

ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DE LA FASE β EN LA ALEACION Zr-10% Nb

J.C. Bolcich y H.A. Peretti

Centro Atómico Bariloche* - Instituto Balseiro*#
8400 S.C. de Bariloche - Río Negro

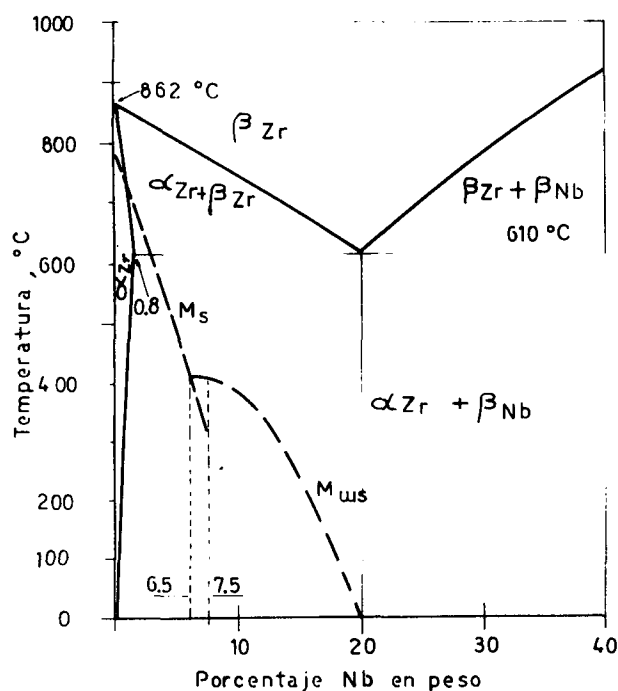
I Introducción:

El diagrama binario de ZrNb, presenta una zona de solubilidad total en el estado sólido a alta temperatura encontrándose una única fase β (bcc). Para 10% de contenido de Nb, por templado se retiene esa fase β y aparecen precipitados de una nueva fase ω (hcp)^[1-3]; la que se forma a una temperatura $M_{\omega s} \approx 400^\circ\text{C}$.

Para bajo contenido de Nb (menor del 6,5%), al templar se produce una transformación martensítica a una temperatura M_s que decrece linealmente al aumentar el aleante. (fig. 1)

Fig. 1

Diagrama de fase de la aleación Zr Nb para contenido de Nb entre (0-40)% en peso.



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 β por tratamientos termomecánicos, tal que por deformación fuera posible inducir una nueva fase martensítica, si la fase β es retenida a temperatura ambiente.

II Parte Experimental:

Se prepararon: a) probetas planas de 50mm de longitud x 3mm ancho x 0,5mm de espesor a partir de barras que se fundieron en lingotera horizontal de un horno de arco de electrodo no consumible ^{| 4 |}.

b) probetas de sección cuadrada de ~ 4 mm de lado x 10mm de altura.

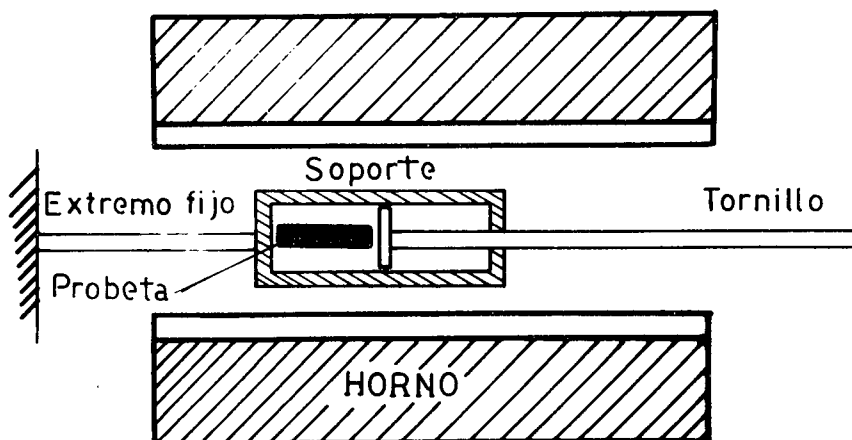
Las probetas, se cortaron por electroerosión y se prepulieron con abrasivo, se envasaron en tubo vycor y se templaron desde 1000°C en agua. Luego, se pulieron nuevamente con abrasivo y químico en una solución de (5% HF; 45% NO₃H₂; 50% agua).

Los ensayos de deformación, se realizaron en el (TDMO) ^{| 5 |}, (aparato que montado sobre el microscopio óptico permite registrar las curvas tensión deformación, simultáneamente a la observación) empleando muestras planas, a temperaturas de 77K; 220K y 300K. En el mismo dispositivo, se calentó y enfrió la muestra para observar si había un cambio espontáneo de la fase β .

Para la deformación a 700K, se empleó 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. 2)

Fig. 2

Esquema del dispositivo empleado para deformar a 700 K.



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

Las fases presentes se determinaron con microscopía Óptica, Difracción de rayos x y se realizaron verificaciones con microscopía electrónica.

III Resultados:

a) Enfriamiento a 77K

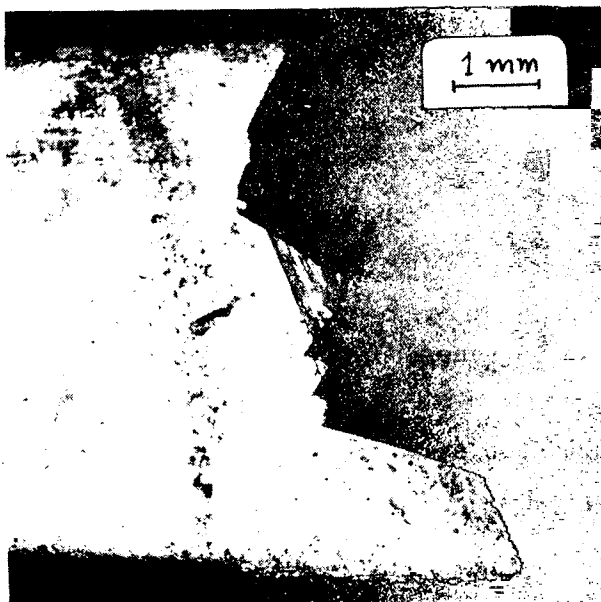
Empleando velocidades de enfriamiento de ($\sim 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) sobre una muestra montada en el TDMO y observándose simultáneamente, no se notaron cambios sobre la superficie.

b) Deformación a 77K; 220K y 300K

En todos los casos se emplearon muestras policristalinas con un tamaño de grano de (2-3)mm de dimensión característica.

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.(fig.3)

Fig. 3



Vista de una probeta en la zona de fractura.

c) Deformación a 700K - calentamiento rápido

Ubicada una probeta de sección cuadrada en el dispositivo mostra-

do en la Fig. 2; y estando el horno a la temperatura de trabajo (700K); se realiza el ensayo de compresión en un breve intervalo de tiempo (~ 1 min) 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 $(70-80) \text{ Kgr/mm}^2$.

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 β .

e) Envejecimiento de (1-5)min y deformación a temperatura ambiente

De acuerdo al diagrama TTT (figura 4) en Zr-12%Nb, para tiempos cortos y temperaturas superiores a los 330°C se tiene una zona de fase β unicamente. 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 ω que posibilitarían la deformación del material. Realizado este ensayo a temperatura ambiente, el resultado es que el material presenta aún mayor fragilidad.

Fig. 4

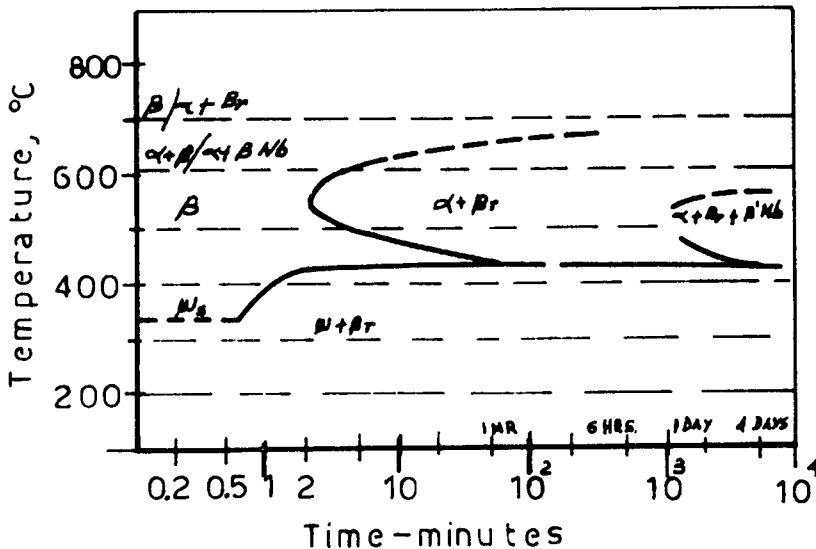


Diagrama Transformación - Temperatura - Tiempo de la aleación Zr-12% Nb.

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 α_{Zr} y β_{Nb} quedando parte del material con estructura β_{Zr} . Todo esto, era de esperar de acuerdo a la Fig. 4. Entonces, no tenía sentido ensayar la deformación con este material.

IV Discusión de resultados

En todos los casos ensayados no fué posible por deformación modificar la fase β .

El material es muy duro y frágil. Según ^{|3;6|} esas características mecánicas son debidas a la presencia de los precipitados ω atórmicos que se forman durante el templado y son coherentes con la matriz β ^{|7|}.

A menores temperaturas, la fuerza de transformación será mayor, pero la estructura β 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 ω 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 ^{|6|}, 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 ω isotérmica ^{|7|} 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.

En trabajos previos ^{|8|} se mostró la posibilidad de modificar la fase β por deformación en láminas delgadas observadas en microscopía electrónica, junto a la desaparición de por lo menos una variante de ω .

También, se ha observado el efecto de formación espontánea de martensita en láminas delgadas de Ti-Cr ^{|9|}.

En estos casos, la transformación se explicaría por la relajación de tensiones en la lámina y la influencia de la energía de superficie, res-

pecto a la de volumen en la nucleación de los embriones de martensita.

Se concluye entonces, que no es posible lo que se trataba de hacer en la aleación Zr-10%, es decir inducir la transformación martensítica.

V Referencias

- |1| P.Gaunt, J.W.Christian; Acta Met. , Vol 7, August (1959), 534.
- |2| S.L.Sass, Journal Less Common Metals 28, (1972), 157.
- |3| D.J.Cometto, G.L.Houze and R.F.Hehemann, Trans. of the Metallurgical Soc. of AIME Vol 233, (Jan 1965), 30.
- |4| J.Bolcich y H.A.Peretti, VII Reunión Científica AATN, San Rafael (Mendoza) 1978 (segunda presentación)
- |5| H.A.Peretti, J.C.Bolcich y M.Ahlers, VIII Reunión Científica AATN, Buenos Aires 1979, (tercera presentación)
- |6| R.F.Hehemann, Canadian Met.Quarterly, Vol. 11, N°1, (1972), 201.
- |7| J.O.Stiegler, J.T.Houston and M.L.Picklesimer, Journal of Nuclear Materials 11, 1, (1964), 32.
- |8| J.C.Bolcich, R.Rapacioli y M.Ahlers, VII Reunión Científica AATN, San Rafael (Mendoza), 1978 (tercera presentación).
- |9| R.H.Ericksen, R.Taggart and D.H.Polonis Trans.Met. Soc. of AIME-Vol 245, (1969), 359.

* Comisión Nacional de Energía Atómica.

Universidad Nacional de Cuyo.