



**RESTAURAÇÃO DO ATRITO INTERNO DEPENDENTE DA AMPLITUDE
EM LiF MONOCRISTALINO E DEFORMADO PLASTICAMENTE**

Sadamu Koshimizu

DISSERTAÇÃO E TESE - IEA 032

NOVEMBRO/1977

**RESTAURAÇÃO DO ATRITO INTERNO DEPENDENTE DA AMPLITUDE
EM LiF MONOCRISTALINO E DEFORMADO PLASTICAMENTE**

Sadamu Koshimizu

Dissertação para obtenção do Título de "Mestre em Ciências" – Orientador Prof. Dr. Shigeo Watanabe. Apresentada e defendida em 19 de dezembro de 1975, no Instituto de Física da Universidade de São Paulo.

APROVADA PARA PUBLICAÇÃO EM AGOSTO/1977

CONSELHO DELIBERATIVO

MEMBROS

Klaus Reinach - Presidente
Roberto D'Utra Vaz
Helcio Modesto da Costa
Ivano Humbert Marchesi
Admar Cervellini

PARTICIPANTES

Regina Elisabete Azevedo Benetta
Flávio Gori

SUPERINTENDENTE

Rômulo Ribeiro Pieroni

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11.049 (Pinheiros)
Cidade Universitária "Armando de Salles Oliveira"
SÃO PAULO - BRASIL

ÍNDICE

	Página
CAPÍTULO I	
INTRODUÇÃO	1
1.1 – Atrito Interno	1
1.1.1 – Anelasticidade	2
1.1.2 – Medida do Atrito Interno	4
1.2 – Objetivos	5
CAPÍTULO II	
FUNDAMENTO TEÓRICO	5
II.1 – Defeitos em Cristais Iônicos – Generalidades	6
II.1.1 – Defeitos Puntiformes	6
II.1.2 – Deslocações	6
II.1.3 – Defeitos Criados na Deformação Plástica	9
II.2 – Teoria Mecânica do Amortecimento Devido às Deslocações	9
II.2.1 – Desancoramento Termo-Mecânico	16
II.2.2 – Mobilidade dos Defeitos Acorantes	19
II.2.3 – Restauração do Atrito Interno Dependente da Amplitude	20
CAPÍTULO III	
PARTE EXPERIMENTAL	23
III.1 – Descrição do Pêndulo de Torção	23
III.1.1 – Parte Mecânica	23
III.2 – Medida do Decremento Logarítmico	23
III.3 – Medida do Período	25
III.4 – Medida da Temperatura	27
III.5 – Montagem da Amostra	27
III.6 – Preparação da Amostra	27
CAPÍTULO IV	
RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES	32
IV.1 – Atrito Interno em Função da Amplitude de Deformação	32
IV.1.1 – Cálculo da Energia Livre de Ligação	32
IV.2 – Efeito Dependente do Tempo	35

	Página
IV.2.1 – Determinação de n da Equação (2.23)	35
IV.2.2 – Cálculo da Energia de Ativação U	41
IV.3 – Discussão dos Resultados	41
IV.3.1 – Atrito Interno em Função da Amplitude	41
IV.3.2 – Dependência Temporal	50
CAPÍTULO V	
CONCLUSÕES	51
SUGESTÕES	52
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53

RESTAURAÇÃO DO ATRITO INTERNO DEPENDENTE DA AMPLITUDE EM LiF MONOCRISTALINO E DEFORMADO PLASTICAMENTE

Sadamu Koshimizu

RESUMO

A restauração do atrito interno dependente da amplitude em LiF monocristalino, puro e deformado plasticamente foi estudada utilizando um pêndulo de torção à frequência de aproximadamente 1.0 hertz. O objetivo deste trabalho é o estudo de atrito interno devido a interação entre defeitos puntiformes e deslocações criados durante a deformação plástica. Foram feitas medidas do decremento logarítmico em função da amplitude de deformação para várias temperaturas, a fim de observar o efeito da temperatura no desancoramento. Este resultados foram interpretados segundo o modelo de Granato e Lucke.

Foram feitas, também, medidas do decremento logarítmico em função do tempo, após excitação das amostras com amplitude de vibração grande, para observar a cinética de restauração do atrito interno. Os resultados evidenciaram que a cinética de restauração do atrito interno obedece duas leis: $t^{2/3}$ no início e $t^{1/3}$ posteriormente.

I – INTRODUÇÃO

1.1 – Atrito Interno

Quando um sólido é posto em vibração, pode haver conversão da energia mecânica fornecida em calor. Esta transformação irreversível da energia, com consequente amortecimento das vibrações, no caso de oscilações livres, caracteriza o atrito interno. O valor do atrito interno é particularmente sensível aos defeitos estruturais dos sólidos e fornece informações úteis ao estudo dos mesmos. Basicamente existem três métodos de medida do atrito interno:

- a) método do pêndulo de torção, à baixa frequência (ordem de hertz)
- b) método da barra ressonante, às frequências médias (100 nHz à 100 kHz)
- c) método de pulso ultrassônico, à alta frequência (ordem de Mhz)

Neste trabalho o método empregado é o de pêndulo de torção, já que atende aos nossos propósitos para o estudo do atrito interno, devido à interação dos defeitos puntiformes com deslocações criados durante a deformação plástica.

NOTA

São apresentadas aqui palavras que não foram traduzidas e que são utilizadas sempre entre aspas, neste trabalho. Estas palavras perdem o sentido original ao serem traduzidas. Tais palavras são (em inglês): "compliance", "kink", "half-kink", "jog" e "half-jog". O significado destas palavras tornase-se compreensível durante o desenvolvimento do trabalho.

Por outro lado "point defect", "dislocation" e "pinning point" foram traduzidas como defeito puntiforme, deslocação e ponto ancorante ou ponto de ancoramento, respectivamente. No caso da palavra "dislocation" existe uma outra tradução que é "discordância", entretanto, neste trabalho utilizamos "deslocação".

1.1.1 Anelasticidade

A propriedade de dissipação de energia dos sólidos, quando submetidos a tensões cíclicas (atrito interno), é devida à anelasticidade, cuja origem pode ser das mais diversas, tais como: efeito termo-elástico, viscosidade das junções de grãos, mobilidade dos defeitos puntiformes e lineares (deslocações)

Quando um sólido obedece à lei de Hooke, ele é classificado como sólido elástico ideal e a relação tensão-deformação é dada por:

$$\sigma = M \epsilon$$

ou

$$\epsilon = J\sigma \quad (1.1)$$

onde:

M é o módulo de elasticidade

J é o módulo de "compliance" (recíproco do módulo de elasticidade)

ϵ é a deformação devida a tensão σ

As condições que definem o comportamento elástico ideal são:

- a resposta deformação para cada tensão aplicada tem um único valor de equilíbrio
- o equilíbrio da resposta é instantâneo
- a resposta é linear

Quando a condição (b) não é verificada, introduzindo a dependência temporal a resposta, temos a definição do comportamento anelástico. Para o caso da anelasticidade, a resposta de equilíbrio é atingida para tempo infinito, teoricamente.

O modelo que melhor descreve o comportamento anelástico é o modelo "sólido linear padrão" de Zener⁽¹⁾ ou ainda chamado "sólido anelástico padrão" por Nowick e Berry⁽²⁾.

Este modelo é caracterizado pela seguinte relação tensão-deformação:

$$\sigma + \tau_e \dot{\sigma} = M_R (\epsilon + \tau_\sigma \dot{\epsilon}) \quad (1.2)$$

onde:

τ_e é o tempo de relaxação para deformação constante

τ_σ é o tempo de relaxação para carga (tensão) constante

M_R é o módulo relaxado

$$\tau_e = \tau_\sigma \frac{M_R}{M_U}$$

M_U é o módulo não relaxado

A variação da deformação ϵ em função do tempo para uma tensão σ constante é esquematizada na figura (1.1); em (a) temos um sólido elástico ideal e em (b) um sólido anelástico padrão.

Para o estudo do atrito interno aplica-se uma tensão periódica ao sólido considerado:

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad (1.3)$$

$$\omega = 2\pi f$$

onde f é a frequência da tensão alternativa.

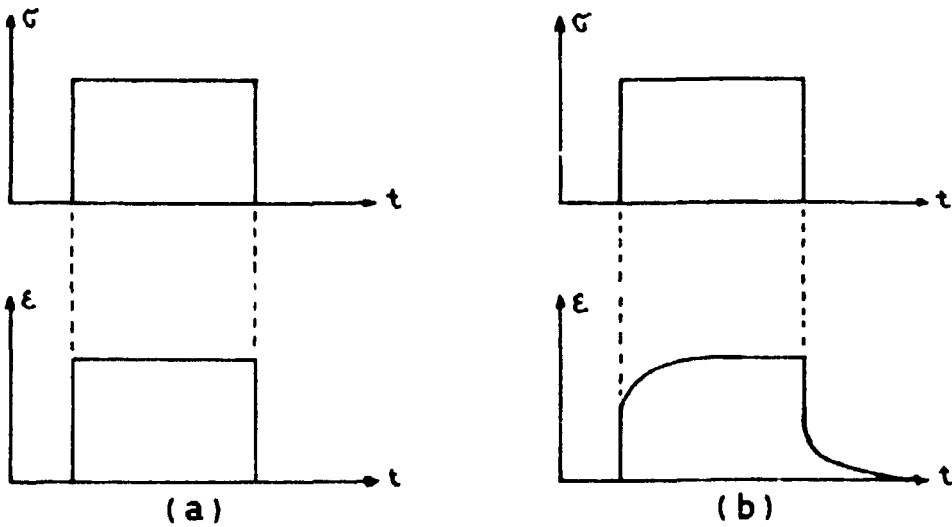


Figura 1.1

A condição de linearidade da relação tensão deformação permite expressar a deformação como:

$$\epsilon = \epsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)} \quad (1.4)$$

onde a defasagem ϕ seria nula no caso do sólido elástico ideal.

Substituindo as equações (1.3) e (1.4) em (1.2) pode-se mostrar que a defasagem é dada por:

$$\operatorname{tg} \phi = \frac{\omega \delta \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (1.5)$$

$$\text{com } \delta\tau = \tau_\sigma - \tau_\epsilon \quad \bullet \quad \tau^2 = \tau_\sigma \tau_\epsilon$$

onde τ é o tempo de relaxação médio.

A energia dissipada por ciclo é:

$$\Delta W = \oint \sigma d\epsilon = \int_0^{2\pi/\omega} \sigma \frac{d\epsilon}{dt} dt = \sigma_0 \epsilon_0 \pi \sin\phi \quad (1.6)$$

Sendo $W = \frac{1}{2} \epsilon_0 \sigma_0$ a energia elástica máxima armazenada no decorrer do ciclo, define-se o atrito interno Q^{-1} como sendo ΔW dividido por $2\pi W$:

$$Q^{-1} = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W} = \sin\phi$$

Em geral, ϕ é muito pequeno, da ordem de 10^{-5} , e

$$Q^{-1} \approx \phi \quad (1.7)$$

1.1.2 - Medida do Atrito Interno

Pode-se mostrar^(1,2) que as oscilações livres são amortecidas quando intervem o atrito interno, isto é, a amplitude de oscilação decai exponencialmente com o tempo:

$$A(t) = A_0 e^{-\frac{\delta}{2\pi} \omega t} \quad (1.8)$$

onde

$$\delta = \pi \tan\phi \approx \pi \phi \quad (1.9)$$

Por outro lado, δ é o decremento logarítmico que caracteriza o amortecimento, isto é,

$$\delta = \frac{1}{n} \ln \frac{A_0}{A_n} \quad (1.10)$$

onde

A_0 é a amplitude de oscilação no instante t

A_n é a amplitude de oscilação no instante $t + nT$, onde T é o período $2\pi/\omega$ e n o número de oscilações entre t e $t + nT$.

Portanto, das equações (1.7) e (1.9), temos

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} \quad (1.11)$$

Neste trabalho o atrito interno é calculado através do decremento logarítmico. Devido à proporcionalidade (1.11) os resultados são representados por Δ ao invés de Q^{-1} .

1.2 – Objetivos

O estudo do mecanismo de interação entre deslocações e defeitos puntiformes é importante na compreensão do processo que ocorre na deformação plástica. Um dos métodos de estudar este problema é o estudo do atrito interno dependente da amplitude em amostras deformadas plasticamente.

O atrito interno dependente da amplitude de deformação em cristais iônicos tem sido estudado por vários pesquisadores às frequências médias: Baker⁽³⁾, Strumane e col.⁽⁴⁾, Phillips e Pratt^(5,6), Blistanov e col.⁽⁷⁾, etc. Entretanto tem sido observado por Blistanov e col.⁽⁷⁾, uma anomalia que foge da teoria de Granato-Lücke⁽⁸⁾, para amostras de LiF (fluoreto de lítio) puras.

A restauração do atrito interno em função do tempo tem sido investigado também às frequências médias: Granato e col.⁽⁹⁾, Blistanov e col.⁽⁷⁾ e Carpenter⁽¹⁰⁾, entre outros. Mas a cinética de restauração do atrito interno continua sendo objeto de estudo, devido a algumas contradições nos resultados.

O objetivo deste trabalho é o estudo do atrito interno dependente da amplitude à baixa frequência em LiF monocristalino nominalmente puro, deformado plasticamente. Com tais amostras investigamos o atrito interno em função da amplitude de deformação e a atenuação do atrito após excitação com amplitude de vibração grande. Tratando-se de técnica à baixa frequência em cristais iônicos, este trabalho constitui numa contribuição original ao estudo de defeitos criados durante a deformação plástica.

Com este estudo pretendemos:

- a) a investigação do desancoramento termo-mecânico, qualitativamente, pois envolve muitos parâmetros que necessitam de outras técnicas para sua determinação.
- b) comparação da energia livre de ligação defeito puntiforme-deslocação, calculada através do atrito interno em função da amplitude de deformação, com as da literatura, às frequências médias.
- c) a investigação da cinética de difusão dos defeitos puntiformes em direção às deslocções.
- d) a determinação da energia de ativação do processo de migração dos defeitos puntiformes em direção às deslocções, dada a importância da mesma na discussão de quaisquer processos de difusão.

O material escolhido para este trabalho foi o LiF por se tratar de um cristal iônico de estrutura tipo NaCl que é simples. Dentro deste tipo de cristais o LiF é um dos mais fáceis de se manipular, e não é higroscópico, permitindo medidas limpas do decremento logarítmico. Além disso é um material de grande interesse para o nosso laboratório (CCTM-IEA) de termoluminescência, onde constitui objeto de estudo para fins dosimétricos.

II – FUNDAMENTO TEÓRICO

Na primeira parte deste capítulo (seção II.1) retratamos sucintamente a estrutura do cristal iônico tipo NaCl com defeitos, que ocorrem mais frequentemente, e na seguinte parte (seção II.2) a teoria do atrito interno envolvendo deslocções e defeitos puntiformes.

II.1 - Defeitos em Cristais Iônicos - Generalidades

Existem vários tipos de cristais iônicos, entretanto limitaremos aos do tipo de estrutura NaCl, representada na figura (2.1). A ligação iônica resulta da interação eletrostática entre íons positivos e negativos.

II.1.1 - Defeitos Pontiformes

Os principais defeitos pontiformes em cristais iônicos são íons intersticiais, vacâncias e impurezas. Os átomos intersticiais e as vacâncias podem aparecer tanto individualmente como agrupados na forma de defeitos de Frenkel e Schottky, divacâncias etc. As impurezas aliovalentes por questão de neutralidade de carga no cristal, formam complexos impureza-vacância (iv). Além destes defeitos que são do tipo geométrico, existem outros do tipo eletrônico como centros de cores⁽¹¹⁾. A figura (2.2) ilustra os tipos de defeitos descritos como geométricos, num plano do tipo {100}.

Nos cristais iônicos os raios dos ânions são maiores do que dos cátions e isto favorece a formação do defeito de Frenkel catiônico (intersticial catiônico mais vacância catiônica). Entretanto a predominância é dos defeitos do tipo Schottky, por razões energéticas. A energia de formação do defeito de Frenkel catiônico é maior do que a energia de formação do defeito de Schottky, nos cristais iônicos (halogenetos alcalinos)⁽¹²⁾.

II.1.2 - Deslocações

Os planos de escorregamento ou deslizamento das deslocações nos cristais iônicos tipo NaCl, são do tipo {110} e as direções do tipo $[1\bar{1}0]$. Cada plano {110} contém somente um vetor de escorregamento $[110]$ e como existem seis planos diferentes do tipo {110}, seis sistemas de escorregamentos são possíveis. A figura (2.3) mostra uma deslocação em cunha pura num cristal iônico tipo NaCl e a figura (2.4), uma deslocação em hélice.

A deslocação em cunha, bem como aquela em hélice, não exhibe nenhuma carga eletrostática efetiva⁽¹³⁾. Os "jogs" e os "kinks" nas deslocações em cunha também são neutras, enquanto que os "half-jogs" e os "half-kinks" são carregados com carga $\pm e/2$ (e: carga eletrônica)⁽¹³⁾. Quanto aos "jogs" e "kinks" na deslocação em hélice existe um ponto que ainda não está claro. Brantley e Bauer⁽¹³⁾ atribuem carga nula para o "kink" e "jog" e carga $\pm e/2$ para "half-jog" e "half-kink". Hirth e Lothe⁽¹⁴⁾ afirmam que a configuração mais estável é aquela em que a carga do "half-jog" mais a carga do "half-kink" é $\pm e/2$.

A consequência mais importante do efeito das cargas nas deslocações é que num cristal iônico a densidade de vacâncias catiônicas não é necessariamente igual àquela da vacância aniônica, como seria no caso de um cristal isento de deslocações⁽¹⁵⁾. Embora o problema seja mais complicado, mesmo em cristais puros⁽¹⁶⁾, espera-se que a deslocação seja carregada positivamente desde que a energia de formação de uma vacância catiônica é menor do que a da vacância aniônica em cristais iônicos⁽¹⁷⁾. Então as deslocações seriam carregadas positivamente e envolvidas por uma nuvem de vacâncias catiônicas⁽¹⁸⁾ em torno da temperatura ambiente.

Eshelby e col.⁽¹⁵⁾ e Smoluchowski⁽¹⁶⁾ fizeram um estudo mais detalhado do assunto, inclusive a existência dos domínios de temperaturas onde há mudança de sinal da carga das deslocações. Quanto aos resultados experimentais, entretanto, existem ainda desacordos. Strumane e col.⁽¹⁷⁾ determinaram carga positiva para deslocações em NaCl na faixa de temperatura de nitrogênio líquido à temperatura ambiente, enquanto Huddart e Whitworth⁽¹⁹⁾ determinaram carga negativa à temperatura ambiente. Zuev e col.⁽¹⁸⁾ determinaram carga positiva para deslocações em LiF em torno de temperatura ambiente (200 K - 300 K).

* Definição de "jog": segmento de deslocação que liga perpendicularmente duas deslocações colineares mutuamente paralelas.

** Definição de "kink": segmento de deslocação que liga as extremidades de duas deslocações colineares mutuamente paralelas ao mesmo plano de escorregamento.

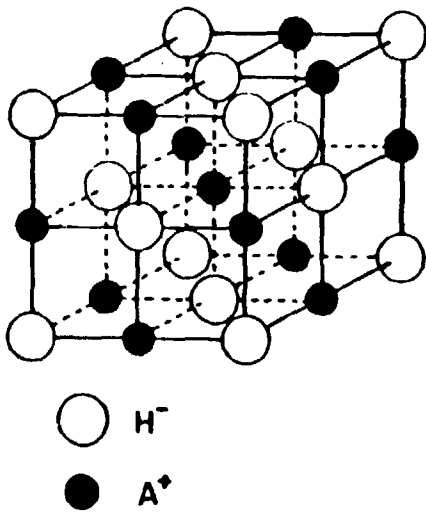


Figura 2.1 Estrutura tipo NaCl.

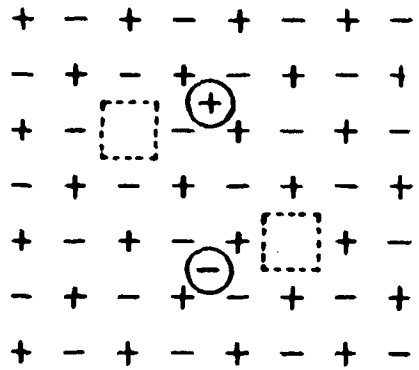


Figura 2.2(a) – Defeitos de Frenkel (cátion e ânion intersticial com correspondentes vacâncias).

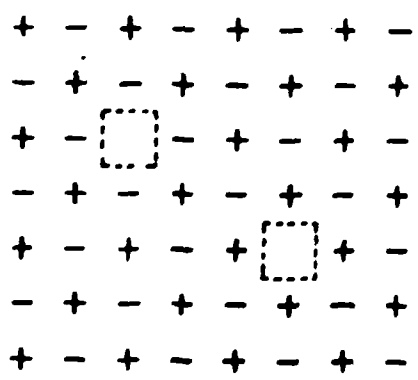


Figura 2.2(b) – Defeito de Schottky (vacâncias catiónicas e aniônicas).

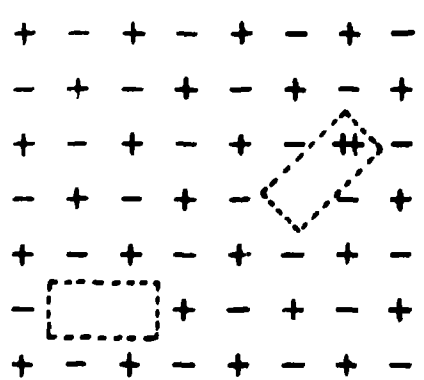


Figura 2.2(c) – Par de vacâncias e complexo impureza (divalente) – vacância.

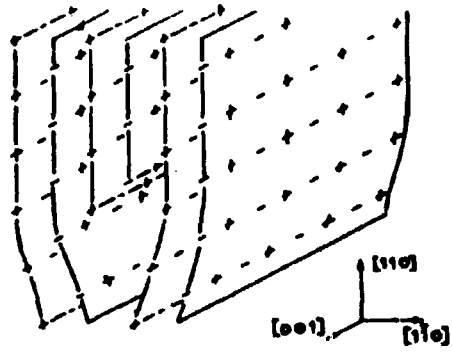


Figura 2.3 -- Deslocação em cunha, direção $[001]$ e vetor de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [\bar{1}10]$.

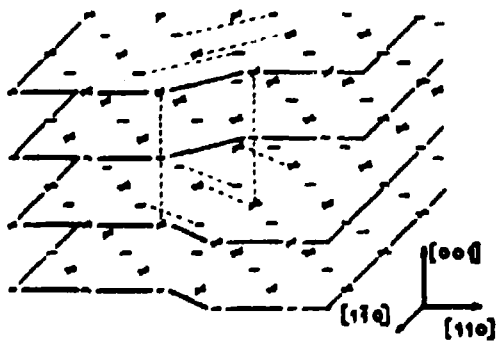


Figura 2.4 -- Deslocação em hélice, direção $[110]$ e vetor de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$.

II.1.3 – Defeitos Criados na Deformação Plástica

As amostras usadas neste trabalho foram deformadas plasticamente por flexão. A deformação plástica dá origem às deslocções e defeitos puntiformes. O mecanismo mais comum de multiplicação de deslocções é o denominado fonte de Frank-Read, figura (2.5)⁽²⁰⁾. Entretanto no caso do LiF e outros cristais a multiplicação de deslocções se faz através do processo de deslizamento com desvios múltiplos, ilustrado na figura (2.6). Estes desvios são consequências da tensão mecânica grande, necessária para deformação plástica.

A densidade de deslocções em LiF deformado plasticamente por compressão é dada pela fórmula empírica:

$$\lambda = 10^9 \epsilon / \text{cm}^2 \quad (2.1)$$

onde ϵ é a deformação plástica. Esta relação foi obtida por Gilman e Johnston⁽²¹⁾ por meio de figura de ataque. No caso de uma deformação plástica por flexão, figura (2.7)⁽²²⁾, a densidade é dada pela relação:

$$\lambda = (b/R \cos X)^{-1} \quad (2.2)$$

onde b é o módulo do vetor de Burgers; R é o raio de curvatura e X é o ângulo entre o plano de escorregamento e a superfície da amostra. Para uma amostra de espessura $2t$, λ varia de $\{b(R+t) \cos X\}^{-1}$ na superfície externa para $\{b(R-t) \cos X\}^{-1}$ na interna.

Para avaliar a ordem de grandeza da densidade de deslocções podemos utilizar qualquer uma das duas fórmulas (2.1) ou (2.2) porque ambas levam a um resultado aproximado.

Durante a deformação plástica há também a produção de vacâncias e intersticiais. Friedel⁽²²⁾ destaca os três principais mecanismos para a criação destes defeitos puntiformes:

- a) aniquilação de dipolos de deslocções
- b) subida de "jogs"
- c) cruzamento de árvores (por árvores entende-se deslocções que atravessam um plano de escorregamento)

Geralmente o número de intersticiais criados na deformação plástica é desprezível, sendo da ordem de 10% do número de vacâncias⁽²³⁾. Kanzaki e col.⁽²⁴⁾ observaram que em KCl puro deformado plasticamente por flexão, abaixo de 200°C, as deslocções são positivas e envoltas por vacâncias catiônicas.

II.2 – Teoria Mecânica do Amortecimento Devido às Deslocções

O primeiro modelo para explicar o amortecimento mecânico devido às deslocções em sólidos, foi proposto por Koehler⁽²⁾ e desenvolvido por Granato e Lucke em 1956⁽⁸⁾. Este modelo é comumente denominado modelo da corda vibrante, figura (2.8), devido a analogia do movimento das deslocções nos sólidos com o movimento oscilatório de uma corda num meio viscoso, a teoria é conhecida como teoria G. L.

A equação do movimento de uma linha de deslocção sujeita a uma tensão cíclica é

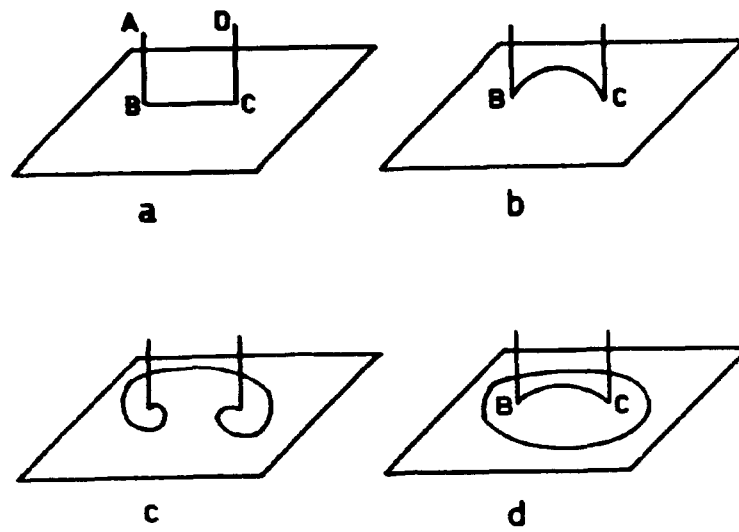


Figura 2.5 – Fonte de Franck-Read. Em (a), uma deslocação ABCD com AB e CD imóveis e BC no plano de escorregamento. A seqüência (b), (c) e (d) mostra a evolução do processo de multiplicação.

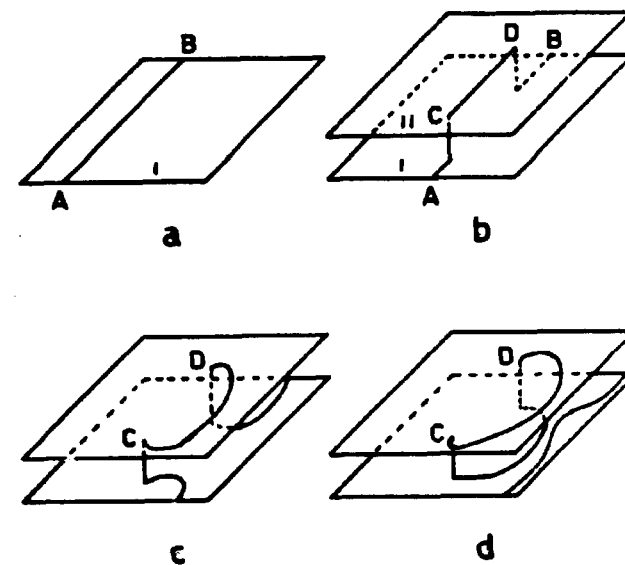


Figura 2.6 – Multiplicação por deslizamento com desvio múltiplo. Uma deslocação AB no plano I, desvia para o plano II. A seqüência (b), (c) e (d) mostra a evolução do processo de multiplicação.

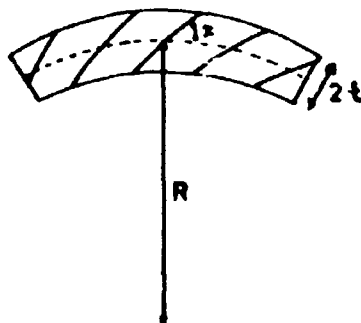


Figura 2.7 – Deformação plástica por flexão, de raio de curvatura R .



Figura 2.8 – Uma linha de deslocação curvada de comprimento l . O deslocamento da posição de equilíbrio é dado por u ; y é a abscissa de um elemento na linha de deslocação

$$A \frac{d^2 u}{dt^2} + B \frac{du}{dt} - C \frac{d^2 u}{dy^2} = \sigma b = \sigma_0 b e^{i\omega t} \quad (2.3)$$

onde:

A é a massa efetiva da linha de deslocação por unidade de comprimento

B é a constante de amortecimento

C é a tensão de linha efetiva da linha de deslocação

b é o módulo do vetor de Burgers

ω é a frequência angular da tensão aplicada σ

A idéia desenvolvida nesta teoria pode ser qualitativamente visualizada através da figura (2.9). As deslocações são presas pelos defeitos pontiformes denominados de pontos de ancoramento e pelos nodos da rede de deslocações que constituem os pontos fixos. Este pontos fixos podem ser constituídos tan bém por defeitos complexos que interagem fortemente com as deslocações.

Sob tensão crescente o segmento de deslocação começa a curvar reversivelmente, seqüência a, b e c da figura (2.9). Este intervalo de tensão resulta no atrito interno dependente da frequência (tem caráter do tipo ressonância). O atrito interno é grande perto da frequência de ressonância, determinada pelo comprimento médio das deslocações entre dois pontos de ancoramento indo para zero às frequências baixas e altas, isto é, longe da frequência de ressonância.

Com aumento suficiente da tensão, um segundo tipo de perda poderá ocorrer, que é o atrito interno dependente da amplitude, provocado pelo desancoramento da linha de deslocação dos pontos ancorantes. Na figura (2.9), a seqüência b, c e d mostra a deslocação sob ação de uma tensão crescente suficiente para que ocorra desancoramento e a seqüência e-f mostra o movimento quando a tensão é decrescente. O processo de desancoramento é catastrófico⁽⁸⁾, pois o segmento mais longo entre os pontos ancorantes pode ser desancorado mais facilmente.

Suponhamos uma linha de deslocação com extremidades fixas e com dois pontos ancorantes de tal modo que os três segmentos tenham mesmo comprimento l, figura (2.10). Quando uma tensão σ atua sobre a deslocação no plano de escorregamento x-y (figura 2.10), a deslocação fica sujeita a uma torção por unidade de comprimento cuja módulo é:

$$F = \sigma b \quad (2.4)$$

onde b é o módulo do vetor de Burgers. Neste caso pode-se mostrar que cada segmento vai tomar a forma de uma curva circular sujeita a uma tensão de linha T tangente à deslocação, cujo módulo é:

$$T = \sigma b R \quad (2.5)$$

onde R é o raio de curvatura do segmento de deslocação. Então a força sobre a deslocação no ponto de ancoramento (figura 2.10) que tende a separar o ponto ancorante e a deslocação, pode ser mostrado que é igual a

$$F = 2 T \sin \theta = \sigma b l \quad (2.6)$$

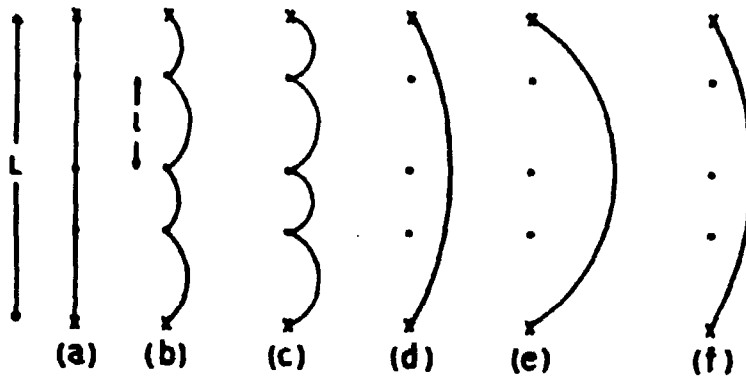


Figura 2.9 – Representação esquemática do encurvamento e desancoramento, durante a tensão aplicada crescente (de a até e) e decrescente (e – f). Os pontos significam pontos de ancoramento e as cruze os pontos fixos.

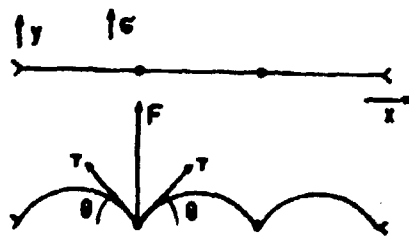


Figura 2.10 – Uma deslocação com dois pontos ancorantes, no plano de escorregamento x-y

Isto quer dizer que quanto mais longo o segmento l , maior será a força que contribui para o deslocamento.

A figura (2.11) mostra a curva tensão-deformação para a situação mostrada na figura (2.9), dando uma perda do tipo histerese onde a energia dissipada ΔW é o dobro da área hachuriada. O atrito interno é dado por:

$$S_h = \frac{\Delta W}{2W} = \frac{\Delta W}{\sigma_0^2/G}$$

onde:

S_h é o decremento logarítmico dependente da amplitude

G é o módulo de cisalhamento

ΔW é a energia perdida por ciclo

W é a energia total vibracional

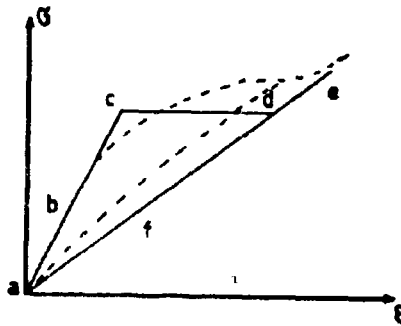


Figura 2.11 – Relação tensão deformação, consequência da Figura 2.9.

Na figura (2.11), a curva pontilhada representa a relação tensão-deformação quando a linha de deslocação contém vários segmentos de comprimentos diferentes. A teoria G. L. considera o caso em que, por unidade de volume, esses comprimentos tem uma distribuição da seguinte forma:

$$N(l)dl = \frac{\lambda}{l_0^2} \exp\left(-\frac{l}{l_0}\right) dl \quad (2.7)$$

onde:

$N(l)$ é o número de segmentos por centímetro cúbico tendo comprimento entre l e $l + dl$.

l_0 é o comprimento médio de um segmento

λ é a densidade de deslocações

O resultado obtido por Granato e Lucke⁽⁸⁾, para uma dada tensão, σ_0 da magnitude

$$S_h = \frac{\Delta_o \lambda L^2}{\pi} \left(\frac{L}{l_o} \right) \frac{r}{\sigma_o} \exp \left(- \frac{r}{\sigma_o} \right) \quad (2.8)$$

que pode ser escrito em termos de amplitude de deformação de medida ϵ_o :

$$S_h = \frac{\Omega \Delta_o \lambda L^3 K \epsilon' a}{\pi l_o^2 \epsilon_o} \exp \left(- \frac{K \epsilon' a}{l_o \epsilon_o} \right) \quad (2.9)$$

A expressão (2.9) pode ser escrita na forma:

$$S_h = \frac{C_1}{\epsilon_o} \exp \left(- \frac{C_2}{\epsilon_o} \right) \quad (2.10)$$

com:

$$C_1 = \frac{\Omega \lambda \Delta_o L^3 K \epsilon' a}{\pi l_o^2} \quad e \quad C_2 = \frac{K \epsilon' a}{l_o}$$

onde:

Ω é o fator de orientação

r é a tensão crítica acima da qual ocorre desancoramento catastrófico

$$\Delta_o = \frac{4}{\pi^2} (1 - \nu)$$

ν é a razão de Poisson

L é o comprimento da linha de deslocação

a é o parâmetro da rede

K é um parâmetro determinado pela orientação que depende da distância entre o defeito ancorante e o sítio da deslocação

ϵ' é o parâmetro de Cottrell

Esta teoria despreza o efeito da agitação térmica, por isso é um modelo restrito a 0 K. Devido a este fato algumas modificações tem sido propostas, mantendo as idéias básicas expostas no início, pois do ponto de vista qualitativo, a teoria G. L. é satisfatória. Estas modificações levaram aos diferentes modelos que se limitam dentro de um certo intervalo de amplitude de deformação, temperatura ou frequência. Entre outros, podemos citar o modelo de Friedel⁽²²⁾ e o modelo de Hasiguti^(25,26). Em ambos os modelos, a dependência da temperatura é introduzida na probabilidade de ocorrer o desancoramento. Entretanto eles não levaram em conta a tensão de reancoramento. Além disso o modelo de Friedel supõe que o comprimento do segmento de deslocações é constante.

Na seção seguinte desenvolvemos a idéia básica do desancoramento termo-mecânico, isto é, o desancoramento ativado termicamente.

II.2.1 - Desancoramento Termo-Mecânico

Vamos considerar uma linha de deslocação de comprimento L , com um ponto ancorante em l_1 e fixo nas extremidades $x = 0$ e $x = l_1 + l_2$, figura (2.12), isto é um segmento duplo. Nesta figura, além dos estados ancorado e desancorado é mostrado também um estado intermediário, que foi introduzido por Teutonico e col.⁽²⁷⁾ para explicar o desancoramento termo-mecânico.

Se se utiliza a bem conhecida expressão de Cottrell⁽²⁸⁾ para a força atrativa entre uma linha de deslocação e um defeito puntiforme, em função da distância entre eles, a solução analítica da equação do movimento da deslocação fica muito difícil^(27,29). Teutonico e col. sugeriram, então, uma força de interação diferente constituída de dois segmentos lineares, figura (2.13), de tal modo que esta força se aproxime o mais possível da força de Cottrell⁽²⁹⁾. Esta força F_c esquematizada na figura (2.13) varia linearmente com a distância s entre a linha de deslocação e o defeito ancorante. O máximo é alcançado em $s = b/3$ e se anula para $s = 3b$, onde b é módulo do vetor de Burgers.

Teutonico e col.⁽²⁷⁾ utilizam a força de Cottrell linearizada, obtiveram três formas possíveis para a curva de energia potencial no segmento duplo em função da distância s , quando submetido a várias tensões. Estas três formas correspondem a três intervalos diferentes de tensão, figura (2.14).

Da figura (2.14) podemos ver que para tensões baixas e altas ocorre somente um mínimo, de tal modo que, a linha de deslocação tenha uma posição de equilíbrio bem definida: ou estado ancorado para tensões pequenas ou desancorado para tensões suficientemente grandes. Esta situação se torna diferente para o intervalo de tensões intermediárias, onde ocorrem dois mínimos. Aumentando a tensão, a profundidade do segundo mínimo cresce e a do primeiro decresce, até uma certa tensão σ_1 quando o primeiro mínimo desaparece. Portanto acima de σ_1 existe somente estados desancorados, motivo pelo qual σ_1 denomina-se tensão mecânica de desancoramento. Por outro lado diminuindo a tensão, a profundidade do segundo mínimo decresce, até uma certa tensão σ_2 quando desaparece. Portanto abaixo desta tensão σ_2 existe somente estados ancorados, mesmo com a ajuda de flutuações térmicas. Esta tensão σ_2 é denominada tensão mecânica de reancoramento. Os dois mínimos para tensões intermediárias representam as posições de equilíbrio da linha de deslocação e correspondem ao estado ancorado (posição 2, figura 2.12) e o desancorado (posição 3, figura 2.12). A energia térmica pode neste caso influenciar na tensão mecânica⁽²⁹⁾ levando a linha de deslocação de um mínimo para outro. As tensões σ_1 e σ_2 são dadas por^(27,30):

$$\sigma_1 \approx \frac{2U_0}{b^2 (l_1 + l_2)} \quad \text{e} \quad \sigma_2 \approx \frac{2 G b^2}{l_1 l_2} \quad (2.11)$$

onde U_0 é a barreira de potencial de Cottrell (constante) e G é o módulo de cisalhamento.

Então para uma tensão intermediária $\sigma_2 < \sigma < \sigma_1$, a energia de um segmento duplo em função da distância s será como aquela esquematizada na figura (2.15) com duas posições de equilíbrio

As energias de desancoramento U_1 e de reancoramento U_2 (figura 2.15) são dadas por^(30,31):

$$U_1 = U_0 \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_1} \right)^2 \quad \text{e} \quad U_2 = U_0 \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_1} \right) \left(\frac{\sigma}{\sigma_2} - 1 \right)^2 \quad (2.12)$$

O estado desancorado será descrito pela fração P dos segmentos desancorados⁽³⁰⁾. Sendo

$$Q_1 = \nu_1 \exp \left(- \frac{U_1}{kT} \right) \quad (2.13)$$

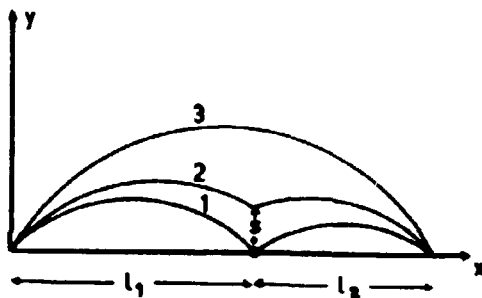


Figura 2.12 – Três estados de equilíbrio (sob tensão): (1) estado ancorado; (2) estado intermediário; e (3) estado desancorado.

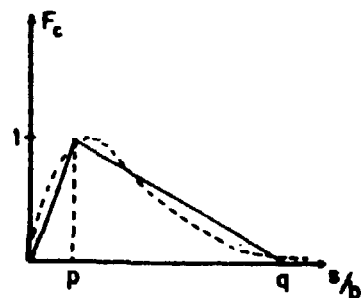


Figura 2.13 – Força de interação normalizada entre a deslocação e o defeito ancorante em função da distância s entre os mesmos. A curva pontilhada representa a força não linearizada.

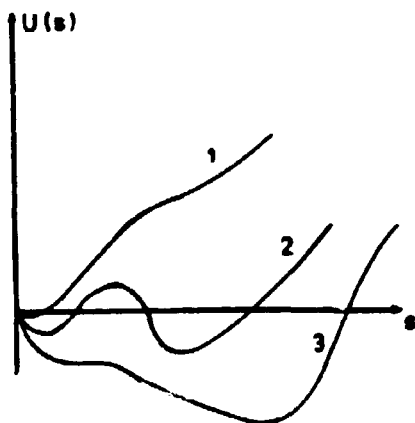


Figura 2.14 – A energia potencial do segmento duplo em função da distância. A curva (1) corresponde a intervalo de tensões baixas, a (2) para intermediárias e (3) para altas.

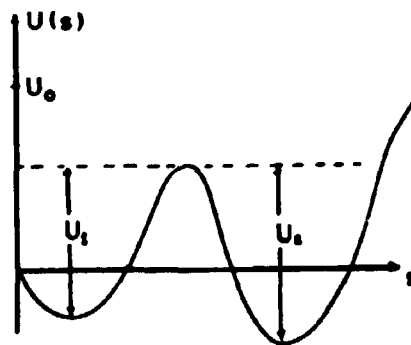


Figura 2.15 – Energia potencial para tensões intermediárias. U_1 é a energia de ativação para desancoramento e U_2 para reancoramento.

ν_1 = fator de frequência

a probabilidade para que um segmento duplo seja desancorado termicamente, e

$$Q_2 = \nu_2 \exp \left(- \frac{U_2}{KT} \right) \quad (2.14)$$

a probabilidade para que um segmento duplo seja ancorado termicamente numa unidade de tempo, temos que a fração P obedece a seguinte equação:

$$\frac{dP}{dt} = (1 - P) Q_1 - P Q_2 \quad (2.15)$$

Para uma tensão constante e tomando $1/\tau = Q_1 + Q_2$, Lucke e col.⁽³⁰⁾ mostraram que a solução da equação (2.15) é:

$$P(t) = Q_1 \tau - (Q_1 \tau - P_1) \exp \left(- \frac{t}{\tau} \right) \quad (2.16)$$

com P variando exponencialmente de P_1 em $t=0$ à

$$P_0(\sigma) = \left(1 + \frac{\nu_2}{\nu_1} \exp \frac{U_1 - U_2}{k T} \right)^{-1}$$

em $t = \infty$

Estudando a variação de P e τ com temperatura e tensão, Lucke e col.⁽³⁰⁾ mostraram que as tensões σ_1 e σ_2 dependem da temperatura. Estes autores limitaram a discussão para o caso de sólidos contendo somente segmentos duplos, isto é, linha de deslocação com um ponto ancorante. O resultado obtido, por eles, para o atrito interno é:

$$\Delta = 0 \quad \text{para} \quad \sigma < \sigma_1$$

$$S_h = \frac{1}{3} \lambda l_1 l_2 \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^2 \quad \text{para} \quad \sigma_0 < \sigma_1 \quad (2.17)$$

onde σ_0 é a tensão aplicada.

No caso de uma distribuição de segmentos de deslocações da forma

$$(N(l)) dl = \frac{\lambda}{l_0^2} \exp \left(- \frac{l}{l_0} \right) dl \quad (2.18)$$

o problema não foi resolvido ainda. Lucke e col.⁽³⁰⁾ mostram que o comportamento do atrito interno dependente da amplitude no estágio inicial do desancoramento pode ser aproximado por:

$$\ln(\epsilon_0^3 \delta) = a(T, f) + \frac{b(T, f)}{\epsilon_0} \quad (2.19)$$

onde a e b são parâmetros dependentes da temperatura e frequência. Por outro lado Lucke e Schlipf⁽³¹⁾ sugerem que para uma distribuição da forma (2.18) o atrito interno poderia ser descrito pela fórmula:

$$\Delta_h = \frac{C_1(T, f)}{\epsilon_c} \exp\left(-\frac{C_2(T, f)}{\epsilon_o}\right) \quad (2.20)$$

semelhante a (2.10) com C_1 e C_2 dependentes da temperatura e frequência.

Se a primeira teoria de Granato e Lucke (1956), já era difícil de ser verificada do ponto de vista quantitativo, devido a complexidade da fórmula, esta outra teoria que leva em conta a ativação térmica é muito mais crítica porque introduz também a dependência da frequência. Por isso, apesar da primeira teoria de Granato e Lucke (1956) ser restrita à 0 K, ela é utilizada a temperaturas finitas, para explicar o atrito interno em função da amplitude. A sua utilização é justificada atribuindo a dependência da temperatura ao comprimento médio dos segmentos de deslocação^(2.4.6.32).

II.2.2 – Mobilidade dos Defeitos Ancorantes

Nesta seção vamos analisar as possibilidades e conseqüências da mobilidade dos defeitos ancorantes. Para isso consideramos uma linha de deslocação presa por um ponto ancorante e fixa nos extremos $x = 0$ e $x = L$, figura (2.16).

A componente F_x da força que atua sobre o defeito ancorante, está sempre dirigida no sentido do segmento mais longo para o mais curto, e é responsável pela difusão do defeito ao longo da deslocação. A componente F_y é responsável pelo desancoramento e geralmente tem-se $F_y \gg F_x$. Entretanto quando a temperatura entra em jogo a componente F_x pode ganhar destaque, influenciando diretamente a função de distribuição dos pontos ancorantes na linha de deslocação.

Suponhamos que os pontos ancorantes estejam distribuídos ao acaso e que a deslocação se encontre sob efeito de uma tensão periódica ultrapassando um certo valor crítico. Nestas condições Bauer⁽³³⁾ e Alefeld⁽³⁴⁾ mostraram que haverá uma redistribuição dos defeitos puntiformes ao longo da linha, os quais tendem a se reagrupar em direção aos nodos. Em suma, os segmentos grandes aumentam de comprimento em detrimento dos pequenos.

Uma conseqüência importante dos trabalhos de Bauer e Alefeld é a modificação na relação que dá a concentração de defeitos puntiformes nas proximidades de uma linha de deslocação, definida por Cottrell⁽²⁸⁾ e dada por:

$$C = C_o \exp\left(-\frac{E_b}{kT}\right) \quad (2.21)$$

onde:

E_b é a energia de ligação entre o defeito ancorante e a deslocação,

C_o é a concentração de defeitos puntiformes na rede, sem deslocações.

Sendo $E_b < 0$, a relação de Cottrell (2.21) mostra que a concentração de defeitos puntiformes nas proximidades de uma linha de deslocação, é maior do que a concentração dos mesmos na rede, sem deslocações. Por este motivo a concentração de defeitos puntiformes que envolve uma deslocação é denominada de nuvem de impurezas ou atmosfera de impurezas. A relação (2.21) não se aplica às temperaturas altas onde as deslocações começam a se aniquilar. A relação também é falha às baixas temperaturas onde poderia ocorrer de acordo com (2.21) um excesso de impurezas. Então sob tais temperaturas considera-se que a concentração de impurezas nas proximidades de uma deslocação atinge o

Por máximo e a atmosfera de impurezas ou nuvem de impurezas é descrito como condensado nas linhas de deslocações⁽²⁰⁾.

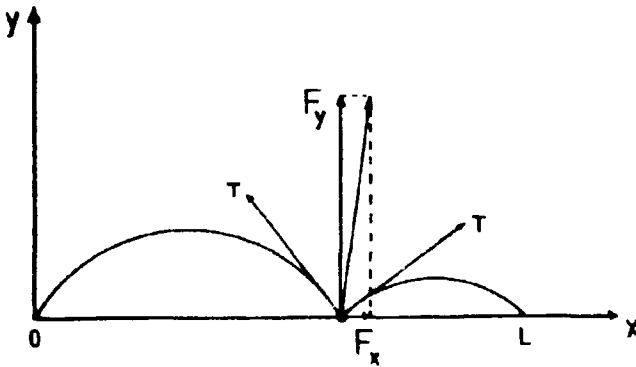


Figura 2.16 - Componentes F_x e F_y da força que atua no ponto de ancoramento.

Bauer⁽³³⁾ e Alefeld⁽³⁴⁾ mostraram que a concentração de defeitos puntiformes nas proximidades de uma linha de deslocação sob efeito de uma tensão periódica é dada pela expressão

$$C = C_0 \exp \left(- \frac{F_b}{kT} \right) \tag{2.22}$$

com $F_b = E_b - TS_b$. De acordo com Bauer⁽³³⁾ e De Batist⁽²⁹⁾ F_b é a energia livre de ligação, E_b a entalpia de ligação e S_b a entropia de ligação. Com este termo, entropia de ligação, quer se indicar a variação de entropia quando uma impureza deixa a linha de deslocação acompanhado de redistribuição dos outros defeitos. Por causa deste termo devemos ter muito cuidado na interpretação da energia de ligação; de acordo com Bauer⁽³³⁾ e Perez e col.⁽³⁵⁾, somente a partir das medidas de força necessária para o desancoramento obtém-se F_b , por exemplo, a partir do gráfico de $\ln(\epsilon_0 \delta)$ contra ϵ_0^{-1} .

11.2.3 – Restauração do Atrito Interno Dependente da Amplitude

Os primeiros resultados experimentais do atrito interno dependente da amplitude (citados na referência (36)) mostraram a não reversibilidade da curva $\delta = f(\epsilon)$. O valor do decremento logarítmico medido a amplitude crescente é menor do que aquele medido a amplitude decrescente, figura (2.17). Este comportamento é observado tanto nos metais como nos cristais iônicos⁽³⁾ e é atribuído a variação da distribuição de defeitos puntiformes na vizinhança das deslocações⁽²⁹⁾. Esta variação da distribuição de defeitos puntiformes nas vizinhanças da deslocação, introduz dependência temporal no atrito interno dependente da amplitude. Isto é, modifica o estado do material e um tempo de restauração é necessário para retornar, as pequenas amplitudes, ao valor inicial do atrito interno.

Os primeiros estudos da evolução do atrito interno em função do tempo foram feitos por Chambers e Smoluchowski⁽³⁸⁾ em alumínio monocristalino. A experiência consistia em submeter a amostra inicialmente a uma excitação com vibração, durante um certo período dentro da região onde δ depende de ϵ . Quando a excitação era suprimida o atrito interno decrescia com o tempo, figura (2.18). Chambers e Smoluchowski encontraram a seguinte lei para a restauração do decremento:

$$\delta(t) - \delta(\infty) = [\delta(0) - \delta(\infty)] \exp \left\{ - \left(\frac{t}{\tau} \right)^n \right\} \tag{2.23}$$

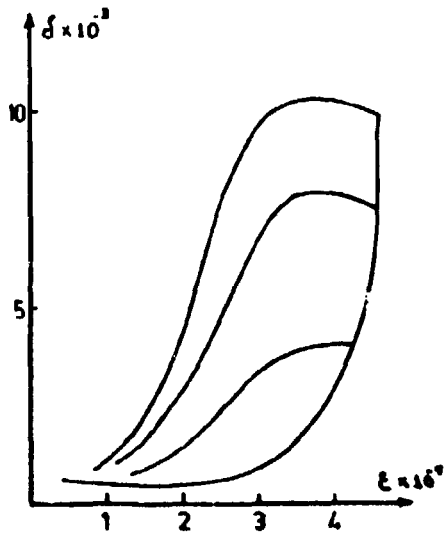


Figura 2.17 — Dependência do decremento logarítmico da amplitude de vibração, segundo Stepanov e Chelnokov⁽³⁷⁾.

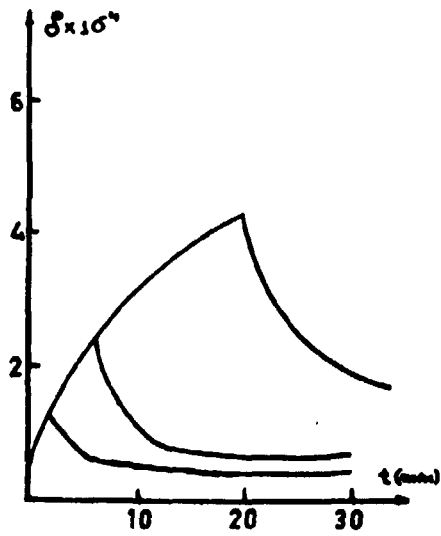


Figura 2.18 — Atenuação do decremento com o tempo, após 20 minutos de excitação ($f = 15$ kHz), segundo Chambers e Smoluchowski⁽³⁸⁾.

onde:

$\delta(\infty)$ é o decremento para o tempo tendendo ao infinito

$\delta(0)$ é o decremento logo após a supressão da excitação

τ é o tempo de relaxação do processo envolvido

Podemos escrever a equação como:

$$\delta_n = \frac{\delta(t) - \delta(\infty)}{\delta(0) - \delta(\infty)} = \exp \left\{ - \left(\frac{t}{\tau} \right)^n \right\} \quad (2.24)$$

onde δ_n é o decremento logarítmico normalizado.

Chambers e Smoluchowski observaram que n da equação (2.23) assume valor 1/3 para excitação de curta duração (5 min) e 2/3 para a de longa duração (20 min). A explicação para o processo, seria que durante a excitação ocorre o desancoramento e os defeitos puntiformes são forçados para o exterior do caroço da deslocação, na atmosfera de Cottrell⁽³⁸⁾. Após a supressão da excitação, haverá o retorno ao equilíbrio, através da difusão dos defeitos à linha de deslocação. Esta difusão se faria no volume segundo $n = 2/3$ e no plano segundo $n = 1/3$.

Recentemente modelos mais elaborados tem surgido, para explicar a cinética de restauração. Bullough e Newman⁽³⁹⁾ fizeram um modelo teórico para a difusão de vacâncias em direção às deslocações. De acordo com esta teoria n da equação (2.23) seria 1/2. Granato e col.⁽⁹⁾ justificaram a restauração do atrito interno em NaCl, atribuindo o mecanismo à difusão de vacâncias em direção às deslocações, com $n = 2/3$.

Yamafuji e Bauer⁽⁴⁰⁾ explicaram a restauração do atrito interno dependente da frequência em termos de difusão ao longo da linha de deslocação. Estes autores mostraram que a cinética de restauração se faz de acordo com a equação (2.23) com expoente $n = 1$, usando hipótese de que durante a excitação ocorre a redistribuição dos defeitos puntiformes ao longo da linha de deslocação, sem a ocorrência do desancoramento. Entretanto, Oren e Bauer⁽⁴¹⁾, mostraram que a redistribuição de defeitos puntiformes ao longo da linha de deslocação durante a excitação é sempre acompanhada pelo desancoramento. Estes autores⁽⁴¹⁾ concluíram que a restauração do atrito interno dependente da amplitude pode ser explicado através da difusão de defeitos puntiformes ao longo da linha de deslocação, segundo a equação (2.23) com expoente $n = 1$.

Em suma, a cinética de restauração do atrito interno pode ser explicado através da difusão de defeitos puntiformes tanto ao longo da linha de deslocação como perpendicularmente à esta. A energia de ativação U do processo de difusão, segundo Oren e col.⁽⁴¹⁾ e Carpenter⁽¹⁰⁾, pode ser calculado pela expressão:

$$\tau = \tau_0 e^{U/kT} \quad (2.25)$$

onde:

τ_0 é o tempo de relaxação fundamental (constante)

k é a constante de Boltzmann

T é a temperatura

U é a energia de ativação.

III – PARTE EXPERIMENTAL

III.1 – Descrição do Pêndulo de Torção

O método clássico para a medida do atrito interno à baixa frequência é a utilização do pêndulo de torção. A figura (3.1) mostra esquematicamente um pêndulo de torção invertido, que é utilizado para a medida do atrito interno.

Este pêndulo invertido tem a vantagem de diminuir sensivelmente a tensão longitudinal sobre a amostra, em relação ao pêndulo não invertido. A massa de inércia fica acima da amostra que é fixa na parte inferior. Um contra-peso permite o equilíbrio do sistema através de uma polia. A tensão fica assim reduzida a alguns g/mm^2 , tornando-se desprezível.

III.1.1 – Parte Mecânica

A figura (3.2) mostra o esquema do pêndulo de torção invertido, que foi utilizado neste trabalho. Nesta figura podemos ver a amostra na posição A e as partes constituintes, que são:

- B – fixador da amostra
- C – forno
- D – criostato
- E – espelho
- F – massa de inércia
- G – contra-peso
- H – polia
- I – imã
- J – entrada para bomba de vácuo
- L – fio de suspensão
- M – braço fixo em que se apoia a polia
- N – motor que controla a massa de inércia
- O – porta amostra

O fio de suspensão L tem atrito interno desprezível comparado com o atrito interno das amostras estudadas. Observamos que o atrito interno do fio não varia com a amplitude e nem com a frequência; a sua contribuição afeta apenas o fundo do atrito interno em menos de 10%. A polia H está apoiada sobre um braço fixo M, formando com o contra-peso G um sistema, que diminui a tensão estática sobre a amostra, vide figura (3.1). A massa de inércia F, figura (3.3), é variável através da variação de l', comandada por motor N, permitindo assim a mudança contínua da frequência de solicitação sem mudar o contra-peso G. Esta mudança contínua da frequência constitui numa grande inovação em relação aos pêndulos citados na literatura. O forno C, que envolve a amostra, é um tubo de cobre com enrolamento de resistência "thermocox"; o conjunto é encerrado no interior do criostato D de aço inoxidável.

O movimento de oscilação é comandado magnetostaticamente através da ação do campo das bobinas I sobre os ímãs solidários ao porta amostra. A medida do decaimento logarítmico é feita em regime de oscilação livre, através de sistema ótico, utilizando um espelho E, solidário ao porta amostra O.

O conjunto da figura (3.2) é isolado contra vibrações mecânicas externas, visando minimizar os efeitos secundários.

III.2 – Medida do Decremento Logarítmico

A amostra é posta em movimento através de pulsos de corrente nas bobinas A e B, com:

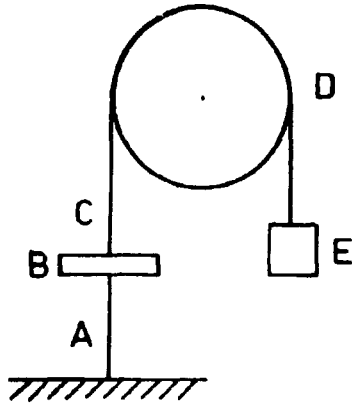


Figura 3.1 – Pêndulo de torção invertido. A: amostra; B: massa de inércia; C: fio de suspensão; D: polia; E: contra-peso.

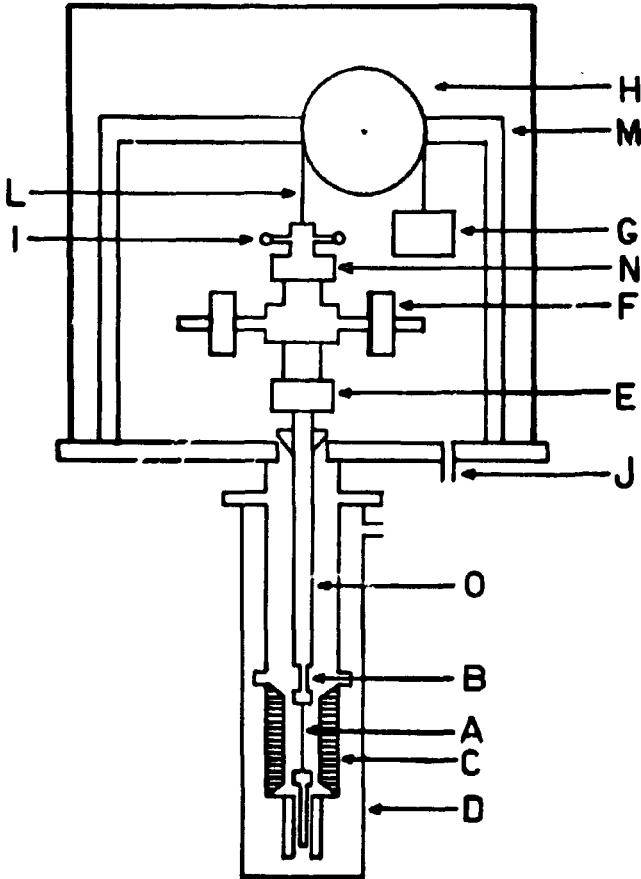


Figura 3.2 – Esquema do Pêndulo.

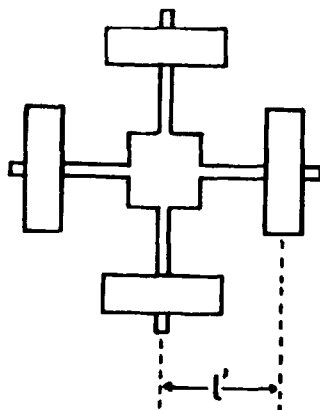


Figura 3.3 – Massa de inércia, vista de cima.

mostra a figura (3.4), que induzem uma força sobre os ímãs C e D, solidários ao conjunto do porta amostra. Para detetar este movimento oscilatório utilizamos o sistema ótico mostrado na figura (3.5). Da curva obtida, que é uma senóide amortecida, determinamos o decremento logarítmico (δ) e a amplitude de deformação de medida (ϵ_o):

$$\delta = \frac{1}{n} \ln \frac{A_o}{A_n} \quad (3.1)$$

$$\epsilon_o = \theta \frac{r}{l} = \frac{\alpha}{4L} \frac{r}{l} \quad (3.2)$$

onde

α é a amplitude inicial máxima da senóide amortecida, registrada pelo seguidor de feixe luminoso.

L é o caminho ótico, do espelho móvel ao seguidor

l é o comprimento da amostra

r é a meia espessura da amostra

O feixe de luz proveniente de A incide sobre o espelho B, figura (3.5), solidário ao porta amostra, que acompanha o movimento de oscilação torcional da amostra. O feixe de luz que acompanha o movimento torcional é enviado, por meio dos espelhos C e D ao seguidor de feixe luminoso E (Photodyne – Sefram) onde é registrado o movimento de oscilação da amostra. Este método de deteção é conhecido comumente como método de Poggendorf.

III.3 – Medida do Período

A medida do período é feita através de uma célula fotoelétrica (LDR) fixa no centro do seguidor de feixe luminoso. O feixe de luz que permite o registro da oscilação é tal que, incide, tanto na fotocélula do seguidor, como na célula fixa, permitindo medir o período das oscilações. Então o período é medido por meio do contador eletrônico (5245 – Electronic Counter – Hewlett Packard) e a impressão:

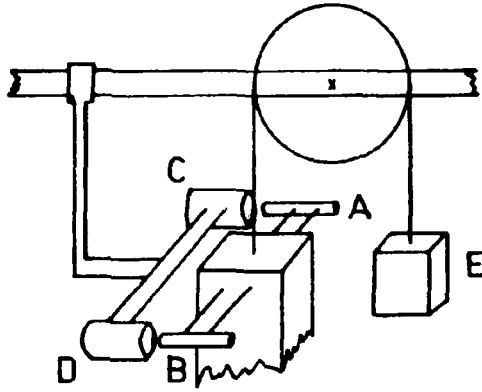


Figura 3.4 — A e B: bobinas; C e D: ímãs.

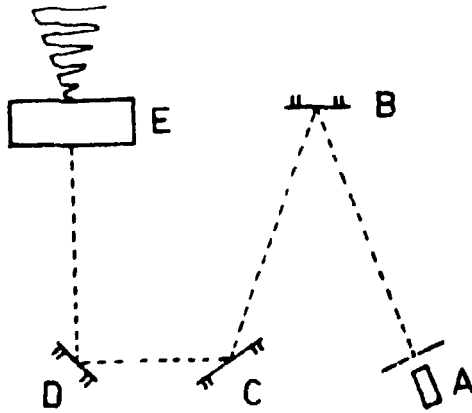


Figura 3.5 — Detecção do movimento oscilatório. A: fonte de luz; B: espelho solidário ao porta amostra; C e D: espelhos fixos; E: seguidor do feixe de luz.

é feita pelo registrador digital (Digital - Recorder Model 562A Hewlett Packard). A figura (3.6) mostra o esquema do circuito utilizado para a medida do período.

III.4 - Medida da Temperatura

Efetuamos todas as medidas de atrito interno em atmosfera de gás hélio (aproximadamente 0.1 torr), para assegurar uma boa condução e diminuir gradientes térmicos. A figura (3.7) apresenta o esquema do criostato com todos os detalhes para a medição da temperatura: C e D são os termopares, que se colocam respectivamente, no meio e na extremidade inferior da amostra. Verificamos que a diferença de temperatura entre os dois termopares é inferior ou igual a 1 C para temperatura regulada constante e inferior ou igual a 2 C no caso de uma subida ou descida linear de temperatura à velocidade de 40 C/hora. O controle de temperatura é feito por um regulador (RT 3000 R - Setaram) e um programador (P.T. 3000 - Setaram) através da resistência de platina (termo-sonda) E. Para o registro da temperatura utilizamos o registrador Rikadenki Model B - 606. Este conjunto permite fazer medidas entre temperatura do nitrogênio líquido e 400 C.

III.5 - Montagem da Amostra

No capítulo anterior foi dito que nos cristais iônicos de estrutura do tipo NaCl os planos de escorregamento são do tipo (110) e as direções do tipo $[1\bar{1}0]$, uma por plano de escorregamento. Isto quer dizer que numa montagem com alinhamento perfeito, figura (3.7), uma amostra de LiF monocristalina com direção [001] paralela ao comprimento da amostra, não vai exibir atrito interno devido às deslocações quando submetido à uma tensão periódica torcional. O resultado pode ser observado na figura (3.8).

Para contornar esta situação utilizamos a montagem dupla como mostra a figura (3.9). Com esta montagem dupla, quando o pêndulo de torção é acionado, as amostras ficam sujeitas à torção e à flexão, sendo que a torção contribui para o atrito interno apenas como fundo contínuo. A figura (3.10) mostra o decremento logarítmico em função da amplitude de deformação por flexão. No caso de flexão esta amplitude é dada por⁽⁴²⁾:

$$\epsilon = \frac{3}{4} \frac{rse}{L^2} \quad (3.3)$$

onde:

r é a distância entre as duas amostras

s é a amplitude inicial máxima da senóide amortecida

e espessura da amostra

L é o caminho ótico (do espelho móvel ao seguidor)

l é o comprimento da amostra.

III.6 - Preparação da Amostra

Utilizamos neste trabalho amostras de LiF monocristalinas de alta pureza. Para as medidas de atrito interno em função do tempo utilizamos amostras de LiF fabricadas pela Harshaw Chemical Co. e para as medidas de atrito interno em função da amplitude as fabricadas pelo Instituto de Ótica Aplicada

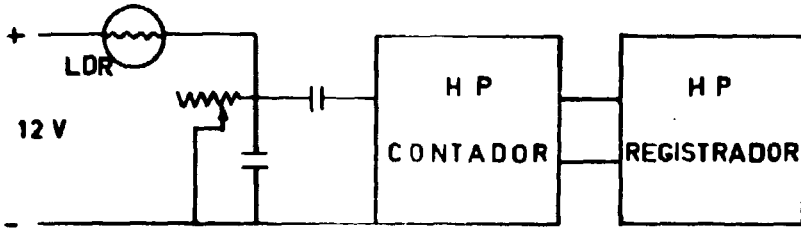


Figura 3.6 – Esquema do circuito usado para medição do período.

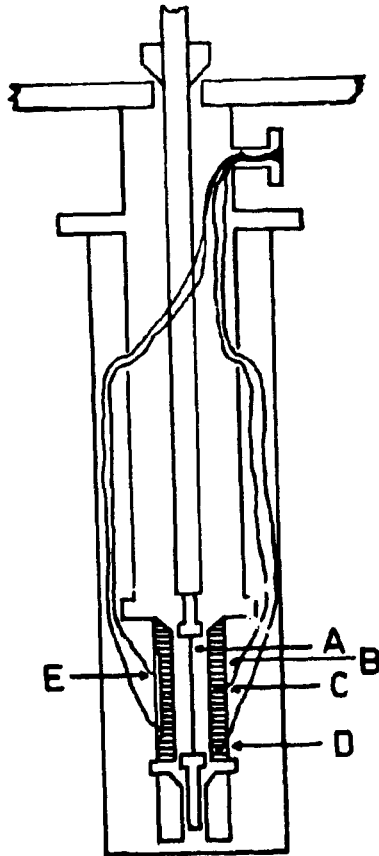


Figura 3.7 – A: amostra; B: forno; C e D: termopares e E: termo-sonda.

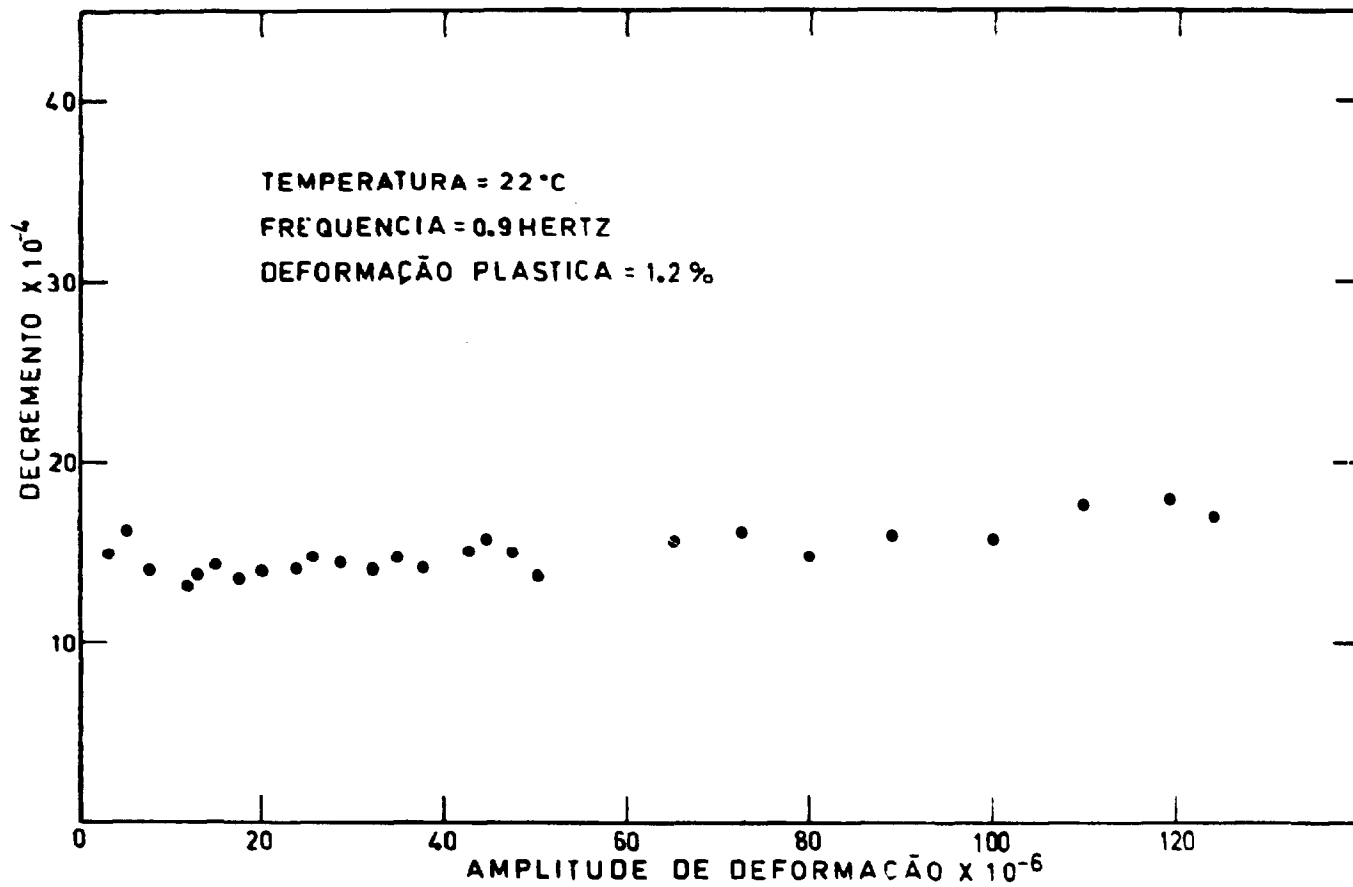


Figura 3.8 - Decremento logarítmico em função da amplitude de deformação para montagem simples.

de Tokyo. Todas as amostras foram clivadas em formato paralelepípedo com, aproximadamente, as seguintes dimensões: 1.20 mm X 1.20 mm X 50.0 mm; todas de mesma orientação, com a direção [100] paralela ao comprimento da amostra. Após a clivagem recozemos as amostras por uma hora em 600 C, para minimizar os efeitos de tensão interna introduzidos durante a clivagem.

A deformação plástica foi efetuada por flexão, utilizando uma forma cilíndrica de raio R conveniente (vide figura 2.7). A deformação plástica foi calculada através da seguinte fórmula:

$$\epsilon_p = \frac{e}{2R} \quad (3.4)$$

onde e é a espessura da amostra.

A deformação plástica nas amostras utilizadas na medida de atrito interno em função do tempo foi de aproximadamente 3%. Baseado nos trabalhos de Gilman e Johnston⁽²¹⁾ e Guenin⁽¹²⁾ estimamos, embora grosseiramente, a densidade de deslocação como sendo da ordem de $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ e a concentração de vacâncias como sendo da ordem de 10^{18} cm^{-3} , com vacâncias catiônicas superando em número as aniônicas.

As amostras foram submetidas à análise por ativação, entretanto do ponto de vista quantitativo, só pudemos avaliar grosseiramente o teor de Mn e Mg. Os resultados, para os dois tipos de LiF, foram:

- concentração de Mg muito menor que 5 ppm
- concentração de Mn da ordem de 0.1 ppm

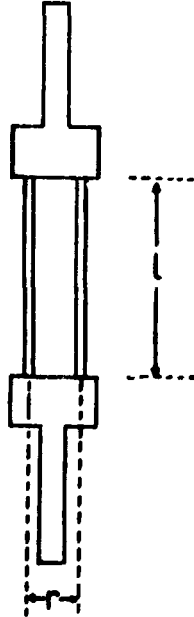


Figura 3.9 - Montagem com duas amostras.

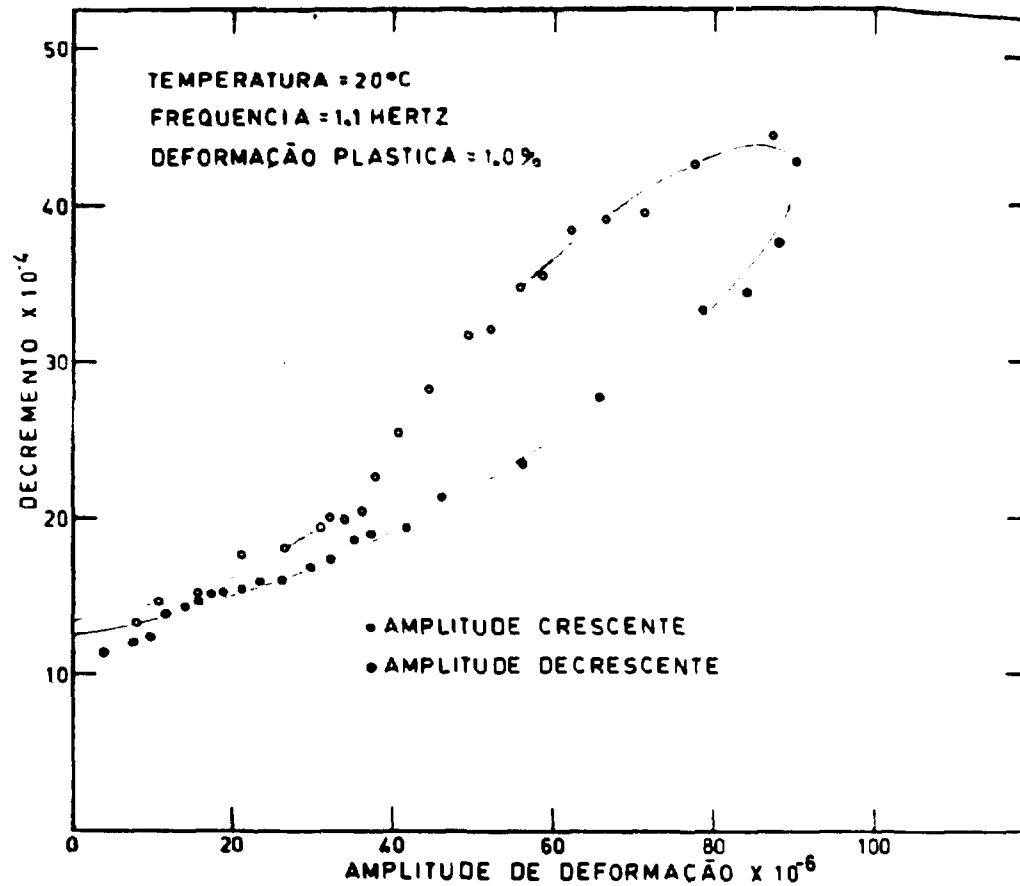


Figura 3.10 — Decremento logarítmico em função da amplitude de deformação para montagem com duas amostras.

IV – RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

IV.1 – Atrito Interno em Função da Amplitude de Deformação

O atrito interno dependente da amplitude medido a amplitude crescente é menor do que aquele medido a amplitude decrescente (seção II.2.3), isto é, o atrito interno exibe uma histerese em função da amplitude de deformação. As medidas de δ em função de ϵ_0 foram feitas a amplitude decrescente por duas razões:

- 1) de acordo com Stepanov e Chelnokov⁽³⁷⁾ $\delta = f(\epsilon_0)$ obedece a teoria G. L. quando a medida é feita com ϵ_0 decrescente e a ϵ_0 crescente não obedece. Segundo estes autores, para que a teoria de Granato e Lucke seja válida, é necessário diluir a atmosfera de impurezas de tal modo que o atrito interno medido seja devido somente a linha de deslocação e seus pontos de ancoramento, sem a influência da atmosfera de impurezas. A diluição da atmosfera se faria, de acordo com eles, durante o aumento progressivo da amplitude de deformação;
- 2) para obter medidas de $\delta = f(\epsilon_c)$ é necessário fazer mudanças no caminho ótico (vide figura 3.5), durante a realização da medida. A dificuldade na mudança do caminho ótico, é maior quando se faz a medida do decremento logarítmico com amplitude de deformação crescente do que decrescente.

A medida de δ foi feita para várias temperaturas: -43 C, -23 C, 0 C e 20 C com amostras deformadas plasticamente por flexão a 1% e cujas dimensões eram: 0.9 mm X 1.1 mm X 38 mm e com direção do tipo [100], paralela ao comprimento da amostra. As figuras (4.1) e (4.2) mostram os gráficos de $\ln(\epsilon_0 \delta)$ contra ϵ^{-1} para estas medidas.

IV.1.1 – Cálculo de Energia Livre de Ligação

As curvas das figuras (4.1) e (4.2) apresentam duas regiões bem distintas: a primeira, na região de amplitudes altas ($\epsilon \geq 3.3 \times 10^{-5}$) onde não há ativação térmica e, a segunda, na região de amplitudes menores ($\epsilon \leq 3.3 \times 10^{-5}$), onde a influência da temperatura é importante. O cálculo de energia livre de ligação se refere à segunda região, onde há ativação térmica. Admitimos, de acordo com seção II.2.1, que o comprimento médio dos segmentos de deslocação varia com a temperatura.

O comprimento do segmento de deslocação entre dois pontos de ancoramento é inversamente proporcional à concentração de defeitos pontiformes. Então se a concentração é dada por:

$$C = C_0 \exp\left(-\frac{F_b}{kT}\right) \quad (4.1)$$

podemos escrever, conforme Bauer⁽³³⁾:

$$L = L_0 \exp\left(\frac{F_b}{kT}\right) \quad (4.2)$$

Por outro lado, a expressão (2.10), pode ser escrita:

$$\delta = \frac{A_1}{\epsilon_0^{1/2}} \exp\left(\frac{A_2}{\epsilon_0^{1/2}}\right) \quad (4.3)$$

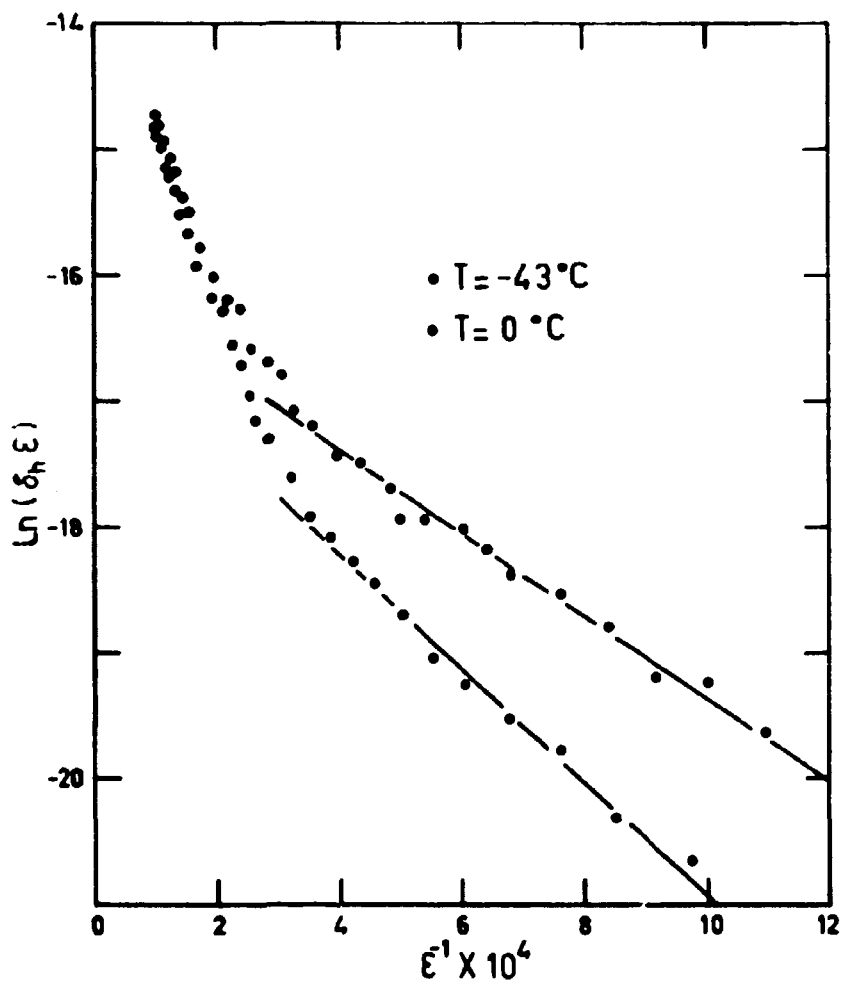


Figure 4.1

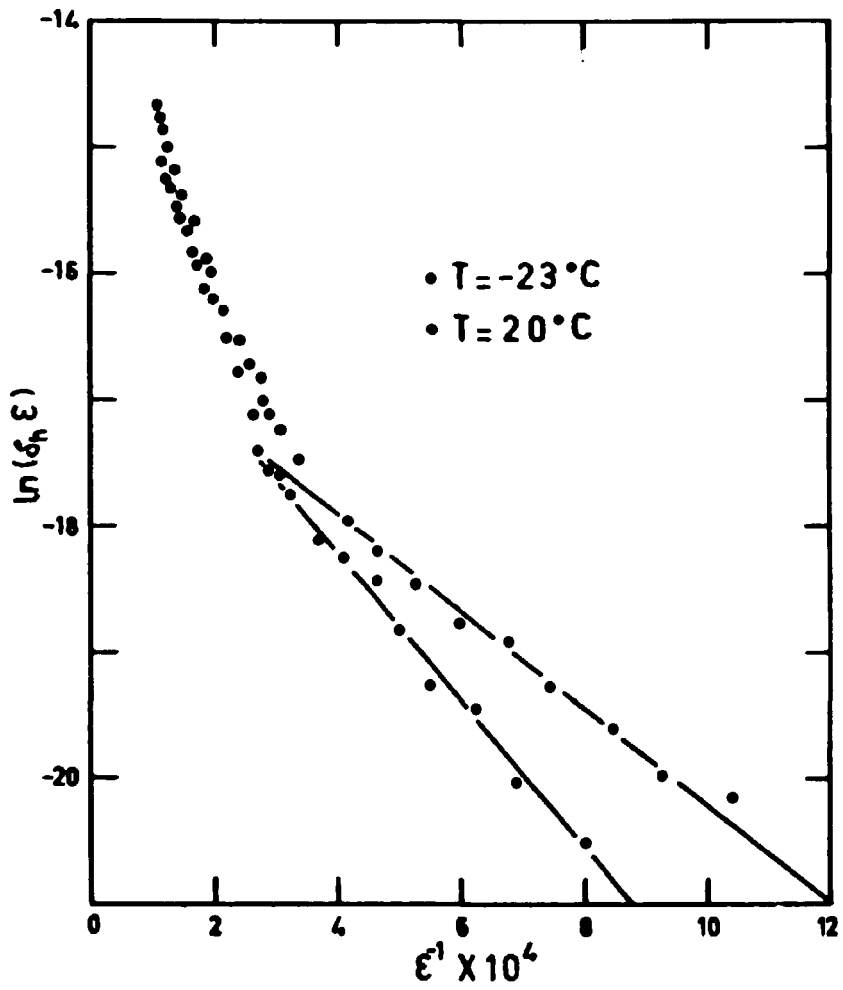


Figure 4.2

Substituindo, I_0 da equação (4.3) por L da equação (4.2), obtemos o coeficiente angular da reta

$$m = \text{Constante} \times \exp\left(-\frac{F_b}{kT}\right) \quad (4.4)$$

Calculamos o valor de F_b , medindo o coeficiente angular da reta $\ln m \times 1/T$ na figura (4.3) e obtivemos o valor $(5.4 \pm 0.2) \times 10^{-2}$ eV, através do método dos mínimos quadrados.

IV.2 – Efeito Dependente do Tempo

Para o estudo do atrito interno dependente do tempo medimos o decaimento logarítmico em função do tempo, nas temperaturas: 8 C, 18 C, 27 C e 35 C, obedecendo às seguintes seqüências:

- regulação da temperatura na temperatura de medida, com a amostra mantida nesta temperatura, de 5 a 6 horas,
- excitação à alta amplitude de deformação, que é da ordem de 35×10^{-5} , durante 20 minutos,
- desexcitação da amostra à amplitude de medida $\epsilon_0 = 2.5 \times 10^{-5}$ quando é fixo o tempo $t = 0$. O tempo de desexcitação é de 1 minuto e 12 segundos com erro de ± 3 segundos.

Todas as medidas foram feitas à mesma amplitude de deformação, aproximadamente.

As figuras (4.4), (4.5) e (4.6) apresentam as curvas de atenuação do decaimento logarítmico normalizado, em função do tempo, para as amostras deformadas plasticamente de 3.0%, 2.8% e 2.7%.

IV.2.1 – Determinação de n da Equação (2.23)

A lei experimental que caracteriza a atenuação do decaimento logarítmico é expressa pela equação (2.23), que pode ser escrita:

$$\delta_n(t) = \frac{\delta(t) - \delta(\infty)}{\delta(0) - \delta(\infty)} = \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^n\right) \quad (4.5)$$

onde δ_n é o decaimento logarítmico normalizado.

Admitindo-se que o processo de relaxação envolvido seja caracterizado por um único tempo de relaxação τ , podemos calcular o expoente n da equação (4.5) através do coeficiente angular da reta $\ln(-\ln \delta_n)$ contra $\ln t$.

A figura (4.7) apresenta as retas $\ln(-\ln \delta_n)$ contra $\ln t$. Observamos claramente dois estágios para a atenuação:

- 1º estágio onde o coeficiente angular é aproximadamente 0.66
- 2º estágio onde o coeficiente angular é aproximadamente 0.31

Tomamos então o valor de n da equação (4.5) como sendo $2/3$ e $1/3$ respectivamente para o primeiro e segundo estágio, que são os valores que mais se aproximam dos valores encontrados na literatura (39,9,10,35).

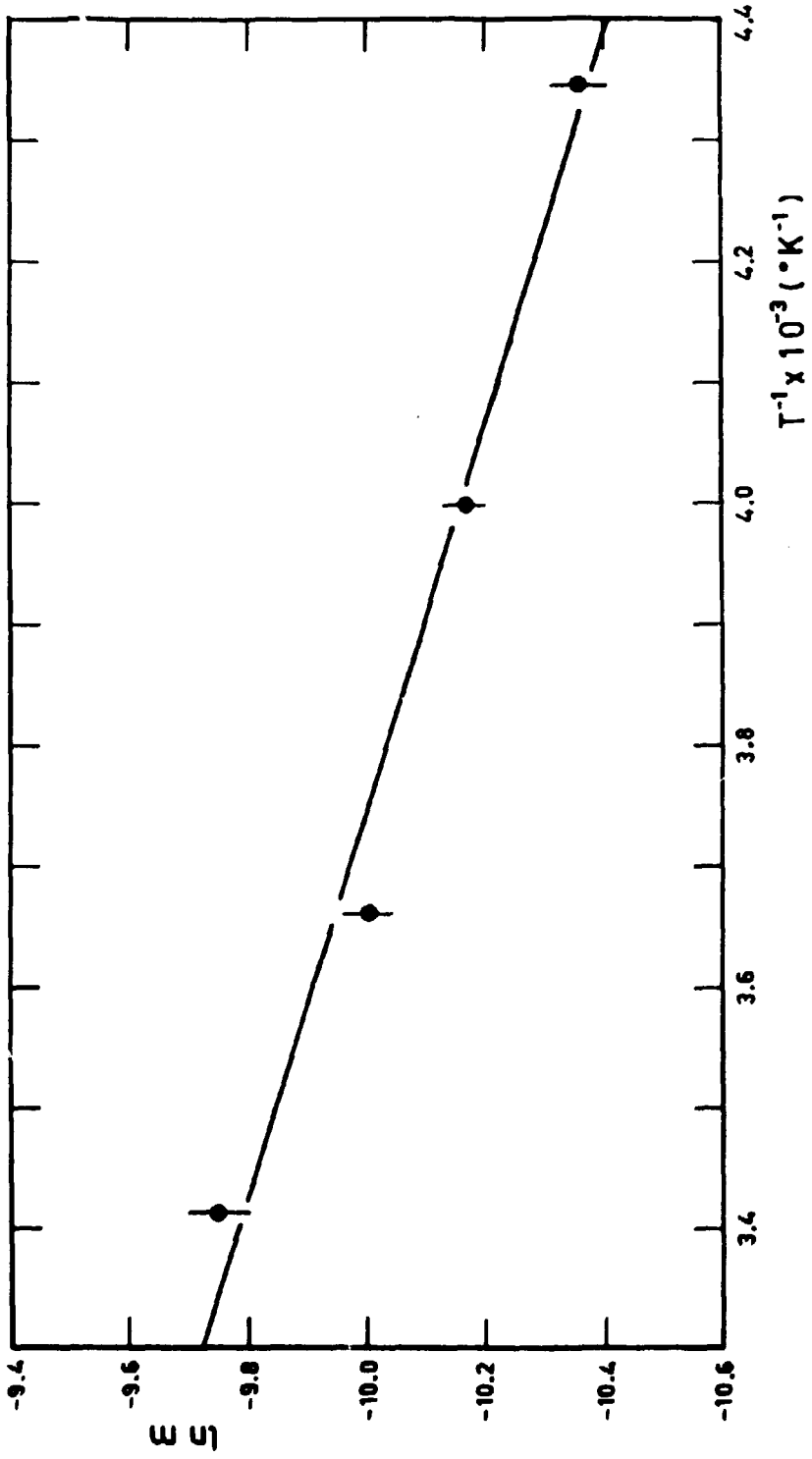


Figure 4.3

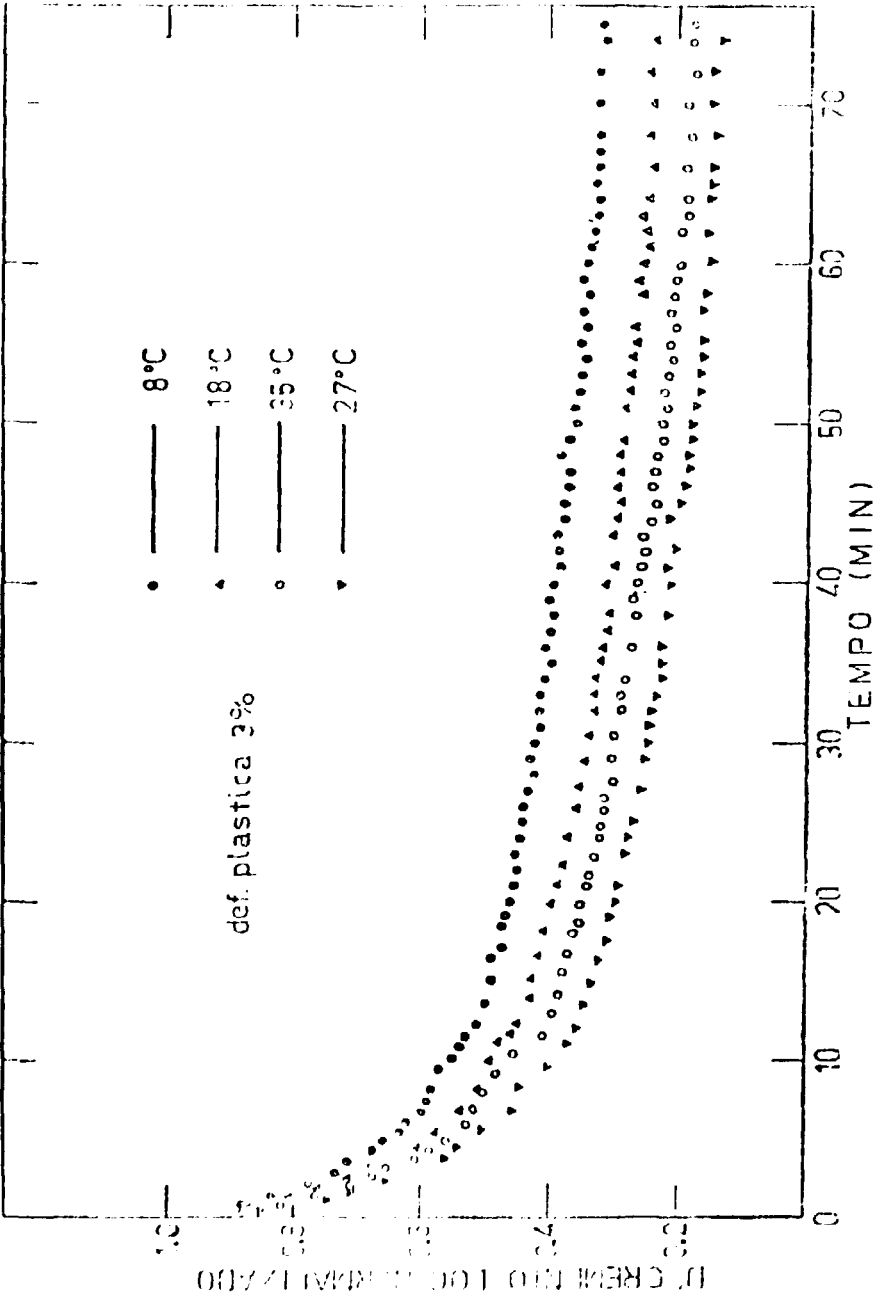


Figure 4.4

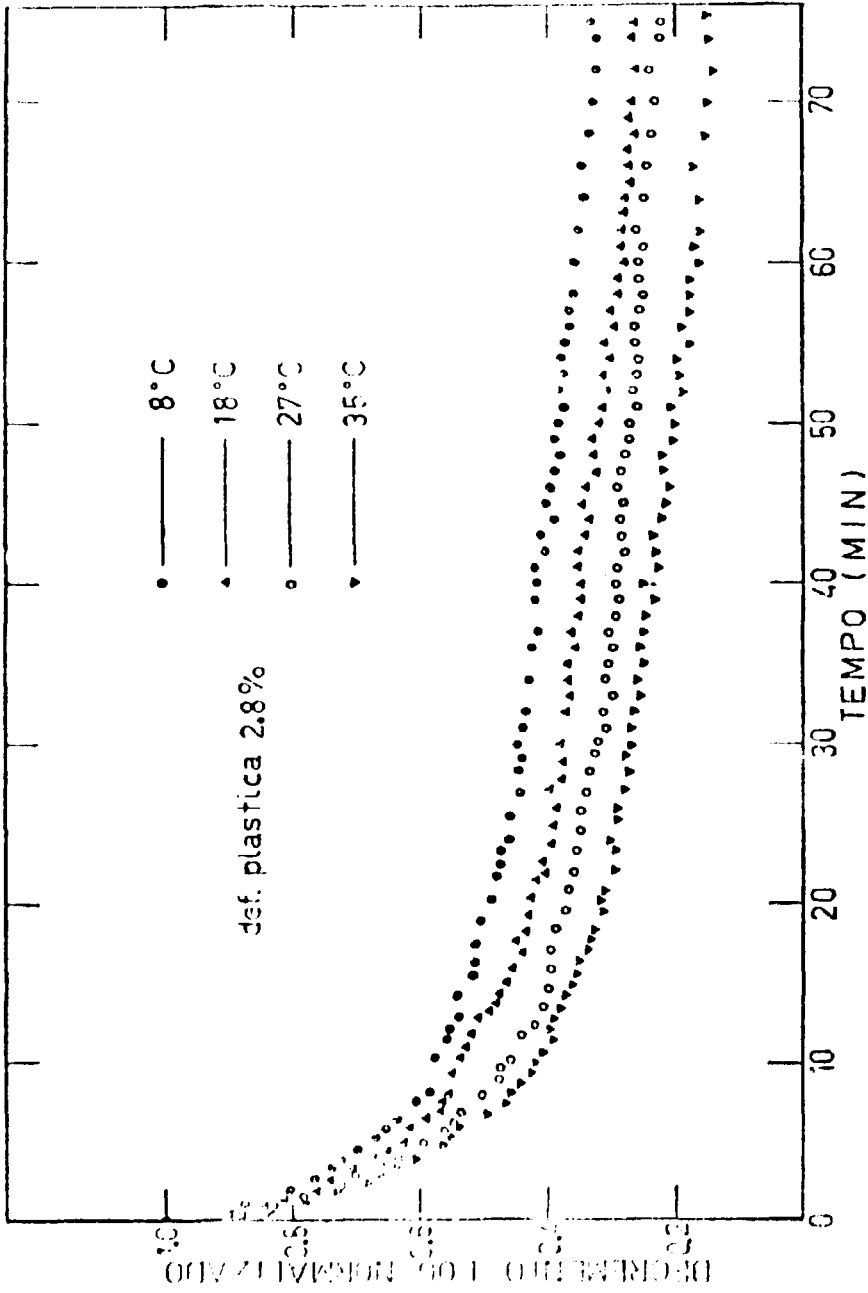


Figure 4.15

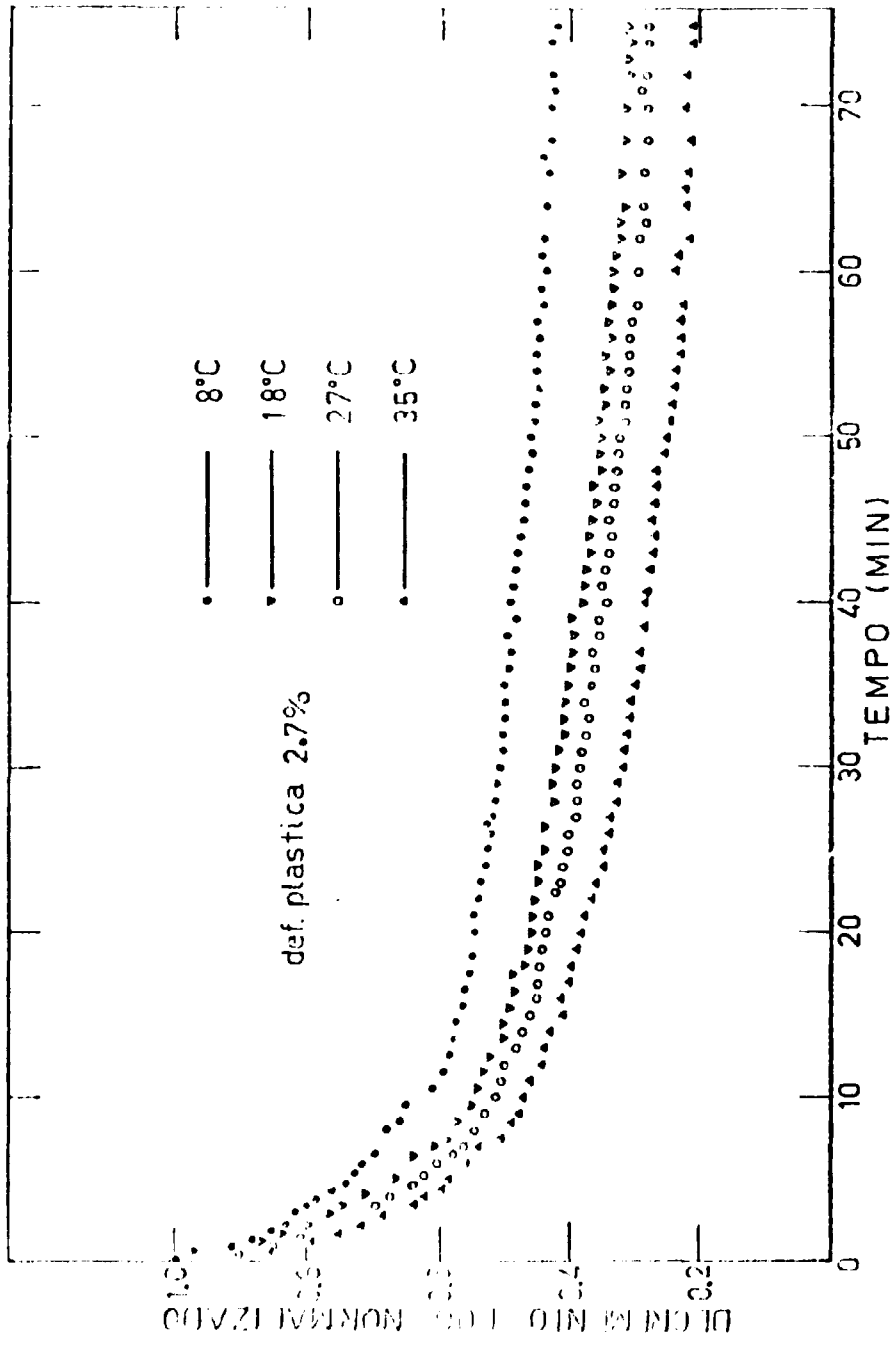


Figura 4.6

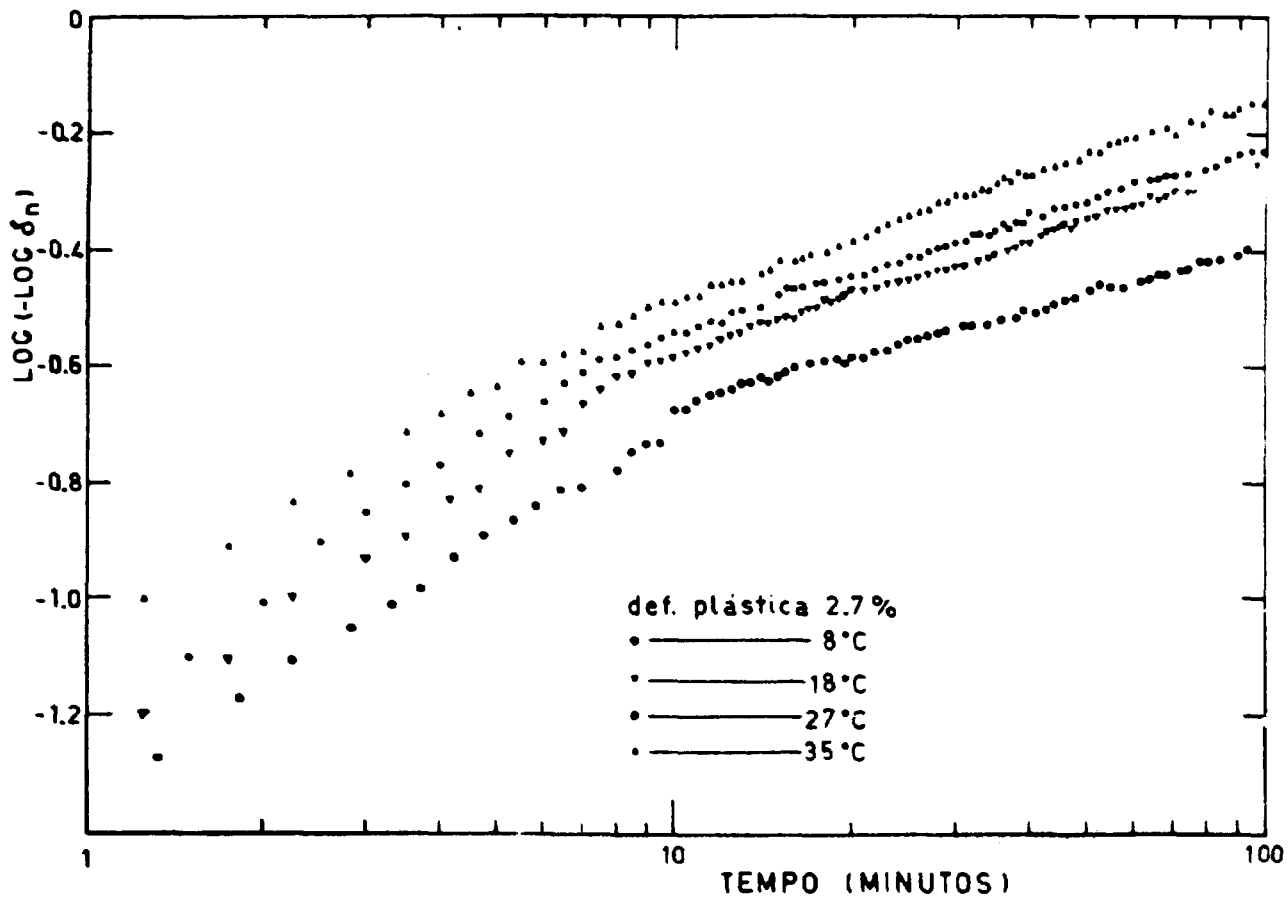


Figure 4.7

IV.2.2 – Cálculo da Energia de Ativação U

As figuras (4.8), (4.9) e (4.10) mostram as retas de $\ln \delta_0 \times \tau^n$ para o primeiro estágio ($n = 2/3$) e as figuras (4.11), (4.12) e (4.13) para o segundo estágio ($n = 1/3$). Os coeficientes angulares destas retas obtidas, são iguais a $-(\frac{1}{\tau})^n$.

Conhecemos τ para cada temperatura, podemos obter o valor da energia de ativação através do gráfico $\ln \tau^{-1} \times T^{-1}$ figuras (4.14), (4.15) e (4.16).

Conforme equação (2.25) (senão II.2.3), temos

$$\tau^{-1} = \tau_0^{-1} \exp \left(- \frac{U}{kT} \right) \quad (4.6)$$

$$\ln \tau^{-1} = \ln \tau_0^{-1} - \frac{U}{kT} \quad (4.7)$$

Portanto o coeficiente angular da reta $\ln \tau^{-1} \times T^{-1}$ é $-U/k$.

Os valores de U encontrados são:

Def. plástica	$\tau^{2/3}$	$\tau^{1/3}$
3.0%	(0.18 ± 0.01) eV	(0.40 ± 0.01) eV
2.8%	(0.17 ± 0.01) eV	(0.41 ± 0.01) eV
2.7%	(0.23 ± 0.02) eV	(0.41 ± 0.01) eV

IV.3 – Discussão dos Resultados

IV.3.1 – Atrito Interno em Função da Amplitude

As figuras (4.1) e (4.2) exibem duas regiões bem distintas para o gráfico $\ln(\epsilon_0 \delta)$ contra ϵ_0^{-1} . A amplitude de deformação grande, observamos que a inclinação é maior do que a observada para baixa amplitude. Este comportamento é muito similar àquele observado por Blistanov e col.⁽⁷⁾ para LiF puro à frequência de 140 KHz. Segundo estes autores, este comportamento se observa somente para amostras puras.

Observamos também, nas figuras (4.1) e (4.2) que para amplitudes de vibrações grandes, a variação da inclinação com a temperatura de medida é desprezível. Isto significa que nesta região de amplitude grande ($\epsilon_0 \gtrsim 3.3 \times 10^{-5}$) a ativação térmica é desprezível. Então esta região corresponde ao desancoramento puramente mecânico^(4,3), onde a temperatura não tem influência. A outra região, onde a variação da inclinação com a temperatura é nítida ($\epsilon_0 \lesssim 3.3 \times 10^{-5}$), corresponde ao desancoramento termo-mecânico. Isto é, tanto a tensão aplicada como a agitação térmica (energia de Boltzmann: kT) contribuem para o efeito do desancoramento^(4,3,30).

Este comportamento não conflita com as medidas de restauração do decremento em função do tempo, porque às altas amplitudes embora o movimento das deslocções não sejam ativadas termicamente, existe o movimento dos defeitos pontiformes.

Calculamos na seção IV.1.1 a energia F_D para a região que exhibe ativação térmica e encontramos o valor $(5.4 \pm 0.2) \times 10^{-2}$ eV. Este valor não está longe do valor encontrado por Strimane

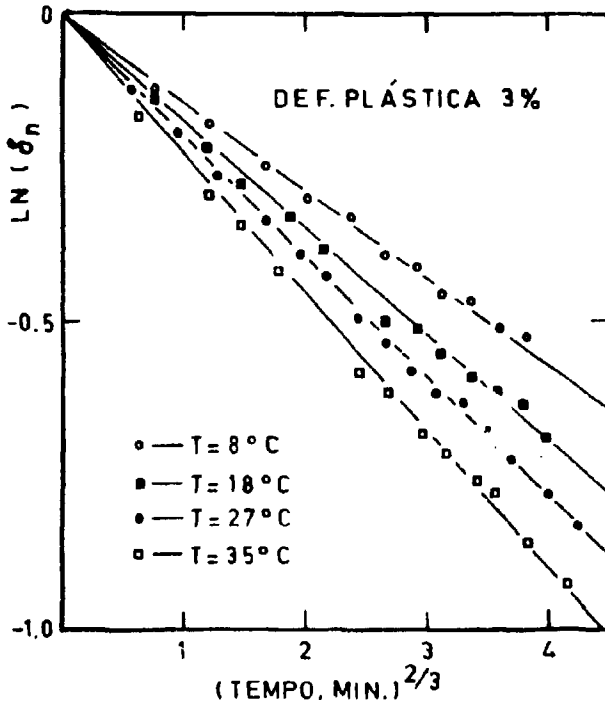


Figura 4.8

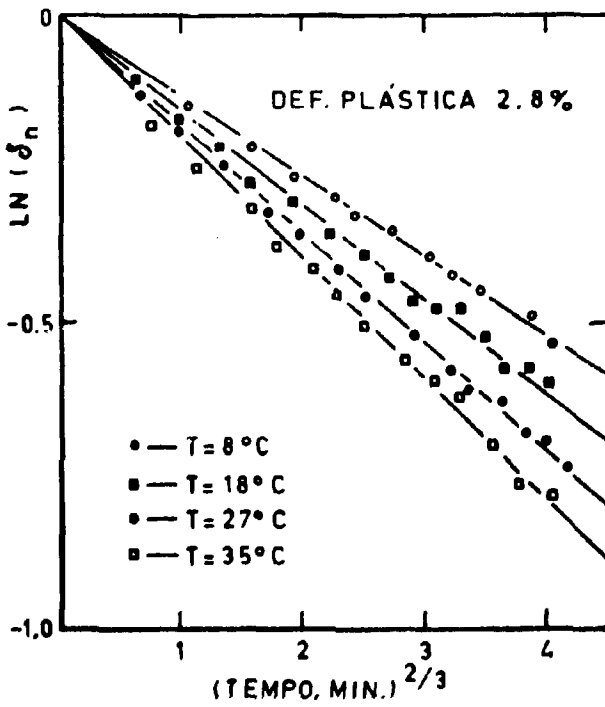


Figura 4.9

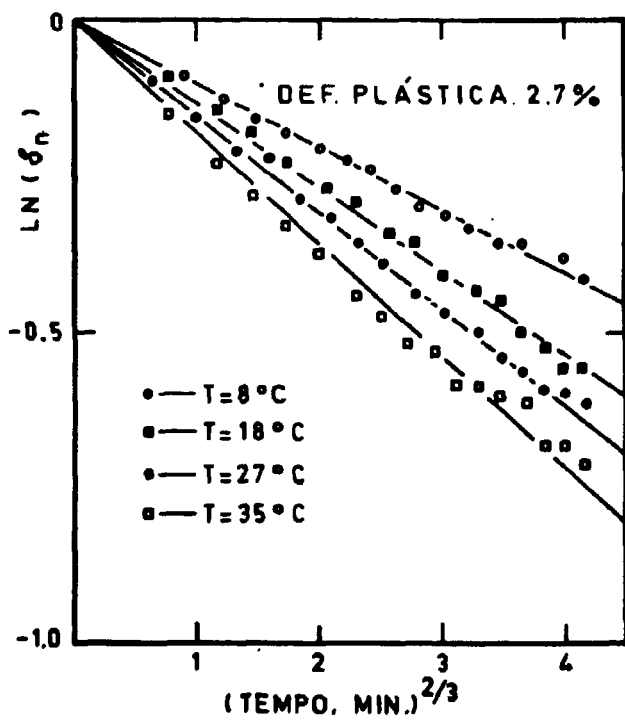


Figure 4.10

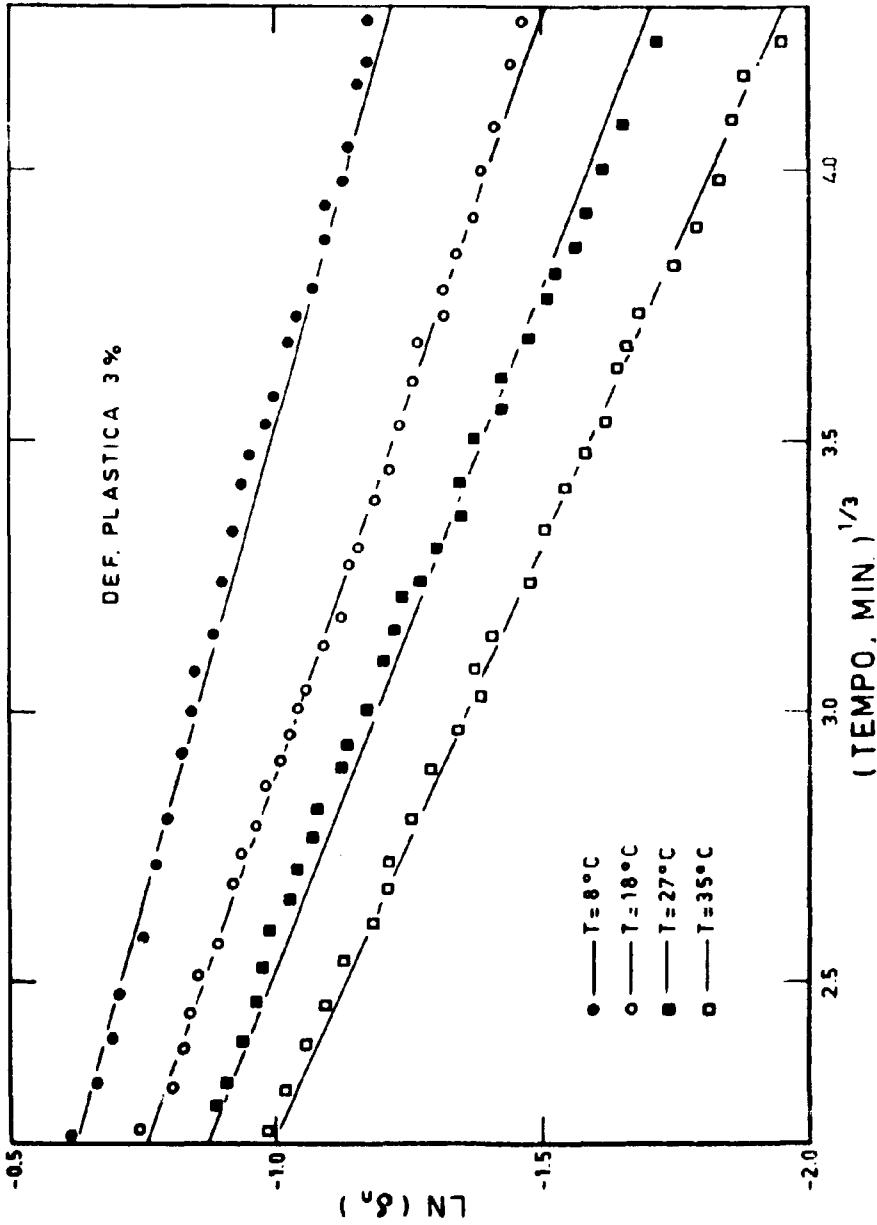


Figura 4.11

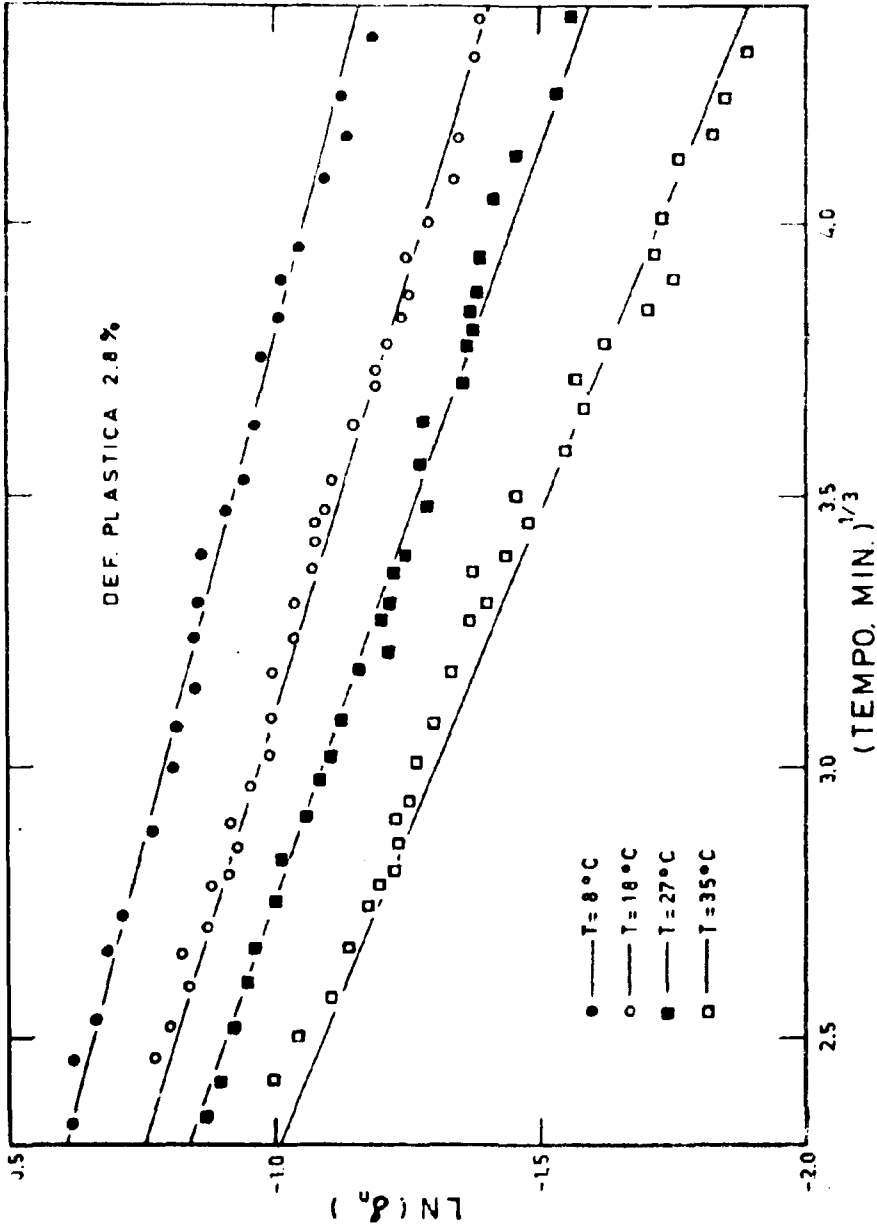


Figura 4.12

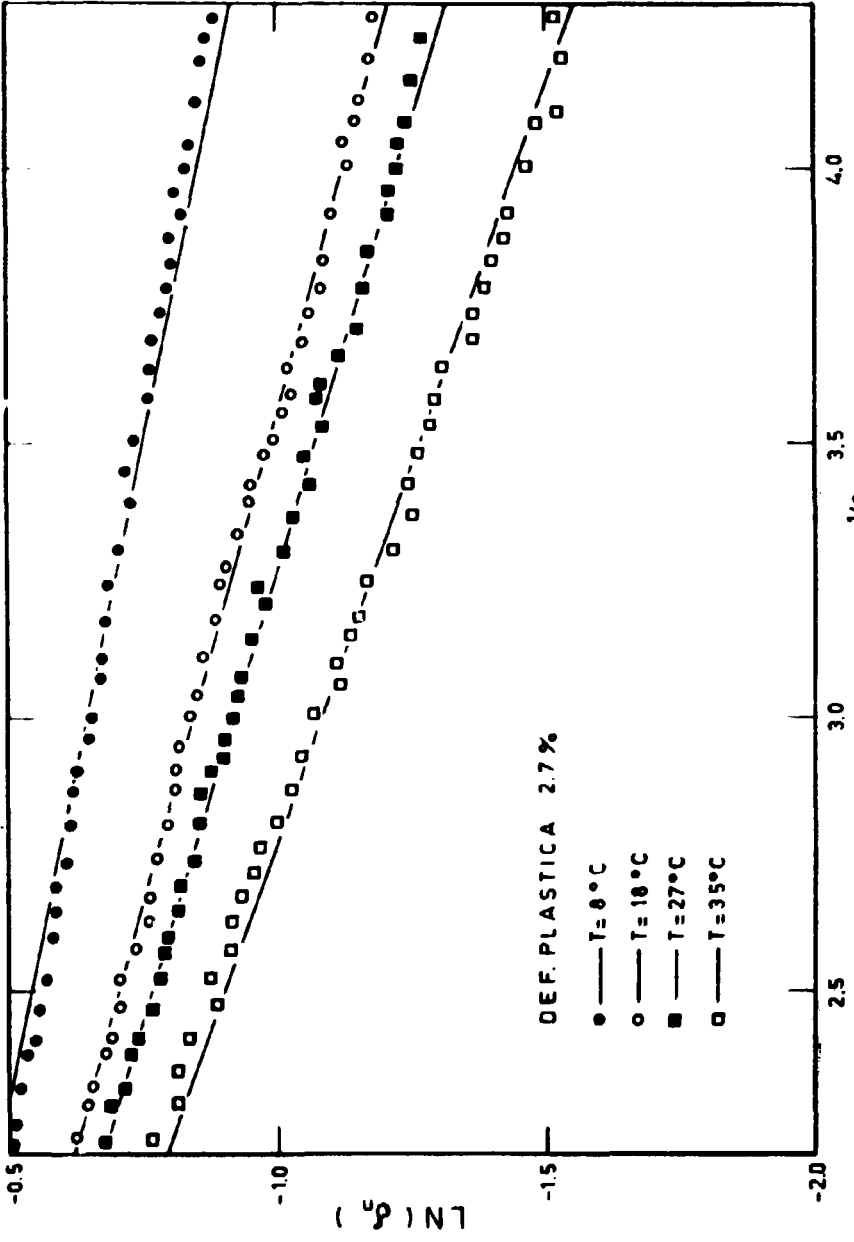


Figura 4.13

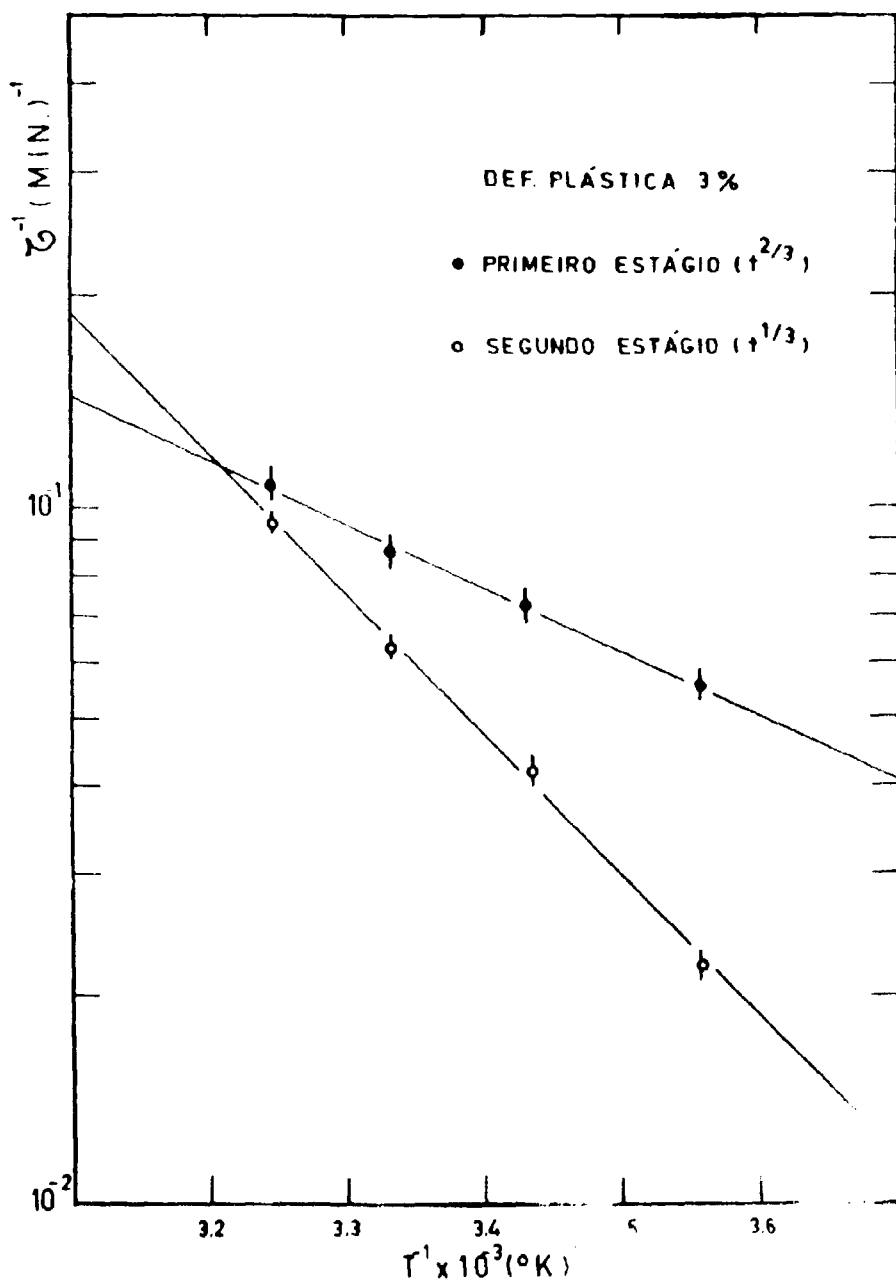


Figure 4.14

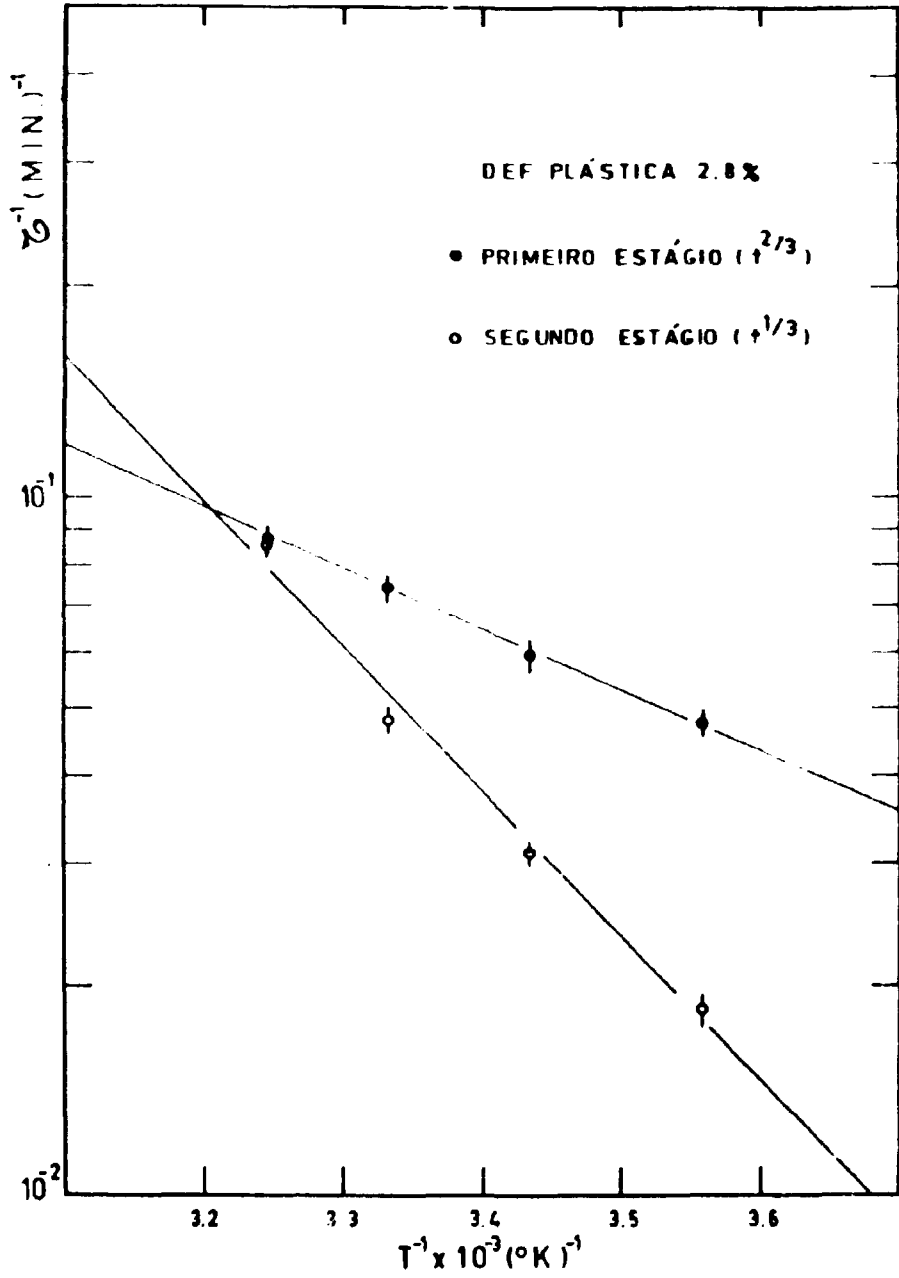


Figura 4.15

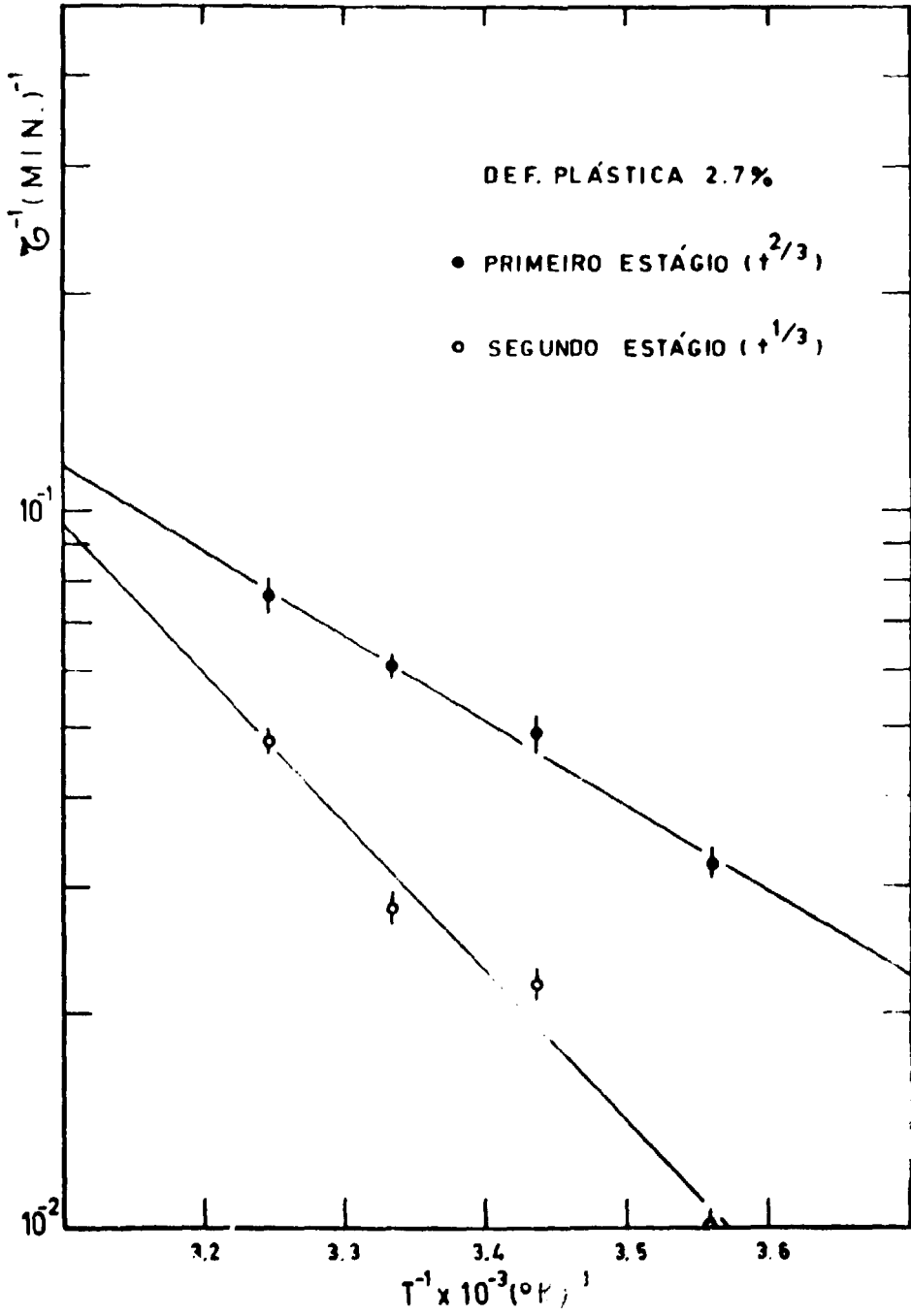


Figura 4.16

e col.⁽⁴⁴⁾ para NaCl, que encontraram os seguintes valores: 0.045 eV e 0.037 eV. Kardashev e col.⁽⁴⁴⁾ encontraram para LiF o valor de 0.03 eV para F_h .

IV.3.2 – Dependência Temporal

A restauração do decremento logarítmico com o tempo apresentado nas figuras (4.4), (4.5) e (4.6), mostra que a atenuação é maior em temperaturas maiores. Isto indica que o processo de restauração é ativado termicamente. O mecanismo mais provável envolvendo os defeitos criados durante a deformação plástica é a difusão de vacâncias para as deslocações.

Com relação à cinética de difusão de vacâncias em direção às deslocações existem muitas ambiguidades. Chambers e Smoluchowski⁽³⁸⁾ trabalhando com amostras de Al monocristalino, mostraram que $\ln \delta(t)$ varia com $t^{2/3}$ ou $t^{1/3}$ (seção II.2.2). Granato e col.⁽⁹⁾ confirmaram o valor $n = 2/3$ (equação 4.5) e atribuíram esta restauração à difusão de vacâncias em direção às deslocações, no caso do NaCl puro. Por outro lado, Bullough e Newman⁽³⁹⁾ sugerem que $\ln \delta$ varie com $t^{1/2}$, quando as vacâncias se difundem em direção às deslocações. Oren e Bauer⁽⁴¹⁾ mostraram que $\ln \delta(t)$ varia com t e atribuíram este resultado à redistribuição dos pontos ancorantes ao longo da deslocação.

A figura (4.7) revelou dois estágios para a cinética de restauração:

- a) 1º estágio onde $\ln \delta$ varia aproximadamente com $t^{2/3}$
- b) 2º estágio onde $\ln \delta$ varia aproximadamente com $t^{1/3}$

O primeiro estágio ($t^{2/3}$) começa assim que a excitação é removida ($t=0$) e vai de aproximadamente oito a dez minutos dependendo da temperatura. Às temperaturas maiores o primeiro estágio é mais longo. Daí em diante observamos o segundo estágio onde $\ln \delta$ varia com $t^{1/3}$.

Os resultados mais recentes obtidos para LiF envolvendo defeitos puntiformes e deslocações, são os citados nos trabalhos de Blistanov e col.⁽⁴⁵⁾ e Carpenter⁽¹⁰⁾. Os primeiros autores⁽⁴⁵⁾ assumem a energia de ativação encontrado como sendo a energia de ligação entre o defeito ancorante e a deslocação. O valor encontrado por eles foi 0.36 eV. Carpenter⁽¹⁰⁾ atribui a energia de ativação para restauração do atrito interno à difusão de vacâncias perpendicularmente às deslocações para a formação de nuvens de vacâncias em torno das mesmas. A energia de ativação encontrado por ele foi 0.3 eV.

Diante destes resultados e, de acordo com a explanação já feita nos capítulos anteriores, podemos concluir que, provavelmente durante a excitação ocorre a redistribuição de vacâncias ancorantes em direção aos nodos e depois o desancoramento, enquanto as vacâncias que formam a atmosfera em torno das deslocações, se espalham. Quando a excitação é retirada, o retorno ao equilíbrio se faz de duas maneiras: difusão ao longo das deslocações e difusão perpendicular às deslocações formando nuvens de vacâncias em torno das mesmas. Atribuímos a predominância da difusão ao longo das deslocações no primeiro estágio e da difusão em direção às deslocações no segundo estágio.

Nós utilizamos os valores de $n = 2/3$ e $n = 1/3$ na equação (4.5) porque eram os que mais se aproximavam dos valores conhecidos na literatura, assim como Carpenter⁽¹⁰⁾ toma $n = 1/3$. Perez e col.⁽³⁵⁾ e Balluffi e col.⁽⁴⁶⁾ apontam as possíveis causas da dificuldade na determinação mais exata do valor de n :

- a ligação entre os dois mecanismos de difusão. A difusão ao longo e perpendicular às deslocações estariam ligadas^(35,31)
- a não uniformidade da distribuição de deslocações nos cristais^(39,46)
- a formação de defeitos complexos e subsequente precipitação de vacâncias nestes complexos.

Além destas possíveis causas, sugerimos, também que a formação de pares de vacâncias (vacância catiônica + vacância aniônica) possa efetuar a restauração do atrito interno. Admitimos que as vacâncias catiônicas superam em número as vacâncias aniônicas, de acordo com a literatura (capítulo II), entretanto, a formação de pares de vacâncias não está fora de cogitações^(11,47). Estes pares de vacâncias podem interagir elasticamente com as deslocções e influenciar diretamente no processo de restauração do atrito interno.

V – CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Conclusões

Nós utilizamos, neste trabalho, um pêndulo de torção, de construção própria que funciona perfeitamente num intervalo de temperatura que vai de nitrogênio líquido à 400 C. As amostras são excitadas magnetostaticamente e as oscilações, detetadas com a utilização do método de Poggenrdorf.

Com esta aparelhagem fizemos o estudo da atenuação do atrito interno em LiF, puro, monocristalino e deformado plasticamente à temperatura ambiente. Destacamos como contribuição à técnica de medida do atrito interno, dois itens:

- a) a montagem dupla
- b) a medida de restauração à baixa frequência, da ordem de um hertz.

A montagem dupla permitiu que o pêndulo de torção proporcionasse à amostra excitação por torção e flexão. Isto foi necessário porque a aplicação de torção, com uma só amostra, não exibiu atrito interno dependente da amplitude (capítulo III).

O estudo da restauração do atrito interno em cristais iônicos, à baixa frequência é muito escasso na literatura. Isto é devido principalmente à dificuldade na montagem e, à fragilidade dos cristais.

Os resultados obtidos no estudo de decremento logarítmico em função da amplitude de deformação de medida, mostrou que:

- 1) a montagem dupla é compatível com o fenômeno proposto para o estudo, isto é, interação defeito puntiforme-deslocação,
- 2) as duas regiões que aparecem no gráfico $\ln \epsilon_0 \delta \times \epsilon_0^{-1}$, que aparentemente foge da Teoria G. L. do desancoramento mecânico, é qualitativamente compatível com a teoria do desancoramento termo-mecânico^(30,43).

As medidas de atenuação do decremento logarítmico, após excitação com alta amplitude de deformação, revelou dois estágios para a cinética de restauração, que atribuímos a dois mecanismos de difusão. Perez e col.⁽³⁵⁾ sugeriram que, os dois mecanismos, difusão ao longo e perpendicular às deslocações, estejam ligados. Portanto, de acordo com os resultados obtidos e as sugestões encontradas na literatura, podemos concluir que:

- inicialmente há predominância da difusão ao longo da deslocação, isto é, uma redistribuição das vacâncias ao longo da linha de deslocação, e
- posteriormente, a predominância da difusão perpendicular às deslocações, que seria o retorno das vacâncias em torno das deslocações.

Esta hipótese concorda também com o modelo de micro-fluência de Bauer⁽³³⁾.

Uma análise quantitativa para confrontar com as teorias citadas, não nos foi possível, porque muitos parâmetros estão envolvidos na teoria. Assim sendo necessitaríamos de muitas outras técnicas para complementar o nosso resultado. E isto, por enquanto, está fora do nosso alcance.

Sugestões para Trabalhos Futuros

Para trabalhos futuros em LiF, usando a técnica de atrito interno, à baixa frequência, envolvendo defeitos puntiformes e deslocações, sugerimos:

- a investigação do pico de atrito interno em função da temperatura, devido a interação defeito puntiforme-deslocação, previsto à baixa temperatura (próxima da temperatura do nitrogênio líquido) por Hasiuti e col.^(25,26);
- o mesmo tipo de estudo para LiF deformado plasticamente e irradiado com nêutrons e LiF irradiado com nêutrons, sem deformação plástica;
- a investigação do pico de atrito interno devido a redistribuição dos pontos ancorantes previsto por Yamafuji e Bauer⁽⁴⁰⁾. Este pico é previsto também por Belyavskii e col.⁽⁴⁸⁾ como sendo muito pequeno e que, requer muitos cuidados nos tratamentos preliminares da amostra, segundo os autores.

As informações obtidas neste trabalho poderiam ser complementadas com dados de outras técnicas. Entre elas:

- determinação da presença de vacâncias criadas durante a deformação plástica, através da técnica de condutividade iônica,
- estudo dos defeitos criados por deformação plástica por vários métodos como a variação da densidade do material⁽⁴⁹⁾ e coloração por irradiação (centros de cores)⁽⁵⁰⁾.

Podemos também sugerir o mesmo tipo de trabalho, para outros cristais iônicos tipo NaCl, que constituiria em novas contribuições para o estudo do comportamento de deslocções em cristais iônicos.

Por outro lado, o pêndulo de torção utilizado neste trabalho poderá ser bastante útil nos estudos de defeitos em metais e ligas, irradiados ou deformados, devido ao grande interesse atual nesta área de tecnologia de materiais.

ABSTRACT

The main purpose of the present work is the study of internal friction due to interactions between point defects and dislocations produced in pure LiF single crystals by plastic deformation. The recovery of amplitude dependent damping was investigated in these crystals in the low frequency range.

The logarithmic decrement was measured as a function of strain amplitude at several different temperatures in the range 8°C - 36°C in order to observe thermal breakaway. The results were interpreted according to the theory developed by Grenato and Lucke.

Systematic measurements have also been carried out to determine the logarithmic decrement as a function of time at different temperatures, after driving the specimens at high strain amplitudes, yielding the following results:

- i) there is a recovery of the amplitude dependent damping upon removal of the high strain excitations, and
- ii) the kinetic of the recovery follows initially a $t^{2/3}$ ageing law, changing to $t^{1/3}$ afterwards.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADDA, Y. & PHILIBERT, J. *La diffusion dans les solides*. Saclay, FR., Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires, 1966. v.2.
2. ALEFELD, G. Grouping of pinning points on dislocation lines. *Phil. Mag.*, London, 11:809-26, 1965.
3. ANDREEV, G. A. & SMIRNOV, B. I. Formation of point defects by the plastic deformation of LiF crystals. *Soviet Phys. solid St.*, New York, 10:1336-40, 1968. [Trad. de: *Fizika tverd. Tela*, Moskva, 10:1693-8, 1968].
4. BAKER, G. S. Dislocation mobility and damping in LiF. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 33:1730-2, 1962.
5. BALLUFFI, R. W. & SEIDMAN, D. N. Annealing kinetics of vacancies to dislocations. *Phil. Mag.*, London, 17:843-8, 1968.
6. BAUER, C. L. The free energy of a pinned dislocation. *Phil. Mag.*, London, 11:827-40, 1965.
7. BELYAVSKII, V. I. & DARINSKII, B. M. On internal friction due to the diffusion of impurity atoms along dislocations. *Soviet Phys. J.*, New York, 15:1324-32, 1972. [Trad. de *Izv. VUZ. Fizika*, Moskva, (9):102-7, 1972].
8. BLISTANOV, A. A. & SHASKOL'SKAYA, M. P. Influence of dislocation pinning on the amplitude-dependent internal friction in LiF. *Soviet Phys. solid St.*, New York, 6:568-72, 1964. [Trad. de: *Fizika tverd. Tela*, Moskva, 6:728-34, 1964].
9. _____ et alii. Temperature dependence of internal friction in alkali-halide single crystals. *Soviet Phys. solid St.*, New York, 10:1549-53, 1969. [Trad. de: *Fizika tverd. Tela*, Moskva, 10:1968-73, 1968].
10. BRANTLEY, W. A. & BAUER, C. L. The geometry of charged dislocations in the NaCl structure. *Physica St. solidi*, New York, 18:465-78, 1966.
11. BULLOUGH, R. & NEWMAN, R. C. The distribution of vacancies and hard impurity atoms around an edge dislocation. *J. phys. Soc. Japan*, Tokyo, 18(suppl. 3):27-9, 1963.
12. CARPENTER, S. H. Recovery of strain amplitude independent dislocation damping in single crystal LiF. *Acta metall.*, Toronto, 16:73-9, 1968.
13. CHAMBERS, R. H. & SMOLUCHOWSKI, R. Time-dependent internal friction in aluminum and magnesium single crystals. *Phys. Rev.*, Ithaca, N. Y., 117:725-31, 1960.
14. COTTRELL, A. H. *Dislocation and plastic flow in crystals*. Oxford, Clarendon, 1965.
15. DE BATIST, R. *Internal friction of structure defects in crystalline solids*. New York, North Holland/American Elsevier, 1972.
16. ESHELBY, J. D. et alii. Charged dislocations and the strength of ionic crystals. *Phil. Mag.*, London, 3:75-89, 1958.
17. FRIEDEL, J. *Dislocations*. Oxford, Pergamon, 1967.
18. GILMAN, J. J. & JOHNSTON, W. G. Dislocations in lithium fluoride crystals. *Solid St. Phys.*, New York, 13:147-222, 1962.

19. GRANATO, A. & LÜCKE, K. Application of dislocation theory to internal friction phenomena at high frequencies. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 27:789-805, 1956.
20. _____ & LÜCKE, K. Theory of mechanical damping due to dislocations. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 27:583-93, 1956.
21. _____ et alii. Recovery of damping and modulus changes following plastic deformation. *Acta metall.*, Toronto, 6:470-80, 1958.
22. GUENIN, G. *Mise au point d'un ensemble de mesures ultrasonores: application à l'étude du fluorure de lithium écroui*. Lyon, Université Claude Bernard, 1971. (Thèse)
23. HIRTH, J. P. & LOTHE, J. *Theory of dislocations*. New York, McGraw-Hill, 1968.
24. HUDDART, A. & WHITWORTH, R. W. Measurements of the charge acquired by dislocations in NaCl crystals of known purity. *Phil. Mag.*, London, 27:107-19, 1973.
25. KANZAKI, H. et alii. Equilibrium of vacancies with dislocations in alkali halides. *J. phys. Soc. Japan*, Tokyo, 18(suppl. 3):115-20, 1963.
26. KARDASHEV, B. K. & NIKANOROV, S. P. Internal friction and charged dislocations in lithium fluoride. *Soviet Phys. solid St.*, New York, 13:128-31, 1971. [Trad. de: *Fizika tverd. Tela*, Moskva, 13:160-5, 1971].
27. KOIWA, M. & HASIGUTI, R. R. A theory of internal friction peak due to thermal unpinning of dislocation to P₁ peak in copper. *Acta metall.*, Toronto, 13:1219-30, 1965.
28. LE BOITEAUX, H. *La mécanique des solides réels*. Paris, Béranger, 1960.
29. LÜCKE, K. et alii. Thermally assisted unpinning of a dislocation double loop. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 39:5181-91, 1968.
30. _____ & SCHLIPF, J. Theory of dislocation damping due to break way from and diffusion of pinning points. In: EYRE, B. L., ed. *The interactions between dislocations and point defects: proceedings of a symposium held at Harwell, July 4th-12th, 1968*. Harwell, Berkshire, 1968. v.1, pt.1, p.118-51, (AERE-R5944).
31. MITCHELL, P. V. et alii. Formation of F centers in KCl by x-rays. *Phys. Rev.*, Ithaca, N. Y., 121:484-98, 1961.
32. NIBLETT, D. H. & WILKS, J. Dislocation damping in metals. *Adv. Phys.*, London, 9:1-88, 1960.
33. NOWICK, A. S. & BERRY, B. S. *An elastic relaxation in crystalline solids*. New York, Academic Press, 1972.
34. OKUDA, S. & HASIGUTI, R. R. Internal friction peaks of cold worked gold and copper at low temperatures. *Acta metall.*, Toronto, 11:257-65, 1963.
35. OREN, E. C. & BAUER, C. L. Stress-induced solute diffusion along dislocations in dilute copper alloys. *Acta metall.*, Toronto, 15:773-84, 1967.
36. PEREZ, J. et alii. Phénomènes d'anélasticité résultant de l'interaction entre dislocations et défauts ponctuels. *Annls Phys.*, 14. Sér., Paris, 5:303-52, 1970.
37. PEREZ, J. M. *Propriétés anélastiques de l'aluminium après déformation à basse température*. Lyon, Université de Lyon, Faculté des Sciences, 1970. (Thèse).

38. PHILLIPS, D. C. & PRATT, P. L. An attempt to determine the binding energy of point defects and dislocations in sodium chloride by internal friction measurements. *Phil. Mag.*, London, 22:809-14, 1970.
39. _____ & PRATT, P. L. The recovery of internal friction in sodium chloride. *Phil. Mag.*, London, 21:217-43, 1970.
40. ROY, D. & GHOSH, A. K. Entropy of formation of vacancy pairs in alkali halides. *J. Phys. C, solid St. Phys.*, London, 4:941-3, 1971.
41. SCHULMAN, J. H. & COMPTON, W. D. *Color center in solids*. Oxford, Pergamon, 1963.
42. SMOLUCHOWSKI, R. Dislocations in ionic crystals. *J. Phys., Paris*, 27, Colloque C3 (7/8, suppl.):C 3-3-C 3-11, 1966.
43. STEPANOV, V. A. & CHELNOKOV, V. A. Some properties of amplitude-dependent internal friction in aluminum at high deformation amplitudes. *Soviet Phys. solid St.*, New York, 10:173-7, 1968. [Trad. de: *Fizika tverd. Tela*, Moskva, 10:230-6, 1968].
44. STRUMANE, R. & DE BATIST, R. Temperature dependence of the dislocation line charge in sodium chloride single crystals. *Physica St. solidi*, New York, 6:817-21, 1964.
45. _____ et alii. Charged dislocations in sodium chloride single crystals. *Physica St. solidi*, New York, 3:1379-86, 1963.
46. TAKAMURA, J. et alii. Production of point defects due to plastic deformation in gold. *J. phys. Soc. Japan*, Tokyo, 18(suppl. 3):7-16, 1963.
47. TEUTONICO, L. et alii. Theory of the thermal breakaway of a pinned dislocation line with application to damping phenomena. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 35:220-34, 1964.
48. WEERTMAN, J. & WEERTMAN, J. R. *Elementary dislocation theory*. London, Mcmillan, 1971.
49. YAMAFUJI, K. & BAUER, C. L. Diffusion-controlled dislocation damping. *J. appl. Phys.*, Lancaster, Pa., 36:3288-94, 1965.
50. ZUEV, L. B. et alii. Interaction of dislocations and cation vacancies in LiF crystals. *Soviet Phys. solid St.*, New York, 12:1810-3, 1971. [Trad. de: *Fizika tverd. Tela*, Moskva, 12:2027-31, 1971].

