

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 2	AÑO 1982

LA TRANSFORMACION MARTENSITICA EN Zr-x Nb-1Al
(x ALREDEDOR DE 7%) Y SU DEPENDENCIA CON IMPUREZAS

H.A.Peretti, J.C.Bolcich y M.Chandrasekaran
Centro Atómico Bariloche* Instituto Balseiro#

La aleación ternaria Zr-xNb- 1Al, para x menor que 7% en peso, presenta una transformación de fase martensítica al ser templada desde la fase de alta temperatura, pasando de fase β (b.c.c.) a una fase α' (h. c.p.) (1).

Para x mayor que 7,5%, en el templado se retiene fase beta y aparecen precipitados de fase ω .

Para x comprendido entre (7-7,5)% se tiene una región de transición en la cual se puede esperar que haya una composición "crítica" que delimite el cambio de comportamiento en el templado y que permita obtener coexistencia de martensita con fase beta y los precipitados omega.

El propósito del trabajo es estudiar la morfología de la martensita obtenida en esta transformación de fase, así como también la interfase beta-martensita. Para ello se prepararon muestras con contenido de Nb en dicha región de transición, tratando de conseguir placas aisladas de martensita en medio de la matriz beta.

Las fases presentes se estudiaron con rayos X, microscopía óptica y microscopía electrónica de transmisión.

Al mismo tiempo, habiéndose usado para las aleaciones metal base de diferentes procedencias, ciertas variaciones encontradas en relación con la transformación son contrastadas con resultados de análisis de impurezas en cada caso.

Parte Experimental

El Nb y el Al utilizados para preparar las aleaciones eran ambos de purezas mejor que 4N.

* Comisión Nacional de Energía Atómica

Comisión Nacional de Energía Atómica y Universidad Nacional de Cuyo

En cuanto al Zr, se utilizó de dos procedencias diferentes:

1) de la Planta Piloto de Fabricación de Aleaciones Especiales (PPFAE) de la CNEA, de pureza nuclear y 2) de Teledyne-Wah Chang Corp.(T.W.Ch.), de pureza 4N.

En la tabla 1 se pueden ver resultados de análisis espectrográficos efectuados en muestras de Zr de ambas procedencias, tal cual se habían recibido.

Las aleaciones se fundieron en un horno de arco de electrodo no consumible de tungsteno en atmósfera de argón y crisol de cobre refrigerado (2). De los botones obtenidos, de aproximadamente 15 gramos, se sacaron muestras que se sometieron a dos tipos de tratamiento:

- i) templado desde 1000°C luego de media hora a esa temperatura.
- ii) recocido dos días a 1000°C y luego templado.

En ambos casos las muestras eran encapsuladas en vycor y templadas rompiendo la cápsula en agua.

El análisis del contenido de gases mandado a efectuar en estas muestras de aleaciones, dió el resultado que muestra la tabla 2.

Resultados y discusión

Un primer resultado fué que el contenido de Nb necesario para tener coexistencia de fases beta y martensita en el caso de aleaciones preparadas con Zr(PPFAE) debía ser de $\sim 7\%$ en peso, mientras que en el caso de aleaciones hechas con el Zr (T.W.Ch), para lograr el mismo efecto, el porcentaje de Nb debía ser de $\sim 7,5\%$.

Si se piensa que ese corrimiento en la composición "crítica" puede estar relacionado con distinto contenido de impurezas en ambas aleaciones, debería tratarse principalmente de diferencias en el contenido de oxígeno, según indica la tabla 2.

En cuanto a la morfología de la martensita producida en el templado, observaciones mediante microscopía óptica en probetas templadas solamente mostraron que:

- a) En la región donde hay transformación total, la martensita presenta una morfología acicular como muestra la figura 1, donde se pueden ver placas de martensita adyacentes de distintas variantes.
- b) En la región donde hay fase beta con precipitados omega y martensita (figura 2), se observa también morfología acicular; con agujas de mar-

tensita en medio de fase beta con interfases rectas y planos de hábito analizados del tipo $\{344\}_\beta$.

Se encuentra además en esta región, una fase martensítica cuya interfase con la matriz beta no es definitivamente plana, sino que se curva. Esta morfología "combada", que se observa en la zona limítrofe entre la fase beta y donde es todo martensita acicular, es probable que también exista donde hay transformación total, pero no fué posible observarlo.

En probetas de igual composición pero recocidas, se encuentra que después del templado la morfología de la martensita que se forma es solamente del tipo combada y que además, la cantidad transformada es mucho menor con relación a la fase beta, que en el caso de las probetas templadas solamente (figura 3); llegándose en algunos casos a tener sólo fase beta con precipitados omega.

Es posible que la disminución de fase martensita con relación a la fase beta esté correlacionada con la sola aparición de la morfología combada.

Esto, probablemente tenga relación con la relajación de tensiones asociada a la interfase beta-martensita y consecuentemente sea sensible al grado de homogenización de la aleación.

Con microscopía electrónica se comprueba que la martensita en la región toda transformada es maclada con planos de macla del tipo $\{10\bar{1}1\}_\alpha$, tal como ocurre en las aleaciones de Ti y en Zr-2,5%Nb (3).

En la figura 4 se ven, en campo claro, placas de martensita maclada internamente y en la figura 5 se presenta un diagrama de difracción con eje de zona $[\bar{1}2\bar{1}0]$ y plano de macla $(10\bar{1}1)_\alpha$.

La figura 6 muestra en campo oscuro una placa de martensita maclada en medio de fase beta, con una variante de macla en condición de difracción; mientras que la figura 7 muestra lo mismo, pero con la otra variante de macla en condición de difracción.

Esto permite observar interfase beta-martensita de tipo facetada, similar a lo observado por otros autores en otras aleaciones (4)

La observación de interfase facetada entre martensita maclada y matriz de fase beta, es la primera vez que se hace en aleaciones de circonio, y fué posible gracias a haber conseguido placas aisladas de martensita en medio de matriz beta.

Knowles y Smith (5) pueden explicar este tipo de interfases en algunos casos, aplicando el criterio de que las facetas se orientan de modo tal que se minimiza el vector de Burgers asociado a la interfase entre cada variante maclada de martensita y la fase beta.

En cuanto a la morfología combada, también se la pudo observar con microscopía electrónica (figura 8) y respecto a su cristalografía resultó presentar la misma estructura exagonal maclada.

Conclusiones

Del presente trabajo se pueden resumir las siguientes conclusiones:

Que es posible, en la aleación considerada, obtener coexistencia de fase beta con martensita, variando el contenido de Nb alrededor de 7%.

Que dicha composición "crítica" aparentemente es muy sensible al contenido de impurezas, siendo muy probable que el corrimiento de 7% a 7,5% observado en diferentes muestras esté relacionado con una variación de 1000 a 2300 p.p.m en peso de oxígeno.

Que la martensita que aparece en el templado es maclada según planos $\{10\bar{1}1\}_\alpha$, y es posible observar dos morfologías diferentes: i) una morfología acicular que se da preferentemente donde hay transformación total y para la cual se han observado planos de hábito cercanos a polos $\{344\}_\beta$ e interfase facetada; ii) una morfología "combada" que no presenta un plano de hábito macroscópico bien definido y que se la puede observar cuando la masa transformada es pequeña, es decir en las regiones de la muestra en que hay placas aisladas de martensita en medio de fase beta.

Agradecimientos

Los autores agradecen profundamente al Dr.M.Ahlers por las fructíferas discusiones mantenidas; a la División Bajas Temperaturas por permitirnos usar su horno de arco; a la Dra.Y.Simkin de Andreone por el análisis de gases y al Dr.E.Douce por el análisis espectrográfico.

Referencias

- (1) J.C.Bolcich y H.A.Peretti, Actas de la VIII Reunión Científica de la AATN, 1979 Buenos Aires, Argentina.
H.A.Peretti, J.C.Bolcich y M.Ahlers, Idem ref.
- (2) J.C.Bolcich y H.A.Peretti, Actas de la VII Reunión Científica de la AATN, San Rafael, 1978.
- (3) S.Banerjee and R.Krishnan; Acta Met. 19 (1971) 1317
- (4) C.Hammond and P.M.Kelly, Acta Met. 17 (1969) 869
- (5) K.M.Knowles and D.A.Smith, Proc.Int.Conf. on Martensitic Transf. (ICOMAT) 1979, Cambridge, Massachusetts, USA.

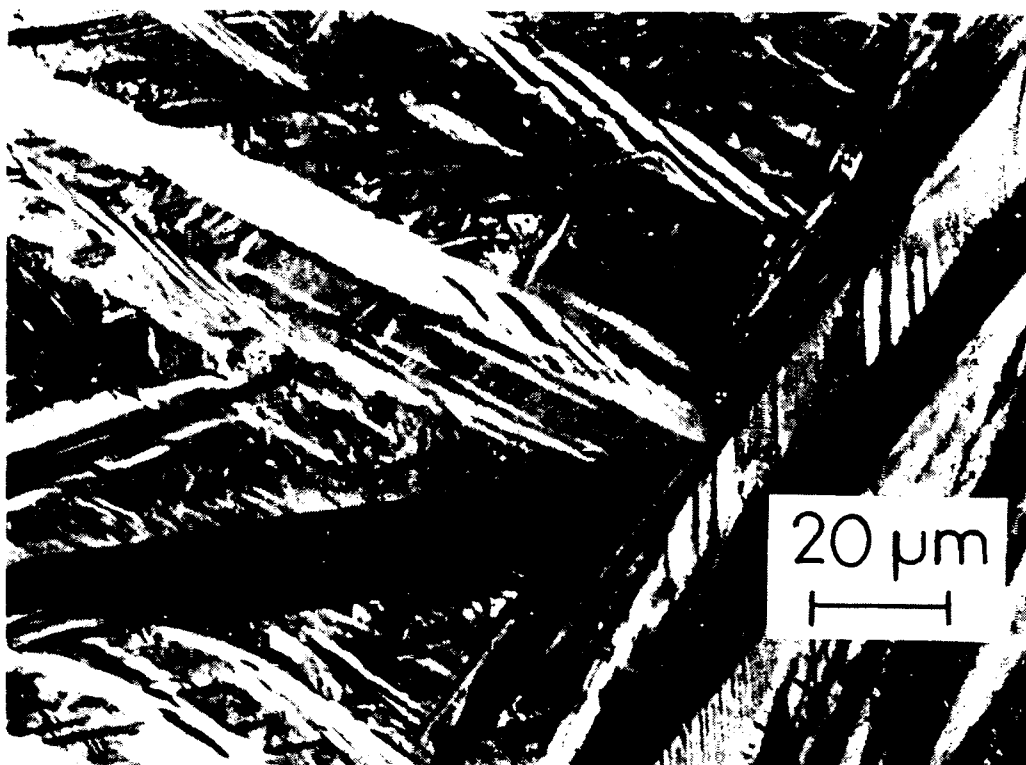


Fig. 1: Microscopía óptica de martensita (morfología acicular.)

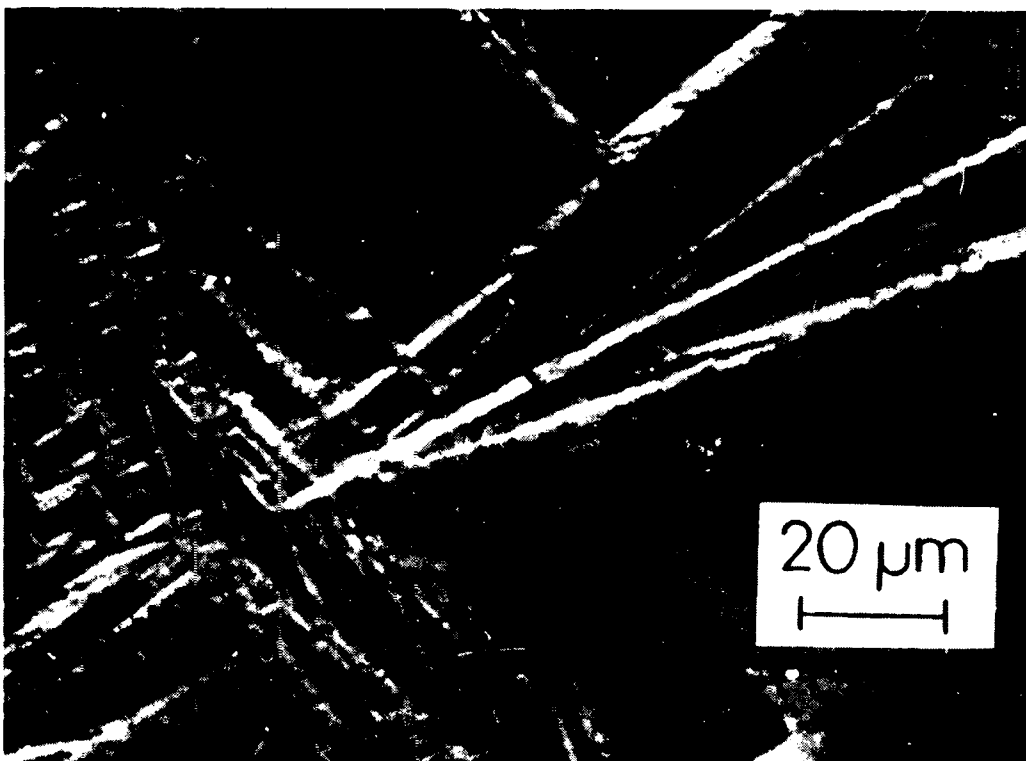


Fig. 2: Microscopía óptica de fases beta y martensita

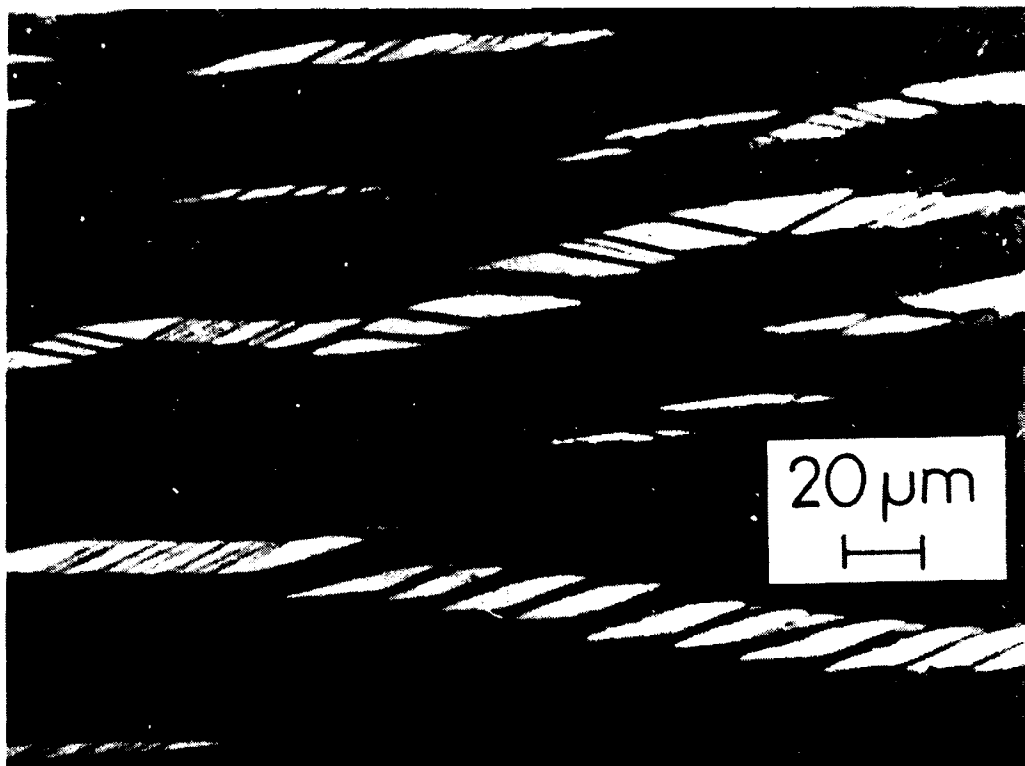


Fig. 3: Microscopía óptica de martensita(morfología combada).

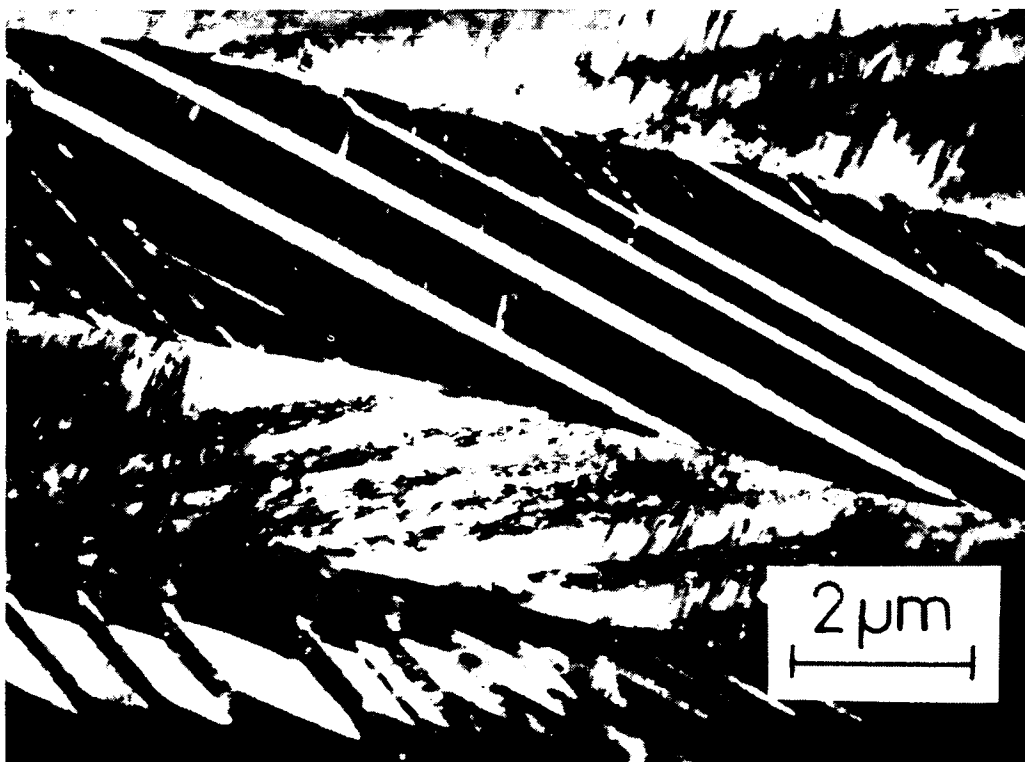


Fig. 4: Microscopía electrónica de martensita internamente maclada

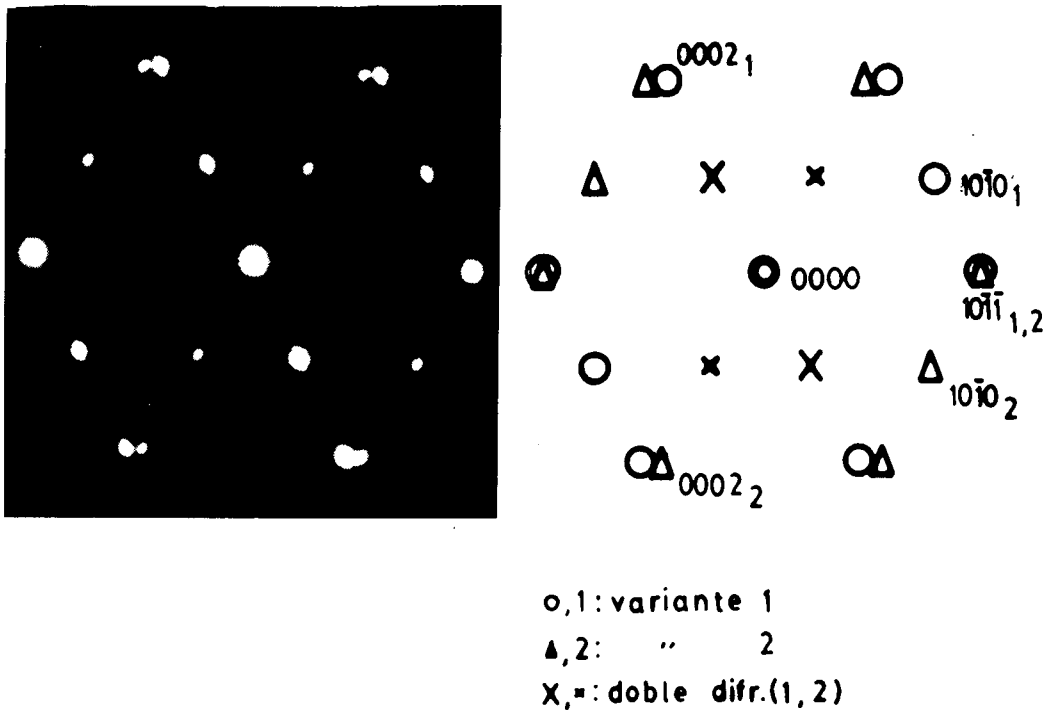


Fig. 5: Diagrama de difracción de martensita. Eje de zona $[\bar{1}2\bar{1}0]$. Plano de macla $(10\bar{1}1)_{\alpha}$.

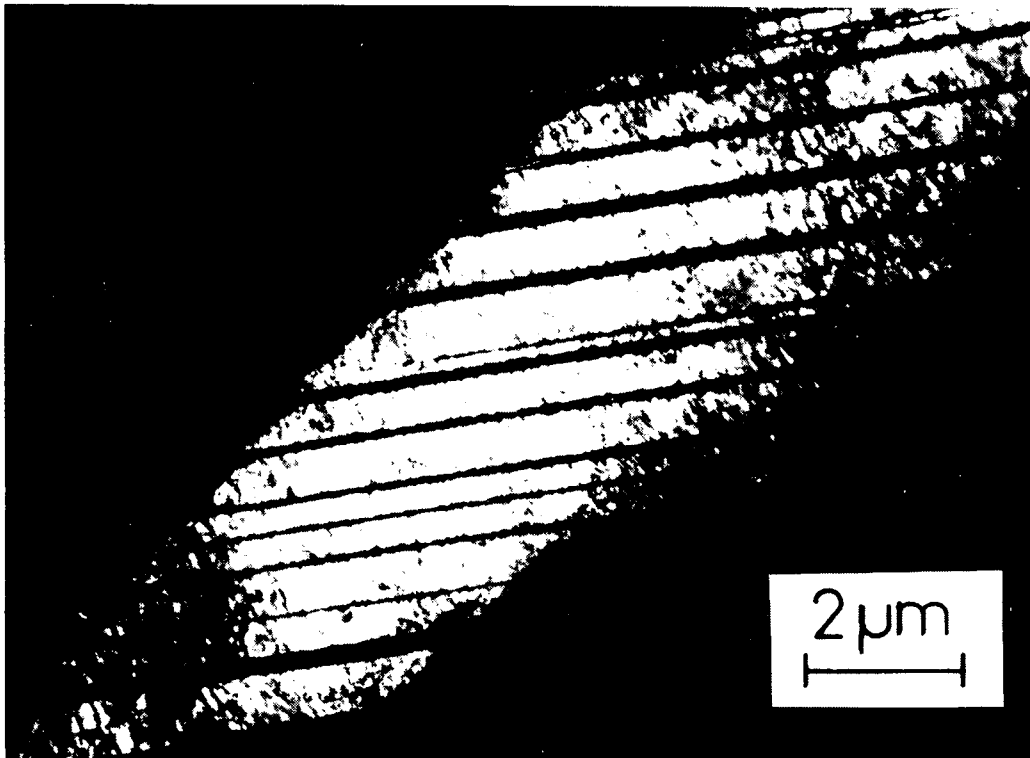


Fig. 6: Campo obscuro de martensita maclada (variante 1)



Fig 7: Campo oscuro de martensita maclada (variante 2)



Fig. 8: Microscopía electrónica de martensita (morfología combada)

Tabla 1: Resultados de análisis espectrográfico del circonio utilizado (p.p.m. en peso) D: detectado. ND: no detectado

Muestra Elemento	Zr(PPFAE)	Zr(T.W.Ch)
Si	<60 (D)	<60 (D)
Al	20-30	30-60
Ni	≈10	≈10
Mn	5-10	<5 (D)
Mg	≈5	<5 (D)
Pb	<5 (D)	10-15
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	118 ± 18	93 ± 14

Tabla 2: Resultado de análisis de contenido de gases por la técnica de fusión en platino de las aleaciones utilizadas (p.p.p. en peso)

Muestra Elemento	Aleación con Zr(PPFAE)	Aleación con Zr(T.W.CH.)
O	2.300	1000
N	≤100	≤100
H	70	30