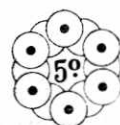




ANAIS

**5: Congresso Brasileiro
de Engenharia e
Ciência dos Materiais**



CBECIMAT

Porto Alegre/RS - Dezembro de 1982

Trabalho/Paper N.º 18

PP 155 - 164

"ESTUDO DA MOBILIDADE INTRÍNSECA DAS DESLOCAÇÕES EM NIÓBIO DE ALTA PUREZA"

Luis Filipe Carvalho Pedroso de Lima

Centro de Metalurgia Nuclear - IPEN - São Paulo

Willy Benoit

Escola Politécnica Federal de Lausanne - Suíça

SUMÁRIO - O pico γ , atribuído à formação de "kinks" duplos (FKD) nas deslocações em hélice, foi observado em nióbio de alta pureza. Este pico aparece a 270K (1Hz) e é instável. Para desenvolvê-lo e estabilizá-lo foram realizados alguns tratamentos termomecânicos especiais. Estudou-se a evolução do espectro de atrito interno em função destes tratamentos. A rede de deslocações em hélice criada pela deformação a baixa temperatura é instável e se rearranja em dois estágios: um estágio W (180K-240K) e um estágio X (280K-350K). A transformação realizada no estágio W e o efeito do tratamento de estabilização do pico γ foram observados através de microscopia eletrônica de transmissão (MET).

SUMMARY - The γ peak due to the double kink generation (DKG) along screw dislocations has been observed in high purity niobium. This peak appears at 270K (1Hz) and is unstable. Some special thermomechanical treatments have been realized in order to develop and stabilize this peak. The evolution of the internal friction spectra has been studied as a function of these treatments. The screw dislocations network created by low temperature deformation is unstable and rearranges in two stages: a W stage (180K-240K) and a X stage (280K-350K). The transformation accomplished in the W stage and the effect of the γ peak stabilization treatment have been observed by transmission electron microscopy.

1. Introdução

A deformação plástica de um sólido real é a consequência macroscópica do movimento de deslocações. A mobilidade destas deslocações está intimamente ligada a diferentes processos microscópicos. Estes processos para sobrepujar obstáculos podem ocorrer simultaneamente. Alguns sólidos, devido a características especiais de certos defeitos, apresentam alguns processos que ocorrem quase que de maneira isolada. Este é o caso dos metais de transição de estrutura cúbica de corpo centrado (ccc), nos quais as propriedades particulares das deslocações em hélice (1) são responsáveis por um aumento na tensão de cisalhamento crítica (TCC) com a diminuição da temperatura (2). A temperatura a partir da qual a TCC se torna atérmica é chamada temperatura de transição (T_c). À temperatura T_c as deslocações em hélice se tornam móveis sob a ação de uma pequena tensão aplicada, através da FKD termicamente ativada. Durante a medida de atrito interno tal FKD nas deslocações em hélice é responsável por um fenômeno de relaxação chamado pico γ . Este pico e suas características de relaxação foram recentemente estudadas extensivamente em diferentes metais ccc (3-6). A instabilidade deste pico está relacionada ao rearranjo da rede de deslocações em hélice, que é o assunto deste estudo.

2. Atrito Interno

2.1. Preparação das amostras

As amostras de nióbio procedentes da Materials Research Co. têm 100 ppm at de Ta como impureza metálica principal e 400 ppm at de impurezas intersticiais (H, O, C e N). A purificação destas amostras consistiu num tratamento de descarbonetação (3 horas a 2173K sob pressão de 10^{-6} Torr de oxigênio) seguida de um recozimento a alta temperatura (3 horas a 2500K à pressão de 7×10^{-10} Torr). Após estes tratamentos a concentração de átomos intersticiais deve ser cerca de 100 ppm at (3).

2.2. Experiência

As medidas de atrito interno e da frequência foram realizadas num pêndulo de torção invertido, a frequências de 0,7 e 1,3 Hz e num intervalo de temperatura de 77K a 347K. A amplitude de deformação máxima na superfície da amostra foi 10^{-6} e a velocidade de aquecimento foi de $1^\circ/\text{min}$.

2.3. Resultados

2.3.1. Picos γ , α_1 e α_2

O pico γ associado à FKD termicamente ativada nas deslocções em hélice foi observado recentemente em nióbio (3). Ele aparece a 270K a baixa frequência (1Hz) em acordo com as observações de deformação plástica ($T_c \approx 230K$).

Um estudo sistemático do efeito da amplitude e da temperatura de deformação mostrou as condições de deformação ótimas para observar uma relaxação importante. Elas são: $160K < T_{def} < 200K$ e $\epsilon_{def} \approx 5\%$.

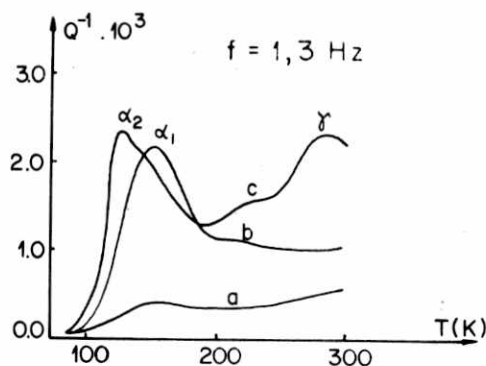
O pico γ geralmente se recoze num intervalo de temperatura situado do próximo à temperatura do seu máximo. Afim de estabilizar a rede de deslocções foi realizado um tratamento termomecânico especial. Este tratamento consistiu numa prédeformação de 3% em tração à temperatura ambiente, seguida de uma série (cerca de 15) de deformações sucessivas de 5% em torção a 200K com recozimentos lineares intercalados até à temperatura ambiente, sendo que os últimos cinco foram até 347K.

As características de relaxação do pico foram então determinadas: $E = (0,61 \pm 0,02)eV$, $\tau^\infty \approx 10^{-12}$ seg e ele é 1,3 vezes mais largo que um pico de Debye simples.

Os picos α_1 e α_2 , foram observados a 150K e 120K, respectivamente, a 1,3Hz. É geralmente aceito que estes picos sejam devidos à interação do hidrogênio com deslocções (7).

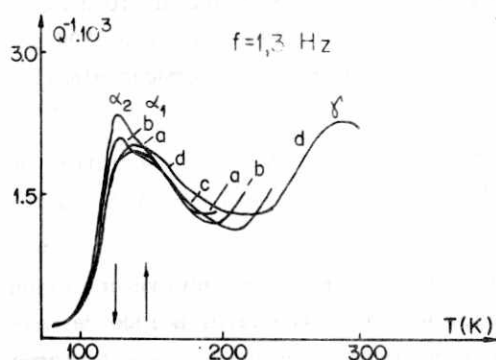
2.3.2. Influência da temperatura de deformação

Afim de colocar em evidência a influência da temperatura de deformação no espectro de atrito interno, foram escolhidas duas temperaturas de deformação, abaixo e acima de T_c . Na figura 1 estão apresentadas as curvas do atrito interno em função da temperatura de medida corres -



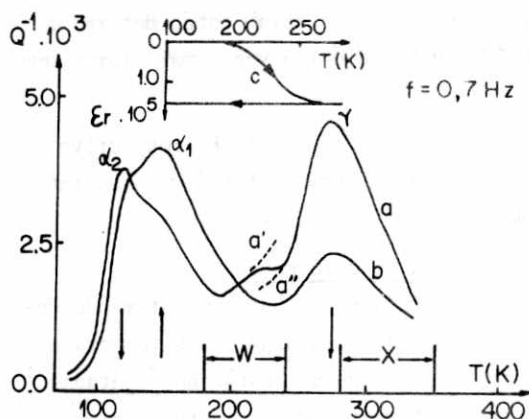
- a) Após desgasificação.
- b) Após deformação de 3% em tração à T_{amb} .
- c) Após deformação de 1% em torção a 160K.

Fig. 1 - Espectros de atrito interno em função da temperatura obtidos com amostras desgasificadas e submetidas aos tratamentos indicados.



- Após deformação de 1% a 160K.
- Após recozimento linear a 200K.
- Após recozimento linear a 240K.
- Após recozimento linear a 260K.

Fig.2 - Espectros de atrito interno em função da temperatura obtidos com uma amostra desgasificada e submetida aos tratamentos indicados.



- Após deformação de 5% a 200K.
- Após recozimento linear a 347K.

Fig.3 - Espectros de atrito interno em função da temperatura obtidos com uma amostra deformada à T_{amb} e, em seguida, submetida ao tratamento de estabilização do pico γ (parágrafo 2.3.1.). A figura inserida mostra o estágio de fluência (ϵ_r = deformação em torção medida na superfície da amostra) que acompanha sempre o estágio W.

influência do estágio W enquanto que o estágio X induz a transição da curva a para a curva b. A figura inserida mostra o estágio de fluência que tem lugar simultaneamente com o estágio W (curva c).

2.3.4. Conclusão

Em relação aos tratamentos termomecânicos estas experiências mostraram que os picos α_2 e γ evoluem de maneira semelhante, mesmo quando o

pondentes aos diferentes tratamentos indicados na figura. A diferença fundamental é que a deformação a baixa temperatura desenvolve principalmente os picos α_2 e γ (curva c), enquanto que a deformação à temperatura ambiente é responsável pelo pico α_1 . Parece clara a participação das deslocções em hélice nas relaxações α_2 e γ e das deslocções 71° no pico α_1 (3). No que concerne à interpretação destes picos, algumas observações recentes são significativas. Ritchie et al. (4) em ferro- α e Maul et al. (7) em nióbio observaram picos de atrito interno a 30K(0,5Hz) e 70K(1KHz), respectivamente. Estes picos foram interpretados como sendo devidos à FKD nas deslocções 71° . Além disso, Ritchie et al. (4) observaram uma variação da frequência a 4K que é associada à migração de "kinks" geométricos. A conexão entre a influência do hidrogênio nos picos α_1 e α_2 , e estas últimas interpretações levou-nos à seguinte conclusão: o hidrogênio interage com a FKD nas deslocções 71° no processo responsável pelo pico α_1 e com a migração dos "kinks" geométricos nas deslocções em hélice no processo responsável pelo pico α_2 . O pico γ é devido à FKD termicamente ativada nas deslocções em hélice (3).

2.3.3. Estágios de recuperação

A diferença de mobilidade entre as deslocções 71° e as deslocções em hélice nos metais ccc favorece o estudo da evolução do espectro de atrito interno em função dos tratamentos de recozimento. Como foi mencionado, as deslocções em hélice tornam-se móveis sob a ação de uma tensão aplicada baixa a temperatura próxima de T_c , enquanto que as deslocções 71° apresentam essa mobilidade a temperaturas bem mais baixas (-40K). Então é interessante introduzir deslocções em hélice no seu estado "congelado" ($T_{def} < T_c$) e seguir sua evolução com recozimentos a temperaturas próximas a T_c . Os recozimentos lineares realizados entre 180K e 350K mostraram dois estágios de recuperação, isto é, dois intervalos de temperatura de recozimento nos quais o espectro de atrito interno muda: estágio W (180K-240K) e estágio X (280K-350K). Na figura 2 estão apresentados os resultados obtidos com uma amostra desgasificada deformada 1% em torção a 160K (curva a) e, em seguida, submetida aos recozimentos lineares indicados na figura. As flechas sob as curvas indicam a posição e evolução dos picos α_2 e α_1 durante o estágio W. A curva a da figura 3 foi obtida com uma amostra desgasificada submetida ao tratamento de estabilização do pico γ , (parágrafo 2.3.1.) e, em seguida, deformada 5% em torção a 200K. A curva b foi obtida após um recozimento linear a 347K, temperatura correspondente ao estágio X. Estão mostrados os intervalos de temperatura correspondentes aos estágios W e X. As curvas tracejadas a' e a'' mostram a

pico α_1 apresenta uma evolução oposta, em amostras pré-deformadas à temperatura ambiente. Parece então que existe uma conexão entre os três picos e sua evolução.

Dois fenômenos diferentes podem ser responsáveis pela existência de dois estágios de recuperação e, como consequência, pela eliminação do pico γ . O primeiro pode ser um rearranjo da rede de deslocamentos em hélice e o segundo, um ancoramento destas deslocamentos por defeitos pontuais intrínsecos criados também pela deformação a baixa temperatura. Acreditamos que o rearranjo seja o processo mais provável porque o ancoramento das deslocamentos não pode ser responsável por: a) o estágio de fluência que ocorre simultaneamente com o estágio W, e que é devido a um movimento de deslocamentos, e b) o aumento da amplitude do pico α_1 com recozimentos no intervalo de temperatura correspondente ao estágio X. Um rearranjo de deslocamentos em hélice pode ser uma aniquilação de deslocamentos em hélice ou uma mudança na rede destas deslocamentos com a perda do caráter em hélice (8). Tentaremos responder a esta questão através das observações de MET.

3. Microscopia Eletrônica

3.1. Objetivo

O objetivo principal das observações de MET era a verificação da interpretação do estágio W: aniquilação parcial da rede de deslocamentos em hélice. As medidas de atrito interno com amostras tratadas de forma particular (parágrafo 2.3.1.) mostram uma estabilidade da rede de deslocamentos em hélice (figura 3, curva b). O segundo objetivo das observações de MET era verificar esta estabilidade.

3.2. Preparação das amostras

Amostras cilíndricas ($\phi = 3\text{mm}$, $l=50\text{mm}$) foram desgasificadas por aquecimento induzido magneticamente em condições de vácuo mencionadas na seção 2.1.. As amostras (A) foram preparadas após este tratamento de purificação, enquanto que as amostras (B) foram submetidas ao tratamento de estabilização do pico γ (parágrafo 2.3.1.). Após o corte por eletroerosão obtivemos algumas placas ($7 \times 3 \times 0,2\text{mm}^3$) apresentando normal $\langle 110 \rangle$ à superfície. Após o tratamento de afinamento a espessura das amostras era de cerca de 1500 a 2000 Å numa região situada de 3 a 6 μm do buraco.

3.3. Resultados e discussão

A experiência consistiu na criação de uma rede de deslocamentos através da deformação "in situ" a baixa temperatura no microscópio eletrônico e na observação de sua evolução durante o aquecimento. A figura 4

mostra quatro fotografias que foram tiradas de um filme que apresenta mais detalhes. Esta sequência foi escolhida entre 40K e 222K. A figura 4a mostra a rede de deslocações a 40K após duas séries (deformação a 40K seguida de recozimento linear a 245K). A aplicação de uma força crescente até 1,4N cria a rede de deslocações em hélice mostrada na figura 4b. Durante o aquecimento realizado à velocidade de $1^{\circ}/\text{min}$, uma força pequena constante ($F=0,1\text{N}$) foi aplicada à amostra afim de mantê-la plana. As

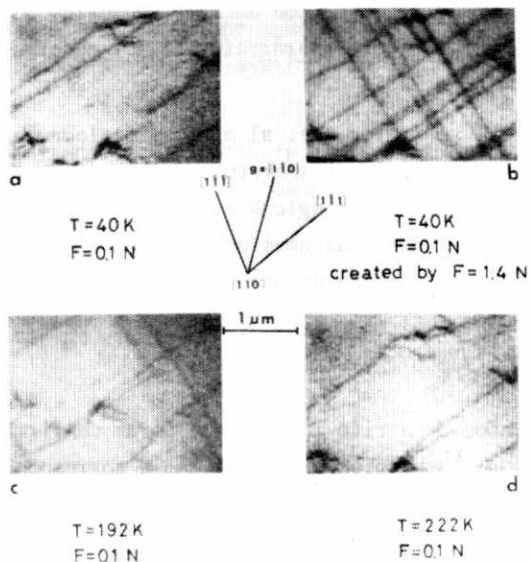


Fig. 4 - Arranjos de deslocações observados durante as experiências de deformação "in situ" a baixa temperatura no microscópio eletrônico.

figuras 4c e 4d mostram a rede de deslocações observada a temperaturas no intervalo de temperatura correspondente ao estágio W. Podemos notar que as longas deslocações em hélice, criadas pela deformação a baixa temperatura, desapareceram. No filme observamos que algumas das deslocações em hélice não são eliminadas pelo recozimento linear a 245K. Acreditamos que estas deslocações sejam responsáveis pelo pico γ .

A figura 5 mostra a rede de deslocações existente a 270K numa amostra submetida ao tratamento de estabilização do pico γ . Podemos observar uma rede de deslocações composta por deslocações médias e longas ancorados em alguns aglomerados de deslocações.



T = 270 K
F = 01 N

Fig.5 - Arranjo de deslocações de uma amostra submetida ao tratamento de estabilização do pico γ (parágrafo 2.3.1.) observado no microscópio eletrônico a 270K.

As observações de MET mostraram que: a) algumas deslocações em hélice criadas pela deformação a baixa temperatura desaparecem no intervalo de temperatura correspondente ao estágio W e, b) existe a 270K uma rede de deslocações estável que contem algumas deslocações em hélice. Pode ser excluída a possibilidade de ancoramento, mas é muito difícil definir o processo de rearranjo.

4. Conclusão

Os resultados de atrito interno que foram confirmados por observações de MET são: a) o estágio de recuperação W corresponde a um rearranjo da rede de deslocações em hélice e, b) o tratamento termomecânico que consiste numa série de deformações (cerca de 15) a baixa temperatura (200K) intercaladas por recozimentos lineares à temperatura ambiente, sendo os cinco últimos até 347K, é eficiente para estabilizar a rede de deslocações em hélice.

5. Bibliografia

- (1) Seeger, A. e Wüthrich, C.; Dislocation Relaxation Processes in Body-Centered Cubic Metals: Il Nuovo Cimento, Vol. 33B pg.38-75 (1976).
- (2) Dorn, J.E. e Rajnak, S.; Nucleation of Kink Pairs and the Peierls' Mechanism of Plastic Deformation; Trans. Met. Soc. AIME, vol. 230 pg. 1052-1064 (1964).
- (3) De Lima, F. e Benoit, W.; Internal Friction Study of Dislocation Mobility in Deformed Niobium; Phys. Stat. Sol. (a), Vol. 67 pg. 565-572 (1981).
- (4) Ritchie, I.G., Dufresne, J.F. e Moser, P.; Internal Friction in Deformed Hydrogen-Doped Iron: Phys. Stat. Sol. (a), Vol. 52, pg. 331-340 (1979).

- (5) Astié, P., Peyrade, J.P. e Groh, P.; Pics de Relaxation des Dislocations dans le Fer après Deformation à Basse Temperature; Scripta Metall., Vol. 14, pg. 611-616 (1980).
- (6) Schultz, H., Rodrian, U. e Maul, M.; Dislocation Internal Friction Peaks in B.C.C. Metals; Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids (edited by C.C. Smith), pg. 19-24, Pergamon Press, Oxford (1980).
- (7) Maul, M. e Schultz, H.; On the α Relaxation and the Hydrogen Cold-Work Peak (Snoek-Koester Relaxation) in Group V Transition Metals; a ser publicado.
- (8) Astié, P., Peyrade, J.P. e Groh, P.; Microdeformation Liée à la Relaxation des Dislocations Vis dans le Fer; Scripta Metall., Vol. 15, pg. 477-482 (1981).