

RELACIONES DE ORIENTACION ENTRE LAS FASES ζ Y β' DEL
SISTEMA Ag-Cd ALREDEDOR DEL 50 % ATOMICO

A.L.Sarce y J.E.Kittl

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1976

Departamento de Metalurgia - C.N.E.A.

RESUMEN

Relaciones de orientación entre la fase inicial ζ (hcp desordenada) y la final β' (bcc ordenada) de la transformación $\zeta \rightarrow \beta'$ fueron determinadas por rayos X. Se usó para ello un monocristal exagonal montado en una cabeza goniométrica acoplada a una cámara de Laue, en el que se producía por calentamiento "in situ" el cambio de fase. El avance de la transformación se siguió con sucesivos diagramas de difracción por reflexión. Se encontró que no existe una relación de orientación definida entre ambas fases. Se calcularon, a partir de los anillos de Debye que aparecen, los índices de los planos bcc que difractan.

Introducción

La transformación $\zeta \rightarrow \beta'$ del sistema Ag-Cd (Fig.1) fue estudiada por dilatometría⁽¹⁾, rayos x⁽²⁾ y por resistividad^(3, 4), y en platina caliente^(4, 5). La energía de activación (Q), calculada a partir de medidas de resistividad y del valor medio de la velocidad de avance de las interfases para distintas temperaturas, es de (16 ± 3) kcal/mol^(3, 4). Midiendo las velocidades de una interfase a dos temperaturas, se calcularon las energías de activación para el movimiento individual de cada una de ellas⁽⁵⁾. Se obtuvo un amplio rango de valores: desde 5 kcal/mol a 40 kcal/mol. Dadas estas energías de activación medidas, se trató de ver si existía o no relación de orientación entre los granos ζ y β' , lo que permitiría explicar las variaciones observadas.

Procedimiento experimental

Las muestras usadas en las experiencias de rayos x fueron monocristales de fase exagonal separados de un disco policristalino de 10 mm de diámetro y 0.3 mm de espesor, cortado con la máquina de electroerosión de un lingote 49% at. Cd (preparado a partir de Ag y Cd 99.999%⁽⁶⁾). Para obtener la fase inicial ζ , los discos fueron recocidos en un horno de aceite de siliconas a 290°C durante 30 minutos y templados en tetracloruro de carbono a 0°C. El tamaño de los granos ζ obtenidos fue variable, habiendo algunos de aproximadamente 1 mm que, debido a lo delgado del disco, aparecían por ambas caras. Estos fueron los monocristales separados. El el gido uno, se lo montó en una cabeza goniométrica y se lo orientó hasta obtener un diagrama de difracción de fácil indexado. Sin mover la muestra, se hicieron luego sucesivos recocidos de 30 minutos a aproximadamente 80°C,

a cada uno de los cuales siguió un nuevo Laue. Esto permitió, mediante rayos x, seguir el avance de la transformación hasta que se tuvo un 70% de fase β' . Sin volver a calentar se rotó posteriormente la muestra 10, 20 y 30° en un plano horizontal en ambos sentidos, sacándose un Laue en cada una de las posiciones. En todas las experiencias se usó un tubo de cobalto.

Resultados experimentales

La figura 2a, muestra el diagrama de difracción correspondiente al plano basal de uno de los monocristales exagonales estudiados en la cabeza goniométrica. Sin mover el monocristal se hicieron los recocidos anteriormente mencionados, obteniéndose la secuencia mostrada en 2b y 2c. Puede observarse cómo empiezan a aparecer los sucesivos anillos de Debye (producidos por la difracción de las radiaciones K_{α} y K_{β} del Co en planos de la fase β') a medida que progresa la transformación. Esos anillos coexisten con el diagrama inicial del monocristal exagonal, que va debilitándose al disminuir la fracción no transformada. En la primera etapa de la transformación los anillos tienen una intensidad bastante uniforme. En 2d, sin embargo, hay una zona de mayor intensidad que el resto, que podría indicar una cierta textura. Se observa también claramente resuelto el doblete $K_{\alpha 1} - K_{\alpha 2}$. Anillos como los obtenidos en las experiencias pueden corresponder a una distribución prácticamente al azar de los cristales β' en el monocristal ζ , o a una textura fibrilar alrededor de la dirección $[0001]$ aproximadamente paralela al haz de rayos x. Para decidir sobre ambas posibilidades se hicieron las rotaciones antes mencionadas. Las figuras e, f, corresponden a las de 10° y 20° en el sentido de las agujas del reloj y las i, j, a las de 20° y 30° en el sentido contrario respectivamente, a partir del estado inicial d. De los diagramas puede concluirse que las normales a los planos de la fase bcc que difractan se distribuyen prácticamente al azar alrededor de la dirección $[0001]$ paralela al haz de rayos x.

Para ver el efecto de la transformación $\zeta \rightleftharpoons \beta'$ sobre el tamaño de grano, se llevó el monocristal ζ inicial, parcialmente transformado, al campo de la fase ζ . Para ello se hizo un recocido de 20 horas a 290°C, seguido de un templeado a 0°C. El diagrama final obtenido (Fig.3), corresponde a un policristal de aproximadamente 10 μ , orientado totalmente al azar. La fuerte reducción del tamaño de grano a través de una transformación de este tipo fue encontrada ya en otros materiales⁽⁷⁾.

Discusión

Midiendo el diámetro de los anillos de Debye obtenidos en d, y sabiendo que la distancia muestra-película es 3 cm, es posible obtener los índices de los planos (hkl) de la fase β' que difractan. Considerando la línea K_{α} del cobalto (1.79 Å) resulta para los hkl correspondientes al primer y tercer círculo: (222) y (310) respectivamente. El segundo círculo aparece por difracción de la línea K_{β} del cobalto (1.62 Å) en el plano (321). De los resultados anteriores se puede afirmar entonces que existe

una distribución al azar para las direcciones $|222|$, $|310|$ y $|321|$, alrededor de la $|0001|$. Esta distribución al azar para las mismas direcciones se encontró cuando la orientación inicial del monocristal ζ era tal que la $|0001|$ no era paralela al haz. De esto se concluye que la fase β' crece a partir de la ζ retenida por templado, sin relación de orientación. En base a esto se puede pensar, en principio, que los diferentes valores de energía de activación encontrados para el crecimiento de distintos cristales β' en un mismo grano ζ , se deben a que se han medido velocidades de avance de interfases ζ/β' que separan pares de granos $\zeta - \beta'$ con distinta relación de orientación. La comprobación experimental de lo propuesto requeriría el uso de un equipo de micro-haz de rayos x, para poder determinar la relación de orientación de cada grano β' con la matriz ζ en la que crece.

REFERENCIAS

1. Frankel, W. and Wolf, A., Z.anorg.Allg.Chem. 189, 145, 1930
2. Masson, D., Acta Met. 8, 71, 1960
3. Serebrinsky, H., Kittl, J., J.Metalurgia-JI-A.B.M. 22, 961, 1966
4. Kittl, J., Serebrinsky, H. And Gomez, M.P., Acta Met. 15, 1703, 1967
5. Sarce, A., Kittl, J., A ser publicado
6. Sarce, A., Kittl, J., PMM/C-162, Dep. de Metalurgia, Bs.As., Argentina.
7. Speich, G. and Szirmai, A., Trans.AIME, 245, 1063, 1969

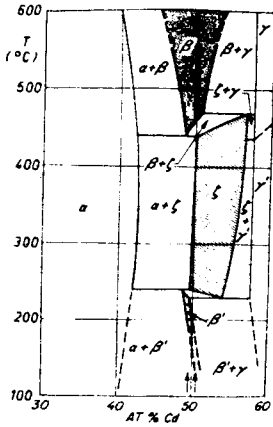


Fig. 1-

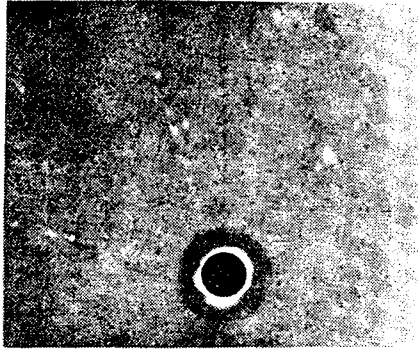


Fig. 2a-

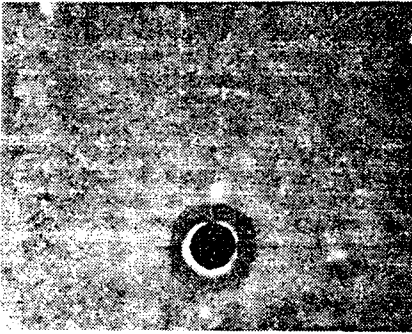


Fig. 2b-



Fig. 2c -

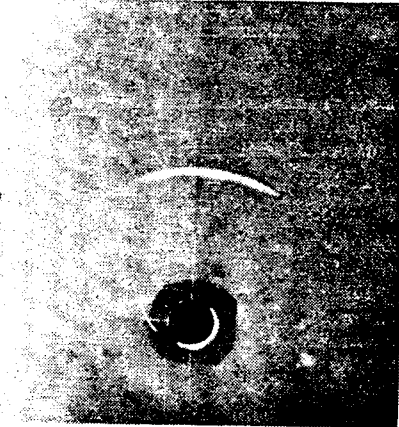


Fig. 2d-



Fig. 2f-



Fig. 2e-

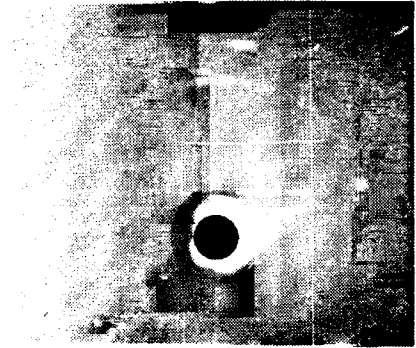


Fig. 2i-

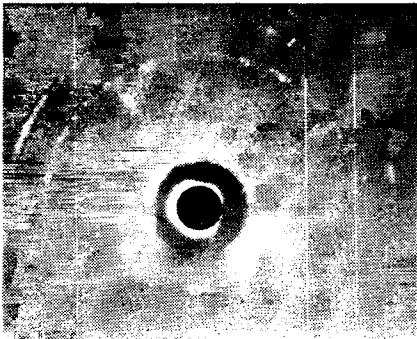


Fig. 2j-

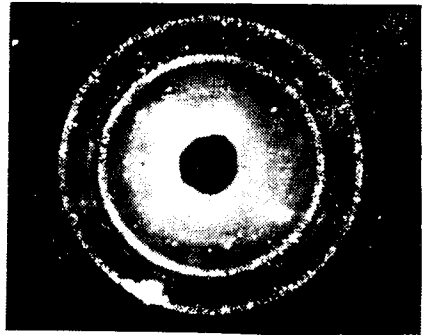


Fig. 3-