

ESTUDIO DE UNA POSIBLE VINCULACION ENTRE ESTRUCTURAS DE CELDAS BIEN DEFINIDAS Y LOS DOS MECANISMOS DE RELAJACION SNOEK-KOESTER PRESENTES EN NIOBIO DEFORMADO

B. J. Molinas (+), I. Alvarez (+), A. F. Armas (*)

Instituto de Fisica Rosario (CONICET y Universidad Nacional de Rosario)

Av. 27 de Febrero 210 Bis, (2000) Rosario

Una explicación para la aparición de dos picos de Snoeck - Koester (SK) en las variables amortiguamiento versus temperatura en metales bcc deformados plásticamente se ha sugerido en /1/ y se basaría en la inhomogeneidad de la deformación, la que en general origina dos regiones: una donde las dislocaciones tienen una densidad relativamente alta y segmentos cortos (segmentos que darían lugar al pico "SK1") y otra de baja densidad y segmentos largos (asociados al pico "SK2"). En la mayoría de los trabajos previos se provocan bajas deformaciones. Estas generan una subestructura de dislocaciones no bien definida como para su seguimiento por microscopía electrónica TEM técnica no utilizada en ninguno de aquéllos. En el presente trabajo se introducen, a dos velocidades de deformación, $\dot{\epsilon}$, extremas, altas deformaciones en tracción. Por TEM se corrobora la generación de celdas y la existencia de un aumento de la fracción de volumen correspondiente a paredes de celda, a favor de la obtenida a $\dot{\epsilon}$ alta. La relación espesor de la pared de celda /diámetro interior celda resulta entre 0.3 y 0.5 para el caso de baja $\dot{\epsilon}$ y entre 1 y 2 para alta $\dot{\epsilon}$. Por fricción interna se miden los picos SK estudiando su evolución después de deformación y recocido. Para el pico SK1 se obtiene una relación de alturas de 1.5 a favor del correspondiente a $\dot{\epsilon}$ alta. La comparación de estos resultados avala experimentalmente la sugerencia hecha en /1/, arriba mencionada.

INTRODUCCION

La relajación SK aparece debido a la interacción de átomos intersticiales con dislocaciones. Dos picos de fricción interna (f_1) de tipo SK han sido detectados y caracterizados en metales bcc trabajados en frío (Nb-O, Ta-O, Fe-N) /1 a 3/. Una explicación para la aparición de tales picos exigiría una diferencia de un orden de magnitud en la longitud promedio de las dislocaciones /2/ y ésta se basaría /1/ en la existencia de dos regiones, tipo 1 (paredes de dislocaciones, sub-bordes, paredes de celdas, etc) y tipo 2 (regiones intermedias). En trabajos previos /1 a 4/ se apuntó a generar y estudiar ambos picos, en general con bajas deformaciones y sin caracterización de la subestructura. En el presente trabajo se explora un método para: 1) introducir una subestructura de celdas bien definidas como para su seguimiento por TEM. 2) Cambiar significativamente la fracción de volumen de las dos regiones. 3) Comparar la distribución y carácter de ambas regiones con los picos SK medidos por f_1 .

(+) Investigador CONICET

(*) Investigador CIUNR (UNR)

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material lo constituye Nb puro (chapa de sección $3.5 \times 0.35 \text{ mm}^2$), con un contenido inicial de oxígeno intersticial, $C_o=450 \text{ at.ppm}$, medido en el mismo experimento en base al pico de Snoek (pico S(0) en Fig. 1), producido por el O en Nb, y en base a la calibración $Q^{-1}/C_o=4.81 \times 10^{-6} \text{ atppm}^{-1}/5/$. El tratamiento térmico previo para todos los especímenes consistió en un recocido de alto vacío dinámico hasta 575 K, a la misma velocidad de calentamiento del experimento de f_1 , para borrar contribuciones SK1 pre-existentes (probeta tipo "R"). La deformación plástica se suministró mediante un ensayo de tracción (Instron 1362), a T ambiente, a dos $\dot{\epsilon}$ extremas (alta, $\dot{\epsilon}=3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, probeta tipo "A"; baja, $\dot{\epsilon}=3.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, probeta tipo "B"). La deformación plástica alcanzada al detener el ensayo por haberse alcanzado una saturación en la tensión fue de 10% y 7.5%, respectivamente. Las láminas delgadas para el TEM se obtuvieron por electropulido (JET) en "Tenupol" con la solución: SO_4H_2 (13%) + Metanol (87%), y con los parámetros: T=-38C, V=25V, I=130mA /6/. La orientación de las láminas fue tal que la dirección

[111] se encontraba cercana a sus normales y pudo así ser alineada con el haz de electrones. Las mediciones de f_1 se realizaron en un péndulo de torsión invertido, totalmente controlado por computadora, en el modo de decaimiento libre, bajo atmósfera de He (~ 1 Torr) y bomba de adsorción y en calentamiento (1.7×10^{-2} K s^{-1}).

RESULTADOS

En la Fig. 1 se comparan mediciones de f_1 vs T en el caso de baja $\dot{\epsilon}$ la curva a corresponde a la probeta "R" (probeta "B" antes de deformar plásticamente). La curva b corresponde a la probeta "B" deformada. La curva c resulta de la resta (b-a). Un claro pico P_1 (524K, 1.95 Hz, altura: 1.8×10^{-3}) es resuelto, siendo distinguible de las contribuciones S (relajaciones de Snoek) y atribuible al fenómeno SK1. Un resultado similar al de la Fig. 1 se obtiene para el caso de alta $\dot{\epsilon}$. Aparece también un pico resuelto P_1 (527 K, 0.8 Hz, 2.7×10^{-3}). Los picos tipo SK2 presentan una mayor dificultad para su resolución pues su eliminación al comienzo del experimento requiere de

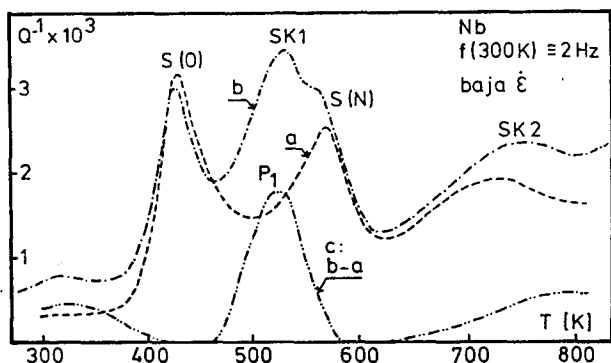


Figura 1: Fricción interna vs. Temperatura en Niobio recocido y deformado

tratamientos térmicos a muy altas temperaturas donde la absorción de O es drástica, por lo que no son considerados en el presente trabajo. La observación mediante TEM arroja los resultados siguientes: diferentes micrográficas en cada una de las tres probetas presentan una estructura de celdas. La probeta "R" (parcialmente recocida) presenta paredes compactas con bajo espesor de pared y una distribución homogénea de dislocaciones en el interior de celda (Fig. 2). La probeta "A" (alta $\dot{\epsilon}$) muestra paredes muy gruesas menos compactas y una mayor densidad de dislocaciones en el interior (Fig. 3). La probeta "B" (baja $\dot{\epsilon}$) presenta zonas de comportamientos similar a los ya descritos tanto en probetas "R" como en

probetas "A", con paredes menos gruesas que en "A" (Fig. 4). La relación γ - (espesor de pared de celda/ diámetro interior celda) se lista en la tabla 1.

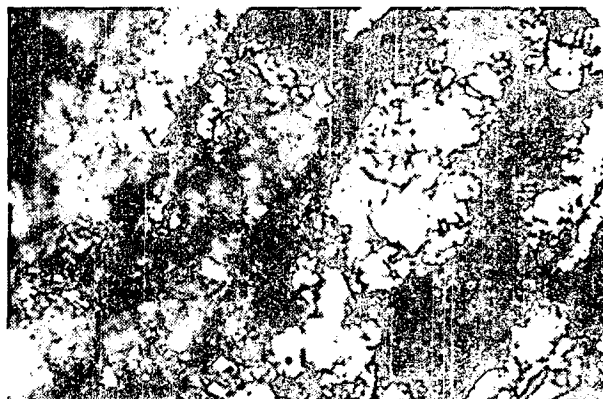


Figura 2: Micrografía TEM [111] (110), 1cm: 0,12 μ m (Probeta "R")

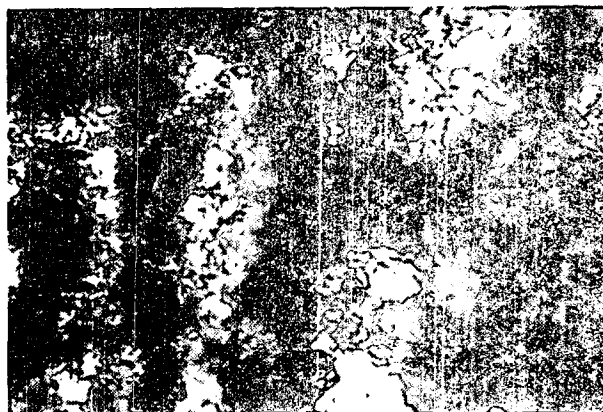


Figura 3: Micrografía TEM, 1cm: 0.12 μ m (Probeta "B")

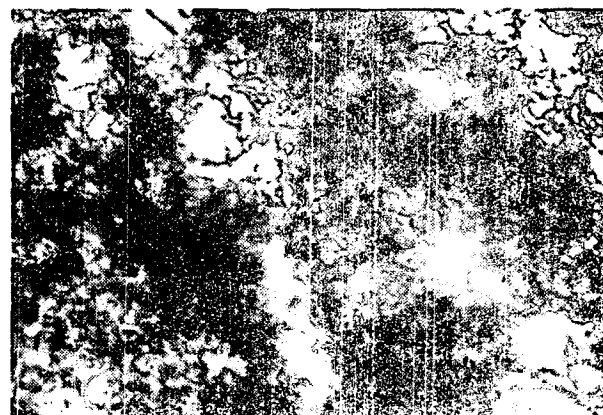


Figura 4: Micrografía TEM, 1 cm: 0.10 μ m (Probeta "A")

DISCUSION Y CONCLUSIONES

La f_1 medida en todo un espécimen de volumen V se relaciona con la f_1 intrínseca o local Q^{-1} según:

$$Q^{-1}(\epsilon, T) = \int_V Q_f^{-1}(\epsilon, T) \epsilon^2 dV / \int_V \epsilon^2 dV \quad (1)$$

con las aproximaciones: que la f_1 intrínseca es poco dependiente de ϵ , que los dos fenómenos SK no se superponen al variar T , y que las dimensiones de la celda son mucho menores que la menor dimensión del espécimen (la relación para el presente experimento se cumple pues la misma resulta igual a 1.7×10^{-4} o menor), se puede escribir:

$$Q^{-1}(T) = Q_{SK1}^{-1} f_1 + Q_{SK2}^{-1} f_2 \quad (2)$$

f_1 es una función de γ . Con una simplificación fuerte consistente en suponer celdas equiaxiales y cúbicas se obtienen los valores de f_1 como: $f_1 = (3\gamma + 3\gamma^2 + \gamma^3) / (3\gamma + 3\gamma^2 + \gamma^3 + 1)$ para cada tipo de probeta, graficados en la Fig. 5. Esta relaciona los valores de altura de pico resuelto del tipo SK1 en función de la fracción de volumen ocupada por la región tipo 1. La dispersión que se ha indicado en las abscisas es una dispersión aparente en f_1 (que aparece al calcular f_1 en los extremos del entorno para γ), si bien la misma surge de una distribución inevitable de formas y tamaños (ver Tabla 1) que es inherente a una subestructura de celdas.

TABLA 1

PROBETA	γ
R	0.3
B	0.3 a 0.9
A	1 a 2

La aplicación de un método para calcular f_1 que sea capaz de extrapolar el volumen de la región 1, a partir de la superficie real ocupada por la misma en las micrografías, reduciría la dispersión graficada y ubicaría el valor medio de f_1 en un punto intermedio del entorno graficado que dependerá de la función de distribución de los valores γ .

A su vez, la f_1 debida al fenómeno SK depende (ver por ej./2/) de parámetros de dislocaciones:

$$Q_{SK1}^{-1} \propto \Lambda \bar{L}^2 \quad (3)$$

donde Λ y \bar{L} son su densidad y longitud de segmentos media. Luego la discusión del rol de f_1 en la ec. (2) está sujeta también a posibles variaciones de dichos parámetros. Los resultados de la Fig. 5 satisfacen la suposición de una dependencia creciente de Q^{-1} con f_1 creciente. La recta trazada sólo indica una función posible para $Q^{-1}(f_1)$. Una medición precisa de los parámetros Λ y \bar{L} presenta una seria dificultad experimental. La disminución de compacidad de la pared de celda para la probeta "A" señala una disminución de Λ .

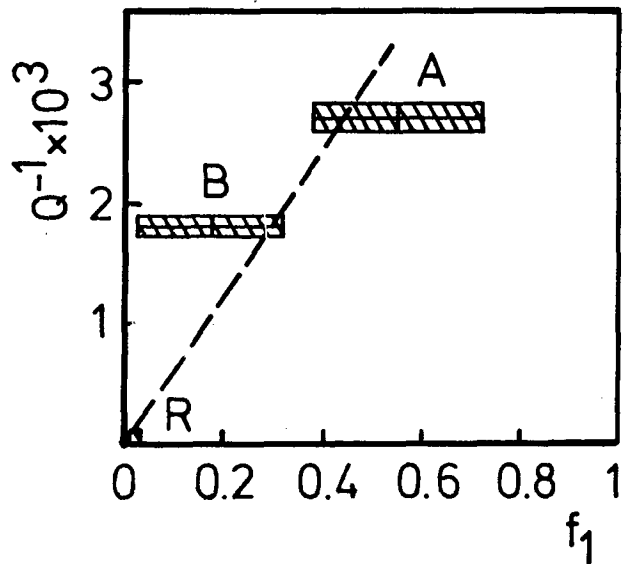


Figura 5: Altura del pico "SK1" de f_1 vs. fracción de volumen de región 1.

La tendencia de \bar{L} es a reducirse con el aumento de deformación plástica. Ambas razones avalan la necesidad de que exista una dependencia creciente de tipo Q^{-1} con f_1 , del tipo de la determinada en este trabajo. Esto a su vez, en lo que concierne al fenómeno SK1 avala experimentalmente la hipótesis de partida. Finalmente, si tanto esta hipótesis como la comprobación experimental señalada, son razonables, entonces una micrografía TEM de un probeta deformada plásticamente (como la "A") y ensayada en f_1 hasta 575 K (procedimiento que, ya se puntualizó, borra o reduce drásticamente el pico SK1) debería exhibir de nuevo una subestructura de celdas de paredes muy delgadas, con bajo γ y, consecuentemente, bajo f_1 . El resultado de tal comprobación ha sido afirmativo y junto con detalles del recocido bajo vibración utilizado será motivo de una futura publicación //7/.

AGRADECIMIENTOS

A los Dres. G. Rubiolo y C. Tome por las provechosas discusiones y al primero de ellos por realizar los ensayos de tracción.

REFERENCIAS

- /1/ M. Weller, M. Tietze, J. Diehl, A. Seeger, en "The Structure and Properties of Crystal Defects", Ed. V. Paidar, Elsevier, Amsterdam (1984).
- /2/ A. Seeger, M. Weller, J. Diehl, Z. Pan, T. Ke; Z. Metallkunde, 73 (1982), 1
- /3/ B. J. Molinas, M. Weller, K. Schulze, J. Diehl; J. de Physique, 12 (1987), 341
- /4/ B. J. Molinas, M. Weller, J. Diehl; Memorias de las Jornadas Metalúrgicas 88 de la Sociedad Argentina de Metales, La Plata (1988), p. 151
- /5/ K. Schulze, E. Grallat, M. Weller; Z. Metallkunde, 72 (1981), 439
- /6/ B. J. Molinas, "Sample preparation for transmission electron microscopy in connection with typical specimens used in internal friction measurements", Internal report Max Planck Institut, 01-87, Stuttgart (1987)
- /7/ B. J. Molinas, I. Alvarez; a publicar.