



**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**

**ESTUDO DE MECANISMOS DE PROPAGAÇÃO DE
DISCORDÂNCIAS EM INTERMETÁLICOS ORDENADOS Ni₃Al
PELO MÉTODO DE ATRITO INTERNO**

AROLDO JOSÉ MOURISCO

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área de Reatores
Nucleares de Potência e Tecnologia do
Combustível Nuclear.**

**Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

**São Paulo
1999**



* OU DOUTORADO

O MELHOR DE CALVIN/Bill Watterson

Jornal "O Estado de São Paulo"

setembro-1999



DEDICATÓRIA

À
Nb

AGRADECIMENTOS

À CAPES - pela concessão da bolsa institucional de doutorado e ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN-CNEN/SP) pelo apoio geral e uso das instalações.

Ao meu orientador no Brasil, Prof. Dr. Waldemar A. Monteiro, pelas sugestões e apoio durante a execução deste trabalho.

Aos amigos doutorandos e mestrandos do Lab. Met. do Pó do IPEN.

Aos funcionários do IPEN por sua paciência, mesmo com os baixos salários da época.

Ao Instituto de Engenharia Atômica (IGA) do Departamento de Física da Escola Politécnica Federal de Lausanne - Suíça, por me acolher em seus laboratórios no período de 1994 a 1997, quando noventa e cinco por cento dos resultados experimentais aqui apresentados foram obtidos.

Ao Fundo Nacional Suíço para a Pesquisa Científica (FNSRS- Fond National Suisse Pour la Recherche Scientifique) pelo único auxílio financeiro que tive no período em que estive na Suíça.

À Dra. Nadine L. Baluc, pela orientação deste trabalho na Suíça no período de janeiro de 1995 a fevereiro de 1997.

Aos amigos e funcionários do IGA

Aos doutores Sadamu Koshimizu e Luis Filipe C. P. de Lima pela colaboração e apoio neste trabalho.

Aos doutores Joel Boneville e Robert Schaller, do IGA, respectivamente pelo material (Ni_3Al) usado e pelos pêndulos usados neste trabalho.

ESTUDO DE MECANISMOS DE PROPAGAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS EM INTERMETÁLICOS ORDENADOS Ni_3Al PELO MÉTODO DE ATRITO INTERNO

Aroldo José Mourisco

Resumo

As propriedades mecânicas dos compostos intermetálicos com estrutura ordenada $L1_2$ têm sido alvo de extensivos estudos experimentais e modelos teóricos nos últimos 30 anos, e especialmente o Ni_3Al e seus similares estruturais. O foco desta atenção tem sido o aumento anômalo do limite de escoamento com a temperatura, que é observado sobre uma significativa faixa de temperatura, sob taxas de deformação constante. O presente trabalho tem por objetivo prover de novas informações sobre os mecanismos de controle de discordâncias durante deformações plásticas em intermetálicos ordenados $L1_2$ por meio de medidas de espectroscopia mecânica. Os materiais aqui estudados foram amostras monocristalinas e policristalinas, com composições nominais $\text{Ni}_{75}\text{Al}_{24}\text{Ta}_1$ e amostras monocristalinas de uma liga binária Ni_3Al . As medidas de espectroscopia mecânica foram feitas usando-se dois tipos de pêndulos de torção (livre e forçado) em amostras dos materiais, com diferentes orientações cristalográficas, nos estados “não-deformado” e pré-deformado plasticamente à temperatura de 300K e a 1300K.

As pesquisas aqui realizadas revelaram a ocorrência de dois fenômenos principais:

- a-) um aumento exponencial do fundo de atrito interno a altas temperaturas (acima de 1000K), que depende da quantidade de pré-deformação plástica introduzida, ou seja, da densidade de discordâncias.
- b-) um pico de atrito interno, bem definido, a uma temperatura de aproximadamente 950K para uma frequência de excitação de 1Hz. Este pico de relaxação tem uma energia de ativação de aproximadamente 3eV e uma intensidade que é fortemente dependente da orientação da amostra e da densidade de discordâncias. Neste caso, a intensidade deste pico diminui conforme se aumenta o grau de pré-deformação.

Ambos fenômenos estão estreitamente ligados ao modo de dissociação complexo das superdiscordâncias e à troca do mecanismo de deslizamento de discordâncias que ocorre no pico de anomalia do limite elástico (aproximadamente 900K) em relação com a mudança do sistema de escorregamento ativo.

STUDY OF MECHANISMS OF PROPAGATION OF DISLOCATIONS IN ORDERED INTERMETALLICS Ni₃Al BY INTERNAL FRICTION METHOD

Aroldo José Mourisco

Abstract

The mechanical properties of intermetallic compounds with the L₁₂ ordered structure have been the subject of extensive experimental studies and theoretical modelings for the past two decades, especially for Ni₃Al and its derivatives. The focus of this attention has been on the anomalous increase in the flow stress with temperature that is observed over a significant temperature range under constant strain rate deformation conditions. The present work is aimed at providing new information about the rate controlling dislocation mechanisms for plastic flow in L₁₂ intermetallic compounds by performing mechanical spectroscopy measurements. The material used in this study is a single crystalline Ni₃Al alloy of nominal composition Ni₇₅Al₂₄Ta₁. Mechanical loss measurements were performed, using torsion pendulums, in samples having different crystallographic orientations, on samples in the states as-cast and pre-deformed plastically at 300K and at 1300K.

This investigation revealed the occurrence of two main phenomena:

- a-) an enhancement of the exponential internal friction background at high temperatures (above 1000K), which depends on the amount of pre-deformation, that is, on dislocation density.
- b-) a well-defined internal friction peak at a temperature of about 950K for an excitation frequency of 1Hz. This relaxation peak has an activation energy of about 3eV and a height that is strongly dependent on sample orientation and dislocation density. In the latter case, the peak height is observed to decrease as pre-deformation increases.

Both phenomena are due to point defects, related to the complex dissociation mode of superdislocations and to the change in dislocation mechanisms occurring at the peak temperature in flow stress (about 900K) in relationship with a change in active slip systems.

Sumário

Capítulo I

Introdução I.- O COMPOSTO INTERMETÁLICO ORDENADO Ni₃Al

<u>I.1.- A estrutura cristalográfica L1₂</u>	1
<u>I.2.- Discordâncias em Estruturas L1₂</u>	3
<u>I.3.- O Contorno de Antifase (APB)</u>	4
<u>I.3.- Propriedades Mecânicas Gerais</u>	6
<u>I.4.- Anomalia de Limite Elástico - Modelos Teóricos</u>	8
<u>I.5.- Efeito da Composição Química nas Propriedades do Ni₃Al</u>	13

Capítulo II

Introdução II.- ESPECTROSCOPIA MECÂNICA	16
<u>II.1.- Elasticidade</u>	16
<u>II.2.- Anelasticidade</u>	20
<u>II.3.- Técnicas de Medida de Elasticidade</u>	26
II.3.1.- Pêndulo de Torção Livre.....	27
<u>II.4.- Parâmetros de Ativação Mensuráveis por Espectroscopia Mecânica</u>	29
II.4.1.- Entalpia de Ativação.....	29
II.4.2.- Volume de Ativação.....	31
II.4.3.- Largura do Pico de Atrito Interno.....	31
<u>II.5.- Alguns Defeitos Microestruturais Detectados por Atrito Interno</u>	35
II.5.1.- Assinatura da Relaxação de Defeitos Pontuais.....	35
II.5.1.A.- Assinatura da Relaxação Devido a Átomos Intersticiais ou Pico de Snoek.....	36
II.5.1.B.- Assinatura da Relaxação Devido a Átomos Substitucionais ou Pico de Zener.....	37
II.5.2.- Assinatura da Relaxação Devido a Discordâncias ou Pico de Bordoni.....	38
II.5.3.- Comparação de espectros de AI relativos a discordâncias e a defeitos pontuais.....	40

Capítulo III.- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

<u>III.1.- Materiais</u>	42
--------------------------------	----

III.1.1.- Observações via Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura.....	43
III.1.2.- Observações via Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	43
<u>III.2.-Métodos.....</u>	44
III.2.1.- Tamanhos e Orientações das Amostras.....	44
III.2.2.- Fator de Schmid em Torção.....	45
III.2.3.- Equipamentos de Espectroscopia Mecânica.....	46
III.2.3.1.- Pêndulo de Torção Livre.....	47
III.2.3.2.- Pêndulo de Torção Forçado.....	53
<u>III.2.4.- Procedimento de Medidas para cada Pêndulo.....</u>	56

Capítulo IV.- RESULTADOS EXPERIMENTAIS

<u>IV.1.- Características dos Materiais.....</u>	58
<u>IV.2.- Espectroscopia Mecânica em Função da Temperatura.....</u>	63
<u>IV.2.1.- Amostras do Espécime Ni₃AlTa.....</u>	64
IV.2.1.1.- Efeito da Frequência de Oscilação.....	64
IV.2.1.2.- Efeito da Pré-deformação.....	65
IV.2.1.3.- Efeito da Amplitude de Excitação.....	72
<u>IV.2.2.- Espectros de Atrito Interno Segundo Diferentes Orientações e Espécimes.....</u>	79
<u>IV.2.1.3.- Amostras Monocristalinas com Orientação - <110>.....</u>	80
IV.2.1.3.1.- Efeito da Pré-deformação.....	80
IV.2.1.3.2.- Efeito da Amplitude de Excitação.....	81
<u>IV.2.4 - Ni₃Al Binário.....</u>	83
IV.2.1.4.1.- Efeito da Pré-deformação.....	83
IV.2.1.4.2.- Efeito da Amplitude de Excitação.....	84
<u>IV.2.5. - Amostras Deformadas a Temperatura Ambiente - 1º aquecimento.....</u>	86
<u>IV.3. - Parâmetros de Ativação.....</u>	87
IV.3.1. - Entalpia de Ativação.....	87
IV.3.2. - Medidas de Volume de Ativação.....	90
IV.3.3.- Largura do Pico.....	92
<u>IV.4.- Módulo de Cisalhamento Dinâmico.....</u>	93

Capítulo V.- DISCUSSÃO.....	95
<u>V.1.- Microestrutura de Solidificação.....</u>	<u>95</u>
<u>V.2.- Interpretação das Medidas de Espectroscopia Mecânica.....</u>	<u>98</u>
V.2.1.- Critério de Modelos de Pré-Deformação.....	99
V.2.2.- Critério de Modelos Relativos a Discordâncias.....	101
V.2.3.- Critério de Parâmetros de Ativação.....	103
V.2.4.- Critério Considerando as Amplitudes de Excitação.....	105
<u>V.3.- Estudo do Módulo de Cisalhamento.....</u>	<u>107</u>
CONCLUSÕES.....	121
Apêndice A - Tensão Crítica Projetada em Torção.....	122
Apêndice B.- Deformação Por Torção.....	124
REFERÊNCIAS.....	136

Lista de Figuras

Capítulo 1

- Figura I.1.- A célula unitária de estrutura $L1_2$ da liga Ni_3Al2
- Figura I.2.- Desenhos esquemáticos das possíveis formas de dissociação nas estruturas tipo $L1_2$4
- Figura I.3.- Comportamento anômalo do limite elástico da liga Ni_3Al para diferentes deformações.....7
- Figura I.4.- (a)-Tensão Crítica Resolvida determinada experimentalmente segundo diferentes orientações cristalográficas em função da temperatura; (b)- Assimetria de posição do pico de anomalia de limite elástico detectada entre ensaios de tração e compressão do mesmo material.....8
- Figura I.5.- Representação esquemática das três regiões características de dependência do limite de escoamento com a temperatura para ligas ordenadas Ni_3Al10
- Figura I.6.- (a) o modelo PPV mostrando a seqüência de constrição de uma CSF [A], seguido de escorregamento desviado num plano tipo (010) [B] até uma largura e comprimento críticos do duplo “kink” num plano cúbico de escorregamento desviado [C] e, finalmente, a redissociação em superparciais num plano octaédrico [D]; (b) a barreira de ativação como sendo proporcional à energia da CSF.....11
- Figura I.7.- Tensão crítica média obtida a 0,2% de deformação plástica em função da temperatura de deformação T, com indicação dos regimes de temperatura relativos aos mecanismos de movimentação de discordâncias envolvidos.....13

Capítulo 2

- Figura II.1.- Resposta anelástica de um corpo sujeito a tensões fracas.....20
- Figura II.2.- Modelo do sólido anelástico padrão.....22
- Figura II.3.- Diagrama de vetores representando a defasagem entre tensão e deformação..23

Figura II.4.-	Os valores calculados dos coeficientes de compliance S_1 e S_2 em função de $\log(wt_\sigma)$	26
Figura II.5.-	Desenho esquemático mostrando o decréscimo livre de amplitude durante um ciclo de medida de atrito interno.....	27
Figura II.6.-	Relação ente tensão aplicada (s) e a deformação (e) em um pêndulo de torção forçado.....	29
Figura II.7.-	Espectros de atrito interno normalizados, mostrando a posição da leitura da intensidade para o cálculo do parâmetro de alargamento do pico.....	34
Figura II.8.-	Pico de Snoek mostrando; (a) o modelo de relaxação com as possíveis posições dos átomos intersticiais num reticulado CCC, (b) picos de atrito interno relativos a átomos de oxigênio e nitrogênio em liga de nióbio.....	36
Figura II.9.-	Aspectos gerais de um pico de Zener; (a) Representação esquemática da distorção responsável por este pico, mostrando o deslocamento anelástico do dipolo formado por átomos de soluto; (b) pico de atrito interno em uma liga Ag-Zn para várias concentrações de (% at). de Zn.....	38
Figura II.10.-	Aspectos de um pico de Bordoni; (a) desenho esquemático do desancoramento de discordâncias; (b) espectro de um pico de Bordoni em liga de ferro.....	39

Capítulo 3

Figura III.1.-	Representação esquemática das diferentes orientações das amostras exemplificando a posição dos dois planos que compõem os dois sistemas de escorregamento (relativos aos respectivos domínios de temperaturas) em relação às orientações das amostras.....	45
Figura III.2.-	Vista geral do pêndulo de torção livre mostrando a câmara de vácuo do pêndulo, erguida (seta A), e algumas partes internas expostas (seta B).....	50
Figura III.3.-	Desenho esquemático do pêndulo de torção livre ressaltando seus principais componentes.....	51
Figura III.4.-	Fotografia de algumas partes do pêndulo livre mostrando; (a-) balança inercial mostrando os braços em S com os imãs permanentes (seta A) e um espelho de deflexão do laser (seta B), (b-) balança com pesos inerciais (setas A) e bobinas posicionadas (seta B), (pinças para fixação da amostra (seta A), (c-) pinças	

	para fixação da amostra, (d-) fixação da haste da amostra contendo o forno elétrico (seta), (e-) forno.....	52
Figura III.5.-	Pêndulo de torção forçado; (a-) vista geral do equipamento, (b-) foto da parte central do pêndulo mostrando o forno (seta A) e a amostra de referência (seta B).....	54
Figura III.6.-	Desenho esquemático do pêndulo de torção forçado ressaltando seus principais componentes.....	55

Capítulo 4

Figura IV.1.1.-	Microscopia Óptica dos espécimes como-recebidos; (a) Ni ₃ AlTa, (b) Ni ₃ Al..	59
Figura IV.1.2.-	MET dos espécimes Ni ₃ AlTa, como-recebidos, mostrando a distribuição de superdiscordâncias, próximo ao eixo de zona [001], com a direção [110] normal à lâmina.....	60
Figura IV.1.3.-	MET dos espécimes binários Ni ₃ Al, como-recebidos, mostrando a distribuição de superdiscordâncias, próximo ao eixo de zona [001], com a direção [110] normal à lâmina.....	61
Figura IV.1.4.-	MET dos espécimens como-recebidos, mostrando arranjo de discordâncias. (a) Ni ₃ AlTa, (b) Ni ₃ Al.....	62
Figura IV.2.1.-	Um típico espectro de atrito interno para a direção <111> da amostra Ni ₃ AlTa mostrando as principais características observadas para todos os tipos de amostras; amplitude de excitação de 5x10 ⁻⁴ e taxa de 2K/min.....	63
Figura IV.2.2.-	Efeito da frequência de oscilação durante as medidas de atrito interno para amostras de Ni ₃ AlTa com orientação de eixo <111> não-deformadas; amplitude de excitação de 5x10 ⁻⁴ e taxa de 2K/min.....	64
Figura IV.2.3.-(a)	Espectros de <i>AI</i> para amostras Ni ₃ AlTa com orientação de eixo <111>, no estado como-recebido e deformadas plasticamente a 2,5%; 10 e 20% a 300K, 2K/min. e 5x10 ⁻⁴	65
Figura IV.2.3.-(b)	Espectros de <i>AI</i> para amostras Ni ₃ AlTa com orientação de eixo <111>, no estado como-recebido e deformadas plasticamente a 2,5%; 10 e 20% a 1300K, 2K/min. e 5x10 ⁻⁴	66

- Figura IV.2.4.-(a) Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa com orientação de eixo $\langle 001 \rangle$, no estado não-deformado e com deformações plásticas de 2,5%; 10 e 20% a 300K; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....69
- Figura IV.2.4.-(b) Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa com orientação de eixo $\langle 001 \rangle$, nos estados não-deformadas, com deformações plásticas de 2,5%; 10 e 20% deformadas plasticamente a 1300K; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....70
- Figura IV.2.5.-(a) Espectros de atrito interno das amostras Ni_3AlTa , com eixo segundo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, deformados plasticamente, sob torção, a 300K e a 1300K: 2,5%; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....71
- Figura IV.2.5.-(b,c) Espectros de atrito interno das amostras Ni_3AlTa , com eixo segundo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, deformados plasticamente, sob torção, a 300K e a 1300K: (b) 10% ; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min. (c) 20%; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....72
- Figura IV.2.6.-(a,b) Espectros de AI para amostras $Ni_3AlTa \langle 111 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): (a) não-deformada, (b) com 10% de deformação a 300K:.....74
- Figura IV.2.6.-(c) Espectros de AI para amostra $Ni_3AlTa \langle 111 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): com 10% de deformação a 1300K75
- Figura IV.2.7.-(a,b) Espectros de atrito interno para amostra $Ni_3AlTa \langle 001 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): (a) não-deformada, (b) com 10% de deformação a 300K, (2K/min.).....76
- Figura IV.2.7.-(c) Espectros de atrito interno para amostra $Ni_3AlTa \langle 001 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}) com 10% de deformação a 1300K.77
- Figura IV.2.8.- Espectros de atrito interno para amostras $Ni_3AlTa \langle 111 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): (a) não-deformadas e (b) deformada 10% a 300K e (c) deformada 10% a 1300K (2K/min.).....78
- Figura IV.2.9.- Espectros de atrito interno em função de temperatura para amostras policristalinas e monocristalinas de Ni_3AlTa nas três orientações cristalográficas, bem como de amostras binárias Ni_3Al79

- Figura IV.2.10.- Medidas de atrito interno, executadas com amplitudes de excitação de 5×10^{-4} para as amostras policristalinas de Ni_3AlTa no estado como-recebido e com deformação de 2,5% à temperatura ambiente e a 1300K.....81
- Figura IV.2.11- Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa policristalinas, nos estados não-deformadas, com deformações plásticas de 2,5%; 10 e 20%: deformadas plasticamente a 300K; amplitude de excitação de 1×10^{-5} e 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....82
- Figura IV.2.12.- Espectros de atrito interno das amostras Ni_3Al-b , com eixo segundo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, deformados plasticamente, sob torção, a 300K e a 1300K: 2,5%; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....84
- Figura IV.2.13.- Espectros de atrito interno para amostras Ni_3Al-b com orientação de eixo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, com deformações plásticas de 10%: deformadas plasticamente a 300K; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.....85
- Figura IV.2.14.- (a) Amostras de Ni_3AlTa com orientação $\langle 111 \rangle$ durante o primeiro aquecimento após deformações plásticas de 2,5, 10 e 20% à temperatura ambiente.....86
- Figura IV.2.14.- (b) Amostras de Ni_3AlTa com orientação $\langle 001 \rangle$ durante o primeiro aquecimento após deformações plásticas de 2,5, 10 e 20% à temperatura ambiente.....87
- Figura IV.3.1.- Entalpia de ativação exemplificando, para amostras policristalinas, o método de cálculo usado.....89
- Figura IV.3.2.- Volume de ativação do **HTIFB** exemplificado para a amostra $Ni_3AlTa-\langle 001 \rangle$ e mostrando a equação utilizada no cálculo.....91
- Figura IV.3.3.- Coeficiente de alargamento do pico-**AI** exemplificando os cálculos executados para o espécime Ni_3AlTa com orientação $\langle 111 \rangle$93
- Figura IV.4.1.- Módulo de Cisalhamento Dinâmico em função da temperatura para espécimes de Ni_3AlTa com orientações de eixos $\langle 111 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$94

Capítulo 5

- Figura V.1.- Os dois picos de atrito interno detectados por Chakib.....106

Figura V.2.-	Os dois picos de atrito interno detectados por Herman.....	102
Figura V.3.-	Volume de ativação aparente (V_a) e volume de ativação efetivo (V_{eff}) medidos a 420K, sob compressão do eixo [-123], em função da deformação, usando-se a tensão CRSS para uma liga Ni_3AlTa	105
Figura V.4.-	Valores calculados das constantes elásticas C_{11} , C_{12} e C_{44} , bem como valores das constantes K_s e do fator de anisotropia A , todos em função da temperatura.....	109

Apêndice A

Figura A.1.-	Coordenadas para um monocristal cilíndrico sob torção.....	112
Figura A.2.-	Plotagem estereográfica dos fatores de tensão de cisalhamento resolvida m_1 e m_2	113

Apêndice B

Figura B.I.-	Barra com seção transversal circular fixa em uma das extremidades ($z = 0$) e sujeita a um torque T em sua extremidade livre ($z = L$); (a) seção longitudinal, (b) seção transversal, (c) seção transversal quando submetida a deformação plástica.....	125
Figura B.II.-	(a)- barra sob torção com seção transversal uniforme e forma genérica.(b)- vista genérica da seção transversal da barra sob torção.....	127
Figura B.III.-	Superfície de uma função de tensão para uma seção transversal deformada totalmente plasticamente:(a) vista superior; (b) vista lateral.....	130
Figura B.IV.-	Analogia da Membrana Elástica: (a)- vista plana; (b)- vista de topo.....	131
Figure B.V.-	(a) barra retangular fina sujeita a torção; (b) duas vistas da analogia com membrana assumidas para barras retangulares finas sujeitas a torção.....	132
Figure B.VI.-	Analogia com membrana na região plástica. (a) seção de uma barra não carregada, (b) contorno da membrana para tensões elásticas, (c) início de regiões plásticas em A , (d) tensões em regiões plásticas, (e) contornos para regiões parcialmente plásticas, (f) teto limitante.....	135

Lista de Tabelas

Capítulo 1

Tabela I.1.-	Energias de APB para Ni ₃ Al de diferentes composições químicas e usando-se diferentes métodos.....	5
--------------	--	---

Capítulo 2

Tabela II.1.-	Algumas das mais usuais relações para cristais isotrópicos cúbicos.....	18
Tabela II.2.-	Valores das constantes elásticas (C_{ij}) fator de anisotropia (A) e módulo de cisalhamento (K_s) medidos por diferentes autores para ligas Ni ₃ Al.....	19
Tabela II.3.-	Comparação dos parâmetros de picos de atrito interno relativos a defeitos pontuais e os relativos a discordâncias.....	40

Capítulo 3

Tabela III.1.-	O fator de Schmid em torção para as três orientações.....	46
Tabela III.2.-	Principais características técnicas dos pêndulos de torção utilizados.....	47

Capítulo 4

Tabela IV.1.-	Entalpia de Ativação e constante de proporcionalidade t_0 para os espécimes Ni ₃ AlTa policristalinos bem como para monocristalinos de orientações <001> e <111>.....	88
Tabela IV.2.-	Volumes de ativação para o Ni ₃ AlTa com orientações <001> e <111>.....	91

Capítulo 5

Tabela V.1.-	Resultados Experimentais de E e ν , como também valores de G para diferentes orientações.....	110
--------------	---	-----

Capítulo I

INTRODUÇÃO I

O COMPOSTO INTERMETÁLICO ORDENADO Ni₃Al

I.1.- Estrutura Cristalográfica e Grau de Ordem

Partindo de um enfoque cristalográfico, a fase Ni₃Al apresenta estrutura cristalográfica do tipo L1₂ de acordo com a notação do Strukturbericht, que consiste de quatro sub-retículos cúbicos simples interpenetrados. Um desses sub-retículos é ocupado por átomos de Al e os três restantes por átomos de Ni. A estrutura L1₂ conserva a simetria cúbica (grupo espacial cP4). Esta estrutura, para o Ni₃Al, apresenta átomos de Al nos vértices e átomos de Ni no centro das faces de sua célula unitária, como mostrado na Fig. I.1 [(Sun, 1995) e (Dimiduk, 1989)]. Alguns autores descrevem equivocadamente este tipo de estrutura como sendo uma estrutura derivada do retículo CFC. O retículo elementar do Ni₃Al possui o parâmetro de rede **a** igual a 0,356nm e pode ser ligeiramente modificado pela presença de átomos substitucionais. Este composto ainda apresenta um fator de estrutura que pode ser descrito pela equação (I.1) para reflexões de planos de índices **hkl** (Friedel, 1974).

$$F_{hkl} = f_{Al} + f_{Ni} [\exp i(h+k) + \exp i(k+l) + \exp i(l+h)] \dots(I.1)$$

onde **f_{Al}** e **f_{Ni}** são os fatores de difusão do alumínio e do níquel, respectivamente.

As intensidades das reflexões (**I_{hkl}**) diferem entre planos de índice (**hkl**) contendo algarismos pares e algarismos ímpares e podem ser descritas, respectivamente, pelas equações (I.2) e (I.3) abaixo [(Neveau, 1991) e (Hirsch, 1977)]:

$$I_{hkl} = |F_{hkl}|^2 = |f_{Al} + 3f_{Ni}|^2 \dots(I.2)$$

$$I_{hkl} = |F_{hkl}|^2 = |f_{Al} - f_{Ni}|^2 \dots(I.3)$$

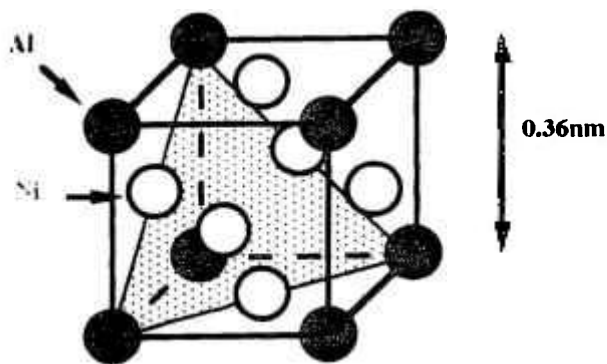


Figura I.1.- A célula unitária de estrutura $L1_2$ do liga Ni_3Al .

Dessa forma, os pontos de reflexão denominados pontos proibidos para uma liga desordenada de estrutura CFC aparecerão como pontos menos intensos em ligas ordenadas do tipo $L1_2$. De acordo com o diagrama binário Ni-Al, a liga Ni_3Al existe numa estreita composição que vai de 23 a 27,5 em porcentagem atômica de Al à temperatura ambiente (Nash, 1991). Tal liga exibe um parâmetro de ordem de longo alcance maior que 0,93, mantendo-se aproximadamente constante numa faixa de temperatura entre 25 a 1000°C (Cahn, 1987: 2737). O parâmetro de ordem de longo alcance é definido como a probabilidade de uma dada posição reticular ser ocupada por uma dada espécie atômica. Esta probabilidade pode variar de $1/n$ (n é igual ao número de espécies atômicas), que corresponde a uma estrutura desordenada, até 01 , que corresponde a uma estrutura completamente ordenada. A presença de defeitos estruturais tende a diminuir esse grau de ordem. Dependendo da liga, a fase ordenada pode ser encontrada apenas a baixas temperaturas e o grau de ordem muda à medida que a temperatura aumenta. Este fenômeno é denominado transformação ordem-desordem.

Dois tipos básicos de transformação ordem-desordem são descritos pela literatura: um primeiro tipo onde este grau de ordem diminui continuamente e de maneira significativa até a temperatura atingir o valor crítico, onde a estrutura se torna completamente desordenada; e um segundo tipo que varia lentamente até uma temperatura crítica, a partir da qual o grau de ordem diminui de maneira abrupta. Alguns autores (Friedel, 1974) têm chamado a atenção para o fato de que algumas ligas ordenadas e consideradas estáveis, mesmo a temperaturas muito próximas de seus pontos de fusão, podem apresentar de fato uma cinética de transformação ordem-desordem muito lenta, o que dá uma falsa impressão que tais ligas não sofrem mudanças de ordem até seus respectivos pontos de fusão. Cahn *et al.* (Cahn, 1987: 2753), estudando o diagrama metaestável Ni-Al, afirmam, através de cálculos termodinâmicos,

que a temperatura de transformação ordem-desordem para a liga Ni_3Al estequiométrica seria 1538°C , ou seja, superior à temperatura de fusão (1395°C). Desta forma, a temperatura crítica para essa liga é aceita como sendo sua temperatura de fusão.

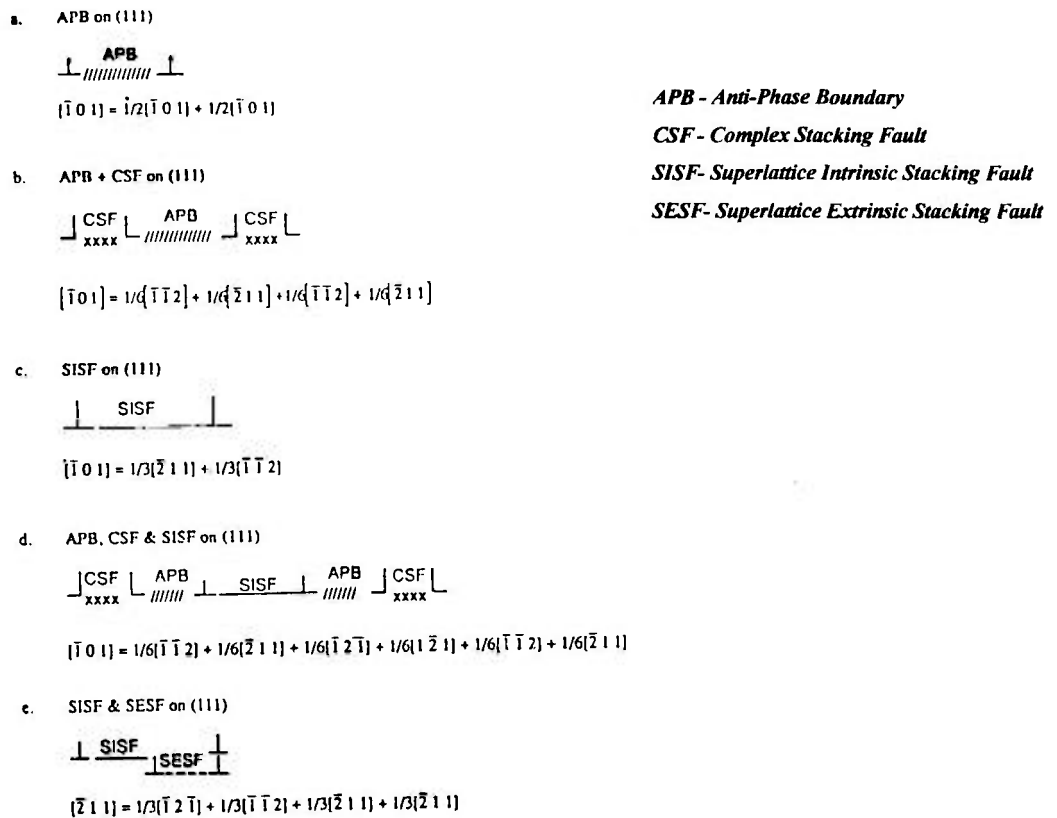
I.2.- Discordâncias em Estruturas $L1_2$

Os vetores de translação do reticulado tendo as menores magnitudes são considerados, em geral, os primeiros possíveis vetores de Burgers de discordâncias perfeitas, uma vez que eles fornecem os menores valores de energia pelo critério de primeira ordem de Frank (Friedel, 1974). Para uma estrutura tipo $L1_2$, as direções tipo $\langle 001 \rangle$ da célula primitiva são as melhores candidatas. No entanto, à temperatura ambiente e a temperaturas intermediárias, discordâncias perfeitas na estrutura $L1_2$ são geralmente observadas como sendo do tipo $\langle 110 \rangle$. Discordâncias perfeitas em uma estrutura tipo CFC são, na liga Ni_3Al , superparciais que compõem uma superdiscordância e apresentam vetor de Burgers $b = a/2\langle 110 \rangle$.

As possíveis reações de dissociação dessas superdiscordâncias foram revistas por Pope e Ezz (Pope, 1984) e são apresentadas na Fig. I.2. Observações via Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) com uso das técnicas de “weak-beam”, MET de Alta Resolução e Simulação de Imagens por computador (Baluc, 1990) confirmaram a predominância dos primeiros três esquemas de dissociação de discordâncias mostrados na Fig. I.2.

Em temperaturas intermediárias, nas ligas ordenadas Ni_3Al , a dissociação de uma superdiscordância com vetor de Burgers $b = a/2\langle 110 \rangle$ ocorre geralmente pela formação de um Contorno de Anti-Fase (APB) nos planos cúbico ou octaédrico. Um APB é um defeito planar do tipo químico que é produzido em ligas ordenadas pelo escorregamento de discordâncias imperfeitas. Numa estrutura do tipo $L1_2$, o movimento de uma superparcial destrói a ordem da estrutura $L1_2$ levando à criação de um APB. A ordem é restabelecida pelo movimento no mesmo plano de uma segunda superparcial.

O principal sistema de escorregamento a baixas temperaturas e temperaturas intermediárias é o $\langle 110 \rangle\{111\}$ e, acima do chamado pico de anomalia de limite elástico (termo a ser discutido a seguir), o sistema de escorregamento passa a ser do tipo $\langle 110 \rangle\{001\}$ [(Dimiduk, 1989) e (Ezz, 1982)].



APB - Anti-Phase Boundary
 CSF - Complex Stacking Fault
 SISF - Superlattice Intrinsic Stacking Fault
 SESF - Superlattice Extrinsic Stacking Fault

Figura I.2.- Desenhos esquemáticos das possíveis formas de dissociação nas estruturas tipo $L1_2$.

I.3.- O Contorno de Antifase (APB)

O contorno de antifase (APB) pode ser classificado em dois tipos: a-) aquele formado por cisalhamento puro, sem mudança de estequiometria no contorno, que é chamado conservativo e envolve dissociação de discordâncias por escorregamento; b-) aquele formado por combinação de um cisalhamento puro e remoção (ou inserção) de uma camada de material, e assim, apresentando uma composição no contorno diferente do restante do material, e então, chamado de não-conservativo.

Em ligas ordenadas há duas maneiras distintas, através dos quais uma APB pode ser formada: transformação ordem-desordem e dissociação de discordâncias. Para o Ni_3Al , o processo mais importante é o mecanismo de discordâncias, onde uma APB aparece na forma de uma “fita estreita” ligando duas discordâncias parciais. Desta forma, os APB’s constituem

* manteve-se as siglas em inglês por serem mais conhecidas e/ou utilizadas na literatura.

barreiras efetivas à propagação de discordâncias, tendo um papel importante nas propriedades mecânicas destas ligas.

Nos métodos de cálculo desenvolvidos na década de 60 (Flinn, 1960), supos-se que a energia de APB era associada principalmente à interação entre átomos vizinhos mais próximos, dentro da APB. Este método predizia que em estruturas $L1_2$, a energia de APB deve ser altamente anisotrópica com um máximo num plano do tipo $\{111\}$ e mínima em $\{001\}$. Medidas mais recentes de APB's, feitas por meio de observações via MET, têm mostrado que em ligas $L1_2$, a anisotropia da energia de APB é de fato muito pequena. Os diversos resultados, obtidos por diversos métodos de medida de APB, são mostrados na Tabela I.1.

Tabela I.1.- Energias de APB para Ni_3Al de diferentes composições químicas e usando-se diferentes métodos.

<i>Composição (at%)</i>	γ_{111} (mJm^{-2})	γ_{001} (mJm^{-2})	<i>Método</i>
Ni_3Al	139 - 255	-o-	Tc
23,5 Al	-o-	149 ± 12	HREM
22,9 Al	169 ± 19	104 ± 8	WB
24,2 Al	163 ± 21	122 ± 11	WB
25,9 Al	190 ± 26	170 ± 21	WB
24,7 Al, 1,0 Ta	165	155	WB
22,7 Al, 0,26 Hf	150 ± 20	120 ± 20	WB
Ni_3Al	142	83	EAM (n) ^b
Ni_3Al	96	28	EAM (n)
Ni_3Al	220	140	F-LAPW(n)

Tc- temperatura de transição ordem-/desordem

MET/WB- Microsc. Eletrônica de Transmissão com uso da técnica de Feixe-Fraco (Weak Beam)

EAM- Embedded Atom Method (simulação)

F-LAPW- Full Potential Linearized Argumented Plane Wave

REF: [(Sun, 1995), (Baluc, 1990)]

A energia de APB tem sido apontada como sendo relacionada com a estabilidade da estrutura ordenada versus a estrutura desordenada, sendo refletida pelo relacionamento entre a energia de APB e a temperatura crítica de transição ordem-desordem. Tem sido aceito que quanto maior a temperatura de transição, maior será a energia de APB (Cahn, 1987: 2737).

O APB, mesmo para estruturas relaxadas, é termodinamicamente instável, porque envolve um aumento da energia interna, mas com entropia extra muito pequena para compensar. Configurações termodinamicamente equilibradas envolveriam um aumento do grau de aleatoriedade próximo ao contorno, que pode aparecer tanto na redução da ordem local, como na segregação de impurezas ou excesso de átomos para o contorno. Segregação de

lacunas para APB's tem também sido mostrado contribuir para o aumento da entropia conservadora, e assim, para uma diminuição da energia interna. Observações via MET de APB's acoplado discordâncias superparciais, tem mostrado um aumento da largura desse contorno com o aumento da temperatura de recozimento, sugerindo uma diminuição da energia de APB com esse aumento de temperatura. Para composições não-estequiométricas, a diminuição do grau de ordem é mais pronunciada, com maior segregação da maioria dos átomos para o APB. Pesquisas (Wu, 1990) relativas a segregação de elementos de liga para um plano do tipo $\{111\}$ do APB, em compostos com estrutura $L1_2$ do tipo A_3B , mostram que há um empobrecimento de átomos do tipo **A** e enriquecimento de átomos do tipo **B** em planos do tipo $\{111\}$, se os elementos ternários (ex.: Ta) ocuparem preferencialmente as posições **B**.

A largura de uma APB é definida como a distância dentro de uma APB, na qual o grau de ordem torna-se essencialmente o mesmo que no resto do material. Por exemplo, a largura de uma APB, a 97% da temperatura crítica de transição, é de aproximadamente 10 distâncias interplanares.

I.4.- Propriedades Mecânicas Gerais

As propriedades mecânicas dos compostos intermetálicos com estrutura tipo $L1_2$ têm sido alvo de extensivos estudos experimentais e modelos teóricos nas duas décadas passadas [(Thornton, 1970), (Takeuchi, 1973) e (Kear, 1969)], especialmente, o Ni_3Al e seus derivados, devido à anomalia de limite elástico. Tais estudos têm como alvo o aumento anômalo do limite elástico com o aumento de temperatura, que é observado em um significativo intervalo de temperatura sob taxas de deformação constante como mostrado na Fig. I.3. Este aumento de limite elástico é denominado anômalo em contraste com a diminuição do limite elástico com o aumento de temperatura que se pode observar para muitos metais puros e ligas.

Pode-se observar ainda na Fig. I.3 que o pico de limite elástico diminui em magnitude com a diminuição das amplitudes de deformação desaparecendo praticamente quando a tensão é medida a baixos níveis de deformação, ou seja, níveis iguais ou menores do que 10^{-5} .

Outros estudos constataram que a posição desse pico de anomalia de limite elástico depende não somente da temperatura e taxas de deformações, mas também da composição

química, tanto no que se refere ao desvio da composição estequiométrica, quanto à introdução de elementos de liga.

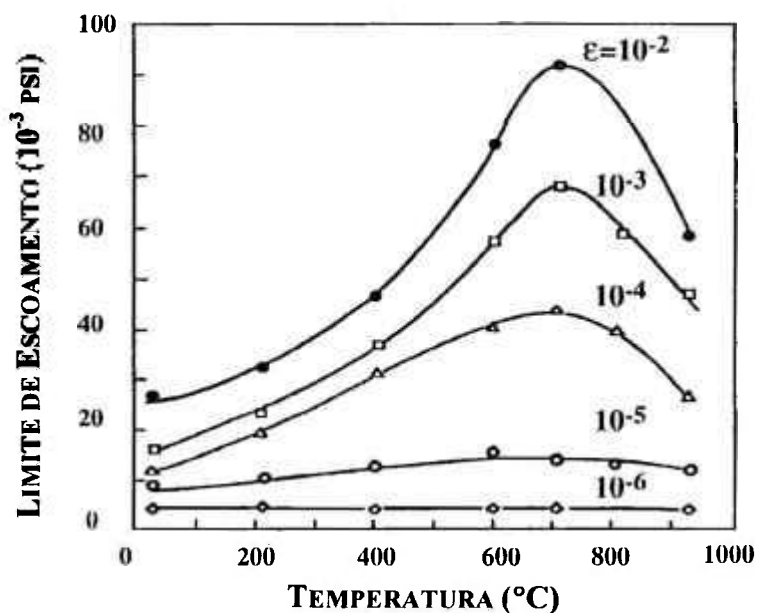
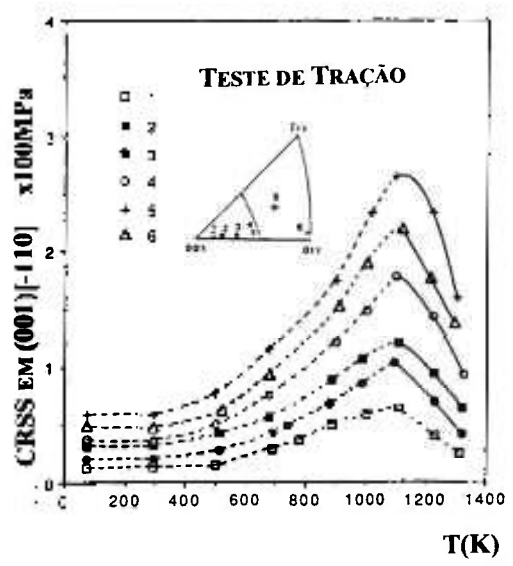


Figura I.3.- Comportamento anômalo do limite elástico da liga Ni₃Al para diferentes deformações [Thornton, 1970].

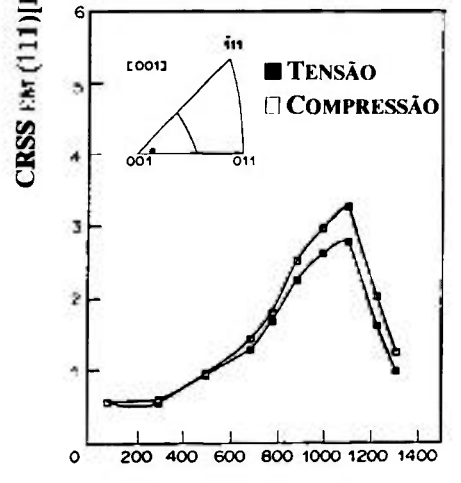
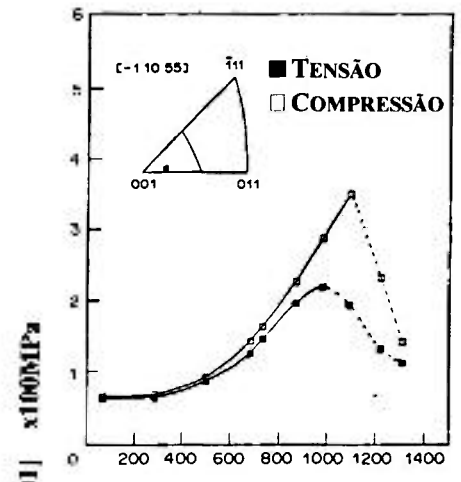
Verificou-se ainda que, muitos compostos intermetálicos ordenados do tipo A₃B, como a liga Ni₃Al, não obedecem a Lei de Schmid (Fig. I.4(a)) e, desta forma, a *Tensão de Cisalhamento Crítica Resolvida* (CRSS= Critical Resolved Shear Stress) para essas ligas, ao contrário do comportamento normal dos monocristais, depende da orientação cristalográfica da amostra ensaiada [(Paidar, 1984) e (Heredia, 1991)].

Também observou-se que esse pico de anomalia de limite elástico entre testes de tração e compressão não se apresentava na mesma posição como mostrado na Fig. I.4(b).



Curvas de 1 a 6 mostrando diferentes CRSS para diferentes orientações de uma mesmo material (Ni_3Al), caracterizando uma desobediência a Lei de Schmid

(a)



(b)

Figura I.4.- Liga Ni_3Al binária; (a)- CRSS para o sistema (001)[-110], determinada experimentalmente, em ensaio de tração, segundo seis diferentes orientações cristalográficas, em função da temperatura; (b)- Assimetria de posição do pico de anomalia de limite elástico detectada entre ensaios de tração e compressão para o sistema (111)[001] do mesmo material, para eixos [001] e [-1 10 55]. (Heredia, 1991:2027)

I.4.- Anomalia de Limite Elástico - Modelos Teóricos

Westbrook (Westbrook, 1957) tem sido apontado como sendo o primeiro a detectar, em 1957, a presença dessa anomalia nessas ligas através de medidas de dureza a quente.

Inúmeros modelos foram e têm sido feitos visando explicar a anomalia de limite elástico das ligas Ni_3Al . Tais modelos têm sido denominados segundo seus mecanismos mais fundamentais, sendo os mais conhecidos:

- Modelo de Interação de Discordâncias
- Modelo “Locking-Unlocking”
- Modelo de “Pinning Point”
- Modelo de “Superkink”

Não se tem por objetivo aqui descrever de maneira pormenorizada todos os mecanismos acima citados. Sendo assim, serão descritos apenas três modelos: um primeiro, que associa o pico de anomalia de limite elástico a uma mudança de sistema de escorregamento, um segundo, que, pela primeira vez, trata esse comportamento anômalo de estruturas tipo $L1_2$ em termos de processo termicamente ativado e, um terceiro, mais abrangente e recente, desenvolvido por Pope, Paidar e Vitek (Paidar, 1984), que se baseia no segundo modelo citado. Ressalta-se que, mesmo se tratando de um modelo mais abrangente, esse último não consegue explicar todas os detalhes do comportamento dessas ligas.

Observou-se que (Thornton, 1970) o limite elástico, em função da temperatura (Fig. I.3), era essencialmente atérmico quando medido em regime de microdeformações ($\epsilon=10^{-5}$) e que em amostras deformadas a temperaturas superiores a 400°C, o escorregamento era cúbico. Baseados em observações via MET, concluiu-se que o escorregamento cúbico governava o limite de escoamento a altas temperaturas e que a anomalia de limite elástico poderia ser vista como uma transição contínua de estágio de “*easy-glide*” à temperatura ambiente para um escoamento com alto endurecimento por encruamento a maiores temperaturas e, sendo assim, o mecanismo de endurecimento por encruamento deveria ser devido à formação de uma configuração de superdiscordâncias denominada *cadeado de Kear-Wilsdorf* [(Kear, 1969), (Horton, 1991), (Pope, 1984)].

Takeuchi et al. (Takeuchi, 1973 e 1979) estudando monocristais de Ni_3Ga (estrutura ordenada $L1_2$) distinguiram três regiões nas curvas tensão-deformação como mostrado na Fig. I.5. Na região I, a tensão foi relacionada a um efeito de endurecimento por solução sólida devido a impurezas e/ou composição não estequiométrica; na região II, a tensão foi relacionada com o efeito de endurecimento por solução sólida e uma dependência anormal da temperatura; e a região III seria relativa a um novo sistema de escorregamento, onde o plano de escorregamento seria do tipo (001).

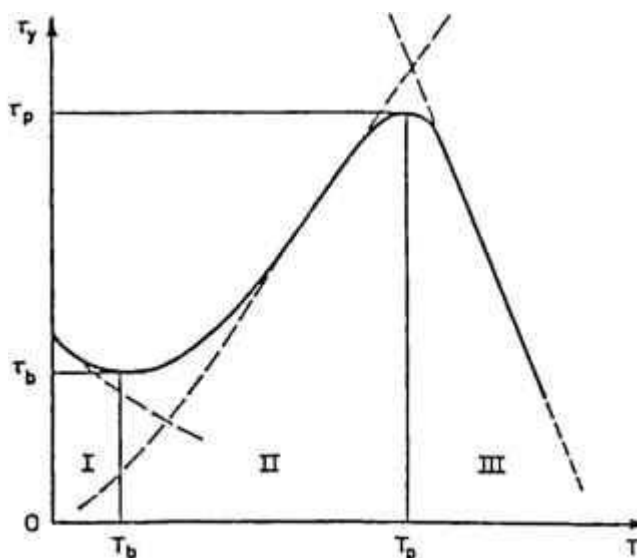


Figura I.5.- Representação esquemática das três regiões características de dependência do limite de escoamento (τ) com a temperatura (T), para ligas ordenadas Ni_3Ga (Takeuchi, 1973 e 1979).

O modelo de Paidar, Pope e Vitek (Paidar, 1984) (modelo-PPV), proposto em 1984, abrange ligas de estrutura $L1_2$ de uma maneira geral. Resumidamente (Fig. I.6 (a)), esse modelo baseia-se principalmente no modelo de “pinning-point” ao longo de discordâncias em hélice desenvolvido por Takeuchi e Kuramoto (Takeuchi, 1973 e 1979). Em tal modelo, as principais etapas se dividem na constrição de núcleos de discordâncias superparciais no plano (111), escorregamento com desvio num plano tipo (010), extensão de duplo “*kink*” num plano tipo (010) e redissociação dos núcleos das superparciais em planos tipo (111).

Talvez o mais importante conceito introduzido por esse modelo é o de escorregamento com desvio de pequenas dimensões em comparação com a largura da APB num plano (111). Levando-se em conta que este modelo, mostrado esquematicamente na Fig. I.6(b), é baseado num processo termicamente ativado, a força motriz e a barreira, necessárias para transformar localmente um núcleo de uma superdiscordância de móvel para uma configuração séssil. A barreira de ativação é proporcional à energia da Falha de Empilhamento Complexa (CSF), uma vez que, o aumento de energia por unidade linear, bem como a energia de interação entre parciais de Schochley constrições, é função da distância de separação entre estas parciais [(Korner, 1987), (George, 1996), (Baluc, 1991)].

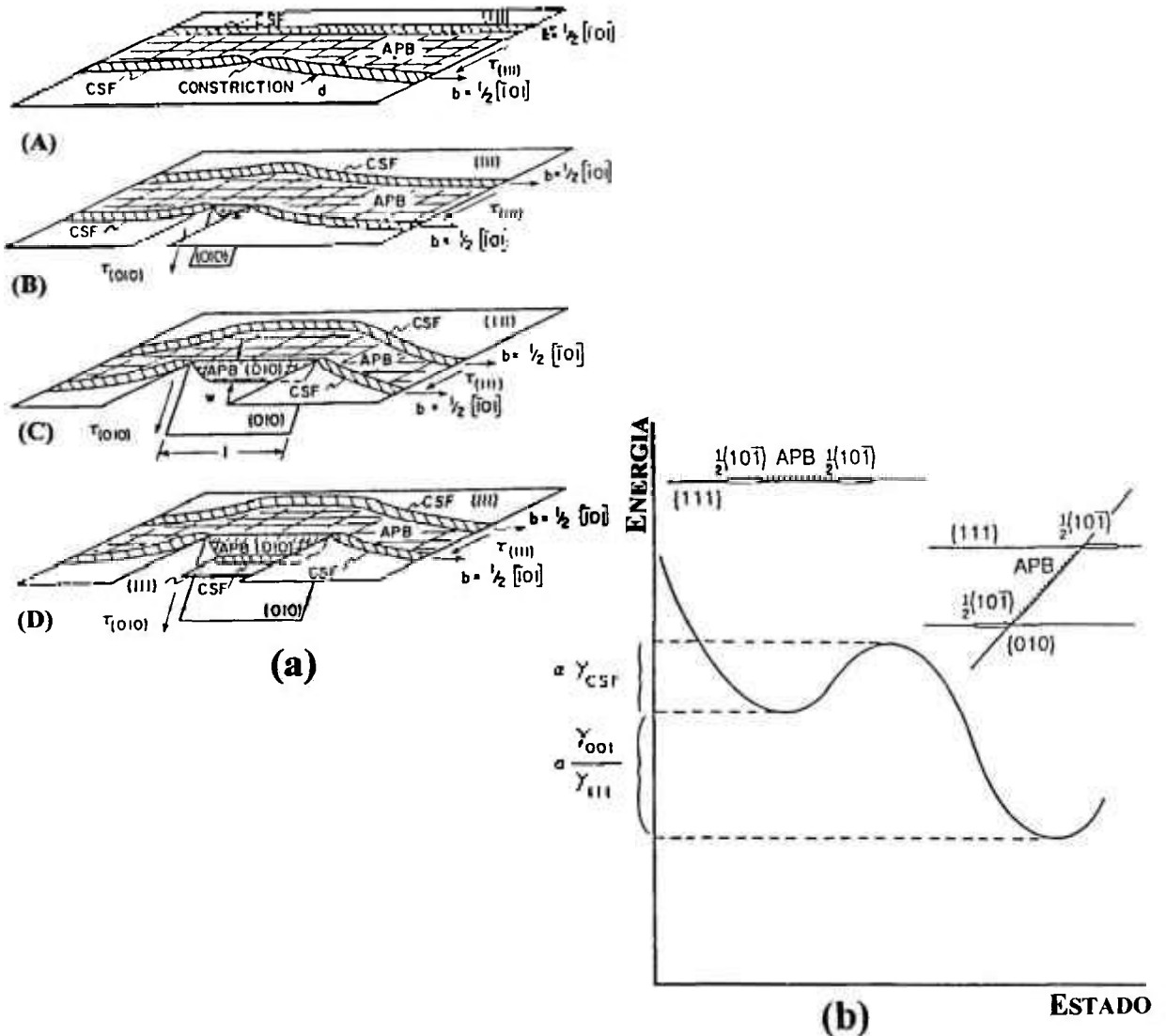


Figura I.6.- (a) o modelo PPV mostrando a seqüência de constrição de uma CSF [A], seguido de escorregamento desviado num plano tipo (010) [B] até uma largura e comprimento críticos do duplo “kink” num plano cúbico de escorregamento desviado [C] e, finalmente, a redissociação em superparciais num plano octaédrico [D]; (b) a barreira de ativação como sendo proporcional à energia da CSF (Dimiduk, 1989).

De uma maneira resumida, pode-se traçar um paralelo entre as regiões de uma curva tensão versus deformação e observações via MET das estruturas de discordâncias observadas em amostras ditas “pos-morten”, em oposição a observações ditas “in-situ”.

Regime I ($77K < T < 250K$)

A tensão crítica resolvida é aproximadamente constante, ou decresce levemente, com a temperatura neste intervalo. A taxa de endurecimento cresce lentamente quando a temperatura

aumenta (3MPa/K) e esta taxa permanece inferior a 800MPa. Os traços de escorregamento correspondem ao sistema octaédrico primário. A sub-estrutura é composta de uma rede heterogênea de discordâncias que correspondem a este sistema. Esta é composta, principalmente, de discordâncias em cunha ou mistas, dissociadas sobre um plano (111). As poucas discordâncias em hélice presentes apresentam-se dissociadas sobre um plano do tipo (010). Além disso, a presença de tubos de APB sobre um plano do tipo (111), testemunha os desvios freqüentes entre estes planos, conduzindo a aniquilação de discordâncias em hélice.

Transição I-II

A tensão crítica cresce quando a temperatura aumenta, ao mesmo tempo que a taxa de endurecimento passa por um máximo de 8000MPa a 470K. Quando a temperatura aumenta, o volume de ativação aparente decresce de $1450b^3$ (290K) até $500b^3$ a 470K, sendo que neste intervalo aparece uma descontinuidade. A subestrutura de discordâncias é homogênea e constituída de segmentos retilíneos de caráter hélice, dissociados em cadeados de Kear-Wilsdorf, correspondentes ao sistema de escorregamento octaédrico primário.

Regime II ($470K < T < 750K$)

Tendo em vista a temperatura crescente, a taxa de endurecimento cai a partir da temperatura de aproximadamente 470K. Esta se estabiliza em torno de 4000MPa a partir de 550K. A tensão crítica continua a crescer com a temperatura e fica insensível à velocidade de deformação. O volume de ativação decresce de novo de $2550b^3$ a $33b^3$ a 773K, de maneira monotônica quando a temperatura aumenta. Este comportamento revela, por analogia com os materiais que apresentam mecanismos de ativação térmica clássica, uma mudança do mecanismo de escorregamento. Os traços de escorregamento correspondem ainda ao sistema de escorregamento octaédrico primário. Próximo ao fim do regime II observa-se também a atuação do sistema de escorregamento cúbico de desvio.

Transição II-III ($750K < T < 850K$)

Ocorre uma transição a temperatura em torno de 770K onde linhas de escorregamento correspondentes ao sistema cúbico de desvio torna-se mais relevante. A tensão crítica apresenta uma sensibilidade normal à velocidade de deformação.

Regime III ($T > 850\text{K}$)

Este estágio traduz-se por um decréscimo da tensão crítica, uma vez que a temperatura aumenta, até um piso de aproximadamente 220 MPa, quando esta tensão se estabiliza, antes de cair bruscamente, a aproximadamente 1170K. Esta curva, neste estágio, apresenta ainda uma sensibilidade normal à velocidade de deformação. Os traços de escorregamento correspondem a um sistema de escorregamento cúbico primário e os volumes de ativação medidos são pequenos ($\sim 100b^3$). As subestrutura de discordâncias é composta de segmentos retilíneos em cunha, situados sobre um plano (001) e dissociados sobre {111} e religados por superkinks dissociados sobre (001). No fim do regime III, acima de 1070K, o comportamento é análogo ao regime precedente, exceto que a taxa de endurecimento volta a aumentar com o aumento de temperatura. Acima de 1070K, a tensão crítica decresce novamente com o aumento de temperatura. (Baluc, 1990)

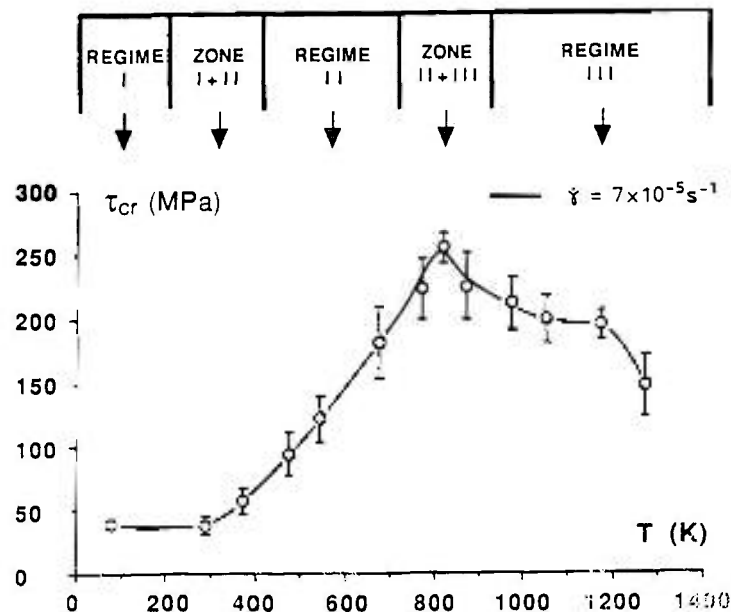


Figura I.7.- Tensão crítica média obtida a 0,2% de deformação plástica em função da temperatura de deformação T , com indicação dos regimes de temperatura relativos aos mecanismos de movimentação de discordâncias envolvidos. (Baluc, 1990 e 1991)

I.5.- Efeito da Composição Química nas Propriedades do Ni_3Al

Em ligas à base de níquel, a maior fase ou matriz, é a fase austenítica (CFC) que geralmente contém altas porcentagens de Co, Cr, Mo ou W e sofre endurecimento por solução

sólida de elementos como Ti, Hf, Zr, V e Ta. A fase intermetálica, conhecida como γ' , está geralmente presente na forma A_3B , onde A é tipicamente Ni, Co ou Fe e B é Al, Ti ou Nb. [(Heredia, 1991:2017 e 2027)]

Na teoria clássica de endurecimento por solução sólida de metais desordenados, a interação elástica de uma discordância com átomos de soluto é proporcional ao vetor de Burger ao quadrado (b^2).

Em reticulados ordenados, também chamados superreticulados, a energia de interação entre discordância e soluto deve ser redefinida. Os vetores de Burger dos reticulados ordenados são, normalmente, maiores em módulo do que em reticulados desordenados, e devem possuir maior energia de interação elástica com átomos de soluto. No que se refere à substituição de elementos nos sítios de Ni e Al, tem-se que Al promove um maior aumento do endurecimento.

Thornton et al., pesquisando adições de Ti, Nb e Cr ao Ni_3Al , mostraram que o Ti aumenta o limite de escoamento a altas temperaturas, acentua o comportamento anômalo, pela mudança na taxa de aumento do limite de escoamento com a temperatura, e desloca o pico de anomalia para temperaturas mais elevadas em comparação ao Ni_3Al . A adição de Nb promove um deslocamento uniforme do limite de resistência em relação à temperatura, aumentando sua intensidade [(Korner, 1988), Ball, 1993)]. O Cr causa um aumento no pico de temperatura anômala com pouco ou nenhum aumento de resistência.

Estudos dos efeitos do desvio da composição estequiométrica (Lopez, 1970) e das adições de Ti ao Ni_3Al evidenciaram que, abaixo do pico de temperatura anômala, o endurecimento é maior em ligas ricas em alumínio, a seguir, em ligas ricas em Ni e, finalmente, em ligas com composição próxima à estequiométrica. Este fato se deve ao excesso de lacunas de Ni no Ni_3Al rico em Al que não influi no efeito do mecanismo de endurecimento por lacunas. Eles mostraram que a substituição de Al em sítios de Ni foi suficiente para promover o aumento de resistência. Para temperaturas maiores que o pico de temperatura anômala, a liga estequiométrica mostrou-se ser a mais resistente.

Outra importante contribuição do trabalho de Lopez et al. foi estabelecer a influência do endurecimento pelo contorno de grão como fonte do aumento de resistência nas composições ricas em Al. Medidas de microdureza atravessando os contornos de grãos foram realizadas, mas nenhuma evidência de endurecimento foi encontrada.

No que se refere às adições de Ti, eles notaram que este elemento era um grande

endurecedor por solução sólida, diminuía a temperatura do pico de anomalia e promovia a atuação do sistema de escorregamento cúbico a menores temperaturas.

Rawlings et al. estudaram (Rawlings, 1975) os efeitos no limite de escoamento de elementos de liga que substituem o Al e/ou o Ni do Ni_3Al policristalino e concluíram que elementos que substituem o Al promovem um aumento significativo de resistência, enquanto que elementos que substituem o Ni, freqüentemente resultam em amolecimento.

No estudo de adições de Cu, Ti e Ta em composições binárias de Ni_3Al , com porcentagem atômica de Al variando de 23 a 27, verificou-se (Korner, 1988 e 1989) um aumento do endurecimento. Uma importante conclusão foi que o Al foi o endurecedor mais potente que o Ta, que, geralmente, é considerado um dos mais potentes elementos endurecedores, produzindo efeitos similares ao Hf, o mais potente átomo substitucional endurecedor.

Estudando-se (Pope, 1996) os efeitos de desvios da composição estequiométrica de policristais Ni_3Al e Ni_3Ga , encontraram que a energia de ativação para o limite de escoamento anômalo em Ni_3Al diminui com o aumento do teor de alumínio até atingir a composição estequiométrica, onde existe uma descontinuidade, quando, a partir daí, a taxa de diminuição da energia de ativação é acelerada.

CAPÍTULO II

INTRODUÇÃO II

Espectroscopia Mecânica

II.1.- Elasticidade

Visando melhor situar o comportamento anelástico de um corpo, julgou-se conveniente relembrar alguns conceitos de elasticidade, como por exemplo, *sólido elástico ideal*.

O comportamento elástico de um sólido obedece basicamente a três condições: (Nowick e Berry, 1972:1)

1. **Existência de um único valor de equilíbrio entre tensão aplicada e deformação sofrida.**
2. **Equilíbrio tensão deformação é alcançado instantaneamente.**
3. **Comportamento linear entre tensão e deformação.**

Os corpos obedecendo a estas três condições são chamados corpos Hookeanos e a relação entre tensão e deformação pode ser descrita pela Equação II.1 abaixo, onde S é um coeficiente de proporcionalidade chamado módulo de "compliance" e seu inverso ($C = 1/S$), é denominado módulo de elasticidade ou de rigidez, e assim a Equação II.1 transforma-se na Equação II.2.

$$\epsilon = S \cdot \sigma \quad \dots(\text{II.1})$$

$$\sigma = C \cdot \epsilon \quad \dots(\text{II.2})$$

As constantes C e S acima são tensores, representados matematicamente por matrizes, nas quais onde seus coeficientes (c_{ij}) e (s_{ij}) mudam de acordo com a orientação do eixo de coordenadas, quando tensões e deformações são mudadas em relação ao eixo de simetria cristalina. As constantes elásticas isotérmicas são definidas (Callen, 1960) pela Equação II.3, onde T_i é uma representação simplificada* da parte simétrica de um tensor de tensão T_{ij} a uma temperatura constante T , e ϵ é o tensor deformação, onde $\{\epsilon\}$ denota a constância de todo ϵ_k ,

* $T_{ij} \Rightarrow T_{11} \rightarrow T_1, T_{22} \rightarrow T_2, T_{33} \rightarrow T_3, T_{23} \rightarrow T_4, T_{13} \rightarrow T_5, T_{12} \rightarrow T_6$

diferente de ϵ , para um sistema onde o número de moles é constante.

$$c_{ij} = (\partial T_i / \partial \epsilon_j)_{\tau, \{ \epsilon \}} \quad \dots \text{(II.3)}$$

Quando os eixos de coordenadas para tensão e deformação são escolhidos como um conjunto de eixos fixos, mutuamente perpendiculares, para cada sistema cristalino, as constantes independentes para cada classe cristalina são chamadas constantes características do material e são geralmente encontradas tabeladas em publicações sobre cristalografia. Desta forma, daqui em diante neste trabalho, as letras maiúsculas C_{ij} e S_{ij} serão usadas para denotar essas constantes características.

Lembrando dos diferentes estados de tensão e deformação, torna-se conveniente o uso da notação matricial. Aplicando-se a notação de tensor e fazendo-se as transformações apropriadas, pode-se afirmar que em um corpo sólido, mesmo para os casos mais gerais ou anisotrópicos, existem 36 (6x6) componentes na matriz C_{ij} . À medida que as simetrias de cristalinidade são introduzidas, o número de componentes é reduzido. Devido a isso, para o sistema cúbico, tem-se três constantes elásticas independentes e a relação tensão-deformação é mostrada na matriz abaixo. [(Nowick e Berry, 1972:130) e (Meyers, 1985:1)]

$$\begin{vmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{vmatrix} * \begin{vmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{vmatrix}$$

$$\sigma_{11} = C_{11}\epsilon_{11} + C_{12}\epsilon_{22} + C_{12}\epsilon_{33}$$

$$\sigma_{23} = C_{44}\gamma_{23}$$

$$\sigma_{22} = C_{12}\epsilon_{11} + C_{11}\epsilon_{22} + C_{12}\epsilon_{33}$$

$$\sigma_{31} = C_{44}\gamma_{31} \quad \dots \text{(II.4)}$$

$$\sigma_{33} = C_{12}\epsilon_{11} + C_{12}\epsilon_{22} + C_{11}\epsilon_{33}$$

$$\sigma_{12} = C_{44}\gamma_{12}$$

$i=j$, σ_{ij} - tensões de tração/compressão

$i \neq j$, $\sigma_{ij} = \tau_{ij}$ - tensão de cisalhamento

$\gamma_{ij} = 2\epsilon_{ij}$, onde γ_{ij} é chamado de "engineering strain"
e ϵ_{ij} de "true strain"

Os materiais isotrópicos são definidos como materiais apresentando propriedades mecânicas independentes da direção cristalográfica. A Tab. II.1 apresenta diversos parâmetros usados para descrever as propriedades elásticas de materiais cúbicos isotrópicos, como esses parâmetros são relacionados com constantes elásticas e “compliances”, e como são feitas as relações entre C_{ij} e S_{ij} em um cristal cúbico. Por meio destas constantes elásticas é também possível definir um coeficiente chamado *coeficiente de anisotropia* (A), que indica o quão longe de um comportamento isotrópico está o cristal.

O fator de energia K , mostrado na Tab. II.1, fornece a verdadeira razão entre tensão de cisalhamento e deformação em cisalhamento, quando duas discordâncias interagem em um meio elástico anisotrópico [(Shetty, 1981) e (Hirth e Loth, 1968:417)]. Este fator de energia K pode ser decomposto em duas componentes, K_e e K_s , que são, respectivamente, os fatores de energia de discordâncias em cunha e em hélice, e são função dos coeficientes elásticos C_{ij} do cristal definidos como:

$$K_s = [(C_{11} - C_{12}) C_{44}]^{1/2} \quad \dots (II.5)$$

$$K_e = (C_{11} + C_{12}) \{ [C_{44} (C_{11} - C_{12})] / [C_{11} (C_{11} + C_{12} + 2C_{44})] \}^{1/2}$$

Tabela II.1- Algumas das mais usuais relações para cristais isotrópicos cúbicos.

<u>Módulo de Young (E)</u> $E = 1/S_{11}$	<u>Coeficiente de Anisotropia (A)</u> $A = 2C_{44} / (C_{11} - C_{12})$ $A=1$ completamente isotrópico	<u>Três relações entre C e S</u> (I) $C_{11} + 2 C_{12} = (S_{11} + 2S_{12})^{-1}$ (II) $C_{11} - C_{12} = (S_{11} - S_{12})^{-1}$ (III) $C_{44} = S_{44}^{-1}$
<u>Rigidez</u> ou <u>Módulo Cisalhamento (G)</u> $G = 1/2 [(C_{11} - C_{12})] = C_{44}$	<u>Coeficiente de Energia *</u> $K_s = (K_e + K_s) - 2(K_e - K_s) \cos 2\beta$ β é o ângulo entre uma discordância e seu vetor de Burger	ou $C_{11} = (S_{11} + S_{12}) / (S_{11} - S_{12}) (S_{11} + 2S_{12})$ $C_{22} = - S_{12} / (S_{11} - S_{12}) (S_{11} + 2S_{12})$
<u>Coeficiente de Poisson (v)</u> $v = C_{12} / (C_{11} + C_{12})$	<u>Relação entre E, G e v</u> $E = 2 * G (1 + v)$	$C_{44} = S_{44}^{-1}$

* - é uma grandeza definida p/cristais anisotrópicos

Fontes: [(Nowick e Berry, 1972:1) e (Dieter, 1988:30)]

As constantes elásticas C_{ij} para o intermetálico ordenado Ni_3Al têm sido medidas por diferentes autores usando técnica de medida por pulsos ultra-sônicos em monocristais. Alguns

destes resultados são mostrados na Tab. II.2. Esta tabela mostra que o Ni_3Al é um material altamente anisotrópico. As diferenças entre os coeficientes elásticos, mostradas na Tab. II.2, são relativas a diferentes composições químicas dos espécimes e metodologias adotadas por cada autor. Apesar de um grande número de materiais poder ser tratado como isotrópicos (principalmente os policristalinos), o fato é que a grande maioria dos cristais cúbicos são anisotrópicos [(Wallow, 1987), (Pottebohn, 1983)].

Uma vez controlada a deformação em ligas ordenadas Ni_3Al no domínio da anomalia de limite de escoamento, principalmente por escorregamento de discordâncias em hélice, o valor de K_s tem sido aceito como sendo o verdadeiro, ou melhor, o mais significativo módulo de cisalhamento do material, ao invés do tradicional G mostrado na Tab. II.1.

Tabela II.2.- Valores das constantes elásticas (C_{ij}), fator de anisotropia (A) e módulo de cisalhamento (K_s) medidos por diferentes autores para ligas Ni_3Al .

Temperatura (K)	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	A	K_s (GPa)
90 (Wallow, 1987)	226,4	148,0	128,4	3,28	100,3
192 (Wallow, 1987)	223,6	147,1	127,0	3,32	98,6
253 (Wallow, 1987)	221,8	146,5	124,8	3,31	96,9
363 (Wallow, 1987)	218,0	145,3	121,9	3,35	94,1
283 (Dickson, 1969)	169,5	89,0	121,5	3,02	98,9
275 (Ono, 1969)	198,6	126,7	118,4	3,29	92,3
293 (Nembach, 1985)	223,4	148,2	125,2	3,33	97,0

Define-se (Nowick e Berry, 1972:130) o módulo de Young (E) e o módulo de cisalhamento (G) como sendo dependentes da orientação cristalográfica. Para uma direção arbitrária, ambos os módulos são dependentes dos cossenos dos ângulos entre os três eixos cristalinos e a direção de deformação. Para retículos cúbicos, as seguintes expressões são definidas para estes módulos:

$$E^{-1} = S_{11} - 4(S_{11} - S_{12} - 1/2.S_{44}) \Gamma \quad \dots(\text{II.6})$$

$$G^{-1} = S_{44} + 4(S_{11} - S_{12} - 1/2.S_{44}) \Gamma \quad \dots(\text{II.7})$$

$$\Gamma = (\gamma_1\gamma_2)^2 + (\gamma_2\gamma_3)^2 + (\gamma_3\gamma_1)^2 \quad \dots(\text{II.8})$$

onde γ_1 , γ_2 , γ_3 são os cossenos diretores entre as direções de deformação e os três eixos cristalinos.

II.2.-Anelasticidade

Em contraste com o descrito previamente sobre condições de elasticidade, a anelasticidade introduz uma dependência do *tempo* dentro do domínio de comportamento elástico dos materiais. Desta forma, para um corpo anelástico, o equilíbrio tensão-deformação é alcançado apenas após o decorrer de um certo tempo, denominado **tempo de relaxação** (τ_0). Este fenômeno é ilustrado na Fig. II.1, onde observa-se que para uma tensão aplicada (σ_0) há uma deformação correspondente (ϵ) composta de uma fração elástica e outra anelástica.

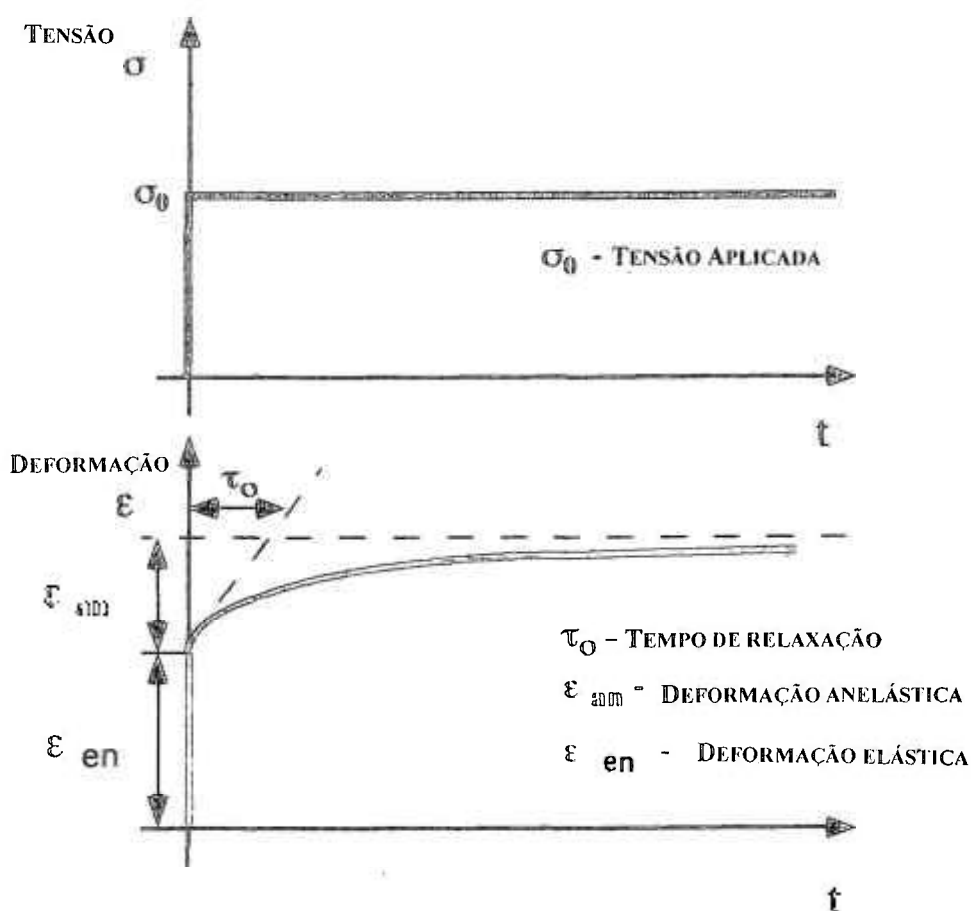


Figura II.1.- Resposta anelástica de um corpo sujeito a tensões fracas (Benoit, 1982).

Na Fig. II.1 é apresentado esquematicamente o comportamento de um material, que flui quando sujeito a tensões. Esse processo é acompanhado de uma dissipação de energia devido a alguns mecanismos de perda interna. Materiais com esse comportamento são caracterizados por terem uma resposta viscoelástica, ou seja, estes materiais exibem tanto propriedades elásticas como viscoelásticas. Nesse ponto, é importante ressaltar o fato de que o

comportamento viscoelástico linear apresenta um comportamento especial denominado de anelástico. Apesar de ambos serem processos lineares e não instantâneos, o principal fato que difere a viscoelasticidade linear da anelasticidade é a recuperação não completa do viscoelástico após a retirada da carga do material.

A técnica de *Espectroscopia Mecânica*, também conhecida como *Atrito Interno*, é um procedimento experimental para medida do comportamento anelástico dos sólidos. Modelos baseados em aproximações reológicas têm sido elaborados visando-se explicar comportamentos anelásticos e viscoelásticos.

O modelo de **Maxwell** usa uma combinação em série de uma mola (segundo a lei de Hook) e um amortecedor (*e.g.* um container preenchido com um líquido viscoso, no qual um pistão pode mover-se obedecendo o comportamento de um líquido Newtoniano) tendo uma extremidade fixa e outra sujeita a uma tensão. Este modelo pode explicar satisfatoriamente a resposta em fluência e a relaxação de tensão de um material. O modelo de **Voigt**, composto de uma mola e um amortecedor acoplado em paralelo e também apresentando uma extremidade fixa e uma tensão aplicada à outra extremidade, é um modelo que não pode, por si só, exibir nem regime estável de fluência, nem relaxação de tensão, uma vez que esse modelo não permite deformações instantâneas; no entanto, este modelo tem sido usado como uma parte constituinte de modelos mais complexos. O modelo de **Três-Elementos** (também chamado de *Modelo Linear Padrão* ou *Sólido Anelástico Padrão*) é o modelo mais amplo que descreve a anelasticidade de sólidos, onde são acoplados o modelo previamente descrito (modelo de Voigt), em série com uma mola, como mostrado no esquema da Fig. II.2 [(Nowick e Berry, 1972:43), (Benoit, 1982), (Entwistle, 1962)]. Quando uma tensão é aplicada a este sistema, a primeira mola pode deformar-se imediatamente, e assim, ilustrar o comportamento elástico desse modelo; por outro lado, a segunda parte do sistema (mola + amortecedor) não se deformará imediatamente, mas sim irá deformar-se com o tempo, até atingir um valor limite.

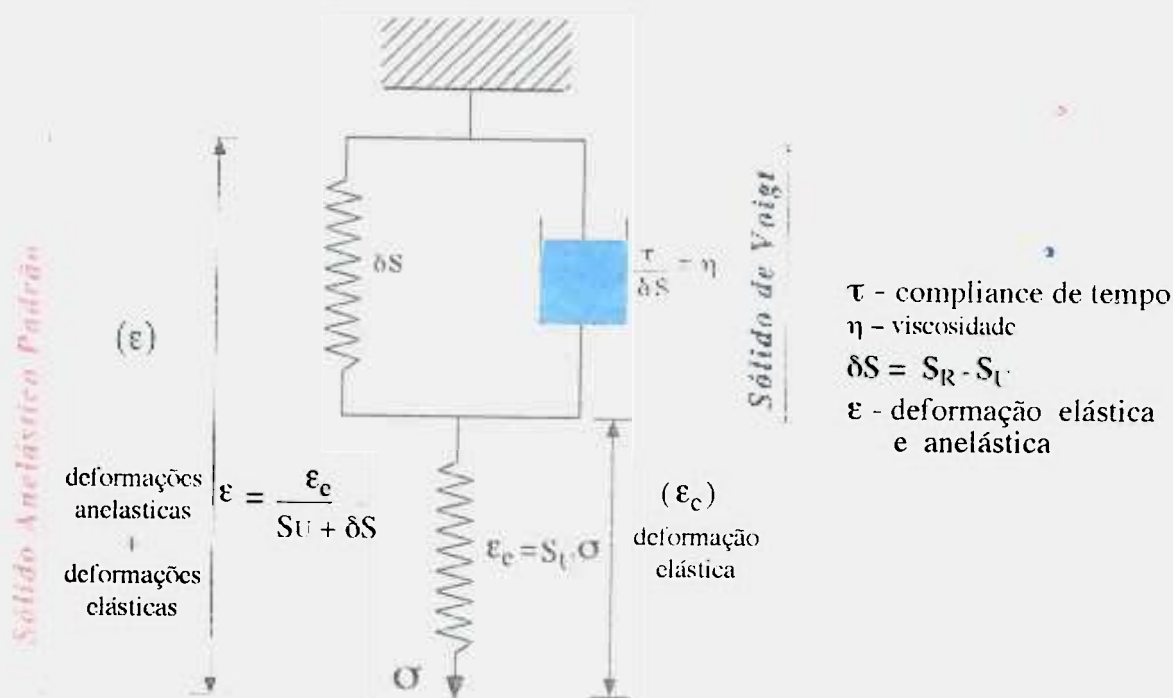


Figura II.2.- Modelo do sólido anelástico padrão [(Nowick e Berry, 1972:47) e (Benoit, 1982)].

Visando-se determinar os parâmetros de relaxação de um dado material, vários tipos de experimentos (apresentados no próximo item deste capítulo) associam tensão, deformação e tempo. Uma categoria de experimentos são as chamadas medidas dinâmicas. Neste tipo de experimento (e.g. pêndulo de torção) uma tensão ($\sigma(\omega, t)$), cíclica e periódica, é imposta à amostra (Equação II.9). Partindo-se da linearidade da relação tensão-deformação a deformação total ($\epsilon(\omega, t)$) pode ser decomposta em uma parte elástica (ϵ_c) e, em uma parte anelástica ($\epsilon_{an}(\omega)$), que é também periódica com a mesma frequência (Equação II.10), tendo uma defasagem (ϕ) da deformação em relação a tensão aplicada, também chamada de *ângulo de perda* e relacionada à deformação segundo a Equação II.11, onde σ_0 é a amplitude da tensão inicial, (ω) é a frequência do ciclo de tensão e ϵ_0 é a amplitude de deformação.

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad \dots\dots(\text{II.9})$$

$$\epsilon = \epsilon_c + \epsilon_{an}(\omega, t) \quad \dots\dots(\text{II.10})$$

$$\epsilon = \epsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)} \quad \dots\dots(\text{II.11})$$

O coeficiente “compliance”, definido em (II.1), pode ser escrito em função da frequência (ω) como uma consequência da relação II.10 e II.11 e é apresentado como um número complexo S^* chamado de *compliance dinâmica absoluta* [(Nowick e Berry, 1972:54) e (Entwistle, 1962)].

$$S^*(\omega) = S_1(\omega) - i S_2(\omega) \quad \dots(\text{II.12})$$

onde S_1 é denominado *compliance de estocagem*, que é associada com a energia armazenada na amostra devido à deformação sofrida no ciclo e S_2 , *compliance de perda*, que é definida como energia dissipada no mesmo ciclo. Desta forma, conforme ilustrado na Fig. II.3, o ângulo de perda mecânica (ϕ) é comumente denominado *atrito interno*, sendo definido pela Equação (II.13) e representado usualmente pelo símbolo Q^{-1} .

$$Q^{-1} = \text{tg } \phi = S_2 / S_1 \quad \dots(\text{II.13})$$

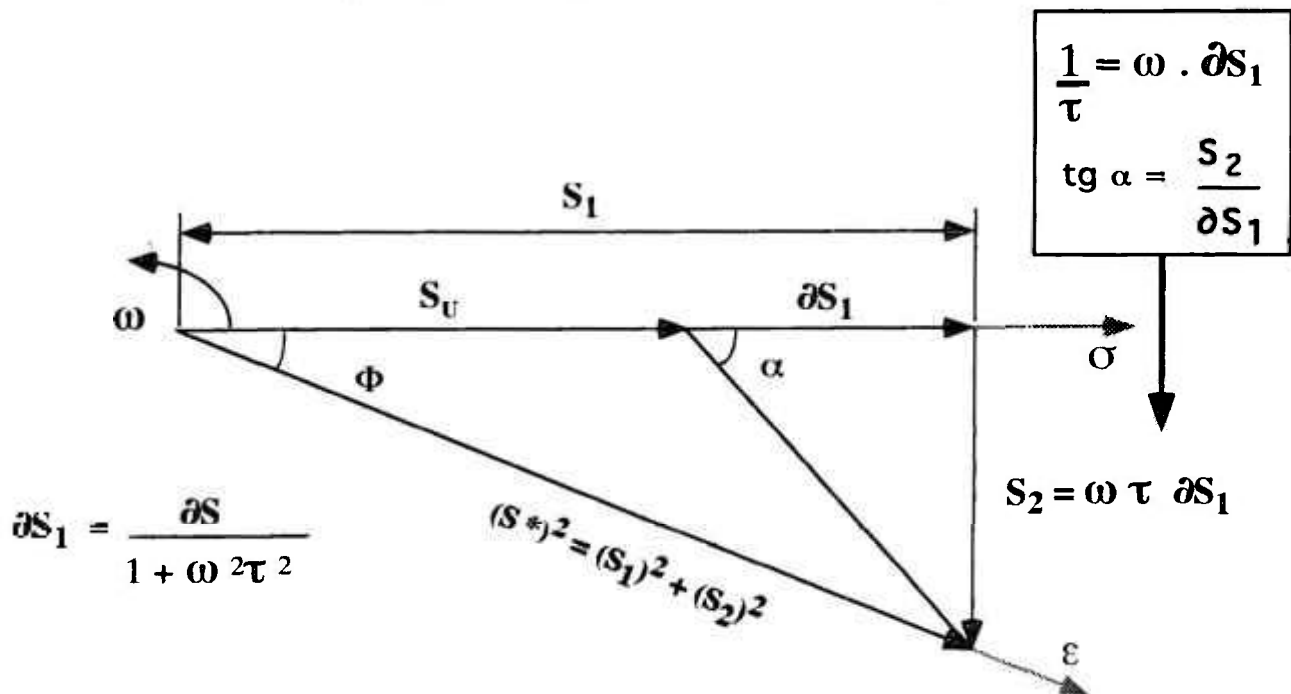


Figura II.3.- Diagrama de vetores representando a defasagem entre tensão e deformação. (Nowick e Berry, 1972:47)

Numa análise atenta de cada um dos três componentes do modelo do sólido anelástico padrão (*mola-1 + mola-2 + amortecedor*), é conveniente afirmar que a velocidade de movimento do amortecedor é proporcional à força aplicada (Equação II.14) e o trabalho efetuado nesse processo é totalmente dissipado como calor, onde (η) é a viscosidade do amortecedor, (τ_σ) é uma constante de tempo para uma dada tensão (σ) constante, aplicada neste tempo e ($\dot{\epsilon}$) a velocidade de deformação.

$$\sigma = \eta \dot{\epsilon}_{\text{amort}} \quad \Rightarrow \quad \dot{\epsilon}_{\text{amort}} = \delta S \cdot \sigma / \tau_\sigma \quad \dots(\text{II.14})$$

$$\eta = \tau_\sigma / \delta S$$

Observando-se a Fig. II.2, pode-se deduzir que a deformação total é a soma da deformação da *mola-1* com a deformação da *mola-2* do modelo de Voigt (Equação II.15), e esta segunda mola apresenta a mesma deformação que o amortecedor (Equação II.16). A deformação da *mola-1*, como já mencionado, apresenta um comportamento elástico, permitindo uma representação matemática como mostrado na Equação II.16.

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{mola2} \quad \dots(\text{II.15})$$

$$\varepsilon_{amort} = \varepsilon_{mola2} \quad \dots(\text{II.16})$$

$$\varepsilon_{mola1} = \varepsilon_e = \sigma S_U \quad \dots(\text{II.17})$$

A deformação (ε_{mola2}) da *mola-2* pode ser dada pela expressão II.18; da expressão II.13, pode-se obter a expressão da taxa de deformação do amortecedor como:

$$\varepsilon_{mola2} = \delta S \cdot \sigma_{mola2} \quad \dots(\text{II.18})$$

Levando-se em consideração o equilíbrio de tensões do modelo, pode-se chegar à Equação II.19, assumindo-se que a tensão aplicada (σ) é igual à soma das tensões agindo na *mola-2* e no amortecedor.

$$\sigma = \sigma_e = \varepsilon_e / S_U = \sigma_{mola2} + \sigma_{amort} = \varepsilon_{mola2} / \delta S + \dot{\varepsilon}_{amort} \tau_\sigma / \delta S \dots(\text{II.19})$$

Combinando-se as equações II.14 e II.17, pode-se obter a Equação diferencial escrita em II.20. Multiplicando-se a Equação II.20 por (τ_σ) e utilizando-se o conceito de II.19, resulta a Equação II.21, chamada de *Equação do sólido linear ideal*.

$$\dot{\varepsilon} = S_U \dot{\sigma} + \dot{\varepsilon}_{amort} \quad \dots(\text{II.20})$$

$$\varepsilon + \dot{\varepsilon} \tau_\sigma = \sigma S_R - \tau_\sigma S_U \dot{\sigma} \quad \dots(\text{II.21})$$

Pelo fato da tensão aplicada ser cíclica, pode-se obter a expressão (II.22), a qual pode ser dividida nos termos II.23 e II.24.

$$\varepsilon = [(S_R + i \omega \tau S_U) / (1 + i \omega \tau)] \sigma = (S_1(\omega) - i S_2(\omega)) \sigma \quad \dots(\text{II.22})$$

$$S_1(\omega) = S_U + [(S_R - S_U) / (1 + i \omega^2 \tau^2)] \quad \dots(\text{II.23})$$

$$S_2(\omega) = (S_R - S_U) [\omega \tau / (1 + i \omega^2 \tau^2)] \quad \dots(\text{II.24})$$

O valor S_1 vai de S_U , a altas frequências ($\omega \tau \gg \gg 1$) para S_R , a baixas frequências ($\omega \tau \ll \ll 1$), e a grandeza S_2 tem pequenas intensidade, tanto a altas como a baixas frequências, e passa por um máximo quando $\omega \tau = 1$.

A amplitude de relaxação (Δ) é um número adimensional definido em (II.25)

$$\Delta = \varepsilon_{el} / \varepsilon_{an} = (S_R - S_U) / S_U = \delta S / S_U \quad \dots(\text{II.25})$$

onde S_U e S_R são os coeficientes de compliance relaxados e não-relaxados, respectivamente.

Assumindo-se que ($\delta S \ll \ll S_U$), a expressão de atrito interno pode ser também escrita pela expressão genérica de relaxação (II.26), caracterizada por um tempo de relaxação τ e uma amplitude de relaxação Δ . Desta forma, a variação do módulo dinâmico elástico pode ser expressa por (II.27).

$$Q^{-1} = \text{tg}(\phi) = S_2 / S_1 \cong \tau \Delta \omega / (1 + \omega^2 \tau^2) \quad \dots(\text{II.26})$$

$$\Delta E / E = (S_1(\omega) - S_U) / S_U = \Delta [1 / (1 + \omega^2 \tau^2)] \quad \dots(\text{II.27})$$

Analisando-se as equações (II.26) e (II.27) pode-se plotar essas duas curvas, como mostrado na Fig. II.4. Verifica-se que $S_1(\omega)$ é uma função variando entre S_U e S_R , enquanto $S_2(\omega)$ sempre apresenta um pico quando $\omega \tau = 1$. No entanto, Q^{-1} apresenta um pico quando $\omega \tau = (S_R / S_U)^{1/2}$ e numa situação extrema onde S_R é nulo, apenas um aumento monotônico é observado (Nowick e Berry, 1972:55).

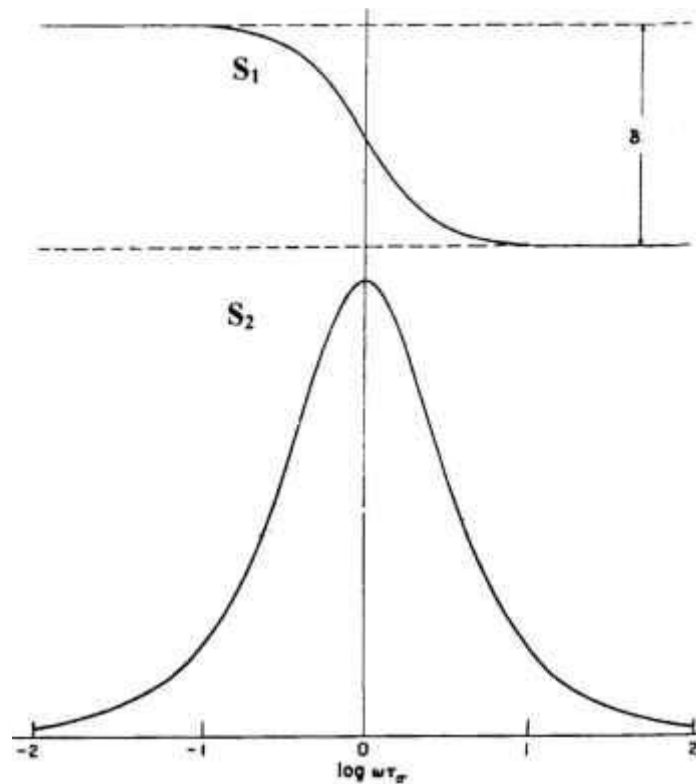


Figura II.4.- Os valores calculados dos coeficientes de compliance S_1 e S_2 em função de $\log(\omega\tau_0)$ (Nowick e Berry, 1972:53).

II.3.-Técnicas de Medida de Anelasticidade

Os métodos usuais de medida de anelasticidade são baseados, de uma maneira genérica, em se aplicar uma tensão alternante a uma amostra e medir-se a deformação do material. Estes métodos podem ser divididos em Métodos Quasi-Estáticos e Métodos Dinâmicos (Nowick e Berry, 1972:4). Estas técnicas são muito sensíveis à mobilidade de defeitos estruturais, tais como, defeitos puntiformes, discordâncias, contornos de grãos, etc.

Em experimentos *quasi-estáticos* a tensão ou deformação é mantida constante por vários segundos ou minutos. Alguns dos mais conhecidos exemplos deste método são Fluência e Relaxação de Tensão.

No método *dinâmico*, o comportamento anelástico é observado em tempos muito menores. Dentre esses métodos, um experimento clássico consiste em se aplicar uma tensão, periódica, e medir-se a defasagem de tempo em que a deformação correspondente aparece. Alguns exemplos desse método são o sistema ressonante dinâmico de grande inércia externa, tais como pêndulos de torção livre (faixa de frequência 0,1 a 10Hz) e pêndulos de torção forçado; estes últimos apresentam menores inércias quando comparados a pêndulos de torção livre (frequência entre 10 e 500 Hz). Como pêndulos de torção são usados no presente

trabalho, maiores detalhes serão dados em relação a estes.

De fato, pêndulos de torção permitem medidas de perda mecânica em função de módulo de cisalhamento, frequência, temperatura ou amplitude de tensão /ou deformação.

De uma maneira menos rigorosa do ponto de vista de tratamento matemático, o atrito interno (Q^{-1}), muitas vezes também denominado de *amortecimento* de um material, pode ser definido pela Equação II.28, onde $W_{diss.}$ é a energia por unidade de volume que é *dissipada* (devido ao movimento de defeitos internos) durante um ciclo de vibração e $W_{el.max.}$ é a máxima energia elástica *armazenada* por unidade de volume no mesmo ciclo.

$$Q^{-1} = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\Delta W_{diss.}}{W_{el.max.}} \right) \quad \dots \text{(II.28)}$$

II.3.1.- Pêndulo de Torção Livre

O método de decaimento livre consiste em, mantendo-se fixa a base da amostra, aplicação de deformações cíclicas por torção no topo da mesma até que se alcance uma dada amplitude e então, a partir dessa amplitude medir o livre decaimento dessa amplitude de oscilação (Fig. II.5). O valor da perda mecânica é calculado por meio da expressão II.29, onde A_i e A_{i+n} são as amplitudes de oscilação nos momentos i e $(i+n)$, respectivamente (Benoit, 1982).

$$Q^{-1} = \frac{1}{n\pi} \cdot \ln \left(\frac{A_i}{A_{i+n}} \right) \quad \dots \text{(II.29)}$$

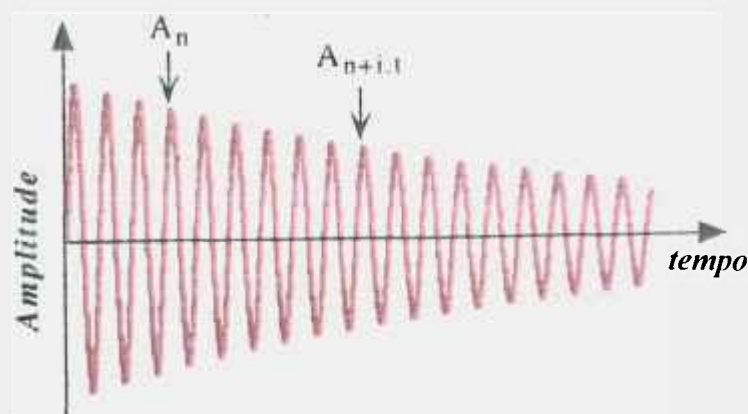


Figura II.5.- Desenho esquemático mostrando o decréscimo livre de amplitude durante um ciclo de medida de atrito interno.

Visando entender o movimento de um pêndulo de torção livre, pode-se analisar a rotação de um corpo rígido genérico. Supõe-se inicialmente um corpo rígido e que este corpo esteja rotacionando ao redor de uma linha definida como eixo. Tomando-se um ponto em algum local do objeto, a única grandeza necessária para se descrever a posição deste ponto é um ângulo. Desta forma, a rotação (ω), movimento que sofre um pêndulo de torção, consiste de um estudo da variação do ângulo com o tempo ($\omega = d\theta / dt$). O movimento de um pêndulo obedece a uma Equação diferencial do tipo (II.30), onde I é o momento de inércia do pêndulo.

$$I \frac{d^2 \theta}{dt^2} + f \frac{d\theta}{dt} + C\theta = 0 \quad \dots(\text{II.30})$$

Num pêndulo de torção livre, a frequência de oscilação depende principalmente da inércia do sistema e da força de restauração produzida pela amostra, e, em geral, os parâmetros que controlam esta frequência não podem ser modificados em uma larga escala. Assumindo-se que o amortecimento é fraco (o que é o caso dos metais), pode-se escrever a frequência ν (Equação II.31) como função de (C) que, por sua vez, é a constante de rigidez em torção do material que, para amostras paralelepípedicas de secção retangular, é definida pela Equação II.32, onde β é uma constante relativa à razão (b/c), sendo (b) a largura e (c) a espessura de uma barra de secção retangular, (L) o comprimento da barra (amostra) e (G) o módulo de cisalhamento do material que constitui a amostra.

$$\nu = 1/2\pi (C / I)^{1/2} \quad \dots(\text{II.31})$$

$$C = \beta \cdot b \cdot c^3 G / L \quad \dots(\text{II.32})$$

Maiores detalhes sobre tensões e deformações envolvidas em uma barra sujeita a deformações sob torção podem ser encontrados no Apêndice B desta tese.

II.3.2.- Pêndulo de Torção Forçado

Outro tipo de pêndulo de torção é o denominado forçado, aqui denominado simplesmente como *pêndulo de torção*, onde os valores de atrito interno podem ser obtidos

pela medida da defasagem entre a tensão aplicada e a deformação sofrida pela amostra, como mostrado esquematicamente na Fig. II.6. No caso de metais, onde o valor (Q^{-1}) é pequeno, é geralmente difícil de se medir diretamente esta defasagem entre tensão e deformação.

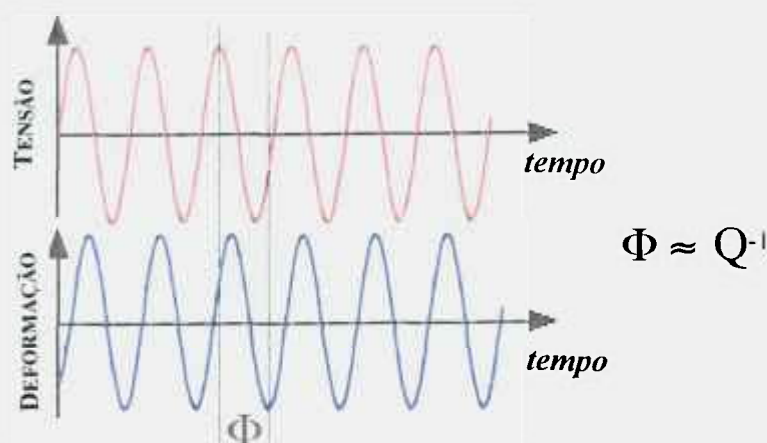


Figura II.6.- Relação entre tensão aplicada (σ) e a deformação (ϵ) em um pêndulo de torção forçado.

II.4.-Parâmetros de Ativação Mensuráveis por Espectroscopia Mecânica

II.4.1.- Entalpia de Ativação

Dentre os parâmetros mais importantes a serem medidos através da técnica de espectroscopia mecânica destaca-se a energia de ativação, ou melhor definindo, entalpia de ativação do fenômeno que resultou no pico de atrito interno. [(Schoek, 1964) e (Niblett, 1960)]

Processos termicamente ativados (Schoek, 1964 e 1965) em sólidos cristalinos, tais como, relaxações de defeitos pontuais, discordâncias e contornos de grãos, dentre outros, podem ser definidos como processos onde a energia para ultrapassar uma determinada barreira energética, é dada na forma de excitação térmica. Assume-se que um defeito microestrutural vibra com uma frequência ν_0 nas vizinhanças de um local de mínima energia e deve ultrapassar uma barreira (ΔH_{act}) para atingir a configuração de menor energia. Se o fenômeno ativado termicamente obedece uma lei do tipo Arrhenius, o fenômeno apresenta um aumento exponencial (Equação II.33) de frequência com o aumento de temperatura [(Nowick e Berry, 1972:58) e (Benoit, 1979)], que pode ser expressa pela Equação (II.33), onde (ν) é a frequência de vibração do defeito microestrutural, (ν_0) a frequência de relaxação limite, ou

simplesmente frequência de relaxação, k^* a constante de Boltzman e (T) a temperatura em Kelvin.

$$v = v_0 \exp(-\Delta H_{\text{act}} / kT) \quad \dots(\text{II.33})$$

A relação entre frequência, atrito interno e temperatura pode ser explicada como se segue. A baixas temperaturas, o tempo de relaxação ($\tau_0 = 1/v_0$) para o estabelecimento de uma posição de equilíbrio de defeitos é muito longo quando comparado com o período de vibração. A distribuição da posição dos defeitos, mantém-se, portanto, essencialmente inalterada durante a vibração e, assim, a deformação anelástica sofrida está essencialmente em fase com a tensão, logo, o atrito interno é extremamente baixo. A temperaturas “elevadas”, o tempo de relaxação é muito curto comparado com o período da tensão cíclica e, conseqüentemente, a deformação está novamente em fase com a tensão e, assim, o atrito interno é novamente fraco. Apenas quando o tempo de relaxação é próximo ao período de vibração, a distribuição da posição dos defeitos não é, nem constante, nem equivalente à distribuição de equilíbrio, a deformação fica em retardo em relação à tensão aplicada e assim o atrito interno é elevado.

Para um pico de Debye, que seria um pico de atrito interno de um sólido anelástico ideal, a condição ($\ln(\omega\tau_0) = 0$) resulta em um pico de atrito interno para uma determinada frequência. Medindo-se a mudança de posição deste pico de atrito interno em função da temperatura, para diferentes frequências, pode-se obter uma reta quando plota-se uma curva de pontos de ($\ln(\omega)$) versus ($1/T_p$), sendo que o coeficiente angular desta reta é numericamente igual a ($\Delta H_{\text{act}} / k$), e a intersecção dessa reta com o eixo-y fornece o valor de (τ_0). Este é um dos métodos mais comuns de obtenção da entalpia de ativação.

Deve-se lembrar que a grandeza acima descrita, em seu modo de obtenção, é a entalpia de ativação (ΔH_{act}) e não a energia livre de ativação de Gibbs (E_{act}), como alguns autores costumam confundir. Em linhas gerais, ambas são funções de estado, mas a entalpia é uma função de estado relativa a uma troca de calor a temperatura constante e a energia livre de Gibbs é uma função de estado que leva em consideração a entropia do sistema, como mostrado em II.34.

$$\Delta E = \Delta H - T \Delta S \quad \dots(\text{II.34})$$

* $k = 1,38 \times 10^{-16}$ erg/K = $8,64 \times 10^{-5}$ eV/K

A influência da energia livre de Gibbs, entalpia e entropia (ΔS), entre si pode ser exemplificada pelo processo de movimentação de discordância. Quando a energia livre de Gibbs varia em função da temperatura, para uma tensão constante, a entropia varia como previsto pela Equação II.35, e o significado desta variação depende de alguns fatores. As principais fontes possíveis de variação da entropia são:

$$\Delta S = -(\Delta E / \Delta T) \quad \dots(\text{II.35})$$

- a-) De acordo com Basinski (Basinski, 1958), as constantes elásticas variam com o aumento da temperatura, porque as vibrações atômicas variam, levando a uma variação do módulo de cisalhamento do material. Este fato tem sido considerado uma das mais importantes fontes de variação de entropia.
- b-) A formação de defeitos pontuais tem também um efeito na variação da entropia, da ordem de k (constante de Boltzman) e que tem sido considerado como desprezível.
- c-) A mudança do retículo em função da temperatura contribui para a variação da entropia, mas tem sido avaliada em uma ordem de grandeza menor do que o efeito descrito no item a-).

Visando resolver este problema, propôs-se (Schoek, 1965), para o caso de movimento de discordâncias, uma expressão (II.36) para a energia livre de Gibbs (ΔE) em função de um conjunto de parâmetros, onde (T) é a temperatura, (G) é o módulo de cisalhamento, (σ) é a tensão aplicada e (V_{act}) é o volume de ativação (a ser definido no próximo subitem), lembrando que todos são parâmetros mensuráveis (Cagnon, 1979).

$$\Delta E = [\Delta H_{act} + (T (\Delta G/\Delta T) (\Delta G/\Delta T) (\sigma/G)V_{act}] / [1-(T/G) (\Delta G/\Delta T)] \quad \dots(\text{II.36})$$

II.4.2.- Volume de Ativação

O volume de ativação (V_{act}) de um processo termicamente ativado pode ser definido como o tamanho de uma região cristalina que se encontra envolvida nesse processo, ou em outras palavras, é o número de átomos envolvidos uma vez que um obstáculo apresenta uma barreira energética que deve ser superada pelo sistema para que o mesmo alcance uma

configuração mais estável.

Matematicamente, o volume de ativação pode ser expresso pela Equação (II.37).

$$V_{act} = -(\partial \Delta E / \partial \sigma)_T \quad \dots(II.37)$$

O volume de ativação é, geralmente, expresso em termos de b^3 , onde b é o valor de módulo do vetor de Burger (b). No presente estudo, (b) é definido como o vetor de Burger de uma discordância superparcial ($b = \pm a/2 \langle 110 \rangle$) e (a) o parâmetro de rede do retículo.

Como as tensões externas (σ) e internas (σ_i) estão geralmente envolvidas em micromecanismos de deformação, a barreira energética (ΔH) é diminuída pela quantidade de trabalho efetuado pela *tensão efetiva local* (σ_{eff}) e, a energia livre de ativação (ΔE_{act}), para ultrapassar esta barreira (Schoek, 1964) é dada pelas equações apresentadas em (II.38)

$$\begin{aligned} \Delta E_{act} &= \Delta H - \sigma_{eff} \cdot V_{act} \\ &\Rightarrow \dots(II.38) \\ \sigma_{eff} &= \sigma \pm \sigma_i \end{aligned}$$

A determinação de (ΔH) e (V_{act}) permite a identificação dos micromecanismos relativos ao processo estudado. [(Benoit, 1985), (Spatig, 1995)]

Diferentes métodos têm sido usados visando determinar o volume de ativação. Um dos métodos é o da tensão (tração ou compressão) convencionais sob deformação ou tensão constantes (fluência neste último caso), ambos efetuados a temperatura constante.

Um outro método proposto baseia-se na determinação da energia de ativação por meio de ensaios de atrito interno. A elaboração desse modelo (Benoit, 1985) baseia-se em picos de AI relativos a discordâncias. Verificou-se que, todos os picos de relaxação relativos a movimentação de discordâncias, dependem da tensão aplicada durante as medidas de atrito interno. Tal fato significa que a mobilidade de discordâncias depende da temperatura e da tensão aplicada. Supondo a hipótese de um potencial periódico e tensões consideráveis ($\sigma V_{act} \sim \Delta H$), o valor de σ_i é insignificante comparado ao da tensão aplicada σ ($\sigma_i \ll \sigma$), e assim, a mobilidade das discordâncias pode ser expressa por II.39, onde (m) é a mobilidade das discordâncias.

$$m = (m_0/\sigma) \exp((-\Delta H - \sigma V_{act}) / kT) \quad \dots(II.39)$$

Desta maneira, através de medidas de atrito interno, usando-se diferentes níveis de amplitude de excitação (ou seja, diferentes níveis de tensões) para obtenção de cada espectro, e conhecendo-se a entalpia de ativação do processo, pode-se determinar o (V_{act}) desse processo através da expressão (II.39). As principais críticas a este método residem no fato que o mesmo não é preciso devido às tensões não serem homogêneas. Neste mesmo método, quando o (V_{act}) é muito elevado, o fenômeno de relaxação anelástica desaparece e o atrito interno se torna independente da temperatura.

Afirma-se (Khonik, 1996) que, no caso de relaxação de defeitos pontuais, a amplitude de excitação (ou de deformação, como usam alguns pesquisadores) não tem efeito na temperatura do pico, porque tal relaxação é caracterizada por um pequeno volume de ativação. Os mesmos autores obtiveram uma expressão para se calcular o volume de ativação usando-se diferentes amplitudes de excitação. No entanto, tal expressão mostra-se comprometida, uma vez que novamente houve um engano de interpretação entre energia livre de Gibbs e a entalpia de ativação descrita por Schoek.

II.4.3.- Largura do Pico de Atrito Interno

As equações descritas em II.22 e II.23 são geralmente chamadas de equações de Debye. Qualquer função da frequência que varia em função de ($[\omega\tau / (1+(\omega\tau)^2)]$) é denominada de pico de Debye. É relativamente simples mostrar que, quando tal função é traçada em função de $\log(\omega\tau)$, a curva é simétrica em torno de ($\log(\omega\tau)=0$) e a largura do pico, medida à metade da máxima intensidade, é dada por II.40.

$$\log_{10} (\omega_1/\omega_2) = 1,144 \quad \dots(II.40)$$

Quando se tem valores de atrito interno medidos em duas frequências, ω_1 e ω_2 , é mais conveniente o uso da relação II.41 ao invés de II.40.

$$\ln(\omega_2 / \omega_1) = (\Delta G/k) ((T_{p1})^{-1} - (T_{p2})^{-1}) \quad \dots(II.41)$$

Valores equivalentes nas curvas, que por sua vez foram medidos a diferentes

freqüências, devem então corresponder ao mesmo valor de $(\omega\tau)$, o que significa que não apenas a temperatura (T_p) de pico de atrito interno, mas cada ponto da curva deve ser transladado da mesma maneira.

Este resultado afirma que curvas de atrito interno versus (T^{-1}) , para duas freqüências, diferem uma da outra apenas por uma translação horizontal δT^{-1} ao longo do eixo das temperaturas $(1/T)$, que é igual a $[(k / \Delta H_{act}) \ln(\omega_2 / \omega_1)]$. Deve-se lembrar que, uma vez que, a amplitude de relaxação Δ é, em geral, uma função da temperatura, dois picos de Debye, a diferentes freqüências, devem ser primeiramente normalizados (Fig. II.7) antes de se medir a translação que ocorre ao longo do eixo de temperatura $(1/T)$.

A partir das equações II.40 e II.41, pode-se obter a expressão da largura do pico (α) dada por II.42.

$$|T_{p1}^{-1} - T_{p2}^{-1}| = \alpha 1,144 (2,303 \text{ k} / \Delta H_{act}) = \alpha 2,635 \text{ k} / \Delta H_{act} \quad \dots(\text{II.42})$$

A largura do pico é, então, vista como sendo inversamente proporcional à entalpia de ativação e, assim, a largura pode ser usada para se medir (ΔH_{act}) e, assim, fornecer informações sobre se o pico é realmente um pico de Debye ($\alpha = 1$), i.e., se o material em questão se comporta como um sólido anelástico padrão, ou o quão longe está deste.

Este parâmetro pode fornecer indicação sobre quão distante ou próximo está o comportamento anelástico do material estudado em comparação ao sólido anelástico padrão, e assim fornecer indicação sobre a possibilidade do material em estudo, ser tratado matematicamente como um sólido anelástico padrão.

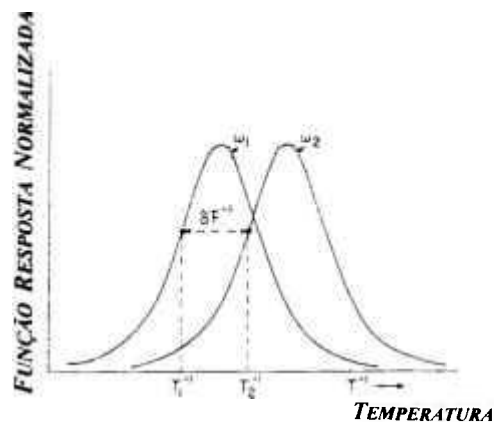


Figura II.7.- Espectros de atrito interno normalizados, mostrando a posição da leitura da intensidade para o cálculo do parâmetro de alargamento do pico.

II.5.- Alguns Defeitos Microestruturais Detectados por Atrito Interno

São apresentados abaixo os espectros mais conhecidos de alguns dos também mais comuns e típicos defeitos de materiais metálicos, tais como defeitos pontuais (átomos substitucionais, intersticiais ou lacunas), discordâncias, contornos de grãos. Devido a suas singularidades comuns, esses espectros de atrito interno serão aqui denominados *assinaturas*.

II.5.1.- Assinatura da Relaxação de Defeitos Pontuais

Os mais relevantes defeitos pontuais relativos a mecanismos de relaxação são lacunas, átomos intersticiais e substitucionais.

A inserção de um defeito puntual em um cristal produz distorções elásticas locais, que interagem com outros defeitos pontuais já existentes, quando uma tensão é aplicada ao cristal. Estas interações podem ser consideradas análogas à interação de um dipolo elétrico com um campo elétrico aplicado, mas para os defeitos pontuais este fenômeno é chamado dipolo elástico e é caracterizado por um tensor de segunda ordem definido em II.43.

$$\lambda_{ij}^{(p)} = \partial \epsilon_{ij} / \partial C_p \quad \dots(\text{II.43})$$

onde $(\lambda_{ij}^{(p)})$ é o componente de deformação (também tensor de segunda ordem) por unidade de fração molar (C_p) de defeitos, tendo todos a mesma orientação p .

Por exemplo, no caso de tensão uniaxial, a relaxação do módulo de compliance pode ser descrito pela Equação II.44, onde (S) é o módulo de compliance, (C_0) é a concentração total de soluto, (v_0) é o volume atômico, (n_t) é o número de tensores independentes (λ), e $(\lambda^{(p)})$ é a componente do tensor (λ) que corresponde à deformação (ϵ).

$$\partial S = C_0 v_0 / n_t kT [\sum_p (\lambda^{(p)})^2 - 1/n_t (\sum_p \lambda^{(p)})^2] \quad \dots(\text{II.44})$$

II.5.1.A.- Assinatura da Relaxação Devido a Átomos Intersticiais ou Pico de Snoek

A teoria proposta por Snoek em 1941 [(Snoek, 1941) e (Nowick, 1972:225)] supõe que átomos de soluto intersticiais (e.g. hidrogênio, oxigênio, carbono e/ou nitrogênio), em estado diluído, em um metal de retículo cúbico de corpo centrado (CCC) constituem dipolos elásticos de simetria tetragonal e, podem assim resultar em relaxações anelásticas através do processo de ordenação induzida por tensão. Estudos de amostras monocristalinas confirmaram a dependência linear desse pico com a concentração de solutos predita na teoria, e que cada átomo de soluto intersticial cria um dipolo elástico e tem sido mostrado que, para testes de tensões uniaxiais, a maior relaxação foi detectada segundo uma direção $\langle 001 \rangle$ e é muito pequena para uma direção do tipo $\langle 111 \rangle$. Por outro lado, em ensaios de vibração sob torção, o sentido desta anisotropia anelástica é inverso àquele do ensaio uniaxial e assim, o maior valor de relaxação foi achado como sendo segundo uma direção do tipo $\langle 111 \rangle$ (Yoshinari, 1996).

Como exemplo desses metais, tem-se Fe, Ta, Nb, Cr e V. Valores típicos de energias de ativação e tempos de relaxação são da ordem de 0,8-1,7 eV e $1,5-7,0 \times 10^{-14}$ segundos, respectivamente. A Fig. II.8 mostra em (a), um exemplo das posições que átomos intersticiais podem ter num retículo CCC e, em (b), exemplos de espectros contendo picos de Snoek.

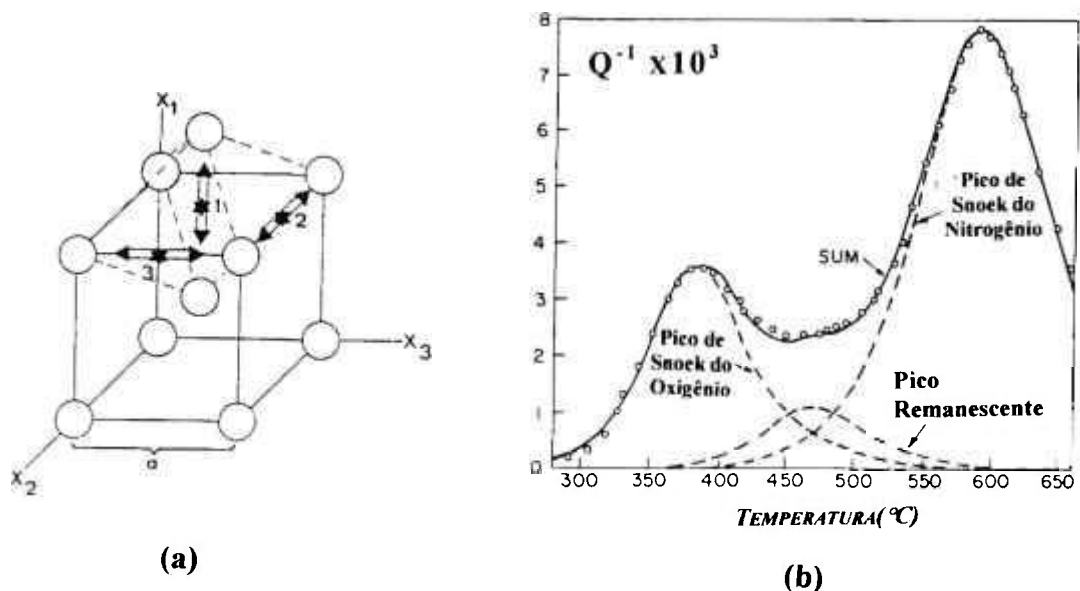


Figura II.8.- Pico de Snoek mostrando; (a) o modelo de relaxação com as possíveis posições dos átomos intersticiais num retículo CCC, (b) picos de atrito interno relativos a átomos de oxigênio e nitrogênio em liga de nióbio.

II.5.1.B.- Assinatura da Relaxação Devido a Átomos Substitucionais ou

Pico de Zener [(Zener, 1947), (Entwistle, 1962)]

Em soluções sólidas substitucionais, os átomos de soluto, na maioria dos casos, têm tamanhos diferentes daqueles dos solventes, e portanto, dão origem a distorções do retículo. Para uma solução sólida numa rede CFC, um único átomo de soluto produziria distorção em seus 12 vizinhos mais próximos e portanto, não mostraria nenhuma tendência energética para migrar sob tensão, mas, um par de átomos, daria origem a distorções anisotrópicas, que, de acordo com Zener, deveriam ser mais intensas ao longo do eixo formado pelo par de átomos de soluto (Fig. II.9), aqui mencionados como *par de solutos*. Neste caso, pelo fato do sistema apresentar simetria cúbica, as distorções produzidas por cada um dos átomos de soluto separadamente, terão também simetria cúbica e quando dois átomos de soluto estão adjacentes entre si, a distorção do retículo pelo par não terá simetria cúbica. Se os átomos de soluto forem maiores do que os átomos de solvente, o retículo será mais distendido ao longo do eixo do par do que em outra direção. No entanto, a tensão média através do cristal é zero e o eixo do par será randomicamente distribuído sobre as várias direções cristalográficas. Quando, no entanto, uma tensão é aplicada ao cristal, a distribuição de equilíbrio de eixos de pares não é mais randômica.

Desta forma, se os átomos de soluto são maiores que os átomos de solvente e uma tensão de tração for aplicada, o par de solutos tende a se orientar preferencialmente na direção de eixos permissíveis que formam o menor ângulo com o eixo de tensão.

O então chamado pico de Zener tem as seguintes características:

- a-) pode ser detectado em soluções sólidas monofásicas homogêneas em condições de equilíbrio;
- b-) sua intensidade aumenta aproximadamente proporcional ao quadrado da concentração C , tomada a baixas concentrações; a altas concentrações torna-se mais evidente que a variação segue uma lei do tipo $C^2(1-C)$;
- c-) a mudança da posição do pico em relação à temperatura com uma mudança de frequência implica num tempo de relaxação que segue uma lei do tipo mostrado pela Equação II.33, onde τ_0 é de aproximadamente 10^{-14} segundos e é consistente, em magnitude, com um processo de migração atômica sobre uma distância interatômica;
- d-) a entalpia parece corresponder a energia de ativação para movimentos lentos de duas

espécies atômicas.

De acordo com a teoria de Zener, esperava-se que a intensidade deste tipo de pico caísse a zero para composições e temperaturas onde a ordem a longa distância é completamente desenvolvida e nenhuma relaxação seria induzida em cristais cúbicos quando tensões hidrostáticas fossem exercidas no cristal. Uma das principais críticas à teoria de Zener é que ela não pode prever a dependência da intensidade do pico com a orientação.

A relaxação sob um sistema de tensão arbitrário pode, portanto, ser representada, em termos de relaxação, por dois módulos de cisalhamento que são C_{44} e $(C_{11} - C_{12})/2$. A amplitude de relaxação (Δ) destes dois módulos serão denotadas por δ e δ^i , respectivamente.

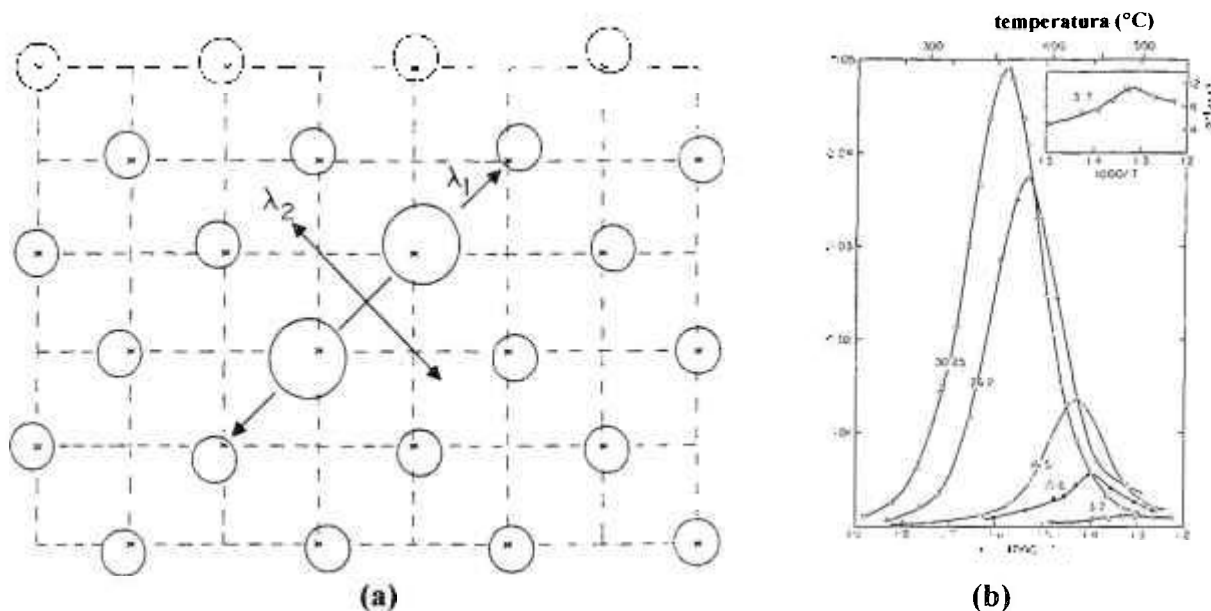


Figura II.9.- Aspectos gerais de um pico de Zener; (a) Representação esquemática da distorção responsável por este pico, mostrando o deslocamento anelástico do dipolo formado por átomos de soluto; (b) pico de atrito interno em uma liga Ag-Zn para várias concentrações de (% at.) de Zn [(Nowick e Berry, 1972:250) e (Zener, 1947 e 1955)].

II.5.2.- Assinatura da Relaxação Devido a Discordâncias ou Pico de Bordoni

Em 1949, Bordoni observou um intenso pico de atrito interno, a baixas temperaturas, em metais cúbicos de face centrada, deformados a frio. A dependência da intensidade do pico com o estado de deformação do metal que apresenta o pico de Bordoni, sugere que a energia

de ativação deve ser associada ao movimento de pequenos segmentos de discordância, como mostrado esquematicamente na Fig. II.10(a). As principais características deste pico são:

- a-) geralmente, não aparece em amostras completamente recozidas;
- b-) sua intensidade aumenta rapidamente com o aumento da quantidade de trabalho a frio;
- c-) sua intensidade e temperatura na qual aparece são, geralmente, independente, da amplitude de vibração durante a medida;
- d-) a presença de impurezas reduz a sua intensidade.

Em outros estudos de relaxação relativos a discordâncias em metais, constatou-se que, o pico de Bordoni é superposto a um fundo de atrito interno, que aumenta com uma elevação da amplitude de medida, mas quando este fundo é subtraído, pode-se observar que este pico é independente da amplitude de medida. Observou-se também que a intensidade deste pico é relativamente independente da frequência de vibração, apenas mudando normalmente de posição em relação à temperatura quando a frequência de oscilação muda.

Tem sido afirmado (Friedel, 1964) que, em metais ligeiramente impuros ou levemente deformados a frio, o atrito interno medido a amplitudes crescentes é, inicialmente constante, mas aumenta de intensidade consideravelmente para amplitudes acima de 10^{-6} . Este fenômeno pode ser explicado como sendo relativo a desancoramento de segmentos de discordância, até então ancorados por impurezas.

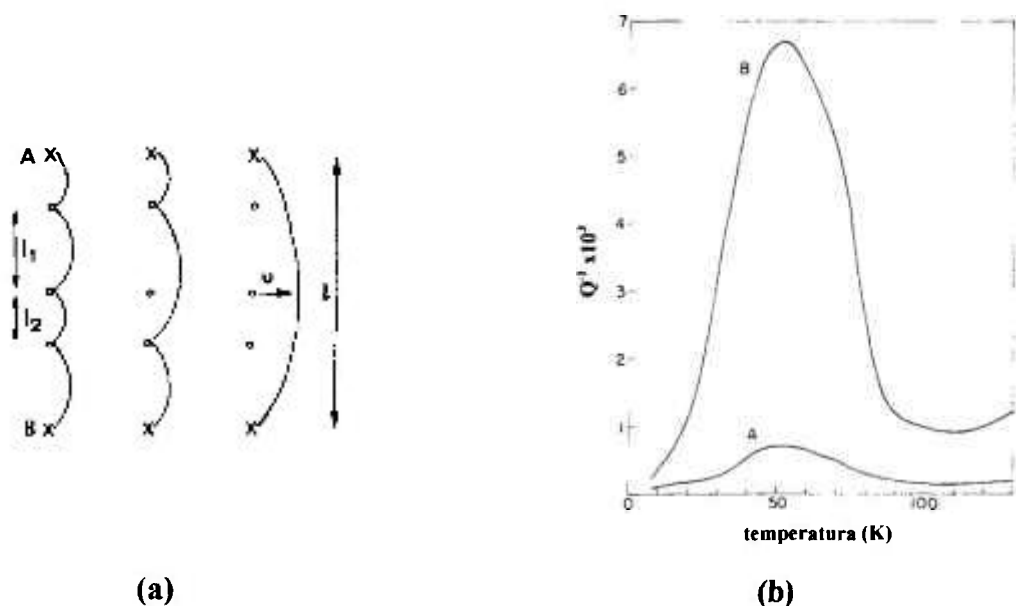


Figura II.10.- Aspectos de um pico de Bordoni; (a) desenho esquemático do desancoramento de discordâncias; (b) espectro de um pico de Bordoni em liga de ferro [(Nowick e Berry, 1972) e (Bordoni, 1960)]

II.5.3.- Comparação de espectros de AI relativos a discordâncias e a defeitos pontuais

Uma dúvida muito comum que surge quando se analisa um pico de atrito interno em um material metálico é se se trata de um pico relativo a defeito puntual ou discordância.

A fim de se comparar melhor estes defeitos comumente detectados pela espectroscopia mecânica, mostra-se, de maneira resumida na Tab. II.3, as características mais importantes dos picos de atrito interno devidos a defeitos pontuais e dos picos de atrito interno relativos a discordâncias.

Tabela II.3.- Comparação dos parâmetros de picos de atrito interno relativos a defeitos pontuais e os relativos a discordâncias [(Benoit, 1982), (Gremaud,1987) e (Weller, 1996)].

	Picos relativos a defeitos pontuais	Picos relativos a discordâncias
Δ	Proporcional à concentração de dipolos elásticos. e.g.: Pico de Snoek proporcional à concentração de dipolos Pico de Zener proporcional ao quadrado da concentração de dipolos elásticos	Proporcional à densidade e comprimento das discordâncias (Ωl^2)
τ	$\tau_0 \approx 10^{-14} - 10^{-15}$ seg.	$\tau_0 \approx 10^{-9} - 10^{-11}$ seg.
	ΔH_{act} = energia de migração do defeito puntual	H_{act} = energia que caracteriza o obstáculo enfrentado pela discordância
	(coef. de alargamento do pico) $\alpha \approx 1$	(coef. de alargamento do pico) $\alpha > 1$
	$\partial S / S \approx 2 Q^{-1}max$	$\partial S / S \neq 2 Q^{-1}max$

II.6.- Fundo de Atrito Interno a Altas Temperaturas

É comumente observado que o fundo de atrito interno a altas temperaturas pode ser aproximado por uma expressão do tipo II.45, onde (A) é uma constante de aproximação e ΔH a entalpia de ativação do fenômeno físico envolvido neste fundo.

$$Q^{-1} = A \exp(-\Delta H / kT) \quad \dots\dots II.45$$

Estudos em alumínio de alta pureza mostraram que este fundo estaria relacionado a um mecanismo que poderia envolver relaxação de tensões de cisalhamento através de bandas de escorregamento “viscosas”, de maneira similar à relaxação de contornos de grãos. A energia de ativação medida neste caso foi próxima à da auto-difusão do alumínio, no entanto, tal correspondência não tem sido sempre verificada.

Afirma-se (Schoeck, 1964) que, para uma grande variedade de materiais, ocorre um

rápido aumento do atrito interno a altas temperaturas, que é dependente da amplitude de excitação. Isto sugeriria que este fundo, poderia ser devido a algum tipo de relaxação de discordâncias ativadas termicamente, pois a magnitude deste efeito era muito grande para ser explicada por algum mecanismo razoável envolvendo relaxação de defeitos pontuais.

Considerando-se a equação do movimento de uma discordância interagindo com um defeito puntual e supondo-se que ΔH varia muito pouco neste mecanismo, demonstra-se que o fundo de atrito interno a altas temperaturas pode ser descrito por uma Equação como mostrado em II.46, onde n é uma constante de proporcionalidade sobre uma faixa limitada de temperaturas, definida por $\Delta H = n \Delta H_{app}$, onde ΔH_{app} é a energia de ativação aparente que se obtém quando espectros de tempos de relaxação são plotados em função da temperatura. Observa-se que os valores de energias aparentes são inferiores aos obtidos quando se mede a energia de ativação numa curva do tipo Arrhenius de $\log(Q^{-1})$ versus $(1/T)$ para várias frequências.

$$Q^{-1} = cte / [\omega \exp(\Delta H_{app} / kT)]^n \quad \text{.....II.46}$$

Estudos feitos em metais CFC, levaram em conta que discordâncias podem anelásticamente se mover entre dois pontos de ancoragem e, assim, o movimento destas, poderia ser controlado por difusão de lacunas. Desta maneira, assumiu-se que o fundo de atrito interno a altas temperaturas poderia estar relacionado à escalagem (“*climb*”) de discordâncias totalmente móveis e poderia ser descrito pela Equação II.47, onde A é um fator relacionado à microestrutura do material, e portanto, dependente da temperatura [(Povolo, 1994) e (Woigard, 1974 e 1976)] e frequência e ΔH estaria muito próximo da energia de auto-difusão de átomos através do núcleo (“*core*”) de uma discordância.

$$Q^{-1} = A \exp(\Delta H / kT) / [\omega kT] \quad \text{.....II.47}$$

Em resumo, como opinião de consenso entre diversos pesquisadores, o chamado fundo de atrito interno a altas temperaturas pode ser resultado de vários mecanismos, no entanto, todos eles relacionados ao comportamento de discordâncias nessas temperaturas.

CAPÍTULO III

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo, apresenta-se, inicialmente, uma descrição da microestrutura de duas ligas intermetálicas ordenadas com composições químicas diferentes e do modo de preparação destes dois tipos de espécimes, no que tange a orientações cristalográficas. Em seguida, apresentam-se os dois tipos de pêndulos de torção utilizados, bem como uma descrição de como são efetuadas as medidas de atrito interno em cada pêndulo e as variáveis do procedimento de medida, tais como amplitudes de excitação e nível de pré-deformação plástica das amostras.

III.1.- Materiais

Os materiais utilizados no presente estudo são ligas Ni_3Al monocristalinas de estrutura ordenada $L1_2$ com duas composições nominais: uma primeira de composição $\text{Ni}_{74,3}\text{Al}_{24,7}\text{Ta}_1$ (aqui denominada Ni_3AlTa) e, uma segunda, binária, não-estequiométrica, de composição $\text{Ni}_{76,6}\text{Al}_{23,4}$ (aqui denominada $\text{Ni}_3\text{Al-b}$). Ambos espécimes foram fornecidos pelo Prof. D. P. Pope da Universidade da Pensilvânia (EUA).

Esses materiais, na forma de barras paralelepipedais, tiveram crescimento ao longo da direção $\langle 001 \rangle$, fato que foi comprovado com o uso da técnica de difração Laue e ambos revelaram macroestruturas dendríticas após preparação metalográfica. A barra de Ni_3AlTa tinha dimensões de aproximadamente 150mm de comprimento por $50 \times 15 \text{mm}^2$ de secção transversal, enquanto a barra $\text{Ni}_3\text{Al-b}$ tinha comprimento de 150mm e secção transversal de $50 \times 7 \text{mm}^2$.

III.1.1.- Observações via Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Duas amostras de cada barra foram cortadas por eletroerosão, embutidas em baquelite e polidas mecanicamente até a qualidade de espelho, usando-se para este acabamento final uma suspensão de sílica com granulometria de $0,25\mu\text{m}$. Visando revelar a estrutura de solidificação, amostras dos materiais foram atacadas quimicamente. As amostras de Ni_3AlTa foram atacadas por uma solução aquosa contendo 30ml de HNO_3 , 20ml de HCl concentrado, 20ml de H_2O , 30ml de etanol e 1,5g de CuCl_2 durante 5min. à temperatura ambiente. As amostras de $\text{Ni}_3\text{Al-b}$ foram atacadas nas mesmas condições descritas acima e a microestrutura de solidificação foi revelada somente após 4h de imersão. As observações via MEV foram feitas utilizando-se um microscópio da marca JEOL JSM 6300F, provido de EDS.

III.1.2.- Observações via Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Observações via MET foram feitas nos dois tipos de espécimes e em cada orientação escolhida. Amostras em forma de disco de 3mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura foram cortadas por eletroerosão e afinadas manualmente com o uso de lixas de SiC , até uma espessura de aproximadamente 0,2mm. Em seguida, estes discos foram polidos eletroliticamente com o uso de um equipamento de afinamento por duplo jato (Tenupol®), usando-se uma solução de 10%vol. HClO_4 (ácido perclórico) em metanol a -10°C e 20V.

Utilizou-se para esta etapa dois tipos de microscópios de transmissão: o Hitachi, modelo H700H, e o JEOL modelo JM200C, ambos operando a 200KV e com porta-amostras de dupla inclinação (*double tilt*). As imagens de superdiscordâncias foram tomadas em modo “campo claro”.

A densidade de discordâncias foi medida pelo método de Ham e Sharpe (Ham, 1961). Este método representa o número de linhas de discordâncias que cruza uma área. Tal contagem deve ser corrigida por um fator, visando incluir na contagem as discordâncias invisíveis àquelas condições. Este método não é preciso para densidades de discordâncias maiores que 3×10^9 linhas/ cm^2 .

III.2.- Métodos

III.2.1.- Tamanhos e Orientações das Amostras

As amostras para ensaios de espectroscopia mecânica (EM) foram cortadas em formatos de plaquetas, com secção retangular, em duas dimensões diferentes e ao longo de orientações pré-definidas. Usou-se eletroerosão a fim de minimizar os danos superficiais causados pelos processos de usinagem convencionais. Antes de se proceder aos ensaios de espectroscopia mecânica propriamente ditos, cada amostra foi polida mecanicamente com lixas convencionais de SiC, partindo-se da granulometria $44\mu\text{m}$ até pastas diamantadas de $3\mu\text{m}$ a fim de se remover a camada afetada pelo corte via eletroerosão, que se estimou ser da ordem de $45\mu\text{m}$ de espessura.

Estas amostras, na forma de plaquetas paralelepipedais, foram cortadas nas dimensões de 40mm de comprimento com secção transversal de $2,5 \times 0,5\text{mm}^2$ e 30mm de comprimento com secção transversal de $4,0 \times 1,0\text{mm}^2$.

No que se refere a orientações cristalográficas destas plaquetas, foram cortadas as seguintes amostras :

Espécime Ni_3AlTa

Três orientações foram cortadas segundo os eixos longitudinais das amostras e são:

- eixo ao longo de $\langle 001 \rangle$ com faces laterais do tipo $\langle 110 \rangle$.
- eixo ao longo de $\langle 110 \rangle$ com faces laterais do tipo $\langle 110 \rangle$ e $\langle 100 \rangle$.
- eixo ao longo de $\langle 111 \rangle$ com faces laterais do tipo $\langle 110 \rangle$ e $\langle 112 \rangle$.

Espécime $\text{Ni}_3\text{Al-b}$

Nesse caso, foram cortadas amostras em um único tipo de orientação devido às dimensões da barra de partida, inferiores às do material-1, que inviabilizavam o corte de amostras em outras orientações e que tivessem dimensões mensuráveis nos equipamentos de medidas de EM.

- eixo ao longo de $\langle 110 \rangle$ com faces laterais do tipo $\langle 110 \rangle$ e $\langle 100 \rangle$.

Diferentes orientações cristalográficas foram utilizadas visando-se estudar a influência dos dois sistemas de escorregamento conhecidos sobre os espectros de *AI*, conforme desenho

da Fig. III.1 exemplificando o posicionamento de alguns planos importantes do ponto de vista de movimentação de discordâncias.

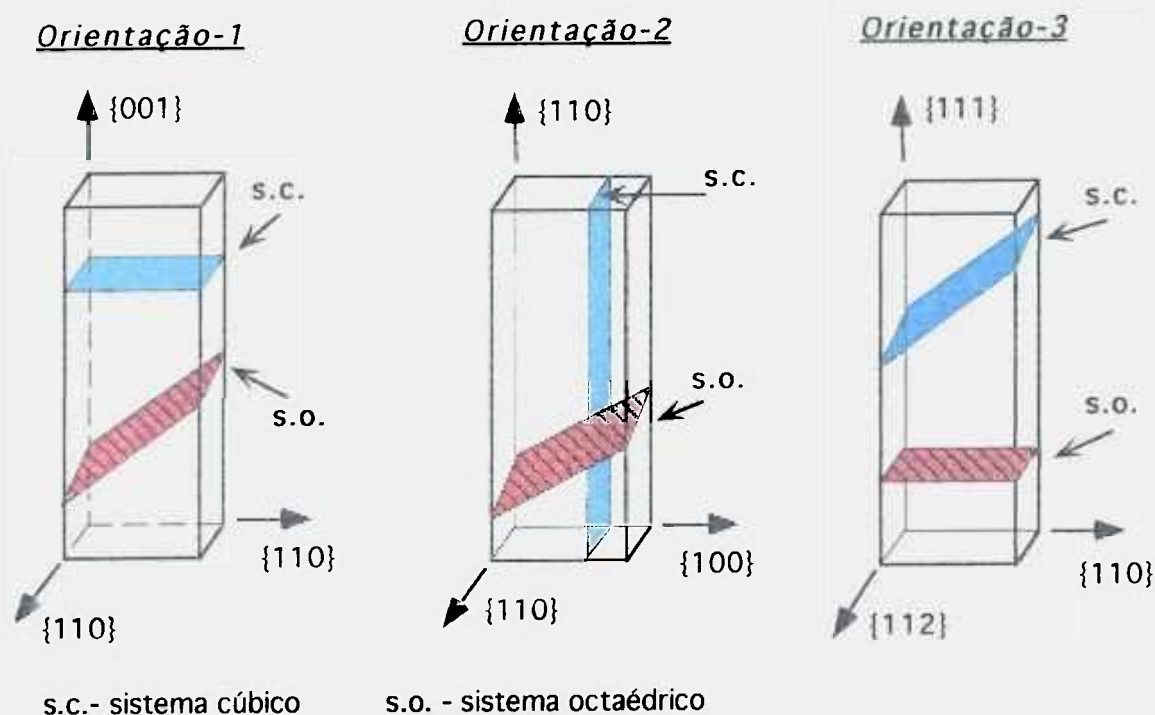


Figura III.1.- Representação esquemática das diferentes orientações das amostras exemplificando a posição dos dois planos que compõem os dois sistemas de escorregamento (relativos aos respectivos domínios de temperaturas) em relação as orientações das amostras.

III.2.2.- Fator de Schmid em Torção

Com o objetivo de saber a Tensão de Cisalhamento Crítica Resolvida[‡] (CRSS), os fatores de Schmid em torção foram determinados para cada uma das três orientações escolhidas e estão apresentados da Tab. III.1. Observa-se que os valores tabelados são válidos apenas para os níveis de torção aplicados durante os ensaios de atrito interno. A maneira como os valores da tabela foram calculados é mostrada no apêndice A.

[‡] Critical Resolved Shear Stress- CRSS

Tabela III.1.- O fator de Schmid em torção para as três orientações.

$\pm a$	$[b]$, (plano)	[001]	[110]	[111]
Sistema de Escorregamento Octaédrico \rightarrow (111)				
	$10\bar{1}$ (111)	0,00/0,13	-0,50/-0,50	-1,00/-1,00
	$\bar{1}01$ (111)	0,00/0,13	-0,50/-0,50	-1,00/-1,00
	$1\bar{1}0$ (111)	0,58/0,58	0,82/0,82	-1,00/-1,00
	$\bar{1}\bar{1}0$ (111)	0,58/0,58	0,82/0,82	-1,00/-1,00
	$01\bar{1}$ (111)	0,00/-0,13	-0,50/-0,51	-1,00/-1,00
	$0\bar{1}1$ (111)	0,00/-0,13	-0,50/-0,51	-1,00/-1,00
Sistema de Escorregamento Cúbico \rightarrow (001)				
	$1\bar{1}0$ (001)	-1,00/-1,00	1,00/1,00	0,57/0,57
	$\bar{1}\bar{1}0$ (001)	-1,00/-1,00	1,00/1,00	0,57/0,57
	110 (001)	-1,00/-1,00	-1,00/-1,00	0,30/0,30
	$\bar{1}\bar{1}0$ (001)	-1,00/-1,00	-1,00/-1,00	0,30/0,30

$b \Rightarrow$ vetor de Burger de uma superdiscordância, $b=a/2\langle 110 \rangle$ e $a=3,56 \times 10^{-10} \text{m}$

III.2.3.- Equipamentos de Medida de Espectroscopia Mecânica

O principal equipamento usado nas presentes experiências são pêndulos de torção que trabalham segundo duas condições de oscilação, oscilações livres e oscilações forçadas, decorrendo daí os nomes de Pêndulo Livre e Pêndulo Forçado.

No Pêndulo Livre, as medidas de perda mecânica são baseadas no decaimento livre das oscilações e no Pêndulo Forçado tais medidas são baseadas na defasagem entre a tensão aplicada e a deformação sofrida pela amostra.

A vantagem do primeiro é a maior sensibilidade, contudo há limitação da faixa de frequências a ser utilizada. No pêndulo forçado a sensibilidade é menor havendo, no entanto, possibilidade de variação de frequência de excitação entre 10^{-4} a 10Hz, permitindo cálculos mais precisos dos valores das energias de ativação dos picos.

Em ambos os pêndulos, todos os dados de entrada e saída, bem como o controle de temperatura, amplitude de excitação e atrito interno (aquisição de dados e tratamento destes), são controlados por computador. Os parâmetros de entrada são as dimensões da amostra, faixa de temperatura do ensaio, taxas de temperatura durante o aquecimento e resfriamento e amplitude de excitação. Os parâmetros de saída são o atrito interno e a frequência de oscilação para cada temperatura.

Para ambos os pêndulos, as medidas são efetuadas sob vácuo de 10^{-5} torr e as principais características técnicas de cada um dos pêndulos são descritas na Tab. III.2.

A diferença fundamental entre o funcionamento do pêndulo livre e do forçado é que, no caso do forçado, os torques pré-calculados são efetuados de modo a se obter em cada torque a amplitude de deformação desejada e, por meio do mesmo laser e sobre a mesma fotocélula, determinar a defasagem entre a tensão aplicada e a deformação sofrida.

Comparando-se os dois pêndulos usados nesta pesquisa, do ponto de vista tecnológico, deve-se levar em conta que o pêndulo livre é mais sensível e preciso do que o pêndulo forçado devido ao fato que, na prática, é mais fácil medir um sinal de um decréscimo de amplitude que uma defasagem muito pequena entre a tensão aplicada e a deformação sofrida. Por outro lado, o pêndulo livre tem sua frequência de trabalho limitada pela frequência natural de vibração (no presente caso, limitada a uma década de Hertz). Já o pêndulo forçado, apesar da sua menor sensibilidade, pode ter sua frequência de trabalho variada em 6 décadas de Hertz.

Tabela III.2.- Principais características técnicas dos pêndulos de torção utilizados.

CARACTERÍSTICA	PÊNDULO LIVRE	PÊNDULO FORÇADO
faixa de frequência	de 0,5 Hz a 5 Hz *	de 10^4 Hz a 65 KHz.
limite de detecção da defasagem	-o-	$\Delta\varnothing = 10^{-5}$ rad
faixa de temperatura	300 a 1300K	300K a 1300K
taxas de aquecimento/ resfriamento	1, 2 ou 3 K/min.	1, 2 ou 3 K/min.
amplitude de deformação em torção	1×10^{-7} a 1×10^{-3}	1×10^{-6} a 1×10^{-4}

* esta frequência é extremamente dependente da espessura da amostra, do seu módulo de cisalhamento e do momento de inércia do próprio pêndulo.

III.2.3.1.- Pêndulo Livre

Uma vista geral do pêndulo livre é mostrado na Fig. III.2. A principal diferença visual entre este e um pêndulo forçado deve-se à ausência das massas inerciais sobre a balança neste último.

O princípio de funcionamento do pêndulo livre consiste, resumidamente, em se impor pequenos e sucessivos torques em fase, por meio de bobinas eletromagnéticas, à amostra que se situa internamente ao pêndulo na região do forno (Fig. III.2-detalhe), obtendo-se cada ponto do espectro de atrito interno. A amplitude da deformação por torção é detectada por meio do deslocamento do feixe laser sobre uma fotocélula depois da reflexão deste feixe sobre

um espelho, que por sua vez encontra-se colado ao eixo de fixação da amostra. Este sinal de deslocamento é continuamente transmitido para o computador, que converte esse deslocamento em deformação em torção por meio da expressão III.1. Uma vez alcançada a amplitude desejada, cessam-se os torques sucessivos e o sistema (balança inercial + amostra) é deixado oscilando livremente. O decréscimo de amplitude, bem como o tempo são medidos novamente através do deslocamento do feixe laser sobre a fotocélula e o número de pontos medidos por período é assim transmitido ao computador que calcula o atrito interno e a frequência de oscilação do pêndulo.

Como já descrito no Capítulo-II e detalhado no Apêndice-B, a amplitude de deformação (ϵ) de uma barra de secção retangular, quando submetida a esforços de torção, é dada pela equação III.1, onde $\beta = \alpha = 0,141$ para as dimensões da secção transversal das amostras ensaiadas no presente estudo, (e) é a espessura da amostra, (l) é o comprimento da amostra e (θ) é o ângulo de torção. A expressão mencionada é válida somente para barras de formato retangular ou quadrado.

$$\epsilon = \beta \theta e / \alpha l \quad \dots(\text{III.1})$$

O pêndulo livre fornece como parâmetros de saída espectros do atrito interno em função da temperatura e da frequência de oscilação em função da temperatura, sendo que esse último parâmetro pode ser convertido em módulo de cisalhamento (G) segundo a equação III.2, onde [$f(T)$] é a frequência de oscilação em função da temperatura (T), $G(T)$ é o respectivo módulo de cisalhamento a temperatura T , (I) é o momento de inércia, (b , e , l) são, respectivamente, largura, espessura e comprimento da amostra e β é uma constante de proporcionalidade que varia segundo as dimensões da secção transversal da amostra.

O valor do momento de inércia (I) do pêndulo livre medido, quando livre de qualquer peso suplementar, foi aproximadamente $2 \times 10^{-4} \text{Kg.m}^2$, e, aproximadamente, $1 \times 10^{-2} \text{Kg.m}^2$ para um aumento adicional de 500g de massa ao sistema.

$$G(T) = (2\pi)^2 I (\beta b e^3 / l)^{-1} [f(T)]^2 \quad \dots(\text{III.2})$$

O funcionamento do pêndulo livre para as medidas aqui obtidas é descrito a seguir: Primeiramente, fixam-se as extremidades da amostra a ser medida em duas pinças de aço inox;

em seguida, uma extremidade do conjunto (pinça+amostra+pinça) é fixada rigidamente a uma barra circular feita de Inconel®. Introduce-se, então, este novo conjunto de barra+pinças dentro de um forno elétrico de resistência tubular, de forma que a amostra se encontre no centro do forno. A seguir, coloca-se o conjunto barra+pinças+forno dentro da câmara do pêndulo e fixa-se a balança à parte superior da barra que havia sido fixada dentro do forno. A balança é a parte do sistema de medida que suporta, além dos pesos inerciais variáveis, dois imãs permanentes (detalhe B da Fig. III.2) que são responsáveis pela excitação mecânica da amostra. Em seguida, posiciona-se as duas bobinas elétricas ao redor dos dois braços contendo os imãs permanentes. Finalmente, fecha-se e sela-se a câmara e se liga o sistema de vácuo, bem como o restante do sistema de detecção acoplado ao computador. O ensaio inicia-se quando o nível desejado de vácuo é alcançado e o sistema de vácuo permanece ligado durante todo o período de medida. Um desenho menos técnico e mais esquemático é mostrado na Fig. III.3, onde tem-se uma melhor visualização do pêndulo e seus elementos, e de como a amostra sofre deformação.

Visando melhorar a qualidade das medidas, introduziu-se uma rotina computacional, baseada na análise de Fourier do decaimento livre da amplitude [(Yoshida, 1981), (Baur, 1983)] e, dessa forma, o decaimento livre das amplitudes pode ser descrito por uma função do tipo mostrado pela equação III.3:

$$f(t) = f_1(t) + f_2(t) + f_3(t) \quad \dots(III.3)$$

onde t é tempo, $f_1(t)$ representa o termo principal da oscilação amortecida e que, de fato, guarda o valor do atrito interno, $f_2(t)$ é o fator que considera a contribuição de eventuais oscilações parasitas e $f_3(t)$ é o fator que considera a contribuição de fracos ruídos de medida. Desta forma, a oscilação amortecida da amostra pode ser apresentada na notação complexa mostrada nas expressões III.4 e III.5, onde ω_0 é a frequência angular da oscilação livre, ω_1 a frequência angular complexa, A a amplitude complexa, A^* o conjugado complexo da amplitude, e t_2 é o período de oscilação da amplitude. Assim, o atrito interno é calculado, na prática, pela expressão III.6.

$$f_1(t) = 1/2 [(A \exp(j\omega_1 t) + A^* \exp(-j\omega_1 t))] \quad \dots(III.4)$$

$$\omega_1 = \omega_0 + j / t_1 = 2\pi / t_2 + j (1 / t_1) \quad \dots(III.5)$$

$$Q^{-1} = 2 / \omega_1 t_1 = t_2 / (\pi t_1) \quad \dots(III.6)$$

Fazendo-se uso de uma transformada de Fourier discreta sobre $f(t)$ num período de tempo t_3 , pode-se obter a expressão III.7, onde o termo $B+C_s$ são aproximações lineares de movimentos parasitas. A equação III.7 é válida apenas quando $(2^n \gg N \gg 1)$, onde 2^n é o número total de pontos lidos no período t_3 do período de decrescimento livre, N é o número de pontos lidos por período de oscilação. Usando-se quatro valores sucessivos de $F(s_i)$ e assumindo-se que $s = (\omega_0 t_3) / 2\pi$, os valores de B e C podem ser desprezados, e assim t_1 é obtido permitindo o cálculo de Q^{-1} . No pêndulo livre em questão, o valor 2^n foi estabelecido como sendo 1024 e N pode variar entre 16 e 64 em função da frequência de oscilação.

$$F(s) = A/2 \{(1 - \exp(j\omega_1 t_3))2^n\} / [-j(\omega_1 t_3 - 2\pi s)] + B + C.s \quad \dots(III.7)$$

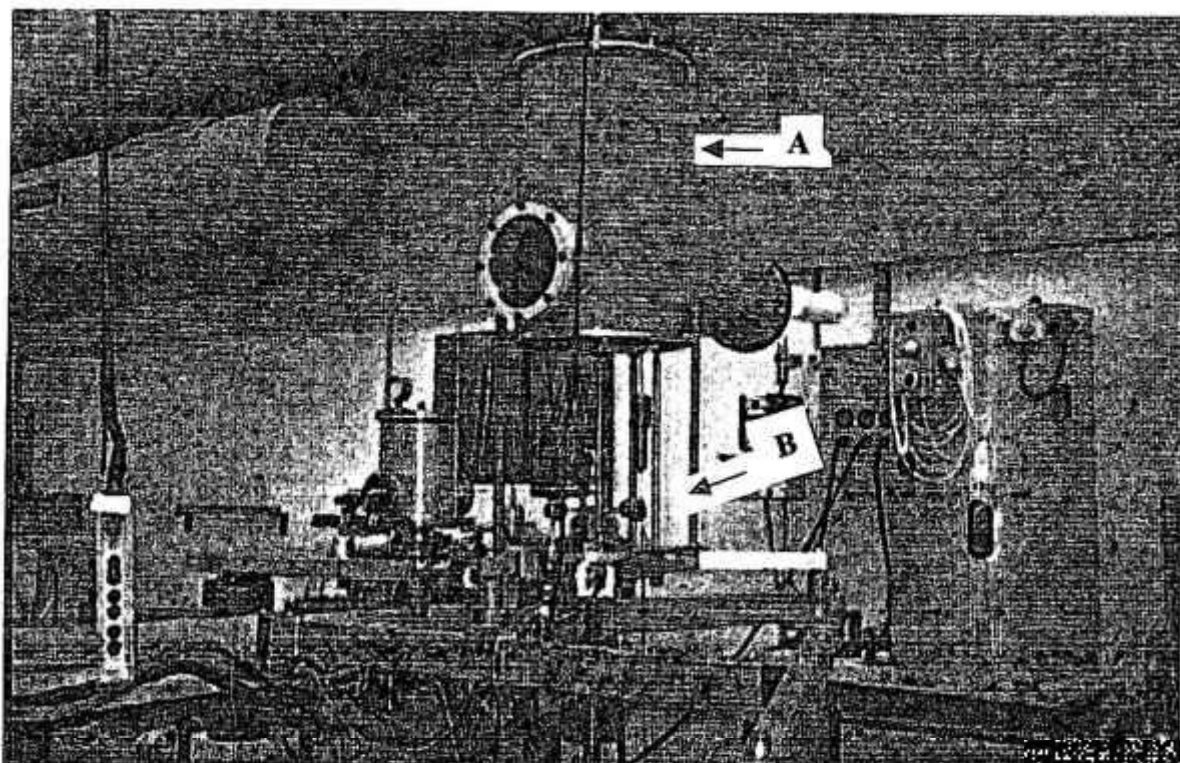
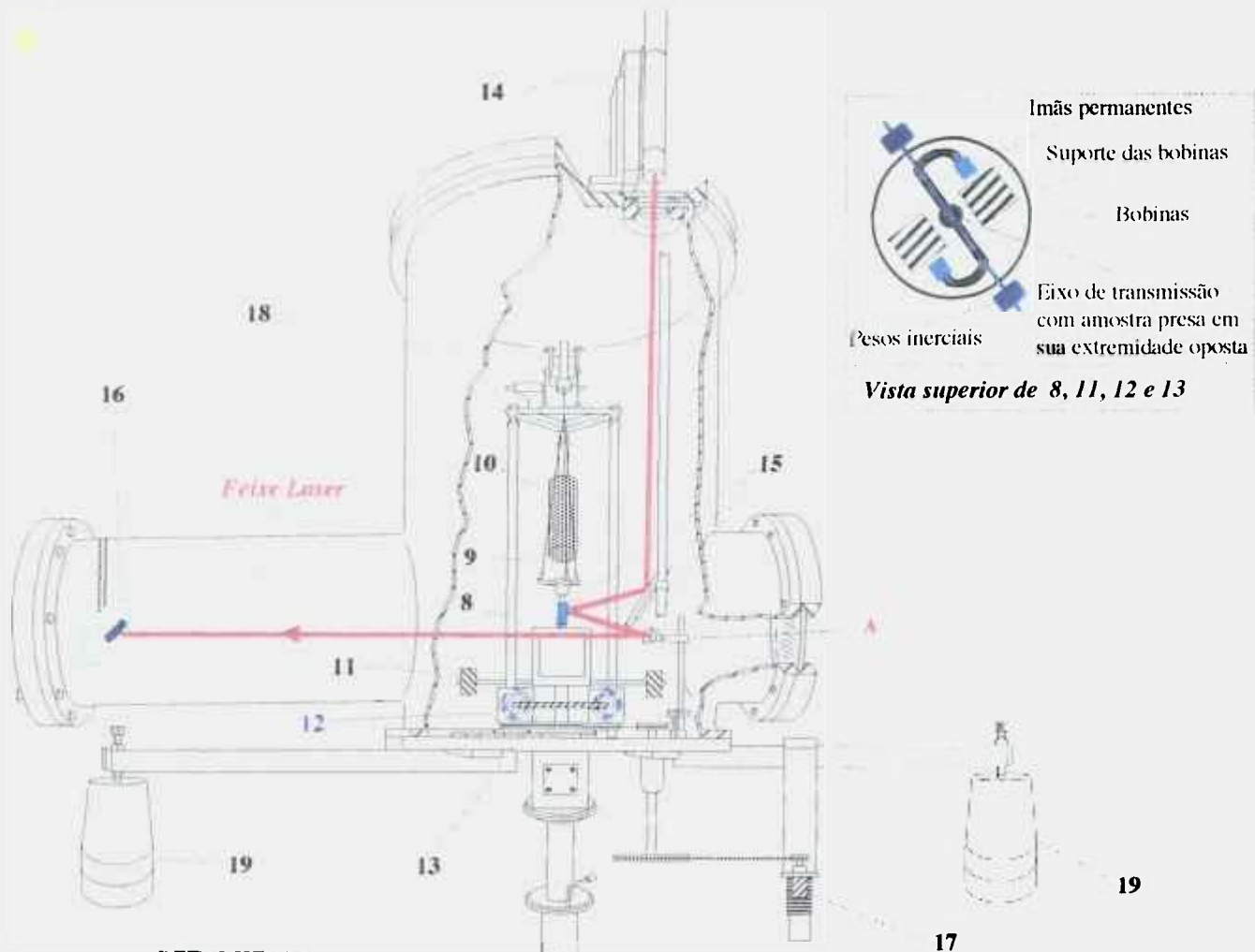
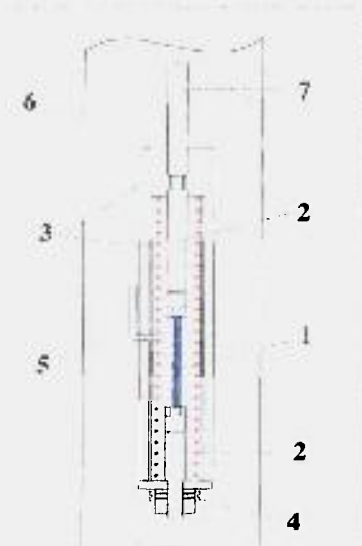


Figura III.2.- Vista geral do pêndulo de torção livre mostrando a câmara de vácuo do pêndulo, erguida (seta A), e algumas partes internas expostas (seta B)



DETALHE - A
Forno + Amostra



- 1- Amostra
- 2- Prendedores da amostra
- 3- Forno (resistência)
- 4- Prendedor inferior preso dentro do forno
- 5- Termopar
- 6- Câmara de aço (parte inferior)
- 7- Barra de transmissão em liga TZM™

- 8- Balança inercial
- 9- Três fios de aço do suporte da balança
- 10- Contrapeso *
- 11- Pesos inerciais cambiáveis
- 12- Bobinas de Excitação
- 13- Braços em S da balança contendo os ímãs permanentes
- 14- Canhão laser
- 15- Espelhos-guias do feixe laser
- 16- Focélulas para se detectar a amplitude de deformação em torção
- 17- Servo-motor destinado a corrigir a descentragem do feixe
- 18- Câmara de vácuo em aço
- 19- Bases anti-vibratórias
- ▲ - Posição da focélula para se detectar altas amplitudes de excitação.

*- o contrapeso tem o objetivo de eliminação de tensões uniaxiais TZM™ -liga de titânio para uso em altas temperaturas

Figura III.3. - Desenho esquemático do pêndulo de torção livre ressaltando seus principais componentes.

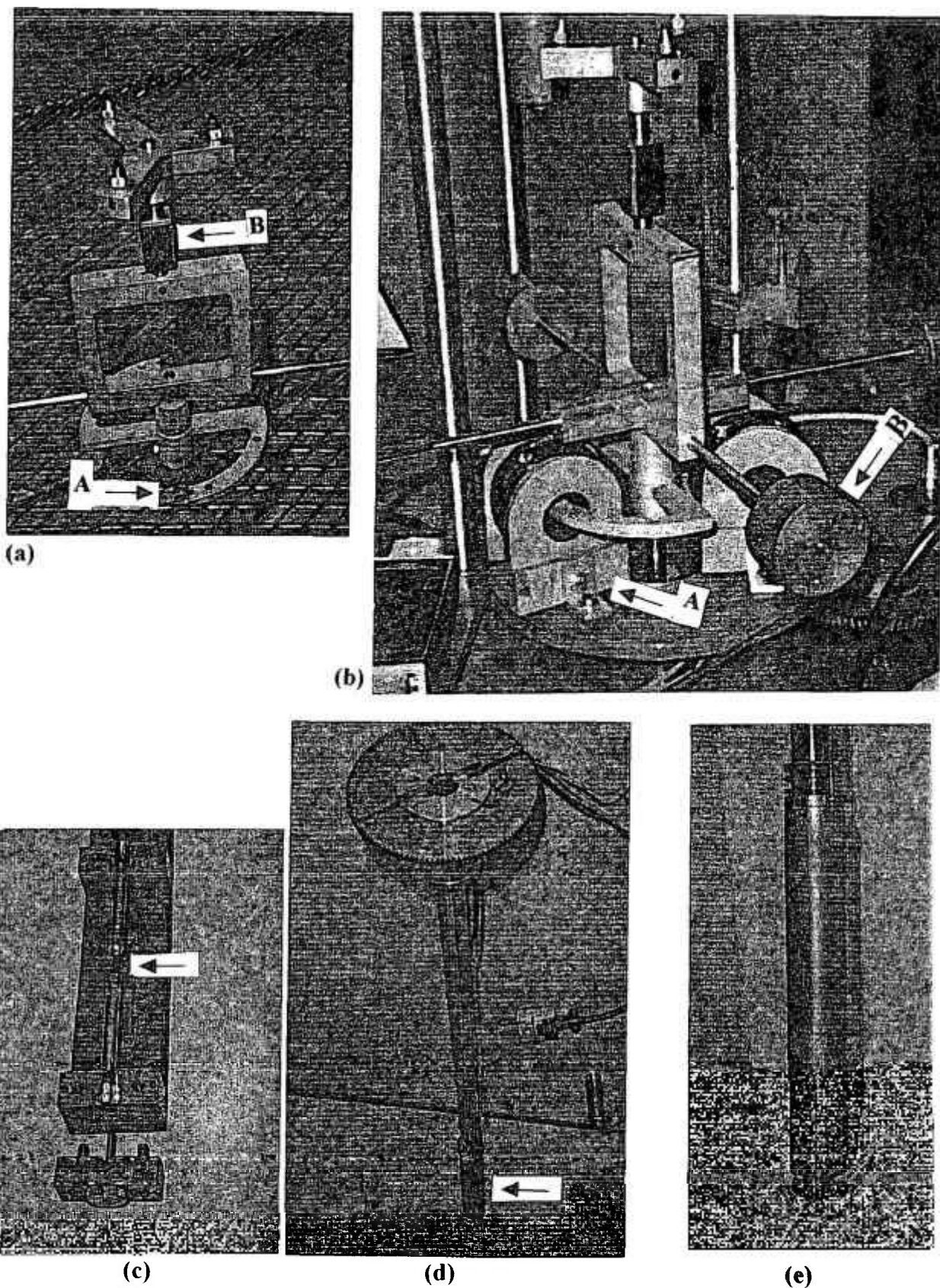


Figura III.4.- Fotografia de algumas partes do pêndulo livre mostrando; (a-) balança inercial mostrando os braços em S com os imãs permanentes (seta A) e um espelho de deflexão do laser (seta B), (b-) balança com pesos inerciais (seta B) e bobinas posicionadas (seta A), (pinças para fixação da amostra (seta A), (c-) pinças para fixação da amostra, (d-) fixação da haste da amostra contendo o forno elétrico (seta), (e-) forno.

III.2.3.2.- *Pêndulo Forçado*

Um pêndulo de torção a vibrações forçadas, denominado simplesmente como *pêndulo forçado*, foi empregado visando determinar, por meio de medidas de atrito interno, alguns parâmetros de ativação, tais como, entalpia de ativação e tempo de relaxação. As principais características deste pêndulo são mostradas de maneira comparativa na Tabela III.1, e seu princípio de funcionamento básico consta do capítulo II.

Neste pêndulo, Fig. III.5, as medidas de atrito interno podem ser efetuadas em função da temperatura, tais como as medidas feitas com uso do pêndulo livre, ou isotermicamente, em função da frequência de oscilação imposta.

As amostras usadas neste tipo de pêndulo (Lakki, 1994) são mais espessas do que aquelas usadas no pêndulo livre (ex. 1,0mm no presente caso), visando aumentar a frequência natural de oscilação do pêndulo (~ 60 Hz) e assim, minimizar efeitos de interferência, como principalmente a ressonância entre a frequência imposta e a frequência natural.

Como já descrito para o pêndulo livre e válido para este pêndulo, todos os dados de entrada e saída são controlados por um computador. No pêndulo forçado, quando a medida de atrito interno é feita em função da temperatura, os parâmetros de entrada são as dimensões da amostra, faixa de temperatura e taxas de aquecimento e resfriamento. Estes parâmetros são os mesmos quando se deseja fazer medidas isotérmicas em função da frequência, diferenciando apenas em se adicionar ao programa de medida a faixa de frequência a ser medida, o número de pontos a se obter e a temperatura das medidas isotérmicas. As principais diferenças tecnológicas entre este pêndulo e o pêndulo livre são: (a-) a balança utilizada no pêndulo forçado deve ter menor massa com o objetivo de se diminuir a frequência de vibração natural do sistema; (b-) a interface eletrônica entre o computador e a detecção da fotocélula, está acoplada a um amplificador, não é mais analógica e sim um instrumento gerador analisador de sinais harmônicos (Schulumberger® modelo SOLATRON 1250), que é responsável pela geração do impulso e detecção da resposta; (c-) a utilização de dois feixes laser e duas fotocélulas, sendo que, a grosso modo, um conjunto *laser-fotocélula* mede a tensão aplicada pelo gerador de harmônicos e o outro conjunto mede a deformação sofrida e detectada pelo mesmo gerador (Fig. III.6).

Pode-se, mesmo intuitivamente, verificar que a precisão das medidas de atrito interno feitas nesse pêndulo dependem da acuidade com que o gerador/analisador pode detectar a

diferença de fase entre a tensão aplicada e a deformação sofrida. A amplitude de excitação, a faixa de frequências a ser varrida durante a medida isotérmica de atrito interno, bem como a taxa com que varia essa frequência e/ou o número de pontos a ser medido por cada década de frequência deve ser manualmente introduzido no gerador/analizador, antes de se iniciar o programa de medida no computador. A faixa de frequência, a taxa e o número de pontos por década determinam a confiabilidade dos valores das medidas de atrito interno, bem como o tempo no qual a medida vai ser efetuada. Por exemplo, para medidas na faixa de 10Hz a 10^3 Hz, uma medida isotérmica demora em torno de 7 horas; no entanto, tal medida pode ficar comprometida (ex. microfluência) em medidas a altas temperaturas, nas mesmas condições de número de pontos anterior, mas mudando-se a faixa de frequência para 10Hz a 10^5 Hz, resultando num tempo de medida da ordem de 4.5 dias.

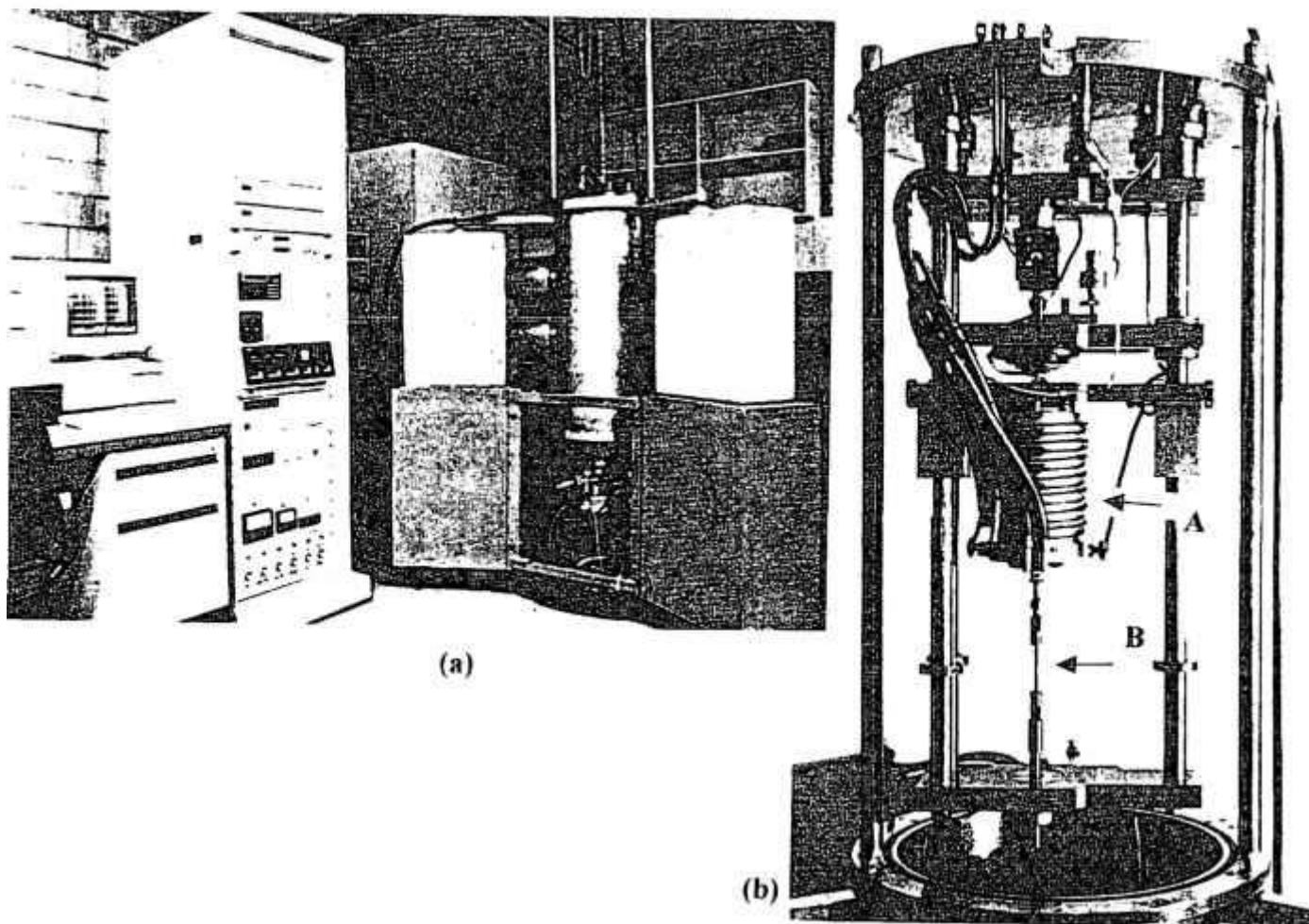


Figura III.5.- Pêndulo de torção forçado; (a)- vista geral do equipamento, (b)- foto da parte central do pêndulo mostrando o forno (seta A) e a amostra de referência (seta B).

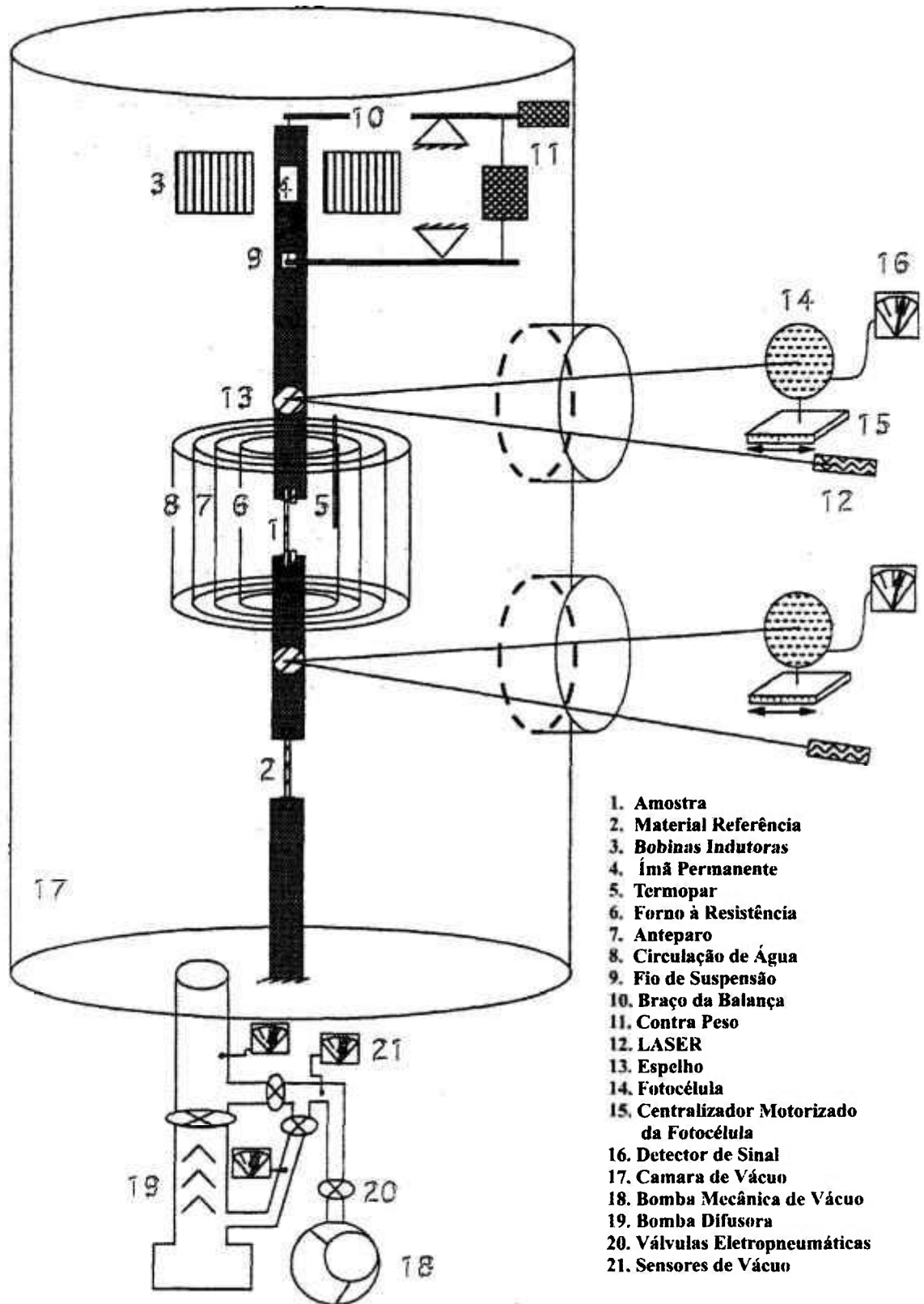


Figura III.6.- Desenho esquemático do pêndulo de torção forçado ressaltando seus principais componentes.

III.2.4.- Procedimento de Medidas para cada Pêndulo

-Pêndulo Livre

Tanto para as amostras de Ni₃AlTa, quanto para as amostras Ni₃Al-b, as medidas de atrito interno foram feitas para todas as orientações escolhidas.

As amostras de Ni₃AlTa com orientações segundo as direções <001> e <111> foram medidas nos estados como-recebidas, bem como após deformação plástica em torção, sendo essas aqui denominadas simplesmente como *amostras pré-deformadas*. As deformações plásticas foram feitas dentro dos pêndulos de torção, tanto a temperatura ambiente (~300K) como a altas temperaturas (1300K) em três níveis de deformação, que são 2,5%, 10% e 20%. Para cada nível de deformação e, em cada temperatura de deformação, foi usada uma amostra nova, ou seja, no estado como-recebida. As amostras foram deformadas manualmente por meio de múltiplas pequenas torções de 22,5 graus. A magnitude da deformação plástica foi estimada por meio da equação III.1. Para cada amostra, em cada nível de deformação, duas amplitudes de excitação foram usadas: 5×10^{-4} , considerada a mais elevada amplitude aplicável sem que seja introduzida qualquer deformação plástica durante as medidas de atrito interno; e 1×10^{-5} que pode ser considerada uma medida limite, abaixo da qual a dispersão das medidas compromete o resultado para a detecção do atrito interno. Para algumas amostras, foram feitas também amplitudes de excitação intermediárias (1×10^{-4} e 5×10^{-5}) com o objetivo de se verificar a variação dos espectros de atrito interno em função da amplitude de excitação.

As medidas de atrito interno de cada amostra, para cada nível de excitação, compreendem no mínimo um ciclo de tratamento composto de três estágios, como descrito a seguir: aquecimento da amostra de 300K a 1300K, a uma taxa de 2K/min., recozimento por 30min. a 1300K e resfriamento de 1300K a 300K a mesma taxa de resfriamento. As medidas de atrito interno foram efetuadas durante o aquecimento, patamar e resfriamento sem interrupção.

O mesmo procedimento já descrito para as orientações <111> e <001> da amostra Ni₃AlTa, foi também adotado nos ensaios das amostras de Ni₃AlTa e Ni₃Al-b, ambas com orientação <110> e apresentando como única diferença, o fato de as medidas serem feitas em amostras, tanto no estado como-recebidas, como pré-deformadas 2,5% e 10%. No caso destas amostras, nenhuma medida foi feita em amostras pré-deformadas 20%.

- Pêndulo Forçado

As medidas de atrito interno usando-se pêndulo forçado foram feitas em amostras Ni_3AlTa orientações $\langle 111 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$, bem como em amostras binárias $\text{Ni}_3\text{Al-b}$ com orientação $\langle 110 \rangle$, estando todas no estado como-recebidas. As medidas isotérmicas de atrito interno foram feitas a temperaturas de 850, 900, 950, 1000 e 1050K. As medidas isotérmicas de atrito interno foram feitas em função da frequência de vibração para uma faixa de 10Hz a 10^{-3} Hz. O número de pontos por década usado aqui foi de 20 e amplitude de excitação de 1×10^{-4} .

Em resumo, quatro possibilidades serão seguidas durante as medidas de atrito interno a fim de se estudar a anomalia de limite elástico sobre um espectro contínuo de atrito interno.

Ensaio de espectroscopia mecânica de amostras com microestrutura bruta de fusão (aqui denominadas não-deformadas) sob amplitudes de deformações pequenas ($\epsilon = 1 \times 10^{-5}$).

Ensaio de espectroscopia mecânica de amostras com microestrutura bruta de fusão sob amplitudes de deformações elevadas ($\epsilon = 5 \times 10^{-4}$).

Ensaio de espectroscopia mecânica, utilizando-se os dois níveis de amplitudes de excitação descritos acima, de amostras pré-deformadas plasticamente sob torção, *à temperatura ambiente*, nas magnitudes 2,5%, 10% e 20% sendo que cada nível de deformação é aplicado a amostras distintas.

Ensaio de espectroscopia mecânica, utilizando-se os dois níveis de amplitudes de excitação descritos acima, de amostras pré-deformadas plasticamente sob torção, *à temperatura de 1300K*, nas magnitudes 2,5%, 10% e 20% sendo que cada nível de deformação é aplicado a amostras distintas.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS

IV.1.- Características dos Materiais

Ambos espécimes, Ni₃AlTa e Ni₃Al, foram observados via Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura com os objetivos de analisar a microestrutura de solidificação e detectar a presença de outras fases. Microestruturas dendríticas podem ser observadas na Fig. IV.1.1-(a,b) em ambos os espécimes e, mesmo depois de sucessivos ciclos de aquecimento a 1300K por 30 min., não foram detectadas mudanças microestruturais. Por não terem sido observadas quaisquer segregações entre braços de dendrita, julgou-se não ser necessária a apresentação das fotos feitas via MEV, pelo fato das mesmas serem idênticas àquelas obtidas por MO.

Observando as microestruturas de solidificação de ambos os espécimes monocristalinos de Ni₃AlTa (Fig. IV.1.1-a) e Ni₃Al (Fig. IV.1.1-b), observa-se espaçamentos interdendríticos diferentes para cada amostra. As amostras de Ni₃AlTa apresentaram dois tipos de espaçamento entre dendritas: $0,42 \pm 0,08$ mm e $0,09 \pm 0,03$ mm, respectivamente. Já as amostras de Ni₃Al, apresentaram espaçamentos interdendríticos de $0,70 \pm 0,25$ mm e $0,23 \pm 0,08$ mm, respectivamente.

Análises por difração de raios-X, pelo método de Laue, em superfícies polidas de Ni₃AlTa e Ni₃Al, revelaram desorientações ao longo das superfícies das amostras de 5° e 2° graus, respectivamente. Visando explicar estas pequenas desorientações de braços de dendritas em uma mesma amostra, foram preparadas várias lâminas finas para observações via *MET*. Os resultados são mostrados nas pranchas ilustradas na Fig. IV.1.2 e na Fig. IV.1.3. Utilizando-se o método de Ham e Sharpe [Ham e Sharpe, 1961] para medidas de densidades de discordâncias, obteve-se os valores de 1×10^9 e 5×10^7 linhas/cm² para Ni₃AlTa e Ni₃Al, respectivamente. Os valores de densidades de discordâncias foram corrigidos por um fator,

dependente do vetor de difração g usado, para que essas densidades levassem em conta as discordâncias invisíveis, e assim, serem mais representativas. Apesar do método usado não ser muito preciso, o mesmo é suficiente para um estudo comparativo entre os dois espécimes.

Nos dois tipos de espécimes, foram ainda observados, por *MET* (Fig. IV.1.4-(a, b), arranjos de superdiscordâncias, mais freqüentes em Ni_3AlTa que em amostras de Ni_3Al .

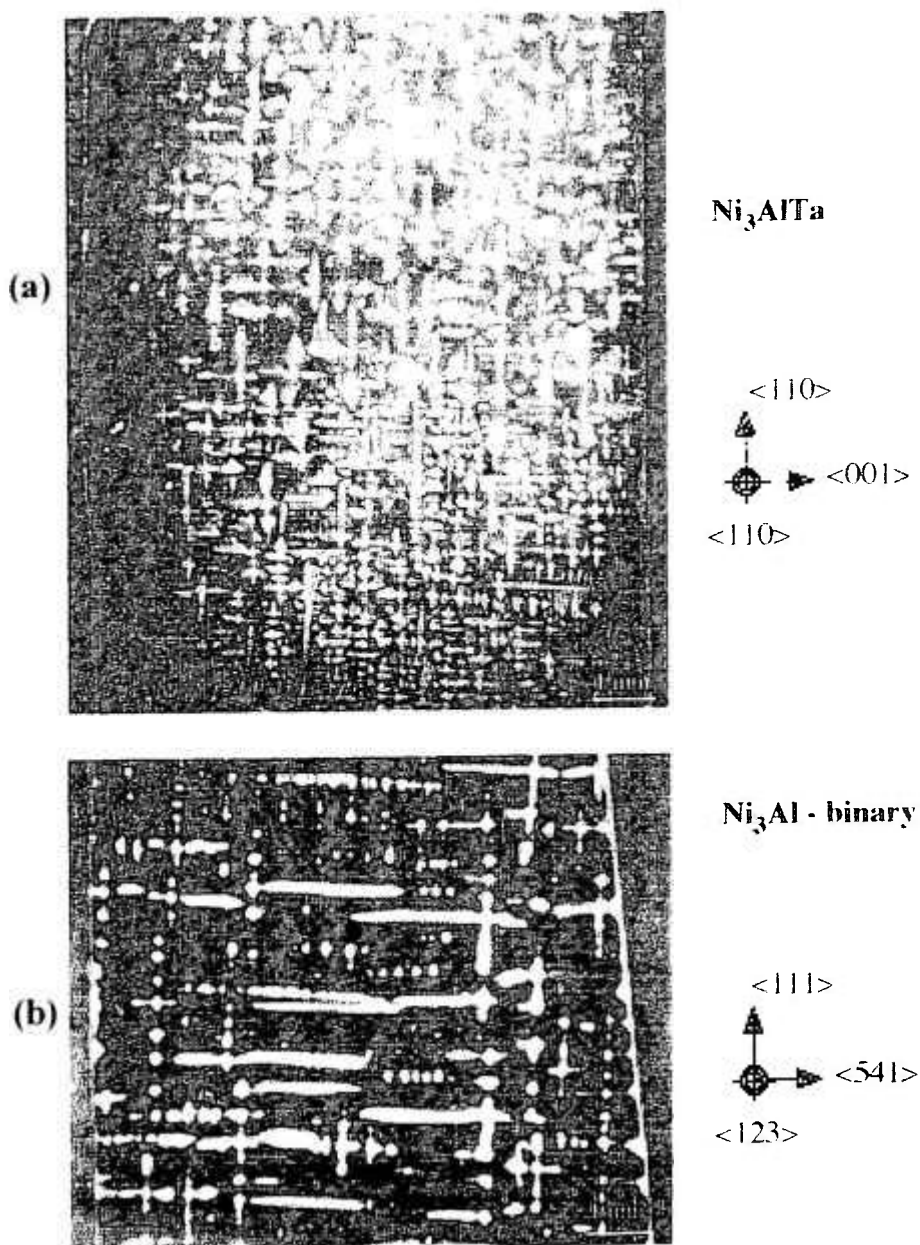


Figura IV.1.1.- Microscopia Óptica dos espécimes como-recebidos; (a) Ni_3AlTa , (b) Ni_3Al .

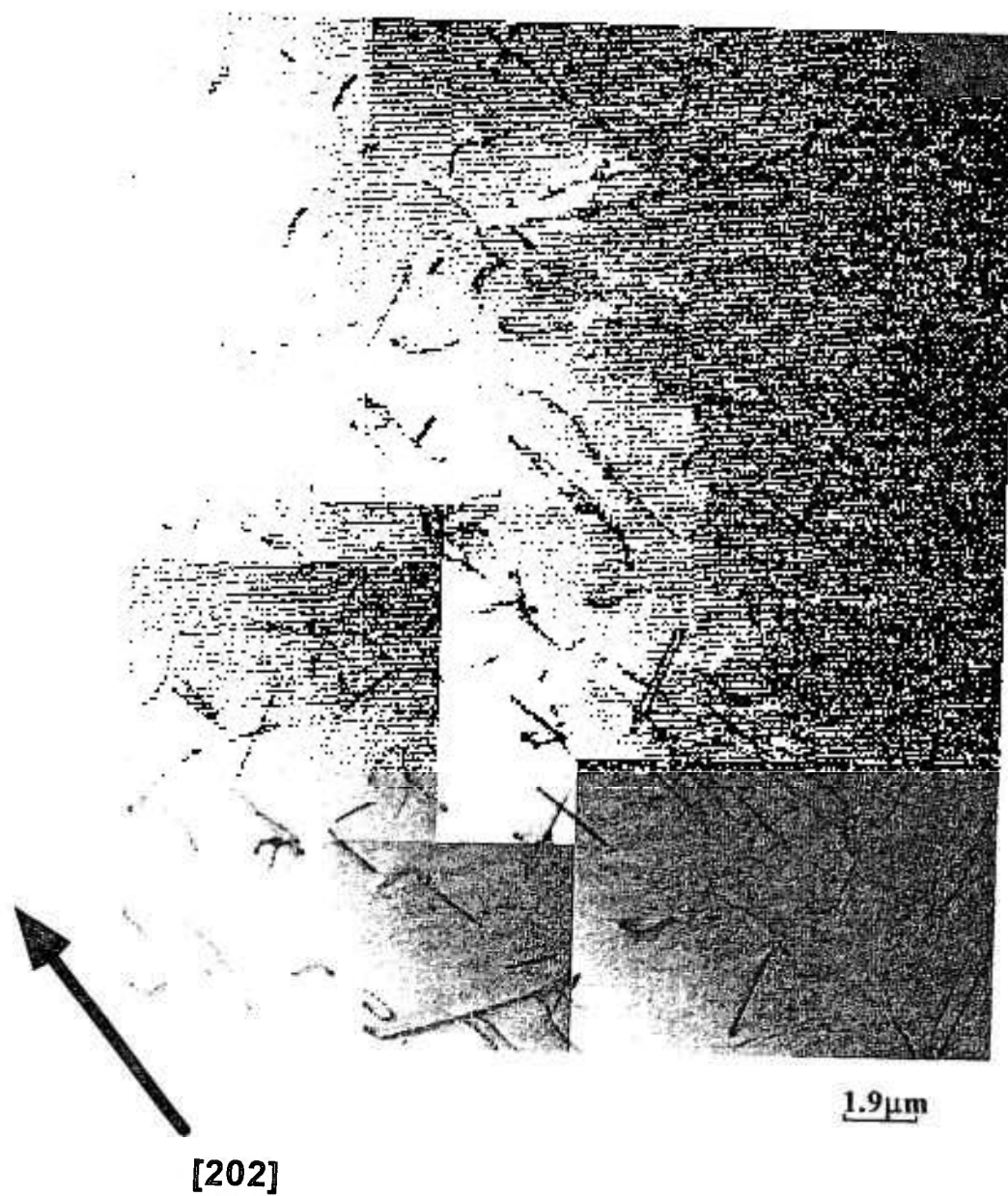


Figura IV.1.2.- MET dos espécimes Ni_3AlTa , como-recebidos, mostrando a distribuição de superdiscordâncias, próximo ao eixo de zona $[001]$, com a direção $[110]$ normal à lâmina fina.



Figura IV.1.3.- MET dos espécimes binários Ni₃Al, como-recebidos, mostrando a distribuição de superdiscordâncias, próximo ao eixo de zona [001], com a direção [110] normal à lâmina.

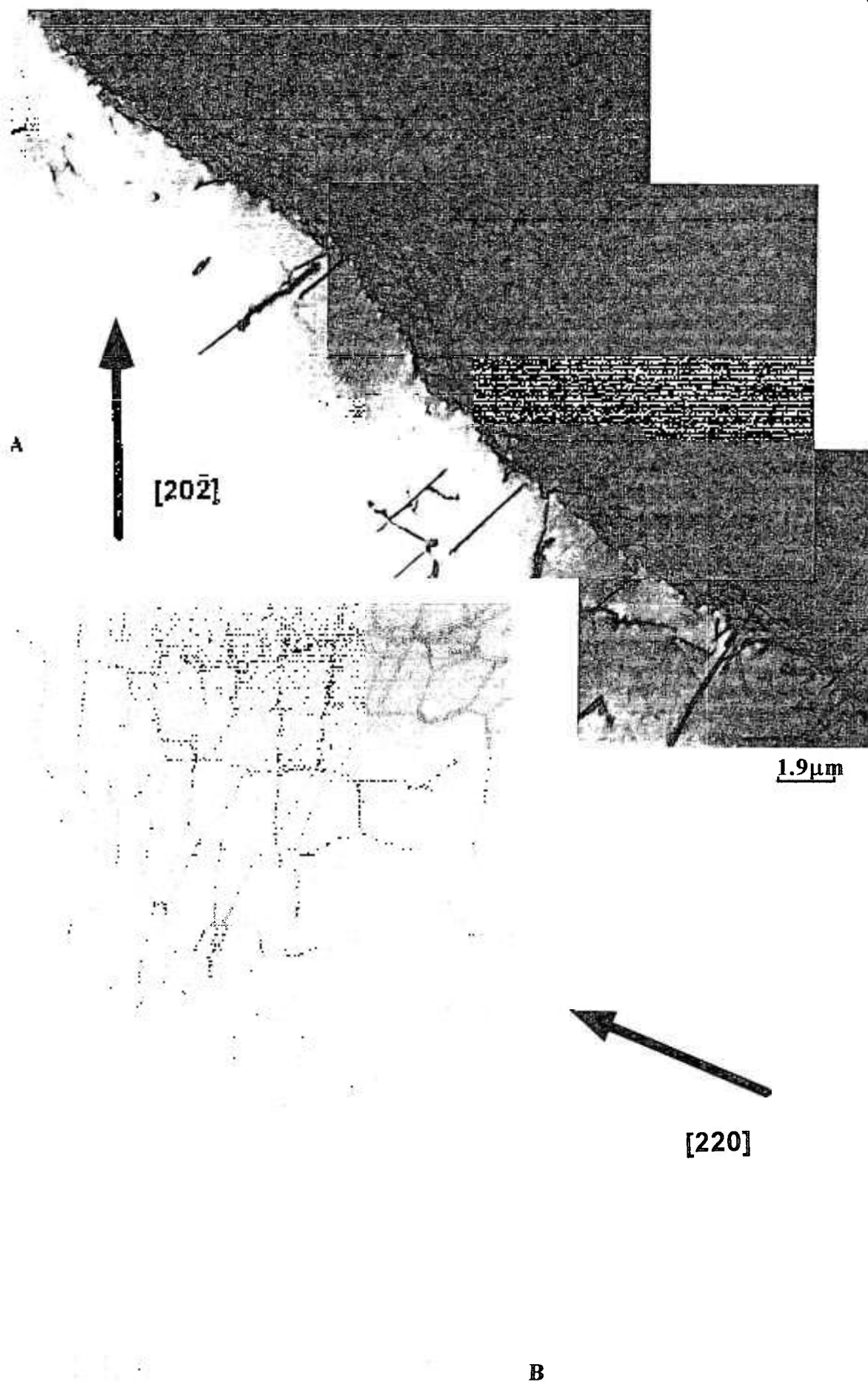


Figura IV.1.4.- MET dos espécimens como-recebidos, mostrando arranjo de discordâncias.
(a) Ni_3AlTa , (b) Ni_3Al .

IV.2.- Espectroscopia Mecânica em Função da Temperatura

O principal espectro estudado no presente trabalho é o da medida de atrito interno em função da temperatura.

Na Fig. IV.2.1, tem-se um exemplo de um espectro de atrito interno, mostrando seus principais aspectos, para uma amostra como-recebida, cortada segundo eixo $\langle 111 \rangle$, com amplitude de excitação de 5×10^{-4} , durante um ciclo de aquecimento[®] e resfriamento. Esses principais aspectos são resumidos abaixo:

- um pico de atrito interno a aproximadamente 960K que, nesse trabalho, será denominado de pico-*AI*
- um fundo de atrito interno abaixo do pico-*AI*, referido daqui em diante como *RTIFB*.
- um fundo de atrito interno acima do pico-*AI*, referido daqui em diante como *HTIFB*.
- um decréscimo da frequência, e por conseqüência do módulo de cisalhamento conforme a temperatura aumenta.
- uma histerese de atrito interno entre os ciclos de aquecimento e resfriamento.

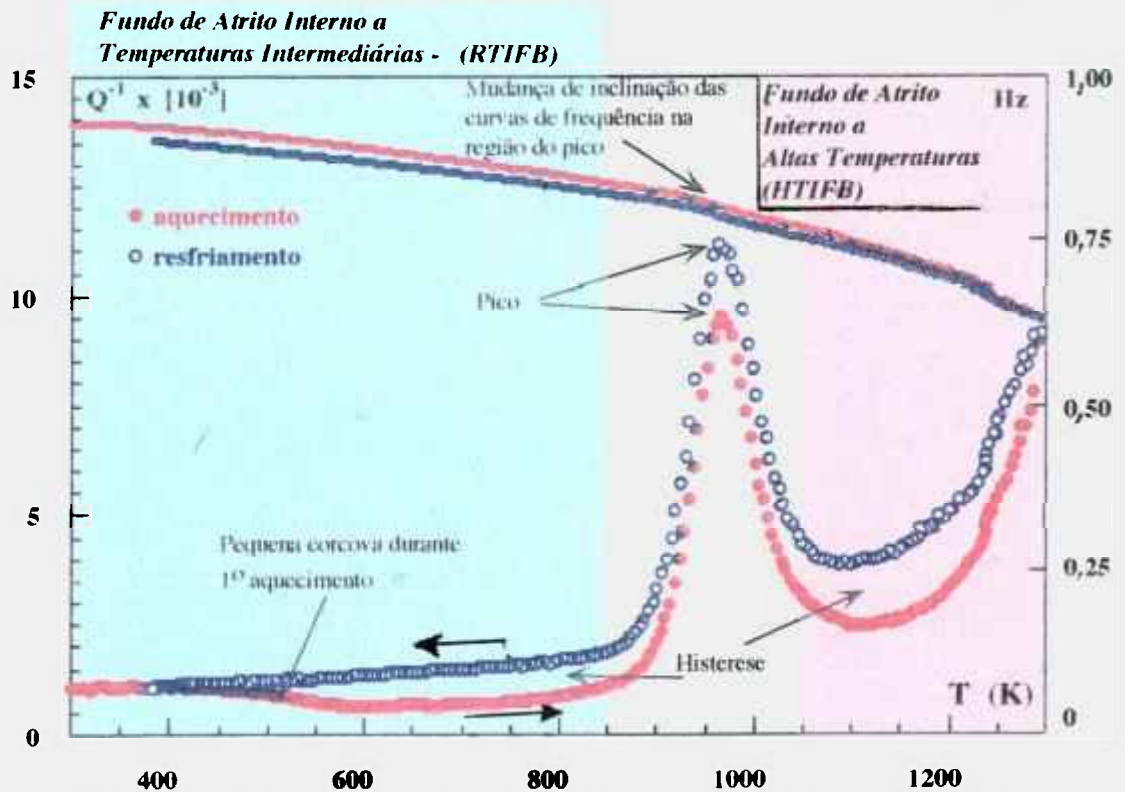


Figura IV.2.1.- Um típico espectro de atrito interno para a direção $\langle 111 \rangle$ da amostra Ni_3AlTa mostrando as principais características observadas para todos os tipos de amostras; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

[®] Por motivo de clareza, todos os espectros apresentados doravante exibirão somente a curva de aquecimento

IV.2.1.- Amostras do Espécime Ni_3AlTa

IV.2.1.1.- Efeito da Frequência de Oscilação

-Amostras com orientação $\langle 111 \rangle$

O efeito da frequência nos espectros de atrito interno para amostras (como-recebidas) com esta orientação é mostrado na Fig. IV.2.2. Aplicando-se a mesma amplitude de excitação, pode-se verificar que o *RTIFB* é aproximadamente 5% mais elevado à frequência de 0,3Hz do que para frequências dez vezes maiores.

A pequena mudança de posição do pico em relação à temperatura, resultante da mudança da frequência de oscilação não é muito grande, e é resultado direto da relação entre temperatura do pico-*AI* e frequência de excitação. Tal fenômeno não é exclusivo desse tipo de amostra pois também foi detectado em outras orientações, tanto do Ni_3AlTa , quanto do Ni_3Al .

Por outro lado, a intensidade do pico-*AI* é menor para menores frequências de oscilação. O fundo *HTIFB* pode ser considerado similar para ambas as medidas se os espectros forem superpostos de modo que ambos os picos estejam na mesma posição em relação a temperatura.

Portanto, dois fatos interessantes podem ser observados nesta curva: (a) uma diminuição da amplitude do pico com a diminuição da frequência; (b) o fundo *HTIFB* apenas se desloca em posição, sem diminuir de intensidade. Como foi observado o mesmo comportamento para outras orientações do Ni_3AlTa e do Ni_3Al , não julgou-se necessária a apresentação repetitiva dos resultados.

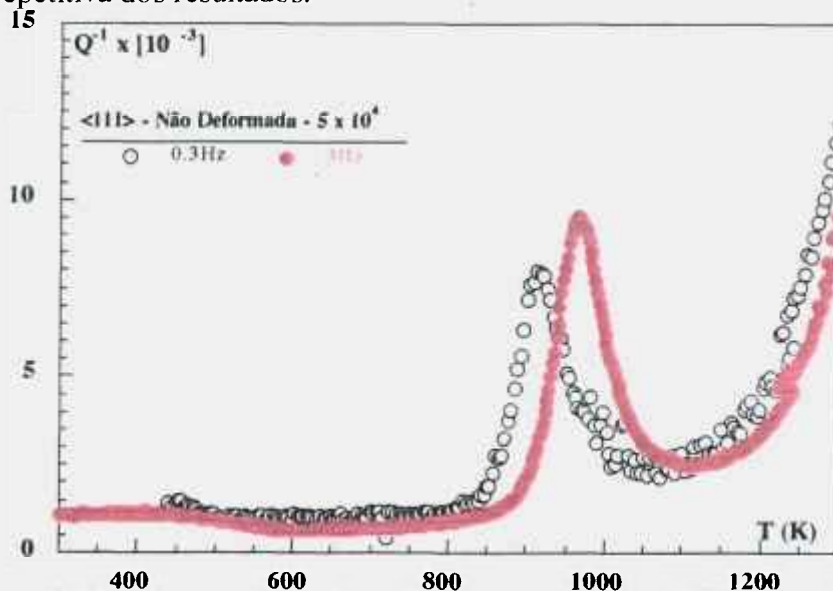


Figura IV.2.2.- Efeito da frequência de oscilação durante as medidas de atrito interno para amostras de Ni_3AlTa com orientação de eixo $\langle 111 \rangle$ não-deformadas; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

IV.2.1.2.- Efeito da Pré-Deformação

-Amostras monocristalinas com orientação <111>

As medidas de atrito interno dos espécimes com orientação <111> são apresentadas nas figuras IV.2.3 (a,b), mostrando os efeitos das pré-deformações plásticas sob torção, à temperatura ambiente, e os resultados a 1300K, respectivamente. A Fig.IV.2.3(a) apresenta o comportamento de amostras pré-deformadas à temperatura ambiente, após o primeiro ciclo de aquecimento / resfriamento.

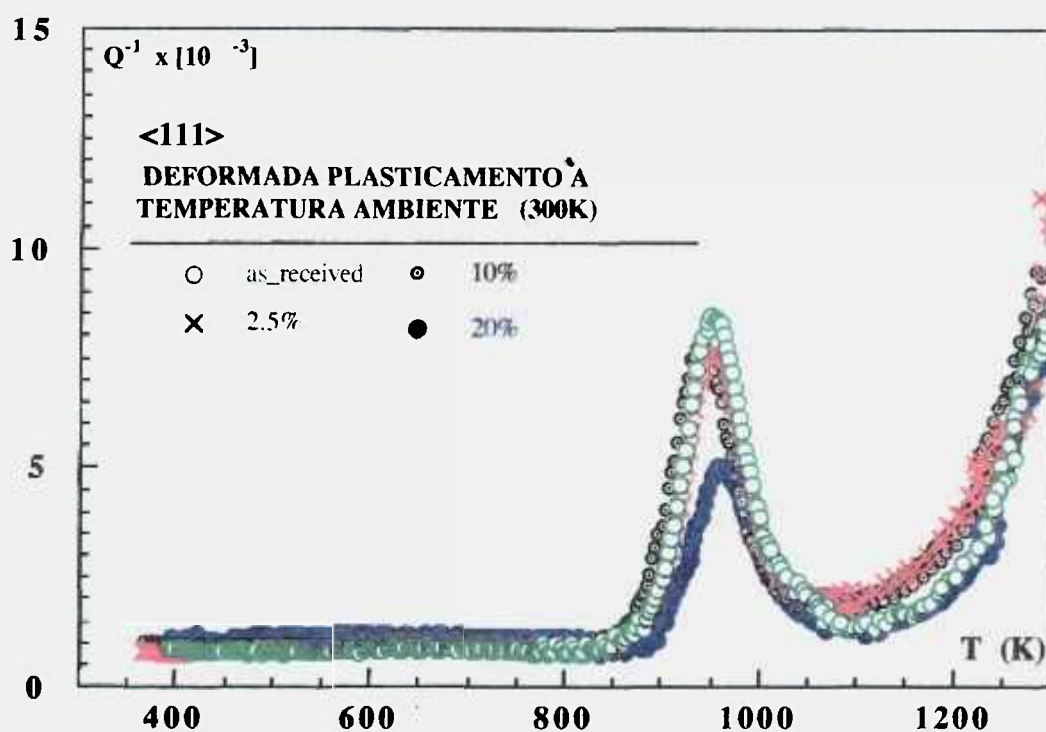


Figura IV.2.3.-(a) Espectros de *AI* para amostras Ni_3AlTa com orientação de eixo <111>, no estado como-recebido, deformadas plasticamente a 2,5%; 10 e 20% a 300K, 2K/min. e amplitude de excitação 5×10^{-4} .

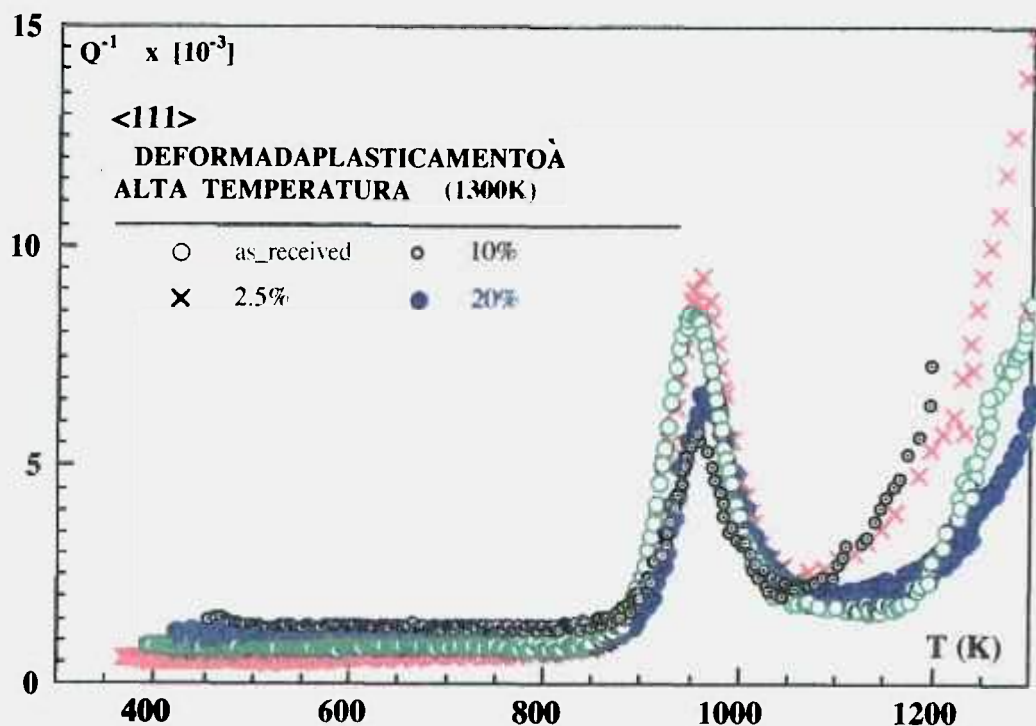


Figura IV.2.3.-(b) Espectros de AI para amostras Ni_3AlTa com orientação de eixo $\langle 111 \rangle$, no estado como-recebido, deformados plasticamente a 2,5%; 10 e 20%; deformadas plasticamente a 1300K, (2K/min., 5×10^{-4}).

Os fundos $RTIFB$, tanto para amostras deformadas a 300K como para amostras deformadas a 1300K, podem ser considerados linhas retas, ou constantes, numa faixa que vai da temperatura ambiente até a temperatura de aproximadamente 850K, quando há o início do pico- AI . Uma análise minuciosa do espectro da Fig.IV.2.3(a) revela que o fundo $RTIFB$ apresenta uma menor intensidade para amostras não-deformadas, do que para amostras pré-deformadas à temperatura ambiente. Aumentando-se a intensidade da pré-deformação, verifica-se um aumento do fundo $RTIFB$, que não é proporcional ao valor da pré-deformação aplicada.

Para ambas as temperaturas de pré-deformação, e mesmo para amostras não-deformadas, os picos de atrito interno têm seus máximos a temperaturas de aproximadamente 940K. As amostras não-deformadas apresentam Q^{-1} aproximadamente igual a $8,5 \times 10^{-3}$.

Após uma deformação plástica de 2,5%, a altura do pico- AI apresenta uma ligeira queda de intensidade ($Q^{-1} = 7,5 \times 10^{-3}$) à temperatura ambiente, quando comparada às amostras não-deformadas. Aumentando-se o grau de deformação para 10%, este pico é ainda menor

para amostras não-deformadas ($Q^{-1} = 8,0 \times 10^{-3}$), mas ligeiramente mais intenso que em amostras com 2,5% de deformação. O pico-*AI* de menor intensidade ($Q^{-1} = 5,0 \times 10^{-3}$) foi detectado em amostras pré-deformadas plasticamente (20%).

Contrariamente às pré-deformações à temperatura ambiente, as amostras pré-deformadas a 1300K (Fig.IV.2.3 (b)) apresentam menor intensidade do fundo *RTIFB* que as amostras deformadas a 2,5%. Aumentando-se o grau de pré-deformação plástica, o fundo *RTIFB* aumenta e a intensidade do pico-*AI* diminui. As amostras pré-deformadas plasticamente a 10% apresentam um aumento do fundo *RTIFB* de $0,8 \times 10^{-3}$ para $1,3 \times 10^{-3}$, e a intensidade do pico-*AI* diminui de $9,3 \times 10^{-3}$ para $5,5 \times 10^{-3}$, que é a menor intensidade dentre as amostras com orientação $\langle 111 \rangle$ pré-deformadas a 1300K. As amostras pré-deformadas a 20% apresentam uma diminuição do fundo *RTIFB* em relação às amostras pré-deformadas a 10%, mas a intensidade do pico-*AI* aumenta para $6,8 \times 10^{-3}$. Desta forma, esta série de medidas de *AI*, efetuadas em amostras pré-deformadas a 1300K apresentam uma clara conexão entre as intensidades de deformação.

O deslocamento da posição do pico-*AI* em relação à temperatura, observado na Fig.IV.2.3-(a,b), é devido à diferença de frequências de oscilação praticadas durante as medidas, como já apresentado na Fig.IV.2.1.

O fundo *HTIFB* apresenta um aumento exponencial da intensidade em função da temperatura para amostras não-deformadas. Nas amostras deformadas à temperatura ambiente, o fundo *HTIFB* mantém a forma exponencial, mas apresenta valores mais elevados em amostras com deformação de 2,5%. Aumentando-se a deformação para 10%, os valores de intensidade diminuem, mas ainda permanecem acima do valor encontrado para amostras não-deformadas. Apenas as amostras com pré-deformação de 20%, à temperatura ambiente, apresentaram menor nível do fundo *HTIFB* do que nas amostras não-deformadas.

Como mostrado na Fig.IV.2.3(b), as amostras deformadas a 1300K apresentam um fundo *HTIFB* também com formato exponencial, mas a mais elevadas intensidades mostram-se presentes para amostras com 10% de deformação, seguidas, em ordem decrescente pelas amostras com deformações plásticas de 2,5 %, 20% e amostras não-deformadas. A 1200K, as curvas das amostras com 20 % de deformação e das amostras não-deformadas interceptam-se e, acima desta temperatura, o fundo *HTIFB* torna-se maior para as amostras não-deformadas do que para as pré-deformadas 20% plasticamente.

Em resumo, analisando-se o comportamento dos fundos *HTIFB*, *RTIFB* e pico-*AI* das

amostras pré-deformadas plasticamente, por torção, tanto à temperatura ambiente, como para as pré-deformadas a altas temperaturas, pode-se supor que estes três fenômenos estão relacionados com superdiscordâncias e/ou deformações plásticas.

-Amostras monocristalinas com orientação <001>

As Figs. IV.2.4-(a, b) apresentam os espectros de atrito interno para as amostras com eixo na direção <001>, tanto pré-deformadas a 300K, quanto pré-deformadas a 1300K.

Pode-se observar na Fig. IV.2.4(a) que as amostras não-deformadas apresentam um fundo **RTIFB** de menor intensidade do que as amostras pré-deformadas. Medindo-se o atrito interno em amostras pré-deformadas à temperatura ambiente, verifica-se que o fundo **RTIFB** apresenta um aumento de intensidade, indo de $0,4 \times 10^{-3}$ até $0,8 \times 10^{-3}$. Um aumento (de aproximadamente $0,4 \times 10^{-3}$ a $1,0 \times 10^{-3}$) na intensidade do fundo **RTIFB** foi detectado para medidas feitas em amostras com pré-deformação de 10%. Este aumento de intensidade é maior do que aquele das amostras com pré-deformação de 2,5%, até a temperatura de ensaio de aproximadamente 750K quando a intensidade do espectro de atrito interno desta segunda amostra torna-se maior do que o atrito interno da primeira amostra, ou em outras palavras, quando a intensidade do atrito interno da amostra pré-deformada 10% a 300K torna-se menor do que a intensidade da amostra com pré-deformação de 2,5% a 300K, sendo que esta inversão é mantida mesmo a altas temperaturas. Aumentando-se a pré-deformação de 10% para 20% a 300K, o fundo **RTIFB** também aumenta de $0,4 \times 10^{-3}$ para aproximadamente $1,3 \times 10^{-3}$ e novamente a mesma inversão do fundo **RTIFB**, detectada para amostras com pré-deformação de 2,5% e 10%, é verificada para estas amostras, mas neste caso esta inversão é mantida até aproximadamente 1000K, ou em outras palavras, até alguns graus após o pico-**AI**.

Nota-se ainda na Fig. IV.2.4(a), que o pico-**AI** mantém-se na mesma posição em relação a temperatura, para todos os níveis de deformação, mas a intensidade deste pico aumenta seguindo o seguinte nível de deformação das amostras: não-deformadas, com pré-deformação de 10%, 2,5% e 20%. O fundo **HTIFB** apresenta um aumento de intensidade a medida que a amostra é submetida a crescentes deformações plásticas e o único espectro que não apresenta o mesmo comportamento é o das amostras com pré-deformação de 2,5%, cuja intensidade está entre a intensidade das amostras com pré-deformação de 10% e 20%.

Na Fig.IV.2.4(b), são apresentados os espectros de atrito interno das amostras pré-deformadas a 1300K. Observa-se que estas amostras apresentam um aumento do fundo *RTIFB* com aumentos crescentes dos graus de pré-deformação de 2,5% e 10%. No entanto, este mesmo comportamento não é o mesmo para amostras com deformações de 20%, onde o fundo *RTIFB* apresenta intensidades entre as amostras com deformações de 2,5% e 10%. O pico-*AI* mantém a posição em relação à temperatura, como descrito para as amostras pré-deformadas à temperatura ambiente, e suas intensidades apresentam o mesmo comportamento como descrito para o fundo *RTIFB*. O fundo *HTIFB* é menor para as amostras não-deformadas do que para essas orientações pré-deformadas 2,5% a 1300K. Por outro lado, o fundo *HTIFB* para esta orientação com pré-deformações de 10% e 20% a 1300K, apresenta intensidades que são maiores do que aquelas das amostras não-deformadas, mas menores do que os valores das amostras^s pré-deformadas a 1300K, ou em outras palavras, os valores do fundo *HTIFB* para as amostras com pré-deformações de 10% e 20% são intermediários entre os valores das amostras não-deformadas e das com pré-deformações de 2,5%.

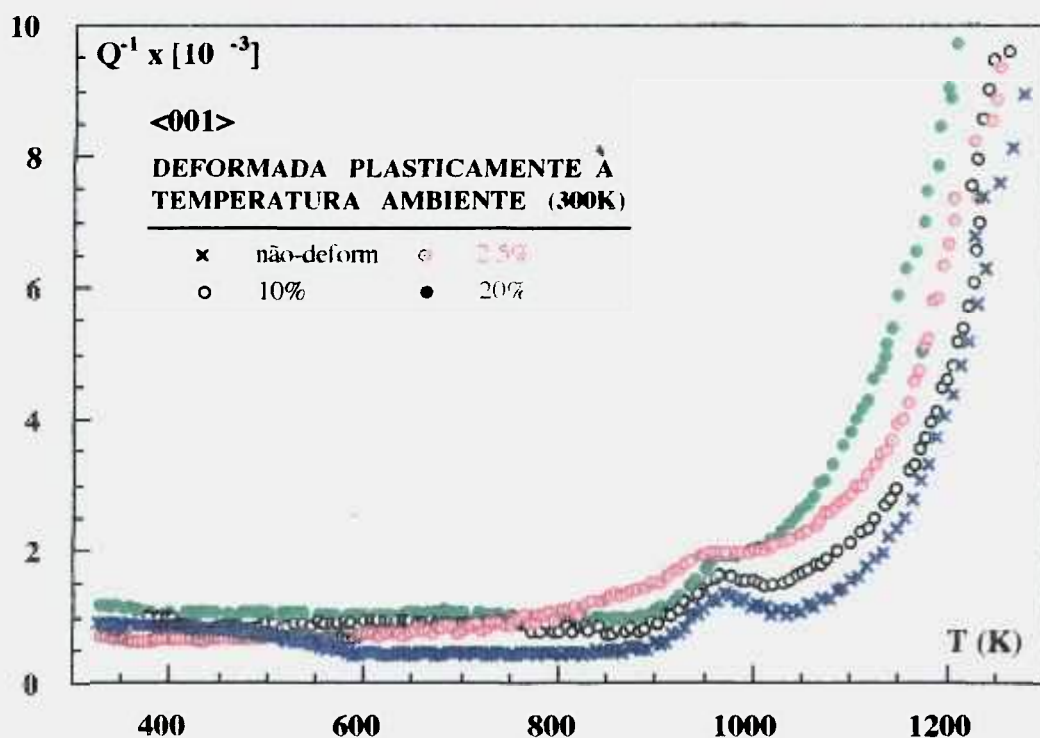


Figura IV.2.4.- (a) Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa com orientação de eixo <001>, nos estados não-deformadas, com deformações plásticas de 2,5%; 10 e 20%: deformadas plasticamente a 300K; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

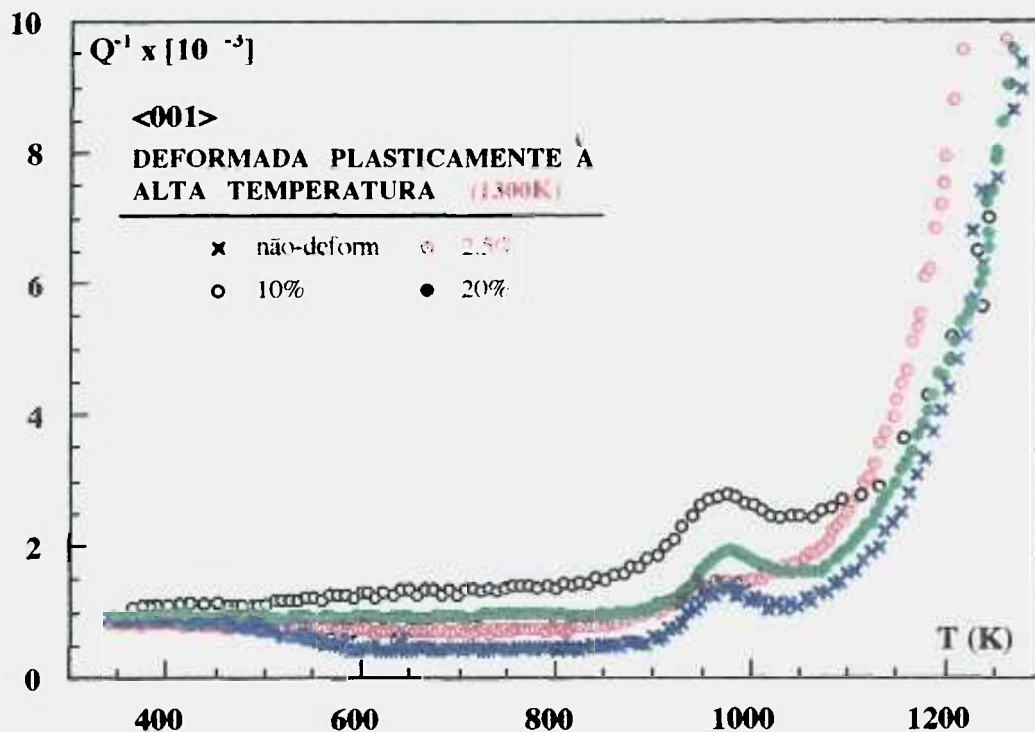


Figura IV.2.4.- (b) Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa com orientação de eixo $\langle 001 \rangle$, nos estados não-deformadas, com deformações plásticas de 2,5%; 10 e 20% deformadas plasticamente a 1300K; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

-Amostras monocristalinas com orientação $\langle 110 \rangle$

As medidas de atrito interno foram feitas em amostras com eixos na direção $\langle 110 \rangle$ sendo que as amostras encontravam-se nos estados como-recebido, com deformações plásticas de 2,5% e 10%, tanto à temperatura de 300K como a 1300K. Não efetuaram-se medidas em amostras com deformação de 20% para esta direção cristalográfica. Os espectros de atrito interno são mostrados, para ambas as temperaturas, nas Figs. IV.2.5 -(a, b). Os espectros em (a) apresentam os resultados das medidas de atrito interno feitas em amostras deformadas a 300K. Verifica-se que os fundos *RTIFB* para as amostras não-deformadas e com deformações plásticas de 2,5% apresentam as mesmas intensidades (por volta de $0,5 \times 10^{-3}$) e, apenas para amostras com 10% de deformação, o fundo *RTIFB* apresenta maior intensidade (por volta de $1,0 \times 10^{-3}$). Por outro lado, o pico-*AI* apresenta maior intensidade para amostras não-deformadas e esta intensidade diminui ligeiramente para níveis crescentes de deformação plástica. O fundo *HTIFB* apresenta quase a mesma intensidade para amostras não-deformadas e com 10% de deformação, no entanto, para amostras com 2,5% de deformação, este fundo é ligeiramente maior. No espectro da Fig. IV.2.5(b), apresentam-se as medidas para as amostras deformadas a 1300K, onde pode-se observar que o fundo *RTIFB* aumenta a medida que a deformação plástica aumenta. Na mesma figura, pode-se verificar que o pico-*AI* mantém sua

posição em relação a temperatura, mas sua intensidade aumenta para amostras, com 2,5% de deformação e diminui para amostras com 10% de deformação. Uma observação mais cuidadosa do fundo *HTIFB* sugere que a intensidade do pico-*AI* não seja realmente maior para as amostras com deformação plástica de 2,5%, mas é afetada pelo fundo *HTIFB*, que é elevado para estas amostras, quando comparado a amostras não-deformadas e amostras com deformação plástica de 10%. Nesta figura, pode-se ainda observar que a amostra com 10% de deformação apresenta um menor fundo *HTIFB* em relação a amostras não-deformadas.

Os diferentes aspectos observados nos espectros de atrito interno, para diferentes temperaturas de deformação plástica e para os diferentes níveis de deformação, sugerem que discordâncias afetem tanto o pico-*AI* como os fundos *HTIFB* e *RTIFB*. Segundo as diferentes orientações utilizadas para as amostras, os diferentes sistemas de escorregamento que podem ser ativados em cada uma delas, desempenham um papel importante nos espectros de atrito interno.

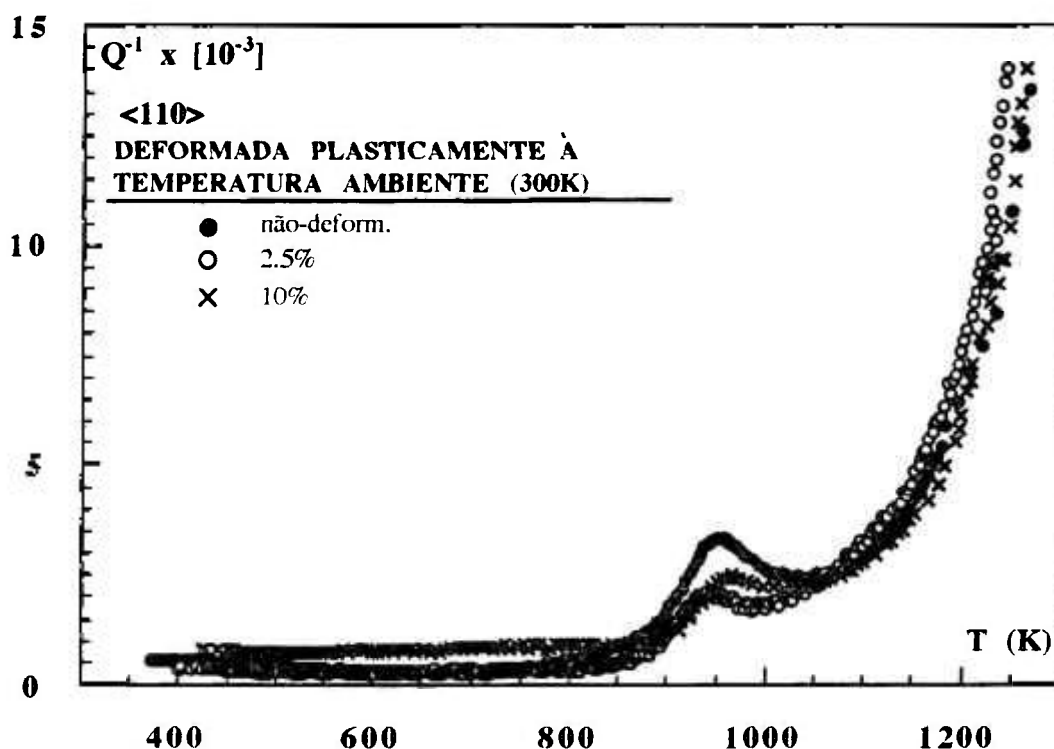


Figura IV.2.5.- Espectros de atrito interno das amostras Ni_3AlTa , com eixo segundo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, deformados plasticamente, sob torção, a 300K, a 2,5% e 10%; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

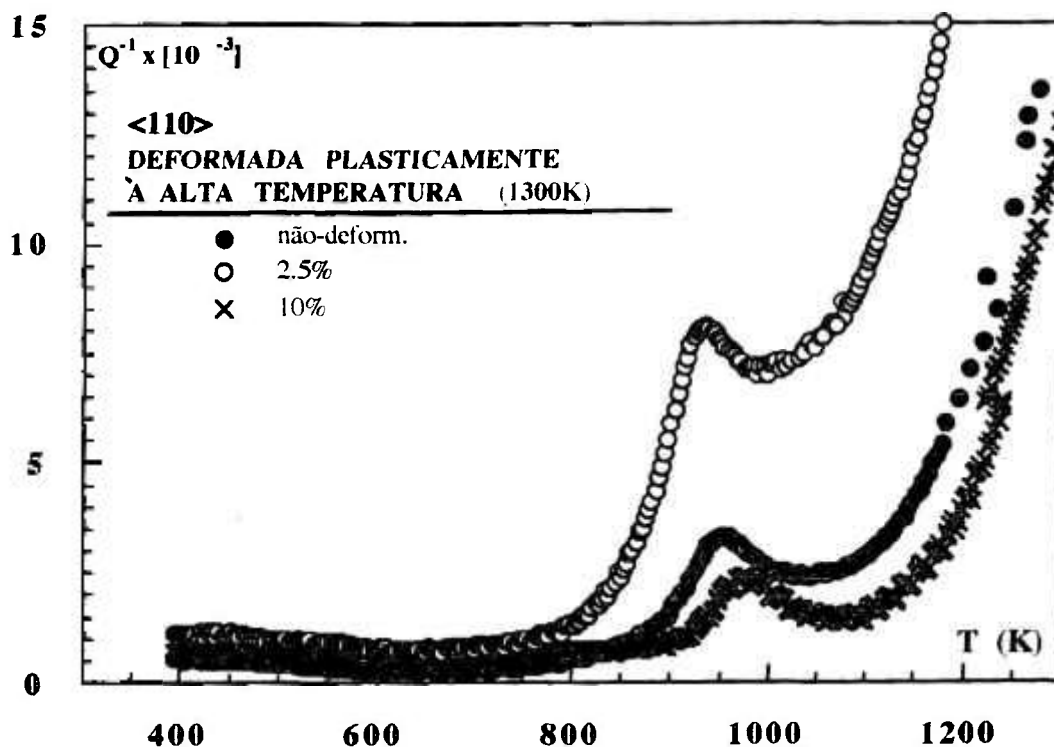


Figura IV.2.5. Espectros de atrito interno das amostras Ni_3AlTa , com eixo segundo $\langle 110 \rangle$, nos estados: não-deformado, e deformados plasticamente, sob torção, a 1300K, a 2,5% e a 10% ; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

IV.2.1.3.- Efeito da Amplitude de Excitação

Uma vez que o aumento anômalo do limite de escoamento foi detectado como sendo uma função da amplitude de deformação plástica (descrição no cap.I), procedeu-se a medidas de atrito interno em diferentes amplitudes de excitação visando verificar a presença de algum efeito correlato. Para tanto, plotaram-se espectros de atrito interno para cada um dos três tipos de orientação dos espécimes Ni_3AlTa . Duas diferentes amplitudes de excitação (1×10^{-5} e

5×10^{-4}) foram aplicadas em amostras nos estados não-deformadas, com pré-deformação de 10% a 300K e pré-deformação de 10% a 1300K.

- Amostras monocristalinas com orientação <111>

O efeito da amplitude de excitação nos espectros de atrito interno é mostrado nas Figs. IV.2.6-(a,b,c) para cada um dos três estados de deformação mencionados, respectivamente.

Para as amostras não-deformadas, os espectros de atrito interno são mostrados na curva da Fig.IV.2.6(a). O fundo **RTIFB** mostra-se mais elevado para as amostras excitadas a maiores amplitudes, sendo aproximadamente três vezes mais elevado quando passa de uma amplitude de excitação de 1×10^{-5} para 5×10^{-4} . O pico de atrito interno não se desloca, em relação à temperatura, quando se muda a amplitude de excitação, mas sua amplitude aumenta da mesma forma que o fundo **RTIFB** muda. A intensidade do atrito interno é maior quando a amplitude de excitação é maior, obedecendo uma relação direta até uma temperatura de aproximadamente 1100K, onde este fenômeno se inverte e o fundo **HTIFB** é mantido elevado para pequenas amplitudes de excitação até uma temperatura de aproximadamente 1250K, onde a intensidade do atrito interno se inverte novamente e o comportamento esperado é restabelecido, ou seja, quanto mais alta a amplitude de excitação maior a intensidade do atrito interno.

O espectro de atrito interno para amostras pré-deformadas a 300K é mostrado na Fig.IV.2.6(b). Pode-se observar que a intensidade do atrito interno em função da amplitude de excitação obedece à mesma "regra" que para as amostras não-deformadas, no que se refere ao espectro antes do pico-**AI**, diferindo apenas pelo fato de que a diferença entre as intensidades de atrito interno se mantém. Pode-se observar que, neste caso, a intensidade do pico-**AI** não muda significativamente quando uma amplitude de excitação maior é aplicada. O fundo **HTIFB** não apresenta inversões de intensidade, como observado nas amostras não-deformadas, e suas intensidades são tão maiores quanto maiores forem as amplitudes de excitação aplicadas.

Para amostras pré-deformadas a 1300K, o fundo **RTIFB** revelou uma pequena diminuição (Q^{-1} vai de 2×10^{-3} a $1,5 \times 10^{-3}$) quando comparado aos espectros de amostras não-deformadas e amostras deformadas a 300K. O pico-**AI** apresenta um aumento de amplitude (Q^{-1} varia de 8×10^{-3} a $11,5 \times 10^{-3}$) quando comparado a amostras não-deformadas e deformadas

a 300K, mas a posição do pico em temperatura é a mesma quando comparado a espectros das Figs. IV.2.6(a) e (b). Este fenômeno mostrou-se presente em ambas as amplitudes de excitação.

O fundo *HTIFB* para amostra deformadas a 1300K apresenta maiores intensidades quanto maiores forem as amplitudes de excitação; e suas intensidades são de novo maiores quando comparadas as amostras não-deformadas e amostras pré-deformadas a 300K.

Em resumo, quando as amostras são deformadas plasticamente, ou em outras palavras, quando discordâncias são introduzidas nas amostras, à temperatura ambiente ou a altas temperaturas, fica evidente sua influência nos espectros de atrito interno e são mais destacadas quando maiores amplitudes de excitação são aplicadas durante as medidas de atrito interno.

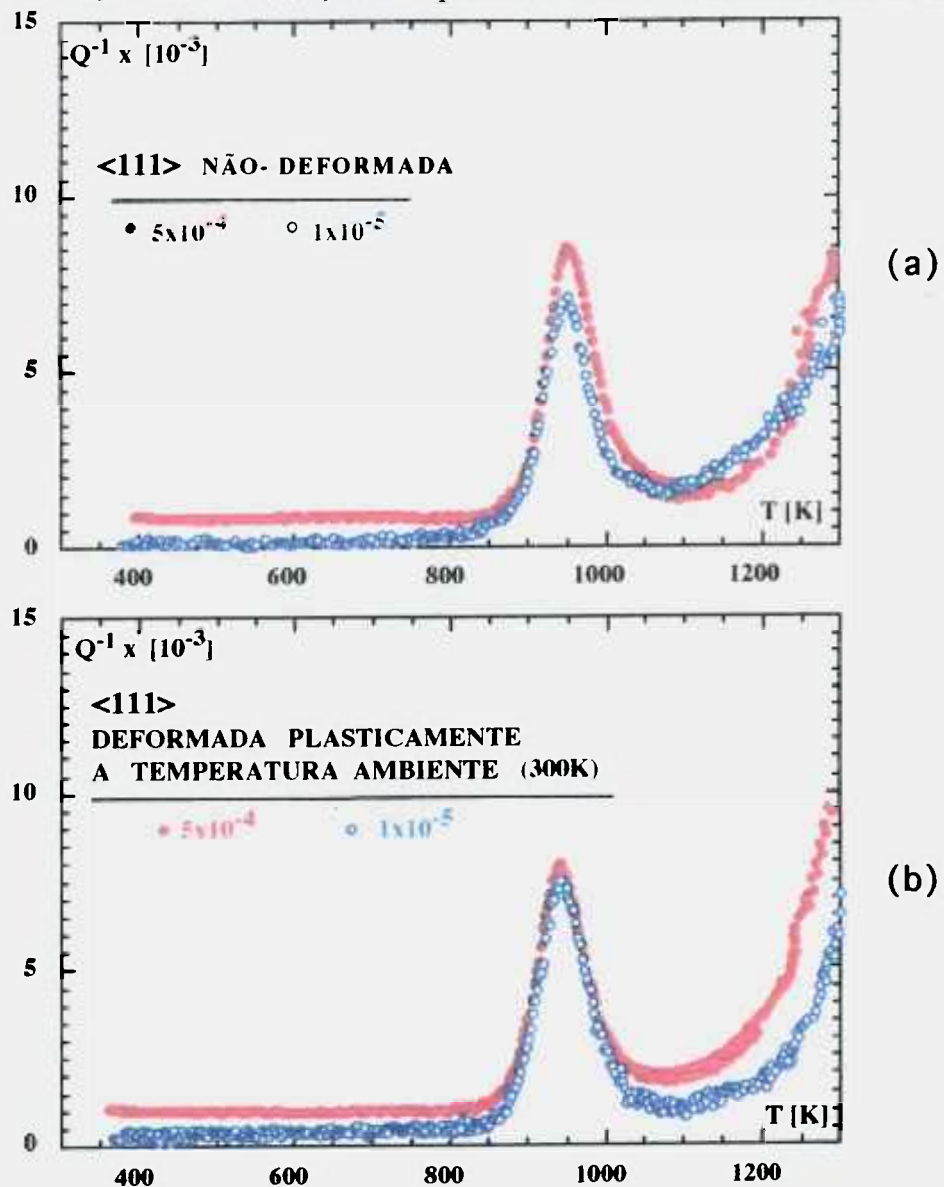


Figura IV.2.6.- Espectros de AI para amostras Ni_3AlTa <111>, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): (a) não-deformada, (b) com 10% de deformação a 300K;

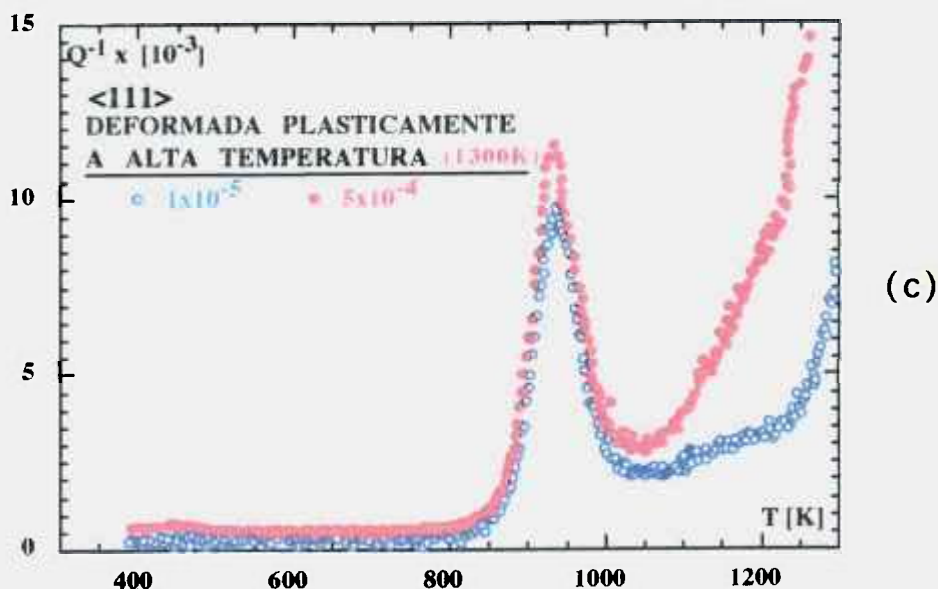


Figura IV.2.6.- Espectros de AI para amostras Ni_3AlTa $\langle 111 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): com 10% de deformação a 1300K (2K/min.) (c)

-Amostras monocristalinas com orientação $\langle 001 \rangle$

As Figs. IV.2.7 -(a,b,c) apresentam os espectros de atrito interno para amostras com eixo de orientação $\langle 001 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação. Os espectros da Fig. IV.2.7-(a) apresentam medidas de amostra no estado não-deformado. Nesta figura, pode-se observar que aumentando-se a amplitude de excitação, o fundo **RTIFB** aumenta de $0,1 \times 10^{-3}$ para $0,5 \times 10^{-3}$ (o pequeno sobressalto detectado até à temperatura de 600K será discutido em pormenores nas próximas seções). Ainda pode-se observar que a amplitude do pico de atrito interno aumenta com o aumento da amplitude de excitação, mas a posição do pico-AI não muda em relação à temperatura. O fundo **HTIFB** para estas amostras sofre um aumento de intensidade para as maiores amplitudes de excitação.

Na Fig. IV.2.7-(b), mostra-se os espectros de atrito interno para amostras com orientação $\langle 001 \rangle$, pré-deformadas a 300K. Pode-se observar que o fundo **RTIFB** aumenta aproximadamente de $0,4 \times 10^{-3}$ para $1,0 \times 10^{-3}$ e apresenta maiores intensidades quando comparado a amostras não-deformadas como mostrado na Fig. IV.2.7-(a). O pico-AI não-muda sua posição em temperatura, mas sua intensidade aumenta da mesma quantidade que o fundo **RTIFB**, em outras palavras, a intensidade do pico aparentemente não sofre um aumento

quando a amplitude de excitação é aumentada e o aparente aumento se deve ao aumento do fundo *RTIFB*. O fundo *HTIFB* não muda significativamente em comparação às amostras não deformadas e sua intensidade aumenta com o aumento da amplitude de excitação.

O espectro de atrito interno das amostras com pré-deformação de 10% a 1300K é apresentado na Fig.IV.2.7-(c) onde observa-se mais uma vez um aumento do fundo *RTIFB* de aproximadamente $0,7 \times 10^{-3}$ para $1,4 \times 10^{-3}$ quando a amplitude de excitação é aumentada. Novamente, pode-se observar que o pico-*AI* não muda sua posição em temperatura e seu aparente aumento de intensidade deve-se ao aumento do fundo, sendo que esse aumento é mais relativo ao fundo *RTIFB* que ao *HTIFB*. O fundo *HTIFB* tem intensidades mais elevadas para maiores amplitudes de excitação.

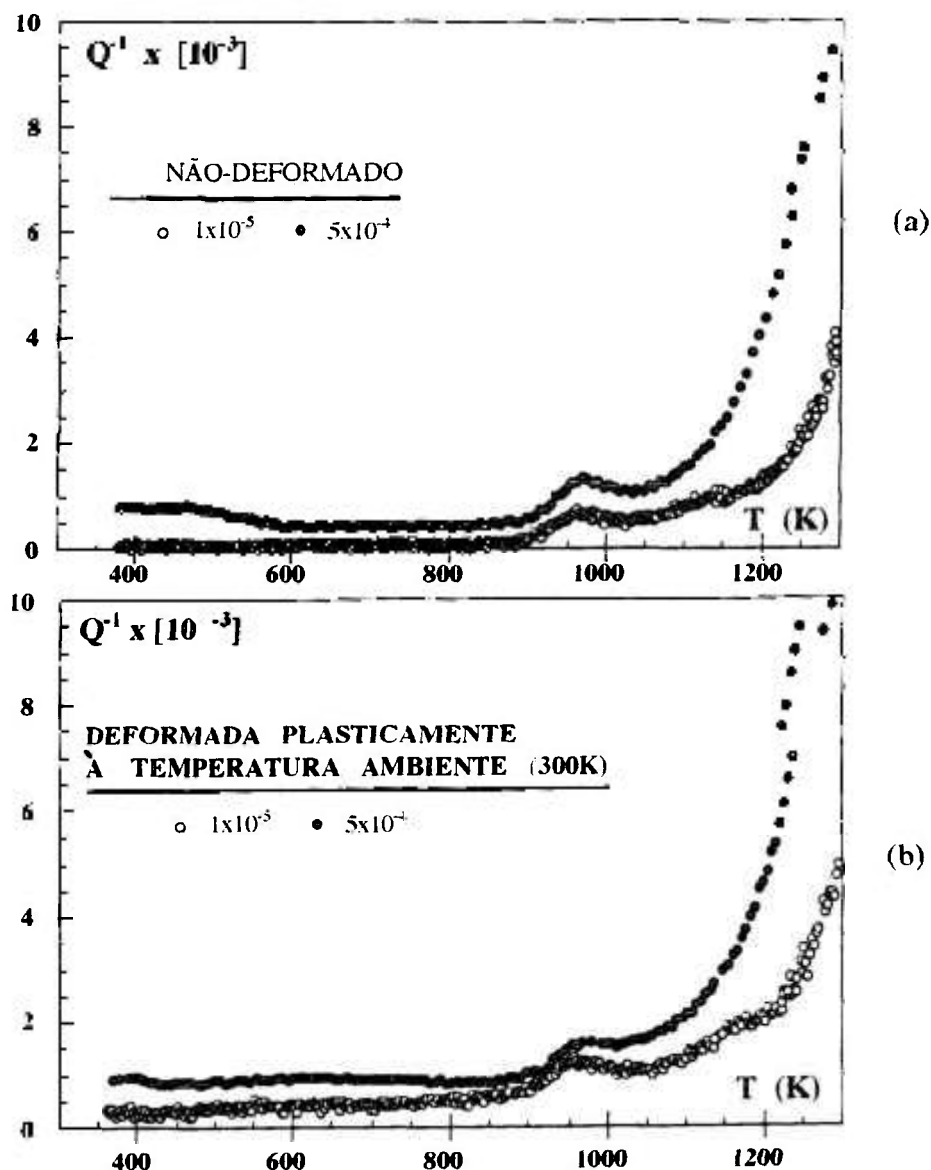


Figura IV.2.7.- Espectros de atrito interno para amostra $\text{Ni}_3\text{AlTa} \langle 001 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): (a) não-deformada, (b) com 10% de deformação a 300K, (2K/min.);

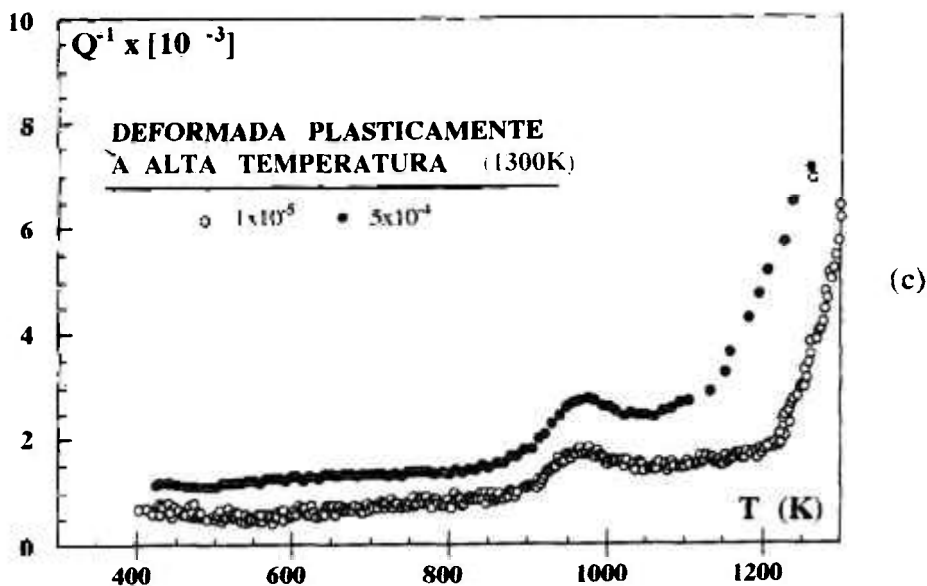


Figura IV.2.7.- Espectros de atrito interno para amostra $\text{Ni}_3\text{AlTa} \langle 001 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}) com 10% de deformação a 1300K (2K/min.)

-Amostras monocristalinas com orientação $\langle 110 \rangle$

As curvas apresentadas nas Figs. IV.2.8-(a, b, c) mostram espectros de atrito interno de amostras com orientação $\langle 110 \rangle$ em função da temperatura nos estados não-deformados e com 10% de deformação a 300K e 10% a 1300K. Comparando-se os três conjuntos de curvas que compõem a Fig.IV.2.8 (a,b,c), verifica-se que quanto maior a amplitude de excitação, maior é a intensidade do atrito interno. Esta afirmação pode ser tomada como válida para as amostras nos três estados de deformação plástica. É importante notar também que a intensidade do pico-*AI* é mais elevada para as amostras não-deformadas do que para as amostras deformadas, que, por sua vez, apresentam as mesmas intensidades de picos para as duas amplitudes de deformação.

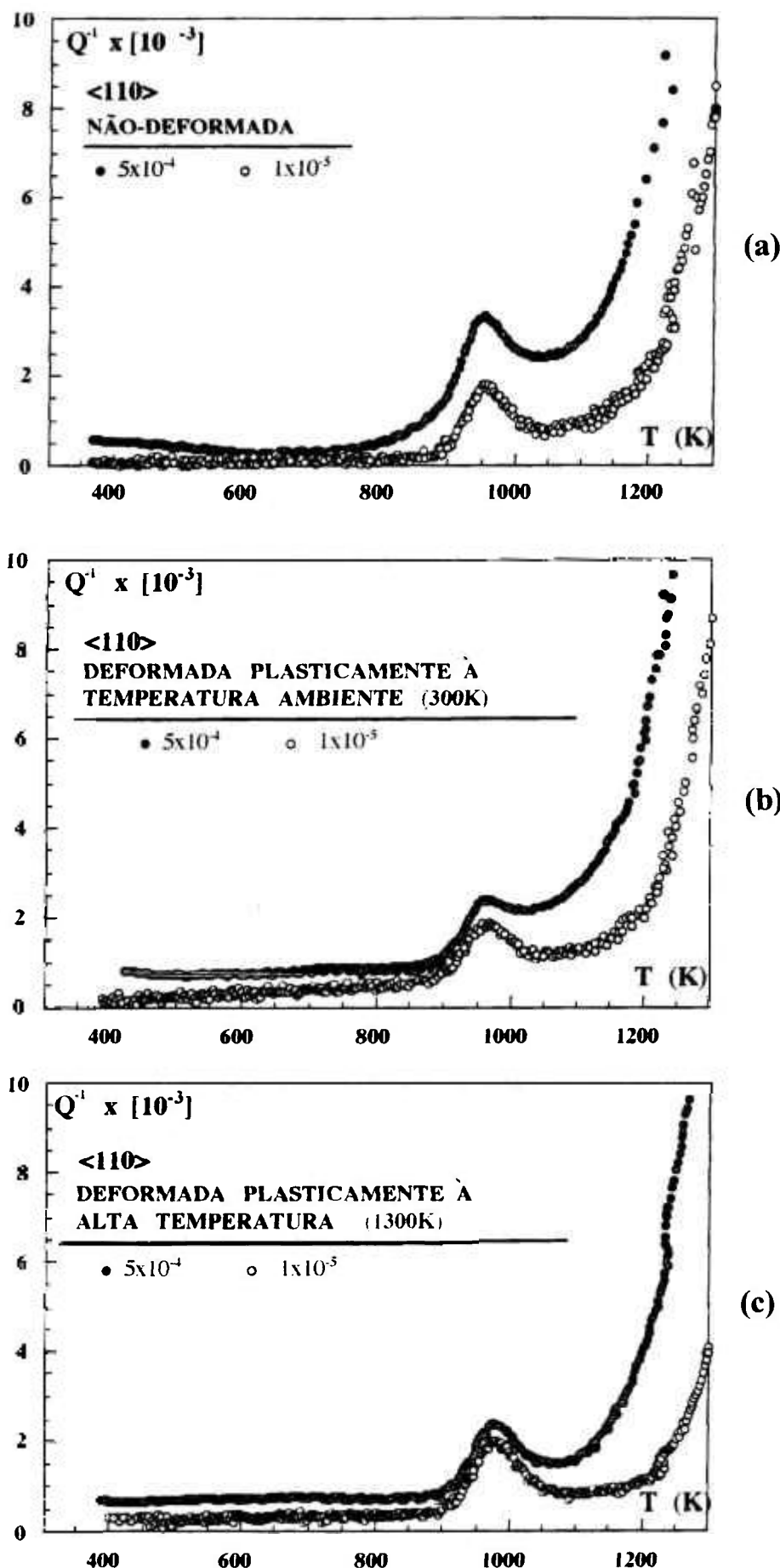


Figura IV.2.8.- Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa $\langle 110 \rangle$, usando-se duas amplitudes de excitação (1×10^{-5} e 5×10^{-4}): (a) não-deformada, (b) com 10% de deformação a 300K; (c) com 10% de deformação a 1300K (2K/min.)

IV.2.2.- Espectros de Atrito Interno Segundo Diferentes Orientações e Espécimes

Visando comparar os espectros de atrito interno de diferentes orientações de espécimes de Ni_3AlTa e de espécimes de Ni_3Al , a Fig.IV.2.9 foi obtida usando-se os resultados de amostras como-recebidas, considerando uma amplitude de excitação de 5×10^{-4} . Pode-se verificar que o fundo *RTIFB* têm as mesmas características para as três orientações de Ni_3AlTa , bem como para os espécimes de Ni_3Al , ou seja, uma pequena protuberância está presente em todos os espectros e isto desaparece a aproximadamente 580K e o fundo *RTIFB* mantém-se a um nível de $0,4 \times 10^{-3}$ para todas as amostras. O pico-*AI* aparece em todas as amostras, em ambos os espécimes, à mesma temperatura, diferindo entre si apenas quanto a suas intensidades. Pode-se ainda verificar na Fig.IV.2.10 que o pico-*AI* de maior intensidade é aquele das amostras policristalinas de Ni_3AlTa ($\sim 10 \times 10^{-3}$), seguindo, em uma ordem decrescente de intensidade (Fig.IV.2.9) pelo mesmo espécime que tem as orientações $\langle 111 \rangle$ ($Q^{-1} = 8 \times 10^{-3}$), $\langle 110 \rangle$ ($Q^{-1} = 3,5 \times 10^{-3}$) e $\langle 001 \rangle$ ($Q^{-1} = 1,5 \times 10^{-3}$). O pico-*AI* menos intenso pode ser observado na Fig. IV.2.9 para o espécime binário Ni_3Al ($Q^{-1} = 1,4 \times 10^{-3}$). A pequena mudança deste último pico-*AI* em relação à temperatura é relacionada à diferente frequência de oscilação livre durante a medida da amostra.

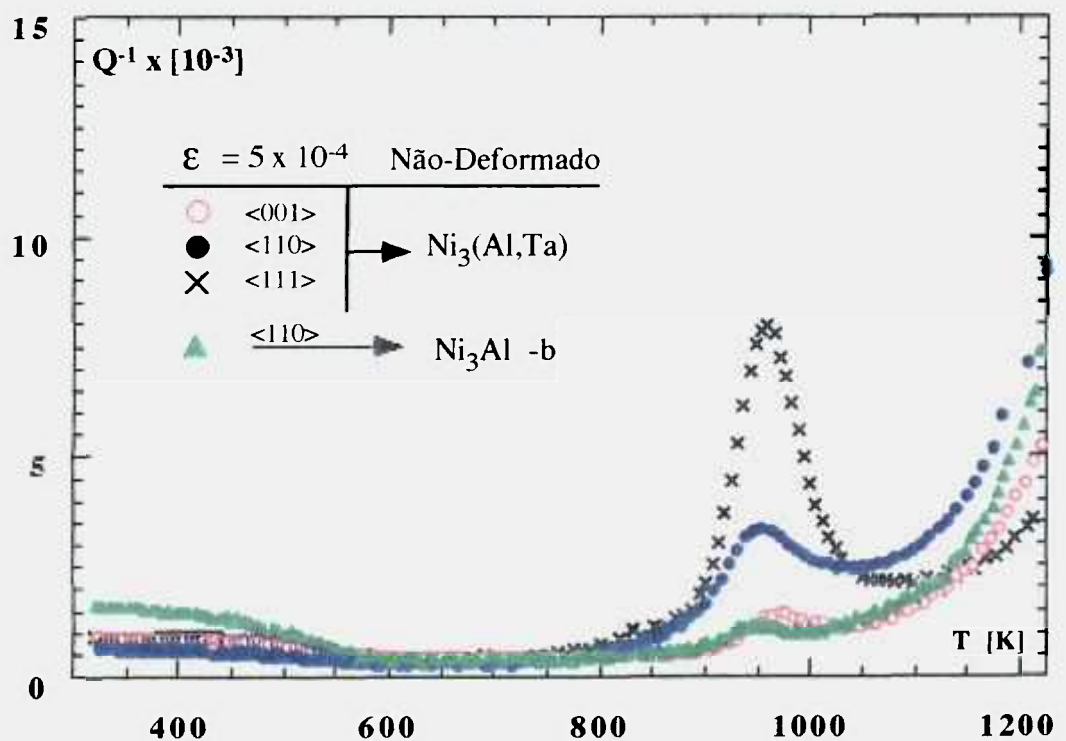


Figura IV.2.9.- Espectros de atrito interno em função de temperatura para amostras monocristalinas de Ni_3AlTa nas três orientações cristalográficas, bem como de amostras binárias Ni_3Al .

Devido ao fato de que todos os picos em todas as amostras apresentam a mesma temperatura de início e a mesma temperatura de pico, parece lógico afirmar que todos os picos detectados são relativos ao mesmo fenômeno, ou seja, os picos relatados são na realidade um mesmo pico, referentes a um mesmo fenômeno, que apresenta intensidades diferentes para amostras com diferentes orientações e também diferentes composições químicas.

IV.2.3. - Amostras Policristalinas de Ni₃AlTa

IV.2.3.1 - Efeito da Pré-deformação

As amostras policristalinas de Ni₃AlTa sofreram deformação plástica de 2,5% à temperatura ambiente e a altas temperaturas. Estas amostras, bem como aquelas no estado como-recebidas, foram medidas pela técnica de atrito interno no pêndulo de torção livre e o resultado é mostrado na Fig. IV.2.10. Pode ser observado nesta figura que o fundo **RTIFB** apresenta o mesmo comportamento descrito para as amostras monocristalinas e que a intensidade do atrito interno é de cerca de $0,5 \times 10^{-3}$. Pode-se ainda verificar a presença de um pico de atrito interno com início em aproximadamente 850K e máximo a aproximadamente 930K. A intensidade mais elevada do pico-**AI** foi detectada para as amostras como-recebidas; as amostras deformadas à temperatura ambiente apresentaram menor intensidade de pico que as encontradas para as amostras como-recebidas, e até mais baixas intensidades de pico para a amostras deformada a 1300K.

O fundo **HTIFB** apresenta intensidades mais elevadas para as amostras como-recebidas em comparação as amostra deformadas a 1300K, mas o mesmo fundo foi observado como sendo ainda mais alto para as amostras deformadas à temperatura ambiente. Analisando o fundo **HTIFB**, pode-se verificar que este não pode ser dissociado do pico-**AI** para amostras deformadas à temperatura ambiente. Está novamente claro que a introdução de uma quantidade pequena de discordâncias tem um papel importante tanto no pico-**AI** como no fundo **HTIFB** dos espécimes policristalinos.

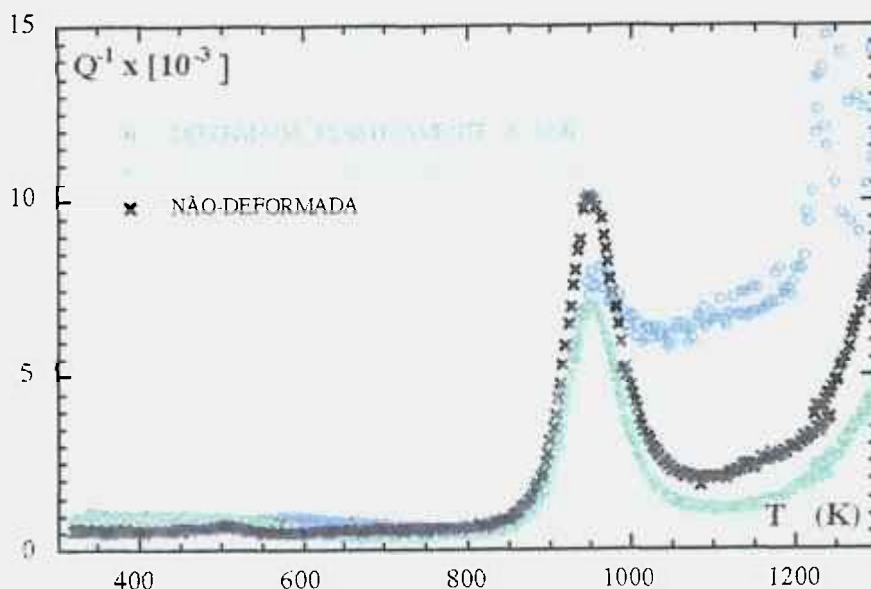


Figura IV.2.10.- Medidas de atrito interno, executadas com amplitudes de excitação de 5×10^{-4} para as amostras policristalinas de Ni_3AlTa nos estados como-recebidas, e com deformação de 2,5% à temperatura ambiente e a 1300K.

IV.2.3.2 - Efeito da Amplitude de Excitação

O efeito da amplitude de excitação em amostras policristalinas como-recebidas, com 2,5% de deformação à temperatura ambiente e a 1300K, medidas pela técnica de atrito interno usando-se amplitudes de excitação de 1×10^{-5} e 5×10^{-4} , pode ser observado na Fig.IV.2.11.

Na Fig.IV.2.11-(a), são apresentados os espectros para ambas amplitudes acima mencionadas e pode-se observar que o fundo **RTIFB** é mais baixo para a menor amplitude de excitação, nas amostras como-recebidas. O mesmo fundo **RTIFB** foi detectado como sendo novamente mais alto para as amostras deformadas à temperatura ambiente e para amostras deformadas a 1300K, mas para estes dois estados de amostra, este fundo diminui de aproximadamente 1×10^{-3} para $0,5 \times 10^{-3}$, quando a temperatura passa de cerca de 650K.

A intensidade do pico-**AI** apresenta valores mais altos para amplitudes de excitação mais altas e para amostras como-recebidas e deformadas à temperatura ambiente, mas a intensidade do pico-**AI** apresenta valores ligeiramente mais altos para amplitudes de excitação mais altas. Pode-se também verificar que tanto a intensidade do pico como o fundo **RTIFB** não aumentam a mesma quantidade quando a amplitude de excitação empregada é aumentada durante as medidas de atrito interno.

O fundo *HTIFB* apresenta maiores intensidades para maiores amplitudes de excitação no caso de amostras como-recebidas e deformadas à temperatura ambiente, mas novamente para amostras deformadas a 1300K este fundo é só levemente dependente da amplitude de excitação. Outra característica interessante foi detectada nas amostras deformadas a temperatura ambiente quando medidas a altas amplitudes de excitação. Pode-se verificar que a região à direita do pico é associada ao fundo *HTIFB* de tal modo que é bastante difícil diferenciar a posição de "fim" do pico da posição de "começo" do fundo *HTIFB*.

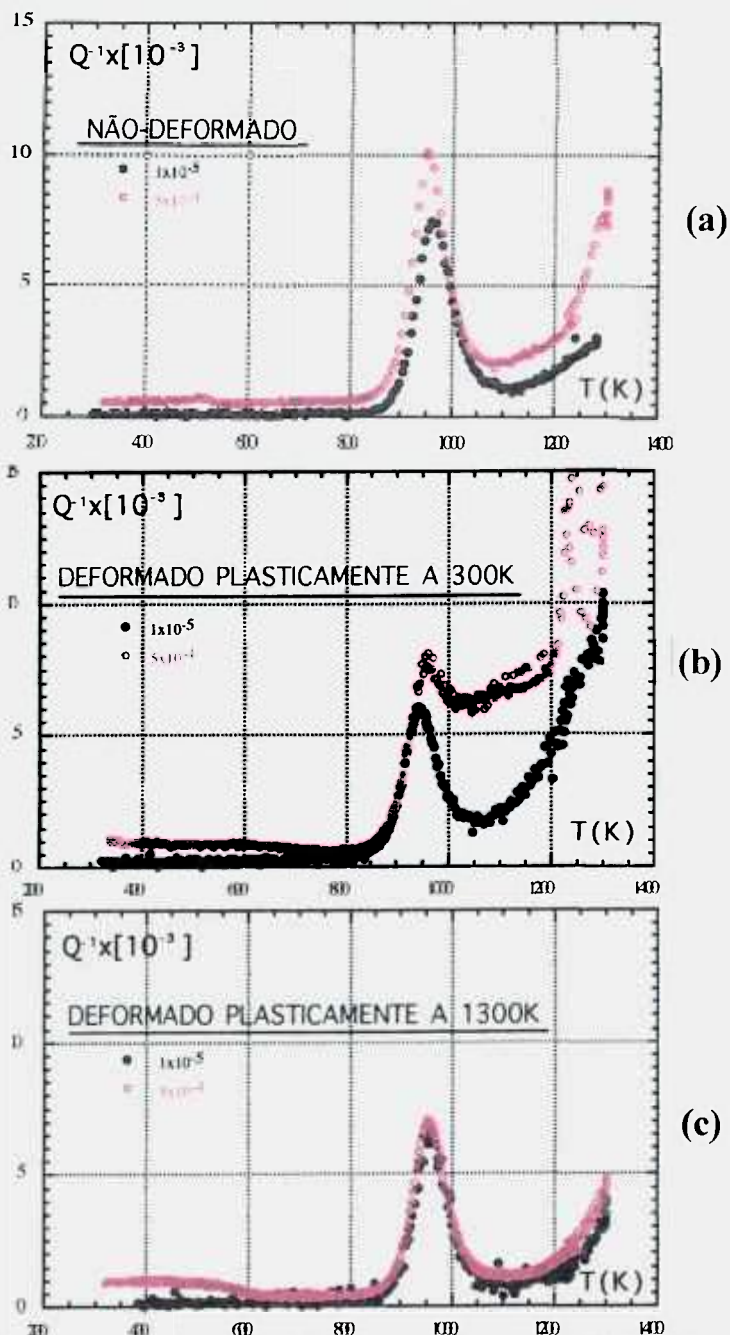


Figura IV.2.11- Espectros de atrito interno para amostras Ni_3AlTa policristalinas, nos estados não-deformadas, com deformações plásticas de 2,5%; 10 e 20%; deformadas plasticamente a 300K; amplitudes de excitação de 1×10^{-5} e 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

IV.2.4 - Ni₃Al Binário

IV.2.4.1. - Efeito da Pré-deformação

As medidas de atrito interno foram feitas em amostras binárias com eixos na direção $\langle 110 \rangle$ sendo que as amostras encontravam-se nos estados como-recebido (ou não deformado), e com deformações plásticas de 2,5% e 10%, tanto à temperatura de 300K como a 1300K. Não foram efetuadas medidas com amostras com deformação de 20% para esta direção cristalográfica. Os espectros de atrito interno em função da temperatura são mostrados, para ambas temperaturas de deformação, nas Figs. IV.2.12.

Nesta figura estão apresentados os resultados das medidas de atrito interno feitas em amostras deformadas a 300K. Verifica-se que o fundo **RTIFB** para as amostras não-deformadas apresenta maior intensidade de atrito interno (por volta de $0,5 \times 10^{-3}$); já para amostras com 2,5% e 10% de deformação, o fundo **RTIFB** apresenta menores intensidades (por volta de $0,25 \times 10^{-3}$). No entanto, observa-se que dentre as duas amostras deformadas plasticamente tem-se que este fundo é maior para as amostras deformadas 10%.

Por outro lado, o pico-**AI** apresenta maior intensidade para amostra não-deformada e sua intensidade aparenta diminuir ligeiramente, à medida que a deformação plástica aumenta. Observando-se melhor, verifica-se que, na verdade, os fundos HTIFB e RTIFB diminuem e “arrastam” consigo o pico-AI.

O fundo **HTIFB** apresenta quase a mesma intensidade para amostras não-deformadas e para as amostras deformadas plasticamente 2,5% e 10%.

Observa-se que o pico se mantém à mesma temperatura que para as amostras do espécime Ni₃AlTa, exceto que para o mesmo tipo de orientação as amostras daquela liga mostraram picos-AI de maior intensidade em relação às amostras binárias.

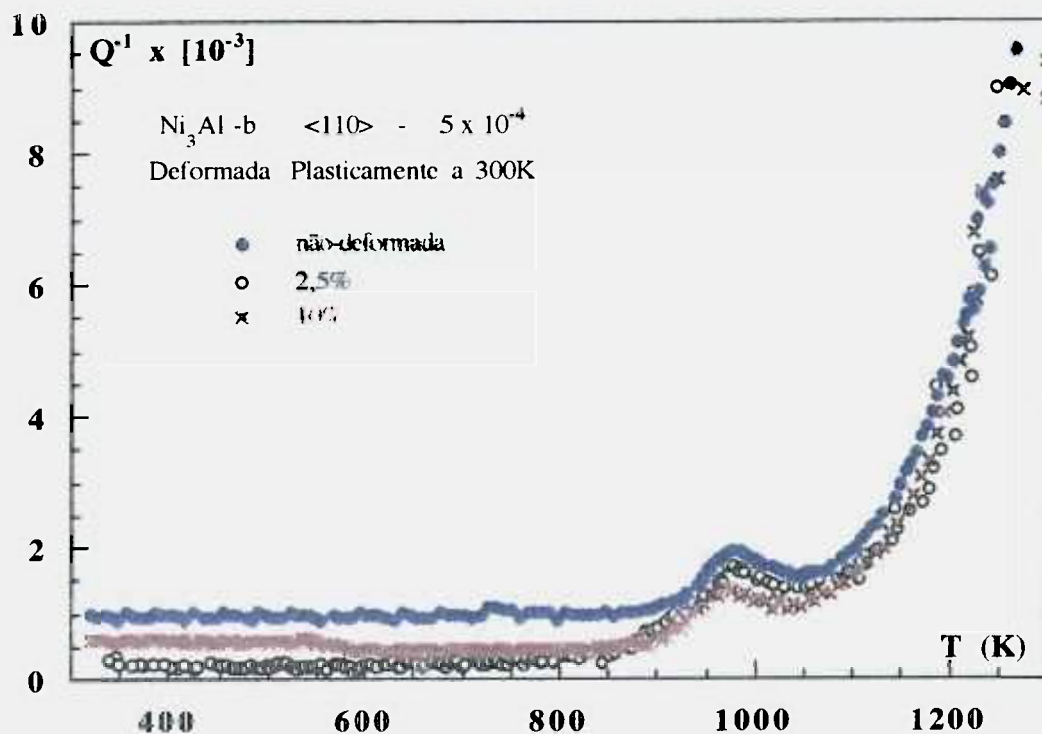


Figura IV.2.12.- Espectros de atrito interno das amostras $\text{Ni}_3\text{Al-b}$, com eixo segundo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, deformados plasticamente, sob torção, a 300K, nos níveis de 2,5% e 10%; e ensaiadas com amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

A Fig. IV.2.13 apresenta os espectros de atrito interno para amostras com eixo de orientação $\langle 110 \rangle$, usando-se amplitudes de excitação de 5×10^{-4} e deformação plástica a 1300K. Nesta figura, pode-se observar que a amostra deformada 2,5% apresenta um espectro de atrito interno todo deslocado para uma maior intensidade, mas de uma maneira genérica, poder-se-ia dizer que tal espectro se mostra paralelo ao espectro de atrito interno do mesmo tipo de amostra no estado não deformado. Já as amostras deformadas plasticamente 10%, apresentam um mesmo tipo de espectro, diferindo apenas pelo fato desse espectro estar deslocado “paralelamente” para baixo em relação às amostras no estado não deformada.

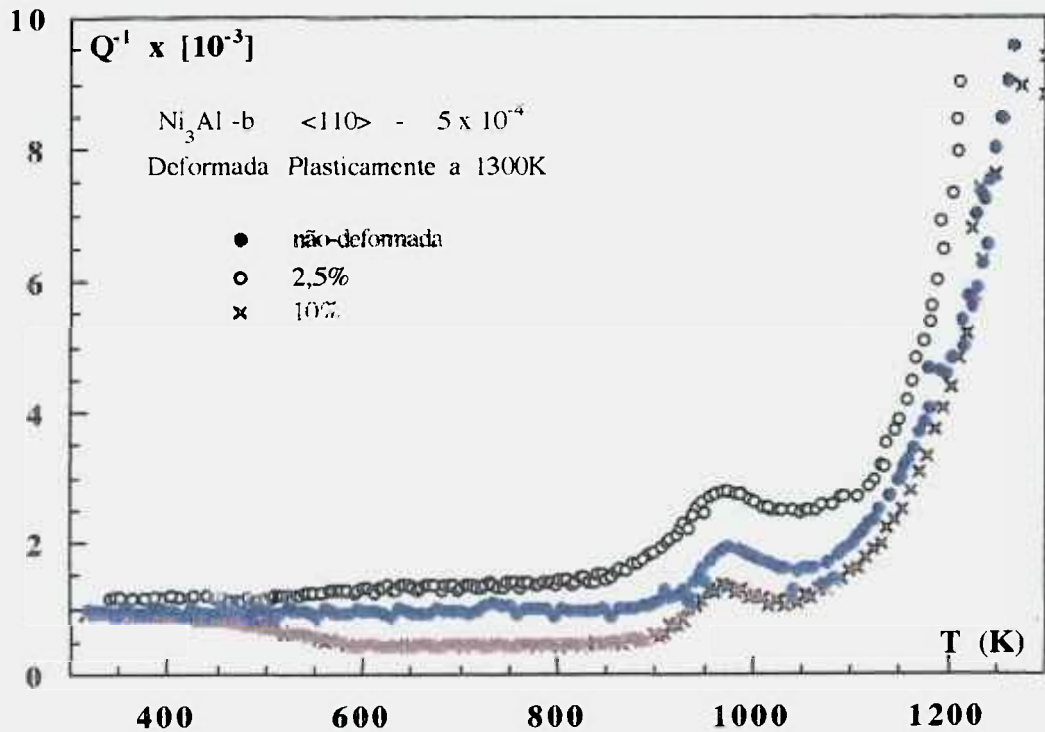


Figura IV.2.13.- Espectros de atrito interno para amostras Ni_3Al-b com orientação de eixo $\langle 110 \rangle$, nos estados não-deformado, e deformadas plasticamente a 1300K, sob torção, aos níveis de 2,5% e 10%; amplitude de excitação de 5×10^{-4} e taxa de 2K/min.

IV.2.4.2. - Efeito da Amplitude de Excitação

Não são aqui apresentadas as figuras mostrando a influência da amplitude de excitação, pois tais curvas mostraram o mesmo comportamento já apresentado nos ensaios das amostras do espécime Ni_3AlTa , ou seja, quando se aumenta a amplitude de excitação os espectros de atrito interno se mostram todos deslocados para cima, ou melhor, apresentam maiores intensidades; no entanto, estes espectros eram praticamente paralelos aos espectros das amostras ensaiadas sob amplitudes de excitação de 1×10^{-5} .

IV.2.5. - Amostras Deformadas à Temperatura Ambiente - 1º aquecimento

As amostras com orientações $\langle 111 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$ sofreram deformação em torção de 2,5, 10 e 20% à temperatura ambiente, sendo então medidas no pêndulo de torção livre. O primeiro aquecimento, depois de cada nível de deformação, de cada amostra à temperatura ambiente é mostrado na Fig.IV.2.14 -(a,b).

A característica principal destes espectros, que só aparece durante o primeiro aquecimento depois de cada nível de deformação, são as protuberâncias nos espectros atrito interno da temperatura ambiente até aproximadamente 580K para ambas as orientações. Pode-se verificar que estas protuberâncias aumentam em intensidade à medida que as intensidades de deformações aumentam. Pode também ser observado que as amostras como-recebidas apresentam uma protuberância pequena para ambas as orientações, sugerindo que uma significativa densidade de discordâncias móveis já está presente no material como-recebido.

O mesmo fenômeno também está presente para a orientação $\langle 110 \rangle$ e para as amostras policristalinas deformadas à temperatura ambiente, bem como para os espécimes de $\text{Ni}_3\text{Al-b}$.

Observa-se ainda um aumento da frequência de oscilação no intervalo de ~ 400 a 600K e uma diminuição, acentuada, no caso das amostras com eixo $\langle 111 \rangle$, desta frequência de oscilação na região correspondente ao pico-AI.

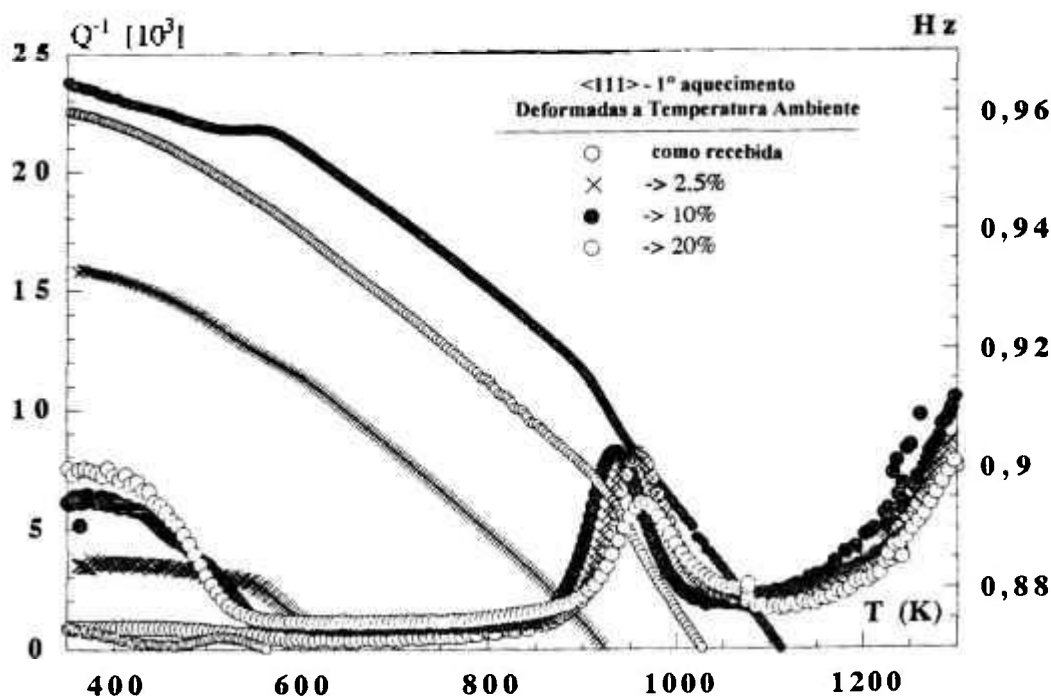


Figura IV.2.14.- Amostra de Ni_3AlTa com orientação $\langle 111 \rangle$ durante o primeiro aquecimento após deformações plásticas de 2,5, 10 e 20% à temperatura ambiente.

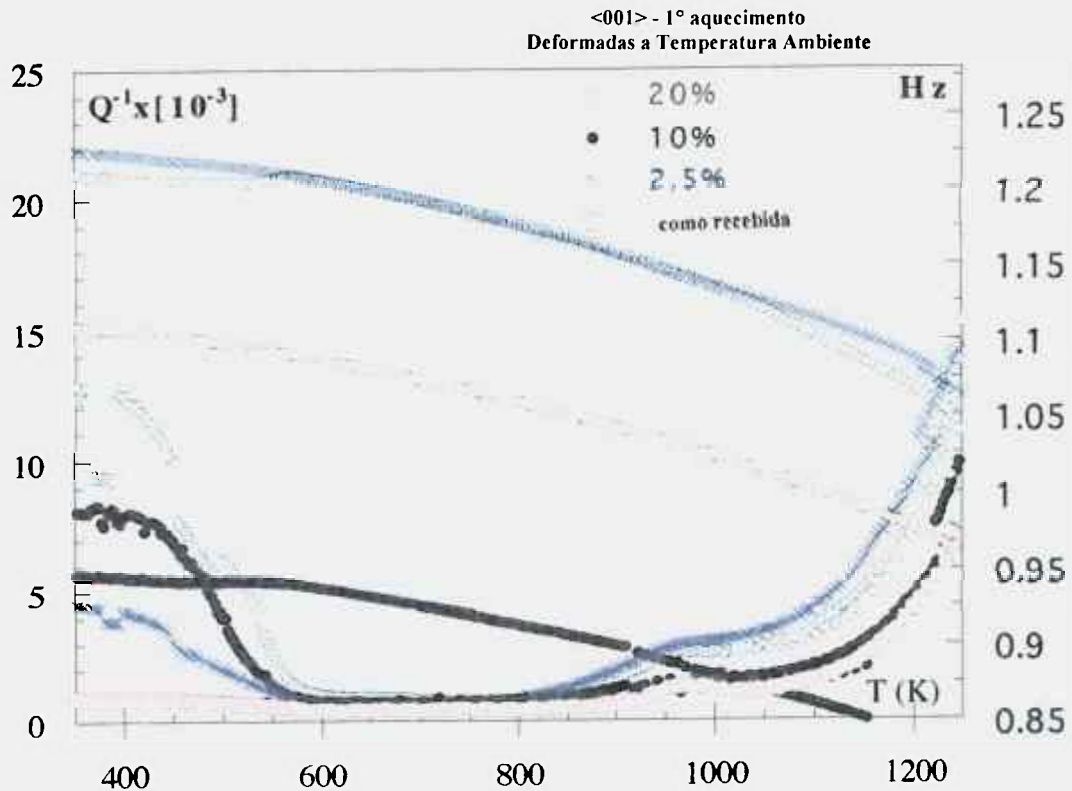


Figura IV.2.14.- Amostras de Ni_3AlTa com orientação $\langle 001 \rangle$ durante o primeiro aquecimento após deformações plásticas de 2,5, 10 e 20% à temperatura ambiente.
(b)

IV.3. - Parâmetros de Ativação

IV.3.1. - Entalpia de Ativação

A entalpia de ativação pode nos dar uma idéia sobre o fenômeno micromecânico que desempenha um papel importante sobre as características dos espectros de atrito interno, tais como o pico e fundos.

Visando calcular a entalpia de ativação do micromecanismo responsável pelo pico- AI , foram executadas medidas usando um pêndulo de vibrações forçadas. Estas medidas de atrito interno foram executadas em função da frequência para os tratamentos isotérmicos. Para cada tratamento isotérmico, efetua-se uma varredura de frequências de excitação, fazendo-se assim com que o pico- AI apareça em diferentes posições de frequência, como se mostra na Fig.IV.3.1-(a). Através da expressão apresentada na Fig.IV.3.1-(b), traça-se uma curva do tipo Arrhenius (Fig.IV.3.1-(c)), donde pode-se obter, do coeficiente angular dessa reta, o valor da

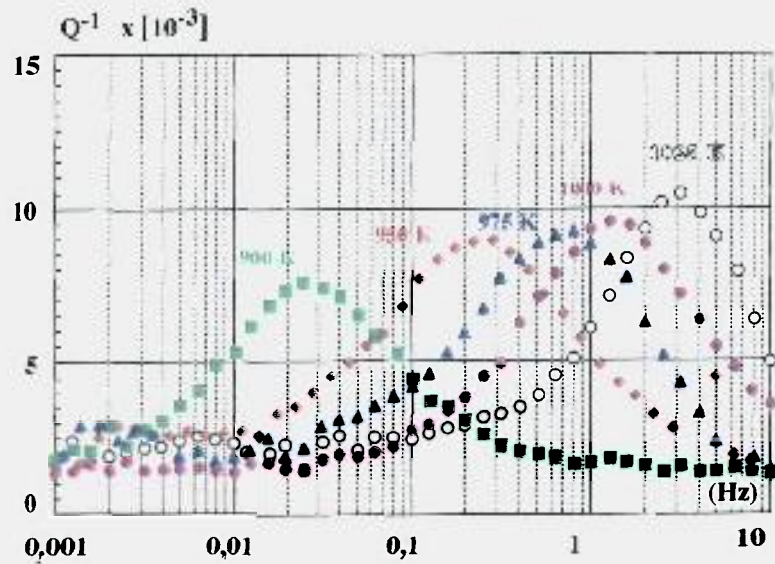
entalpia de ativação do pico e, da interseção desta reta com o eixo-y, a constante de proporcionalidade de tempo de relaxação fundamental τ_0 .

O exemplo dado para amostra policristalina (não-deformada) na Fig.IV.3.1, ilustra o procedimento adotado para se obter a entalpia de ativação. (H_{act}) e o parâmetro de proporcionalidade τ_0 para o mesmo espécime com orientação $\langle 001 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$, ambos no estado como-recebido.

Com o objetivo de se obter uma estimativa para a energia de ativação do fundo *HTIFB* e da protuberância do primeiro aquecimento de amostras deformadas a temperatura ambiente, foi adotado o procedimento já usado para determinação da entalpia de ativação do pico-*AI* e o resultado destas entalpias, tanto para o pico como para o fundo, é mostrado na Tab. IV.1.

Tabela IV.1.- Entalpia de Ativação e constante de proporcionalidade τ_0 para os espécimes Ni_3AlTa policristalina bem como para monocristalinas de orientações $\langle 001 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$.

	Policristalina	orientação $\langle 001 \rangle$	orientação $\langle 111 \rangle$
H_{act} pico (eV)	$2,97 \pm 0,01$	$3,00 \pm 0,05$	$3,10 \pm 0,06$
τ_0 (s ⁻¹)	$\sim 1 \times 10^{-15}$	$\sim 1 \times 10^{-15}$	$\sim 1 \times 10^{-15}$
H_{act} <i>HTIFB</i> (eV)	não determinada	$1,35 \pm 0,20$	$1,00 \pm 0,01$
τ_0 (s ⁻¹)	não determinada		



$$\omega \tau_0 \cdot \exp(H_{\text{act}} / kT_p) = 1$$

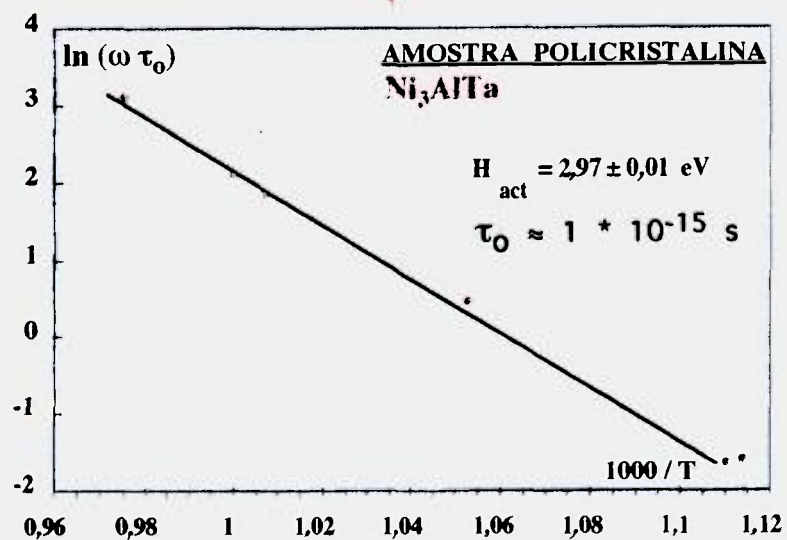


Figura IV.3.1.- Entalpia de ativação exemplificando, para amostras policristalinas, o método de cálculo usado.

IV.3.2. - Medidas de Volume de Ativação

O volume de ativação (V_{act}) pode nos dar indicações sobre o "tamanho" do micromecanismo detectado pela técnica de atrito interno e, assim, permitir a identificação do fenômeno físico responsável pelo amortecimento ocorrido a uma dada temperatura.

O V_{act} foi determinado para as orientações $\langle 001 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$ do espécime Ni_3AlTa , no estado como-recebido.

Os cálculos consistem em comparar os espectros de atrito interno medidos em diferentes amplitudes de excitação, em função da temperatura e detectar a mudança de posição em relação à temperatura do pico-*AI* e do fundo *HTIFB*. Foi detectado uma mudança na posição do pico-*AI* e do fundo *HTIFB* em relação à temperatura quando a amplitude de excitação mudou de 1×10^{-5} para 8×10^{-4} passando pelos valores de 2 e 5×10^{-4} . As máximas amplitudes de excitação empregadas foram de 8×10^{-4} em vez de 1×10^{-3} , a fim de se evitar deformações plásticas significativas, as quais poderiam gerar dúvidas adicionais sobre os cálculos já aproximados do volume de ativação. Nenhuma mudança de posição em relação a temperatura foi detectada para o fundo *RTIFB* que permitisse o cálculo de seu volume de ativação. Com o objetivo de melhor ler a mudança de posição do fundo *HTIFB* em temperatura a região útil deste foi tomada como sendo a região onde os espectros eram o mais próximo de uma condição de paralelismo entre si. Para uma melhor observação da mudança de posição em temperatura do pico-*AI*, os fundos *RTIFB* e *HTIFB* foram subtraídos dos espectros, depois de alguns procedimentos computacionais laboriosos e, supondo-se que todos os fundos apresentam um comportamento exponencial.

Na Fig.IV.3.2-(a), tem-se, como um exemplo, os espectros de atrito interno usados para a obtenção do volume de ativação do fundo *HTIFB*. O uso da expressão da Fig.IV.3.2-(b) é uma aproximação para se calcular o volume de ativação do fundo, lembrando-se de que esta expressão foi inicialmente definida somente para o pico-*AI*. Por meio da expressão acima mencionada pode-se traçar um gráfico do tipo Arrhenius Fig.IV.3.2-(c)), onde o coeficiente angular da reta deste gráfico é numericamente igual ao V_{act} , tanto no caso do pico como do fundo. Os valores obtidos são apresentados na Tabela IV.2.

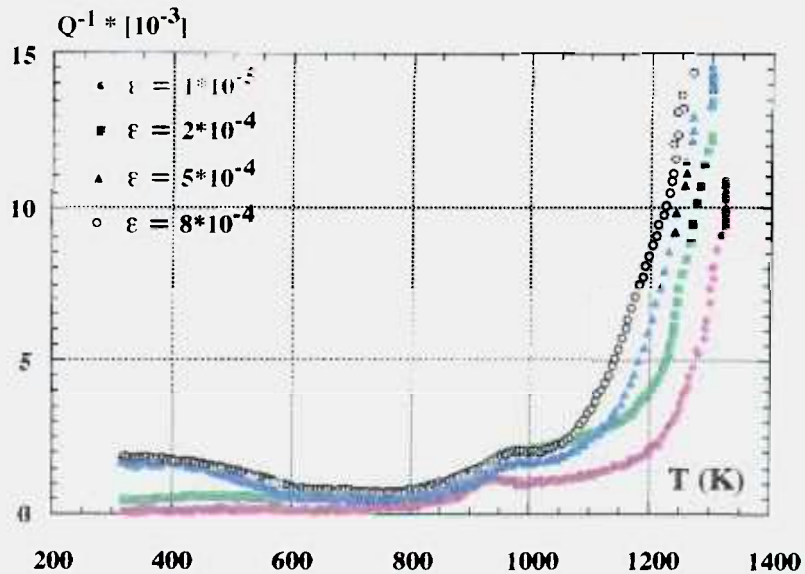
As variações dos valores calculados na Tabela IV.2 são relacionadas às imprecisões em se definir a exata temperatura do pico-*AI*, principalmente quando o pico é muito pequeno como é o caso do pico para a orientação $\langle 001 \rangle$.

Tabela IV.2.- Volumes de ativação para o Ni₃AlTa com orientações <001> e <111>

	orientação <001>	orientação <111>
V _{act} pico (eV)	(16 ± 15) b ³	(21 ± 20) b ³
V _{act} HTIFB (eV)	(70 ± 20) b ³	(60 ± 10) b ³

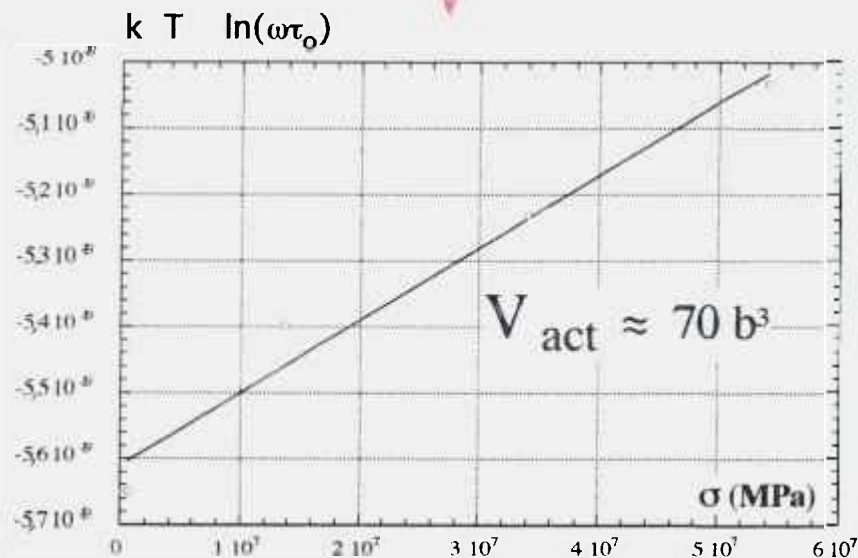
b = 0,25nm => b³ = 1,563x10⁻²⁹ m³

b-é o vetor de Burgers de uma superparcial



(a)

$$\omega \tau_0 \exp(\Delta H - \sigma V / K T_p) = 1 \quad (b)$$



(c)

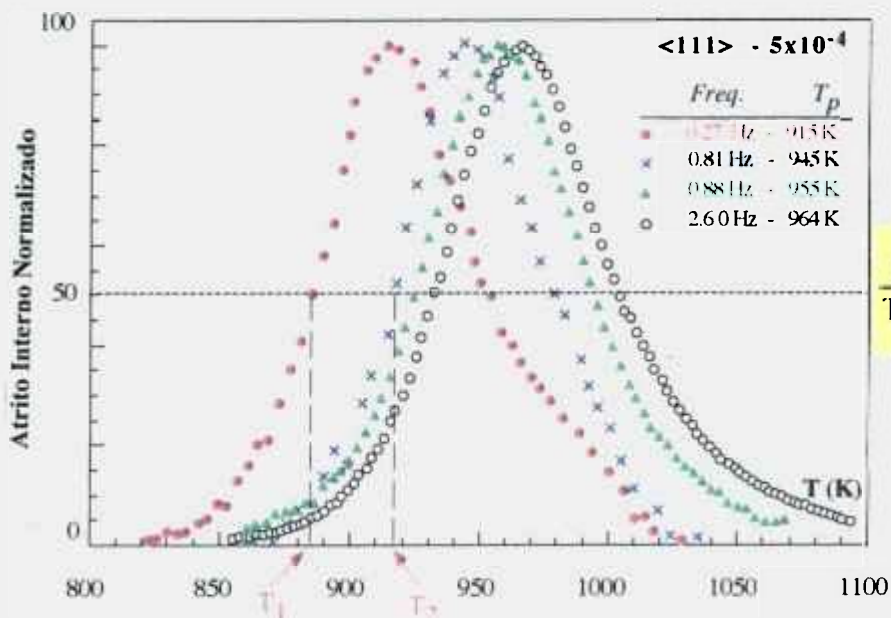
Figura IV.3.2.- Volume de ativação do HTIFB exemplificado para a amostra Ni₃AlTa- <001> e mostrando a equação utilizada no cálculo

IV.3.3- Largura de Pico

A largura de pico é um número adimensional indicativo que define quão distante é um pico-*AI* em relação a um pico de Debye e, assim, quão próximo é o comportamento de pico-*AI* em relação à teoria apresentada no capítulo II do trabalho presente.

Visando medir a largura do pico de atrito interno, foram executadas medidas em função de temperatura para diferentes frequências de oscilação. O pico muda em temperatura à medida que a frequência muda e este deslocamento é computado pela parte esquerda da equação apresentada no Fig. IV.3.3. A obtenção da curva mostrada nesta figura foi feita subtraindo-se os fundos *RTIFB* e *HTIFB* de cada espectro, normalizando-se as intensidades de cada um dos picos de atrito interno, ou seja, cada valor de atrito interno foi dividido pelo máximo valor do atrito interno (valor extremo do pico) resultando em uma curva de porcentagens de atrito interno em função da temperatura. As temperaturas T_1 e T_2 da expressão de largura do pico foram então lidas a 50% do máximo de intensidade do pico-*AI* e cada temperatura foi lida em um espectro, e assim, o lado esquerdo da expressão foi calculado. A entalpia de ativação foi calculada para estes dois espectros escolhidos; em seguida foram comparados aos valores calculados no item IV.3.1, e o valor médio avaliado usado no lado direito da equação da Fig.IV.3.3; se os lados esquerdo e direito da equação fossem iguais, o pico-*AI* poderia ser considerado um pico de Debye perfeito e se não, um coeficiente ($\alpha > 1$), chamado de coeficiente de largura do pico, que multiplicado ao lado direito da equação, fornece uma correta relação de igualdade.

O coeficiente médio de largura do pico foi determinado para os espécimes Ni_3AlTa policristalinos, bem como para amostras monocristalinas deste espécime com orientações $\langle 111 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$ e seus respectivos valores foram achados como sendo $1,42 \pm 0,10$, $1,35 \pm 0,07$ e $1,6 \pm 0,30$, respectivamente. O maior coeficiente calculado foi para a amostra com direção $\langle 001 \rangle$ e isto ocorreu devido à maior dificuldade de subtrair os fundos *HTIFB* e *RTIFB* e assim determinar com maior precisão, tanto os valores de T_1 e T_2 como da entalpia de ativação.



$$\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} = \frac{2,635 \text{ k}}{\Delta H_{\text{act}}}$$

Figura IV.3.3.- Coeficiente de alargamento do pico-*AI* exemplificando os cálculos executados para o espécime Ni_3AlTa com orientação $\langle 111 \rangle$.

IV.4. - Módulo de Cisalhamento Dinâmico

O módulo de cisalhamento dinâmico (G) em função de temperatura, mostrado na Fig.IV.4.1, foi determinado para cada orientação do espécime Ni_3AlTa por meio das medidas da frequência natural do sistema composto de (amostra + balança) durante as medidas de atrito interno, usando-se o pêndulo livre.

Como já descrito no capítulo III, para cada ponto de medida de atrito interno, também foi obtido um ponto de frequência natural de oscilação correspondente. Sabendo-se o momento total de inércia do pêndulo e as dimensões precisas da amostra, a frequência medida foi então, à temperatura ambiente, transformada em módulo de cisalhamento de cada espécime por meio da expressão (III.1), novamente transcrita abaixo.

O módulo de cisalhamento correspondente a cada uma das três orientações do espécime Ni_3AlTa está apresentados na figura abaixo. Pode-se verificar que, à temperatura ambiente, o mais alto valor de módulo de cisalhamento foi determinado para a orientação

$\langle 001 \rangle$ (108 ± 4 GPa), seguido pela orientação $\langle 110 \rangle$ (94 ± 2 GPa) e finalmente o mais baixo valor (48 ± 2 GPa) para amostras com orientação $\langle 111 \rangle$.

Pode-se também observar que, à medida que aumenta a temperatura, cada módulo de cisalhamento diminui e seus decrementos são semelhantes para cada amostra e assim, as curvas do módulo de cisalhamento apresentam um comportamento semelhante entre si. Na realidade, analisando cada uma destas curvas cuidadosamente e traçando juntamente os espectros de atrito interno respectivos a cada ensaio, pode-se observar uma diminuição mais significativa do módulo de cisalhamento na região do pico de atrito interno para a orientação $\langle 111 \rangle$, seguida da mesma diminuição, mas menos significativa do módulo na região do pico- A_I para orientação a $\langle 110 \rangle$. Já as amostras com orientação $\langle 001 \rangle$ apresentaram uma diminuição imperceptível do módulo de cisalhamento na região do seu pico de atrito interno.

$$G(T) = (2\pi)^2 * I * (\beta b e^3 / l)^{-1} * [f(T)]^2 \quad \dots(III.1)$$

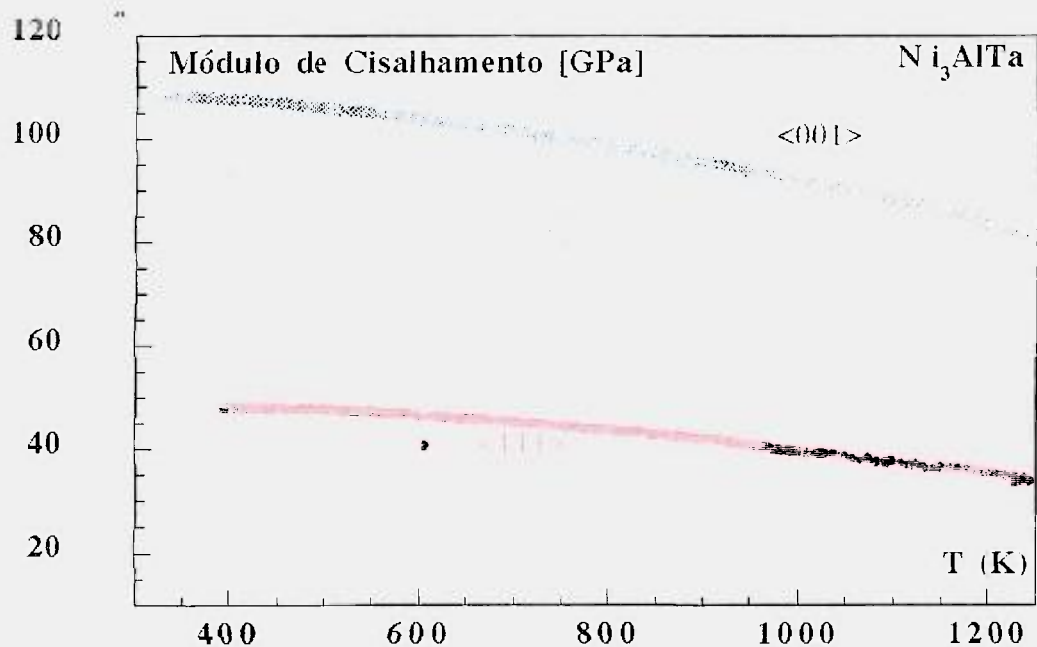


Figura IV.4.1.- Módulo de Cisalhamento Dinâmico em função da temperatura, para espécimes de Ni₃AlTa com orientações de eixos $\langle 111 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$.

Capítulo V

DISCUSSÃO

V.1.- Microestrutura de Solidificação

Tem-se por objetivo neste item a caracterização microestrutural dos dois espécimes de materiais usados nos ensaios de Atrito Interno (AI). Procurou-se verificar se ambos eram de ligas intermetálicas ordenadas e se a microestrutura dendrítica revelada em ambos os espécimes apresentava ou não outras fases além do tipo Ni₃Al. Além disso explica-se os desvios de orientação ao longo de cada espécime, detectados via raios-X pelo método de Laue.

Os parâmetros de solidificação que dão origem à microestrutura dendrítica são bem conhecidos e descritos na literatura [Kurz e Fisher, 1992]. Tem sido aceito que durante a solidificação de uma liga, podem ocorrer mudanças significativas de concentração à frente da interface sólido/líquido, afetando localmente a temperatura de solidificação deste líquido. Este fenômeno é conhecido como *zona metaestável de resfriamento constitucional*. Em ligas, esta instabilidade gera uma protuberância na interface sólido/líquido que irá contribuir para o gradiente de concentração e, então, com o gradiente local da temperatura *liquidus* preservando esta *região de superesfriamento constitucional*. Desta forma, o último líquido interdendrítico a solidificar pode apresentar diferente composição quando comparado com aquele dos primeiros cristais formados. Mesmo para baixas concentrações de soluto, altos gradientes térmicos devem ser impostos para suprir a instabilidade da interface e, assim, suprimir o crescimento dendrítico. As taxas crescentes e os super-resfriamentos são diretamente relacionados utilizando funções cuja forma depende do processo que controla o crescimento e, em geral, o crescimento aumenta com super-resfriamento crescente.

Em metais cúbicos, grãos colunares tendo um eixo tipo [001] próximo à direção de fluxo de calor, sobrepõem-se uns aos outros e a ramificação dos braços de dendritas leva à criação de novos troncos os quais são cristalograficamente relacionados ao tronco primário inicial e formam um grão.

Espaçamento de troncos dendríticos (λ_1) é uma característica importante de dendritas colunares e tem um efeito marcante nas propriedades mecânicas [Kurz e Fisher, 1992; Flemings, 1974]. Este espaçamento primário é diretamente proporcional ao gradiente de temperatura entre o líquido e sólido e inversamente proporcional à taxa de solidificação. Portanto, quanto maior a taxa de solidificação menor será o espaçamento interdendrítico. Desta forma, dendritas finas ou grosseiras podem ser produzidas quando estes dois parâmetros são controlados independentemente como na solidificação direcional onde valores típicos de gradiente de temperatura são de cerca de 10K/mm. No entanto, na solidificação de monocristal de palhetas de turbinas, gradientes típicos de temperatura são da ordem de 100K/mm e taxas de solidificação entre 1 a 5mm/s.

Pequenos desvios da orientação cristalográfica entre os braços de dendrita podem ser acomodados pela presença de um número geometricamente necessário de discordâncias. Maiores diferenças de orientações podem ser acomodadas pela formação de contornos de subgrãos ou, em último caso, através de contornos de alto ângulo, o que resulta em policristais.

Os desvios de orientação observados quando das análises via Laue podem ser explicados da seguinte forma. Considerando-se somente a diferença entre tempos de ataques para se revelar as microestruturas da fig.IV.1(a,b), dos dois espécimes, pode-se concluir que esta diferença pode ser relacionada a maiores desvios de orientação de braços de dendrita e então as amostras de Ni_3AlTa deveriam ter uma densidade de discordância maior no estado como-recebido do que o Ni_3Al binário. Este fato não é bastante para se concluir qualquer coisa sobre desvios de orientação cristalográfica, mas observando a diferença de tamanho de dendritas entre os dois espécimes pode-se assumir que quanto menores os espaçamentos de braços de dendrita, maior será o número de dendritas em uma mesma unidade de volume e portanto, maior a probabilidade de se encontrar uma maior densidade de discordâncias, originárias do processo de solidificação que acomoda prováveis desvios de orientação localizados. Dessa forma, as densidades de discordâncias encontradas para ambos os espécimes, estão de acordo com os fatos acima expostos, e assim, pode-se dizer que os valores destas densidades são superiores aos esperados (1×10^6 linhas/ mm^2) para materiais em estado bruto de solidificação, devido à necessidade de discordâncias geometricamente necessárias para acomodar as pequenas diferenças de orientação entre braços de dendrita.

Recorrendo-se à comparação das fotos de MET dos arranjos de discordâncias aqui

detectados (figs.IV.1.3 e 4) com a de subcontornos inclinados relatados na literatura [Bollmann, 1970], pode-se ver que, em ambos os espécimes aqui estudados, tem-se a presença de subcontornos, que servem para acomodar as desorientações detectadas entre os braços de dendritas.

De acordo com Bollmann [Bollmann, 1970] os contornos de subgrão podem ser classificados de acordo com o vetor rotação, ângulo de rotação e posição do contorno em relação ao cristal. A orientação de um contorno plano em relação ao eixo de rotação pode ser classificada em três tipos: perpendicular, em orientação arbitrária ou em orientação paralela. Cada um destes tipos de contorno são chamados respectivamente de “contorno de pura torção”, contorno de torção parcial, e contorno de inclinação. Dentre os contornos de torção parciais existe um tipo especial onde uma estrutura celular formada de discordâncias é cortada por um plano de contornos inclinados. Desta forma, algumas das discordâncias adquirem um caráter misto de cunha e hélice. A configuração geométrica do *contorno parcial inclinado* é gerada como uma projeção de contornos puramente inclinados, por uma transformação conservativa.

Como já mencionado, nenhuma outra fase além da intermetálica ordenada Ni_3Al foi observada, ou qualquer segregação foi descoberta, reforçando a declaração de que elementos endurecedores, tântalo no presente caso, em baixas concentrações, substituem posições de Al no reticulado [Heredia, 1991:2017]. Quando monocristais, monofásicos, de intermetálicos ordenados Ni_3Al , são obtidos, eles não são estequiométricos, uma vez que os monocristais estequiométricos são possíveis de ser fabricados somente quando são bifásicos.

Observando a microestrutura de solidificação de ambos os espécimes monocristalinos, mostrados na Fig.-IV.1.1, pode-se ver diferentes espaçamentos interdendríticos. Considerando-se a grande diferença entre os tempos de ataque (t_a) entre os dois espécimes ($t_a=5\text{min}$ para Ni_3AlTa e $t_a=240\text{min}$ para Ni_3Al-b) e, ainda, de acordo com os resultados de Laue acima discutidos, pode-se supor que, também, as diferenças de tempos de ataque são relacionadas as pequenas diferenças de orientação entre braços de dendrita. Explicando melhor este fato, espécimes de Ni_3AlTa foram atacados facilmente devido aos mais significativos desvios de orientação entre seus braços de dendritas que resulta em uma superfície capaz de melhor defletir um feixe de luz (quando analisada via MO) do que o espécime Ni_3Al-b . Por outro lado, se a anterior afirmação estiver correta, o espécime de Ni_3AlTa deve, como já mostrado pelas medidas feitas, ter densidade de discordâncias mais elevada do que o Ni_3Al-b .

Desta forma ficam explicadas as diferenças de tempos de ataque entre os espécimes, que são devidas ao fato de que discordâncias são locais mais suscetíveis a ataques químicos, e assim, aumentando-se o contraste quando observações, via MO, são feitas.

Como já descrito no capítulo I, em intermetálicos ordenados do tipo Ni_3Al , discordâncias são chamadas de super-discordâncias e são, geralmente, encontradas dissociadas em duas superparciais limitando um Contorno de Antifase (APB). Quando observadas via MET as discordâncias superparciais apresentam aparência de duas linhas paralelas. Se o material não sofreu nenhuma deformação plástica as superdiscordâncias terão aparência de duas linhas paralelas e retas como apresentado na Fig.- IV.1.2. Conseqüentemente, lembrando-se de que ambos os espécimes foram cortados por eletroerosão, que é um dos processos de corte com menor grau de deformação plástica de metais, é possível concluir que as discordâncias apresentadas nas figs.IV.2, IV.3 e IV.4 são originárias do processo de solidificação.

Como já descrito no início do capítulo-I, as chamadas *reflexões proibidas* só aparecem como reflexões menos intensas em ligas ordenadas e a presença delas, quando analisadas via MET, tem sido usada para identificar quando um composto é ordenado.

Finalizando a análise dos espécimes aqui estudados, pode-se concluir que ambos apresentam microestruturas de solidificação dendríticas com direção de crescimento segundo um eixo do tipo $\langle 001 \rangle$. Os desvios de orientação detectadas em cada um dos espécimes, quando analisados via Laue, são devidos ao fato de que cada dendrita apresenta uma pequena mudança de orientação em relação a uma dendrita vizinha devido ao fato da frente de solidificação não ser única, nem plana. As diferenças de orientação entre os braços de dendrita são acomodadas pela presença de discordâncias geometricamente necessárias e pela presença de subcontornos de grão que acomodam esses pequenos desvios de orientação entre os braços.

V.2. - Interpretação das Medidas de Espectroscopia Mecânica

V.2.1.- Histerese

Os espectros de atrito interno mostrados na Figura IV.2.1 revelaram um efeito de histerese entre o ciclo de aquecimento e resfriamento. Este fenômeno pode ser associado ao comportamento microplástico das amostras. Este efeito foi detectado em todas as amostras e

durante cada ciclo de temperatura. A técnica de atrito interno é bastante sensível para se medir movimento de discordâncias sob condições de microplasticidade (Hutington, 1968).

A microplasticidade é um fenômeno associado ao movimento de discordâncias sob tensões abaixo do ponto onde deveria começar o escoamento plástico. Por exemplo, Thornton [Thornton, 1984] mediu microplasticidade, em Ni_3Al , utilizando deformações da ordem de (10^{-5} e 10^{-6}) e afirmou que as discordâncias nessas ligas são móveis quase independentemente de se estar ou não a altas temperaturas.

Pensou-se, a princípio que a histerese observada nas medidas pudesse ser devido a imprecisões de medidas de temperatura entre o ciclo de aquecimento e resfriamento sob alto vácuo (1×10^{-6} mbar), em outras palavras, pensou-se que pudesse se tratar de uma imprecisão da medida. No entanto, tomando-se cuidado de homogeneizar ao extremo cada temperatura, antes de se medir cada ponto (fato que foi feito alterando-se o programa de medida para tal experiência) obteve-se a mesma histerese, descartando-se assim ser um artefato de medida.

V.2.2.- Considerações sobre Torção

Deve-se ter atenção em relação às deformações por torção usados nesse estudo. Dois tipos de deformação devem ser consideradas: a-) uma durante as medidas de atrito interno, que é muito pequena e com ângulos de torção muito pequenos (da ordem de 10^{-4} rad.) e, assim, tendo estado plano de deformação, ou seja, sem warping; b-) outra deformação por torção onde a pré deformação plástica imposta, ocasionando um estado triplo de tensões e, assim, o modo de cálculo da CRSS, mostrado no Apêndice A, não é mais válido, e assim, a tensão de cisalhamento a 45° deve ser levada em conta, pois a mesma ativa planos que estejam nesta direção.

Dessa forma os valores mostrados na Tabela III.1 são válidos para amostras cilíndricas onde o warping da amostra sujeita a torção pode ser desprezado, mesmo para valores relativamente altos. Verifica-se ainda na referida tabela que os fatores de Schmid obtidos para as amostras com eixos do tipo $\langle 001 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$ são coerentes com um estado plano de deformação, e assim, os máximos valores dos fatores de Schmid mostram um cisalhamento máximo nesses planos.

Vale a pena lembrar aqui que há uma deformação não-homogênea ao longo do comprimento da barra, e a deformação diminui partindo da extremidade onde se aplica o torque até um valor zero na extremidade fixa.

Na execução das deformações plásticas por torção, foram feitas múltiplas pequenas deformações de $22,5^\circ$. Apesar destas deformações diminuírem o efeito de *warping*, elas não anulam este efeito. Deve-se ainda ficar atento ao fato de que na torção de barras de secção transversal não circular, tem além da não homogeneidade de deformação ao longo da barra (e.g. Figura B.I), uma não homogeneidade de deformação na própria secção, como mostrado por exemplo na Figura B.VI do Apêndice B.

V.2.3.- Análise do pico-AI e fundos RTIFB e HTIFB

Após a apresentação de todos os resultados no capítulo IV, uma pergunta que se faz nesse ponto do trabalho é sobre se o pico-AI, encontrado nesse trabalho, tem ou não alguma relação com a anomalia de limite elástico, ou com o pico de anomalia de limite elástico, encontrado em vários ensaios mecânicos de tração e/ou compressão e relatados em vários trabalhos da literatura.

Primeiramente, partindo de uma visão mais ampla do que mede o atrito interno pode-se afirmar que, de uma maneira geral, quanto maior a diversidade e/ou quantidade de defeitos cristalinos presentes no cristal, analisado pela técnica de atrito interno, maior será a chance de se ter valores elevados das medidas de atrito interno. Quando um determinado defeito encontra condições favoráveis para movimentos anelásticos, tem-se aí um pico de atrito interno como o encontrado no presente trabalho. Analisando ainda os resultados do capítulo IV, pode-se ver que os fundos de atrito interno, tanto abaixo do pico de atrito interno, como acima do pico de atrito interno, mostram que, um ou mais defeitos cristalinos são ativados para as condições de medidas aqui efetuadas, em ambas as faixas de temperaturas.

Sendo assim, passar-se-á a um estudo mais pormenorizado de como reagem o pico-AI e os fundos RTIFB e HTIFB, em relação às variáveis frequência, amplitude excitação, orientação da amostra, tipo de amostra e tipo de pré-deformação plástica sofrida.

V.2.4.- Efeito da frequência

O efeito da frequência pode ser visto nas Figuras IV.2.2 e IV.3.1. O fato do pico se deslocar para mais altas temperaturas, à medida que se aumenta a frequência, é um fato esperado. Este efeito de deslocamento do pico em relação à temperatura quando se muda a frequência de excitação é usado para se determinar a energia de ativação do fenômeno responsável pelo atrito interno. No entanto, o aumento da intensidade desses picos com o

aumento da frequência será discutido mais adiante.

V.2.5.- Efeito da Pré-Deformação

As pré-deformações foram feitas visando-se verificar como o espectro de atrito interno respondia quando se introduzia discordâncias nas amostras em várias orientações. Para amostras Ni₃AlTa, com orientação <111>, observa-se que, quando estas são deformadas plasticamente à temperatura ambiente, por torção, ocorre um pequeno aumento do fundo RTIFB em relação às amostras não-deformadas. Já o fundo HTIFB aumenta de intensidade para deformações plásticas de 2,5% e 10% e diminui um pouco quando se deforma a 20%. Isso leva a se conjecturar que as discordâncias introduzidas no plano de escorregamento ativo, ou seja, num plano do tipo (111), seriam responsáveis pelas alterações nesses dois fundos. Assim sendo, como na região do fundo RTIFB tem um atrito interno ligeiramente aumentado, mas devido aos mecanismos de bloqueio da movimentação das discordâncias nessa região, a qual corresponderia à região da anomalia de limite elástico, pode-se pensar que a introdução de discordâncias nesse regime não surte efeito no espectro de atrito interno já que o atrito interno depende da mobilidade dos defeitos cristalinos e se esses defeitos (discordâncias) tem pouca mobilidade eles não contribuirão para um aumento do atrito interno. No entanto, o mais significativo é a diminuição da intensidade do pico-AI para as amostras Ni₃AlTa com eixo <111>. Como mostra a Figura IV.2.3(a), ocorre diminuição da intensidade do pico à medida que discordâncias são introduzidas no plano (111) e com 20% de deformação plástica tem-se uma redução de quase 50% na intensidade do pico. Esse fato contribui para se pensar que o pico de atrito interno é um pico relativo à presença de discordâncias.

Para a mesma orientação <111>, do espécime Ni₃AlTa, observa-se (Figura IV.2.3) que as amostras deformadas plasticamente a 1300K, apresentam mudanças de comportamento do fundo HTIFB mais significativas. Pode-se pensar que foram introduzidas, por torção, apenas discordâncias no plano de escorregamento (111), no entanto, devido ao fato da deformação plástica por torção ser não plana, outros planos, incluindo os do tipo (001) estão também sendo ativados por torção e assim, as variações do fundo HTIFB seriam maiores devido a estarem relacionados a discordâncias no segundo sistema de escorregamento, ou seja, em planos do tipo cúbico. Exceto para deformações da ordem de 2,5%, o pico-AI diminuiu para as amostras, o que demonstra, novamente, que o pico-AI está relacionado de alguma forma à quantidade de discordâncias no material, ou estas interagem fortemente com os defeitos

responsáveis por esse pico. Uma explicação para o fato de o pico-AI ser mais elevado para amostras deformadas 2,5% do que para as não deformadas é a de que em amostras deformadas apenas 2,5% tem-se menor quantidade de interações entre discordâncias, e assim sendo, uma estrutura com maior quantidade de discordância do que nas amostras não-deformada e maior mobilidade para o defeito que dá origem ao pico. Pode-se, novamente, aqui dizer que se o pico não é devido à presença de discordâncias ele, provavelmente, é relativo a um defeito puntiforme associado às superdiscordâncias. Novamente o fundo RTIFB é pequeno devido as discordâncias nos planos tipo (111) terem baixa mobilidade e assim não contribuírem de forma acentuada para o espectro de atrito interno.

Os espécimes Ni_3AlTa , com eixo segundo a orientação $\langle 001 \rangle$, foram mostrados nas Figuras IV.2.4(a), (b). Quando as amostras são deformadas à temperatura ambiente observa-se que o fundo RTIFB sofre um aumento de intensidade. Apesar de se esperar que as superdiscordâncias não tenham muita mobilidade nos planos do tipo (001), nessa faixa de temperatura, deve-se novamente aqui levar em consideração que a deformação plástica por torção não ativa somente os planos do tipo (001), mas também outros, inclusive os do tipo (111). Quando se deforma plasticamente ao nível de 2,5% tem-se uma menor projeção do cisalhamento nos planos do tipo (111) e, assim, o pico-AI não se apresenta tão destacado do fundo quanto para as amostras sujeitas a outros níveis de deformação. Observando-se os fundos HTIFB para todos os níveis de deformação, quando as amostras Ni_3AlTa são deformadas a temperatura ambiente, pode-se ver que este fundo é mais elevado para 20% de deformação plástica decrescendo quando se tem 10% de deformação plástica e menor de todos para amostras não-deformadas. Sendo assim, pode-se afirmar com maior certeza que o fundo HTIFB é relativo a discordâncias introduzidas nos planos tipo (001), ou seja, são relativas a discordâncias do sistema de escorregamento cúbico. Essa afirmação é corroborada pelos ensaios de atrito interno em amostras deformadas plasticamente a 1300K. Pode-se ver ainda nesses espectros de atrito interno (Figura IV.2.4(b)) que o pico-AI para as amostras deformadas plasticamente a 1300K não sofre realmente um efeito de aumento de intensidade, mas sim é deslocado para cima por ambos os fundos (HTIFB e RTIFB). Portanto, verifica-se que os fundos de atrito interno aqui detectados são relativos aos sistemas de escorregamento, que no caso do fundo RTIFB é o sistema octaédrico e para o fundo HTIFB é o sistema cúbico. No caso das amostras deformadas plasticamente 2,5%, observa-se, tanto nas amostras deformadas à temperatura ambiente como nas deformadas a 1300K que os fundos aumentam

de intensidade, mas não causam um arraste do pico-AI, dando uma falsa impressão de que os picos desaparecem e/ou diminuem nessas amostras.

Os espécimes Ni_3AlTa , com orientação de eixo $\langle 110 \rangle$, e deformadas à temperatura ambiente, apresentam diminuição da intensidade do espectro de atrito interno como um todo, apresentando, no entanto, para amostras deformadas 2,5%, menor diminuição do que em amostras deformadas 10%. Analisando-se este mesmo tipo de amostra (Ni_3AlTa , $\langle 110 \rangle$) deformadas plasticamente a 1300K, observa-se que em amostras deformadas 2,5% ocorre um significativo aumento do fundo HTIFB e do pico (este aparentemente arrastado pelo fundo). Algumas observações, via MET, das amostras desse tipo, deformadas plasticamente 10% a 1300K, revelaram a presença de um maior número de contornos de baixo ângulo, semelhantes àqueles detectados em amostras do espécime não deformado (Figura IV.1.4), mas em maior quantidade (quantidade não determinada). Sendo assim, pode-se dizer que o fato das amostras deformadas 10% terem menores intensidades de pico-AI do que em amostras não-deformadas, e as amostras deformadas 2,5% terem tanto a intensidade do fundo HTIFB, como do pico-AI, maiores do que todos, sugere que a 2,5% as discordâncias estariam mais móveis do que nas amostras deformadas 10% onde as discordâncias estariam arranjadas em subcontornos de grãos e assim teriam menor mobilidade e conseqüentemente menor intensidade de atrito interno. Dessa forma, pode-se dizer que o fundo HTIFB é devido à presença de discordâncias móveis no sistema de escorregamento cúbico e que a diminuição da intensidade desse fundo esta relacionada a presença destas discordâncias arranjadas em subcontornos.

V.2.6.- Efeito da Amplitude

A fim de se verificar o efeito da amplitude de excitação foram apresentados no presente trabalho os resultados dos espectros de atrito interno para dois níveis de deformação que são 1×10^{-5} e 5×10^{-4} . Este segundo nível pode ser alto quando se trata de atrito interno e pode ser considerado bem próximo de um valor de escoamento plástico.

Nos espécimes Ni_3AlTa , para os três tipos de orientação tem-se que aumentando a amplitude de excitação tem-se um aumento dos fundos HTIFB e RTIFB, e o aumento de intensidade destes dois fundos de atrito interno acarreta um arraste do pico-AI, fazendo com que, de uma maneira geral, o pico-AI apresente maiores intensidades. Observa-se ainda para as amostras deformadas que os espectros de atrito interno dos fundos HTIFB aparecem com maiores intensidades conforme se excita as amostras com maiores intensidades. O fato dos

fundos apresentarem maior intensidade sugere que os mesmos estejam relacionados a mecanismos de desancoramento parcial de segmentos das superdiscordâncias. No entanto, mesmo não havendo desancoramento de segmentos pode-se intuitivamente pensar que as superdiscordâncias tem maior energia para se moverem, anelásticamente, em uma dada região entre os pontos de ancoramento. No caso das superdiscordâncias esses pontos de ancoramento são as denominadas travas de Kear-Wiltsdorf.

O fato do mesmo pico-AI estar presente em amostras policristalinas do espécime Ni_3AlTa , elimina a hipótese de que o mesmo seja relativo a contornos de grãos. Observa-se ainda nas amostras policristalinas que tanto o fundo RTIFB, como o HTIFB, apresentam o mesmo comportamento relatado para as amostras monocristalinas do mesmo espécime. Chama-se atenção para o fato do fundo HTIFB se apresentar muito mais elevado nestas amostras policristalinas, após terem sido deformadas plasticamente à temperatura ambiente, do que os valores já detectados para as amostras policristalinas. Esse fato reforça a idéia de que o fundo HTIFB é decorrente das superdiscordâncias no sistema de escorregamento cúbico. Vale a pena lembrar aqui que as análises feitas por difração Laue, revelaram que estas amostras policristalinas eram compostas de grãos grandes e que eram orientados segundo uma direção cristalográfica do tipo $\langle 111 \rangle$, e que as amostras cortadas dessa região policristalina, do espécime Ni_3AlTa , tinham seu eixo muito próximo de uma direção cristalográfica do tipo $\langle 111 \rangle$.

Observou-se também que o mesmo pico de atrito interno observado para as amostras monocristalinas e policristalinas do espécime Ni_3AlTa , estava presente nas amostras de Ni_3Al -binárias, com orientação de eixo segundo $\langle 110 \rangle$. Esse fato faz com que se exclua a hipótese de que um dipolo de defeito pontual, composto por átomos de tântalo, seja o responsável pelo pico de atrito interno. Nesse caso, só resta a hipótese de que o dipolo seja formado por átomos de alumínio ou de níquel ou um dipolo misto. O fato da intensidade desse pico-AI, detectado em amostras binárias, ser de menor intensidade do que nas amostras contendo tântalo e tendo o mesmo tipo de orientação cristalográfica $\langle 110 \rangle$, sugere que este pico esteja ligado a defeitos pontuais, que por sua vez estão associados ao APB e/ou a configuração da superdiscordâncias.

Quando se estuda o efeito da orientação no espectro de atrito interno, verifica-se (Figura IV.2.9) que o pico é mais intenso em amostras com orientação do tipo $\langle 111 \rangle$ e menos intenso segundo a orientação de eixo segundo $\langle 001 \rangle$. Este fato sugere que, se o pico aqui

estudado é um pico do tipo Zener, formado por um dipolo elástico, esse dipolo estaria localizado num plano do tipo (111). Tal afirmativa é reforçada pelo fato desse pico mostrar-se extremamente dependente da orientação da amostra ensaiada por atrito interno e mesmo no caso dos policristais de Ni_3AlTa , tal dependência se verifica, uma vez que as amostras policristalinas eram compostas de grãos grandes e foram cortadas segundo uma orientação de eixo de amostra, muito próxima de uma direção do tipo $\langle 111 \rangle$.

Um fato muito interessante, que a princípio imaginou-se ser um erro de medida, foi observado quando se deformava as amostras a temperatura ambiente e logo em seguida procedia-se ao ensaio de atrito interno. Verificou-se para cada amostra uma protuberância nos espectros de atrito interno e que essa ia desaparecendo a medida que a amostra ia sendo aquecida. É fato que quando se deforma plasticamente uma amostra de intermetálico ordenado, esta deformação ocorre por meio de geração e movimentação de superdiscordâncias. Dessa forma, a protuberância é certamente ligada à presença de discordâncias móveis que terminam por sofrer bloqueio e/ou aniquilação à medida que a temperatura aumenta. O fato dos espectros de frequência de vibração sofrerem um aumento, e conseqüentemente o módulo de cisalhamento medido nas respectivas direções cristalográficas também sofrer um aumento, corrobora para se afirmar que ocorre a eliminação e/ou imobilização de um defeito, que no caso são as superdiscordâncias. Poder-se-ia pensar que os defeitos relacionados à essas protuberâncias poderiam ser *tubos de APB* [(Ngan, 1995) e (Shi, 1996)], que é um tipo de defeito microestrutural de natureza química, causado por deformação mecânica, que ocorre nesse tipo de intermetálico. No entanto, descarta-se essa possibilidade, uma vez que tais defeitos mostram-se presentes nesses intermetálicos quando esses sofrem deformações a baixas temperaturas e esses mesmos defeitos se aniquilam a temperatura ambiente. O fato das protuberâncias de atrito interno, mostradas nas Figuras IV.2.14(a,b), apresentarem maior intensidade nas amostras com eixo ao longo da direção $\langle 001 \rangle$ do que naquelas com eixo $\langle 111 \rangle$ está provavelmente relacionado ao fato de que quando as amostras com eixo $\langle 111 \rangle$ são deformadas tem-se maior quantidade de superdiscordâncias se movendo no sistema de escorregamento octaédrico, e assim, certamente ocorrerá maior interação entre superdiscordâncias nos planos do tipo (111). Já no caso da direção $\langle 001 \rangle$, tem-se que somente uma porcentagem da tensão aplicada na deformação sob torção, terá ação direta sobre os planos do tipo (111), e assim sendo, ocorrerá um menor nível de interação entre as superdiscordâncias no sistema de escorregamento octaédrico.

Alguns poucos resultados sobre medidas de atrito interno em intermetálicos Ni_3Al , bem como em ligas de níquel, contendo a fase γ' (Ni_3Al), tem sido relatados na literatura.

Chakib [Chakib e Gadaud,1993], estudando a liga policristalina Ni_3Al binário (apresentando composições químicas próximas da estequiometria), por meio de um pêndulo de torção forçado e frequência de 0,1Hz, observaram dois picos de atrito interno. Um primeiro a uma temperatura de cerca de 870K e um segundo, de menor amplitude, a cerca de 1050K. No primeiro pico mediram uma entalpia de ativação de cerca de 3eV, e tempo de relaxação entre 10^{-19} e 10^{-21} s. Sua amplitude depende da composição química e sua largura é compatível com a de um pico de Debye. Este pico foi atribuído a um fenômeno semelhante ao de uma relaxação do tipo Zener, sem contudo, ter sido feito qualquer tipo de cálculo para esta conclusão. O segundo pico, a temperaturas mais altas, foi atribuído à difusão de Ni em Ni_3Al , tendo entalpia de ativação entre 3,6 e 4,2eV, e tempo de relaxação entre 10^{-18} e 10^{-22} s. Este segundo pico apresentou um fator de alargamento de cerca de dois. A amplitude deste segundo pico aumentava com um aumento da temperatura de tratamento térmico das amostras durante as medidas e fortemente relacionado à temperatura do fundo de atrito interno a alta temperatura, o qual, por sua vez foi apontado como sendo relacionado à microplasticidade das amostras. Um fato interessante é que o valor médio de intensidade do pico de atrito interno eleva-se à medida que o teor de Ni aumenta nas amostras. Por outro lado, analisando-se as composições químicas das amostras na tese de Chakib (Chakib, 1993), e pelo fato de que as entalpias de ativação mudam depois de cada ciclo térmico, ou em outras palavras, a cada tratamento térmico a diferentes temperaturas, poder-se-ia supor que as amostras não são microestruturalmente estáveis, e assim, o segundo pico estaria relacionado a uma evolução microestrutural, como por exemplo, a formação de uma segunda fase. Posteriores observações dos mesmos autores comprovaram que realmente as amostras não eram monofásicas, mas sim bifásicas devido à precipitação de uma destas fases.

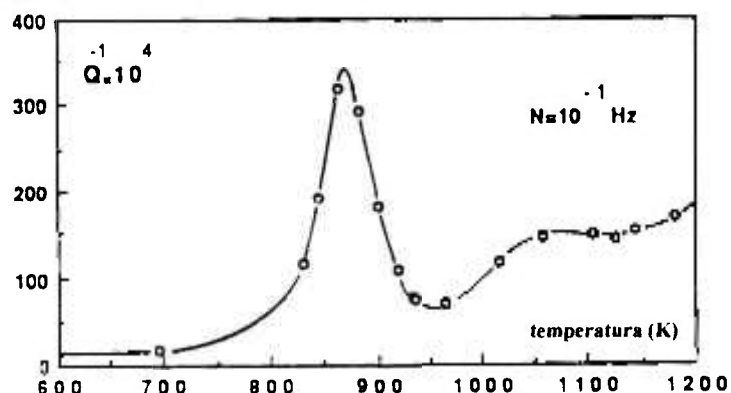


Figura V.1.- Os dois picos de atrito interno detectados por Chakib (Chakib, 1993).

Também foram realizados estudos de monocristais de duas ligas à base de níquel [Hermann e Sockel, 1996 e 1997] (ligas comerciais CMSX-4 e R4-Ni-Mo-Al), contendo duas fases (γ e γ') em diferentes proporções. Uma das fases era policristalina de composição química próxima da *matriz* à base de Ni (chamada simplesmente de "matriz" pelos autores) e a outra fase monocristalina do tipo Ni₃Al. Detectou-se nestes materiais, pela técnica de atrito interno, uma forte diminuição do módulo de elasticidade entre 1000 e 1100°C. As medidas foram executadas por vibração em flexão, em uma gama de frequência entre 4 a 150KHz, e faixa de temperatura de 20 a 1250°C. Foram detectados dois picos de atrito interno a altas temperaturas, tanto para a liga monocristalina de Ni₃Al, quanto para a liga que continha alta fração volumétrica de γ' (e.g., CMSX-4 com 70% de Ni₃(AlTi)). Nas ligas contendo baixas frações volumétricas de γ' (e.g., liga R4 Ni-Mo-Al, contendo <5%vol. de γ') foi detectada a presença de apenas um pico de atrito interno. As ligas contendo altas frações volumétricas de γ' , bem como as amostras de Ni₃Al apresentaram um primeiro pico de atrito interno a aproximadamente 1025°C, e um segundo, a 1095°C, para vibração flexural em modo fundamental. Para um segundo modo vibração flexural verificou-se que o primeiro pico de atrito interno aparece a aproximadamente 1050°C, sendo que o segundo pico surge com o mesmo deslocamento de 70°C. As energias de ativação encontradas para o primeiro e o segundo picos de atrito interno, para amostras monocristalinas de Ni₃Al, foram respectivamente de 3,1eV e 2,7eV, apresentando tempos de relaxação, respectivamente de, 5×10^{-16} s e 10^{-13} s. Para ligas CMSX-4 as energias de ativação medidas para os primeiro e segundo picos de atrito interno foram respectivamente de 3,08eV e 2,67eV, apresentando tempos de relaxação respectivamente de 10^{-16} s e 10^{-13} s. A liga que continha baixas frações volumétricas de γ' (temperatura solvus de γ' igual a 970°C) apresentou um pico de AI a aproximadamente 1025°C em primeiro modo de vibração flexural, mas não se pode medir seus parâmetros de ativação. A chamada "matriz" apresentou um pico de atrito interno a aproximadamente 1060°C, e um aumento exponencial do atrito interno a temperaturas mais elevadas, que foi atribuído a contornos de grão. A energia de ativação do pico de atrito interno para esta "matriz" foi detectado como sendo 2,83eV com um tempo de relaxação de 10^{-15} s. Concluiu-se das medidas acima referidas que o amortecimento em ligas à base de Ni é principalmente determinado pelo amortecimento na fase γ' . O mecanismo de relaxação proposto é a difusão de Al e Ni na fase de γ' , onde o primeiro pico em ligas ricas em γ' é causado pela difusão de Al para sítios vizinhos em posições de átomos de Al ou de Ni, os quais

criam defeitos de anti-sítios. O segundo pico foi relacionado à difusão de Ni no subreticulado Ni da fase precipitada.

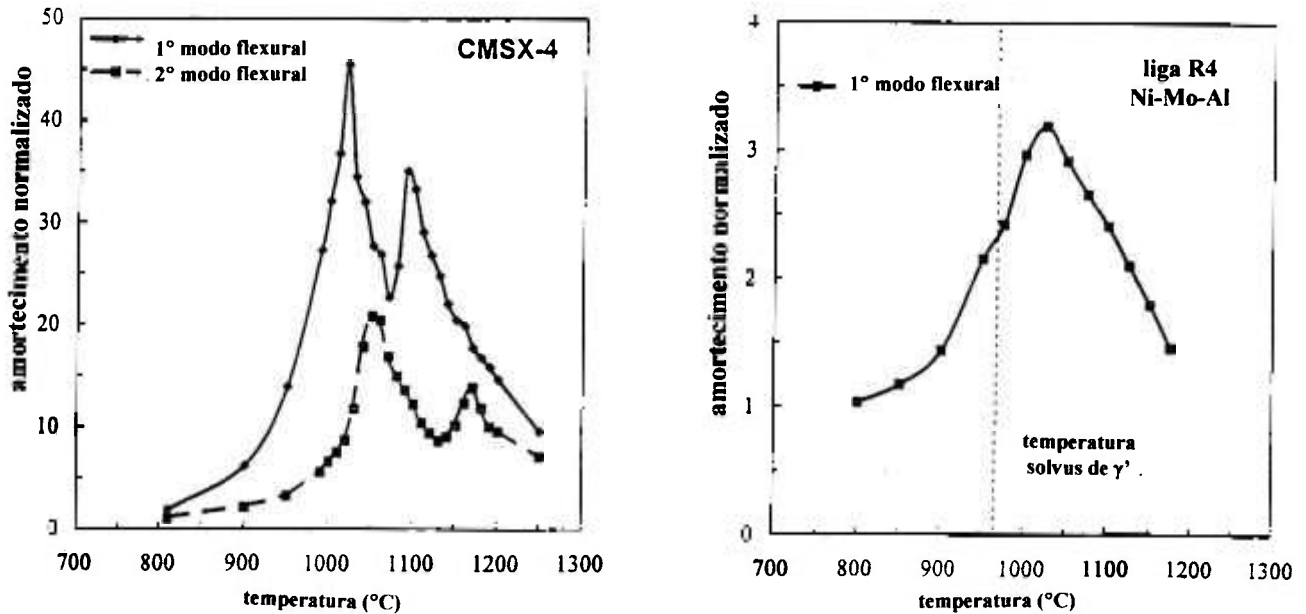


Figura V.2.- Os dois picos de atrito interno detectados por Herman (Herman, 1996).

V.2.7.- Parâmetros de Ativação

Os valores de energia de ativação da ordem de 3 eV são muito próximos dos valores de 3,3 eV (Hancock, 1971) que é o valor encontrado para a energia de difusão do Ni numa estrutura ordenada Ni_3Al . Isto implica que o fenômeno que envolve o pico-AI estaria ligado a difusão de Ni, ou melhor, a um fenômeno de movimentação atômica que poderia ser encarado como um sinal de que o pico-AI tratado neste estudo é um pico do tipo Zener que envolveria um dipolo elástico. Juntando-se a este fato existe o valor do fator de alargamento do pico que é da ordem de dois (02), o que indica que se trata de um pico de Debye ligeiramente, e nota-se que, somente ligeiramente alargado, e, assim, esse pico estaria sendo ligado a somente um tipo de defeito. O tempo de relaxação de 10^{-15} s também fortalece a idéia de que se trata de um pico de defeito pontual.

Portanto, a partir do valor da entalpia de ativação e do fator de alargamento do pico, e do tempo (e conseqüentemente da frequência de relaxação) será proposto, no próximo item, um modelo de reorientação de dipolo elástico como sendo o responsável pelo pico-AI.

No que concerne aos valores encontrados de energia de ativação do fundo HTIFB

pode-se dizer que são da ordem de valores que deveriam ser encontrados quando se trata de um mecanismo de movimentação de discordâncias. No entanto, cabe aqui mencionar que apesar de tais valores terem sido obtidos com o máximo de precisão possível, com o necessário rigor matemático, e dos desvios padrões desses valores serem da ordem de 20% do valor da energia, esses valores não são confiáveis do ponto de vista da coleta de valores. Pode-se, portanto dizer que tais valores dão uma aproximação da ordem de grandeza da entalpia de ativação do fundo HTIFB.

O volume de ativação do pico-AI é um valor que foi obtido graças à variação da posição desse pico em relação à tensão aplicada, e, conseqüentemente, da amplitude de deformação aplicada. Como a posição do pico-AI não variava muito quando a tensão, ou melhor, a deformação, imposta, varia uma ordem de grandeza, torna-se difícil determinar, com precisão, o quanto variou a posição desse pico, em temperatura, e, assim, tem-se um desvio padrão elevado como o aqui detectado. Por outro lado, o fato do pico-AI não sofrer forte variação em relação à temperatura, quando se varia a tensão aplicada, sugere que este pico tem um pequeno volume de ativação, e, assim, seria um pico relacionado a movimentação anelástica de defeitos pontuais.

Já o volume de ativação obtido para o fundo HTIFB, apesar da mesma imprecisão da medida acima mencionada para o pico-AI, sugere que se trata de um volume de ativação associado a movimentação de discordâncias no sistema de escorregamento a altas temperaturas, ou seja, escorregamento de discordâncias num sistema cúbico. Tal conclusão se deve ao fato de que os valores aqui obtidos são comparados, em ordem de grandeza, aos valores encontrados, por outros autores (Spatig, 1994), de volumes de ativação para este sistema de escorregamento a altas temperaturas, para intermetálicos ordenados Ni_3Al .

A principal crítica que se faz a medida de volume de ativação pela técnica de atrito interno, por torção, se refere à não homogeneidade de deformação aplicada ao longo da amostra. Esta não-homogeneidade de deformação poderia estar ativando defeitos diferentes com tensões diferentes, e assim, um determinado volume de ativação medido, poderia estar na verdade medindo mais de um defeito ativo ou ativando vários defeitos de maneira diferenciada. O fato da tensão por torção poder ativar os dois tipos de sistema de escorregamento é outra restrição para a medida do volume de ativação pelo método de atrito interno.

Spatig (Spatig, 1994), usando técnica de relaxação de tensão, mediu o volume de

ativação aparente (V_a) e o volume de ativação efetivo (V_{eff}) em amostras monocristalinas de $Ni_{75}Al_{24}Ta_1$ com eixo de compressão na direção $[-123]$. Aceita-se que só o V_{eff} é representativo do mecanismo de controle do limite de escoamento, e o V_a deve ser corrigido por um termo que responde por mudanças estruturais no interior da liga, ou seja, mudanças na tensão interna e na densidade de discordâncias móveis que podem acontecer durante os testes de relaxação.

Foi verificada uma descontinuidade abrupta tanto no valor de V_a como no de V_{eff} , como mostrado na Figura V.3, no intervalo de temperatura de 425 a 505K. Observou-se que o valor medido (V_a) variou, abruptamente, de $1200b^3$ a 425K para $3700b^3$ a 545K e que o V_{eff} é significativamente menor do que V_a . Na descontinuidade, o grande salto de V_a ($\sim 2500b^3$) é refletido por uma relativamente pequena mudança em V_{eff} de cerca de $330b^3$.

Foram desenvolvidos vários modelos para explicar esta descontinuidade do volume de ativação. No modelo de Hirsch, por exemplo, (Hirsch, 1992) os dois domínios de variação do volume de ativação são relacionados com o desbloqueamento de superkinks nas superparciais *líder* e *de arrasto*, respectivamente. Khanta (Khanta, 1992) interpreta este fenômeno como sendo as discordâncias em hélice que são curvadas entre pequenos pontos de ancoramento que são resultado de escorregamentos com desvio da superparcial-líder num plano do tipo cúbico. O processo de desancoramento para estas discordâncias é controlado por caminhos de reação que pode envolver ativação de multi-desancoramento. As mudanças nos caminhos de reação causaria a descontinuidades do volume de ativação.

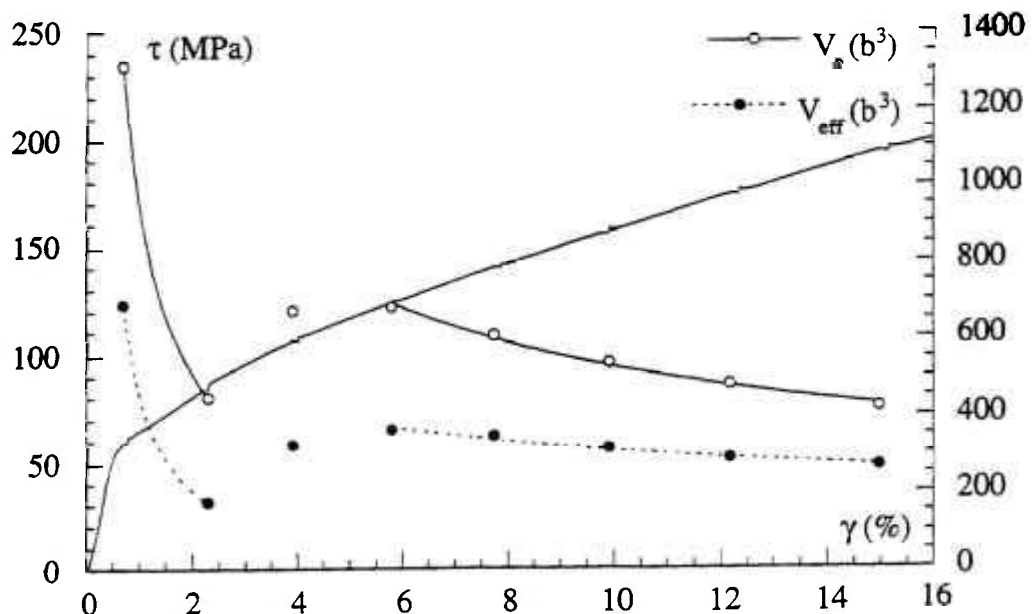


Figura V.3.- Volume de ativação aparente (V_a) e volume de ativação efetivo (V_{eff}) medidos a 420K, sob compressão do eixo $[-123]$, e usando-se a tensão CRSS em função da deformação, para uma liga Ni_3AlTa .

Finalizando quanto aos parâmetros de ativação pode-se dizer que a energia de ativação encontrada para o pico é confiável; no entanto, para o fundo HTIFB, apesar de fornecer certos valores, estes não são muito precisos. O valor do fundo RTIFB é praticamente impossível de ser calculado pela técnica de atrito interno. Quanto ao volume de ativação, apesar do mesmo ser também pouco preciso, em relação a outras técnicas, no presente caso, onde o fator de alargamento do pico varia pouco, pode-se dizer que o volume de ativação dá uma boa aproximação, ou melhor, dá boa informação sobre o defeito ao qual o pico está relacionado. Ainda no presente estudo, pelo fato do fundo HTIFB ser ligado a somente um tipo de defeito, ou seja, a discordâncias no segundo sistema de escorregamento (cúbico), pode-se dizer que o valor de volume de ativação encontrado ter grande valia para se determinar o mecanismo de ativação relativo ao defeito tratado, ou em outras palavras, mesmo não sendo um valor de grande precisão ele dá um confiável indicação do mecanismo responsável pelo defeito detectado por atrito interno.

V.3.- Modelo de Relaxação Anelástica do Pico

Foram estudadas três hipóteses para explicar o pico-AI. Uma primeira é a de que este pico poderia estar relacionado à relaxação de defeito pontual; uma segunda onde foi levado em conta o fato de que a intensidade do pico ter sua intensidade afetada pela deformação plástica, e, assim, seria um pico relativo a relaxação de discordâncias, e, uma terceira na qual o pico de atrito interno é assumido como sendo relacionado a ambos, ou seja, relacionado a defeitos pontuais e movimento de discordâncias.

O pico de atrito interno aqui estudado exibe todas as características de relaxação anelástica atômica, que são:

- -a entalpia de ativação de $2,97 \pm 0,1$ eV é próxima da energia de difusão do Ni em Ni₃Al (Hancock, 1971),
- -a frequência limite, ou frequência de relaxação de 10^{15} Hz não é tão distante da frequência de Debye de 10^{13} Hz,
- -o pico não é muito alargado, o que significa que apenas um tipo de defeito está sofrendo relaxação,
- -o pico não depende da amplitude de excitação, o que seria um sinal de amortecimento por

discordâncias,

- -a intensidade do pico depende fortemente da orientação do cristal, como no caso de relaxação causada por dipolo elástico, tal como, uma relaxação de Zener.

O conceito de dipolo elástico, já discutido no capítulo II, leva em conta que a inserção de um defeito pontual em um cristal produz distorções elásticas locais e, como resultado destas distorções, haverá uma interação entre o defeito e uma tensão homogênea aplicada ao cristal. Esta interação pode ser considerada semelhante à interação de um dipolo elétrico com um campo elétrico.

Levando-se em conta os fatos experimentais, recém relacionados, propõe-se um modelo de relaxação baseado em deformações anelásticas, devido a átomos de Al que estão em excesso com relação à estrutura ordenada do Ni₃Al. Como mostrado na Figura V.4.a, imagina-se um átomo extra de Al substituindo um átomo de Ni. Pode-se notar que a distorção do retículo, devido ao átomo extra de Al, é isotrópica num plano do tipo (010). No entanto, isto não acontece para um plano do tipo (111). Um átomo extra de Al localizado na direção [10-1] cria um dipolo elástico alinhado ao longo da direção [10-1]. A tensão elástica, devido ao dipolo elástico, pode ser expressa pelo tensor de deformação λ_{ij} , que leva em conta o componente de deformação, ao longo de direções cristalográficas, por unidade fracionária de defeito (Nowick e Berry, 1972: 181). Para um estado livre de tensões, as posições 1, 2 e 3 na Figura V.4.a são equivalentes, e se C_0 é a concentração molar de dipolos elásticos, haverá $C_0/3$ defeitos para cada tipo de local. Sob aplicação de uma tensão externa σ , por exemplo ao longo da direção [-110], a posição 2 será favorecida. Átomos extra de Al, poderão, dessa forma mover-se de posições 1 e 3 para posições 2, resultando em deformação anelástica, que pode ser escrita (equação V.1) por fração unitária de defeitos.

$$\Delta\lambda = \lambda_1 (1 - \cos 60^\circ) = 0,5 \lambda_1 \quad \dots(V.1)$$

Torna-se então possível, o cálculo da amplitude de relaxação (Δ) pela variação dS da compliance elástica S segundo a direção [-110]:

$$\Delta_{[-110]} = \left| \frac{dS}{S} \right|_{[-110]} = (2 C_0 v_0 \Delta\lambda^2) / (9 S_u k T) \quad \dots(V.2)$$

onde v_0 é o volume molecular ($9,2 \times 10^{-30} \text{ m}^3$), S_u a compliance não relaxada ($1,43 \times 10^{-11} \text{ N}^{-1} \text{ m}^2$) e T a temperatura do pico ($\sim 950 \text{ K}$). Como uma primeira aproximação, é possível se estimar $\Delta\lambda$ a partir dos tamanhos atômicos dos átomos de Al e Ni ($\Delta\lambda = 0,072$) e assim obter-se:

$$\Delta_{|-110|} = |dS/S|_{|-110|} = 5,7 \times 10^{-2} C_0 \quad \dots(V.3)$$

Como já mencionado, a relaxação é máxima quando no plano (111) há um átomo de Al extra para cada quatro átomos. Como consequência, para um desvio de 1% atm. da estequiometria, a intensidade da relaxação para uma tensão de cisalhamento no plano (111) será:

$$\Delta_{(111)} = |dS/S|_{(111)} = 2,3 \times 10^{-3} \quad \dots(V.4)$$

enquanto as intensidades de relaxação para outras tensões de cisalhamento, em outras direções, são menores:

$$\Delta_{(101)} = |dS/S|_{(101)} = 1,25 \times 10^{-3} \quad \dots(V.5)$$

$$\Delta_{(010)} = |dS/S|_{(010)} = 0,4 \times 10^{-3} \quad \dots(V.6)$$

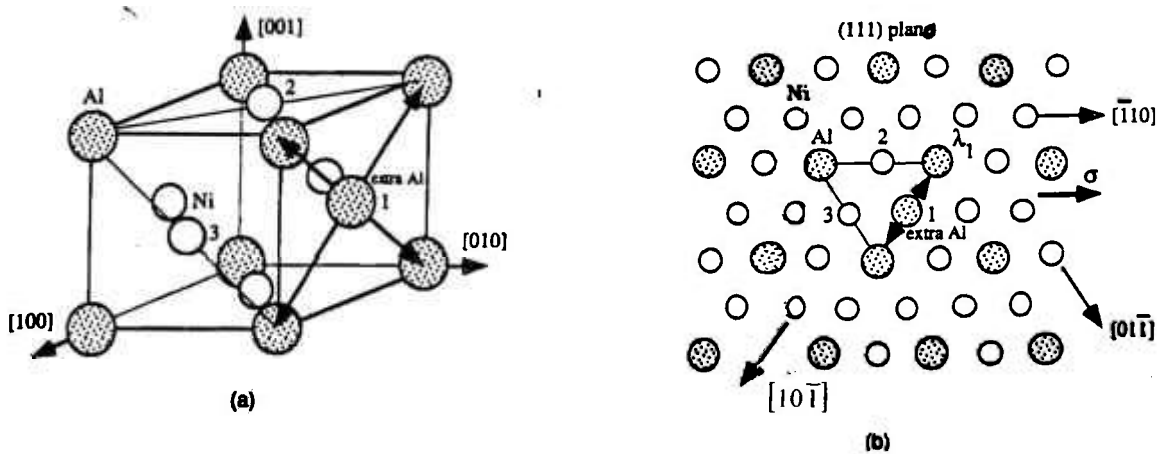


Figura V.4.- A estrutura cristalina com a substituição de um átomo de Ni por um átomo de Al extra; (a) num plano (010), a distorção elástica é isotrópica e uma tensão de cisalhamento aplicada nesse plano não resulta em relaxação anelástica; (b) num plano (111), o átomo extra de Al cria um dipolo elástico que é alinhado, no desenho, segundo a direção $[10-1]$.

Os valores experimentalmente encontrados para as intensidades dos picos foram de aproximadamente 6,5; 2 e $0,7 \times 10^{-3}$, para cristais orientados segundo os eixos $\langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$, respectivamente.

Efetivamente, a amplitude de relaxação, mesmo sendo menor do que as obtidas experimentalmente, em valores absolutos, mostra uma dependência similar da orientação cristalográfica como nas experimentais. Isto mostra que os defeitos estruturais que estão relaxando, estão nos planos tipo (111). Tais defeitos não podem ser discordâncias, porque no caso de relaxação de discordâncias, o pico deveria ser semelhante a um pico de Debye e a intensidade desse pico deveria depender fortemente da deformação plástica e da amplitude de deformação. Além do que, é sabido que a elevadas temperaturas, ou seja, nas faixas de temperaturas do pico-Al detectado, o sistema de escorregamento ativo é o cúbico primário $\{\pm a [1-10] (001)\}$ [(Pope, 1984) e (Baluc, 1990)]. Consequentemente, se fosse relaxação de discordâncias, resultaria em um pico com máxima intensidade segundo a direção $\langle 001 \rangle$ de amostras e não em $\langle 111 \rangle$ como aqui detectado.

O modelo aqui proposto baseia-se na idéia de uma distorção elástica, devido a átomos extras de Al, o que está de acordo, uma vez que a liga aqui utilizada apresenta composição $\text{Ni}_{74,3}\text{Al}_{24,7}\text{Ta}_1$. No entanto, ela não explicaria o pico que aparece nas ligas binárias de composição $\text{Ni}_{76,6}\text{Al}_{23,4}$. Torna-se então, importante, assumir-se que os átomos de Ni podem estar em excesso e substituir sítios de átomos de Al. É fácil ver que, neste caso, as distorções elásticas, devido a átomos extra de Ni são isotrópicas nos planos (111) e consequentemente, o defeito criado não pode dar origem a relaxações anelásticas. Dessa forma, o conceito de um dipolo elástico, baseado em átomos extra de Al ou Ta, que substituem posições de Ni, parece o mais razoável para se interpretar o pico-Al apresentado neste trabalho. Resultados obtidos por outros pesquisadores (Chakib, 1993) no estudo de ligas Ni_3Al , pelo método de atrito interno, mostraram que, para ligas de composições próximas da estequiometria, ocorreu um aumento da intensidade do pico de atrito interno (pico similar ao aqui apresentado) à medida que o teor de Al aumentava naquelas ligas. No presente caso, considerando-se a liga binária somente, pode-se assumir que a concentração atômica não deve ser uniforme ao longo de cada espécime. Algumas partes dos espécimes podem estar enriquecidas por átomos de Al, enquanto outras partes podem estar enriquecidas de átomos de Ni, e, assim, as partes

enriquecidas por Al seriam responsáveis pelo pico-Al.

Observa-se (Figuras IV.2.2 e IV.3.1) que a intensidade de relaxação aumenta com o aumento de temperatura. Tal comportamento não obedece a relação clássica de Curie-Weiss, que é, geralmente, satisfeita no caso de tensão induzindo relaxação. O aumento da amplitude de relaxação observado pode ser interpretado de outra forma, como sendo devido a um aumento da densidade dos defeitos que relaxam. Dessa forma, um aumento de temperatura poderia levar a um aumento da desordem e, conseqüentemente, à probabilidade de se ter átomos de Al em sítios de átomos de Ni. De acordo com o modelo aqui proposto, a intensidade do pico aumentaria dessa forma.

Observando-se os tempos de relaxação, pode-se observar que a temperatura do pico-Al é ligeiramente mais baixa após a amostra sofrer deformação plástica. Isso pode ser devido a lacunas que foram criadas por deformação plástica e que podem abaixar o coeficiente de difusão. O fato da entalpia de ativação do pico ser próxima do coeficiente de difusão do Ni em Ni₃Al não é contraditória com o modelo aqui proposto, pois a reorientação de dipolos elásticos Al-Al requer difusão dos átomos de Ni adjacentes. Por exemplo, na Figura V.4.b, a movimentação de átomos extra de Al da posição 1 para a posição 2 envolve difusão de átomos de Ni que estavam inicialmente na posição 2.

Finalizando o presente item, pode-se dizer que o pico-Al está localizado numa faixa de temperatura ligeiramente acima do pico de anomalia de limite elástico. Assumindo-se que o pico-Al esteja associado à reordenação de dipolos elásticos, o mesmo deveria aparecer em faixas de temperatura onde mecanismos de controle por difusão são importantes. Isto significa que o fundo exponencial HTIFB está certamente ligado à movimentação de discordâncias, controladas por difusão, uma vez que processos de escalagem (climb) assistidos por difusão foram detectados por outro pesquisador (Baluc, 1990). Se o pico se deve a reorientação de dipolos em planos do tipo (111), torna-se lógico imaginar que esses dipolos possam interagir com discordâncias influenciando sua mobilidade. Por outro lado, as distorções elásticas induzidas por átomos de Al, em planos tipo (001), são isotrópicas. Naqueles planos, a interação de tais átomos de Al com discordâncias deveria ser muito menor que nos planos tipo (111). Este fato pode explicar porque a movimentação de discordâncias por escorregamento seria mais fácil em planos tipo (001) a altas temperaturas.

V.4.- Estudo do Módulo de Cisalhamento

Os compostos intermetálicos ordenados $Ni_3(Al,X)$ são materiais altamente anisotrópicos (Pope, 1984). De acordo com a teoria geral de elasticidade, o módulo de cisalhamento (G) para cristais cúbicos é definido como sendo o coeficiente elástico C_{44} ($G=C_{44}$) e pelos cálculos da teoria de sólidos isotrópicos o fator de anisotropia A , para cristais cúbicos, é definido como $A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$, que é igual à unidade ($A=1$) para materiais completamente isotrópicos.

Os valores resultantes de $G_{\langle hkl \rangle}$ para amostras paralelepipedais, tendo eixo longitudinal ao longo da direção $\langle ijk \rangle$ são apresentados na Figura IV.4.1. Aceita-se que nos materiais isotrópicos o módulo de cisalhamento seja o mesmo para todas as direções cristalográficas, mas tal afirmativa é válida apenas para materiais policristalinos, com grãos pequenos, uma vez que os metais monocristalinos, em geral, são materiais anisotrópicos. Pode-se observar na Figura IV.4.1, que as amostras apresentam diferentes módulos de cisalhamento de acordo com as diferentes orientações das amostras e que apresentam crescentes valores partindo-se do eixo de amostra $\langle 111 \rangle$ ao eixo $\langle 001 \rangle$. Uma gama de valores de G , variando conforme a orientação cristalográfica seria intuitivamente esperado, devido à alta anisotropia que os compostos intermetálicos ordenados, do tipo Ni_3Al , apresentam.

O menor módulo de cisalhamento foi medido nas amostras tendo eixo segundo a direção cristalográfica $\langle 111 \rangle$. Isto pode ser explicado pelo fato de que os testes de torção aplicam uma tensão de cisalhamento máxima, para estas amostras, nos planos tipo (111) que são os planos do sistema de escorregamento ativo para temperaturas abaixo do pico de anomalia de limite elástico. Por outro lado, o maior módulo de cisalhamento foi medido para amostras tendo orientação cristalográfica ao longo da direção $\langle 001 \rangle$ e também uma tensão de cisalhamento máxima aplicada em um plano do tipo (001). Esta afirmativa é decorrência da observação direta dos fatores de Schmid, mostrados no capítulo III para cada tipo de orientação das amostras aqui usadas. Desta forma, o menor e o maior valor de módulo de cisalhamento, medidos para os planos (111) e (001), respectivamente, estão de acordo com as observações da literatura sobre os dois sistemas de escorregamento e podem explicar porque as superdiscordâncias se movem mais facilmente nos planos tipo (111). Quando o movimento destas superdiscordâncias se torna mais difícil nos planos tipo (111), a tensão necessária para o movimento destas discordâncias, aumenta o suficiente para ativar um segundo sistema de

escorregamento num plano tipo (001). Observa-se aqui que a direção de escorregamento [110], pertence a ambos os planos citados. Pode-se ainda observar que o módulo de cisalhamento para amostras com orientação de eixo segundo <001> diminui mais rapidamente que para amostras tendo eixo com orientação <111>. Este fato contribui para uma mudança do sistema de escorregamento ativo quando uma amostra é plasticamente deformada.

De acordo com as chamadas “regras de seleção” (Nowick e Berry, 1972:194), os cristais cúbicos apresentam duas compliances que sofrem relaxação que são S_{44} e $(S_{11}-S_{12})$. Usando-se os valores de módulo de cisalhamento mostrados na Figura IV.4.1, pode-se observar três diferentes, mas inconsistentes relações a partir da equação II.8, já apresentada no capítulo II. Através das três expressões dos cossenos diretores ($\gamma_1, \gamma_2, \gamma_3$) entre o eixo das amostras e os três eixos cristalinos padrões (equação II.7) em conjunto com a equação II.8 para uma barra sujeita a vibrações sob torção, e considerando-se somente as direções de maior simetria, ou seja <111> e <001>, pode-se determinar os valores de S_{44} e $(S_{11}-S_{12})$. A equação acima mencionada resulta nas expressões numéricas V.3(a, b, c), onde as expressões (b) e (c) podem ser plotadas em função da temperatura como mostrado na Figura V.5.

$$G^{-1} = S_{44} + 4(S_{11} - S_{12} - 1/2.S_{44}) \Gamma \quad \dots(\text{II.7})$$

$$\Gamma = (\gamma_1\gamma_2)^2 + (\gamma_2\gamma_3)^2 + (\gamma_3\gamma_1)^2 \quad \dots(\text{II.8})$$

$$\Gamma_{\langle 001 \rangle} = 0 \quad \Gamma_{\langle 111 \rangle} = 1/3 \quad \dots(\text{V.7a})$$

$$G^{-1}_{\langle 001 \rangle} = S_{44} = (C_{44})^{-1} \quad \dots(\text{V.7b})$$

$$G^{-1}_{\langle 111 \rangle} = 1/3 [S_{44} + 4(S_{11} - S_{12})] \quad \dots(\text{V.7c})$$

O coeficiente elástico C_{44} foi interpretado por Zener (Zener, 1955:35) como sendo a medida da resistência à deformação quando uma tensão de cisalhamento é aplicada a uma direção [010] de um plano (100). Os coeficientes C_{11} e C_{12} não têm a mesma interpretação física simples, como C_{44} , requerendo assim algumas combinações lineares. Uma destas combinações lineares é a expressão $(C_{11}-2C_{12})/3$ que tem como interpretação física o módulo de compressibilidade que mede a resistência à deformação hidrostática. Outra combinação linear é a expressão $(C_{11}-C_{12})/2$, que significa a resistência à deformação por cisalhamento na direção [110], no plano (110).

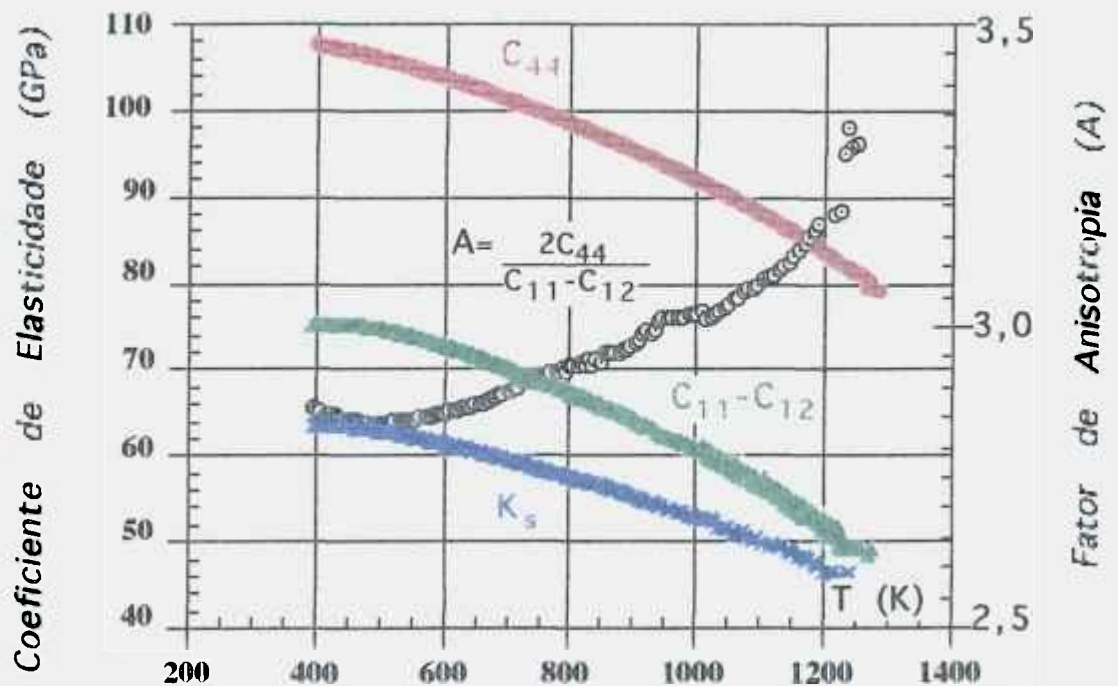


Figura V.5.- Valores calculados das constantes elásticas C_{11} , C_{12} e C_{44} , bem como valores das constantes K_s , e do fator de anisotropia A , todos em função da temperatura.

Pode-se ver na Figura V.5 que o coeficiente C_{44} diminui mais rapidamente do que ($C_{11} - C_{12}$). Como consequência, o fator de anisotropia (A) aumenta em função da temperatura, sugerindo que a mudança no sistema de escorregamento ativo ocorra devido ao aumento da diferença de propriedades mecânicas para diferentes orientações cristalográficas. Os valores dos fatores de anisotropia (A) têm sido relatados, à temperatura ambiente, entre 3,02 a 3,30.

Mazot (Mazot, 1992) estudou as constantes elásticas em uma liga monocristalina à base de níquel (AM1), usando diferentes orientações cristalográficas. Foram utilizadas frequências de vibração naturais em modo longitudinal e modo de vibração por flexão, em uma gama de temperatura variando de (-80°C) a (+1100°C). Os valores de módulo de Young (E), coeficiente de Poisson (ν), e, conseqüentemente, os valores do módulo de cisalhamento (G) e compliance (S), para as orientações $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$, confirmaram os elevados valores de anisotropia do material, como mostrado na Tabela V.1.

Tabela V.1.- Resultados Experimentais de E e ν , como também valores de G para diferentes orientações.

orientação	E (GPa)	ν	G(GPa)
<100>	129,5±0,05	0,408	124,8
<111>	318,1±0,05	0,274	58,2
<110>	226,7±0,5	0,5*	87,4*

*- valor médio calculado

Um coeficiente de anisotropia (A_n) foi definido pelos mesmos autores como:

$$A_n = 2(S_{11} - S_{22}) - S_{44} \quad (\text{MPa}^{-1})$$

Foram também observadas pelos mesmos, experimentalmente, leis de variação parabólicas do módulo de cisalhamento e compliances em função da temperatura. Foram também calculados os valores de compliances, à temperatura ambiente, como sendo : $S_{11} = 7,72 \times 10^{-3}$, $S_{12} = -3,15 \times 10^{-3}$, $S_{44} = 8,01 \times 10^{-3}$ e $A_n = 13,73 \times 10^{-3}$, ou seja $A = 2,71$.

Os valores do fator de anisotropia relatados por aqueles pesquisadores apresentam comportamento similar aos resultados aqui apresentados, sendo que os valores de A, determinados neste trabalho, vão de 2,85, à temperatura ambiente, a 3,35 a 1250K. A diferença entre os valores aqui apresentados e aqueles da literatura pode ser atribuída à diferença de composição química das ligas estudadas, bem como à diferença entre métodos de medida.

Como resultados secundários os mesmos autores obtiveram espectros AI para cada uma destas orientações. No entanto, os mesmos não comentam qualquer coisa sobre suas possíveis origens. Nenhum pico foi achado para as orientações <111> e <110>, mas dois picos foram observados para a orientação <100> : um aproximadamente 200°C (~473K), e outro a aproximadamente 680°C (~953K) que, por coincidência, aparece na mesma faixa de temperatura que o pico de atrito interno detectado no presente trabalho.

Levando-se em consideração a afirmação geral de que o conceito de uma elasticidade isotrópica de um cristal é uma idealização e que os cristais reais são anisotrópicos. Reuss e Voigt (Hirth, 1968:417) definem um fator de anisotropia H, não como uma razão mas como uma diferença entre a constante elástica para cristais cúbicos, que é zero para materiais isotrópicos. Os valores de módulo de cisalhamento G_{RV} , podem ser considerados como valores anisotrópicos que foram corrigidos pelo fator de anisotropia H.

$$H=2C_{44}+(C_{11}-C_{12})$$

$$G_{RV}=C_{44}-(H/5)$$

Tem sido considerado [(Shetty, 1981) e (Yoo, 1986)] que o principal efeito de anisotropia na energia de discordâncias é dado pelos fatores de energia K_s e K_e , mostrados pelas equações II.5 e II.6, do capítulo II. Observa-se que os fatores K_s e K_e , mostrados abaixo, substituem respectivamente o parâmetro isotrópico (G) para os segmentos de discordância em hélice e $G/(1-n)$ para as discordâncias em cunha. O fator K_s substitui o tradicional módulo de cisalhamento e assume que a anomalia de limite elástico é um mecanismo relacionado a discordâncias e que o limite de escoamento dos intermetálicos ordenados é controlado por discordâncias em hélice. Os valores aqui calculados de K_s concordam com os valores apresentados na literatura. Os resultados apresentados por Yoo mostram o fator K_s , para compostos Ni_3Al , variando de 70 GPa, à temperatura ambiente, a 50GPa a 1150K. Os valores de K_s calculados neste trabalho, são mostrados na Figura V.4 e estes variam entre de 64GPa à temperatura ambiente, a 50GPa a 1200K.

Finalizando, a dúvida sobre qual dos métodos de cálculo fornece o verdadeiro módulo de cisalhamento pode ser encarada de duas maneiras. Enfocando-se a questão do ponto de vista macroscópico, sem se ter o menor conhecimento da existência de defeitos atômicos de qualquer forma, pode-se dizer que o módulo de cisalhamento de materiais anisotrópicos, como o caso aqui estudado, varia segundo a orientação cristalográfica, como no caso das medidas apresentadas na Figura IV.4.1. No entanto, levando-se em consideração a existência de defeitos atômicos, como discordâncias, e partindo-se da premissa de que o módulo de cisalhamento de um dado material é a tensão necessária para se movimentar discordâncias nesse material, o módulo de cisalhamento pode ser considerado como sendo um dos ou uma combinação dos fatores de energia K_s ou K_e .

CONCLUSÕES

Os espectros de atrito interno obtidos para os dois espécimes, Ni₃AlTa e Ni₃Al-binário, são compostos de um pico de relaxação que divide a faixa de temperatura estudada em dois regimes. No regime a baixas temperaturas ($T < 800\text{K}$) o atrito interno mede a mobilidade de discordâncias, que diminui rapidamente entre 450 e 600K, o que está de acordo com a faixa onde a anomalia de limite elástico tem sido detectada. Na faixa de temperatura acima do pico de relaxação ($T > 1100\text{K}$), um aumento exponencial do atrito interno é observado e isso reflete um aumento na mobilidade de discordâncias a altas temperaturas.

O pico de relaxação é um pico muito próximo de um pico de Debye e é termicamente ativado. Sua entalpia de ativação é muito próxima da energia de migração do Ni em Ni₃Al. A interpretação mais razoável para este pico implica em fenômeno de relaxação atômica. Este pico é provavelmente devido à reorientação, induzida por tensão aplicada, de dipolos elásticos nos planos tipo (111). A interação destes dipolos com discordâncias pode ter significativa importância na diferença de mobilidade que têm as discordâncias nos planos octaédricos (111) quando comparados com os planos primários (001).

O fator de energia K_s fornece uma aproximação do módulo de cisalhamento de intermetálicos ordenados Ni₃Al, muito válida quando se quer tratar de mecanismos de movimentação de discordâncias e outros mecanismos relativos a discordâncias, mas valores distintos do módulo de cisalhamento, para diferentes orientações cristalográficas, são mais significativos quando se trata de materiais altamente anisotrópicos e se tem em vista uma caracterização mais mecânica e macroscópica.

ANEXO-A

Tensão Crítica Resolvida em Torção⁽¹⁾

Em testes de monocristais, a tensão de cisalhamento aplicada deve ser resolvida, ou seja, apenas a tensão de cisalhamento aplicada no plano de escorregamento e na direção de escorregamento, produz uma força de escorregamento em uma discordância.

Os cálculos foram desenvolvidos considerando-se um cilindro sob esforços de torção pura, como apresentado na Fig. A.1. A escolha dos eixos é indicada nesta figura onde x_1 , perpendicular ao eixo do espécimen x_3 e à normal ao plano de escorregamento x_3' . A direção de escorregamento é x_1' , θ é o ângulo entre x_3 e x_3' e κ o ângulo entre x_1 e x_1' .

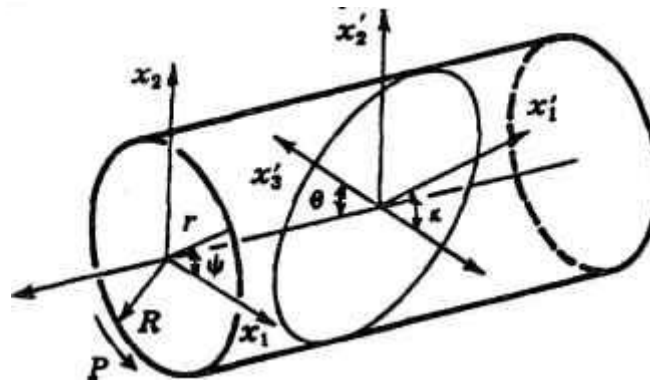


Figura A.1.- Coordenadas para um monocristal cilíndrico sob torção.

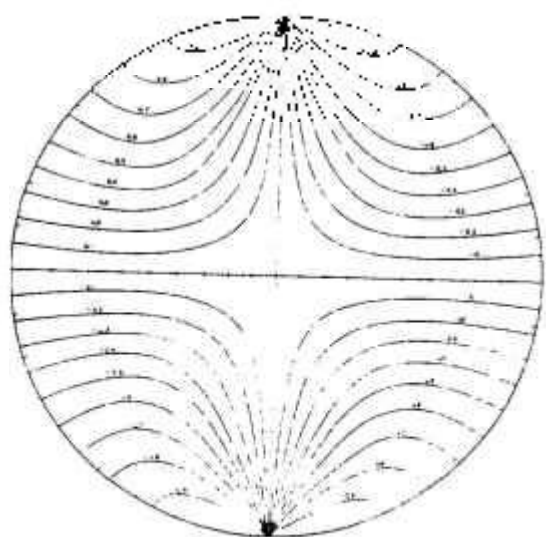
No presente cálculo a deformação helicoidal foi considerada desprezível e a tensão de cisalhamento crítica resolvida para esta situação é dada pela projeção das duas tensões de cisalhamento σ_{13} e σ_{23} no plano de escorregamento e na direção de escorregamento x_1' .

$$\sigma_{13}' = \sigma_o (m_1 \text{ sen}\psi + m_2 \text{ cos}\psi) = \sigma_o m(f)$$

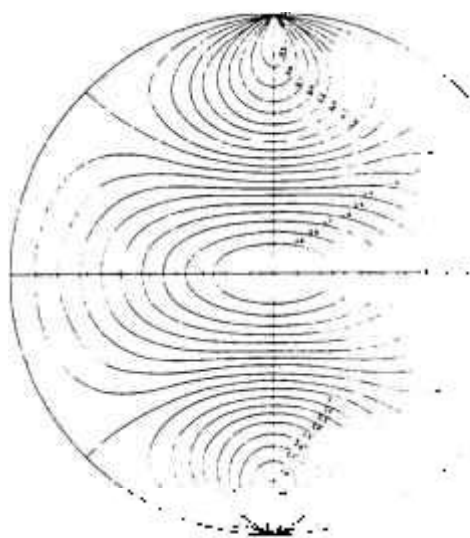
onde $\sigma_o = (2 P r / p R^3) = (\sigma_{13} + \sigma_{23})^{1/2}$ é a tensão de cisalhamento total aplicada e ψ é o ângulo de torção.

Os fatores m_1 e m_2 podem ser obtidos da Fig.A-2 abaixo. Escolhendo-se uma projeção estereográfica padrão normal ao plano de escorregamento e com a direção de escorregamento no polo norte, os dois fatores podem ser obtidos da projeção

estereográfica, sobre a projeção do eixo do cilindro. Os valores absolutos máximos e mínimos de $m(\Psi)$ são ± 1 quando $\theta = 0$, ou seja, o plano de escorregamento normal ao eixo da amostra ensaiada.



m1



m2

Figura A-2.- Plotagem estereográfica dos fatores de tensão de cisalhamento resolvida m_1 e m_2 .

⁽¹⁾ -J.P.Hirth. J.Lothe: "Theory of Dislocations". ed.McGraw-Hill Inc.. USA. p.272-74. (1968).

APÊNDICE-B

DEFORMAÇÃO POR TORÇÃO

Introdução

B.1.- Barras Circulares em Regimes Elásticos

B.2.- Método de Saint-Venant

B.3.- Resposta Elástica Linear e Resposta Plástica de Sólidos Perfeitamente Elásticos

B.4.- Analogia da Membrana Elástica de Prandtl

B.5.- Barras de Secções Não Circulares

B.5.1.- Barras Finas de Secções Não Circulares

B.6.- Deformações Não Homogêneas ao Longo de Barras

Referências

Introdução

A compreensão da deformação por torção é de fundamental importância para o presente estudo, mesmo não sendo este o objetivo deste trabalho, uma vez que tanto as pré-deformações plásticas quanto nas medidas de atrito interno em regime elástico, ocorrem sob torção.

O tópico “torção de barras” no que tange ao seu tratamento matemático pode ser encontrado em várias publicações relativas ao tema *Resistência dos Materiais*, e tem sido apresentadas em diferentes níveis de complexidade. Em geral, o problema de torção resolvido por meio de equações da teoria elástica de materiais isotrópicos. As barras mais usuais em estudo sob esforço de torção são aqueles com secção circular homogênea.

As barras de secções não-circulares, tais como as de secção retangular usadas no presente estudo, exibem algumas complicações adicionais. Dentre os métodos mais conhecidos usados pra resolver o problema de torção em secções não circulares estão as soluções pelo método de séries e pelo método semi-inverso de Saint-Venant, apresentado em 1855, em conjunto com a analogia da membrana elástica de Prandtl (1903).

B.1- BARRAS DE SECÇÃO TRANSVERSAL CIRCULAR [(Dieter, 1988:18) e (Boresi, 1989)]

Quando um cilindro sólido com área de seção transversal circular A e comprimento L (Figura B.1) está sujeito a um momento torsor, representado por um vetor T , aplicado à parte não engastada da barra, um torque de equilíbrio $-T$ age na extremidade engastada, sendo ambos ao longo do eixo- z central, de modo que uma linha geratriz do cilindro (AB) tende a se deformar segundo uma curva helicoidal ($A'B'$).

Para pequenos deslocamentos, o torque T causa uma rotação em cada seção transversal de um corpo rígido em torno do eixo- z . Admite-se que uma quantidade de rotação β de uma determinada seção depende linearmente ($\beta = \theta z$) de sua distância do plano $z = 0$.

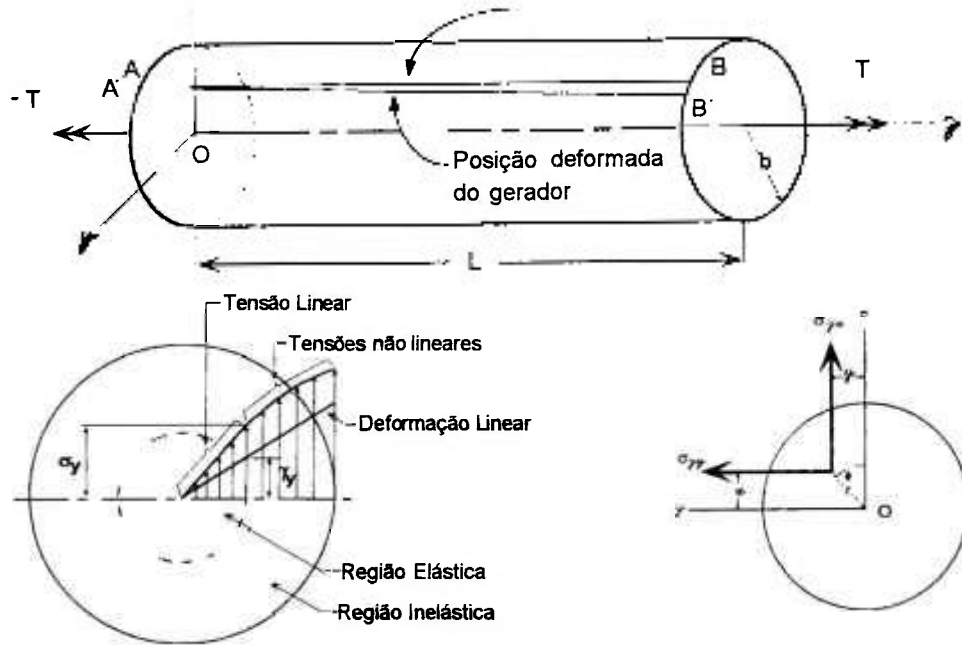


Figura B.I.- Barra com seção transversal circular fixa em uma das extremidades ($z = 0$) e sujeita a um torque T em sua extremidade livre ($z = L$); (a) seção longitudinal, (b) seção transversal, (c) seção transversal quando submetida a deformação plástica.

Uma vez que as seções transversais permanecem planas, a componente de deslocamento w (*warp*), paralela ao z -eixo, é zero. As componentes de deslocamento u e v relacionadas (x, y), assumindo $w = 0$, são dependentes da rotação β de cada seção transversal, como mostrado nas equações (B.1. a, b).

$$u = -y \beta, \quad v = x \beta \quad \dots\dots(B.1.a)$$

$$u = -y z \theta, \quad v = x z \theta \quad \dots\dots(B.1.b)$$

Considerando-se a teoria de tensão-deformação da elasticidade linear e as equações (B.1. a, b) obtêm-se as componentes da tensão e deformação que agem no cilindro, dadas pelas equações (B.2.(a), (b) e (c)), onde G é o módulo de cisalhamento isotrópico.

deformação	tensão
$\epsilon_{XX} = \epsilon_{YY} = \epsilon_{ZZ} = \epsilon_{XY} = 0$	$\sigma_{XX} = \sigma_{YY} = \sigma_{ZZ} = \sigma_{XY} = 0$ (B.2.a)
$2\epsilon_{ZX} = \gamma_{ZX} = -\theta y$	$\sigma_{ZX} = -\theta G y$ (B.2.b)
$2\epsilon_{ZY} = \gamma_{ZY} = \theta x$	$\sigma_{ZY} = \theta G x$ (B.2.c)

Uma somatória dos momentos em relação ao eixo- z , resultante das tensões em uma de área dA do cilindro, resulta na equação B.3. Esta equação relaciona a torção angular θ por unidade de comprimento da barra sujeita a um torque aplicado T , onde J é o momento de inércia polar, relativa a seu eixo central z .

$$\theta = T / G J, \quad J = (\pi b^4) / 2 \quad \dots\dots(B.3)$$

As equações (B.2.(a), (b) e (c)) indicam que σ_{zx} e σ_{zy} são independentes de z , então a distribuição de tensões é a mesma para todas as seções transversais. Assim, o vetor tensão de

cisalhamento τ para qualquer ponto P em uma seção transversal é determinado pelas equações (B.4.a, b). Na mesma relação pode ser verificado que a máxima tensão de cisalhamento τ_{\max} acontece para $r=b$ (r é o raio de seção atravessado), de outra forma, a tensão de cisalhamento máxima acontece nas fibras mais externas da seção transversal circular. Substituindo (B.3) em (B.4.b) resulta na equação (B.5) que relaciona as magnitudes de τ e T .

$$\tau = -\theta G y \mathbf{i} + \theta G x \mathbf{j} \quad \dots(B.4.a)$$

$$|\tau_{\max}| = \theta G (y^2 + x^2)^{1/2} = \theta G r \quad \dots(B.4.b)$$

$$|\tau_{\max}| = T r / J \quad \dots(B.5)$$

Em resumo, para barras de seção transversal circular, sujeitas a torção, cada seção transversal do barra permanece plana, em outras palavras, apresenta estados planos de deformação e tensão. Porém, pode-se ver na Figura B.I.c que a forma da curva de tensão-deformação na região elástica pode ser admitida como tendo uma relação linear, mas na região de plástica a linearidade entre tensão e deformação raramente é observada.

B.2- MÉTODO SEMI-INVERSO DE SAINT-VENANT [(Boresi, 1985) e (Kalinszky, 1989)]

De acordo com o princípio de St-Venant, a distribuição de tensão em seções suficientemente distantes de ambas as extremidades, depende principalmente da magnitude de T e não da distribuição de tensão em ambas extremidades. Assim, para barras suficientemente longas, sob torção, a distribuição de tensão nas extremidades não afeta a distribuição de tensão em grande parte da barra. Um barra com uma seção transversal uniforme de forma genérica, sujeita a torção, é mostrado na fig.B.II onde três eixos ortogonais genéricos (x,y,z) são mostrados. Qualquer tipo de distribuição de tensões nas em suas extremidades pode produzir um torque T .

O método semi-inverso de St-Venant começa por uma aproximação dos deslocamentos (u,v,w) baseado em mudanças geométricas observadas numa barra deformada sob torção devido ao torque T . Admite-se que toda barra de torção, com seção transversal constante em relação ao eixo z , tem um eixo de torção onde cada seção transversal gira aproximadamente como um corpo rígido. Considerando um ponto P (Fig.B.II), com coordenadas (x,y,z) na barra não-deformada, e o mesmo ponto P' sob deformação. Os deslocamentos (u,v,w), onde $w \neq 0$, relacionados aos eixos x , y e z respectivamente, e P gira de um ângulo β em relação à seção transversal na origem. Admite-se para pequenos deslocamentos que ($\beta = \theta z$), onde θ é ângulo de torção por unidade de comprimento e as componentes de deslocamento podem ser obtidas das equações (B.6), onde $\psi(x, y)$ é a função de "warping" que pode ser determinada de tal modo que as equações de elasticidade e suas condições estão satisfeitas.

$$u = -y z \theta, \quad v = x z \theta, \quad w = \theta \psi(x, y) \quad \dots(B.6)$$

Para pequenos deslocamentos as relações (B.7.a, b e c) dão o estado de deformação em um ponto genérico na barra sob torção.

$$\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = \epsilon_{zz} = \epsilon_{xy} = 0 \quad \dots(B.7.a)$$

$$2\epsilon_{zx} = \gamma_{zx} = \theta \{(\partial\psi / \partial x) - y\} \quad \dots(B.7.b)$$

$$2\epsilon_{zy} = \gamma_{zy} = \theta \{(\partial\psi / \partial y) + x\} \quad \dots(B.7.c)$$

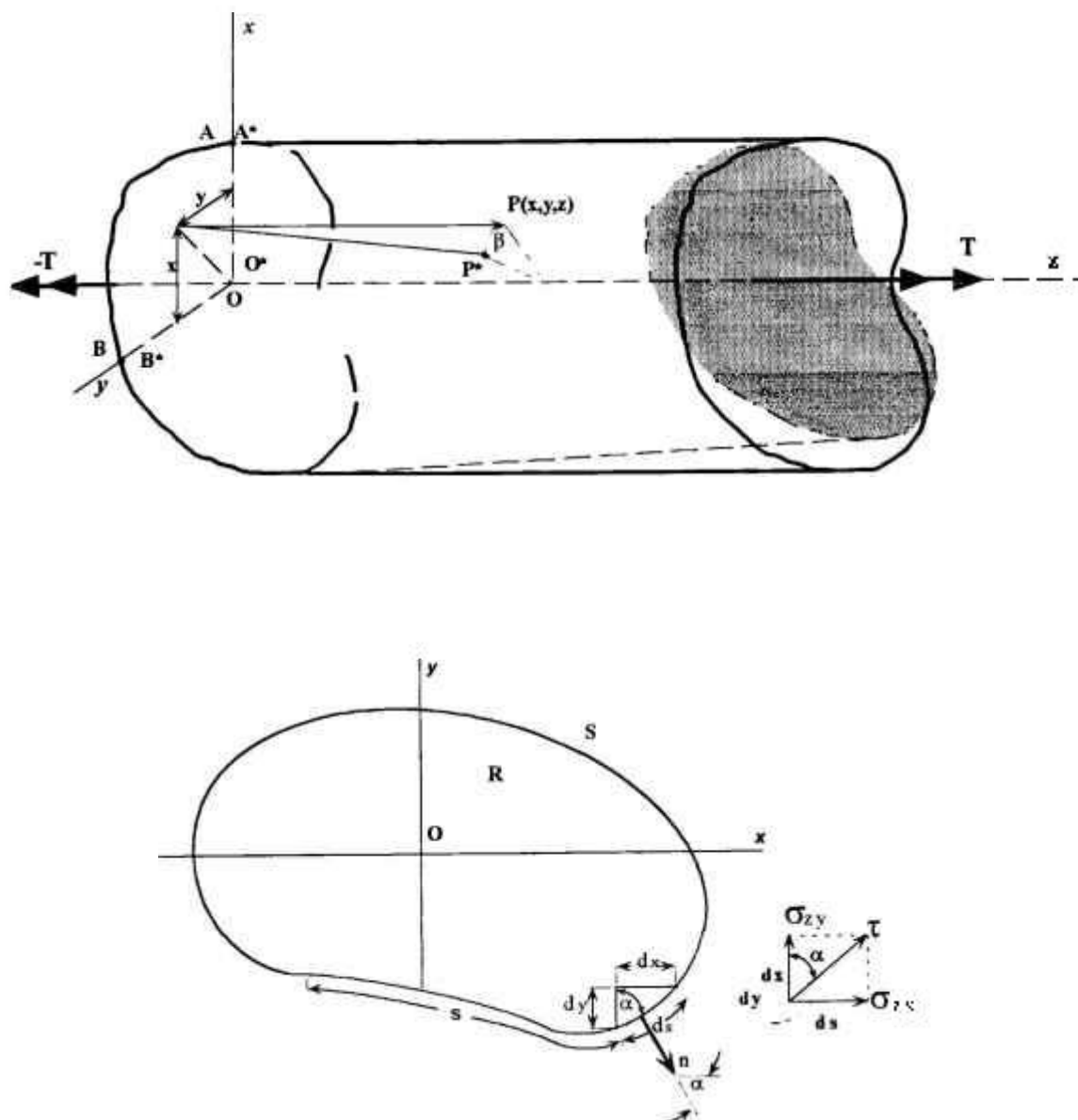


Figura B.II.- (a)- barra sob torção com seção transversal uniforme e forma genérica.
 (b)- vista genérica da seção transversal da barra sob torção. (Boresi, 1985)

Diferenciando parcialmente as equações para γ_{zx} e γ_{zy} em relação a y e x respectivamente, e subtraindo as equações resultantes dessas derivações, a função warping pode ser eliminada, resultando na relação (B.8).

$$\partial\gamma_{zx} / \partial y - \partial\gamma_{zy} / \partial x = -2\theta \quad \dots(B.8)$$

Desta forma, se o problema de torção é formulado em termos de $(\partial\gamma_{zx}, \partial\gamma_{zy})$, a equação acima é uma condição geométrica a ser satisfeita em problemas de torção.

^{eb} γ é no presente trabalho usada como *engineering shear strain*, a qual é o dobro da chamada *true shear strain* ϵ
 $\Rightarrow (\gamma_{ij} = 2 \epsilon_{ij})$

Para membros de materiais isotrópicos, sob torção, relações tensão-deformação tanto para condições elásticas como para não-elásticas podem ser dadas pela equação (B.9). Levando-se em conta que σ_{zx} e σ_{zy} não são nulas, e se as forças e acelerações sobre o corpo podem ser desprezadas, as equações de elasticidade e as condições de equilíbrio são satisfeitas para um membro sob torção. Tais condições de equilíbrio expressam condições necessárias e suficientes para a existência de uma função de tensão $\phi(x,y)$, também chamada de *Função de Tensão de Prandtl* (mais detalhes serão apresentados em B.4) dada pela equação (B.10.a, b).

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \sigma_{zz} = \sigma_{xy} = 0 \quad \dots(B.9)$$

$$\sigma_{zx} = (\partial\phi / \partial y) \quad \dots(B.10.a)$$

$$\sigma_{zy} = -(\partial\phi / \partial x) \quad \dots(B.10.b)$$

Visando-se a obtenção de tal função de tensão para cada carregamento, pode-se assumir algumas condições de contorno para cada membro sob torção, tal como: ter secção uniforme que não varia ao longo do eixo z; ser feito de material isotrópico e o carregamento resultar em pequenas deformações.

Uma vez que a superfície lateral de um membro sob torção está livre de tensões normais aplicadas, as duas componentes de tensão de cisalhamento (σ_{zx} e σ_{zy}) podem ser escritas em termos de τ o qual é zero na direção normal em relação ao contorno da sua secção transversal. Este fato resulta numa função tensão ϕ é constante em tal contorno da secção transversal. Uma vez que as tensões são dadas pelas derivadas parciais de ϕ , e assumindo que esta constante é zero, pode-se concluir que a tensão de cisalhamento τ em qualquer ponto da secção transversal é tangente a curva ϕ .

Tomando-se as duas componentes da tensão de cisalhamento agindo sobre um elemento da secção transversal (Figura B.II.b) tendo lados dx , dy e ds (onde ds é um elemento na superfície) e assumindo esta superfície em contato com o contorno da secção transversal, resulta em $\phi=0$ no contorno ds do elemento. Tal argumento pode ser usado para mostrar que a tensão de cisalhamento τ , cuja intensidade pode ser dada por (B.11) em qualquer ponto da secção transversal, é tangente a curva ϕ que por sua vez é constante.

$$\tau = ((\sigma_{zx})^2 + (\sigma_{zy})^2)^{1/2} \quad \dots(B.11)$$

Desta forma, a função tensão ϕ pode ser considerada como representando uma superfície em torno da secção transversal do membro sob torção. Assim, pode-se provar matematicamente que o torque é igual do dobro do volume entre a função tensão e o plano da secção transversal, como mostrado pela equação (B.12).

$$T = 2 \iiint \phi \, dx \, dy \quad \dots(B.12)$$

Visando-se melhor entender os comportamentos elásticos e plásticos de eixos, as respostas dos materiais tem sido classificada em dois tipos principais: resposta elasticamente linear e resposta plástica de sólidos perfeitamente elásticos.

B.3.- RESPOSTA ELÁSTICA LINEAR E RESPOSTA PLÁSTICA DE SÓLIDOS PERFEITAMENTE ELÁSTICOS

-Resposta Linear Elástica [(Borezi, 1985) e (Kalinszky, 1989)]

A resposta elástica linear leva a uma solução elástica linear do problema de torção, enquanto que uma resposta plástica a de um sólido perfeitamente plástico leva a soluções totalmente plásticas de barras sujeitas a torção, para as quais a totalidade da secção transversal se deforma plasticamente.

Soluções elásticas lineares de problemas de torção apresentam relações tensão-deformação em um material isotrópico, dada pela lei de Hooke, o que resulta nas equações (B.13.a, b, c).

$$\sigma_{zx} = (\partial\phi / \partial y) = G \gamma_{zx} \quad \dots(B.13.a)$$

$$\sigma_{zy} = -(\partial\phi / \partial x) = G \gamma_{zy} \quad \dots(B.13.b)$$

$$\partial^2\phi / \partial y^2 + \partial^2\phi / \partial x^2 = -2 G \theta \quad \dots(B.13.c)$$

Substituindo-se (B.12) em (B.8) resulta em uma relação (B.14), onde se especifica o ângulo unitário de torção θ para um dado membro sob torção, e ϕ satisfaz as condições de contorno ($\phi=0$ no contorno). Uma vez que ϕ foi determinado, as tensões são dadas por (B.10) e o torque por (B.12). Se o contorno da secção transversal de um dado membro sob torção pode ser especificado pela relação (B.14), e ser sujeito a um ângulo de torção específico, a função tensão pode ser definida pela equação (B.15). A constante B em (B.15) é determinada em termos de θ , se após a substituição da equação (B.15) em (B.13), o termo a esquerda da equação (B.13) for constante.

$$F(x,y) = 0 \quad \dots(B.14)$$

$$\phi = B F(x,y) \quad \dots(B.15)$$

-Resposta Plástica de Sólidos Perfeitamente Elásticos

Um sólido perfeitamente elástico apresenta um diagrama tensão versus deformação por cisalhamento achatado no seu *ponto de escoamento por cisalhamento* τ_y . Considerando um membro sob torção feito de um material perfeitamente elástico. A medida que o torque é gradualmente aumentado, o escoamento começa em um ou mais pontos do contorno da secção transversal deste membro e aumenta no sentido de se interiorizar a medida que o torque aumenta. Finalmente, toda a seção transversal se torna plástica para um torque limite. Neste torque limite, a tensão de cisalhamento resultante é $\tau = \tau_y$ em cada ponto da secção transversal. Como as equações B.10.a e B.10.b são válidas tanto para regiões plásticas como elásticas, pode-se obter pela equação B.16, a qual determina a função tensão $\phi(x, y)$ para um dado membro sob torção sob condições totalmente plásticas.

$$(\sigma_{zx})^2 + (\sigma_{zy})^2 = (\partial\phi / \partial y)^2 + (\partial\phi / \partial x)^2 = (\tau_y)^2 \quad \dots(B.16)$$

Considere o problema de construir a função tensão ϕ para uma secção transversal quadrada de lado $2a$, como mostrado na Figura B.III. Em um dado ponto P , a tensão de cisalhamento resultante é τ_y e é dirigida ao longo de uma curva de contorno de constante ϕ ; o

valor da função tensão ϕ em um ponto P é igual a τ_y multiplicado por sua distância perpendicular ao contorno mais próximo. Assim, a função tensão, para uma secção transversal quadrada é uma pirâmide de altura ($\tau_y * a$).

O torque para total deformação plástica (T_P) para a secção quadrada pode ser obtido por meio de B.12, a qual indica que o torque é igual ao dobro do volume sob a função tensão. Desta forma, para a pirâmide exemplificada na Figura B.III, o valor do torque para total deformação plástica é $(8/3\tau_y a^3)$.

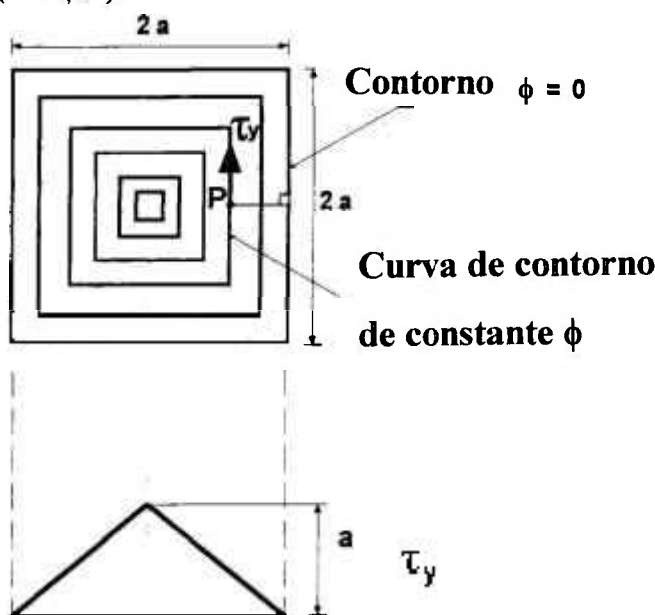


Figura B.III.- Superfície de uma função de tensão para uma secção transversal deformada totalmente plasticamente: (a) vista superior; (b) vista lateral (Boresi, 1985).

B.4- ANALOGIA DA MEMBRANA ELÁSTICA DE PRANDTL (Boresi, 1987)

A analogia da membrana elástica é baseada na equivalência de uma equação de torção tomando-se o deslocamento lateral de uma membrana elástica sujeita a uma pressão lateral devido a uma tensão inicial, em termos de força por unidade de comprimento.

A equação que define o pequeno deslocamento de uma membrana elástica plana, sujeita a pressão lateral, é idêntica, em sua forma matemática, a função tensão B.13.c. A função deslocamento de uma membrana é matematicamente equivalente a uma função tensão, uma vez que a forma de contorno da membrana é idêntica a forma de contorno da secção transversal do membro sob torção. Tomando-se uma abertura que tem a mesma forma que a secção transversal do membro sob torção investigado. Cobrindo-se tal abertura com uma membrana elástica homogênea (e.g. filme de sabão) e aplicando-se uma pressão a um dos lados da membrana, faz-se com que a membrana se curve. Se a inclinação da superfície da membrana é suficientemente pequena, pode-se mostrar que o deslocamento lateral da membrana e a função tensão $\phi(x, y)$ satisfazem a mesma equação matemática em (x, y) . O deslocamento lateral de uma membrana elástica (z), sujeita a uma pressão lateral p (força por unidade de área) e uma tensão inicial S (força por unidade de comprimento), é mostrada pela equação B.17.

$$\partial^2 z / \partial y^2 + \partial^2 z / \partial x^2 = - p / S \quad \dots(B.17)$$

A Figura B.IV exemplifica tal membrana. Para pequenos deslocamentos ($\text{sen } \alpha \approx \text{tga}$),

então a soma da força na direção vertical alcança um equilíbrio para o elemento da membrana ($dx dy$), dado pela equação B.18.

$$S \frac{\partial^2 z}{\partial y^2} dx dy + \frac{\partial^2 z}{\partial x^2} dx dy + p dx dy = 0 \quad \dots(B.18)$$

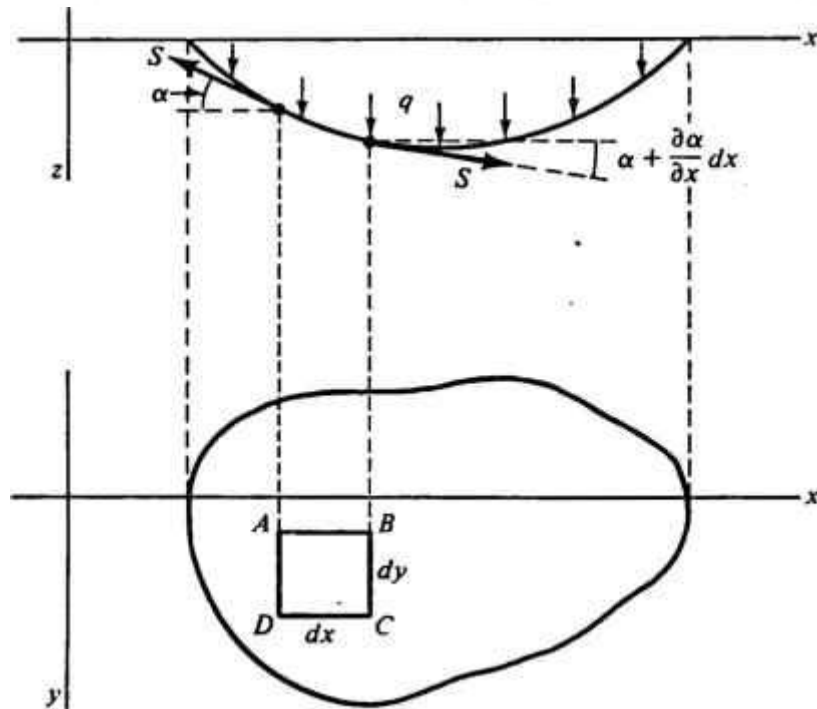


Figura B.IV.- Analogia da Membrana Elástica: (a)- vista plana; (b)- vista de topo.

Uma comparação análoga de (B.13.c) e (B.17) resulta na equação (B.19), onde c é uma constante de proporcionalidade.

$$\begin{aligned} z &= c \phi \\ \phi &= 2 G \theta S z / p \quad \dots(B.19) \\ p / S &= c 2 G \theta \end{aligned}$$

Da equação acima, o deslocamento da membrana z é proporcional a função tensão de Prandtl ϕ e, uma vez que as componentes de tensão de cisalhamento, σ_{zx} e σ_{zy} , são iguais à derivadas apropriadas de ϕ em relação a x e y . Segue-se que as componentes de tensão são proporcionais às derivadas do deslocamento da membrana z em relação às coordenadas (x,y) sobre a superfície à qual a membrana está ligada. Assim, a distribuição das componentes de tensões de cisalhamento na secção transversal da barra é facilmente visualizada como formando uma inclinação da membrana correspondente.

B.5- BARRAS DE SECÇÕES NÃO-CIRCULARES

Para barras apresentando secção transversal não-circular, o método de Saint Venant deve assumir como não-nulo o valor da componente de deslocamento w , ou de outra forma nenhuma solução poderia ser obtida. Geralmente, assume-se que w é uma função de (x,y) nas coordenadas da secção transversal.

- Barras Finas de Seccões Não-Circulares [(Boresi, 1985 e 1987) (Kalinszky, 1989)]

Para tais seccões retangulares é possível o uso da analogia da membrana elástica para se obter a solução para o torque e tensões e deformações por cisalhamento máximas, quando esta é submetida a carregamento sob torção.

Considere a barra de secção transversal retangular uniforme, como mostrado na Figura B.V.(a), onde a largura de $2a$ e a espessura é $2b$, tal que $b \gggg a$.

A membrana associada é mostrada na Figura B.V.(b), e exceto para regiões próximas a $x = \pm b$, a deflexão da membrana é aproximadamente independente de x . Desta forma, assumindo-se que a deflexão da membrana é independente de x , e que a deflexão com relação a y é parabólica, o deslocamento da membrana é dado, aproximadamente, pela equação (B.20), onde z_0 é a máxima deflexão desta membrana.

$$z = z_0 [1 - (y/a)^2] \quad \dots(B.20)$$

A equação acima satisfaz a condição $z = 0$ no contorno $y = \pm a$. Se (p/S) é constante na equação (B.17), o parâmetro z_0 pode ser selecionado de tal forma que a equação (B.20) representa uma solução da equação (B.17). Derivando (B.20) encontra-se (B.21); por meio das equações (B.21), (B.17) e (B.19), pode-se escrever (B.21) e também se escrever (B.20) como (B.22.a, b).

$$\partial^2 z / \partial y^2 + \partial^2 z / \partial x^2 = -2z_0 / a^2 \quad \dots(B.21)$$

$$-2z_0 / a^2 = -2cG\theta \quad \dots(B.22.a)$$

$$\phi = G\theta a^2 [1 - (y/a)^2] \quad \dots(B.22.b)$$

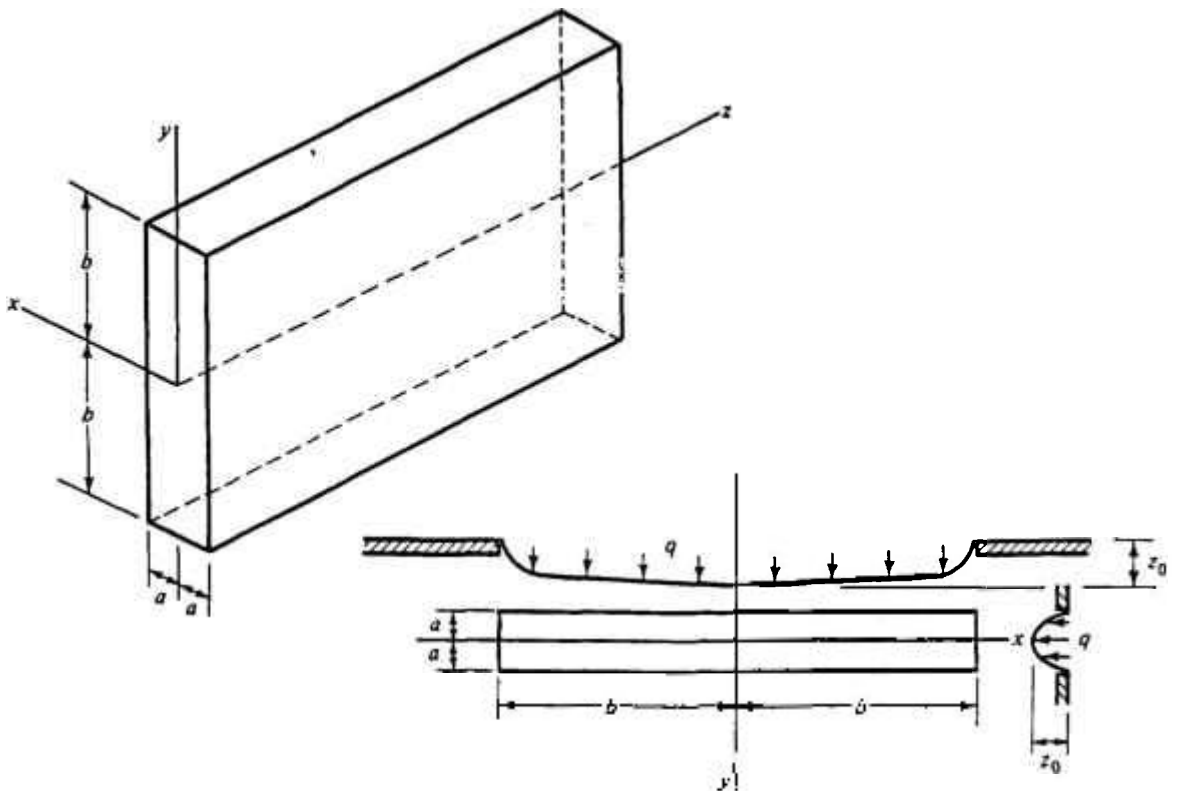


Figure B.V.- (a) barra retangular fina sujeita a torção; (b) duas vistas da analogia com membrana assumidas para barras retangulares finas sujeitas a torção.

Por meio da equação (B.10), a derivada de (B.22) resulta na relação (B.23.a), onde o máximo valor de tensão de cisalhamento σ_{xx} é dado por (B.23.b), para um dado valor de torque aplicado por (B.23.c), e a tensão de cisalhamento σ_{xy} é nula.

$$\sigma_{xx} = (\partial\phi / \partial y) = -2G\theta y, \quad \sigma_{xy} = -(\partial\phi / \partial x) = 0 \quad \dots(B.23.a)$$

$$(y = \pm a) \Rightarrow \tau_{\max} = 2G\theta a \quad \dots(B.23.b)$$

$$(J = 1/3 (2b) (2a)^3) \Rightarrow T = G J \theta \quad \dots(B.23.c)$$

Em resumo, a solução acima obtida para barras retangulares fins é aproximativa e a condição de contorno (*deflexão da membrana independente de x*) para $x = \pm b$ não é satisfeita.

-Solução pelo Método de Séries (Boresi, 1987)

O Método de Prandtl é uma solução aproximativa para o problema de torção, no entanto, tendo um interesse histórico. Resultados mais precisos são obtidos usando-se a Solução pelo Método de Séries. Considerando-se uma seção retangular, mas descartando-se a restrição da barra fina, pode-se chegar, após algumas aproximações matemáticas, que as tensões de cisalhamento obedecem as equações (B.24.a,b). O torque (**T**) pode ser descrito pela equação (B.25), onde *F* (equação B.26) é um fator dependente da geometria da seção transversal, que é uma aproximação da seção retangular. O ângulo de torção, por unidade de comprimento para seções retangulares é dado pela equação (B.27).

$$\sigma_{xx} = -\frac{16G\beta a}{\pi^2} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \frac{(-1)^{\frac{(n-1)}{2}} \frac{\cos n\pi x}{2a} \frac{\sinh n\pi y}{2a}}{n^2 \cosh \frac{n\pi b}{2a}} \quad \dots(B.24.a)$$

$$\sigma_{xy} = 2G\theta x - \frac{16G\beta a}{\pi^2} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \frac{(-1)^{\frac{(n-1)}{2}} \frac{\sin n\pi x}{2a} \frac{\cosh n\pi y}{2a}}{n^2 \cosh \frac{n\pi b}{2a}} \quad \dots(B.24.b)$$

$$T = G F \beta \quad \dots(B.25)$$

$$F = \frac{(2a)^3 (2b)}{3} \left[1 - \frac{192a}{\pi^5 b} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \frac{1}{n^5} \tanh \frac{n\pi b}{2a} \right] \quad \dots(B.26)$$

$$\theta = T / (k_2 b a^3 G) \quad \dots(B.27)$$

O fator entre parênteses na equação (B.36) foi calculado (Timoshenko, 1963) para várias relações *b/a*, e são apresentados na Tabela (B.1) como fatores k_1 . De (B.25) (B.26) o fator k_2 pode ser também calculado. Examinando-se as equações (B.33.b,c) pode-se verificar que ambas as soluções são de acordo com o método de séries descrito acima, assumindo-se $k_1 = k_2 = 1/3$ para barras de seção fina.

Tabela B.1- Os coeficientes k_1 e k_2 para diferentes dimensões de seções retangulares.

b/a	1.00	1.50	1.75	2.00	2.50	3.00	4.00	6	8	10	∞
k_1	0.208	0.231	0.239	0.246	0.258	0.267	0.282	0.299	0.307	0.313	0.333
k_2	0.141	0.196	0.214	0.229	0.249	0.263	0.281	0.299	0.307	0.313	0.333

(Timoshenko, 1963)

O torque para total deformação plástica T_p e o máximo torque elástico T_y são comparados para algumas seções transversais e listados na Tabela (B.2). Pode-se ver que o torque para deformações plásticas é, como esperado intuitivamente, maior do que o torque para deformação elástica, quando uma barra de seção fina e uma não-fina são comparadas, e para barras finas T_y e θ_y são dependentes de ambas as dimensões a e b .

Tabela B.2.- Valores de T_y , θ_y , T_p , T_p/T_y para algumas seção comuns. (Boresi, 1985)

Seção Transversal	Torque Elástico Máximo (T_y) e Ângulo Unitário de Torção (θ_y)	Torque para Total Deformação Plástica (T_p)	Relação T_p/T_y
<u>Quadrado</u> Lados = $2a$	$T_y = 1.664 \tau_y a^3$ $\theta_y = (1.475 \tau_y a^3) / (2Ga)$	$8/3 \tau_y a^3$	1.605
<u>Retângulo</u> ($2b > 2a$) $b/a = 2$	$T_y = 3.936 \tau_y a^3$ $\theta_y = 1.074 \tau_y / (2Ga)$	$20/3 \tau_y a^3$	1.69
$b/a = \infty$	$T_y = 8/3 \tau_y b a^3$ $\theta_y = \tau_y / (2Ga)$	$4 \tau_y b a^2$	1.50
<u>Circular</u> raio = a	$T_y = \pi/2 \tau_y a^3$ $\theta_y = \tau_y a^3 / (Ga)$	$2/3 \pi \tau_y a^3$	1.33

 $\tau_y \Rightarrow$ tensão de escoamento por cisalhamento

B.6- DEFORMAÇÕES HETEROGÊNEAS AO LONGO DE BARRAS ENGASTADAS

[(Kalinszky, 1989) e (Boresi, 1985)]

Considera-se um membro sob torção tendo seção transversal retangular com as dimensões mostradas na Figura B.VI.a, a qual corresponde a condição sem carregamento, e uma membrana estendida sobre esta seção, tendo deflexão nula. Quando um pequeno torque é aplicado à barra, os contornos desta membrana devem ser descritos pela Figura B.VI.b. As maiores tensões devem ser nos pontos A , mas a tensão de cisalhamento sendo menor do que a tensão de escoamento.

Aumentado-se a tensão sob a membrana, ter-se-á que a bolha sob a membrana será inflada, e assim tem-se um efeito semelhante a um torção adicional a barra. A mudança de volume sob a membrana representa o aumento no torque requerido para dar ao eixo a torção extra, e a mudança na inclinação da mesma no ponto A (Figura B.VI.c), indica a adição à máxima tensão. Se a tensão em A é menor do que a tensão de escoamento, pode-se ter certeza de que todas as fibras estão em regime elástico (Figura B.VI.c).

Aplicando-se um novo incremento a torção pode-se atingir uma deformação tal que em áreas próximas de A atingem o limite elástico. As regiões plásticas, são mostradas pelas áreas sombreadas na Figura B.IV.e, onde a tensão é mostrada na Figura B.VI.d. Tal tensão de cisalhamento é constante na região e paralela à aresta. A membrana não mais dá uma correta representação da tensão na região plástica. Uma vez que a tensão é constante, a máxima

inclinação, que forma um ângulo reto com a tensão, é normal à aresta. A membrana, para a região plástica, é portanto um plano com inclinação crescente a partir da aresta. A membrana, na região elástica tem ainda um formato curvo de uma bolha. Com um aumento da torção, as regiões em *B* também sofrerão deformação plástica e os contornos serão como mostrado na Figura B. VI.e.

Visando construir tal membrana e determinar os contornos da região plástica, pode-se erigir sobre a membrana, um conjunto de superfícies planas que irão conter a membrana. Isto pode ser feito erigindo-se um teto sobre a membrana (Figura B. VI.e), onde a inclinação deste teto (secção *B-B* e *A-A*) corresponde à tensão de escoamento. Quando as tensões são baixas as tensões a membrana não toca o teto e assim não participa da distribuição de tensões. No entanto, quando a tensão é tal que o escoamento plástico ocorre, o teto irá limitar a membrana em áreas onde a tensão tenha alcançado o limite de escoamento. Quando o torque resulta em total deformação plástica, a membrana é comprimida contra todos os pontos desse teto.

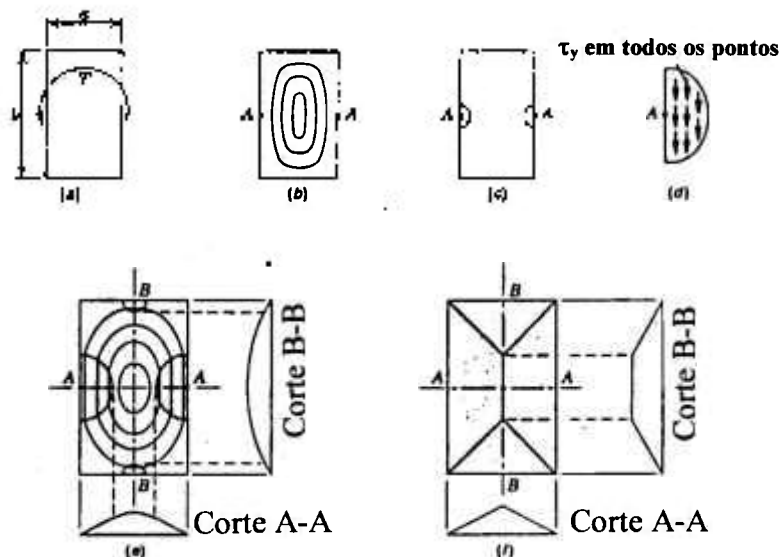


Figure B. VI.- Analogia com membrana na região plástica. (a) secção de uma barra não carregada, (b) contorno da membrana para tensões elásticas, (c) início de regiões plásticas em *A*, (d) tensões em regiões plásticas, (e) contornos para regiões parcialmente plásticas, (f) teto limitante. (Kalinszky, 1989)

A deformação por torção de uma barra paralelepipedica engastada não é homogênea ao longo de sua direção longitudinal (*z*) da amostra, e nem ao longo de sua secção transversal. Como já mencionado em (B.1), o ângulo de rotação θ de uma dada secção dependerá de sua distância a esta extremidade ($\beta = \theta z$), onde β é o ângulo indicado na Figura B. II. Quando a tensão permanece no domínio elástico, a deformação ao longo do eixo da barra, ou *warp*, pode ser desprezado e a torção pode ser considerada como cisalhamento puro com componentes σ_{zx} e σ_{zy} perpendiculares. Neste caso, cada secção transversal é submetida a um estado duplo de deformação e a secção transversal permanece plana. A tensão de cisalhamento máxima pode ser decomposta em duas componentes, chamadas tensões principais e geralmente definidas na literatura como σ_1 e σ_2 , uma a 45° no sentido anti-horário, comprimindo um elemento interno da barra, e a outra a 45° , mas no sentido horário, tensionando o mesmo elemento.

Referências

- BALL, J.; GOTTSTEIN, G. Large strain deformation of Ni₃Al + B: Part. I I microstructure and texture evolution during rolling. *Intermetallics*. v.1, p. 171-185, 1993.
- BALL, J.; GOTTSTEIN, G. Large strain deformation of Ni₃Al + B: Part. III microstructure and texture evolution during recrystallization. *Intermetallics*. v.1,p.171-185, 1993.
- BALUC, N. *Contribution à l'Etude des Défauts et de la Plasticité d'un Composé Intermetallique Ordonné: Ni₃Al*, 1990. Tese n. 886 (Doutoramento), EPFL - Suisse.
- BALUC, N.; SHÄUBLIN, R.; HEMKER, K.J. Methods for determining precise values antiphase-boundary energies in Ni₃Al. *Phil. Mag. Let.*, v.64, n.5, p. 327-334, 1991.
- BALUC, N.; KARNTHALER, H.P.; MILLS, M.J. TEM observation of the fourfold dissociation of superlattice dislocations and the determination of the fault energies in Ni₃Al (Al, Ta). *Phil. Mag. A.*, v.64, n.1, p.137-150, 1991.
- BASINSKI, Z.S. Thermally activated glide in FCC metals and its application to the theory of strain hardening. *Phil. Mag. Ser.* n.8, v.4, Pl.56, p.393-432, 1958.
- BAUR, J.; KULIK, A. Application of signal analysis to internal friction measurements. *J. Physique*. v.44, p.C9-357-361, Dec., 1983.
- BENOIT, W.; GREMAUD, G.; SCHALLER, R. *Plastic Deformation of Amorphous and Semi-Crystalline Materials*, Paris: B. Escaig and G.'sell, Les Editions de Physique, 1982, p.65 - 91.
- BENOIT, W.; MARTIN, J.L. Methodes d'identification des mecanismes de deformation plastique des cristaux. *Helv. Phys. Acta*. v.58, p.484-486, 1985.
- BOLLMANN, W. *Crystal defects and crystalline interfaces*. Berlim: Springer-Verlag, 1970, p.124-128.
- BORDONI, P.G. *Ricerca Scient.* v.19, 1949, p.851-862.
- BORESI, A.P.; SIDEBOTTOM, O.M. *Advanced Mechanics of Materials*. London, John Wiley & Sons, 1985, p.226-272.
- BORESI, A.P.; CHONG, K.P. *Elasticity in Engeneering Mechanics*, New York, Elsevier Science Pub., 1987, p.527-610.

- CAGNON, M. Dislocations et Deformation Plastique, ch.2 - *Thermodynamique de la Deformation et Essais Mécaniques, Théorie de l'activation Thermique*. Ecole d'été d'Yrivals, Sept. 1979, sous la direction de P.Groh. L..P.Kubin et J.-L. Martin, éditée par "Les Editions de Physique".
- CAHN, R.W.; SIEMERS, P. A.; GEIGER, J.E.; BARDHAN, P. The order-disorder transformation in Ni₃Al and Ni₃Al-Fe alloys-i. determination of the transition temperatures and their relation to ductility. *Acta Metall.*, v.35, n.11, p.2737-2751, 1987.
- CAHN, R.W.; SIEMERS, P. A.; HALL, E.L. The order-disorder transformation in Ni₃Al and Ni₃Al-Fe alloys-II. Phase transformations and microstructures. *Acta Metall.*, v.35, n.11, p. 2753-2764, 1987.
- CALLEN, H.B. *Thermodynamics*, New York: John Wiley, 1960, p-213-237.
- CHAKIB, K., *Etude par frottement interne haute température de composés intermétalliques et de superalliages base nickel*. 1993. Ph.D. Thesis- Université de Poitiers.
- DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*. United King: McGraw-Hill, 1988.
- DIMIDUK, D.M. *Strengthening by substitutional solutes and the temperature dependence of the flow stress in Ni₃Al*, 1989. PhD. Thesis, Wright Research & Development Center, Materials Laboratory.
- ENTWISTLE, K. M. The internal friction of metals. *Met. Review*, v.7, n.26, p.175-239, 1962.
- ESCHER, C.; GOTTSTEIN, G. Investigation into the nucleation process of recrystallization in cold rolled boron doped Ni₃Al. *Mater. Sci. Forum*. v.157-162, p.945-952, 1994.
- EZZ, S.; POPE D. P.; PAIDAR, V. *Acta Metall.* v.30, p.921-926, 1982.
- FLEMINGS, M. C. *Solidification Processing*, McGraw-Hill, New York, 1974.
- FLINN, P.A., *Trans. TMS-AIME*, v.218, p.145-154, 1960.
- FRIEDEL, J. *Dislocations*. New York: Pergamon Press, 1964, p.357-360.
- FRIDEL, J. Electron theoretical fundamentals in order disorder transformations of metallic alloys. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ORDER-DISORDER TRANSFORMATIONS IN ALLOYS, Sept., 1973, Tubingen, Germany. *Proceedings...*Berlin: Spring-Verlag, 1974.
- FORDE, P.T. Tantalum in superalloys. *Adv. Mater. Process*, n.4, 1996.

- GADAUD, P.; CHAKIB, K. High temperature internal friction measurements in γ' -Ni₃Al. *Mater. Sci. Forum*, v.119-121, p. 397-400, 1993.
- GADAUD, P.; WOIRGARD, J.; MAZOT, P.; DEMENET, J.L.; FOUQUET, J. Internal friction of the high temperature dislocation mobility in Si single crystals. *J. Physique*. n.12, p.C8-101-106, 1987.
- GADAUD, P.; GUI SOLAN, B.; KULIK, A.; SCHALLER, R. Apparatus for high-temperature internal friction differential measurements, *Rev. Sci. Instrum.* 61(10), p.2670-2675, 1990.
- GEORGE, E.P.; LIU, C.T.; POPE, D.P. Mechanical behavior of Ni₃Al: effects of environment, strain rate, temperature and boron doping. *Acta Mater.*, v.44, n.5, p.1757-1763, 1996.
- GREMAUD, G. The hysteretic damping mechanisms related to dislocation motion. *J. Physique*, n.12, p.C8-15-29, 1987.
- HAM, R.K.; SHARPE, N.G. *Phil. Mag.* 6, p.1193, 1961.
- HANCOCK, G.F. Diffusion of Nickel in Alloys Based on the Intermetallic Compound Ni₃Al(γ'). *Phys. Stat. Sol. (a)*, v.7, p.535-540, 1971.
- HE, Z.; CHATURVEDI, M.C. A study of the asymmetry in intensity of the side-band around a (200) x-ray diffraction peak in a Ni-Ge alloy. *Scripta Metall. Mater.*, v.27, p. 247-251, 1992.
- HEREDIA, F.E.; POPE, D.P. Effect of boron additions on the ductility and fracture behavior of Ni₃Al single crystals. *Acta Metall. Mater.*, v. 39, n.8, p. 2017-2026, 1991.
- HEREDIA, F.E.; POPE, D.P. The plastic flow of binary Ni₃Al single crystals. *Acta Metall. Mater.*, v. 39, n.8, p. 2027-2036, 1991.
- HERMANN, W.; SOCKEL, H.G. Investigation of the high-temperature damping of the nickel-base superalloy CMSX-4 in the kHz-Range. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON M3D III-MECHANICS AND MECHANISMS OF MATERIAL DAMPING.
- HERMANN, W.; VORT, TH., SOCKEL, H.G. , Internal friction in nickel-base superalloys in the kHz-range at temperature between 20 and 1250°C. In: 11th ICIFUAS, Poitiers, France, 1996.
- HIRSCH, P.B.; HOWIE, A.; NICHOLSON, R.; PASHLEY, D.W.; WHELAN, M.J.. *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Krieger Public. Co., USA, p. 148-155, 1977.
- HIRSCH, P.B. Kear-Wildorf locks, jogs and the formation of antiphase-boundary tubes in Ni₃Al. *Phil. Mag. A*, v.74, p.1019-1040, 1996.

- HIRSCH, P.B. *Phil. Mag. A*, v.65, p.569, 1992.
- HIRSCHER, M.; SCWEIZER, E.; WELLER, M.; KRONMÜLLER, H. Internal friction in NiAl crystals. *Phil. Let.*, v. 74, n.3, p. 189-194, 1996.
- HIRTH, J.P.; LOTHE, J., *Theory of Dislocations*. USA: McGraw-Hill, 1968.
- HORTON, J.A.; BAKER, I.; YOO, M.H. Slip-plane disordering in stoichiometric Ni₃Al. *Phil. Mag. A*, v.63, n.2, p. 319-335, 1991.
- HUNTINGTON, H.B. Crystalline Elasticity. In: *Microplasticity*, New York: John Wiley, p.1-15, 1968.
- KALISZKY, S. *Plasticity- Theory and Engineering Applications*, New York, Elsevier Science Pub., 1989, p.143-163.
- KEAR, B.H.; GIAMEI, A.F.; LEVERANT, G.R.; OBLAK, J.M. On intrinsic/extrinsic stacking fault pairs in the L₁₂ lattice. *Scripta Metall.*, v.3, p.123-130, 1969.
- KEAR, B.H.; GIAMEI, A.F.; LEVERANT, G.R.; OBLAK, J.M. Viscous slip in the L₁₂ lattice. *Scripta Metall.*, v.3, p.455-460, 1969.
- KEAR, B.H.; WILSDORF, H.G.F. *Trans. TMS-AIME*. v.224, p.382-386, 1962.
- KHACHATURYAN, A.G.; MORRIS Jr., J.W. A possibility of experimental determination of nonequilibrium free energy of an ordered alloy. *Acta Metall. Mater.*, v.24, p.391-394, 1990.
- KHANTA, M.; CSERTI, J.C.; VITEK, V. *Acta Metall. Mater.*, v. 27, p.481, 1992.
- KHONIK, V.A.; SPIVAK, L.V. On the nature of low temperature internal friction peaks in metallic glasses. *Acta Mater.* . v.44, n.1, p-367-381, 1996.
- KORNER, A.; Weak-beam study on superlattice dislocations moving on cube planes in Ni₃ (Al, Ti) deformed at room temperature. *Phil. Mag. A*, v.58, n.3, p. 507-522, 1988.
- KORNER, A. Weak-beam study on superlattice dislocations in Ni₃ Al alloy in the temperature range of the flow stress anomaly. . *Phil. Mag. Let.*, v.59, n.1, p. 1-7, 1989.
- KORNER, A.; KARNTHLER, H.P.; HITZENBERGER, C. Transmission electron microscopy study of cross-slip and of Kear-Wildorf locks in L₁₂ ordered Ni₃Fe. *Phil. Mag. A*, v.56, n.1, p.73-88, 1987.
- KURZ, W.; FISHER, D.J. *Fundamentals of Solidification*, Trans Tech Publications Ltd., Switzerland, 1992, p.45-90.
- LAKKI, A. *Mechanical spectroscopy of fine-grained zirconia, alumina and silicon nitride*. Lausanne, Suíça: 1994. Tese (Doutoramento) - EPFL, p.57-63.

- LOPEZ, J.A.; HANCOCK, G.F. *Phys. Stat. Sol. (a)*, v.2, p.467-479, 1970.
- MAZOT, P.; FOUQUET, J. *Mem. Et. Reveu de Metallurgie*. n.3, p. 165-170, 1992.
- MEHL, M.J.; KELIN, B.M.; PAPACONSTANTOPOULOS, D.A. First-principles calculation of elastic properties. In: *Intermetallics Compounds*. New York: John Wiley, v.12, 1994, p.195-210.
- MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. *Mechanical metallurgy - principles and applications*, New Jersey: Prentice-Hall.
- MULLER, D.A.; SUBRAMANIAN, S.; BATSON, P.E.; SASS, S.L.; SILCOX, J. Near atomic scale studies of electronic structure at grain boundaries in Ni₃Al. *Phys. Rev. Lett.*, v.75, n.26, p. 4744-4747, 1995.
- NAKAMURA, M. Elastic Properties. In: *Intermetallics Compounds*. New York: John Wiley, v.1, 1994, p. 873-893.
- NASH, P.; SINGLETON, M. F.; MURRAY, J.I. *Phase diagrams of binary nickel alloys*, Ohio, Metals Park: American Society for Metals Publ., 1991, p.3-11.
- NEMBACH, E.; NEITE, G. *Progr. Mater. Sci.* n.29, p.177, 1985.
- NEVEAU, C. *Etudes des mecanismes de deformation de Ni₃Al*, 1991. Tese PhD., Onera-Orsay, France.
- NGAN, A.H.W. A simple string model for annihilation of antiphase-boundary tubes in intermetallic compounds. *Phil. Mag. A*, v.71, n. 3, p. 725-734, 1995.
- NIBLET, D. H.; WILKS J. Dislocation Damping in Metals. *Advances in Physics - A Quarterly supplement of the Philosophical Magazine*, v.9, n.33, p.1-88, 1960.
- NITZ, A.; LAGERPUSCH, U.; NEMBACH, E. CRSS anisotropy and tension/compression asymmetry of a commercial superalloy. *Acta Mater.*, v.46, n.13, p. 4769-4779, 1998.
- NOWICK, A.S.; BERRY, B.S. The high-temperature background. In: *Anelastic relaxation in crystalline solids*, p.454-461.
- ONO, K.; STERN, R. *Trans. AIME*. n.245, p.171,1969.
- PAIDAR, V.; POPE, D.P.; VITEK, V. A theory of the anomalous yield behavior in L1₂ ordered alloys. *Acta Metall.* v.32, n. 3, p.435-448, 1984.
- PICHLER, A.; ARZT, E. Internal friction in f.c.c. alloys due to solute drag on dislocations-I. A model for the effect of core diffusion. *Acta Metall. Mater.*, v. 42, n. 11, p. 3785-3800, 1994.

- POPE, D.P. Mechanical properties of intermetallic compounds. In: *Physical Metallurgy*, p. 2076-2104, 1996.
- POPE, D. P.; EZZ, S.S. Mechanical properties of Ni₃Al and Nickel-Base alloys with high volume fraction of gama-prime, *Inter. Met. Rev.*, v.29, n.3, p.136-167,1984.
- POTTEBOHM, H.; NEITE, G.; NEMBACH, E. Elastic properties (the stiffness constants, the shear modulus and the dislocation line energy and tension) of Ni-Al solid solutions and of the nimonic alloy PE16. *Mater. Sci. Eng.*, n.60, p. 189-194, 1983.
- POVOLO, F.; LAMBRI, O.A.; TORIO, M.E. High temperature background damping, *J. of Alloys and Compounds*. v. 211/212, 1994, p.518-521.
- RAWLINGS, R.D.; STATON-BEVAN, A. *J. Mater. Sci.* v.10, p.505-514, 1975.
- ROBROCK, K.H. Mechanical relaxation studies of point defects in metals. *J. Physique*. n. 10, p. C5-709-721, 1981.
- SCHOECK, G. The activation energy of dislocation movement. *Phys. Stat. Sol.* v.8, p.499-507, 1965.
- SCHOECK, G.; BISOGNI, E.; SHYNE, J. The activation energy of high temperature internal friction. *Acta Metall.*, v.12, p.1466-1468, 1964.
- SHETTY, M.N.; The temperature dependence of the stacking fault energy of copper from x-ray peak shift measurements. *Z. Metallkunde*, Bd.72, h.9, p. 648-651., 1981.
- SHI, X.; SAADA, G.; VEYSSIÈRE, P. The formation of antiphase-boundary tubes in Ni₃Al. *Phil. Mag. A*, v.73, p.1159-1171, 1996.
- SHIBAYANAGI, T.; SUMIMOTO, K., UMAKOSHI, Y. Grain rotation in Ni₃Al. *Scripta Mater.* v.34, n.9, p. 1491-1495, 1996.
- SIMMONS, G.; WANG, H. Single Crystal elastic constants and calculated aggregate properties: a handbook. 2 ed., England: M.I.T. Press, 1971.
- SMITH, C.C.; LEAK, G.M. Grain boundary damping and the high-temperature background. *IL Nuovo Cimento*. v.33B, n.1, p. 388-397, 1976.
- SNOEK, J.L. *Physica*, v.8, 1941, p.711-724
- SPATIG, P.; BONNEVILLE, J. MARTIN, J.L. Activation Volume in the yield strength anomaly domain of Ni₃AlTa, *Mater. Res. Soc. Proc.*, MRS-94
- SPATIG, P. *Rôle de L'Activation Thermique dans la Plasticité de Composés Intermétalliques Ordonnés: Ni₃(Al,X)*, tese EPFL n.1407 (Doutoramento), Lausanne, Suíça, 1995.

- STEIN, D.F. A dislocations-dynamics treatment of microstrain. In: *Microplasticity*, New York: John Wiley, 1968, p.141-157.
- SUN, Y.Q. Structure of antiphase boundaries and domains. In: *Intermetallic compounds - principles and practice*. New York: John Wiley, 1995, v.1, p. 495-517.
- SUN, Y.Q. Diffraction contrast from the displacement field of antiphase-domain-boundary tubes, *Phil. Mag. A*, v.65, n.2, p. 287-309, 1992.
- TAKEUCHI, S.; KURAMOTO, E. Temperature and orientation dependence of the yield stress in Ni₃Ga single crystals. *Acta Metall.* v.21, p.415-425, 1973.
- TAKEUCHI, S.; SUZUKI, K.; ICHIHARA, M. Anomalous temperature dependence of the strength of nickel-based intermetallic compounds with the L1₂ structure. *Trans JIM*, v.20, p.263-268, 1979.
- TIMOSHENKO, S. *Resistance des Materiaux*, Paris, Librairie Polytechnique Béranger, 1963, p.268-277.
- THORTON, P.H.; DAVIES, R.G.; JOHNSTON, T.L. The temperature dependence of the flow stress of the γ' phase based upon Ni₃Al. *Metall. Trans.*, v.1, p.207-218, 1970.
- VAROTSOS, A.P.; ALEXOPOULOS, K.D. *Thermodynamics of point defects an their relation with bulk properties*. Oxford: North-Holland, 1986, p. 11-62.
- VEISSIERE, P., DOOUM, J., BEAUCHAMP, P. *Phil. Mag.*, v.59, p.469-481, 1985.
- WALLOW, F.; NEITE, G.; SCHOER, W.; NEMBACH, E. Stiffness constants, dislocation line energies, and tension of Ni₃Al and of the γ' -phases of NIMONIC 105 and of NIMONIC PE16. *Phys. Stat. Sol. (a)*, v.99, p.483-490, 1987.
- WELLER, M. Anelastic relation of point defects in cubic crystals. *Journal de Physique*, v.6, p. c8-63-72, Dec., 1996.
- WESTBROOK, J.H. *Trans. TMS-AIME*, v.209, p.898, 1957.
- WOIGARD, J.; AMIRAULT, J.P, DE FOUQUET.;J. Etude de la relaxation des joints de grains de l'argent de haute purete. *Acta Metall.*, v.22, p.1003-1014, 1974.
- WOIGARD, J.; Appareil permettant la mesure du frottement intérieur en fonction de la fréquence, destiné à l'étude du fond continu de haute température des métaux. *IL Nuovo Cimento*, v.33B, n.1, p. 424-433, 1976.
- WU, Y.P.; SANCHEZ, J.M.; TIEN, J.K. High temperature ordered intermetallic alloys IV'' (ed. C.T.Liu, A.I.Taub, N.S. Stoloff, C.C.Koch), *Mater. Res. Soc. Proc.*, v.133, p.119.

- YANG, Y.; BAKER, I. Recrystallization of FeAl and Ni₃Al with and without boron. *Scripta Mater.* v.34, n.5, p. 803-807, 1996.
- YOSHIDA, T.; SUGAI, S.; TANI, M.; MOTEGI, M.; MINAMIDA, H.; HAYAKAWA. *J. Physique.*, v.42, p.C5-1123, 1981.
- YOSHINARI, O.; TANAKA, K. Internal friction due to hydrogen jumps between tunnel systems in Nb-Ti alloy. *Phil. Mag. A*, v.74, n.2, p.495-507, 1996.
- YOO, M.H. On the Theory of Anomalous Yield Behavior of Ni₃Al - Effect of Elastic Anisotropy. *Scripta Met.*, v.20, p.915-920, 1986.
- ZENER, C. Élasticité et Anélasticité des Métaux. Paris: Dunod, 1955.
- ZENER, C. Stress induced preferential orientation of pairs of solute atoms in metallic solid solution. *Physical Rev.* , v. 71, n.1, p. 34-38, 1947