

## Tesis de Posgrado

# Deformación plástica de monocristales de Fase Sigma y Uranio Beta

Coll, Jorge Antonio

1963

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Químicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

**Cita tipo APA:**

Coll, Jorge Antonio. (1963). Deformación plástica de monocristales de Fase Sigma y Uranio Beta. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.  
[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_1140\\_Coll.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1140_Coll.pdf)

**Cita tipo Chicago:**

Coll, Jorge Antonio. "Deformación plástica de monocristales de Fase Sigma y Uranio Beta". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1963.  
[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_1140\\_Coll.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_1140_Coll.pdf)

**EXACTAS** UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



**UBA**

Universidad de Buenos Aires

1.140

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales

Deformación Plástica

de Monocristales de Fase Sigma y Uranio Beta

Jorge Antonio Coll

RESUMEN

Año 1963

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales

Información Plástica

de Manuscritos de Juan Sigua y Juanita Botta

Jorge Antonio Coll

1963

Año 1963

## RESUMEN GENERAL

Este trabajo está inspirado en la predicción de Halden que dice que debido al isomorfismo presentado entre el uranio beta y la fase sigma, sería de esperar que este segundo material deformara plásticamente e a los mismos mecanismos que él estudiara para el primero, e identificara como deslaminación (110)/001/.

En el capítulo de introducción, se definen los objetivos del trabajo en forma mas general, se da una reseña bibliográfica completa de todo el trabajo previamente realizado en relación al tema, y se fija el plan de trabajo a ser desarrollado en el cumplimiento de sus objetivos.

En el capítulo siguiente se analiza en detalle el trabajo experimental realizado, dividido en dos partes: trabajo en fase sigma y trabajo en uranio beta.

En la primera de estas partes, se describen los equipos y técnicas experimentales usadas en la preparación de las aleaciones de Co-F (sistema elegido para intentar el crecimiento de monocristales de fase sigma), en su estudio metalográfico, en el crecimiento de los monocristales, en la determinación de sus orientaciones cristalográficas, y en la realización de los ensayos de deformación. Se completa esta parte, con las medidas de dureza, dilataométricas y de resistividad eléctrica llevadas a cabo con el objeto de investigar una posible transformación orden desorden en fase sigma.

Los resultados obtenidos pueden ser resumidos diciendo que, si bien se demostró la posibilidad de crecer monocristales de fase sigma, estos no deforman plásticamente cuando son sometidos a ensayos de flexión a temperatura ambiente, y que la fase sigma del sistema Co- $\gamma$  presenta una transformación orden-desorden con una temperatura crítica de 550°C.

La segunda parte de este capítulo sigue el mismo criterio anterior respecto a técnicas y equipos usados en el crecimiento y deformación de monocristales de uranio beta.

Los resultados en este caso son distintos a los obtenidos para fase sigma, y demuestran que estos monocristales no sólo deforman con los sistemas (110)/001/ descritos por Holden, sino que además lo hacen con dos nuevos mecanismos que fueron identificados como deslizamiento sobre los planos (100) y (010) y a los que se les atribuye la dirección /011/. Se destacan las diferencias morfológicas observadas entre las tramas correspondientes a ambos sistemas.

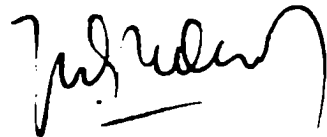
En el capítulo correspondiente a la discusión de los resultados experimentales, se comparan los obtenidos en estos materiales. Se analiza el modelo de Kronberg propuesto para la deformación (110)/001/, y se propone otro para los nuevos sistemas (100)/001/. Este nuevo modelo consiste en una dislocación extendida, formada por dos parciales de Shockley, y en base a sus diferencias con el de Kronberg, se explican las diferencias morfológicas de las tramas a que se hizo referencia.

Los modelos propuestos para uranio beta son extendidos a la estructura ordenada de fase sigma,

usando para este análisis los resultados de Esper en la aleación Ni-V, y se demuestra que su aplicación a dicha fase crearía desorden cristalográfico.

La diferencia de comportamiento de ambas clases de monocristales en los ensayos de deformación a temperatura ambiente es atribuida al desorden antedicho, pero habiéndose demostrado la existencia de la transformación orden-desorden, se hace notar que la predicción de Halden podría ser válida para temperaturas superiores a la crítica.

En los capítulos finales se extraen las conclusiones correspondientes al trabajo, y se dan tres posibles temas de trabajos futuros que podrían ser desarrollados como continuación de su línea de investigación.



UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales

Deformación Plástica

de Monocristales de Fase Sigma y Uranio Beta

Jorge Antonio Coll

TESIS: 1140

Tesis Presentada para optar al

Título de Doctor en Química

Año 1967

**INTRODUCCION****A.- OBJETIVOS DEL TRABAJO**

El objetivo del presente trabajo, consistió en el estudio de los mecanismos de deformación plástica de monocristales de fase sigma y uranio beta; pero debe ser considerado como una contribución al conocimiento de las propiedades de la fase sigma, y como una incursión en campos de la metalurgia física que debieron ser mejor entendidos, tales como la deformación plástica de estructuras complejas y el tratamiento dislocacionista de estas estructuras.

Se debe destacar que como trabajo de tesis, también fué parte de su objetivo el plantear todos los interrogantes posibles que dieran lugar a futuros trabajos de investigación en el tema de su desarrollo.



## B.- EL TRABAJO PREVIAMENTE REALIZADO

Holden<sup>1</sup> en 1952, puede por primera vez preparar monocristales de uranio en fase beta, estables a temperatura ambiente, usando pequeñas adiciones de Cr como estabilizador. Al ensayar estos monocristales en tensión, descubrió que contrariamente a lo sostenido hasta aquel entonces, dichos monocristales deformaban en forma dúctil, y con los sistemas de deformación que él mismo identificara como deslizando sobre los planos (110) y (1 $\bar{1}$ 0) y con la dirección /001/. Estos sistemas con los únicos mecanismos de deformación de uranio beta conocidos hasta el momento.

Tucker y Senio<sup>2</sup>, en 1953, determinan definitivamente la estructura cristalográfica del uranio beta, y concluyen que consiste en una estructura compleja, tetragonal, de treinta átomos por celda elemental, y perteneciente al grupo espacial  $P4_2$  mm (Fig.No.1).

Un año más tarde, Borgman y Shoemaker<sup>3</sup>, estudian la correspondiente a fase sigma Fe-Cr, demostrando que resulta ser la misma presentada por el uranio beta.

El mismo Holden<sup>1</sup>, basándose en egte isomorfismo, supone que sería de esperar que la fase sigma deformara con los mismos mecanismos que él estudiara para el uranio beta. También supone que el uranio beta presentaría otros sistemas de deformación además de los ya nombrados (110)/001/, y basándose en el estudio de su estructura, propone como posibles los (001)/100/ y (001)/110/<sup>4</sup>.

La estructura cristalina de re-

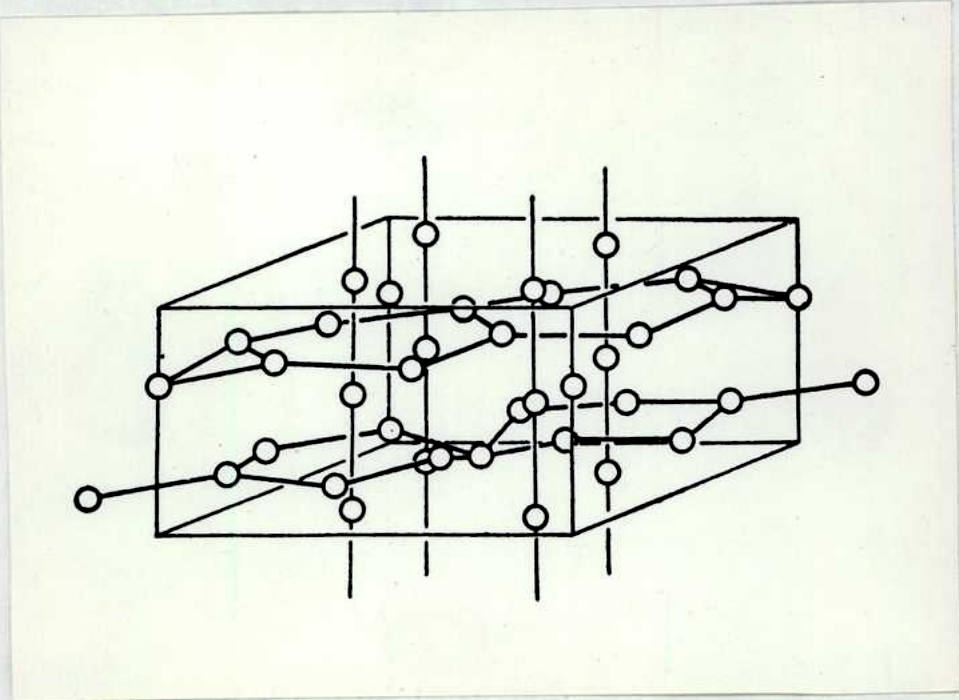


Fig.No. 1.- Celda elemental de uranio beta

ferencia, presenta cinco distintas posiciones atómicas no equivalentes según los números de coordinación y las distancias entre los átomos que las ocupan, y no es sino más tarde, en 1956, en que Kasper y Waterstrat,<sup>5</sup> con estudios de difracción neutrónica, demuestran que en el caso de fase sigma la estructura es ordenada, es decir, que las dos distintas clases de átomos constituyentes (Cr y Fe por ejemplo), se distribuyen ocupando preferencialmente algunas de las antedichas cinco posiciones.

Kronberg,<sup>6</sup> en 1959, hace una muy ingeniosa interpretación de los mecanismos de deformación de uranio beta. Basándose en especulaciones geométricas, hace el análisis de los movimientos atómicos necesarios para producir la deformación (110)/001/, y propone los modelos de las dislocaciones zonales que según él, podrían ser los responsables de dicha deformación.

Un reciente trabajo de Gupta<sup>7</sup>, estudiando con rayos X la estructura de aleaciones de Al-Nb y Al-Ta corrobora los resultados de Kasper respecto al ordenamiento atómico presentado por la fase sigma y no deja lugar a dudas al respecto.

Y por último, y para completar el cuadro de los trabajos realizados en conexión con el tema de investigación desarrollado en el presente, Marcinkowski y Miller<sup>8</sup>, en 1962, tratando de comprobar las sugerencias de Holden, estudian los defectos de subestructura de fase sigma de Fe-Cr por mg

die de microscopía electrónica de transmisión, y concluyen que, no siendo posible la observación de las dislocaciones propuestas por Kronberg para uranio beta, existen en fase sigma fallas de empujamiento (que eventualmente terminan en dislocaciones parciales de Frank), sobre los planos (100) y (010).

**C.- PLAN DE TRABAJO**

El plan de trabajo fijado para el cumplimiento de los objetivos a que se hizo referencia fué el siguiente:

- 1.- Crecimiento de monocristales de fase  $\alpha$ .
- 2.- Crecimiento de monocristales de uranio beta.
- 3.- Determinación de sus orientaciones cristalográficas.
- 4.- Deformación de ambas clases de monocristales.
- 5.- Estudio metalográfico y cristalográfico de las deformaciones producidas.
- 6.- Comparación e interpretación de los resultados a obtener.

El trabajo se mantuvo acorde con este plan original en todo su desarrollo, y se complementó con el estudio de la transformación orden desorden en fase  $\alpha$ .

## TRABAJO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

### A.- EN FASE SIGMA

#### 1.- Elección del sistema de aleaciones.

La elección del sistema de aleaciones a ser usado para intentar el crecimiento de los monocristales de fase sigma se hizo en base a los siguientes criterios:

- a.- Sistemas de aleaciones que presentan fase sigma estable a altas temperaturas. Esto es condición necesaria para que sea posible el crecimiento de monocristales.
- b.- Amplitud de los rangos de homogeneidad de la fase, ya que a mayor amplitud de estos rangos, corresponden mayores facilidades en la preparación experimental de las aleaciones.
- c.- Magnitud de la temperatura de fusión de la fase sigma, por cuanto las técnicas a ser usadas en el crecimiento se complican a medida que aumenta la temperatura de trabajo.
- d.- Accesibilidad de los elementos constituyentes necesarios para la preparación de las aleaciones en las mejores condiciones de pureza.

Del estudio de los diagramas de equilibrio<sup>9</sup> de los sistemas que presentan fase sigma y de la aplicación de los criterios anteriores, resulta como el mejor sistema a ser usado en este trabajo, el de Co-V. Su diagrama de equilibrio puede verse en la Fig. No. 2<sup>10</sup>.

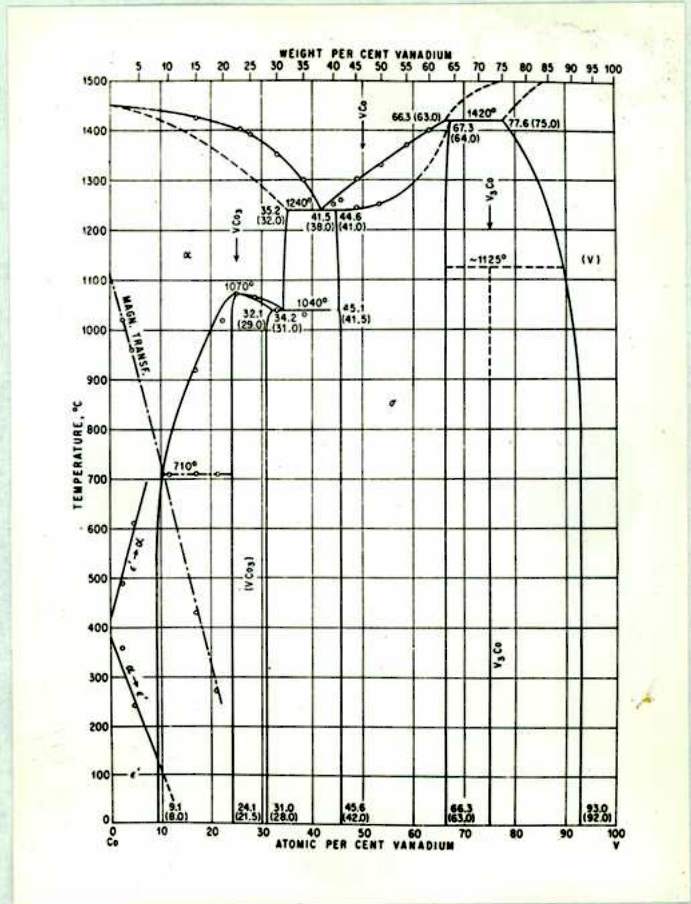


Fig.No.2.- Diagrama de equilibrio Co-V.

En efecto, la estabilidad de la fase sigma presentada por este sistema se extiende desde temperatura ambiente hasta el punto de fusión; el rango de homogeneidad de aproximadamente 20% atómico es suficientemente amplio; la temperatura de fusión, correspondiente a 1260°C puede ser considerada como relativamente baja; y los metales constituyentes pueden ser obtenidos con las purezas indicadas en la Tabla No.1.-

## 2.- Preparación de las aleaciones.

Los metales usados en la preparación de las aleaciones de Co-V fueron provistos por la firma Light & Co. de Inglaterra, y sus análisis pueden verse en la tabla antedicha.

Las aleaciones se fundieron bajo atmósfera protectora de argón (300 mm de Hg de presión de argón y 75 Amp. de corriente), en un horno de arco con electrodo de tungsteno, tipo Labor-Libo, provisto por la firma Degussa-Wolfgang de Alemania. Las composiciones fundidas fueron 25, 37, 42, 50, 55 y 67% atómico de vanadio.

Con el objeto de homogeneizar estas aleaciones, se hicieron tratamientos térmicos en vacío a 900 y 1150°C durante 100 y 40 horas respectivamente. Este procedimiento permitió reconocer las distintas fases del sistema, comprobar el rango de homogeneidad de la fase sigma, y seleccionar, en base a la menor segregación presentada, la de composición 55%



T A B L A No. 1

<b>Cobalto</b>	<b>99.98%</b>	<b>Vanadio</b>	<b>99.8%</b>
<b>Hierro</b>	<b>2 p.p.m.</b>		<b>300 p.p.m.</b>
<b>Nickel</b>	<b>2 "</b>		<b>50 "</b>
<b>Silicio</b>	<b>1 "</b>		<b>200 "</b>
<b>Cobre</b>	<b>1 "</b>		<b>50 "</b>
<b>Magnesio</b>	<b>1 "</b>		
<b>Plata</b>	<b>1 "</b>		
		<b>Carbono</b>	<b>400 "</b>
		<b>Hidrógeno</b>	<b>10 "</b>
		<b>Oxígeno</b>	<b>500 "</b>
		<b>Nitrógeno</b>	<b>100 "</b>
		<b>Molibdono</b>	<b>400 "</b>
		<b>Calcio</b>	<b>100 "</b>
		<b>Aluminio</b>	<b>100 "</b>
		<b>Cromo</b>	<b>150 "</b>
		<b>Manganeso</b>	<b>50 "</b>
		<b>Titanio</b>	<b>200 "</b>
		<b>Estafío</b>	<b>50 "</b>

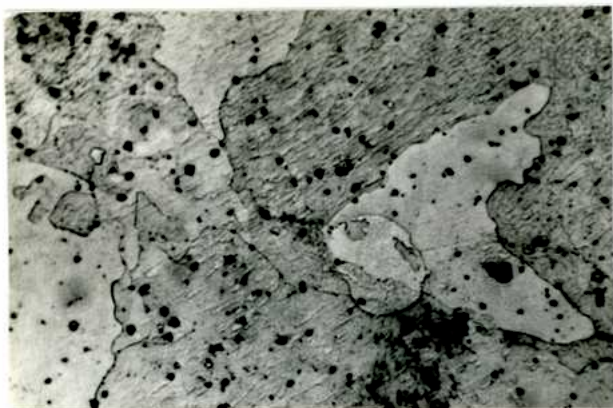
atómico de V como la más conveniente para intentar el crecimiento de los monocristales. Algunas de las fotomicrografías obtenidas de muestras sometidas a estos tratamientos pueden verse en la Fig. No.3.-

### 3.- Preparación metalográfica.

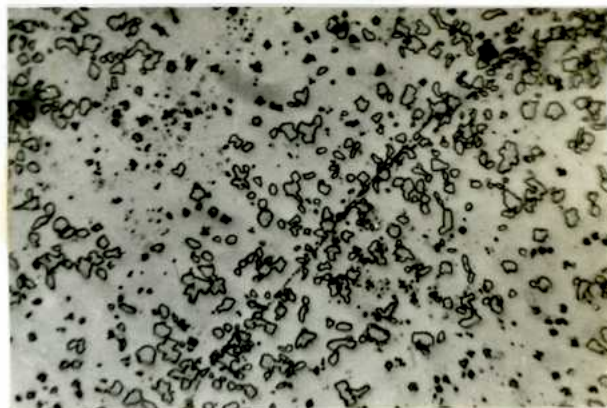
La preparación metalográfica de las muestras se hizo por pulido mecánico con papeles esmeriles hasta el grado 4/0 y terminado en paño con alúmina. Los ataques se hicieron con el reactivo de Fry (5 grs. de  $\text{Cl}_2\text{Cu}$ , 40 ml de  $\text{ClH}$  25 ml de  $\text{EtOH}$  y 30 ml de  $\text{H}_2\text{O}$ ) durante 30 segundos.

Se puso a punto una técnica de pulido electrolítico con una solución acuosa de 20% de  $\text{SO}_4\text{H}_2$ . El uso de esta solución con 10-12 volts y aproximadamente 30  $\text{Amp/cm}^2$  durante 60 segundos, da excelentes pulidos en especímenes previamente tratados mecánicamente hasta el grado 0 y resulta complementaria del pulido mecánico, ya que elimina la capa de material distorsionada que perjudica siempre la observación.-

Todos los reactivos comunes a Co y V que se ensayaron con el objeto de atacar límites de grano, resultaron inapropiados. La necesidad de poder observar tamaño de grano para determinar en forma rápida si se tratan de monocristales, y la falta de reactivos macro y micrográficos para hacerlo, hizo pensar en la conveniencia de observación con luz polarizada, posible en este caso, porque se trata de una estructura tetragonal anisotrópica. La técnica dió excelentes resultados, aunque

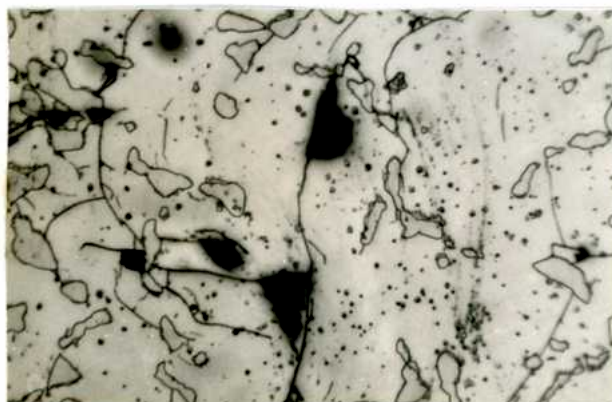


Co-25%V                      x480  
100 hs a 900°C



Co-42%V                      x480  
100 hs a 900°C

Fig.No.3.- Micrografías del sistema Co-V



Co-55%V                      x480  
40 hs a 1150°C

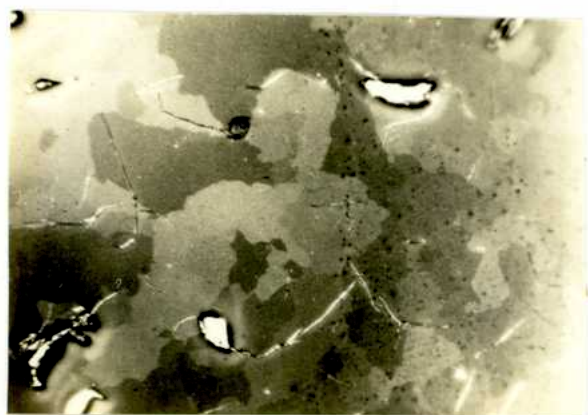
fue costosa de poner a punto debido al escaso poder polarizador de la fase sigma. Así lo demuestra la Fig. No.4, que mostrando un campo homogéneo de fase sigma en dos posiciones que difieren en  $90^\circ$  de rotación de la platina del microscopio, permite la observación de límites y tamaño de grano.

Esta técnica fue también probada en otros sistemas de fase sigma (Fe-Cr, Fe-V, y Cr-In). Los resultados, igualmente buenos, permiten generalizar que la observación con luz polarizada resulta ser un buen método para el estudio metalográfico de todo tipo de fase sigma. Se destaca este hecho, porque resulta imposible encontrar en la literatura procedimientos a ser usados en tales estudios de este material.

#### 4.- Trabajo en rayos X.

Los rayos X se usaron en primera instancia para el reconocimiento de la fase sigma. Tal identificación no deja lugar a dudas, como surge de los datos del diagrama de polvos de la Fig. No.5 y de su comparación con los existentes<sup>11 y 12</sup>. El diagrama fue obtenido con radiación de Cr en cámara de Debye de dos radianes, con cuatro horas de exposición. Los datos figuran en la tabla No. 2.

Los parámetros de red obtenidos de este diagrama resultan:  $a = 8,852 \text{ \AA}$ ,  $c = 4,579 \text{ \AA}$  y la relación  $c/a = 0,517$ . Con estos valores, se calcularon los ángulos entre planos principales de fase sigma con la fórmula adjunta a la ta-



x500



x500

Fig.No.4.- Aplicación de la luz polarizada.



Fig.No.5.- Diagrama de polvo de fase sigma de Co-V.

TABLE No. 2

Linea No.	20	I	d. o	sen <sup>2</sup> 0	hkl
1	60.0	d	2.209	0.2500	002
2	64.45	f	2.147	2.842	410 112)
3	66.48	d	2.088	0.3017	330
4	68.58	d	2.037	0.3159	202
5	70.50	m	1.984	0.3331	212) 420)
6	71.94	f	1.948	0.3449	411
7	73.92	m	1.904	0.3608	331
8	76.40	d	1.861	0.3824	222
9	80.26	d	1.766	0.4154	512) 430) 500)
10	128.00	m	1.274	0.8078	
11	132.24	d	1.253	0.8306	
12	134.70	f	1.241	0.8517	
13	138.16	d	1.225	0.8725	
14	140.04	d	1.218	0.8852	
15	149.98	m	1.185	0.9328	

bla No. 3, y se procedió a la construcción de la proyección estereográfica estandar de la Fig. No. 6. Esta proyección resulta útil para cualquier otro sistema de fase sigma, ya que como puede verse en la tabla No.4, la máxima variación de las relaciones  $c/a$  de las fases sigma estudiadas es de 0.01, para los sistemas Ir-Nb y Fe-Mo, y siendo tan pequeña, no modifica los ángulos de la proyección. Esta tabla da los catos cristalográficos de los otros sistemas de fase sigma<sup>13</sup>, y los de sus elementos constituyentes.

El objetivo fundamental del uso de rayos X fué la determinación de la orientación cristalográfica de los monocristales producidos, necesaria para la identificación de los mecanismos de deformación. Tal determinación se hizo por la técnica de Ureninger<sup>14</sup>, y los inconvenientes surgidos en las determinaciones iniciales, tales como la identificación de las zonas fundamentales y las manchas más intensas, pudieron ser salvados usando un goniómetro de dos círculos. Este goniómetro, al permitir tomar diagramas orientados, hace posible también corroborar las orientaciones determinadas.

Los principios de la determinación de la orientación de un monocristal con la antedicha técnica pueden verse en el Apéndice I.

La Fig.No.7 muestra el diagrama de Laue de uno de los monocristales obtenidos, con su eje de simetría tetragonal casi normal a la placa. Para la obtención de estos diagramas se usó radiación de  $\alpha$ , 4 horas de exposición y 3 cm de distancia entre placa y espécimen.

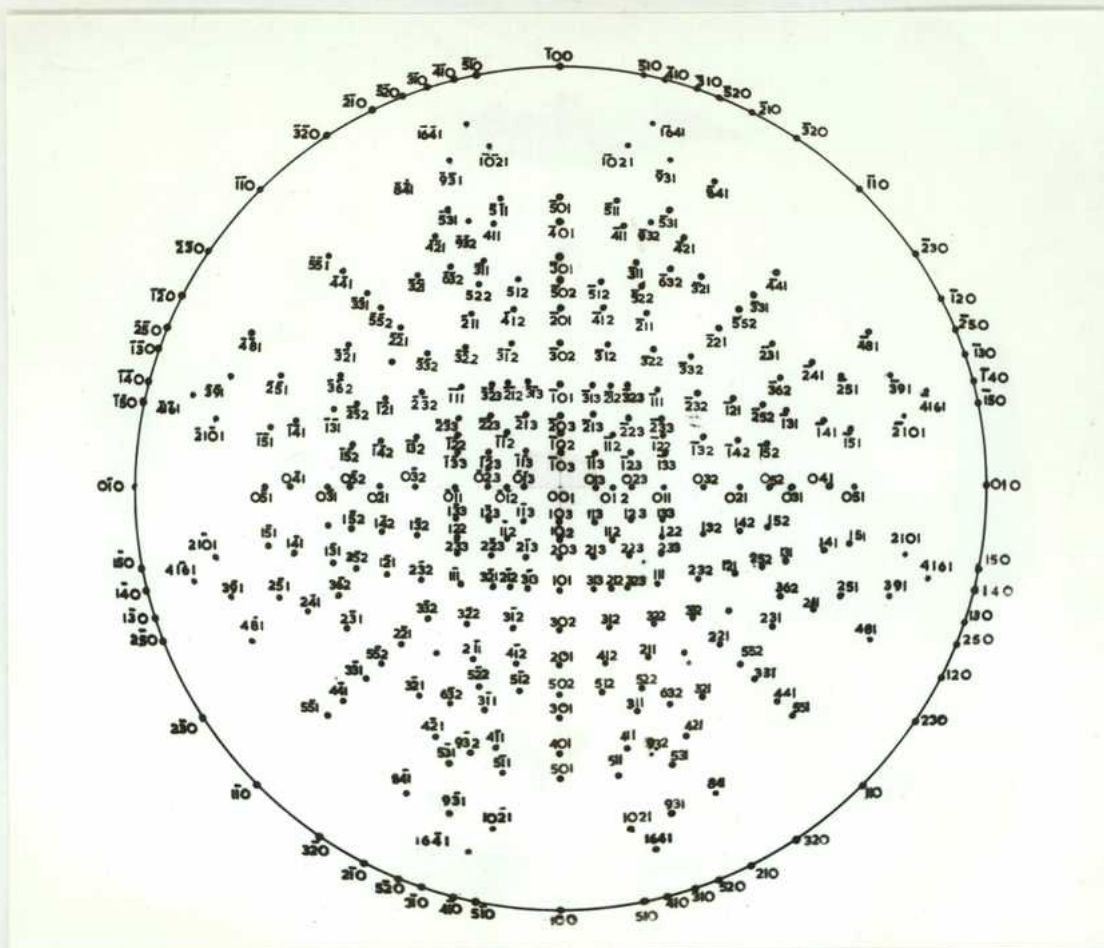


Fig.No.6.- Proyección estandar (001) para face sigma.

Fig.No.7.- Diagrama de Laue mostrando eje de simetría cuaternaria.





Tabla No. 3

ÁNGULOS ENTRE PLANOS PRINCIPALES DE EJE SIGMA

$$a = 8,843 \pm 0,003$$

$$c = 4,536 \pm 0,002$$

$$c/a = 0,5186$$

Zona (100)			Zona ( $\bar{1}10$ )		
HKL	hkl	$\alpha$	HKL	hkl	$\alpha$
001	013	9°41'	001	113	13°40'
	012	14°34'		112	20°10'
	023	19° 2'		223	26° 4'
	011	27°24'		111	36°16'
	032	37°54'		332	47°44'
	021	46° 3'		221	55°43'
	052	52°22'		552	61°26'
	031	57°16'		331	65°33'
	041	64°16'		441	71°10'
	051	68°59'		551	74°45'

El ángulo  $\alpha$  fue calculado con la siguiente fórmula:

$$\cos \alpha = \frac{\frac{Hh + Kk}{a^2} + \frac{Ll}{c^2}}{\left[ \left( \frac{H^2 + K^2}{a^2} + \frac{L^2}{c^2} \right) \left( \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \right]^{1/2}}$$

Tabla No.4

	23 $\frac{V}{\text{O}}$ 1,36 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc	41 $\frac{Nb}{\text{O}}$ 1,47 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc	73 $\frac{Ta}{\text{O}}$ 1,47 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc	24 $\frac{Cr}{\text{O}}$ 1,28 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc	42 $\frac{Mo}{\text{O}}$ 1,40 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc	74 $\frac{W}{\text{O}}$ 1,41 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc cúbico compl.
25 $\frac{Mn}{\text{O}}$ 1,30 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc com. Fcc bcc		?	?		a=9,10 c=4,74 c/a=05208	?
26 $\frac{Fe}{\text{O}}$ 1,27 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ bcc Fcc bcc	a=8,95 c=4,62 c/a=0516		---	a=8,794 c=4,552 c/a=0518	a=9,188 c=4,812 c/a=05237	
27 $\frac{Co}{\text{O}}$ 1,25 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ cph Fcc		---	---	a=8,80 c=4,56 c/a=0518		
28 $\frac{Ni}{\text{O}}$ 1,25 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ Fcc	a=8,966 c=4,641 c/a=05176	---	---	---	---	---
43 $\frac{Fe}{\text{O}}$ 1,36 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ cph	?	?	?	?	?	?
44 $\frac{Ru}{\text{O}}$ 1,34 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ cph	---	---	---	a=9,00 c=4,66 c/a=052	a=9,54 c=4,95 c/a=052	---
45 $\frac{Rh}{\text{O}}$ 1,34 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ Fcc	---	a=9,77 c=5,054 c/a=0517	a=9,754 c=5,058 c/a=0518	---	---	---
46 $\frac{Pd}{\text{O}}$ 1,37 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ Fcc	---	a=9,89 c=5,11 c/a=052	---	---	---	---
75 $\frac{Re}{\text{O}}$ 1,37 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ cph	---	a=9,78 c=5,11 c/a=0522	a=9,80 c=5,12 c/a=0522	a=9,23 c=4,80 c/a=0518	a=9,588 c=4,983 c/a=0520	a=9,55 c=4,98 c/a=0518
76 $\frac{Os}{\text{O}}$ 1,35 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ cph	---	a=9,85 c=5,06 c/a=0514	a=9,91 c=5,10 c/a=0515	a=9,04 c=4,60 c/a=0508	a=9,63 c=4,96 c/a=0516	a=9,65 c=5,00 c/a=0518
77 $\frac{Ir}{\text{O}}$ 1,36 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ Fcc	---	a=9,88 c=5,07 c/a=0513	8,1% a=9,93 c=5,17 c/a=0520	---	2,9% a=9,64 c=4,96 c/a=0515	3,7% a=9,67 c=5,01 c/a=0518
78 $\frac{Pt}{\text{O}}$ 1,39 $\frac{\text{Å}}{\text{O}}$ Fcc	---	a=9,89 c=5,11 c/a=052	5,8% a=9,95 c=5,16 c/a=052	---	---	---

Para el crecimiento de los monocristales de fase simple se usó el método de Bridgman<sup>15</sup>. Este método consiste en hacer viajar lentamente la interfase sólido-líquido a lo largo del material a crecer. Para ello el material fundido se retira lentamente del horno donde se produjo la fusión, de tal manera que la primera parte en solidificarse actúa como semilla para el crecimiento del resto. Se entiende que, si la velocidad de crecimiento del primer grano solidificado es menor que la velocidad de desplazamiento de la interfase, este no tendrá inconvenientes en crecer a medida que la interfase se desplace, induciendo su orientación cristalina a todo lo largo del material. También es fácil comprender que la velocidad de viaje de la interfase resulta crítica, ya que si ésta es mayor que la de crecimiento se permitirá la nucleación de nuevos granos y el resultado será un espécimen policristalino.

La nucleación de otros granos también puede ser debida a otros factores, tales como vibraciones en el líquido, impurezas, defectos superficiales en el molde, etc., por lo que nunca se está seguro de haber crecido un monocristal hasta hecha la comprobación a posteriori.

En este trabajo se usaron dos procedimientos distintos a fin de intentar el crecimiento: a) Pasaje a través de las espiras de un horno de inducción, y b) Pasaje por un horno de resistencia exterior (elementos calefactores de globo). La diferencia fundamental entre los dos procedimientos, estriba en que en el primer caso, el metal es la fuente de calor,

el gradiente de temperatura es pronunciado, y el enfriamiento — brusco, mientras que en el segundo, el calentamiento es producido por los globares, siendo el gradiente suave y el enfriamiento lento.

a).- Pasaje por horno de inducción.

La Fig.No.8 muestra el esquema general del sistema de pasaje. La fase sigma a ser crecida en monzocristal, (previamente fundida en horno de arco para poder limitar la temperatura de trabajo a  $1.300^{\circ}\text{C}$ , lo que no hubiera sido posible partiendo de los elementos Co y V puros), se coloca en trozos en el crisol de aproximadamente 5 cm de diámetro y de fondo inclinado a fin de permitir la solidificación inicial de la semilla. Este crisol es centrado en un tubo evacuado de cuarzo, que es introducido, por medio de un motor de velocidad regulable, entre las espiras de un horno de inducción de 9 KVA, marca Radyne, modelo C 85, provisto por la firma Radio Heaters Ltd. de Inglaterra, que opera a una frecuencia de 500.000 ciclos.

b).- Pasaje por horno de globar.

La Fig.No.9 muestra el esquema general del sistema de pasaje. En este caso, la fase sigma a crecer es colocada en una navicilla que se ubica en el interior de un tubo de zirconia de 1 metro de longitud. Los cabezales del tubo, de cierre hermático, permiten mantener un flujo pequeño pero constante de argón, a la vez que una sobrepresión interior. Este tubo es



Fig.No.8.- Sistema de crecimiento por horno de inducción



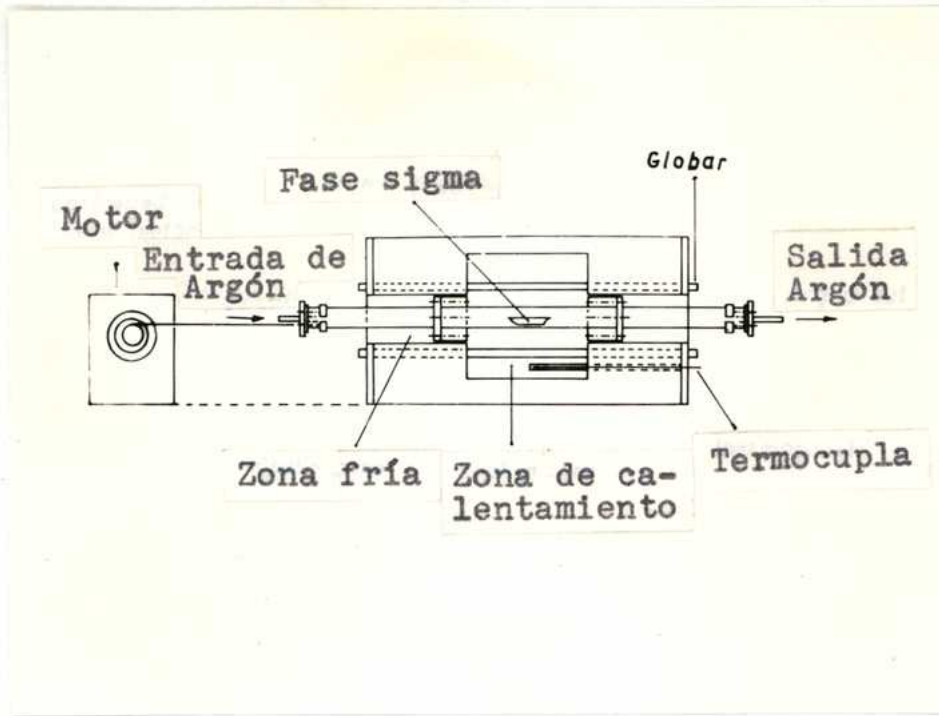


Fig.No.9.- Sistema de crecimiento por horno de globar.



centrado en el horno a  $1300^{\circ}\text{C}$ , y de allí retirado el conjunto por un motor de velocidad regulable.

La experiencia indicó que este segundo procedimiento era más efectivo, por lo que se decidió utilizarlo para el crecimiento definitivo de los monocristales.

Respecto a los crisoles y navecillas usados, puede decirse que constituyeron uno de los mayores inconvenientes encontrados. La fase sólida fundida reaccionaba con cualquiera de los refractarios indicados en la literatura<sup>10 y 16</sup>, impidiendo la extracción del monocristal de su correspondiente molde. Inicialmente se usaron navecillas y crisoles de alúmina - recristalizada provistas por la firma alemana Degussa, según especificaciones Degusit Al 23, y de zirconia de la firma Norton Company de EE.UU de Norteamérica, con especificaciones Zirconia H, fundida y estabilizada. Los resultados obtenidos fueron poco satisfactorios. Este hecho, indicó la necesidad de investigar este problema como paso previo al intento de crecimiento de los monocristales.

Para ello, se prepararon navecillas sinterizadas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{ZrO}_2$ , y  $\text{ThO}_2$ , y se procedió a realizar ensayos de fusión en cada una de ellas. Estos ensayos indicaron que las de mejor comportamiento eran las de alúmina, sinterizada y cuando estuvieran libres de impurezas. Se comprobó que trazas de sulfatos inducían la reacción entre metal y molde.

Las navecillas finalmente utilizadas se prepararon con mezclas de polvos de alúmina e hidróxido de alu

minio (20% de hidróxido obtenido por precipitación de una solución de sulfato de aluminio con amoníaco, y lavado hasta reacción negativa de sulfatos con  $\text{Cl}_2\text{Ba}$ ), compactadas con una presión de  $700 \text{ Kgrm/cm}^2$  y sometidas a una semisinterización por calentamiento a  $1400^\circ\text{C}$  durante cuatro horas. Las navetas así preparadas, permitieron hacer los crecimientos sin otros inconvenientes, y lo que es importante destacar, posibilitaron el fácil desmoldo de los monocristales.

En estas condiciones, con el método del horno de globar y las navetas preparadas según la descripción anterior, se procedió al crecimiento de los monocristales con velocidades de pasaje de 4 cm/hora (velocidad óptima según ensayos realizados), y 15 cm de columna de agua de sobrepresión de argón para un flujo de 4 litros/min.

Los monocristales obtenidos, aunque grandes en dimensiones, (hasta 4 cm de longitud en algunos casos) presentaban un nuevo inconveniente para la realización de los ensayos de deformación: por regla general, crecían fracturados. Inútiles resultaron los esfuerzos tendientes a evitar dichas fracturas. Las experiencias al respecto consistieron en programas de enfriamientos lentos de hasta  $20^\circ\text{C/hora}$  una vez solidificado el total del material, ya que en principio tales fracturas fueron atribuidas a shock térmico producido durante el enfriamiento. Es por esto que se decidió crecer un mayor número de monocristales y seleccionar los libres de fracturas para los ensayos de deformación.



La Fig. No.10, muestra algunos de los especímenes seleccionados. Se debe destacar, que siendo la fase sigma tan frágil, no es posible darle forma por los métodos convencionales de laminación, extrusión, etc., por lo que fué necesario recurrir al pulido mecánico para terminar las superficies y dar la forma definitiva a los monocristales obtenidos.

#### 6.- Ensayos de deformación.

Los monocristales seleccionados fueron sometidos a ensayos de flexión en una micro máquina sistema Chevenard, tipo M1 34, provista por la firma SADAMEL de Francia, que permite tanto el registro visual como fotográfico de las curvas de flexión.

Todos los monocristales ensayados mostraron un comportamiento extremadamente frágil. La terminación del ensayo se producía por rotura del cristal en la parte elástica de las curvas, y no fué posible en ningún caso determinar deformación plástica.

La observación metalográfica posterior a los ensayos, realizada con un microscopio metalográfico tipo MEF de la firma Reichert de Austria, permitió comprobar la ausencia total de trazas de deslizamiento en los monocristales ensayados.

Ambos resultados permiten enunciar que: los monocristales de fase sigma no deforman plásticamente a temperatura ambiente.



Fig.No.10.- Fotografía de los monocristales seleccionados.

## 7.- Determinación de orden-desorden.

Los resultados anteriores, y las razones que se verán en la discusión de estos resultados en el párrafo siguiente, decidieron a encarar el estudio de una posible transformación orden desorden en fase sigma. Es bien sabido, por el trabajo previamente realizado<sup>5 y 7</sup>, que la fase sigma es ordenada a temperatura ambiente, sin embargo, nada fué hecho respecto a la posibilidad de desordenamiento en función de la temperatura.

El estudio del fenómeno de orden-desorden generalmente se lleva a cabo con medidas de intensidades de líneas de difracción de rayos  $X^{17}$ . En el caso de las aleaciones Co-V tal técnica resulta imposible de ser usada, ya que por tratarse de elementos vecinos en la tabla periódica, sus factores de dispersión son tan próximos que las intensidades de las líneas debidas a la superred resultarían insignificantes.

Se pensó entonces en realizar medidas de dureza, coeficiente de expansión lineal y resistividad eléctrica en función de la temperatura, con lo que se consigue un segundo objetivo de contribuir al conocimiento de las propiedades de fase sigma.

### a.- Medidas de durezas.

Las medidas de durezas se llevaron a cabo sobre especímenes templados desde distintas temperaturas. El procedimiento de preparación de especímenes consistió en: Los

muestras policristalinas de fase sigma de 55% de V, fundidas en horno de arco y recocidas para homogeneizar en vacio durante 40 horas a 1150°C, fueron enfriadas lentamente, con velocidades de 50°C/hora, hasta las temperaturas correspondientes a los templados. Mantenido en esas temperaturas tiempos variables según una progresión geométrica (1/2 hora a 1000°C, 1 hora a 800°C, 2 horas a 600°C, etc.), eran templadas en una solución salina de ClNa a temperatura ambiente. Las muestras fueron luego pulidas por el método anteriormente descrito, y sobre ellas se realizaron las medidas de dureza con un durómetro Vickers Armstrongs y un microdurómetro GKN del tipo de mesa, ambos de procedencia inglesa.

Los resultados pueden verse en la Fig. No.11 y se debe destacar la marcada inflexión producida en el rango de temperaturas 400-600°C que bien puede ser atribuida a un proceso de desordenamiento.

#### b.- Medidas dilatométricas.

Las medidas dilatométricas se llevaron a cabo sobre especímenes policristalinos de 50 mm de longitud y sección cuadrada de 4x4 mm, obtenidos por fusión en vacio en el horno de inducción Radybe ya descrito. Para las medidas se usó un dilatómetro sistema Chevenard, previsto por la firma S.A.D.A. MEL de Francia.

Los resultados obtenidos están representados en la Fig.No.12 donde se muestran dos curvas para temperaturas ascendentes, una para temperatura descendente, y una con datos obtenidos sobre un espécimen previamente templado, des-

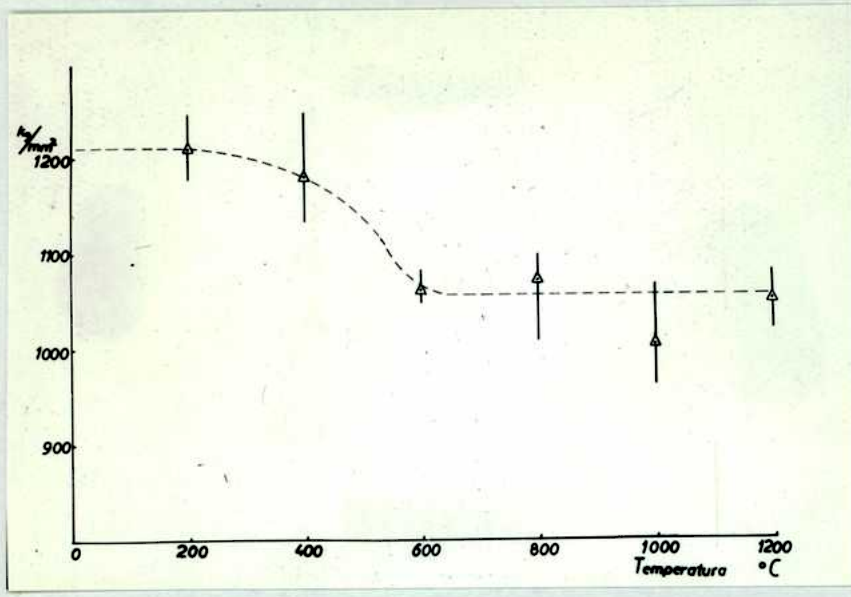
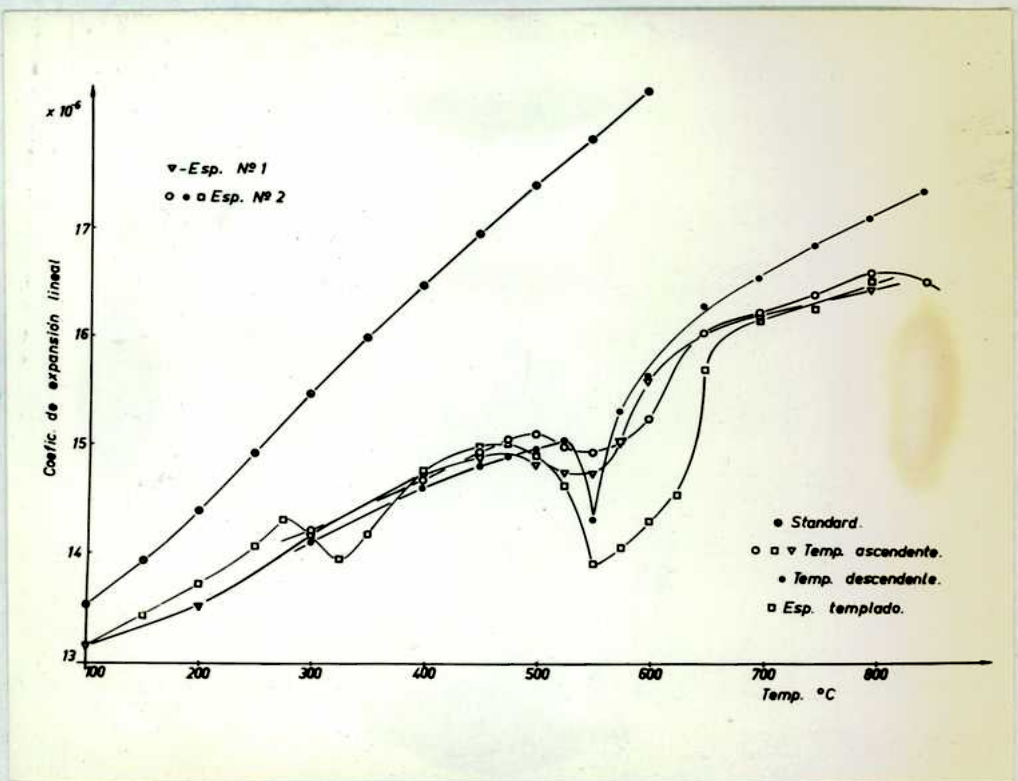


Fig.No.11.- Resultados de durezas

Fig.No.12.- Resultados de dilatometría.



de 800°C. La reproducibilidad de estos resultados fué comprobada haciendo varios ensayos sobre diferentes especímenes y con diferentes sensibilidades en el dilatómetro, y siendo muy buena, sólo se usaron en la representación, las curvas obtenidas para dos de ellos.

Estas curvas también muestran una inflexión coincidente con la anterior de las medidas de dureza, y en este caso se puede precisar más el rango a 500-600°C para el ordenamiento, y 550°C para su temperatura crítica.

Los resultados correspondientes al espécimen templado, muestran dos inflexiones a las temperaturas de 300 y 550°C. Esta doble inflexión es perfectamente explicable, si se piensa que la muestra templada está en estado desordenado, inestable a temperatura ambiente, que al elevar la temperatura se produce el ordenamiento, y que a 550°C vuelve a desordenarse por su transformación natural.

#### e.- Medidas de resistividad eléctrica.

Las medidas de resistividad eléctrica se hicieron sobre los mismos especímenes usados para dilatación.

El circuito puede verse en la Fig. No.13 y está basado en el método potenciométrico con la posibilidad de inversión de la corriente para evitar los potenciales de contacto. Las mediciones se hicieron con un potenciómetro Hartman & Braun del tipo THKt. El montaje experimental del espécimen está dado en la Fig. No.14. También en este caso la reproducibilidad

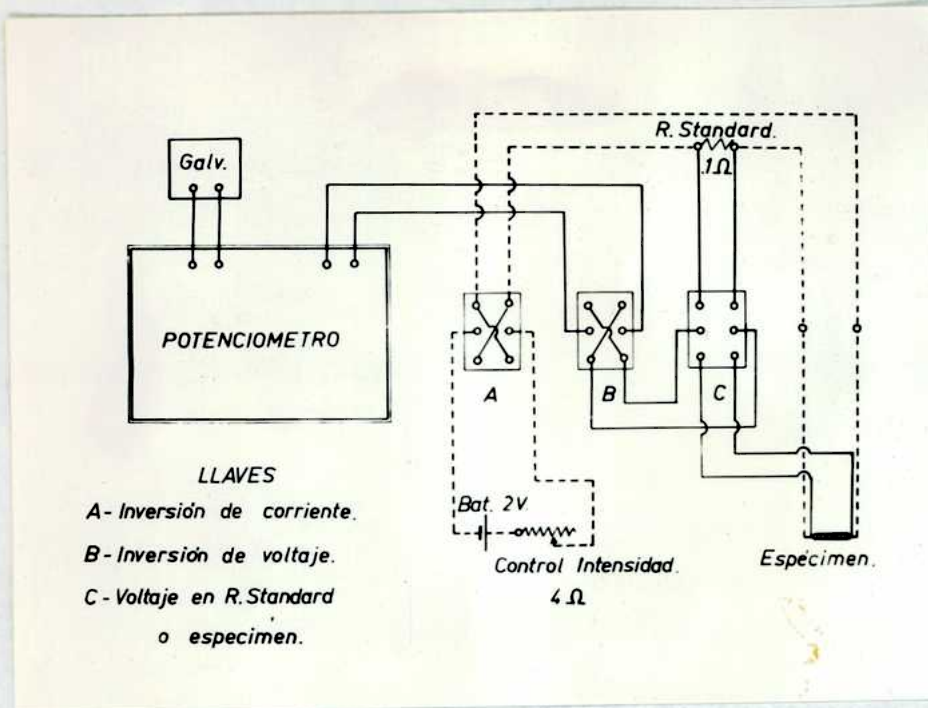


Fig.No.13.- Circuito para medición de resistividad.

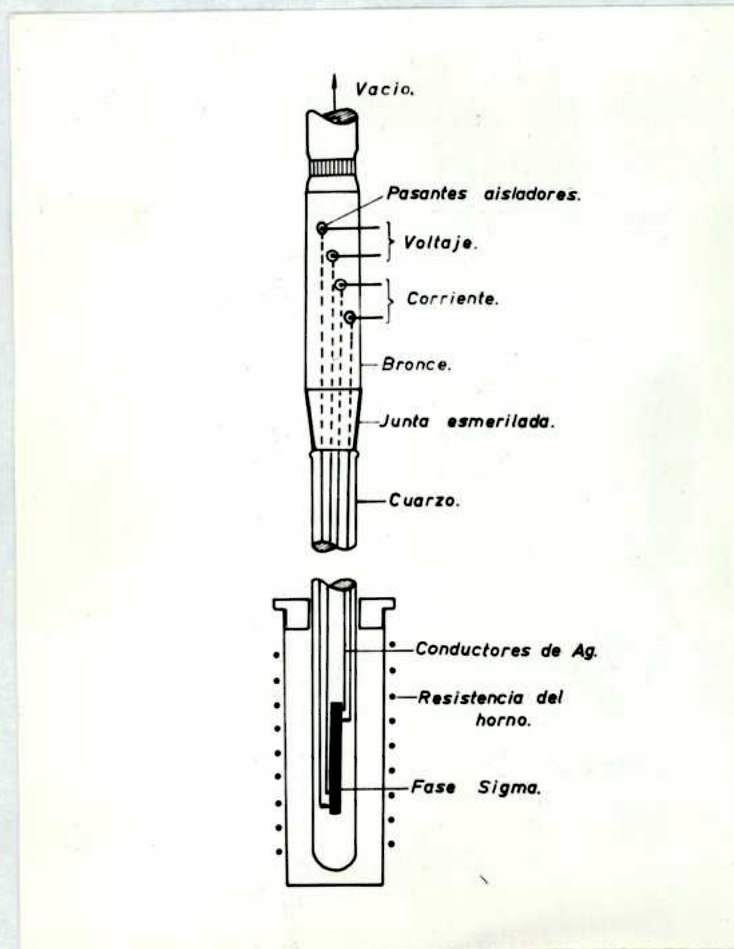


Fig.No.14.- Montaje experimental para la medición de resistividad.

de los resultados fué excelente, por lo que la Fig.No.15 muestra un ejemplo típico de las curvas obtenidas sobre dos de los especímenes usados.

Analizando estos resultados se ve que la inflexión de las curvas es menos evidente, pero sin embargo, no se puede negar, sobre todo en las curvas de temperatura ascendente, que existe un cambio en su pendiente a la temperatura de 550-600°C.

La resistividad eléctrica de fase sigma de Co-V a temperatura ambiente, obtenida de los datos anteriores, resulta ser del orden de  $320 \mu\Omega/\text{cm}$ .

Como conclusión de este estudio, y habiendo demostrado que las tres propiedades elejidas para realizarlo muestran coincidencia en sus variaciones a una temperatura determinada, se puede suponer que la existencia de una transformación de orden desorden es real, y que se produce a una temperatura crítica de 550°C.

Esta temperatura, por otra parte, estaría de acuerdo con las generalizaciones del fenómeno orden-desorden hechas por Oriani<sup>18</sup>, en 1954, ya que la relación correspondiente entre temperatura de ordenamiento y temperatura de fusión resulta igual a 0.55.



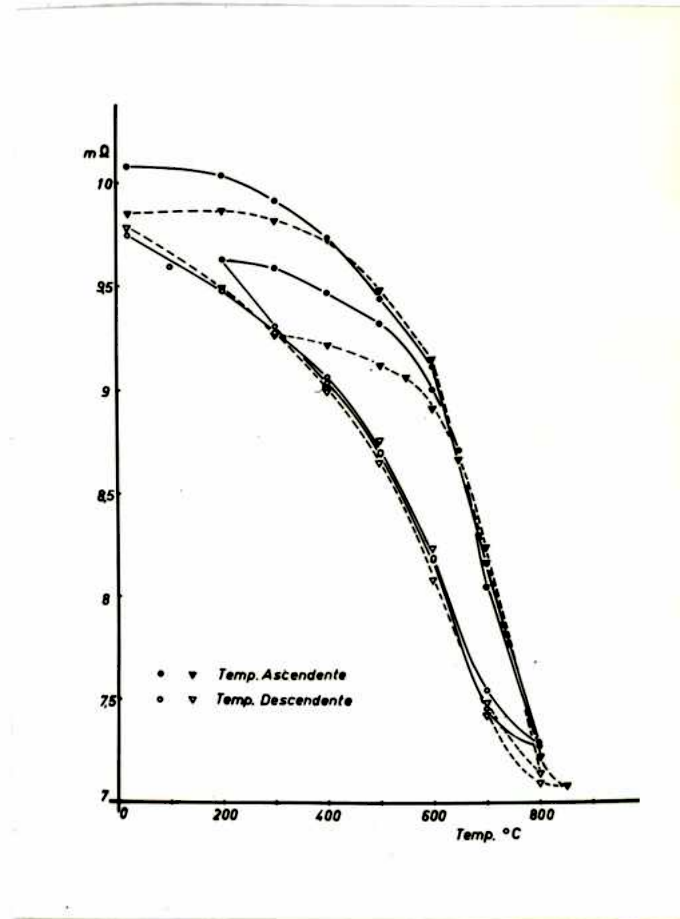


Fig. No.15.- Resultados de resistividad.

## B.- EN URANIO BETA

### 1.- Preparación de las aleaciones.

Los metales usados en la preparación de las aleaciones fueron: uranio de origen alemán, y Cr de pureza espectroscópica provisto por la firma Johnson Matthey & Co de Inglaterra. Sus análisis pueden verse en la tabla No.5.

Con estos materiales, se fundió aleación de 1% atómico de Cr, que se usa como estabilizador de la fase beta a temperatura ambiente. La concentración de 1% atómico fue seleccionada en base a que con ella la estabilidad de la fase beta resulta suficiente para lograr los objetivos de deformación<sup>19</sup>, ya que por lo menos en una semana aún no se ha iniciado la transformación martensítica a fase alfa. Por otra parte, si bien usando mayores concentraciones, los tiempos de estabilidad pueden ser prolongados, en estos casos, bastante Cr es segregado a los límites de subestructura gamma, hecho que resulta perjudicial para la perfección cristalina de los monocristales a crecer.

La fusión se realizó en crisol de  $\text{HgO}$ , en un horno de resistencias de Ta a  $1500^{\circ}\text{C}$  y en un vacío de  $1 \times 10^{-5}$  mm de Hg. Esta aleación fue laminada en caliente ( $600^{\circ}\text{C}$  en baño de sales, 65%  $\text{CO}_3\text{K}_2$  y 35%  $\text{CO}_3\text{Li}_2$ ) a chapa de 2mm de espesor y de allí cortados los especímenes a ser crecidos monocristales (2 mm de ancho por 40 mm de longitud).

TABLA No. 3

Uranio		Cromo	
Aluminio	700 p.p.m.		
Hierro	275 "	2 p.p.m.	
Silicio	45 "	1 "	
Cobre	1 "	1 "	
Manganeso	10 "		
Cromo	6 "		
Nickel	18 "		
Molibdèno	1. "		
Arsénico	2 "		
Fósforo	7 "		
Nitrógeno	27 "		
Bromo	0.1 "		
Cadmio	0.15"		
		Calcio	1 "
		Magnesio	1 "

## 2.- Crecimiento de los monocristales.

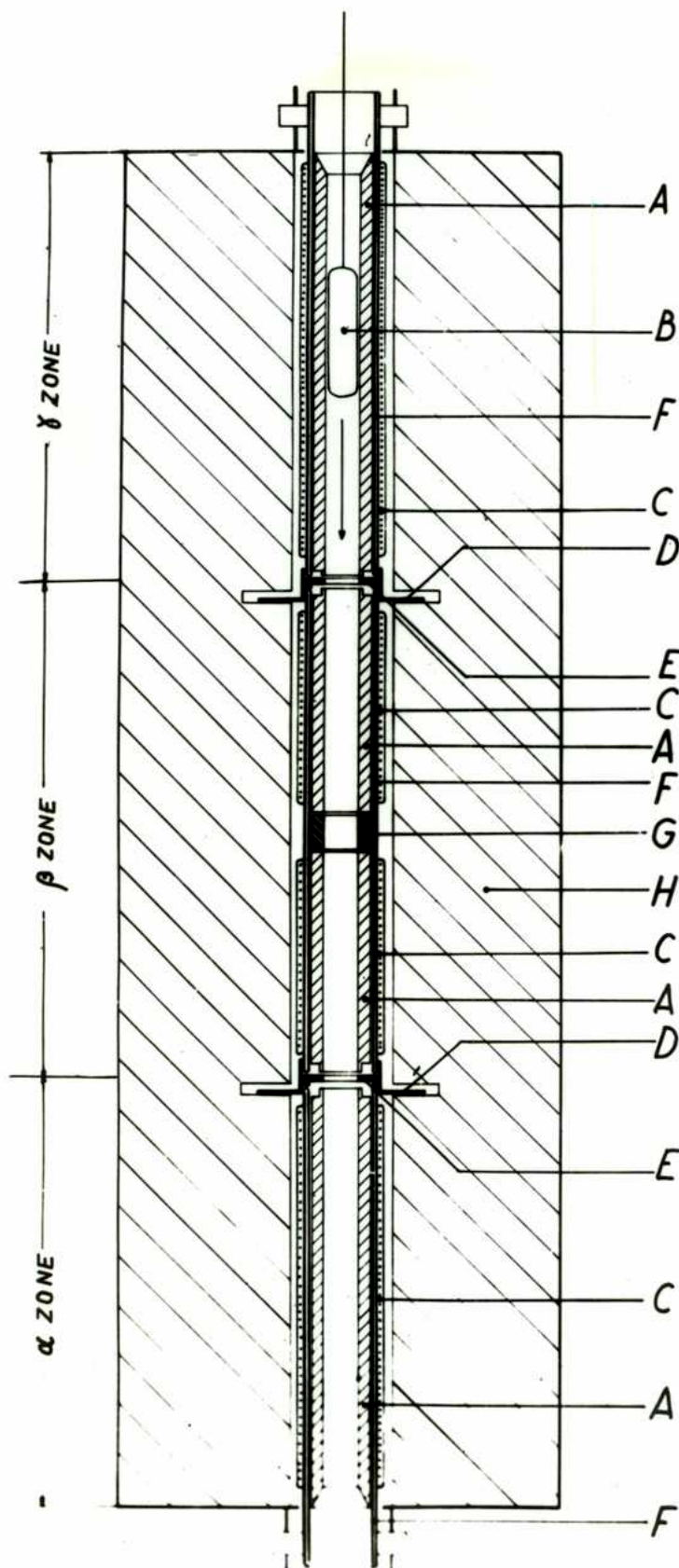
Para el crecimiento de los monocristales se usó la técnica de transformación de fase<sup>1</sup>, que en principio es similar a la ya descrita para fase sigma, con la diferencia de que en este caso, la interfase gamma-beta es la que viaja a lo largo del espécimen a crecer.

La Fig.No.16 muestra el esquema general del sistema de pasajes.

Los especímenes, previo pulido mecánico hasta grado 0 y electrolítico con mezcla aceto-crómica (900 ml  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 75 grs  $\text{CrO}_3$ , y 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) para eliminar la capa superficial oxidada durante el laminado, eran encerrados en tubos de cuarzo al vacío, y pasados a una velocidad de 1 cm/hora por un horno de resistencias de Kanthal de dos etapas independientes ( $900^\circ\text{C}$  la primera, correspondiente a la zona gamma estable, y  $720^\circ\text{C}$  la segunda, donde beta es estable), con un gradiente intermedio de  $80^\circ\text{C}/\text{cm}$ .

Terminado el pasaje a través del punto de transformación ( $770^\circ\text{C}$ ), los monocristales eran templados para retener beta estable a temperatura ambiente en una solución saturada de  $\text{ClNa}$ .

Los monocristales así preparados presentaban un buen aspecto metalográfico con algunas inclusiones de hidruros y una subestructura gamma poco visible. La preparación metalográfica se hizo con la mezcla aceto-crómica ya nombrada, con 30 volts durante 2 o más minutos.



REFERENCIAS

- A: Tubo metálico  
 B: Espécimen  
 C: Resistencia  
 D: Unión de las zonas  
 E, G: Aislador de alúmina  
 F: Tubo refractario  
 H: Aislación térmica

Fig.No.16: Sistema de crecimiento monocristales de uranio.

### 3.- Orientación de los monocristales.

La orientación de los monocristales de uranio beta fué hecha con la técnica de Greninger ya descripta. Los diagramas de Laue obtenidos, mostraban que, mientras algunos monocristales presentaban una red cristalina bastante perfecta, - otros en cambio, estaban poligonizados.

La Fig. No.17 muestra los diagramas de Laue de cristal poligonizado y no poligonizado, y la Fig. No.18 dá las orientaciones de todos los monocristales ensayados.

### 4.- Deformación de los monocristales.

Los ensayos de deformación fueron llevados a cabo con la misma micromáquina Chevenard usada para la fase sigma.

El comportamiento de los monocristales en los ensayos de deformación variaba de dúctil a frágil, ya que mientras en algunos casos las curvas obtenidas demostraban que el cristal ensayado había sufrido gran deformación plástica, en otros casos, la curva terminaba repentinamente en la zona elástica en forma similar a la generalmente observada en los ensayos de fase sigma. En la Fig.No.18 se destaca también este diferente comportamiento en forma semicuantitativa (MF: muy frágil, F: frágil, D: dúctil, y MD: muy dúctil), para cada uno de los monocristales ensayados.

La observación metalográfica de las

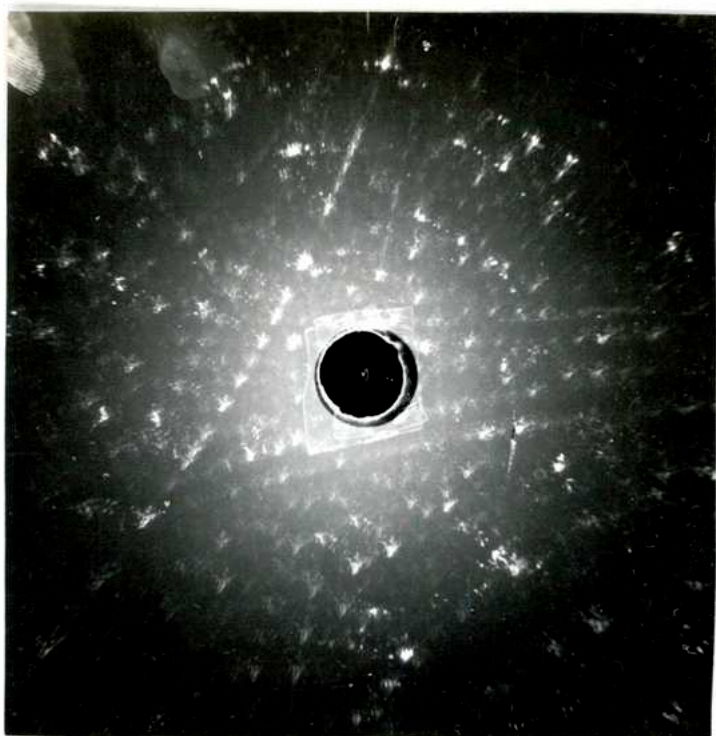
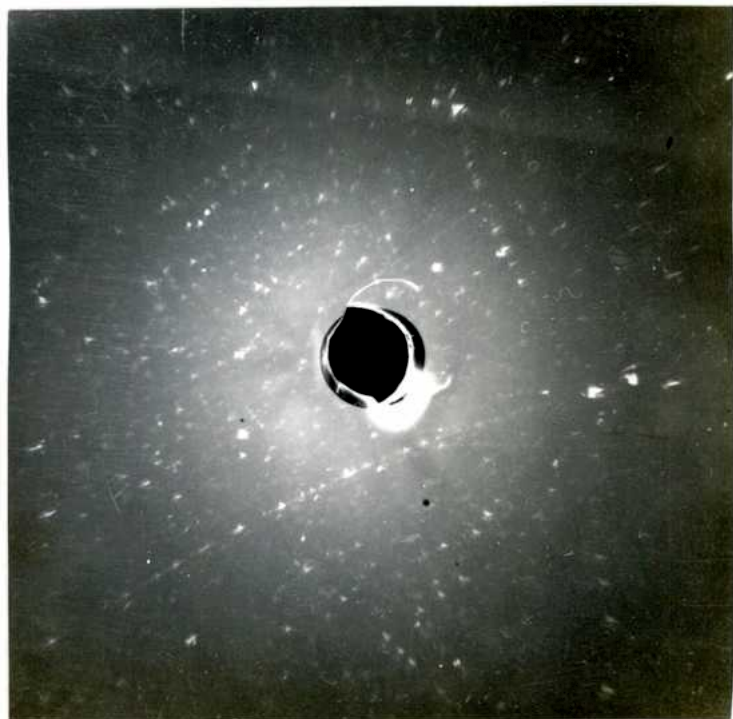


Fig.No.17.- Diagramas de Leue de cristales poligonizado y no poligonizado.



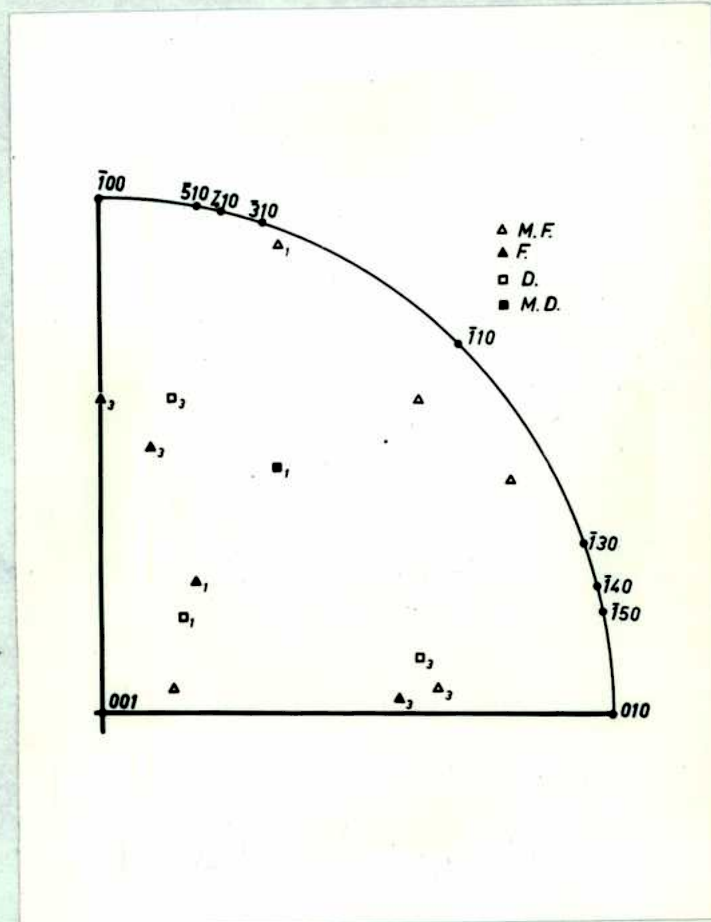


Fig.No. 18.- Orientaciones de los monocristales de uranio beta ensayados.

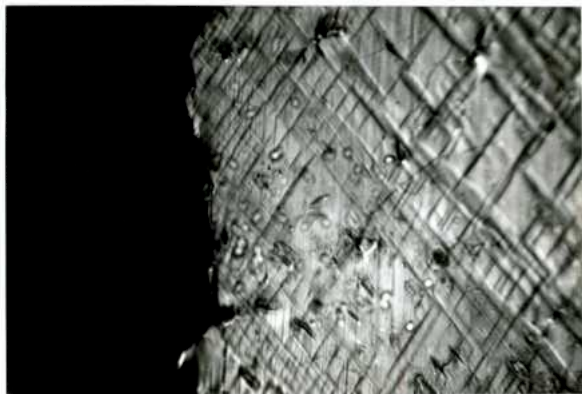


deformaciones producidas se llevó a cabo con magnificaciones variables entre 150 y 1000 aumentos. Se debe hacer notar que en todos los casos, aún en los de comportamiento muy frágil, siempre fué posible la observación de por lo menos un sistema de trazas de deslizamiento, en zonas localizadas cerca de la fractura.

La Fig.No.19 muestra algunas de las fotomicrografías obtenidas. Es importante destacar que en algunas de estas fotomicrografías, pueden verse tres distintos sistemas de trazas. Este hecho significa que los monocristales correspondientes, además de haber deformado con los sistemas reportados por Holden, presentaban un nuevo mecanismo de deformación.

El subíndice de la Fig.No.18 indica el número de trazas observadas en cada uno de los monocristales encajados.

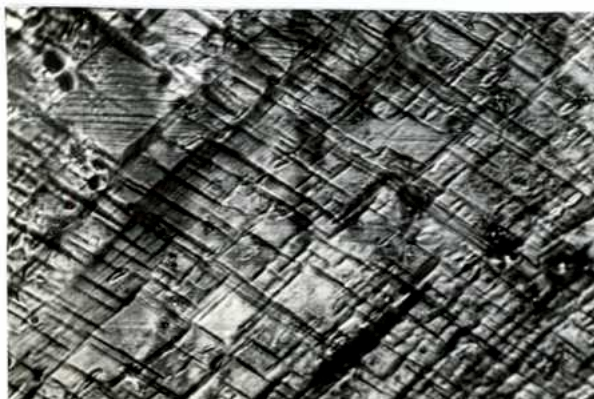
La identificación del nuevo sistema se hizo por el método de estudio de las trazas en dos caras perpendiculares del cristal, (en los casos en que tal método fuera de posible aplicación), y por el método de la locación del polo. El Apéndice II explica en forma más detallada la fundamentación de estos métodos. Los resultados de esta identificación pueden verse en la Fig.20 y permiten enunciar que: el uranio en fase beta presenta en su deformación a temperatura ambiente, además de los sistemas de deslizamiento (110)/001/ ya conocidos y estudiados por Holden, dos nuevos sistemas que corresponden a deslizamiento en los planos (100) y (010), y a los que se les puede atribuir la di



x400



x480



x180

Fig. No.19.- Fotomicrografías del deslizamiento observado.

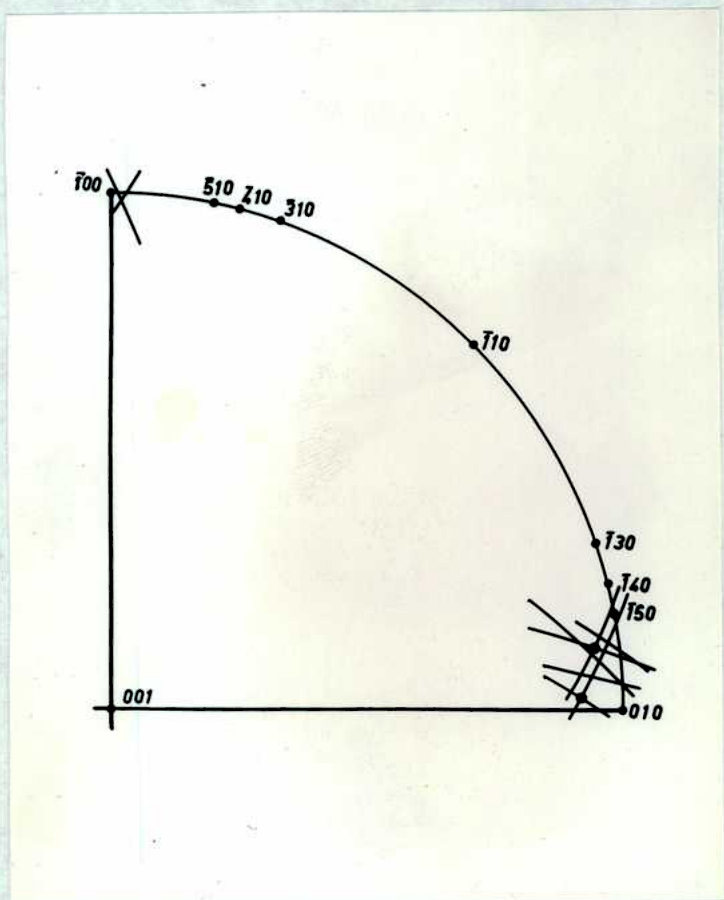


Fig.No.20.- Determinación del nuevo sistema observado.

receión /001/, por cumplir con la condición de ser la de máxima densidad atómica. Con esto, los mecanismos de deformación plástica de uranio beta se venían ahora aumentados a cuatro.

También es importante destacar, y su explicación se verá en el párrafo siguiente, que existe una diferencia fundamental en la morfología de las trazas de deslizamiento correspondientes a los sistemas de Holden, y a los nuevos. Mientras las trazas de los primeros son anchas, es decir presentan espesor, e irregulares, correspondiendo a la definición de deslizamiento grueso, las correspondientes a los nuevos sistemas son finas y rectas, pudiéndoelas definir como deslizamiento fino.

## DISCUSION DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

El trabajo previo realizado en el campo de esta investigación, y desarrollado en detalle en un párrafo anterior, puede ser resumido muy brevemente en los tres enunciados siguientes: 1.- El uranio en fase beta, supuesto frágil hasta que Holden ensaya monocristales, presenta dos mecanismos de deformación plástica consistentes en deslizamiento sobre los planos (110) y ( $\bar{1}\bar{1}0$ ) y según la dirección  $/001/$ <sup>1</sup>; 2.- El uranio beta y la fase sigma presentan la misma estructura cristalográfica tetragonal de treinta átomos por celda elemental<sup>2</sup> y <sup>3</sup>, y 3.- La diferencia fundamental existente entre sus estructuras, consiste en el ordenamiento cristalino presentado por la fase sigma, y estudiado por Kasper<sup>5</sup> y <sup>7</sup> en 1957.

A la luz de estos enunciados, se pueden redefinir los objetivos de este trabajo en los siguientes interrogantes: ¿Presenta la fase sigma los mismos sistemas de deformación plástica que el uranio beta?, y si no lo hace, ¿por qué? ¿cuál es el papel que juega el antedicho ordenamiento cristalino en esta imposibilidad de deformar?.

Durante el desarrollo de esta investigación, se vio que fueron descubiertos dos nuevos sistemas que actúan en uranio a temperatura ambiente, y que fueron identificados como deslizamiento en los planos (100) y (010), destacándose la existencia de diferencias morfológicas entre las trazas de deslizamiento de estos sistemas con las correspondientes a las de los

descriptos por Holden. Este hecho aumenta ahora a cuatro las posibilidades de deformación de fase sigma que antes estaban limitadas a los dos sistemas (110)/001/.

Sin embargo, cuando se consiguen monocristales de fase sigma y se los somete a los mismos ensayos que a los de uranio beta, su comportamiento es distinto, y se observa la ausencia total de cualquiera de los antedichos sistemas. Esto contesta ya la primera de las preguntas anteriores: La fase sigma no presenta los mismos sistemas de deformación plástica que el uranio beta a temperatura ambiente.

El trabajo de Marcinkowski<sup>8</sup>, realizado paralelamente a este, con los mismos objetivos pero con técnicas distintas, obtiene los mismos resultados respecto a esta primera pregunta, y destaca, a su vez, la presencia de fallas de apilamiento en los planos (100) y (010) de la fase sigma.

Contestado el primero de los interrogantes, restaría entonces analizar el por qué y cuál sería el papel que juega el orden cristalino en el diferente comportamiento de estos dos materiales. Para ello, estamos obligados a considerar los modelos de dislocaciones a los que se atribuyen las deformaciones de uranio beta.

#### 1.- El Modelo de Kronberg.

El modelo de Kronberg<sup>6</sup> fue propuesto para explicar los mecanismos (110)/001/ estudiados por Holden. Se tratará de explicarlo en pocas palabras.

La Fig.No.1 mostraba la celda elemental de uranio beta. Obsérvese en ella, que la sucesión de los planos según el eje  $c$  resulta ser: ABACABAC...

La Fig.No.21 muestra la misma estructura vista en el sentido del eje  $c$ . En ella pueden verse los límites de la celda elemental (ejes  $a$  y  $b$ ) y se distinguen las distintas capas A, B, y C por diferencias en los sombreados. Se considera ahora sólo las capas B y C, ya que los átomos de las capas A no intervienen para nada en el mecanismo propuesto. Esta figura muestra también en forma esquemática el mecanismo de Krogberg. Este sostiene que el deslizamiento se produce en los planos cuyas trazas corresponden a las líneas sinuosas del dibujo. La parte intermedia comprendida entre estas líneas, puede ser considerada invariable por ahora, mientras que la zona de la derecha ascenderá en sentido perpendicular al papel (dirección/001/) y la de la izquierda descenderá en el mismo sentido. Siendo estas líneas sinuosas paralelas a las trazas del plano (110), queda así descrito el sistema (110)/001/.

La ingeniosidad del modelo de Krogberg, consiste en el papel que juega la zona intermedia antedicha durante el deslizamiento. La Fig.No.22 muestra esta zona, y el movimiento de los átomos incluidos en ella. Se puede ver, que para que los átomos marcados 1 y 10 puedan subir un espaciado atómico en la dirección perpendicular al papel, los átomos que forman los hexágonos en (a), deberán moverse en la forma rotacional indicada en (b), hasta llegar a la posición dada en (c). Este -

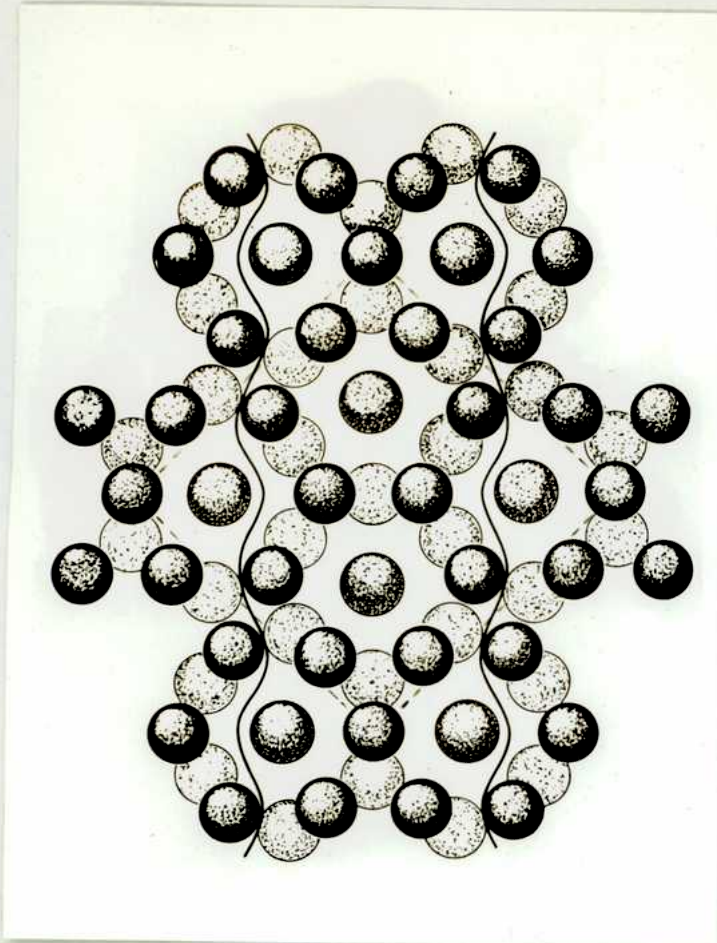


Fig.No.21.- Estructura de uranio beta según el eje c

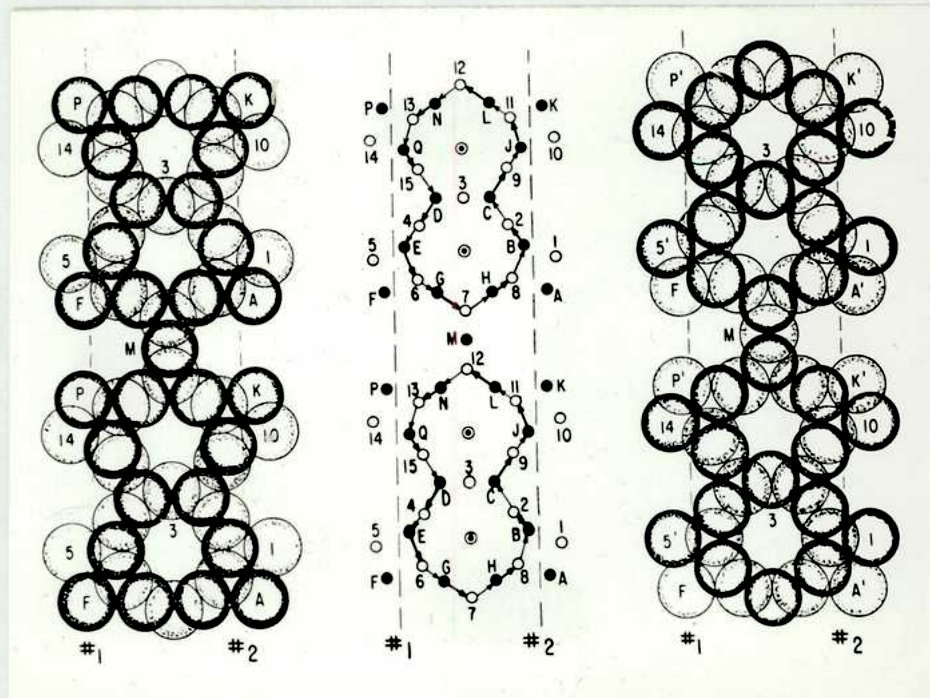


Fig.No.22.- Zona intermedia del deslizamiento de Kronberg.



movimiento, en términos de apilamiento, significa que la capa B de la zona intermedia se transforma en C y viceversa.

Efectuado el movimiento anterior, el átomo marcado como B, deja libre el paso al movimiento ascendente del átomo 1, y el j al del 10, los que ahora no tendrán inconveniente en moverse, cediendo a la fuerza exterior productora del deslizamiento. Lo dicho para los átomos 1 y 10 en sus movimientos de ascenso, es también válido para el descenso de los átomos F y P ya que sus posiciones son equivalentes.

Se puede resumir lo expuesto, diciendo que, el movimiento rotacional de la zona intermedia, tendría como resultado el deslizamiento de un espaciado interatómico entre las partes que separa, y con el sistema de deslizamiento (110)/001/.

Las Figs.Nos.23 y 24 muestran el modelo propuesto por Kronberg para explicar la dislocación de tipo nillo que sería responsable de la deformación de uranio beta. En la Fig. No.23 se puede ver el ejemplo clásico de tal dislocación pero contemplando en este caso la zona intermedia del movimiento rotacional. La Fig.No.24 da las posiciones atómicas de la parte marcada X-Y en la anterior, y en ella se puede observar que mientras en la parte Y-Z la red no se ha modificado por no haber habido deformación, en X-Z, donde ya se ha producido el deslizamiento, la zona intermedia ha sufrido la rotación a que se hizo referencia anteriormente.

El caso de la dislocación de borde

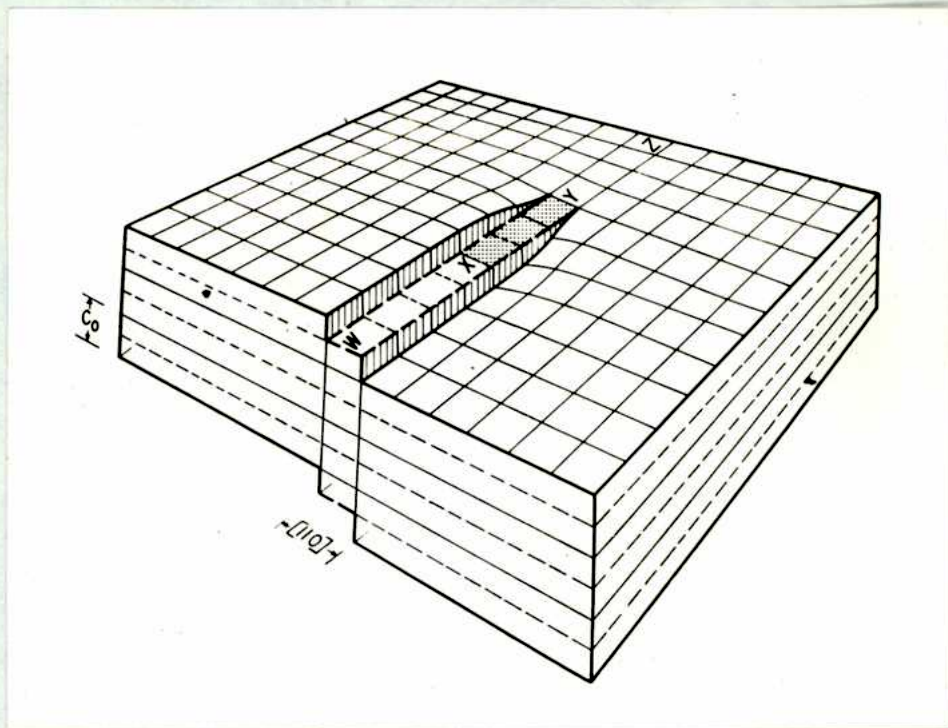


Fig. No.23.- Modelo de dislocaciones de Kronberg.

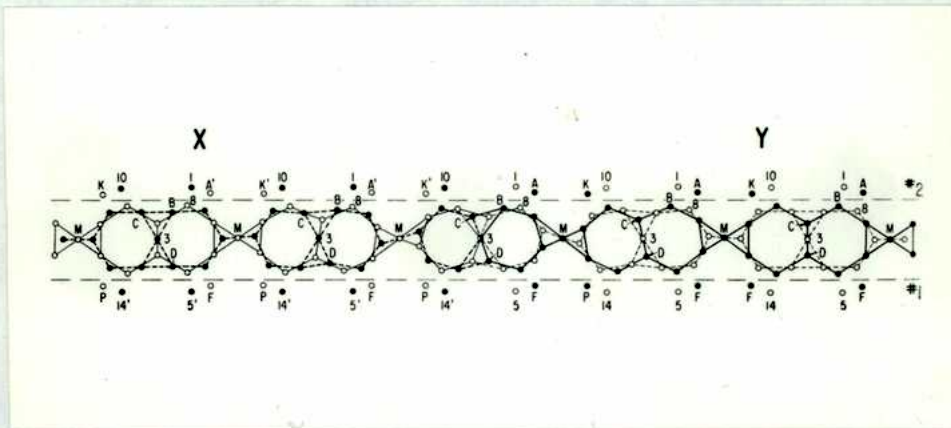


Fig. No.24.- Posiciones atómicas de la zona intermedia.

se muestra en las Figs. Nos. 25 y 26, y como en el caso anterior, la No. 25 muestra el ejemplo clásico y la No. 26 los movimientos atómicos.

## 2.- Extensión del modelo de Kronberg a fase sigma.

El modelo descripto resulta muy aceptable para uranio beta, donde solo existe una clase de átomos, pero se verá qué sucede cuando se extiende a fase sigma, donde se deben considerar dos clases distintas, y sus posiciones definidas dentro de la celda elemental.

Se tomarán para el análisis los resultados del ordenamiento atómico estudiados por Kasper<sup>5</sup> para la fase sigma de Ni-V, y que se muestran resumidos en la Fig. No. 27. En ella, los átomos blancos son Ni, los negros son V y los grises podrán ser Ni o V según los requerimientos de composición, ya que como en el caso de Co-V, el rango de homogeneidad que presenta la fase sigma es bastante amplio.

La Fig. No. 28 da los hexágonos de las capas B y C de la zona intermedia considerada en el caso de uranio beta (también aquí se destacan las diferencias entre los átomos de Ni y V), en tres etapas del movimiento: *a* en el estado inicial, *b* después de una primera rotación, y *c* después de una segunda.

Comparando ahora la capa B en su posición *b*, es decir después de la rotación, con la capa C en su

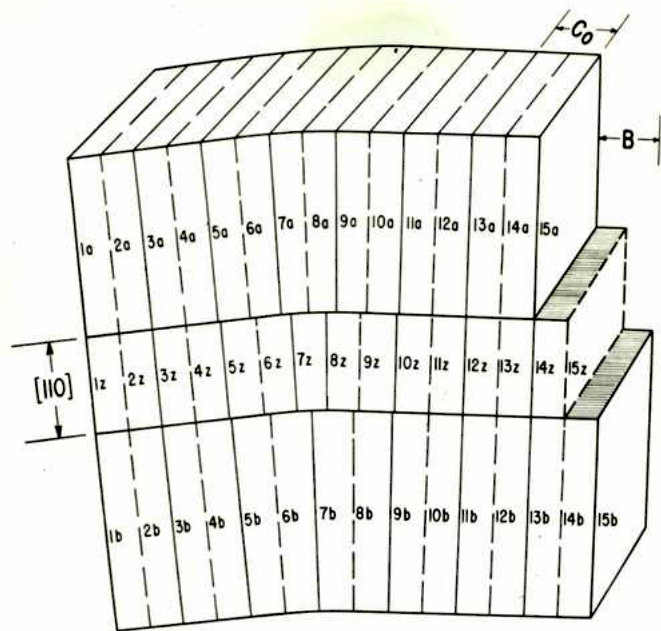
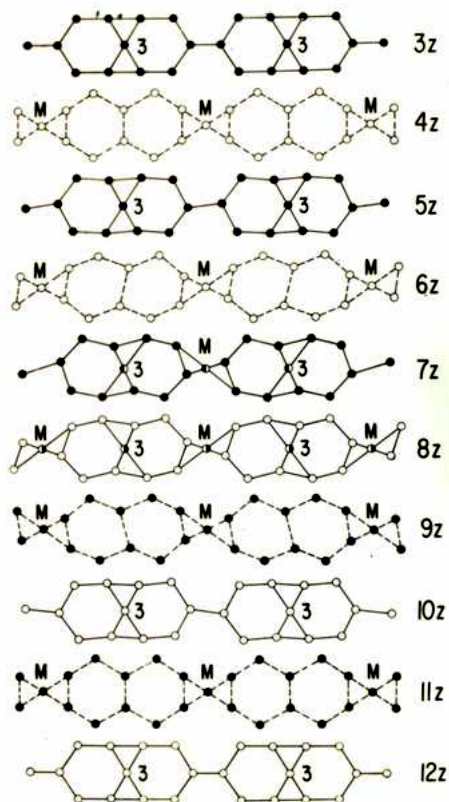


Fig.No.25.- Modelo de dislocación de Kronberg para dislocaciones de borde.

Fig.No.26.- Posiciones atómicas de la zona intermedia.



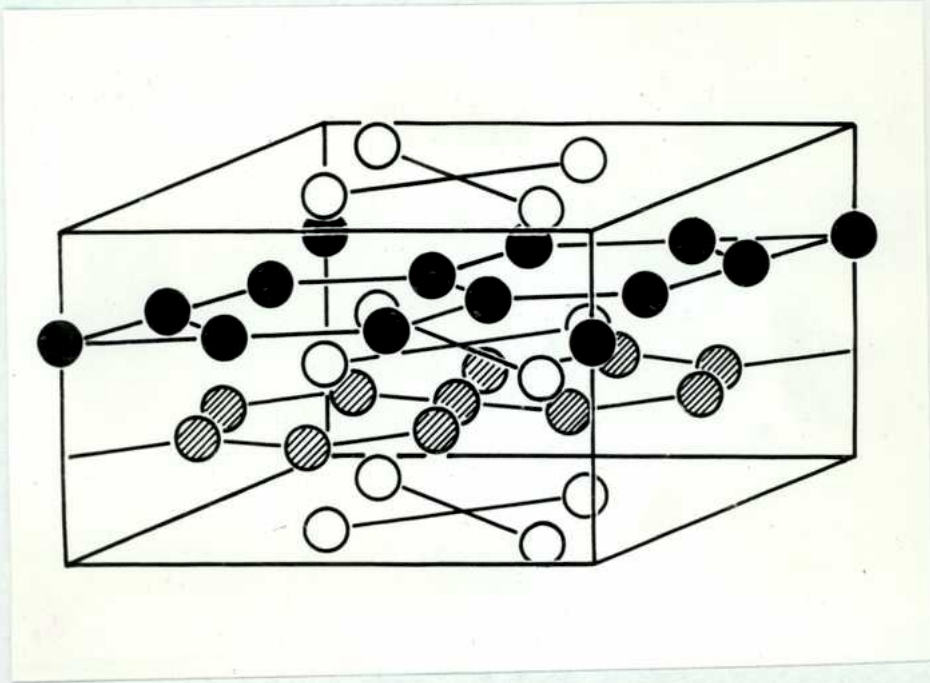


Fig.No.27.- Celda elemental de fase signa.

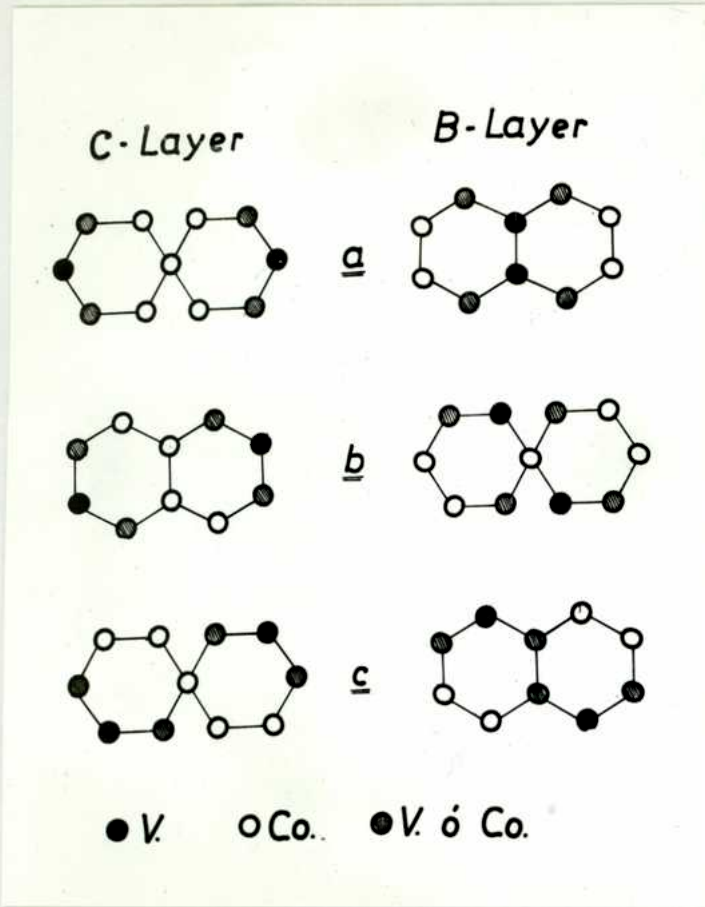
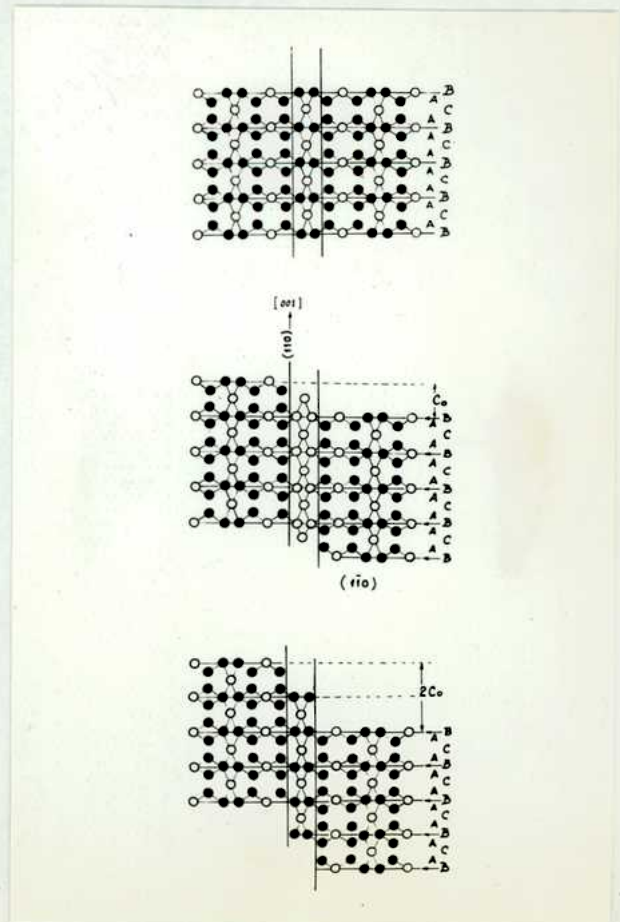


Fig.No.28.- Zona intermedia para fase sigma.

Fig.No.29.- Deslizamiento en el plano  $(1\bar{1}0)$ .



posición  $\beta$ , antes de la rotación, se puede ver que existen diferencias en el ordenamiento atómico. Esto, en términos de apilamiento, se traduce en que la capa B, luego de una rotación no se transforma en C como antes, sino en una capa C', que difiere de C en la posición de los átomos de Ni y V.

Del razonamiento anterior, se puede concluir entonces, que el modelo de Kronberg aplicado a la fase sigma ordenada, produciría un desordenamiento cristalino en la zona del movimiento rotacional.

Admitiendo por otra parte que la deformación por deslizamiento involucra de niveles de varias unidades interatómicas entre las zonas deslizadas, se tiene que aceptar que el mecanismo rotacional propuesto por Kronberg, tendrá que repetirse tantas veces como fuere necesario. Esta repetición no ocasiona inconvenientes en uranio beta, pero en el caso de fase sigma, se puede ver en la Fig.No.28, que una segunda rotación aumentaría más aún el desorden de la zona intermedia. En este caso se deberán comparar los estados  $\beta$  y  $\beta'$  de cualquiera de las dos capas B o C.

Sin embargo, tal desorden se podría evitar si se limita el modelo de Kronberg cuando se lo aplica a fase sigma, diciendo que los movimientos rotacionales de la zona intermedia se producen en sentido inverso en forma alternada. Tal limitación es perfectamente lícita, ya que el sentido del deslizamiento es totalmente independiente del sentido de la rotación.

En este caso, se tendría que el orden se vería solo afectado en forma temporal. La Fig.No.29, muestra el proceso de deslizamiento en el plano (110) y en ella se puede ver claramente lo significado con desordenamiento temporal. Después de una primera rotación, se crea un límite de antifase en la zona intermedia, pero después de una segunda, el orden es perfectamente reestablecido. El resultado final del proceso será el deslizamiento de dos unidades interatómicas según el sistema (110)/001/.

Considerando ahora el modelo de dislocaciones, la Fig.No.30 y 31, dan el modelo de la dislocación necesaria para evitar el desorden, o mejor dicho, para hacerlo temporal, siendo en este caso, formado por dos dislocaciones de tornillo. En la Fig. No.30 puede verse ahora que el deslizamiento producido es de dos unidades interatómicas, y que si bien la zona distorsionada aumenta en longitud, el límite de antifase disminuye a un mínimo mientras más cerca se consideren las dislocaciones unitarias. La Fig.No.31 da como antes, las posiciones atómicas de la zona intermedia.

Este modelo no sería otra cosa que aplicando el concepto de Ardley y Cottrell<sup>20</sup>, el modelo de la "superdislocación" que resultaría de extender el modelo de Kronberg a la estructura ordenada de fase sigma.

Las Figs.Nos.32 y 33 dan el modelo de la misma superdislocación, formada en este caso por dos unitarias de borde. Puede verse en ellas, que como antes, la zona desordenada queda confinada a la parte comprendida entre las dos dis-



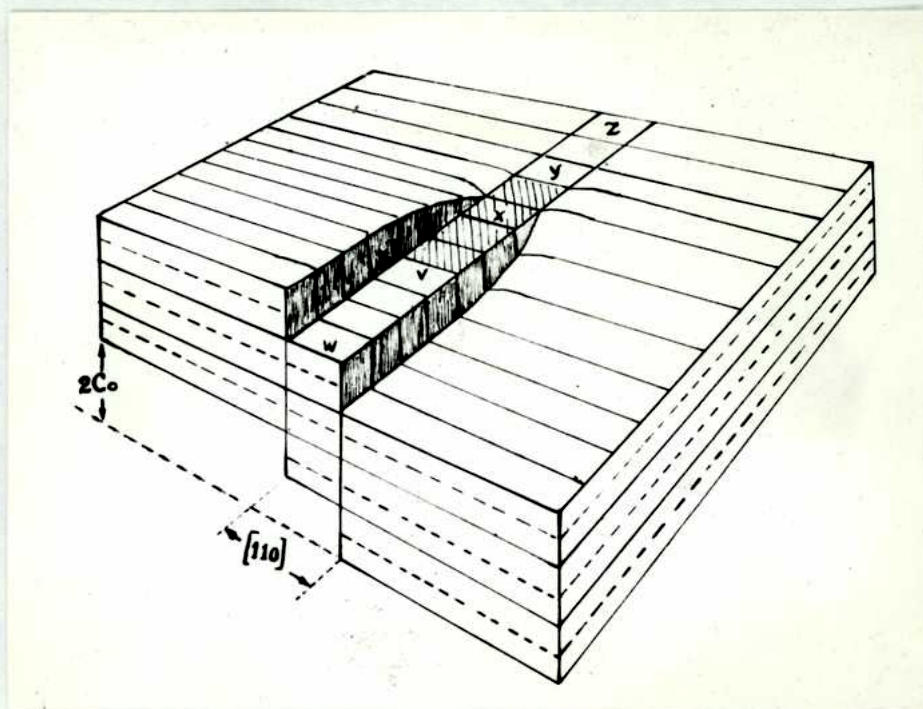


Fig.No.30.- Modelo de superdislocación.

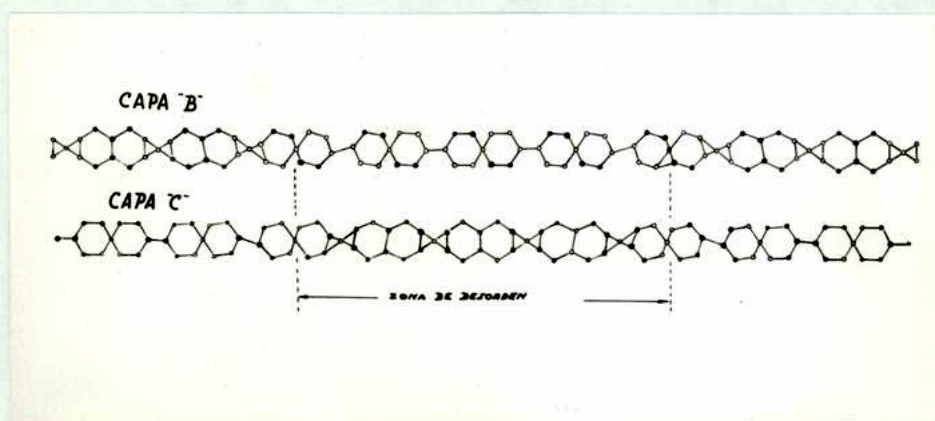


Fig.No.31.- Posiciones atómicas de la zona intermedia.

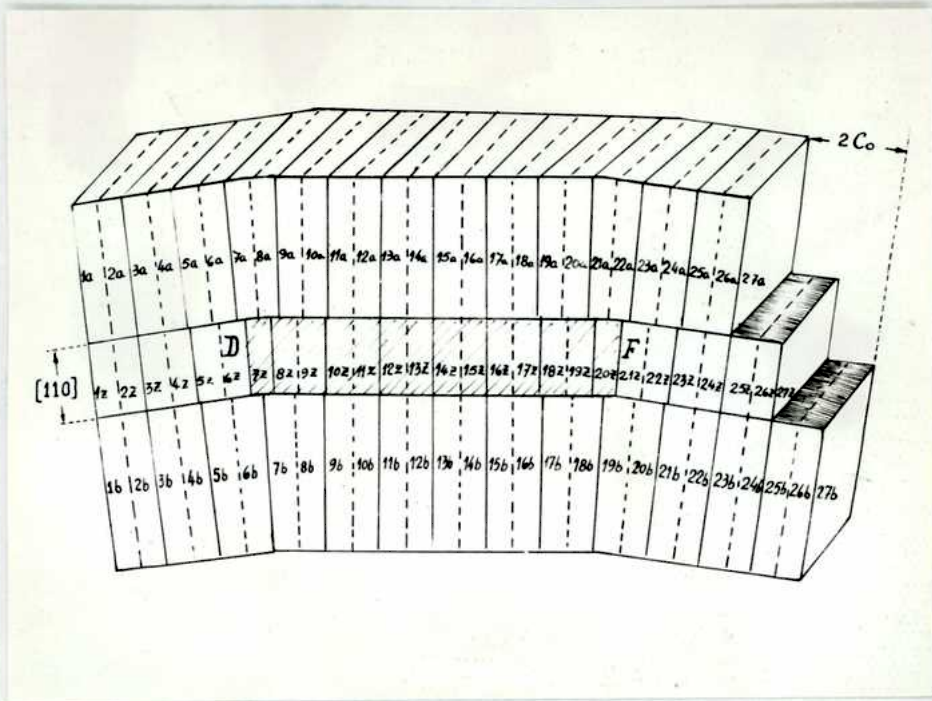
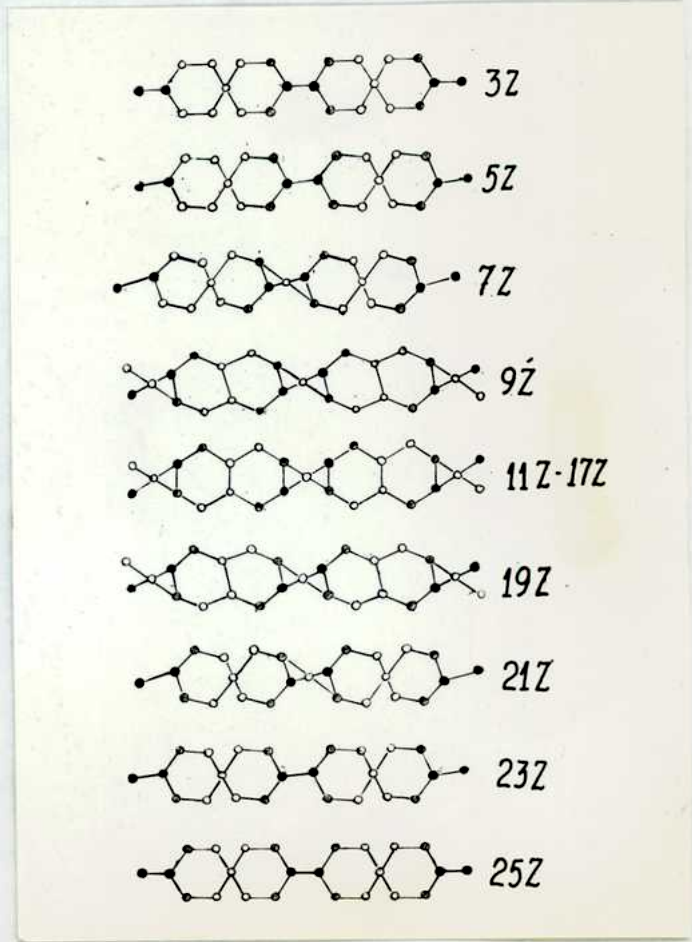


Fig.No.32.- Modelo de superdislocación para dislocaciones de borde.

Fig.No.33.- Posiciones atómicas de la zona intermedia.



locaciones unitarias. En la Fig.No.53 se tomaron solamente las posiciones de los átomos de la capa B, ya que los de la C surgen inmediatamente de ellas.

### 3.- El modelo del sistema (100)/001/.

El descubrimiento de los nuevos sistemas (100)/001/ y (010)/001/, obliga a proponer un modelo que no solo de cuenta de ellos, sino que también explique las diferencias morfológicas encontradas entre las trazas correspondientes a estos y a las de los (110)/001/. A continuación se analiza dicho modelo.

La Fig.No.54 muestra la ya conocida estructura del uranio beta en el sentido del eje c, y donde se han omitido los átomos de las capas A, porque tampoco en este caso intervienen en el mecanismo. En ella pueden verse los límites de dos celdas elementales, que corresponden a las trazas de los planos (100) y (010) y que son los actuantes en el deslizamiento.

Para explicar el sistema (100)/001/ se postula que el deslizamiento se produce a lo largo de las interfaces marcadas con la línea fuerte para la capa B, y la línea punteada para la C. Puede verse que estas líneas son paralelas a las trazas del plano (100). Se supone que mientras la parte inferior a la interfase permanece quieta, la parte superior ascenderá o descenderá perpendicularmente al dibujo (es decir con la dirección /001/), uno o más espaciados interatómicos.

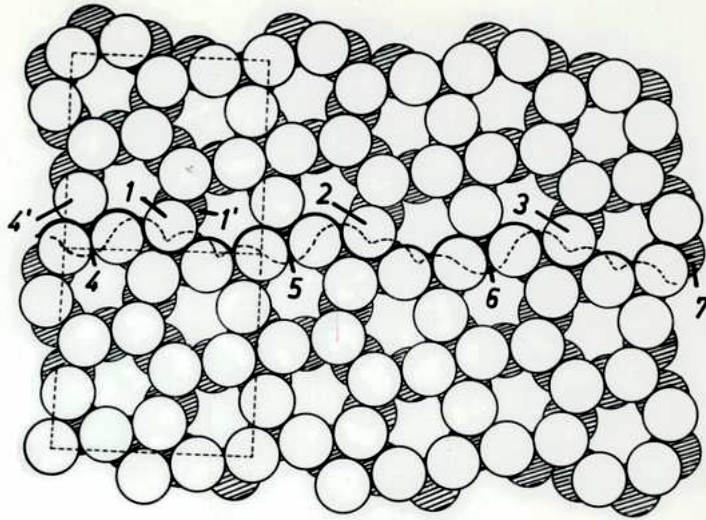


Fig.No.34.- Estructura de uranio beta según el eje c.

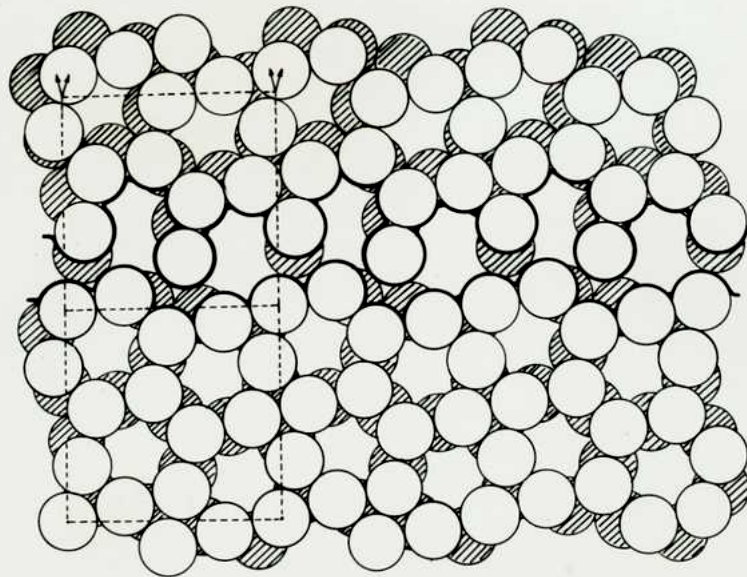


Fig.No.35.- Estructura de uranio beta según el eje c con los movimientos  $1/30a/140/$

Para hacer tal movimiento, el átomo marcado 1 en la capa B tendrá que moverse hasta la posición del marcado 1' en la capa C. Tal movimiento está indicado con un vector en la Fig.No.35 y corresponde en términos cristalográficos a  $1/30$  de la dirección  $\sqrt{140}$ . Los átomos marcados 2 y 3, que están en posiciones equivalentes en la celda, lo acompañarán al 1 en su movimiento, y en general, toda la capa B efectuará la misma translación.

En cuanto a la capa C, se puede ver que para que pueda ascender o descender, el átomo 4 en esta capa tendrá que moverse hasta la posición del marcado 4' en la capa B, y lo mismo que en el caso anterior, lo acompañarán los átomos 5, 6, 7 y toda la capa C en su movimiento. El movimiento es en este caso,  $1/30$   $\sqrt{140}$ .

La Fig. No.35 muestra la estructura después de producidos los movimientos anteriores, y se puede ver en ella, que ahora no hay inconvenientes para efectuar el deslizamiento, ya sea ascendente o descendente, por cuanto la interfase queda totalmente libre.

Producido el deslizamiento, los átomos volverán a acomodarse en su posición original, realizando los movimientos inversos a los analizados, y que serían:  $1/30$   $\sqrt{140}$  para la capa B y  $1/30$   $\sqrt{140}$  para la C.

Todo lo dicho puede expresarse en términos dislocacionistas con las reacciones:

$a/001/ \rightarrow 1/30a/\bar{1}40/ + 1/2a/001/ + 1/2a/001/ + 1/30a/\bar{1}40/$ ,  
para la capa B, y

$a/001/ \rightarrow 1/30a/\bar{1}40/ + 1/2a/001/ + 1/2a/001/ + 1/30a/140/$ ,  
para la capa C.

La Fig.No. 36 muestra el modelo de la dislocación de borde correspondiente a esta descripción, y - que sería la responsable de la deformación según el sistema(100)/001/. Puede verse en ella, en corte sobre el plano (010), las trazas del (100) y la dislocación extendida propuesta formada - por dos parciales que corresponden a:  $1/30a/\bar{1}40/ + 1/2a/001/$  la primera, y a:  $1/2a/001/ + 1/30a/\bar{1}40/$  la segunda.

El hecho de considerar una dislocación extendida formada en este caso por dos parciales de Shockley, deriva del balance energético de las ecuaciones anteriores, y de la aplicación del criterio de Frank<sup>21</sup>. Las energías  $\mu$  asociadas a las dislocaciones consideradas están dadas por los - cuadrados de sus vectores de Burgers, por lo que se tiene que:

$$b_1^2 > b_2^2 + b_3^2 + b_4^2 + b_5^2$$

y esto significa que la dislocación disociada será más estable por cumplir con la condición de mínima energía.

También puede verse en la Fig. No. 36 que en el espacio comprendido entre las dislocaciones parciales se tendrá una falla de apilamiento, por cuanto la capa B se transforma en C al cruzar la interfase y viceversa. Esta falla, lleva asociada una cierta energía, que tendrá que ser balanceada

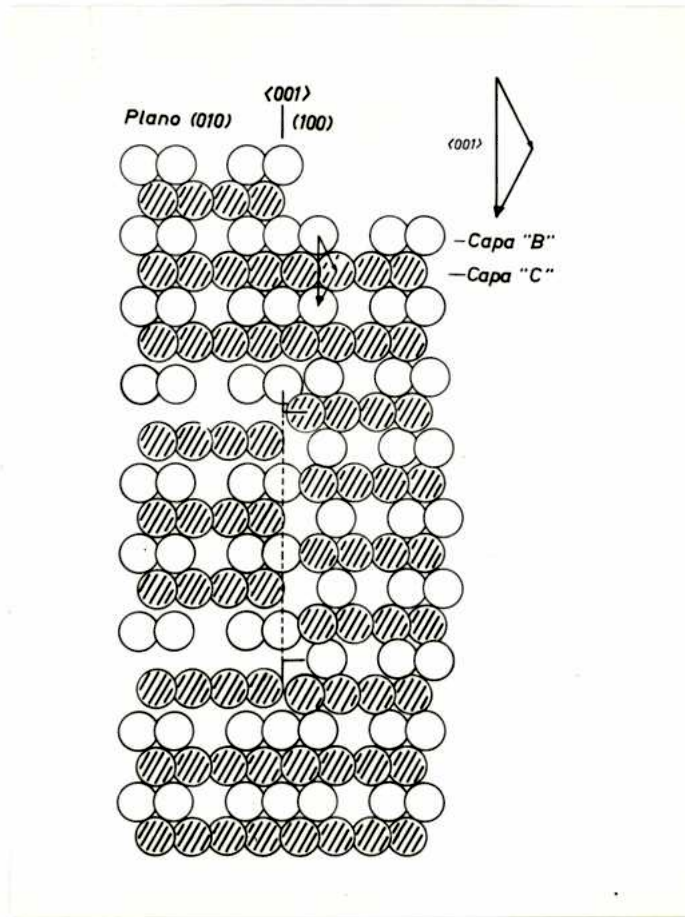


Fig.No.36.- Modelo de dislocación para el sistema (100)/001/.

con la disminución debida a la disociación de la dislocación en parciales, y se hará notar que tal falla de apilamiento yace en el plano (100).

El modelo de la dislocación de tornillo no difiere en nada del anterior, y para objetivarlo se deberá tener en cuenta la diferente manera de producirlo, y la característica de que el vector de Burgers sea normal a la línea de la dislocación.

#### 4.- Extensión del modelo (100)/001/ a fase sigma.

De la misma manera que se hizo la extensión del modelo de Kronberg a la estructura de fase sigma, se hará tal extensión ahora para el modelo de la dislocación(100)/001/.

La Fig.No.36 mostraba el modelo de la dislocación extendida propuesta. Nótese en esta figura, que si bien en la parte superior e inferior a la dislocación la red cristalográfica permanece normal y sin variaciones, en la parte comprendida entre las dislocaciones parciales, donde se produce la falla de apilamiento, pueden haber variaciones de orden. Se analizará tal posibilidad.

La Fig.No. 37 muestra una de las capas de átomos de esta zona, y como en el caso del análisis anterior, se tomó el ordenamiento de Kasper diferenciando los átomos de Ni (blancos), de V (negros), y de Ni o V según los requie-



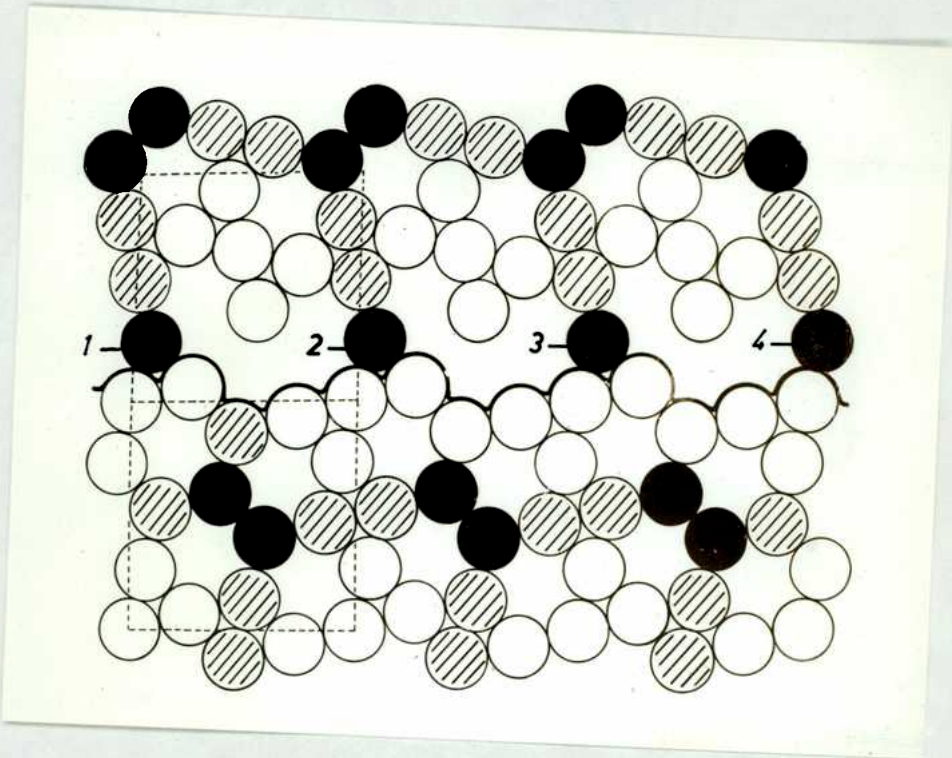


Fig.No.37.- Capa intermedia de la dislocación extendida.

rimientos estequiométricos (grises). Esta capa, que originalmente fuera B, después del pasaje de la primera dislocación parcial se transforma en C.

Se puede ver en esta figura, que también en este caso se tendrá desordenamiento cristalino, ya que el átomo marcado 1, que originalmente era Ni, es ahora V, y lo mismo reza para los marcados 2, 3 y 4. En términos de uniones atómicas, ello significa que en cada caso se rompieron dos uniones Ni-Ni para crear dos Ni-V. Por supuesto, este proceso de desordenamiento también lleva asociada una cierta energía a la que haremos referencia más adelante.

#### 5.- Discusión general.

Es bien sabido que el fenómeno de orden desorden tiene estrecha relación con las propiedades mecánicas de un material<sup>22</sup>.

Por ejemplo, se demostró la imposibilidad de deformar por maclado un sistema ordenado de Fe-Al, cuando tal mecanismo puede actuar en la misma estructura desordenada.<sup>23</sup> En general, tensión de fluencia<sup>24</sup> y resistencia al creep<sup>25</sup> y <sup>26</sup> se ven aumentadas considerablemente cuando el orden es establecido en una aleación.

Se explica este endurecimiento en un material ordenado, por el hecho de que una dislocación que se mueve en tal estructura crea desorden, lo que implica una extra energía

gía a ser consumida por el límite de antifase formado, y que se debe adicionar a la ya necesaria para efectuar el puro desplazamiento de la dislocación.

Aún en el caso de considerar superdislocaciones como las ya discutidas, donde una segunda dislocación unitaria elimina la antifase formada por la primera, se sabe que existe un incremento de la antifase total, cuando la superdislocación interactúa con una antifase ya existente. En este principio se basa la única teoría que actualmente trata de relacionar el orden cristalográfico con las propiedades mecánicas, y que siendo debida a Cottrell<sup>27</sup>, puede ser enunciada en resumen diciendo que: Las propiedades mecánicas de un material que presenta orden tendrán un máximo para un dado grado de orden establecido.

En el caso de fase sigma, habiendo demostrado que las dislocaciones propuestas para explicar las deformaciones en uranio beta crean desorden en esta estructura, y por lo dicho anteriormente, se puede suponer con razones suficientes, que dicho desorden sería un impedimento para el libre movimiento de las dislocaciones en este material, y atribuir a él el diferente comportamiento observado en los ensayos de algunas clases de monocristales.

Con lo dicho, quedarían contestados los otros dos interrogantes del planteamiento inicial.

Por otra parte, habiendo determinado la existencia de una transformación orden desorden con una

temperatura crítica de  $550^{\circ}\text{C}$ , se puede también suponer que la fase  $\alpha$  presentará un comportamiento distinto en ensayos de deformación realizados a temperaturas superiores a ésta, y no se puede descartar la posibilidad de aparición de deslizamiento en estos ensayos, por cuanto al desaparecer la estabilidad del orden cristalino, desaparecerían las fuerzas de ordenamiento, y con ellas, el impedimento para el movimiento de las dislocaciones.

Respecto a los nuevos sistemas de deformación encontrados para el uranio beta, se puede decir que la predicción de Holden, de que era de esperar deslizamiento en los planos (001) y (140), era equivocada, y que este resultado confirma que si bien el criterio de la densidad de población es válido para la dirección de deslizamiento, no lo es para el plano correspondiente.

Las diferencias morfológicas encontradas entre las trazas de los sistemas de Holden ((110)/001/) y las correspondientes a los nuevos ((100)/001/), quedan bien explicadas en base a la diferencia de los modelos de las dislocaciones. Mientras el de Kronberg es complejo al incluir una zona intermedia de movimientos rotacionales, formado por una dislocación unitaria que podría cambiar de plano de deslizamiento al encontrar un obstáculo y producir deslizamiento cruzado, el del nuevo sistema propuesto en este trabajo es simple, y al estar constituido por una dislocación extendida formada por dos parciales, éstas no podrían escapar de su plano, resultando el desliza-

miento fino y de trazas rectas observado<sup>28</sup>.

Por último, y para concluir esta discusión, se destacará la coincidencia cristalográfica entre fallas de apilamiento observadas por Marcinkowski en fase sigma de Fe-Cr y los nuevos sistemas de deformación del uranio beta. Se debe hacer notar sin embargo, que aunque el modelo propuesto para explicar estos últimos podría también explicar las primeras, la naturaleza de las fallas en este caso, sería distinta a la supuesta por el autor nombrado. Por otra parte, mientras él sugiere que las fallas terminan en dislocaciones parciales de Frank, las del modelo (100)/001/ aquí propuesto, corresponderían a las del tipo móviles de Shockley.

CONCLUSIONES

Los resultados experimentales obtenidos, y la discusión de tales resultados, permiten extraer las siguientes conclusiones:

- 1.- La luz polarizada, complementada con técnicas de pulido electrolítico, resulta ser una excelente técnica para el estudio metalográfico de todo tipo de fase sigma.
- 2.- Resulta posible crecer monocristales de fase sigma de la aleación Co-V, usando la técnica de crecimiento deg de la fase líquida.
- 3.- Tales monocristales, cuando son sometidos a ensayos de deformación a temperatura ambiente, rompen siempre con fractura frágil, no siendo posible la observación de ningún tipo de deslizamiento u otro mecanismo de deformación plástica.
- 4.- Los monocristales de uranio beta presentan deformación no sólo por los mecanismos (110)/001/ descritos por Holden, sino con otros dos sistemas que fueron identificados como deslizamiento (100)/001/.
- 5.- El modelo propuesto para explicar estos nuevos sistemas permite también explicar las diferencias morfológicas encontradas entre las trazas correspondientes a éste y a los (110)/001/ de Holden.

- 6.- La diferencia de comportamiento de ambas clases de monocristales en los ensayos de deformación, es atribuida al ordenamiento cristalino que presenta la fase sigma, y a los inconvenientes que dicho ordenamiento presentaría al movimiento de las dislocaciones propuestas para uranio beta.
- 7.- Las medidas realizadas sobre otras propiedades de fase sigma, indican la existencia de una transformación de orden desorden con una temperatura crítica de 550°C, por lo que no se puede descartar la posibilidad de que monocristales de este material, deformados a temperaturas superiores a ésta, presenten deslizamiento.

TRABAJOS FUTUROS

Como continuación de la línea de investigación desarrollada en este trabajo, se proponen los siguientes temas futuros:

- 1.- Un estudio más profundo de la transformación orden desorden en fase sigma, que no sólo contemple la cinética del fenómeno, sino su naturaleza intrínseca, es decir, el papel que juegan las cinco distintas posiciones atómicas de la celda elemental en dicha transformación.
- 2.- El estudio de la deformación plástica de monocristales de fase sigma a temperaturas superiores a los 600°C, ya que de tal estudio se puede esperar una excelente complementación con este trabajo, a la vez que una corroboración experimental de la tesis sustentada en la discusión de los resultados.
- 3.- Estudio de la deformación plástica de monocristales de uranio beta a bajas temperaturas, con el objeto de investigar la posible contribución de maclas en la deformación de este material.



BIBLIOGRAFIA

- 1.- A.N.Holden, Acta Cryst. 5, 1952, 182.
- 2.- C.W.Tucker and P.Senie, Acta Cryst. 6, 1953, 753.
- 3.- B.G.Bergman and D.P.Showmaker, J. of Chemical Physics, 19, 1951, 515. Acta Cryst. 1, 1954, 857.
- 4.- A.N.Holden, Physical Metallurgy of Uranium, Addison Wesley Publishing Company, U.S.A., 1958.
- 5.- J.S.Kasper and R.E. Waterstrat. Acta Cryst. 2, 1956, 289.
- 6.- E.L.Kronberg, J. of Nuclear Materials, 1, 1959, 85.
- 7.- K.P.Gupta, Trans. AIME, 221, 1961, 1047.
- 8.- M.J.Marcinkowski and D.S.Miller. The Phil Mag. 7, 1962, 1025.
- 9.- M.Hansen. Constitution of Binary Alloys. Mc.Graw Hill, Second Edition, 1958.
- 10.- W.Koster and H.Schmid. Z.N Metallkunde, 46, 1956, 195.
- 11.- P.Greenfield and P.A.Beck. Trans.AIME, 206, 1956, 265
- 12.- P.Pistrokowsky and P.Daves. Trans.AIME, 188, 1950, 1285
- 13.- H.P.Stuwe. Trans.AIME, 215, 1959, 408.
- 14.- Ch.S.Barrett, The Structure of Metals, Mc Graw Hill, London, 1952.
- 15.- W.D.Lawson and S.Nielsen. Preparation of Single Crystals, Butterworths Scientific Publications. London, 1958.

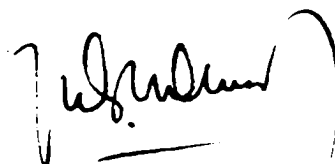
- 16.- W.B.Pearson and W.Hume Rothery. *J of the Institute of Metals*, 80, 1951-52, 641.
- 17.- H.Lipson. *Progress in Metal Physics*, vol.2, 1950, 1.
- 18.- R.A.Crisani, *Acta Met.* 2, 1954, 343.
- 19.- D.W.White, *Trans.AIME*, 201, 1955, 1221.
- 20.- A.H.Cottrell and G.W.Ardley, *Proc. Roy. Soc. A* 219, 1953, 328.
- 21.- A.H.Cottrell. *Dislocations and Plastic Flow*.
- 22.- T.Auto. *Solid State Physics*, vol.1, 1955, 193.
- 23.- R.W.Cahn and J.A.Coll. *Acta Met.* 9, 1961, 138.
- 24.- W.D.Biggs and T.Brook. *The Phil.Mag.* 45, 1954, 246.
- 25.- M.Moran and N.Brown. *Trans.AIME*, 206, 1956, 604.
- 26.- A.Lawley, J.A.Coll and R.W.Cahn. *Trans.AIME*, 218, 1960, 166.
- 27.- A.H.Cottrell. *Relation of Properties to Microstructure*. ASM, 1954, 131.
- 28.- W.T.Read. *Dislocation in Crystals*. McGraw Hill, London, 1953.

**AGRADECIMIENTOS**

El autor desea expresar su más sincero agradecimiento a las siguientes personas:

- Al Profesor Robert W. Cahn, por haberlo introducido en el tema y por haber mantenido su interés en el trabajo durante todo su desarrollo.
- Al Profesor Jorge A. Sabato, por su constante estímulo y por sus críticas y comentarios del manuscrito.
- A la Srta. Carmen Fernández, por su ayuda en el trabajo experimental, además de la escritura y compaginación del trabajo.
- A los Sres. Horacio Osuna, Carlos Rodríguez y Néstor J. Marcove por su invaluable ayuda en el trabajo experimental.
- A todo el personal del Departamento de Metalurgia de la CNEA, por sus provechosas discusiones.

También expresa el agradecimiento que le merecen las instituciones que hicieron posible la realización del trabajo, ya sea contribuyendo con sus laboratorios y facilidades (CNEA), o atendiendo a su aspecto económico (Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Office of Naval Research de los EE.UU.).



APENDICE IDETERMINACION DE LA ORIENTACION CRISTALOGRAFICA DE UN MONOCRISTAL  
POR EL METODO DE GRONINGER

El primer paso a tomar para la determinación de la orientación cristalográfica de un monocristal - por el método de Groninger, consiste en la obtención de un diagrama de Laue en retroceso.

Estos diagramas están formados por puntos situados sobre hipérbolas, y del esquema de la Fig.No. 1 puede entenderse el por qué de este hecho, por cuanto resultan de la intersección de los conos de difracción con el plano de la película.

Cada una de las hipérbolas, corresponde a una zona del cristal, y cada punto, de ellas, a un plano difractante.

Determinar la orientación cristalina de un monocristal, significa reconocer cuáles son los índices de Miller de los planos responsables de cada punto, y obtener los ángulos que dichos planos cristalográficos forman con un sistema de referencias constituido generalmente por el eje y alguna cara de la forma exterior.

Obtenido el diagrama, se procede de acuerdo a lo indicado en la Fig.No.2. Usando el abaco de Groninger, se leen los ángulos  $\alpha$  y  $\phi$  de cada zona (a), y se transportan los ejes de dichas zonas a una proyección estereográfica por

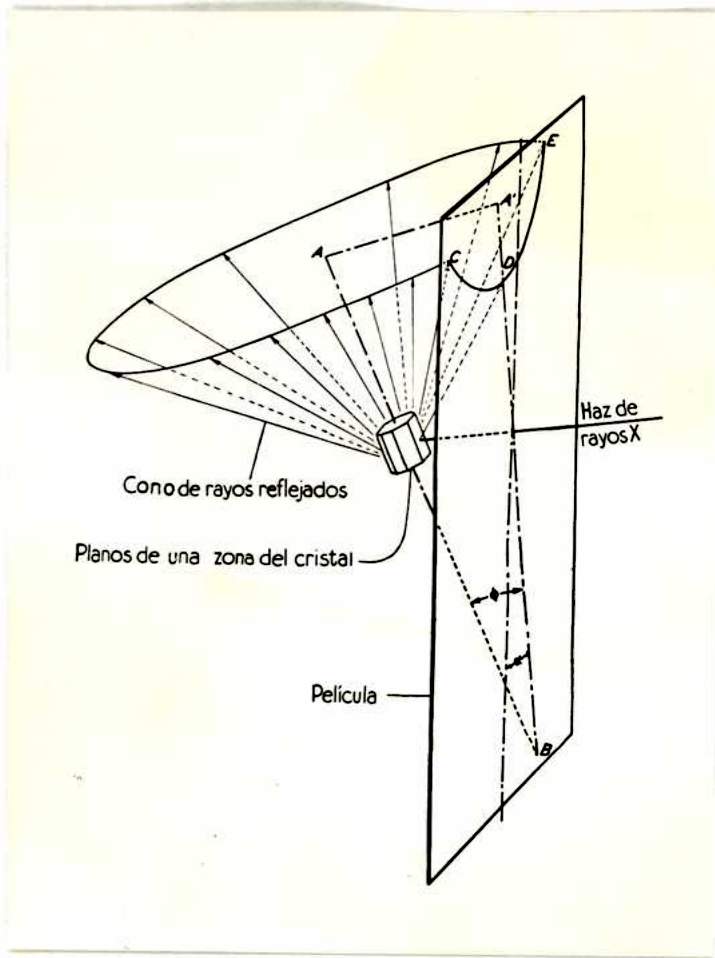
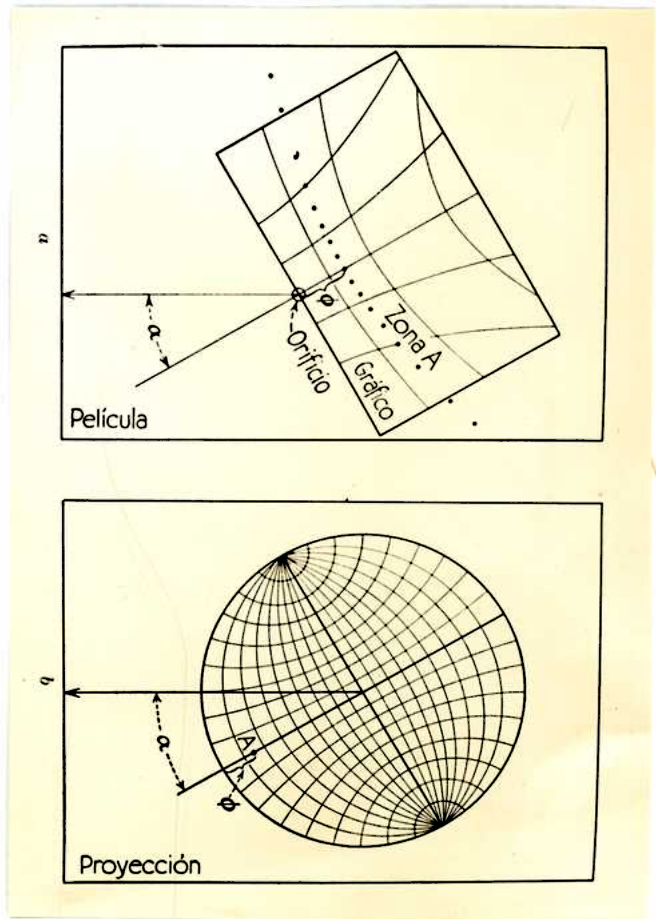


Fig.No.1.-

Fig.No.2.-



medio de una red de Wulff (b).

Esta proyección de los ejes de zona, permite obtener la proyección de los planos importantes, que estarán ubicados en las intersecciones de las zonas fundamentales (círculos máximos a  $90^\circ$  de los ejes de las zonas más pobladas).

Para el reconocimiento de los índices de Miller correspondientes a estas proyecciones, se procede leyendo los ángulos que forman entre ellas, y comparándolos con los de los planos cristalográficos deducidos de la estructura correspondiente, se atribuye tentativamente un índice a cada polo proyectado.

La comprobación de que los índices atribuidos son correctos, se hace rotando la proyección sobre la red de Wulff tantos grados como fuere necesario para que a cada punto de dicha proyección, corresponda alguno de los de la proyección estándar de la estructura. Si tal correspondencia no fuera posible, los índices atribuidos están equivocados, y se deberá tomar otro conjunto de valores para repetir la operación.

El Procedimiento de atribuir índices y efectuar las rotaciones antedichas se efectúa tantas veces como fuere necesario hasta conseguir la correspondencia exacta entre polos de la proyección del cristal y de la estándar.

Conseguido este objetivo, se tiene la orientación cristalográfica del monocristal, la que generalmente se indica ubicando su eje en el triángulo fundamental (100), (010), (001) en los sistemas de mucha simetría, y en toda la estegan

dar en los de menor simetría.

Si bien el procedimiento de atribuir índices que pueden estar equivocados parece engorroso, y muy poco preciso, tal resulta en las primeras determinaciones, pero - hay factores que ayudan mucho a la rápida determinación de orientaciones posteriores, tales como: intensidades de los puntos, densidad de población de las hipérbolas, simetrías, etc., y le hacen muy simple y exacto.

APENDICE IIDETERMINACION DEL PLANO DE DESLIZAMIENTO

Para la determinación cristalográfica del plano de deslizamiento de un cristal, se pueden usar dos distintos métodos, a saber:

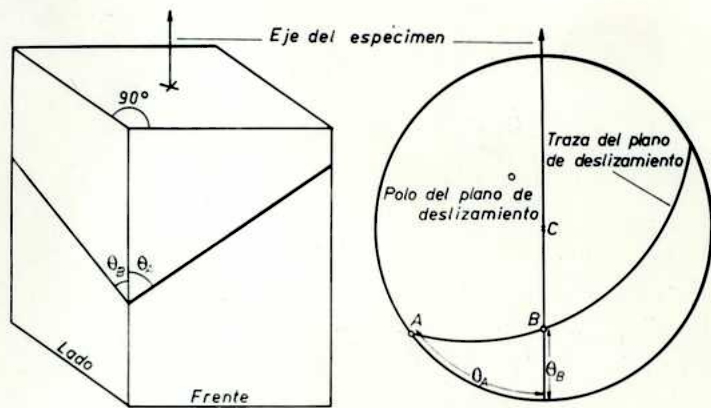
1.- Método de las trazas en dos caras:

Este método se funda en que, conociendo los ángulos que forman las trazas de deslizamiento (ubicadas en dos caras del cristal, que pueden o no ser perpendiculares siempre que se conozcan el ángulo que forman entre ellas), con el eje del monocristal, se dispone de datos suficientes como para individualizar el plano cristalográfico responsable del deslizamiento.

Lo dicho puede entenderse mejor, analizando la Fig. No.1, que muestra el esquema de las trazas sobre dos caras del monocristal, y la correspondiente proyección estereográfica del plano de deslizamiento.

De la comparación de esta proyección, con la de la orientación del cristal, y la de la estándar correspondiente, surgen inmediatos los índices de Miller del plano de deslizamiento a identificar.





Determinación del plano de deslizamiento.

Fig. No. 2.-

## 2.- Método de la locación del polo:

Muchas veces no es posible obtener trazas sobre dos caras del monocristal, sino solamente en una de ellas. Esto hace que el método anterior sea imposible de ser aplicado, por cuanto siempre existiría una indeterminación, y es necesario recurrir a otros métodos, entre los cuales está el de la locación del polo.

Este método se basa en que el polo del plano responsable de una traza, estará ubicado en el círculo máximo perpendicular a dicha traza. Si se dispone entonces de dos o más monocristales con diferentes orientaciones, y de los círculos máximos perpendiculares a las trazas de cada uno de ellos cuando las orientaciones de los monocristales se lleven a coincidir con la proyección estándar, todos los círculos máximos se cogitarán en el punto correspondiente a la proyección del plano en cuestión, quedando así identificado el plano de deslizamiento.

## INDICE

<b>Capítulo I: INTRODUCCION</b>	<b>pág. 1</b>
<b>A.- OBJETIVOS DEL TRABAJO</b>	<b>" 1</b>
<b>B.- TRABAJO PREVIO REALIZADO</b>	<b>" 2</b>
<b>C.- PLAN DE TRABAJO</b>	<b>" 6</b>
<b>Capítulo II: TRABAJO EXPERIMENTAL</b>	<b>" 7</b>
<b>A.- EN FASE SIGMA</b>	<b>" 7</b>
<b>1.- Elección del sistema de aleaciones</b>	<b>" 7</b>
<b>2.- Preparación de las aleaciones</b>	<b>" 9</b>
<b>3.- Preparación metalográfica</b>	<b>" 11</b>
<b>4.- Trabajo en rayos X</b>	<b>" 13</b>
<b>5.- Crecimiento de los monocristales</b>	<b>" 20</b>
<b>6.- Deformación</b>	<b>" 26</b>
<b>7.- Determinación de orden-desorden</b>	<b>" 28</b>
<b>B.- EN URANIO BETA</b>	<b>" 35</b>
<b>1.- Preparación de las aleaciones</b>	<b>" 35</b>
<b>2.- Crecimiento de los monocristales</b>	<b>" 37</b>
<b>3.- Orientación cristalográfica</b>	<b>" 39</b>
<b>4.- Ensayos de deformación</b>	<b>" 39</b>
<b>Capítulo III: DISCUSION DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES</b>	<b>" 46</b>
<b>1.- El modelo de Kronberg</b>	<b>" 47</b>

2.- Extensión a fase sigma	pág.52
3.- El modelo del sistema (100)/001/	" 60
4.- Extensión a fase sigma	" 65
5.- Discusión General	" 67
Capítulo IV: CONCLUSIONES	" 71
Capítulo V : TRABAJOS FUTUROS	" 73
BIBLIOGRAFIA	" 74
AGRADECIMIENTOS	" 76
APENDICE I	" 77
APENDICE II	" 81