

01.80.37

ESTUDIO DE LA SUBESTRUCTURA DE LA ALEACION CIRCALOY-4
POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION Y BARRIDO

R.A. VERSACI - M. IPOHORSKY

C.N.E.A.

I. INTRODUCCION

En las aleaciones de circonio de interés nuclear es de fundamental importancia el conocimiento de la subestructura puesto que de esta depende fuertemente sus propiedades físicas.

En particular en la aleación de Circaloy-4 se observan pequeños precipitados cuya naturaleza no ha sido completamente determinada. En el presente trabajo se describen las experiencias de microscopía electrónica de transmisión y barrido realizadas en esta aleación, sometida a distintos tratamientos termomecánicos.

II. TECNICAS EXPERIMENTALES

A partir de una chapa de 0,3 mm de circaloy-4 se obtuvieron discos de 3 mm de diámetro, estos discos fueron templados de 1000°C en agua y recocidos en vacío durante 6 hs. a 700°C.

Las láminas delgadas para microscopía electrónica de transmisión se obtuvieron reduciendo los discos a 0,1 mm primero mediante pulido mecánico y luego químico. El pulido final se realizó utilizando catodos puntuales, con una solución de 5% de ácido perclórico en alcohol metílico, con una corriente de 400 mA a cero grado centígrado y con violenta agitación.

Las muestras para microscopía electrónica de barrido se obtuvieron mediante un pulido químico con una solución de 50% agua, 47% ácido nítrico y 3% ácido fluorhídrico.

Las observaciones por transmisión se realizaron en un microscopio Philips EM 300 operado en 100 Kv. Las observaciones superficiales se realizaron con un microscopio Philips SEM 500 y los análisis con el equipo Edax que tiene adosado este microscopio.

III. RESULTADOS

Los diagramas de difracción electrónica de los precipitados se pueden indexar como correspondientes a la estructura del ZrCr_2

El ZrCr_2 presenta a baja temperatura una estructura hexagonal, tipo MgZn_2 , y a alta temperatura es FCC tipo MgCu_2 , la transformación de fases tiene lugar aproximadamente a los 900°C .

En la Fig.1 se observa una imagen de campo claro del precipitado en la cual se ven un conjunto de franjas atribuidos a politipos de la aleación (1).

El politipismo es una característica de las fases de Laves, en este caso una falla en el plano basal del hexagonal permite pasar a la fase FCC una nueva falla en el plano (111) permite reconstruir nuevamente la estructura hexagonal. La fase de alta temperatura se observa como pequeñas láminas.

En la Fig.2 se muestra, correctamente orientado, el diagrama de difracción correspondiente al plano (100) de la red recíproca de la estructura hexagonal. La extensión de los nodos en la dirección recíproca c^* indica que las fallas son paralelas al plano basal. Asociados a los nodos correspondientes al hexagonal se observan algunos de menor intensidad correspondientes a la estructura FCC. En estos casos no es posible en general obtener imágenes de campo oscuro de las dos estructuras del politipo.

Se decidió entonces poner a punto la técnica 2 1/2 dimensional (2) que permite distinguir entre dos fases de estas características mediante un par de micrografías de campo oscuro sub y sobre focalizadas. Este par al ser observado en un estereoscopio se obtiene una imagen tridimensional en la cual aparecieron claramente dos conjuntos de franjas en dos plano distintos.

En la Fig.3 se observa una de las micrografías de campo oscuro.

Finalmente se realizaron observaciones con el microscopio electrónico de barrido, en la Fig.4 se muestra una imagen de electrones secundarios de los precipitados. Los espectros de Rayos X característicos, obtenidos con el dispositivo de microanálisis dispersivo en energía, se observan en la Fig.5. Estos espectros muestran la presencia de las líneas características del circonio, del cromo y del hierro que esta de acuerdo con lo observado por otros autores (3,4) utilizando otras técnicas.

IV. CONCLUSIONES

Se observo la presencia de un solo tipo de precipitado, con una estructura similar a la del $ZrCr_2$ pero que además de Cr contiene Fe.

El precipitado presenta una subestructura atribuida a politipos de la aleación.

Para las concentraciones de Fe y Cr contenidas en los precipitados, la concentración electrónica es 1,90 utilizando las valencias asignadas por R.P. Elliott y W.Rostoker (5), concentración para la cual es estable la fase hexagonal. Este hecho explicaría porque no se observan precipitados con otra estructura y conteniendo fundamentalmente hierro.

REFERENCIAS

- (1)- C.W.Allen, Eighth International Congress on Electron Microscopy, Canberra, 1974, p.552.
- (2)- W.L.Bell, G.E. Company Report N°NEDO 12476, 1974.
- (3)- J.B. Vander y A.L. Bement, J.Nucl.Mater., 52- (1974) 115.
- (4)- D.Arias y T.Palacios, VI Reunión de la AATN, Cordoba (1977).
- (5)- R.P.Elliott y W.Rostoker, Trans. ASM., vol.50 (1958) 617.

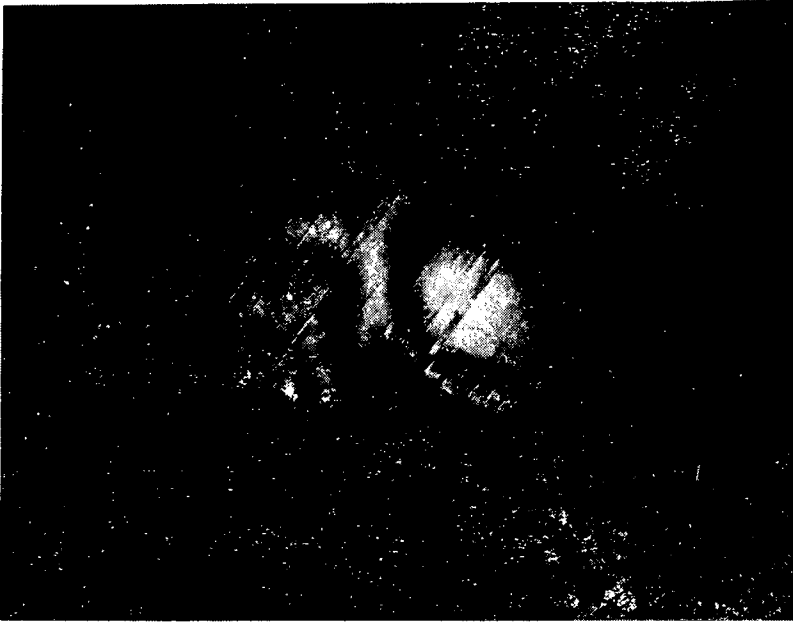


FIG.1



FIG.2



FIG.3

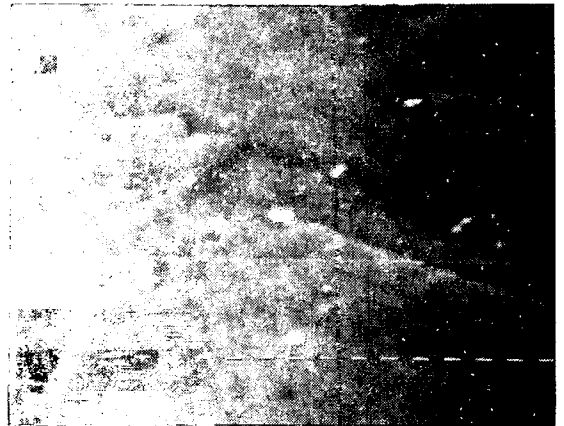


FIG.4

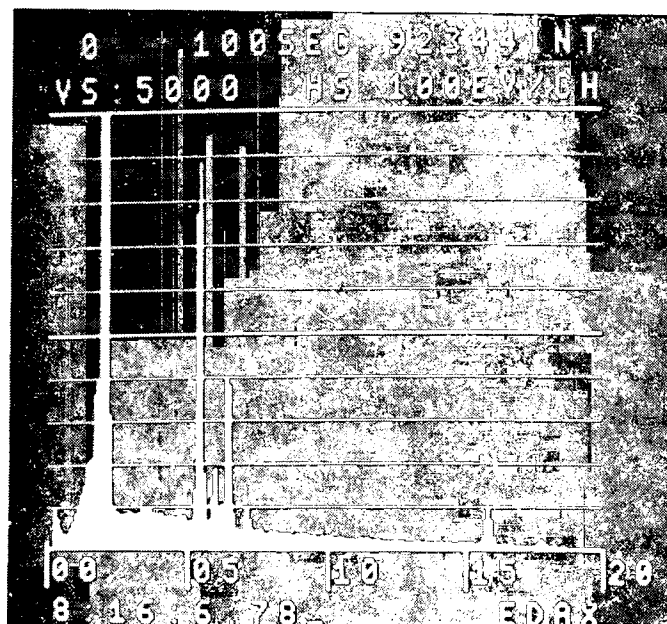


FIG.5