th	4	4	B
Zn	4.56	2	B
V	5	3,5	B
Nb	5	3,5	B
Ta	5	5	B
Cu	5.56	1,2	B
Ag	5.56	1	B
Cr	6	2,3,6	B
Mo	6	3,4,6	B
W	6	6	B
U	6	4,6	B
Mn	6	2,3,4,6,7	B
Fe	6	2,3	B
Co	6	2,3	B
Ni	6	2,3	B

### III. DIAGRAMAS DE FASE

#### 1. Estados de equilibrio estables y metaestables en el sistema Zirconio-Niobio

##### 1.1. Diagrama de equilibrio - Fases estables

El diagrama de equilibrio zirconio-niobio, se muestra en la Fig. 6. En el mismo, podemos observar que en el estado sólido aparece una fase bcc ( $\beta$ ), que se extiende de 0 a 100 at.% Nb para altas temperaturas. Al bajar la temperatura, se presenta un punto de solución crítica  $988^{\circ}\text{C}$  - 60.6 at% Nb con el gap de miscibilidad correspondiente ( $\beta\text{-Zr}+\beta\text{-Nb}$ ) y una reacción monotectoide  $\beta\text{-Zr} \alpha(\text{hcp})\text{-Zr}+\beta\text{-Nb}$  a  $620^{\circ}\text{C}$  y 18.5 at% Nb, dando como resultado la coexistencia de  $\alpha\text{-Zr}$  y  $\beta\text{-Nb}$  a menores temperaturas.

En el estado líquido hay miscibilidad completa, presentando el liquidus y solidus un punto mínimo ( $1740^{\circ}\text{C}$  - 21,7 at%-Nb), en el cual la fase bcc se funde en forma congruente.

La temperatura de fusión del Zirconio, es de  $1855^{\circ}\text{C}$ , mientras que la del Niobio es de  $2469^{\circ}\text{C}$ .

La temperatura de transformación  $\alpha \rightleftharpoons \beta$  en zirconio puro, se ubica en  $863^{\circ}\text{C}$ . Al agregar Niobio, se produce una estabilización de la fase sólida de alta temperatura bcc.

La solubilidad de Niobio en  $\alpha$ -Zirconio, es motivo de discusión en la literatura, habiendo sido considerada igual a 0.6 at% de Niobio para la temperatura correspondiente a la reacción monotectoide [81ABR].

La contaminación con oxígeno puede variar la posición de los bordes de fases, corriendo a mayores temperaturas la reacción de equilibrio  $\beta/(\alpha+\beta)$  [70HUN]. Asimismo, un mayor contenido de oxígeno parece aumentar la solubilidad de Niobio en  $\alpha\text{-Zr}$  [71HUN].

## 1.2. Fases metaestables en el sistema Zirconio-Niobio

Por templado, desde la fase beta (bcc) a temperatura ambiente, dependiendo de la composición de la aleación, se puede obtener:

a) Para composiciones entre 0 y 7% de Nb en peso: martensita.

En el caso del Zr puro, se discute si realmente existe una transformación martensítica, la cual puede producirse para velocidades muy altas del templado [65MCM].

El límite superior en Nb para el cual deja de tenerse martensita por templado, depende del contenido de oxígeno, siendo necesario para altos contenidos de O (~1000 ppm), mayor cantidad de Nb.

b) Para composiciones entre 7 y 20% en peso, se retiene la fase beta, con la formación de una nueva fase precipitada omega.

c) Para composiciones de Nb mayores que 20% en peso, se retiene sólo fase beta.

### 1.2.1. Fase martensítica por templado:

En zirconio puro y aleaciones diluidas, hasta el 0,8% de Nb en peso, se obtiene una martensita de morfología masiva, sin maclado interno dentro de las placas.

Para composiciones entre 0.8 y 7% en peso, se obtiene una martensita acicular con maclas internas, sobre planos del tipo  $(10\bar{1}1)$  en las denominadas placas primarias, mientras que otras placas secundarias no aparecen macladas [71BAN].

Estos autores encuentran que para la transformación opera más de un sistema de deformación invariante de red, determinando los planos de macla posibles  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}2\}$  y de deslizamiento  $\{10\bar{1}1\}$ . Del análisis de trazas obtuvieron para el plano de hábito de la martensita en zirconio puro un plano tipo  $\{334\}_\beta$ .

Las relaciones de orientación y el mecanismo de la transformación:

Fue propuesto por Burgers [34BUR] y corroborado por los trabajos de Gaunt-Christian [59GAU] y Banerjee-Krishnan [71BAN].

Las relaciones de orientación, determinadas por difracción con rayos X [34BUR], son:

$$(110)_{\beta} // (0001)_{\alpha}, \quad ; \quad [\bar{1}11]_{\beta} // [11\bar{2}0]_{\alpha}, \quad (\text{Fig.2})$$

El mecanismo comprende como deformación principal, un desplazamiento sobre un plano del tipo  $\{1\bar{1}2\}$  de la red cúbica según una dirección  $[\bar{1}11]$  y luego un movimiento (shufing) de átomos en cada plano intermedio  $(110)_{\beta}$  (Fig.7).

Las principales deformaciones de la red consisten en un 1.2% de expansión a lo largo de la dirección  $[011]_{\beta}$  que se transforma en  $[0001]_{\alpha}$ ; una expansión de un 10% a lo largo de otra dirección  $[011]_{\beta}$  que se transforma en  $[01\bar{1}0]_{\alpha}$  y una contracción de 10% a lo largo de la dirección  $[100]_{\beta}$  que se transforma en la dirección  $[\bar{2}110]_{\alpha}$  (Fig. 8).

La expansión según  $[011]_{\beta}$  es pequeña, mientras que las deformaciones principales a lo largo de los otros ejes resultan positivas y negativas de donde se deduce que la deformación de red invariante, es cercana a una deformación de plano invariante [34BUR].

#### 1.2.1.1. Temperaturas de comienzo de la transformación: $M_S$

No existe total acuerdo experimental, entre los valores reportados por diversos autores, Así por ejemplo, McMullen and Parr [65MCM], midieron la temperatura  $M_S$  para zirconio "iodide" y aleaciones con 1; 2.5; 3 y 5% de Nb en peso, y velocidades de enfriamiento de hasta 10.000°C/seg.

Higgins and Banks [66HIG], realizaron mediciones para aleaciones con 2.5% de Nb en peso y contenidos de oxígeno entre 400 y 700 ppm. También Hunt and Niessen [71HUN], midieron en aleaciones conteniendo Nb entre 0.5 y 5.7% en peso y diferentes valores de oxígeno, entre 1420 y 5320 ppm. y velocidades de enfriamiento entre 50 y 2000°C/seg.

Entre estos autores se encuentra una aceptable concordancia, obteniendo una disminución lineal en  $M_S$  con el incremento de Nb, resultando  $M_S$ : 830°C para zirconio puro y  $M_S$ : 460°C para Zr-5.7% Nb (Fig.9).

La velocidad de enfriamiento, como así los distintos contenidos de oxígeno dentro de los rangos medidos, parecen no influir en los valores de  $M_S$ .

Otros trabajos, como el de Stewart et al.[65STE] y Slattery [66SLA], reportan valores mayores para  $M_S$  correspondientes a menores velocidades de enfriamiento, como así también una fuerte dependencia en temperatura para velocidades de enfriamiento intermedias. Se supone que los arrestos medidos por esos autores, no corresponden a temperaturas de transformación martensítica, sino más bien a una transformación  $\beta_{Zr} \rightarrow \alpha_{Zr} + \beta_{Nb}$  [71HUN] [66HIG].

¿Porqué en general la  $M_S$  decrece? La temperatura  $M_S$ , en general decrece al aumentar el contenido de aleantes. Esa tendencia está vinculada a la variación de  $T_0$  con la composición. La "fuerza impulsora", resultante de la diferencia entre  $T_0$  y  $M_S$ , es necesaria en la transformación a los efectos de balancear y superar a las energías no químicas. Es por ello, que  $T_0 - M_S$  no debe depender fuertemente de la cantidad de elemento aleante [78NIS], ya que esa energía no química puede no variar apreciablemente con la composición.

### 1.2.2. Transformación martensítica inducida por deformación

Uno de los métodos que pueden ser empleados para mejorar las propiedades mecánicas en las aleaciones de zirconio, sin recurrir a una excesiva cantidad de aleantes es a través de procesos termomecánicos. Los mismos comprenden una transformación martensítica inducida por deformación desde la fase metaestable  $\beta$  hacia la fase martensítica  $\alpha'$ .

Delvecchio y colaboradores [69DEL] [70DEL] [71DEL] trabajaron inicialmente an aleaciones de Zr-3 wt% Mo, con el propósito de inducir martensita por deformación. Sin embargo dicha aleación era mecánicamente muy frágil, probablemente debido a la presencia de precipitados omega. Con la adición de 1% de Al, consiguieron aumentar la estabilidad de la fase  $\beta$  respecto a la formación de la fase  $\omega$ , además de reducir la estabilidad de la fase  $\beta$  respecto a la fase martensítica inducida por deformación  $\alpha'_D$ , al deformar por laminado a temperatura ambiente. La adición del aluminio, según sus resultados, inhibe la formación de  $\omega$  en el templado. Suponen que es posible que el tamaño de los átomos de aluminio juegue un papel importante en la coherencia de deformaciones y difusión de corto alcance asociada con la formación de fase  $\omega$  [70DEL].

Las placas de  $\alpha'_D$  se nuclean en los bordes de grano y/o bordes de macla, propagándose según direcciones cristalográficas definidas. En base a las variaciones de los parámetros de red en la fase  $\alpha'_D$  esos autores suponen que regiones que son empobrecidas en estabilizador  $\beta$  transforman inicialmente a  $\alpha'_D$ . Por medio de mediciones de resistividad eléctrica sobre las muestras tensionadas encuentran que la mayor parte de la transformación tiene lugar en las primeras etapas de deformación.

La fase  $\alpha'_D$  presenta estructura hcp similar a la fase  $\alpha$  de equilibrio.

Las relaciones de orientación entre la fase martensítica  $\alpha'_D$  y la fase matriz  $\beta$  reportadas son las de Burgers (Fig. 2).

Delvecchio y colaboradores [71DEL] encuentran una fuerte dependencia de la morfología y la cantidad de martensita inducida por deformación con la temperatura del ensayo. Al bajar la temperatura, a  $-196^{\circ}\text{C}$  aumenta la cantidad de transformación comparada con la obtenida deformando a temperatura ambiente. Sin embargo la morfología es similar, consistiendo en plateletas orientadas según direcciones cristalográficas definidas. Laminando a  $200^{\circ}\text{C}$  aparece poca martensita por deformación, mientras que la morfología se asemeja a una "telaraña" con placas de menor tamaño que las resultantes al deformar a temperatura de nitrógeno líquido.

Marques [78MAR] realizó estudios en distintas aleaciones de Zr-3at% Mo con variables cantidades de Al, La y Ti. Encuentra martensita inducida por deformación dependiendo la cantidad transformada y morfología de la temperatura del ensayo. A menores temperaturas las placas son más cortas y finas. Las martensitas presentan plano de hábito  $(334)_{\beta}$  y cumplen con las relaciones de orientación de Burgers. La subestructura de las martensitas presentan alta densidad de fallas y maclas. Tanto en la matriz  $\beta$  sin transformar como en las placas de martensita  $\alpha'_{\beta}$  no observan dislocaciones.

Northwood y Rezek [72NOR] proponen el empleo de un diagrama de estabilidad para predecir el modo de deformación que puede ser producido en una dada aleación (Fig. 10). Dicho diagrama, fue propuesto inicialmente por Rack y colaboradores [70RAC] para aleaciones de Titanio. Estudiaron la aleación Zr-0.8% Mo-2% V-2% Nb-2% Sn en peso con pequeñas modificaciones de los distintos aleantes.

Indican que para aquella aleación que resulta favorable para el procesado termomecánico, es muy importante controlar el contenido de Mo ya que este elemento es un muy potente estabilizador de la fase  $\beta$ . Un exceso del mismo puede modificar la composición efectiva hacia regiones fuera de la región 1 donde no puede producirse transforma-

ción de fase inducida por deformación. El Nb aparece como un estabilizador  $\beta$  menos efectivo que el Mo, mientras que el Al y el Sn actúan como estabilizadores  $\alpha$ , presentando el Al un efecto más pronunciado que el Sn.

En la Tabla N° 2 se muestra un listado de aleaciones empleadas por distintos autores que presentan transformación martensítica inducida por deformación. En algunos casos se indican cantidades de transformación observada. Existe, en general, acuerdo entre distintos investigadores, excepto para la aleación Zr-3wt% Mo, en la que [72NOR] no encontraron transformación, mientras que [78MAR] observó una transformación abundante.

Para aleaciones de zirconio con composiciones donde por templado se retiene fase beta con precipitados omega, Gaunt and Christian [59GAU], intentaron producir martensita inducida por deformación sin conseguir ese resultado.

### 1.2.3. Envejecimiento de la fase martensítica:

Si en una martensítica acicular se realiza un tratamiento de envejecimiento a 500°C se produce una segregación de soluto en los bordes de placas de martensita y bordes de maclas internas a las placas [65WIL]. La región adyacente a los bordes de maclas, se empobrece en precipitados. Luego de un envejecimiento prolongado, las segregaciones aparentemente coherentes y esféricas se transforman en precipitados aciculares con estructura tipo Widmanstätten. Del análisis con rayos X y difracción de electrones, se determinó que la estructura de los precipitados es bcc y rica en Nb, llegándose a la composición de beta-Nb para tratamientos prolongados a 500°C. El eje de las agujas yace en planos tipo (1012). Esos autores usaron aleaciones Zr-2.5% Nb en peso.

TABLA N° 2

Transformación martensítica inducida por deformación,  
luego de hasta un máximo de 30% de reducción por laminado  
a temperatura ambiente [79NOR]

Composición de la aleación (wt%)	Cantidad de transformación (% de fase β transformada)	Referencia
Zr-3Mo	--	[70DEL] [71DEL] [72NOR]
Zr-3Mo-1Al	100	[70DEL] [71DEL] [72NOR]
Zr-3Mo-1Sn	30 (antes de fisurarse)	[72NOR]
Zr-3Mo-2Sn	10-20	[72NOR]
Zr-1Mo-2Nb-2V-1Sn	30	[72NOR]
Zr-1.3Mo-2Nb-2V-2Sn	---	[72NOR]
Zr-.8Mo-2Nb-2V-2Sn	30 (antes de fisurarse)	[72NOR]
Zr-3.2Mo	abundante (no da cant.)	[78MAR]
Zr-3.2Mo-0.9Al	" " " "	[78MAR]
Zr-3.2Mo-0.9Al-0.5La	" " " "	[78MAR]
Zr-4.1Mo-33.2Ti	" " " "	[78MAR]
Zr-3Mo-2Sn	" " " "	[78NOR]
Zr-1Mo-2Nb-2V-2Sn	" " " "	[78NOR]

Resultados similares son reportados por Sundareva and Buynov [68SUN], usando aleaciones de Zr-4.0% en peso de Nb y envejecimiento a 500°C, luego de haber obtenido una martensita por templado. Las relaciones de orientación entre la matriz de martensita  $\alpha'$  y los precipitados  $\beta$  reportados, es:

$$(110)_{\beta} // (0001)_{\alpha} ; [\bar{1}11]_{\beta} // [11\bar{2}0]_{\alpha}$$

Banerjee et al. [76BAN] determinaron relaciones de orientación similares, estudiando el envejecimiento sobre aleaciones templadas de Zr-2.3% Nb y Zr-5.5% Nb en peso, realizando tratamientos térmicos en el rango de 350-600°C. Envejeciendo las martensitas de Zr-2,3% Nb a temperaturas de 550 y 600°C y de Zr-5,5% Nb a 500°C y 550°C, encontraron que la fase precipitada estaba formada por  $\beta_{Zr}$ , de composición monotectoide.

Al envejecer esta última aleación a 600°C, encontraron que la martensita recupera a la fase supersaturada  $\beta$ , la que posteriormente se descompone en una mezcla de fases  $\alpha_{Zr}$  y  $\beta_{Zr}$ .

#### 1.2.4. Transformación beta-omega

La fase omega, es una fase metaestable, que se forma por templado desde la fase beta; o en forma isotérmica cuando se calienta a temperaturas menores de 500°C una aleación con composición tal que se ha retenido fase  $\beta$  y  $\omega$  atérmico (por templado) o por presión estática o dinámica.

La transformación durante el templado, comprende variaciones de composición de corto alcance, que dan lugar a diagramas de difracción de rayos X y electrones con spots difusos.

La fase omega es de estructura hcp, con los parámetros cristalográficos dados en la Fig. 11 [(c/a; 0.622±0.002) -  $\omega$  atérmico] [60HAT]. Las relaciones de

orientación entre omega y la matriz bcc de beta, está dada por:

$$(0001)_\alpha // (111)_\beta \text{ y } \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle 110 \rangle_\beta$$

lo que implica 4 variantes posibles de  $\omega$  resultantes de las 4 posibles direcciones  $[111]$  paralelas al eje C. (Fig. 12). En la fase beta, los átomos están localizados en las posiciones  $(000)$  y  $\pm (2/3, 1/3, 1/3)$ ; mientras que en la fase omega las posiciones son:  $(000)$  y  $\pm (2/3, 1/3, u)$  donde  $u$  es un parámetro con valores entre  $1/3$  y  $1/2$  ( $1/3 < u < 1/2$ ).

Hehemann [72HEH] determinó para el omega atérmico la misma relación  $c/a$  que [60HAT], mientras que para el omega isotérmico, determinó un valor de  $c/a$ : 0.616. El omega isotérmico es independiente de la composición, estando la fase omega en equilibrio con una fase beta de composición constante. El omega formado durante el templado, presenta parámetros de red variables en función del contenido de Nb, interpretándose que hay una correspondencia con la variación en el parámetro de red de la fase beta. Se considera que la transformación no comprende difusión de largo alcance. (Fig. 11).

El omega atérmico es coherente y presenta ninguna o poca histéresis. La reversión de omega a beta al calentar puede acontecer mediante un proceso sin difusión o controlado por difusión, no pudiendo determinar experimentalmente cuál mecanismo es operativo [65COM]. La reversión de omega isotérmico ocurre en el rango de temperaturas entre  $(450-550)^\circ\text{C}$ , mientras que para el omega atérmico la reacción ocurre a menores temperaturas.

El omega isotérmico puede formarse a temperaturas superiores o inferiores a  $M_{\omega\beta}$ . Al aumentar el contenido de Nb, se retarda la velocidad de la reacción omega. El omega isotérmico es incoherente, aunque se observan parcialmente omega coherente luego de un envejecimiento [64STI].

Diagramas TTT (Transformación-Temperatura-Tiempo), para aleaciones Zr-Nb, con Nb entre 12 y 25% en peso, han

sido determinados por Hehemann [72HEH], quien empleó técnicas de resistividad, dilatometría, metalografía y rayos X para medir las transformaciones durante los tratamientos isotérmicos. Además, para caracterizar mejor la reacción omega, realizó mediciones acústicas (Fricción interna) y de microscopía electrónica. Una curva típica TTT, para una aleación de Zr-12% de Nb, se muestra en la (Fig. 13).

El mecanismo de formación de la fase omega por templeado, es motivo de discusión.. Algunos autores [60HAT], sostienen que se trata de un mecanismo tipo martensítico, es decir sin difusión y comprendiendo desplazamientos de átomos menores que un parámetro de red, por ejemplo sobre planos (112) según direcciones [111].

Algunos factores importantes que deben explicar los distintos mecanismos propuestos, son la simetría (la estructura cambia de simetría 6, a simetría 3, con el aumento de Nb [72SAS] al variar la magnitud de u) y el alargamiento (streaking) que aparece en los diagramas de difracción.

El alargamiento de los spots, se explica usando un mecanismo de deslizamiento sobre planos (112) y dirección [111] porque el movimiento no es "completo" dando desplazamiento de los átomos desde el plano central a posiciones (2/3,1/3,z: 0.42-0.48) lo que comprende fallas de apilamiento. La simetría resultante en este modelo, es trigonal [60HAT]. Otro mecanismo, explica el alargamiento producido porque las partículas omega pequeñas se ubican según direcciones (111) definidas [70DAW].

Perkins [70PER] explica ese efecto, proveniente de la dinámica de la red, que comprende vibraciones transversales polarizadas según direcciones [111], en lugar de considerar un efecto del pequeño tamaño de partícula de los precipitados omega (10-30)Å [72HEN]. Para una aleación de Zr-12% Nb, determinaron una densidad aproximada de partículas omega de  $10^{18}$  cm<sup>3</sup>. A diferencia de las transformaciones martensíticas típicas, la fase omega no produce sobre la superficie de la muestra efectos de relieve. Según

Hehemann, debido al pequeño tamaño de los precipitados omega, estos podrían verse como zonas de Guinier-Preston, caracterizadas por desplazamientos en lugar de variaciones composicionales.

Otro mecanismo, propuesto por Myron y colaboradores [75MYR] es el de considerar que la fase omega está relacionada con la fase bcc, por la condensación de un fonón longitudinal con vector de onda  $2/3 [111]$ . Ese fonón, corresponde a desplazamientos tales que pares de planos normales a la dirección (111) se mueven el uno hacia el otro, dejando cada tercer plano inmóvil.

De acuerdo a las observaciones de Chang y colaboradores [76CHA], utilizando microscopía electrónica de alta resolución, determinaron la existencia de tres subvariantes dentro de una variante de omega. Midieron dominios de omega de dimensiones comprendidas en los 100-200Å de diámetro, en aleaciones con bajo contenido de soluto y dentro de esos dominios una fina subestructura con precipitados de 3-6 Å de diámetro. Los dominios de omega disminuyen en tamaño al aumentar el contenido de soluto, no siendo observados en aleaciones que contienen 15% de Nb o más, encontrándose en esos casos sólo imágenes de 3-5 Å. Las imágenes aisladas están presentes en un rango de composiciones entre 8 y 30% de Nb en peso, siendo dichas imágenes variables con el tiempo. Sugieren que esas regiones de omega, tienen una estructura dinámica y que los picos de difracción de omega difusos son debidos a las fluctuaciones estructurales de corto tiempo de vida, que no pueden ser observados.

Usando difracción de neutrones considerada principalmente elástica y de la coherencia de los átomos desplazados respecto a la red bcc, Keating et al. [74KEA] determinaron en Zr-20% Nb, el número de átomos desplazados y su desplazamiento promedio a través de mediciones de intensidad de las reflexiones bcc de Bragg. Definen un omega difuso para concentraciones de Nb mayores de 17% en peso, que no se

puede ver con microscopía electrónica. Determinaron que a 300°K, alrededor del 32% de los átomos en la fase omega difusa, están desplazados en un 56.2% de las posiciones ideales omega, representada por la estructura AIB. En volumen, el 48% de la aleación, comprende dominios omega. A 79.2K alrededor del 33.2% de los átomos en la aleación están desplazados 62.9% de las posiciones ideales omega y en volumen el 50% de la aleación comprende dominios omega.

Sin embargo, Kuan y Sass [76KUA], desarrollaron una teoría para explicar las observaciones de dispersión difusas (diffuse scattering), considerando la existencia de un nuevo tipo de defecto presente en la solución sólida bcc. Ese defecto, consiste de una vacancia alrededor de la cual se disponen filas de átomos desplazados a lo largo de una dirección [111]. Los desplazamientos [111] en lados opuestos a la vacancia, son del tipo tal que dan lugar a estructuras similares a dos subvariantes de la fase omega. Debido a la presencia de esa secuencia de subvariantes y a los desplazamientos adicionales normales a la dirección [111], es posible explicar los desplazamientos de los picos difusos. No es posible concluir basándose solamente en el análisis de las figuras de difracción, que la estructura de defecto descrita por estos autores es única.

Un modelo estructural para la transformación de fase omega fue desarrollado por Sánchez y DeFontaine [77SAN], aplicado a las observaciones experimentales en Zr-20% Nb. Evalúan el efecto de la anarmonicidad en la energía libre y mediante una aproximación de segundo orden en los desplazamientos atómicos, calculan y ajustan las distribuciones de intensidades medidas. Demuestran que la relación de intensidades observadas entre determinadas reflexiones de la superred, está vinculada con la relación entre coeficientes de energía libre armónicos y anarmónicos.

Cook [75COO] desarrolló un modelo en una dimensión, anarmónico, con valores estimados de las constantes de

fuerza, para explicar cuantitativamente el desplazamiento de los spots en los diagramas de difracción de su posición normal o ideal omega, en la aleación Zr-20%Nb.

Una demostración del caracter dinámico de la formación de la fase omega lo dan las mediciones de dispersión Mossbauer difusas de rayos gama, realizadas por Batterman y colaboradores [73BAT] y Kjaer Andersen [78AND].

La transformación omega está asociada a variaciones de las constantes elásticas, medidas por atenuación ultrasónica por Goasdoue y colaboradores [72GOA], midiendo en Zr-20% Nb y 25% Nb. Encuentran una desviación positiva de  $C_{11}$  y  $C'$ , respecto a los valores extrapolados de la teoría quasiharmónica, atribuyendo dicha desviación a la presencia de la fase omega y al comienzo de la transformación beta-omega. Una desviación negativa de  $C_{44}$  del comportamiento quasiharmónico es atribuido al ablandamiento de la estructura bcc (Fig. 14). En aleaciones de Zr-30% Nb, midieron en el rango de temperatura entre 89-300°K, encontrando una variación lineal normal de las constantes elásticas con la temperatura, indicando que en dicha composición no se tiene fase omega.

#### 1.2.4.1. Temperatura de comienzo de la transformación omega - $M\omega_s$ .

Las temperaturas de transformación  $M\omega_s$  para el omega atérmico, en función del contenido de Nb, fueron medidas por Cometto y colaboradores [65COM] y Hehemann [72HEH] (Ver Fig. 15). La misma disminuye al aumentar el contenido de Nb y se ubica a alrededor de temperatura ambiente para 20% de Nb, y a 470°C para un 7% de Nb.

### 1.2.5. Formación de fase omega por presión

La fase omega metaestable puede formarse a partir del Zr puro sometido a una carga continua (presión estática) o cargas alternativas (presión dinámica), de lo que puede resultar una transformación por presión en ambos casos.

La presión para la transformación estática, a temperatura ambiente, ha sido determinada entre 22 y 38kbar [73OLI], mientras que para la transformación dinámica la presión es considerablemente mayor [74KUT]. En todos los casos se reporta una alta histéresis.

Debido a similitudes en la cinética de la transformación  $\alpha \rightarrow \omega$  bajo presión estática, como por ejemplo nucleación y mecanismos de crecimiento, esta se asemeja a la formación de  $\omega$  isotérmico. La omega bajo presión dinámica, resulta de un tipo atérmico, ya que la duración de los pulsos de presión son demasiados cortos, imposibilitando cualquier crecimiento por difusión. Entonces, es posible comparar la transformación  $\omega$  por onda de presión con la formación de  $\omega$  por templado desde alta temperatura. Esas similitudes se hacen extensivas a las relaciones de orientación entre  $\alpha$  y  $\omega$  en ambos casos (estático y dinámico).

Estudios realizados con microscopía electrónica de alta resolución en la fase  $\omega$  inducida por altas presiones en Zr puro en fase  $\alpha$ , fueron realizados por Rabinkin y colaboradores [81RAB]. determinaron que la fase  $\omega$  consiste de pequeñas partículas con forma de elipsoide y tamaños oscilando entre los 40 a 120 Å y una morfología similar a la del  $\omega$  atérmico, obtenida por templado.

### 1.2.6. Fase alfa Widmanstätten

Esta transformación de fase ocurre en aleaciones con composiciones ricas en Zr y con contenido de Nb menor que

la composición monotectoide, cuando se las enfría lentamente desde la fase  $\beta$  hacia el campo de fases ( $\alpha+\beta$ ), o tratadas isotérmicamente a temperaturas por encima de  $M_s$ . Se produce una nucleación de fase  $\alpha$  en los bordes de grano  $\beta$ , creciendo para formar la estructura Widmanstätten [74CHE].

Higgins y Banks [66HIG] estudiaron la morfología y cinética de la transformación ( $\beta \rightarrow \alpha+\beta$ ), empleando una aleación de Zr 2,5% Nb (en peso) con contenido de oxígeno entre 400 y 700 ppm. La estructura Widmanstätten se puede formar por enfriamiento lento desde la fase  $\beta$  o mediante una transformación isotérmica a temperaturas por encima de  $M_s$ , en el campo de 2 fases  $\alpha+\beta$ . La velocidad de reacción en todos los casos es notablemente menor en aleaciones poco contaminadas con oxígeno. Aumentando la temperatura, se produce un retardo en la transformación.

La fase  $\alpha$ -Widmanstätten se nuclea inicialmente en los bordes de grano, luego prosigue un crecimiento de placas  $\alpha$  desde los bordes de grano hacia adentro de los granos  $\beta$ . De esa manera se forman los llamados "side-plates" que tienen un aspecto de pluma. Ello ocurre en el rango de temperaturas entre 710 y 850°C. Placas intragranulares con la forma de estrellas, se tienden a formar en el rango de temperaturas entre 780 y 830°C, las que al disminuir la temperatura aparecen como paquetes compuestos de placas paralelas que presentan el mismo plano de hábito. Todas las morfologías citadas presentan la misma estructura cristalina.

## 2. Diagrama de fases de equilibrio en el sistema Zirconio-Aluminio en la región rica en zirconio

El diagrama mostrado en la Fig. 16, es el dado en el trabajo de revisión de Hansen y Anderko [58HAN].

El Aluminio, como se observa, es un estabilizador de la fase alfa. La solubilidad de aluminio en  $\alpha$ -Zr es de 0.35 (1.2), 1.0 (3.3) y de aproximadamente 3.5 (11) wt% (los paréntesis indican porcentaje atómico), a las temperaturas de 700, 800 y 940°C, respectivamente.

Aparecen dos transformaciones peritectoides, una para contenido de 12.88 wt% de Aluminio y temperaturas entre 1300 y 1200°C, resultando en  $Zr_2Al$ ; y otra para 8.97 wt% de Aluminio y temperaturas entre 1000 y 950°C, resultando en  $Zr_3Al$ .

El compuesto  $Zr_3Al$ , presenta estructura cúbica tipo  $Cu_3Au$  ( $L1_2$ ) con parámetro de red  $a = 4.372$  Å.

#### IV. CARACTER DE LAS DISLOCACIONES EN Zr Y Ti

##### 1. Revisión bibliográfica

A.T.Churchman [54CHU], estudiando deformación en Ti, encuentra que el sistema  $(10\bar{1}0) \langle 11\bar{2}0 \rangle$  es el sistema principal de deslizamiento en Ti y está favorecido con el incremento de pureza del material. Un incremento del 0.01 al 0.1% en el contenido de oxígeno y nitrógeno, aumenta considerablemente la cantidad de deslizamiento sobre los sistemas  $(10\bar{1}0) \langle 11\bar{2}0 \rangle$  respecto a  $(0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$  e influenciando no solamente los CRSS con el aumento de impurezas, sino también los valores relativos para deslizamiento sobre los distintos sistemas.

E.J.Rapperport [55RAP] y E.J.Raperport and C.S.Hartley [60RAP], reportaron deslizamiento sólo sobre el sistema  $(10\bar{1}0) \langle 11\bar{2}0 \rangle$  en zirconio conteniendo aproximadamente 0.2% en peso de oxígeno y nitrógeno. La ausencia de deslizamiento basal para esa relativamente baja concentración de oxígeno y nitrógeno, es consistente con los resultados de Churchman en Ti. En este trabajo, estudian los arreglos de dislocaciones para distintas purezas de zirconio.

Similares resultados, en la dependencia del tipo de dislocaciones con la pureza del material, fueron estudiados por J.E.Bailey [62BAI] en zirconio deformado. Concluye que, en zirconio "comercial", las dislocaciones yacen sobre planos del tipo  $(10\bar{1}0)$ . Supone que tienen vector de Burgers del tipo  $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$  y predominantemente del tipo de hélice. Su aspecto, es de líneas rectas y bien definidas, aunque algunas de ellas no son verdaderamente rectilíneas, sino que presentan un caracter ondulado sobre el plano de la lámina y normal al plano de deslizamiento, de donde deducen que esas dislocaciones de hélice estarían fuertemente

"jogged". También en los extremos de las dislocaciones, aparecen contrastes en "U", suponiendo este autor que se trataría de dislocaciones de borde sobre planos  $(1\bar{1}00)$  que son "sacados" por medio de hélices sobre planos  $(10\bar{1}0)$  a través de interacciones elásticas.

En el zirconio "cristal bar", las dislocaciones aparecen como "enriedos complejos", similares a los observados en la mayoría de los metales fcc. También observa lazos de dislocaciones y las dislocaciones no yacen predominantemente en planos tipo  $(1010)$ . También observa la aparición de algunos dipolos.

Finalmente, propone que se pueden explicar los resultados anteriores, suponiendo que la tensión para el deslizamiento de dislocaciones en planos  $(10\bar{1}0)$  aumenta y que el deslizamiento sobre planos basales se torna más difícil, relativo al deslizamiento en planos  $(10\bar{1}0)$ , al aumentar el contenido de impurezas.

O.T.Woo y K.Tangri [79W00], observan estructuras de Widmanstätten y martensíticas en zircaloy 4-0, con distintas velocidades de enfriamiento.

Las placas tienen sus bordes constituidos por una pared de alta densidad de dislocaciones y precipitados. El interior de la placa, contiene complicados ~~enriedos~~ enriedos de dislocaciones.

Observan dislocaciones  $\langle a+c \rangle$  y del tipo  $\langle a \rangle$  en dos o tres variantes. Debido a los arreglos complicados de dislocaciones en el interior de las placas y en los bordes, concluyen que ambos tipos de dislocaciones están presentes.

También encuentran poligonización de redes tipo hexagonal y determinan que están constituidas por dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ . Su frecuencia, aumenta con el contenido de oxígeno.

Observan lazos producidos durante el templado, en las placas de Widmanstätten y martensita, pero su densidad y distribución no es uniforme. Tienen dificultad para su

identificación, debido a la similitud de contraste con pequeños precipitados. Es así que no determinaron su densidad. Explican la influencia del oxígeno en la microestructura de la transformación, considerando que el incremento en el contenido de oxígeno, aumenta la temperatura de transformación y de esa manera permite que la difusión suceda más rápidamente.

P.Mukhopadhyay, V.Raman, S.Banerjee, R.Krishnan [79MUK], estudiaron una aleación de Zr-1,9wt% Cr. Determinaron que las dislocaciones de los bordes de bajo ángulo, que separan los subgranos recuperados, están compuestas por dislocaciones con componente del vector de Burgers fuera del plano basal, ya que se la puede observar con reflexiones del tipo (0002).

P.Mukhopadhyay, S.Banerjee y R.Krishnan [ MUK], realizaron estudios en zirconio laminado en frío. Observaron evidencia de cross-slip en casi todas las muestras examinadas, como así también apilamiento de dislocaciones contra bordes de granos e hidruros. Determinaron que en zirconio iodide, no hay impedimentos para el movimiento de jogs. Las dislocaciones no parecen estar confinadas a un único plano. Por el contrario, en zirconio esponja, ellas parecen estar rígidamente confinadas en planos prismáticos del tipo  $(10\bar{1}0)$ . Indican que la ausencia de lazos "cusps" y tendencia a la formación de enriedos, son indicadores de la relativa inmovilidad de los jogs.

Trabajos de deformación plástica a bajas temperaturas en zirconio monocristalino, fueron llevados a cabo por A.Akhtar y A.Teghtsoonian [71AKH].

Las curvas de tensión-deformación, las estudian dividiéndolas en tres etapas:

En la etapa I ( $\gamma=0.5$ ), observaron una alta densidad de lazos de dislocaciones con vector de Burgers del tipo

$a/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ . También observaron algunos pequeños segmentos de dislocaciones de borde.

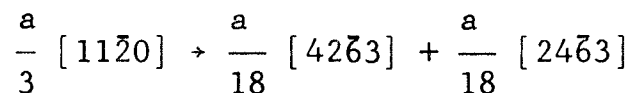
Al final de la etapa II ( $\gamma=.29$ ), las dislocaciones de borde eran prácticamente inexistentes. Sí observaron dislocaciones de hélice, paralelas a las dos direcciones activas  $11\bar{2}0$ .

En la etapa III ( $\gamma=.43$ ), se forma un "braid de una dimensión", a lo largo de la traza de un plano ( $1\bar{2}10$ ) y observan algunas dislocaciones de borde entre los "braids". Al progresar la deformación  $\gamma=.58$ , los "braids" se rompen y forman una estructura de celdas similar a la generalmente observada en cristales fcc, deformados hasta la etapa III.

La tensión crítica resuelta para deslizamiento prismático, es fuertemente dependiente del contenido de O, tal como se muestra en la Fig. 17, donde se tiene el CRSS vs temperatura para muestras conteniendo 120 y 200 ppm de oxígeno. La influencia del O en el rango 135 a 2000ppm, en aleaciones de Zr-O y como función de la temperatura, fue estudiado por Soo and Higgins [68S00]. El contenido de oxígeno, influye en los arreglos de dislocaciones en  $\alpha$ -Titanio [72WIL]. Así por ejemplo, aparece una transición de arreglos ondulados a deslizamiento planar para deformaciones a bajas temperaturas (ambiente) y en alto contenido de O (1750ppm).

Empleando un modelo de esferas rígidas, [64ROS], [67TYS], discuten dos posibilidades de disociación para las dislocaciones  $a/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ :

a) Disociación de dislocaciones en plano prismático, según la reacción:



Hay una componente perpendicular al plano prismático "corrugado", que es del mismo orden de magnitud que el "espesor" del corrugado ( $10\bar{1}0$ ), lo que implica disociación posible en 2 planos, y eso explicaría la formación de "sessile locks".

b) Posibilidad de disociación en parciales en plano prismático, según:

$$\frac{a}{3} [11\bar{2}0] = \frac{a}{9} [11\bar{2}0] + \frac{2a}{9} [11\bar{2}0]$$

En este caso, la energía de falla de apilamiento es menor.

De acuerdo a la energía de falla de apilamiento (56 erg/cm<sup>2</sup>), es más consistente una descomposición del 2do. tipo.

Entonces, dos dislocaciones perfectas sobre planos  $[1\bar{1}00]$  y  $[10\bar{1}0]$  se pueden disociar en dos parciales, así:

$$\frac{a}{3} [11\bar{2}0] \rightarrow \frac{a}{9} [11\bar{2}0] + \frac{2a}{9} [11\bar{2}0]$$

$$\frac{a}{3} [1\bar{2}10] \rightarrow \frac{a}{9} [1\bar{2}10] + \frac{2a}{9} [1\bar{2}10]$$

Dos de esas parciales, una de cada plano de deslizamiento, se pueden combinar en la intersección, para formar una dislocación cuyo vector de Burgers resultará perpendicular a uno de los planos de deslizamiento

$$\frac{a}{9} [11\bar{2}0] + \frac{2a}{9} [1\bar{2}10] \rightarrow \frac{a}{3} [1\bar{1}00]$$

Con esta reacción, explican el comportamiento de la etapa II.

A.Akhtar [73AKH], estudió el deslizamiento basal en zirconio monocristalino. Propone un deslizamiento basal

que comprende una recombinación de dislocaciones extendidas, ubicadas en planos prismáticos, seguidas de deslizamiento cruzado (cross slip).

Este modo de deformación es importante a altas temperaturas ( $T \approx 850^\circ\text{K}$ ). Da la CRSS para el deslizamiento prismático y basal (Fig. 18).

E. Tenckhoff [71TEN], deformando zirconio monocristalino, a diferentes temperaturas entre ambiente y  $750^\circ\text{C}$ , observó dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$  sobre planos  $\{11\bar{2}1\}$  y  $\{10\bar{1}1\}$ .

En martensita masiva, observada en la aleación Ti-Cu, Williams, Taggart y Polonis [70WIL], determinaron que en los bordes (lath boundaries), se encontraban dislocaciones con vector de Burgers del tipo  $1/3 \langle 2\bar{1}13 \rangle$ .

En la martensita maclada Banerjee y Krishnan [71BAN], determinaron que dentro de cada macla, que resultó ser del tipo  $(10\bar{1}1)$ , aparecía un arreglo regular y con dirección definida de dislocaciones sobre planos  $(01\bar{1}1)$ , producidas por una deformación de corte a lo largo de dicho plano. La dirección de la deformación, sobre ese plano, era  $[1\bar{1}23]$ .

En las martensitas obtenidas en Zr-Cu y estudiadas por Wadekar, Raman y Mukhopadhyay [79WAD] también encontraron en los bordes de las placas dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$ , mientras que adentro y a través de reflexiones del tipo (0002) determinaron que se trataría de dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ .

Del trabajo de Woo, Carpenter y MacEven [79WOO], se tiene que dentro de las placas de Widmanstätten producidas en el zircaloy 4, las dislocaciones son fundamentalmente del tipo  $\langle a \rangle$  y de hélice, mientras que las dislocaciones  $\langle c \rangle$ , serían de borde, pues tienen traza paralela al plano

basal. Sólo en los bordes de las placas o en los bordes de maclas dentro de las placas, se observaron dislocaciones del tipo  $\langle c \rangle$  ó  $\langle c+a \rangle$ .

Otte [700TT], demostró por cálculo, que para las transformaciones martensíticas en Ti y sus aleaciones, con plano de hábito (334) y (344), el sistema de deformación más probable es deslizamiento en  $\{10\bar{1}1\} [\bar{2}113]$ .

En el trabajo de Bacon y Martin [81BAC], sobre la estructura atómica de dislocaciones en metales hcp, se dan valores calculados de las deformaciones críticas para mover dislocaciones usando distintos potenciales de Lenard-Jones.

Realizaron el cálculo, que se indica a continuación para dislocaciones tipos: a) borde prismático; b) borde basal; c) de hélice basal (Ver Fig. 19).

Potencial	a	b	c	d
lj.5	0.022	0.022	0.015	0.053
lj.6	0.014	-	0.016	0.092

- a. Borde prismático (deslizamiento prismático).
- b. Borde basal (deslizamiento basal).
- c. Hélice basal (deslizamiento basal).
- d) Hélice basal (deslizamiento prismático).

Se interpreta el valor crítico como la relación entre el desplazamiento entre dos átomos vecinos en el núcleo de la dislocación y ubicados sobre planos paralelos contiguos (siendo uno el plano de la dislocación), sobre la distancia entre dichos planos.

El alto valor para dislocaciones de hélice con deslizamiento prismático no era el esperado, como así tampoco su incremento con la disminución de falla de apilamiento. Los mismos, son fuertemente dependientes del potencial empleado.

Si bien este resultado a partir de modelos por computadora, indicaría menos favorable el deslizamiento prismático con dislocaciones de hélice, tal como lo medido [71AKT], señalan sus autores que puede haber una gran influencia de las impurezas de átomos intersticiales para determinar el sistema de deslizamiento y la tensión crítica de fluencia correspondiente.

Regnier y Dupouy [68REG][70REG], proponen ideas para comprender el comportamiento del berilio y que pueden ser extendidas a otros metales hcp. Consiste en la posibilidad de disociación de dislocaciones (a) en el plano prismático. Puede proveer una explicación para la facilidad de deslizamiento en diferentes planos.

La separación de las dislocaciones ocurre cuando la repulsión producida entre dos parciales es alta y si la energía de la falla de apilamiento es suficientemente baja.

Si una dislocación perfecta con vector de Burgers  $\underline{b}$ , se separa en dos parciales con vectores de Burgers  $\underline{b}_1$  y  $\underline{b}_2$ , la repulsión será proporcional al producto  $\underline{b}_1 \cdot \underline{b}_2$ .

La energía ganada por la separación, puede ser calculada y poder así comparar para diferentes metales las ganancias en energía entre disociación en plano basal y plano prismático. De la teoría de elasticidad anisotrópica, deducen:

$$\Delta E = A \cdot \ln \frac{A}{e \rho \gamma}$$

donde:  $\rho$  = radio del núcleo de la dislocación

$\gamma$  = energía de falla de apilamiento

A = constante que depende de los módulos elásticos y se dá en la Tabla N° 3.

Tabla N° 3

Valores de la constante A, para calcular la ganancia en energía producida por la disociación de dislocaciones.

Dislocación	Separación sobre plano prismático $b \rightarrow \frac{1}{3} b + \frac{2}{3} b$	Separación sobre plano basal $b \rightarrow 2$ Schottky
Hélice	$A_p = \frac{K_S}{9\pi} b^2$	$A_B = \frac{b^2}{2\pi} \left( \frac{K_S}{4} - \frac{K_c}{12} \right)$
Borde	$A_p = \frac{K_{cp}}{9\pi} \cdot b^2$	$A_B = \frac{b^2}{2\pi} \left( \frac{K_c}{4} - \frac{K_S}{12} \right)$

donde:

$$K_S = \frac{1}{2} c_{44} (c_{11} - c_{12})^{1/2}$$

$$K_e = (c_{11} + c_{13}) \left| \frac{c_{44} (c_{11} - c_{13})}{c_{33} (c_{11} + c_{13} + 2c_{44})} \right|$$

$$K_{ep} = \frac{c_{11}^2 - c_{12}^2}{2c_{11}}$$

En la Fig. 20, se muestra un gráfico de la relación de energías ganadas al separar sobre planos prismáticos y planos basales ( $\Delta E_p / \Delta E_B$ ), como función de la relación entre las energías de falla de apilamiento  $\gamma_p / \gamma_B$ , para una dada energía de falla sobre el plano basal.

De esa Fig. 20, se observa que la separación sobre planos prismáticos produce siempre una mayor ganancia

de energía, que la separación sobre plano basal, para la misma energía de falla de apilamiento sobre ambos planos.

Jones y Hutchinson [80JON], estudiaron las tensiones críticas resueltas para deslizamiento (CRSS) en una aleación de Ti-6Al-4V. Discuten:

- a) La influencia de componentes normales de tensión en la tensión de fluencia.
- b) La asimetría de la tensión de fluencia.
- c) Dislocaciones  $\langle c+a \rangle$  en metales hcp y aleaciones.

Indican que, durante mucho tiempo, se consideró a las tensiones de corte críticas resueltas (CRSS) para mover dislocaciones, como independientes de otras componentes del tensor de tensiones. Sin embargo, algunas experiencias realizadas en metales y aleaciones, como cobre, níquel aluminio, hierro, molibdeno, aceros, zinc y zirconio, demostraron la influencia de las tensiones normales al plano de deslizamiento.

Si se define una relación  $\Delta\tau/\Delta\sigma$  donde el numerador indica el cambio en la CRSS, debido a la acción de una componente hidrostática de tensiones  $\Delta\sigma$ , en general se encuentra que dichos valores están alrededor del 1%. Sin embargo [75LOW], determinaron un 20% para la aleación Ti-6Al-4V. Suponen que los mecanismos operativos, son el aumento de la tensión de fricción de las dislocaciones.

Las dislocaciones estables para una estructura dada es aquella en la que no se produce una descomposición espontánea en dislocaciones perfectas separadas. Normalmente, en la estructura hcp, las dislocaciones estables serán aquellas con vector de Burgers  $\langle a \rangle$  ó  $\langle c \rangle$ . Las del tipo  $\langle c+a \rangle$ , constituyen un caso límite, siendo posible su descomposición simplemente en  $\langle c \rangle + \langle a \rangle$ .

Para las dos primeras, los planos de deslizamiento normalmente son del tipo (0001) ó (10 $\bar{1}$ 0), dependiendo de la relación  $c/a$  para cada material, correspondiendo el basal cuando esa relación es mayor que 1,633 (valor ideal) y el

prismático cuando es menor. El berilio, es una excepción. Para las dislocaciones  $\langle c+a \rangle$ , el plano de deslizamiento reportado para berilio, cadmio, magnesio y zinc es del tipo  $\{11\bar{2}2\}$ , mientras que para el zirconio y titanio es el  $\{10\bar{1}1\}$ .

La tensión crítica resuelta para este tipo de dislocaciones, puede variar para tracción o compresión. Ese comportamiento, puede deberse a la influencia de la componente de tensión hidrostática en la fricción interna para el movimiento de las dislocaciones, o a efectos de asimetría en la red.

Los valores de las tensiones críticas resueltas (CRSS) para tensión o compresión, correspondiente a los distintos tipos de dislocaciones citados, se dan en la Tabla N° 4.

Tensión crítica resuelta para deslizamiento (CRSS)				
Vector de Burgers	Plano de desliz.	Caracter de la disloc.	Tensión [MPa]	Compresión [MPa]
a	$\{10\bar{1}0\}$	Borde	376	392
a	$\{0001\}$	Borde	No det.	444
a	$\{10\bar{1}1\}$	Borde	" "	404
$c+a$	$\{10\bar{1}1\}$	Hélice	441	631

No observan descomposición de dislocaciones  $\langle c+a \rangle$  en componentes  $\langle c \rangle$  y  $\langle a \rangle$ . Determinan que las dislocaciones del tipo  $\langle a \rangle$  son principalmente de naturaleza de hélice.

Esos autores, observaron que las dislocaciones  $\langle c+a \rangle$  se mueven sobre planos  $\{1\bar{1}01\}$ , produciéndose deslizamiento cruzado solamente para ensayos de compresión y no en tensión.

Empleando un modelo de esferas rígidas, y representando el movimiento de las dislocaciones parciales por un átomo, graficaron los desplazamientos normales al plano de deslizamiento (Fig. 21). Esos desplazamientos normales se

dan para cada dislocación parcial de la descomposición de dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  y  $\langle c + a \rangle$ , deslizando sobre distintos planos. Suponen la siguiente disociación para la dislocación tipo  $\langle c+a \rangle$ , sobre planos  $\{1\bar{1}0\}$ .

$$\frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}23] + \frac{1}{9} [\bar{1}013] + \frac{1}{18} [2\bar{6}42] + \frac{1}{6} [\bar{2}023]$$

Se puede notar, que para las dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  sobre planos  $\{1\bar{1}0\}$ , el desplazamiento normal requerido es bastante mayor que el necesario para dislocaciones tipo  $a$  por ejemplo sobre el plano basal. Eso, puede ser el origen de la sensibilidad a la presión hidrostática de las dislocaciones  $\langle c+a \rangle$  deslizando sobre planos tipo  $\{1\bar{1}0\}$ .

La asimetría observada en los desplazamientos normales puede ser una explicación para el diferente comportamiento a la compresión o tensión.

Indican la posibilidad de una correlación entre deslizamiento prismático de dislocaciones  $\langle a \rangle$  con  $\langle c+a \rangle$   $\{1\bar{1}0\}$ , pero no encontrando una explicación clara para ello. Únicamente, puede observarse de la Fig. 21 casos (b) y (d) una conexión por medio de la dislocación parcial del tipo  $1/18 \langle 2\bar{6}43 \rangle$ ; no obstante las fallas de apilamiento están sobre planos diferentes.

Jensen and Backofen [72JEN], deformando zirconio puro y zircaloy 4 en fase  $\alpha$ , determinan que a temperaturas por encima de los  $300^\circ\text{C}$ , ambos materiales deformaban por maclado según planos  $\{10\bar{1}1\}$  y deslizamiento con dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$ . Un resultado similar, es el reportado por Paton and Backofen [70PAT], quienes determinaron el mismo comportamiento por encima de  $400^\circ\text{C}$  al deformar titanio puro con bajo contenido de oxígeno (200-250 ppm de O).

En zircaloy irradiado con una fluencia de  $2,35 \times 10^{21}$  neutrones/cm<sup>2</sup> a una temperatura de  $327^\circ\text{C}$  y luego ensayado por explosión a  $343^\circ\text{C}$ , se muestra la presencia de dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$ , sobre planos  $\{10\bar{1}1\}$  [73BEL].

## V. EQUIPAMIENTO

### 1. Preparación de muestras

#### 1.1. Fundición

La fundición de las aleaciones se efectuó en un horno de arco de electrodo no consumible de tungsteno, sobre crisol de cobre refrigerado con agua, y en una atmósfera de Ar de alta pureza [70LEY][77HOL][78BOL][80DEN].

Comprende, por lo menos, dos etapas:

- 1) Fabricación de la aleación, con geometría de botón.
- 2) Conformado geométrico de las probetas. Esta etapa puede realizarse directamente por mecanizado del botón original, o por refusión y colada del botón en el horno de arco. Para esa segunda operación en el horno, se desarrollaron tres técnicas, que se describen más adelante.

La alimentación eléctrica, se hace mediante una fuente de soldadura tipo "TIG" con una corriente máxima de 300-500 Amp. Un módulo de corriente de alta frecuencia, se superpone al valor de corriente continua, con el fin de facilitar el arranque y mantenimiento del arco eléctrico. El vacío se efectúa con una bomba rotativa, purgándose con Ar tres o cuatro veces todo el sistema antes de comenzar a fundir.

Para la primera etapa, fabricación de botones, el crisol consiste en un cilindro de cobre montado mediante acople roscado sobre una espiga refrigerada por agua. Este diseño permite cambiar fácilmente un crisol con cavidad semi-esférica (para fundir botones), o lingotera horizontal (para fundir barras) o disponer de un crisol para colada en vacío, o por gravedad [71STO][73CRO]. En la cabeza del crisol, hay una o más cavidades semiesféricas, que es donde se colocan los componentes de la aleación y realiza la fusión. El material, se refunde no menos de cuatro veces dando vuelta el botón cada vez con el fin de homogeneizar la aleación.

Cuando la geometría de la probeta necesaria es con forma de barra de más de 1 cm de longitud, se refunde el botón en el mismo horno de arco. Hay tres técnicas o alternativas:

- a) Cortar el botón en tres o cuatro trozos y refundir sobre un crisol con cavidades longitudinales de sección semicilíndricas, lo que hace las veces de lingotera horizontal (Fig.22.a). Por medio de una técnica que denominamos de fusión y soldadura combinadas, es posible girando el material repetidas veces sobre la lingotera, obtener barras de hasta 6 cm de longitud y 5-6 mm de diámetro. Posteriormente, por torneado, se consigue una geometría cilíndrica regular. El tamaño y orientación de los granos, es irregular, oscilando entre 0,5 y 2mm, resultando menores sobre la generatriz del cilindro adyacente al crisol. Si se trabaja con una aleación muy dura y difícil de mecanizar (ej. Zr-10% Nb), se refunde directamente el botón, efectuando una colada por vacío o gravedad.
- b) En la técnica por colada en vacío (Fig. 22.b), el crisol consta de dos cilindros concéntricos partidos en la mitad según un plano vertical que contiene al eje del cilindro (3). Las dos mitades externas se acoplan por medio de 4 tornillos (17). En la parte inferior, hay un orificio por donde se produce la "succión". Esta última se realiza mediante un tubo que conecta al crisol con un cierre con O-ring (15). Un segmento del tubo es de caño flexible (bellow), lo que posibilita su movimiento axial y acopla durante el montaje (16). Dicho tubo pasa al exterior a través de la cámara de vacío (14) y se conecta mediante una válvula solenoide (A) con un volumen vacío (pulmón) de 20 lts.(B). Las otras dos mitades internas (4) que forman el crisol propiamente dicho, apoyan sobre las paredes internas del cilindro externo. La cara partida se coloca girada (en gral. a 90°), respecto a la cara partida del cilindro externo; con el

fin de asegurar un mejor cierre de vacío y extracción de calor. De esa manera, se puede disponer de cilindros internos con distintas cavidades y obtener así probetas de sección cilíndrica o rectangular. La aleación preparada en forma de botón se coloca sobre la cabeza del crisol y luego se funde. Una vez en estado líquido el metal no cae dentro de la cavidad cilíndrica interna al crisol, sino que por tensión superficial se mantiene sobre la boca del mismo. La colada se dispara entonces accionando la llave solenoide que conecta el pulmón con la cámara de vacío a través del fondo del cilindro o crisol. Dado que el pulmón está evacuado ( $\sim 10^{-2}$  torr), mientras que la cámara de vacío tiene una presión de argón estanca del orden de 0,6 atmósferas, dicho procedimiento produce un empuje del metal fundido hacia abajo que desencadena el llenado del crisol, dentro del cual el metal solidifica. Toda la operación del horno puede ser efectuada por una única persona, ya que con una mano se maneja la torcha, con la otra se acciona la llave que dispara la válvula solenoide y con un pié se controla una llave que conecta y desconecta el arco.

- c) Para tamaños de barra de 4-6 mm de diámetro, se consigue un llenado más homogéneo del crisol, disparando la colada por gravedad [81PER]. El botón se coloca sobre la cabeza del crisol, a un costado del orificio. Cuando se encuentra totalmente fundido, manipulando el electrodo, es posible que el material deslice y se vierta llenando el molde.

Con estas dos últimas técnicas, dependiendo del diámetro y tensión superficial del material, se obtienen barras de longitudes entre 1 y 6 cm, con tamaño de grano entre  $50-100\mu$ . En casos especiales, como en Zr puro, pueden lograrse barras de  $\sim 10$  cm. Recientemente, se ha desarrollado un dispositivo consistente en una lingotera horizontal desplazable, con la cual se espera tener lingotes de hasta 15 cm. de longitud.

### 1.2. Homogeneidad de las muestras

Una primera evaluación de cada muestra, se realizó con microscopía óptica, determinándose la no existencia de inclusiones. Para constatar la performance del método de fundición, se realizaron en dos partidas de aleaciones, mediciones de homogeneidad con microsonda y de análisis de radiación X dispersa (EDAX) en microscopio electrónico de barrido.

Con microsonda, se barrió un área de ~ 1cm de lado, resultando un espectro uniforme.

Con el sistema EDAX, se observó en distintos granos (borde e interior) de una misma probeta. Aparecen los picos  $K_{\alpha}$  y  $K_{\beta}$  del Zr y Nb, con igual intensidad relativa. En una muestra con composición de transición, donde se observa en una zona fase  $\beta$  retenida y en otra adyacente fase martensítica  $\alpha'$ , no se midió variación relativa de composición en Zr/Nb/Al. Es posible, que la existencia de una u otra fase en ese caso, esté controlada por la presencia de impurezas intersticiales, principalmente oxígeno.

### 1.3. Contaminación gaseosa del Zirconio y aleaciones

El Zirconio es un metal considerado altamente reactivo frente a la presencia de gases y especialmente a altas temperaturas.

Durante el desarrollo del trabajo, se tuvo en cuenta este comportamiento, efectuando la preparación de las muestras y tratamientos térmicos en vacío o atmósfera de gases inertes. No obstante, el problema de contaminación puede ser muy significativo, influyendo notablemente en algunas propiedades físicas de este metal y sus aleaciones. Por lo tanto, entendemos importante tratar este tema con mayor extensión.

Los gases contaminantes más importantes y reportados en la literatura son: oxígeno, anhídrido carbónico, nitrógeno e hidrógeno [68ROS] [71DOU] [76COX].

La oxidación con oxígeno, ha sido la más estudiada, resultando la velocidad de oxidación con  $O_2$  en Zr la más alta de todos los gases. La cinética para el  $O_2$ ,  $CO_2$  y  $N_2$  es similar. Para el  $H_2$ , depende fuertemente del espesor y morfología de la capa de óxido superficial. Para los tres primeros gases, las leyes de velocidad de oxidación, las podemos subdividir en dos grupos:

- a) Para rangos de presiones entre 1 y 760 Torr (altas presiones).
- b) Para rangos de presiones por debajo de 1 Torr (bajas presiones).

En el caso de altas presiones, para el  $O_2$ , dependiendo del estado de la superficie del Zr, puede responder a una ley cúbica o a una ley parabólica. Analíticamente, se expresan así:

$$\text{Ley cúbica: } \Delta m = (K_c \cdot t)^{1/3}$$

$$\text{Ley parabólica: } \Delta m = A + (K_p \cdot t)^{1/2}$$

donde:

$\Delta m$  = ganancia en masa de oxígeno por unidad de área.

$t$  = tiempo de oxidación

$K_c$  = constante de oxidación cúbica.

$K_p$  = constante de oxidación parabólica.

$A$  = constante.

En el rango de bajas presiones, sólo se han realizado estudios sistemáticos para el sistema Zr- $O_2$  [67LEV][72NAG].

Según [67LEV], la cinética de oxidación para bajas presiones se puede dividir en cuatro etapas, las que se representan esquemáticamente en la Fig. 23. Las leyes de velocidad de oxidación de las etapas I a IV con sus factores limitantes, son respectivamente:

Etapa	Ley	Factores limitantes
I	$\Delta W^{0.6} = K_1 \cdot t$	Adsorción química moléculas de oxígeno o nucleación.
II	$\Delta W^{0.4} = K_2 \cdot t$	Adsorción química moléculas de oxígeno.
III	$\Delta W = K_3 \cdot t$	Adsorción química átomos de oxígeno.
IV	$\Delta W^{1.6} = K_4 \cdot t$	Adsorción química átomos de oxígeno.

donde:  $\Delta W$  = ganancia en peso,

$K_i$  = constante de oxidación, correspondiente a esa etapa,

$t$  = tiempo.

Estos autores, desarrollaron un modelo donde suponen la difusión de oxígeno hacia el metal, desde una superficie saturada de óxido.

La existencia o no de la etapa I, depende fuertemente del estado inicial de la superficie. En la etapa II, la velocidad de absorción de oxígeno, está limitada por la velocidad de adsorción química sobre la superficie del metal y no por la velocidad de llegada de las moléculas de oxígeno sobre la superficie, ya que por cálculo esta última resulta sustancialmente mayor que la velocidad de oxidación en esta etapa. Aparentemente, sobre la superficie del metal se forman capas de oxígeno al transcurrir el tiempo, hasta que se produce una saturación y comienza a formarse una capa de óxido superficial.

Cuando la superficie está cubierta de óxido, comienza la etapa III. Luego, la capa superficial continúa aumentando su espesor y eventualmente ofrece una "protección". Por lo tanto, disminuye la velocidad de aumento en peso dando comienzo a la etapa IV. La disminución, es lenta al principio y luego aumenta con el incremento del espesor de

la capa que actúa de limitadora. Las mediciones y modelos se refieren a zirconio en fase  $\alpha$  (hcp).

En el trabajo de Nagasaka y colaboradores [72NAG], se dan curvas de ganancia en peso en función del tiempo, para presiones de oxígeno entre  $4 \times 10^{-6}$  y  $4 \times 10^{-4}$  torr y una temperatura de  $700^\circ\text{C}$ , la que se reproduce en la Fig. 24. En la misma figura, se indica una curva correspondiente a una presión de oxígeno de 100 torr, a los efectos de mostrar la oxidación parabólica normal.

Las curvas se pueden separar en dos tipos:

- a) La ley de variación lineal, que se cumple en el primer período:

$$W = K_l \cdot t;$$

donde:  $W$  = ganancia en peso

$t$  = tiempo

$K_l$  = constante de oxidación lineal

- b) La ley de variación parabólica, que se cumple en el período final, donde:

$$W^2 = K_p \cdot t + C;$$

donde:  $K_p$  = constante de oxidación parabólica

$C$  = constante.

En las mediciones que se realizaron a otras temperaturas, en el rango comprendido entre  $550$  y  $850^\circ\text{C}$ , observaron una tendencia similar.

De las mediciones anteriores, expresan a la constante correspondiente a la ley de variación lineal como:

$$K_l = A \cdot P_{O_2} (\text{torr}) \cdot \exp (-E/RT) [\text{gr}/\text{cm}^2\text{seg}]$$

donde:

$P_{O_2}$  es la presión de oxígeno en fase gaseosa,

$E$  es la energía de activación,

$A$  es una constante.

Numéricamente, determinan que la constante de oxidación lineal es igual a:

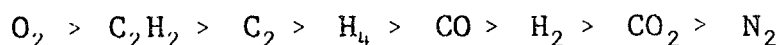
$$K_l = (4.8 \pm 0.3) \times 10^{-2} P_{O_2} (\text{torr}) \times e^{(-9500/RT)}$$

en  $(\text{gr}/\text{cm}^2 \times \text{seg})$  para  $T = 550-650^\circ\text{C}$ .

$$K_g = (3.5 \pm 0.3) \times 10^{-4} P_{O_2} \text{ (torr)}$$

en  $[\text{gr/cm}^2 \times \text{seg}]$  para  $T = 700 - 850^\circ\text{C}$ .

Si bien existen pocas mediciones de aumento de peso en función del tiempo para el sistema Zr-CO<sub>2</sub> y Zr-N<sub>2</sub>, podemos estimar para el CO<sub>2</sub> un aumento de peso de aproximadamente un 70% que para el oxígeno [76COX] y para el N<sub>2</sub> unas veinte veces menos que para el oxígeno [72EVA]. Esas relaciones, están de acuerdo al criterio enunciado por Lewis [74LEW] en su trabajo de revisión de gases en metales, quien estableció que existe un orden general de afinidad de gases con la superficie de los metales, siendo la misma la siguiente:



Suministran una tabla con una escala tal que si un metal absorbe un gas en particular, también absorberá todos los gases ubicados más arriba en la escala y si no absorbe ese gas, tampoco absorberá los gases ubicados más abajo en la escala.

En el caso de hidruración, la penetración de hidrógeno depende fuertemente de las características de la capa de óxido superficial formada sobre el zirconio.

En el trabajo de T.Smith [66SMI], se determina la cinética y mecanismo de penetración de hidrógeno en capas de óxido sobre muestras de zirconio "crystal bar".

Se demuestra en ese trabajo que la velocidad de penetración de hidrógeno es inversamente proporcional al espesor de la capa de óxido (espesores medidos entre 100 y 2500 Å) dependencia exponencial con la temperatura (200-700°C) y relacionado con la presión de hidrógeno (presiones entre 1 y 860 mm Hg) por medio de la función  $[bP/(1+bP)]$ . La ecuación empírica encontrada, es:

$$r = \frac{1}{\delta} \cdot [bP/(1+bP)] k_{b,o} \exp(-Q_b/RT) + k_{L,o} \cdot \exp(-Q_L/RT)$$

donde:

$r$  = velocidad de penetración de hidrógeno, en  
[moles  $H_2/cm^2 \times seg$ ]  
 $b \cong 4.6 \times 10^{-3}$   
 $Q_b \cong 43 \text{ Kcal/mol}$   
 $Q_L \cong 9 \text{ kcal/mol}$   
 $k_{b,o} \cong 4 \times 10^{-3} \text{ mol } H_2/cm \cdot \text{seg.}$   
 $K_{L,o} \cong 7 \times 10^{-3} N_{S,L}$   
 $N_{S,L} \cong$  número de átomos en la superficie que inician un defecto lineal ( $10^{-11}$  a  $10^{-8}/cm^2$ )  
 $P \cong$  presión [torr]  
 $T \cong$  temperatura [ $^{\circ}C$ ]  
 $\delta \cong$  espesor capa de óxido [cm]

los subíndices b y L significan:

b  $\cong$  difusión en el interior "bulk" de la capa.  
L  $\cong$  difusión en defecto lineal.

Smith concluyó por medio de un análisis teórico que la penetración de  $H_2$  ocurre por medio de dos procesos de difusión a través de la capa de óxido superficial. El primero sería la difusión intersticial de las moléculas de hidrógeno, las cuales requieren vacancias tipo anión para permitir el movimiento entre lugares intersticiales. El segundo proceso, sería difusión a lo largo de la línea de un defecto como dislocaciones y/o borde de grano.

En el trabajo de Renucci y Langeron [67REN], se dan resultados de la contaminación gaseosa, atribuidas al oxígeno, a muy bajas presiones y el zirconio en fase  $\beta$  ( $1070^{\circ}C$ ). Miden contaminaciones de 2,1 ppm/hora en recocidos a presiones de  $1,5 \times 10^{-7}$  torr y 19 ppm/hora a presiones de  $2 \times 10^{-6}$  torr. La oxidación, sigue una ley lineal; lo que implicaría una oxidación sin la formación de una capa de óxido.

1.4. Estimación de contaminación gaseosa, durante las operaciones de recocido (antes de templar) y de fundición de las muestras.

a) La temperatura desde la cual se temple una muestra de Zr-Nb ó Zr-Nb-Al es de  $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ . Los tiempos de mantenimiento a esa temperatura, son en general de 1 hora. En algún caso especial, como cuando se desea efectuar un crecimiento de grano  $\beta$  para orientar la superficie, el tiempo empleado es de  $\sim 45$  horas.

Las muestras, para estos tratamientos, son encapsuladas en un tubo de cuarzo y en atmósfera de gas inerte (Ar ó He). La presión de envasado, es de  $\sim 0,1\text{mm}$ . Suponemos que en contenido de  $\text{O}_2$  en los tubos de Ar (1 banda) no es constante para distintos tubos, pero un valor medido oscila en los 10 ppm. Considerando que el contenido de  $\text{O}_2$  en el gas inerte, está dado por el cociente entre la presión parcial de  $\text{O}_2$  ( $P_{\text{O}_2}$ ) sobre la presión total del gas ejercida por todos sus componentes ( $P_{\text{Tot}}$ ), determinamos la presión parcial de  $\text{O}_2$ :

$$10 \times 10^{-6} = 10\text{ppm} = \frac{P_{\text{O}_2}}{P_{\text{Tot}}} = \frac{P_{\text{O}_2}}{0,1\text{mm}} \rightarrow P_{\text{O}_2} = 1 \times 10^{-6} \text{ mm}$$

Usando [67REN] e interpolando linealmente entre sus valores medidos para esa presión de oxígeno, la contaminación con oxígeno será de  $\sim 9\text{ppm/hora} \times 1\text{hora} = 9\text{ppm}$ .

Suponiendo que no hay un efecto de saturación y que se cumple una ley lineal de aumento en peso, para los tratamientos durante 45 horas a  $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ , la contaminación con  $\text{O}_2$  será de 405ppm.

Para el  $\text{CO}_2$ , estimamos un 70% que para el  $\text{O}_2$  y para el  $\text{N}_2$  20 veces menos. A partir de la ecuación desarrollada por Smith [66SMI], extrapolada, y empleando un gas inerte

con contenido de 2ppm de H<sub>2</sub>, determinamos que para el H<sub>2</sub> resultan valores muy pequeños y del orden de 0.1ppm.

Resumiendo, si utilizamos un gas inerte conteniendo como impurezas gaseosas 10ppm de O<sub>2</sub>, 10ppm de CO<sub>2</sub>, 10ppm de N<sub>2</sub> y 2ppm de H<sub>2</sub>, con una presión de envasado de 0,1mm, las contaminaciones estimadas respectivas en el Zr serán:

Tratamiento a ~1000°C	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
1 hora	9ppm	6ppm	0.5ppm	0.1ppm*
45 horas	405ppm	270ppm	20ppm	2ppm*

\* el valor dependerá fuertemente del espesor y morfología de la capa de óxido.

Si efectuamos una extrapolación de las ecuaciones desarrolladas por Nagasaka y colaboradores, para fase  $\alpha$  hcp, encontramos para un tiempo de una hora, temperatura de 1000°C y presión parcial de O<sub>2</sub> de 10<sup>-6</sup>, una contaminación con oxígeno en el Zr de 12ppm. Un resultado similar, se obtiene por extrapolación de las curvas medidas por [67LEV] en  $\alpha$ -Zr. Este valor, es cercano al interpolado de [67REN], quienes midieron en fase  $\beta$  bcc.

b) En el caso de fundición, la temperatura es bastante mayor. El punto de fusión del Zr es de 1855°C y del Nb 2469°C. Para una aleación Zr-10% Nb, esa temperatura se ubica alrededor de los 1800°C.

En la literatura, no encontramos trabajos que reporten la oxidación para ese rango de temperaturas. No obstante, si efectuamos una extrapolación con la ecuación de Nagasaka y colaboradores, para bajas presiones, o con la ley parabólica para altas presiones, resultan valores dentro del mismo orden de magnitud. Consideramos una temperatura de T=2000°C, tiempo de fusión de 5 minutos (el botón

se funde y refunde 4 ó 5 veces dándolo vuelta cada vez, el tiempo integrado es del orden de 5 minutos), presión del gas en el horno de arco de 300mm y contenido de O<sub>2</sub> en el gas inerte de 10ppm. Para un botón esférico de ~20gr de peso, resulta una contaminación del orden de 10.000ppm!!!. En consecuencia, la mayor absorción de gases en la aleación, se produciría en el proceso de fundición y no durante los tratamientos térmicos.

#### 1.5. Contenido de gases en aleaciones y zirconio de partida - Análisis químico

En el Apéndice 2, Tabla 5, se dá el análisis químico del Zr origen Teledyne Wah Chang, también denominado Zr(KFA) y en Tabla 6 del Zr esponja de origen Ugine, denominado Zr(BA).

Los contenidos de oxígeno, hidrógeno y nitrógeno, se muestran en la Tabla 7, correspondiendo a un análisis efectuado en CNEA (CAC) y en la Tabla 8 similar análisis efectuado en KFK (Karlsruhe).

En la Tabla 7, las muestras N° 1 y 3 corresponden a Zr(BA) en condición "as received" y fundido en nuestro horno de arco respectivamente. Las muestras N° 2 y 4 corresponden a Zr(KFA) en condición "as received" y fundido respectivamente.

En la Tabla 8, se dan los análisis de gases para la aleación Zr-7% Nb-1% Al, empleadas en ensayos de deformación (6-d/7-d/8-d), fabricadas con Zr(KFA).

De la observación de las tablas podemos decir que: El contenido de impurezas metálicas en Zirconio de ambas procedencias es similar.

En Zr(BA) prácticamente no hay diferencia en el contenido de gases entre la condición "as received" (1) y fundido (3). Sólo aumenta el hidrógeno de 3,4 a 5,6 wt ppm, el oxígeno permanece constante ~1486 wt ppm y el nitrógeno baja de 90 a 74 wt ppm.

Suponemos que luego de fundirse el contenido de gases debiera ser mayor. La poca diferencia podría deberse a variaciones locales en el contenido de gases del zirconio.

En Zr(KFA), hay un aumento en los tres gases. En valor absoluto, el mayor aumento es para el oxígeno, mientras que el mayor aumento relativo corresponde al nitrógeno.

Para las tres aleaciones analizadas, (6-d/7-d/8-d), el contenido de H, O y N es similar. Por tratarse cada una de distintas fundiciones, concluimos de que la técnica es repetitiva. El contenido de oxígeno en Zr puro (KFA) y aleaciones es equivalente.

## 2. Equipos de medición

Se enuncian brevemente los equipos más significativos empleados para las mediciones. Con mayor detalle se describe un dispositivo (TDMO) especialmente desarrollado para deformar probetas sobre la platina de microscopio y observar simultáneamente los cambios superficiales. También, se explican las técnicas usadas para el pulido de muestras metalográficas y de microscopía electrónica.

### 2.1. Microscopio Optico - TDMO - Pulido de muestras

Se emplea un banco metalográfico "REICHERT MEV", con iluminador adecuado para trabajar con luz polarizada, interferometría, fuente de luz con filamento de tungsteno o fuente de mercurio; facilidad para tomar fotografías sobre placas planas (9×12)cm y máquina de 35mm con dispositivo KAM ES fotométrico y de control automático del tiempo de exposición.

El dispositivo TDMO, que permite ser montado sobre la platina del microscopio óptico, posibilita observar los cambios de fases y trazas en la superficie de la muestra, simultáneamente a la deformación por tracción. En el mismo es factible colocar la muestra en vacío, variar la temperatura entre 77K y 600K y deformar en ese rango de temperaturas, registrándose las curvas carga-elongación correspondientes.

El TDMO está compuesto por un crióstato (1) de doble pared construido en tubo de pared fina de acero inoxidable Fig. 25.

En la pared superior hay una tapa (2) que tiene un orificio a través del cual se vierte aire líquido y un terminal conector (4) para la alimentación de un horno (7) que se encuentra alojado en la parte inferior. Completando el crióstato, en la parte superior hay un cierre metálico (3) soldado.

Un cilindro de cobre (8) tiene en su parte inferior una cavidad transversal donde va alojada la probeta (15).

Una placa redonda (13) hace las veces de soporte principal. A ella, se rosca el crióstato y por medio de una "copa" de vidrio (14) con 2 O-rings se cierra el sistema de vacío.

En la parte inferior del crióstato, hay 4 tubos a 90° entre sí. Por uno de ellos, se hace vacío, por otro se pasan 2 termocuplas para medir y regular la temperatura y en las 2 restantes, se ubican 2 vástagos con mordazas en un extremo, que es donde se sujeta la muestra. El cierre se efectúa con O-rings ajustados por acople rápido.

El otro extremo de uno de los vástagos, se conecta a una celda de carga (16) la que a su vez se vincula con una brazo rígido (17) solidario a la placa (13).

El otro vástago, tiene el extremo roscado (12), donde una manija (10) al enroscarse y apretar sobre un separador (11), produce la tracción sobre la muestra. Para evitar que la mordaza gire, hay una guía transversal (18).

Un sensor de desplazamiento (5) se sostiene con una ménsula (6) solidaria al crióstato. El extremo del sensor, apoya sobre un tornillo (9) que regula la puesta a cero del desplazamiento.

El pulido de muestras para microscopía óptica comprende de dos etapas [60EVA][74KAU]. La primera, de pulido mecánico y la segunda de pulido con reactivos químicos.

El pulido mecánico, se realizó con papel abrasivo al agua, con granulometría desde el número 120 al 600. Este tratamiento, es común para todas las muestras y etapas posteriores.

Para el pulido con reactivos químicos, se emplearon tres técnicas que se describen a continuación:

1) Pulido químico. Consiste en sumergir la muestra en una solución de 50% agua - 45% ácido nítrico - 5% ácido fluorhídrico. La solución se encuentra a temperatura ambiente y durante la operación se efectúa una agitación moderada. El tiempo "típico" de inmersión, es del orden de un minuto, el que depende de la edad de la solución. Cualitativamente, podemos decir que al primer día de preparada, la velocidad de reacción es alta, al segundo día es moderada y luego es muy baja.

Posteriormente, la muestra es lavada en agua destilada y alcohol etílico para "secarla" y evitar una oxidación de la superficie. Se completa el procedimiento secando con aire caliente.

Resultado aceptable. En general aparecen hidruros superficiales.

2) Pulido electroquímico. Utiliza una solución de 5% ácido perclórico - 35% de alcohol butílico - 60% de alcohol metílico, la cual está a temperatura ambiente y una diferencia de potencial eléctrico de 15 Volts aproximadamente. La muestra se sumerge en el mismo durante un

tiempo aproximado de tres minutos.

Resultado muy bueno.

- 3) Pulido KFK. Generalmente empleado para pulir muestras de Zircaloy. Comprende las siguientes etapas:
- a) El pulido mecánico, se prolonga con abrasivo de carburos de granulometría hasta 1200.
  - b) Pulido mecánico con pasta de diamante de 7 micrones, durante un tiempo aproximado de 5 horas.
  - c) Pulido mecánico con pasta de alúmina de 1 micrón o menor, durante una hora aproximadamente.
  - d) Pulido químico a temperatura ambiente, durante 5 a 8 segundos, empleando una solución de glicerina-ácido nítrico y ácido fluorhídrico, en partes iguales por volumen.
  - e) Ataque químico preferencial ("etching"), con un algodón embebido en una solución de 60 partes de glicerina - 10 partes de ácido nítrico - 20 partes de ácido fluorhídrico (en volúmen).
  - f) Nuevamente el proceso d).
  - g) Entre cada etapa de pulido químico, se sumerge la muestra en amoníaco, que actúa como neutralizador. Finalmente, se lava con agua, agua y detergente, alcohol etílico y se completa el secado con aire caliente.

Resultado: muy bueno, especialmente si hubiera fases precipitadas.

## 2.2. Rayos X

El equipo empleado fue un PHILIPS PW1310/01/03 con el accesorio para difracción (goniómetro, detector, fuente, amplificador, escalímetro, graficador) y un goniómetro con variación en 3 ángulos para montar la muestra, más un portaplaca, a fin de obtener diagramas de orientación Laue.

El tubo con cátodo de Cu, potencial de 50 kV y corriente de 20mA fue lo normalmente usado. Las velocidades típicas del difractor, eran de 2° por minuto, y filtro de Ni.

### 2.3. Microscopía electrónica de transmisión - Pulido de muestras

El microscopio usado, fue un PHILIPS EM 300, con potencial máximo para aceleración del haz de electrones de 100 kV. Dispone entre otros de un portamuestras de rotación y un portamuestras de doble eje de inclinación.

La magnificación más frecuente, es de x 6770 (SA 17).

En el pulido de muestras para microscopía electrónica se ensayaron cuatro técnicas cuyas partes principales y resultados se describen a continuación:

1) Pulido químico: Se emplean discos ya cortados para poder ser montados en los portamuestras del microscopio electrónico. Es decir, que se comienza con discos de 3mm de diámetro y espesores oscilando entre 15 y 30 centésimas de mm. A los discos, se los somete a un pulido JET electroquímico, usando una solución de 10% ácido perclórico y 90% alcohol metílico. El tiempo promedio, dependiendo del espesor inicial, es de 20 segundos. Se forman concavidades en cada cara del disco, teniendo cuidado de no perforarlo. Luego se somete al disco a un pulido químico, como el descrito para muestras de microscopía óptica, observando simultáneamente la muestra iluminada desde atrás, hasta que se forma un orificio. Es muy importante extraer el disco y lavarlo en agua destilada, tan rápido como lo permita la habilidad de quien pule, a fin de detener la reacción y conseguir así un borde de orificio fino.

Resultado: Aceptable. Pueden aparecer hidruros superficiales. La densidad de estos puede bajarse disminuyendo la temperatura de la solución, pero con este preparado la velocidad de reacción disminuye notablemente.

- 2) Pulido electroquímico: Se procede como en 1), hasta la etapa JET inclusive. Luego, se realiza un pulido electroquímico, como el descrito para microscopía óptica, enfriando la solución a temperaturas de  $-30$  a  $-50^{\circ}\text{C}$ .  
Resultado: Aceptable. Pocos hidruros. Inconveniente de ataque a los bordes del disco, lo que se puede evitar "pintando" previamente con laca. No obstante, luego hay que disolver la laca, lo que puede provocar "ensuciar" la muestra.
- 3) Pulido electroquímico - Método de la ventana: Se parte de "chapitas" de 1 cm de lado aproximadamente y 0.1 mm de espesor. Se le practican dos perforaciones con una aguja, separadas unos 6 mm, luego se sujeta la muestra con una pinza y "pinta" con laca todo el borde. Empleando una solución como la descrita para pulido electroquímico, punto 2) microscopía óptica, y en un baño de baja temperatura ( $-30$  a  $-50^{\circ}\text{C}$ ), se sumerge la muestra. El potencial eléctrico es de 12 Volts, siendo importante realizar una agitación suave durante el pulido. El tiempo necesario es del orden de un par de horas, debiéndose girar  $180^{\circ}$  la muestra y tomarla con la pinza por el lado opuesto cada 20 minutos aproximadamente. Se para el pulido cuando en la zona entre las dos perforaciones se tiene un espesor muy fino. De allí, mediante el uso de un bisturí, se cortan trozos de material, que se montan sobre una grilla especial que permite colocar a la muestra en los portamuestras del microscopio electrónico.  
Resultado: muy bueno. De una chapita inicial, pueden salir 4 ó 5 buenas muestras, con un área observable muy extensa.
- 4) Equipo automático Tenupol: La técnica en sí, es similar a la descrita en el punto 2), sin necesidad de efectuar el JET. La solución y temperaturas son las mismas. Consiste en un equipo automático, con un sistema de iluminación y celda fotoeléctrica, de intensidad y sen-

sibilidad regulables respectivamente, que se ubican a cada lado del disco. Cuando se forma el orificio, la celda actúa sobre el potencial eléctrico, cortándolo y deteniendo así el pulido. No es necesario "pintar" los bordes de los discos. Un tiempo promedio de pulido, oscila entre 5 y 10 minutos.

Resultado: Muy bueno.

#### 2.4. Microscopía electrónica de barrido

El microscopio usado para observar las superficies de las probetas fracturadas, fue un ISI-60, con un potencial de "iluminación" de 30 kV (KFK).

El análisis de homogeneidad con radiación X dispersa, se efectuó con un sistema EDAX adosado a un microscopio PHILIPS (C.A.Constituyentes).

#### 2.5. Máquinas de deformación

Laminadora: Para los ensayos que podemos llamar previos, hasta haber encontrado la aleación con la posibilidad de inducir martensita por deformación. Marca "Carl Wezel", Mod. BW 200, con rodillos cilíndricos, regulación luz entre rodillos con precisión de .01 mm.

Máquina de ensayos Universales INSTRON Modelo TT, tipo D, 10 tons capacidad de carga máxima (KFK). Velocidad de deformación usada para tracción y compresión de 0.5 mm/min. Tiene acoplado un equipo de enfriamiento-calentamiento entre -100°C y +200°C, que es controlado por termocuplas de Fe-Constantán adosadas a la muestra. Permite fijar una temperatura de ensayo y regularla dentro de 0,5°C. Como fuente de frío, usa dos termos de aire líquido que a través de un intercambiador de calor enfrían un aceite de bajo

punto de solidificación que se comunica con un crióstato, dentro del cual se aloja la muestra. Para calentar, se emplea otro aceite de siliconas. Se empleó para los ensayos de tracción y compresión en la aleación ternaria.

Máquina de ensayos universales: INSTRON 1123 / 2,5 tons capacidad de carga máxima. Se empleó para deformar en forma controlada la aleación ternaria y preparar probetas para:

- determinación plano de hábito por la técnica de las dos superficies,
- muestras con variable densidad de  $\alpha'$ , para microscopía electrónica,
- ensayos de histéresis en temperatura.

## 2.6. Hornos para tratamientos térmicos

Para calentar las muestras antes de templear, tratamientos de recocido y envejecimiento, se empleó en general hornos de calentamiento resistivo, con arrollamiento calefactor de alambre Khantal y tubo cerámico de alúmina.

A los efectos de poder variar la velocidad de enfriamiento, se desarrolló un equipo de templado gaseoso. Para el calentamiento usa una fuente existente en el laboratorio (LEPEL) de calentamiento por inducción, que presenta una inercia térmica despreciable. El equipo, consta fundamentalmente de: una cámara cilíndrica de cuarzo, con tobera interior intercambiable donde va alojada la muestra; un volumen de 10 lts, aproximadamente, donde se coloca un gas inerte (He ó Ar) a presiones variables y de ese modo regular la velocidad de enfriamiento; una válvula solenoide que conecta rápidamente el volumen con la cámara portamuestra; una cámara de expansión y equipo de vacío. La muestra, se sujeta directamente con una termocupla.

Se ha trabajado en el rango entre  $\sim 20^{\circ}\text{C}/\text{seg}$  a  $400^{\circ}\text{C}/\text{seg}$ , usado Ar como gas de enfriamiento. Suponemos que con He se puede aumentar la velocidad aproximadamente en un factor 2.

Este equipo, se encuentra aún en etapa de puesta a punto, optimizándose la tobera, tamaño y geometría de la muestra, se estima poder alcanzar velocidades entre  $10^3$  y  $10^4$   $^{\circ}\text{C}/\text{seg}$  [66SLA][79WOO][65STE]. También, es de esperar poder usarlo para medir la temperatura de transformación martensítica  $M_s$ .

## VI. ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DE LA FASE B EN LA ALEACION Zr-10% Nb

### 1. Antecedentes

El diagrama binario de ZrNb, tal como se presenta en el Pto.III.1.1., presenta una zona de solubilidad total en el estado sólido a alta temperatura encontrándose una única fase  $\beta$  (bcc). Para 10% de contenido de Nb, por templado se retiene esa fase  $\beta$  y aparecen precipitados de una nueva fase  $\omega$ (hcp).

Para bajo contenido de Nb (menor del 7%), al templar se produce una transformación martensítica a una temperatura  $M_s$  que decrece linealmente al aumentar el aleante (Fig. 9).

Extrapolando esa línea ( $M_s$  vs % Nb) se esperaría que para contenidos del (10-12)% de Nb se pudiera tener fase martensítica a una temperatura de transformación cercana a temperatura ambiente. Para ello, habría que modificar la estabilidad de la fase  $\beta$  por tratamientos termomecánicos, tal que por deformación fuera posible inducir una nueva fase martensítica, si la fase  $\beta$  es retenida a temperatura ambiente.

### 2. Parte experimental

Se prepararon:

a) Probetas planas de 50mm de longitud  $\times$  3mm de ancho  $\times$  0,5mm de espesor a partir de barras que se fundieron en la lingotera horizontal del horno de arco de electrodo no consumible.

b) Probetas de sección cuadrada de  $\sim$  4mm de lado por 10mm de altura. Las probetas, se cortaron por electroero-

si3n y se prepulieron con abrasivo, se envasaron en tubo vycor y se templaron desde 1000°C en agua despu3s de permanecer ~ 1 hora a esa temperatura. Luego, se pulieron nuevamente con abrasivo y qu3mico en una soluci3n de (5% HF; 45% NO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>; 50% agua).

Los ensayos de deformaci3n, se realizaron en el (TDMO) (aparato que montado sobre el microscopio 3ptico permite registrar las curvas tensi3n deformaci3n, simultaneamente a la observaci3n) empleando muestras planas, a temperaturas de 77K, 220K y 300K. En el mismo dispositivo, se calent3 y enfri3 la muestra para observar si hab3a un cambio espont3neo de la fase B.

Para la deformaci3n a 700K, se emple3 un dispositivo preparado al efecto consistente en un soporte con un extremo fijo; en el otro extremo se enrosca un tornillo accionado por una manija que comprime la probeta. Todo este conjunto, se introduce en un horno de calentamiento resistivo con extremos abiertos (Fig. 26).

Los tratamientos de envejecimiento se hicieron con las probetas encapsuladas en vycor, en atm3sfera de Ar.

Las fases presentes se determinaron con microscop3a 3ptica, difracci3n de rayos X y se realizaron verificaciones con microscop3a electr3nica.

### 3. Resultados

#### a. Enfriamiento a 77K

Empleando velocidades de enfriamiento de (~10°C/min) sobre una muestra montada en el TDMO y observ3ndose simultaneamente, no se notaron cambios sobre la superficie.

#### b. Deformaci3n a 77K, 220K y 300K

En todos los casos se emplearon muestras policristalinas con un tama3o de grano de (2-3)mm de dimensi3n caracter3stica.

No se observaron cambios en la superficie, lo que indica que para esta aleación y en esas temperaturas no se induce martensita por tensión. Al progresar aumentando la carga, se produjo en todos los casos una rotura frágil con muy pocas líneas que no se determinó si son de deslizamiento, maclado o martensita en la zona de la fractura.

c. Deformación a 700K - calentamiento rápido

Ubicada una probeta de sección cuadrada en el dispositivo mostrado en la Fig. 26, y estando el horno a la temperatura de trabajo (700K), se realiza el ensayo de compresión en un breve intervalo de tiempo (~ 1min) para evitar una contaminación gaseosa excesiva.

El resultado, es similar al del Pto. b), la probeta se rompe en forma frágil, con una tensión aplicada estimada en (70-80) Kgr/mm<sup>2</sup>.

d. Deformación a 700K - calentamiento lento

Una muestra montada en el TDMO, se calentó (~4 hs) a 700K y traccionó fracturándose sin conseguir cambiar la fase presente  $\beta$ .

e. Envejecimiento de (1-5)min y deformación a temperatura ambiente. De acuerdo al diagrama TTT en Zr-12%Nb [72HEH] para tiempos cortos y temperaturas superiores a los 330°C se tiene una zona de fase  $\beta$  únicamente (Fig.13). Se calentó el material a 400°C, pues en este caso tenemos 10% de Nb y  $M_{\omega_s}$  aumenta al disminuir el contenido de Nb. Se espera con ese tratamiento una modificación en los precipitados  $\omega$  que posibilitarían la deformación del material. Realizado este ensayo a temperatura ambiente, el resultado es que el material presenta aún mayor fragilidad.

f. Envejecimiento de 10 hrs

Entre otras cosas, se puede asociar la fragilidad de esta aleación a las tensiones internas presentes en el material.

Se supuso que las mismas se podían minimizar con este tratamiento. Se calentó el material a 500°C.

Con rayos X se determinaron las fases presentes luego de este tratamiento resultando una recuperación del material y aparecen picos correspondientes a  $\alpha_{Zr}$  y  $\beta_{Nb}$  quedando parte del material con estructura  $\beta_{Zr}$ . Todo esto, era de esperar de acuerdo a la Fig. 13. Entonces, no tenía sentido ensayar la deformación con este material.

4. Discusión de resultados

En todos los casos ensayados no fue posible, por deformación, modificar la fase  $\beta$ .

El material es muy duro y frágil. Según [65COM] [72HEH] esas características mecánicas son debidas a la presencia de los precipitados  $\omega$  atórmicos que se forman durante el templado y son coherentes con la matriz [64STI].

A menores temperaturas, la fuerza de transformación será mayor, pero la estructura  $\beta$  es todavía estable como para modificarse, entonces si a 77K no se obtienen cambios, es menos probable que ellos ocurran a 220K y a temperatura ambiente.

Suponiendo que fuera  $\omega$  el factor limitante, era de esperar que con un calentamiento rápido por encima de  $M_{\omega S}$ , lo que produce su disolución ya que la histéresis es muy pequeña [72HEH], fuera posible tener condiciones adecuadas para lo que se busca. No obstante, realizada la experiencia no se observó cambio en la fragilidad del material y por lo tanto inducción de fase martensítica.

Es posible que la contaminación gaseosa, principalmente con oxígeno produce un endurecimiento en el material.

Si el calentamiento es lento, como en el caso (d) o (f), se produce la recuperación del material y además aparece una fase  $\omega$  isotérmica [64STI] que es incoherente.

Si fueran las tensiones internas las responsables de la dureza, un envejecimiento con intervalos de tiempo muy cortos, no alcanza para relajarlas y si el período es muy grande se descompone el material o la fase de equilibrio.

de la forma  
de la forma  
de la forma  
de la forma  
de la forma

## VII. ESTUDIO DE ESTABILIDAD DE FASES EN ALEACIONES TERNARIAS DE Zr-Nb-Al

Habiendo realizado diversos tratamientos termomecánicos, en la aleación binaria Zr-Nb, y no habiendo conseguido modificar la fase  $\beta$  retenida por templado en una fase martensítica por tensión y/o deformación, se decidió tratar de influir sobre la estabilidad de  $\beta$  con el agregado de un tercer elemento. Se eligió el Al, por razones descritas en los Puntos II.3 y III.1.2.2.

Inicialmente, se trabajó con composiciones nominales de Zr-10% Nb-1% Al. El criterio de elección de esta aleación, era de que para alrededor de 10% de Nb, debiera tenerse una temperatura de transformación martensítica  $M_s$  cerca de temperatura ambiente. Entonces, si se lograba retener fase  $\beta$ , por templado para esa composición, se pensaba que era factible luego inducir martensita por tensión y la posibilidad de que apareciera un efecto pseudoelástico, ensayando a temperatura ambiente.

Es así que se realizaron experimentos de deformación por laminación y en el dispositivo TDMO, con mediciones de histéresis en deformación y temperatura. El resultado principal fue el de encontrar martensita inducida por deformación, con el consiguiente efecto TRIP, y no martensita asistida por tensión.

Otro de los resultados más salientes, tal como se muestra posteriormente en los resultados de microscopía electrónica, es la aparición en el sistema ternario de la fase  $\omega$  [80BOL].

En la búsqueda de encontrar una aleación con  $M_s$  alrededor de temperatura ambiente, llegamos a la aleación nominal Zr-7% Nb-1% Al, considerada una composición de transición. Con pequeñas variaciones en el contenido de Nb, se tiene fase  $\beta$  retenida, ó martensita espontánea, ó ambas fases simultáneamente con la aparición de una nueva morfología, que llamamos combada. Esos resultados, nos

hacían suponer que  $M_s$  estaría cerca del valor buscado, por lo que efectuamos diversos ensayos en aleaciones de esa composición nominal, los cuales se describen a continuación: La composición de las muestras empleadas en cada caso, se dá en la Tabla N° 9.

Tabla 9 - Listado de muestras empleadas para;  
 Deformación por laminación - Deformación en TDMO -  
 Enfriamiento - Resistividad - Histéresis en temperatura -  
 Difractometría RX

Muestra (serie)	Composición	Empleo
1	Zr-10% Nb-1% Al (n)	Deformación por laminación " " " " " "
2	Zr-10% Nb-1% Al (n)	
10	Zr-7.02% Nb-1% Al	
3	Zr-9.80% Nb-1.00% Al	TDMO " "
8	Zr-9.87% Nb- .98% Al	
10	Zr-7.02% Nb-1.00% Al	
10	Zr-7.02% Nb-1.00% Al	Enfriamiento " " " "
11	Zr-8.12% Nb-0.99% Al	
14	Zr-6.92% Nb-0.97% Al	
16	Zr-7.09% Nb-1.06% Al	
18	Zr-7.51% Nb-1.00% Al	
10	Zr-7.02% Nb-1.00% Al	Resistividad " "
14	Zr-6.92% Nb-0.97% Al	
23	Zr-8.43% Nb-1.06% Al	
3	Zr-9.80% Nb-1.00% Al	Histéresis en temperatura " " " " " "
8	Zr-9.86% Nb-0.98% Al	
23	Zr-8.43% Nb-1.06% Al	
3	Zr-9.80% Nb-1.00% Al	Difractometría RX " " " " " "
15	Zr-7.05% Nb-1.04% Al	
17	Zr-6.99% Nb-1.01% Al	
19	Zr-7.22% Nb-0.96% Al	

(n) ≡ nominal.

El número de muestras que se dá corresponde al N° de fundición. De ese material inicial, se obtienen por fraccionamiento muestras de tamaños y geometrías diversas, dependiendo del uso deseado. Esas muestras fraccionadas se numeran con un n° inicial igual a la fundición de partida o serie y luego con números siguientes dependiendo de las veces que se fracciona.

### 1. Resultados de deformación por laminación

La primera evidencia, de tener transformación martensítica inducida por deformación, la tuvimos luego de deformar por laminación "chapitas" de la aleación Zr-10% Nb-1% Al. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y sumergiendo en aire líquido, luego de cada pasada, a la muestra.

Se emplearon las probetas 1.1/2.1/2.2/10.2.1. Para constatar el cambio de fase y su evolución con la deformación, se realizaron mediciones de difracción para diferentes porcentajes de laminación. Los resultados se dan en la Tabla N° 10.

También se determinó la evolución de las fases por observaciones directas con el microscopio óptico. Debido al modo complejo del estado de deformaciones producidos por la laminación, aparecen muchas variantes de martensita, siendo difícil evaluar diferencias en cuanto a cantidad y morfología para las dos temperaturas de deformación.

Las muestras se miraban directamente luego de la laminación. Sin embargo, esto se hacía muchas veces dificultoso para distinguir las placas, por la suciedad presente en la superficie producida por los rodillos. Entonces, se pulieron las muestras con ataque químico, o pulido mecánico más químico.

Inicialmente, teníamos dudas acerca de la posibilidad de inducir placas de martensita por las tensiones a que se

TABLA N° 10

Picos presentes en el espectro de difracción de rayos X, mostrando la formación de martensita inducida por deformación en la aleación Zr-10%Nb-1%Al

Probeta 1.1.	Deformada a Temperatura Ambiente					
	(110) <sub>β</sub>	(002) <sub>β</sub>	(112) <sub>β</sub>	(022) <sub>β</sub>	(1010) <sub>α</sub>	(0002) <sub>α</sub> (1120) <sub>α</sub> (1122) <sub>α</sub>
Templada	<u>x</u>	x	x			
Deformada 10%	x	x	x	x	x	<u>x</u>
Deformada 15%	x		x	x	x	
Deformada 35%	x		x	x	x	x
Deformada 70%	x	x	x	x	x	<u>x</u>

Probeta N° 10.2.1.	
Templada	x
Deformada ~50%	<u>x</u>

Nota: x indica la presencia de ese pico.  
x indica el pico más intenso.

Cont. TABLA N° 10

Picos presentes en el espectro de difracción de rayos X, mostrando la formación de martensita inducida por deformación en la aleación Zr-10%Nb-1%Al

Probeta 2.1.	Deformada a Temperatura Ambiente		
	(110) <sub>β</sub>	(1120) <sub>α</sub>	(1010) <sub>α</sub>
Templada	x	-	-
Deformada 6%	x	x	x
Deformada 10%	x	x	x

Probeta 2.2.	Deformada a Temperatura de aire líquido		
	(110) <sub>β</sub>	(1120) <sub>α</sub>	(0002) <sub>α</sub>
Templada	x	-	-
Deformada 20%	x	x	x

Nota: x indica la presencia de ese pico.  
x indica el pico más intenso.

somete la muestra en el pulido mecánico. Para dilucidar esto, realizamos pulidos químicos de diversa duración. Si hubiera placas producidas por el pulido mecánico, las mismas, en principio, serían superficiales. Con suficiente pulido químico, debieran desaparecer. En ningún momento se detectó un cambio de existencia o morfología de placas por el pulido.

A la M.10.2.2., luego de un proceso de templado y laminado como la M.10.2.1., se volvió a envasar y templar en agua desde 1000°C, habiendo desaparecido los picos de  $\alpha'$ , detectándose solo en el espectro los picos  $(110)_\beta$ ,  $(002)_\beta$  y  $(022)_\beta$ .

## 2. Resultados de deformación en TDMO

Se realizaron ensayos de deformación entre temperatura de aire líquido y +150°C, en las probetas indicadas a continuación:

<u>Probeta</u>	<u>Temperatura</u>
M.3.1.	Temperatura ambiente
M.3.3.	" "
M.8.1.	Temperatura aire líquido
M.8.2.	150°C
M.8.4.	120°C
M.10.3.	Temperatura ambiente
M.10.4.	50°C

A excepción de la muestra 8.2., donde hubo problemas de deslizamiento de las mordazas, en todos los demás casos se llegó a la rotura.

Una curva típica de deformación, se dá en la Fig. 27.

En toda la zona elástica (Puntos 1-2), no se presentan cambios en la superficie de la muestra, mientras que al comenzar la inflexión de la curva carga-elongación,

aparece una variante de placas (Punto 3). Si la deformación continúa, se produce un crecimiento de la primer variante (Punto 4) y con mayor deformación aún, hay una gran multiplicación de placas y formación de nuevas variantes (Punto 5). Secuencialmente, se muestran los cambios descritos en las microfotografías F.O.2.

Si descargamos la muestra, queda una deformación plástica permanente (Punto 6), no observándose una recuperación en la estructura del material.

De acuerdo a este resultado, la histéresis en deformación es alta y no aparece efecto pseudoelástico, es decir transformación por tensión. La temperatura  $M_s$  si existe para esta aleación, está por debajo de  $77^\circ\text{K}$ .

### 3. Curvas de enfriamiento

En la aleación Zr-7% Nb-1% Al, se efectuaron enfriamientos rápidos desde temperatura ambiente hasta temperatura de aire líquido.

A las muestras de dimensiones aproximadas de  $(15 \times 3 \times 1)\text{mm}$ , se les soldó por punto una termocupla de Chromel-Alumel, sumergiéndose luego en un termo conteniendo aire líquido. No se observaron arrestos en las curvas respectivas (Muestras M.10.5 - M.10.6 - M.11.1 - M.16.1.1 - M.16.2).

También se prestó atención a la posibilidad de "escuchar" una señal acústica audible, tal como sucede en algunas aleaciones de Fe-Ni, en el caso de producirse la transformación. Sin embargo, dicho sonido no fue percibido.

Estos resultados, indican que para esta aleación no se produce transformación martensítica espontánea, en el rango de temperaturas medidas (ambiente a aire líquido).

Después de extraer la muestra del termo y esperar que se caliente y desaparezca así la capa de hielo que se forma a su alrededor, se observó en el microscopio óptico para

constatar si la morfología de la fase  $\beta$  había cambiado, no detectándose en la superficie modificación alguna. Iguales resultados se verificaron con difracción de RX, para M.14.3/M.14.5, detectándose sólo picos de  $\beta$  antes y después del enfriamiento.

A la M.14.3 (Zr-7% Nb-1% Al), se la enfría lentamente en el TDMO hasta temperatura de aire líquido, no observándose cambios en la morfología, es decir que se mantiene estable  $\beta$ . Este ensayo, que permite observar la muestra simultáneamente durante todo el enfriamiento, nos asegura de que no hubo transformación espontánea. En el caso de las muestras sumergidas en el crióstato y después observadas a temperatura ambiente, podría haber sucedido de que si el material hubiera transformado, durante el calentamiento se hubiera recuperado a fase  $\beta$ , si la temperatura A estuviese por debajo de ambiente.

A la M.18 (Zr-7.5% Nb-1% Al) preparado con Zr procedencia "TELEDYNE Wah.Chang", luego de templada presenta únicamente fase  $\beta$  retenida. Sumergiéndola en aire líquido, no se producen cambios de fase al observarse con microscopía óptica.

Eso nos indica también de que a pesar de emplear zirconio más puro en la fabricación de las probetas, para esta composición no hay transformación espontánea (Tabla VII - Apéndice 1).

Otras muestras, como la 14.5.1., se la enfría en aire líquido, aplicándole simultáneamente pequeños golpes, con el fin de generar las condiciones como para que comience la transformación. El resultado también fue la no detección de una transformación.

#### 4. Ensayos de resistividad

Se realizaron mediciones de la variación de la resistencia eléctrica  $\rho$  con la temperatura, en muestras de compo

siciones Zr-7% Nb-1% Al: M.10.2.3, M.14.1 y Zr-8.5% Nb-1% Al: M.23.2.3.2.

A los efectos de tratar de determinar si en dichas aleaciones aparece una transformación martensítica espontánea, se enfrió hasta temperatura de aire líquido, no constatándose "salto" alguno en la curva de  $\rho$  vs T.

## 5. Resultados de histéresis en temperatura

Con el fin de determinar la histéresis en temperatura, medición de  $A_S$  y  $A_f$ , de muestras cuya transformación había sido inducida por deformación, se realizaron ensayos de calentamiento, entre temperatura ambiente y 600°C. Los resultados para cada muestra se indican a continuación:

La M.3.1. (Zr-10% Nb-1% Al), luego de templada desde 1000°C en agua y deformada en TDMO a temperatura ambiente hasta rotura, se envasó en un tubo de vycor y se la sometió a recocidos de aproximadamente 1 hora, a temperaturas entre 300 y 600°C, con saltos cada 50°C. Después de cada subida en temperatura, se la observó con microscopía óptica, no detectándose cambios en la superficie de la muestra.

Resultados similares se obtuvieron para la M.3.3.

A la M.8 (Zr-10% Nb-1% Al) se la deformó en el TDMO a temperatura de aire líquido, formándose  $\alpha'$ . Luego, en el mismo dispositivo, se la calentó hasta una temperatura de 70°C, sin observarse modificaciones en la morfología.

Con la M.23, se fabrican las muestras indicadas más abajo. La composición es de Zr-8.43% Nb-1% Al. Luego del templado, se realiza difracción con Rx y observaciones con microscopía óptica. Se verifica la presencia de fase  $\beta$  solamente, considerándose apta a las muestras para el ensayo posterior.

Con las muestras 23.1.1. y 23.1.2., se realizan ensayos de compresión, induciéndose martensita por deformación. Luego, se las envasa por separado en tubos de vycor y se las calienta de a saltos, durante 2 horas a cada temperatu-

ra. Las dimensiones iniciales y finales (luego de la deformación), como así también las observaciones con microscopía óptica y dimensiones luego de cada calentamiento, se sintetizan a continuación:

	M.23.1.1.	M.23.1.2.
Longitud antes deformar	20,17 mm	11,61 mm
Diámetro	5,19 mm	5,22 mm
Longitud después "	19,79 mm	11,03 mm
T = 300°C	sin cambios (longitud y morfológicos)	sin cambios (longitud y morfológicos)
T = 434°C	"	"
T = 495°C	Aumento tamaño granos/menos placas (igual long.)	Aumento tamaño granos/menos placas (igual long.)
T = 523°C	idem ant.	idem ant.
T = 578°C	Idem ant., pero menos placas	idem ant., pero menos placas

Las mediciones de longitud, se efectuaron con un comparador óptico (presición .05 mm).

Como vemos, la temperatura de retransformación, estaría por encima de los 434°C. No se observa cambio de longitud con el calentamiento.

Debido a los largos tiempos de calentamiento (~ 2 horas), pudo haber existido difusión a esas temperaturas. Entonces, se realizaron ensayos de calentamiento rápido, con tiempo de mantenimiento a alta temperatura de 3 minutos. Se empleó la M.23.2.3.1.

Con el fin de medir con mayor precisión la longitud, luego de cada calentada, se desencapsulaba la muestra y medía con micrómetro (precisión .01 mm).

Las temperaturas empleadas fueron: T=419°C, T=450°C, T=490°C, T=540°C, T=580°C. La longitud inicial  $l_0=14,92\text{mm}$ , permaneció invariable luego de cada tratamiento. Tampoco se detectaron cambios morfológicos.

Con las probetas M.23.2.3.2./M.23.2.3.3., se realizan ensayos de calentamiento con medición simultánea de la resistividad. Las muestras se colocaron en un tubo de cuarzo, evacuado con Argón. Los conectores, cuatro, son de Chromel soldados por punto y la medición de la temperatura se efectuó externamente con una termocupla Chromel-Alumel.

Se calentó con una velocidad aproximada de 200°C/hora, no apareciendo en la curva  $\rho$  vs temperatura el "salto" típico cuando hay retransformación martensítica. Hay un aumento "normal" de  $\alpha$  vs T.

Para la muestra 23.2.3.3., aparece una suave bajada de  $\alpha$  a aproximadamente 520°C, luego vuelve a subir con un máximo entre 600 y 630°C.

## 6. Espectros de difracción con RX

Con el fin de mostrar espectros característicos de difracción con RX, correspondientes a las distintas fases presentes luego de cada tratamiento, se tiene:

en la Fig.28.a): M.3.1.-Zr-9,80% Nb-1% Al Templada, solo aparecen picos de fase  $\beta$

en la Fig.28.b): M.15.2 - Templada y laminada a temperatura ambiente. Zr-7,05%Nb-1,04% Al

en la Fig.29.a): M.17.1 - Templada. Zr-7% Nb-1% Al -picos  $\beta'$  y 2 picos  $\beta$

en la Fig.29.b): M.19.1 - Zr-7,2% Nb-1% Al. Templada - picos fase  $\beta$  y  $\beta'$  combada en este caso.

## 7. Resultados de microscopía óptica

Se presentan resultados correspondientes a la evolución de la martensita inducida por deformación en el TDMO y en los ensayos de deformación en máquina Instron a distintas temperaturas, como así también un conjunto de fotos con

vistas de placas de martensita sobre 2 caras de un paralelepípedo, con las cuales se determinó el desplazamiento macroscópico. Completan esta información, una microfotografía de la martensita combada y otra de la espontánea.

En la F.O.1a, se muestra una vista de la martensita combada, en matriz  $\beta$ , con interfases en promedio curvadas y rectilíneas.

En la F.O.1b, se muestra una vista de martensita espontánea.

En la F.O.2 (a,b,c,d) tomada de la muestra 3.1. (Zr-10% Nb-1% Al), observamos como aparece y evoluciona la martensita inducida por deformación en un ensayo en el TDMO, a temperatura ambiente. En (a), sólo hay deformación elástica, en (b) comienza la zona plástica con la aparición de una variante de placa de martensita, en (c) se produce una multiplicación de las placas con aparición de otras variantes y en (d) es similar a la anterior, pero con mayor deformación aún. Las fotos (a), (b), (c) y (d) corresponden a los puntos 2,3,4,5 de la curva carga vs elongación (Fig. 27). Las trazas observadas en el grano de abajo y a la derecha, pertenecen a hidruros superficiales formados durante el pulido. Observan como son "atravesadas" por las placas de martensita, sin que se alteren.

En la F.O.3, se muestra una macrofotografía de las muestras empleadas para deformación por tracción, una microfotografía de parte de un corte transversal de la muestra donde se aprecian distintos granos y en el borde algunas placas de martensita producidas al cortar con sierra. En la preparación de esta serie de muestras (Tabla 11) se tuvo cuidado de desvastar con "pasadas finas" ( $\sim 0.1\text{mm}$ ) y se comprobó con microscopía óptica la no aparición de martensita inducida por presión de la herramienta de corte, sobre la superficie de las probetas.

## 8. Medición de planos de hábito

Para las martensitas espontánea y deformada, se realizaron determinaciones de plano de hábito con el método del análisis de las dos superficies [82PER].

Para la martensita espontánea, se consiguió "aislar" algunas placas, empleando una composición de transición. Por mantenimiento de la muestra un tiempo largo  $\sim 48$  hs, a  $1000^{\circ}\text{C}$  antes del templado en agua, se consiguieron granos lo suficientemente grandes como para orientar por LAUE y luego determinar la orientación de las trazas sobre 2 superficies a  $\sim 90^{\circ}$  entre sí, con microscopía óptica.

Los resultados, se resumen en la proyección estereográfica N<sup>o</sup> 62, resultando para la martensita espontánea y deformada, planos del tipo  $(334)_{\beta}$ .

Completa esta foto, un esquema definiendo la zona de rotura como B, la parte media M y la cabeza K.

Las fotos tomadas a las muestras deformadas por tracción a distintas temperaturas, en las zonas B, M, K, se muestran en las fotos F.O.4 - 5 - 6 -7 - 8 - 9. Demás datos, se dan en la Tabla 11.

De la misma, deducimos que en función de la temperatura, la mayor cantidad de martensita aparece en muestras deformadas entre  $-50$  a  $+50^{\circ}\text{C}$  (vistas M y K), resultando compatible con los ensayos de deformación. En ese rango de temperaturas, es mayor el efecto TRIP.

En general, en la zona de fractura (B), hay menor cantidad de placas que en (M) y (K). Se podría explicar ese resultado con el hecho de que donde hay menos efecto TRIP y por consiguiente menor cantidad de placas, es donde se produce la fractura.

Tabla 11

Listado de resultados de microscopía óptica para probetas empleadas en los ensayos de deformación por tracción.  
(Magnificación x 100)

Foto N°	Probeta	Temperatura de deformación	Observaciones
F.O.4	2-d	100°C	B = pocas placas; M y K = transformación casi total en todos los granos.
F.O.5	8-d	50°C	B = mediana cantidad de placas, preferentemente una variante. M = transformación casi total. K = transformación total
F.O.6	4-d	0°C	B,M,K = alto porcentaje de transformación, pero mayor en K.
F.O.7	1-d	-50°C	B.M.K = alto porcentaje de transformación, pero menor que a 0°C.
F.O.8	6-d	-100°C	B,M = área transformada, mayor del 50%, pero menor que a -50°C. K = aparecen pocas placas aisladas.
F.O.9	7-d	-193°C	B = menos del 50% de transformación. M y K = solo pocas placas aisladas. Morfología de placas: más finas que las producidas por defomración a mayores temperaturas.

La morfología de las placas indican que aparecen menos variantes, más angostas y alargadas en las muestras ensayadas a bajas temperaturas ( $-193^{\circ}\text{C}$ ). Puede deberse a que esa es la configuración más estable a esa temperatura, además es más difícil mover dislocaciones y las placas crecen menos.

A la M.16.2 (Zr-7% Nb-1% Al) se la templó en agua luego de permanecer  $\sim 1$  hora a  $1000^{\circ}\text{C}$ . Con el microscopio óptico, se determina la presencia de fase  $\beta$  retenida y martensita espontánea (aproximadamente la misma cantidad de cada fase). Puliendo nuevamente la muestra, envasada en vycor y mantenida  $\sim 45$  hs. a  $1000^{\circ}\text{C}$ , se la templó en agua. Al observarla, con microscopía óptica, se detectó fase  $\beta$  únicamente. Este resultado indicaría que al aumentar el tiempo a alta temperatura, se produce una estabilización de la fase  $\beta$  debido a la presencia de mayor cantidad de impurezas intersticiales, en particular oxígeno.

## 9. Resultados de microscopía electrónica de barrido

Con una de las fracciones de las probetas ensayadas por tracción, se efectuaron observaciones con microscopía electrónica de barrido. El objetivo fundamental, fue determinar cualitativamente el tipo de fractura que se presentaba en las aleaciones y su dependencia con la temperatura de deformación.

Un listado de las muestras observadas, la temperatura del ensayo y comentarios respectivos, se dá en la Tabla N° 12.

En todo el rango de temperaturas, aparece fractura dúctil intergranular, con mayor profundidad de los panales a las temperaturas más elevadas, indicando un comportamiento más dúctil, como en los aceros austeníticos o cobre [78MIT].

Los panales aplanados son típicos de las fracturas a bajas temperaturas.

Tabla N° 12

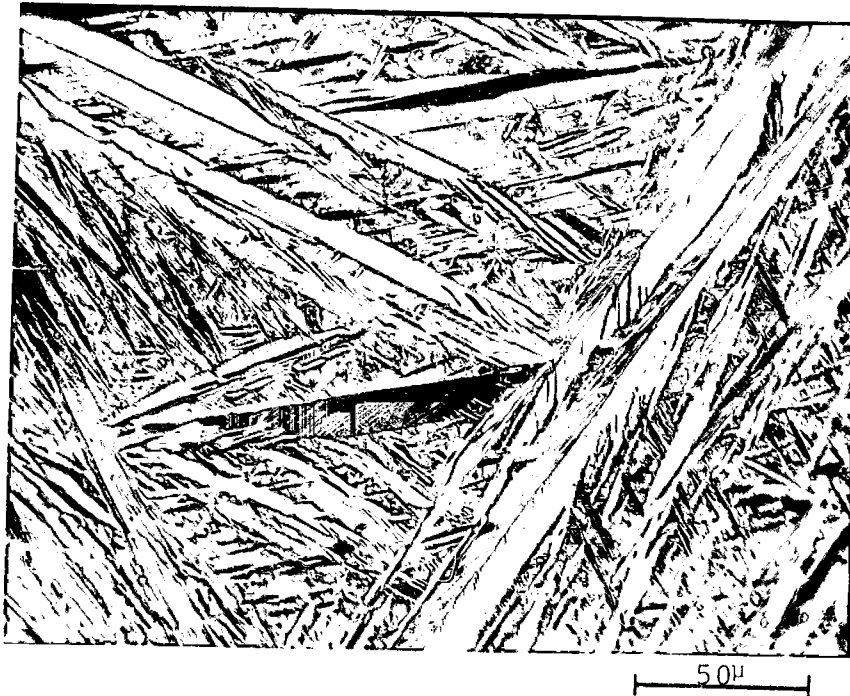
Listado de muestras empleadas en Microscopía Electrónica de Barrido para observar zona fracturada.

Foto N°	Muestra	Temperatura del ensayo	Comentarios [78MIT]
1 M.E.B.	2-d	100°C	Típica estructura de fractura dúctil (panales), pronunciado relieve
2 M.E.B.	2-d	100°C	Microhuecos, producidos durante la fusión y solidificación de la probeta. Algunos presentan una parte con "arranque" de material.
3 M.E.B.	8-d	50°C	Fractura dúctil intergranular.
4 M.E.B.	8-d	50°C	Fractura dúctil intergranular.
5 M.E.B.	1-d	-54°C	Fractura dúctil intergranular (panales) con menos relieve.
6 M.E.B.	6-d	-101°C	Fractura intergranular. Algunos panales.
7 M.E.B.	6-d	-101°C	Microhuecos con zona afectada por rotura dúctil y planos de deslizamiento.
8 M.E.B.	6-d	-101°C	Idem anterior, con mayor aumento.
9 M.E.B.	7-d	-193°C	Vista general con poco aumento. Rotura dúctil, mayor tamaño de los panales.
10 M.E.B.	7-d	-193°C	Estructura de fractura dúctil (panales). Poco relieve. Panales aplanados y más grandes que en muestras deformadas a mayor temperatura.

RESULTADOS DE MICROSCOPIA OPTICA



F.O.1.a. - Martensita combada.

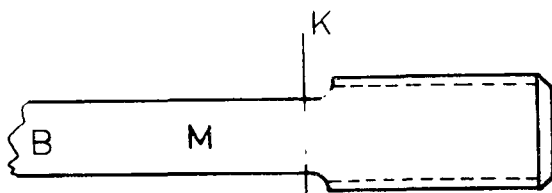
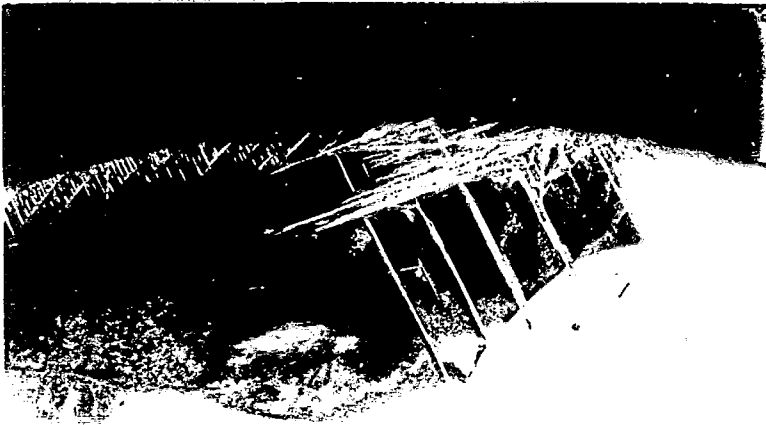
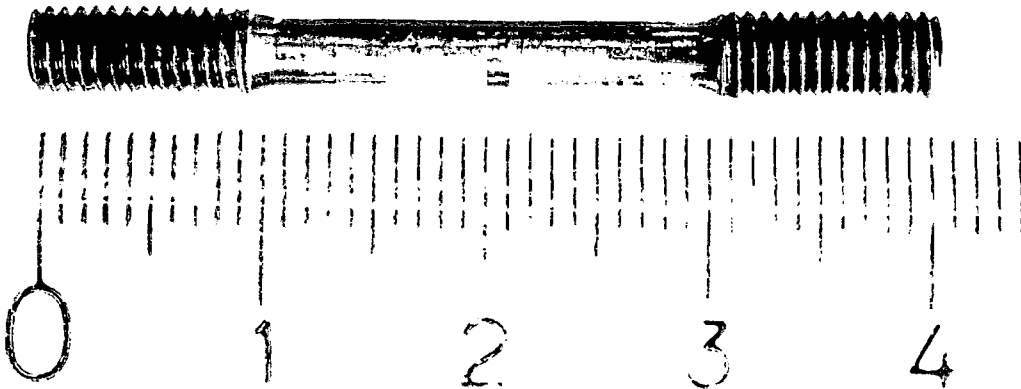




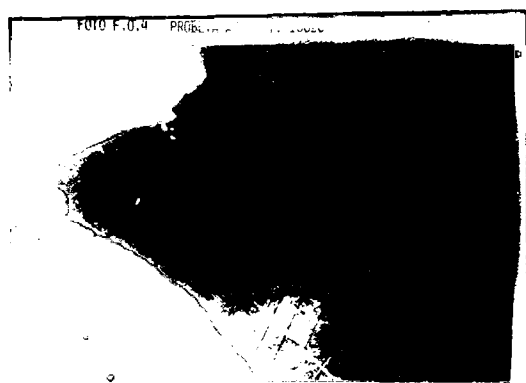
F.O.2

Evolución de la transformación de fase por deformación a temperatura ambiente a) sin "deformación" b) comienzo de la zona plástica con la aparición de algunas placas de martensita. c) multiplicación de las placas y aparición de otras variantes d) id. anterior con mayor deformación.

FOTO.0.3 MACROFOTOGRAFIA MUESTRA  
DEFORMACION POR TRACCION - MICROFO-  
TOGRAFIA CORTE TRANSVERSAL - ESQUE-  
MA MOSTRANDO LAS ZONAS B - M - K



F.O.4



B x 100

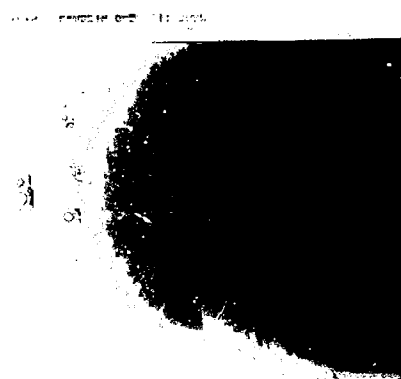


M x 100



K x 100

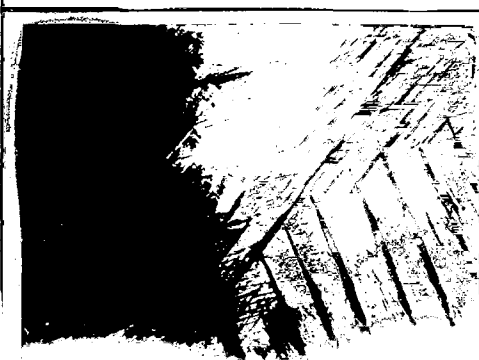
F.O.5



B x 100



M x 100



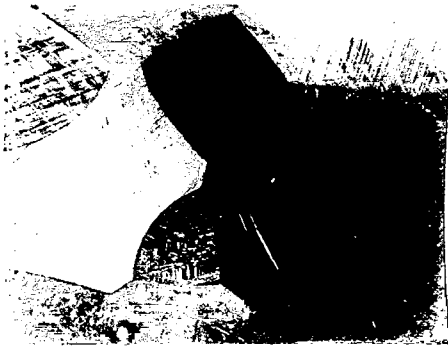
K x 100

500μ

F.O.4. Probeta 2-d - Temperatura de deformación 100°C.

R.O.5. Probeta 8-d - Temperatura de deformación 50°C.

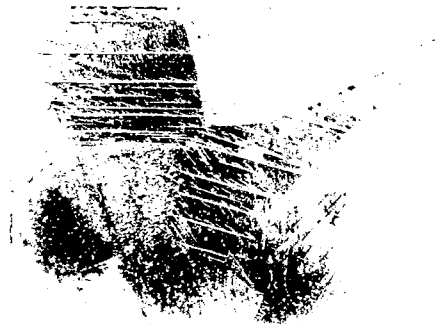
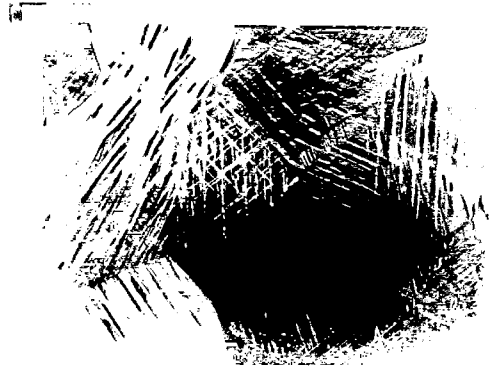
F.O.6



x 100



F.O.7



500 $\mu$

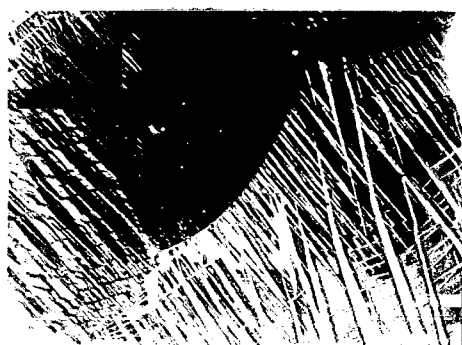
F.O.6. Probeta 4-d - Temperatura de deformación 0°C.

R.O.7. Probeta 1-d - Temperatura de deformación -54°C.

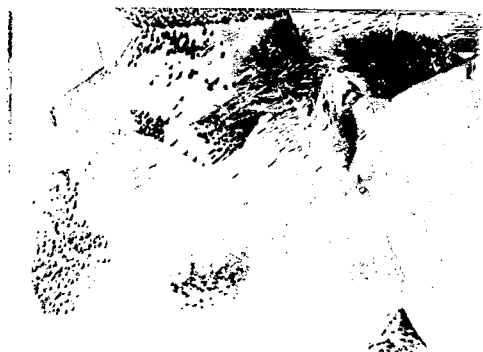
F.O.8



B x 100



M x 100



F.O.9

FOTO F.O.9 PROBETA 7-d T: -193°C



B x 100



M x 100



M x 100

500μ

F.O.8. Probeta 6-d - Temperatura de deformación  $-101^{\circ}\text{C}$

F.O.9. Probeta 7-d - Temperatura de deformación  $-193^{\circ}\text{C}$

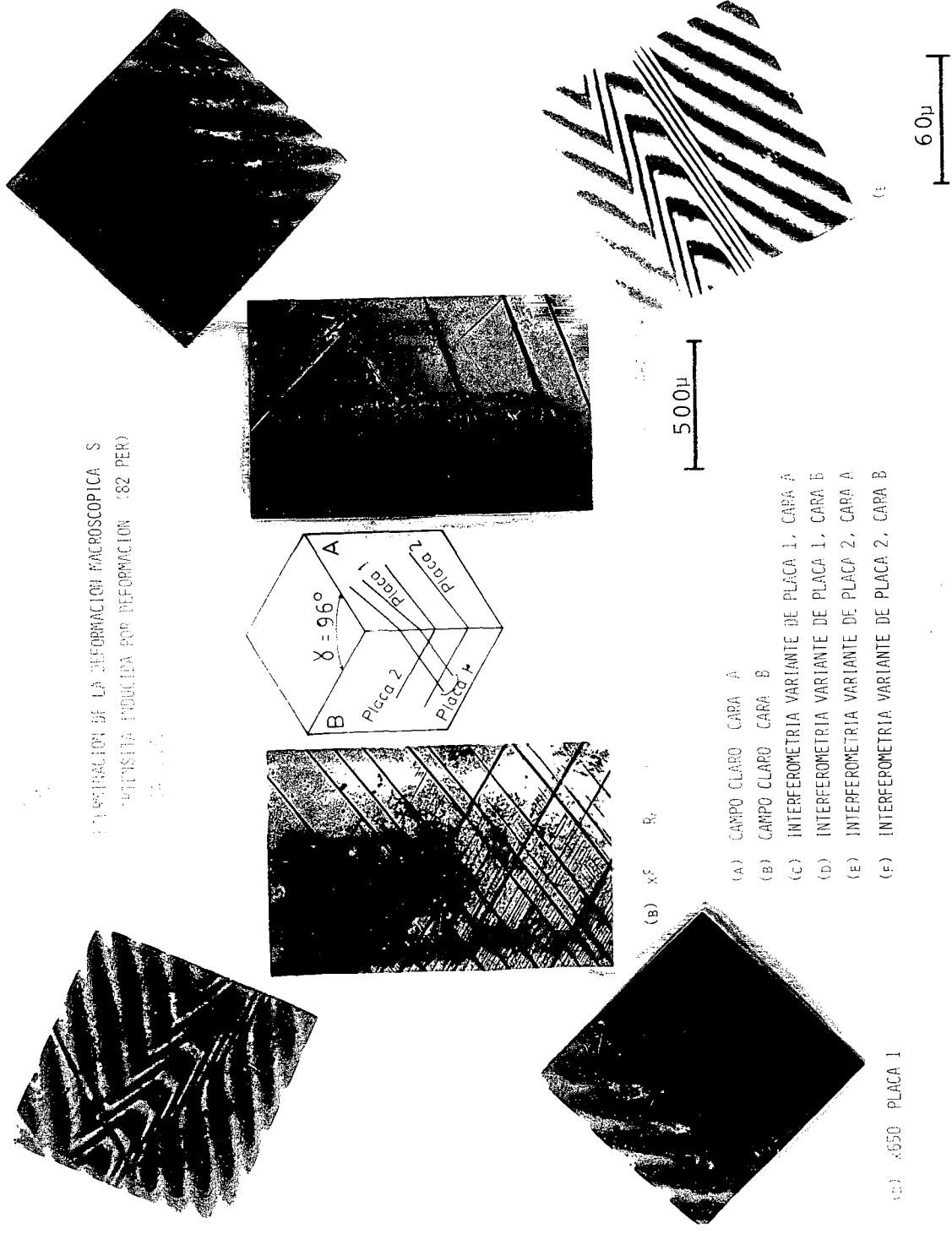
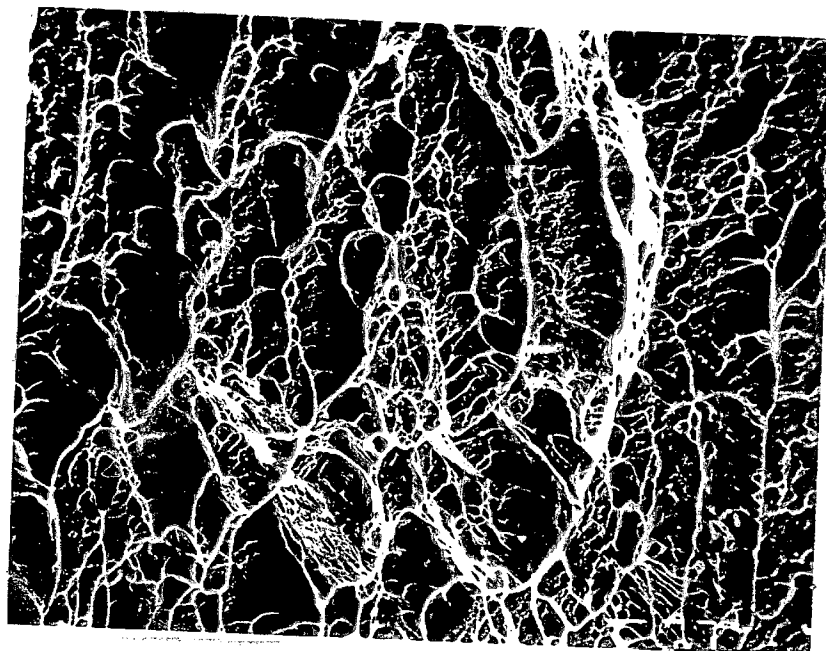


Figura 43.

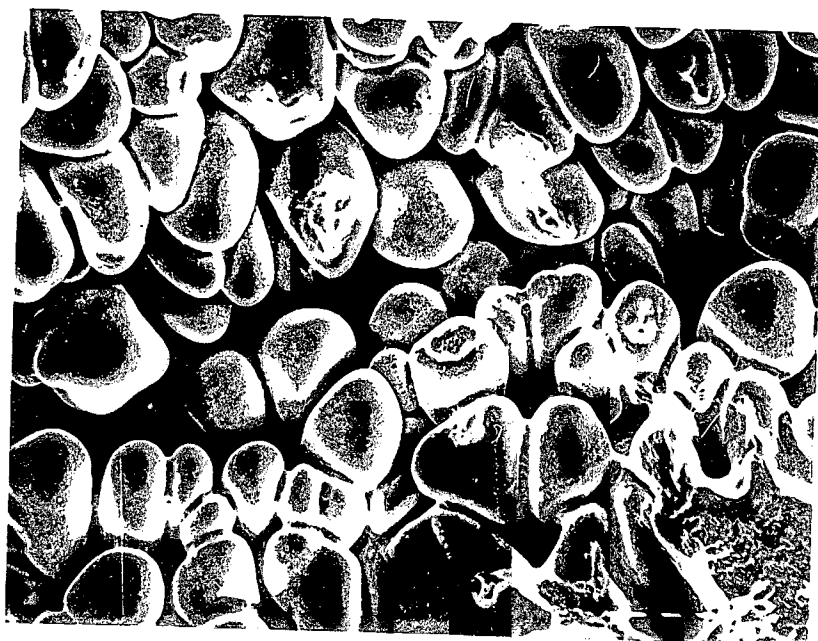
RESULTADOS MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

PROBETA No 2-D      T: 100°C  
1 M.E.B.              x 500



PROBETA No 2-D      T: 100°C  
2 M.E.B.              x 500

40μ



PROBETA Nº 8-1  
3 M.E.B.



60μ

PROBETA Nº 8-D  
4 M.E.B.  
T: 50°C  
x 200



150 μ



100μ

PROBETA Nº 8-E  
5 M.E.B.



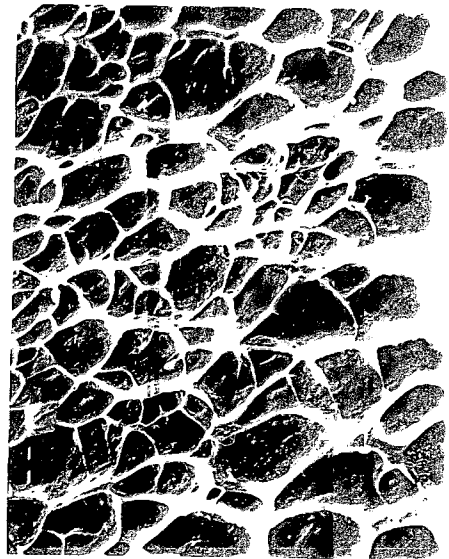
150 μ

PROBETA № 7  
9 M.E.B.  
x50

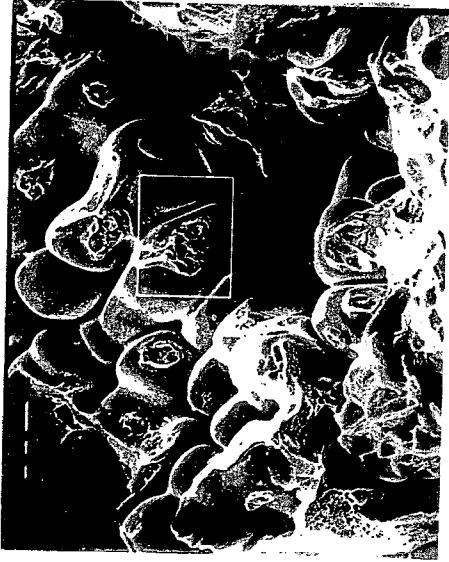


400  $\mu$

PROBETA № 7  
10 M.E.B.  
T: -193°C  
x 500



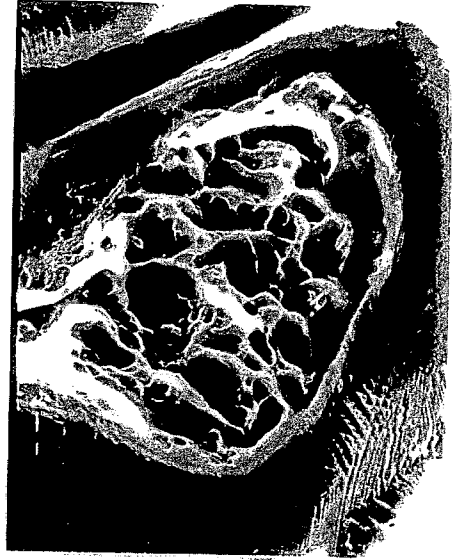
60  $\mu$



PROBETA № 6  
8 M.E.B.

T: -101°C  
x 3000

60  $\mu$



6  $\mu$

## 10. Resultados de microscopía electrónica de transmisión

Se observaron muestras con martensita inducida por deformación, martensita espontánea y martensita combada. Se muestran distintos campos claros y oscuros, como así también los correspondientes diagramas de difracción, de donde se deducen aspectos como relaciones de orientación, morfología, estructura y subestructura, plano de hábito.

La determinación de los ejes de zona para las figuras de difracción, se realizaron comparando con los diagramas standard dados para la estructura cúbica por [71AND] y para la estructura hcp del  $\alpha$ -Zr por [72CAR].

### 10.1. Martensita inducida por deformación

#### 10.1.1. Morfología

Dependiendo de la cantidad de deformación de la muestra, es posible observar toda la muestra transformada, o distintas variantes de placas de martensita en la matriz beta, o solamente alguna placa aislada, cuando la deformación es tal que se ha detenido inmediatamente al superar el límite elástico  $\sigma_{0,2\%}$  de la curva (carga-deformación).

Ver Foto: (4-5-8-9-10) - M 23.2.2. que corresponden a 2 ó 3 variantes de placas.

- Foto 12 - M 23.2.1. corresponde a una región de la muestra totalmente transformada;
- Foto 19 - M 23.2.5. campo claro, muestra totalmente transformada con variables en zig-zag.
- Otra serie de fotos, que muestran una región totalmente transformada, se muestra en las fotos (F 8-10-11-12 - M.8.2.1.), donde se observa en campo claro y campos oscuros 3 variantes de placas de martensita.

Hay que destacar que la matriz bcc, siempre aparece con presencia de la fase omega.

Las placas son alargadas y presentan una interfase con la matriz, definida y rectilínea.

Observadas con M.E., presentan un alto contraste, producido por dislocaciones, que se discute más adelante.

En general, las placas aparecen sin maclas internas. En algún caso particular, cuando la deformación de la muestra ha sido elevada, o por interacción entre variantes de placas, se observan maclas internas. Así por ejemplo, en la (Foto 3 - M.23.2.2.) se tiene una placa atravesada por una macla de deformación. El eje de zona correspondiente, es  $[1\bar{2}10]$  - (Foto 2 - M.23.2.2.) de donde se deduce que un posible polo para la traza del plano de macla, es  $(10\bar{1}2)$ .

En la (Foto 32 - M.23.2.2.) sobre una variante principal "gruesa", inciden otras placas secundarias correspondientes a otra variante, que por interacción generan sobre la placa principal bandas que la atraviesan. El eje de zona correspondiente a la placa principal, es el  $[1\bar{2}13]$ , ver diagrama de difracción (F 34 - M.23.2.2.) y el eje de zona de la banda es el  $[1\bar{2}10]$ , ver diagrama de difracción (Foto 33 - M.23.2.2.).

Analizando dichos diagramas de difracción sobre proyecciones estereográficas, se determina el posible polo de ese plano de macla.

En la proyección N° 47, se ha dibujado para un polo  $(\bar{1}\bar{1}23)$  el gran círculo correspondiente, sobre el cual se han marcado los puntos A( $01\bar{1}1$ ); B( $10\bar{1}1$ ); C( $1\bar{1}00$ ); D( $\bar{1}2\bar{1}1$ ). Considerando como posible polo del plano de macla el  $(1\bar{1}02)$ , se ha dibujado el gran círculo correspondiente y tomando a éste último como plano de reflexión, resultan los puntos  $A_T$ ,  $B_T$ ,  $C_T$  y  $D_T$  como imágenes reflejadas de los A, B, C y D anteriores y coincidentes con los respectivos

polos sobre el gran círculo del eje de zona ( $\bar{1}2\bar{1}0$ ) - orientación de la banda. Se verifica así que el plano de macla es del tipo ( $10\bar{1}2$ ), diferente a los normalmente medidos ( $10\bar{1}1$ ) para la martensita espontánea y combada.

Se concluye entonces que esa macla ( $10\bar{1}2$ ) no es de transformación, sino de deformación.

En algún caso, la banda no atraviesa totalmente la placa, tal como se muestra en la (Foto 30 - M.23.2.2.).

Una región de muestra totalmente transformada, con placas alternativamente macladas, se observan en (Foto 2 - M.23.2.1.) y un campo oscuro, de las mismas placas, donde se aprecian claramente las maclas internas, está dado en (Foto 6 - M.23.2.1.).

Otro tipo de morfología de placa de martensita deformada con bandas internas, que se aproxima más a una morfología tipo martensita combada, se dá en el campo claro F19 y campos oscuros correspondientes a las bandas y placa F18 y 21 - M.23.2.1. Adyacente a la placa se tiene la matriz bcc. Ha sido muy difícil, por el tamaño de esta placa, tener un diagrama de difracción completo o indexarlo.

Una evidencia directa de macla tipo ( $10\bar{1}2$ ) en el interior de la martensita deformada, se tiene del campo claro F.25 y campo oscuro de las maclas internas F.26 y el respectivo diagrama de difracción F.24 - M.23.2.1.

Otra serie de fotografías, que corresponden a una placa de martensita inducida por deformación, pero que presenta una morfología semejante a la denominada martensita combada, se dá en las (Fotos 21, 22 y 23 - M.8.2.). Se trata de una placa, con bandas internas. Al efectuar los campos oscuros, se observa la placa en F.21, las bandas internas, F.22 apareciendo en dicha foto la matriz bcc adyacente sin iluminación y la matriz en F.23.

De las observaciones con M.O., no quedaba claro si las bandas internas correspondían a matriz sin transformar. En el caso anterior, queda demostrado de que dichas bandas no pertenecen a la matriz bcc. Por razones de tamaño pequeño de la placa, no fue posible tener un diagrama de difracción definido y determinar en este caso el tipo de plano, correspondiente a la interfase banda-placa. Sobre la interfase placa-matriz bcc, se puede observar en algún caso, la aparición de otra placa adyacente o de "acomodación" (Foto 6 y 11 - M.23.2.2.).

Un montaje en campo claro, donde se observa claramente la placa adyacente, se muestra en las (Fotos 27, 28 y 29 - M.23.2.2.).

### 10.1.2. Relaciones de orientación

10.1.2.1. Entre la matriz y las placas de martensita: Se observa siempre (dentro de la precisión del M.E.), que se cumple la relación de Burgers  $(000\bar{2})//(\bar{1}10)$ ;  $\langle \bar{1}\bar{2}10 \rangle // \langle 111 \rangle$  (Fig. 2). De las (Fotos 21, 22, 23 y 16 - M.23.2.2.) se tiene una matriz bcc con eje de zona  $[111]$ , que resulta paralelo al eje de zona  $[\bar{1}\bar{2}10]$  de la placa principal y además de las Fotos 21 y 23 se determina que  $[110]//[0001]$ ; es decir que se cumplen las relaciones de Burgers.

La (Foto 26 - M.23.2.2.) corresponde al diagrama de difracción de la variante de placa incidente, con eje de zona  $[\bar{1}\bar{2}13]$ . Comparando ese diagrama de difracción con el de la matriz bcc, resulta  $[111]//[1\bar{2}13]$  y  $(110)//\tilde{\gamma}(10\bar{1}0)$ .

De la serie de (Fotos 27, 31 - M.23.2.1.), se tiene que el eje de zona de la matriz bcc  $[001]$ , es cercano al eje  $[\bar{1}\bar{2}10]$  de las variantes de martensita. Este resultado, también coincide con las relaciones de Burgers (Fig. 2).

10.1.2.2. Entre variantes de placas de martensita: Se encuentran variantes con los ejes  $c^*$  a  $90^\circ$  o a  $60^\circ$  entre sí. Esto está de acuerdo con los ángulos entre direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la fase bcc original, ya que de acuerdo a las relaciones de Burgers, los ejes  $\underline{c}$  son paralelos a direcciones  $\langle 110 \rangle$ .

Debido al tamaño reducido de la placa adyacente, no ha sido posible determinar el diagrama de difracción correspondiente, lo que hubiera permitido definir mejor la interfase con la placa incidente.

Otra medición de la relación de orientación entre placas, se dá en el campo claro (Foto 10 - M.23.2.1.), donde se tiene toda la muestra transformada. Los diagramas de difracción correspondientes a cada placa, se tiene en las (Fotos 8 y 9 - M.23.2.1.), donde los ejes de zona son respectivamente  $[0001]$  y  $[01\bar{1}1]$ . El ángulo entre dichos ejes, es de  $61.4^\circ$ , lo que está de acuerdo con la relación de Burgers y de suponer que cada eje  $\underline{c}^*$  resulta paralelo a un eje  $\langle 110 \rangle$  de la matriz bcc. El ángulo entre 2 variantes de esos ejes, es de  $60^\circ$ . El diagrama de difracción superpuesto para ambas placas, se dá en (Foto 11 - M.23.2.1.).

De la serie de Fotos 27 a 31 - M.23.2.1., se tiene un campo claro con 2 variantes de placas en una matriz bcc. Los diagramas de difracción, correspondientes a cada placa, resultan con ejes de zona tipo  $[1\bar{2}10]$  con los ejes  $c^*$  rotados  $90^\circ$  entre sí. Este resultado también está de acuerdo con que los ejes  $c^*$  son paralelos a direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la matriz, correspondientes a variantes que forman un ángulo de  $90^\circ$ .

De las (Fotos 1182-1185 - M.8.2.1.), se tiene el diagrama de difracción y campo claro de 2 placas de martensita, con ejes de zona tipo  $[1210]$ , tal que los ejes  $\underline{c}^*$  están rotados  $90^\circ$ , es decir un resultado equivalente a la serie de fotos anteriores. No se encontraron relaciones de maclado entre distintas variantes de placas de martensita.

## 10.2 Martensita espontánea

### 10.2.1. Morfología

Las placas de martensita formadas por templado, presentan una morfología similar a la de las aleaciones binarias Zr-Nb, con 0.8% Nb 7% en peso. Es decir, aparecen alargadas-aciculares típicas, con maclas en su interior. Dentro de cada variante de macla, se observa una subestructura interna.

Una imagen en conjunto, con poco aumento; de placas de martensita con fase bcc retenida e incluso algunas placas "aisladas" tipo martensita combadas, se muestra en las (Fotos 1,2,3,5 - M.17.1.1.).

Una imagen "típica" de muestra totalmente transformada, se observa en las (Fotos 19,20 - M.17.1.1.). En la (Foto 6 - M.17.1.1.), se observa una región totalmente transformada con una variante de placa que presenta la traza del plano de macla, formando un ángulo de casi  $90^\circ$  con el plano de hábito.

La interfase  $\beta$ -martensita, en promedio, es lineal, es decir que corresponde a un plano de hábito o interfase común. Sin embargo, cuando se observa con buena condición de contraste, aparecen "escalones" formados por el encuentro de cada variante de macla con la fase matriz bcc. Cada uno de esos escalones, sí representa una interfase sin distorsión o plano de hábito (Ver análisis martensita combada). Esa imagen se ve nítidamente en (Foto 1153 - M.17.1.1.) y también en (Foto 4 - M.17.1.1.).

Las porciones de fase bcc retenida, aparecen siempre con precipitados omega, tal como se muestra en (Fotos 1159, 1160 M.17.1.1.) con una orientación  $[012]$  y el campo oscuro correspondiente a los precipitados omega. El mismo resultado se observa en las (Fotos 9 y 10 - M.17.1.1.).

## 10.2.2. Relaciones de orientación

10.2.2.1. Entre la matriz y las placas de martensita: Se cumplen las relaciones de Burgers (Ver Fig. 2). Una comprobación experimental es la dada en las (Fotos 1174 - 1175 - 1176), donde se tiene que  $(0001)_{\alpha'}$  es paralelo a  $(110)_{\beta}$ . Igualmente, vemos que  $(111)_{\beta}$  es paralelo a  $(1210)_{\alpha'}$ , (Fotos 1178- 1179 - M.17.1.1.).

En la serie de (Fotos 1246, 1249 - M.17.1.3.), se observan dos placas de martensita en orientación  $[\bar{7}253]$ , con una porción de material entre las dos placas, en fase bcc y orientación  $(\bar{1}13)$ .

10.2.2.2. Entre variantes de placas de martensita: Se han determinado relaciones de orientación entre placas de martensita adyacentes, resultando un ángulo entre los ejes de zona correspondientes de aproximadamente  $60^{\circ}$ .

## 10.3. Martensita combada

### 10.3.1. Morfología

Designamos así, a placas de martensita que aparecen durante el templado, en aleaciones con un contenido de Nb en el rango de transición, es decir que coexisten luego del templado, fase bcc con precipitados omega, fase martensita espontánea  $\alpha'$  y placas de martensita en general aisladas, que llamamos martensita combada.

Podemos distinguir dos tipos "extremos" de martensita combada:

- a) placas que en promedio presentan con la fase matriz, una interfase lineal.
- b) placas que presentan una interfase curvilínea.

También aparecen casos intermedios. Por ejemplo:

En la (Foto 11 - M.19.2), se tiene un campo claro de una placa maclada, con distintos espesores para cada variante de macla. La interfase, entre cada variante de macla y la matriz bcc es lineal. Consideramos que se trata de un plano de hábito o interfase sin distorsión, mientras que en promedio "macroscópico" la interfase será lineal, si los espesores relativos para cada variante de macla se mantiene constante, sinó será curvilínea.

En la (Fig.14 - M.19.2), tenemos una placa maclada, con interfase en promedio lineal. Observar los escalones que forma cada variante de macla con la matriz bcc y la subestructura interna en cada macla.

Que los espesores relativos correspondientes a las 2 variantes de maclas, no se mantengan constantes e igual a 1:3 (martensita espontánea) es otra característica -o definición- de martensita combada.

Puede suceder que una placa sin maclado presente una interfase curvilínea con la matriz B, tal como se muestra en la (Fig.17 - M.19.2.), con el correspondiente diagrama de difracción de la placa (Fig.18 - M.19.2) con eje de zona  $[2\bar{2}01]$ .

Imágenes con bajo aumento, incluyendo ambos tipos de martensita combada, se dá en las (Fotos 19-20-21 - M.19.2).

En las (Fotos 10-12-13-14-15 - M.19.1.1.), pueden verse placas de martensita aisladas con maclas internas y distintos espesores correspondientes a cada variante de macla. En estos casos, podemos considerar que en promedio la interfase es lineal.

En las (Fotos 18-23-28 - M.19.1.1.), tenemos diversas placas de martensita con interfase curvilínea.

### 10.3.2. Relaciones de orientación

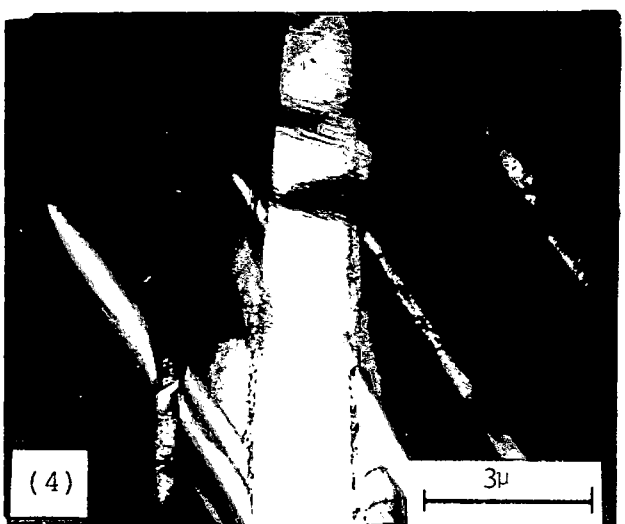
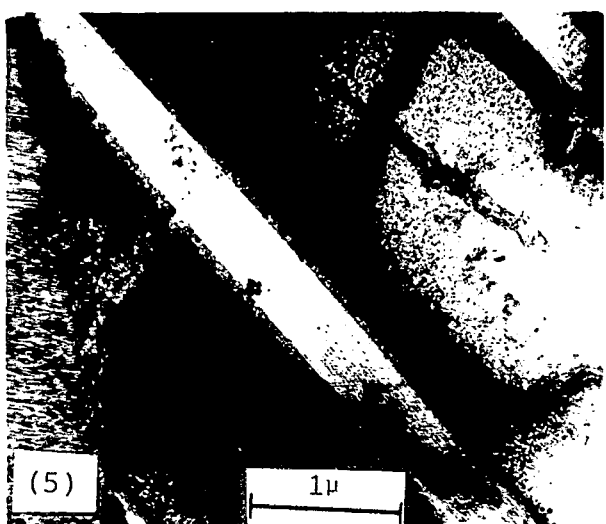
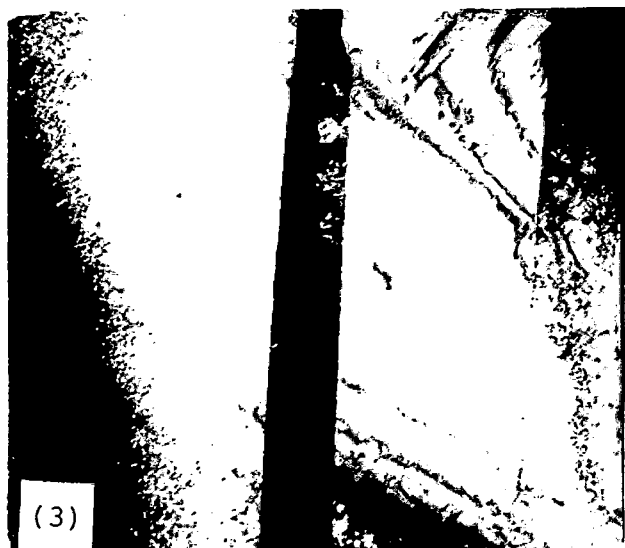
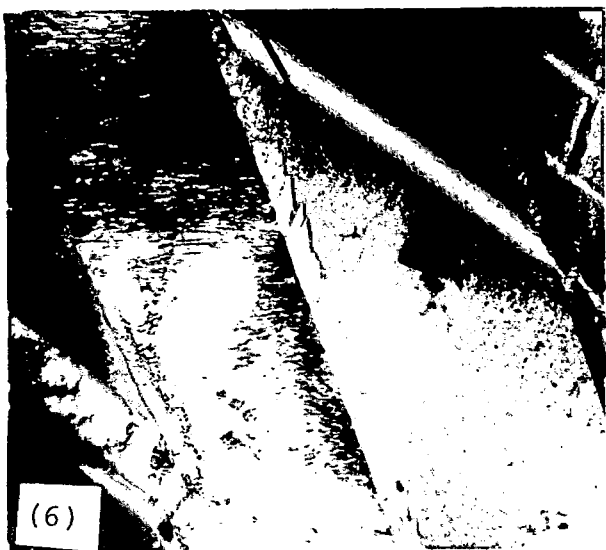
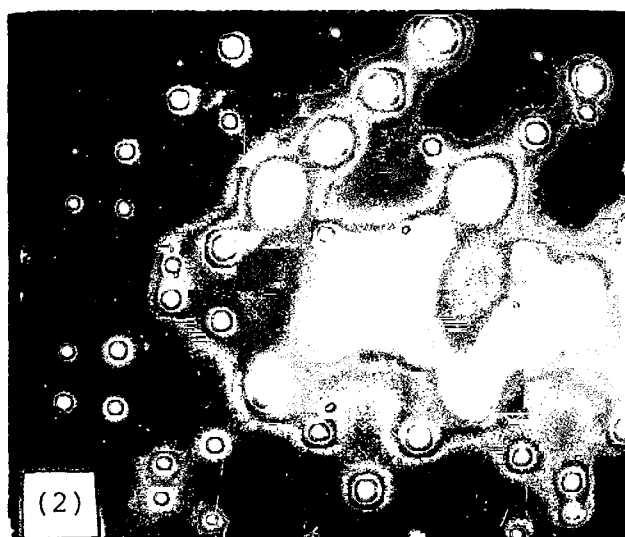
#### 10.3.2.1. Entre la matriz y las placas de martensita.

La relación de orientación entre matriz y placa, en este caso, también está de acuerdo con las relaciones de Burgers (Fig. 2).

Una comprobación experimental, la dan las (Fotos 13-14-16- M.19.2). La determinación del eje de zona de la matriz, no es totalmente claro en este caso, por la superposición de los diagramas de difracción  $\alpha'$  COMBADA-bcc; pero se puede determinar que se trata de una orientación (110) paralela a la placa con orientación  $[01\bar{1}1]$ .

En la serie de (Fotos 1141-1142-1143 - M.19.1.1.), se dan: el diagrama de difracción de la matriz bcc, con orientación (110) y donde se pueden observar claramente los spots producidos por los precipitados omega, un campo claro de una placa maclada y aislada en la matriz bcc y otro campo claro, apartado del anterior en  $3^\circ$ , con el fin de tener un buen contraste y definición de las interfases variantes de macla con fase matriz (escalones). También es posible observar la subestructura dentro de la variante más gruesa de macla.

En las (Fotos 1268-1269 - M.19.1.1.) tenemos una placa de martensita combada con maclas. Del análisis del campo claro y diagrama de difracción respectivo, resultan las variantes de maclas con ejes de zona tipo  $[1210]$  y paralelos a la dirección  $[111]_\beta$ . Las direcciones de los polos basales resultan a  $60^\circ$  entre sí. Es también posible observar un alargamiento de los spots, según las direcciones normales a la subestructura de cada variante de macla ("streaking").



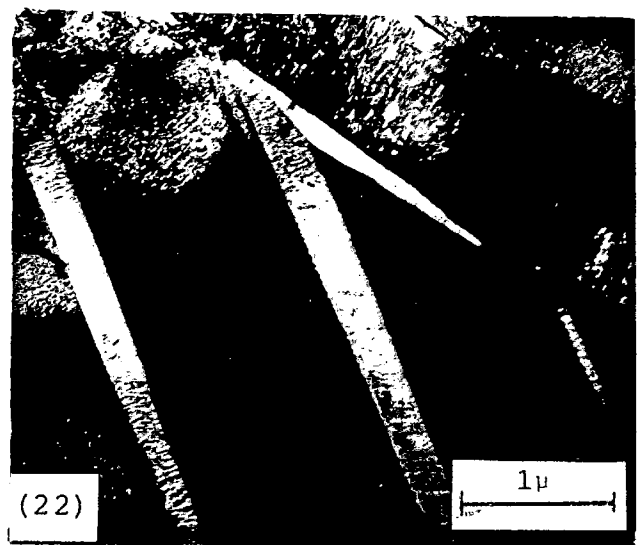
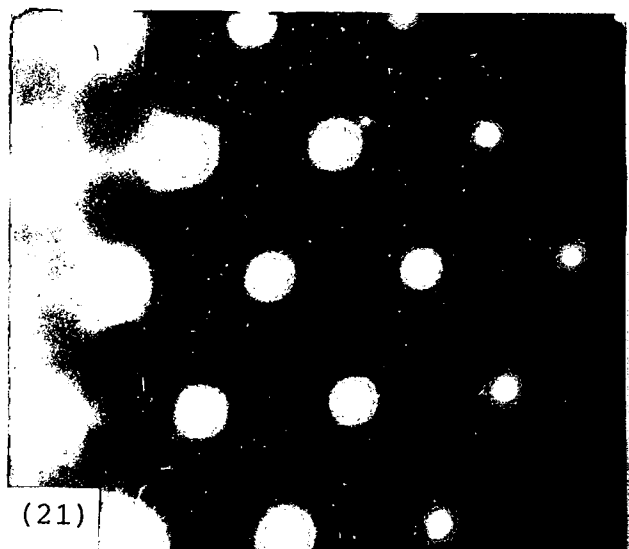
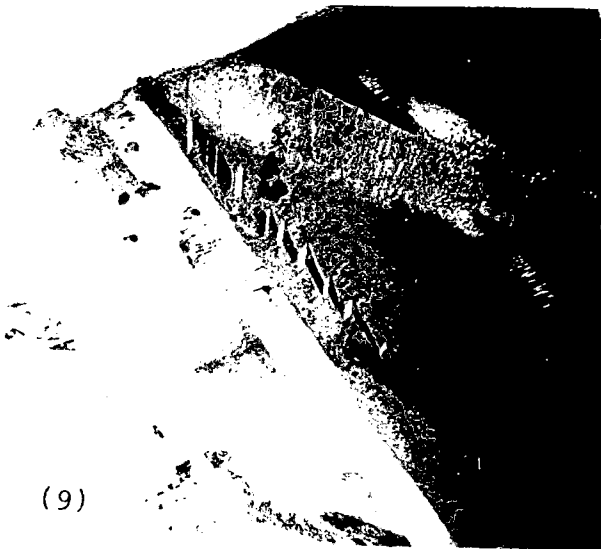
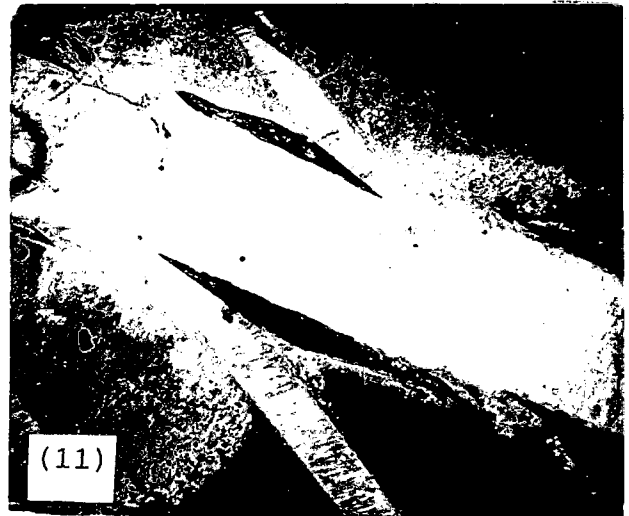
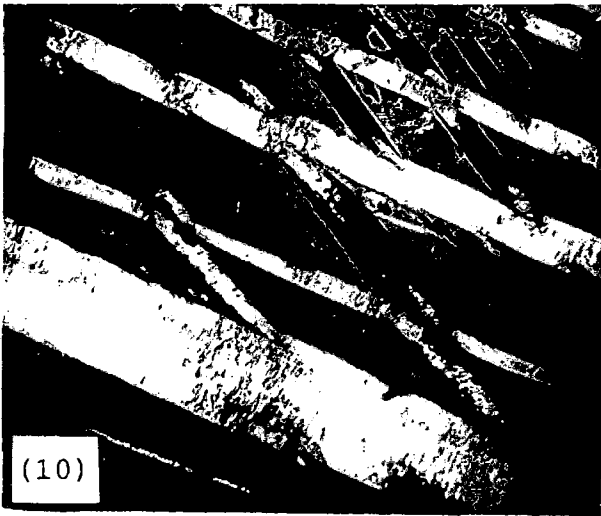
M. 23.2.2. (2) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  - Plano macla  $(101\bar{2})$  -  $\alpha'_D$ .

M. 23.2.2. (3) C.C.-  $\times 20.000$  - Placas  $\alpha'_D$ , atravesada por macla.

M. 23.2.2. (4) C.C.-  $\times 7.000$  - 2 variantes  $\alpha'_D$  con  $\beta$ .

M. 23.2.2. (5) C.C.-  $\times 20.000$  - Contraste dentro placa secundaria.

M. 23.2.2. (6) C.C.-  $\times 20.000$  - Interfase con  $\alpha'_D$  de ajuste.



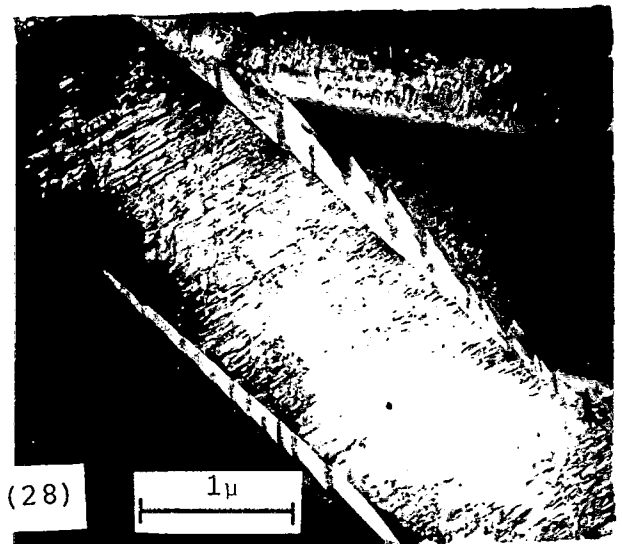
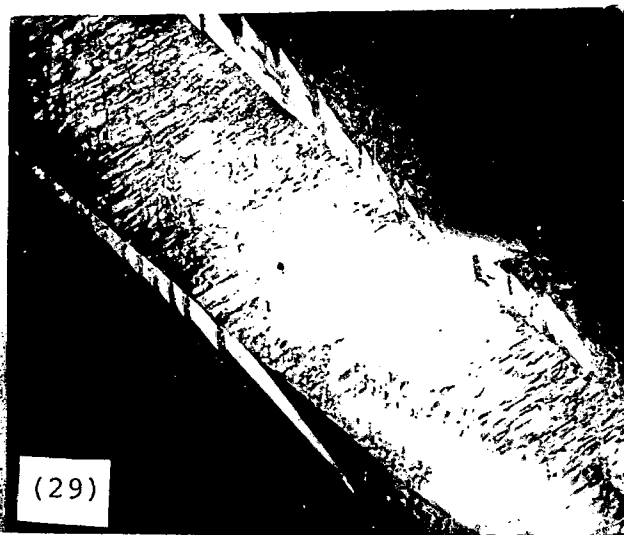
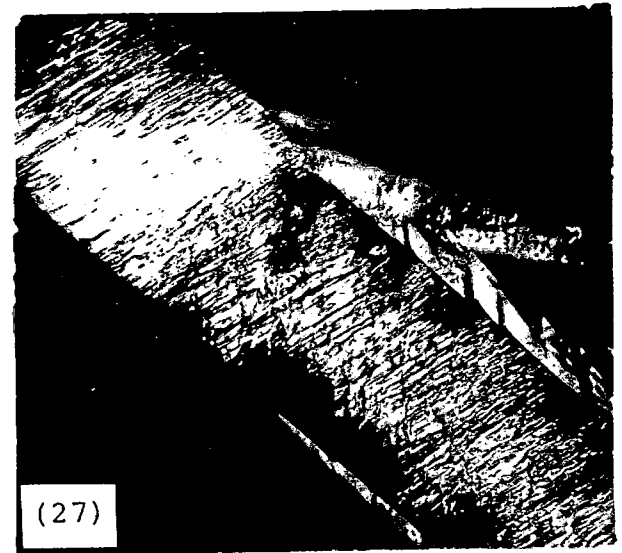
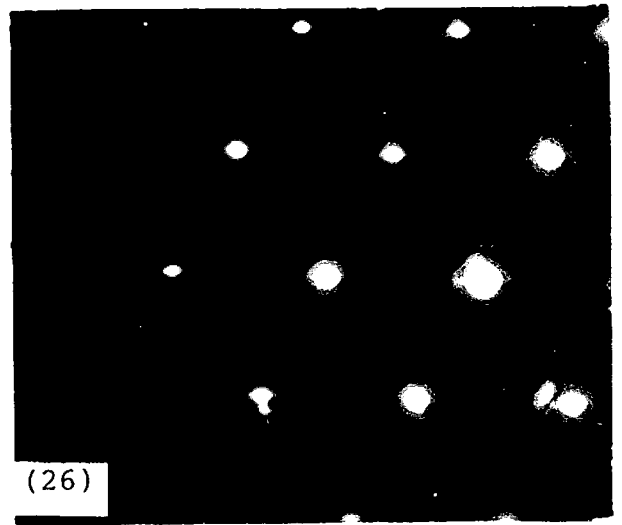
M. 23.2.2. (8) - C.C.-  $\times 20.000$  - Tres variantes  $\alpha'_D$  en  $\beta$

M. 23.2.2. (9) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placas  $\alpha'_D$ .

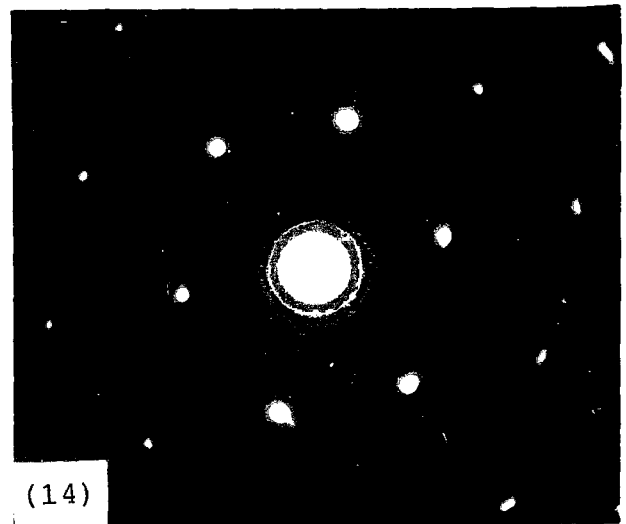
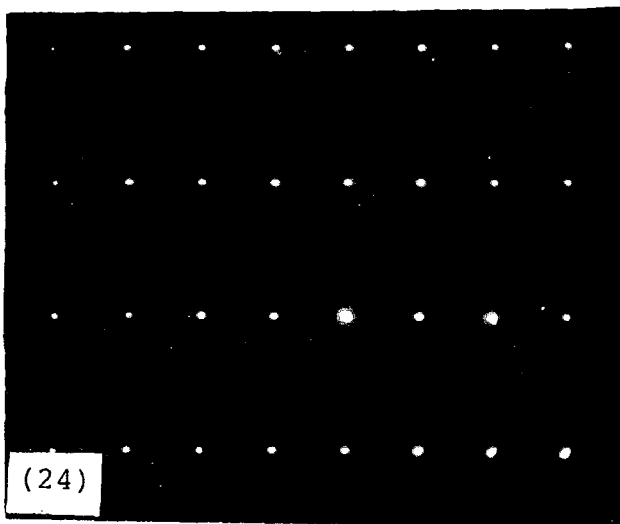
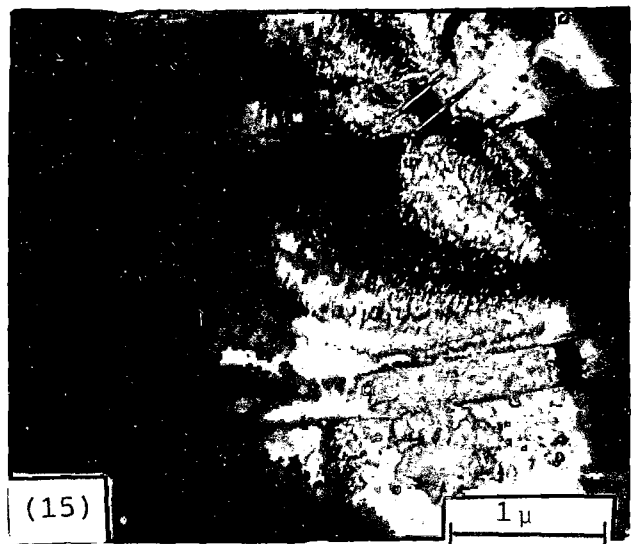
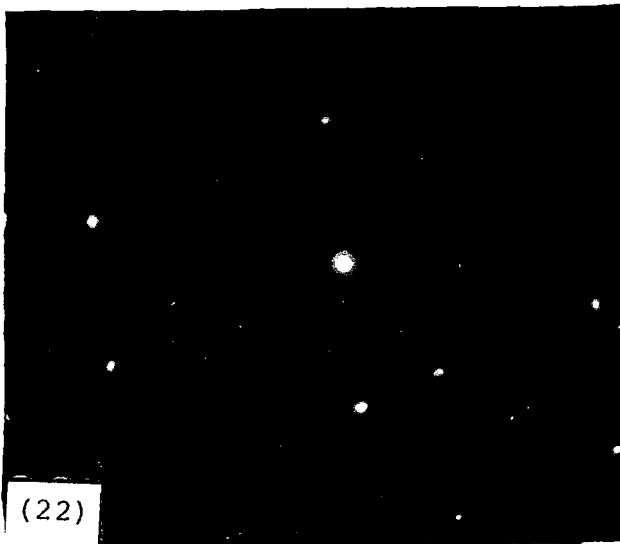
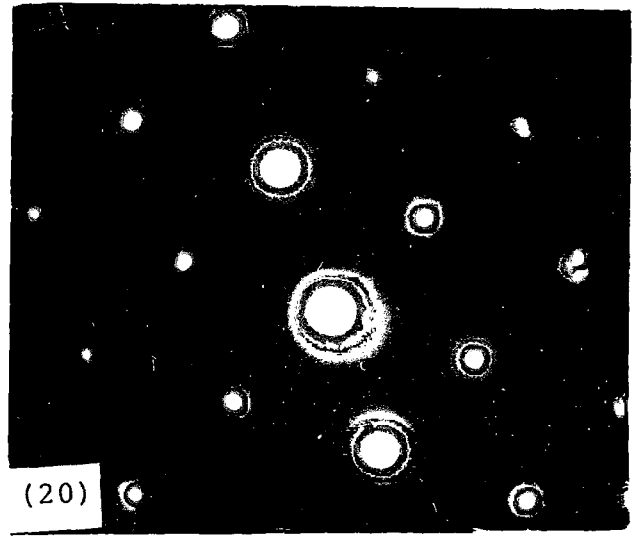
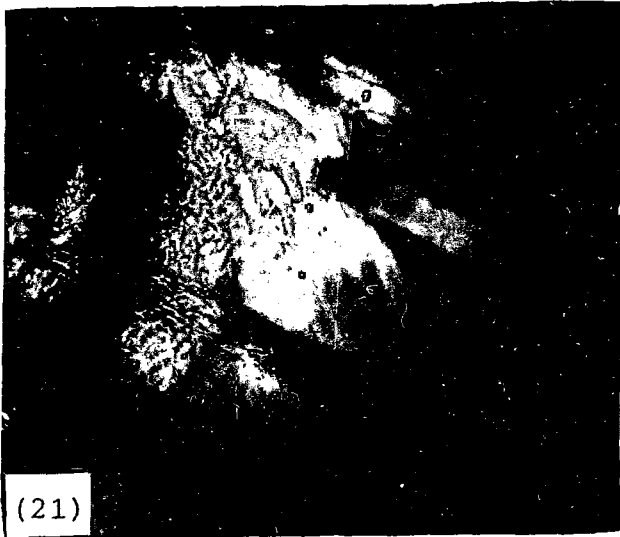
M. 23.2.2.(10) - C.C.-  $\times 20.000$  - Martensita zig-zag.

M. 23.2.2.(11) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placa principal y secundaria, interfase.

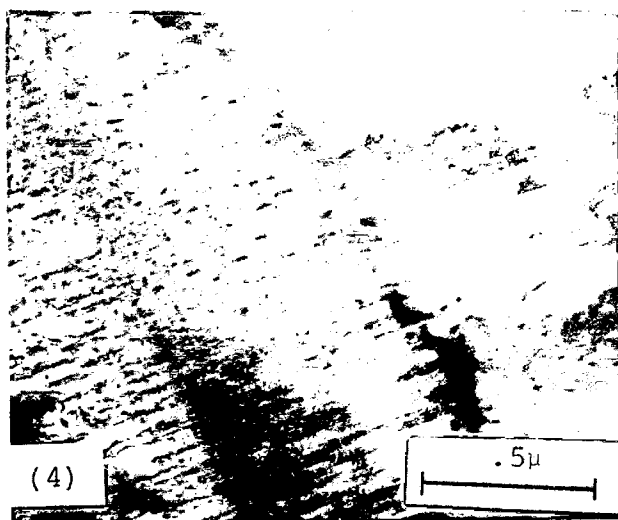
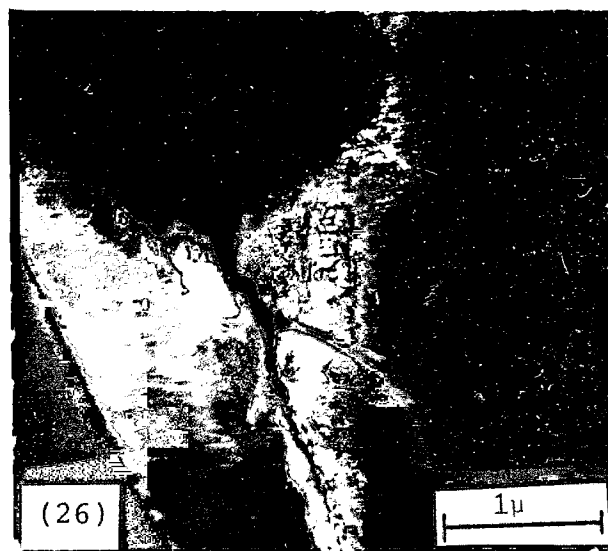
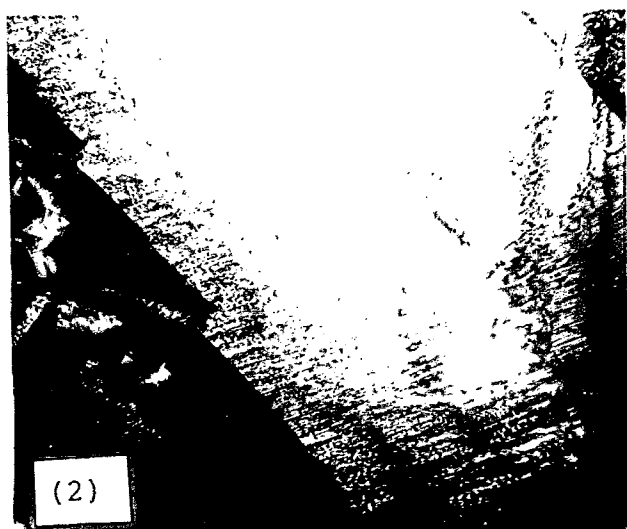
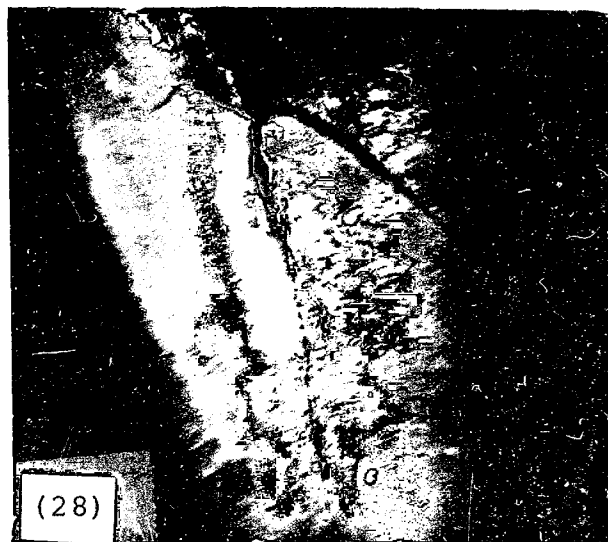
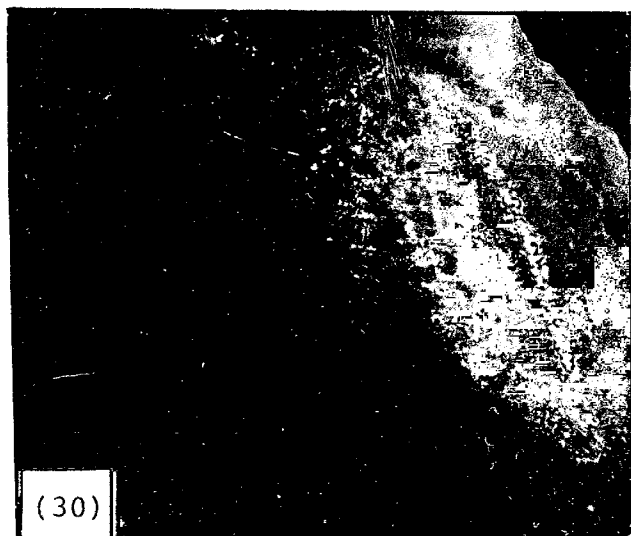
M. 23.2.2.(21) - D.D.-  $[111]_{\beta}$  - Orientación foto (22).



- M. 23.2.2. (26) D.D.-  $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}3]$  de variante principal, foto (22).  
M. 23.2.2. (27), (28) y (29) C.C. -  $\times 20.000$  - Montaje placa  $\alpha'_D$ , subestructura fina, placa secundaria, placa adyacente.  
M. 23.2.2. (30) C.C.-  $\times 20.000$  - Banda inducida por deformación en  $\alpha'_D$ .  
M. 23.2.2. (32) C.C.-  $\times 20.000$  - Banda producida por interacción entre placas.



- M. 23.2.4. (14) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}3]$  -  $\alpha'_D$  - No doble spot.  
M. 23.2.4. (15) C.C.-  $\times 20.000$  - Traza m normal  $(10\bar{1}1)$ .  
M. 23.2.4. (20) D.D.-  $[1\bar{2}13]$  -  $\alpha'_D$  - No doble spot.  
M. 23.2.4. (21) C.C.-  $\times 20.000$  - Traza m normal  $(10\bar{1}1)$ .  
M. 23.2.4. (22) D.D.-  $[113]_\beta$  con spots  $\omega$ .  
M. 23.2.4. (24) D.D.-  $[\bar{1}210]$  - Orientación foto (25) y siguientes.



M. 23.2.5. (2) C.C.-  $\times 20.000$  -  $\alpha'_D$  - Placa con trazas m.

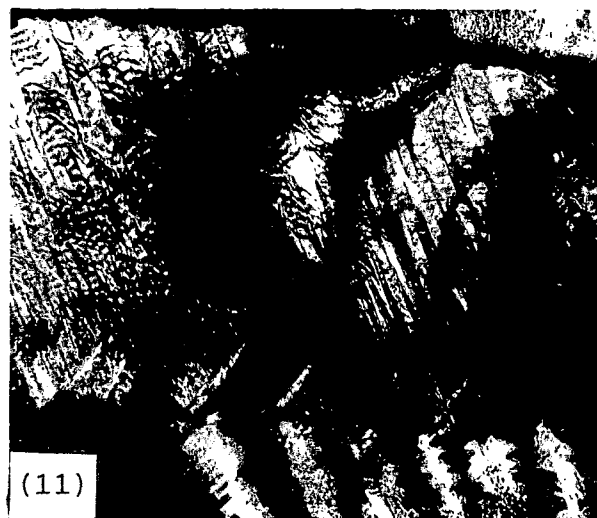
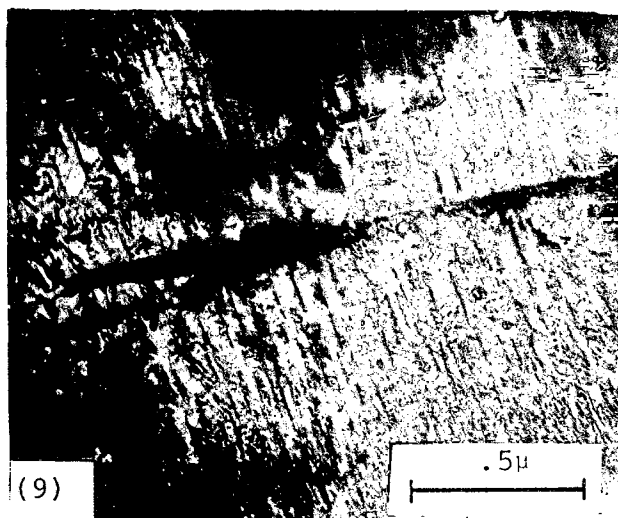
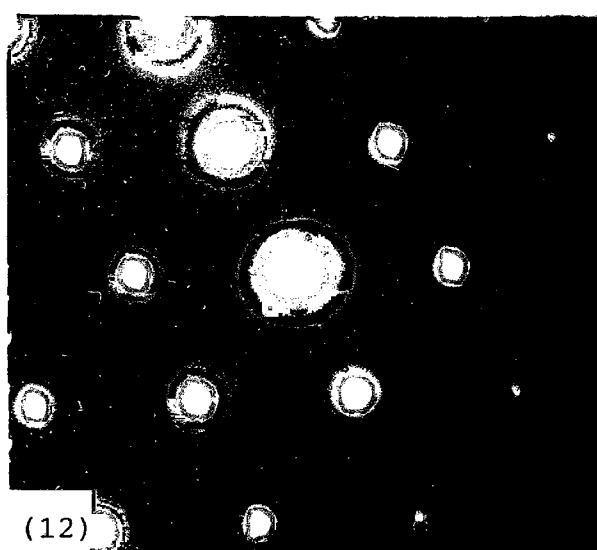
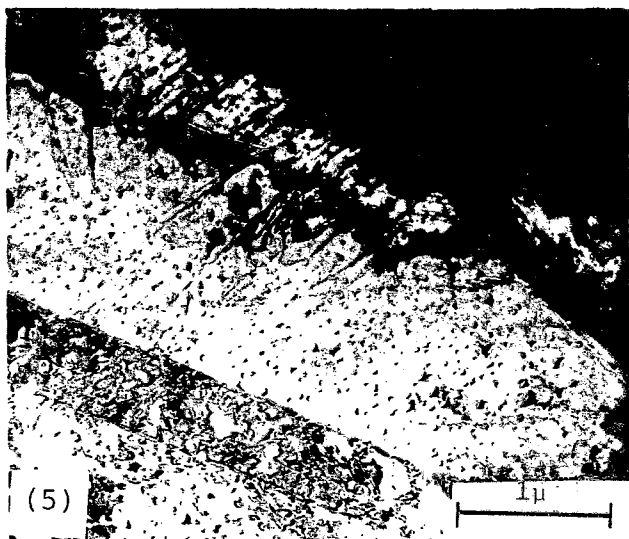
M. 23.2.5. (4) C.C.-  $\times 44.000$  -  $\alpha'_D$  - Trazas subestructura fina.

M. 23.2.4. (28) C.O.-  $\times 20.000$  - Subestructura fina - spot (10 $\bar{1}1$ ).

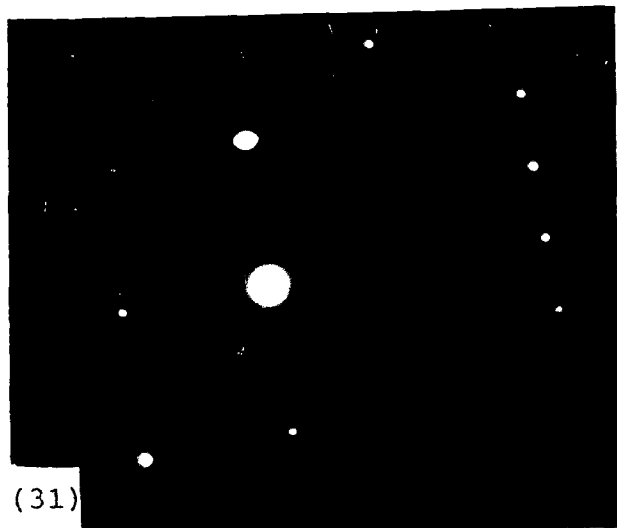
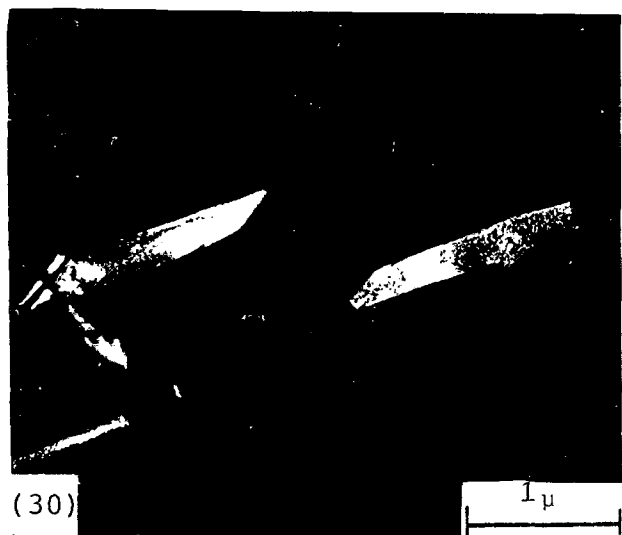
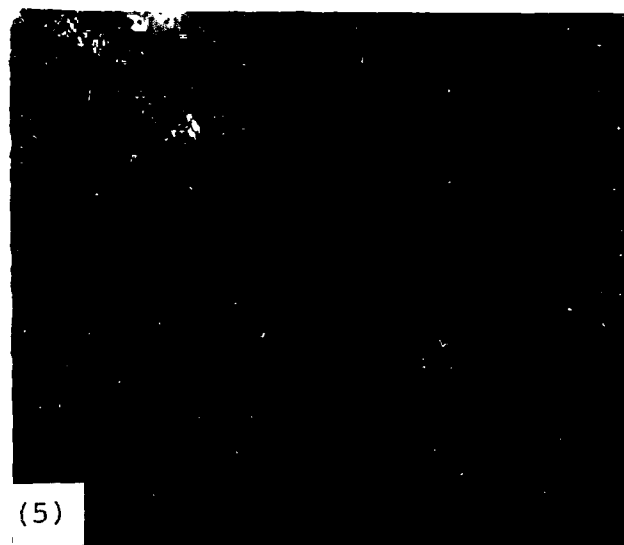
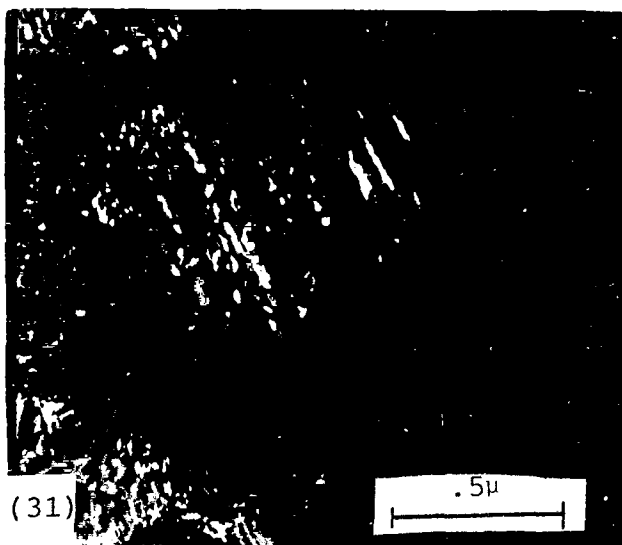
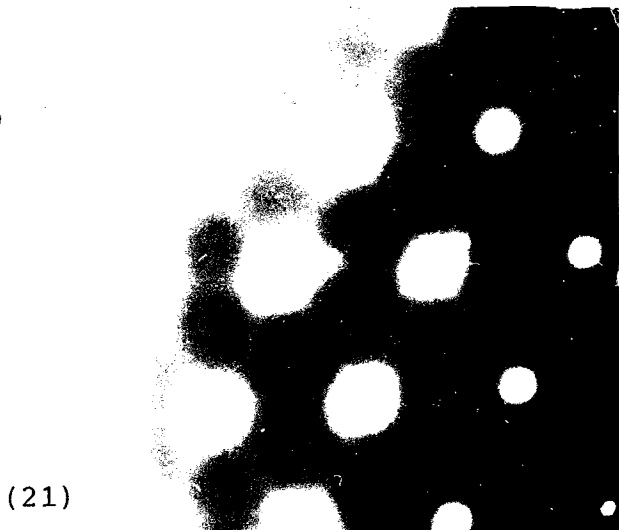
M. 23.2.4. (30) C.O.-  $\times 20.000$  - Subestructura fina - spot (0001).

M. 23.2.4. (25) C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$ .

M. 23.2.4. (26) C.O.-  $\times 20.000$  - Subestructura fina - spot (10 $\bar{1}0$ ).



- M. 23.2.5. (5) C.C.-  $\times 20.000$  - Matriz B adyacente zona con  $\alpha'_D$ .  
M. 23.2.5. (6) C.C.-  $\times 20.000$  - Variantes  $\alpha'_D$ .  
M. 23.2.5. (9) C.C.-  $\times 44.000$  - Trazas "aisladas" m y m'.  
M. 23.2.5. (11) C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$  con trazas subestructura fina.  
M. 23.2.5. (12) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}3]\alpha'_D$  - de placa (11).  
M. 23.2.5. (16) C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$  con trazas subestructura fina.



M. 23.2.1. (30) C.O.-  $\times 20.000$  - Spot  $(10\bar{1}1)$  - placa secundaria  $\alpha'_D$  orient.  $(\bar{1}2\bar{1}0)$ .

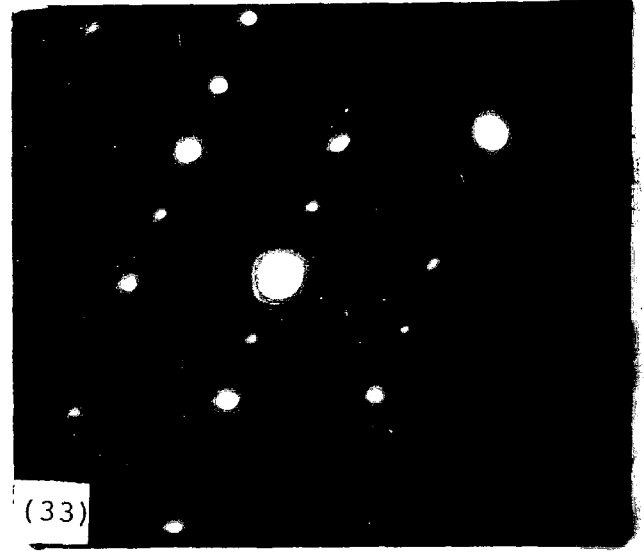
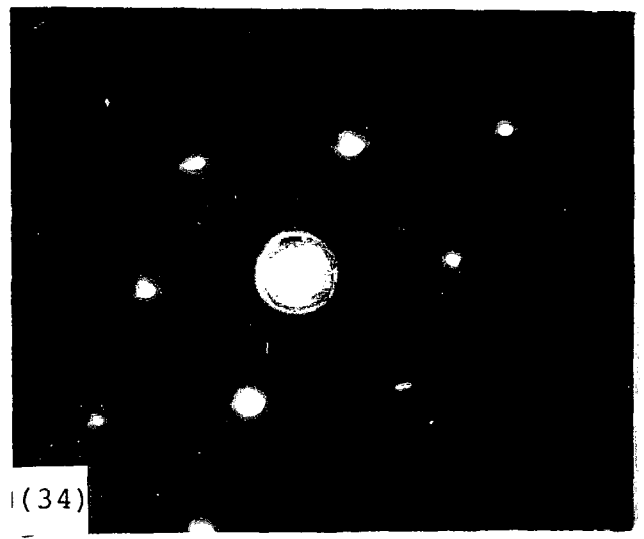
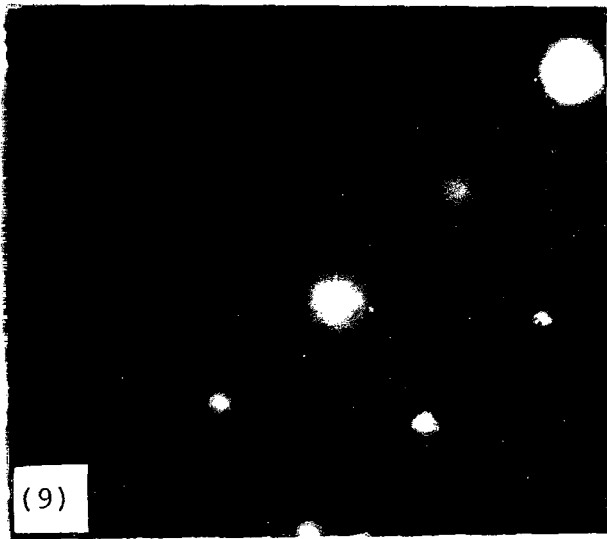
M. 23.2.1. (31) D.D.-  $[001]_B$  - Matriz adyacente placa anterior.

M. 23.2.4. (4) D.D.-  $[5\bar{1}\bar{4}3]$  - Foto 5

M. 23.2.4. (5) C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$  - traza  $m \perp (01\bar{1}1)$ .

M. 23.2.2 (21) D.D.-  $[111]_B$  - Orientación foto (22).

M. 23.2.3. (31) C.C.-  $\times 44.000$  -  $\alpha'_D$  - subestructura fina.



M. 23.2.2. (33) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  del interior de la banda foto (32).

M. 23.2.2. (34) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}3]$  de placa conteniendo banda foto (32).

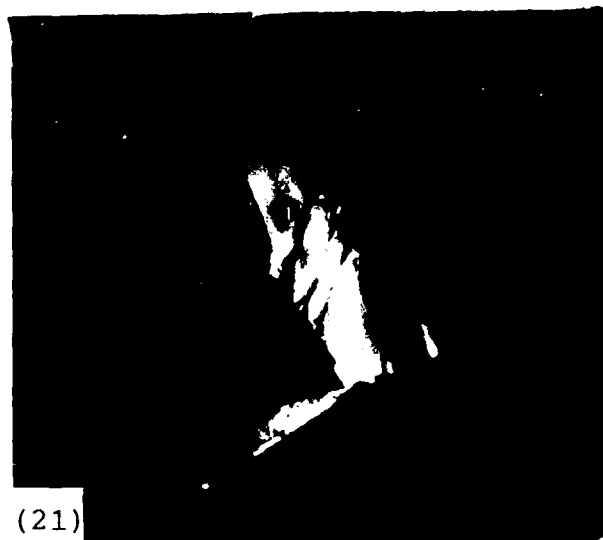
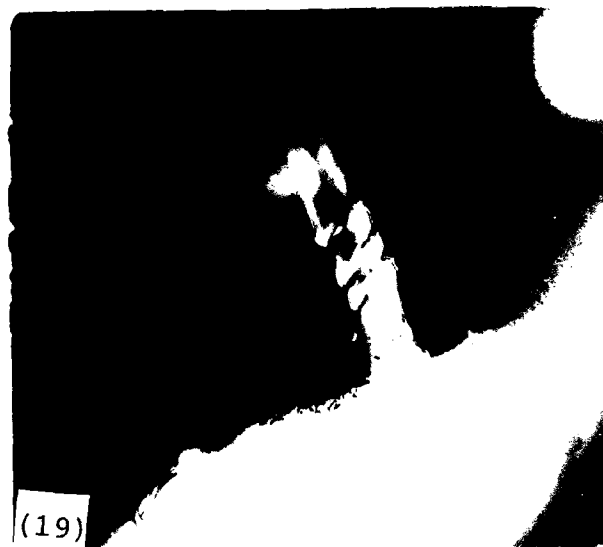
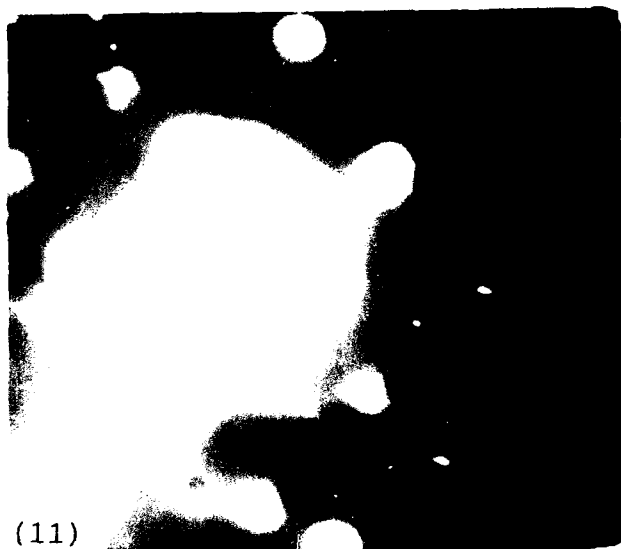
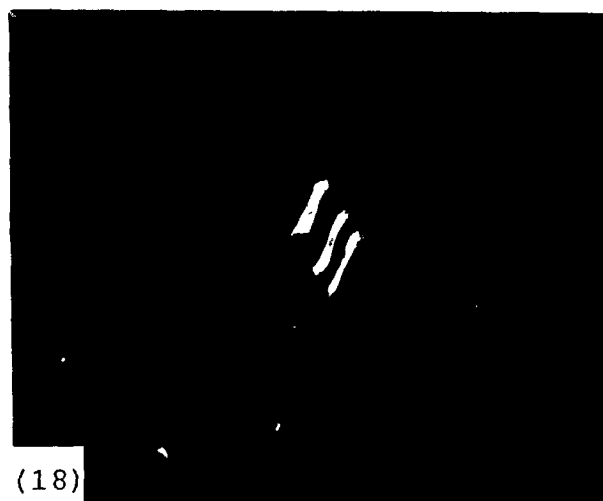
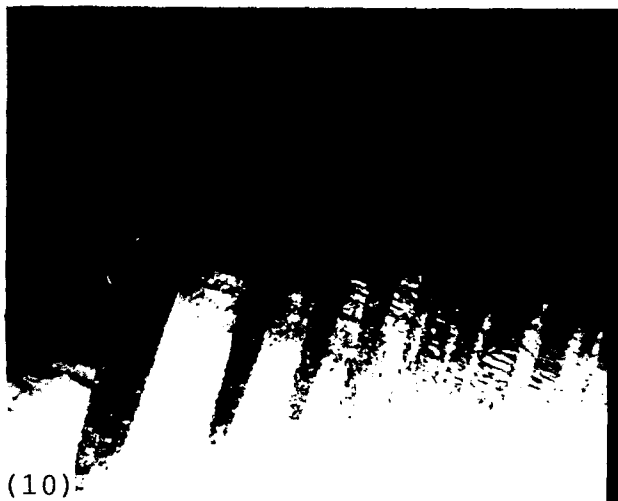
M. 23.2.1. (2) C.C.-  $\times 20.000$  - Placas alternadas, con y sin maclas,  $\alpha'_D$ .

M. 23.2.1. (6) C.O.-  $\times 20.000$  - Maclas dentro de placas.

M. 23.2.1. (8) D.D.-  $[0001]$  - Placa grande foto (10).

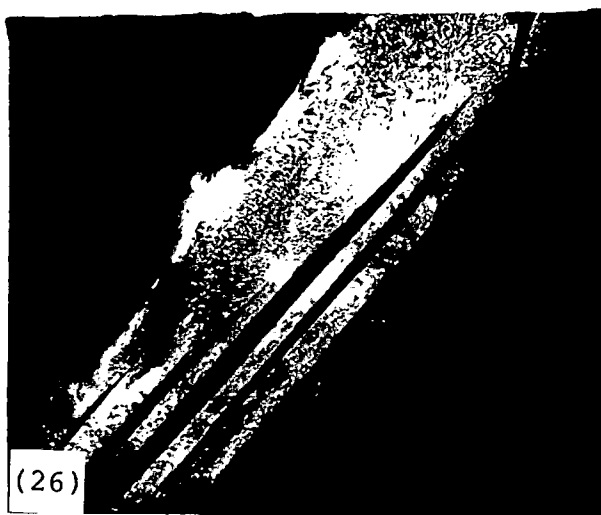
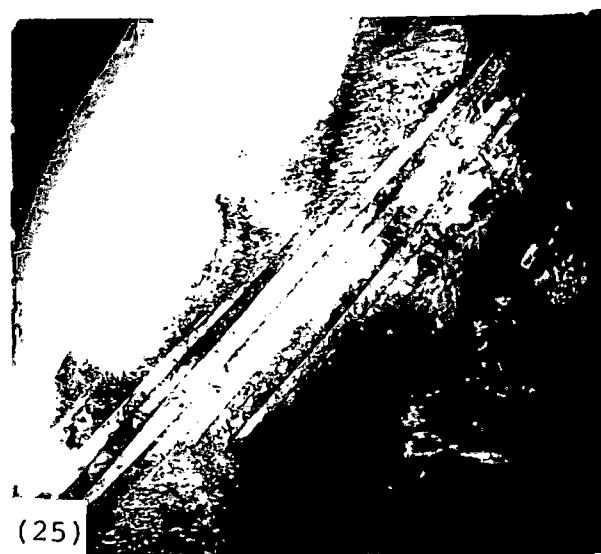
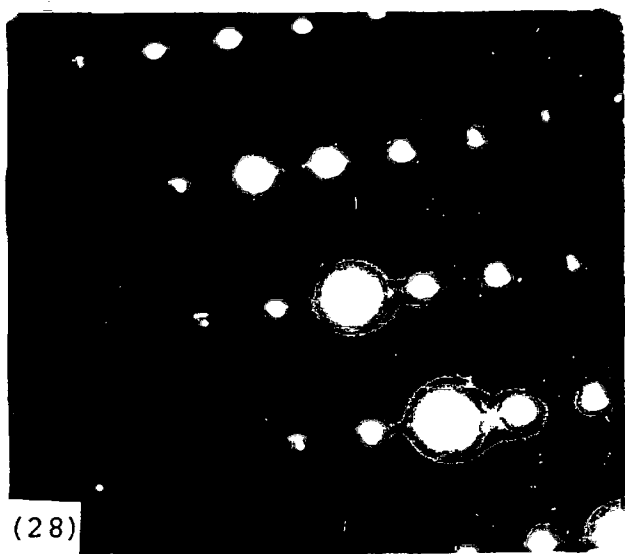
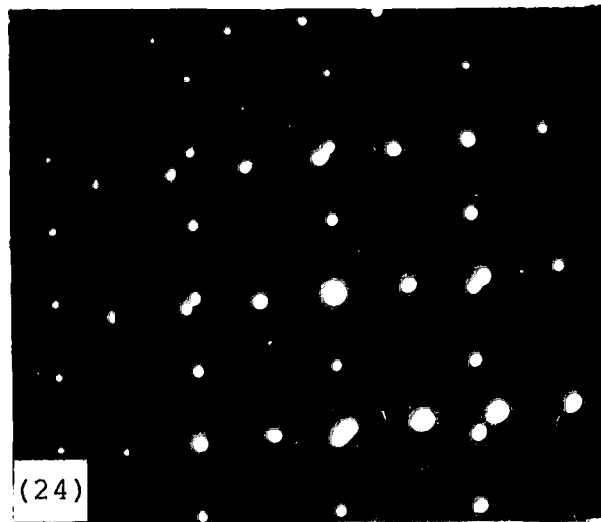
M. 23.2.1. (9) D.D.-  $[01\bar{1}1]$  - Placa chica foto (10).

1 $\mu$



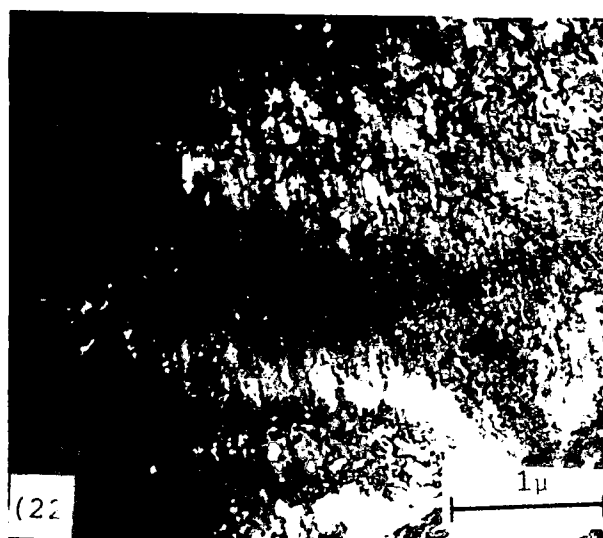
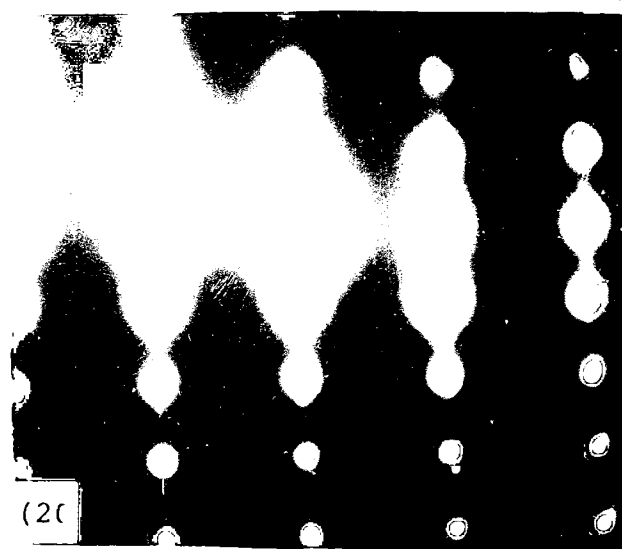
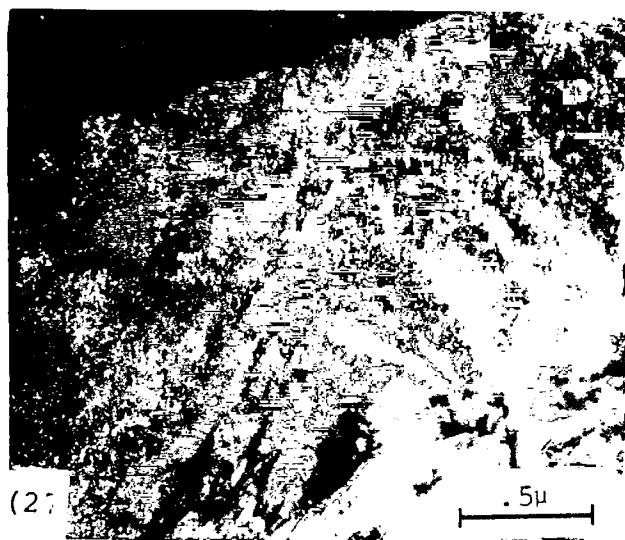
- M. 23.2.1. (10) C.C.-  $\times 20.000$  - Placas  $\alpha'_D$ .
- M. 23.2.1. (11) D.D.- Compuesto de placas foto (10).
- M. 23.2.1. (12) C.O.-  $\times 20.000$  - Placas  $\alpha'_D$
- M. 23.2.1. (18) C.O.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$  maclada interiormente.
- M. 23.2.1. (19) C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$  foto (18).
- M. 23.2.1. (21) C.O.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_D$  foto (18).

1 $\mu$



- M. 23.2.1. (24) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  - Placas  $\alpha'_D$  maclada según  $(10\bar{1}2)$ .
- M. 23.2.1. (25) C.C.-  $\times 20.000$  - Placa D.D. foto (24).
- M. 23.2.1. (26) C.O.-  $\times 20.000$  - Placa D.D. foto (24).
- M. 23.2.1. (27) C.C.-  $\times 20.000$  - 2 variantes  $\alpha'_D$ .
- M. 23.2.1. (28) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  de placa principal foto (27).
- M. 23.2.1. (29) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  de placa secundaria foto (27).

1  $\mu$



M. 23.2.5. (19) C.C.-  $\times 20.000$  - Variantes  $\alpha'_D$ .

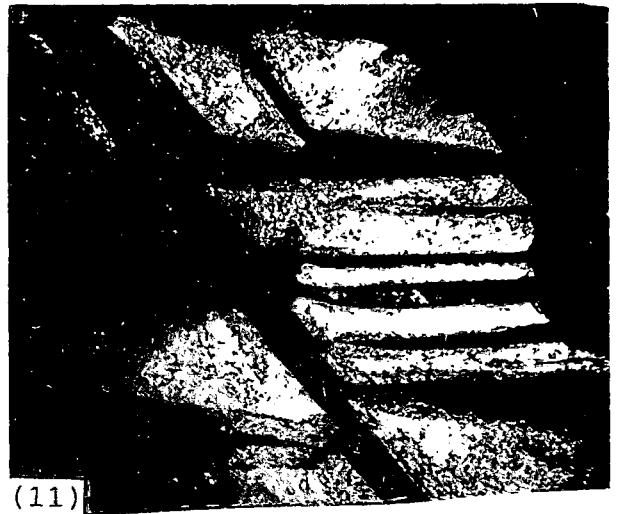
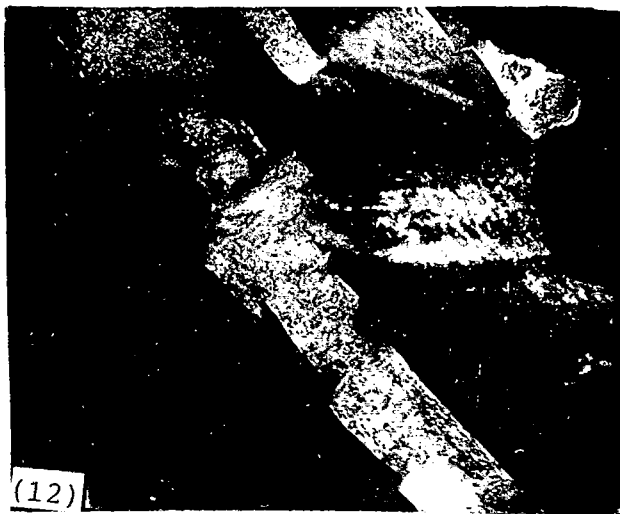
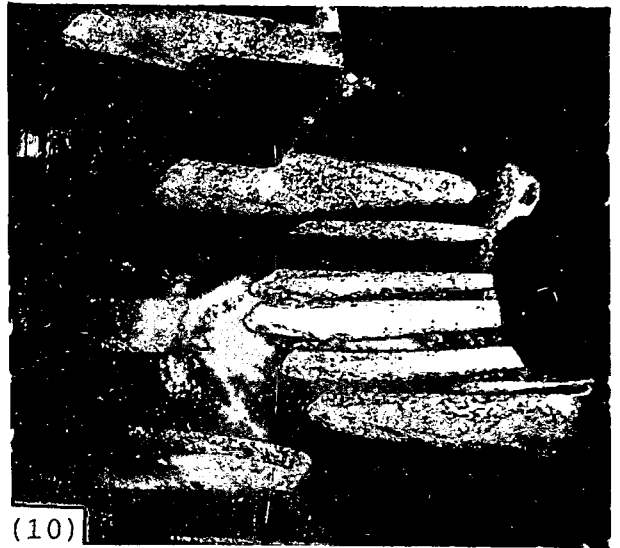
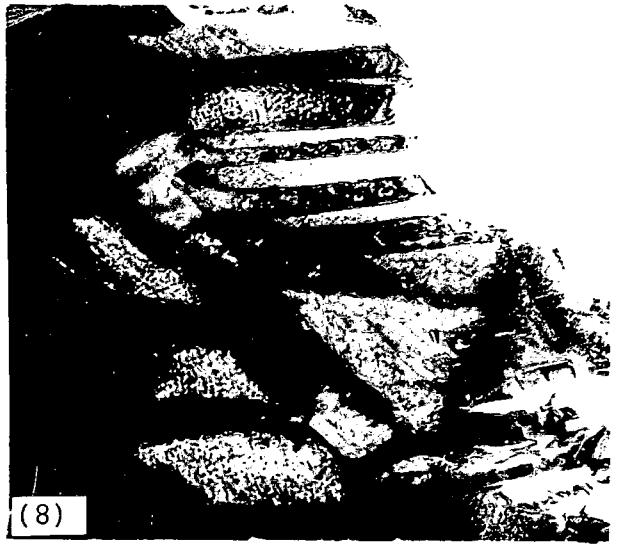
M. 23.2.5. (20) D.D.-  $[11\bar{2}0]$  -  $\alpha'_D$ .

M. 23.2.5. (21) C.C.-  $\times 20.000$  - Subestructura fina  $\alpha'_D$ .

M. 23.2.5. (22) C.C.-  $\times 35.000$  - Trazas subestructura fina.

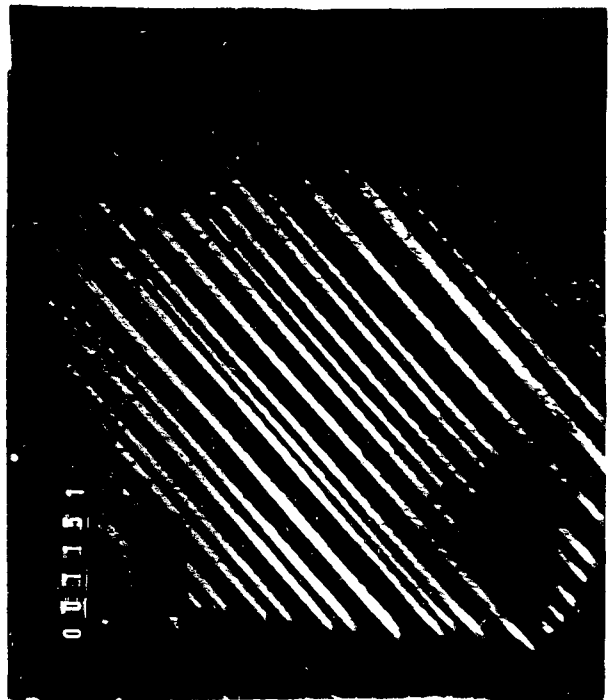
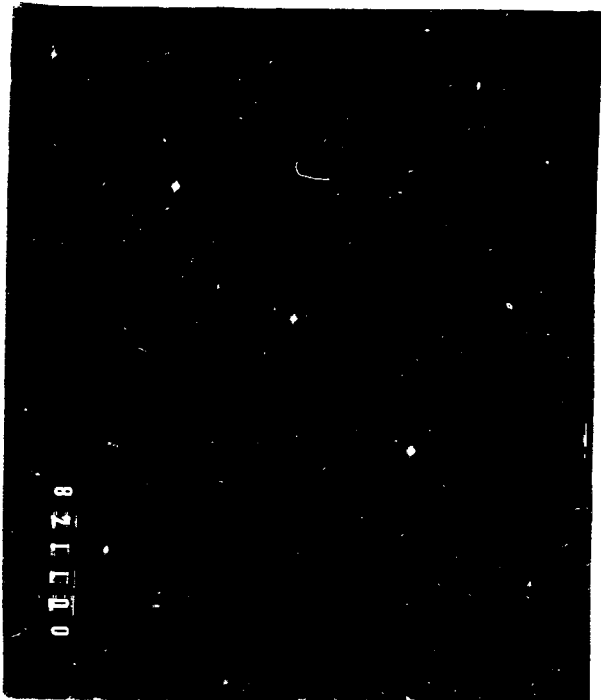
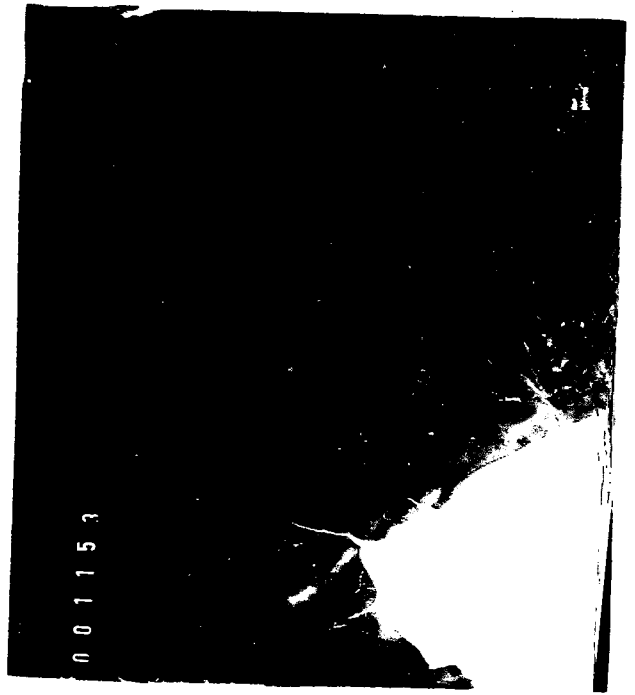
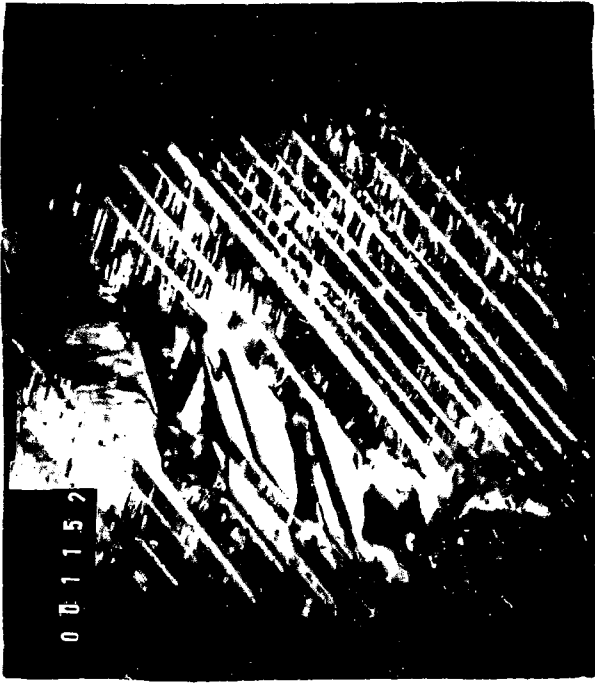
M. 23.2.5. (24) C.O.-  $\times 20.000$  - Idem placa (21) - spot  $(10\bar{1}1)$ .

M. 23.2.5. (27) C.O.-  $\times 20.000$  - Idem placa (21) - spot  $(000\bar{1})$ .



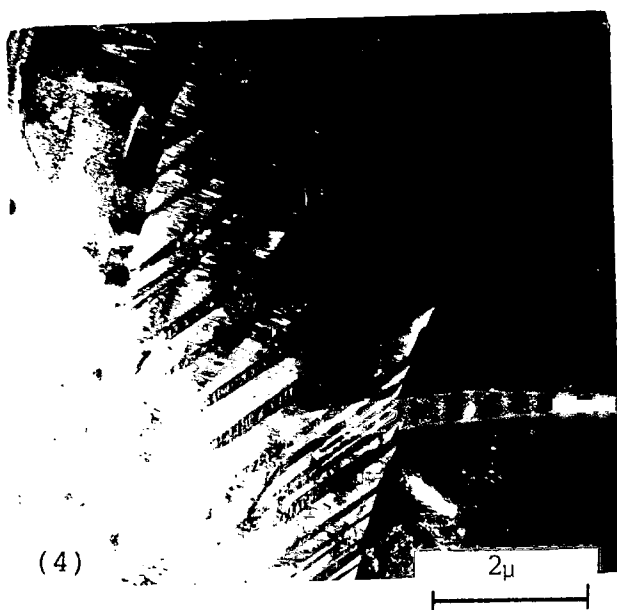
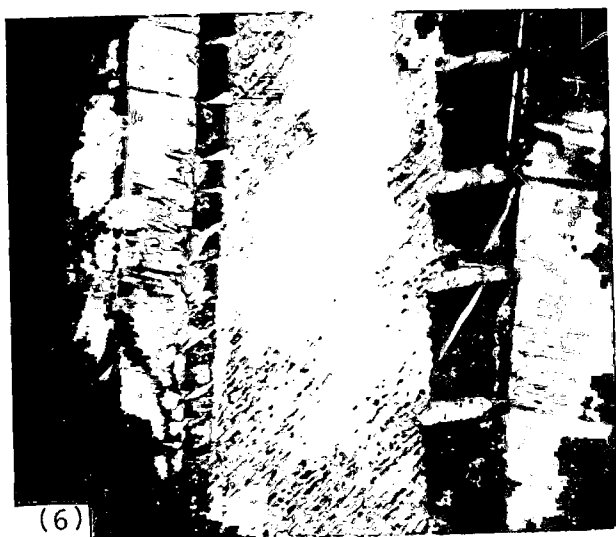
- M. 8.2.1. (8) - C.C.-  $\times 20.000$  - Tres variantes  $\alpha'_D$ .
- M. 8.2.1. (10) - C.O.-  $\times 20.000$  - Tres variantes  $\alpha'_D$  - Spot  $(10\bar{1}1)$ .
- M. 8.2.1. (11) - C.O.-  $\times 20.000$  - Tres variantes  $\alpha'_D$  - Spot  $(10\bar{1}0)$ .
- M. 8.2.1. (12) - C.O.-  $\times 20.000$  - Tres variantes  $\alpha'_D$  - Spot  $(10\bar{1}\bar{1})$ .
- M. 8.2. (21) - C.O.-  $\times 20.000$  -  $\alpha'_A$  - Entre variantes misma placa no hay B.

1  $\mu$

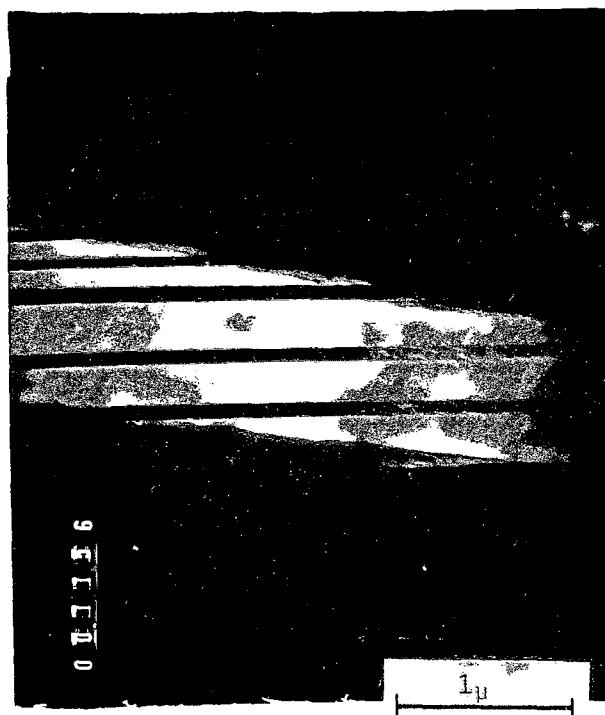
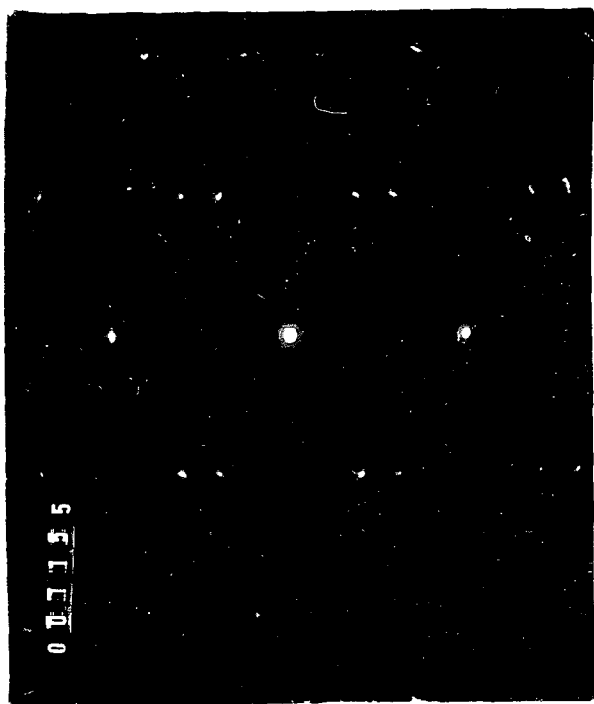
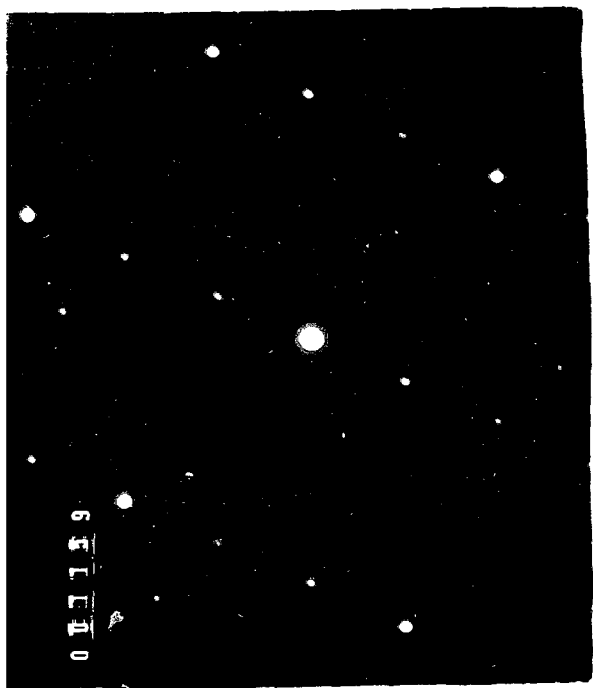


- M. 17.1.1. 1148 - D.D.-  $[7\bar{2}5\bar{3}]$  de placa  $\alpha'$ , plano macla  $(01\bar{1}1)$ .  
M. 17.1.1. 1151 - C.O.-  $\times 23.300$  - Observar macla chica  $\alpha'$ .  
M. 17.1.1. 1152 - C.C.-  $\times 23.300$  -  $\alpha'$ , subestructura interna.  
M. 17.1.1. 1153 - C.C.-  $\times 23.300$  - interfase  $\beta - \alpha'$ .

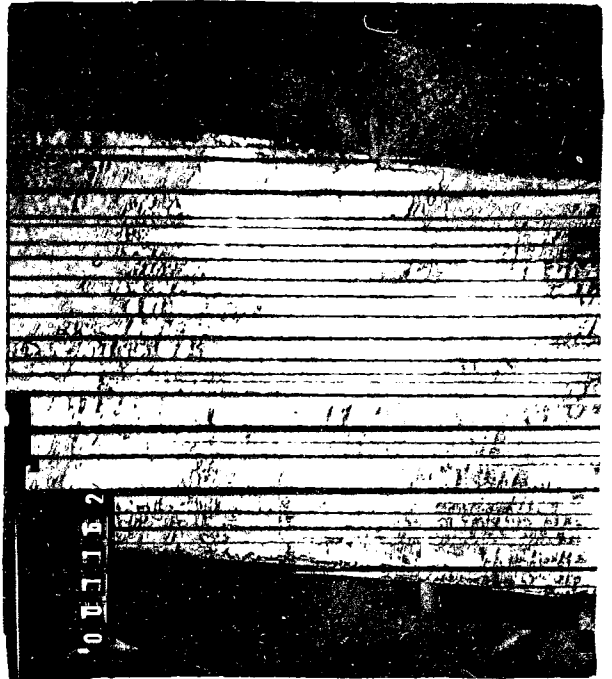
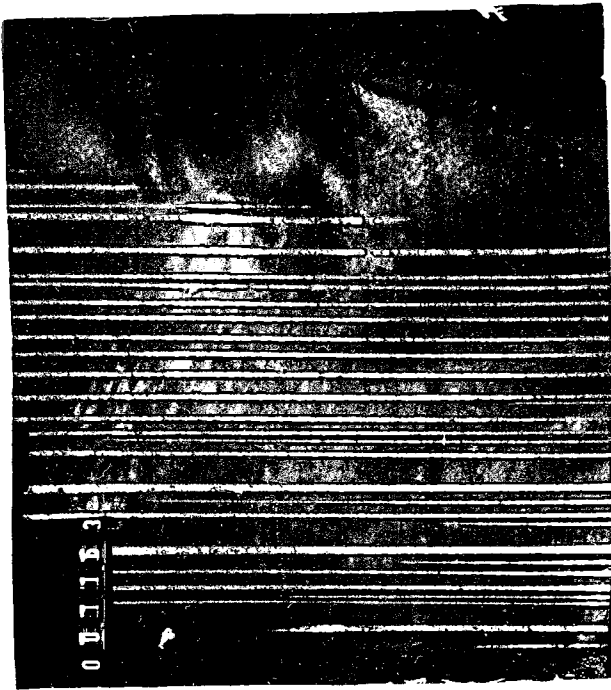
1 $\mu$



- M. 17.1.1. (2) C.C.-  $\times 10.000$  - Matriz  $\beta$  con placas de  $\alpha'$ .  
M. 17.1.1. (4) C.C.-  $\times 10.000$  - Placas de martensita maclada.  
M. 17.1.1. (6) C.C.-  $\times 20.000$  - Variantes placas  $\alpha'$  con maclas.  
M. 17.1.1. (9) D.D.-  $[012]_{\beta}$  con  $\omega$ .  
M. 17.1.1. (10) C.C.-  $\times 20.000$  -  $[012]_{\beta}$  - Matriz.  
M. 17.1.1. (12) D.D.-  $[01\bar{1}1]_{\alpha}$ ,- Plano de macla  $(10\bar{1}1)$ .



- M. 17.1.1. 1155 - D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}3]$ ,  $\alpha'$ , plano macla  $(1\bar{1}01)$ .
- M. 17.1.1. 1156 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa maclada.
- M. 17.1.1. 1159 - D.D.-  $[012]_{\beta}$  con  $\omega$ .
- M. 17.1.1. 1160 - C.O.-  $\times 42.000$  - Precipitados  $\omega$ .



1 $\mu$

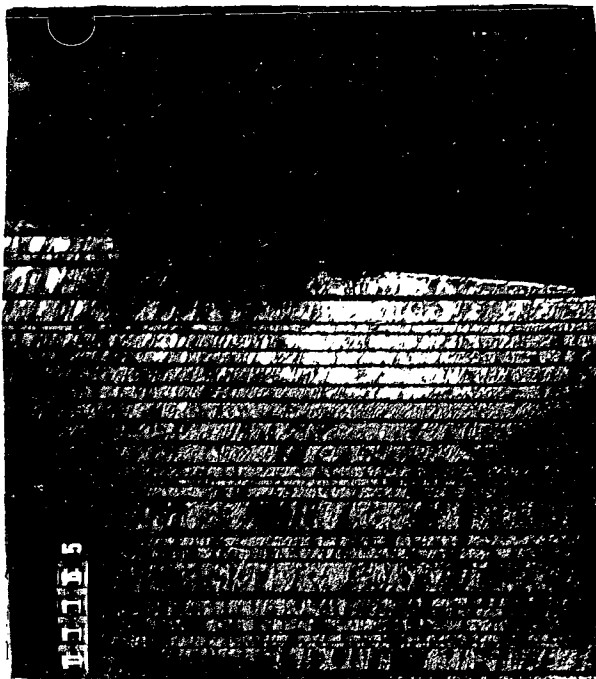
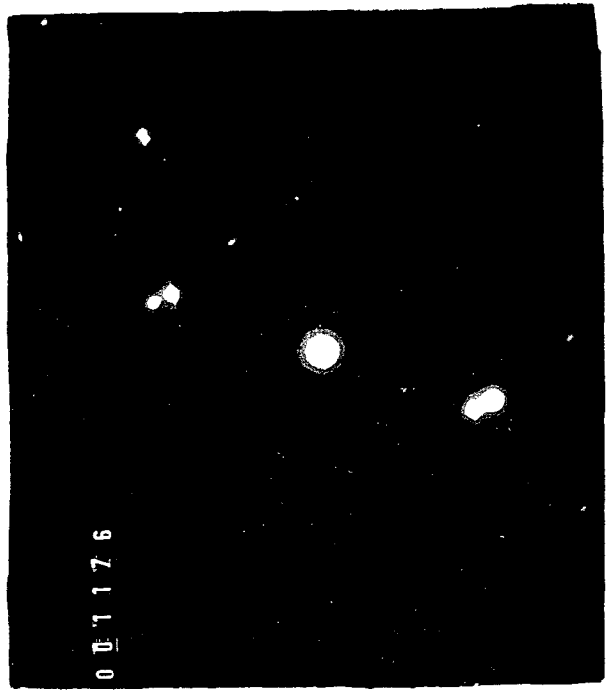


M. 17.1.1. 1161 - D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}3]$ ,  $\alpha'$ , plano macla  $(\bar{1}101)$  alargamiento spots | subestructura fina.

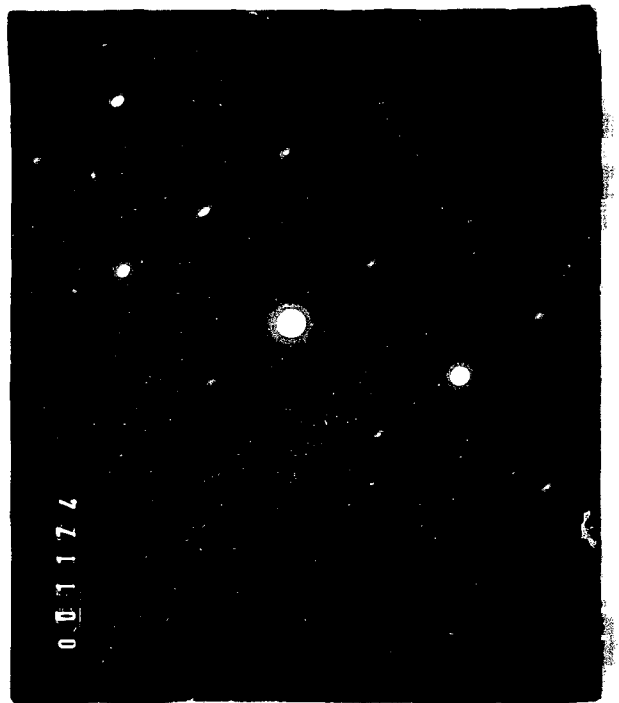
M. 17.1.1. 1162 - C.O.-  $\times 23.300$  - Spot  $(10\bar{1}0)_T$ .

M. 17.1.1. 1163 - C.O.-  $\times 23.300$  - Spot  $(01\bar{1}\bar{1})$ .

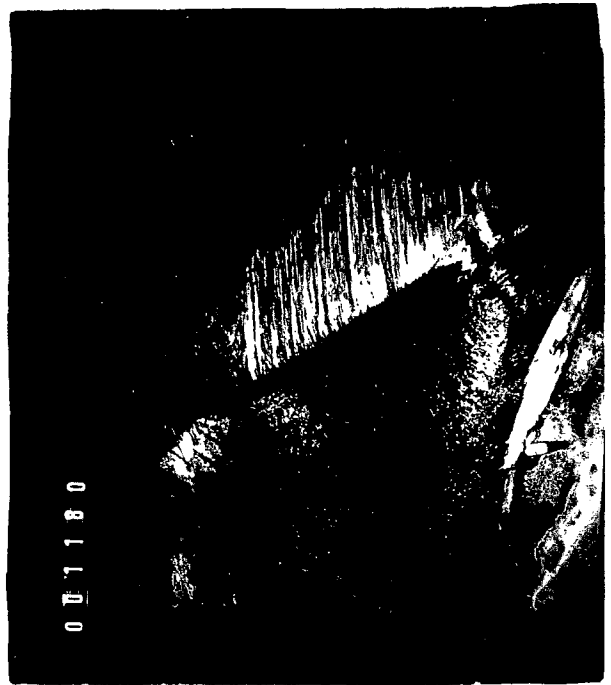
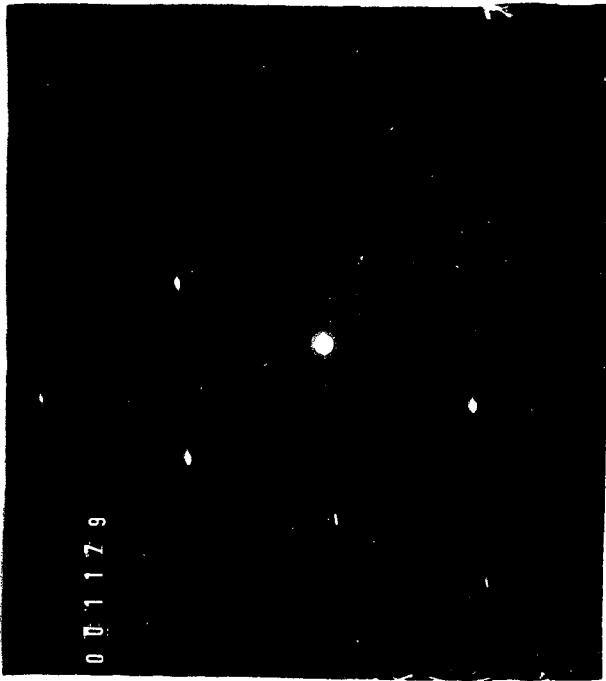
M. 17.1.1. 1164 - C.O.-  $\times 23.300$  - Spot  $(10\bar{1}0)$ .



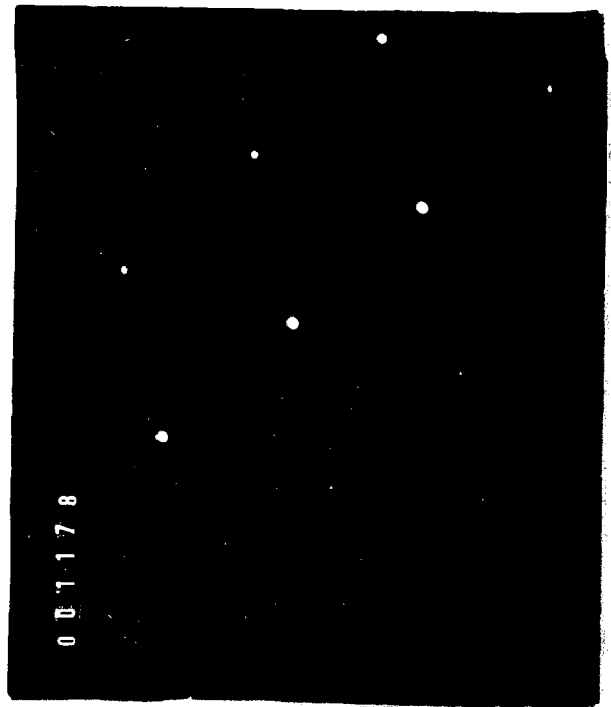
1 $\mu$



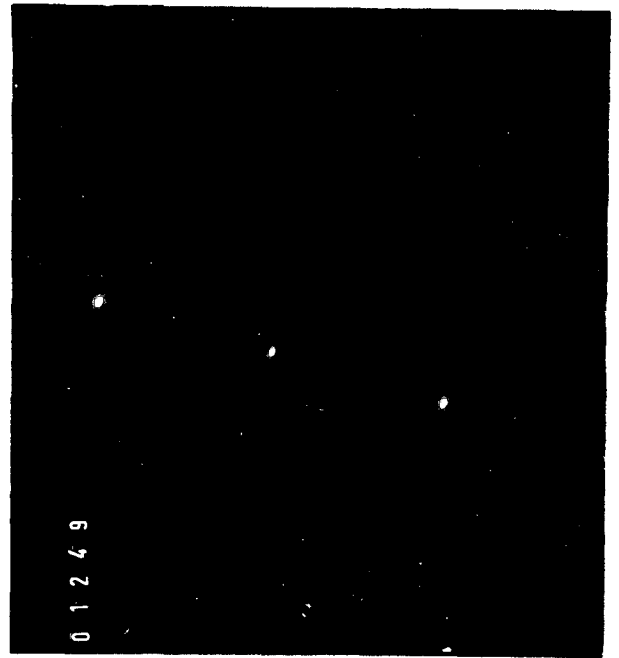
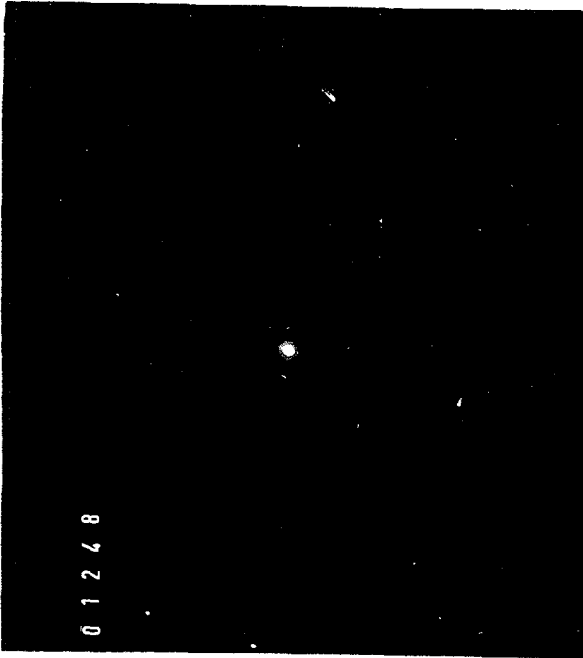
- M. 17.1.1. 1165 - C.O.-  $\times 23.300$  - Spot  $(0\bar{1}11)_T$ , D.D. 1161.
- M. 17.1.1. 1174 - D.D.-  $[110]_\beta$  con spots  $\omega$ .
- M. 17.1.1. 1175 - D.D.-  $[0001]_\alpha$ , placa adjunta.
- M. 17.1.1. 1176 - D.D.- Superpuestas  $\alpha'$ ,  $\beta$  anteriores.



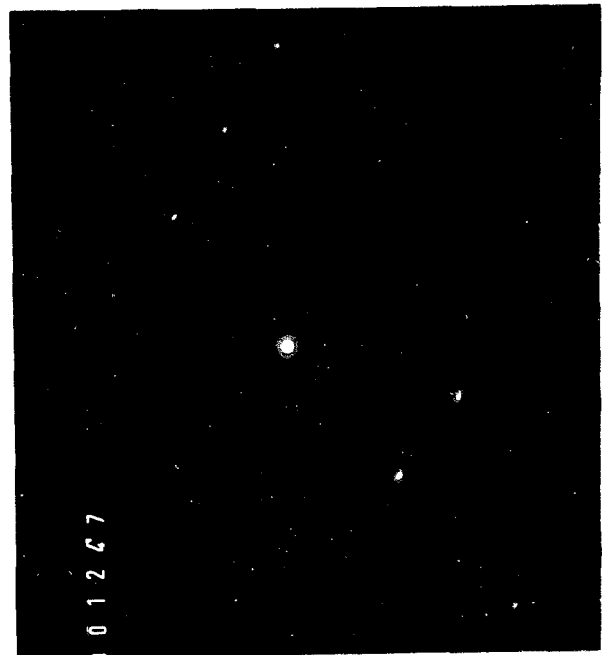
1 $\mu$



- M. 17.1.1. 1177 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa  $\alpha'$  y  $\beta$ .  
M. 17.1.1. 1178 - D.D.-  $[111]_{\beta}$ .  
M. 17.1.1. 1179 - D.D.-  $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}3]$  placa adjunta.  
M. 17.1.1. 1180 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa  $\alpha'$  y  $\beta$ .



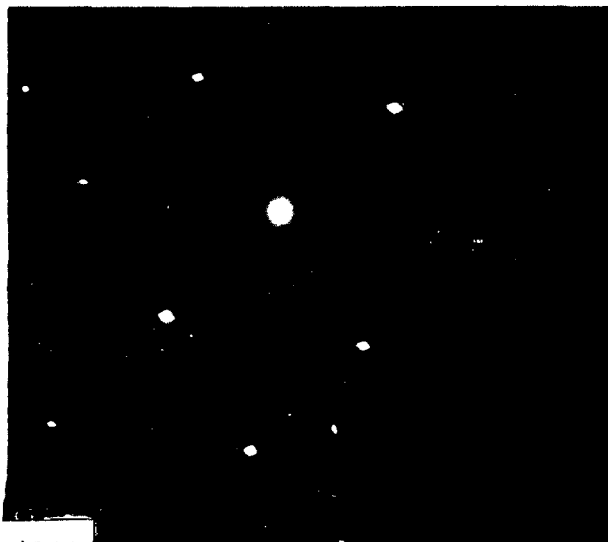
1 $\mu$



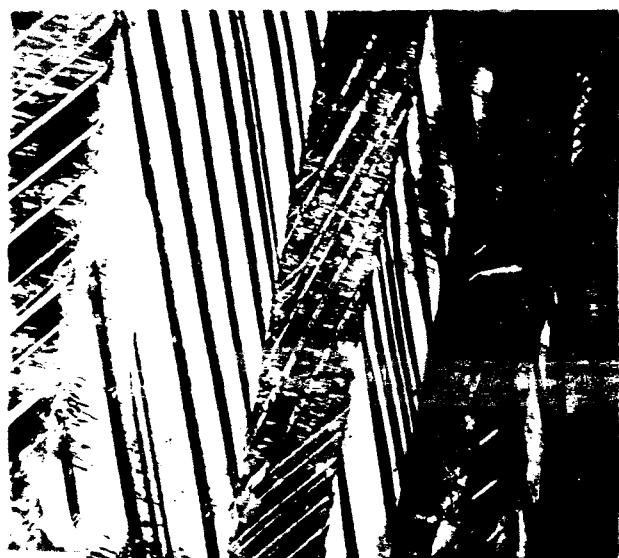
- M. 17.1.3. 1246 - C.C.-  $\times 23.300$  - Cuña de B entre placas  $\alpha'$ .  
M. 17.1.3. 1247 - D.D.-  $[\bar{1}13]_{\beta}$ .  
M. 17.1.3. 1248 - D.D.-  $[\bar{7}253]$ ; una placa foto 1246; plano macla  $(01\bar{1}1)$ .  
M. 17.1.3. 1249 - D.D.-  $[\bar{7}253]$ ; otra placa foto 1246.



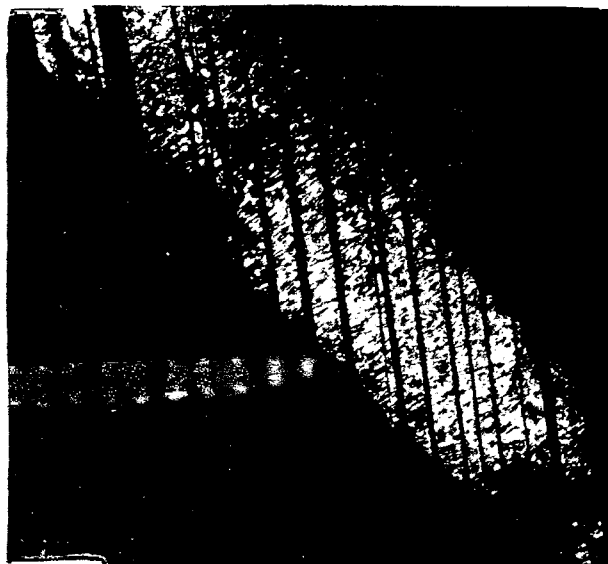
(20)



(22)



(19)



(31)



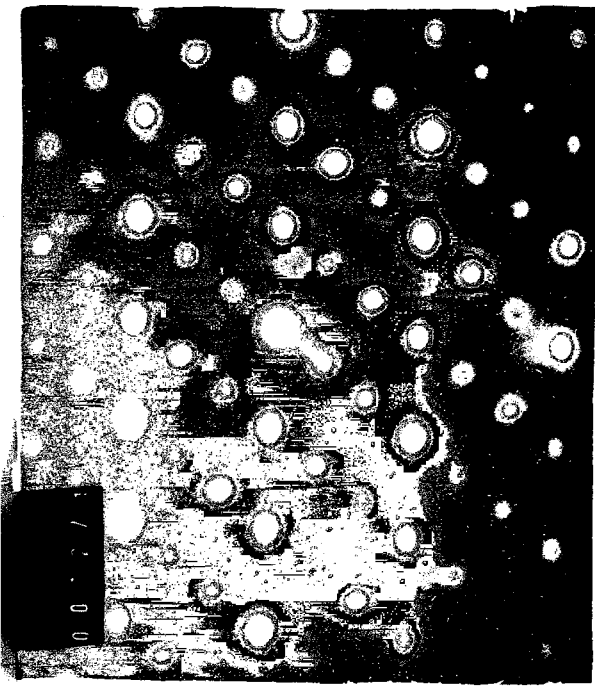
(14)



(30)

1 μ

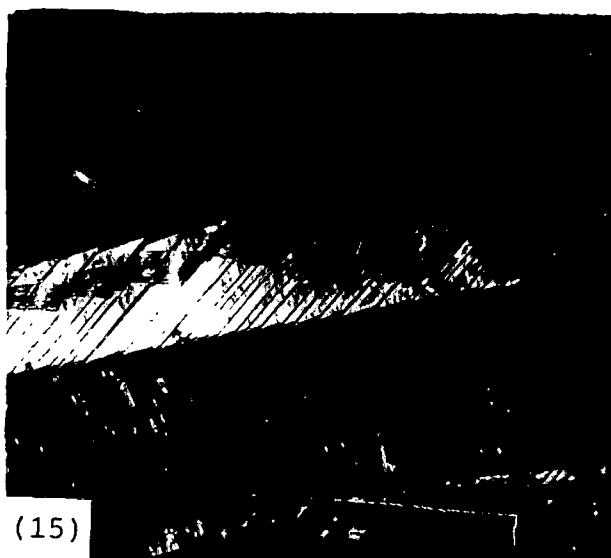
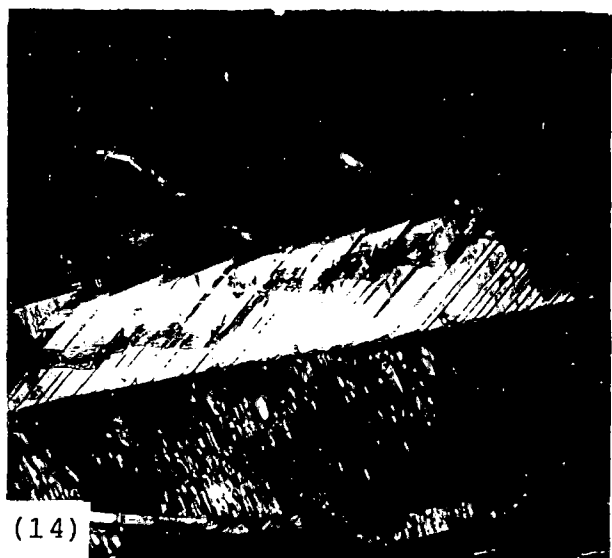
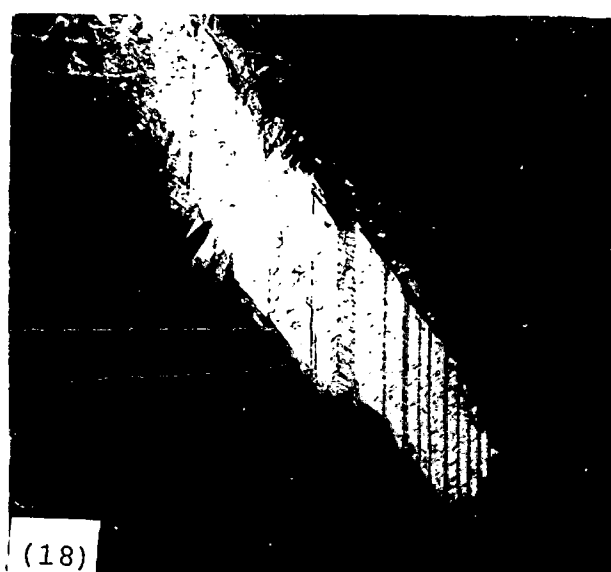
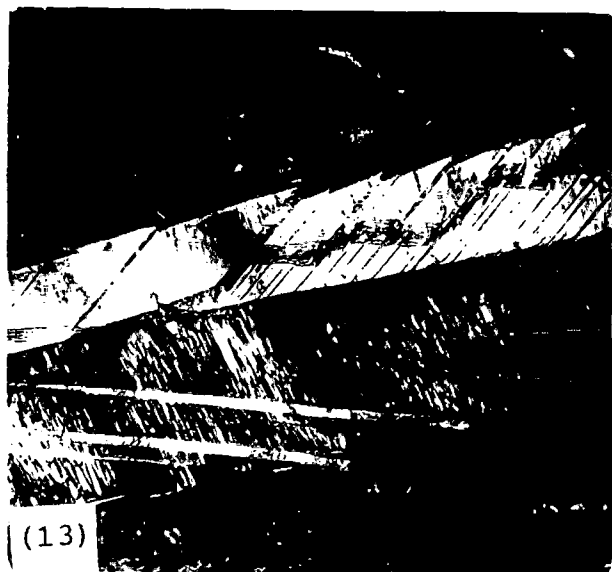
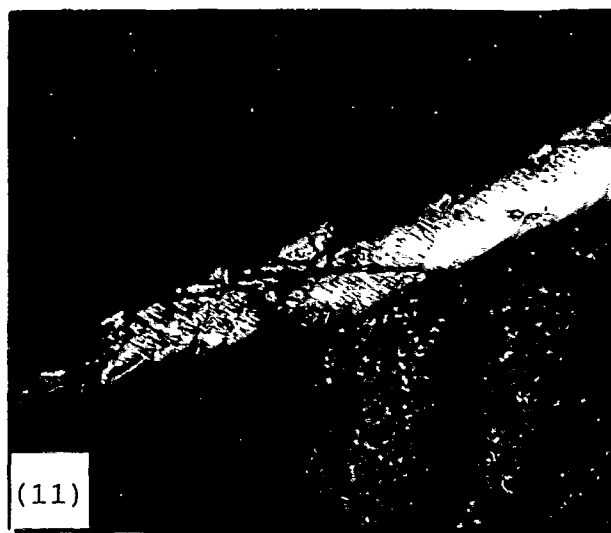
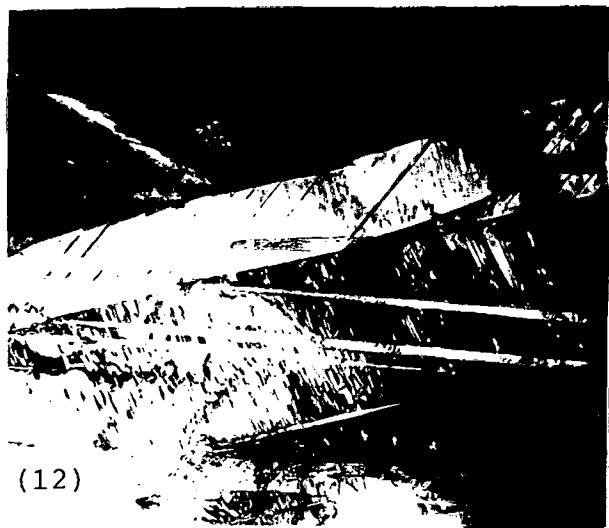
- M. 17.1.1. (14) C.C.- ×20.000 - Placa martensita maclada.
- M. 17.1.1. (19) C.C.- ×20.000 - α' - 2 orientaciones macla en la misma placa.
- M. 17.1.1. (20) C.C.- ×20.000 - Placas de martensita.
- M. 17.1.1. (22) D.D.-  $[01\bar{1}1]_{\alpha}$  - Plano de macla  $(10\bar{1}1)$ .
- M. 19.1.1. (30) D.D.-  $[111]_{\beta}$  - Orientación matriz.
- M. 19.1.1. (31) C.O.- ×20.000 - Placa martensita maclada.



.5 $\mu$

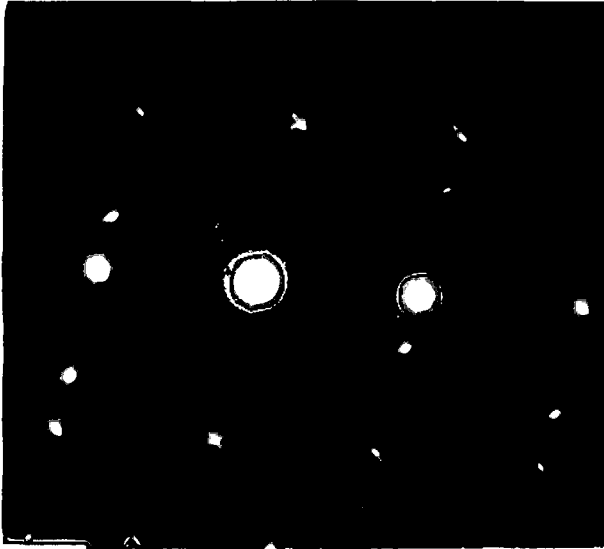
1 $\mu$

- M. 19.1.1. 1271 - D.D.-  $[110]_{\beta}$  - Orientación fotos 1272/73 con spots de  $\omega$ .  
M. 19.1.1. 1272 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa  $\alpha'_C$  en  $\beta$ .  
M. 19.1.1. 1273 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa  $\alpha'_C$  en otra zona.  
M. 17.1.3. 1254 - C.C.-  $\times 42.000$  - Placas  $\alpha'$ ; observar "matching" de maclas.

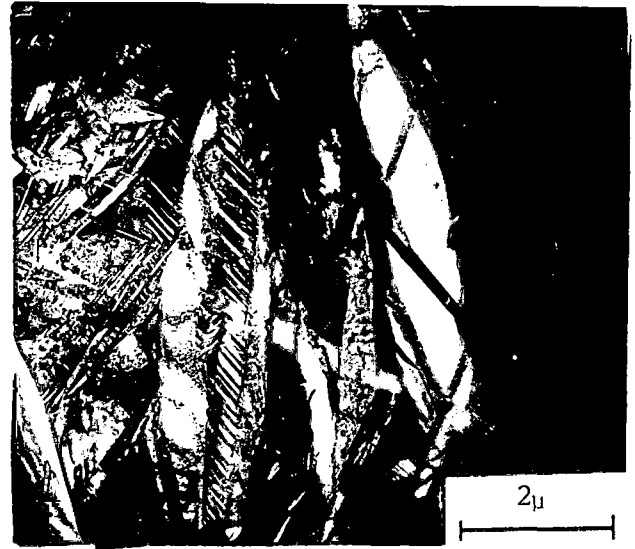


- M. 19.2. (11) - C.C.-  $\times 20.000$  -  $\alpha'_C$ , placa aislada en  $\beta$ .  
M. 19.1.1. (12) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placas  $\alpha'_C$ .  
M. 19.1.1. (13) - C.C.-  $\times 20.000$  - Continuación placa foto (12).  
M. 19.1.1. (14) - C.C.-  $\times 20.000$  - Otra placa  $\alpha'_C$ , montaje.  
M. 19.1.1. (15) - C.C.-  $\times 20.000$  - Montaje con foto (14).  
M. 19.1.1. (18) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_C$ .

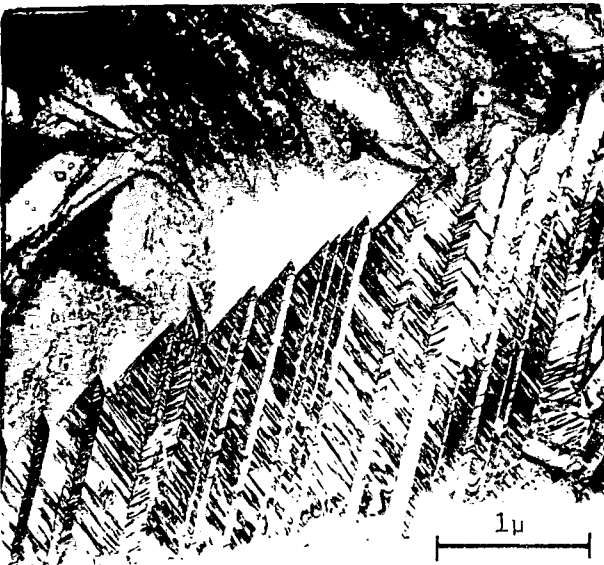
1 $\mu$



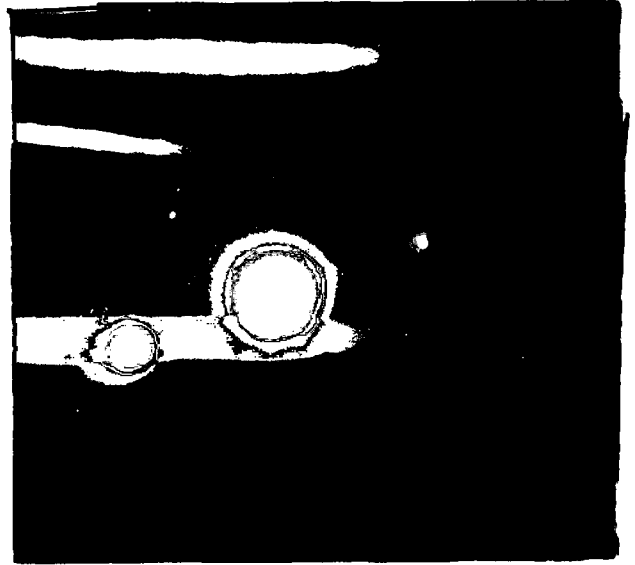
(13)



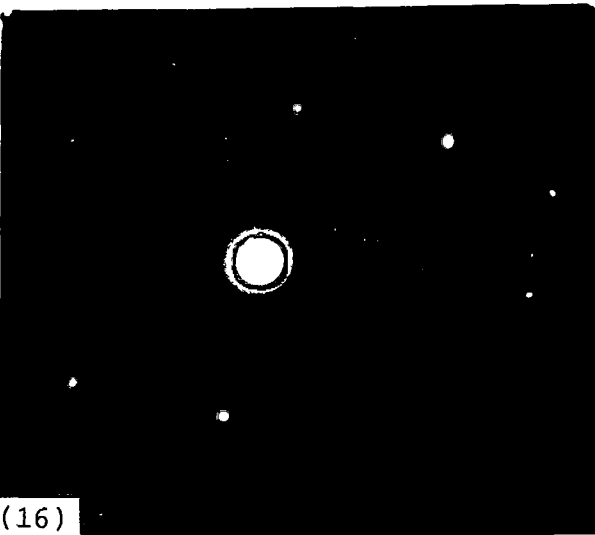
(19)



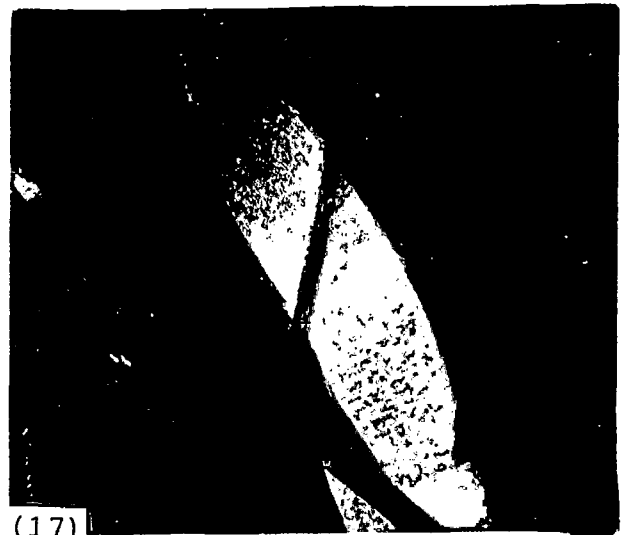
(14)



(18)

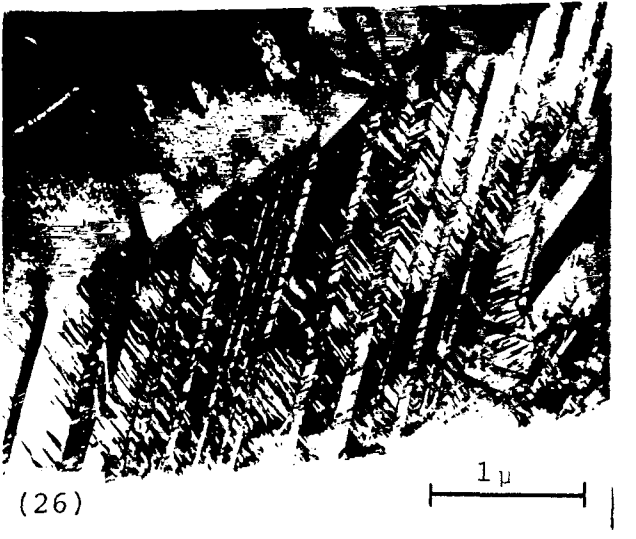
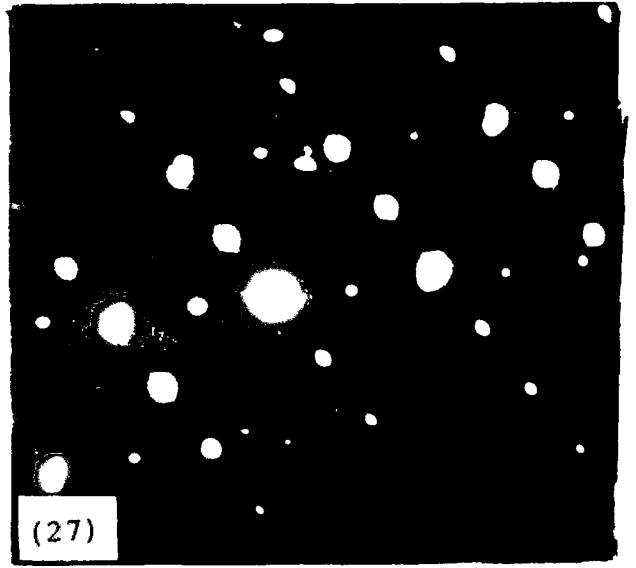
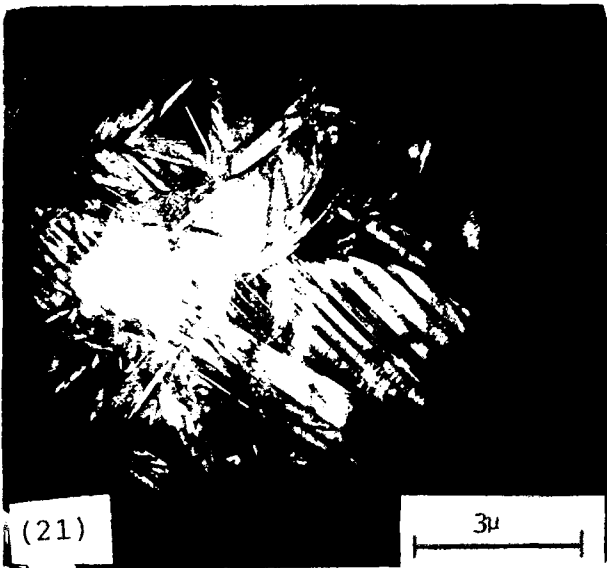
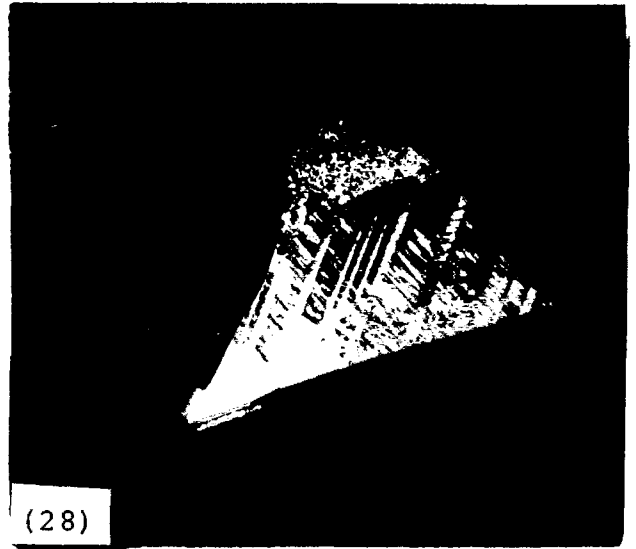
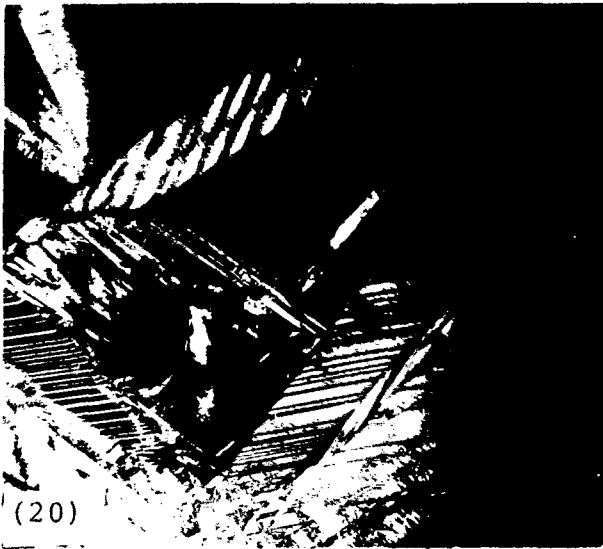


(16)

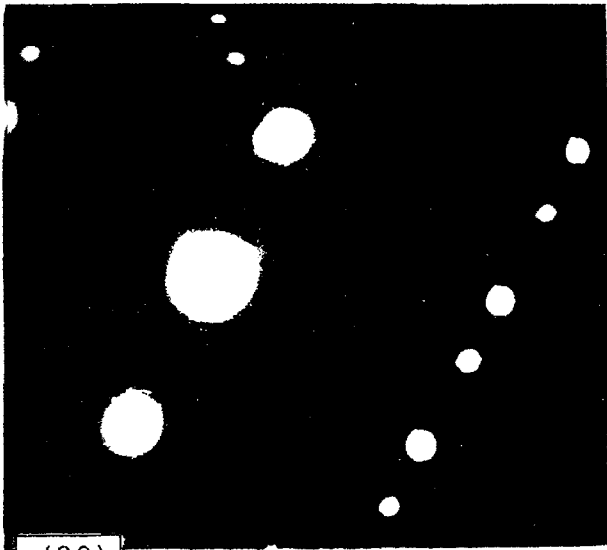


(17)

- M. 19.2. (14) - C.C.-  $\times 20.000$  - Interfases  $\beta$  escalares, variantes de maclas.  
M. 19.2. (17) - C.C.-  $\times 20.000$  - Interfase curvilinea  $\alpha'_C$ .  
M. 19.2. (18) - D.D.- Placa  $\alpha'_C$  foto (17).  
M. 19.2. (19) - C.C.-  $\times 10.000$  -  $\alpha'_C$ , baja magnificación.  
M. 19.2. (13) - D.D.- Placa orientada foto (14) - plano  $(\bar{1}011)$  macla  $(01\bar{1}1)$ .  
M. 19.2. (16) - D.D.- Orientación  $\beta \approx [110]_\beta$  - foto (14).



- M. 19.2. (20) - C.C.-  $\times 7.000$  - Distintos espesores de macla  $\alpha'_C$ .  
M. 19.2. (21) - C.C.-  $\times 7.000$  - Placas  $\alpha'_C$ , bajo magnificación.  
M. 19.2. (25) - D.D.-  $[\bar{1}011]$  - Plano de macla  $(01\bar{1}1)$ , orientación foto (26).  
M. 19.2. (26) - C.C.  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_C$ .  
M. 19.2. (27) - D.D.-  $[\bar{2}110]$  - Plano de macla  $(0111)$ , orientación foto (28).



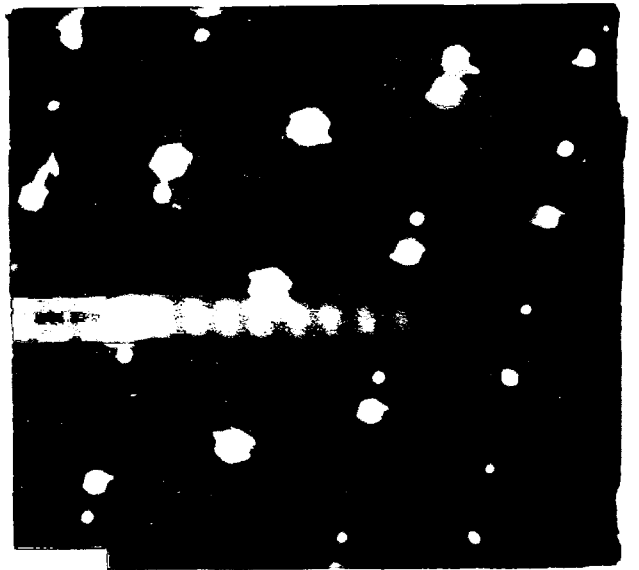
(29)



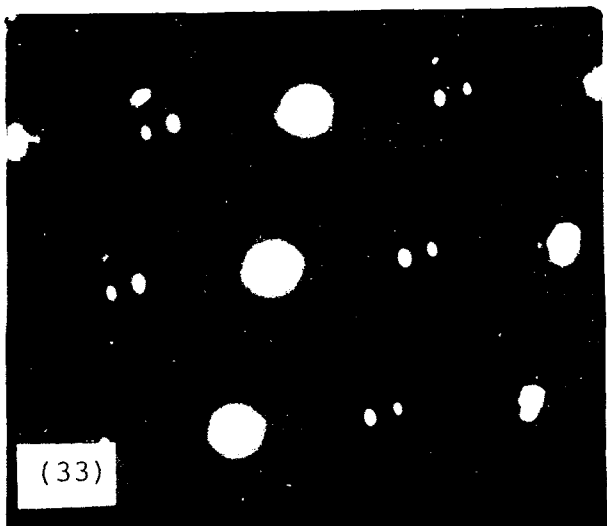
(36)



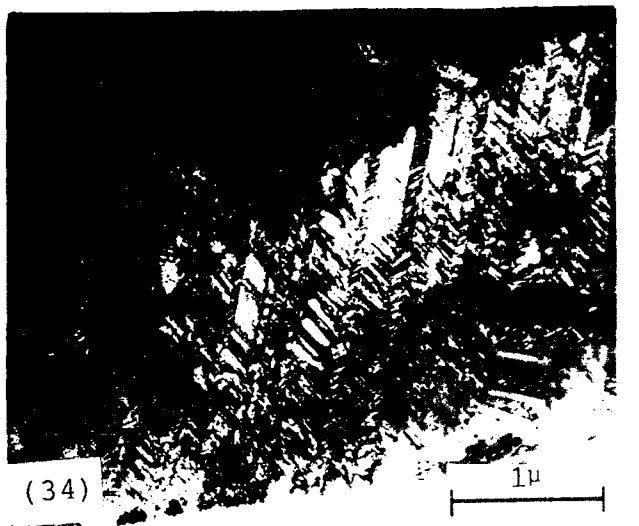
(30)



(35)

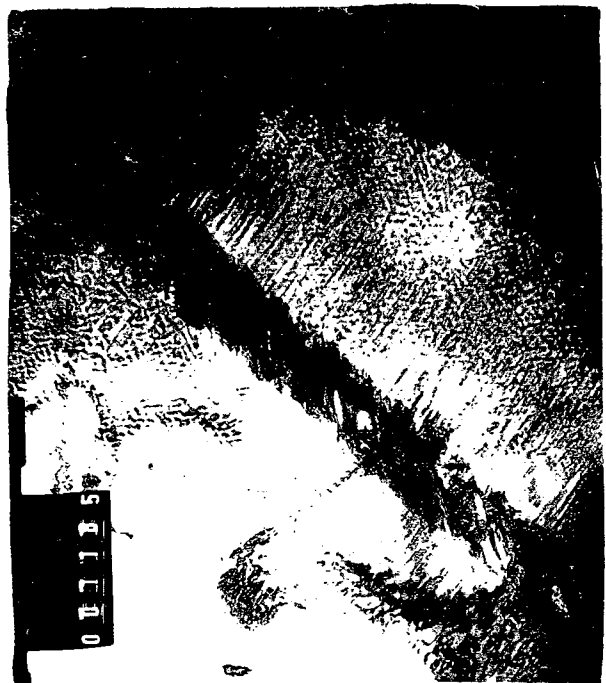
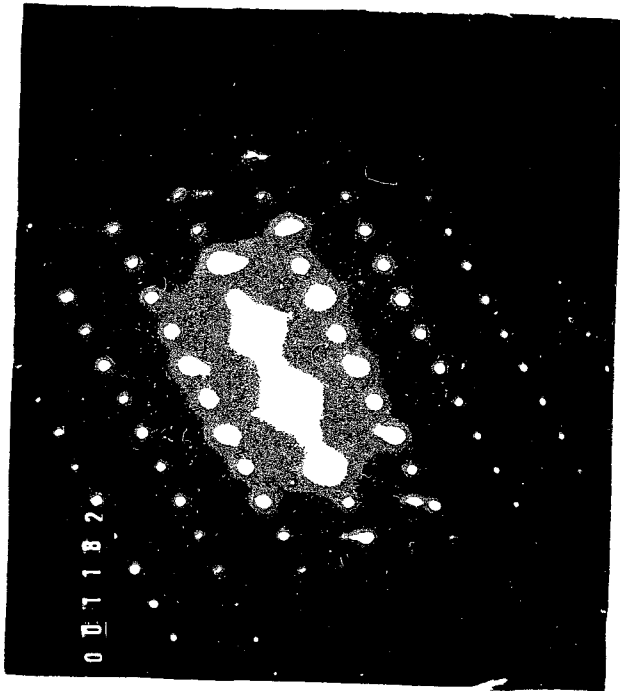
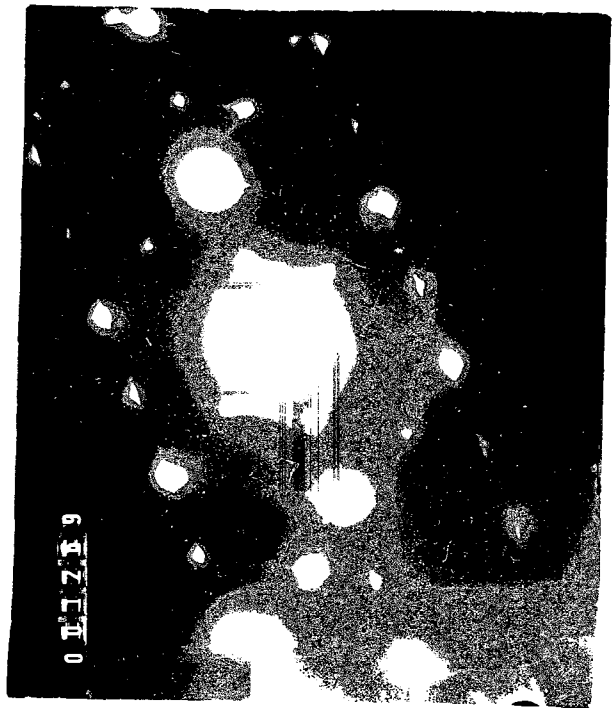
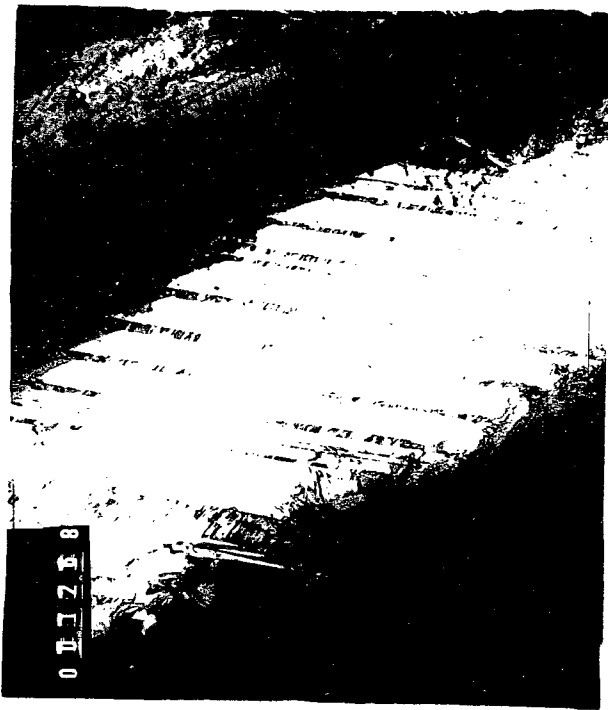


(33)



(34)

- M. 19.2. (29) - D.D.-  $[\bar{7}253]$  - Plano macla  $(01\bar{1}1)$ , orientación foto (30).  
M. 19.2. (30) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_C$ .  
M. 19.2. (33) - D.D.-  $[\bar{4}\bar{1}56]$  - Plano de macla  $(01\bar{1}1)$ , orientación foto (34).  
M. 19.2. (34) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_C$ .  
M. 19.2. (35) - D.D.-  $[\dagger\dagger 23]$  - Plano de macla  $(01\dagger 1)$ , orientación foto (36).  
M. 19.2. (36) - C.C.-  $\times 20.000$  - Placa  $\alpha'_C$ .

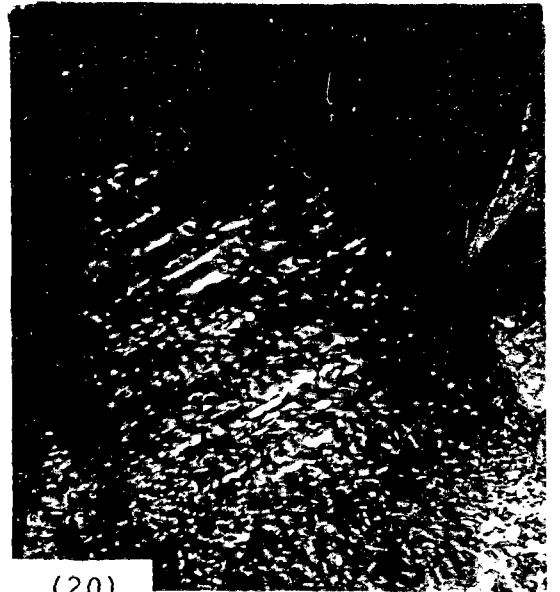


1 $\mu$

- M. 8.2.1. 1182 - D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  - 2 Placas  $\alpha'_D$ , ejes C a  $90^\circ$ .  
M. 8.2.1. 1185 - C.C.-  $\times 23.300$  - 2 Placas  $\alpha'_D$ .  
M. 19.1.1. 1268 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa  $\alpha'_C$  en  $\beta$   $[111]$ .  
M. 19.1.1. 1269 - D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  - Ejes C a  $60^\circ$ , plano macla  $(10\bar{1}1)$ .



(10)

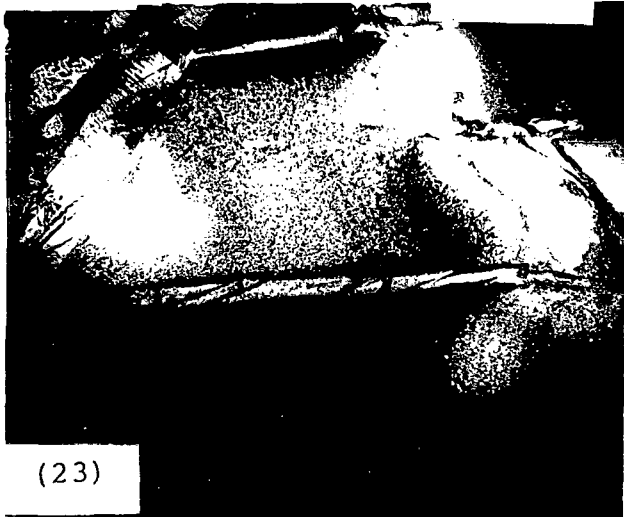


(20)



(28)

0.5μ



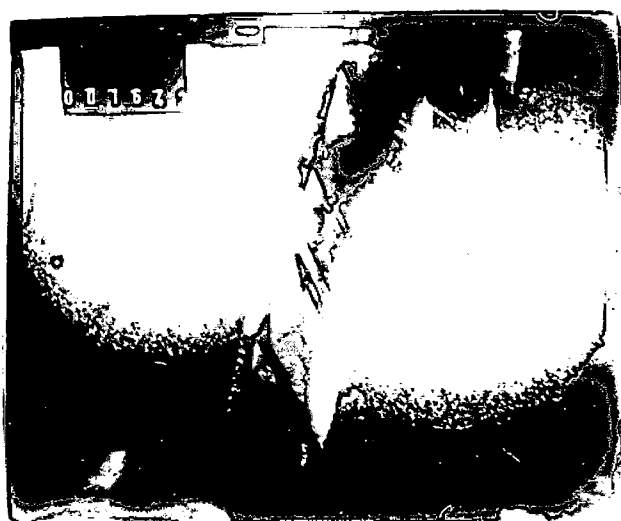
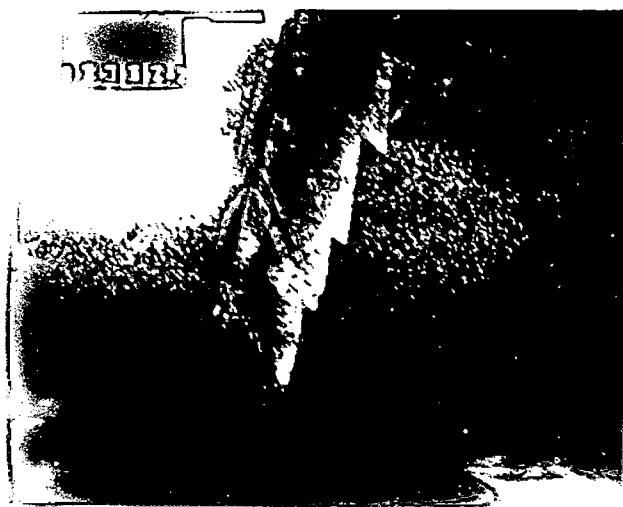
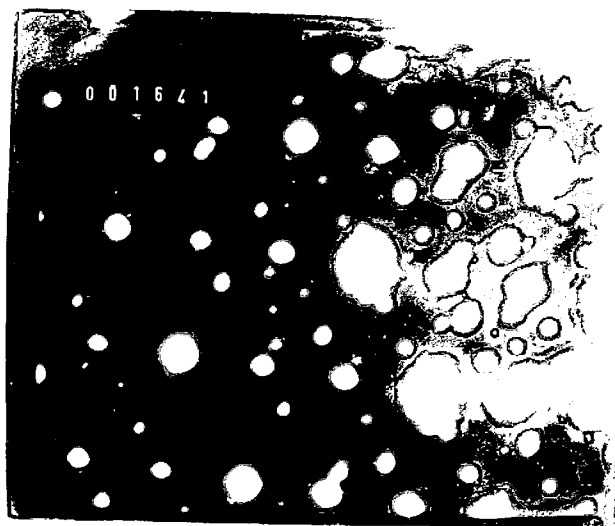
(23)



(23)

- M. 19.1.1. (10) C.C.- ×20.000 -  $\alpha'_C$  con macla.
- M. 19.1.1. (23) C.C.- ×30.000 - Zona  $\beta$  con placas  $\alpha'_C$  curvadas.
- M. 19.1.1. (28) C.C.- ×20.000 - Zona  $\beta$  con placas  $\alpha'_C$  lineales.
- M. 23.2.2. (23) D.D.-  $[\bar{1}2\bar{1}0]\alpha'_D$  - Foto (22) muestra 23.2.2.
- M. 23.2.3. (20) C.C.- ×20.000 -  $\alpha'_D$  - Trazas  $m$  y  $\beta$ .

1μ



1 $\mu$

- M. 19.1.1. 1641 - D.D.-  $[110]_{\beta}$  con spots  $\omega$ .  
M. 19.1.1. 1642 - C.C.-  $\times 23.300$  - Placa  $\alpha'_C$  en matriz  $\beta$ .  
M. 19.1.1. 1643 - C.C.-  $\times 23.300$  - Idem anterior; observar relación espesores variante macla g y c distinto  $1/3$ .

## 11. Ensayos de deformación en máquina de ensayos universales

Empleando una máquina de ensayos Universales marca INSTRON, Modelo TT, tipo D para carga máxima de 10.000 kgr y equipo de transmisión y mantenimiento del calor, descritos en el punto V.2.5., se realizaron experimentos de deformación por tracción y compresión, en el rango de temperaturas entre (-193°C y 112°C).

La velocidad de deformación en todos los casos, fue de 0,5 mm/min.

El cambio de dimensión se midió por medio de un extensómetro electromecánico adosado a un extremo del cabezal de la máquina y el otro a la estructura fija.

Las probetas utilizadas, se indican en la Tabla N° 11, siendo su composición nominal de Zr-8% Nb-1% Al en peso. Previamente al mecanizado final, las muestras fueron templadas desde 1000°C en agua.

Por metalografía, se constató que la fase inicial de las probetas antes de la deformación, era la bcc ( $\beta$ ). Asimismo, se controló la no existencia de martensita inducida por deformación durante el mecanizado, para lo cual se efectuaron desbastes con paso muy fino y del orden de 0.1mm.

### 11.1. Ensayos de deformación por tracción

La geometría de las probetas, se muestra en la Foto N° 0.3.

Para asegurar una buena sujeción a las mordazas, los extremos se roscaron (RM 0.7 - diámetro 4mm), en una longitud de 10mm.

La parte central de la muestra se maquinó cilíndrica con un diámetro de 3mm y longitud de 20mm.

A los efectos de individualizar para las metalografías las distintas partes de la probeta, se denominó B a la zona de fractura (Bruch); M a las zona media (Medium) y K a la zona adyacente a las cabezas o extremos (Kopf).

#### 11.1.1. Resultados experimentales

Las curvas de carga-elongación, para las temperaturas de (100, 50, 0, -54, -101 y -193)°C se muestran en las Figuras 33, 34, 35, 36, 37 y 38 respectivamente.

En toda esta serie de mediciones, se efectuaron ciclos de carga-descarga de la probeta, con el fin de constatar si para esa temperatura y grado de deformación aparecía un comportamiento pseudoelástico. En ningún caso se observó este efecto, ya que al descargar completamente el material, este quedaba con una deformación plástica equivalente a cuando el material se encontraba cargado (sólo recuperaba la parte elástica de la deformación). Al aplicarse nuevamente la carga, la curva sigue la misma variación que en la descarga (Ver histéresis en deformación).

Con la condición de volumen constante, durante la deformación plástica, se calculó para cada curva el valor de la tensión referida al área inicial de la probeta, tensión verdadera (cociente entre carga y área verdadera), deformación ingenieril  $\epsilon_t = \ln(l/l_0)$  y deformación lineal  $\epsilon'_f = \Delta l/l_0$ . Todos esos datos, se dan en la Tabla N° 14/1 al 6, columnas 2, 3, 4 y 5 respectivamente.

$l$  es la longitud de la probeta en el punto de medida sobre la curva carga-elongación.

$l_0$  es la longitud inicial de la probeta.

La tensión  $\sigma_c$ , de los resultados de deformación con el TDMO (punto VII.2) que sobre la curva carga-elongación está definida como la tensión donde comienza la deformación plástica ( $\sigma_{0,2\%}$ ) es coincidente con la aparición de una variante de placas de martensita inducida por deformación.

La tensión crítica de fluencia ( $\sigma_c$ ) como función de la temperatura se dá en la Figura 39, observándose una dependencia monótonamente decreciente con el aumento de  $T$  [°C]. Esa variación, es equivalente a la de tensión crítica de fluencia para deformación plástica ( $\sigma_y$ ). Como se discute en el punto VIII.5.3., se llega a la conclusión de que esas tensiones  $\sigma_c$  y  $\sigma_y$  tienen el mismo valor para una dada temperatura.

La tensión máxima alcanzada  $\sigma_{UTS}$  y la deformación plástica  $\epsilon'_f$  calculada como deformación lineal, se representan en función de la temperatura en la Figura 40.

El comportamiento de esas curvas, se discute en el punto VIII.3.1.

### 11.1. Ensayos de deformación por compresión

Empleando probetas de 3mm de diámetro y 7,5mm de longitud maquinadas a partir de las iniciales 3-d, 5-d y 10-d (Tabla N° 15), se realizaron ensayos de compresión hasta llegar a la rotura, a las temperaturas siguientes:

112°C; 90°C; 60°C; 30°C; 0°C; -23°C; -49°C;  
-58°C; -86°C; -193°C.

Las curvas de carga vs. elongación, son similares a las obtenidas por tracción, con algunas particularidades propias del modo de deformación que se discute a continuación.

Se determinaron los valores de tensión de fluencia ( $\sigma_y$ ), tensión máxima de rotura ( $\sigma_{UTS}$ ), deformación plástica a rotura ( $\epsilon_f$ ) y grado de endurecimiento para cada temperatura.

Los resultados presentan una mayor dispersión que los producidos en ensayos de tracción. Ello puede deberse a la falta de paralelismo entre las caras de las probetas que apoyan sobre los platos de sujeción de la máquina de deformación y al tipo de esfuerzos que se originan sobre dichos apoyos y "cabeza" de las probetas. En general, estos valores cumplen con la misma dependencia en temperatura que los resultantes por tracción. En particular, comparando con esas mediciones, podemos decir que:

- La tensión de fluencia es algo menor para temperaturas inferiores a  $0^\circ\text{C}$  y mayor a temperaturas superiores.
- La tensión máxima de rotura obtenida por compresión, es mayor que la obtenida por tracción, en todo el rango de temperatura.
- La deformación a rotura, resulta de aproximadamente el doble que la medida por tracción.
- El grado de endurecimiento es similar, ya sea en función de la temperatura del ensayo o el porcentaje de deformación. El mismo es muy significativo a temperaturas mayores que  $-50^\circ\text{C}$  y despreciable en el rango de bajas temperaturas ( $\sigma_y \approx \sigma_{UTS}$ ). Asimismo, el grado de endurecimiento es menor al comienzo de la deformación plástica, presentando a las mayores temperaturas una especie de "zona de fácil deslizamiento". El ancho de esa zona o intervalo, es mayor a las temperaturas más altas.

En el ensayo por compresión, la rotura de la probeta se alcanzaba en general por deslizamiento en planos inclinados respecto al eje de carga de la probeta y a una distancia aproximadamente equidistante de los apoyos. Sin embargo, mantener las condiciones de alineación con los apoyos, no siempre es totalmente posible. Es así que a

veces, se produce deformación en los apoyos, inclinando la probeta, lo que explicaría los mayores valores de los parámetros medidos  $\sigma_{UTS}$  y  $\epsilon_f$ .

En cada ensayo, se realizaron ciclos de carga-descarga, para distintos grados de deformación del material, no determinándose en ningún caso un comportamiento pseudoelástico (Ver histéresis en deformación).

## 12. Deformación macroscópica S

### 12.1. Medición del módulo de la deformación macroscópica

A los efectos de conocer el desplazamiento macroscópico S en la martensita inducida por deformación, se realizaron mediciones del relieve producido por la aparición de placas de martensita inducida por deformación sobre la superficie de la muestra.

La altura  $y$  del "escalón" o relieve, se midió a partir de figuras de interferencia obtenidas en el microscopio óptico. El ancho  $x$  se midió directamente sobre la micrografía (Fig. 43).

A partir de esos datos, medidos sobre una misma placa de martensita que aparece sobre 2 caras de una misma muestra (Fig. 43) y cuyas orientaciones cristalográficas se conocen por mediciones con rayos X, es posible determinar el valor de  $\underline{S}$  (módulo y dirección)[82PER].

En la (Fig. 44), se muestra una placa de martensita en la matriz beta, donde se muestran los distintos parámetros geométricos, a saber

$y$  = altura del escalón

$x$  = ancho de la placa

$e$  = espesor de la placa, según esa proyección

$f$  = normal a la superficie

$h$  = normal al plano de hábito

$\emptyset$  = ángulo entre  $f$  y  $h$

$q$  = dirección contenido en el plano de hábito y paralela a la superficie del papel.

La deformación macroscópica normal a la superficie  $f$ , la denominamos  $S_f$  y está dada por:

$$S_f = y/x$$

La deformación según una dirección  $q$ , que la denominamos  $S_q$  está dada por:

$$S_q = \ell/e$$

Podemos escribir  $S_q$ , en función de  $S_f$  y el ángulo  $\phi$ , a través de las siguientes relaciones algebraicas:

$$\ell \operatorname{sen}\phi = y \quad \ell = \frac{y}{\operatorname{sen}\phi}$$

$$e = (x + \ell \operatorname{cos}\phi) \operatorname{sen}\phi$$

$$= \left(x + \frac{y}{\operatorname{sen}\phi} \operatorname{cos}\phi\right) \operatorname{sen}\phi$$

$$e = x \operatorname{sen}\phi + y \operatorname{cos}\phi$$

$$S_q = \frac{y}{\operatorname{sen}\phi (x \operatorname{sen}\phi + y \operatorname{cos}\phi)}$$

$$S_q = \frac{1}{\operatorname{sen}\phi \left(\frac{\operatorname{sen}\phi}{(y/x)} + \operatorname{cos}\phi\right)}$$

$$S_q = \frac{1}{\operatorname{sen}\phi \left(\frac{\operatorname{sen}\phi}{S_f} + \operatorname{cos}\phi\right)}$$

Las proyecciones estereográficas 56 y 57 contienen los resultados del análisis de trazas y de interferometría óptica de las dos superficies A y B de una misma muestra, que forman entre sí un ángulo  $\gamma$  igual a  $96^\circ$  y corresponden a dos placas de martensita  $\alpha'_D$ .

En dichas proyecciones se muestran los polos correspondientes al plano de hábito  $h$  y normales a las caras  $f_A$  y  $f_B$  de donde se pueden medir los ángulos  $\phi_A$  y  $\phi_B$  respectivamente. Los valores obtenidos, como así también los calculados para  $S_{fA}$ ,  $S_{fB}$ ,  $S_{qA}$  y  $S_{qB}$  son:

	$\phi_A (^{\circ})$	$\phi_B (^{\circ})$	$S_{fA}$	$S_{fB}$	$S_{qA}$	$S_{qB}$
Placa 1	60	64	0,033	0,065	0,043	0,078
Placa 2	58	110	0,066	0,056	0,088	0,065

Las correspondientes direcciones  $q_A$  y  $q_B$ , sobre las proyecciones estereográficas, resultan de la intersección entre las trazas del plano de hábito y trazas de las caras respectivas, ya que dichas direcciones deben estar contenidas en ambos planos.

Los valores  $S_{qA}$  y  $S_{qB}$ , son proyecciones del  $S$  sobre las caras  $A$  y  $B$ . El ángulo entre  $S$  y los anteriores, es  $\gamma_A$  y  $\gamma_B$  respectivamente (Fig. 44-C).

Para cada placa de martensita hay, sobre la correspondiente proyección estereográfica, tres posibles polos para la deformación  $S$ . Esas direcciones deben estar sobre trazas de planos tipo (110) y traza del plano de hábito. Ver discusión pto. VIII.4.2. Resultan así como factibles, los polos  $a$ ,  $b$  y  $c$ .

De la Fig. 44 (c), deberá cumplirse que:

$$S_{qA} = S \cdot \cos \gamma_a$$

$$S_{qB} = S \cdot \cos \gamma_B$$

de donde:

$$\frac{S_{qA}}{S_{qB}} = \frac{\cos \gamma_A}{\cos \gamma_B}$$

Los ángulos en grados, medidos para  $\gamma_A$  y  $\gamma_B$  respecto a las direcciones a, b, c; se dan en la tabla 7, junto a los valores calculados de  $\cos\gamma_A/\cos\gamma_B$  y  $S_{qA}/S_{qB}$ . Vemos que la ecuación anterior se verifica para el polo a, proyección 56 y polo c, proyección 57.

Tabla N° 17

Parámetros medidos para la determinación de la deformación macroscópica "S".

	Placa 1			Placa 2		
	a	b	c	a	b	c
$\gamma_A$	69	10	50	77	17	43
$\gamma_B$	46	65	15	7	68	53
$\frac{\cos\gamma_A}{\cos\gamma_B}$	0,52	2,33	0,67	0,23	2,55	1,22
$\frac{S_{qA}}{S_{qB}}$	0,55			1,35		
S	$\frac{0,119 + 0,112}{2} = 0,115$			$\frac{0,120 + 0,108}{2} = 0,114$		

A S, lo calculamos para cada placa como la media resultante de:

$$S = \frac{S_{qA}/\cos\gamma_A + S_{qB}/\cos\gamma_B}{2}$$

Obteniéndose para la placa 1 un S de 0,115 y para la placa 2 un S de 0,114....







TABLA N° 15

LISTADO DE PROBETAS EMPLEADAS PARA LOS ENSAYOS  
DE DEFORMACION - COMPOSICIONES

Probeta N°	Tipo de esfuerzo	Temperatura del ensayo [ °C ]	% Zr (en peso)	% Nb (en peso)	% Al (en peso)
1-d	Tracción	-54°C	91,23	7,77	1,00
2-d	Tracción	100°C	90,92	8,07	1,01
3-d	Compresión		90,98	7,99	1,03
4-d	Tracción	0°C	91,06	7,94	1,00
5-d	Compresión		91,12	7,89	0,99
6-d	Tracción	-101°C	90,98	8,02	1,00
7-d	Tracción	-193°C	90,99	8,00	1,01
8-d	Tracción	50°C	91,23	7,75	1,02
10-d	Compresión		91,12	7,87	1,01

## VIII. ANÁLISIS DE RESULTADOS EN ALEACIONES DE Zr-Nb-Al

### 1. Microscopía electrónica de transmisión

El análisis de las distintas morfologías, martensita inducida por deformación, espontánea y combada, se realizó sobre proyecciones estereográficas. El significado de la nomenclatura empleada, como así también de los distintos trazos usados se indican en el listado de proyecciones estereográficas.

#### 1.1. Martensita inducida por deformación

##### 1.1.1. Análisis de muchas superficies

Con el fin de determinar:

- a) plano de hábito,
- b) subestructura interna de las placas (dislocaciones o maclas),

se realizó sobre proyecciones estereográficas, el análisis de las distintas trazas, correspondientes a diferentes ejes de zona u orientaciones.

Se analizan las proyecciones estereográficas, que llevan los números 12 - 13 - 14 - 15 - 16 - 20, sobre las cuales se ha dibujado en cada una de ellas, para la foto que se indica en cada caso, el gran círculo correspondiente al polo del eje de zona con que fue tomada esa foto. Sobre el mismo, se indica con  $\beta$  la traza del plano de hábito y con  $\underline{m}$  la traza correspondiente a la subestructura fina.

Con traza (-••-) se dibujó para cada caso los posibles polos del plano de hábito y con traza (—), los posibles polos del plano correspondiente a la subestructura fina. Del análisis de dispersión de los posibles polos para el plano de la subestructura  $\underline{m}$  (Ver Fig. 30), se observa para

cada caso: polos  $(0001)$  -  $(10\bar{1}0)$  -  $(10\bar{1}1)$  -  $(10\bar{1}2)$ , una fuerte dispersión. Esta figura, al igual que las N° 31 y 32, se dibujaron tomando de las proyecciones estereográficas correspondientes aquellos segmentos de arco que, representando posibles polos de planos de la subestructura fina  $\underline{m}$ , se ubican más cerca de las variantes de polos de plano mencionados. De este resultado, y de las mediciones efectuadas sobre el microscopio electrónico, donde, como se discute más adelante, no se encontraron evidencias de que esa subestructura correspondiera a la formación de micromaclas, se deduce que esas trazas  $\underline{m}$  son producidas por defectos lineales, es decir dislocaciones.

Entonces, para determinar las posibles direcciones de esas líneas de dislocaciones dibujamos sobre las proyecciones estereográficas, los grandes círculos que unen los polos de los ejes de zona con la trazas  $\underline{m}$ . Un dibujo de todas esas posibles direcciones, se dá en otra proyección estereográfica N° 42.

Se encuentra como polo de dirección más probable la del tipo  $[11\bar{2}0]$ . Esto, está de acuerdo con las direcciones de líneas de dislocación más comunes producidas por deformación en la fase hcp del zirconio y aleaciones.

Más adelante, se discuten los posibles vectores de Burgers.

Del análisis de las distorsiones de Bain, se concluye que el polo del plano de hábito, debe resultar sobre el gran círculo externo de la proyección standard  $(0001)$ .

Todos los resultados anteriores, se condensan en la proyección estereográfica N° 43, donde se ve que el plano de hábito resulta cercano a un polo del tipo  $(10\bar{1}0)$  - proyecciones 12, 13, 14, 15 y 20. Las direcciones posibles para las líneas de dislocaciones son del tipo  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , proyección N° 42.

Otras fotos, con ejes de zona  $[\bar{1}\bar{2}10]$ , fueron eliminadas de este análisis por no ser el contraste  $\underline{m}$  bien definido y resultar siempre como posible polo de dirección la tipo  $(1\bar{2}10)$ , por ubicarse el eje de zona sobre la vertical N-S.

En la matriz bcc, no se observa contraste de dislocaciones.

Esto indica que para compensar la deformación macroscópica de las placas de martensita, son estas las que se deforman y no la matriz. Ese resultado es compatible con mediciones de microdureza en la martensita y en fase bcc [78BOL], donde en la fase matriz, la dureza es mayor. Observar (Foto 5 - M.23.2.5.), campo claro de la fase bcc. Aparecen algunos puntos, que se suponen son hidruros producidos durante el pulido de la muestra.

#### 1.1.2. Análisis de la posibilidad de tener micromaclas

Se ubicaron las muestras en el microscopio electrónico, con la condición de poder observar directamente en los diagramas de difracción si aparecen los dobles spots, por maclado. Para ello, se dispone la muestra de forma tal de que el haz de electrones sea paralelo al plano posible de macla, girándose la muestra sin perder esa condición. Las trazas producidas por la subestructura, se colocan según una dirección N-S y el eje de giro normal a esa dirección y al haz de electrones. De esta manera, se cumple la condición anteriormente descripta.

Se presentan algunas observaciones experimentales:  
(Fotos 4-5; M.23.2.4.) - eje de zona  $[\bar{5}143]$  - No se ven doble spot. Traza normal  $(10\bar{1}1)$ .  
(Fotos 14-15; M.23.2.4.) - eje de zona  $[\bar{1}\bar{2}13]$  - no se ven doble spot. Traza normal  $(10\bar{1}1)$ .

### 1.1.3. Análisis de la segunda familia de trazas de subestructura fina "rayitas cruzadas" $m'$

Como el ajuste de la deformación macroscópica de la placa, puede producirse por medio de más de un sistema activo, tipo  $(10\bar{1}0) \langle 12\bar{1}0 \rangle$ , es de esperar que se observe otra familia de trazas que forman la subestructura de la placa. Es lo que también hemos denominado "rayas cruzadas" y dibujado en la proyección estereográfica N° 42 con la designación  $m'$  (segunda variante).

- Fotos 6 y 9 - M.23.2.5. - Se observan trazas definidas. En algún caso, pueden confundirse las trazas por franjas de Moiré. En la F.9, con mayor aumento, se puede ver más nítidamente las trazas. Algunas líneas, se quiebran en varios lugares a  $\sim 120^\circ$ .

- En las (Fotos 8, 9 y 10 - M.23.2.1.), se observan los diagramas de difracción con ejes de zona  $(0001)$  y  $(01\bar{1}1)$  correspondiente a dos placas adyacentes. En el campo claro, se observa en la placa de martensita con orientación  $(01\bar{1}1)$ , una subestructura compuesta por dos familias de trazas, que forman entre sí un ángulo de  $\sim 60^\circ$ .

- También, un buen contraste de trazas "quebradas" a  $\sim 60^\circ$ , se observa en la Foto 5 - M.23.2.2., e igualmente en el montaje de Fotos 27, 28 y 29 - M.23.2.2.

- Al dibujar esa segunda traza  $m'$ , sobre la proyección estereográfica, y trazar el gran círculo de direcciones posibles -uniendo  $m'$  con el polo del eje de zona- resulta como dirección más probable para  $m'$  la  $[1\bar{2}10]$ . Ver proyección estereográfica N° 42.

## 1.2. Martensita espontánea

### 1.2.1. Análisis de muchas superficies

- a) Plano de hábito.
- b) Plano de macla.
- c) Subestructura interna dentro de las variantes de maclas (streaking).

Del análisis de muchas superficies, se dibujó en las proyecciones estereográficas N° 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9, los polos posibles para plano de hábito (-·-·-), subestructura interna de las maclas (—), direcciones posibles para la subestructura interna de las maclas (---).

En cada caso, para las proyecciones de 1 a 9, se dibujó el eje de zona, sobre proyecciones standard (0001) y el gran círculo normal a ese eje de zona, que contiene a las trazas del plano proyectado. Así por ejemplo, se dibujó a la traza del plano de macla (M), coincidente con un polo tipo (0111) y respecto de  $\underline{M}$ , se midieron los ángulos de las trazas correspondientes a plano de hábito y subestructura dentro de las variantes de maclas.

Con  $\beta$ , se designó a la traza del plano de hábito promedio, que en general coincide con  $\beta_{ges}$  dentro de los 3-4° (plano de hábito de la variante de macla más ancha) y con  $\beta_g$  y  $\beta_c$ , se designó al plano de hábito promedio, medidos respecto de la orientación de variante de macla grande y chica y con  $\beta_{ges}$  a la traza del plano de hábito interfase matriz-variante de macla grande.

Las líneas de la subestructura en la macla más ancha la denominamos  $m_g$  y en la macla más angosta  $m_c$ , resultando ambas en general sobre un mismo polo sobre la traza de la proyección eje de zona.

Uniendo para cada proyección estereográfica el eje de zona con  $m_c$  ó  $m_g$ , obtenemos la dirección posible si se trata de un defecto lineal. Dichos resultados, se muestran en la proyección estereográfica N° 40 (----), determinándose como polo más probable para esas direcciones, uno del tipo  $\langle 1210 \rangle$ .

Un resumen de los posibles polos de planos de hábito (---), plano de macla (M), plano subestructura interna de las variantes de maclas (—) y direcciones posibles subestructura interna (---) se observan en la proyección estereográfica N° 41.

1.2.1.1. a) Plano de hábito.

Como se trabajó en un rango de composiciones de "transición", es decir que por templado se tiene martensita (Nb 7% en peso), o fase  $\beta$  con precipitados  $\omega$  (Nb 8% en peso); las muestras en estudio 17.1.1. - 17.1.3., presentan prácticamente total transformación a la fase martensítica  $\alpha'$ . Sin embargo, se encontraron pequeñas regiones con fase bcc retenida, adyacente a placas de martensita. En esos casos, fue posible hacer una estimación, o determinación del plano de hábito.

En las (Fotos 1174-1177 y 1178-1180 - M.17.1.1.), se tiene una placa de martensita en orientaciones (110) y (111) de la matriz bcc, adyacente. Efectuando un análisis de dos superficies (proyección estereográfica N° 48), de la traza del plano de hábito, resulta cercano al  $(334)_\beta$ . En particular, y podemos decir como una excepción, dicha placa no aparece maclada internamente.

Del análisis de muchas superficies, proyección estereográfica N° 41, resultan respecto de la estructura hcp, como posibles polos para el plano de hábito, los cercanos al polo tipo  $(01\bar{1}0)$ . El resultado más valedero, es el correspondiente a la variante de macla ancha ( $i_g$ , con  $i=1...7$ ) ya que es aproximadamente paralela al plano de hábito promedio.

Debido a que la distorsión de Bain es muy pequeña respecto al eje  $c$  (~2%), mientras que es del orden del 10% según ejes cercanos al tipo  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  y  $\langle \bar{1}210 \rangle$ ; el polo del plano de hábito resultante, caerá sobre el círculo máximo externo (aproximación plana) y según el cálculo, pto. IX.2, a  $\sim 9^\circ$  del polo tipo  $(01\bar{1}0)$ .

1.2.1.2. b) Plano de macla

En todos los casos, el plano de macla medido, ha sido del tipo  $(10\bar{1}1)$ .

Dichas mediciones, se realizaron directamente sobre el M.E., orientando la muestra de manera tal de tener el plano de macla paralelo al haz.

- En las (Fotos 1148 y 1151 - M.17.1.1.) se tiene una placa con orientación  $[\bar{7}253]$ , determinándose el plano de macla tipo  $(0\bar{1}11)$ , sobre el correspondiente diagrama de difracción.

- En las (Fotos 1155-1156 - M.17.1.1.) se tiene la orientación de otra placa, con eje de zona  $(\bar{2}113)$  y plano de macla tipo  $(\bar{1}101)$ .

- Una serie de campos oscuros, tomando distintos spots de las variantes de macla, está dado en las (Fotos 1161 a 1165 - M.17.1.1.) donde el eje de zona es  $[\bar{2}113]$  e idéntico plano de macla  $(\bar{1}101)$ .

Un conjunto de placas, una de las cuales tiene orientación tipo  $(0\bar{1}11)$  y también se verifica el plano de macla tipo  $(\bar{1}011)$ , se muestra en las (Fotos 12 y 14 - M.17.1.1.).

- Placas con eje de zona tipo  $[0\bar{1}11]$  y plano de macla tipo  $(10\bar{1}1)$ , se tiene en las (Fotos 19-22 - M.17.1.1.).

- En una de las placas de martensita (3ra.) aparecen dos variantes de plano de macla.

- En algunos casos, es posible observar que las maclas correspondientes a placas adyacentes producen un matching entre sí (Foto 1254 - M.17.1.3.).

Sobre la proyección estereográfica N° 41 resumen del análisis de muchas superficies para martensita espontánea, tomamos el plano de macla  $\underline{M}$  ubicado en el polo  $(0\bar{1}11)$ .

En algunos casos, el plano de macla puede cambiar de variante, tal como se observa en (Foto 1152 - M.17.1.1.).

1.2.1.3. c) Subestructura interna dentro de las variantes de maclas.

Del análisis de muchas superficies, se trató de determinar si la subestructura interna de las variantes de macla correspondía a fallas planas o lineales. Para el primer caso, se pensó que podían tratarse de planos tipo  $(10\bar{1}1)$  (micromaclas) o planos que conteniendo a la dirección tipo  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  fueran desde el basal  $(0001)$  hasta el tipo prismático  $(10\bar{1}1)$ . Se determinó la distribución que podían tener los posible polos, respecto de los polos de planos  $(1\bar{1}01)$ ,  $(0001)$ ,  $(1\bar{2}12)$  y  $(1\bar{2}11)$ , ver Fig. 31. En todos los casos, se observa una alta dispersión.

Del trazado de las posibles direcciones para esa subestructura (proyección estereográfica N° 40), se observa una aceptable correspondencia con polos de direcciones tipo  $\langle 1\bar{1}20 \rangle$ .

Esto estaría de acuerdo, si consideramos que esa subestructura responde a dislocaciones de hélice con vector de Burgers tipo  $\langle a \rangle$ .

1.3. Martensita combada

1.3.1. Análisis de muchas superficies

- a) Plano de hábito.
- b) Plano de macla.
- c) Subestructura ("fina") interna de las placas.

De la misma manera, como se explicó el análisis de muchas superficies para la martensita deformada y espontánea, se dibujó sobre las proyecciones estereográficas N° 30, 33, 34, 35, 36 y 37, para los distintos ejes de zona,

los posibles polos para plano de hábito (línea -·-·-), polos para direcciones (línea ---) o plano (línea —) de la subestructura interna de las dos variantes de macla dentro de las placas de martensita.

Esta subestructura interna, al igual que en las otras dos morfologías de martensita, responde más bien a defectos tipo lineales y no planares, ya que para el primer caso se observa en la proyección estereográfica N° 44, una buena correspondencia con posibles direcciones tipo  $\langle \bar{1}2\bar{1}1 \rangle$ . En la Fig. N° 32, se trazaron los posibles polos correspondientes a las trazas de la subestructura interna, para los planos (0001),  $(\bar{1}2\bar{1}2)$ ,  $(\bar{1}2\bar{1}1)$  y  $(1\bar{1}01)$  observándose en todos los casos una fuerte dispersión. El plano de la macla  $\underline{M}$ , se determinó como  $(0\bar{1}11)$ .

Cada número, puede llevar un subíndice  $\underline{c}$  ó  $\underline{g}$ , para el plano subestructura fina y plano de hábito, significando la traza o plano de hábito promedio en la orientación de variante de macla angosta o grande respectivamente. En el caso de la subestructura fina, el resultado es prácticamente el mismo.

Los valores de plano de hábito promedio, presentan una fuerte dispersión y lejano al valor esperado por cálculo (sobre el círculo máximo exterior y a  $\sim 9^\circ$  del polo tipo  $(01\bar{1}0)$ ). Esto, no nos sorprende, pues como vimos en la descripción de la morfología de la martensita combada, el plano de hábito puede tomar cualquier valor. Sin embargo, se determinó el plano de hábito para los "escalones" formados entre la matriz y la variante de macla grande ( $30_{ges}$ ,  $34_{ges}$ ,  $35_{ges}$ ) resultando polos cercanos a  $(01\bar{1}0)$ , proyección estereográfica N° 45.

Con la muestra 19.2 fue posible sobre el microscopio electrónico orientar la muestra y seguir una línea de Kikuchi (manteniendo la placa con el plano de macla paralelo al haz de electrones) de modo tal de tener los ejes de

zona ( $\bar{2}110$ ) - ( $\bar{7}253$ ) - ( $\bar{1}011$ ) - ( $\bar{4}\bar{1}56$ ) - ( $\bar{1}\bar{1}23$ ) con los correspondientes campos claros de una placa de martensita combada, con maclas internas (Fotos 25-26-27-28-29-30-33-34-35-36 - M.19.2).

En la tabla N° 13, se indican el N° de medición, eje de zona y los ángulos entre la traza del plano de macla M' y la traza de la subestructura variante de macla ancha  $m_g$ , macla angosta  $m_c$ , plano de hábito del escalón variante macla ancha  $\beta_{ges}$ ; variante angosta  $\beta_c$  y plano de hábito promedio  $\beta$ .

Dichos valores, se dibujaron sobre la proyección estereográfica N° 46, determinándose que:

- el plano de macla es del tipo  $(10\bar{1}1)$  (se fijó como referencia).
- el plano de hábito promedio  $\beta(-\dots)$  resulta un valor cualquiera y eso lo podemos tomar como una definición de la martensita combada. Como caso particular, puede resultar el  $(334)_\beta$ .
- dirección de las dislocaciones que forman la subestructura interna de las maclas del tipo  $\langle\bar{1}\bar{2}\bar{1}0\rangle$ .
- el plano de hábito de los escalones entre variante de macla y fase bcc (matriz), cercano al polo del plano tipo  $(0\bar{1}10)$ .

Es de interés determinar los polos de las posibles direcciones correspondientes a la subestructura fina, en la fase matriz bcc.

De diversas placas resultan como posibles polos direcciones tipo  $\langle 111 \rangle$ , aunque cuando el eje de zona usado es del tipo  $\langle 111 \rangle$ , esta determinación es ambigua, pudiendo aparecer como posible también un polo del tipo  $\langle 100 \rangle$ . Sin embargo, cuando el eje de zona es del tipo  $\langle 110 \rangle$ , la determinación es más precisa y sólo aparece como factible un polo tipo  $\langle 111 \rangle$ .

TABLA N° 13  
 DATOS DEL ANALISIS DE MUCHAS SUPERFICIES EN MARTENSITA COMBADA M.19.2  
 PROYECCION N° 46

N°	Eje de zona	M'-m <sub>g</sub>	M'-m <sub>c</sub>	M'-β <sub>ges</sub>	M'-β <sub>c</sub>	M'-β
1	[ $\bar{2}$ 110]	65° hacia (0002)	58° hacia (0002)	40° hacia 10 $\bar{1}$ 0 (hay un escalón a 34°)	60° hacia 10 $\bar{1}$ 0 (impreciso)	50° hacia 10 $\bar{1}$ 0
2	[ $\bar{7}$ 253]	56° hacia (1 $\bar{1}$ 03)	id. m <sub>g</sub>	34° hacia $\bar{1}$ 212	33° hacia $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 2	45° hacia $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 2
3	[ $\bar{1}$ 011]	56° " " f.32 56° "(01 $\bar{1}$ 2)f.14 54° " " f.26	id. m <sub>g</sub> " " " "	29° " " f.32 27° "(1 $\bar{1}$ 01)f.14 30° " " f.26	29° " " f.32 31° "(1 $\bar{1}$ 01)f.14 30° " " f.16	46° " " f.32 45° "(1 $\bar{1}$ 01)f.14 45° " " f.16
4	[ $\bar{4}$ 156]	58° hacia 11 $\bar{2}$ 2	id. m <sub>g</sub>	26° hacia 02 $\bar{2}$ 1	30° hacia 02 $\bar{2}$ 1	50° hacia 02 $\bar{2}$ 1
5	[ $\bar{1}$ 123]	55° hacia (1 $\bar{1}$ 01)	id. m <sub>g</sub>	34° hacia 10 $\bar{1}$ 0	34° hacia (10 $\bar{1}$ 0)	52° hacia (10 $\bar{1}$ 0)

Tomamos los ángulos sobre las trazas, es decir la foto; respecto a la traza de la macla, que denominamos M', cuyo polo es 01 $\bar{1}$ . El sentido, es desde el polo M hacia el polo que se indica en cada caso.

Así por ejemplo, en las (Fotos 2 y 3, 30 y 31 - M.19.1.1.) observamos placas de martensita con orientaciones  $\langle 111 \rangle$ . En las respectivas proyecciones estereográficas N° 50 y 51, se tienen los posibles polos de direcciones correspondientes a la subestructura fina (línea ---), plano de hábito promedio (línea — ) en el caso de las Fotos 30 y 31. En la serie de (Fotos 1271-1272-1273 - M.19.1.1.), tenemos la orientación de la matriz en  $(110)_\beta$  y campos claros de placas de martensita. El correspondiente análisis en proyección estereográfica N° 52 indica como posible polo para la dirección de las dislocaciones (subestructura fina) la  $\langle 111 \rangle_\beta$ ; polo tipo  $(111)$  para el plano de hábito.

Similar resultado, correspondiente a la serie de (Fotos 1141-1142-1143 - M.19.1.1.) se dá para la subestructura fina y plano de hábito.

#### 1.4. Determinación del caracter de las dislocaciones

##### 1.4.1. Criterios generales sobre la condición de invisibilidad [79THO]

Dentro de la teoría cinemática, podemos emplear el criterio del valor de  $g \cdot R$  como condición de visibilidad de un defecto, donde  $R$  es un vector de desplazamiento (en general, desplazamiento de átomos desde su posición regular en la red).  $R \equiv (R_x, R_y, R_z)$ ; como  $R_z \cdot g = 0$ , solo importan los desplazamientos normales al haz para producir contraste.

Para el caso de dislocaciones de hélice, los desplazamientos  $R$  son siempre paralelos al vector de Burgers  $b$ , por lo tanto será suficiente como criterio de invisibilidad de que  $g \cdot b = 0$ .

En el caso de dislocaciones de borde, las componentes principales de  $\underline{R}$ , son  $R_b$  y  $R_n$  (desplazamientos paralelos y normal a  $\underline{b}$  y plano de deslizamiento respectivamente). Si el semiplano de la dislocación es paralelo al haz de electrones, se cumplirá que  $g \cdot b = n$  (incluyendo el cero), mientras que  $g \cdot R_n = 0$ . Si el semiplano de la dislocación, es normal al haz, se cumplirá que  $g \cdot b = 0$ , mientras que  $g \cdot R_n = m$  (incluyendo el cero).

Es entonces que debido a los desplazamientos  $R_n$ , las dislocaciones de borde no dejan de tener contraste, aunque  $g \cdot b = 0$ . Únicamente, no serán visibles cuando también se cumpla que  $g \cdot R_n = 0$ . Como consecuencia de esto, es posible observar dislocaciones de borde cuando su vector de Burgers es paralelo al haz incidente.

Este mismo criterio, es empleado por [72TEN].

Debido a efectos de interferencia internos, para las dislocaciones del tipo (c+a) [78JON], indican que algunas reflexiones de bajo índice presentan largas distancias de extinción asociadas, resultando entonces las imágenes de las dislocaciones más anchas y fuertemente dependientes de la orientación.

#### 1.4.2. Evidencias experimentales

Aplicamos la condición de que para que una dislocación deje de verse, deberá cumplirse que

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

ya que suponemos se trata de dislocaciones de hélice (IV.1)

Para cada spot y tipo de dislocación, las condiciones de invisibilidad  $g \cdot b = 0$  se dan en la tabla siguiente (de Woo y Tangri) [79W00]:

Reflexión	Tipo [a]	Tipo [c+a]	Tipo [c]
(11 $\bar{2}$ 0)( $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0)(2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0)			[0001]
(01 $\bar{1}$ 0)	[2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	[ $\bar{2}$ 113][ $\bar{2}$ 11 $\bar{3}$ ]	[0001]
(0002)	[11 $\bar{2}$ 0][2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0][ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0]		
(1 $\bar{1}$ 0 $\bar{1}$ )	[11 $\bar{2}$ 0]	[ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3][ $\bar{2}$ 11 $\bar{3}$ ]	
( $\bar{1}$ 011)	[ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0]	[11 $\bar{2}$ 3][ $\bar{2}$ 11 $\bar{3}$ ]	
(01 $\bar{1}$ $\bar{1}$ )	[2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	[11 $\bar{2}$ 3][ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3]	
(01 $\bar{1}$ 1)	[2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	[11 $\bar{2}$ 3][ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3]	

Debido a la alta densidad de dislocaciones, tipo [a] por el alto porcentaje de deformación; es muy difícil "aislar" estas dislocaciones y definir su vector de Burgers. Del mismo modo, esa alta densidad de dislocaciones tipo [a], enmascaran las dislocaciones del tipo [c+a].

En la serie de fotos 24-25-26-28-30 - M.23.2.4., se observa una placa de martensita con eje de zona tipo [ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0]. Se realizaron campos oscuros con los siguientes spots y contraste observado en cada caso:

Foto	Spot	Contraste
24	Diag.difracción	eje zona [ $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0]
25	campo claro	----
26	(10 $\bar{1}$ 0)	algunas líneas, una dirección
28	(10 $\bar{1}$ 1)	líneas dos direcciones
30	(0001)	no se ven líneas

Se supone que se trataría de dislocaciones con vector de Burgers tipo  $[a]$ .

Otro campo claro y correspondiente campo oscuro con spot tipo  $(10\bar{1}1)$ , se observa en las fotos 25 y 26 - M.23.2.1., donde en el campo oscuro deja de verse el contraste de trazas, pudiendo tratarse de dislocaciones tipo  $[a]$  ó  $[c+a]$ .

En la serie de fotos 20-21-22-24-27 - M.23.2.5., se tiene una placa de martensita con orientación tipo  $[\bar{1}2\bar{1}0]$ . Se realizaron campos oscuros, con los spots y contraste de trazas observados en cada caso, que se resumen a continuación:

Foto	Spot	Contraste
21-22 24	Central (campo claro) $(10\bar{1}1)$	Una familia de trazas se ven debilmente las trazas
27	$(0002)$	no se ven trazas

De los resultados anteriores sólo podemos concluir de que hay evidencias de que se trataría de dislocaciones del tipo  $[\vec{a}]$ , por no presentar contraste al ser observadas con el spot del tipo  $(0002)$ . Sin embargo, una buena definición requeriría mayor número de observaciones con distintos ejes de zona y spots que permitieran verificar cada una de las condiciones de invisibilidad.

La alta densidad de dislocaciones, producidas por la gran deformación plástica de las placas de martensita, hacen dificultosa esta determinación y en particular si se quieren medir dislocaciones del tipo  $(c\bar{1}a)$  producidas durante la transformación, ya que su densidad sería relativamente baja (distorsión de Bain según eje  $c \cong 1.5\%$ ).

Se realizó entonces una búsqueda bibliográfica orientada a la determinación de dislocaciones tipo  $(c\bar{1}a)$  en aleaciones de Ti y Zr, por diversos autores. La misma se transcribe en el Punto. IV.1.

## 2. Subestructura fina

En nuestro caso, tenemos resultados experimentales a partir del análisis de trazas en muchas superficies, para la subestructura interna que aparece dentro de las placas en la martensita deformada o dentro de las variantes de maclas en la martensita espontánea o combada.

Según las proyecciones estereográficas correspondientes, en todos los casos concluimos de que se trata de defectos lineales, dislocaciones, según direcciones tipo  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ .

De las observaciones directas sobre el microscopio electrónico, podemos decir que para la martensita deformada, dichas trazas no corresponden a la existencia de micro-maclas. Suponemos entonces, que se trata de dislocaciones del tipo  $\langle a \rangle$ .

Por otro lado, de acuerdo a las condiciones del cálculo para determinar la ubicación del plano de hábito, mediante la aplicación de teorías cristalográficas fenomenológicas (WLR), aparecerían en la transformación dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$  en menor densidad que las del tipo  $\langle a \rangle$ .

La determinación del carácter de las dislocaciones por observación directa, no ha sido posible y se presentan únicamente evidencias experimentales de que se trataría de dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ .

Haciendo uso de los resultados expuestos por otros autores, pto. IV.1., y relacionándolos con nuestro estudio, podemos concluir que:

- a) En zirconio deformado, dependiendo de la cantidad de deformación, podemos observar distintas morfologías de dislocaciones, como líneas de dislocaciones aisladas, dipolos, redes, enriedos.
- b) El sistema de deslizamiento más probable, o normal para el zirconio, es el de plano prismático de primer orden, según direcciones tipo  $\langle a \rangle$ .
- c) La deformación de monocristales de zirconio, presenta tres etapas. Para deformaciones intermedias, etapa II, las dislocaciones reportadas son del tipo  $\langle a \rangle$  y de hélice.
- d) Según modelos de esferas rígidas, la disociación más probable de dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ , es sobre planos prismáticos y no sobre planos basales. Cálculos de ganancia en energía, teniendo en cuenta constantes elásticas en función de las energías de falla de apilamiento, indican como mucho más favorable para el zirconio la disociación sobre planos prismáticos.
- e) El deslizamiento basal, puede aparecer si hay deslizamiento cruzado (cross-slip) y a altas temperaturas (mayores que  $850^{\circ}\text{K}$ ), puede ser térmicamente activado. Sin embargo, la CRSS para deslizamiento basal es mayor que para deslizamiento prismático, en todo el rango de temperaturas.
- f) Impurezas gaseosas, del tipo O, N, ejercen una gran influencia en la CRSS para deslizamiento prismático, hacen menos probable el deslizamiento basal y producen un "confinamiento" de dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  sobre planos tipo  $(10\bar{1}0)$ . Ello, se observó para zirconio "esponja", mientras que para zirconio "iodide" aparecen jogs.

Lo anterior es coherente con nuestros resultados de que en el interior de las placas de martensita hay dislocaciones según direcciones tipo  $\langle 1210 \rangle$ , y de hélice, ya que no aparece en los análisis de muchas superficies un único plano como el más probable, pero sí planos que contienen a la dirección tipo  $\langle \bar{1}210 \rangle$ .

- g) En el caso de estructuras Widmanstätten o martensíticas, sobre zircaloy, se reporta en la literatura la existencia de dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  y de carácter de hélice, en el interior de las placas, mientras que en los bordes de las placas las dislocaciones son del tipo  $\langle c+a \rangle$ . Ese resultado es muy importante, ya que es totalmente compatible con nuestras mediciones y suposiciones. (Esos autores [79W00], tienen mucho menor densidad de dislocaciones en zircaloy respecto a nuestras muestras de Zr-Nb-Al).
- h) En ensayos sobre zirconio monocristalino, han sido reportadas la existencia de dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  sobre planos de deslizamiento  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}1\}$  [71TEN]. Para zirconio policristalino [72JEN], titanio puro [70PAT], zircaloy irradiado [73BEL], se indican similares resultados. Cálculos realizados para titanio [70OTT], muestran al sistema  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{2}113 \rangle$  como el más probable para la deformación, en el proceso de transformación martensítica.
- i) Modelos realizados por computadora, con distintos potenciales de Lenard-Jones, muestran como menos probable al deslizamiento prismático, contrariamente a lo observado. Esos resultados son fuertemente dependientes del potencial elegido y probablemente hay una gran influencia del contenido de impurezas intersticiales. Por lo tanto, los valores obtenidos con este tipo de cálculos, deben considerarse con especial cuidado.
- j) Valores de tensiones críticas resueltas para el deslizamiento (CRSS), medidas en Ti-6Al-4V, indican un valor algo mayor para dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ , respecto a

dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ , principalmente para ensayos de compresión (~50%). Sin embargo, esa diferencia no sería lo suficientemente elevada como para explicar la no presencia de dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  en nuestras muestras.

Los valores calculados, para dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  y tipo  $\langle c+a \rangle$  en diferentes sistemas de deslizamientos y descomposición en parciales, muestran una acentuada anisotropía, que explican los distintos valores reportados en la CRSS para tensión o compresión, y la fuerte dependencia para las dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  de la CRSS, con componentes hidrostáticas del tensor de tensiones.

- k) A elevadas temperaturas, mayores que  $300^{\circ}\text{C}$ , se reporta una competencia entre maclado sobre planos tipo  $(10\bar{1}1)$  y deslizamiento con dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  [72JEN]. Ello puede ser la base para explicar porqué la martensita espontánea, cuya  $M_s$  se ubica alrededor de los  $400^{\circ}\text{C}$ , ajusta el plano de hábito en promedio, a través de maclado tipo  $(10\bar{1}1)$ , mientras que la martensita inducida por deformación, a temperatura ambiente, no aparece maclada internamente (por transformación) y ajusta el plano de hábito o plano invariante, por medio de la deformación de red invariante según el sistema  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{2}113 \rangle$ , de acuerdo a los resultados obtenidos por cálculo.
- l) Otro argumento en favor del ajuste de la deformación inhomogénea de red invariante, por medio de las dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ , es que según el eje  $\langle c \rangle$  del hexágono, la distorsión de Bain produce una dilatación del orden de 1.25%. Si bien la misma es pequeña, comparada con la contracción y dilatación según los ejes normales a  $\langle c \rangle$ , de algún modo debe ser ajustada. Ello, puede suceder con las dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$  y no con las del tipo  $\langle a \rangle$ . (Capítulo IX).

## 2.1. Comentarios adicionales sobre análisis de la subestructura fina

i) Para la martensita espontánea y combada, suponemos también que la subestructura interna, se desarrolla a los efectos de compensar la deformación total macroscópica  $S$ , cuyo módulo desconocemos en este caso, tal como sucede con la martensita obtenida por deformación.

Según el análisis de muchas superficies, esa subestructura corresponde a dislocaciones de hélice, según direcciones del tipo  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ . La deformación macroscópica  $S$ , que tiene lugar sobre el plano de hábito, podría ser ajustada con el sistema que da la mayor proyección (Pto. VIII.4.1.), correspondiendo esos sistemas a direcciones tipo  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  sobre planos tipo  $(10\bar{1}0)$ .

ii) La deformación de red invariante, para ajustar el plano de hábito, tiene lugar en la martensita espontánea, por maclado según planos tipo  $(10\bar{1}1)$ ; mientras que en la martensita por deformación, ese ajuste se realiza por deslizamiento según sistemas tipo  $(10\bar{1}1)\langle \bar{2}113 \rangle$ . La operabilidad de uno u otro sistema, puede depender de la temperatura [69PAT], resultando el maclado más fácil a altas temperaturas (La temperatura  $M_s$  está alrededor de los  $400^\circ\text{C}$ ) y el deslizamiento más favorable a temperaturas alrededor de ambiente.

Entonces, la martensita combada podría tratarse de un caso intermedio. Es decir, que operarían los dos procesos de maclado y deslizamiento para ajustar el plano de hábito. Ello es consistente con:

a) La martensita combada se produce para composiciones de transición, es decir en el rango de alto contenido de Niobio para la martensita espontánea, en la cual la  $M_s$  decrece al aumentar el Niobio.

b) El plano de macla en la martensita combada es el mismo que en la martensita espontánea, pero el volumen maclado, es decir la relación entre la cantidad de variante de macla 1 y variante de macla 2, no guarda una relación constante e igual a 1/3 [57MAC][79KNO].

c) El plano de hábito promedio puede tomar cualquier valor, mientras que el plano de hábito correspondiente a cada "escalón" de variante de macla, ajusta a un valor cercano a (10 $\bar{1}$ 0). Ello indicaría que algunas variantes de macla dentro de una placa de martensita, ajustarían el plano de hábito por deslizamiento, resultando su interfase con la matriz bcc un plano de hábito "normal", en tanto que otras variantes ajustarían por maclado. En promedio, por arreglos de variantes de maclas de distinto espesor, se conformaría una placa de martensita combada, cuyo plano de hábito puede tomar cualquier valor.

iii) Si la distorsión de Bain se redujera a un caso plano con conservación de la distancia entre planos tipo (110)//(0001) no harían falta dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  para ajustar el plano de hábito.

### 3. Ensayos de deformación en máquina de ensayos universales

#### 3.1. Discusión resultados de deformación por tracción

Comparando  $\sigma_c \equiv \sigma_y$ ,  $\sigma_{UTS}$  y  $\epsilon'_f$  (ver punto VIII. 11.1.2.), encontramos que:

A bajas temperaturas, menores que  $-100^\circ\text{C}$ ,  $\sigma_y$  difiere muy poco de  $\sigma_{UTS}$  (aprox. un 10%) y la deformación plástica alcanzada es pequeña y del orden de un 4%.

Como se discute en el punto VIII.5., es importante para tener efecto TRIP, transformación martensítica inducida por deformación. En el proceso de formación de las placas, es necesario para el crecimiento de las mismas la deformación plástica de la matriz pudiendo incluso esa deformación contribuir con nuevos "sitios potentes" para la nucleación de placas. A bajas temperaturas, la tensión de

fluencia del material es mayor (70 a 100 Kgr/mm<sup>2</sup>), pues es mayor la tensión crítica para mover dislocaciones. Entonces, el material es relativamente frágil,  $\epsilon$  es bajo como mencionamos y se produce una reducida formación de placas de martensita, por consiguiente poco efecto TRIP. De allí que  $\sigma_y$  y  $\sigma_{UTS}$  difieran poco en ese rango de temperaturas.

Es de hacer notar que, a pesar de encontrarnos en ese rango de bajas temperaturas, más cerca de la temperatura de transformación espontánea  $M_s$ , la facilidad para la formación de placas de martensita es menor, ya que si bien la fuerza de transformación química será mayor, no es lo suficiente como para producir la transformación espontánea o asistida por tensión, resultando la posibilidad de crecimiento de las placas de la facilidad con que puedan moverse dislocaciones y deformar plásticamente el material.

A temperaturas entre -100 y 0°C observamos un notable incremento en la deformación plástica  $\epsilon_f$ , llegándose a valores del orden del 30%. Asimismo,  $\sigma_{UTS}$  aumenta, presentando un máximo relativo a temperaturas del orden de los 0°C y el  $\sigma_y$  continúa decreciendo monótonamente, tal como es de esperar en cuanto al comportamiento en función de la temperatura de la tensión de fluencia (para deformación plástica). En este rango de temperaturas, es más fácil mover dislocaciones y por consiguiente se incrementa la deformación plástica, la que contribuye al proceso de crecimiento y tal vez de formación de nuevos núcleos de martensita. Al progresar la deformación y multiplicarse las placas de martensita, el material sufre un endurecimiento, explicándose así el mayor valor de  $\sigma_{UTS}$ .

Un comportamiento similar, encontramos entre 0 y 50°C. Sin embargo, al aumentar aún más la temperatura, aparece un descenso en el valor de  $\sigma_{UTS}$  y  $\epsilon'_f$ , mientras  $\sigma_y$  continúa disminuyendo, aunque más lentamente.

Digamos que entre 50 y 100°C, la temperatura ya está muy lejos de la temperatura de transformación espontánea, siendo relativamente más pequeña la fuerza de transformación química. El término mecánico, que se agrega al cambio de energía libre, producto tensorial entre el estado de tensiones y el estado de deformaciones  $\sigma \cdot \epsilon$ , se hace también menos significativo, pues  $\sigma_y$  disminuye y entonces es menor la cantidad de transformación martensítica inducida por deformación (TRIP). Al disminuir el TRIP, lo hace consecuentemente la deformación plástica y si la temperatura aumentara aún más, sólo se deformaría la matriz bcc sin producirse transformación de fase. A pesar de que el endurecimiento  $\underline{n}$  (Fig. 41) es apreciable, la tensión máxima  $\sigma_{UTS}$  disminuye, por el menor valor de  $\underline{\epsilon}$ , menor valor de  $\sigma_y$  y menor cantidad de efecto TRIP.

Utilizando los valores de tensión verdadera y deformación plástica verdadera, Tabla N° 14/1 al 6, columnas 3 y 4 respectivamente, se realizó la Fig. N° 42 ( $\sigma$  vs  $\epsilon_t$ ), donde se comparan esas magnitudes para distintas temperaturas de ensayo.

Para temperaturas de -54; 0; 50 y 100°C, observamos que la curva  $\sigma$  vs  $\epsilon$ , se compone de tres regiones:

- una primer región lineal, donde tiene lugar la deformación elástica. De la pendiente de las curvas en esa región, se deduce que ha habido deformación elástica en el sistema de sujeción y bastidor de la máquina de deformación. Por lo tanto, el análisis que realicemos de las distintas curvas de deformación en esa región elástica, no corresponderá totalmente al comportamiento de las probetas ensayadas.
- una región intermedia con poca pendiente que podríamos llamar de "fácil deslizamiento".
- una región donde para deformaciones mayores, la pendiente de la curva se torna más elevada, presentando así el material un endurecimiento.

Para temperaturas de  $-101$  y  $-193^{\circ}\text{C}$ , sólo aparece la primera región de deformación elástica, con derivada segunda de  $\sigma$  vs  $\epsilon_t$  levemente positiva, pasando luego a una zona estrecha de deformación plástica con pendiente positiva.

Del análisis de esas curvas, podemos decir que:

- En la región elástica, la derivada segunda es pequeña y negativa para las temperaturas mayores ( $50$  y  $100^{\circ}\text{C}$ ), nula para las temperaturas intermedias ( $0$  y  $-54^{\circ}\text{C}$ ) y pequeña y de valor positivo para las bajas temperaturas ( $-193$  y  $-101^{\circ}\text{C}$ ).
- La región de "fácil deslizamiento", es más extensa y también con pendiente menor para las temperaturas de  $100^{\circ}\text{C}$  y  $-54^{\circ}\text{C}$ .
- La región de endurecimiento presenta mayor pendiente para una temperatura de  $50^{\circ}\text{C}$ , disminuyendo esa pendiente en forma suave para temperatura de  $100^{\circ}\text{C}$  y decreciendo más para las temperaturas menores.

Es sabido que los resultados de deformación con el TDMO (punto VII.2) que al comenzar la deformación plástica (comienzo de la segunda región), se induce una variante de placa martensítica. Luego, al continuar la deformación, la región de "fácil deslizamiento" contribuirá al crecimiento y transformación de fase. El ancho de esa región es mayor para los valores más altos de temperatura, indicando ello que es necesaria una mayor deformación que contribuya al cambio de energía libre y poder así proseguir la transformación inducida de nuevas variantes de placas y dando comienzo a la tercera región. Aquí, aparece un endurecimiento, que podemos considerar producido por la interacción de distintas variantes de placas.

A las temperaturas más bajas, aparece el material poco transformado, debido a la imposibilidad de una mayor deformación plástica.

El grado de endurecimiento del material, se puede medir por medio del coeficiente de endurecimiento  $\underline{n}$ .

De la ley de Norton, tenemos que:

$$\sigma = k \epsilon^n$$

donde  $\epsilon$  es la deformación logarítmica  $\epsilon_t$  y  $k$  es una constante; derivando esta expresión:

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = k \cdot n \cdot \epsilon^{n-1} = n k \frac{\epsilon^n}{\epsilon} = n \frac{\sigma}{\epsilon} \quad +$$

$$n = \frac{\epsilon}{\sigma} \cdot \frac{d\sigma}{d\epsilon}$$

Calculando las derivadas  $d\sigma/d\epsilon$ , como la pendiente de la recta tangente a cada punto de las curvas de la Figura 42, y midiendo para cada punto los valores de  $\sigma$  y  $\epsilon_t$ , se construyó la Tabla N° 16, de donde tenemos para cada valor de la deformación  $\epsilon_t$  el coeficiente de endurecimiento  $n$  y la temperatura de ensayo como parámetro. A los valores de la tangente, los multiplicamos por el factor de escala que según la fig. 42 es igual a  $[500 \text{ Kgr/mm}^2 \times (\Delta cm_\sigma / \Delta cm_\epsilon)]$ . Dichos valores  $n$  vs  $\epsilon_t$  se encuentran graficados en la Figura N° 41.

Para pequeños valores de deformación, menores que .04,  $n$  toma valores aproximadamente igual a 1 para las distintas temperaturas. No obstante, dicho valor en el rango elástico es poco significativo por la deformación producida en la máquina de deformación, tal como se citara anteriormente.

Para  $-193^\circ\text{C}$  presenta una pequeña variación ascendente con el aumento de  $\epsilon_t$ . Para  $-101^\circ\text{C}$ ,  $n$  se mantiene alrededor de ese valor 1 para  $\epsilon_t$  de hasta 0.04, decreciendo bruscamente a .19 para  $\epsilon$  igual a 0.06, indicando el rango de la segunda región de la curva ( $\sigma$  vs  $\epsilon$ ) de fácil deformación.

A temperaturas mayores,  $n$  disminuye bruscamente presentando un mínimo, con un valor entre (0,06 - 0,10).

Luego el  $n$  aumenta, al progresar la deformación. Este resultado es coincidente con la temperatura a la cual aparece mayor efecto TRIP, que es de  $\sim 0-50^{\circ}\text{C}$  (ver resultados observación con microscopía óptica, punto VII.7.), y relacionado con los resultados en TDMO, es decir que luego de un "corto" intervalo de deformación, comienza a aparecer otra variante de placa de martensita, que por interacción con la primera produce el endurecimiento posterior, tal como se observa para valores crecientes de  $\epsilon$ .

Para ese rango de temperaturas, con máximo efecto TRIP, es probable que el mismo tenga lugar debido a un balance adecuado entre:

- la fuerza de transformación química
- la componente mecánica  $\sigma \cdot \epsilon$  que contribuye al cambio de energía libre
- la posibilidad de mover dislocaciones y así deformar plásticamente al material.

Para ese rango de temperaturas ( $-51$  a  $100^{\circ}\text{C}$ ), el  $n$  aumenta, presentando para  $T$  igual a  $0-50$  y  $100^{\circ}\text{C}$  un máximo relativo que se ubica a  $\epsilon$  igual a  $0,15-0,18$  y luego  $n$  disminuye nuevamente.

El valor del máximo de  $n$  es mayor para las temperaturas de  $50$  y  $100^{\circ}\text{C}$ .

TABLA N° 16

VALORES DEL COEFICIENTE DE ENDURECIMIENTO  $n$  EN FUNCION DE LA DEFORMACION PLASTICA INGENIERIL  $\epsilon_t$

Temperatura	$\epsilon_t$	$\sigma$ [kgr/mm <sup>2</sup> ]	$d\sigma/d\epsilon$ [ $\alpha$ ]	$d\sigma/d\epsilon = \text{tg}\alpha$ [ $\times 500\text{Kgr/mm}^2$ ]	$n = \frac{\epsilon_t}{\sigma} \times \frac{d\sigma}{d\epsilon}$
100°	0.01	10.5	60°	1.73	.83
	0.02	18	58°	1.60	.89
	0.03	26	57°	1.54	.89
	0.04	32,5	10°	0.18	.11
	0.05	32,7	7°	0.12	.09
	0.06	33	7°	0.12	.11
	0.07	34	8°	0.14	.15
	0.08	35	11°	0.19	.22
	0.09	36	15°	0.27	.34
	0.10	37	18°	0.32	.43
	0.11	37,5	28°	0.53	.78
	0.12	42	30°	0.58	.83
	0.13	45,5	33°	0.65	.93
	0.14	49	37°	0.75	1,07
	0.15	52	38°	0.78	1,12
	0.16	55,5	38°	0.78	1,12
	0.17	58,5	38°	0.78	1,13
	0.18	64	38°	0.78	1,11
	0.19	67	38°	0.78	1,11
	0.20	71	38°	0.78	1,10
	0.21	75	36°	0.73	1,02
	0.22	79	32°	0.62	0,87
	0.23	82	25°	0.47	0,66
50°	0.01	13	69°	2.60	1,0
	0.02	25.5	69°	2.60	1,02
	0.03	35.5	64°	2	0,85
	0.04	36	7°	0.12	0,07
	0.05	37	12°	0.21	0,14
	0.06	38	14°	0.25	0,20
	0.07	39	16°	0.29	0,26
	0.08	40.5	21°	0.38	0,38
	0.09	43	24°	0.44	0,46
	0.10	46	28°	0.53	0,58
	0.11	49	34°	0.67	0,75
	0.12	52	37°	0.75	0,87
	0.13	55	40°	0.84	0,99
	0.14	58.5	42°	0.90	1,08
	0.15	63	42°	0.90	1,07
	0.16	67.5	42°	0.90	1,07
	0.17	72.5	42°	0.90	1,06
	0.18	77.5	42°	0.90	1,05
	0.19	82	40°	0.84	0,98
	0.20	86.5	38°	0.78	0,90
	0.21	90.5	36°	0.73	0,85
	0.22	94	31°	0.60	0,70
	0.23	97	25°	0.47	0,56

TABLA N° 16 (cont.)

Temperatura	$\epsilon_t$	$\sigma$ [kgr/mm <sup>2</sup> ]	$d\sigma/d\epsilon$ [ $\alpha$ ]	$d\sigma/d\epsilon = \text{tg}\alpha$ [ $\times 500\text{Kgr/mm}^2$ ]	$n = \frac{\epsilon_t}{\sigma} \times \frac{d\sigma}{d\epsilon}$
0°	0.01	15	70°	2.75	.92
	0.02	29	70°	2.75	.95
	0.03	42	69°	2.60	.93
	0.04	51	50°	1.19	.47
	0.05	52,5	12°	0.21	.10
	0.06	53,5	12°	0.21	.12
	0.07	54,5	18°	0.32	.21
	0.08	56	27°	0.51	.37
	0.09	58,5	30°	0.58	.45
	0.10	61	30°	0.58	.48
	0.11	64	30°	0.58	.50
	0.12	67,3	30°	0.58	.52
	0.13	70,5	30°	0.58	.54
	0.14	73,5	30°	0.58	.55
	0.15	76,5	30°	0.58	.57
	0.16	79,5	30°	0.58	.59
	0.17	83	30°	0.58	.60
	0.18	86	30°	0.58	.61
	0.19	89	29,5°	0.57	.61
	0.20	91,5	29°	0.55	.60
	0.21	95	28°	0.53	.59
-54°	0.01	15	70°	2.75	.92
	0.02	30	70°	2.75	.92
	0.03	45	70°	2.75	.92
	0.04	59,5	70°	2.75	.93
	0.05	69,5	61°	1.80	.65
	0.06	72	32°	0.62	.26
	0.07	73,5	19°	0.34	.16
	0.08	74	8°	0.14	.08
	0.09	74,5	6°	0.10	.06
	0.10	75,5	11°	0.19	.13
	0.11	76,5	14°	0.25	.18
	0.12	77,5	16°	0.29	.23
	0.13	79	19°	0.34	.28
	0.14	81	21°	0.38	.33
	0.15	83	27°	0.51	.46
-101°	0.01	15,5	72°	3.08	.99
	0.02	31,5	74°	3,49	1.11
	0.03	48,5	74°	3.49	1.08
	0.04	66	74°	3.49	1.06
	0.05	77	50°	1.19	.39
	0.06	80,5	28°	0.53	.20
-193°	0.01	15,5	73°	3.27	1.06
	0.02	31	73°	3.27	1.06
	0.03	47	73,5°	3.37	1.08
	0.04	64	74°	3.49	1.09
	0.05	82	75°	3.73	1.14
	0.06	98,5	75°	3.73	1.14

#### 4. Determinación de los sistemas activos para compensar el desplazamiento macroscópico S

El desplazamiento macroscópico S, que por cálculo resulta un valor de  $\sim .188$  (Pto. IX.3.2.) y según mediciones (Pto. VII.12.1), es de  $\sim .114$ , es compensado por deformación plástica fundamentalmente en el interior de las placas de martensita.

Los posibles sistemas cristalográficos, que resulten activados, pueden ser calculados mediante el empleo de los criterios siguientes:

a) Ajuste con el sistema que da la mayor proyección del S: Aquel sistema cristalográfico (plano y dirección) en el que la proyección de S resulte más alta, "absorberá" más efectivamente la deformación macroscópica.

Además, para la selección de los sistemas puede aplicarse el criterio de la "conservación del momento de deformación", lo que daría dos sistemas activos posibles, obtenidos de la permutación entre la normal al plano y dirección del sistema de deformación.

b) Cálculo de los factores de Schmid en cada sistema: Por medio de los factores de Schmid, se calculan las tensiones críticas resueltas sobre posibles sistemas de deslizamiento en zirconio, a partir de la tensión aplicada al comprimir una probeta. Como eje tensil, se toma el eje principal de la probeta.

Consideramos aquellos sistemas que pueden producir dislocaciones del tipo  $\langle a \rangle$  y que son operativos para el zirconio, como el  $\{10\bar{1}0\}$   $[1\bar{2}10]$  o sistemas que pueden producir dislocaciones del tipo  $\langle c+a \rangle$ , como ser el  $\{10\bar{1}1\}$   $[\bar{2}113]$ .

4.1. Sistema que da la mayor proyección del S

Como se representa en la proyección estereográfica N° 55, la dirección del desplazamiento macroscópico (S), se ubica según una dirección cercana a la dirección  $11\bar{2}0$  y normal al plano de hábito, siendo el polo de este último cercano a  $(1\bar{1}00)$  (por cálculo, resulta estar a  $11^\circ$ ) y además normal al polo del plano basal. Es decir que S debe estar contenido en el plano basal (ver discusión inciso b).

Tomamos el sistema de coordenadas siguiente:

eje 1 = dirección de desplazamiento S

eje 2 = dirección normal al plano de deslizamiento, en este caso plano de hábito.

eje 3 = dirección perpendicular a las 2 direcciones anteriores.

Se desea calcular la componente de desplazamiento macroscópico, según una dirección (d) contenida en un plano cuya normal llamamos (n).

La matriz  $\underline{D}$  que nos da el desplazamiento macroscópico puro, excluyendo rotaciones en el sistema de ejes elegido es:

$$D = \begin{vmatrix} 0 & \gamma & 0 \\ \gamma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

Sean  $(d_1, d_2, d_3)$  los cosenos directores correspondientes a la dirección  $\underline{d}$  y  $(n_1, n_2, n_3)$  los cosenos directores correspondientes a la normal al plano  $\underline{n}$ , respecto al sistema de ejes elegidos (1,2,3).

Para obtener la componente del desplazamiento macroscópico S, según la dirección d, sobre el plano cuya normal es n ( $S_d^n$ ), efectuamos la proyección correspondiente, resultando:

$$S_d^n = (d_1 \ d_2 \ d_3) \cdot \begin{vmatrix} 0 & \gamma & 0 \\ \gamma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{vmatrix}$$

$$S_d^n = \gamma d_1 \cdot n_2 + \gamma d_2 \cdot n_1$$

$$S_d^n = \gamma (d_1 n_2 + d_2 n_1)$$

Reemplazando valores, calcularemos como se descompone S, según las siguientes variantes (proyección N° 55)

variante 1:	$d = \langle \bar{2}110 \rangle$	$n = (0\bar{1}10)$
variante 2:	$d = \langle 11\bar{2}0 \rangle$	$n = (1\bar{1}00)$
variante 3:	$d = \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	$n = (10\bar{1}0)$

Esos sistemas de deformación, fueron elegidos considerando que se trata de los sistemas más probables de deslizamiento (hay 3 variantes).

Con los valores medidos de los cosenos directores correspondientes a la normal al plano y dirección, para cada variante, medidos respecto al sistema de ejes 1,2,3, se calcularon los valores siguientes de  $S_d^n$  (los ángulos están medidos en grados):

	$d_1$	$d_2$	$n_1$	$n_2$	$S_d^n$
Variante 1	71	19	19	109	.78801 $\gamma$
Variante 2	11	79	79	169	.92718 $\gamma$
Variante 3	49	139	41	41	.13917 $\gamma$

Como resultado, tenemos que la variante 2, cuya dirección se ubica a  $\sim 79^\circ$  del plano de hábito, será la más favorable y por lo tanto activada. También la variante 1 tiene un alto valor de  $S_d^n$ , siendo posible su activación.

La dirección de la variante 1 y la normal al plano de la variante 2, están a  $30^\circ$  entre sí, con el polo del plano de hábito ubicado entre esos polos y cercano al punto medio ( $11^\circ$  de  $1\bar{1}00$  y  $19^\circ$  de  $2\bar{1}\bar{1}0$ ).

Ambos sistemas (variante 1 y 2) son aproximadamente "simétricos", pues al cambiar polo de normal por polo de dirección, obtenemos configuraciones casi equivalentes (serían equivalentes si p.h. se ubicara a  $15^\circ$  de  $1\bar{1}00$ ). Hay que tener en cuenta, que el término "equivalente" se refiere al efecto que se produce sobre las proyecciones del deslizamiento macroscópico y no al hecho de permutar un plano tipo ( $1\bar{1}00$ ) con una dirección tipo  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ . Entonces, la activación de la variante 1 cumple con el criterio de "conservación de momentos de deformación" y es la que se mide.

Si calculamos los valores de  $S_n^d$ , para posibles sistemas activos con dislocaciones  $\langle c+a \rangle$ , resultan proyecciones menores que las obtenidas para la variante 1 y 2.

#### 4.2. Cálculo de los factores de Schmid [82PER]

Hacemos uso de las mediciones realizadas en la probeta 2.3.2, donde se orientaron con Laue 2 caras de la misma y se determinó la ubicación del plano de hábito respecto a la red bcc.

Para calcular los factores de Schmid, referidos a cada posible sistema activo en la red hcp, hay que ubicar el eje tensil de la probeta sobre la red hexagonal. A tal efecto, primeramente efectuamos 2 rotaciones sobre la proyección estereográfica bcc, de la siguiente manera (proyecciones N° 56 y 57):

- a) Una rotación para ubicar la orientación bcc medida, según una proyección standard (100). En este caso, la rotación es de  $11^\circ$  (el eje tensil N, pasa a N'). Las proyecciones 56 y 57 se han dibujado con esa rotación de  $11^\circ$  ya realizada.

b) Una rotación para tener una proyección (110), con la condición de llevar el plano de hábito y la dirección del desplazamiento macroscópico (S), sobre el gran círculo externo. Esto nos determina que variante (110) hay que colocar en el centro de la proyección.

El desplazamiento macroscópico (S), se ubicará sobre la proyección bcc, según una dirección contenida en el plano de hábito, por lo tanto estará contenida sobre la traza del mismo, y también deberá estar contenida sobre un plano (110). Esta última condición, resulta del hecho de que según las relaciones de Burgers (ver Figs. 2,7 y 8) y la distorsión de Bain, tendremos una contracción de aproximadamente un 10% según la dirección  $\langle 100 \rangle // \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$  y una dilatación de un  $\sim 10\%$  según la dirección  $\langle 111 \rangle // \langle \bar{2}110 \rangle$  (ambas direcciones contenidas en un plano (110) que se transforma en el plano basal de la red hcp); mientras que según la dirección  $\langle 110 \rangle // \langle 0001 \rangle$  solo habrá una dilatación de  $\sim 1,5\%$ . Entonces, las direcciones posibles contenidas en planos (110) y plano de hábito (simultáneamente) son a, b y c en la proyección N° 56.

Otra condición que debe cumplirse, es que el factor de Schmid en un ensayo de compresión debe ser negativo, para el sistema que se active. Ello implica que si un ángulo es menor de  $90^\circ$ , el otro deberá ser mayor (ángulos entre eje tensil y normal al plano o dirección de deslizamiento). En realidad, la condición de "debe" cumplirse, se refiere a procesos de deformación y no de transformación, ya que en este último caso la aparición de placas de martensita pueden originar tensiones en el sistema matriz-placa, tal que la tensión resuelta sobre un dado sistema de deslizamiento puede no provenir únicamente de la carga externa aplicada.

En nuestro caso, el eje tensil está en N', la normal al plano de hábito se ubica en (p.h.)'. Entonces, entre el polo a y c, el que cumple con la condición de factor de Schmid negativo es el a.

La otra condición es de que al girar a una proyección standard (110), el único polo que queda sobre el gran círculo externo junto con el correspondiente al p.h., es el a y no el b.

Por lo tanto, se gira  $45^\circ$  según un eje vertical, resultando: el polo a en a' y este corresponderá a la dirección del desplazamiento macroscópico S y (p.h.)' a (p.h.), ambos sobre el gran círculo externo.

Finalmente, para trasladar el eje tensil a la proyección (hcp), hacemos coincidir una dirección  $\langle 111 \rangle$  con una  $\langle \bar{2}110 \rangle$ , que es la dirección que conserva su orientación luego de aplicada la distorsión de Bain, ya que la otra dirección  $\langle 100 \rangle$  gira y está a aproximadamente  $6^\circ$  del eje  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ . La otra condición, es que el polo (110) // (0001) (centro de las proyecciones).

Sobre las proyecciones 58, placa 1 y 59, placa 2; se midieron los valores de los ángulos  $\phi$  y  $\lambda$  (eje tensil - normal al plano y eje tensil - dirección de desplazamiento respectivamente). Se tomaron los posibles sistemas de deslizamiento con dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  sobre planos prismáticos y tipo  $\langle c+a \rangle$  sobre planos  $\{10\bar{1}1\}$ .

En la tabla 18, se indican dichos valores con los correspondientes factores de Schmid.

Para las variantes 1,2,3, el signo del factor de Schmid puede ser positivo o negativo, ya que los polos correspondientes se ubican sobre el gran círculo externo.

En base a este cálculo, la variante 1 es la más favorable. La variante 2, dependiendo del resultado entre placa 1 y 2 puede ser más o menos activable que la variante 3.

De las variantes correspondientes a las dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ , la 6 y la 9 son las más favorables y resultan con un factor de Schmid del orden de la variante 1. Sin embargo, debido al menor valor de la CRSS para dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ , resulta menos probable que se activen dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ .

TABLA N° 18  
 CALCULO DE LOS FACTORES DE SCHMID PARA POSIBLES SISTEMAS  
 DE DESLIZAMIENTO DENTRO DE LAS PLACAS DE MARTENSITA

Variante N°	Sistema	Placa 1			Placa 2		
		$\lambda$	$\phi$	$\cos\lambda\cos\phi$	$\lambda$	$\phi$	$\cos\lambda\cos\phi$
1	$\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle (01\bar{1}0)$	128	140	.472	45	46	.491
2	$\langle 1\bar{1}\bar{2}0 \rangle (1\bar{1}00)$	167	99	.152	16	74	.265
3	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle (10\bar{1}0)$	69	166	.348	75	17	.247
4	$\langle \bar{1}\bar{2}\bar{1}3 \rangle (0\bar{1}11)$	90	93	0	79	74	.053
			40	0		125	-.109
5	$\langle \bar{2}113 \rangle (1\bar{1}01)$	60	135	-.353	108	29	-.270
			93	-.026		74	-.085
6	$\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle (01\bar{1}1)$	49	135	-.464	116	29	-.383
			125	-.376		62	-.206
7	$\langle \bar{1}213 \rangle (\bar{1}101)$	70	125	-.196	93	62	-.024
			77	.077		114	.021
8	$\langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle (\bar{1}101)$	100	28	-.153	64	144	-.354
			77	-.039		114	-.178
9	$\langle \bar{1}123 \rangle (0\bar{1}11)$	111	28	-.316	56	144	-.452
			40	-.274		125	-.320

donde:  
 $\phi$  = ángulo entre: eje tensil - normal al plano.  
 $\lambda$  = ángulo entre: eje tensil - dirección de deslizamiento.

Este último resultado, juntamente con el criterio del inciso (a), variante que dá la mayor proyección de  $S_d^n$  y criterio de conservación del "momento de la deformación", indican como más adecuadas a las variantes 1 y 2 a los efectos de compensar la deformación macroscópica S.

#### 4.3. Comparación con los resultados experimentales

Los valores medidos de dirección de las dislocaciones, de deformación para el ajuste de la deformación macroscópica S, se encuentran según polos tipo  $(1\bar{2}10)$  y en la variante a  $\sim 30^\circ$  relativo al plano de hábito medido (proyecciones N° 40 a 45).

En la evaluación del ajuste realizado, se obtiene un resultado equivalente, si consideramos a la variante 1, lo que está de acuerdo con el punto 4.1 por el criterio de "conservación de momentos de deformación" y según el punto 4.2 le corresponde el factor de Schmid más alto para las dos placas medidas.

#### 5. Efecto "TRIP" - Plasticidad inducida por transformación

##### 5.1. Definición - Terminología - Formación de placas de martensita

Estudios en aceros, fundamentalmente Fe-Ni, han sido llevados a cabo, mostrando la posibilidad de tener transformación martensítica durante la deformación plástica de la martensita y han incentivado a otros investigadores a

proseguir en este campo, entre otros por las implicancias tecnológicas que pueden tener los materiales con efecto TRIP (TRIP proviene de "Transformation Induced Plasticity") [71GER] [67ZAC].

En la literatura, se encuentran distintas denominaciones para describir la transformación martensítica que puede ocurrir durante un ensayo mecánico. Así por ejemplo, encontramos términos como "martensita inducida por tensión" y "martensita inducida por deformación", sin revisar sus autores exactamente a que tipo de martensita se refiere. Algunos como Bhandarkar et al. [72BHA], distinguen a la primera cuando es producida antes de que tenga lugar la deformación plástica de la fase matriz, y a la segunda cuando ha comenzado la deformación plástica. Sin embargo, no distinguen entre las distintas morfologías finales y mecanismos de nucleación operativos en cada caso.

Las distintas relaciones entre tensión aplicada, deformación plástica y transformación martensítica, han sido estudiadas, entre otros por Bolling and Richman [69BOL] [70BOL] [71RIC] para aleaciones de Fe-Ni-C y Fe-Ni-Cr-C. Definieron las siguientes temperaturas y tensiones características, también empleadas por Olson y Cohen [72OLS], que se representan esquemáticamente en la Figura 45.

$M_S$  es la temperatura de transformación martensítica espontánea, es decir sin aplicación de tensión al disminuir la temperatura por debajo de  $M_S$ , el material transformará espontáneamente a martensita.

$M_S^\sigma$  es una temperatura tal que: por debajo de  $M_S^\sigma$ , la deformación plástica se produce por el comienzo de la formación de martensita y por encima de  $M_S^\sigma$ , la deformación plástica se produce por el deslizamiento regular en la fase matriz.

Hay que tener en cuenta que por debajo de  $M_S^\sigma$  puede haber deformación plástica de la matriz y/o placas e martensita, ya que ello también puede suceder con la transformación espontánea. Por encima de  $M_S^\sigma$ , la tensión crítica para inducir martensita por deformación coincide con la tensión de fluencia  $\sigma_y$  a esa temperatura (pto. 5.3).

Asimismo, la dependencia en temperatura de la tensión de fluencia tiene un comportamiento tal por encima de  $M_S^\sigma$ , que la pendiente es negativa, sin embargo, será positiva para tensiones en el rango entre  $M_S$  y  $M_S^g$ . En este último caso, a medida que nos acercamos a  $M_S$ , la tensión para inducir martensita tiende a cero.

$M_D$  Es una temperatura, por encima de la cual no hay transformación, pues la fuerza de transformación química es muy pequeña (o puede ser nula o negativa, en el caso de que  $M_D$  fuera igual o mayor a la temperatura  $T_0$  donde se igualan las energías libres de las fases  $\beta$  y  $\alpha'$ ). Entonces, el término  $\sigma, \epsilon$  que se suma al cambio de energía libre, no alcanza para producir la transformación, disminuyendo además el valor de  $\sigma$  para mayores temperaturas, lo que produce para esas temperaturas una menor incidencia del término mecánico  $\sigma, \epsilon$ .

A temperaturas por debajo de  $M_S^g$ , la deformación que acompaña a la transformación martensítica, tiene lugar a valores de tensiones menores que la tensión "normal" de fluencia ( $\sigma_y$ ) de la aleación en la fase matriz, al extrapolar desde temperaturas elevadas hacia temperaturas más bajas.

En ese rango, la tensión de "fluencia" obedece una ley de dependencia con la temperatura, consistente con la dependencia de  $M_s$  con la tensión elástica aplicada.

La formación de martensita bajo esas condiciones, decimos que es asistida por tensión.

Por encima de  $M_s^\sigma$ , la tensión aplicada debe alcanzar y tal vez superar el valor de  $\sigma_y$  = (tensión de fluencia de la fase matriz a esa temperatura), con el fin de poder dar comienzo a la transformación martensítica.

En el caso de los aceros, hay evidencia de que la tensión a la cual comienza la transformación, en el rango de temperaturas por encima y cercanas a  $M_s^\sigma$ , es consistente con la tensión de comienzo de la deformación plástica "normal", ya que las curvas (tensión-deformación), presentan un comportamiento aserrado [71RIC]. Al incrementarse la temperatura, se nota un apartamiento de  $\sigma_y$ , hacia valores mayores de tensión, hasta que se alcanza una temperatura límite, denominada  $M_d$ .

Se puede observar que las tensiones a las cuales ocurre la deformación plástica en el rango entre  $M_s^\sigma$  -  $M_d$ , son significativamente menores que las tensiones resultantes de la extrapolación de la línea correspondiente al rango  $M_s$  -  $M_s^\sigma$ . Ello implica que los mecanismos de formación de martensita operativos en cada rango, son diferentes. En el primer caso, la deformación plástica "previa" de la matriz, introduce nuevos lugares en los cuales pueden nuclearse y crecer placas de martensita. Entonces, para ese rango ( $M_s^\sigma$  -  $M_d$ ), denominamos a la transformación martensítica: inducida por deformación.

5.2. El efecto TRIP, en función del endurecimiento al prolongarse la deformación - condiciones de estabilidad plástica.

En el caso del Fe-Ni, el exponente de endurecimiento por trabajado, en función de la deformación plástica, puede presentar dos picos. El primer pico, corresponde a valores pequeños de deformación y es debido al endurecimiento por trabajado de la austenita, mientras que el perteneciente a altas deformaciones muestra el endurecimiento por trabajado, característico de la transformación martensítica [81KOB]. Esos autores también encuentran una dependencia para la elongación total máxima, como función de la velocidad de deformación y de la temperatura a la cual realizan el ensayo. Si la velocidad de deformación es alta, la elongación total disminuye. Explican que este último fenómeno puede originarse en la generación de calor durante la deformación.

Según Tamura y colaboradores [69TAM], en el caso de trabajar con una aleación de Fe-Ni, el exponente  $n$  de endurecimiento por trabajado, cambia, como resultado del efecto TRIP.

Kopayashi y colaboradores [81KOB], emplean la siguiente ecuación para determinar las condiciones de estabilidad plástica:

$$f(\sigma, \epsilon) = A \cdot \sigma \cdot d\epsilon \left[ (d\sigma/d\epsilon) / \sigma - 1 \right]$$

donde:

$\sigma$  = tensión de fluencia

$\epsilon$  = deformación

$(d\sigma/d\epsilon) / \sigma$  = velocidad de endurecimiento por trabajado.

A = constante.

Se cumplirá que:

si  $f(\sigma, \epsilon) > 0$ ; entonces el material es plásticamente estable

si  $f(\sigma, \epsilon) = 0$ ; entonces el material comienza a ser plásticamente inestable

si  $f(\sigma, \epsilon) < 0$ ; entonces el materia es plásticamente inestable.

### 5.2.1. Deducción de la ecuación de inestabilidad plástica

Sea  $\underline{K}$  la fuerza aplicada sobre una probeta,  $\underline{A}$  su sección transversal,  $\underline{\sigma}$  la tensión resultante,  $\underline{V}$  el volumen de la probeta y  $\underline{l}$  su longitud.

Se cumplirán las siguientes relaciones:

$$K = \sigma \cdot A$$

$$V = A \cdot l = V_0 = \text{constante}$$

$$\epsilon = \Delta l / l$$

Diferenciando la primera:

$$d\sigma = \frac{dK}{A} - \frac{K}{A^2} \cdot dA = \frac{dK}{A} - \sigma \cdot \frac{dA}{A}$$

pero también:

$$dA = \frac{dV}{1} - \frac{V}{l^2} \cdot dl, \text{ el primer término será nulo, por la condición de volumen constante, entonces: } dA = -A \cdot \frac{dl}{l}$$

$$d\sigma = \frac{dK}{A} + \sigma \cdot \frac{dl}{l} = \frac{dK}{A} + \sigma \cdot d\epsilon \rightarrow$$

$$dK = A \cdot d\sigma - \sigma A \cdot d\epsilon ;$$

$$dK = A \sigma d\epsilon \left[ \left( \frac{d\sigma}{\sigma} \right) \cdot \frac{1}{\sigma} - 1 \right] = f(\sigma, \epsilon)$$

que es la ecuación buscada.

Para el caso de cumplirse la ley de Norton,  $\sigma = F \cdot \epsilon^n$ , con  $F$  cte., y reemplazando en la ecuación de inestabilidad plástica, obtenemos:

$$d\sigma = F \cdot n \cdot \epsilon^{n-1} \cdot d\epsilon = \frac{F}{\epsilon} \cdot n \cdot \epsilon^n \cdot d\epsilon$$

$$f(\sigma, \epsilon) = 0 = \left( \frac{d\sigma}{d\epsilon} \right) \frac{1}{\sigma} - 1 = 0 =$$

$n = \epsilon$
----------------

es decir que la inestabilidad plástica, se producirá cuando el coeficiente de endurecimiento sea igual al valor de la deformación; para  $n > \epsilon$  el material será estable y para  $n < \epsilon$  será inestable.

Si comparamos con nuestros valores dados en la Tabla 16 y representados en la Fig. 41 de  $n$  vs  $\epsilon_t$ , encontramos para los ensayos realizados a  $-101^\circ\text{C}$  y  $-193^\circ\text{C}$  que  $n$  es mayor que  $\epsilon$  en todo el rango de deformaciones, es decir hay un comportamiento estable. A  $-54^\circ\text{C}$  se encuentra un rango  $.08 < \epsilon_t < .09$  donde el material es inestable ( $n < \epsilon_t$ ), pero luego debido a la aparición del efecto TRIP hay un endurecimiento cumpliéndose que  $n > \epsilon_t$ . Para las temperaturas de ensayo de  $0^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$  y  $100^\circ\text{C}$ , siempre se cumple la condición de que  $n > \epsilon_t$  en todo el rango de deformaciones, es decir que el material es estable. Para valores de  $\epsilon_t$  entre  $.04$  y  $.06$  hay un mínimo de  $n$ , acercándose a  $\epsilon_t$  pero permaneciendo por encima.

De acuerdo a [81KOB] en materiales con efecto TRIP conviene expresar la condición de estabilidad plástica del material en función del signo de la expresión más general  $f(\sigma, \epsilon)$ .

5.3. Relación entre  $\sigma_y$  (tensión de fluencia normal de la fase matriz) y  $\sigma_c$  (tensión crítica para comenzar a inducir martensita por deformación).

En nuestro caso, si graficamos el coeficiente de endurecimiento por trabajado  $\underline{n}$ , como función de la deformación plástica, encontramos un solo pico (Figura 41).

Comparando con los resultados en Fe-Ni, y según las observaciones metalográficas sabemos de la existencia del efecto TRIP, de donde deducimos que ese único pico es debido al efecto TRIP y no aparece un endurecimiento previo debido a la deformación de la fase matriz. Este resultado, es compatible si consideramos que  $\sigma_y$  coincide con  $\sigma_c$ , ya que para que tuviéramos 2 picos ( $n$  vs  $\epsilon$ ) debiera ser  $\sigma_y < \sigma_c$ .

Por otro lado, si  $\sigma_y$  fuera mayor que  $\sigma_c$  ( $\sigma_y > \sigma_c$ ); la ley de variación con la temperatura debiera ser positiva (Figura 45) y no a la inversa tal como se observa.

En consecuencia, en principio deberá cumplirse que:

$$\sigma_y = \sigma_c$$

Otros argumentos que podemos aplicar en favor de la condición de que la tensión crítica para el comienzo de la transformación martensítica  $\sigma_c$  es igual a la tensión de fluencia  $\sigma_y$  de la fase bcc de la aleación Zr-Nb-Al, a la temperatura del ensayo, son:

a) Alto valor del desplazamiento macroscópico  $\underline{S}$  (~10%)

Pueden darse tres posibilidades:

i) Que  $\underline{S}$  fuera nulo o muy pequeño (~1-2%); entonces sí cabría la posibilidad de que la matriz no se deforme plásticamente.

ii) Que  $\underline{S}$  medido fuera igual al valor que resulta por cálculo  $\underline{S} \approx 20\%$  (Punto IX.3.2). En este caso, no aparecería deformada la placa de martensita, en cambio sí la matriz resultaría fuertemente deformada.

iii) Que el  $\underline{S}$  medido resulte un valor intermedio ( $S \approx 10\%$ ) y este es nuestro caso, punto VII.12. Entonces, este valor explica porqué aparecen deformadas las placas de martensita, pero el mismo es lo suficientemente elevado como para suponer que la matriz también sufre una deformación plástica.

- b) Aparición al comienzo de la curva de deformación plástica, de una sola variante de martensita y de dimensiones relativamente grandes. Este hecho induce a suponer que la matriz deberá estar deformada plásticamente. Para que ello no ocurriese, debieran aparacer con el comienzo de la transformación dos variantes, de manera tal de compensar el desplazamiento macroscópico  $\underline{S}$ . Ese es el caso de los aceros.

De lo anteriormente expuesto, se concluye que el comienzo de la transformación martensítica va acompañado de una deformación plástica en la matriz y podríamos definir a la misma como necesaria para que se produzca la transformación.

La no observación de dislocaciones en la matriz, puede deberse al hecho de que las mismas son "absorbidas" por las placas de martensita durante su crecimiento, o simplemente al hecho de que existen, pero habría que ajustar las condiciones experimentales (microscopía electrónica) que permitan la observación de esas dislocaciones.

#### 5.4. Comentarios adicionales

Desde el punto de vista mecánico, se conoce que en aleaciones de Fe el efecto TRIP produce una mejora en las propiedades respectivas. Así por ejemplo, Zackay y colaboradores mejoraron la ductilidad de aceros de alta tenacidad, mediante el uso de este efecto TRIP [67ZAC] [71GER].

Merece tenerse en cuenta que desde el punto de vista de la movilidad de las dislocaciones, la formación de martensita inducida por deformación puede contribuir a incrementarla. Así tenemos reportado observaciones en acero inoxidable 18/8 donde los autores explican el pasaje de dislocaciones con un modelo tipo "ventana", donde las dislocaciones apiladas y formando una barrera pueden penetrar a través de dos bandas de deslizamiento que se cruzan, formando a su vez los núcleos de martensita [77SUZ].

En el caso de Fe-Ni-C [74MAX] encuentran una diferencia de morfología entre la martensita espontánea o asistida por tensión (entre estas dos martensitas, la morfología resultante es similar) y la inducida por deformación.

La morfología de la martensita asistida por tensión, cambia continuamente con la temperatura de transformación. A valores por encima y muy próximos a  $M_s$ , la morfología que encontraron, es idéntica a la de la martensita espontánea. Al aumentar la temperatura, en la martensita asistida por tensión, las placas se hacen más pequeñas y menos regulares en forma, como así también disminuye la cantidad transformada.

En el caso de la martensita inducida por deformación, encontraron que las placas se agrupan en bandas a lo largo de las líneas de deslizamiento  $\{111\}_\gamma$  de la martensita deformada, midiendo una relación de orientación entre la fase matriz y placas, cercana a una relación de Kurdjunov-Sachs.

La amplitud del rango de temperaturas ( $M_s^\sigma - M_d$ ), depende del tipo de aleación. En los aceros austeníticos de Fe-Ni, es pequeña, mientras que en los aceros austeníticos enriquecidos con Cr, esa amplitud es más extendida.

Asimismo, el intervalo  $M_s - M_s^\sigma$  dependerá del tipo de material, pudiendo para el caso de los latones ser más extendido ( $\sim 60^\circ\text{C}$ ); mientras que para los aceros puede

llegar a ser muy estrecho ( $\sim 10^\circ\text{C}$ ). En este último caso, los puntos experimentales tendrán una alta dispersión, siendo difícil definir una curva para  $\sigma$  vs T. En general, no será una recta, sólo podemos decir que la pendiente será positiva [76AHL].

La posibilidad o no de tener martensita asistida por tensión, puede depender del contenido de impurezas o agregados intersticiales. Es así que para el caso del acero (Fe - 32-Ni-0.02°C) no aparece un aumento de ductilidad (TRIP) [74MAX].

Desde el punto de vista de la nucleación [72OLS], concluyen que para la martensita espontánea y martensita asistida por tensión, le corresponden los mismos sitios de nucleación y embríos; mientras que para la martensita inducida por deformación esta comprende nuevos sitios de nucleación o embríos, producidos por la deformación plástica. En el caso de los aceros, muestran que la nucleación inducida por deformación en la martensita, ocurre dentro de un amplio rango de energías de falla de apilamiento y a tensiones menores que las correspondientes a la nucleación asistida por tensión a temperaturas comparables. Cuando la energía de falla de apilamiento, es muy baja y es posible la formación de martensita  $\epsilon$ , los lugares de nucleación y los embríos de martensita  $\alpha'$  son generados por medio de dos sistemas de deslizamiento  $\{111\}\langle 11\bar{2}\rangle$ , en que se intersectan en la matriz austenítica [64BOG].

En experimentos realizados sobre aceros inoxidable austeníticos, ensayados luego de ser irradiados con neutrones, se demostró que la transformación inducida por deformación depende fundamentalmente de la deformación plástica y no de las tensiones actuantes.

Ello es consistente con el hecho de que la cantidad de martensita transformada como función de la deformación plástica, es la misma en muestras de material recocido e

irradiado, a pesar de que este último resulta bastante más tenaz que el primero (debido al endurecimiento por irradiación) [72OLS].

Patel y Cohen [53PAT], demostraron cuantitativamente de que manera la nucleación inicial de la martensita es asistida por la tensión aplicada.

En el cambio de energía libre, hay que sumar un término debido al trabajo mecánico (para la martensita asistida por tensión o inducida por deformación); el mismo, consiste en el producto del campo de tensión aplicada y la deformación de transformación. Ambos términos, fuerza de transformación química y fuerza de transformación mecánica, proveen la fuerza "motriz" para la transformación de fase.

La deformación plástica a "bajas temperaturas", de la fase matriz, puede tener influencia tanto en la nucleación como en el crecimiento de las placas de martensita [72OLS].

A la nucleación, contribuyen pequeñas cantidades de deformación, mientras que para altos porcentajes de deformación la nucleación puede verse "inhibida". Esto puede contribuir a explicar el porqué de no aparición de placas de martensita inducidas por deformación, a valores de temperatura superiores a  $M_D$  [70GUI].

De acuerdo a nuestros resultados, entendemos que el efecto TRIP presente en la aleación Zr-(7-10)%Nb-1%Al, mejora considerablemente sus propiedades mecánicas, ya que se obtienen altos valores de tensión máxima de rotura  $\sigma_{UTS}$  y simultáneamente una alta deformación plástica con comportamiento dúctil a la fractura.

Morfológicamente, hay marcadas diferencias entre las martensitas formadas espontáneamente  $\alpha'$  y  $\alpha'_C$ , que aparecen macladas internamente y la inducida por deformación  $\alpha'_D$  que ajusta el plano de hábito por deslizamiento (Cap. IX). Ello indica diferencias en las condiciones de crecimiento. Para la martensita inducida por deformación, es necesario que ello ocurra y es justamente lo que da origen al efecto TRIP.

La amplitud en temperatura del rango en el cual puede aparecer martensita inducida por deformación ( $M_S^\sigma - M_D$ ) es muy extendido. Si bien no se ha podido precisar  $M_S^\sigma$ , por la no aparición de una temperatura de transformación espontánea  $M_S$  en una dada aleación, la misma se ubica por debajo de  $-193^\circ\text{C}$ . El límite superior, se encuentra por encima de  $100^\circ\text{C}$ , temperatura máxima ensayada y donde aparece todavía una alta cantidad de placas inducidas por deformación.

## 6. Módulos Elásticos

### 6.1. Conceptos relativos a la estabilidad de fases

Consideramos de interés relacionar los valores de los módulos elásticos, correspondientes a las distintas estructuras cristalográficas presentes en el material, con la estabilidad relativa de dichas fases o estructuras.

En general, dependiendo del material, se pueden emplear distintos conceptos que vinculan las transiciones de fase observadas con las variaciones de los módulos elásticos, aplicables a las transiciones de fase de equilibrio o metaestables como la martensítica.

Podemos intentar la siguiente clasificación:

- a) Alta anisotropía en la matriz (A).
- b) Bajo valor del módulo elástico en la matriz, paralelo al sistema cristalográfico operativo para el desplazamiento macroscópico martensítico S.
- c) Bajo módulo elástico correspondiente a la estructura martensítica.
- d) Variación con la temperatura de la relación de anisotropía en la fase hcp  $A = c_{44}/c_{66}$ .

a) y b). Podemos dividir a los metales con estructuras bcc a alta temperatura, en dos grupos: por un lado los que mantienen esa estructura hasta temperatura ambiente y

por otro lado, los que al enfriar transforman martensíticamente a una estructura hcp o fcc. Ese comportamiento, es explicado cualitativamente por [64FIS] en base a la anisotropía de los módulos de deformación elástica. La relación de anisotropía para el sistema cúbico se define como:

$$2 c_{44} / (c_{11} - c_{12}) = A$$

En algunos metales, de acuerdo a los valores medidos de plano de hábito, resulta activo durante la transformación un sistema tipo  $[1\bar{1}0] \langle 110 \rangle$ . El módulo elástico correspondiente, es el  $c' = 1/2 (c_{11} - c_{12})$  y en muchos casos el mismo tiene un valor muy pequeño y por lo tanto consistente con el plano de hábito [48ZEN].

Sin embargo, para el caso del Ti y Zr, no es aplicable el criterio del alto valor de la relación de anisotropía o el pequeño valor de  $1/2 (c_{11} - c_{12})$ ; ya que según el plano de hábito observado, resulta para esos metales un sistema activo tipo  $\{11\bar{2}\} [111]$ , siendo este el mecanismo resultante en las relaciones de orientación propuestas por Burgers, entre las estructuras bcc y hcp.

Este tipo de sistema activo, según [64FIS], implica una relación isotrópica entre los módulos elásticos. Ello se deduce de la ecuación que nos dá el módulo elástico correspondiente para deslizamiento según  $(11\bar{2})[111]$ , siendo la siguiente:

$$c_{(11\bar{2})[111]} = 1/3 (c_{11} - c_{12} + c_{44})$$

La misma, tendrá un mínimo relativo a los dos módulos de deformación principales  $c_{44}$  y  $1/2 (c_{11} - c_{12})$ ; cuando se cumpla que  $2c_{44} / (c_{11} - c_{12}) \cong 1$ ; lo que implica una isotropía como condición para que sea operativo un sistema  $(11\bar{2})-[111]$ .

En el caso de los metales de transición, que son estables en la fase bcc en todo el rango de temperatura, se cumple esa condición de isotropía. Tal es el caso del V, Cr, Nb, Mo, Ta y W.

Entonces, uno esperaría, de acuerdo al criterio de isotropía de la relación de constantes elásticas, que el Ti y Zr fueran también estables en su fase bcc hasta temperatura ambiente. [64FIS].

Sin embargo, según las mediciones de constantes elásticas [78ASH], vemos que para una aleación de Zr-30% Nb, la relación entre  $c_{44}/c' \cong 2$  para una temperatura de 1000°K (temperatura de transición de fase); Fig. 46. Ello, indica mas bien una relación de anisotropía y explicaría la transición de fase, contrariamente a la discusión de Fisher y Renken [74FIS], que consideran una relación isotrópica. Teniendo en cuenta que  $c_{44}$  varía con el contenido de Nb, permaneciendo aproximadamente constante a  $T \cong 1000K$  y todo el rango de composición y aumentando a temperaturas menores y menor cantidad de Nb, mientras que  $c'$  disminuye con el contenido de Nb; esa relación de anisotropía será aún mayor.

c). Como hemos visto anteriormente, hay una relación entre las estructuras bcc y hcp, tal como lo reportara Burgers [34BUR].

$$(0001)_{\alpha} // (110)_{\beta} \quad \langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} \quad (\text{a } 1^{\circ})$$

$$\langle 110 \rangle_{\beta} // \langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle_{\alpha} \quad (\text{a } 6^{\circ})$$

Este tipo de relaciones, está de acuerdo con el tipo de plano de hábito medido, que resulta cercano a los planos prismáticos tipo  $\{10\bar{1}0\}$  y dentro de los  $9^{\circ}$  (Ver punto IX.2), y comprende durante la transformación un desplazamiento según el sistema  $\{10\bar{1}0\} \langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle_{\alpha}$ ; siendo el correspondiente en la fase matriz, el sistema  $\{11\bar{2}\} \langle 111 \rangle$ . (Ver Fig.47). El módulo elástico correspondiente al sistema  $\{10\bar{1}0\} \langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$  es el  $c_{66}$ ; resultando para algunos metales bastante más pequeño que los otros módulos elásticos correspondientes a sistemas principales de deformación en el sistema hcp a la correspondiente temperatura de transformación, explicando así la transición de fase [67FIS].

d). Del trabajo de Fisher y Dever [67FIS], vemos que otro criterio que se puede aplicar para la transformación hcp→bcc, consiste en la variación con la temperatura de la relación de anisotropía en la fase hcp  $A = c_{44}/c_{66}$ . De los

datos reportados, se tiene que aquellos metales como el Cd, Zn, Mg y Co que no transforman a la estructura bcc, presentan una dependencia negativa para A en función de la temperatura, mientras que para el Zr y Ti dicha dependencia es positiva, como así también para el Hf, Y y Tl.

Dichos valores, dados para temperaturas de 4°K, 300°K, 923°K y 1123°K, se grafican en la Figura 48; normalizados a  $A_0$ , que representa el valor de A a 4°K. Vemos que para el Ti y Zr, hay un fuerte incremento con la temperatura y un suave aumento para el Tl, Hf, Y; mientras que para el Zn, Cd, Mg y Co, hay una disminución de A con la temperatura.

Del trabajo de Fisher y Renken [64FIS], obtenemos los valores correspondientes a las constantes elásticas para el Zr, en estructura hcp y rango de temperaturas entre 4 y 1133°K y los valores de compresibilidad lineal adiabática  $\beta_I$  y  $\beta_{II}$  y volumétrica  $\beta_{vol}$ .

Dichos valores, están graficados en las Figuras 49-a para  $c_{11}$  y  $c_{33}$  y 49-b para  $c_{44}$  y  $c_{66}$ .

Los valores de compresibilidad adiabática lineal y volumétrica, se dan en la Figura 49-c, como así también las constantes  $c_{12}$  y  $c_{13}$ .

$\beta_I$  y  $\beta_{II}$ , se refieren a las compresibilidades lineales adiabáticas perpendicular y paralela al eje  $\underline{c}$ ; teniendo las siguientes relaciones con las constantes elásticas:

$$\beta_{II} = \frac{c_{11} + c_{12} - 2c_{13}}{c_{33}(c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2}$$

$$\beta_I = \frac{(c_{33} - c_{13})}{c_{33}(c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2}$$

también:

$$\beta_{vol} = 2\beta_1 + \beta_{11}$$

Valores de constantes elásticas, se dan en el trabajo de E.Walker y M.Peter (1977) [77WAL], para aleaciones conteniendo entre 10 y 70 at.% Zr y en el rango de temperaturas entre 4°K y 300°K. Las muestras fueron templadas, por lo que las constantes medidas se refieren a la estructura bcc.

Mediciones de constantes elásticas en zirconio policristalino para temperaturas entre 0 y 800°C y zircaloy comercial para temperaturas entre 25 y 400°C, fueron realizadas por H.S.Rosenbaum y J.E.Lewis (1977) [77ROS]; empleando figuras de polo medidas por difracción de rayos X y coeficientes conocidos de zirconio monocristalino.

En aleaciones de Zr-1.15% Cr - 0.1% Fe en peso; Zr-2.5% Nb en peso y Zircaloy2; se reportan mediciones efectuadas por D.O.Northwood y colaboradores [74NOR], en el rango de temperaturas entre 293 y 773°K, empleando técnicas estáticas y dinámicas.

Otras mediciones con técnica dinámica en Zircaloy2; Zircaloy4; Zr-1.0% Nb; Zr-2.5% Nb en peso y Zr en grado Marz; en el rango de temperaturas entre 275 y 1000°K; fueron efectuadas por H.E.Rosinger y D.O.Northwood [79ROS]. En los dos últimos trabajos se evalúa la incidencia de la textura sobre las probetas y se comparan resultados con valores de constantes elásticas en monocristales.

Trataremos a continuación de aplicar los conceptos enunciados a nuestra aleación.

El (a), anisotropía en la matriz, no se puede usar para el Zirconio pues el valor de A es más bien isotrópico [64FIS] (depende del criterio de considerar si A = 2 es aún isotrópico).

El (b), de acuerdo al módulo operativo  $c_{(11\bar{2})\langle 111 \rangle}$ , ajustaría a la martensita inducida por deformación  $\alpha'_D$  y espontáneas  $\alpha'_C$ . En el primer caso, la transformación tiene lugar a temperatura ambiente. El  $c_{44}$  es menor al bajar la temperatura y además, según la Fig. 14-c, al disminuir el contenido de Nb presenta un mínimo relativo ubicado alrededor de las temperaturas de los ensayos de deformación.

Las martensitas espontáneas se forman a  $\sim 700^\circ\text{K}$  y el módulo elástico disminuye al aumentar la temperatura.

De la Tabla N° 19 tenemos que a  $T = 300^\circ\text{K}$   $c_{(11\bar{2})\langle 111 \rangle} = 1,95 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$ , valor relativamente bajo y que puede explicar la transición y la morfología, ya que al no ser tan "dura" la matriz es suficiente con la formación, al principio de una sola variante de  $\alpha'_D$ , de acuerdo a los resultados en el TDMO (Cap. VII).

El (c), también sería aplicable por el valor relativamente bajo de  $c_{66}$  (Fig. 49), principalmente a las temperaturas más elevadas.

Además, el bajo valor de  $c_{66}$  no es lo suficiente como para que la placa deforme solo en forma elástica -como en latones- para compensar el desplazamiento macroscópico S. Entonces, se produce una alta deformación plástica en el interior de la placa según direcciones  $[1\bar{2}10]$  (observaciones con microscopía electrónica) y planos prismáticos de acuerdo a la discusión del punto siguiente.

El (d) es un criterio según [67FIS] que consideramos también aplicable a la transición de equilibrio.

## 6.2. Efecto sobre la selección de sistemas de deformación y tensión $\tau \sim G$ .

Selección sistema de deformación.

La transformación de fase tendrá lugar por medio del movimiento de dislocaciones, las que sienten el campo de tensiones producido por la diferencia de energías libres de ambas fases (matriz y martensítica). La temperatura de transformación, estará en parte determinada por la tensión crítica para el movimiento de dislocaciones.

Ha sido demostrado, en el marco de la teoría del sólido continuo-elástico que las tensiones de fricción sobre las dislocaciones [54BUL] y las fuerzas repulsivas entre dislocaciones parciales [63TEU], son sensibles al grado de anisotropía elástica de la matriz.

Debido a que la anisotropía elástica es altamente dependiente con la temperatura, tanto para el Zr como el Ti, se supone que la temperatura de transformación estará altamente influenciada por las propiedades anisotrópicas, a través de las propiedades de las dislocaciones.

De acuerdo a [54BUL], haciendo uso de la teoría elástica anisotrópica aplicada a la solución de Eshely [49ESH], para el ancho de una dislocación de hélice, se tienen las siguientes expresiones:

$$\omega_{\parallel} = \frac{c_0}{2} \sqrt{\frac{c_{66}}{c_{44}}} = \frac{c_0}{2\sqrt{A}}$$

$$\omega_{\perp} = \frac{a_0}{3/4} \sqrt{\frac{c_{44}}{c_{66}}} = a_0 \sqrt{\frac{3}{4}} \sqrt{A}$$

(donde  $c_0$  y  $a_0$  son los parámetros de red de la estructura hexagonal y  $A = c_{44}/c_{66}$ .); las mismas son válidas para

para dislocaciones de hélice en cristales hcp con vector de Burgers tipo  $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$  sobre plano de deslizamiento basal ( $\omega_{\parallel}$ ) y plano de deslizamiento prismático ( $\omega_{\perp}$ ). La correlación con los resultados de la Figura 48, resultan obvios, ya que  $\omega_{\perp}$  aumenta y  $\omega_{\parallel}$  decrece al aumentar la temperatura en aquellos metales hcp que transforman a una estructura bcc. Esas aproximaciones, indican que las tensiones para mover esas dislocaciones de hélice sobre planos prismáticos de zirconio y titanio, decrecen un factor dos al calentar desde temperatura ambiente ( $\sim 300^{\circ}\text{K}$ ) hasta su temperatura de transformación de fase, lo que está de acuerdo con los valores medidos por [74AKH] para  $\tau$  (Fig. 17) y sugiriendo que la relación de anisotropía en la fase hcp es de gran importancia para los mecanismos de deformación.

Considerando que la relación entre la tensión para mover dislocaciones  $\tau$  y el módulo elástico  $G$  -en este caso siendo operativo el  $c_{66}$ - es aproximadamente constante en función de la temperatura, el hecho de disminuir  $c_{66}$ , también implica un descenso de  $\tau$ . Ello está de acuerdo con la Fig. 17, valores medidos de  $\tau$  vs  $T$ , y explica la movilidad y/o facilidad para mover dislocaciones en la estructura hcp, compatible con las observaciones experimentales.

### 6.3. Comparación entre las tensiones críticas para deformar las placas de martensita y/o la matriz.

A la temperatura en que se produce la transformación, dependiendo de los valores relativos de las tensiones críticas para deformación en la estructura bcc o hcp, en los sistemas normalmente activos a dichas temperaturas, y considerando los factores de Schmid correspondientes, podremos tener los siguientes casos:

- a) deformación plástica en la placa de martensita y deformación elástica en la matriz.
- b) deformación plástica en la matriz y deformación elástica en la placa de martensita.
- c) deformación elástica de la placa y matriz (latones).
- d) deformación plástica en ambos, placa y matriz (aceros).

Para evaluar nuestro caso, consideramos que el desplazamiento macroscópico, se realiza según un sistema  $(10\bar{1}0) < 1\bar{2}10 >$  en la estructura hcp siendo equivalente a un sistema  $(11\bar{2}) < 111 >$  en la estructura bcc.

Sea  $\tau$  la tensión actuante según el sistema de deslizamiento macroscópico,  $\mu_M$  el factor de Schmid para el sistema activo hcp y  $\tau_0^\alpha$  la tensión crítica para deslizamiento en hcp.

Para que exista deslizamiento (deformación plástica) en la martensita, deberá cumplirse que:

$$\tau \cdot \mu_M > \tau_0^\alpha$$

Si hubiera deformación plástica en la martensita y no en la matriz, deberá cumplirse que:

$$\tau \cdot \mu_\beta < \tau_0^\beta \quad \text{donde:}$$

$\mu_\beta$  es el factor de Schmid para un sistema normal activo en la estructura bcc  $(110) < 1\bar{1}1 >$  y  $\tau_0^\beta$  es la tensión crítica para que comience la fluencia en la estructura bcc.

Comparamos los valores relativos de

$$\frac{\tau_0^\alpha}{\mu_M} \quad \text{y} \quad \frac{\tau_0^\beta}{\mu_\beta}$$

- Factores de Schmid:

$$\mu_M = \cos[(10\bar{1}0)(\bar{1}\bar{1}00)] \cdot \cos[\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle]$$

$$\mu_M = \cos 30^\circ \cdot \cos 30^\circ$$

$\mu_\mu = .25$  (ya que el sistema de deformación observado más denso, no coincide con el sistema medido para el desplazamiento macroscópico, sino  $\mu_M$ , sería igual a la unidad).

$$\mu_B = \cos[(11\bar{2})(110)] \cdot \cos[\langle 111 \rangle \langle 1\bar{1}1 \rangle]$$

$$\mu_B = \cos 30^\circ \cdot \cos 0^\circ$$

$$\mu_B = .866$$

- Tensiones críticas:

$\tau_0^\alpha \cong 3$  kgr/mm<sup>2</sup> del trabajo de Akhtar y Teghtsoonian [71AKH] medido en Zr con 200 ppm de oxígeno y a temperatura ambiente. Sin embargo, Soo y Higgins [68S00] dan para Zr con 980 ppm de oxígeno, un  $\tau_0^\alpha = 8$  kgr/mm<sup>2</sup>.  $\tau_0^\beta = 0.5 \sigma_y$ .

De los ensayos mecánicos realizados en muestras policristalinas, tomamos el valor de la tensión de fluencia  $\sigma_y$  a temperatura ambiente, resultando

$$\sigma_y = 34 \text{ kgr/mm}^2$$

el factor de Schmid igual a 0.5, resulta de considerar la muestra policristalina y suponer que habrá granos orientados de la forma más conveniente para activar un sistema de deslizamiento.

Entonces,  $\tau_0^\beta = 17$  kgr/mm<sup>2</sup>.

Efectuando la comparación:

$$\frac{\tau_0^\alpha}{\mu_M} = \frac{8}{.25} \text{ kgr/mm}^2 = 32 \text{ kgr/mm}^2$$

$$\frac{\tau_0^\beta}{\mu_B} = \frac{17}{.707} = 24 \text{ kgr/mm}^2$$

De donde se observa que  $\tau_0^\beta/\mu_B$  es menor que  $\tau_0^\alpha/\mu_M$ .

Experimentalmente, las placas de martensita aparecen deformadas y no la matriz. Suponemos que el factor de Schmid  $\mu_M = 0.25$ , no es correcto. El mismo fue calculado considerando solamente aplicadas cargas externas. En la realidad, la formación de las placas de martensita generan en su contorno otro estado de tensiones, que aumentarían  $\mu_M$  y suponemos entonces que  $\tau_0^\alpha/\mu_M$  sería menor que  $\tau_0^\beta/\mu_\beta$ , lo que estaría de acuerdo con las observaciones de microscopía electrónica.

Comparación de este resultado con mediciones de dureza [78BOL]

Mediciones de micro dureza  $H_{20\mu}$  realizadas en muestras de Zr-Nb, templadas desde  $1000^\circ\text{C}$ , indican que:

- a) Para muestras conteniendo 2,5 y 5% de Nb en peso, la microdureza es de  $H_{20\mu} \approx 135 \text{ kgr/mm}^2$ . La fase presente en esas composiciones, es martensita formada espontáneamente durante el templado.
- b) Para muestras conteniendo 7,5 y 10% de Nb en peso, la microdureza es de  $H_{20\mu} \approx 175 \text{ kgr/mm}^2$  y  $H_{20\mu} \approx 190 \text{ kgr/mm}^2$  respectivamente. Las fases presentes para esos contenidos de Nb, son beta y omega.

Del resultado anterior, concluimos de que la dureza medida en la fase  $\beta + \omega$  es mayor que en la fase  $\alpha'$ ; por lo cual es más probable una deformación en las placas de martensita y no en la matriz beta.

#### 6.4. Energía elástica asociada a la distorsión generada en la fase matriz por las placas de martensita.

Comparación entre zirconio, aceros y latones.

A los efectos de evaluar la energía de deformación producida en la matriz bcc, por la formación de placas de martensita, haremos una estimación para los materiales

mencionados. Del libro de J.W.Christian [75CHR], empleamos una ecuación donde calcula la energía de deformación en la matriz debida a partículas de forma elíptica. La misma resulta:

$$\Delta g_s = \frac{\mu}{(1-\nu)} \cdot f(v^\beta, \varepsilon_i, \frac{y}{R}, \nu)$$

donde:

$\Delta g_s$  = energía de deformación por átomo

$\mu$  = módulo de corte

$\nu$  = coeficiente de Poisson

$v^\beta$  = volumen por átomo en fase  $\beta$

$\varepsilon_i$  = componentes del tensor deformación

$y/R$  = relación entre el alto y radio del disco y placa

"inmerso" en la matriz.

Como el valor de  $\nu$ , es aproximadamente el mismo para todos los metales ( $\nu \approx 1/3$ ), la variación en  $\Delta g_s$  será debida fundamentalmente a diferencias en el  $\mu$ , que dependerá de las constantes elásticas y el módulo elástico operativo para cada material.

Esta expresión, ha sido calculada para un sólido isotrópico, por consiguiente,  $\mu$  guarda una relación definida con las constantes elásticas e igual a  $\mu = 1/2(c_{11} - c_{12})$ . Sin embargo, para hacer la comparación con los distintos materiales, haremos la aproximación de emplear para el módulo de corte, aquella combinación de constantes elásticas correspondiente al módulo elástico operativo, de acuerdo al plano de hábito observado en cada caso.

En la Tabla N° 19 se dan los valores de las constantes elásticas  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  y  $c_{44}$  para un bronce B; hierro puro y zirconio 30% Nb, tomados a una temperatura de 300°K.

En la fórmula anterior, utilizamos para el módulo de corte  $\mu$ , la combinación lineal de constantes elásticas, correspondiente al plano y dirección donde se produce el desplazamiento macroscópico de cada material, de acuerdo a los planos de hábito medidos en cada caso. Dichos módulos elásticos, se indican al pie de la Tabla N° 19.

Como vemos, para latones corresponde un módulo elástico muy pequeño de  $0.83 \times 10^{10}$  N/m<sup>2</sup> siendo entonces posible una alta deformación elástica en las placas de martensita y matriz, dando lugar a una baja histéresis en temperatura, entre la transformación y retransformación (~10°C). El hierro, y aceros en general, se ubican en el otro extremo,  $(10,77 \times 10^{10})$  N/m<sup>2</sup>, es decir el módulo elástico correspondiente es aproximadamente un orden de magnitud mayor que para los latones, resultando como consecuencia una deformación plástica en las placas y matriz, con una alta histéresis en temperatura (~800°C).

El zirconio, resulta un caso intermedio, 1,95 N/m<sup>2</sup>, siendo compatible ese valor con la deformación plástica encontrada en la placa (y por ser en esta la tensión crítica para deslizamiento, menor que en la matriz); estimándose también una histéresis de valor intermedio (~50°C) Kauffman. [59KAU].

Esos resultados, son consistentes con la aparición de un efecto pseudoelástico y memoria, asociados a la transformación martensítica en latones, mientras que dichos fenómenos no han sido reportados para aceros ni tampoco en el presente trabajo en Zirconio.

Estimamos que para conseguir una aleación base zirconio con transformación martensítica por tensión y por consiguiente la posibilidad de tener el efecto pseudoelástico, habría que disponer de una aleación con menores constantes

elásticas, lo que podría lograrse disminuyendo el contenido de impurezas intersticiales.

De los conceptos enunciados para explicar la estabilidad relativa de las fases bcc, hcp; podemos decir que para el caso del Zirconio son aplicables los (d y c); pto.I. Es decir el bajo módulo elástico correspondiente a la estructura martensítica ( $c_{66}$ ) y la variación de la relación de anisotropía en la fase hcp,  $A = c_{44}/c_{66}$ , con derivada positiva en función de la temperatura.

Debido al alto valor del desplazamiento macroscópico  $\underline{S} \approx 20\%$ , resultante por el cálculo (IX.3.2.1.), del sistema cristalográfico operativo durante la transformación martensítica, la energía elástica asociada que será proporcional a  $|\underline{S}|^2$ , resultaría muy elevada. El material entonces, reduce el valor de S a aproximadamente 10%, (VII.12.1) deformándose interiormente las placas de martensita (bajo  $c_{66}$ ) y disminuyendo el valor de esa energía.

TABLA N° 19  
 CONSTANTES ELASTICAS Y MODULOS DE CORTE OPERATIVOS PARA  
 BRONCE B-HIERRO-(Zr-Nb)

	$c_{11} [\times 10^{10} \text{ N/m}^2]$	$c_{12}$	$c_{44}$	$c'$	Referencia
$\beta$ Brass					
Cu - 45 at% Zr	12,58	10,93	7,97	0,83	[66LAN]
Fe	23	13,5	11,4	4,75	"
Zr - 30% Nb			3,35	1,8	[78ASH]
Zr - 10% Nb			3,45	1,2	" (extrapolado)

T = 300°K

$$c' = 1/2 (c_{11} - c_{12}) \quad \text{latones } \beta = c_{(110)\langle 1\bar{1}0 \rangle} = 0,83$$

$$c = 1/3 (c_{11} - c_{12} + c_{44}) \quad \text{zirconio - 10\% Nb} = c_{(11\bar{2})\langle 111 \rangle} = 1,95$$

$$c = \frac{2c_{44} + c_{11} - c_{12}}{3} \quad \text{acero} = c_{(\bar{2}11)\langle 011 \rangle} / \text{acero con plano de hábito tipo (225)} = 10,77$$

## IX. CALCULOS CRISTALOGRAFICOS

Aplicando la teoría fenomenológica WLR, calcularemos para la martensita inducida por deformación, la ubicación del plano de hábito resultante, deformación macroscópica en módulo y dirección y deformación inhomogénea de red invariante.

Se realizan dos tipos de cálculo dependiendo del sistema microscópico de deformación operativo. Adoptamos primeramente un sistema con dirección tipo  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  sobre planos que varían entre el basal (0001) y prismático (10 $\bar{1}$ 0). Ello es debido al tipo de defecto lineal observado dentro de las placas, que coincidiría con dislocaciones de hélice tipo  $\langle a \rangle$ .

Luego, se efectúan cálculos con dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ , sobre plano tipo (10 $\bar{1}$ 0) y (10 $\bar{1}$ 1).

La matriz de distorsión de Bain es válida para todo sistema de deslizamiento y se obtiene a partir de los parámetros de red de las estructuras bcc y hcp.

También se calcula la matriz de rotación  $R$ , que nos da la posición del plano de hábito respecto a la estructura de la fase matriz y martensítica.

El mismo tipo de cálculo, empleando como sistema de deformación inhomogénea de red invariante maclado sobre planos {10 $\bar{1}$ 1}, de acuerdo a observaciones sobre martensita espontánea en Zr y Ti, fue realizado por [75MAC].

### 1. Cálculo de la distorsión de Bain

Tal como se describiera en el Pto. II.2, la distorsión de Bain produce el cambio de la estructura bcc a la hcp. Para tener el plano de hábito, luego es necesario una

rotación del sistema de ejes coordenados o cambio de base y la aplicación de una deformación inhomogénea de red invariante.

De acuerdo a los parámetros de red correspondientes a las fases bcc y hcp, obtenidos del [67PEA], teniendo en cuenta las relaciones de orientación de Burgers (Fig. 2) y eligiendo un sistema de ejes coordenados (x,y,z) coincidentes con las direcciones de la red bcc, donde solo habrá contracciones o dilataciones puras, calculamos los elementos de la matriz B. En ese sistema de ejes, B será diagonal.

En la Fig. 8, se muestra la relación entre los parámetros ( $a_0$   $b_0$   $c_0$ ) de la red bcc que sufren un cambio de dimensión y los correspondientes parámetros (a b c) ya en la red hcp, luego de la distorsión de Bain. También se muestra el sistema de ejes elegidos. El parámetro de red de la estructura bcc es  $a_0$ .

Los términos  $\eta_1$ ,  $\eta_2$ ,  $\eta_3$ , elementos diagonales de la matriz B, se definen y calculan de la manera siguiente:

$$\eta_1 = \frac{a}{a_0} = \frac{3,2326}{3,592} = .89994$$

$$\eta_2 = \frac{b}{b_0} = \frac{a \sqrt{3}}{a_0 \sqrt{2}} = \frac{3,2326 \cdot \sqrt{3}}{3,592 \cdot \sqrt{2}} = 1.10220$$

$$\eta_3 = \frac{c}{c_0} = \frac{c}{a_0 \sqrt{2}} = \frac{a \times 1,59296}{a_0 \sqrt{2}} = \frac{3,2326 \times 1,59296}{\sqrt{2} \times 3,592} = 1.01369$$

$$\eta_1 = 0.89994$$

$$\eta_2 = 1.10220$$

$$\eta_3 = 1.01369$$

## 2. Matriz de rotación de la transformación

La matriz de rotación R de la transformación, la podemos calcular efectuando una aproximación plana del problema.

El ángulo de rotación  $\gamma$ , lo determinamos a partir de la diferencia de un ángulo que llamamos  $\alpha$  y que nos dá la posición del plano de hábito en la matriz antes de la deformación de Bain, respecto al eje  $X_2 \langle 110 \rangle$  de la matriz y un ángulo  $\beta$  que nos dá la posición del plano de hábito respecto al  $X_2 \langle 10\bar{1}0 \rangle$  en la estructura transformada posterior a la deformación de Bain.

Para el cálculo, suponemos sólo distorsión de Bain, y como según el eje c la dilatación es pequeña, tomamos el caso plano, con la aproximación

$$\eta_1 = \lambda_1 ; \eta_2 = \lambda_2$$

Una porción esférica unitaria de la matriz, transformará en un elipsoide de semiejes  $\lambda_1$  y  $\lambda_2$ ; resultando una interfase sin distorsión (plano de hábito) OA; que proviene de un material original (de la matriz) OA'. La matriz de rotación R nos dará el ángulo entre OA' - OA.

Un vector  $X^B$  en la base bcc; al aplicar R.B se transformará en un vector  $X^M$  del siguiente modo

$$X^M = R \begin{vmatrix} \eta_1 & 0 \\ 0 & \eta_2 \end{vmatrix} X^B$$

$$X^M = \begin{vmatrix} X_1^M \\ X_2^M \end{vmatrix} \quad X^B = \begin{vmatrix} X_1^B \\ X_2^B \end{vmatrix} \quad R^T R = I$$

el módulo de ese vector, será:

$$(X^M)^2 = X_1^{M2} + X_2^{M2} = \eta_1^2 X_1^{B2} + \eta_2^2 X_2^{B2} \rightarrow$$

Por tratarse de un vector que está en el plano de hábito, su módulo no cambia, entonces:

$$X_1^2 + X_2^2 = \eta_1^2 X_1^2 + \eta_2^2 X_2^2 \rightarrow$$

$$X_1^2 (1 - \eta_1^2) + X_2^2 (1 - \eta_2^2) = 0 \rightarrow$$

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{X_1}{X_2} = \pm \sqrt{\frac{(\eta_2^2 - 1)}{(1 - \eta_1^2)}}$$

Reemplazando valores de  $\eta_1 = .89994$  y  $\eta_2 = 1.1022$ , resulta:

$$\alpha = 46.75^\circ$$

siendo  $\alpha$  el ángulo entre el eje  $X_2$  y el material de la matriz que formará el plano de hábito.

Sea  $X_M$  un vector en la base hcp. La transformación "inversa" es:

$$X_B = R^T \begin{vmatrix} 1/\eta_1 & 0 \\ 0 & 1/\eta_2 \end{vmatrix} X_M ; \text{ el módulo de ese vector, será:}$$

$$X_B^2 = X_1^2 + X_2^2 = \left(\frac{X_1}{\eta_1}\right)^2 + \left(\frac{X_2}{\eta_2}\right)^2$$

$$X_1^2 (1 - 1/\eta_1^2) + X_2^2 (1 - 1/\eta_2^2) = 0, \text{ de donde:}$$

$$\operatorname{tg} \beta = \frac{X_1}{X_2} = \pm \sqrt{\frac{1/\eta_2^2 - 1}{1 - 1/\eta_1^2}}$$

$$\operatorname{tg} \beta = \pm \sqrt{\frac{\eta_1^2 (\eta_2^2 - 1)}{\eta_2^2 (1 - \eta_1^2)}}$$

reemplazando valores de  $\eta_1$  y  $\eta_2$ , resulta:

$$\beta = 40.96^\circ$$

siendo  $\beta$  el ángulo entre el plano de hábito y el eje  $X_2$ .

La matriz de rotación será:

$$R = \begin{vmatrix} \cos\gamma & \text{sen}\gamma & 0 \\ \text{sen}\gamma & \cos\gamma & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix}$$

donde

$$\gamma = \alpha - \beta = 5.79^\circ$$

reemplazando valores:

$$R = \begin{vmatrix} .99489 & -.10088 & 0 \\ .10088 & .99489 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix}$$

Como se puede observar en la Fig. N° 3, en esta aproximación, los ejes (0001) y (110) son coincidentes, mientras que debido a la rotación entre los ejes  $\langle 1210 \rangle$ - $\langle 100 \rangle$  y  $\langle 1010 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ , habrá un ángulo de  $\sim 6^\circ$ . El eje  $\langle 111 \rangle$  formará con el  $\langle 2110 \rangle$  un ángulo de aproximadamente  $1^\circ$ .

### 3. Cálculo del deslizamiento microscópico g, desplazamiento macroscópico S y plano de hábito con la teoría WLR

#### 3.1. Cálculo usando sistema de deslizamiento con dislocaciones tipo $\langle a \rangle$

Sistema de deslizamiento:

- dirección tipo  $\langle \bar{2}110 \rangle$
- planos: entre basal (0001) y prismático (10 $\bar{1}$ 0); todos conteniendo la dirección tipo  $\langle \bar{a} \rangle$ .

### 3.1.1. Cálculo de la matriz M de cambio de base

A los efectos de aplicar la deformación inhomogénea de red invariante, previamente es necesario realizar un cambio de base a un sistema de ejes ( $d$ ,  $t$ ,  $n$ ); como se definieron en el Pto. II.2.

El eje  $\underline{d}$ , será coincidente con la dirección donde se produce el desplazamiento. El plano sobre el cual tiene lugar ese desplazamiento, estará definido por los ejes  $\underline{d}$  y  $\underline{t}$ , mientras que  $\underline{n}$  será normal a ese plano.

En este caso, el vector  $\underline{d}$  se elige paralelo a una dirección  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ , correspondiente a una dirección compacta original  $\langle 111 \rangle$ .

El vector  $\underline{t}$ , que junto con  $\underline{d}$  nos definirán el plano donde se produce el desplazamiento  $\underline{g}$ , se elige sobre un plano paralelo a un plano prismático de segundo orden con direcciones que van desde la tipo  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  hasta la  $\langle 0001 \rangle$ , pasando por todas las posiciones intermedias (Ver Fig. 50). De ese modo, se desea calcular el valor de  $\underline{g}$  para cada plano de deslizamiento inhomogéneo entre el plano basal y prismático de primer orden y que contenga a una dirección del tipo  $\bar{a}$  es decir como la  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ .

Este sistema de ejes, se decidió así de acuerdo a las observaciones de microscopía electrónica. Las mismas, indicaban que la subestructura dentro de las placas de martensita estarían formadas por defectos lineales con dirección según un eje tipo  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$  y sobre planos como los mencionados. Puntos VIII.1.1.1., análisis de muchas superficies.

Para obtener la matriz M, efectuamos dos rotaciones:

- a. Una rotación  $M_1$ , según un eje de rotación  $\underline{z}$ , que lleva al vector  $\underline{d}$  a coincidir con una dirección tipo  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$  y  $\underline{n}$  es coincidente con  $\underline{z}$ .

- b. Una rotación  $M_2$ , según un eje de rotación  $\underline{d}$ , que permite al plano definido por  $d \wedge t$ , tomar cualquier posición, entre el basal y el prismático de primer orden.

Entonces:

$$M = M_2 \cdot M_1$$

$$M = \begin{vmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\alpha & \text{sena} \\ 0 & -\text{sena} & \cos\alpha \end{vmatrix} \begin{vmatrix} \frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0 \\ -\frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0 \\ -\frac{\sqrt{3}}{2}\cos\alpha & \frac{1}{2}\cos\alpha & \text{sena} \\ \frac{\sqrt{3}}{2}\text{sena} & -\frac{1}{2}\text{sena} & \cos\alpha \end{vmatrix}$$

Por lo tanto, la nueva base  $(d, t, n)$  tendrá las siguientes componentes según el sistema  $(x, y, z)$  original:

$$d = (d_1, d_2, d_3) = \left(\frac{1}{2}, \frac{\sqrt{3}}{2}, 0\right)$$

$$t = (t_1, t_2, t_3) = \left(-\frac{\sqrt{3}}{2}\cos\alpha, \frac{1}{2}\cos\alpha, \text{sena}\right)$$

$$n = (n_1, n_2, n_3) = \left(\frac{\sqrt{3}}{2}\text{sena}, -\frac{1}{2}\text{sena}, \cos\alpha\right)$$

La matriz  $D$  de deformación inhomogénea de red invariante está definida por:

$$D = \begin{vmatrix} 1 & 0 & g \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix}$$

Producirá un desplazamiento según  $\underline{d}$ , y variable según la componente en  $\underline{n}$ .

3.1.2. Diagonalización de la matriz de la transformación

Primeramente, habrá que calcular el valor de la matriz  $B^T M^T D^T D M B = A$ , tal como se señaló en el Punto II.2.2.

Luego, se efectuará la diagonalización que nos dará los ejes del elipsoide transformado.

Uno de los autovalores tomará el valor unitario, de la condición de tener un plano de hábito, de donde por cálculo del determinante  $|A - \lambda^2 I| = 0$ , con  $\lambda=1$ , se podrán obtener los valores de  $g$  para cada ángulo  $\alpha$ , formado entre el plano basal y el definido por  $d \cap t$ .

Empleando las matrices B, M, D definidas, calcularemos la matriz A:

$$A = B^T M^T D^T D M B$$

$$A = \begin{vmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} \frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2}c & \frac{\sqrt{3}}{2}s \\ \frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2}c & -\frac{1}{2}s \\ 0 & s & c \end{vmatrix} \begin{vmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ g & 0 & 1 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} 1 & 0 & g \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} \frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0 \\ -\frac{\sqrt{3}}{2}c & \frac{1}{2}c & s \\ \frac{\sqrt{3}}{2}s & -\frac{1}{2}s & c \end{vmatrix} \begin{vmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{vmatrix}$$

Completando el producto de matrices, resulta:

$$\begin{aligned}
 \eta_1^2 + \frac{1}{2} \sqrt{3} \operatorname{sg} \eta_1^2 + \frac{3}{4} s^2 g^2 \eta_1^2 - \lambda^2 &= \frac{1}{2} \operatorname{sg} \eta_2 \eta_1 - \frac{\sqrt{3}}{4} s^2 g^2 \eta_2 \eta_1 \\
 \frac{1}{2} \operatorname{sg} \eta_1 \eta_2 - \frac{\sqrt{3}}{4} s^2 g^2 \eta_1 \eta_2 &= \eta_2^2 - \frac{\sqrt{3}}{2} \operatorname{gs} \eta_2^2 + \frac{1}{4} g^2 s^2 \eta_2^2 - \lambda^2 \\
 \frac{1}{2} \operatorname{cg} \eta_3 + \frac{\sqrt{3}}{2} \operatorname{sc} g^2 \eta_1 \eta_3 &= \frac{\sqrt{3}}{2} \operatorname{cg} \eta_3 \eta_2 - \frac{1}{2} \operatorname{csg}^2 \eta_3 \eta_2 \\
 &= \eta_3^2 + c^2 g^2 \eta_3^2 = \lambda^2
 \end{aligned}$$

$$= (B^T M^T D^T D M B - I \lambda^2)$$

donde llamamos  $\operatorname{sg} = x = g \cdot \operatorname{sena}$   
 $\operatorname{cg} = y = g \cdot \operatorname{cosa}$

Para calcular el determinante, definimos los elementos  $A_0$ ,  $B_0$ ,  $C_0$ ,  $E_0$ ,  $D$  y  $F$ , tal como se indica a continuación:

$$\begin{vmatrix} A_0 - \lambda^2 & B_0 & C_0 \\ B_0 & D - \lambda^2 & E_0 \\ C_0 & E_0 & F - \lambda^2 \end{vmatrix} = 0$$

$$(A_0 - \lambda^2)(D - \lambda^2)(F - \lambda^2) + 2B_0 E_0 C_0 - C_0^2 (D - \lambda^2) - E_0^2 (A_0 - \lambda^2) - B_0^2 (F - \lambda^2) = 0$$

donde:

$$A_0 = \eta_1^2 \left( 1 + \frac{\sqrt{3}}{2} x + \frac{3}{4} x^2 \right)$$

$$B_0 = \frac{x \eta_1 \eta_2}{2} \left( 1 - \frac{\sqrt{3}}{2} x \right)$$

$$C_0 = \frac{y \eta_1 \eta_3}{2} \left( 1 + \frac{\sqrt{3}}{2} x \right)$$

$$E_0 = \frac{y \eta_2 \eta_3}{2} (\sqrt{3} - x)$$

$$D = \eta_2^2 \left( 1 - \frac{\sqrt{3}}{2} x + \frac{1}{4} x^2 \right)$$

$$F = \eta_3^2 (1 + y^2)$$

Multiplicando y agrupando términos, queda un polinomio de grado 6 en  $\lambda$

$$\lambda^6 - b\lambda^4 + c\lambda^2 - d = 0$$

donde:

$$b = A_0 + D + F$$

$$c = A_0 D + A_0 F + FD - C_0^2 - E_0^2 - B_0^2$$

$$d = A_0 F D + 2B_0 E_0 C_0 - C_0^2 D - E_0^2 A_0 - B_0^2 F$$

Llamando  $\lambda^2 = \theta$  y dividiendo por el valor de  $(\theta - 1)$  al polinomio anterior, ya que 1 es una de las raíces para  $\lambda$ , resulta un polinomio bicuadrado de grado cuatro, el cual puede ser resuelto fácilmente.

$$\lambda^4 + (1-b)\lambda^2 + d = 0$$

Se implementó un programa 1 de cálculo, citado en el apéndice, en el cual dando valores a una variable  $x = g \cdot \text{sen} \alpha$ , calcula el de otra variable  $y = g \cdot \text{cos} \alpha$  y sucesivamente los valores de  $g = \pm \sqrt{x^2 + y^2}$  y  $\alpha$  (tomamos el valor positivo de  $g$ ). Los otros autovalores  $\lambda_2$  y  $\lambda_3$ , como así también el cambio de volumen  $\Delta V = \lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot \lambda_3$ ; el desplazamiento macroscópico  $S$  y el plano de hábito en la base diagonal, se calculan con un programa 2. Todos esos valores, se dan en la Tabla N° 20, del Apéndice.

Tal como se indicara en el Pto. II.2.3., el desplazamiento macroscópico y plano de hábito, en la base diagonal están dados por:

$$S = \{(\lambda_3^2 - 1) \times (1 - \lambda_2^2)\}^{1/2}$$

plano de hábito (p.h) =  $(0, 1/M, \delta_K \cdot K/M)$  donde:

$$\delta_K = \pm 1$$

$$K = \left| \begin{array}{cc} \lambda_3^2 & -1 \\ 1 & -\lambda_2^2 \end{array} \right|^{1/2}$$

$$M = \left| \begin{array}{cc} \lambda_3^2 & -\lambda_2^2 \\ 1 & -\lambda_2^2 \end{array} \right|^{1/2}$$

El plano de hábito, en la Tabla N° 20 está dado en la base diagonal.

Para calcular la ubicación del plano de hábito en la base ortogonal  $(x, y, z)$ , hay que multiplicar por la matriz de los autovectores.

Dado que  $\delta_K = \pm 1$ , habrá dos soluciones de plano de hábito.

La matriz de los autovectores, la determinamos a partir de:

$$\begin{vmatrix} A_0 - \lambda_i^2 & B_0 & C_0 \\ B_0 & D - \lambda_i^2 & E_0 \\ C_0 & E_0 & F - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

donde  $i = 1, 2, 3$ .

Reemplazando el autovalor correspondiente, para un  $i$  determinado, se calculan las componentes de los autovectores, del siguiente modo:

$$x_{2i} = \frac{(-a_{11}^i - a_{13} \cdot x_{3i})}{a_{12}}$$

$$x_{3i} = \frac{a_{22}^i a_{11}^i - a_{12}^2}{a_{12} a_{23} - a_{13} a_{22}^i}$$

$$x_{1i} = 1 \quad \text{para todo } i$$

donde:

$$a_{11}^i = A_0 - \lambda_i^2$$

$$a_{21} = a_{12} = B_0$$

$$a_{13} = C_0$$

$$a_{22}^i = D - \lambda_i^2$$

$$a_{23} = a_{32} = E_0$$

$$a_{33}^i = F - \lambda_i^2$$

Las matrices de autovectores, plano de hábito en la base ortogonal (variantes 1 y 2), dirección del desplazamiento macroscópico (variantes 1 y 2), se han calculado para los ángulos  $\alpha =$  entre  $\sim 1^\circ$  y  $\sim 69^\circ$  y se muestran en el apéndice. Las variantes 1 corresponden a tomar el signo positivo en la tercer componente del p.h. base diagonal y las variantes 2 a tomar el signo negativo.

Si llamamos  $x_{i2}$  y  $x_{i3}$  (con  $i = 1,2,3$ ) a las componentes del segundo y tercer autovector y  $p_2^d$ ,  $p_3^d$  a las componentes del plano de hábito en la base diagonal, las componentes  $p_i$  del plano de hábito en la base ortogonal, resultan de:

$$p_i = x_{i2} \cdot p_2^d + x_{i3} \cdot p_3^d ; \text{ph} \left| \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = (p_1, p_2, p_3)$$

Las componentes del desplazamiento macroscópico en la base ortogonal se calculan con la expresión siguiente:

$$s_i = x_{i3} \cdot p_2^d - x_{i2} \cdot p_3^d$$
$$s \left| \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = (s_1, s_2, s_3)$$

Dichos valores, han sido graficados en las proyecciones N° 53 y N° 54, respectivamente, donde el número indica el caso correspondiente (distintos ángulos  $\alpha$ ), según el apéndice.

3.1.3. Comparación entre resultados experimentales y valores calculados

Valores experimentales

Técnica

M.E.	Plano de hábito estructura hcp.	A $\sim 10^\circ$ del polo (1010) y aproximadamente $30^\circ$ dirección de deslizamiento.
M.E.	Dirección más probable subestructura.	$\langle 1120 \rangle$
M.E.	Plano más probable subestructura.	Ninguno
M.O. y R.X. (Laue)	Plano de hábito estructura bcc.	$(334)_\beta$
M.O. (Interf) y R.X. (Laue)	Valor del deslizamiento macroscópico.	0,11
M.E.	Angulo entre polo plano de hábito y polo plano de deslizamiento macroscópico S.	$\sim 30^\circ$

Valores calculados

Unicamente con la variante 1, caso 1, con  $\alpha = 1.0416^\circ$ , resulta un plano de hábito cercano al medido experimentalmente. Ver proyección N°53.

Es de esperar que en el sistema activo, donde se produce la deformación inhomogénea, resulte el valor mínimo de g. Sin embargo, el g en este caso es de:  $g = .10633$ , mientras que el valor mínimo se encuentra para  $\alpha = 23.7^\circ$   $g_{\min} \Big|_{\alpha=23.7^\circ} = .09946$ ; siendo la diferencia porcentual respecto al que nos interesa de  $\sim 7\%$ .

Para valores mayores del ángulo  $\alpha$ , el  $g$  crece monótonamente, indicando que esos sistemas de deslizamiento inhomogeneo, serían menos favorables.

Si tomamos el valor del desplazamiento macroscópico  $S$ , para el ángulo que estamos considerando, resulta:

$$S \Big|_{\alpha=1.0416} = .22212,$$

que es el mayor valor obtenido en todo el rango de ángulos  $\alpha$  y el doble que el medido experimentalmente. El mínimo, se encuentra para  $\alpha = 77,03^\circ$  y es igual a

$$S \Big|_{\alpha=77,03} = .09798.$$

Para ángulos mayores, el valor de  $S$  aumenta nuevamente.

Desde el punto de vista energético, es de esperar que un menor valor de  $S$  sea el más adecuado, ya que la energía elástica de distorsión depende con el cuadrado de  $S$ .

3.1.4. Calculo con el sistema de deslizamiento de red invariante, según una dirección  $d \langle 11\bar{2}0 \rangle$  paralela a una dirección  $\langle 100 \rangle$  en  $\beta$

Se comenzó un cálculo tomando el eje  $d$  paralelo a una dirección original  $\langle 100 \rangle$  y sobre un plano variable entre el basal y prismático de primer orden, similar a lo realizado en el punto anterior. Para ello, se eligieron adecuadamente los ejes  $t$  y  $n$ , como función de un ángulo  $\alpha$  que da la posición del plano de deslizamiento definido por  $d \cap t$ , respecto al plano basal.

Para todo ángulo  $\alpha$ , resultan valores imaginarios de  $g$ .

Se interpretó entonces, que ese resultado carece de sentido físico, no siendo posible solucionar el problema planteado con este sistema de ejes elegidos.

3.2. Cálculo usando sistema de deslizamiento con dislocaciones tipo <c+a>

3.2.1. Sistema {101 $\bar{1}$ } <2 $\bar{1}$ 13>

3.2.1.1. Cálculo de la matriz M de cambio de base

Elegimos el vector  $\bar{d}$ , coincidente con la dirección <2 $\bar{1}$ 13>, el vector  $\bar{n}$  normal al plano (10 $\bar{1}$ 1) y el vector  $\bar{t}$  resulta del producto vectorial entre  $\bar{n}$  y  $\bar{d}$ .

De acuerdo a la Fig. 51-a, en la base (x,y,z), el vector  $\bar{d}$  tiene componentes

$$\underline{d} \equiv (\cos\theta, 0, \text{sen}\theta) , \text{ donde}$$

$\theta$  es el ángulo entre la dirección x y d. Al vector  $\bar{n}$ , lo descomponemos según  $n_{\perp}$  que está contenido en el plano basal, formando 30° con x, resultando  $n_{\perp} = \text{sen}\theta'$ , donde  $\theta'$  es el ángulo entre el plano basal (0001) y prismático (10 $\bar{1}$ 1). Entonces,  $\underline{n}$  tendrá componentes:

$$\bar{n} \equiv (n_{\perp} \cdot \cos 30, n_{\perp} \cdot \text{sen} 30, -\cos\theta')$$

$$\bar{n} \equiv (\text{sen}\theta' \cdot \cos 30, \text{sen}\theta' \cdot \text{sen} 30, -\cos\theta')$$

Efectuando el producto vectorial entre  $\bar{n}$  y  $\bar{d}$ , el vector t resulta:

$$\bar{t} \equiv (-\text{sen}\theta' \cdot \text{sen}\theta \cdot \text{sen} 30, (\cos\theta \cdot \cos\theta' + \text{sen}\theta' \cdot \text{sen}\theta \cdot \cos 30), \text{sen}\theta' \cdot \cos\theta \cdot \text{sen} 30).$$

Los valores correspondientes a  $\theta$  y  $\theta'$  para el Zr, son:

$$\begin{aligned} \theta &= 57,88^{\circ} \\ \theta' &= 61,424^{\circ} \end{aligned}$$

En síntesis, tenemos:

$$\bar{d} = (d_1, d_2, d_3) \equiv (\cos\theta, 0, \text{sen}\theta)$$

$$\bar{t} = (t_1, t_2, t_3) \equiv (-\text{sen}\theta' \cdot \text{sen}\theta \cdot \text{sen}30, (\cos\theta \cdot \cos\theta' + \text{sen}\theta' \text{sen}\theta \cdot \cos30), \text{sen}\theta' \cos\theta \text{sen}30)$$

$$\bar{n} = (n_1, n_2, n_3) \equiv (\text{sen}\theta' \cdot \cos30, \text{sen}\theta' \cdot \text{sen}30, -\cos\theta')$$

Reemplazando los valores de los ángulos  $\theta$  y  $\theta'$ , obtenemos:

$$\bar{d} = \begin{pmatrix} .532 & 9 & .847 \\ 57,86' & 90' & 32,11' \end{pmatrix}$$

$$\bar{t} = \begin{pmatrix} -.372 & .898 & .233 \\ 111,84 & 26,10 & 76,53 \end{pmatrix}$$

$$\bar{n} = \begin{pmatrix} .760 & .439 & -.478 \\ 40,53 & 63,96 & 118,55 \end{pmatrix}$$

$$M = \begin{vmatrix} d_1 & d_2 & d_3 \\ t_1 & t_2 & t_3 \\ n_1 & n_2 & n_3 \end{vmatrix}$$

Cálculo de la matriz  $A = B^T \cdot M^T \cdot D^T \cdot D \cdot M \cdot B$

$$A = B^T M^T D^T \begin{vmatrix} 1 & 0 & g \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} d_1 & d_2 & d_3 \\ t_1 & t_2 & t_3 \\ n_1 & n_2 & n_3 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} n_2 & 0 & 0 \\ 0 & n_2 & 0 \\ 0 & 0 & n_3 \end{vmatrix} =$$

realizando el producto matricial, resulta:

$$n_1^2 (d_1^2 + 2n_1 d_1 g + t_1^2 + n_1 g^2 + n_1)$$

$$n_1 n_2 (d_1 d_2 + n_2 d_1 g + t_1 t_2 + n_1 d_2 g + n_1 n_2 g^2 + n_1 n_2)$$

$$n_1 n_3 (d_1 d_3 + n_3 d_1 g + n_1 d_3 g + n_1 n_3 g^2 + n_1 n_3 + t_1 t_3)$$

$$n_1 n_2 (d_1 d_2 + n_2 d_1 g + t_1 t_2 + n_1 d_2 g + n_1 n_2 g^2 + n_1 n_2)$$

$$n_2^2 (d_2^2 + 2n_2 d_2 g + t_2^2 + n_2 g^2 + n_2)$$

$$n_2 n_3 (d_2 d_3 + d_2 n_3 g + n_2 d_3 g + n_2 n_3 g^2 + n_2 n_3 + t_2 t_3)$$

$$n_1 n_3 (d_1 d_3 + n_3 d_1 g + n_1 d_3 g + n_1 n_3 g^2 + n_1 n_3 + t_1 t_3)$$

$$n_2 n_3 (d_2 d_3 + d_2 n_3 g + n_2 d_3 g + n_2 n_3 g^2 + n_2 n_3 + t_2 t_3)$$

$$n_3^2 (d_3^2 + 2n_3 d_3 g + n_3 g^2 + n_3 + t_3)$$

Calculo de  $g$  a partir del determinante  $|A-\lambda^2 I|$  con  $\lambda=1$ :

$$\det|A-\lambda^2 I|_{\lambda=1} = A'_{11}A'_{22}A'_{33} + A_{12} A_{23} A_{31} + A_{21} A_{32} A_{13} \\ - A_{31} A'_{22} A_{13} - A_{21} A_{12} A'_{33} - A_{32} A_{23} A'_{11}$$

donde:

$$A_{ij} = a_{ij} + b_{ij}g + c_{ij}g^2$$

$$A_{11} = n_1^2 (d_1^2 + t_1^2 + n_1^2 + 2n_1 d_1 g + n_1^2 g^2)$$

$$A_{22} = n_2^2 (d_2^2 + t_2^2 + n_2^2 + 2n_2 d_2 g + n_2^2 g^2)$$

$$A_{33} = n_3^2 (d_3^2 + t_3^2 + n_3^2 + 2n_3 d_3 g + n_3^2 g^2)$$

$$A_{12} = A_{21} = n_1 n_2 (d_1 d_2 + t_1 t_2 + n_1 n_2 + (n_2 d_1 + n_1 d_2)g + n_1 n_2 g^2)$$

$$A_{13} = A_{31} = n_1 n_3 (d_1 d_3 + t_1 t_3 + n_1 n_3 + (n_3 d_1 + n_1 d_3)g + n_1 n_3 g^2)$$

$$A_{23} = A_{32} = n_2 n_3 (d_2 d_3 + t_2 t_3 + n_2 n_3 + (n_2 d_3 + n_3 d_2)g + n_2 n_3 g^2)$$

Sean:

$$A'_{11} = A_{11} - 1 = a'_{11} + b_{11}g + c_{11}g^2$$

$$A'_{22} = A_{22} - 1 = a'_{22} + b_{22}g + c_{22}g^2$$

$$A'_{33} = A_{33} - 1 = a'_{33} + b_{33}g + c_{33}g^2$$

$$a'_{11} = a_{11} - 1$$

$$a'_{22} = a_{22} - 1$$

$$a'_{33} = a_{33} - 1$$

$$\begin{aligned}
 & (a'_{11} + b_{11}g + c_{11}g^2)(a'_{22} + b_{22}g + c_{22}g^2)(a'_{33} + b_{33}g + c_{33}g^2) + \\
 & (a_{12} + b_{12}g + c_{12}g^2)(a_{23} + b_{23}g + c_{23}g^2)(a_{13} + b_{13}g + c_{13}g^2) + \\
 & (a_{12} + b_{12}g + c_{12}g^2)(a_{23} + b_{23}g + c_{23}g^2)(a_{13} + b_{13}g + c_{13}g^2) - \\
 & (a_{13} + b_{13}g + c_{13}g^2) \cdot (a'_{22} + b_{22}g + c_{22}g^2) - \\
 & (a_{12} + b_{12}g + c_{12}g^2)^2 \cdot (a'_{33} + b_{33}g + c_{33}g^2) - \\
 & (a_{23} + b_{23}g + c_{23}g^2)^2 \cdot (a'_{11} + b_{11}g + c_{11}g^2) =
 \end{aligned}$$

Reemplazando los valores de las componentes de  $(\bar{d}, \bar{t}, \bar{n})$ , se obtienen los valores numéricos de los coeficientes  $a_{ij}, b_{ij}, c_{ij}$ , que se dan en el apéndice, que reemplazados en la ecuación del determinante igualado a 0, resulta una ecuación de grado 6 en g, donde los coeficientes para los términos de grado igual o superior a 3, resultan de por lo menos 3 órdenes de magnitud inferiores. Como los valores de g esperados, son menores que la unidad, despreciamos dichos términos superiores al orden 3 y resolvemos la ecuación de segundo grado en g, obteniendo las raíces:

$$\begin{aligned}
 g_1 &= .27887 \\
 g_2 &= .04137
 \end{aligned}$$

Con el valor de  $g_{\min} = g_2$  en  $\det|A - \lambda^2 I| = 0$ , calculamos los autovalores  $\lambda_2$  y  $\lambda_3$ , resultando (ver apéndice):

$$\begin{aligned}
 \lambda_2 &= .91431 & K &= 1.14807 \\
 \lambda_3 &= 1.10282 & M &= 1.52252
 \end{aligned}$$

Asimismo, se calcula el valor del desplazamiento macroscópico  $S = .188326$  y del plano de hábito en la base diagonal:

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, .65680, \pm .75406)$$

Luego de calcular los autovectores se determinó el plano de hábito y dirección de desplazamiento macroscópico  $S$  en la base ortogonal  $(x,y,z)$ , resultando:

$$S \left| \begin{array}{l} V_2 \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .77226, & .63504, & .03003 \\ 39.44^\delta, & 50.77, & 88.28 \end{array} \right)$$

$$S \left| \begin{array}{l} V_1 \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} -.73326, & .67038, & .11097 \\ 137.16, & 47.90, & 83.63 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} V_1 \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .67806, & .73398, & .04569 \\ 47.31, & 42.78, & 87.38 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} V_2 \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .63328, & -.76475, & -.11619 \\ 50.71, & 139.88, & 96.67 \end{array} \right)$$

Estos valores se encuentran graficados en la proyección N° 60.

3.2.1. Sistema  $(10\bar{1}0) <1\bar{2}13>$

3.2.2.1. Cálculo de la matriz M de cambio de base:

Definimos los vectores d, t, n de la manera siguiente (ver Figura N° 51-(b)):

$$d = (\cos\theta, 0, \text{sen}\theta)$$

$$t = (-\text{sen}\theta, 0, \cos\theta)$$

$$n = (0, 0, 0)$$

$\alpha =$  entre (t,d) y (1010)

$$M = \begin{vmatrix} \cos\theta & 0 & \text{sen}\theta \\ -\text{sen}\theta & 0 & \cos\theta \\ 0 & 1 & 0 \end{vmatrix}$$

Cálculo de la matriz A:

Teníamos que:

$$B = \begin{vmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{vmatrix}$$

$$D = \begin{vmatrix} 1 & 0 & g \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{vmatrix}$$

$$B^T \cdot M^T \cdot D^T \cdot D \cdot M \cdot B = A$$

Efectuando los productos de matrices resulta:

$$A = \begin{vmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} \\ A_{21} & A_{22} & A_{23} \\ A_{31} & A_{32} & A_{33} \end{vmatrix}$$

donde  $A_{ij}$  están dados por:

$$A_{11} = \eta_1^2$$

$$A_{12} = A_{21} = \eta_1 \eta_2 \cdot g \cdot A$$

$$A = \cos\theta = .53168$$

$$A_{13} = A_{31} = 0$$

$$C = \text{sen}\theta = .84694$$

$$A_{22} = \eta_2^2 (1 + g^2)$$

$$\text{tg}\theta = 1.59296$$

$$A_{23} = A_{32} = \eta_2 \eta_3 (g \cdot C)$$

$$A_{33} = \eta_3^2$$

Cálculo de g:

A partir de  $\det|A - \lambda^2 I| = 0$  con  $\lambda = 1$ , calculamos el valor de g:

$$(\eta_1^2 - 1) \cdot [\eta_2^2 (1 + g^2) - 1] (\eta_3^2 - 1) + 0 + 0$$

$$- 0 - \eta_1^2 \eta_2^2 g^2 A^2 (\eta_3^2 - 1) - (\eta_1^2 - 1) \eta_2^2 \eta_3^2 g^2 C^2 = 0$$

llamamos  $\eta_i^2 - 1 = \eta_i'^2 \rightarrow$

$$\eta_1'^2 \cdot \eta_3'^2 \cdot \eta_2'^2 + \eta_1'^2 \eta_3'^2 \cdot \eta_2^2 g^2 - \eta_1^2 \eta_2^2 \eta_3'^2 g^2 A^2 - \eta_1'^2 \eta_2^2 \eta_3^2 g^2 C^2 = 0$$

$$g = \pm \sqrt{\frac{-\eta_1'^2 \cdot \eta_2^2 \cdot \eta_3^2}{(\eta_1'^2 \eta_3'^2 \eta_2^2 - \eta_1^2 \eta_2^2 \eta_3'^2 A^2 - \eta_1'^2 \eta_2^2 \eta_3^2 C^2)}}$$

Reemplazando valores, resulta:

$$g = .08338$$

Empleando el valor de g en la ecuación que resulta de  $|A - \lambda^2 I| = 0$ , calculamos los autovalores  $\lambda_2$  y  $\lambda_3$  (Apéndice .2).

Con los autovalores  $\lambda_2, \lambda_3$  y empleando las expresiones dadas en el Punto II.2.2, calculamos el valor del desplazamiento macroscópico y plano de hábito en la base diagonal, resultando:

$$\begin{aligned} \lambda_2 &= .89738 & K &= 1,14542 \\ \lambda_3 &= 1.12047 & M &= 1,52054 \\ S &= .22303 \end{aligned}$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, .65766, \pm .75330)$$

Tal como se realizó para los otros sistemas de deslizamiento de red invariante, se calculó la matriz de autovectores y con ellos las 2 variantes de plano de hábito y desplazamiento macroscópico en la base ortogonal (x,y,z) (Apéndice 2.), resultando:

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .72390, & .63909, & .24664 \\ 43,62, & 50,28, & 75,72 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .58428, & -.77564, & -.25221 \\ 54,25, & 140,86, & 104,61 \end{array} \right)$$

$$S \left| \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .68827, & .69619, & .22095 \\ 133,49, & 45,88, & 77,23 \end{array} \right)$$

$$S \left| \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .81016, & .53935, & .21456 \\ 35,88, & 57,36, & 77,61 \end{array} \right)$$

Estos valores se encuentran graficados en la proyección N° 61.

Como vemos, el plano de hábito resultante dependiendo de la solución que se tome, dista bastante ( $10-15^\circ$ ), del plano de hábito medido, de donde concluimos que ese sistema de deslizamiento de red invariante no es operativo para la transformación martensítica inducida por deformación.

Consideramos entonces operativo para la transformación martensítica inducida por deformación en la aleación Zr-(7-10)%Nb-1%Al al sistema  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{2}113 \rangle$ . que como vimos en el punto anterior, ajusta el valor de plano de hábito calculado con el medido. (Proyección 60).

## X. CONCLUSIONES

### 1. Aleación binaria Zr-10%Nb en peso

1.1. Aplicando distintos tratamientos termomecánicos, a la fase  $\beta$  retenida por templado con presencia de precipitados  $\omega$ , no fue posible a posteriori modificar  $\beta$  por deformación.

1.2. No se produce en esta aleación una transformación martensítica espontánea al enfriar hasta temperatura de aire líquido.

1.3. No aparece efecto pseudoelástico ni TRIP.

### 2. Aleación ternaria Zr-(7-10)%Nb-1%Al en peso

2.1. Se encuentran, con pequeñas variaciones en la composición, tres tipos de martensitas:  $\alpha'$  y  $\alpha'_C$  formadas espontáneamente por templado -la primera presenta un plano de hábito definido y la segunda presenta, con la matriz, una interfase curvada- y  $\alpha'_D$  formada por deformación de la fase  $\beta$  retenida luego del templado. Todas cumplen con las llamadas relaciones de Burgers de orientación  $(110)_\beta || (0001)\alpha'$ ,  $\langle \bar{1}\bar{2}10 \rangle || \langle 111 \rangle_\beta$ .

2.2. En la martensita espontánea  $\alpha'$ , se verifican las mismas características morfológicas y cristalográficas que en Zr-(0.8-5)%Nb en peso [71BAN], es decir que aparece un plano de hábito promedio  $\{334\}_\beta$  resultando maclada internamente según planos  $\{10\bar{1}1\}$ , con relación del espesor de las variantes de maclas igual a 1/3 [57MAC].

2.3. En la martensita combada  $\alpha'_D$ , la interfase con la matriz puede ser lineal o curvada. Aparece maclada internamente según planos  $\{10\bar{1}1\}$  tomando la relación entre el espesor de las variantes de maclas valores mayores y menores que 1/3.

El plano de hábito promedio no está definido, mientras que las interfases entre matriz y variantes de macla sí forman un plano de hábito tipo  $\{334\}_\beta$ .

2.4. La martensita inducida por deformación  $\alpha'_D$ , no aparece maclada internamente (por la transformación) y presenta un plano de hábito  $\{334\}_\beta$ .

2.5. Todas las martensitas presentan una densa subestructura interna, formada por dislocaciones de hélice con vectores de Burgers tipo  $a/3 \langle 1\bar{2}10 \rangle$ .

2.6. La subestructura interna se desarrolla para compensar el alto valor del desplazamiento macroscópico  $S$  de la transformación, resultante del sistema de deformación operativo, el cual se ajusta por deformación de la placa y no de la matriz según sistemas  $\{10\bar{1}0\} [1\bar{2}10]$ , de acuerdo a resultados de constantes elásticas.

2.7. El desplazamiento macroscópico  $\underline{S}$  se produce sobre el plano de hábito, según una dirección cercana ( $\sim 10$ ) a  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . La compensación tiene lugar dentro de la placa de martensita, preferentemente según una dirección medida  $\langle 21\bar{1}0 \rangle$  y plano de deslizamiento  $(01\bar{1}0)$ , de acuerdo a discusión de constantes elásticas e información de la literatura.

2.8. De acuerdo al valor relativamente bajo del módulo elástico operativo durante la transformación

$c_{(11\bar{2})\langle 111 \rangle} = 1,93 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$  comparado con los latones y

aceros, el Zirconio y aleaciones se ubican como un caso intermedio entre los anteriores, respecto a propiedades elásticas asociadas.

2.9. La alta histéresis observada en temperatura y deformación, se explica debido a la irreversibilidad de la deformación plástica producida en el interior de las placas de martensita.

2.10. La posibilidad de inducir martensita por deformación  $\alpha'_D$  produce en el material el efecto TRIP.

2.11. El efecto TRIP es observado, no obstante presentar la aleación posterior al templado precipitados de la fase  $\omega$ .

2.12. La tensión crítica para comenzar a inducir martensita por deformación  $\sigma_c$ , es coincidente con la tensión crítica para mover dislocaciones o tensión de fluencia  $\sigma_y$ .

2.13. El rango de temperaturas ( $M_s^\sigma - M_d$ ) donde se puede inducir martensita por deformación es extendido, ubicándose por debajo y encima de  $-193^\circ\text{C}$  y  $100^\circ\text{C}$ , respectivamente.

2.14. Para obtener martensita inducida por deformación  $\alpha'_D$  el factor limitante en la cantidad de transformación es el crecimiento de las placas. Para que ello ocurra, es importante la existencia de un endurecimiento (condición de estabilidad plástica) al cual contribuyen la formación de distintas variantes de placas y a su vez éstas dependen de la

facilidad con que se pueden mover dislocaciones y no la magnitud de la fuerza de transformación química; es decir que si se disminuye la temperatura por debajo de  $T_0$ , no necesariamente implica poder tener mayor transformación.

2.15. El tipo de fractura del material a temperaturas entre  $-193$  y  $100^\circ\text{C}$  es dúctil.

2.16. Cristalográficamente, durante la transformación para la martensita inducida por deformación, hay indicaciones resultantes del cálculo y de datos reportados en la bibliografía, que opera un sistema de deformación de red invariante con dislocaciones  $\langle c+a \rangle$ , mientras que para la martensita espontánea  $\alpha'$  opera un sistema de maclado sobre planos  $\{10\bar{1}1\}$  y para la martensita combada  $\alpha'_D$ , operan los dos mecanismos: deslizamiento y maclado.

### 3. Equipamiento

La realización de este trabajo, involucró el desarrollo de equipos -como horno de arco, dispositivos TDMO, para montar sobre la platina del microscopio óptico y observar los cambios que se producen en la superficie de la muestra durante un ensayo de deformación, y horno de tratamiento térmico con templado gaseoso- que forman parte de una infraestructura para poder seguir investigando en estas aleaciones y otros metales reactivos.

### 4. Alcance tecnológico

4.1. La existencia del efecto TRIP en una aleación de base Zirconio, con tensiones máximas de rotura de  $\sim 80\text{K}/\text{mm}^2$  y deformación plástica  $\sim 30\%$ , muestran desde el punto de vista

mecánico a un material con buenas posibilidades para ser usado en la construcción de elementos para reactores nucleares.

4.2. Los valores anteriores de tensión y deformación, pueden ser superados, mejorando la aleación desde el punto de vista de: a) eliminación de microhuecos y control de la distribución y del tamaño de granos por forjado a alta temperatura y b) optimización del contenido de gases que endurecen por solución sólida.

4.3. La alta histéresis en temperatura, puede proporcionar la base de un material para trabajar a temperaturas más elevadas que las normalmente usadas con otras aleaciones de Zirconio ( $\sim 300^{\circ}\text{C}$ ).

## 5. Extensión del trabajo

5.1. Estudiar la influencia que tienen en la estabilidad de las fases y propiedades mecánicas asociadas, distintas variaciones en el contenido de Nb y Al.

5.2 Medición de las constantes elásticas en esas aleaciones y composiciones con cantidad de impurezas intersticiales controladas, para determinar un posible "ablandamiento" en el módulo elástico, lo que permitiría luego la obtención de una transformación termoelástica con el consiguiente efecto pseudoelástico.

1.3. Estudio sistemático con distintos tratamientos termomecánicos de posibles modificaciones en la fase precipitada  $\omega$ .

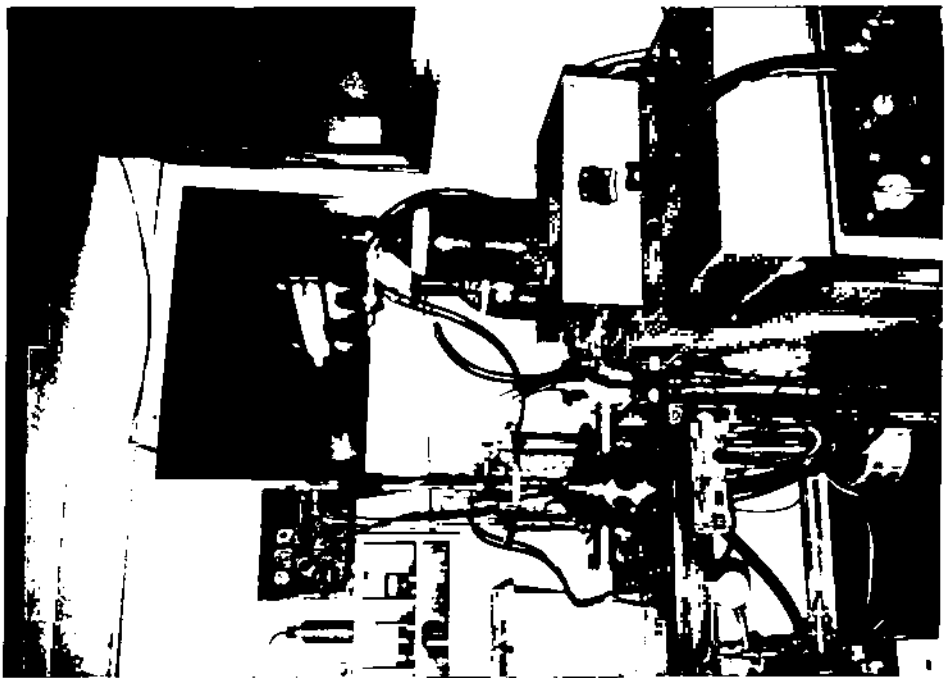
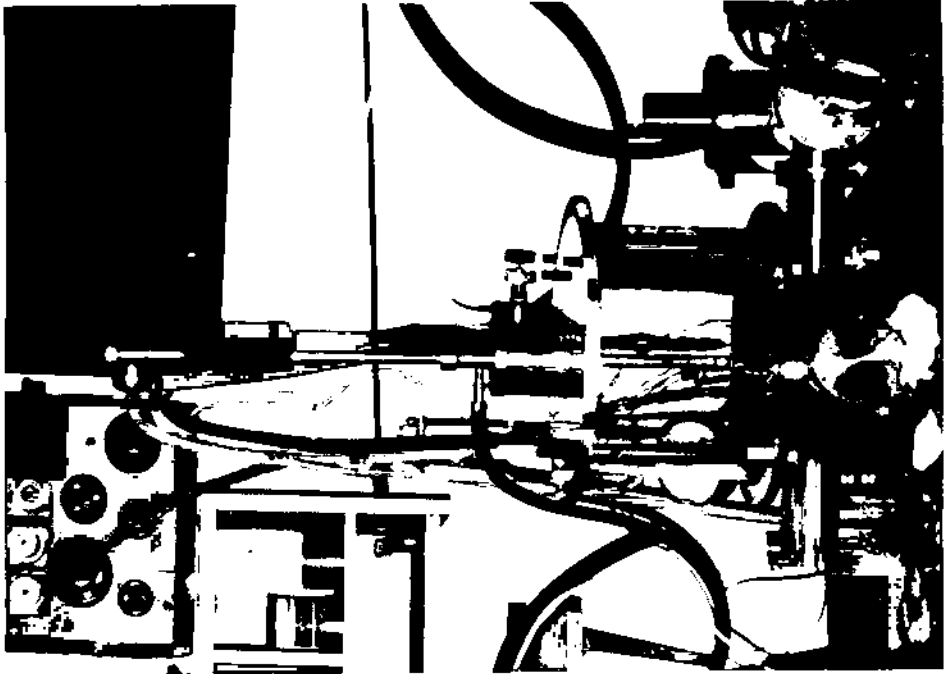
5.4. Desarrollo de ensayos de deformación a temperaturas más elevadas ( $\sim 400^{\circ}$ ). Si aún se forma martensita inducida por

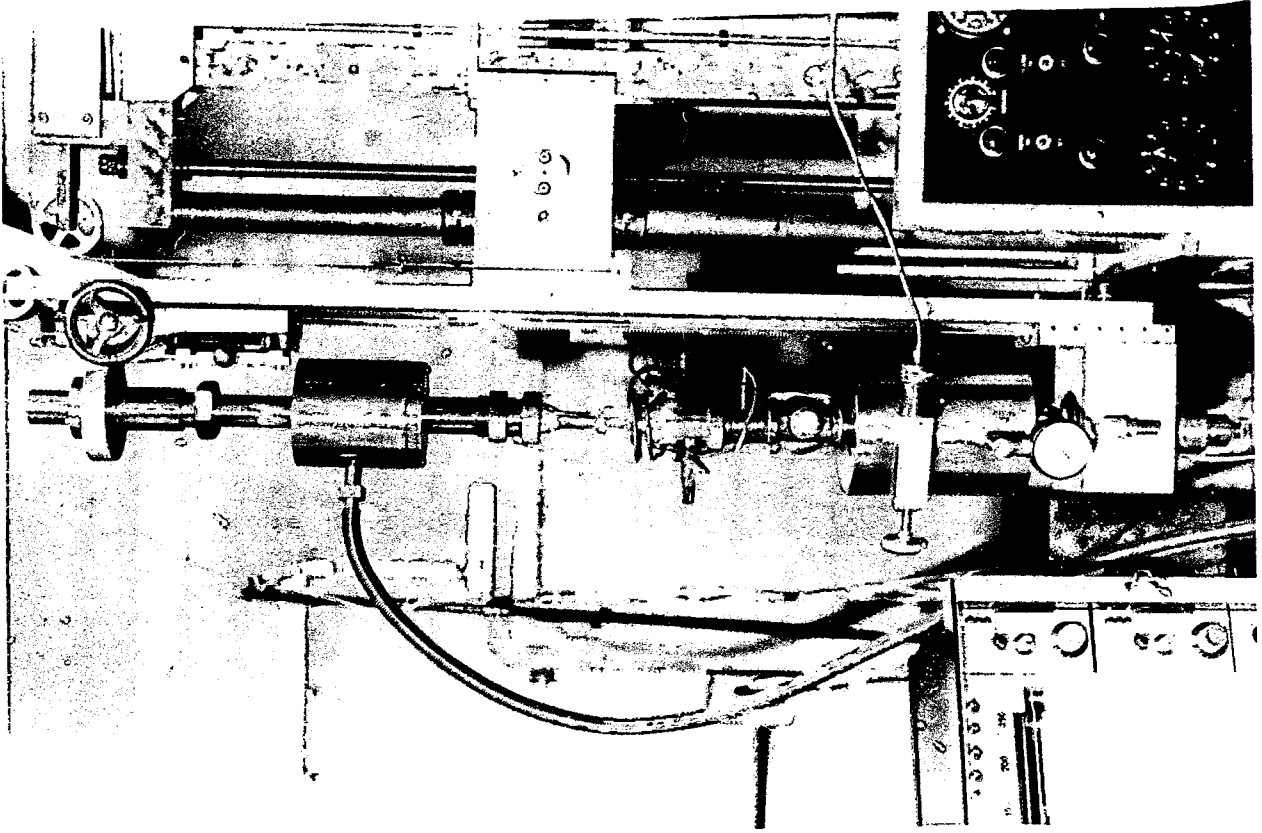
deformación  $\alpha'_D$ , la misma podría ajustar el plano de hábito por maclado y no por deslizamiento, según una competencia entre los dos mecanismos de deformación y así resultaría una  $\alpha'_D$  maclada interiormente por la transformación.

5.5. Medición de la temperatura de transformación espontánea  $M_S$  en estas aleaciones.

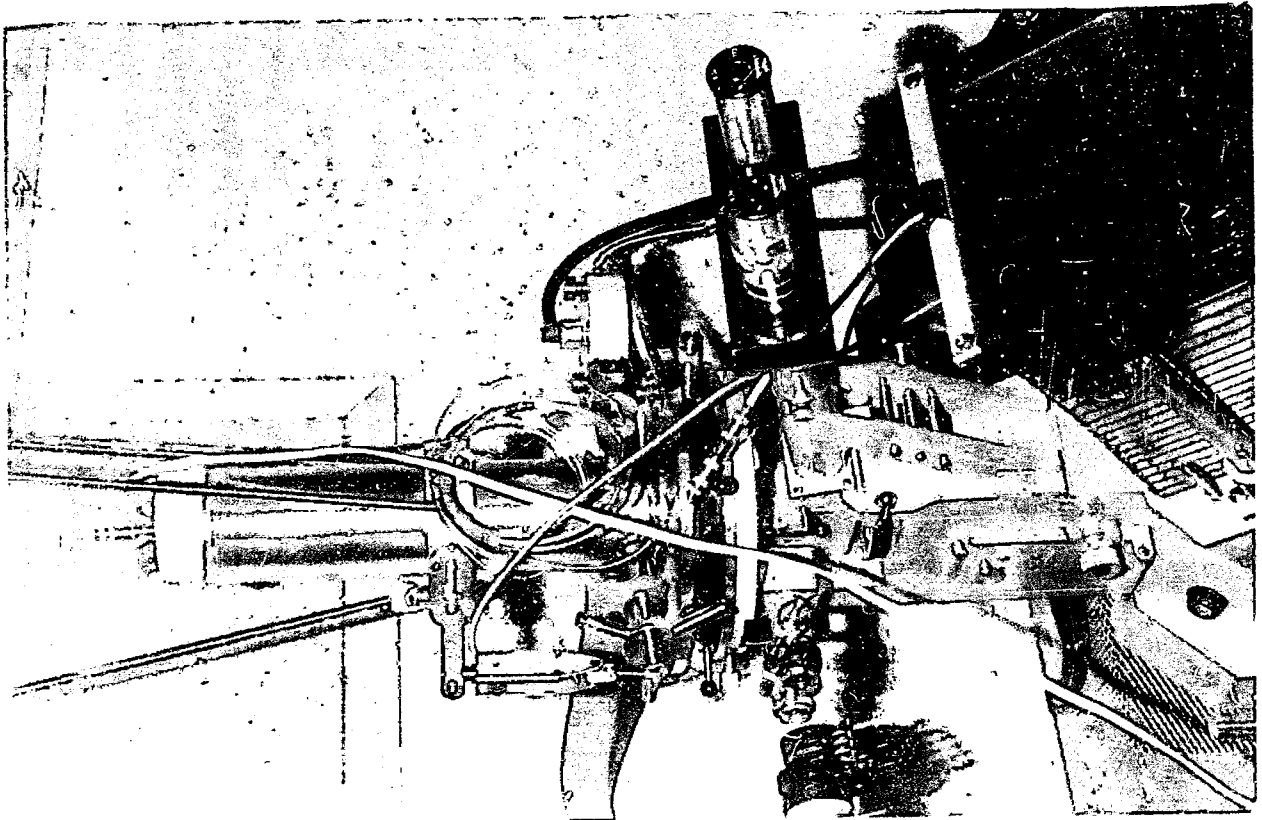
5.6. Empleando los mismos conceptos, estudiar y desarrollar una aleación base Titanio con efecto TRIP.

HORNO DE ARCO PARA FUNDICION DE MUESTRAS





Horno de tratamiento térmico-  
Templado raseoso.



Dispositivo TDMO, montado sobre la  
platina del microscopio óptico

REFERENCIAS

- [34BUR] Burgers, W.G., Physica, 1. 561 (1934).  
"On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal close-packed modification of Zirconium".
- [48ZEN] Zener, C., University of Chicago Press, Chicago (1948).  
"Elasticity and Anelasticity of Metals".
- [49ESH] Eshelby, J.D., Phil. Mag., 40, (1949), 903.
- [53PAT] Patel, J.R., and Cohen, M., Acta Met., 1 (1953) 531.  
"Criterion for the action of Applied stress in the martensitic transformation".
- [53WEC] Wechsler M.S., Lieberman, D.S. and Read, T.A., Trans.Amer.Inst.Min.Engrs. 197 (1953) 1503.  
"On the theory of the formation of martensite".
- [54BOW] Bowles, J.S., and Mackenzie, J.K., Acta Met. 2, 129, 138, 224 (1954).  
"The crystallography of martensite transformations".
- [54BUL] Bullough, R., and Bilby, B.A., Proc.Phys.Soc., Ser.B, 67 (1954) 615.  
"Uniformly moving dislocations in anisotropic media".
- [54CHU] Churchman, A.T., Proc.Roy. Soc., 226 (1954) 216.  
"The slip modes of Titanium and the effect of purity on their occurrence during tensile deformation of single crystals".
- [55TIL] Tiller, W.A. and Winegard, W.C., Acta Met., Vol.3 (1955).  
"Deformation Processes in Zirconium".
- [57MAC] Mackenzie, J.K., and Bowles, J.S., Acta Met., Vol.5 (1957).  
"The crystallography of martensite transformation - IV-Body-centred cubic to orthorhombic transformations".
- [58BAG] Bagaryatski, A., Tagunova, T.V., and Nosova, G.I., Dokl. Akad.Nauk. SSSR 122 (1958) 539.  
"Factors in the formation of Metastable phases in Titanium-base alloys".
- [58HAN] Hansen, M., "Constitution of binary alloys" 2nd.Ed. (prepared with the cooperation of K.Anderko), McGraw-Hill, p.1023 (1958).

- [58LIE] Lieberman, D.S., Acta Met. Vol.6 (1958) 680.  
"Martensitic transformations and determination of the inhomogeneous deformation".
- [59GAU] Gaunt, P., and Christian, J.W., Acta Met., Vol.7 (1959) 534.  
"The crystallography of the  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation in Zirconium and in two Titanium-Molybdenum alloys".
- [59KAU] Kaufman, L., Acta met.7 (1959) 575.  
"The lattice stability of metals Ti and Zr".
- [60BIL] Bilby, B.A., and Frank, F.C., Acta Met. 8 (1960) 239.  
"The analysis of the crystallography of martensitic transformations by the method of prism matching".
- [60EVA] Evans, W., Canadian Mining and Metallurgical Bulletin (1960).  
"The Metallography of Reactive Materials".
- [60RAP] Rapperport, E.J., and Hartley, C.S., Trans.Am.Inst.Min.Engrs. 218 (1960) 869.  
"Deformation modes of zirconium at 77°, 575° and 1075°K".
- [61WES] Westlake, D.G., Acta Met., Vol.9 (1961) 327.  
"Twinning in Zirconium".
- [62BAT] Bailey, J.E., J.of Nuc.Mat. 7, N° 3 (1962) 300.  
"Electron microscope studies of dislocations in deformed zirconium".
- [62UY] Uy, J.C., and Burr, A.A., Trans.Met.Soc.of AIME, Vol.224 (1962) 204.  
"The solute metallic Valence as an Index of Phase stabilization in Zirconium-base alloys".
- [63TEU] Teutonico, L.J., Acta Met., 11, (1963) 1283.  
"The dissociation of dislocations in the fcc structure".
- [64BOG] Bogers, A.J., and Burgers, W.G., Acta Met. 12 (1964) 255.  
"Partial dislocations on the {110} planes in the bcc, lattice and the transition of the fcc into the bcc lattice".
- [64ELL] Ells, C.E., Dalgaard, S.B., Evans, W. and Thomas, W.R., AECL 2022 (1964), Canada.  
"Development of Zirconium-niobium alloys".
- [64FIS] Fisher, E.S., and Renken, C.J., Physical Rev., Vol.135, N° 2 "A" (1964) 482.  
"Single-crystal elastic moduli and the hcp $\rightarrow$ bcc transformation in Ti, Zr and Hf".

- [64LUK] Luke, C.A., Taggart, R., and Polonis, D.H.,  
Trans.of the ASM; Vol.57 (1964) 142.  
"The metaestable constitution of quenched Ti and  
Zr-base binary alloys".
- [64ROS] Rosenbaum, H.S., in Deformation Twinning, ed.by  
R.E. Reed-Hill, J.P. Hirth and H.C.Rogers, Florida  
(1963) (Conference).  
"Nonbasal slip in h.c.p. Metals and its relation  
to Mechanical Twinning".
- [64STI] Stiegler, J.O., Houston, J.T., and Picklesimer,  
M.L., J.Nucl.Materials, 11 (1964) 32.  
"Transmission electron microscopy of  $\omega$  phase in a  
Zr-15% Nb alloy".
- [65COM] Cometto, D.J., Houze, G.L., and Hehemann, R.F.,  
Trans.Met.Soc. AIME, 233, 30 (1965).  
"The omega transformation in Zirconium-Niobium  
(Columbium) alloys".
- [65MCM] McMullen, A.G., and Gordon Parr, J., Canadian  
Metallurgical Quarterly 4, N<sup>o</sup> 2, 117 (1965).  
"The transformation in Zirconium-Niobium alloys".
- [65REE] Reed-Hill, R.E., Buchanan, E.R., and Caldwell,  
Jr., F.W., Trans. Met. Soc. of AIME, Vol.233  
(1965) 1716.  
"A quantitative measurement of the fraction of  
tensile strain due to twinning in polycrystalline  
Zr at 77°K".
- [65STE] Stewart, D., Hatt, B.A., and Roberts, J.A.,  
Brit.J.Appl.Phys.16, 1081 (1965).  
"High-speed thermal analysis of Zr-Nb alloys".
- [65WIL] Williams, C.D., and Gilbert, R.W., J.Nuclear Mat.  
18, 161 (1966).  
"Tempered structures of a Zr-2.5 wt% Nb alloy".
- [66HIG] Higgins, G.T., and Banks, E.E., Elec.Tech., Jul-  
Aug. (1966) 341.  
"The basic features of the isothermal  
promonotectoid transformation in a Zr-2<sup>1/2</sup> Wt% Nb  
alloy".
- [66HIG] Higgins, G.T., and Banks, E.E., Brit.J.Appl.Phys.,  
17 (1966) 283.  
"The martensite start temperature in dilute Zr-Nb  
alloys".
- [66LAN] Landolt-Bornstein, Von Bechmann, R., und  
Hearmon, R.F.S., Heransgeber Hellwege, K.H., und  
Hellwege, A.M., Springer-Verlag (1966).  
"Zahlenwerte und Funktionen aus  
Naturwissenschaften und Technik".

- [66SLA] Slattery, G.F., Electrochemical Technology, 4, 336 (1966).  
"Some aspects of the beta-alfa transformation in Zirconium -2<sup>1/2</sup> weight per cent Niobium alloy with variable cooling rate and soak temperature".
- [66SMI] Smith, T., J. of Nucl. Mat. 18 (1966) 323.  
"Kinetics and Mechanism of Hydrogen permeation of oxide films of Zirconium".
- [66UY] Uy, J.C., and Burr, A.A., Trans. Met. Soc. of AIME, Vol.236 (1966) 1009.  
"The effects of valence and Size upon the allotropic phase boundaries of Zirconium-Based binary systems".
- [67FIS] Fisher, E.S., and Dever, D., Trans. Met. Soc. of AIME, Vol.239 (1967) 48.  
"Temperature dependence of elastic moduli of Ruthenium, Rhenium, Cobalt, Dysprosium and Erbium; a study of the elastic relationship".
- [67LEV] Levitan, J., Draley, J.E., and Van Drunen, C.J., J. Electroch. Soc., Vol.114 (1967) 1086.  
"Low pressure oxidation of zirconium".
- [67REN] Renucci, L., and Langeron, J.P., J. of Nuc. Materials 23 (1967) 79.  
"Oxidation du zirconium en phase  $\beta$  sous tres basses pressions. Aspect superficiel presente par les alliages zirconium-oxygene".
- [67ERI] Ericksen, R.H., Taggart, R., and Polonis, D.H., Trans. Soc. of AIME, Vol.239 (1967) 124.  
"Spontaneous Martensite Reaction in Ti-Cr alloys".
- [67PEA] Pearson, W.B., "A Handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys", Vol.2, Pergamon Press (1967).
- [67TYS] Tyson, W., Acta Met., 15 (1967) 574.  
"Basal and Prismatic slip in hcp crystals".
- [67EVA] Evans, W., LeSurf, J.E., and Thomas, W.R., Atomic Energy of Canada Ltd., AECL-2890 (1967).  
"Heat-treated Zr-2.5% Nb pressure tubes for water-cooled power reactors".
- [67ZAC] Zackay, V.F., Parker, E.R., Fahr, D., and Busch, R., Trans. ASM, 60 (1967) 252.
- [68REG] Regnier, P. et Dupoy, J.M., Phys. Stat. Sol., 28 (1968) K55.  
"Dissociation et glissement des dislocations sur le plan prismatique des métaux hexagonaux".

- [68ROS] Rosa, J.C., J. of the Less-Common Metals 16 (1968) 173.  
"Oxidation of Zirconium. A critical review of literature".
- [68SOO] Soo, P., and Higgins, G.T., Acta Met., Vol.16 (1968) 177.  
"The deformation of zirconium-oxygen single crystals".
- [68SUN] Sundareva, S.V., and Buynov, S.V., Physics Metals Metallogr., 24 (1968) 178.  
"Electron microscopy analysis of the structure of the alloy Zr-4 per cent Nb".
- [68WIL] Williams, C.D., and Gilbert, R.W., Trans JIM (1968) Vol.9 supplement.  
"On Structural Factors Influencing the Strength of Martensitic  $\alpha'$  in Quenched Zr-2.5% Nb".
- [69BOL] Bolling, G.F., and Richman, R.H., Phil.Mag. 19 (1969) 247.  
"The plastic deformation of ferromagnetic fcc Fe-Ni-C alloys".
- [69DEL] Delvecchio, G.A, Thesis: Faculty of Graduate Studies, University of Windsor, 1969, Canada.  
"The strain induced transformation in Zirconium base alloys and its effect on mechanical properties".
- [69ERI] Ericksen, R.H., Taggart, R. and Polonis, D.H., Trans. AIME, Vol.245 (1969) 359.  
"The characteristics of spontaneous martensite in thin foils of Ti-Cr alloys".
- [69HAM] Hammond, C., and Kelly, P.M., Acta Met., Vol.17 (1969) 869.  
"The crystallography of Ti alloy martensites".
- [69PAT] Paton, N.E., and Bckofen, W.A., Trans. Met. Soc. of AIME, Vol.245 (1969) 1369.  
"Evidence for {1011} deformation twinning in Titanium".
- [69PUL] Pult'zin, N., Physics of Metals and Met., Vol.18 (1969) 85.  
"Classification of the constitution diagrams for Titanium alloys".
- [69TAM] Tamura, I., Maksi, M., Hata, H., and Yui, K., J.Jpn. Inst.of Metals, 33 (1969) 1383.  
"On the plasticity Induced by martensitic transformation in Fe-Ni alloys and Fe-Cr-Ni alloy".

- [69WIL] Williams, J.C., Taggart, R., and Polonis, D.H.,  
Met. Trans., Vol.1 (1970) 2265.  
"The morphology and substructure of Ti-Cu  
Martensite".
- [70BLA] Blackburn, M.J., Pergamon Press (1970) 633.  
"Some aspects of Phase Transformations in Ti  
alloys".
- [70BOL] Bolling, G.F., and Richman, R.H., Scripta Met. 4,  
(1970) 539.  
"The influence of stress on martensite-start  
temperatures in Fe-Ni-C alloys".
- [70BOL] Bolling, G.F., and Richman, R.H., Acta Met., 18  
(1970) 673.  
"The plastic deformation-transformation of  
paramagnetic fcc Fe-Ni-C alloys".
- [70DAW] Dawson, C.W., and Sass, S.L., Met.Trans.1, 2225  
(1970).  
"The as-quenched form of the omega phase in Zr-Nb  
alloys".
- [70DEL] Delvecchio, G.A., Northwood, D.O. and Rezek, J.,  
Journal of Nuc.Mat., 35 (1970) 67.  
"The influence of Al on the stability of quenched  
 $\beta$  Zr-Mo".
- [70GUI] Guimaraes, J.R.C., and Shyne, J.C., Scripta Met. 4  
(1970) 1019.  
"On the mechanical sensitization of austenite in  
Fe-Ni-C alloys".
- [70HUN] Hunt, C.E.L., and Niessen, P., J.Nuclear Mat., 35  
(1970) 134.  
"The effect of oxygen on the equilibrium  $\beta/\alpha+\beta$   
transformation temperature of Zirconium-Niobium  
alloys".
- [70LEY] Leyt, A., Informe CNEA TE 3/41 (1970).  
"Los procesos de fusión por arco de metales  
reactivos".
- [70PAT] Paton, N.E., and Backofen, W.A., Met.Trans., Vol.1  
(1970) 2839.  
"Plastic deformation of Titanium at Elevated  
temperatures".
- [70PER] Perkins, A.J., Yoffe, P.E., and Hehemann, R.F.,  
Metall. Trans.1, 2785 (1970).  
"The athermal omega transformation in Zr-Nb  
alloys".

- [70RAC] Rack, H.J., Kalish, D., and Fike, K.D., Materials Sci.Eng., 6 (1970) 181.  
"Stability of As-quenched beta III-Titanium alloy".
- [70REG] Regnier, P., and Dupoy, J.M., Phys.Stat.Sol. 39 (1970) 79.  
"Prismatic slip in Beryllium and the relative ease of glide in h.c.p. metals".
- [70WIL] Williams, J.C., Taggart, R., and Polonis, D.H., Met.Trans. 1 (1970) 2265.  
"The morphology and substructure of Ti-Cu martensite".
- [70WIL] Williams, C.D., Reactor Technology, Vol.13, N° 2 (1970).  
"Development Potential of Zirconium Alloys for High-Temperature Applications".
- [71AKH] Akhtar, A., and Teghtsoonian, A., Acta Met., 19 (1971) 655.  
"Plastic deformation of zirconium single crystals".
- [71AND] Andrews, K.W., Dyson, D.J., and Keown, S.R., Pub.A.Hilger Ltd., London (1971).  
"Interpretation of Electron Diffraction Patterns".
- [71BAN] Banerjee, S., and Krishnan, R., Acta Met., Vol.19 (1971) 1317.  
"Martensitic transformation in Zr-Nb Alloys".
- [71DEL] Delvecchio, G.A., Northwood, D.O., Osborne, D.E., Rezek, J., Journal of Nuc.Mat., 38 (1971) 121.  
"The strain induced martensitic transformation in Zr-3Mo-1Al".
- [71DOU] Douglas, D.L., Atomic Energy Review, Supplement 1971, p.164 (1971).  
"The metallurgy of zirconium".
- [71GER] Gerberich, W.W., Hemmings, P.L., and Zackay, V.F., Met.Trans., 2 (1971) 2243.  
"Fracture and Fractography of Metaestable Austenites".
- [71HUN] Hunt, C.E.L., and Niessen, P., J.Nuclear Mat., 38, 17 (1971).  
"The continuous cooling transformation behaviour of Zirconium-Niobium-Oxygen alloys".
- [71OTT] Otte, M., in The Science Technology and Application of Titanium, Pergamon Press (1970).  
"Mechanism of the martensitic transformation in Titanium and its alloys".

- [71RIC] Richman, R.H., and Bolling, G.F., Met.Trans. 2 (1971) 2451.  
"Stress, Deformation, and Martensitic Transformation".
- [71STO] Stone, H.E.N., J.Phys.E4 (1971) 1058.  
"A casting device for use with an argon-arc furnace".
- [72BHA] Bhandarkar, D., Zakay, V.F., and Parjer, E.R., Met.Trans., 3 (1972) 2619.  
"Stability and Mechanical Properties of some metastable austenitic steels".
- [72BYW] Bywater K.A., and Christian, J.W., Philosophical Magazine (1972) 1249.  
"Martensitic transformation in Ti-Ta alloys".
- [72CAR] Carpenter, G.J.C., and Watters, J.F., AECL-4355 (1972).  
"Electron diffraction patterns for H.C.P.  $\alpha$ -Zirconium".
- [72EVA] Evans, E.B., Tsangarakis, N., Proebst, H.B., and Garibotti, N.J., in High Temperature Gas-Metal Reactions in Mixed Environments", Metallurgy Soc., AIME, Boston, Massach.(1972).  
"Critical Role of Nitrogen during high temperature scaling of zirconium".
- [72GOA] Goasdowe, C., Ho, P.S., and Sass, S.L., Acta Met., Vol.20 (1972) 725.  
"Ultrasonic study of the beta $\rightarrow$ omega phase transformation in Zr-Nb alloys".
- [72HEH] Hehemann, R.F., Canadian Metallurgical Quarterly, 11, 201 (1972).  
"Transformations in Zirconium-Niobium alloys".
- [72JEN] Jensen, J.A., and Backofen, W.A., Canadian Metallurgical Quarterly, Vol.11, N<sup>o</sup> 1 (1972) 39.  
"Deformation and fracture of alpha zirconium alloys".
- [72NAG] Nagasaka, M., Uyeda, E., and Yamashina, T., Vacuum, Vol.23 (1972) 51.  
"Sorption kinetics of oxygen at very low pressures by zirconium".
- [72NOR] Northwood, D.O., and Rezek, J., Can.Met. Quarterly, Vol.11 (1972) 213.  
"Microstructural examination of strain induced phase transformations in selected Zr alloys".
- [72OLS] Olson, G.B. and Cohen, M., J.of the Less Common Metals 28 (1972) 107.  
"A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations".

- [72SAS] Sass, S.L., J.Less-Common Metals, 28. 157 (1972).  
"The structure and decomposition of Zr and Ti bcc solid solutions".
- [72TEN] Tenckhoff, Erich, Z.Metallkde, Bd. 63 (1972) H.4, 192.  
"Operation of dislocations with <c+a> type Burgers vector during the deformation of Zirconium single crystals".
- [72WIL] Williams, J.C., Sommer, A.W. and Tung, P.P., Metallurgical Transactions,, Vol.3 (1972) 2979.  
"The influence of Oxygen Concentration on the Internal Stress and Dislocation Arrangements".
- [73AKH] Akhtar, A., Acta Met., Vol.21 (1973) 1.  
"Basal slip in Zirconium".
- [73BAN] Banerjee, S., and Krishnan, R., Met.Trans., Vol.4 (1973) 1811.  
"Martensitic transformation in Zr-Ti alloys".
- [73BAT] Batterman, B.W., Maracci, G., Merlini, A., and Pace, S., Phys.Rev.Letters, 31, 227 (1973).  
"Diffuse Mössbauer scattering applied to dynamics of phase transformations".
- [73BEL] Bell, W.L., en Zirconium in Nuclear Applications - ASTM-STP 551, pág.199 (1973).  
"Discussion on textured zircaloy tubing".
- [73CHE] Cheadle, B.A., and Aldridge, S.A., J.Nuclear Mat., 47, 255 (1973).  
"The transformation and age hardening behaviour of Zr-19 wt% Nb".
- [73CRO] Crow, J.E., and Sweedler, A.R., Rev.Sci.Instrum., Vol.44 N° 9 (1973).  
"A Simple Casting Device for Use with an Argon Arc Furnace".
- [73OLI] Olinger, B., and Janieson, J.C., High Temperatures-High Pressures, 5 (1973) 123.  
"Zirconium: phases and compressibility to 120 kilobars".
- [73PAN] Panda, S.,C., and Bhan, S., Z.Metallkde, Bd.64 (1973) 793.  
"Alloying behaviour of Zirconium with other transition metals".
- [74CHE] Cheadle, B.A., Atomic Energy of Canada Ltd., CRNL-1208 (1974).  
"The physical metallurgy of zirconium alloys".
- [74KAU] Kaufmann, P.D., Danielson, P., and Baroch, E.F., Zirconium in Nuclear Applications, ASTM STP 551, Am.Soc.for Testing and Mat. (1974) pp.52-62.  
"Improved Metallography of Zirconium Alloys".

- [74KEA] Keating, D.T., and LaPlaca, S.J., J.Phys.Chem. Solids 35, 879 (1974).  
"Neutron diffraction determination of the number and displacement of the atoms in the diffuse  $\omega$ -phase of  $Zr_{0.8}Nb_{0.2}$ ".
- [74KUT] Kutsar, A.R., German, V.N., and Nosova, G.I., Sov.Phys.Dokl., 18 (1974) 733.  
" $(\alpha+\omega)$  Transition in Titanium and Zirconium in shock waves".
- [74LEW] Lewis, L.L., en Determination of gaseous elements in metals, J.Wiley (1974).  
"Behaviour of gaseous elements in metals".
- [74MAX] Maxwell, P.C., Goldberg, A., and Shyne, J.C., Met.Trans., Vol.5 (1974) 1319.  
"Influence of Martensite formed during deformation on the mechanical behaviour of Fe-Ni-C alloys".
- [74MAX] Maxwell, P.C., Goldberg, A., and Shyne, J.C., Met. Trans., Vol.5 (1974) 1305.  
"Stress-Assisted and Strain-Induced Martensites in Fe-Ni-C alloys".
- [75CHR] Christian, J.W., Pergamon Press (1975).  
"The Theory of Transformations in Metals and Alloys".
- [75HAR] Harrison, J.D., and Hodgson, D.E. in Shape Memory Effects in Alloys, Ed. J. Perkins, Plenum (1975).  
"Use of TiNi in mechanical and electrical connectors".
- [75LOW] Lowden, M.A.W., and Hutchinson, W.B., Metall.Trans., 6A (1975) 441.  
"Texture strengthening and strength differential in Titanium -6Al-4V".
- [75MYR] Myron, H.W., Freeman, A.J., and Moss, S.C., Solid St.Com., 17 (1975) 1467.  
"Electronically Induced Lattice Instabilities in bcc Zr".
- [75NOR] Northwood, D.O., London, I.M. and Bahen, L.E., Journal of Nucl.Mat. 55 (1975) 299.  
"Elastic constants of zirconium alloys".
- [76AHL] Ahlers, M., Scripta Met., 10 (1976) 989.  
"Stress induced martensite in Iron-Nickel single crystals".
- [76ARM] Armand, M., Charquet, D., Syre, R., Tricot, R., Communication présentée au 2<sup>o</sup> Colloque sur les aciers spéciaux et l'énergie nucléaire, a Paris (1976).  
"Le zirconium et ses applications a l'industrie nucléaire".
- [76BAN] Banerjee, S., Vijayakar, S.J., and Krishnan, R., J.Nuclear Mat., 62, 229 (1976).  
"Precipitation in Zirconium-Niobium martensites".

- [ 76COX] Cox, B., in Advances in Corrosion Science and Technology, Vol.5, pág.173, Ed.by Mars G.Fontana and Roger W.Staehle, Plenum Press (1976).  
"Oxidation of zirconium and its alloys".
- [ 76CHA] Chang, A.L.J., Sass, S.L., and Krakow, W., Acta Met., 24, 29 (1976).  
"A high resolution electron microscope study of the omega transformation in Zr-Nb alloys".
- [ 76KUA] Kuan, T.S., and Sass, S.L., Acta Met., 24 1053 (1976).  
"The structure of a linear omega-like vacancy defect in Zr-Nb b.c.c. solid solutions".
- [ 76KUB] Kubaschewski-von Goldberg, O., in "Zirconium: Physico-chemical properties of its compounds and alloys" (O.Kubaschewski, ed.), Atomic Energy Review, Special Issue N<sup>o</sup> 6. p.67 (1976).  
"Phase diagrams".
- [ 77HAM] Hammond, C., Scripta Met., 11 (1977) 857.  
"On the nature of the martensite habit plane".
- [ 77HOL] Holt, B.J., Diaz, J.V., Huber, J.G., and Luengo, C.A., S-026/77. Inst.Físico Gleb Wataglin, Univ.Est.Campinas, Brasil (1977).  
"A Made in Brazil Metallic Sample Preparation Facility".
- [ 77ROS] Rosenbaum, H.S. and Lewis, J.E., Journal of Nuc.Mat., 67 (1977) 273.  
"Use of pole figure data to compute elasticity coefficients of zirconium sheet".
- [ 77SAN] Sánchez, J.M. and de Fontaine, D., Journal de Physique, 38 (1977) 444.  
"The omega Phase Transformation".
- [ 77SUZ] Suzuki, T., Kojima, H., Suzuki, K., Hashimoto, T., and Ichihara, M., Acta Met. 25 (1977) 1151.  
"An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 Stainless Steel".
- [ 77TRO] Trowse, F.W. and Rose, K.M., J.Br.Nucl.Energy Soc., (1977) 16., Apr., N<sup>o</sup> 2, 187-190.  
"Zirconium in the nuclear industry".
- [ 77WAL] Walker, E., and Peter, M., Journal of Applied Physics, Vol.48, N<sup>o</sup> 7 (1977).  
"Elastic constants of the bcc phase in Niobium-Zirconium alloys between 4.2 and 300K".
- [ 78AND] Andersen, S.K., and Batterman, B.W., Solid State Comm. 26, 195 (1978).  
"Energy analysis of diffuse  $\omega$ -reflections in Nb-Zr by Mössbauer X-ray scattering".

- [78ASH] Ashkenazi, J., Dacorogna, M., Peter, M., Tahnor, Y., Walker, E., and Steinemann, S., Phys. Rev. "B", Vol.18, N° 8 (1978) 4120.  
"Elastic constants in Nb-Zr alloys from zero temperature to the melting point: experiment and theory".
- [78BAN] Banerjee, S., Vijayakar, S.J. and Krishnan, R., Acta Met., Vol.26 (1978) 1815.  
"Strength of Zr-Ti martensites and deformation behaviour".
- [78BOL] Bolcich, J.C. y Peretti, H., VII Reunión AATN, San Rafael (Mendoza) (1978).  
"Fabricación de aleaciones de Zr-Nb (0-10%) y preparación de probetas de uso de laboratorio".
- [78MAR] Marques, F.D.S., Z. Metallkunde, Bd.69 (1978) H,3; 157.  
"Deformation - induced transformation in metaestable  $\beta$  Zr based alloys".
- [78MIT] Mitsche, R., Jeglitsch, F., Stanzl St. und Scheidl, H., unter Mitwirkung von G.Pfefferkorn. Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, en  
"Anwendung des Raster elektronen mikroskopes bei Eisen und Stahlwerkstoffen".
- [78NIS] Nishiyama, Z., in "Martensitic transformations", Ed. by M.E.Fine, M.Meshii, C.M.Wayman, Academic Press (1978).
- [78NOR] Northwood, D.O., Journal of the Less-Common Metals, 57 (1978) 231.  
"The stability of the  $\beta$  phase in Zr-3Mo and Zr-3Mo-1Al".
- [78NOR] Northwood, D.O., Journal of the Less-Common Metals, 61 (1978) 199.  
"Heat treatment transformation reactions and mechanical properties of two high strength Zr alloys".
- [78VER] Versaci, R., CNEA-NT 1/78 (1978).  
"Aleaciones binarias de Circonio. Diagramas de equilibrio."
- [78VOH] Vohra, Y.K., J.Nuclear Mat., 75, 288 (1978).  
"Kinetics of phase transformations in Ti, Zr and Hf under static and dynamic pressures".
- [79BOL] Bolcich, J.C., y Peretti, H., VIII Reunión AATN, Buenos Aires (1979).  
"Preparación de probetas en aleaciones de zirconio en horno de arco por colada en vacío".
- [79CIR] Cirimello, R.O., Biblioteca Centro Atómico Bariloche, 1979.  
"Tecnología de combustibles nucleares".

- [ 79DAV ] Davis, R., Flower, H.M., and West, D.R.F., J.of Mat. Sci. 14 (1979) 712.  
"Martensitic transformations in Ti-Mo alloys".
- [ 79DEN ] De Nicola, J., Práctica final de carrera de Ingeniería, Univ.Nac.del Sur (1979).  
"Diseño de un horno de arco para fusión de muestras de esponja de zirconio, bajo atmósfera de Argón".
- [ 79MUK ] Mukhopadhyay, P., Raman, V., Banerjee, S., Krishnan, R., J.of Mat.Science 14 (1979) 1389.  
"Tempering of a beta quenched Zr-1.9wt% Cr alloy".
- [ 79NOR ] Northwood, D.O., and Lin, D.T., Can.Met.Quarterly, Vol.18 (1979) 441.  
"Phase transformations in zirconium and its alloys."
- [ 79ROS ] Rosinger, H.E. and Northwood, D.O., Journal of Nuc.Mat., 79 (1979) 170.  
"The elastic properties of Zirconium alloy fuel cladding and pressure tubing materials".
- [ 79THO ] Thomas, G., and Goringe, M.J., John Wiley (1979).  
"Transmission Electron Microscopy of Materials".
- [ 79VOH ] Vohra, Y.K., Acta Met., Vol.27 (1979) 1671.  
"Electronic basis for omega phase stability in group IV transition metals and alloys".
- [ 79WAD ] Wadekar, S.L., Raman. V., Mukhopadhyay, P., J.of Mat.Science, 14 (1979) 407.  
"Structure and strenght of dilute zirconium-copper martensites".
- [ 79WOO ] Woo, O.T., Carpenter, G.J.C., and MacEwen, S.R., Journal of Nuclear Materials 87 (1979) 70-80.  
" [c] - Component dislocations in Zirconium alloys"
- [ 79WOO ] Woo, O.T., and Tangri, K., J.of Nuclear Mat.79 (1979) 82.  
"Transformation Characteristics of rapidly heated and quenched Zircaloy-4-Oxygen alloys".
- [ 79YOL ] Yolton, C.F., Froes, F.H., and Malone, R.F., Met.Trans."A", Vol.10A (1979) 132.  
"Alloying element effects in metastable Beta Titanium alloys".
- [ 80BOL ] Bolcich, J.C., Peretti, H.A., and Ahlers, M., Journal of Nuclear Materials, 95 (1980) 311-313.  
"Omega and the martensitic transformation in Zr-10Nb and Zr-10Nb-1Al".

- [81ABR] Abriata, J.P., and Bolcich, J.C., ASM/NBS Alloy phase diagrams program - Zirconium Category (1981).  
"Stable and Metastable equilibrium States of the zirconium-niobium system".
- [81BAC] Bacon, D.J., and Martin, J.W., Phil.Magazine A, Vol.43 (1981), 883  
"The atomic structure of dislocations in h.c.p. metals. I. Potentials and unstressed crystals. II. behaviour of the core under an applied stress."
- [81BOL] Bolcich, J.C., Peretti, H., Ahlers, M., Patente de Invención N° 223104, República Argentina (1981).  
"Método para la obtención de una aleación base Zirconio y la aleación así obtenida especialmente aplicable a la fabricación de componentes estructurales de y para reactores nucleares".
- [81JON] Jones, I.P. and Hutchinson, W.B., Acta Met., Vol.29 pp.951 to 968 (1981).  
"Stress-state dependence of slip in Titanium 6Al-4V and other h.c.p. metals".
- [81KOB] Kobayashi, M., Ueno, K., Kamada, A., and Nakane, T., Metals Tech., Jan.(1981) 27.  
"Transformation induced plastic behaviour of 18% Ni maraging steels."
- [81PER] Peretti, H., y Bolcich, J.C., X Reunión AATN, Bahía Blanca (1981).  
"Adelantos en la facilidad para preparar muestras de aleaciones por fusión en horno de arco".
- [81RAB] Rabinkin, A., Taliander, M., and Borstein, O., Acta Met., 29, 691 (1981).  
"Crystallography and a model of the  $\alpha+\omega$  phase transformation in zirconium".
- [82PER] Peretti, H.A., Bolcich, J.C., y Ahlers, M.,  
A ser publicado.

LISTADO DE TABLAS

- Tabla 1: Efecto de la valencia del soluto sobre la estabilidad de fases del zirconio [62UY].
- Tabla 2: Transformación martensítica inducida por deformación, luego de hasta un máximo de 30% de reducción por laminado a temperatura ambiente [79NOR].
- Tabla 3: Valores de la constante A, para calcular la ganancia en energía producida por la disociación de dislocaciones [70REG].
- Tabla 4: Tensión crítica resuelta para deslizamiento (CRSS), para Ti-6Al-4V [80JON]. Dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  y dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ .
- Tabla 5: Análisis químico Zr origen Teledyne Wah Chang - id. (KFA).
- Tabla 6: Análisis químico Zr origen Ugine - id. (B.A.).
- Tabla 7: Análisis de contenido de O<sub>2</sub>, N, H efectuado en CNEA (CAC).
- Tabla 8: Análisis de contenido de O, H, N efectuado en KFK (Karlsruhe).
- Tabla 9: Listado de muestras empleadas para: Deformación por laminación - Deformación en TDMO - Enfriamiento - resistividad - Histéresis en temperatura - Difractometría Rx.
- Tabla 10: Picos presentes en el espectro de difracción de rayos X, mostrando la formación de martensita inducida por deformación en la aleación Zr-10%Nb-1%Al.

Tabla 11: Listado de resultados de microscopía óptica para probetas empleadas en los ensayos de deformación por tracción.

Tabla 12: Listado de muestras empleadas en Microscopía Electrónica de Barrido para observar zona fracturada.

Tabla 13: Datos análisis muchas superficies martensita combada M.19.2. - Proyección N° 49.

Tabla 14/1 al 6: Ensayos de deformación por tracción: Valores de Tensiones y deformaciones para cada curva experimental.

Tabla 15: Listado de probetas empleadas para los ensayos de deformación. Composiciones.

Tabla 16: Valores del coeficiente de endurecimiento  $n$  en función de la deformación plástica ingenieril  $\epsilon_t$ .

Tabla 17: Parámetros medidos para la determinación de la deformación macroscópica  $S$ .

Tabla 18: Cálculo de los factores de Schmid, para posibles sistemas de deslizamiento dentro de las placas de martensita.

Tabla 19: Constantes elásticas y módulos de corte operativos para Bronce  $\beta$ , Hierro y Zr-Nb.

Tabla 20: Autovalores, desplazamientos macroscópicos  $S$  y planos de hábito en la base diagonal. Cálculo suponiendo dislocaciones del tipo  $\langle a \rangle$ .

A P E N D I C E S

Apéndice 1.

En este apéndice se dan los resultados de análisis de gases e impurezas metálicas del Zirconio y aleaciones "tipo", preparadas en el laboratorio.

La Tabla 5 corresponde a Zirconio puro, de origen Teledyne Wah Chang, también denominado Zr(KFA). El análisis es suministrado por el proveedor e incluye elementos metálicos.

La Tabla 6 corresponde a Zirconio puro, de origen Ugine, también denominado Zr(BA) y a Zr (KFA). El análisis fue realizado por el Dpto. de Química de la Gerencia de Procesos Químicos (CNEA).

La Tabla 7 corresponde al análisis del contenido de los gases Nitrógeno, Oxígeno e Hidrógeno en:

Zr(BA) -	"as received"	-	Muestra N° 1;
Zr(KFA)-	"as received"	-	Muestra N° 2;
Zr(BA) -	fundido	-	Muestra N° 3;
Zr(KFA)-	fundido	-	Muestra N° 4;

realizado por el Servicio de Gases en Metales de la CNEA.

La Tabla 8 muestra el análisis de los gases Hidrógeno, Nitrógeno y Oxígeno presentes en las probetas 6-d, 7-d y 8-d empleadas en los ensayos de deformación por tracción y correspondiendo a una composición nominal de Zr-8%Nb-1%Al, en peso. Este análisis, fue efectuado en el IMF/II del KFK, Karlsruhe.

Apéndice 2.

Apéndice 2.1: Se muestra la Tabla N° 20, que comprende autovalores, desplazamientos macroscópicos  $S$  y planos de hábito en la base diagonal, calculados suponiendo activas para la transformación dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ . También se dan los valores de la deformación inhomogénea  $g$ . Todos los datos, como función del ángulo  $\alpha$ , que corresponde al ángulo formado entre el plano basal y el plano que contiene la deformación  $g$ , ambos planos intersecan según una dirección tipo  $\langle a \rangle$ .

Apéndice 2.2: Comprende tres partes.

2.2.1. Se dan detalles del cálculo de  $g$ , y de los autovalores empleando el sistema  $\{10\bar{1}1\} [\bar{2}113]$  para la deformación inhomogénea de red invariante.

2.2.2. Se da el cálculo de los autovalores empleando el sistema  $\{10\bar{1}0\} [1\bar{2}13]$  para la deformación inhomogénea de red invariante.

2.2.3. Se dan los valores calculados de autovectores, plano de hábito y dirección de desplazamiento macroscópico  $S$ , en la base ortogonal. Corresponden a suponer activas dislocaciones tipo  $a$  con el ángulo  $\alpha$  variando entre  $\sim 1^\circ$  y  $69,4^\circ$  (casos 1 al 9 incluidos) y a dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$  con plano de deslizamiento  $\{10\bar{1}1\}$  (caso 10) y plano  $\{10\bar{1}0\}$  (caso 11).

A P E N D I C E 1

RESULTADOS DE ANALISIS DE GASES E IMPUREZAS METALICAS

EN ZIRCONIO Y ALEACIONES

VDM-Zirkonium-Gesellschaft M, B, H.  
#1 Duisburg  
Worthstr. 171  
Postfach 33  
West Germany

TELEDYNE  
WAH CHANG ALBANY

P. O. BOX 460  
ALBANY, OREGON 97321  
(503) 926-4211 TWX (510) 595-0973

ATTENTION OF: E. Lindstadt

PLEASE REFER TO YOUR PURCHASE ORDER NO 00174/74

WEIGHT 1b  
DESCRIPTION Zirconium Sheet (99.8%)  
DIMENSIONS .787" x .039" x length  
CERTIFICATIONS Per P. O.

DATE January 25, 1974  
DATE SHIPPED Ref. P.L.#1  
QUANTITY SHIPPED 14 pcs. 4.0 lbs.  
PRODUCTION ORDER NO 2877  
HEAT NO. 354585 Zr

SHIPMENT REPORT FOLLOWS:

SHIPMENT S.O.No. 40.236/74

INGOT ANALYSIS  
ANALYSIS IN PPM

	Top	Middle	Bottom
Al	<35	<35	<35
B	0.3	0.4	0.5
Cd	<0.2	<0.2	<0.2
C	110	100	100
Cr	<50	<50	<50
Co	<10	<10	<10
Cu	12	<10	10
Hf	36	59	33
H	19	18	9
Fe	447	478	562
Mn	<25	<25	<25
Ni	<35	<35	<35
N	36	50	35
Si	20	25	25
Ti	<25	<25	<25
W	<25	<25	<25
U	1.3	1.4	1.8
O	970	1110	940

INGOT HARDNESS, BHN

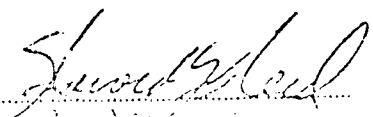
Range	126 - 137
Average	132

INGOT ULTRASONIC TEST RESULTS

Acceptable

TABLA 5

ANALYSIS  
CERTIFIED BY



C.N.E.A.  
DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO  
GERENCIA DE PROCESOS QUIMICOS  
DEPARTAMENTO QUIMICA

INFORME No. 800.416.

Buenos Aires, 4 de noviembre de 1980.

Resultado de análisis Espectrográfico efectuado sobre  
la muestra de: Zr metálico

Remitida por Dr. Hernán A. PERETTI (C.A.B.)

No. de Muestra/s 2

ELEMENTOS	Muestra	Zr (KFA)	Zr (BA)
Si	µg/g (ppM)	<60 (D)	µg/g (ppM) <60 (D)
Al	" "	30-60	" " 20-30
Ni	" "	≈10	" " ≈10
Mn	" "	<5 (D)	" " 5-10
Mg	" "	<5 (D)	" " ≈5
Pb	" "	10-15	" " <5 (D)
Cu	" "	<5 (D)	" " <5 (D)
B	" "	<0,5 (D)	" " <0,5 (D)
Co	" "	<5 (ND)	" " <5 (ND)
Ti	" "	<10 (ND)	" " <10 (ND)
W	" "	<20 (ND)	" " <20 (ND)
V	" "	<20 (ND)	" " <20 (ND)
Ca	" "	<50 (ND)	" " <50 (ND)
Hf	" "	93 ± 14	" " 118 ± 18

D: Detectado.

ND: No detectado.

INFORME DE ANALISIS

TABLA 7

Solicitante: J. H. A. PERETTI  
 Gerencia: CENTRO ATOMICO BARROCHE  
 Div. \_\_\_\_\_ Secc. \_\_\_\_\_

Resultados de los análisis de muestras recibidas el 15 / 9 / 80 correspondientes a Zr, distillado.

Procedimientos y procedimientos.

Muestra N°	Nitrógeno wt ppm	Oxígeno wt ppm	Cant. Prob. N°	Hidrógeno wt ppm	Cant. Prob. N°	Obs.	Entrada N°
1	90 ± 3	1481 ± 12	(3) b	3,4 ± 0.3	4	b	
2	13 ± 1	776 ± 12	(3) b	2,7 ± 0.3	4	b	
3	74 ± 2	1486 ± 4	(3) b	5,6 ± 0.5	4	b	
4	34 ± 4	909 ± 15	(4) b	6,2 ± 0.6	4	b	

(a) Fusión en vacío; (b) fusión en gas inerte; (c) extracción del sólido caliente.

Formulario N° 738 - 4 - 78

Observaciones: N<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> se utilizaron 21g de Platino como fundente

FECHA: 1-X-80

Responsable: J. R. Sinker Firma: \_\_\_\_\_

OPERADOR: A. CASTRO

int. 2581

Chemische Analyse Nr.320 - 324/80

Datum: 23.10.80

Material: Zirkon Typ 1, Typ 2, Alzacion

zu analysieren auf:

H, N, O,

Ergebnis:

	% H	% O	% N
As received	0,001	0,11	≤ 0,01
Typ 1	0,001	0,12	
Typ 1 remelted	0,002	0,13	≤ 0,01
	0,001	0,13	
As received	0,001	0,07	≤ 0,01
Typ 2	0,001	0,08	
Typ 2 remelted	0,003	0,085	≤ 0,01
	0,003	0,08	
Alzacion	0,009	0,23	≤ 0,01
	0,007	0,23	

*kh*

TABLA 8

A P E N D I C E 2

APENDICE 2.1.:

Deformación inhomogénea  $g$ , autovalores, desplazamientos macroscópicos  $S$  y planos de hábito en la base diagonal. Cálculo suponiendo dislocaciones del tipo  $\langle a \rangle$ . (Tabla 20).

APENDICE 2.2.:

- 2.2.1. - Sistema  $\{10\bar{1}1\}$  -  $\langle 2\bar{1}13 \rangle$  -  $g$  y autovalores.
- 2.2.2. - Sistema  $\{10\bar{1}0\}$  -  $\langle 1\bar{2}13 \rangle$  - autovalores.
- 2.2.3. - Autovectores, planos de hábito y deformación macroscópica en base ortogonal.

A P E N D I C E 2. 1.

TABLA N° 20

Deformación inhomogénea g, autovalores, desplazamientos macroscópicos S y planos de hábito en la base diagonal. Cálculo suponiendo dislocaciones del tipo a .

x=	y	g	α	λ <sub>2</sub>	λ <sub>3</sub>	ΔV=λ <sub>1</sub> λ <sub>2</sub> λ <sub>3</sub>	S	p.h.	
								l/M	K/M
.01	.10586	.10633	5.396	.89779	1.11999	1.00552	.22212	.65775	.75324
.02	.10080	.10276	11.221	.90227	1.11445	1.00553	.21211	.65913	.75203
.03	.09587	.10045	17.376	.90669	1.10903	1.00555	.20227	.66045	.75087
.04	.09106	.09946	23.713	.91105	1.10374	1.00556	.19260	.66170	.74977
.05	.08639	.09981	30.061	.91535	1.09857	1.00557	.18314	.66288	.74873
.055	.08410	.10049	33.182	.91746	1.09604	1.00557	.17848	.66344	.74823
.06	.08185	.10149	36.241	.91956	1.09354	1.00558	.17389	.66397	.74775
.065	.07964	.10280	39.219	.92163	1.09108	1.00558	.16936	.66449	.74730
.07	.07747	.10441	42.100	.92368	1.08867	1.00558	.16489	.66497	.74686
.075	.07533	.10630	44.871	.92569	1.08629	1.00558	.16050	.66544	.74645
.08	.07324	.10847	47.524	.92769	1.08397	1.00558	.15618	.66588	.74606
.085	.07119	.11088	50.049	.92964	1.08168	1.00558	.15194	.66629	.74569
.09	.06919	.11353	52.444	.93156	1.07946	1.00558	.14779	.66667	.74535
.095	.06724	.11639	54.706	.93344	1.07728	1.00558	.14373	.66702	.74503
.10	.06535	.11946	56.835	.93528	1.07517	1.00558	.13978	.66735	.74474
.11	.06172	.12613	60.701	.93881	1.07112	1.00558	.13219	.66791	.74424
.12	.05835	.13344	64.067	.94212	1.06735	1.00558	.12511	.66834	.74386
.13	.05528	.14126	66.965	.94517	1.06391	1.00557	.11862	.66864	.74359
.14	.05253	.14953	69.431	.94790	1.06084	1.00557	.11280	.66882	.74342
.15	.05018	.15817	71.502	.95027	1.05819	1.00557	.10777	.66890	.74335
.16	.04827	.16712	73.211	.95223	1.05602	1.00557	.10364	.66891	.74334
.17	.04685	.17633	74.589	.95370	1.05437	1.00557	.10051	.66887	.74338
.18	.04599	.18578	75.666	.95467	1.05332	1.00557	.09849	.66891	.74343
.2	.04605	.20523	77.033	.95492	1.05305	1.00558	.09798	.66877	.74347
.22	.04854	.22529	77.556	.95292	1.05527	1.00559	.10219	.66879	.74345
.24	.05330	.24585	77.478	.94893	1.05974	1.00563	.11066	.66867	.74355
.3	.07832	.31005	75.368	.92891	1.08283	1.00585	.15380	.66546	.74643
.35	.10993	.36686	72.564	.90704	1.10944	1.00631	.20230	.65905	.75209
.5	.45878	.67858	47.461	.78516	1.30558	1.02590	.51981	.59370	.80468
.8	.s.im								
.001	.11052	.11052	0.5184	.89372	1.12505	1.00549	.23127	.65646	.75436
.002	.10999	.11001	1.0416	.89418	1.12448	1.00549	.23024	.65660	.75423
.004	.10895	.10903	2.1025	.89509	1.12336	1.00550	.22820	.65689	.75398
.006	.10792	.10808	3.1822	.89599	1.12223	1.00550	.22617	.65718	.75373
.008	.10689	.10718	4.2803	.89689	1.12111	1.00551	.22414	.65746	.75348

Sistema {10I1} [2113]

Apéndice 2.2.1

Cálculo de g a partir del  $|A-\lambda^2 I| = 0$  con  $\lambda_1=1$ , queda la ecuación siguiente:

$$\begin{aligned} & [(a'_{11}a'_{22}a'_{33} + 2a_{12}a_{23}a_{13} - a_{13}a'_{22} - a_{12}a'_{33} - a_{23}a'_{11}) + \\ & + g(a'_{11}a'_{33}b_{22} + a'_{22}a'_{33}b_{11} + a'_{11}a'_{22}b_{33} + 2a_{12}a_{13}b_{23} + 2a_{12}a_{23}b_{13} + 2a_{23}a_{13}b_{12} \\ & - a_{13}a'_{22}b_{13} - a'_{22}a_{13}b_{13} - a_{13}b_{22} - a_{12}a'_{33}b_{12} - a_{12}a'_{33}b_{12} - a_{12} \cdot b_{33} \\ & - a_{23}a'_{11}b_{23} - a_{23}a'_{11}b_{23} - a_{23} \cdot b_{11}) \\ & + g^2 (a'_{11}a'_{33}c_{22} + b_{11}b_{22}a'_{33} + c_{11}a'_{22}a'_{33} + a'_{11}b_{22}b_{33} + b_{11}a'_{22}b_{33} + a'_{11}a'_{22}c_{33} + \\ & + 2a_{12}a_{13}c_{23} + 2b_{12}b_{23}a_{13} + 2c_{12}a_{23}a_{13} + 2a_{12}b_{23}b_{13} + 2b_{12}a_{23}b_{13} + 2a_{12}a_{23}c_{13} \\ & - a_{13}a'_{22}c_{13} - b_{13}a'_{22} - c_{13}a_{13}a'_{22} - a_{13}b_{13}b_{22} - b_{13}a_{13}b_{22} - a_{13}c_{22} \\ & - a_{12}a'_{33}c_{12} - b_{12}a'_{33} - c_{12}a_{12}a'_{33} - a_{12}b_{12}b_{33} - b_{12}a_{12}b_{33} - b_{12}a_{12}b_{33} - a_{12}c_{33} \\ & - a_{23}a'_{11}c_{23} - b_{23}a'_{11} - c_{23}a_{23}a'_{11} - a_{23}b_{23}b_{11} - b_{23}a_{23}b_{11} - a_{23}c_{11}) + \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
& + g^3 \{ a'_{33} b_{11} c_{22} + a'_{33} b_{22} c_{11} + a'_{11} b_{33} c_{22} + b_{11} b_{22} b_{33} + a'_{22} b_{33} c_{11} + a'_{11} b_{22} c_{33} + a'_{22} b_{11} c_{33} \\
& + 2a_{13} b_{12} c_{23} + 2a_{13} b_{23} c_{12} + 2a_{12} b_{13} c_{23} + 2b_{12} b_{23} b_{13} + 2a_{23} b_{13} c_{12} + 2a_{12} b_{23} c_{13} + 2a_{23} b_{12} c_{13} \\
& - a'_{22} b_{13} c_{13} - a'_{22} b_{13} c_{13} - a_{13} b_{22} c_{13} - b_{13} b_{22} - a_{13} b_{13} c_{22} - a_{13} b_{13} c_{22} \\
& - a'_{33} b_{12} c_{12} - a'_{33} b_{12} c_{12} - a_{12} b_{33} c_{12} - b_{12} b_{33} - a_{12} b_{33} c_{12} - a_{12} b_{12} c_{33} - a_{12} b_{12} c_{33} \\
& - a'_{11} b_{23} c_{23} - a'_{11} b_{23} c_{23} - a_{23} b_{11} c_{23} - b_{23} b_{11} - a_{23} b_{11} c_{23} - a_{23} b_{23} c_{11} - a_{23} b_{23} c_{11} \} \\
& + g^4 \{ a'_{33} c_{11} c_{22} + b_{11} b_{33} c_{22} + b_{22} b_{33} c_{11} + a'_{11} c_{22} c_{33} + b_{11} b_{22} c_{33} + a'_{22} c_{11} c_{33} \\
& + 2a_{13} c_{12} c_{23} + 2b_{12} b_{13} c_{23} + 2b_{23} b_{13} c_{12} + 2a_{12} c_{23} c_{13} + 2b_{12} b_{23} c_{13} + 2a_{23} c_{12} c_{13} \\
& - a'_{22} c_{12} - b_{13} b_{22} c_{13} - b_{13} b_{22} c_{13} - a_{13} c_{13} c_{22} - b_{13} c_{22} - a_{13} c_{13} c_{22} \\
& - a'_{33} c_{12} - b_{12} b_{33} c_{12} - b_{12} b_{33} c_{12} - a_{12} c_{12} c_{33} - b_{12} c_{33} - a_{12} c_{12} c_{33} \\
& - a'_{11} c_{23} - b_{23} b_{11} c_{23} - b_{23} b_{11} c_{23} - a_{23} c_{23} c_{11} - b_{23} c_{11} - a_{23} c_{23} c_{11} \}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & + g^5 \{ b_{33} c_{11} c_{22} + b_{11} c_{22} c_{33} + b_{22} c_{11} c_{33} \\ & \quad + 2b_{13} c_{12} c_{23} + 2b_{12} c_{23} c_{13} + 2b_{23} c_{12} c_{13} \\ & \quad - b_{22} c_{13}^2 - b_{13} c_{13} c_{22} - b_{13} c_{13} c_{22} \\ & \quad - b_{33} c_{12}^2 - b_{12} c_{12} c_{33} - b_{12} c_{12} c_{33} \\ & \quad - b_{11} c_{23}^2 - b_{23} c_{23} c_{11} - b_{23} c_{23} c_{11} \} \\ & + g^6 \{ c_{11} c_{22} c_{33} + 2c_{12} c_{23} c_{13} - c_{13} c_{22}^2 - c_{12} c_{33}^2 - c_{23} c_{11}^2 \} \end{aligned}$$

quedando una ecuación de grado 6 en g.

Llamando  $G_i$  a los coeficientes de cada término de grado  $i$ , tenemos:

$$G_0 + G_1 g + G_2 g^2 + G_3 g^3 + G_4 g^4 + G_5 g^5 + G_6 g^6 = 0$$

Si calculamos numéricamente los  $G_i$ , empleando los valores calculados de los coeficientes  $a_{ij}$ ,  $b_{ij}$ ,  $c_{ij}$  (dados en el proximo punto), obtenemos:

$$G_0 = -.001132 \quad G_4 = .00030$$

$$G_1 = .03046 \quad G_5 = 10^{-7} \quad + \quad 0$$

$$G_2 = -.09511 \quad G_6 = 0 (10^{-10})$$

$$G_3 = .00034$$

Despreciando términos de orden igual o superior a 3, tenemos una ecuación de segundo grado en G:

$$G_2 \cdot g^2 + G_1 \cdot g + G_0 = 0$$

reemplazando valores numéricos, resulta:

$$g_1 = .27887$$

$$g_2 = .04137$$

que son las raíces para  $g$ . Empleamos luego el menor valor  $g_2$ .

Cálculo de los coeficientes  $a_{ij}$ ,  $b_{ij}$ ,  $c_{ij}$ .

Reemplazando los valores de las componentes  $(\bar{d}, \bar{t}, \bar{n})$ , se obtienen los coeficientes:

$a_{11} = .80909$	$b_{11} = .65491$	$c_{11} = .46779$
$a_{22} = 1.21378$	$b_{22} = 0$	$c_{22} = .23413$
$a_{33} = 1.02775$	$b_{33} = -.65579$	$c_{33} = .23478$
$a_{12} = .00059$	$b_{12} = .23166$	$c_{12} = .33094$
$a_{13} = .00059$	$b_{13} = .35526$	$c_{13} = -.33141$
$a_{23} = -.00068$	$b_{23} = .41544$	$c_{23} = -.23445$

Los coeficientes  $a'_{ii} = a_{ii}^{-1}$ , son:

$$\begin{aligned} a'_{11} &= -.19091 \\ a'_{22} &= .21378 \\ a'_{33} &= .02775 \end{aligned}$$

Los coeficientes  $a_{ii}^{\lambda}$  y  $a_{ij}^{\lambda}$  resultan:

$$a_{ii}^{\lambda} = a_{ii} + b_{ii}g + c_{ii}g^2$$

$$a_{ij}^{\lambda} = a_{ij} + b_{ij}g + c_{ij}g^2$$

Tomando  $g = .04137$ :

$a_{11}^{\lambda} = .83698$	$a_{13}^{\lambda} = .00974$
$a_{22}^{\lambda} = 1.21418$	$a_{13}^{\lambda} = .01472$
$a_{33}^{\lambda} = 1.00102$	$a_{23}^{\lambda} = .01610$

Cálculo de los autovalores

$$\det|A-\lambda^2 I| = 0$$

$$= A_{11}^\lambda A_{22}^\lambda A_{33}^\lambda + A_{12} A_{23} A_{31}^\lambda + A_{21} A_{32} A_{13}^\lambda - A_{31} A_{13} A_{22}^\lambda - A_{21} A_{12} A_{33}^\lambda - A_{32} A_{23} A_{11}^\lambda$$

donde:

$$A_{ii}^\lambda = (a_{ii} + b_{ii}g + c_{ii}g^2) - \lambda^2 = a_{ii}^\lambda - \lambda^2$$

$$A_{ij} = (a_{ij} + b_{ij}g + c_{ij}g^2) = a_{ij}^\lambda$$

entonces:

$$\det |A-\lambda^2 I| = 0 = \begin{vmatrix} a_{11}^\lambda - \lambda^2 & a_{12}^\lambda & a_{13}^\lambda \\ a_{21}^\lambda & a_{22}^\lambda - \lambda^2 & a_{23}^\lambda \\ a_{31}^\lambda & a_{32}^\lambda & a_{33}^\lambda - \lambda^2 \end{vmatrix} =$$

$$= (a_{11}^\lambda - \lambda^2)(a_{22}^\lambda - \lambda^2)(a_{33}^\lambda - \lambda^2) + 2a_{12}^\lambda a_{23}^\lambda a_{31}^\lambda -$$

$$- (a_{22}^\lambda - \lambda^2)a_{31}^\lambda a_{13}^\lambda - (a_{11}^\lambda - \lambda^2)(a_{23}^\lambda)^2 - (a_{33}^\lambda - \lambda^2)(a_{12}^\lambda)^2 = 0$$

$$= [a_{11}^\lambda a_{22}^\lambda a_{33}^\lambda + 2a_{12}^\lambda a_{23}^\lambda a_{31}^\lambda - a_{22}^\lambda (a_{13}^\lambda)^2 - a_{11}^\lambda (a_{23}^\lambda)^2 - a_{33}^\lambda (a_{12}^\lambda)^2]$$

$$+ \lambda^2 \{ (a_{13}^\lambda)^2 + (a_{23}^\lambda)^2 + (a_{12}^\lambda)^2 - a_{11}^\lambda a_{22}^\lambda - a_{11}^\lambda a_{33}^\lambda - a_{22}^\lambda a_{33}^\lambda \}$$

$$+ \lambda^4 \{ a_{33}^\lambda + a_{11}^\lambda + a_{22}^\lambda \} - \lambda^6 = 0$$

$$a\lambda^6 - b\lambda^4 + c\lambda^2 - d = 0$$

dividido por  $(\lambda^2-1)$  resulta:

$$\lambda^4 + (1-b)\lambda^2 + d = 0$$

donde:

$$\begin{aligned}
 a &= 1 \\
 b &= a_{11}^{\lambda} + a_{22}^{\lambda} + a_{33}^{\lambda} \\
 c &= a_{11}^{\lambda} a_{22}^{\lambda} + a_{11}^{\lambda} a_{33}^{\lambda} + a_{22}^{\lambda} a_{33}^{\lambda} - (a_{13}^{\lambda})^2 - (a_{23}^{\lambda})^2 - (a_{12}^{\lambda})^2 \\
 d &= a_{11}^{\lambda} a_{22}^{\lambda} a_{33}^{\lambda} + 2a_{12}^{\lambda} a_{23}^{\lambda} a_{31}^{\lambda} - a_{22}^{\lambda} (a_{13}^{\lambda})^2 - a_{11}^{\lambda} (a_{23}^{\lambda})^2 - \\
 &\quad - a_{33}^{\lambda} (a_{12}^{\lambda})^2
 \end{aligned}$$

Reemplazando los valores numéricos, para el caso del plano (1011) y dirección <2113>, resulta:

$$b = 3.05218$$

$$d = 1.01671$$

$$\lambda^4 - 2.05218\lambda^2 + 1.01671 = 0$$

de donde:

$$\lambda_2 = .91431$$

$$\lambda_3 = 1.10282$$

APENDICE 2.2.2.

Sistema {10 $\bar{1}$ 0}[1 $\bar{2}$ 13]

Cálculo de los autovalores

$$\det |A - \lambda^2 I| = 0$$

$$\begin{aligned} & (\eta_1 - \lambda^2) [\eta_2 (1+g^2) - \lambda^2] (\eta_3 - \lambda^2) - \eta_1 \eta_2 g^2 A (\eta_3 - \lambda^2) \\ & - \eta_2 \eta_3 g^2 C (\eta_1 - \lambda^2) = 0 \end{aligned}$$

realizando los productos, queda:

$$\begin{aligned} & -\lambda^6 + \lambda^4 (\eta_1 + \eta_2 (1+g^2) + \eta_3) - \lambda^2 (\eta_1 \eta_3 + \eta_1 \eta_2 (1+g^2) \\ & + \eta_2 \eta_3 (1+g^2) - \eta_1 \eta_2 g^2 A - \eta_2 \eta_3 g^2 C) \\ & + \eta_1 \eta_2 \eta_3 [(1+g^2) - g^2 A - g^2 C] = 0 \end{aligned}$$

Reemplazando el valor de g calculado (g = .08338), los términos  $\eta_i$  de la distorsión de Bain y A=cos $\theta$ =.53168; C=sen $\theta$ =.84694 resulta la ecuación:

$$\lambda^6 + 3.06075 \lambda^4 - 3.07180 \lambda^2 + 1.01101 = 0$$

Dividiendo por  $\lambda^2 - 1$  (1 es raíz de  $\lambda$ ), obtenemos una ecuación cuadrada en  $\lambda^2$  fácilmente resoluble:

$$\lambda^4 - 2.06075 \lambda^2 + 1.01101 = 0$$

de donde:

$$\lambda_2^2 = .80529 \quad \lambda_2 = .89738$$

$$\lambda_3^2 = 1.25546 \quad \lambda_3 = 1.12047$$

Apéndice 2.2.3

Caso 1

$$\alpha = 1.0416^{\vee} \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .89418 \quad \lambda_3 = 1.12448$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .65660, \quad \pm .75423)$$

$$\begin{vmatrix} .81129 - \lambda_i^2 & .00099 & .05026 \\ .00099 & 1.21274 - \lambda_i^2 & .10630 \\ .05026 & .10630 & 1.03999 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.18871 & a_{11}^2 = .01173 & a_{11}^3 = -.45316 \\ a_{22}^1 = .21274 & a_{22}^2 = .41318 & a_{22}^3 = -.05171 \\ a_{33}^1 = .03999 & a_{33}^2 = .24043 & a_{33}^3 = -.22446 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .00243 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .97203 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .05037 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} 410.0056 \\ .99994 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} .05806 \\ .056434 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 17.83190 \\ .89828 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} -4.32144 \\ -.01054 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.23453 \\ -.22797 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 8.66507 \\ .43651 \end{Bmatrix} \\ || = 410.029 & || = 1.02877 & || = 19.85094 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} .67622 & .71456 & .17954 \\ & 47,45 & 44,39 & 79,66 \end{pmatrix}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} -.60024 & .64040 & .47891 \\ & 126,88 & 50,17 & 61,38 \end{pmatrix}$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} .70006 & -.54725 & -.45855 \\ & 45,57 & 123,18 & 117,29 \end{pmatrix}$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} .76621 & .63237 & .11467 \\ & 39,98 & 50,77 & 83,41 \end{pmatrix}$$

$$\alpha = 5.396^{\vee} \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .89779 \quad \lambda_3 = 1.11999$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = ( 0, \quad .65775, \quad \pm .75324)$$

$$\left| \begin{array}{ccc} .81696 - \lambda_i^2 & .00492 & .04870 \\ .00492 & 1.20435 - \lambda_i^2 & .10184 \\ .04870 & .10184 & 1.03908 - \lambda_i^2 \end{array} \right| \times \left| \begin{array}{c} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{array} \right| = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.18304 & a_{11}^2 = .01093 & a_{11}^3 = -.43742 \\ a_{22}^1 = .20435 & a_{22}^2 = .39832 & a_{22}^3 = -.05003 \\ a_{33}^1 = .03908 & a_{33}^2 = .23305 & a_{33}^3 = -.21529 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .21992 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .97376 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .05884 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -1.99777 \\ -.43936 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} .04617 \\ .04496 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 15.24637 \\ .89711 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 3.96035 \\ .87097 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.22910 \\ -.22308 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 7.44164 \\ .43787 \end{Bmatrix} \\ || = 4.54703 & || = 1.02695 & || = 16.99499 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = ( \begin{array}{ccc} .68481 & .70531 & .18308 \\ 46,78 & 45,14 & 79,45 \end{array} )$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = ( \begin{array}{ccc} -.59617 & .64616 & .47655 \\ 126,59 & 49,75 & 61,54 \end{array} )$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = ( \begin{array}{ccc} .69477 & -.55621 & -.45604 \\ 45,99 & 123,79 & 117,13 \end{array} )$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = ( \begin{array}{ccc} .77218 & .62394 & .11998 \\ 39,45 & 51,39 & 83,11 \end{array} )$$

Caso 3

$$\alpha = 11.72^\circ \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .90227 \quad \lambda_3 = 1.11445$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .65913, \quad \pm .75203)$$

$$\left| \begin{array}{ccc} .82416 - \lambda_i^2 & .00975 & .04677 \\ .00975 & 1.19392 - \lambda_i^2 & .09641 \\ .04677 & .09641 & 1.03800 - \lambda_i^2 \end{array} \right| \times \left| \begin{array}{c} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{array} \right| = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.17584 & a_{11}^2 = .01007 & a_{11}^3 = -.41784 \\ a_{22}^1 = .19392 & a_{22}^2 = .37893 & a_{22}^3 = -.08408 \\ a_{33}^1 = .03800 & a_{33}^2 = .22391 & a_{33}^3 = -.20399 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .20727 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .97587 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .07009 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -2.14137 \\ -.44385 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} .03061 \\ .02987 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 12.77637 \\ .89550 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 4.20608 \\ .87180 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.22169 \\ -.21634 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 6.27048 \\ .43950 \end{Bmatrix} \\ || = 4.82458 & || = 1.02473 & || = 14.26725 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .69593 & .69313 & .18792 \\ & 45,89 & 46,12 \\ & & 79,17 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} -.59051 & .65375 & .47311 \\ & 126,19 & 49,17 \\ & & 61,76 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .68768 & -.56778 & -.45238 \\ & 46,55 & 124,59 \\ & & 116,89 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .78008 & .61271 & .12699 \\ & 38,73 & 52,21 \\ & & 82,70 \end{array} \right)$$

Caso 4

$$\alpha = 23,713^\circ \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .91105 \quad \lambda_3 = 1.10374$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .66170, \quad \pm .74977)$$

$$\begin{vmatrix} .83892 - \lambda_i^2 & .01915 & .04297 \\ .01915 & 1.17325 - \lambda_i^2 & .08607 \\ .04297 & .08607 & 1.03608 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.16108 & a_{11}^2 = .00891 & a_{11}^3 = -.37932 \\ a_{22}^1 = .17325 & a_{22}^2 = .34324 & a_{22}^3 = -.04499 \\ a_{33}^1 = .03608 & a_{33}^2 = .20607 & a_{33}^3 = -.18216 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .17899 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .97953 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .09531 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -2.53386 \\ -.45353 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.00427 \\ -.00418 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 9.34561 \\ .89074 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 4.8779 \\ .87309 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.20545 \\ -.20125 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 4.66259 \\ .44439 \end{Bmatrix} \\ || = 5.58698 & || = 1.02089 & || = 10.49191 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .71964 & .66508 & .20002 \\ 43,98 & 48,31 & 78,46 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} -.57669 & .66508 & .46636 \\ 125,22 & 48,31 & 62,20 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .67135 & -.59254 & -.44494 \\ 47,83 & 126,34 & 116,42 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .79749 & .58627 & .14316 \\ 37,11 & 54,11 & 81,77 \end{array} \right)$$

Caso 5

$$\alpha = 36,241^{\circ} \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .91956 \quad \lambda_3 = 1.09354$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .66397, \quad \pm .74775)$$

$$\begin{vmatrix} .85416 - \lambda_i^2 & .02821 & .03927 \\ .02821 & 1.15281 - \lambda_i^2 & .07645 \\ .03927 & .07645 & 1.03445 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.14580 & a_{11}^2 = .00857 & a_{11}^3 = -.34167 \\ a_{22}^1 = .15281 & a_{22}^2 = .30722 & a_{22}^3 = -.04302 \\ a_{33}^1 = .03445 & a_{33}^2 = .18886 & a_{33}^3 = -.16138 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .14556 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .98226 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .12482 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -3.18779 \\ -.46402 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.04569 \\ -.04488 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 7.07946 \\ .88365 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 6.00282 \\ .87378 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.18541 \\ -.18212 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 3.61475 \\ .45119 \end{Bmatrix} \\ || = 6.86992 & || = 1.01806 & || = 8.01156 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .74552 & .63095 & .21645 \\ 41,80 & 50,88 & 77,50 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} -.55885 & .69055 & .45829 \\ 123,98 & 46,33 & 62,72 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .65161 & -.62028 & -.43576 \\ 49,34 & 128,34 & 115,83 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .81736 & .55316 & .16339 \\ 35,19 & 56,41 & 80,59 \end{array} \right)$$

Caso 6

$$\alpha = 47,524^\circ \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .92769 \quad \lambda_3 = 1.08397$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .066588, \quad \pm .74606)$$

$$\begin{vmatrix} .86989 - \lambda_i^2 & .03692 & .03572 \\ .03692 & 1.13262 - \lambda_i^2 & .06759 \\ .03572 & .06759 & 1.03308 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.13011 & a_{11}^2 = .00928 & a_{11}^3 = -.30510 \\ a_{22}^1 = .13262 & a_{22}^2 = .27201 & a_{22}^3 = -.04237 \\ a_{33}^1 = .03308 & a_{33}^2 = .17247 & a_{33}^3 = .14191 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .10522 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .98294 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .15957 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -4.51114 \\ -.47349 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.09577 \\ -.09413 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 5,47298 \\ .87331 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 8.30519 \\ .87386 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.16081 \\ -.15806 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 2.88459 \\ .46028 \end{Bmatrix} \\ || = 9.50402 & || = 1.01736 & || = 6.26692 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .77357 & .58886 & .23815 \\ 39,32 & 53,92 & 76,22 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} -.53547 & .71142 & .44864 \\ 122,37 & 44,42 & 63,34 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .62707 & -.65164 & -.42441 \\ 51,16 & 130,67 & 115,11 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{lll} .83958 & .51129 & .18857 \\ 32,90 & 59,25 & 79,13 \end{array} \right)$$

Caso 7

$$\alpha = 56,835^\circ \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .93528 \quad \lambda_3 = 1.07517$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .66735, \quad \pm .74474)$$

$$\left| \begin{array}{ccc|c} .88610-\lambda_i^2 & .04530 & .03238 & x_{1i} \\ .04530 & 1.11267-\lambda_i^2 & .05958 & x_{2i} \\ .03238 & .05958 & 1.03195-\lambda_i^2 & x_{3i} \end{array} \right| \times = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.11390 & a_{11}^2 = .01135 & a_{11}^3 = .26989 \\ a_{22}^1 = .11267 & a_{22}^2 = .23792 & a_{22}^3 = -.04332 \\ a_{33}^1 = .03195 & a_{33}^2 = .15720 & a_{33}^3 = -.12404 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .05569 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .97977 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .20071 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -8.6393 \\ -.48415 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.15796 \\ -.15476 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 4.27797 \\ .85862 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 15.68051 \\ .87321 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.12953 \\ -.12691 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 2.35015 \\ .47169 \end{Bmatrix} \\ || = 17.95725 & || = 1.02065 & || = 4.98239 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .80333 & .53617 & .26659 \\ & 36,55 & 57,57 & 74,54 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left| \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} -.50437 & .74273 & .43598 \\ & 120,29 & 42,03 & 64,15 \end{array} \right)$$

$$S \left| \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .59573 & -.68826 & -.40929 \\ & 53,43 & 133,49 & 114,16 \end{array} \right)$$

$$S \left| \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .86362 & .45774 & .22027 \\ & 30,27 & 62,76 & 77,27 \end{array} \right)$$

$$\alpha = 64,067^{\circ} \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .94212 \quad \lambda_3 = 1.06735$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, \quad .66834, \quad \pm .74386)$$

$$\left| \begin{array}{ccc} .90280 - \lambda_i^2 & .05333 & .02938 \\ .05333 & 1.09296 - \lambda_i^2 & .05255 \\ .02938 & .05255 & 1.03106 - \lambda_i^2 \end{array} \right| \times \left| \begin{array}{l} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{array} \right| = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.09720 & a_{11}^2 = .01521 & a_{11}^3 = -.23643 \\ a_{22}^1 = .09296 & a_{22}^2 = .20537 & a_{22}^3 = -.04627 \\ a_{33}^1 = .03106 & a_{33}^2 = .14347 & a_{33}^3 = -.10818 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .00522 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .96949 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .24933 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} 93.785 \\ .48981 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.23754 \\ -.23029 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 3.36169 \\ .83820 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} -166.929 \\ -.87183 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.08652 \\ -.08388 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 1.94522 \\ -48.502 \end{Bmatrix} \\ || = 191,47 & || = 1.03146 & || = 4.01059 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .83841 & .46959 & .30473 \\ & 33,55 & 61,99 \\ & & 72,23 \end{array} \right)$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} -.46248 & .77741 & .41685 \\ & 117,55 & 38,97 \\ & & 65,36 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .55452 & -.73151 & -.38655 \\ & 56,32 & 137,01 \\ & & 112,74 \end{array} \right)$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .88780 & .38889 & .26176 \\ & 27,40 & 67,11 \\ & & 74,82 \end{array} \right)$$

$$\alpha = 69,431^\circ \quad \lambda_1 = 1 \quad \lambda_2 = .94790 \quad \lambda_3 = 1.06084$$

$$\text{p.h.} \begin{cases} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{cases} = (0, .66882, \pm .74342)$$

$$\begin{vmatrix} .91999 - \lambda_i^2 & .06101 & .02686 \\ .06101 & 1.07350 - \lambda_i^2 & .04672 \\ .02686 & .04672 & 1.03040 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = .08001 & a_{11}^2 = .02147 & a_{11}^3 = -.20539 \\ a_{22}^1 = .07350 & a_{22}^2 = .17498 & a_{22}^3 = -.05188 \\ a_{33}^1 = .03040 & a_{33}^2 = .13188 & a_{33}^3 = -.09498 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{cases} 1 \\ .27951 \end{cases} & x_{12} = \begin{cases} 1 \\ .94554 \end{cases} & x_{13} = \begin{cases} 1 \\ .30606 \end{cases} \\ x_{21} = \begin{cases} -2.39523 \\ -.66949 \end{cases} & x_{22} = \begin{cases} -.34379 \\ -.32507 \end{cases} & x_{23} = \begin{cases} 2.64712 \\ .81017 \end{cases} \\ x_{31} = \begin{cases} 2.46221 \\ .68822 \end{cases} & x_{32} = \begin{cases} -.01838 \\ -.01738 \end{cases} & x_{33} = \begin{cases} 1.63351 \\ .49995 \end{cases} \\ || = 3.57765 & || = 1.05760 & || = 3.26735 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \begin{cases} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{cases} = \begin{pmatrix} .85993 & .38488 & .36005 \\ 30.69 & 67,36 & 68,89 \end{pmatrix}$$

$$\text{p.h.} \begin{cases} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{cases} = \begin{pmatrix} -.40486 & .81971 & .38329 \\ 113,88 & 34,94 & 67,47 \end{pmatrix}$$

$$S \begin{cases} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{cases} = \begin{pmatrix} .49823 & -.78352 & -.34729 \\ 60,12 & 141,58 & 110,32 \end{pmatrix}$$

$$S \begin{cases} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{cases} = \begin{pmatrix} .90763 & .30019 & .32145 \\ 24,82 & 72,53 & 71,25 \end{pmatrix}$$

Caso: Sistema  $\{10\bar{1}1\} \{2\bar{1}13\}$

$$\lambda_1 = 1$$

$$\lambda_2 = .91431$$

$$\lambda_3 = 1.10282$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, .65680, \pm .75406)$$

$$\begin{vmatrix} .83698 - \lambda_i^2 & .00974 & .01472 \\ .00974 & 1.21418 - \lambda_i^2 & .01610 \\ .01472 & .01610 & 1.00102 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.16302 & a_{11}^2 = .00102 & a_{11}^3 = -.37923 \\ a_{22}^1 = .21418 & a_{22}^2 = .37822 & a_{22}^3 = -.00203 \\ a_{33}^1 = .00102 & a_{33}^2 = .16506 & a_{33}^3 = -.21519 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .08499 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .99828 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .02969 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} -.92392 \\ -.07853 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.02347 \\ -.02343 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 33.47163 \\ .99378 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} 11.68607 \\ .9938 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.05376 \\ -.05367 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 3.61535 \\ .10734 \end{Bmatrix} \\ || = 11.76511 & || = 1.00172 & || = 33.78116 \end{array}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} .67806 & .73398 & .04569 \\ & 47.31 & 42.78 \\ & & 87,38 \end{pmatrix}$$

$$\text{p.h.} \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} .63328 & -.76475 & -.11619 \\ & 50,71 & 139,88 \\ & & 96,67 \end{pmatrix}$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} -.73326 & .67038 & .11097 \\ & 137.16 & 47,90 \\ & & 83,63 \end{pmatrix}$$

$$S \left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \begin{pmatrix} .77226 & .63504 & .03003 \\ & 39,44 & 50,77 \\ & & 88,28 \end{pmatrix}$$

Sistema {1010} [12̄13]

$$\lambda_1 = 1 \qquad \lambda_2 = .89738 \qquad \lambda_3 = 1.12047$$

p.h.  $\left\{ \begin{array}{l} \text{base} \\ \text{diagonal} \end{array} \right. = (0, .65766, \pm .75330)$

$$\begin{vmatrix} .80989 - \lambda_i^2 & .04397 & 0 \\ .04397 & 1.22329 - \lambda_i^2 & .07890 \\ 0 & .07890 & 1.02757 - \lambda_i^2 \end{vmatrix} \times \begin{vmatrix} x_{1i} \\ x_{2i} \\ x_{3i} \end{vmatrix} = 0$$

$$\begin{array}{lll} a_{11}^1 = -.19011 & a_{11}^2 = .00459 & a_{11}^3 = -.44556 \\ a_{22}^1 = .22329 & a_{22}^2 = .41799 & a_{22}^3 = -.03216 \\ a_{33}^1 = .02757 & a_{33}^2 = .22228 & a_{33}^3 = -.22788 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} x_{11} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .07385 \end{Bmatrix} & x_{12} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .99458 \end{Bmatrix} & x_{13} = \begin{Bmatrix} 1 \\ .09267 \end{Bmatrix} \\ x_{21} = \begin{Bmatrix} 4.32363 \\ .31929 \end{Bmatrix} & x_{22} = \begin{Bmatrix} -.10439 \\ -.10382 \end{Bmatrix} & x_{23} = \begin{Bmatrix} 10.13327 \\ .93903 \end{Bmatrix} \\ x_{31} = \begin{Bmatrix} -12.79332 \\ -.94477 \end{Bmatrix} & x_{32} = \begin{Bmatrix} -.00426 \\ -.00424 \end{Bmatrix} & x_{33} = \begin{Bmatrix} 3.57308 \\ .33111 \end{Bmatrix} \\ || = 13.54115 & || = 1.00544 & || = 10.79120 \end{array}$$

p.h.  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .72390 & .63909 & .24664 \\ & 43,62 & 50,28 \\ & & 75,72 \end{array} \right)$

p.h.  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .58428 & -.77564 & -.25221 \\ & 54,25 & 140,86 \\ & & 104,61 \end{array} \right)$

S  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 1} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} -.68827 & .69619 & .22095 \\ & 133,49 & 45,88 \\ & & 77,23 \end{array} \right)$

S  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Variante 2} \\ \text{base} \\ \text{ortogonal} \end{array} \right. = \left( \begin{array}{ccc} .81016 & .53935 & .21456 \\ & 35,88 & 57,36 \\ & & 77,61 \end{array} \right)$

LISTADO DE PROYECCIONES ESTEREOGRAFICAS

<u>Proy.Nº</u>	<u>Muestra</u>	<u>Fotos</u>	<u>Eje de zona</u>	<u>Información</u>	<u>Martensita</u>
1	17.1.1.	20	01 $\bar{1}$ 1	ppph-pppsf	Espontánea
2	17.1.1.	1168-1169	0001	ppph-pppsf-ppdsf	"
3	17.1.1.	1162-1163	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	"
4	17.1.1.	1156	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	"
5	17.1.1.	1148/50/51/52	7 $\bar{2}$ 53	ppph-pppsf	"
6	17.1.	31	7 $\bar{2}$ 53	pppsf	"
7	17.1.3.	1246	7 $\bar{2}$ 53	ppph-pppsf	"
8	17.1.1.	1177-1180	0001- $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	plano de hábito	"
9	17.1.3.	29	01 $\bar{1}$ 1	ppph-pppsf	"
12	23.2.3.	20	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	Deformada
13	23.2.4.	15	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	"
14	23.2.2.	32	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	"
15	23.2.2.	32	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	"
16	23.2.1.	10	01 $\bar{1}$ 1	ppph-pppf	"
20	23.2.4.	18	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	pppsf	"
30	19.2	30	7 $\bar{2}$ 53	ppph-pppsf	Combada
33	19.2.	28	$\bar{2}$ 110	ppph-pppsf	"
34	19.2.	32	$\bar{1}$ 011	ppph-pppsf	"
35	19.2.	26	01 $\bar{1}$ 1	ppph-pppsf	"
36	19.2.	34	4 $\bar{1}$ 56	ppph-pppsf	"
37	19.2.	35-36	$\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 3	ppph-pppsf	"
40				Resumen ppdsf	Espontánea
41				" ppph-pppsf-ppdsf	"
42				" ppdsf-2 variantes	Deformada
43				" ppph-pppsf-ppdsf	"
44				" ppdsf	Combada
45				" ppph-pppsf-ppdsf	"
46			Análisis múltiplos superficies.	Plano hábito- Dirección subestructura fina.	"
47	23.2.2.	31-34		Plano de macla producida por deformación.	Deformada
48	17.1.1.	1177-1180		Plano de hábito	Espontánea
50	19.1.1.	30-31	111	ppph-ppdsf en bcc	Combada
51	19.1.1.	2-3	111	ppph-ppdsf en bcc	"
52	19.1.1.	1271-1272	110	ppph-ppdsf en bcc	"
53	Cálculo	Sistema deformación de red invariante con dirección tipo<a>		Plano de hábito	
54	Cálculo	Idem anterior.		Deformación macroscópica S	

<u>Proy.Nº</u>	<u>Muestra</u>	<u>Fotos</u>	<u>Eje de zona</u>	<u>Información</u>	<u>Martensita</u>
55		Cálculo	Mayor proyección del S		
56	2.3.2.	Medición	determinación experimental de la deformación macroscópica S - placa 1.		
57	2.3.2.	"	Idem anterior, placa 2		
58	2.3.2.	Cálculo	Factores de Schmid - Placa 1		
59	2.3.2.	"	Idem anterior, placa 2		
60	Cálculo	Sistema deformación de red invariante con dirección tipo $\langle c+a \rangle$ , plano $\{10\bar{1}1\}$		Plano de hábito y deformación macroscópica S.	
61		Idem ant., con dirección tipo $\langle c+a \rangle$ , plano $\{10\bar{1}0\}$		idem anterior	
62		Valores medidos con Rx y microscopía óptica - Método de las dos superficies.			

Convención nomenclatura y trazos

M	significa polo plano de macla
M	significa traza plano de macla
m	significa traza subestructura fina
$m_g$	significa traza subestructura fina en variante de macla grande
$m_c$	significa traza subestructura fina en variante de macla chica
$\beta$	significa traza plano de hábito
$\beta_g$	significa traza plano de hábito respecto diagrama de difracción variante de macla grande
$\beta_c$	significa traza plano de hábito respecto diagrama de difracción variante de macla chica
$\beta_{ges}$	significa traza plano de hábito interfase matriz - variante de macla grande
E.Z.	eje de zona

En el listado de proyecciones:

ppph	posibles polos plano de hábito
pppsf	posibles polos plano subestructura fina
ppdsf	posibles polos direcciones subestructura fina

Significado de las trazas:

—	posibles polos plano subestructura fina
- - -	posibles polos direcciones subestructura fina
— · —	posibles polos plano de hábito
— * —	posibles polos plano de hábito interfase matriz-variante de macla grande

Los números en algunas trazas de proyecciones estereográficas de datos experimentales, indican de qué proyección se toma esa traza. A veces, van acompañados de un subíndice c ó g, que significa variante de macla chica o grande respectivamente.

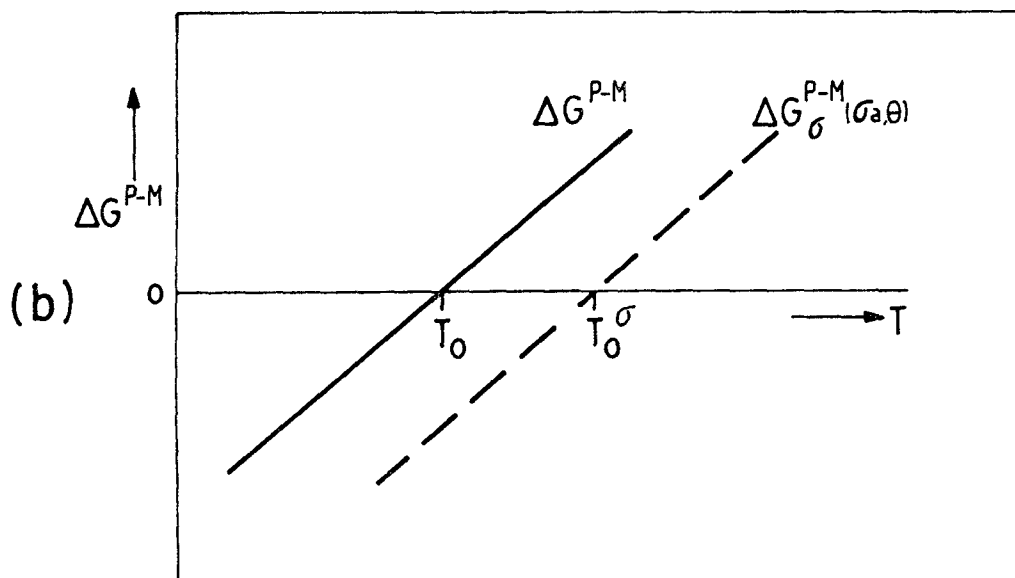
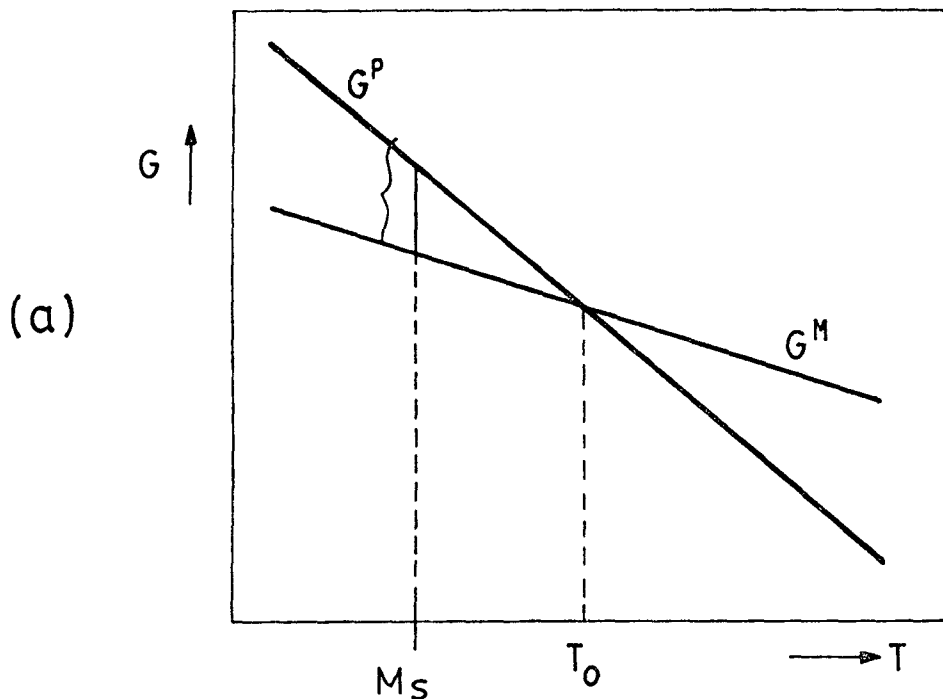
Los números en proyecciones que representan valores calculados, indican de acuerdo al texto el sistema operativo de deformación de red invariante.

En las proyecciones 58 y 59, los números (1) al (9)inc. indican direcciones de los sistemas operativos de deformación macroscópica.

En las proyecciones para martensita combada 30 al 37, y espontánea 1 al 9, se indica el ángulo entre el polo o traza M del plano de macla  $\beta$ , habiéndose dibujado  $\beta_g$  y  $\beta_c$ . Corresponden al plano de hábito promedio, respecto de la orientación de variante de macla grande y chica. Esos ángulos son en general iguales, pero en distinto sentido.

Figura 1

- a) Curvas esquemáticas de variación de la energía libre en función de la temperatura, para las fases  $\beta$  y  $\alpha'$  [74WAR].
- b) Curvas esquemáticas de la dependencia con temperatura del cambio de entalpía libre  $\Delta G^{P-M}$  y la influencia de tensiones.



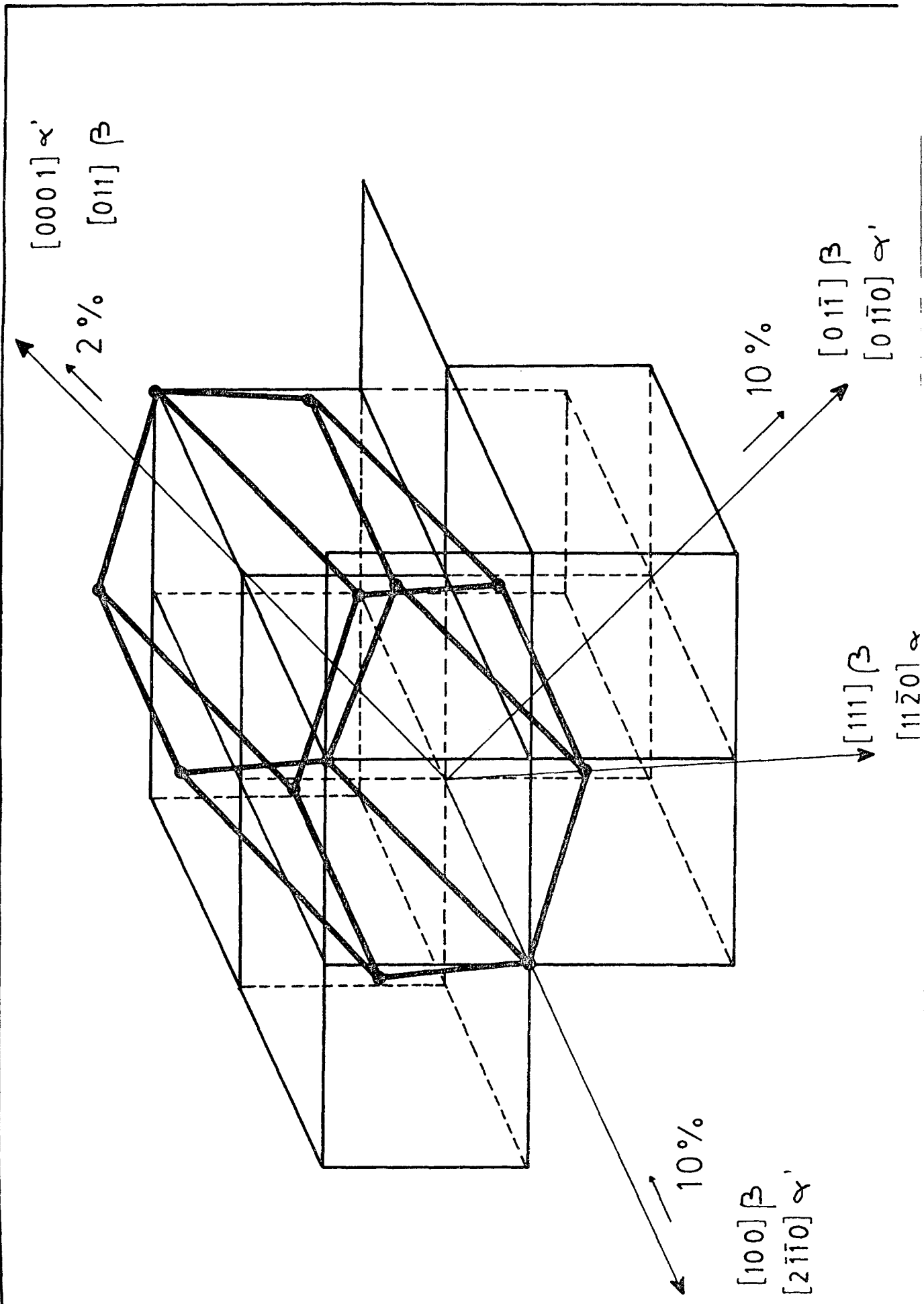
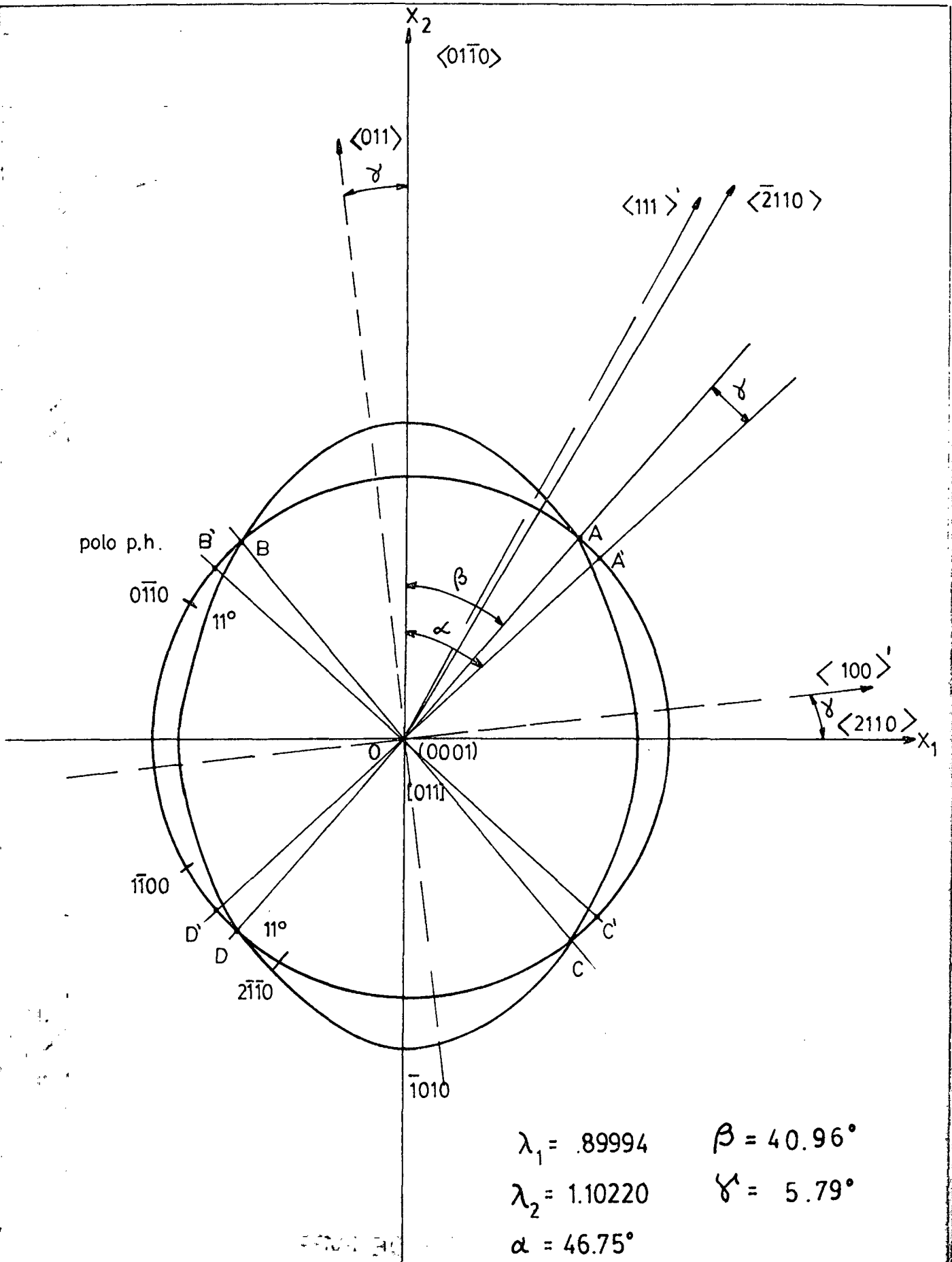


Figura 2  
 Relaciones de orientación entre la estructura cristalina cúbica ( $\beta$ ) y h.c.p. martensítica [34BUR].



**Figura 3**

Distorsión de Bain en el continuo. Transformación de una porción esférica de la matriz en un elipsoide. Relaciones de orientación entre los ejes bcc y hcp, ubicación del plano de hábito, matriz de rotación de la transformación.

Figura 4

Gráfico mostrando regiones en función del rango de concentración electrónica por átomo, y rango de composiciones para las fases metaestables en aleaciones de zirconio [64LUK].

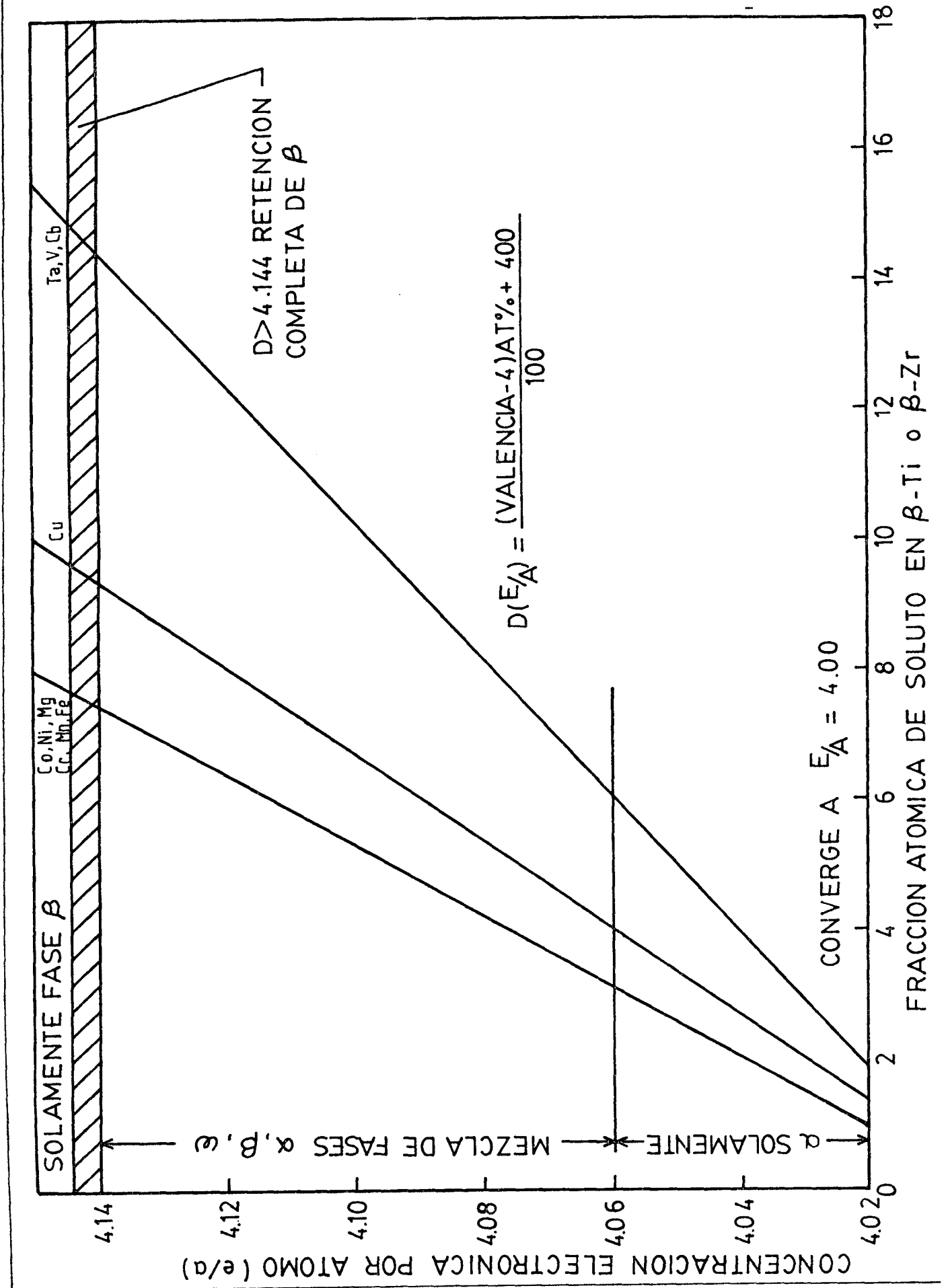
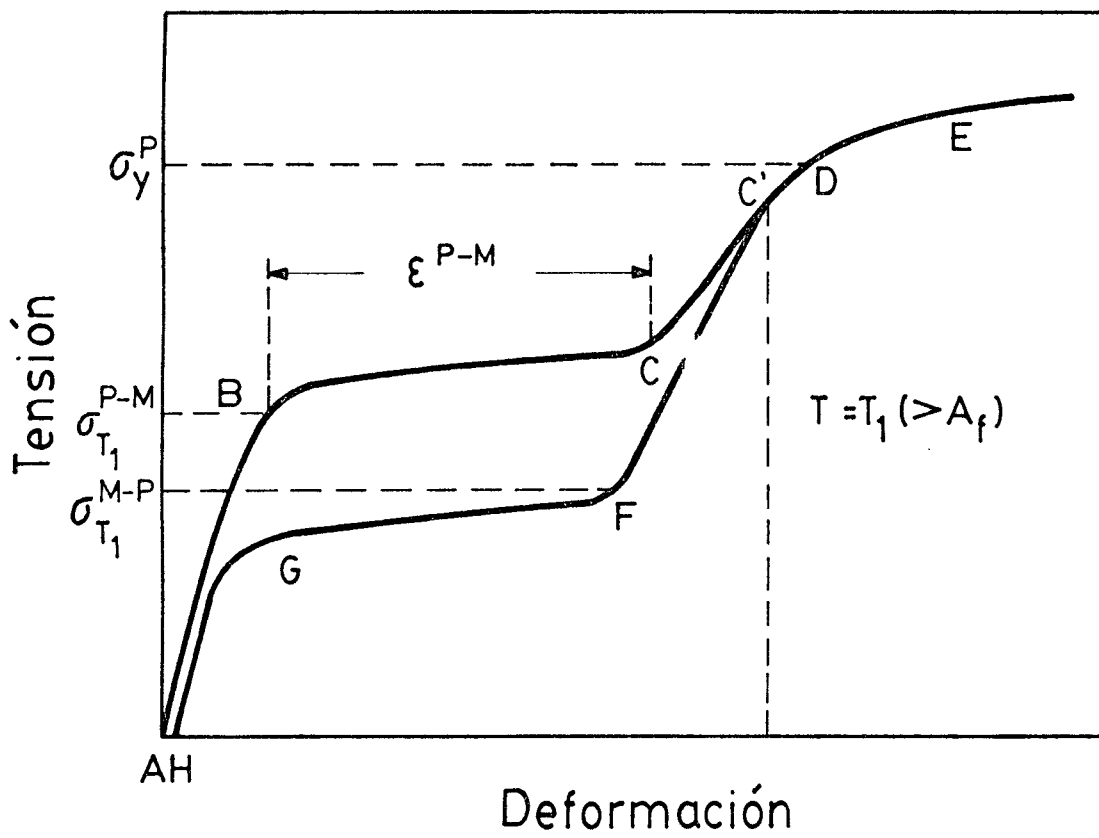


Figura 5

Curva esquemática tensión versus deformación, mostrando comportamiento pseudoelástico [74KRI].



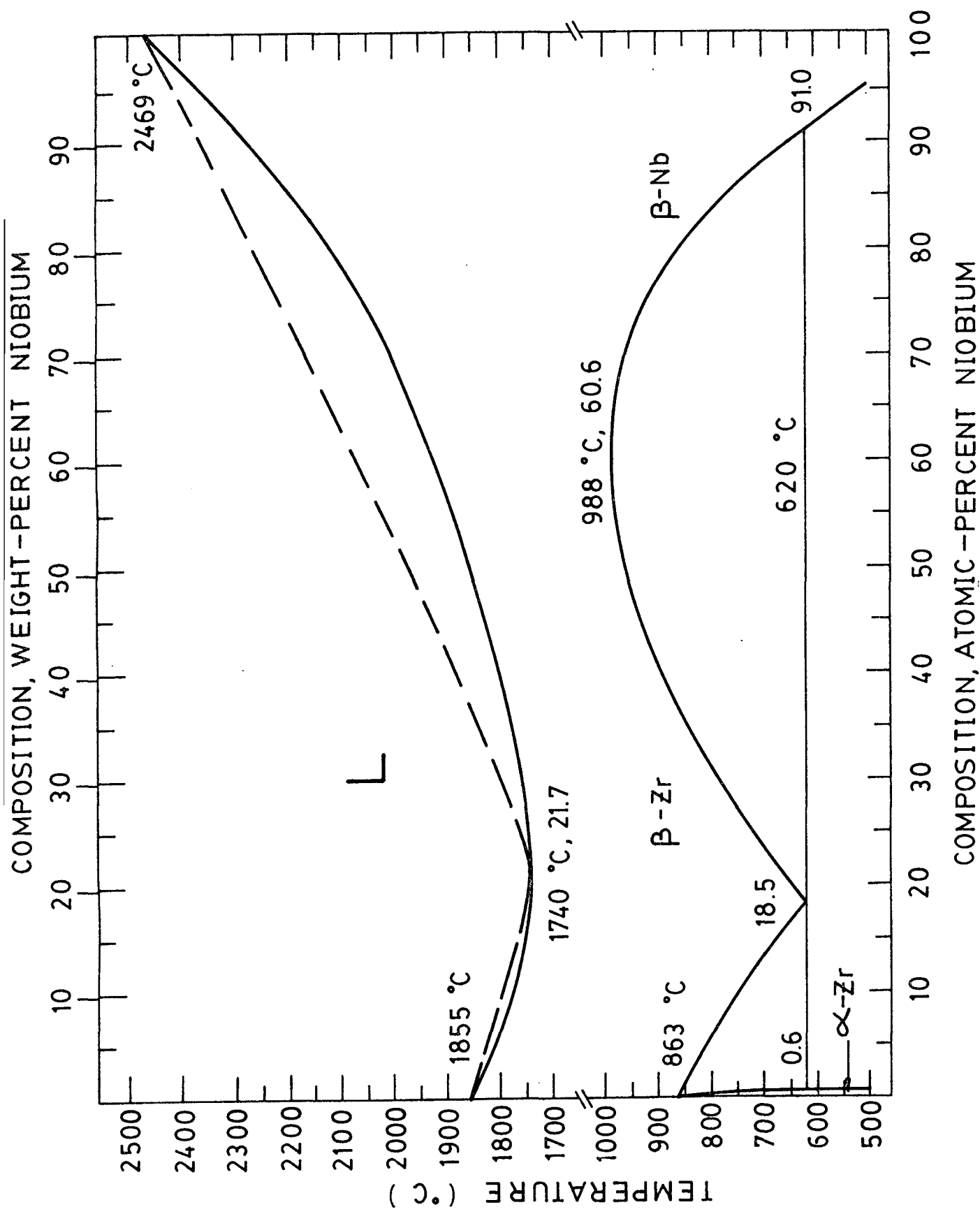
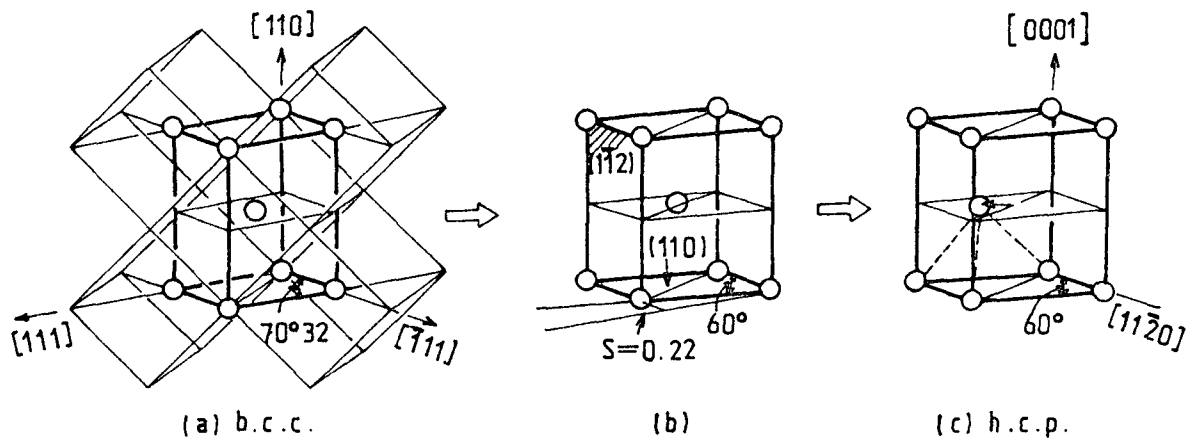


Figura 6  
 Diagrama de fases de equilibrio en el sistema Zr-Nb  
 [81ABR].

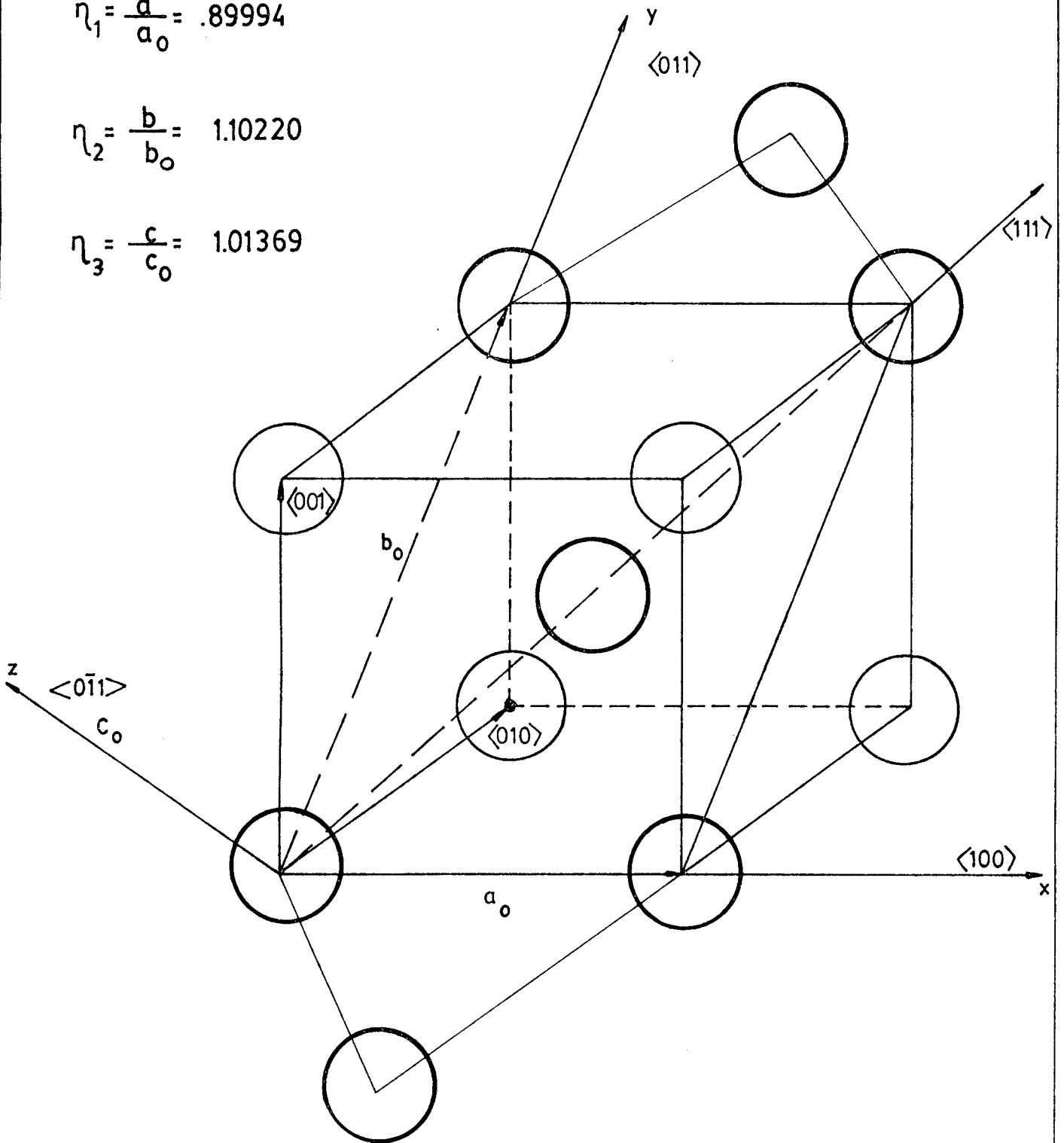
Figura 7  
 Transición entre la estructura cúbica de cuerpo cen-  
 trado, a hcp en zirconio [34BUR]. S desplazamiento  
 sobre plano (112) según una dirección  $[\bar{1}11]$ .



$$\eta_1 = \frac{a}{a_0} = .89994$$

$$\eta_2 = \frac{b}{b_0} = 1.10220$$

$$\eta_3 = \frac{c}{c_0} = 1.01369$$



CALCULO MATRIZ DE DISTORSION O DE BAIN

Figura 8  
Estructura cúbica bcc. Distorsión de Bain y transformación a estructura hcp.

Figura 9

Temperatura de comienzo de la transformación martensítica espontánea "M<sub>S</sub>" [71HUN].

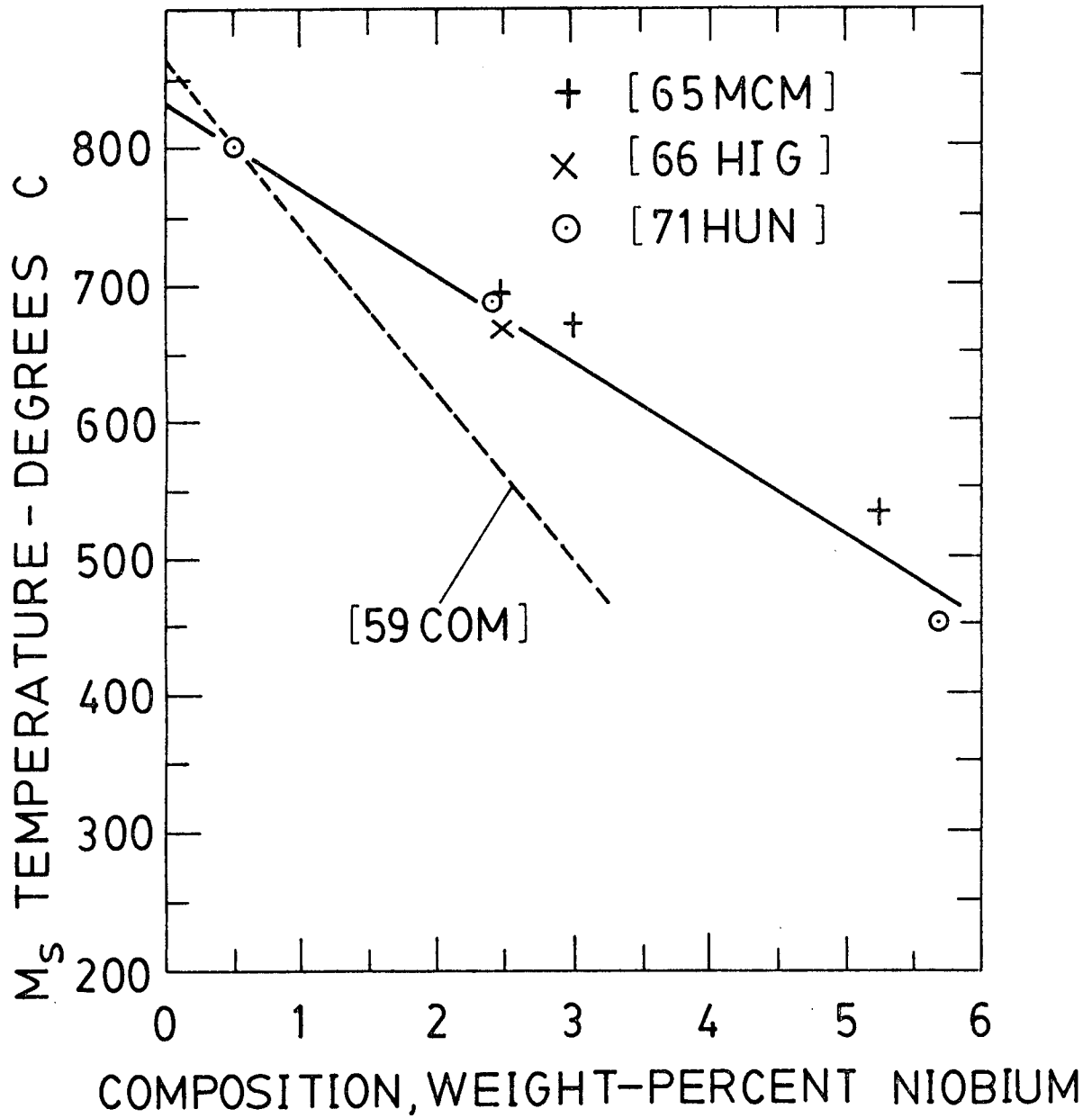


Figura 10

Diagrama de estabilidad para predecir en aleaciones de zirconio el modo de deformación [72REZ]. tw  $\equiv$  maclado | deslizamiento.

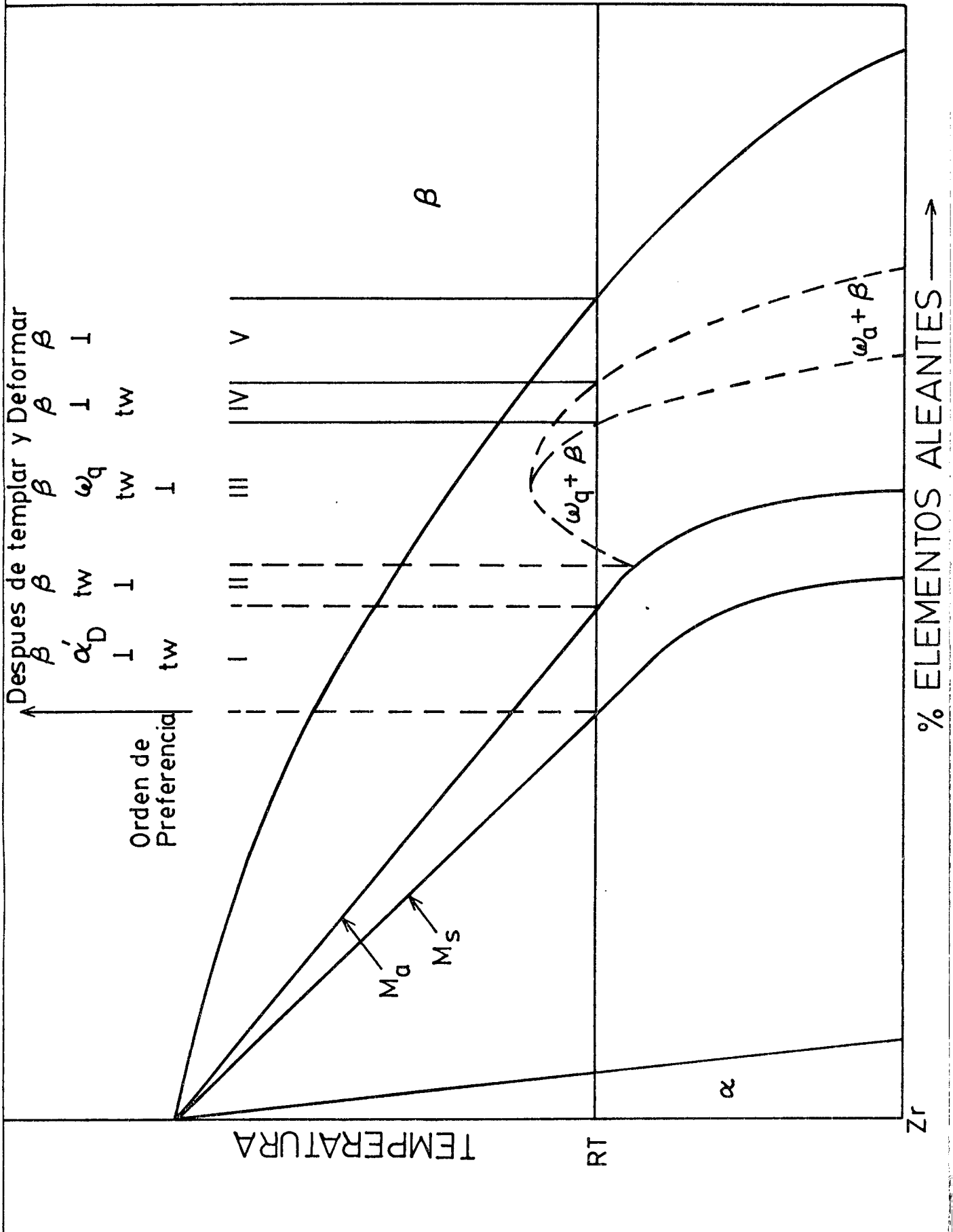
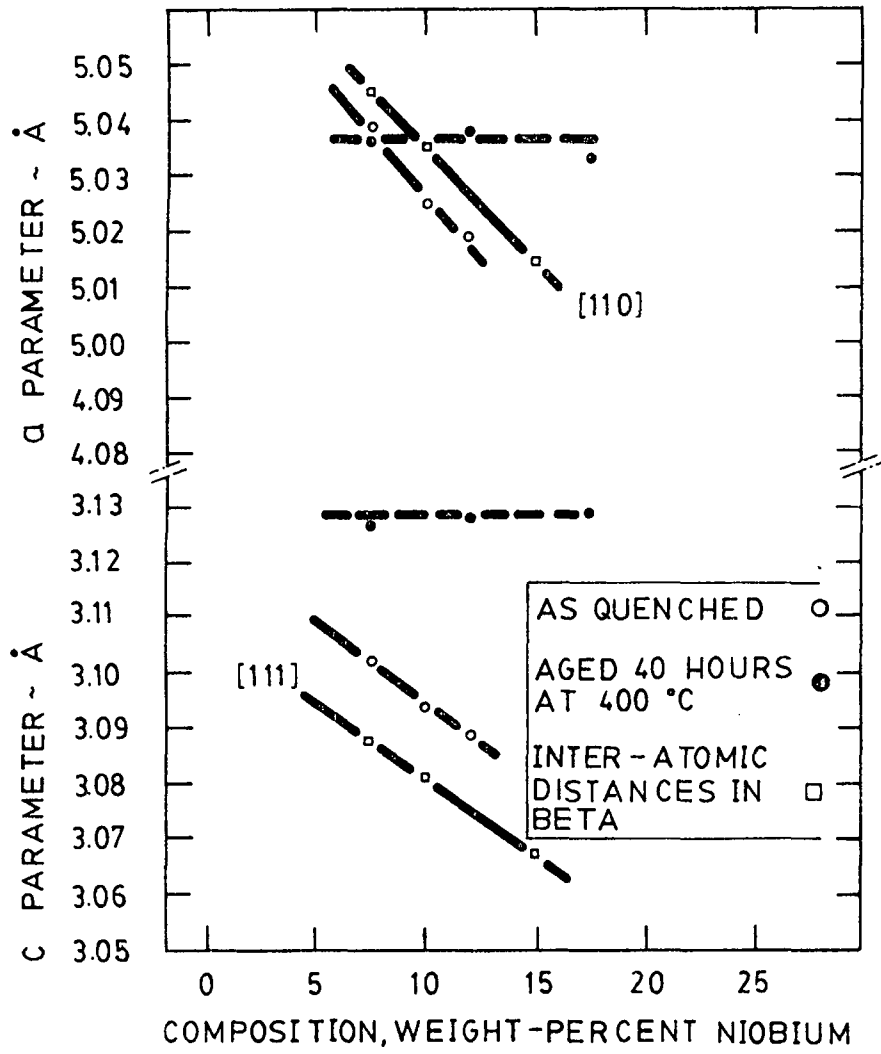


Figura 11  
Parámetros de red de la fase omega [65COM].



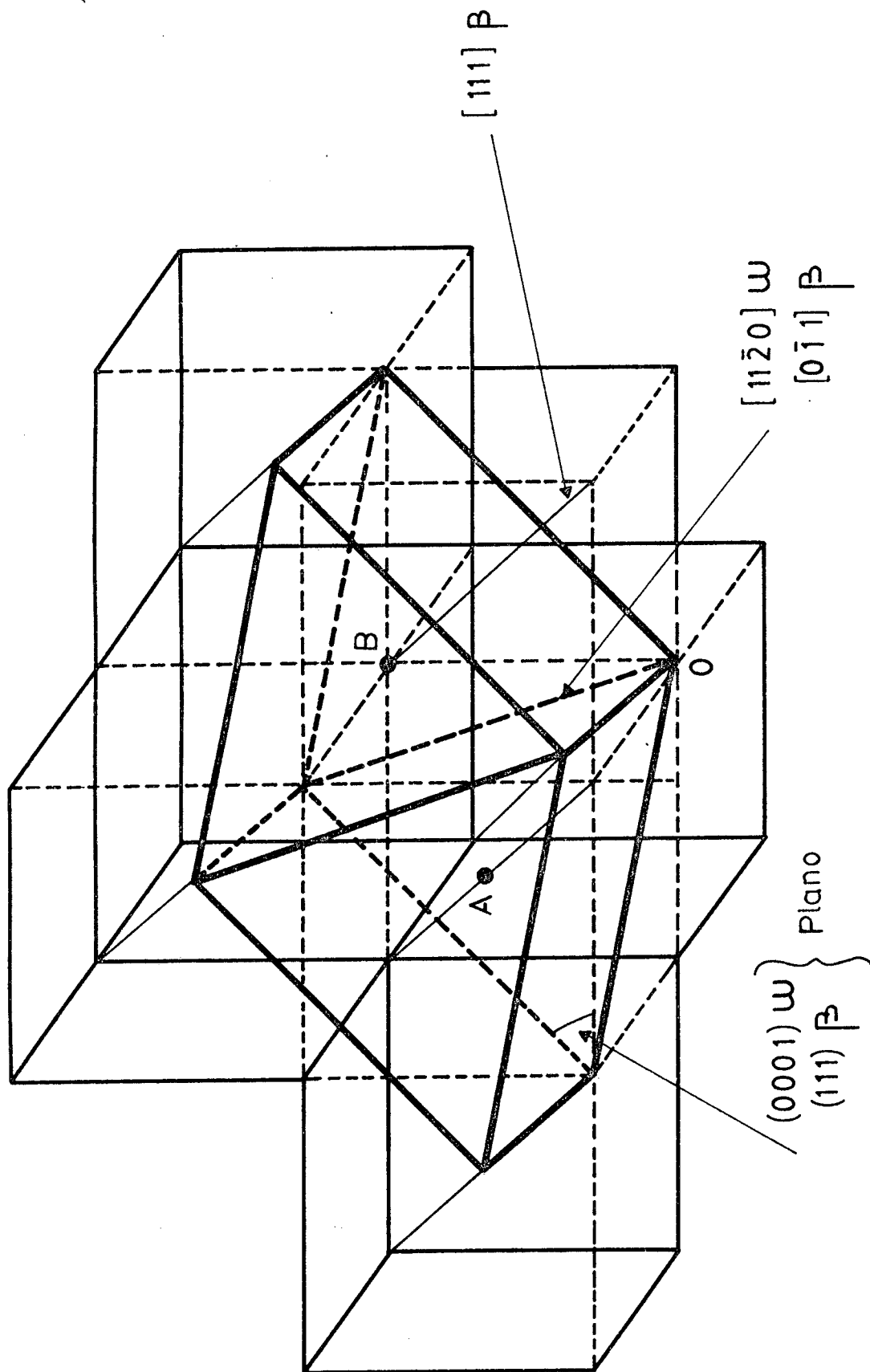


Figura 12

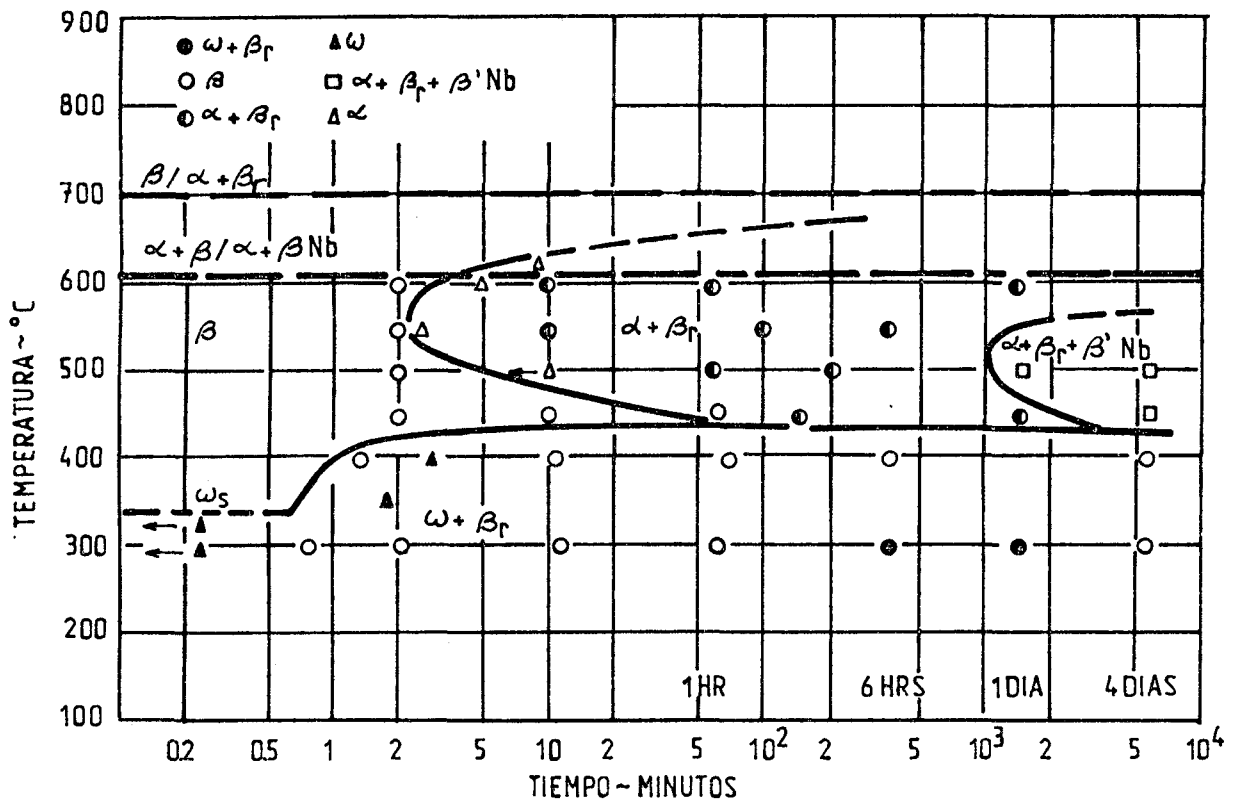
Relaciones de orientación entre la estructura cristalina cúbica  $\beta$  y h.c.p. de omega [71DOU].

O  $\equiv$  átomo en posición (000);

A y B  $\equiv$  átomos en posiciones  $\pm(2/3, 1/3, 1/3)$ .

Figura 13

Diagrama TTT para la aleación Zr-12% Nb en peso [72HEH].



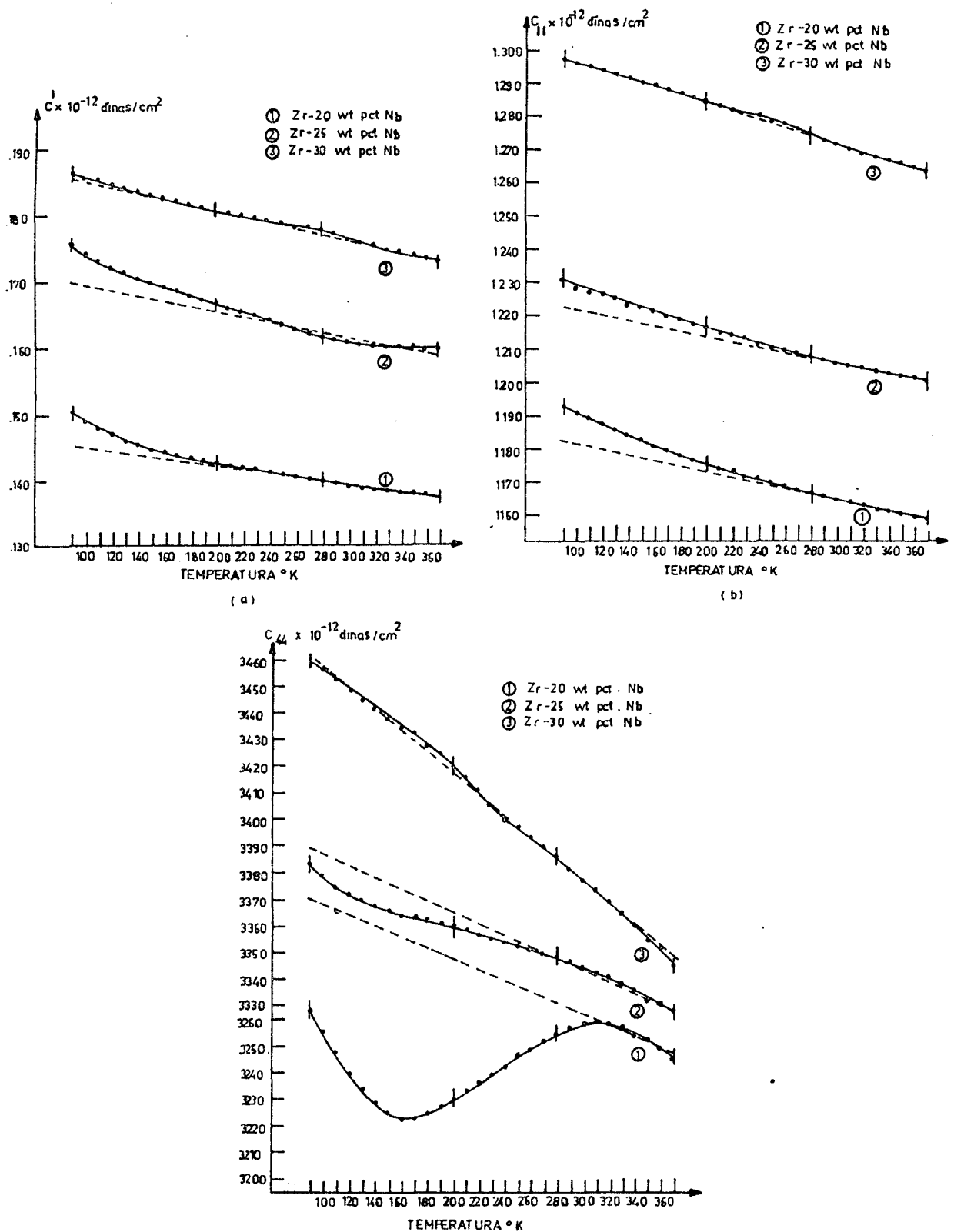


Figura 14  
 Variación de las constantes elásticas en monocristales de Zr-20, 25 y 30 wt% Nb, en el rango de temperaturas entre 90 y 370°K (la línea punteada, representa el comportamiento cuasiharmónico). [72GOA].

Figura 15  
Temperatura de comienzo de la transformación omega  
atérmica " $M\omega_S$ " [65COM].

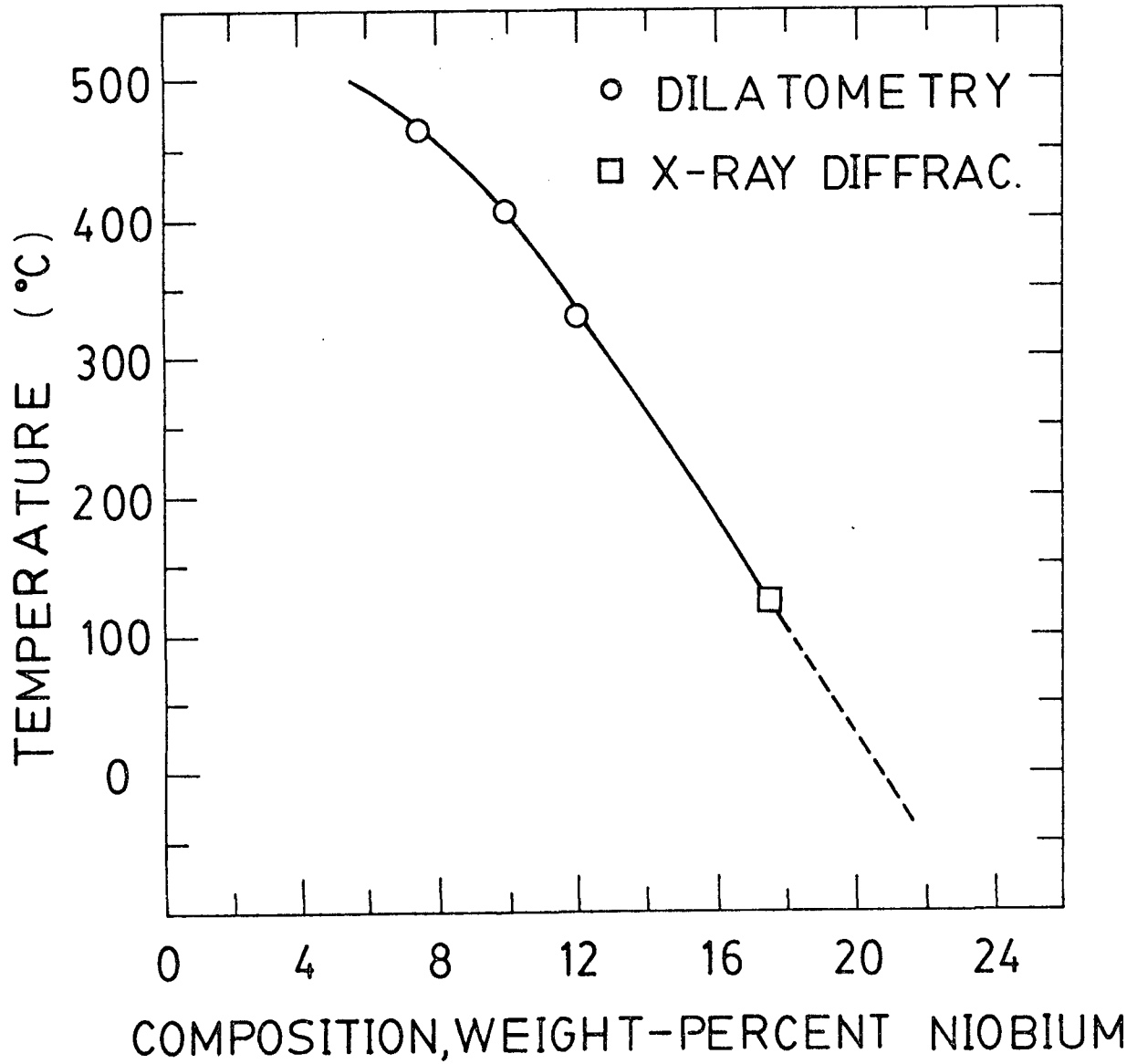


Figura 16

Diagrama de fases de equilibrio, para el sistema Zr-Al, en la región rica en Zr [58HAN].

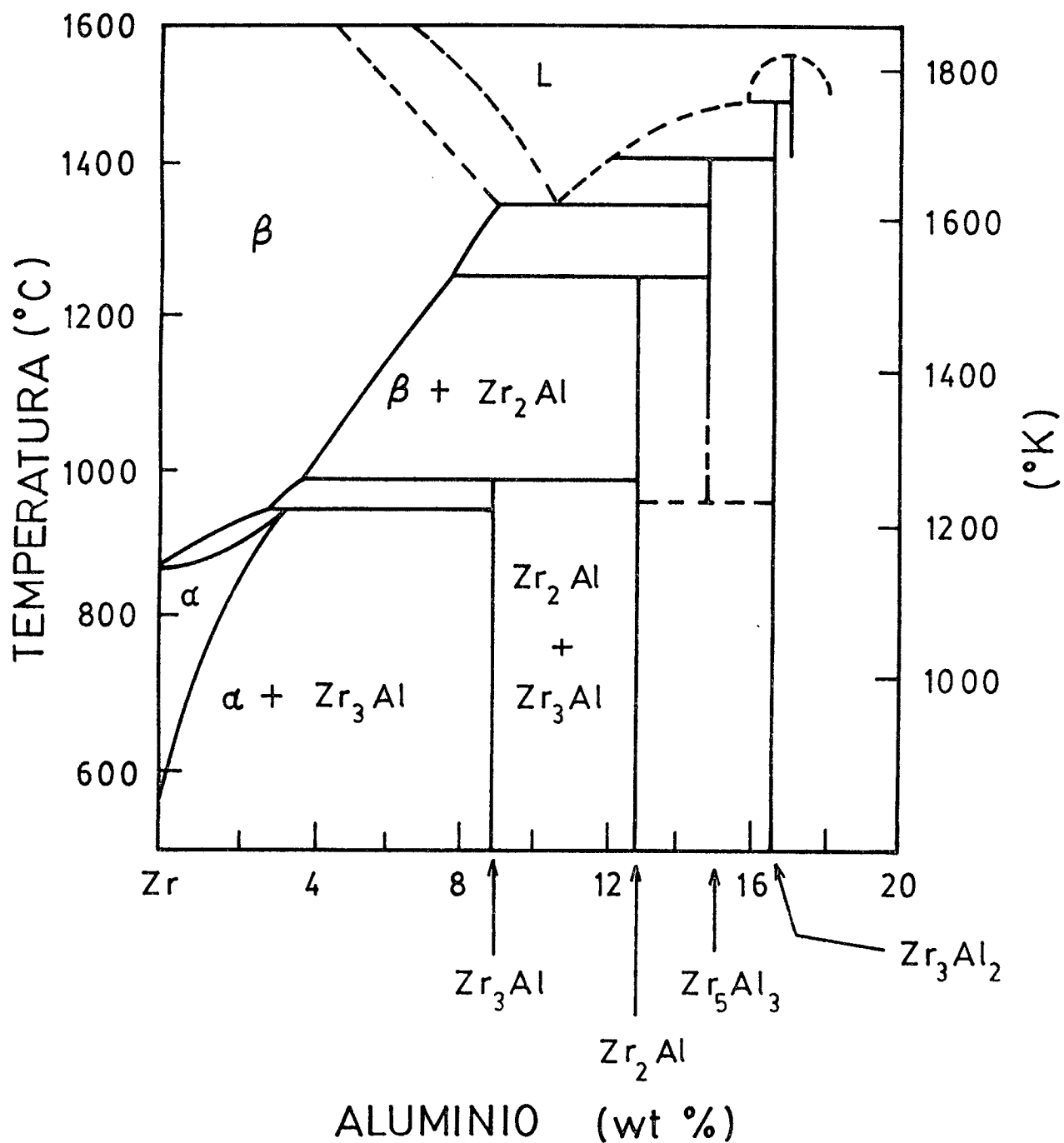


Figura 17

Tensión crítica resuelta para deslizamiento prismático en zirconio monocristalino como función de la temperatura. Influencia del oxígeno [71AKH].

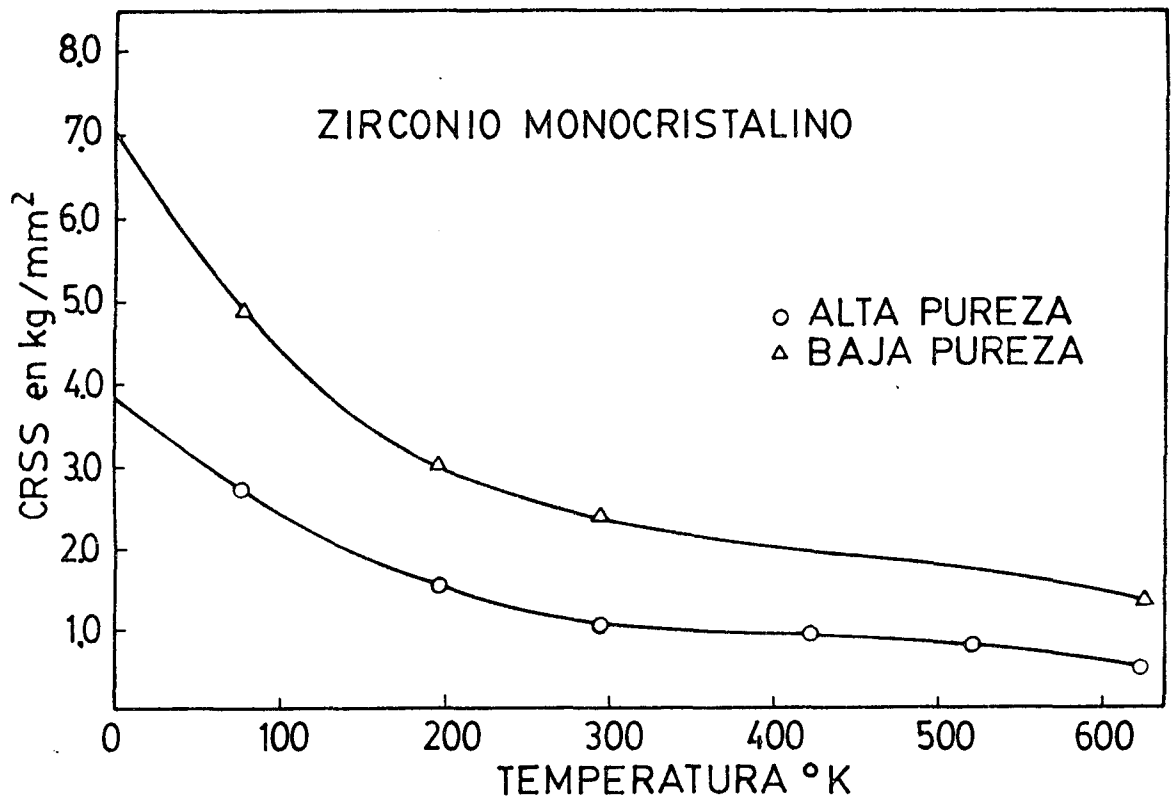


Figura 18

Tensión crítica resuelta en zirconio monocristalino como función de la temperatura. Deslizamiento basal y prismático [73AKH].

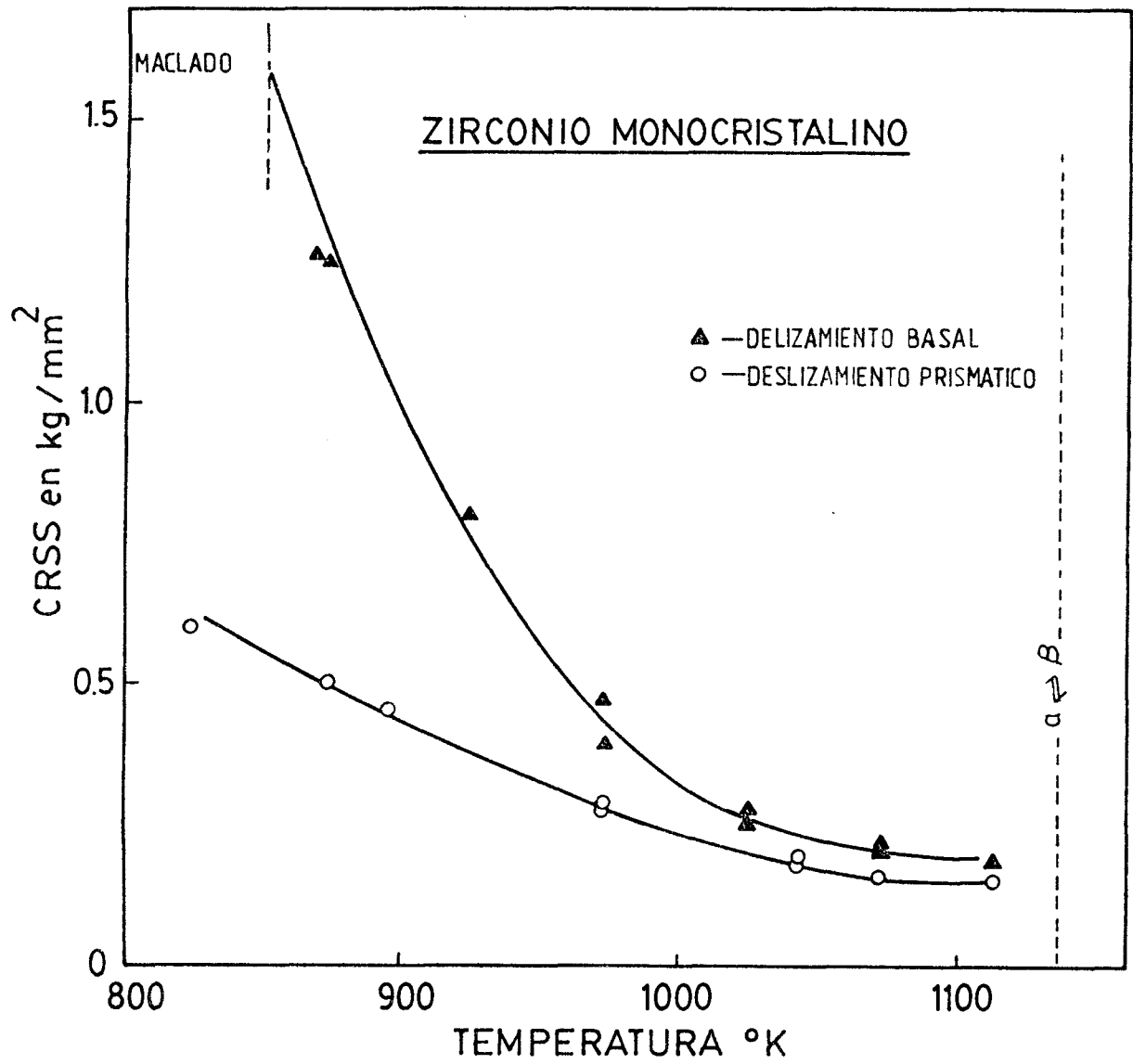


Figura 19

Dislocaciones posibles en estructuras hcp. a) prismática de borde, b) basal de borde, c) basal de hélice. [81BAC].

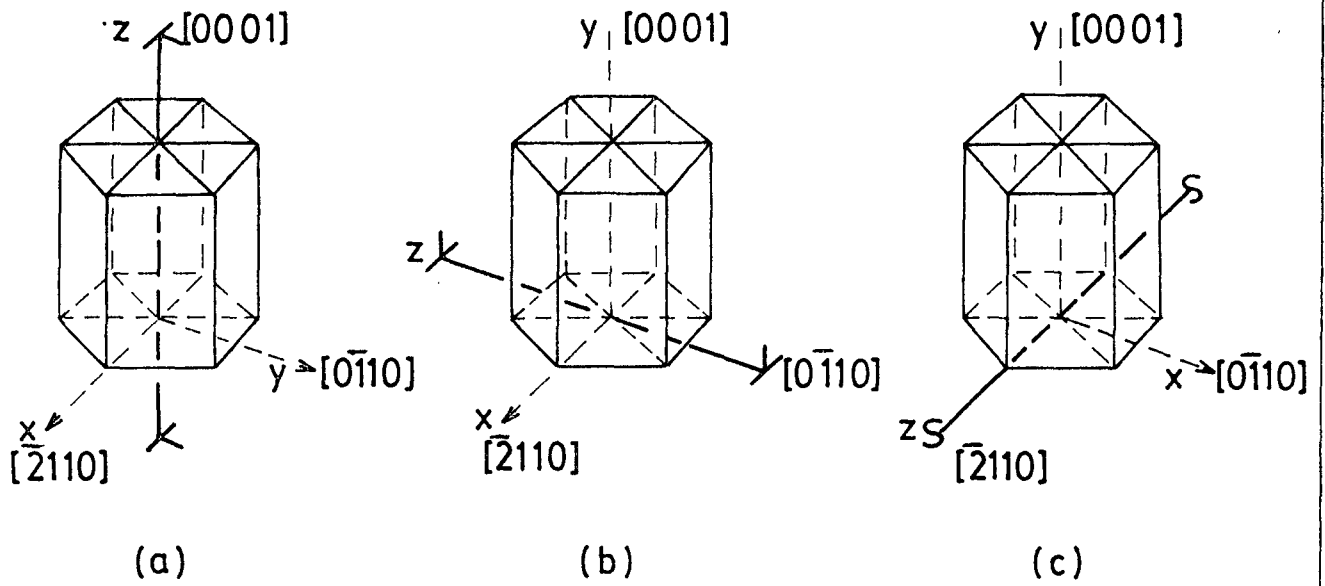


Figura 20

Relación entre las ganancias en energía para disociación de dislocaciones en plano prismático, sobre plano basal, en función de la relación entre las energías de falla de apilamiento sobre ambos planos [7OREG].

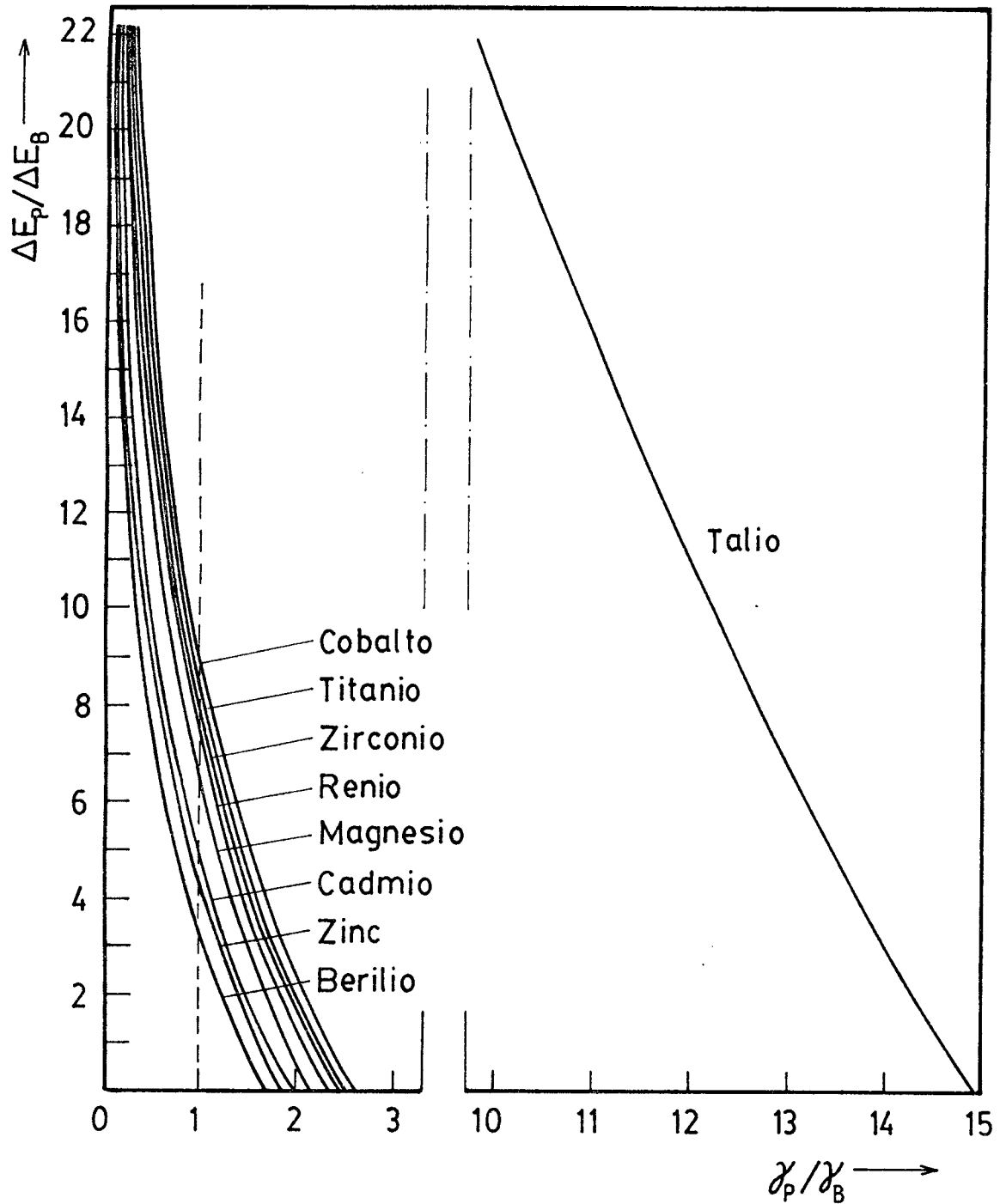
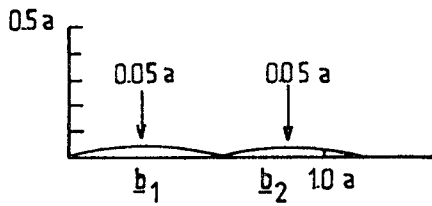


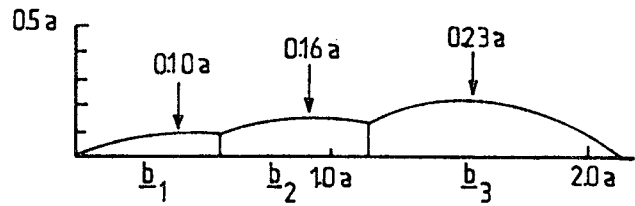
Figura 21

Dilataciones normales al plano de deslizamiento asociadas a dislocaciones en diversos sistemas de deformación para metales con estructura hexagonal. Aproximación con modelo de esferas rígidas [80JON]:  $b_1$ ,  $b_2$  y  $b_3$ , indican cada dislocación parcial. La dirección de movimiento de cada parcial sobre el plano de deslizamiento, es diferente.



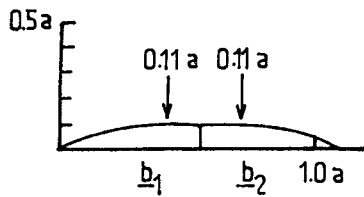
(a)  $\frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}20]$  sobre  $(0001)$

$$b_1 = \frac{1}{3} [\bar{1}010], \quad b_2 = \frac{1}{3} (0\bar{1}10)$$



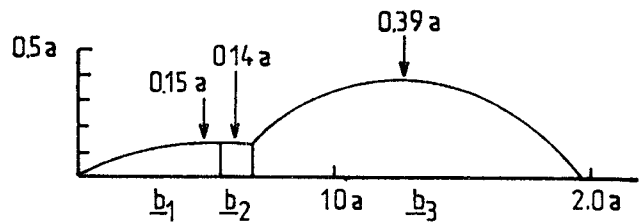
(d)  $\frac{1}{3} [1123]$  sobre  $(10\bar{1}1)$

$$b_1 = \frac{1}{9} [\bar{1}013], \quad b_2 = \frac{1}{18} [2\bar{6}43], \quad b_3 = \frac{1}{6} [2023]$$



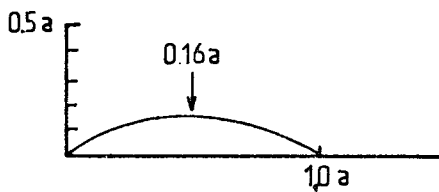
(b)  $\frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}20]$  sobre  $(1\bar{1}00)$

$$b_1 = \frac{1}{18} [4\bar{2}63], \quad b_2 = \frac{1}{18} [2\bar{4}63]$$

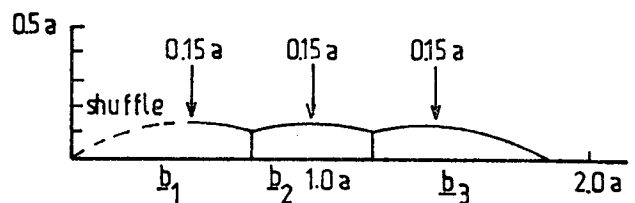


(e)  $\frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}23]$  sobre  $(11\bar{2}2)$

$$b_1 = \frac{1}{9} [0\bar{1}13], \quad b_2 + b_3 = \frac{1}{9} [\bar{3}256]$$



(c)  $\frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}20]$  sobre  $(1\bar{1}01)$



(f)  $\frac{1}{3} [1123]$  sobre  $(11\bar{2}2)$

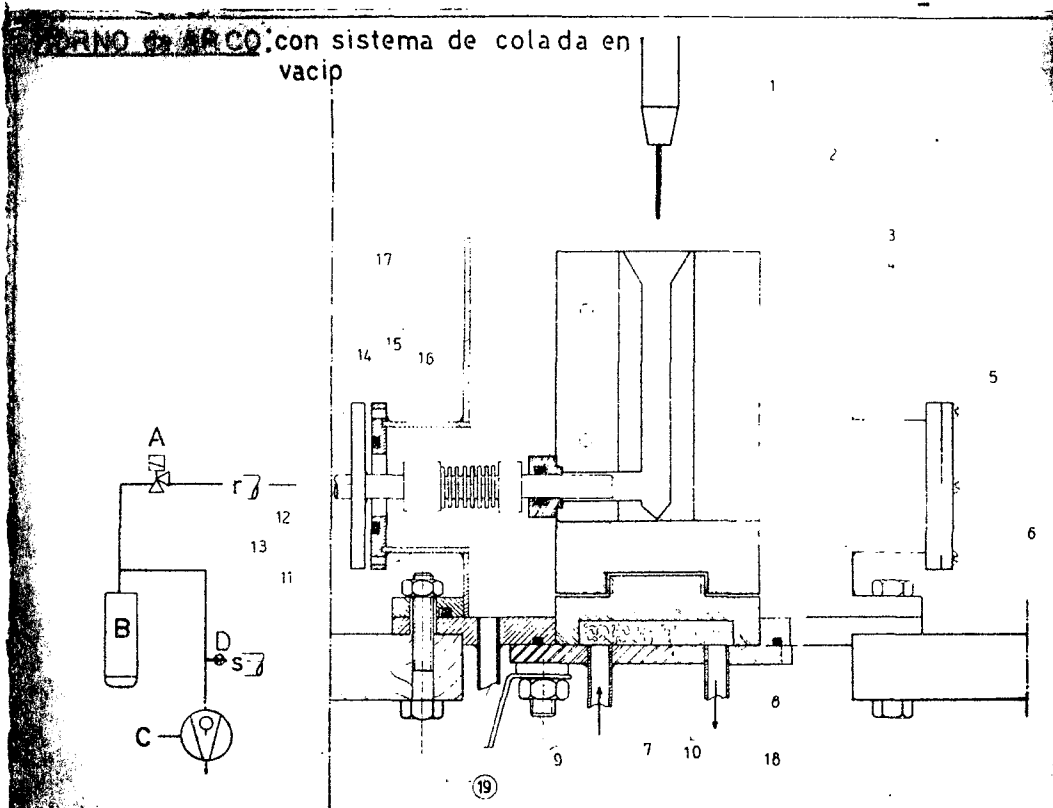
$$b_1 = \frac{3}{8} [\bar{1}\bar{1}23], \quad b_2 = \frac{1}{4} [\bar{1}\bar{1}23], \quad b_3 = \frac{3}{8} [\bar{1}\bar{1}23]$$

Figura 22

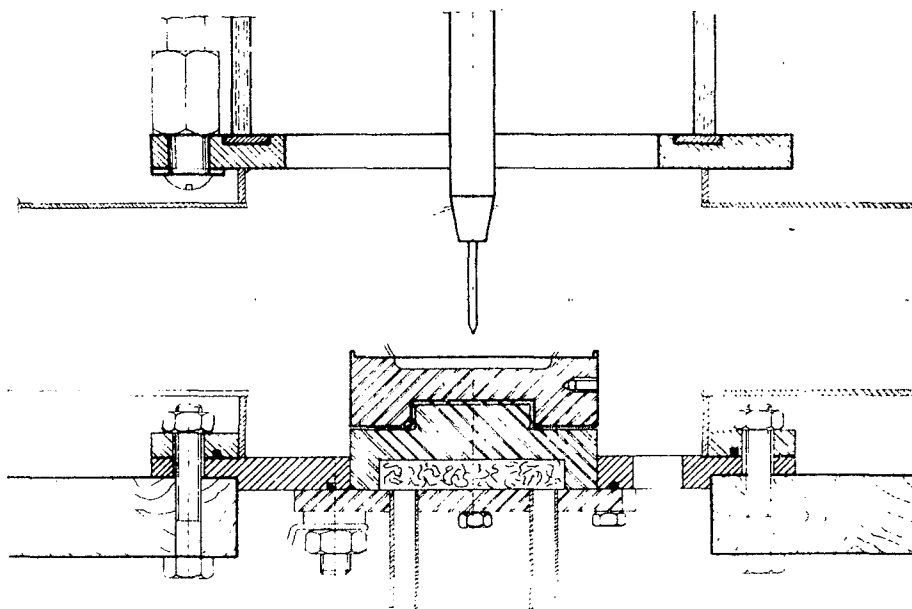
Esquema horno de arco. a) con crisol para fundición y lingotera horizontal. b) con sistema para colada en vacío o por gravedad.

Las partes constitutivas son:

1. Torcha;
2. Electrodo;
3. Crisol;
4. Crisol interno, intercambiable;
5. Brida;
6. Mesa soporte horno;
7. Entrada agua refrigeración;
8. Espiga de bronce fija, donde rosca el crisol;
9. Borne eléctrico (masa);
10. Cavidad donde circula agua de refrigeración;
11. Tubo acceso lateral;
12. Brida con conducto de succión;
13. Sistema exterior de vacío y "succión";
14. Cámara de vacío;
15. Conexión de la succión al crisol;
16. Tubo flexible;
17. Tornillo acople mitades del crisol;
18. Placa base del horno;
19. Conexión para vacío.

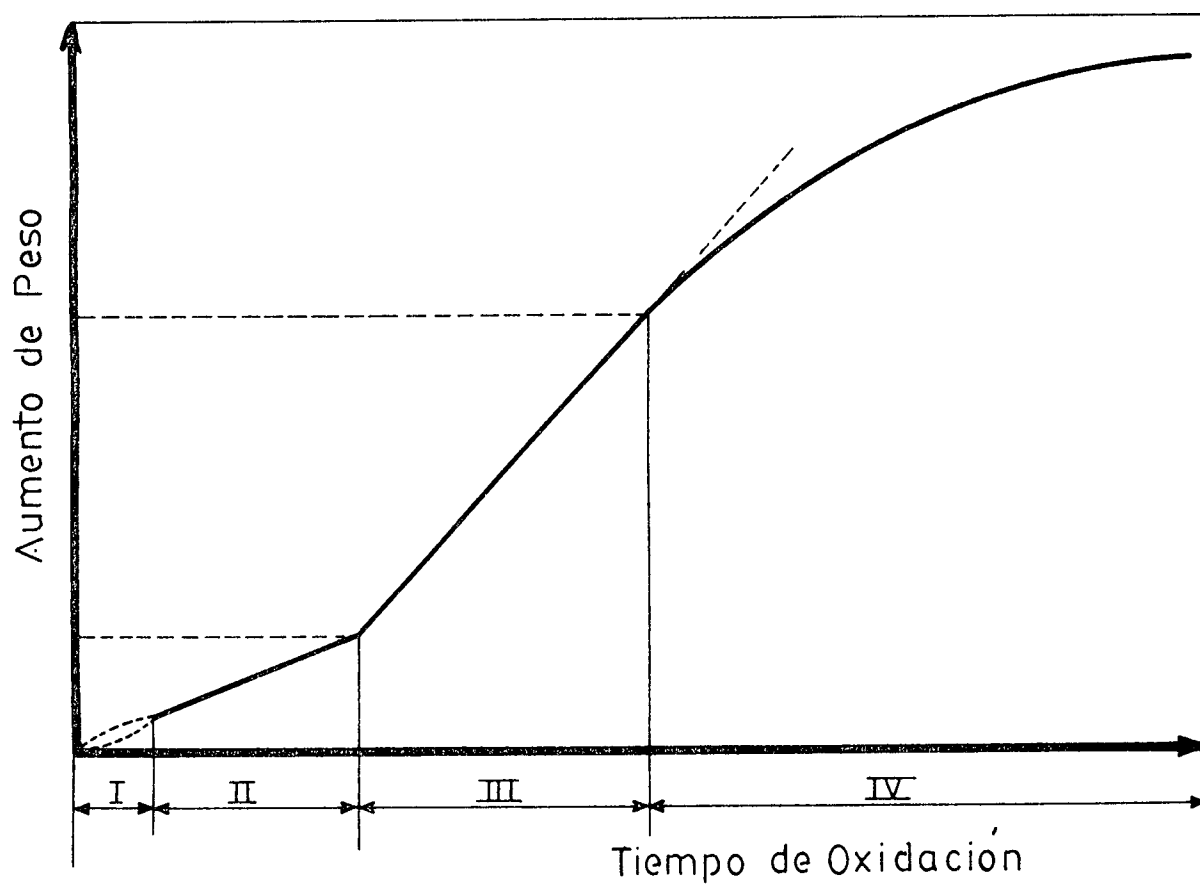


b)



a)

Figura 23  
Representación esquemática de la oxidación de zirconio  
a bajas presiones [67LEV].



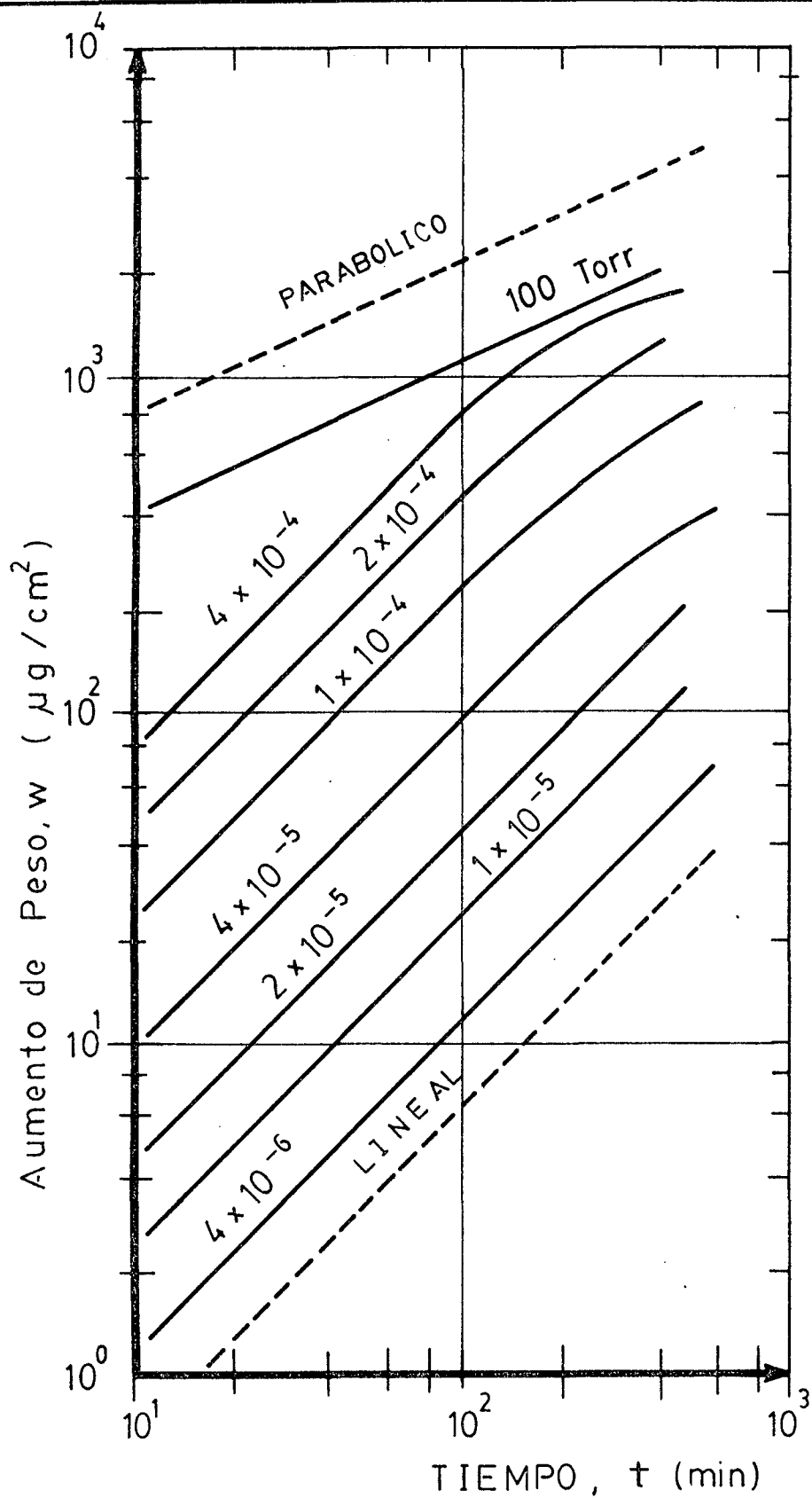


Figura 24  
 Velocidades de absorción de oxígeno en zirconio a  
 700°C y rango de presiones entre  $4 \times 10^{-6}$  y 100 torr  
 [72NAG].

FIGURA 24 : VELOCIDADES DE ABSORCION DE OXIGENO EN ZIRCONIO A  
 700°C Y RANGO DE PRESIONES ENTRE  $4 \times 10^{-6}$  Y 100  
 TORR <sup>4</sup>.

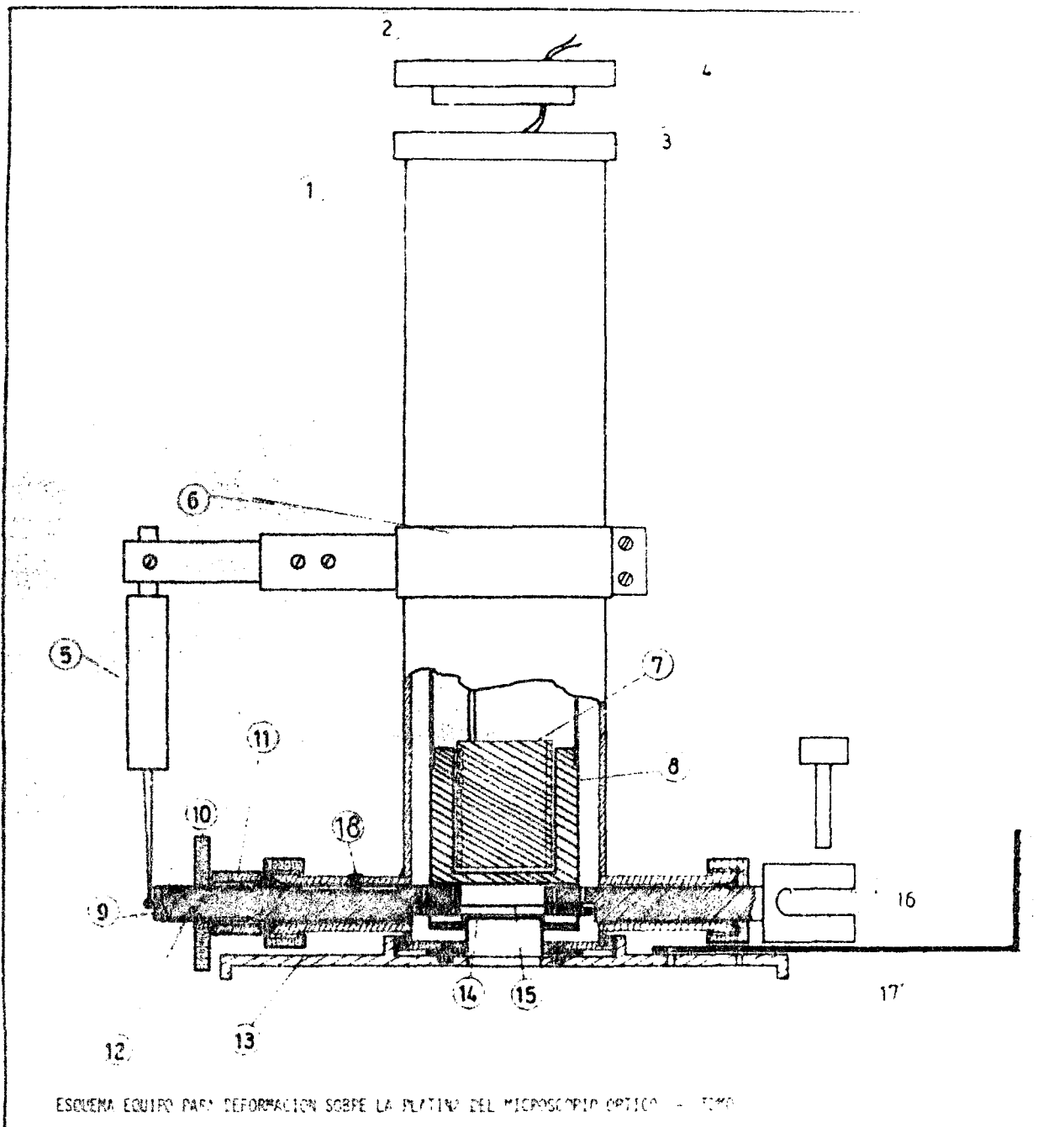


Figura 25  
 Esquema equipo para deformación sobre la platina del  
 microscopio óptico - TDMO.

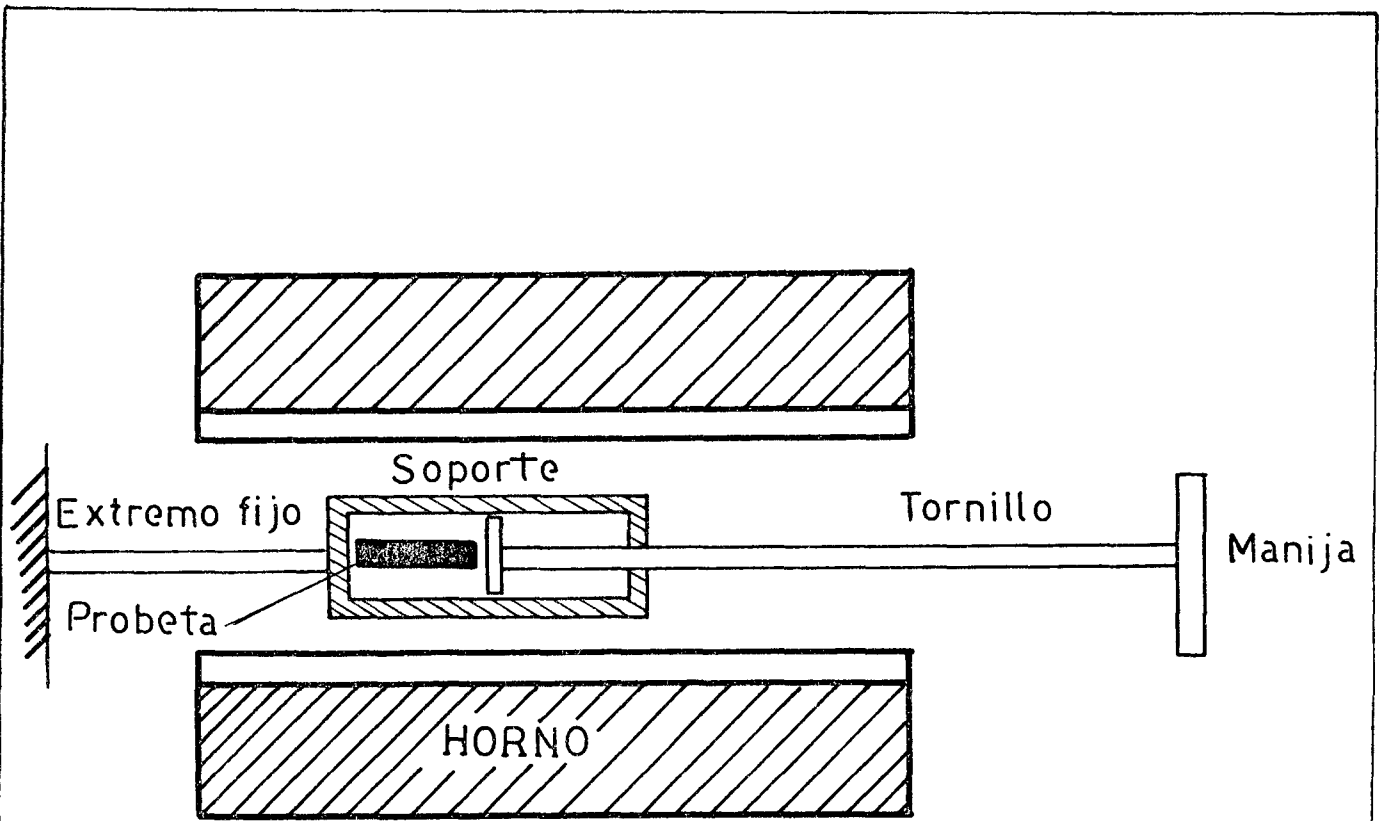


Figura 26

Esquema de dispositivo empleado para ensayo de deformación a temperatura de  $\sim 400^{\circ}\text{C}$ , con calentamiento rápido.

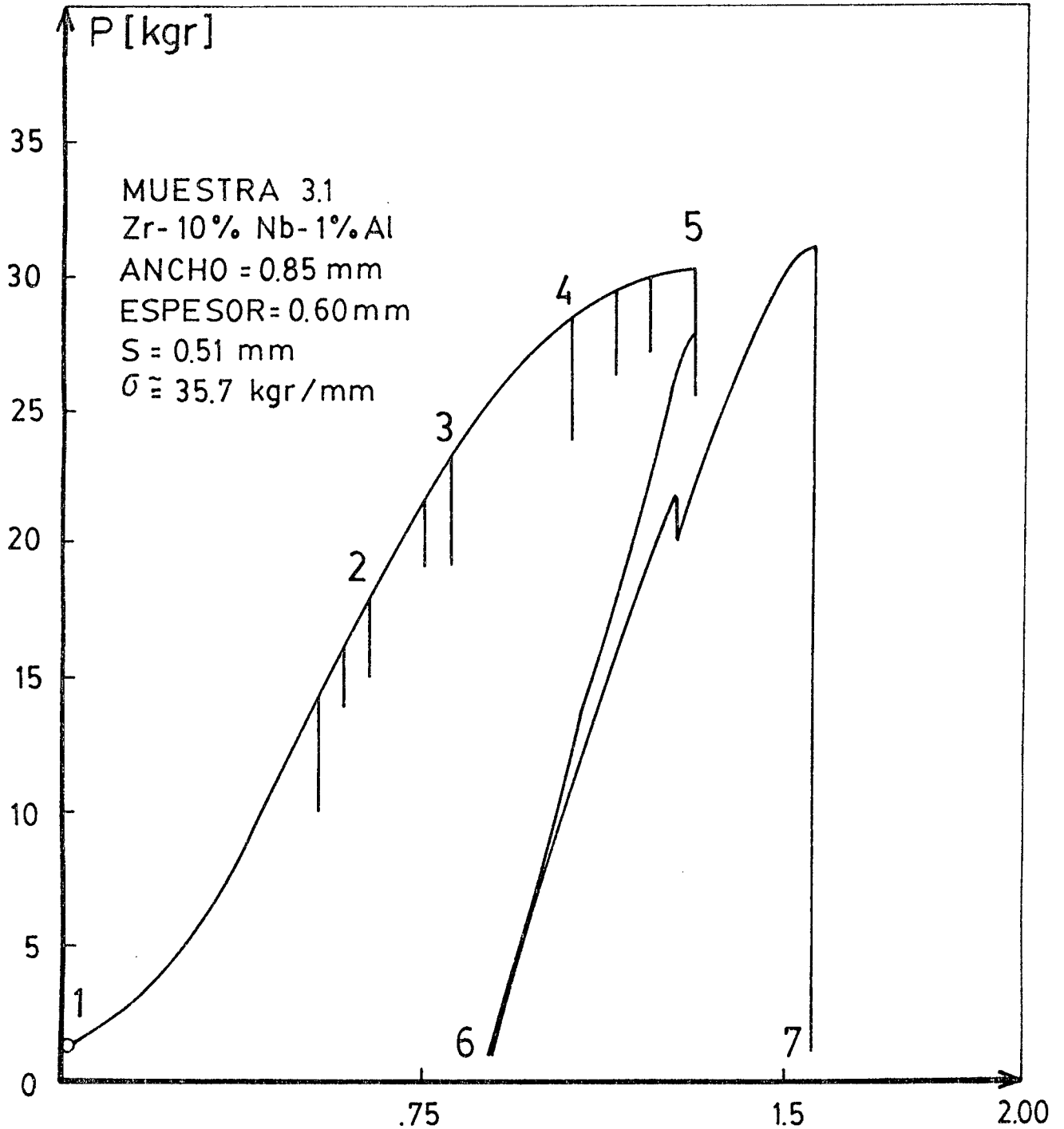
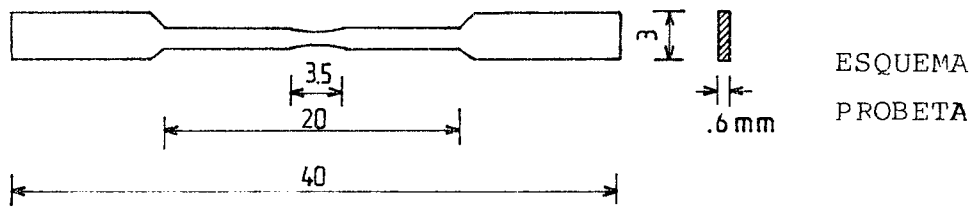
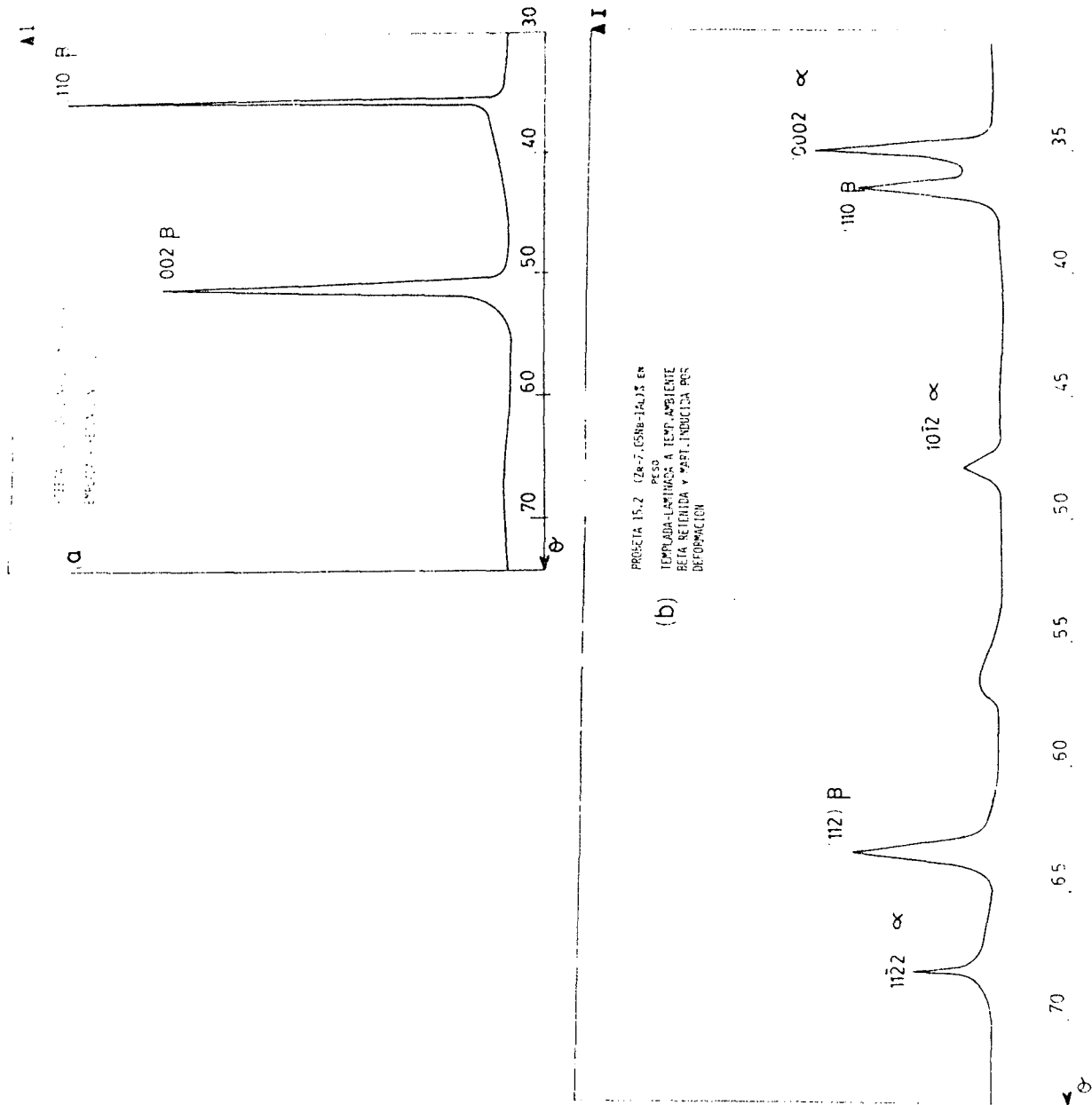


Figura 27

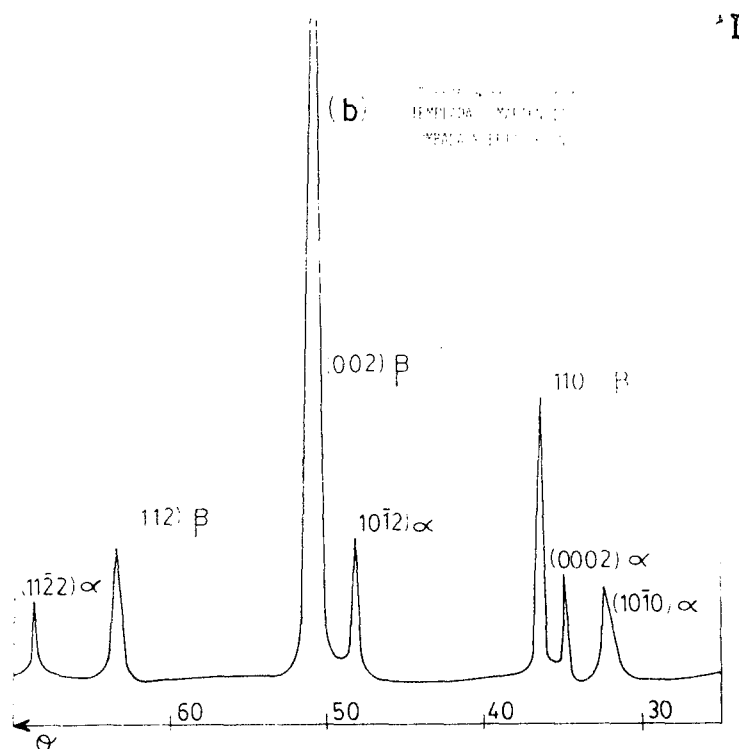
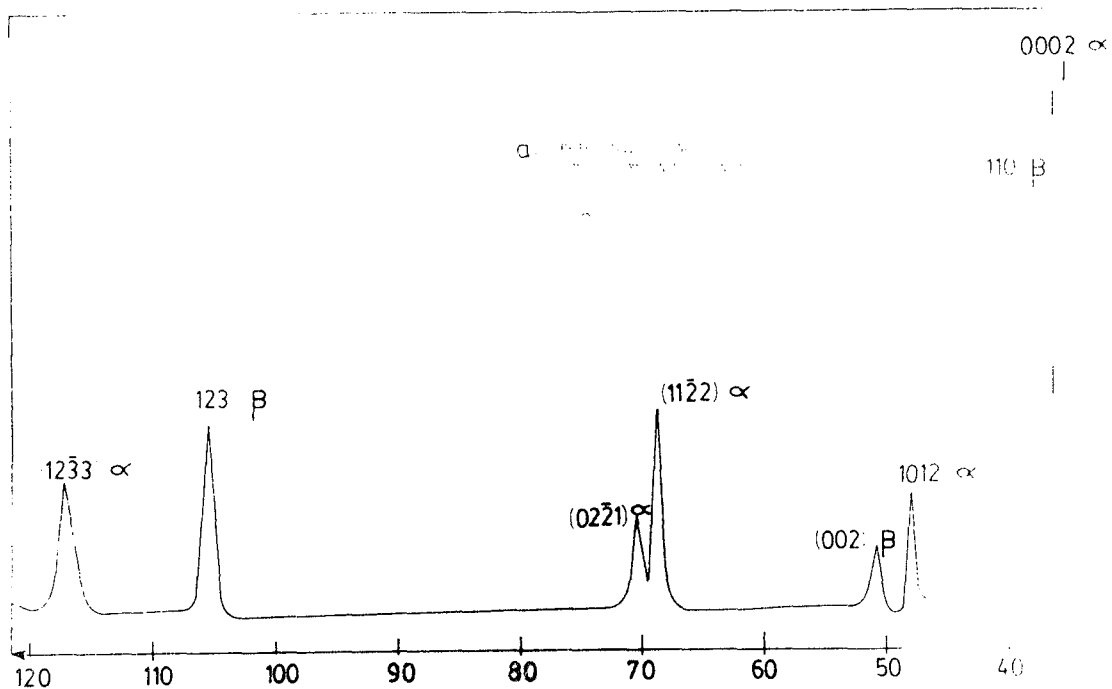
Gráfico de deformación en TDMO (Carga versus desplazamiento). Los números sobre la curva, corresponden al lugar donde se tomaron fotografías F.O.2.



**Figura 28**

Espectro de difracción de rayos X.

- a) Probeta 3.1. (Zr-10%Nb-1%Al) en peso. Templada. Retención de  $\beta$ .
- b) Probeta 15.2. (Zr-7.05%Nb-1.04%Al) en peso. Templada y laminada a temperatura ambiente. Fase  $\beta$  retenida y martensita inducida por deformación.



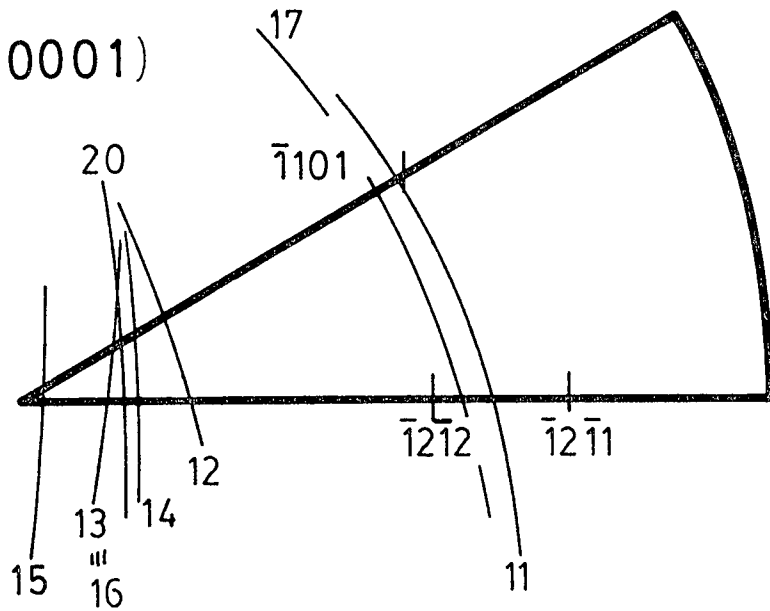
**Figura 29**

Espectro de difracción de rayos X.

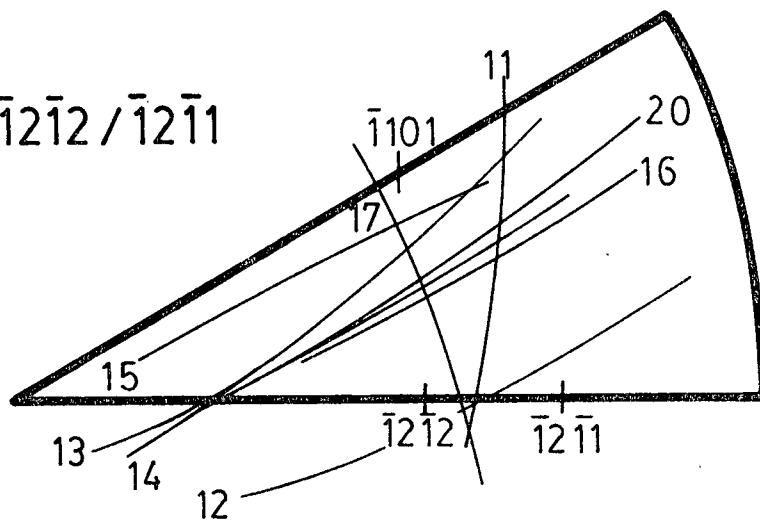
- a) Probeta 17.1. (Zr-7%Nb-1%Al) en peso. Templada. Martensita espontánea.
- b) Probeta 19.1. (Zr-7.2%Nb-1%Al) en peso. Templada. Martensita espontánea, combada y beta retenida.

# MARTENSITA DEFORMADA

Plano: (0001)



Planos:  $\bar{1}2\bar{1}2 / \bar{1}2\bar{1}1$



Plano:  $\bar{1}101$

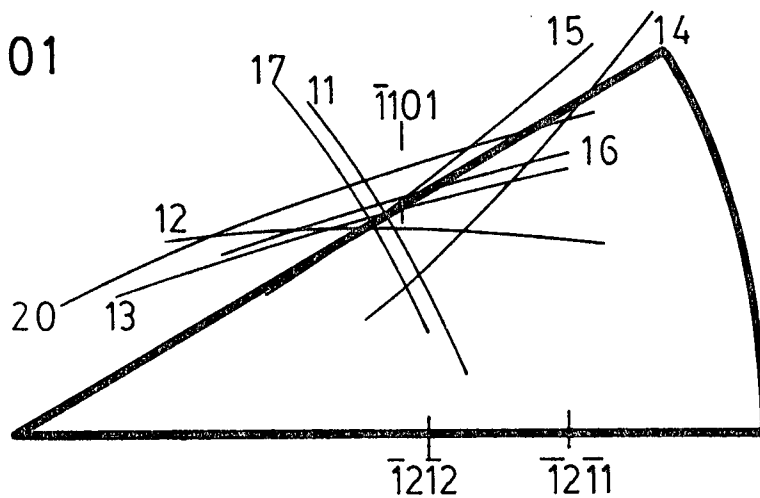
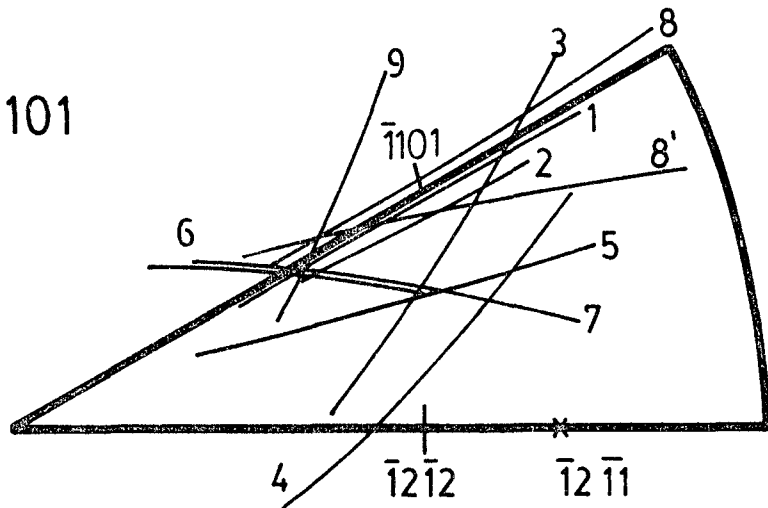


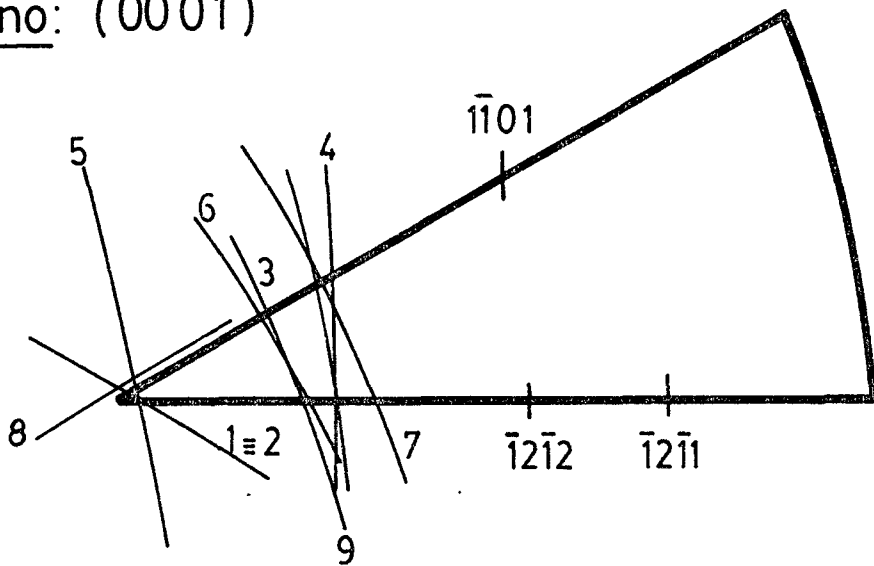
Figura 30  
Análisis de muchas superficies. Resultados de microscopía electrónica. Martensita inducida por deformación.

# MARTENSITA ESPONTANEA

Plano: 1101



Plano: (0001)



Planos:  $\bar{1}2\bar{1}2$  /  $\bar{1}2\bar{1}1$

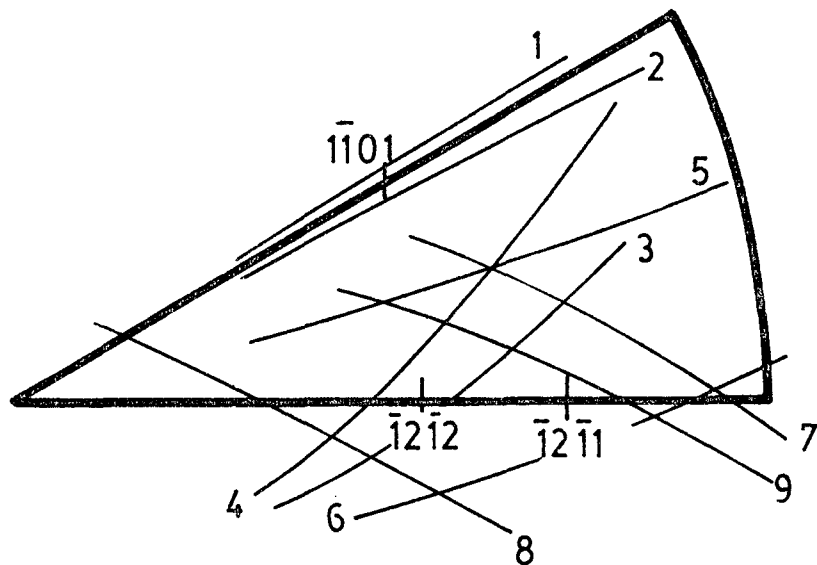
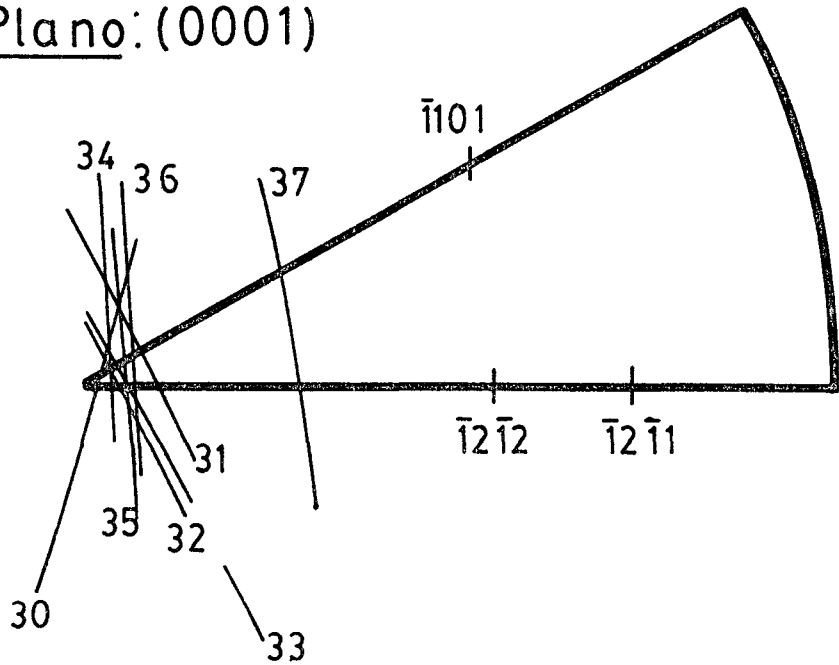


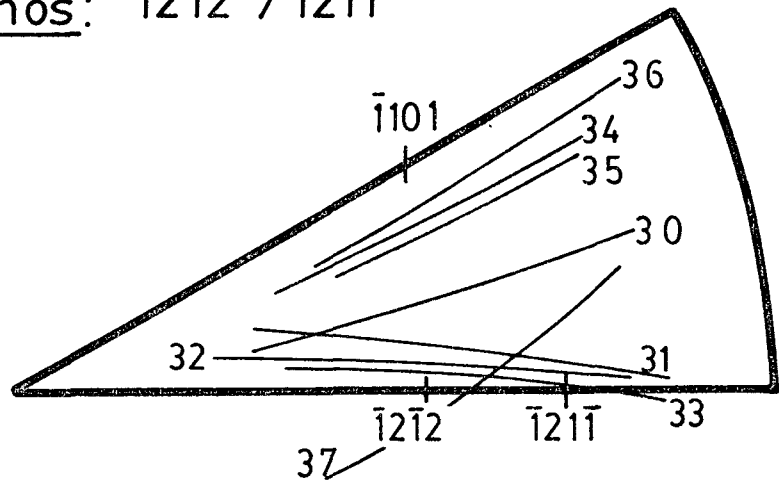
Figura 31  
 Análisis de muchas superficies. Resultados de micros-  
 cópia electrónica. Martensita espontánea.

# MARTENSITA COMBADA

Plano: (0001)



Planos:  $\bar{1}2\bar{1}2$  /  $\bar{1}2\bar{1}1$



Plano:  $\bar{1}101$

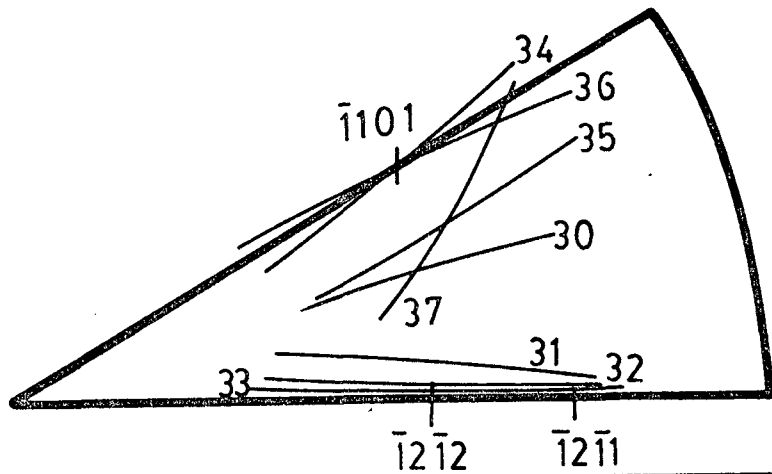


Figura 32  
Análisis de muchas superficies. Resultados de microscopía electrónica. Martensita combada.

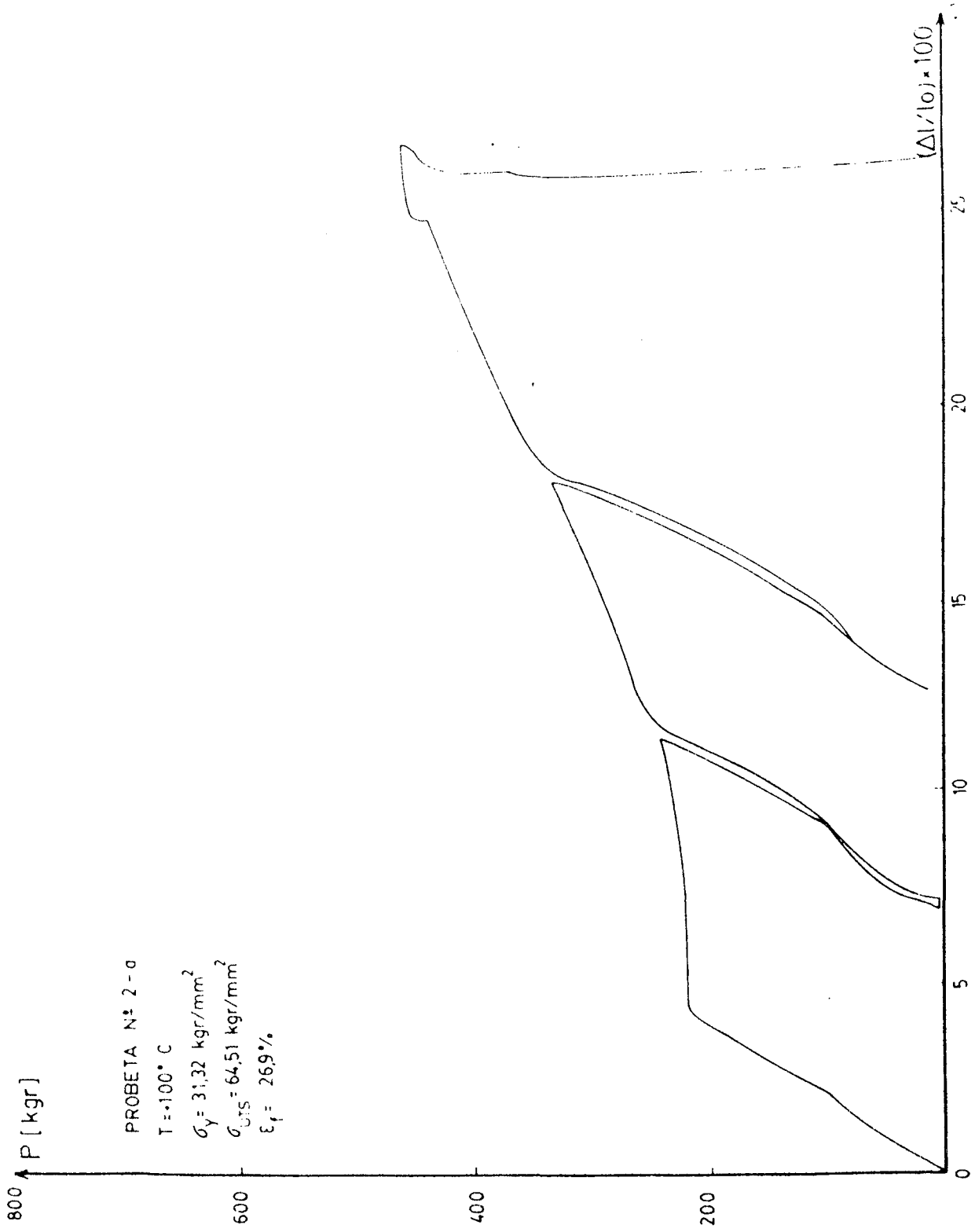


Figura 33  
 Curva de ensayo de deformación por tracción, a 100°C.

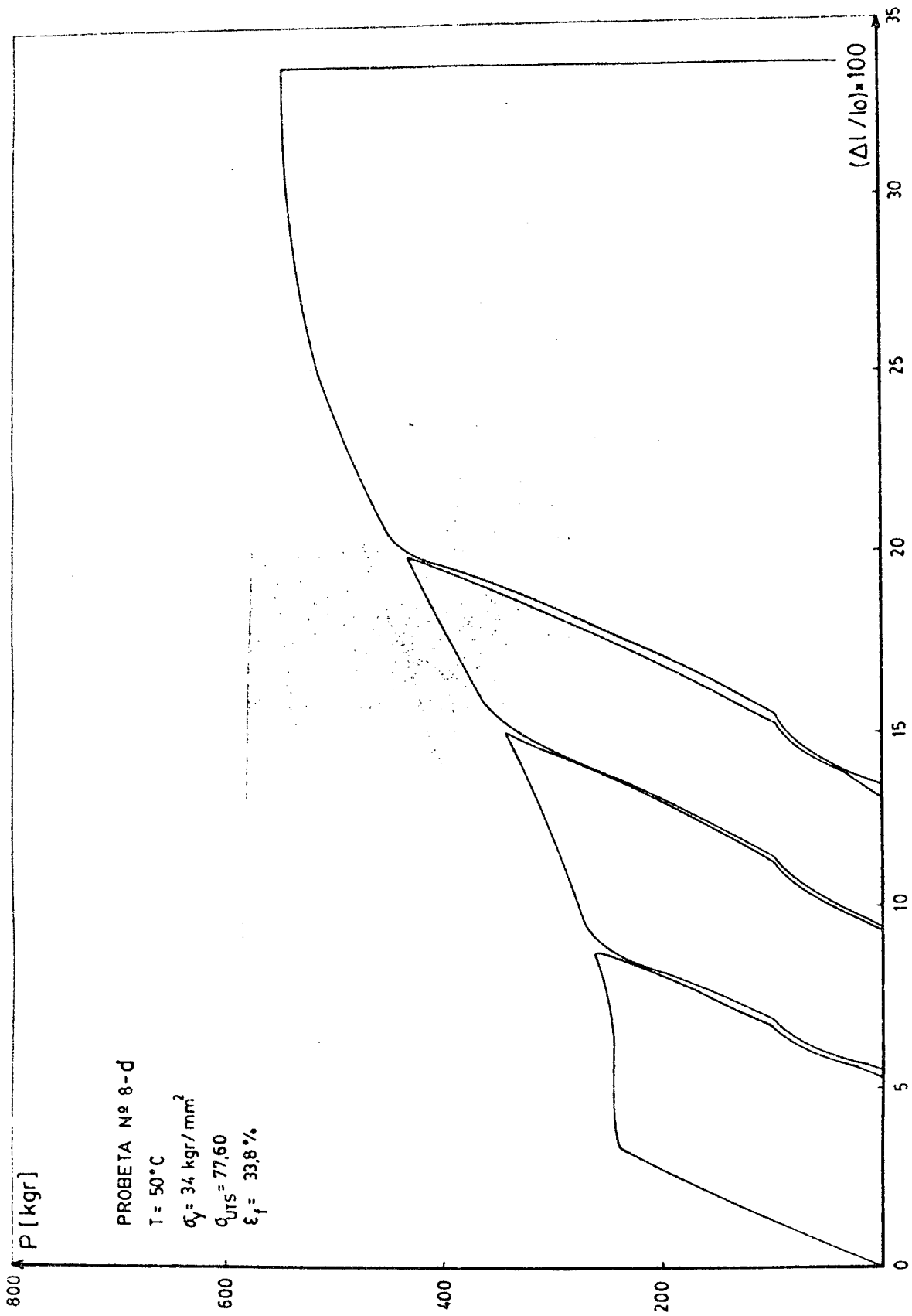


Figura 34  
 Curva de ensayo de deformación por tracción, a 50°C.

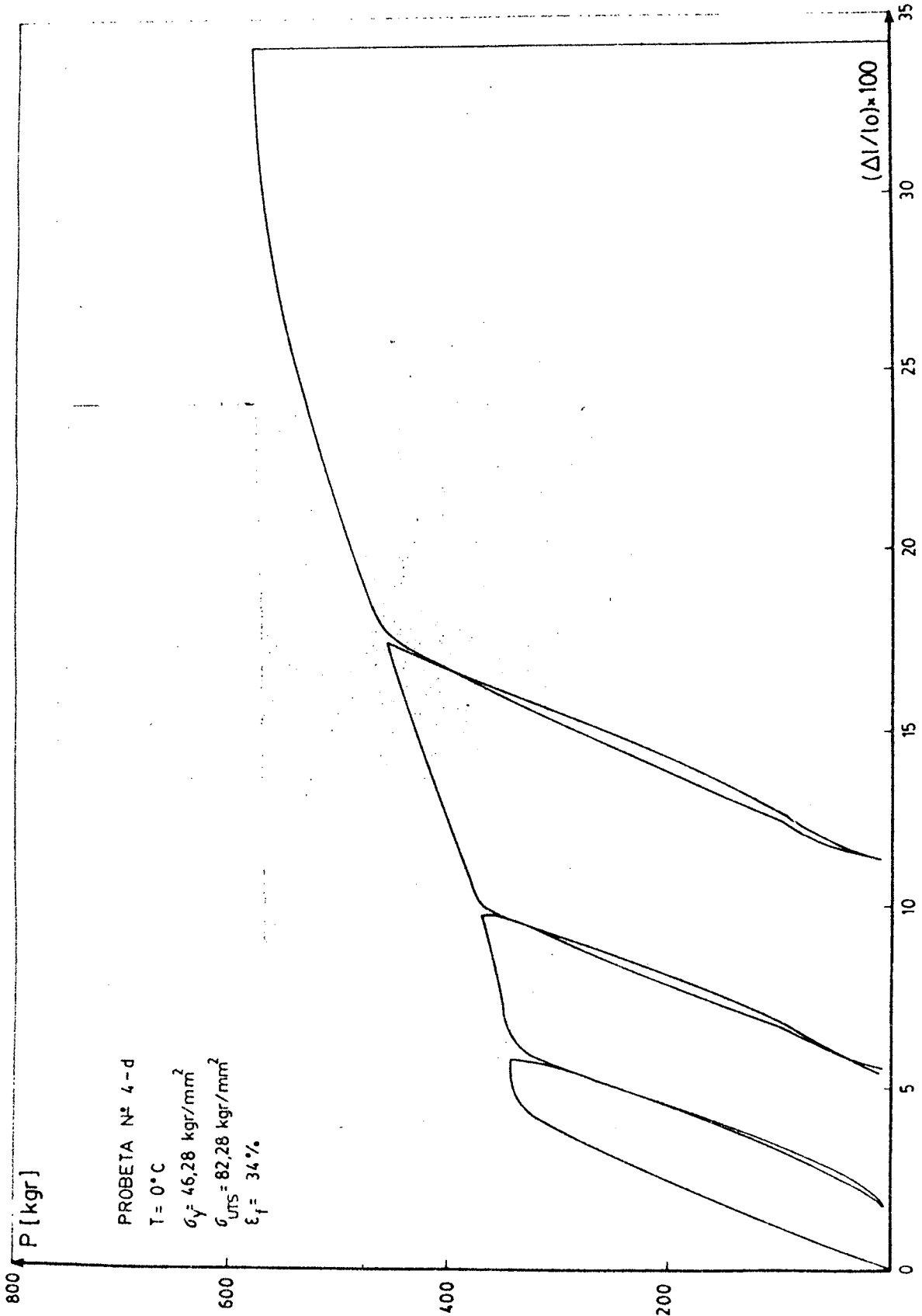


Figura 35  
 Curva de ensayo de deformación por tracción, a 0°C.

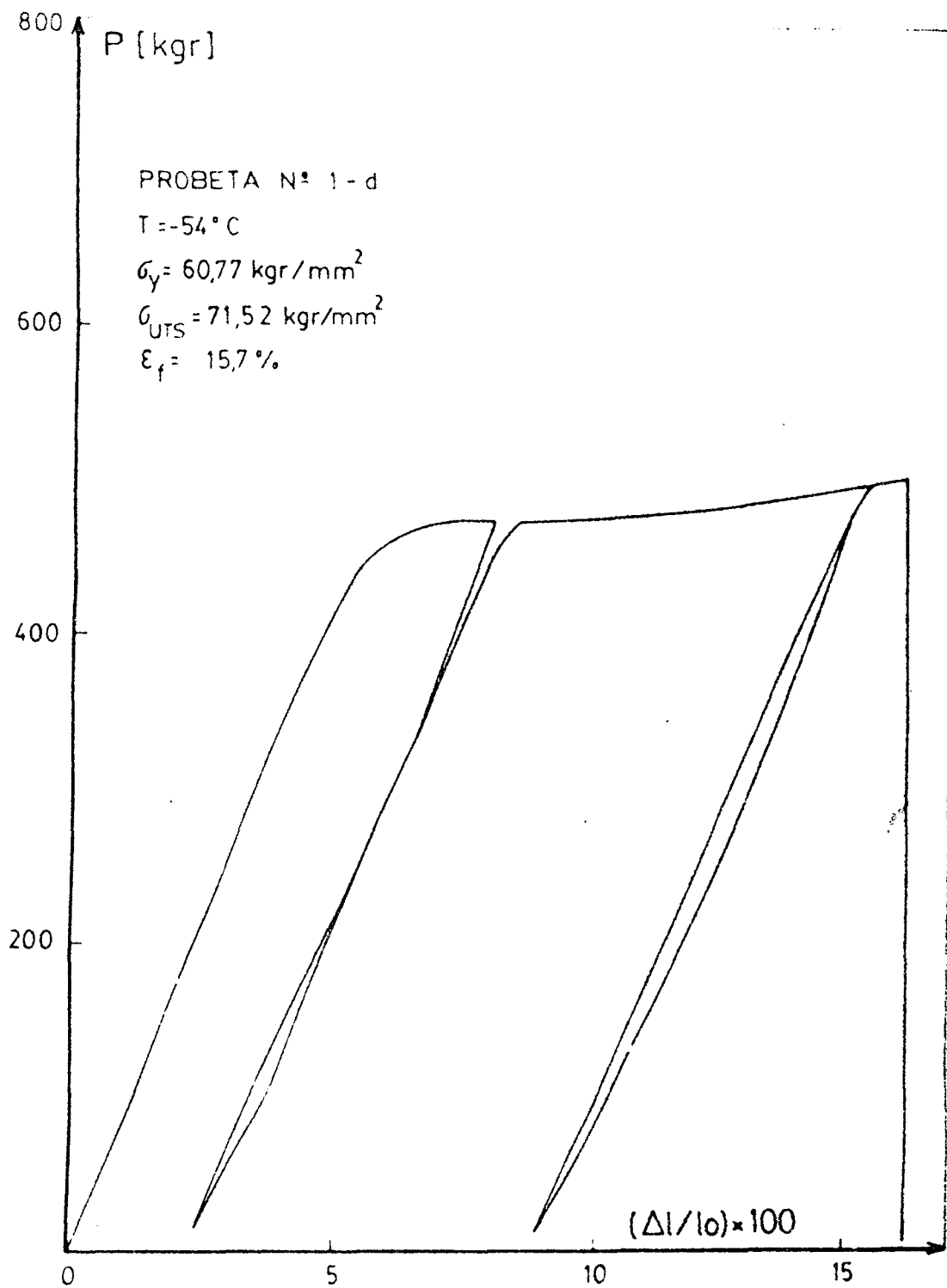


Figura 36  
 Curva de ensayo de deformación por tracción, a -54°C.

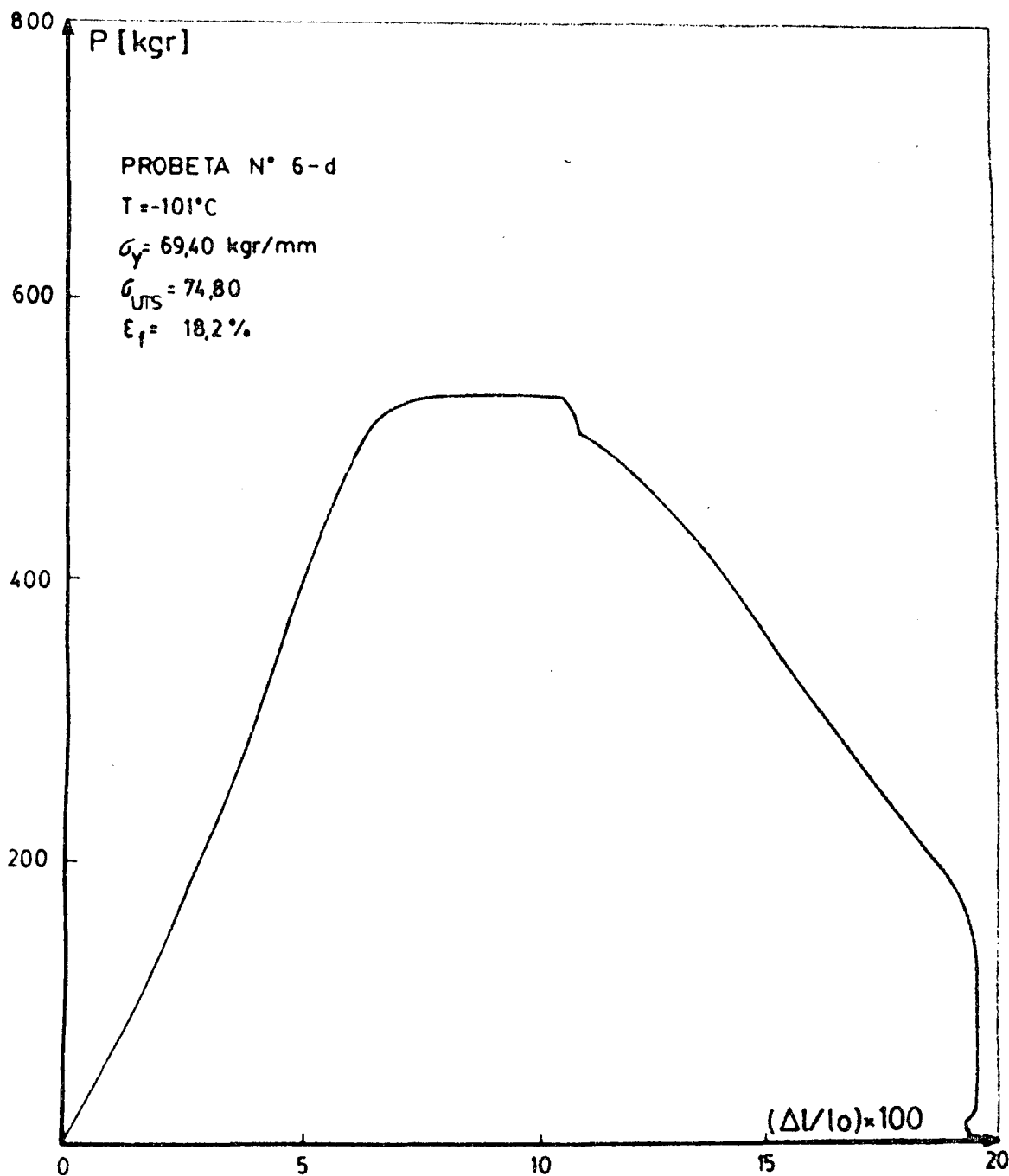


Figura 37  
Curva de ensayo de deformación por tracción, a -101°C.

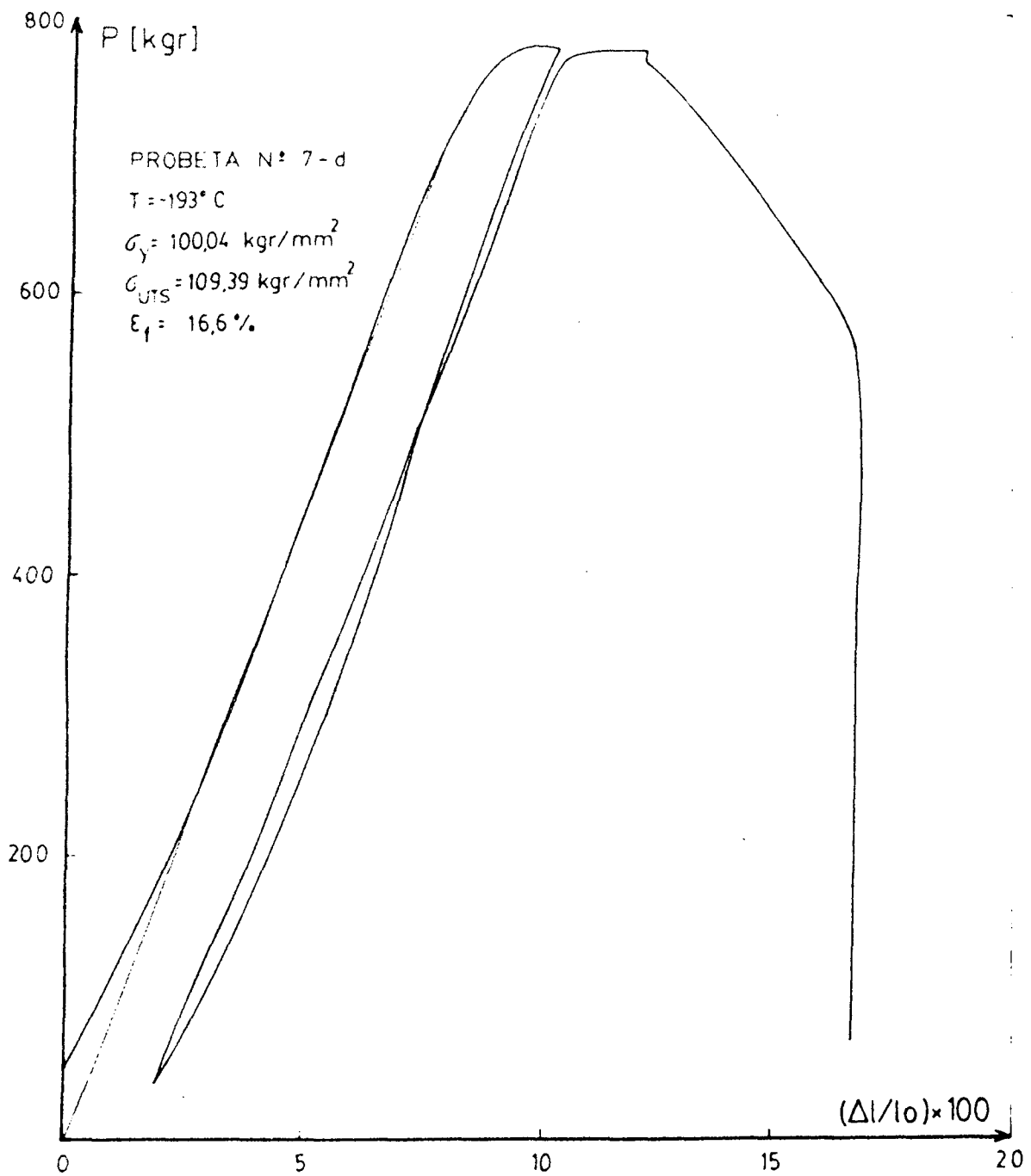
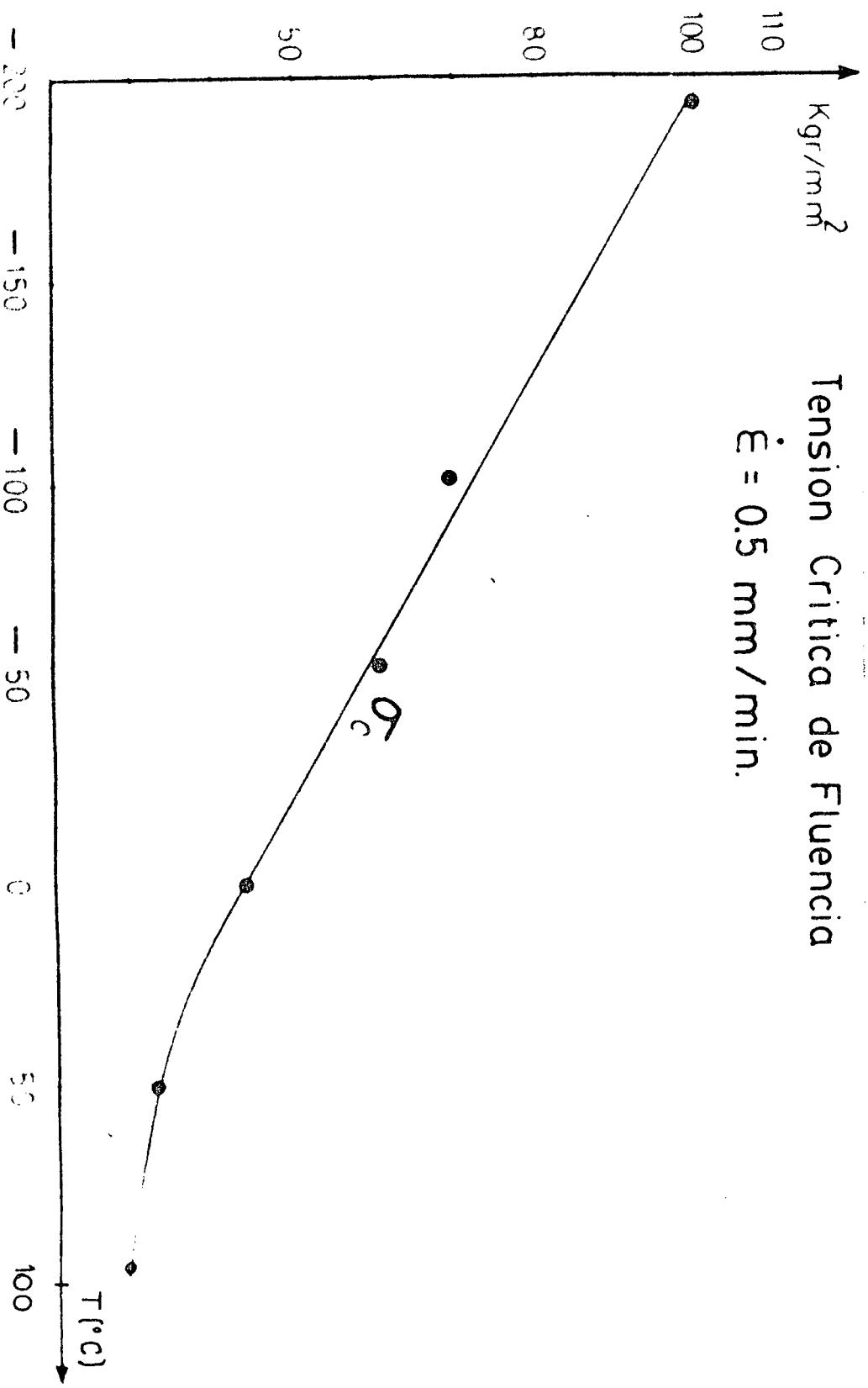


Figura 38  
Curva de ensayo de deformación por tracción, a -193°C.



Tension Critica de Fluencia  
 $\dot{\epsilon} = 0.5 \text{ mm/min.}$

Figura 39  
 Gráfico tensión crítica para comenzar la fluencia, en función de la temperatura (ensayo de tracción).

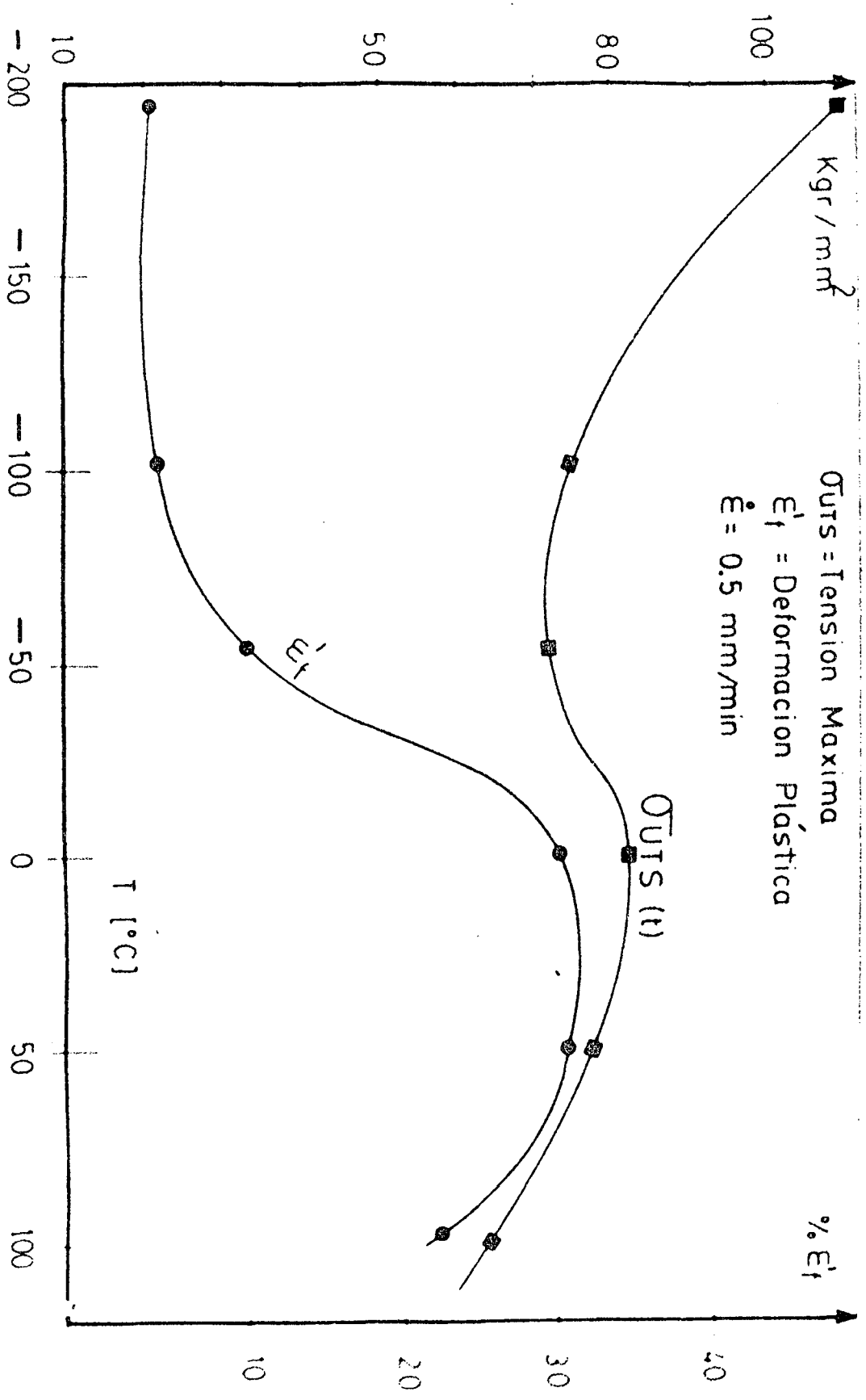


Figura 40  
 Grafico tensión máxima alcanzada y deformación plástica a rotura, en función de la temperatura (ensayo de

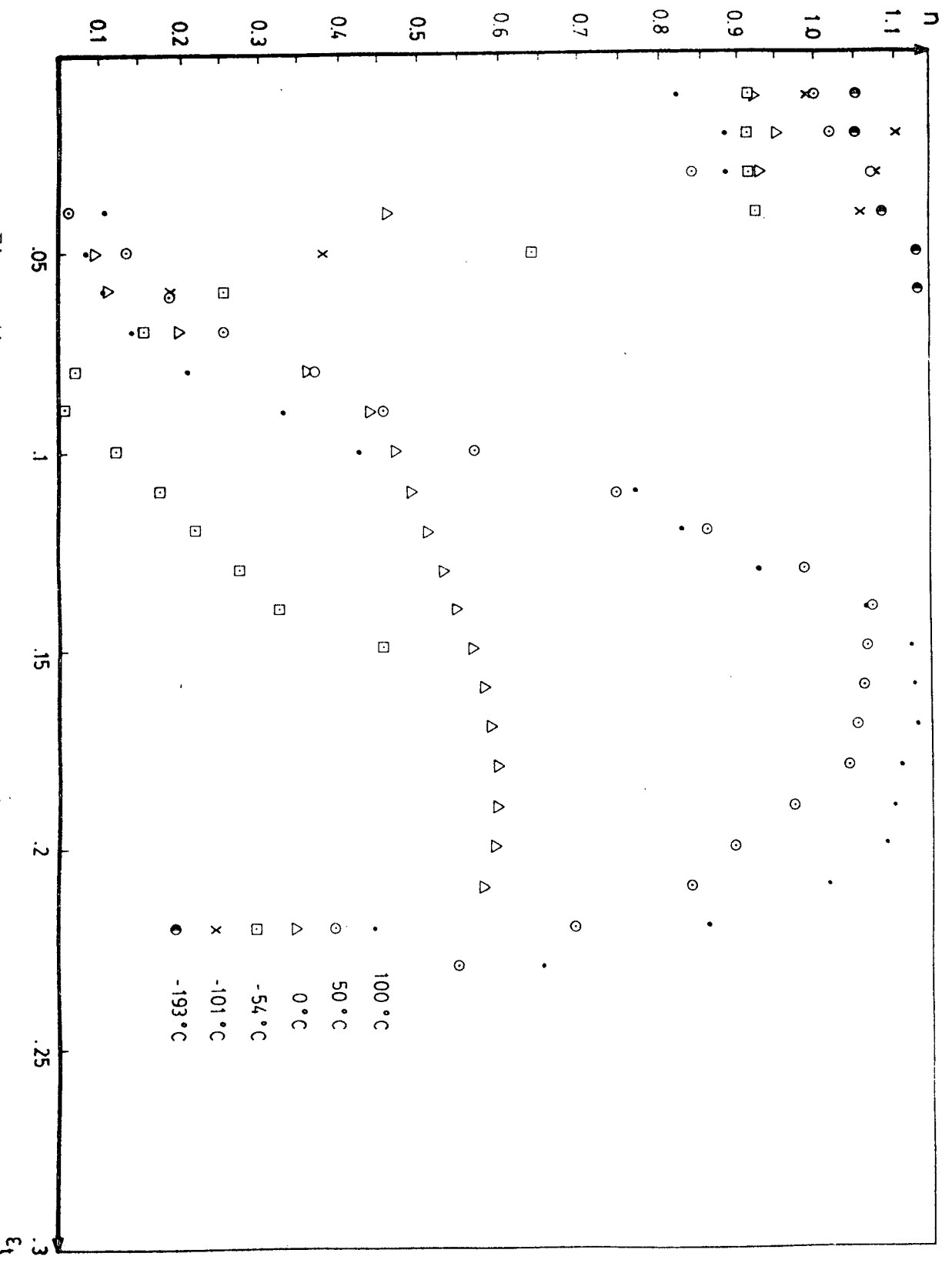


Figura 41  
 Grafico del coeficiente de endurecimiento  $\bar{n}$  versus  
 deformación plástica verdadera, para las 6 temperatu-  
 ras de ensayo por tracción.

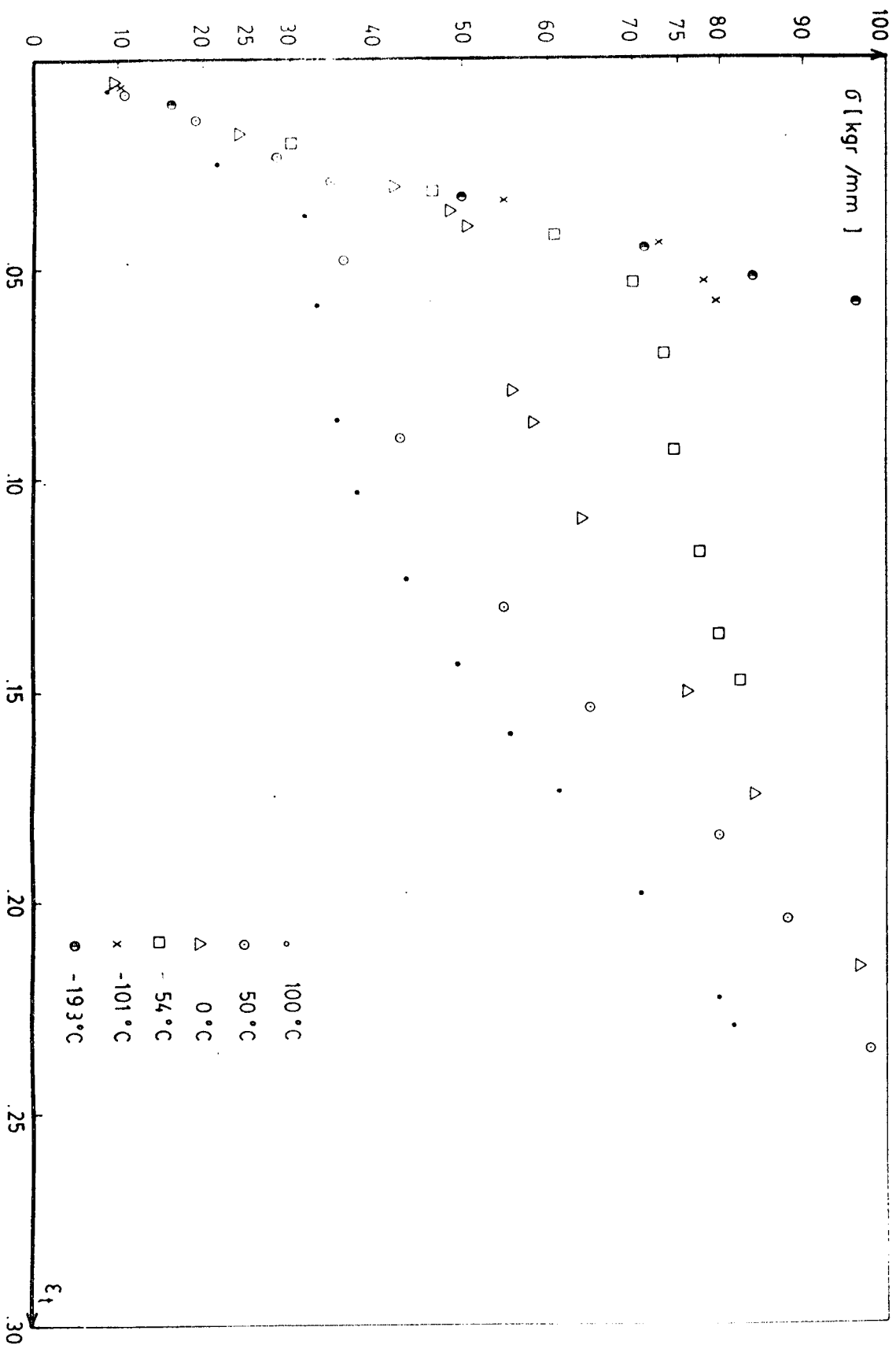
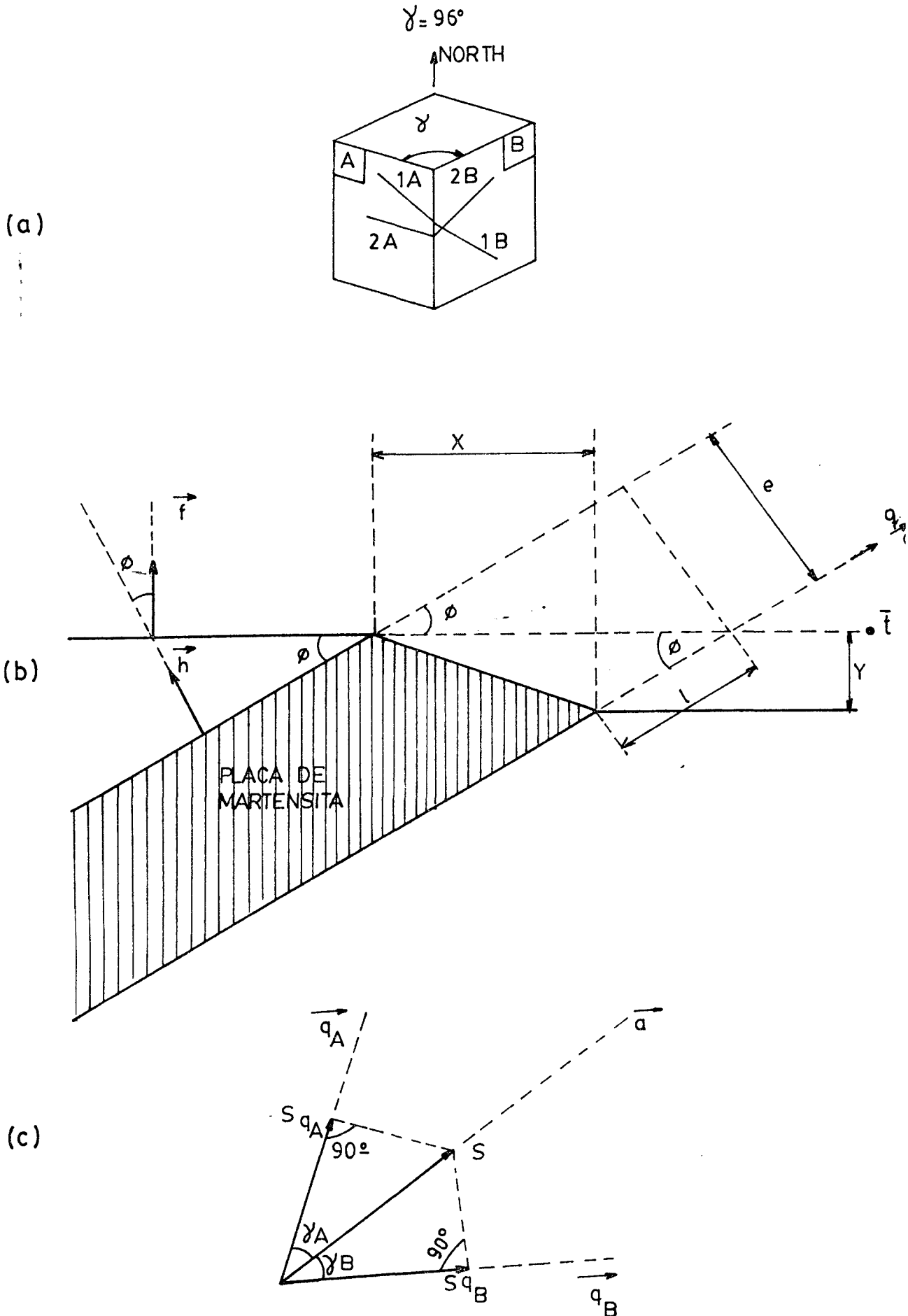


Figura 42  
 Gráfico de tensión verdadera versus deformación plástica verdadera para las 6 temperaturas de ensayo por transición.

Figura 44

Medición del deslizamiento macroscópico "S". a) Cubo mostrando las caras "A" y "B" con placas de martensita  $\alpha'_D$ . b) Esquema de relieve en la superficie, producido por una placa de martensita. c) Descomposición de "S", según una componente sobre la cara "A" ( $S_A$ ) y sobre la cara "B" ( $S_B$ ).



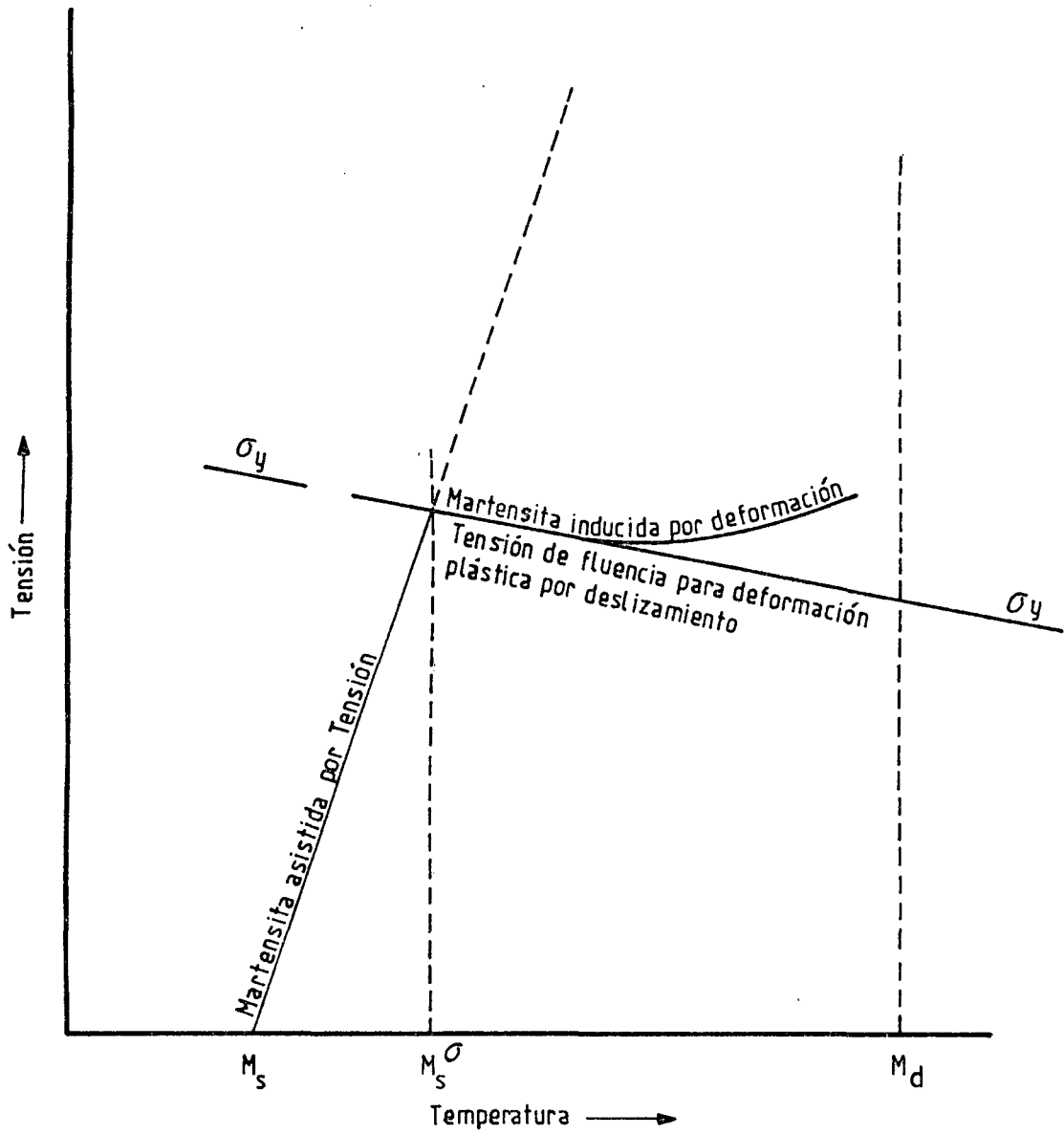


Figura 45

Representación esquemática de las relaciones entre tensión vs temperatura, para martensita asistida por tensión e inducida por deformación [720LS].

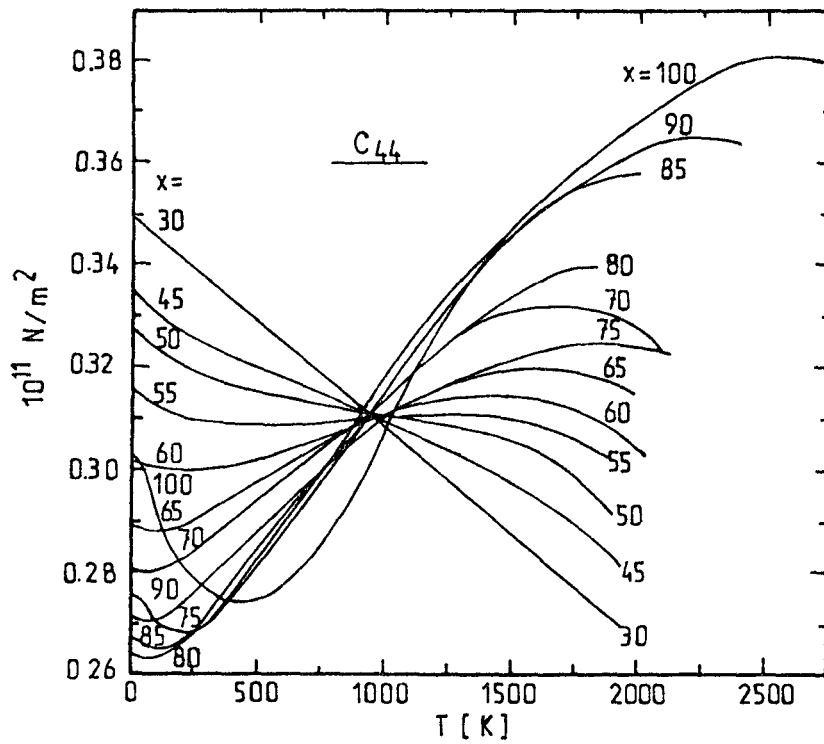
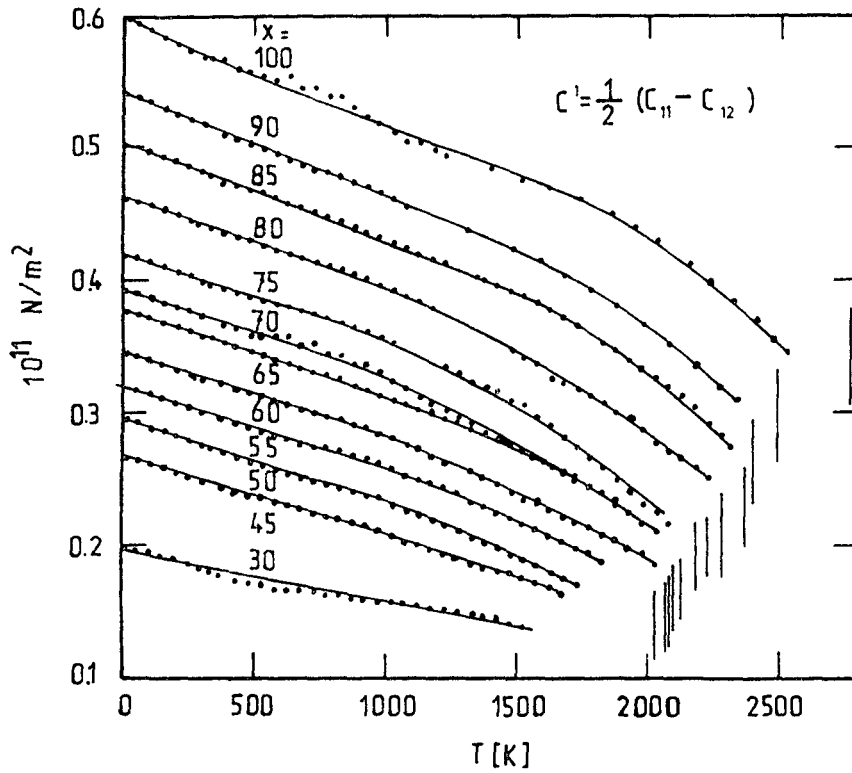
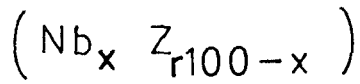


Figura 46

Variación de las constantes elásticas  $C'$ ,  $C_{44}$  en las aleaciones  $\text{Nb}_x \text{Zr}_{100-x}$  ( $30 \leq x \leq 100$ ) y rango de temperaturas entre 4 y casi temperatura de fusión [78ASH].

Figura 47

Proyecciones de átomos sobre plano basal  $\{0001\}$  y cúbico  $\{110\}$ , mostrando los desplazamientos relacionados con las relaciones de Burgers  $hcp \rightarrow bcc$  y los sistemas de deformación correspondientes [64FIS].

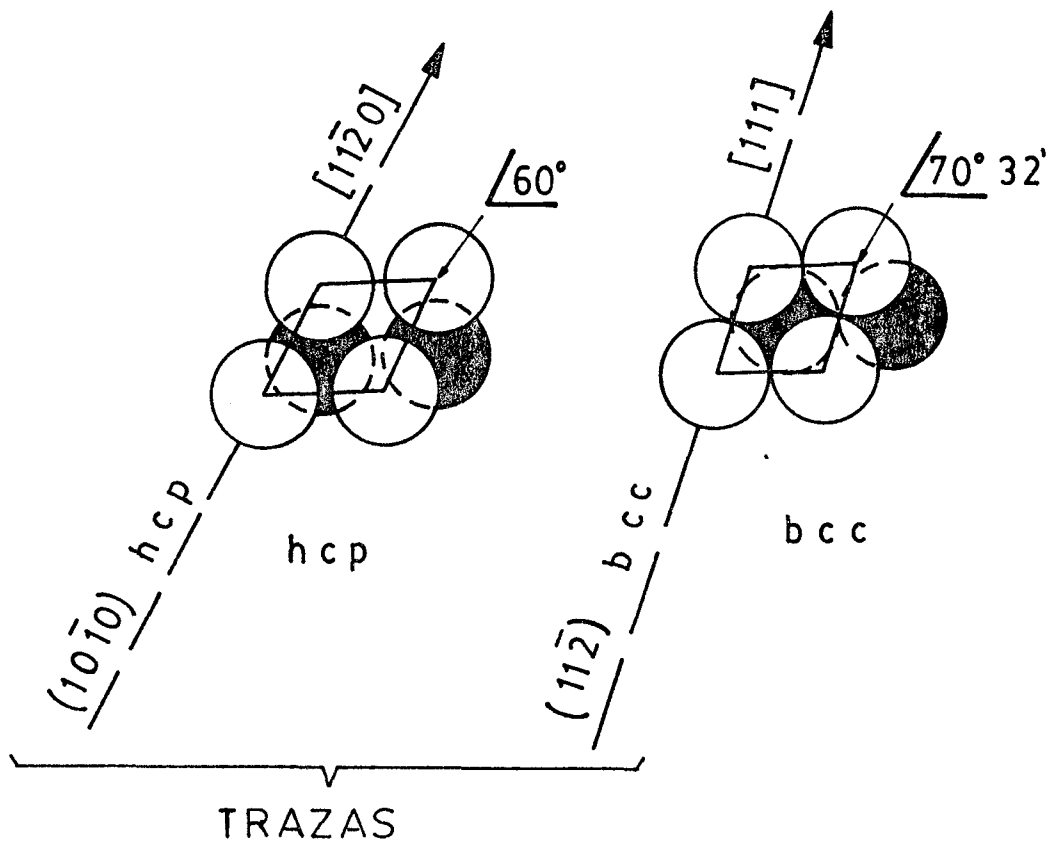


Figura 48

Variación con la temperatura de la relación de anisotropía en metales hexagonales  $A = c_{44}/c_{66}$  [67FIS].

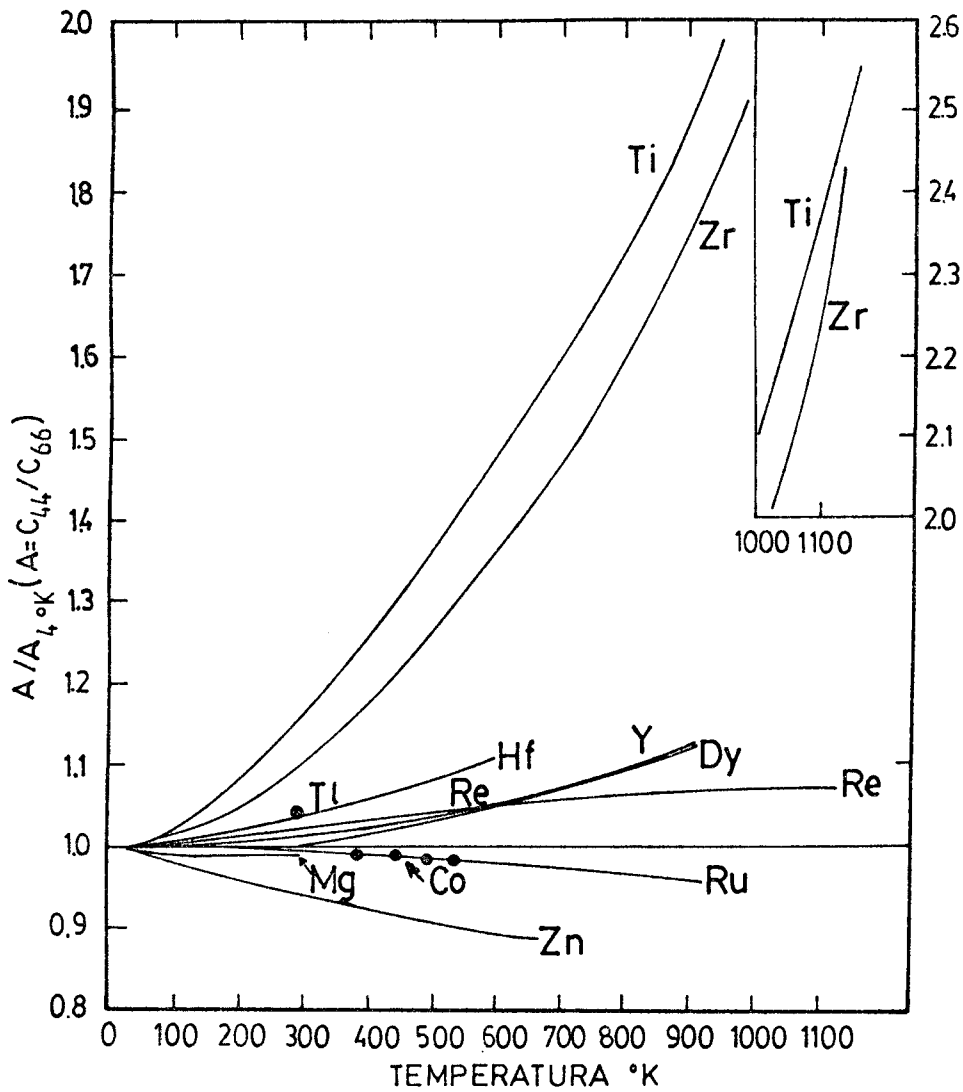


Figura 49

Variación de las constantes elásticas  $c_{11}$ ,  $c_{33}$ ,  $c_{44}$ ,  $c_{66}$ ,  $c_{12}$ ,  $c_{13}$ ,  $\rho V_{QL}^2$  y compresibilidad en Zirconio puro. Rango de temperaturas entre 4°K y 1155°K [64FIS].

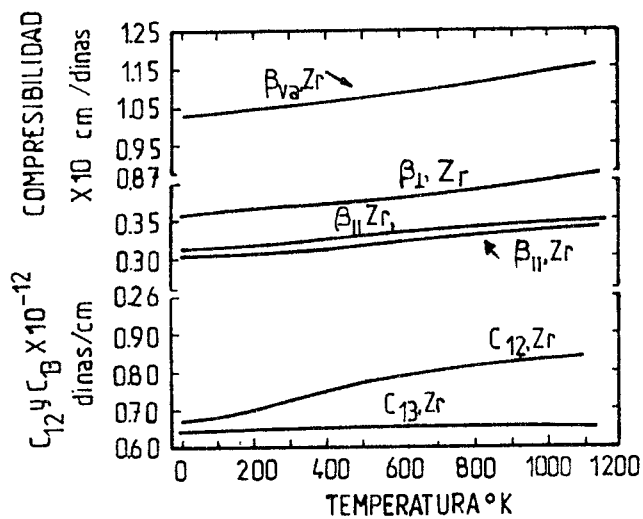
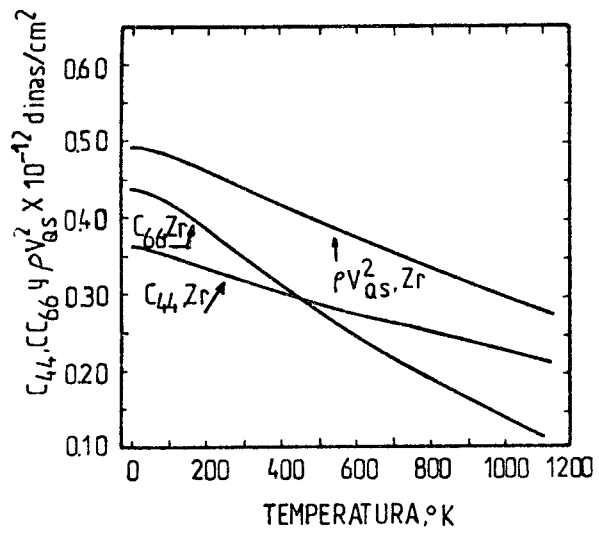
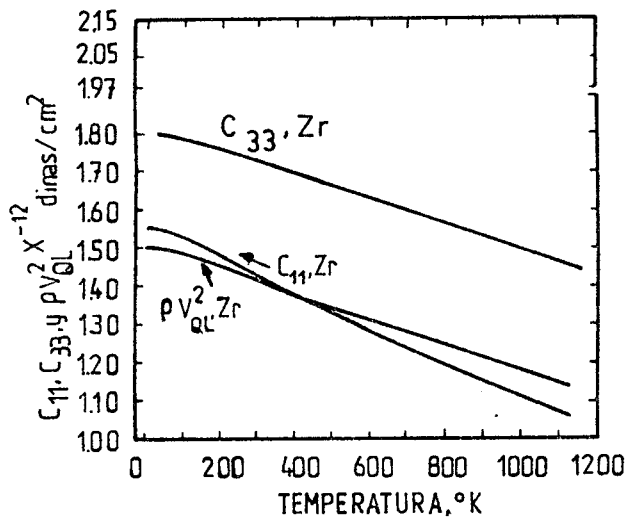


Figura 50

Sistema de deformación de red invariante. Dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ . Plano entre el basal y prismático de primer orden.

### CALCULO CON DISLOCACIONES TIPO $\langle a \rangle$

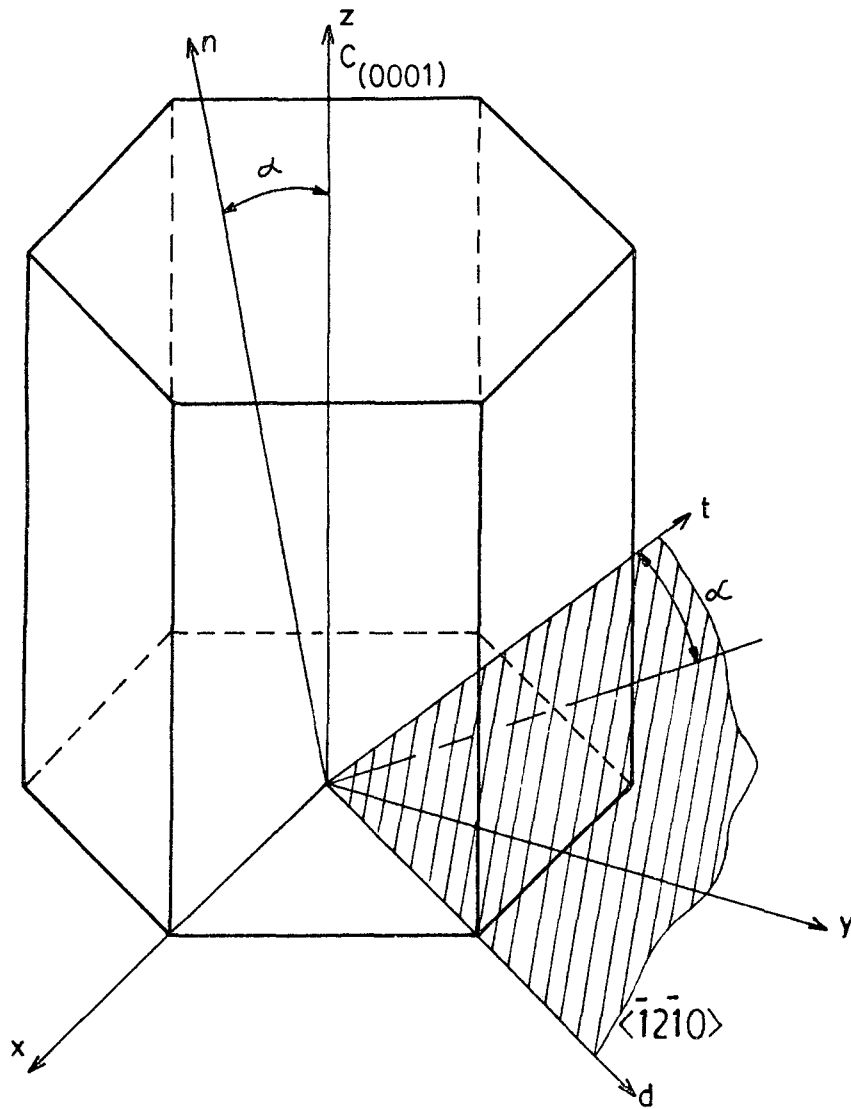
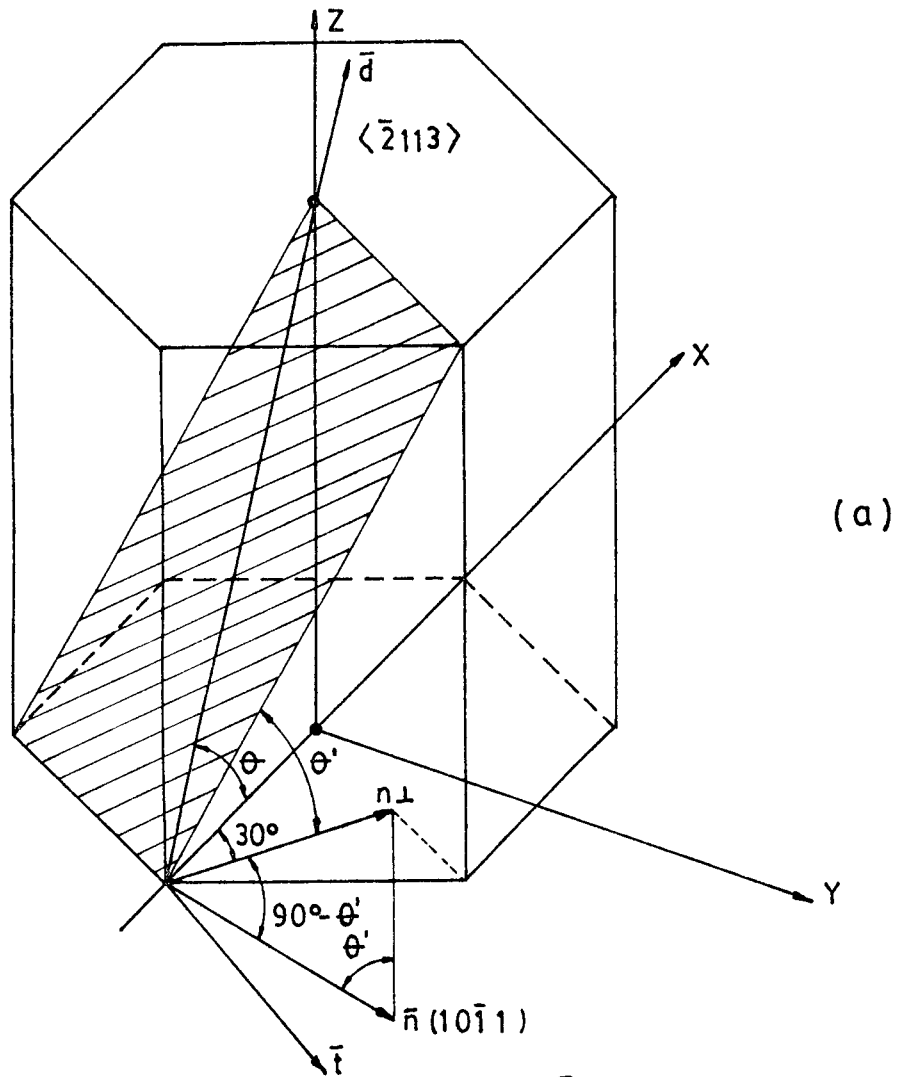
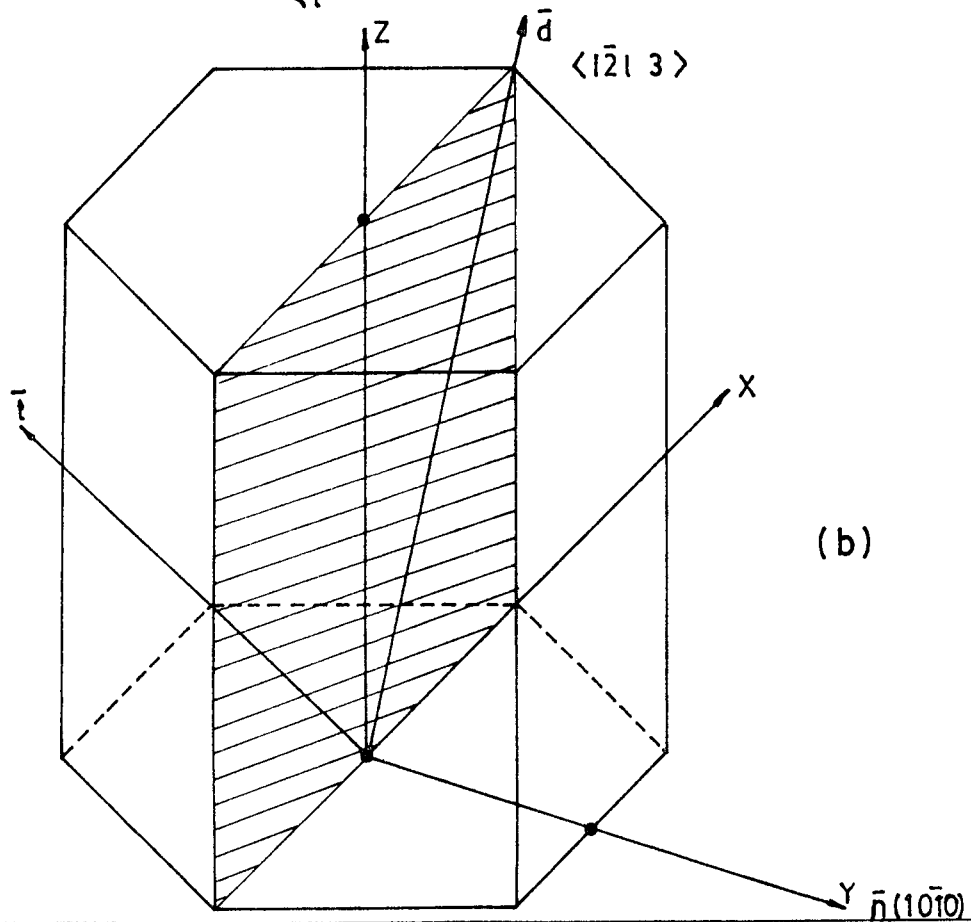


Figura 51  
 Sistema de deformación de red invariante. Dislocaciones tipo  $\langle c+a \rangle$ . a) Plano  $\{10\bar{1}1\}$ ; b) Plano  $\{10\bar{1}0\}$ .

CALCULO CON DISLOCACIONES  $\langle c+a \rangle$



(a)

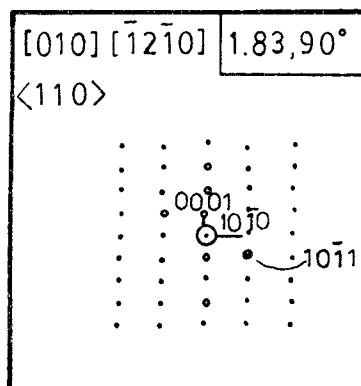
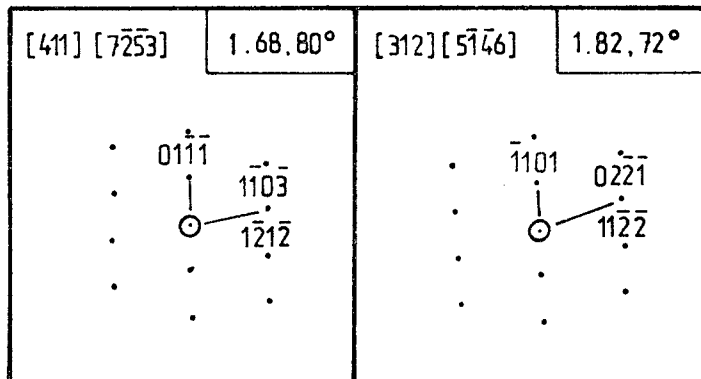
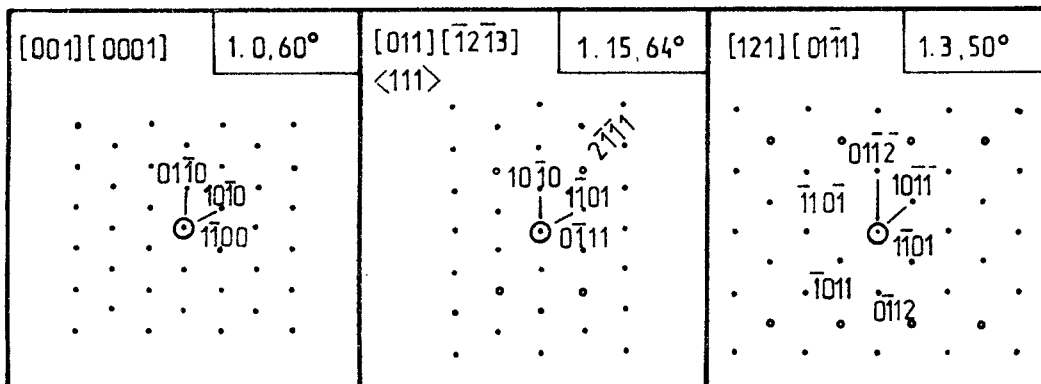


(b)

Figura 52

Diagramas de difracción de electrones, en cristales de  $\alpha$ -zirconio [72CAR].

DIAGRAMAS DE DIFRACCION DE ELECTRONES PARA  $\alpha$ -Zr

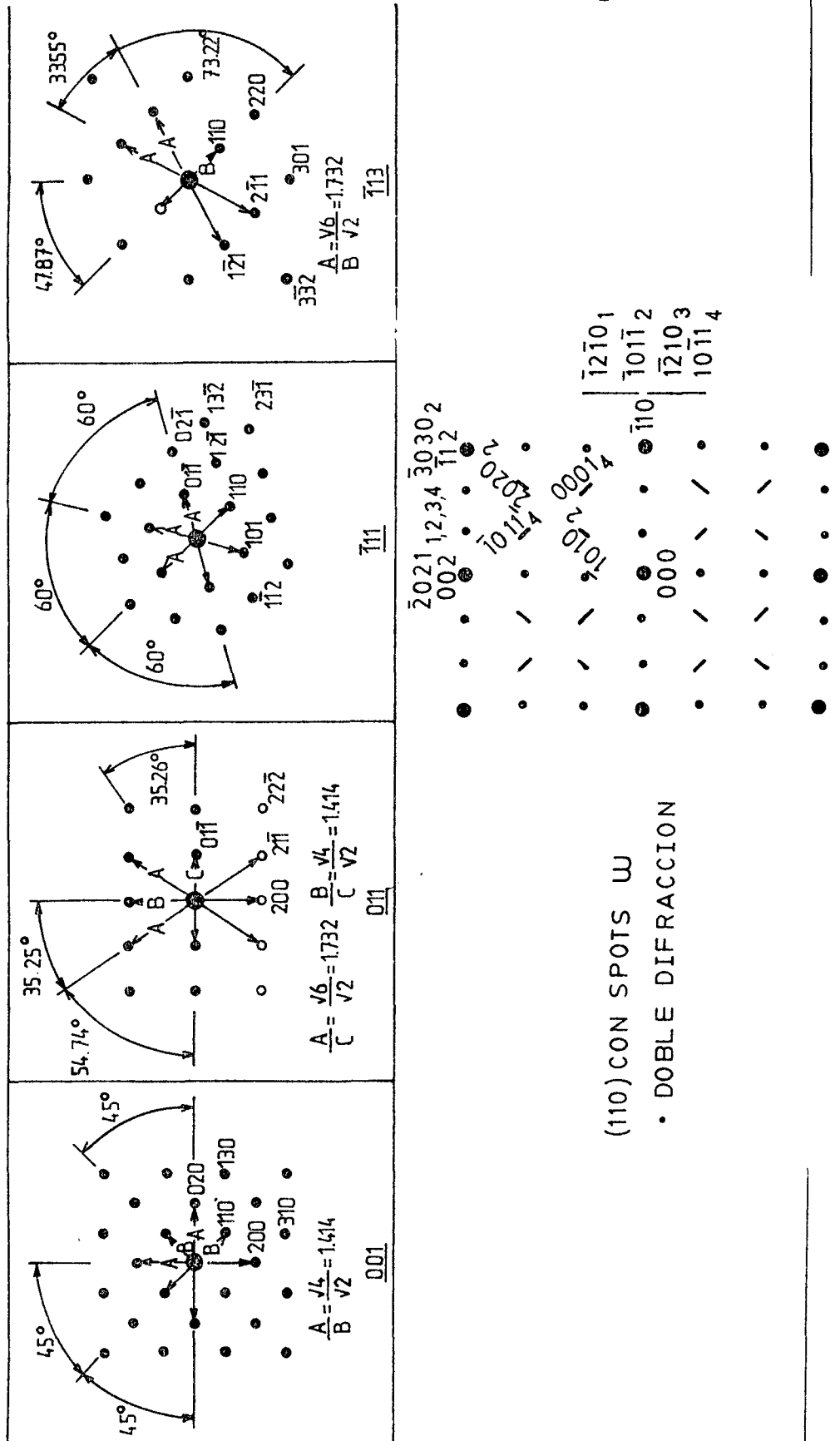


•doble difracción

DIAGRAMAS DE DIFRACCION  
ESTRUCTURA BCC

Figura 53

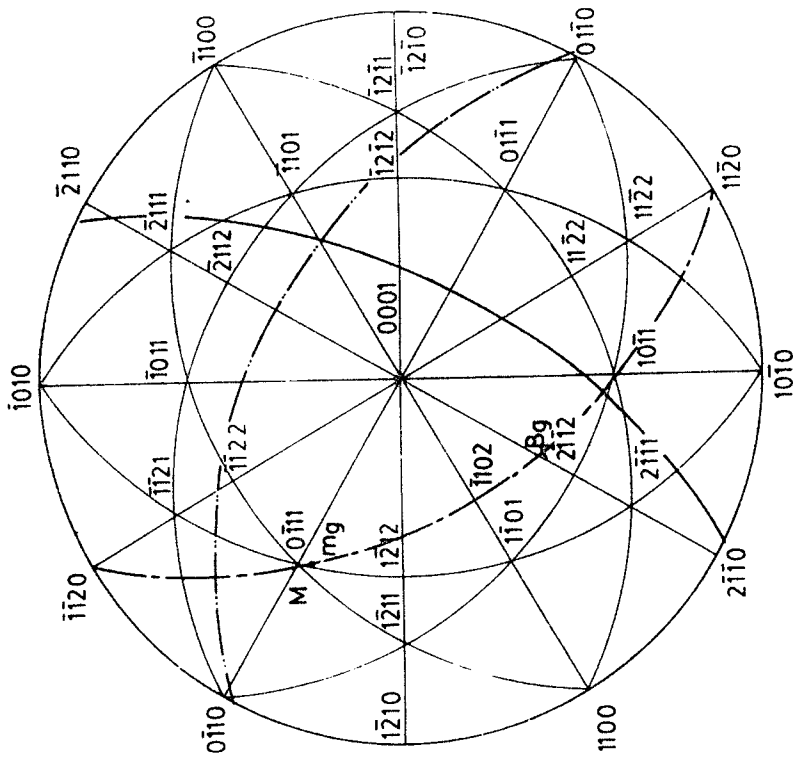
Diagrama de difracción de electrones, en cristales cúbicos bcc [71AND] [72SAS].



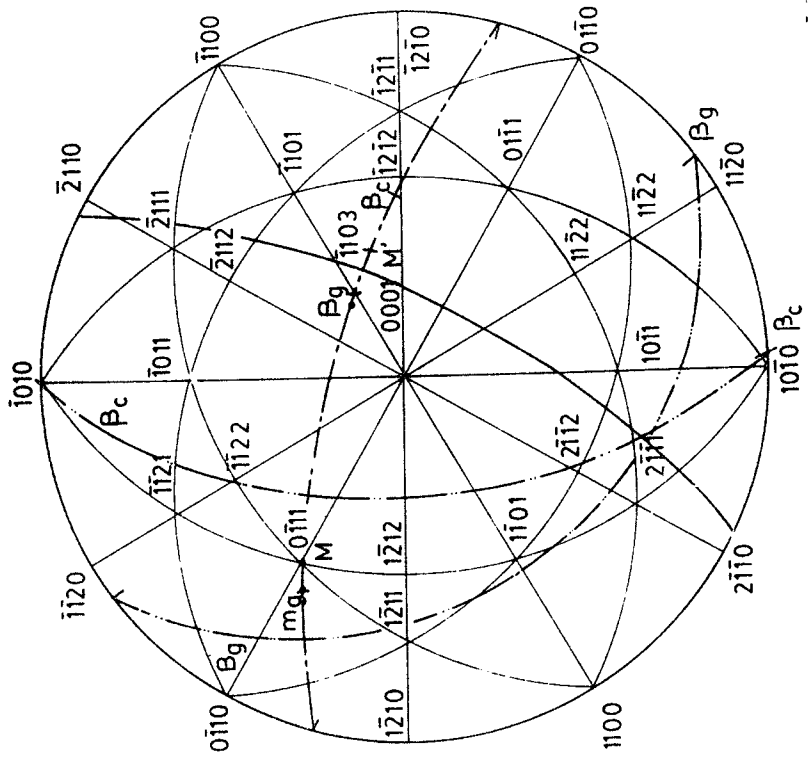






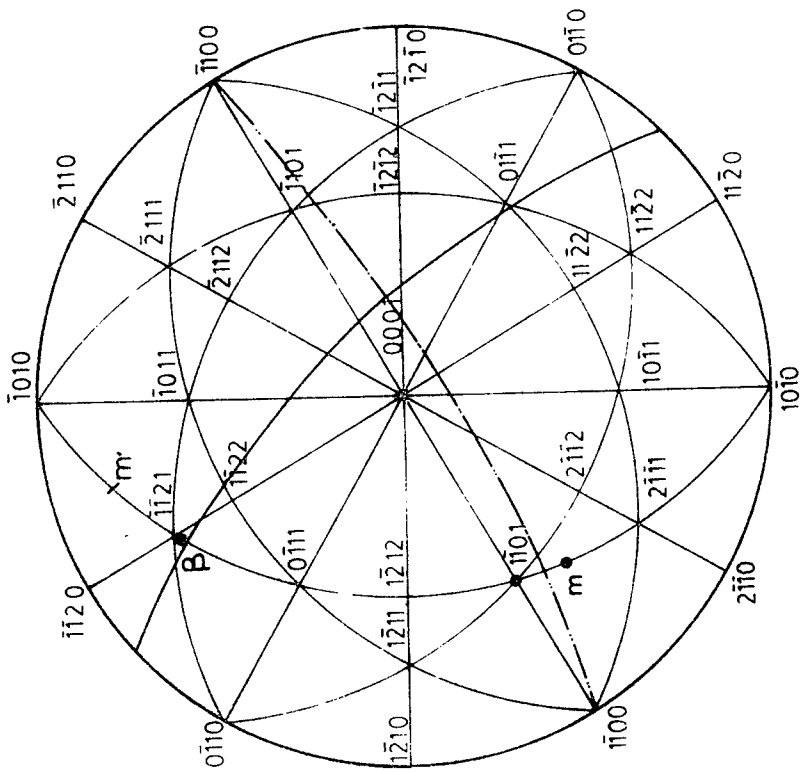


PROYECCION N°9  
 MUESTRA 17.1.3  
 FOTO 29 E.Z. = (1101) - PLACA B  
 ANGULO (0111) -  $M_g$  = 5° HACIA 1102  
 ANGULO (0111) - BETA = 75° HACIA 1102

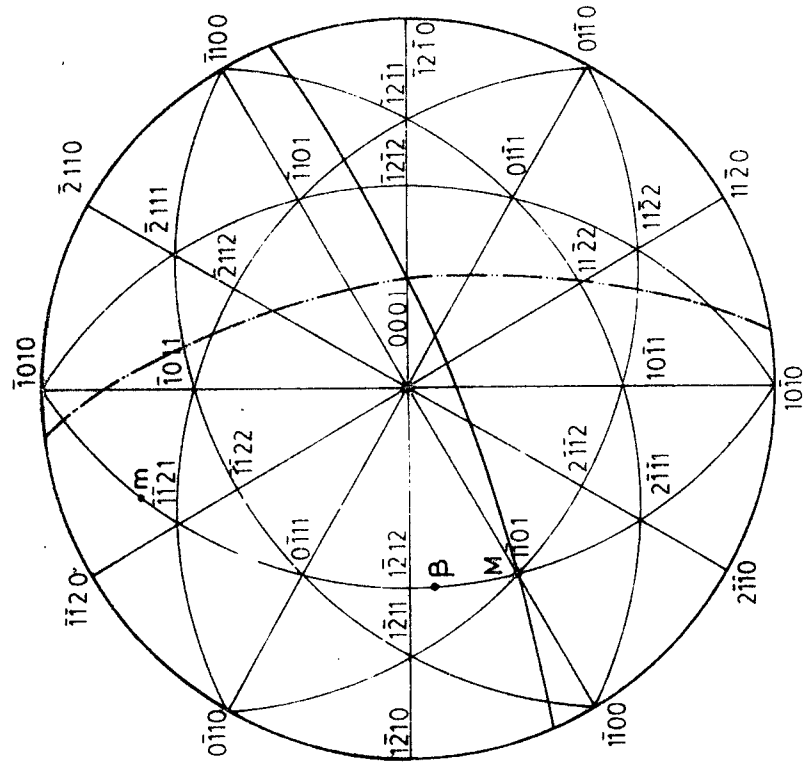


PROYECCION N°7  
 MUESTRA 17.1.3  
 FOTO 1246 E.Z. = (7253)  
 ANGULO (0111) -  $M_g$  = 5° HACIA 1212  
 ANGULO (0111) - BETA<sub>Mg</sub> = 74° HACIA 1103



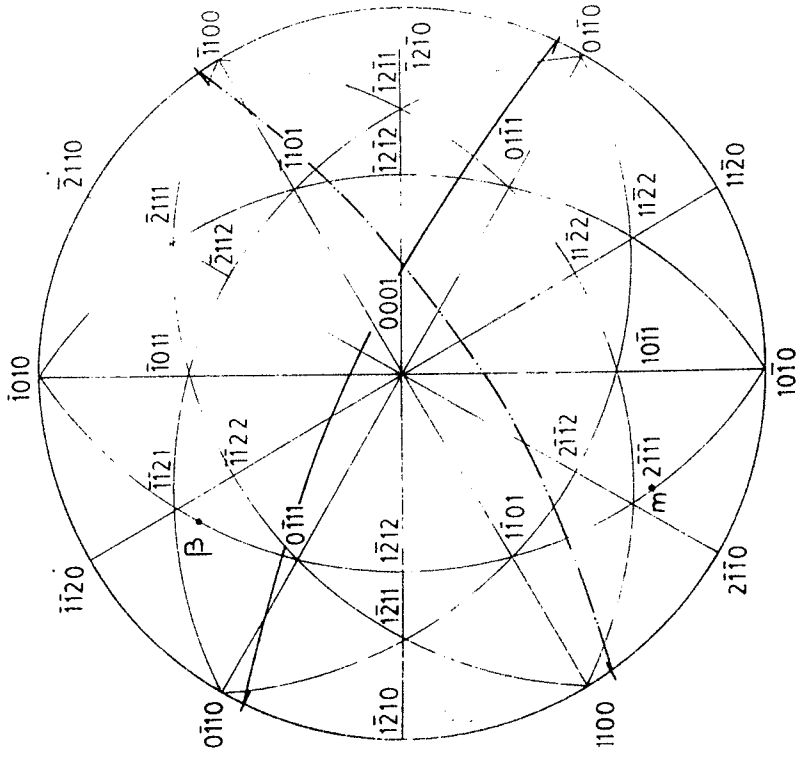


PROYECCION N° 12  
 MUESTRA 23.2.3  
 FOTO 20 E.Z. = (1213)  
 ANGULO (1101) - M = 12°  
 ANGULO (1101) - BETA = 81°  
 ANGULO M - M = 70°



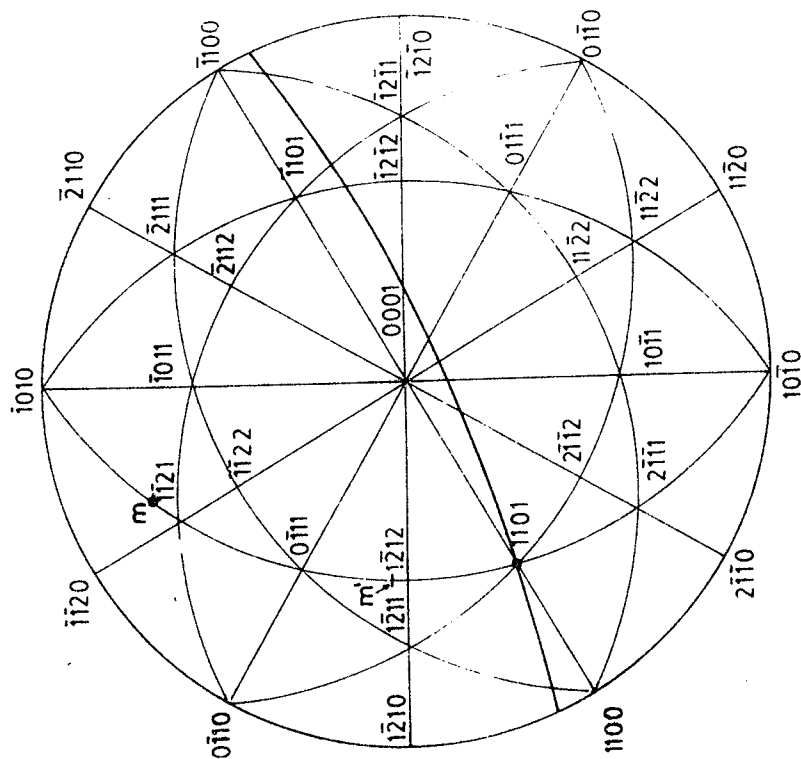
PROYECCION N° 13  
 MUESTRA 23.2.4  
 FOTO 15 E.Z. = (1213)  
 ANGULO (1011) - M = 90°  
 ANGULO (1011) - BETA = 20°





ANGULO  $(1010) - m = 30^\circ$   
 ANGULO  $(1010) - \beta = 40^\circ$

PROYECCION N° 20  
 MUESTRA 23.2.2  
 FOTO 22 F. Z. =  $(1213)$



ANGULO  $m - (1101) = 90^\circ$   
 ANGULO  $m - n = 60^\circ$

PROYECCION N° 1E  
 MUESTRA 23.2.4  
 FOTO 18 E. Z. =  $(1213)$

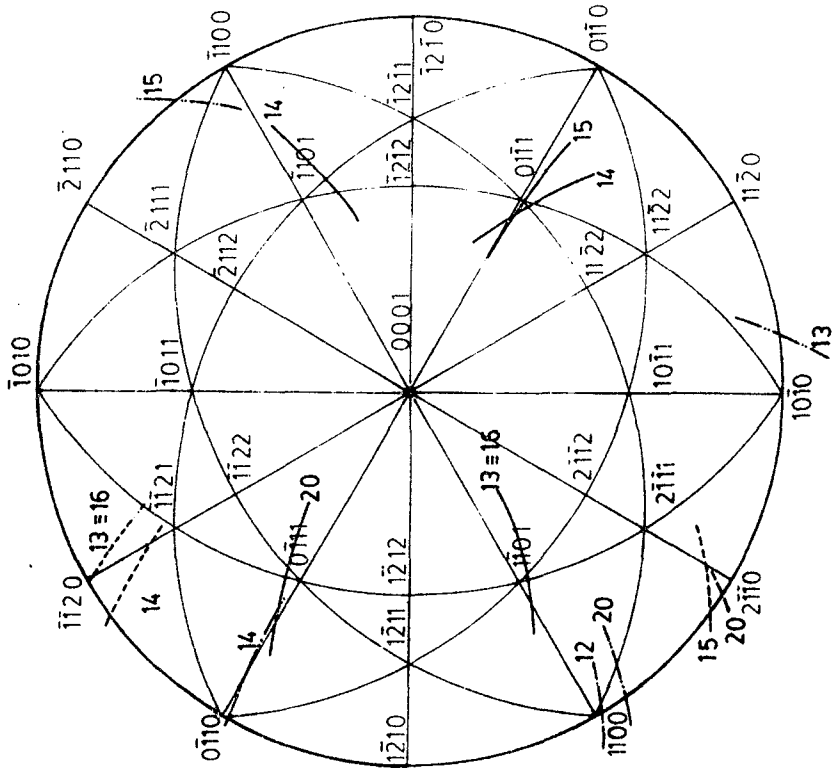




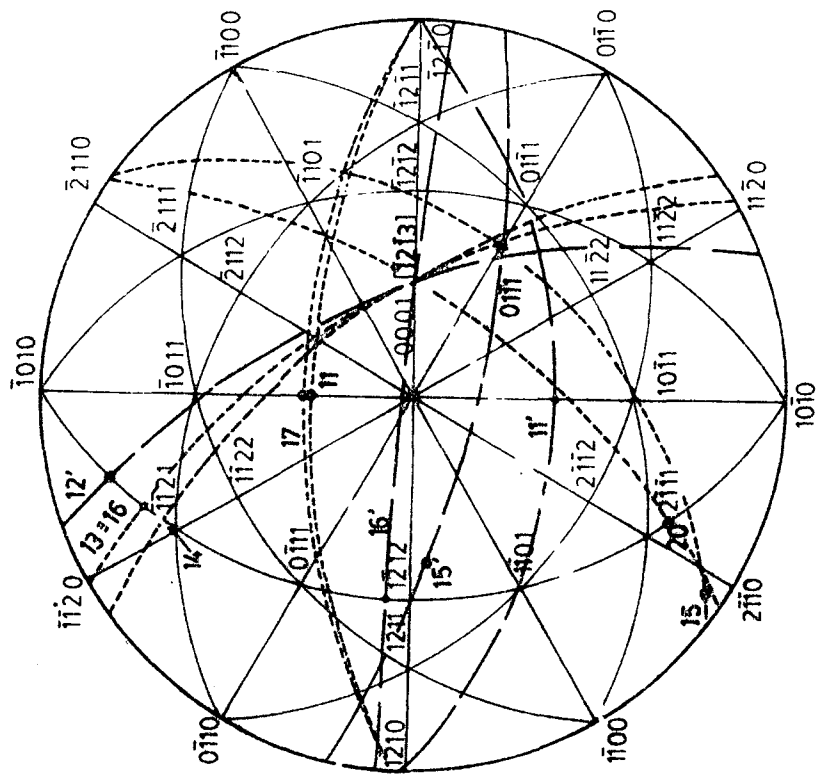




MARTENSITA DEFORMADA

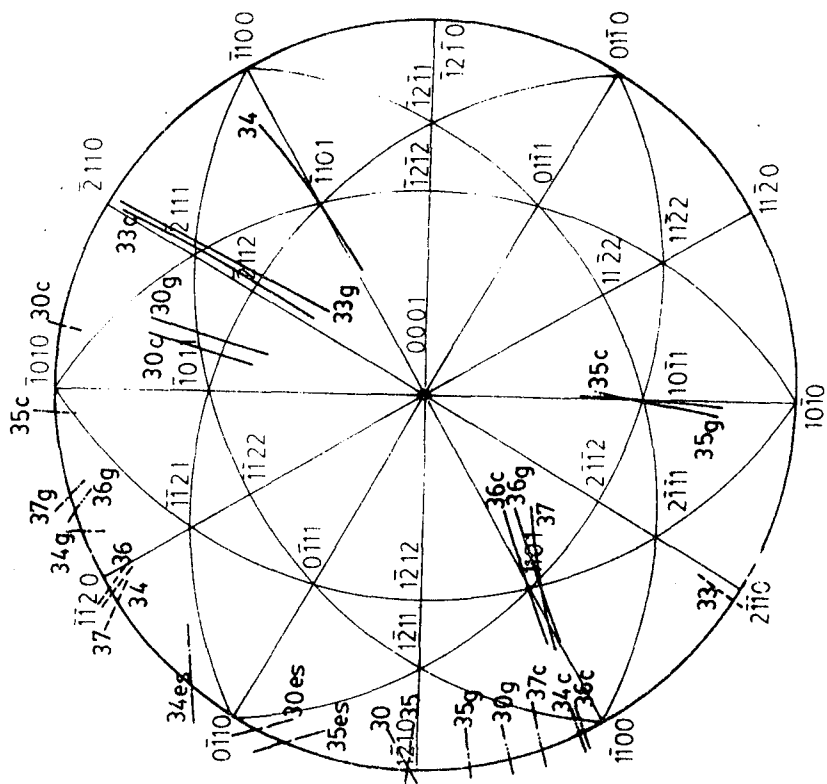


PROYECCION N°43  
RESUMEN POSIBLES POLOS PLANOS DE HABITO. POSIBLES POLOS PLANO SUBSTRUCTURA FINA.  
POSIBLES POLOS DIRECCIONES SUBSTRUCTURA FINA

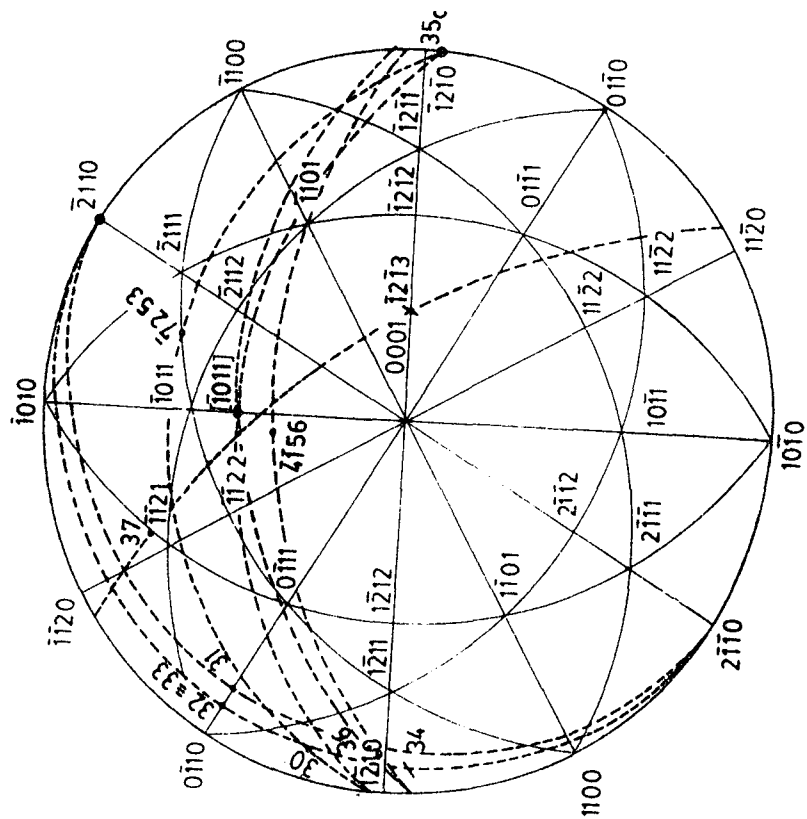


PROYECCION N°42  
MARTENSITA INDUCIDA POR DEFORMACION  
RESUMEN POSIBLES POLOS DIRECCIONES SUBSTRUCTURA FINA (PPDSF)  
SEGUNDA VARIANTE DE TRAZAS 11' - 12' - 15' - 16'

MARTENSIITA COMBADA



PROYECCION N° 45  
 RESUMEN POSIBLES POLOS PLANOS DE HABITO, POSIBLES POLOS PLANO SUBSTRUCTURA FINA.  
 POSIBLES POLOS DIRECCIONES SUBSTRUCTURA FINA.

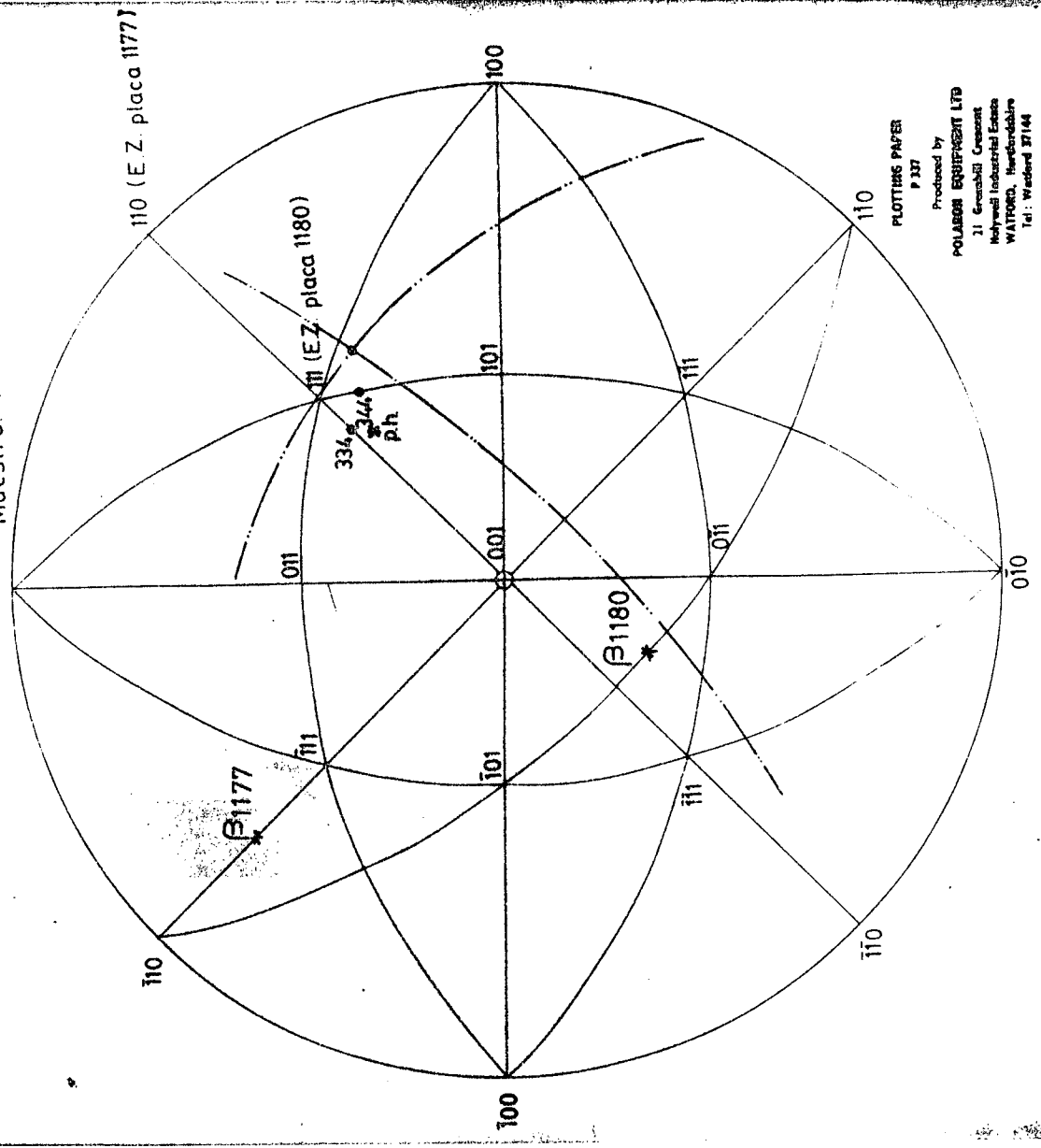


PROYECCION N° 44  
 MARTENSIITA COMBADA  
 RESUMEN POSIBLES POLOS DIRECCIONES SUBSTRUCTURA FINA (PPDSF)





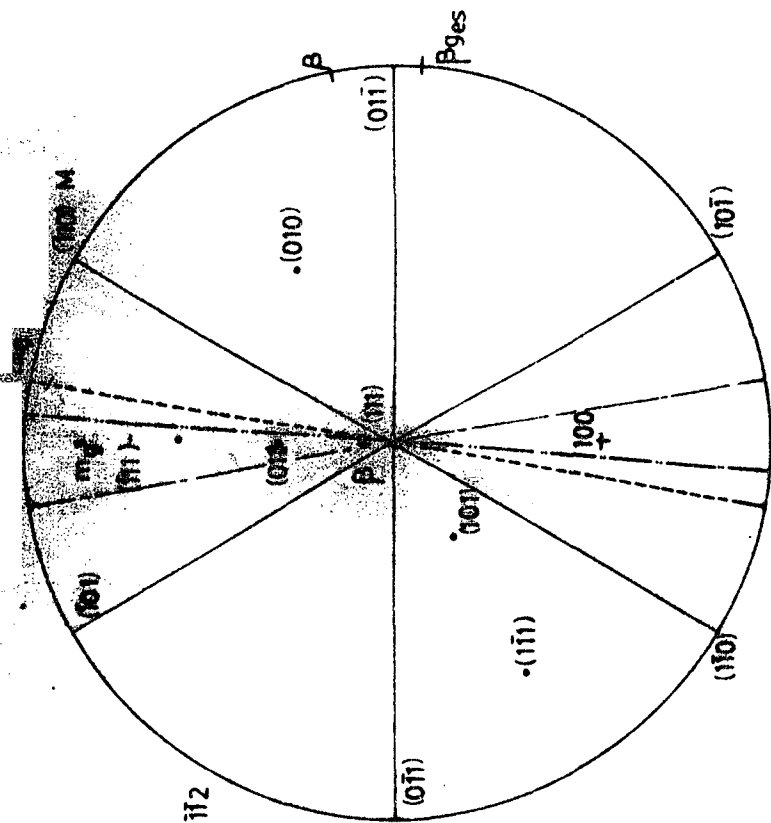
PROYECCION Nº 48  
 Muestra: 17.1.1.— Fotos 1177 — 1180



Produced by  
 PLOTTING PAPER  
 P 337  
 Produced by  
 POLARON EQUIPMENT LTD  
 21 Greenhill Crescent  
 Wywell Industrial Estate  
 WATFORD, Herts WD14 4JH  
 Tel: Watford 37144

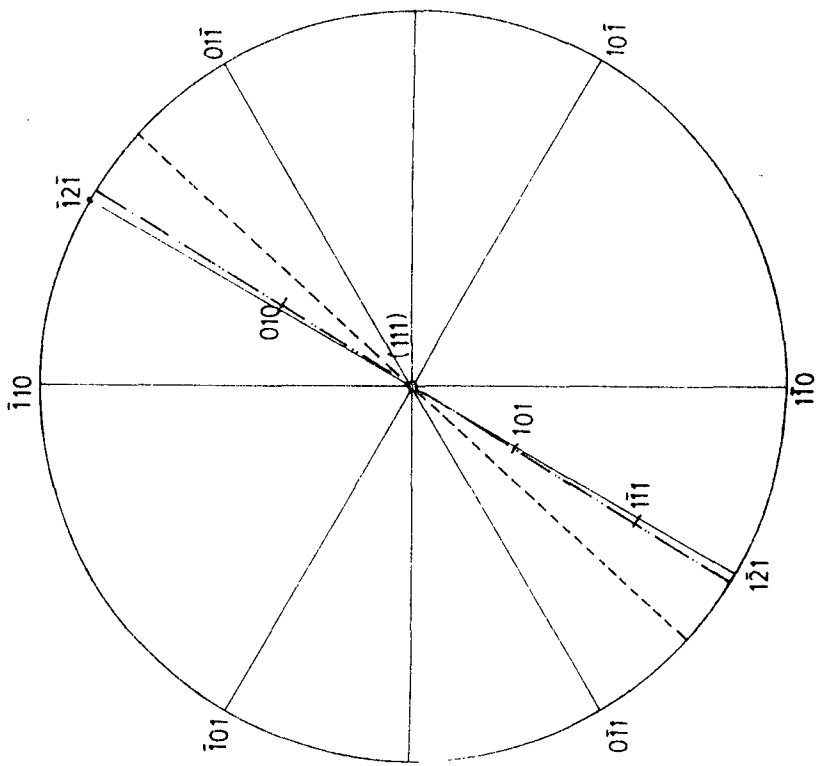
PARTENSITA ESPONTANEA. DETERMINACION DEL PLANO DE HABITO POR EL METODO DE DOS ORIENTACIONES

PROYECCION 50  
 MARTENSITA CORBADA



ANALISIS EN ESTRUCTURA BETA DE: POSIBLES POLOS PLANO DE HABITO, POSIBLES POLOS  
 DIRECCION SUBESTRUCTURA FINA. POSIBLES POLOS PLANO  
 DE HABITO ESCALON

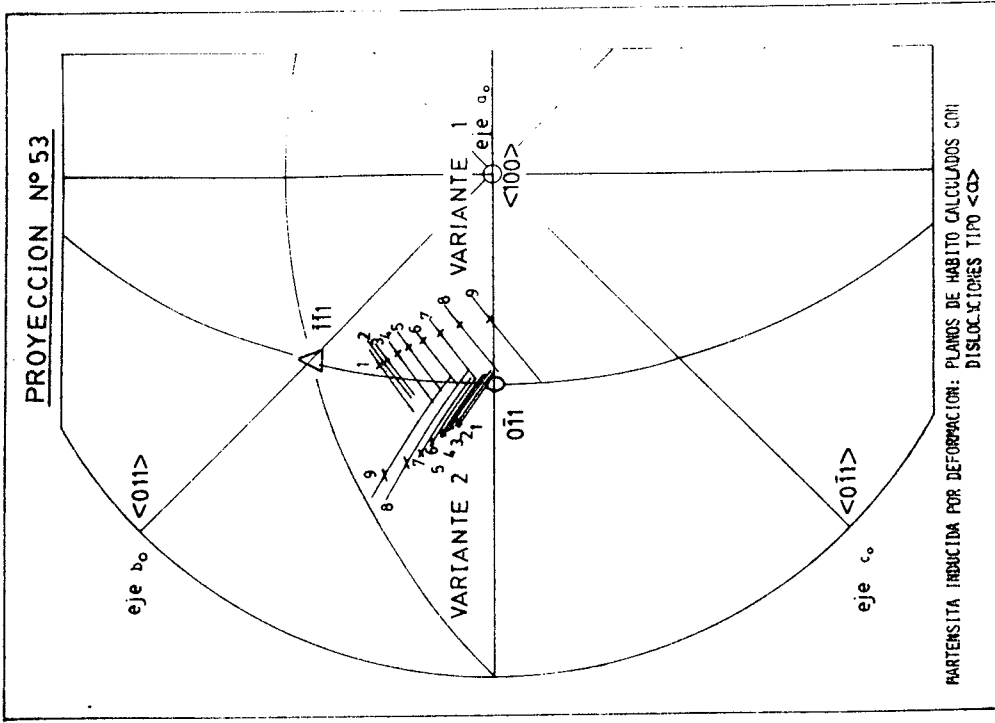
PROYECCION 51  
 MARTENSITA CORBADA - MUESTRA 19.1.1.- FOTOS 2 y 3



ANALISIS EN ESTRUCTURA BETA DE: POSIBLES POLOS PLANO DE HABITO, POSIBLES POLOS  
 DIRECCION SUBESTRUCTURA FINA

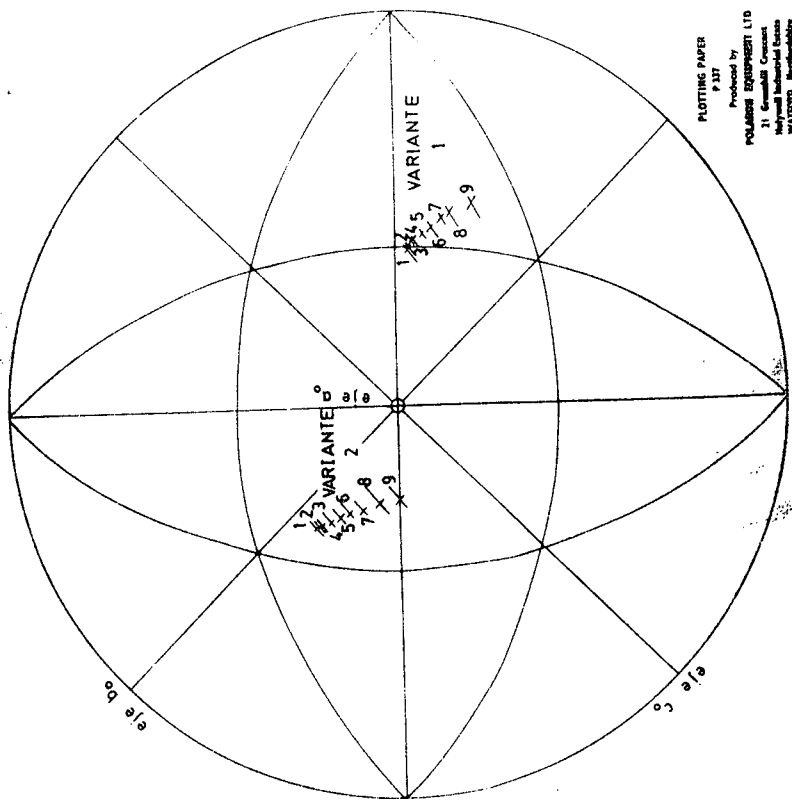


PROYECCION Nº 53



PARTENSITA INDICADA POR DEFORMACION: PLANOS DE HABITO CALCULADOS CON DISLOCACIONES TIPO  $\langle \alpha \rangle$

PROYECCION Nº 54

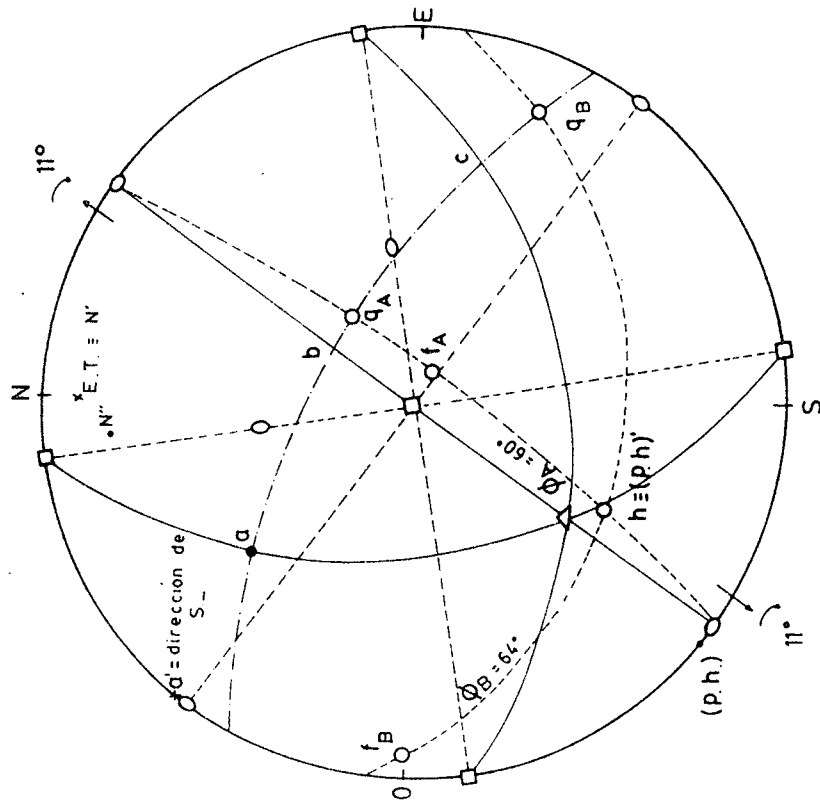


PARTENSITA INDICADA POR DEFORMACION: DISLOCACIONES DE LA DEFORMACION MICROSCOPICA S. CALCULADA CON DISLOCACIONES TIPO  $\langle \alpha \rangle$

PLOTTING PAPER  
P 337  
Produced by  
POLYMER EQUIPMENT LTD  
31 Gumball Crescent  
Highway Industrial Estate  
WALTON, Merseyside  
L14 4PL, England

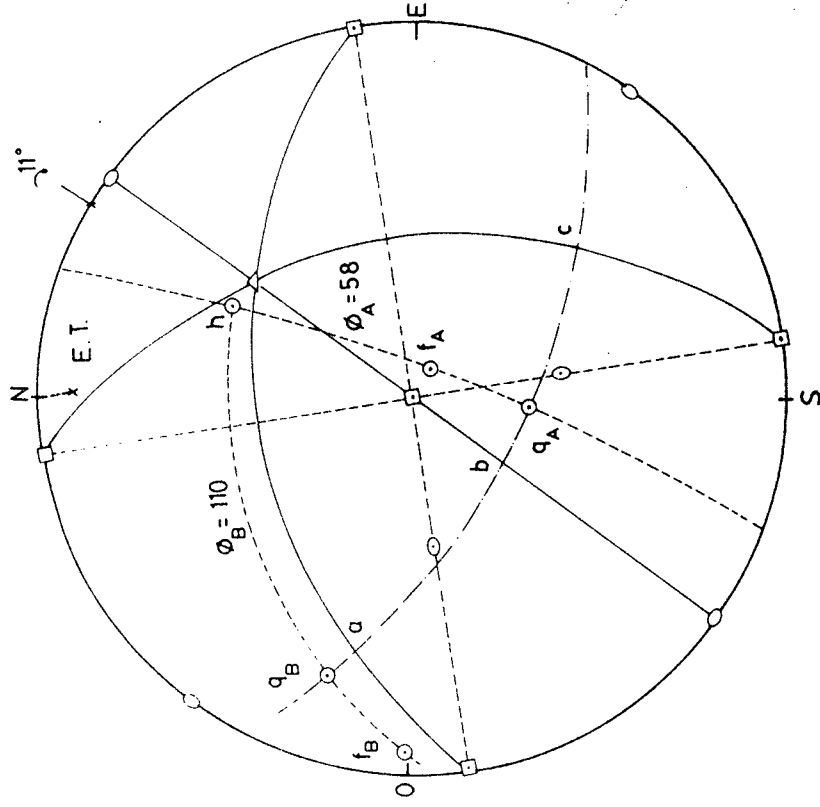
Alcub

PROYECCION N° 56  
 Probeta : 2.3.2



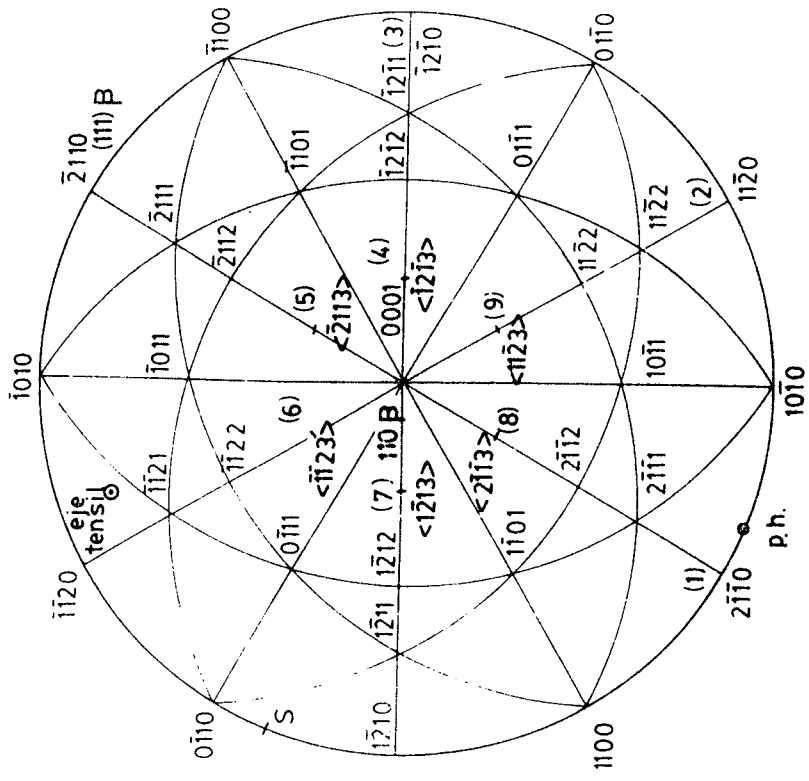
DETERMINACION EXPERIMENTAL DE LA DEFORMACION MACROSCOPICA S  
 VARIANTE DE PLACA DE MARTENSITA 1

PROYECCION N° 57  
 Probeta : 2.3.2



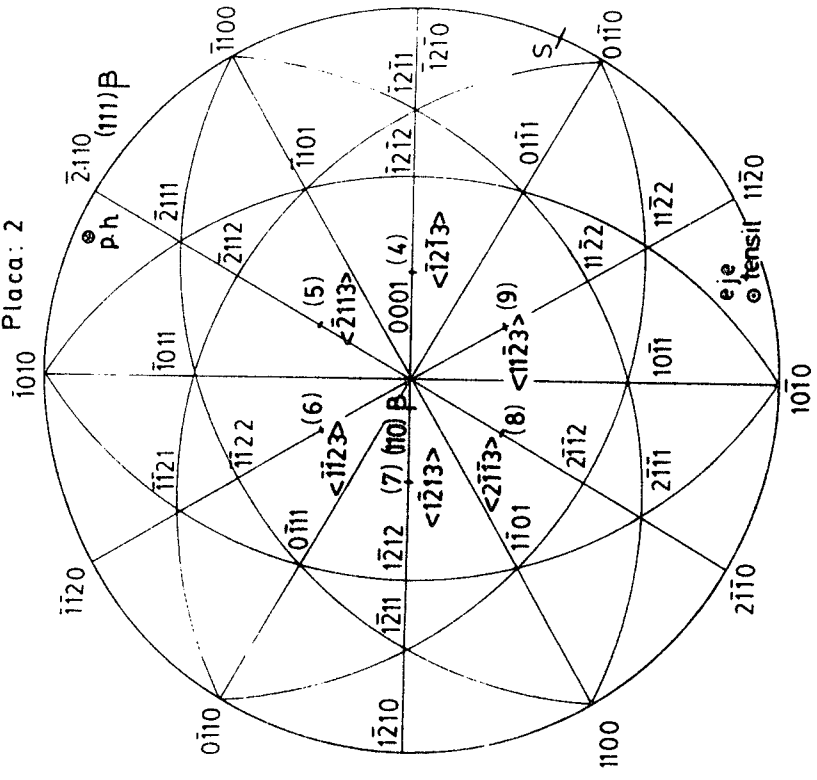
DETERMINACION EXPERIMENTAL DE LA DEFORMACION MACROSCOPICA S  
 VARIANTE DE PLACA DE MARTENSITA 2

PROYECCION N° 58  
 Probeta 2.3.2.  
 Placa: 1



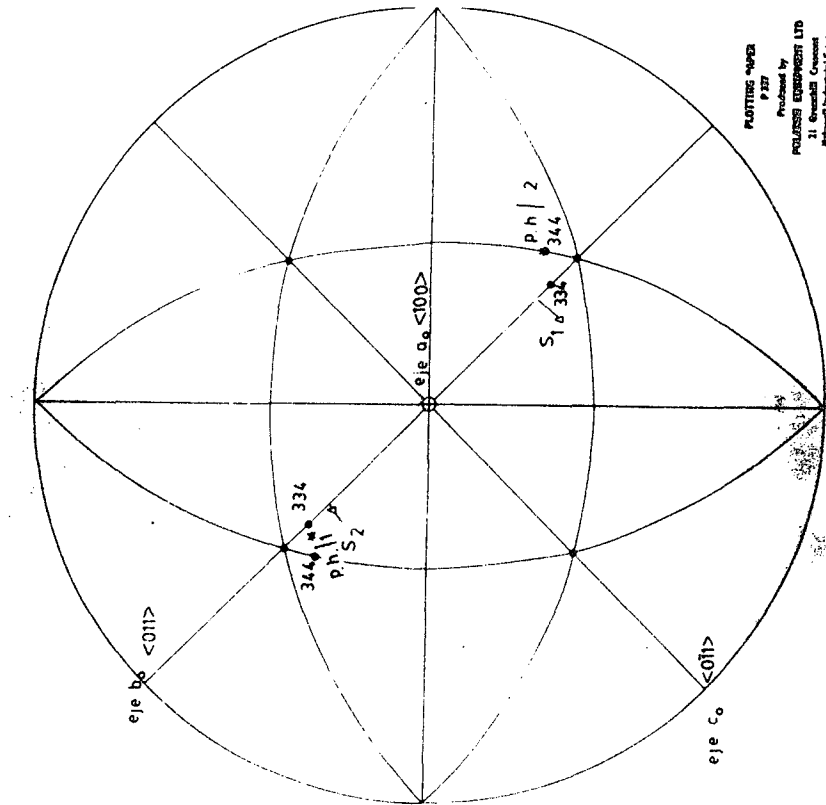
CALCULO DE LOS FACTORES DE SCHMID - VARIANTE DE PLACA DE PARTENSITA 1

PROYECCION N° 59  
 Probeta: 2.3.2.  
 Placa: 2



CALCULO DE LOS FACTORES DE SCHMID - VARIANTE DE PLACA DE PARTENSITA 2

**PROYECCION N° 60**

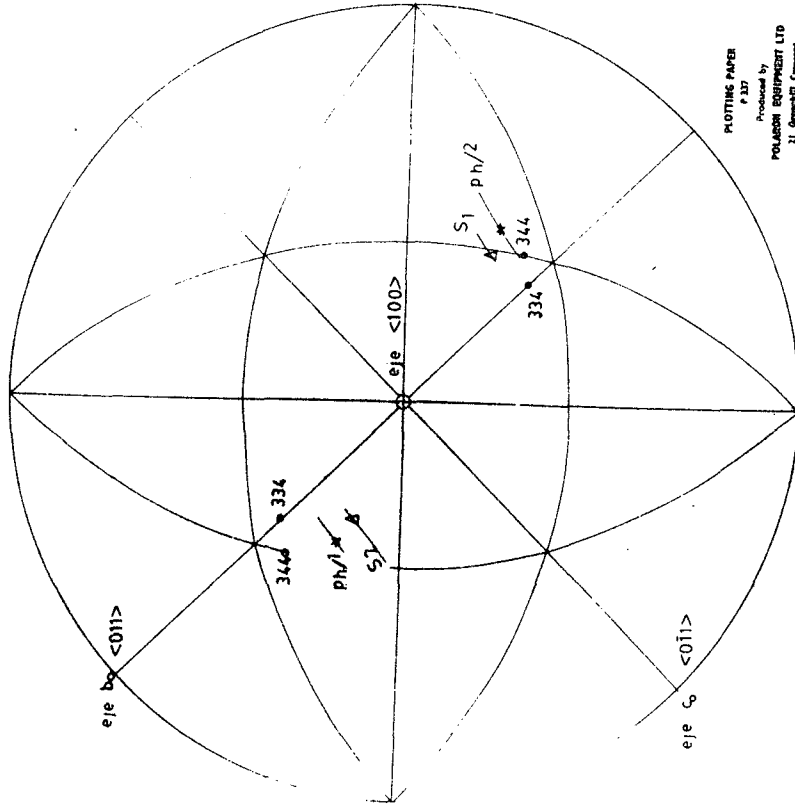


PLOTTERS PAPER  
P 237

Produced by  
POLARON EQUIPMENT LTD  
31 Goswell Road  
Hertford Industrial Estate  
WATFORD, Herts. WD17 1JH  
Tel: Watford 37144

PARTEISITA INDUCIDA POR DEFORMACION: PLANO DE HABITO Y DIRECCION DE LA DEFORMACION MICROSCOPICA  
S . CALCULADOS CON DISLOCACIONES TIPO <C + a>  
PLANO ACTIVO TIPO (1011)

**PROYECCION N° 61**



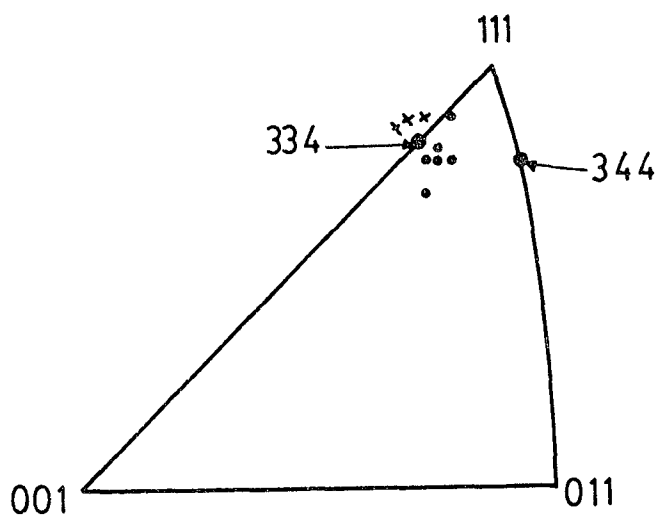
PLOTTERS PAPER  
P 237

Produced by  
POLARON EQUIPMENT LTD  
31 Goswell Road  
Hertford Industrial Estate  
WATFORD, Herts. WD17 1JH  
Tel: Watford 37144

TENSITA INDUCIDA POR DEFORMACION: PLANO DE HABITO Y DIRECCION DE LA DEFORMACION MICROSCOPICA  
S . CALCULADOS CON DISLOCACIONES TIPO <C + a>  
PLANO ACTIVO TIPO (1010)

## PROYECCION N° 62

PLANOS DE HABITO MEDIDOS CON RAYOS X Y MICROSCOPIA OPTICA -  
METODO DE LAS DOS SUPERFICIES (82PER)



- MARTENSITA ESPONTANEA
- × MARTENSITA INDUCIDA POR DEFORMACION

## FE DE ERRATAS

	<u>dice</u>	<u>debe decir</u>
Pág. 66	Apéndice 2	Apéndice 1
75	usado	usando
100	R.O.5	F.O.5.
134	1149	1249
160	mi-dieron	midieron
166(1er.renglón)	10 $\bar{1}$ 0	10 $\bar{1}$ 0

Proyecciones estereográficas hexagonales, standard:

polo 1100, debe ser 1 $\bar{1}$ 00

polo 11 $\bar{2}$ 2, debe ser 11 $\bar{2}$ 1