

# ESTUDIO DE LA ESTABILIZACIÓN DE LA FASE MARTENSÍTICA 2H EN ALEACIONES DE Cu-Zn-Al

P. Arneodo Larochette, A. Condó<sup>1</sup> y M. Ahlers

Centro Atómico Bariloche - Instituto Balseiro - <sup>1</sup> CONICET  
Av. Bustillo 9800 - 8400 S. C. de Bariloche (RN) - Argentina  
e-mail: arneodo@cab.cnea.gov.ar

Se realizó un estudio de la microestructura de la martensita hexagonal 2H con dos grados de estabilización diferentes por medio de la microscopía electrónica de transmisión. Esta martensita fue obtenida por tracción a partir de la fase  $\beta$  (cúbica) en monocristales de Cu-Zn-Al con una concentración electrónica por átomo de aproximadamente 1.53. El grado de estabilización fue evaluado por dilatometría.

The microstructure of the hexagonal 2H martensite, with two different degrees of stabilization, was studied by transmission electron microscopy. This martensite was obtained by stressing the cubic  $\beta$  phase in Cu-Zn-Al single crystals with an electron concentration near 1.53. The stabilization was determined by dilatometric measurements.

## I. INTRODUCCIÓN

En las aleaciones de Cu-Zn-Al con concentración electrónica por átomo  $e/a \sim 1.53$  es posible inducir, por tensión mecánica o por temperatura, la fase martensítica hexagonal 2H a partir de la fase  $\beta$  (de estructura  $L2_1$ ). Si la fase 2H es mantenida a una temperatura de unos 20°C o más, se observa un aumento de la temperatura de retransformación  $A_s$ . Este efecto se conoce tradicionalmente con el nombre de estabilización y fue estudiado en detalle en el caso de la martensita 18R, otra de las fases martensíticas de las aleaciones de Cu-Zn-Al [1].

En la figura 1 se presenta el diagrama de fases metaestables correspondiente al Cu-Zn-Al para concentraciones electrónicas altas, cercanas a 1.53 [2]. Se observa que por variaciones en la temperatura o la tensión se pueden obtener las fases martensíticas 2H y 18R, a partir de la fase matriz  $\beta$ . A altas temperaturas  $\beta$  es una fase de equilibrio y puede ser retenida a bajas temperaturas en forma metaestable por medio de un templado.

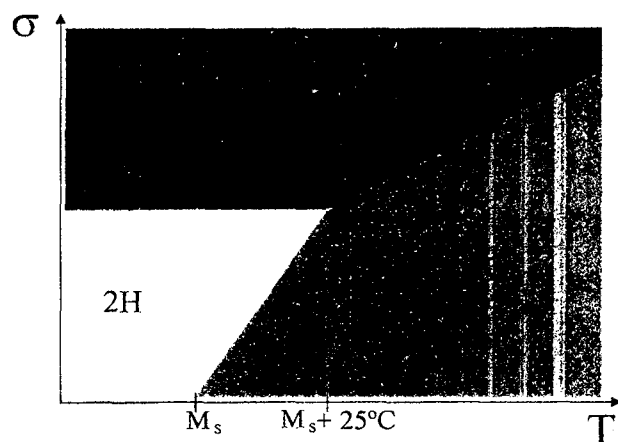


Figura 1. Diagrama de fases para aleaciones de Cu-Zn-Al con  $e/a \sim 1.53$ .  $M_s$  es la temperatura de transformación de fase  $\beta$  a 2H en ausencia de tensiones.

De estudios anteriores [3] se sabe que, dependiendo del procedimiento utilizado en la estabilización de la fase 2H, se obtienen aumentos en  $A_s$  que van de unos 50°C en un caso (valores comparables a los obtenidos en otras fases martensíticas de este tipo de aleaciones), hasta más de 300°C en otro. En dicho trabajo la martensita era obtenida a través de una transformación indirecta, induciendo primero la fase 18R por tensión a una temperatura por encima de  $M_s + 25^\circ\text{C}$  (figura 1), y luego descargando a una temperatura menor que  $M_s$ . Las diferencias en el grado de estabilización eran debidas, en principio, a la presencia o no de maclas en la martensita: se argumentó que por problemas de coexistencia la martensita maclada es más difícil de estabilizar que la martensita monovariante.

En este trabajo presentamos observaciones de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y mediciones de dilatometría realizadas sobre martensita 2H obtenida por tensión a partir de la fase  $\beta$ , y envejecida bajo distintas condiciones de carga.

## II. MÉTODO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

A partir de metales puros se fabricaron dos monocristales por el método de Bridgman, con una composición:

$70.27 \text{ at.}\% \text{ Cu} - 6.45 \text{ at.}\% \text{ Zn} - 23.28 \text{ at.}\% \text{ Al}$ ,

obteniéndose una temperatura de transformación a martensita ( $M_s$ ) de aproximadamente 0°C y una concentración electrónica ( $e/a$ ) de 1.53. En el gráfico de la figura 2 se muestran las direcciones de los ejes tensiles correspondientes a cada monocristal en fase  $\beta$ .

Se tomaron muestras de tracción con un diámetro de 3 mm y una longitud de 20 mm, en un caso (A), y 14 mm en el otro (B).

Para los ensayos mecánicos se utilizó una máquina Instron 5567 con control de carga y para las mediciones dilatométricas un aparato Adamel LK 02.

Las observaciones TEM fueron realizadas en un microscopio Philips EM 300 operado a 100 kV. Las

muestras fueron pulidas electroquímicamente por medio del mecanismo de doble *jet*, empleando una solución de ácido fosfórico, etanol, propanol, agua y urea a 12 V y a una temperatura de 0°C.

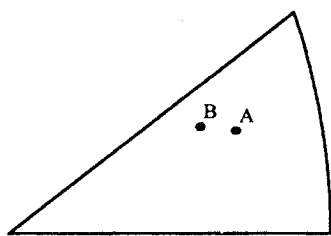


Figura 2. Orientación cristalográfica de los ejes tensiles de los monocristales fabricados (A y B).

Los ensayos se realizaron según el siguiente esquema:

1) Tratamiento térmico: Homogeneizado durante 30 minutos a 800°C y templado en agua a temperatura ambiente. Posteriormente las muestras fueron mantenidas a temperatura ambiente durante 20 minutos y en los 10 minutos siguientes enfriadas hasta 15°C (temperatura a la que se realizarían los ensayos mecánicos).

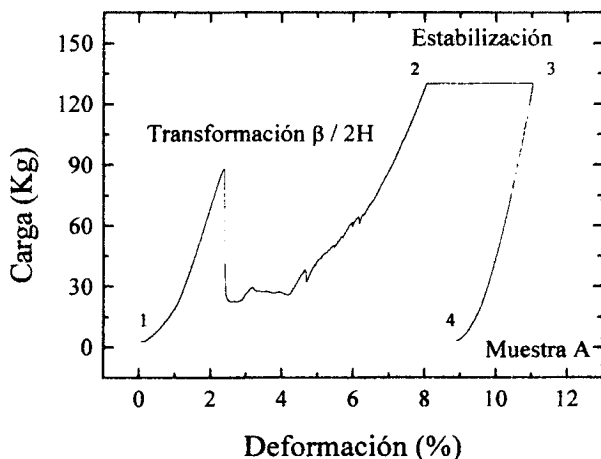


Figura 3. Muestra A. Inducción de la fase martensítica 2H por tracción, a una temperatura de 15°C (entre los puntos 1 y 2). Envejecimiento de la martensita (estabilización) durante 690 min. a 40°C y bajo una carga constante de 130 Kg (entre 2 y 3). Descarga y enfriamiento a temperatura ambiente (3 a 4).

2) Proceso de estabilización de la martensita: En los dos casos (muestras A y B) se realizó una transformación directa entre las fases  $\beta$  y 2H, es decir aplicando una tensión en el rango de temperaturas entre  $M_S$  y  $M_S+25^\circ\text{C}$  (ver el diagrama de fases de la figura 1). La fase martensítica 2H fue inducida y envejecida en la máquina de ensayos mecánicos. Las figuras 3 y 4 muestran la secuencia de pasos realizados durante la estabilización de las muestras A y B respectivamente. La muestra A fue envejecida bajo una carga de 130 Kg, mientras que con la muestra B se llegó a una carga máxima también de 130 Kg, pero la estabilización fue realizada con 65 Kg (figura 4). Ambas fueron estabilizadas durante 690 min. a 40°C.

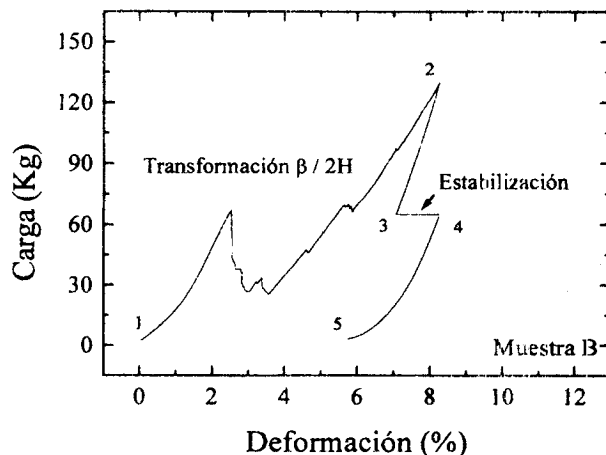


Figura 4. Muestra B. Estabilización de la martensita. La secuencia fue similar a la seguida con la muestra A, sólo se modificó la carga mantenida durante el envejecimiento (65 Kg en este caso).

Durante la etapa denominada *estabilización* en las figuras 3 y 4 se observa un gran aumento de la longitud que no debe ser asociado exclusivamente a la muestra. En ambas figuras los valores correspondientes al eje de las abscisas fueron medidos siguiendo la posición del travesaño de la máquina de ensayos mecánicos. Por lo tanto, cualquier variación en la temperatura de la máquina se evidencia en los gráficos. Como ya se explicó, en estos ensayos se efectuó un calentamiento desde 15°C hasta 40°C al comienzo de la etapa de estabilización (punto 2 en la figura 3 y punto 3 en la figura 4).

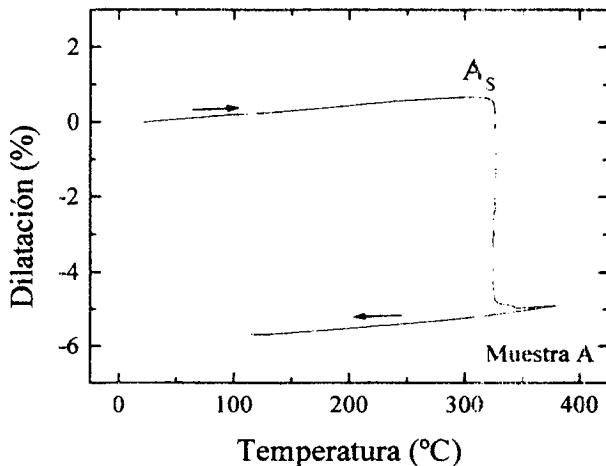


Figura 5. Medición de la temperatura de retransformación  $A_S$  por dilatometría. Variación porcentual de la longitud como función de la temperatura en el caso de la muestra A, estabilizada bajo 130 Kg de carga.

3) Medición del grado de estabilización por dilatometría: Como se observa en la figura 3, al descargar queda prácticamente toda la martensita retenida; lo que hace imposible la determinación del grado de estabilización de la misma por variaciones en la tensión de retransformación de 2H a  $\beta$  (el método tradicional [1]). Como alternativa se utilizó una técnica

dilatométrica: se midió la longitud de una fracción de las muestras como función de la temperatura durante un calentamiento hasta 400°C a una velocidad de 1K/s. Para este fin se cortaron, de la parte central de las muestras, cilindros de aproximadamente 3 mm de largo.

En las figuras 5 y 6 se presentan los resultados obtenidos después de procesos de estabilización a 130 Kg y 65 Kg respectivamente. Se observa claramente que la temperatura de retransformación  $A_s$  es mucho mayor en la muestra A, estabilizada bajo una carga de 130 Kg (la escala de temperatura es la misma en ambos gráficos).

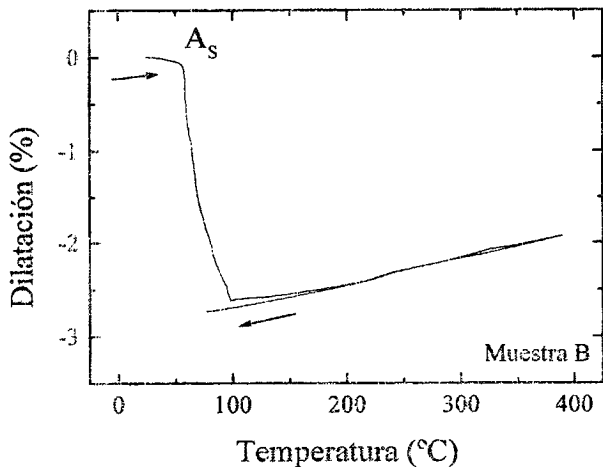


Figura 6. Curva de dilatación correspondiente a la muestra B, estabilizada bajo 65 Kg de carga.

4) Observación por medio de microscopía electrónica de transmisión: Con el fin de analizar la microestructura de las muestras (con comportamientos tan distintos) se realizaron observaciones de TEM. Los resultados se pueden resumir en las figuras 7 a 9.

En las micrografías de las figuras 7 y 8 se presentan las características de las muestras A y B (respectivamente) después del proceso de estabilización. La orientación de las muestras es cercana al eje tensil. En el caso de la muestra A (martensita estabilizada más de 300°C) se observan muy pocas maclas, la muestra está casi en su totalidad en la variante denominada 1 [4]. Sin embargo, existe una gran cantidad de fallas, algunas de plano basal y otras no-basales alineadas en forma paralela a las pocas maclas que se encuentran. Las fallas no-basales presentan un fuerte campo de distorsión a su alrededor.

En cambio, la muestra B, con un grado de estabilización mucho más bajo (~70°C), presenta una martensita maclada. Se observa mayoritariamente la variante 1, con la variante 4 en una relación de dos a uno (en fracción de volumen). Los planos basales de las dos variantes forman un ángulo de 60° y el plano de interfase es un plano  $(1\ 2\ 1)_{2H}$  común a ambas.

En la figura 8 también se puede ver que cuando la periodicidad del maclado se interrumpe, aparecen

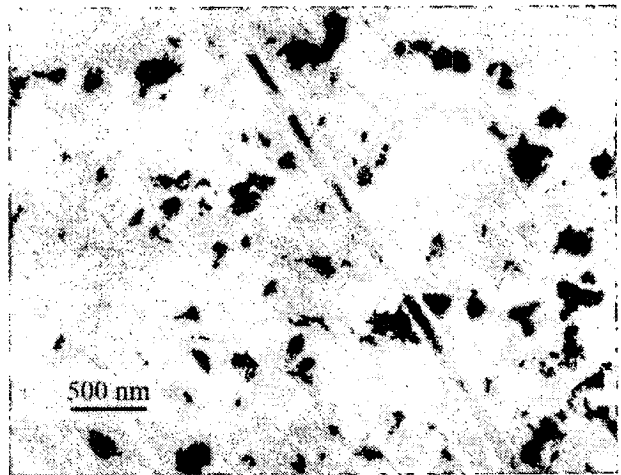


Figura 7. Muestra A: Imagen TEM de la martensita estabilizada más de 300°C. Se observa una alta densidad de fallas (basales y no basales), y una macla en la misma dirección que las fallas no basales.

fallas no basales alineadas en la misma dirección que las maclas. La figura 9 es una comparación entre las martensitas de las muestras A y B, en relación a la periodicidad y orientación de las fallas en un caso y las maclas en el otro. El acuerdo es notable, teniendo en cuenta además que se trata de dos muestras distintas.

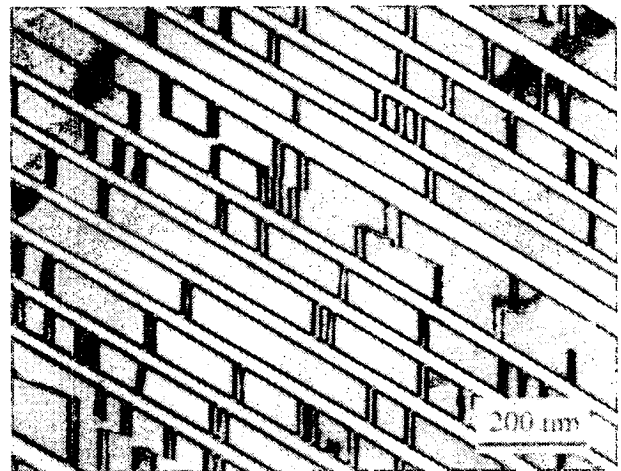


Figura 8. Muestra B: Imagen TEM de la martensita estabilizada bajo 65 Kg de carga. Se observa la variante 1 maclada, fallas de plano basal (verticales) y algunas fallas en la dirección de las maclas.

También se realizaron estudios de TEM sobre la muestra A después del calentamiento hasta 400°C de las mediciones de dilatación. Se observó un alto grado de descomposición (en las fases de equilibrio), lo que indica que probablemente el cambio abrupto en la longitud de la muestra (figura 5) no sea consecuencia de una transformación martensítica, sino del proceso de descomposición.



Figura 9. Montaje fotográfico. Las fallas de apilamiento en la muestra A (estabilizada bajo 130 Kg de carga) y las maclas en la muestra B (estabilizada bajo 65 Kg) presentan la misma periodicidad.

### III. DISCUSIÓN

De la comparación entre los dos tipos de microestructuras se deduce que las fallas de la muestra A y las maclas de la B tienen el mismo origen. Si se asume que la martensita que se obtiene inmediatamente después de la transformación es maclada (un punto a verificar), la conversión de las maclas en fallas, en la muestra estabilizada a mayor tensión, podría ocurrir al aumentar la tensión previamente a la estabilización o durante la estabilización misma. En el primer caso al aumentar la carga se elimina una de las variantes generando una distribución de fallas similar a la que se observa en la figura 7. Si se mantiene la carga, esta martensita es retenida y estabilizada por el envejecimiento. Si se baja la carga reaparecen las maclas debido a que se estabilizaron durante el proceso de carga (antes del punto 2 en las figuras 3 y 4). En la segunda hipótesis al aumentar la carga se mantiene esta distribución, que desaparece durante el envejecimiento a cargas altas (dando lugar al patrón de fallas de la figura 7) o se mantiene si el envejecimiento se efectúa bajo una carga menor (figura 8).

Los resultados indican que la martensita sin maclas (pero con fallas) se puede retener hasta temperaturas elevadas. La causa podría ser debida a la estabilización o a la microestructura. En este punto también se pueden presentar dos modelos:

- 1) Se sabe que la estabilización va acompañada de un cambio en los parámetros de red y una distorsión de la estructura [5]. La presencia de las maclas no permitiría la estabilización de las dos variantes martensíticas a la vez por un efecto de acomodo de las estructuras.
- 2) Para que exista un plano de hábito entre las fases 2H y  $\beta$  es necesario maclar la martensita. La presencia de las fallas, altamente distorsionadas, podría inhibir la formación de las maclas necesarias para el plano de hábito evitando la retransformación en la muestra B.

Para poder discriminar entre estas posibilidades se podría inducir la martensita 2H a través de la fase 18R [6]. De esta manera se obtiene una estructura libre de maclas, que si se puede estabilizar hasta altas temperaturas indicaría que son las maclas las que inhiben la estabilización.

### IV. CONCLUSIÓN

Los resultados presentados en este trabajo se pueden resumir de la siguiente manera. Cuando el envejecimiento de la martensita se realiza bajo cargas altas (130 Kg, en este caso) se logra una temperatura de retransformación alta (más de 300°C). Se obtiene una martensita monovariante con una gran cantidad de fallas. Si el envejecimiento se lleva a cabo bajo cargas menores (65 Kg), el grado de estabilización resultante es mucho menor (~70°C), y se observa una martensita con maclas.

### Agradecimientos

A Popi Gómez por la ayuda en la preparación de las muestras, a Pablo Riquelme, Raúl Stuke, Teresa Carrasco y Pedro Bavdaz por las soluciones a los problemas diarios y a Alf y Tolley y Francisco Lovey por las discusiones.

### Referencias

- 1 - A. Abu Arab y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **36**, (1988) 2627.
- 2 - J. L. Pelegrina y M. Ahlers, *Acta metall. mater.* **38**, (1990) 293.
- 3 - J. E. Bidaux y M. Ahlers, *J. de Phys.* **IV**, (1991) C4-211.
- 4 - K. Okamoto, S. Ichinose, K. Morii, K. Otsuka y K. Shimizu, *Acta metall.* **34**, (1986) 2065.
- 5 - F. Saule, M. Ahlers, F. Kropff y E. B. Rivero, *Acta metall. mater.* **40**, (1992) 3229.
- 6 - J. E. Bidaux y M. Ahlers, *Z. Metallk.* **83**, (1992) 5.

CEILAP  
CITEFA - CONICET  
ZUFRIATEGUI Y VARELA  
1603 - VILLA MARTELLI  
REPUBLICA ARGENTINA