



**ESTUDO DO ATRITO INTERNO EM Ti PURO  
DEFORMADO E IRRADIADO**

**Lígia T. Miyada**

**DISSERTAÇÃO E TESE - IEA 135  
IEA - DT - 135**

**AGÔSTO/1979**

## **CONSELHO DELIBERATIVO**

### **MEMBROS**

**Klaus Reinach -- Presidente**

**Roberto D'Utra Vaz**

**Helcio Modesto da Costa**

**Ivano Humbert Marchesi**

**Admar Cervellini**

### **PARTICIPANTES**

**Regina Elisabete Azevedo Beretta**

**Flávio Gori**

## **SUPERINTENDENTE**

**Rômulo Ribeiro Pieroni**

**ESTUDO DO ATRITO INTERNO EM Ti PURO  
DEFORMADO E IRRADIADO**

Lígia T. Miyada

Disertação para obtenção do Título de "Mestre em Ciências" – Orientador Prof. Dr. Shigeko Watanabe. Apresentada e defendida em 28 de junho de 1977, no Instituto de Física da Universidade de São Paulo.

Série DISSERTAÇÃO E TESE IEA

**INIS Categories and Descriptors**

**A13**

**Titanium**

**Internal friction**

**Plasticity**

**Deformation**

**Stress relaxation**

**Discolations**

---

**Nota: A redação, ortografia e conceitos são de responsabilidade dos autores.**

## SUMÁRIO

Página

INTRODUÇÃO .....	1
<b>CAPÍTULO I</b>	
TEORIA FENOMENOLÓGICA DA ANELASTICIDADE .....	3
1.1 – Introdução .....	3
1.2 – Características de um Fenômeno de Anelasticidade .....	7
1.3 – Atrito Interno .....	8
<b>CAPÍTULO 2</b>	
ANELASTICIDADE DEVIDO ÀS DISCORDÂNCIAS .....	8
2.1 – Teoria de Granato e Lucke .....	9
2.1.a – Atrito Interno Devido à Ressonância das Discordâncias .....	9
2.1.b – Atrito Interno dependente da Amplitude .....	9
2.2 – Picos de Bordoni .....	12
2.2.1 – Teorias do Pico de Bordoni .....	12
2.2.1.a – Relaxação Devida à Criação de Pares de “Kinks” .....	14
2.2.1.b – Relaxação Devida à Difusão de “Kinks” .....	18
2.2.1.c – Modelo de Dissociação de Discordâncias .....	18
2.2.1.d – Movimento de “Jogs” .....	18
2.2.1.e – Reorientação de Dipolos de Discordâncias .....	18
2.3 – Picos de Hasiguti .....	19
2.3.1 – Modelos Teóricos .....	19
<b>CAPÍTULO 3</b>	
MÉTODO EXPERIMENTAL .....	26
3.1 – Aparelhagem Mecânica .....	26
3.2 – Regulagem da Temperatura .....	26
3.3 – Medida do Período de Oscilação .....	26
3.4 – Medida do Atrito Interno .....	26
3.5 – Deformação da Medida .....	26
3.6 – Preparação das Amostras .....	26
3.6.1 – Tratamento Térmico .....	29
3.6.2 – Deformação Plástica .....	29

3.6.2.a – Deformação por Tração .....	29
3.6.2.b – Deformação por Laminação .....	29
3.6.2.c – Deformação por Torção .....	29
3.6.3 – Irradiação .....	30
 <b>CAPÍTULO 4</b>	
<b>RESULTADOS EXPERIMENTAIS .....</b>	<b>30</b>
4.1 – Amostra Bruta (“as-received”) .....	30
4.2 – Atrito Interno em Função da Taxa de Deformação Plástica .....	30
4.3 – Comportamento em Função de Recozimentos Isócronos .....	33
4.4 – Influência da Amplitude de Deformação de Medida Sobre o Pico $P_d$ .....	33
4.5 – Influência do Tipo de Deformação Plástica .....	33
4.6 – Influência da Dose de Irradiação Neutrônica .....	38
4.6.a – Amostra Deformada 8% por Tração .....	38
4.6.b – Amostra Bruta .....	38
4.7 – Comportamento de $P_\alpha$ com Recozimentos .....	38
4.8 – Influência de Recozimentos Prévios à Irradiação .....	42
 <b>CAPÍTULO 5</b>	
<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>42</b>
5.1 – Energias de Ativação para a Relaxação .....	42
5.2 – Picos $P_d$ e $P'_d$ .....	46
5.2.1 – Cálculo das Tensões de Peierls .....	47
5.3 – Picos $P_\alpha$ e $P'_\alpha$ .....	49
5.3.1 – Verificação da Teoria de Schiller para o Pico $P'_\alpha$ .....	49
 <b>CAPÍTULO 6</b>	
<b>CONCLUSÕES E SUGESTÕES .....</b>	<b>51</b>
6.1 – Deduzimos deste Estudo, as Seguintes Principais Conclusões .....	51
6.2 – Sugestões para Trabalhos Posteriores .....	52
 <b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>53</b>

# "ESTUDO DO ATRITO INTERNO EM Ti PURO DEFORMADO E IRRADIADO"

Lígia T. Miyada

## RESUMO

Estudamos o atrito interno e o defeito de módulo em Ti puro, a baixa temperatura, utilizando um pêndulo de torção invertido, no intervalo de 1 Hz.

Detectamos a presença de quatro picos de relaxação,  $P'_d$  ( $-140^\circ\text{C}$ ),  $P_d$  ( $-101^\circ\text{C}$ ),  $P'_\alpha$  ( $-75^\circ\text{C}$ ) e  $P_\alpha$  ( $-50^\circ\text{C}$ ), e investigamos, detalhadamente, o efeito de deformação plástica, tratamento térmico e irradiação neutrônica sobre estes picos. As energias de ativação e fatores de frequência calculados concordam com os dados encontrados, a frequência mais alta, por outros autores.

Os picos  $P_d$  e  $P'_d$  crescem após deformação e tendem a decair após recozimento a altas temperaturas, ou após irradiação com nêutrons. Ambos os picos são interpretados em termos de mecanismos de relaxação de discordâncias (tipo Bordoni), que surgem do movimento termicamente ativado destas em diferentes planos de deslizamento em estruturas h.c. As tensões de Peierls de discordância que dão origem a cada um dos picos foram calculadas com base na teoria de Seeger, sendo consistentes com as encontradas para metais c.f.c.

Por outro lado, os picos  $P_\alpha$  e  $P'_\alpha$  crescem, significativamente, às expensas de  $P_d$  e  $P'_d$ , após irradiação com nêutrons, em amostras deformadas. O comportamento desses picos em função da dose de irradiação e temperatura de recozimento, dá uma forte indicação de que estes sejam devidos a relaxação provenientes de interações discordâncias-defeitos puntiformes (tipo Hasiguti). Sugerimos que os picos  $P_\alpha$  e  $P'_\alpha$  estejam relacionados, respectivamente, com interações de discordâncias com divacâncias. Uma aplicação do modelo de Schiller mostrou resultados coerentes para o pico  $P'_\alpha$  em relação ao observado experimentalmente.

## INTRODUÇÃO

Materiais deformados plasticamente apresentam, entre outros, dois tipos de defeitos: lineares, que são as discordâncias, e puntiformes, constituídos de intersticiais e vacâncias<sup>(24)</sup>.

A técnica de atrito interno, permite o estudo do comportamento dos defeitos citados dentro de um cristal. O movimento das discordâncias, bem como sua interação com defeitos puntiformes, resulta em picos de relaxação que ocorrem, em geral, a baixas temperaturas. Irradiação com nêutrons provoca o aparecimento de defeitos puntiformes, permitindo relacionar o efeito dos mesmos ao movimento livre das discordâncias.

Em metais de estrutura c.f.c., deformados plasticamente, BORDONI<sup>(3)</sup> evidenciou, em 1949, um fenômeno de relaxação que atribuiu ao movimento termicamente ativado das discordâncias. Largamente estudado desde então, em metais c.f.c. (28,18,5,38,39,36), o pico de BORDONI é de interesse,

Aprovada para publicação em outubro/1978.

principalmente, porque muitos autores acreditam que ele ocorre devido ao movimento de discordâncias livres, sem a necessidade da presença de outros tipos de imperfeições na rede; acreditam, também, que tais estudos devam permitir a determinação do potencial de PEIERLS<sup>(13)</sup>.

Em metais c.c.c. e h.c. ocorre o mesmo tipo de relaxação; o comportamento dos picos, entretanto, é ligeiramente diferente do observado em metais c.f.c., e os resultados experimentais até agora existentes, não são suficientes para caracterizá-los como picos de BORDONI.

CASWELL<sup>(12)</sup> evidenciou um efeito de relaxação em Mg (h.c.) policristalino. Não levou em consideração, contudo, a influência de recozimento e deformação prévia.

BORDONI et al<sup>(4)</sup> estudaram monocristais de Zn (h.c.), observando um largo pico de relaxação. O fenômeno foi atribuído à relaxação de discordâncias, como no caso de metais c.f.c.

TSUI e SACK<sup>(53)</sup> encontraram um largo pico de atrito interno, do tipo BORDONI, em Mg deformado. A altura do pico dependia da quantidade de deformação plástica, e a temperatura de seu máximo era tanto menor quanto maior a deformação plástica. Em estudos com monocristais de Mg, a variação do pico com a orientação do cristal indicou que o mesmo era causado pelo movimento de discordâncias no plano basal (0001).

HASIGUTI et al<sup>(21)</sup> estudaram o atrito interno em metais de diferentes estruturas, deformados, entre eles Ti, Zr e Co. Nestes metais, de estrutura h.c., observaram um pico largo, estável a temperatura ambiente, acompanhado por um pico satélite a temperatura mais baixa. Esses autores preferiram interpretar o fenômeno como sendo devido à interação de discordâncias com defeitos puntiformes sem, contudo, excluir a possibilidade de uma relaxação do tipo BORDONI.

POVOLO e BISOGNI<sup>(44)</sup> explicaram o pico observado em Zr deformado, como devido à interação de discordâncias com átomos de hidrogênio.

SAVINO e BISOGNI<sup>(46,47)</sup> estudaram a influência de impurezas na altura e na posição do pico em Zr deformado. Observaram que a altura aumentava e a temperatura do pico diminuía com pureza crescente. O pico desaparecia à temperatura abaixo da temperatura de recristalização. Não concluíram, contudo, se o pico se relacionava a alguma propriedade intrínseca das discordâncias, ou à interação de alguma configuração estável de defeitos puntiformes com discordâncias.

PETIT et al<sup>(42)</sup>, trabalhando com Zr e Ti de várias purezas, detetaram comportamentos semelhantes nos dois metais, quanto à quantidade de deformação e recozimentos. Esses autores observaram dois picos de atrito interno: um, cuja temperatura não é afetada pela pureza da amostra, ao qual atribuíram um mecanismo próprio das discordâncias, e outro a temperatura mais alta, muito sensível à pureza e à deformação, ao qual sugeriram um mecanismo de interação discordâncias-impurezas. Observaram, ainda, o processo de envelhecimento dinâmico desses metais, após deformação à baixas temperaturas<sup>(41)</sup>.

PICHON et al<sup>(43)</sup> observaram em Ti deformado à temperatura ambiente, um pico de relaxação análogo ao observado por HASIGUTI et al<sup>(21)</sup>. Este pico não aparece, contudo, quando a deformação é realizada à temperatura do nitrogênio líquido, a menos que a amostra seja previamente irradiada.

PETIT e QUINTARD<sup>(40)</sup> estenderam os estudos de PETIT et al<sup>(42)</sup> em Ti deformado no domínio de baixas temperaturas, calculando as energias de ativação dos picos.

Outro tipo de relaxação, caracterizado como uma interação discordâncias-defeitos puntiformes, pode ainda ser observado em materiais deformados plasticamente. HASIGUTI et al<sup>(21)</sup> evidenciaram esta interação sob a forma de vários picos de atrito interno à baixa temperatura, relativamente instáveis à temperatura ambiente, em metais c.f.c. Após estes, muitos estudos vêm sendo realizados, em metais de estrutura c.f.c., principalmente, em Cu e Au<sup>(9,37,26,2,32)</sup>. Entretanto, o mecanismo que rege esse

fenômeno, não foi ainda estabelecido, sendo necessário muitos estudos experimentais, adicionais. Em Ti, que é h.c., foi encontrado apenas um indício da existência deste fenômeno<sup>(21)</sup>.

Observa-se, assim, que em metais de estrutura h.c., em particular no Ti, não está ainda esclarecida a natureza dos fenômenos observados, após deformação plástica, por medidas de atrito interno.

O presente trabalho visa contribuir para o estudo das características dos fenômenos de relaxação observados em Ti puro, em regime de baixas frequências. Para tanto, procuramos relacionar defeitos criados no material através da deformação plástica, e defeitos criados por irradiação neutrônica.

Os estudos foram dirigidos no sentido de tentar caracterizar os picos de atrito interno observados, quanto ao comportamento em relação a vários tratamentos, sejam estes mecânicos, térmicos ou de irradiação neutrônica.

## CAPÍTULO 1

### TEORIA FENOMENOLÓGICA DA ANELASTICIDADE

#### 1.1 – Introdução

Atrito interno é definido como a capacidade de um sólido vibrante em converter sua energia de vibração em calor, mesmo quando não há contato térmico com o meio exterior. A manifestação mais comum de atrito interno é o amortecimento, ou decaimento da amplitude de vibração, de um corpo oscilando livremente.

De acordo com a teoria clássica da elasticidade, um sólido perfeitamente elástico, sob condições oscilatórias, não sofre amortecimento, pois a tensão ( $\sigma$ ) e a deformação ( $e$ ) no material, estão sempre em fase. As duas quantidades relacionam-se monotonicamente e, sob condições estáticas, esta relação se desvia da lei de Hooke, somente quando a deformação for grande.

Pode-se dizer, assim, que o amortecimento é uma consequência do comportamento não-elástico do material. Tal amortecimento surge devido às discordâncias e defeitos puntiformes, que existem, normalmente, na rede cristalina. Entretanto, a ocorrência de um comportamento não-elástico, não significa apenas a existência de uma defasagem entre tensão e deformação. A equação que relaciona estas duas quantidades não é, nesse caso, uma proporcionalidade, mas assume uma forma generalizada na qual devem haver, por exemplo, termos que envolvam derivadas no tempo.

ZENER<sup>(56)</sup> definiu a anelasticidade, como a propriedade dos sólidos em virtude da qual, tensão e deformação não são funções biunívocas, no intervalo de baixas tensões.

O modelo mecânico que descreve o comportamento anelástico de um material, é conhecido como "sólido linear padrão"<sup>(56)</sup>. Seu comportamento mecânico é ilustrado na Figura 1.1.

A equação matemática que representa o comportamento deste sólido é dada como:

$$\sigma + \tau_e \dot{\sigma} = M_R (e + \tau_\sigma \dot{e}) \quad 1.1$$

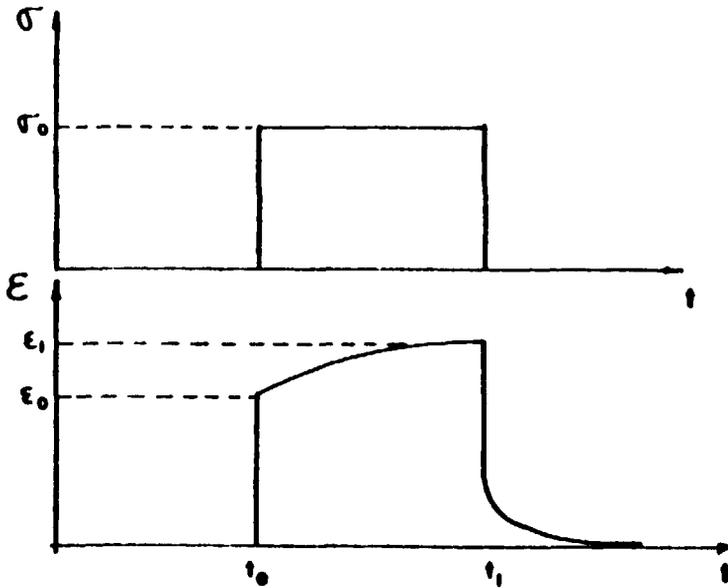


Figura 1.1 – Comportamento Mecânico de um Sólido Linear Padrão  $\sigma$  = tensão;  $\epsilon$  = deformação;  $t$  = tempo

$\tau_\epsilon$  = tempo de relaxação da tensão, sob condições de deformação constante

$\tau_\sigma$  = tempo de relaxação de deformação, sob condições de tensão constante

$M_R$  = módulo elástico (valor do módulo após terem ocorrido todas as relaxações).

Os tempos de relaxação são definidos como sendo os tempos para a relaxação da propriedade, para 1/e do seu valor original.

No caso em que tensão e deformação são funções harmônicas, tem-se:

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad e \quad \epsilon = \epsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)} \quad 1.2$$

onde  $\omega = 2\pi f$  = frequência angular de vibração, sendo  $f$  a frequência;  $\sigma_0$  = amplitude da tensão;  $\epsilon_0$  = amplitude da deformação.

Substituindo na relação tensão-deformação, eq 1.1 temos:

$$\sigma_0 = M_R \left[ \frac{1 + i\omega\tau_\sigma}{1 + i\omega\tau_\epsilon} \right] \epsilon_0 \quad 1.3$$

ou

$$\sigma_0 = \mu \epsilon_0$$

$$\mu = \frac{1 + i\omega\tau_\sigma}{1 + i\omega\tau_\epsilon} M_R \quad \text{é o módulo complexo} \quad 1.4$$

isto é, a deformação está defasada da tensão e energia é absorvida pelo sólido em vibração.

Se  $\phi$  é o ângulo de defasagem, então:

$$\operatorname{tg} \phi = \frac{\omega (\tau_{\sigma} - \tau_{\epsilon})}{1 + \omega^2 \tau_{\sigma} \tau_{\epsilon}} \quad 1.5$$

Definindo o módulo elástico não relaxado como:

$$M_U = \frac{\tau_{\sigma}}{\tau_{\epsilon}} M_R \quad 1.6$$

e introduzindo as médias geométricas:

$$\tau = (\tau_{\sigma} \tau_{\epsilon})^{1/2} \quad \text{e} \quad M = (M_U M_R)^{1/2} \quad 1.7$$

a equação 1.5 pode ser reescrita como:

$$\operatorname{tg} \phi = \frac{M_U - M_R}{M} \cdot \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2} \quad 1.8$$

Esta função é conhecida como a função de relaxação de DEBYE; o 2º fator mostra a dependência de  $\operatorname{tg} \phi$  com a frequência. Se se representa esta função em um gráfico com  $\log \omega \tau$ , obtém-se uma curva de atrito interno, simétrica, como a representada na Figura 1.2. A curva atinge um máximo, quando  $\omega \tau = 1$  (frequência de ressonância), e tende a zero, para altas e baixas frequências.

$$\operatorname{tg} \phi_{\max} = \frac{M_U - M_R}{2 M} \quad 1.9$$

Associada ao pico de relaxação, observa-se uma variação no módulo. Da equação 1.4, o módulo dinâmico é definido como:

$$M_{\omega} = \left[ \frac{1 + \omega^2 \tau_{\sigma}^2}{1 + \omega^2 \tau_{\sigma} \tau_{\epsilon}} \right] M_R \quad 1.10$$

que também é uma função da frequência. Considerando-se a equação 1.6, tem-se:

$$M_{\omega} = M_U - \frac{M_U - M_R}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad 1.11$$

Nos casos de frequências muito altas ou muito baixas, o módulo dinâmico se reduz aos limites  $M_U$  e  $M_R$ , respectivamente. A variação de  $M_\omega$  atinge um máximo, quando  $\omega\tau = 1$ , correspondendo ao máximo de  $\text{tg } \phi$  como mostra a Figura 1.2.

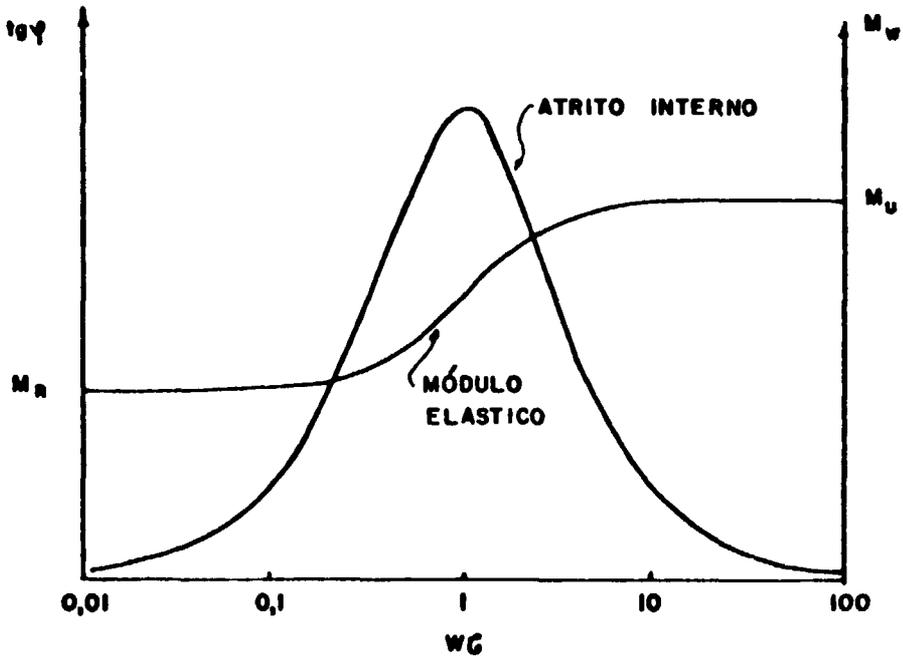


Figura 1.2 – Variação do Atrito Interno e do Módulo Elástico com a Frequência

A relação tensão-deformação é representada, vetorialmente, na Figura 1.3. A componente anelástica da deformação  $\epsilon_2$  (deformação reversível mas não-elástica, causada pela aplicação da tensão), pode ser resolvida em uma componente em fase com a tensão,  $\epsilon_2'$ , e uma componente defasada de  $90^\circ$ ,  $\epsilon_2''$ .

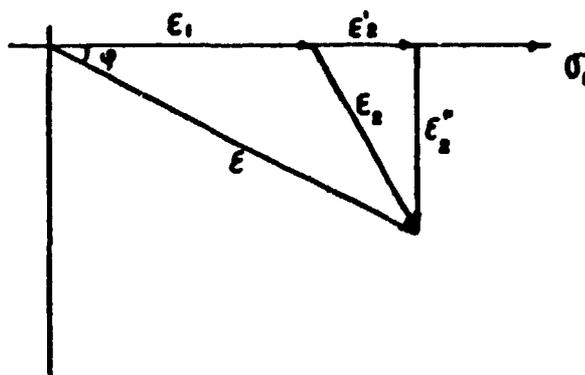


Figura 1.3 – Representação Vetorial da Tensão  $\sigma$ , Deformação Elástica  $\epsilon_1$ , e Deformação Anelástica  $\epsilon_2$ , para um Sólido Linear Padrão

Na Figura 1.3 observa-se que:

$$\hat{\epsilon} = \hat{\epsilon}_1 + \hat{\epsilon}_2 = \epsilon_1 + \epsilon_2' - i\epsilon_2''$$

A componente de deformação anelástica, produzida por uma tensão altamente, , em fase com a deformação resulta em um defeito de módulo, definido como:

$$\frac{\Delta M}{M} = \frac{\epsilon'_2}{\epsilon_1} = \frac{M_U - M_R}{M} \quad 1.13$$

Da equação 1.9. tem-se, para um tempo de relaxação simples:

$$\text{tg } \phi_{\text{max}} = \frac{\epsilon''_2}{\epsilon_1} = \frac{\Delta M}{2M} \quad 1.14$$

Em resumo, um sólido linear padrão dá origem a um efeito de relaxação mecânica, descrito pelas equações 1.8 e 1.11. A deformação anelástica produzida por uma tensão oscilante em tal sólido, é fortemente dependente da frequência; a componente desta deformação em fase com a tensão, é proporcional ao defeito de módulo, e a componente defasada de 90°, é proporcional ao atrito interno.

## 1.2 – Características de um Fenômeno de Anelasticidade

Quando se observa um fenômeno de relaxação, há quatro grandezas de interesse a considerar:

- 1) Força de relaxação – determina a altura do pico, que é uma medida do número de unidades relaxantes na amostra, e da quantidade de deformação anelástica com que cada unidade relaxante contribui.
- 2) Tempo de relaxação – determina a posição do pico na escala de temperatura. Medindo-se um efeito de relaxação em diferentes frequências, pode-se determinar a dependência do tempo de relaxação com a temperatura.

A energia de ativação  $E$  do processo de relaxação pode ser determinada através da relação de **ARRHÉNIUS**:

$$f = f_0 e^{-E/kT} \quad 1.15$$

onde  $T$  é a temperatura absoluta e  $f_0$ ,  $E$  e  $k$  são, respectivamente, fator de frequência, energia de ativação e constante de BOLTZMANN. Variando a frequência, obtém-se um gráfico de  $\log f$  versus  $1/T$ , e a energia de ativação é determinada pelo coeficiente angular da reta.

- 3) Forma do pico – é descrita, freqüentemente, através da largura do pico, ou seja, a separação na temperatura, ou no inverso desta, dos pontos onde o atrito interno devido ao efeito de relaxação atinge a metade do seu valor máximo. Em um gráfico com o inverso da temperatura, a forma do pico é simétrica, se o tempo de relaxação obedece à equação de Arrhénius (eq. 1.15), e se a força de relaxação é independente, ou muito pouco dependente, da temperatura.
- 4) Defeito de módulo – causa uma variação da frequência de ressonância da amostra, no intervalo de temperatura do pico de amortecimento.

$$\frac{\Delta E}{E_0} = \frac{E - E_0}{E_0} \approx \frac{2(f - f')}{f'} \approx -\frac{2(\theta' - \theta)}{\theta} \quad 1.16$$

$E, f, \theta$  = módulo de Young, frequência e período do cristal contendo defeitos.

$E_0, f', \theta'$  = módulo de Young, frequência e período do cristal sem defeitos.

### 1.3 – Atrito Interno

Em regime de vibração livre, o sólido, uma vez excitado, continua oscilando sem a aplicação de forças externas ao sistema.

A medida fundamental de atrito interno é a razão  $\Delta W/W$ , onde  $W$  é a energia vibracional e  $\Delta W$  a perda de energia vibracional por ciclo.

O logaritmo natural da razão entre as amplitudes inicial e final de um certo número de vibrações sucessivas, define a quantidade  $\underline{\delta}$ , denominada decremento logarítmico.

$$\delta = \frac{1}{n} \ln \frac{A_0}{A_n} \quad 1.17$$

$A_0$  = amplitude da vibração inicial

$A_n$  = amplitude da vibração final

Quando a quantidade  $\underline{\delta}$  é pequena, ela é também igual ao decréscimo fracional da amplitude de vibração por ciclo. Sendo a energia vibracional proporcional ao quadrado da amplitude, segue-se que:

$$\delta = \frac{\Delta W}{2W}, \quad (\delta \text{ pequeno}) \quad 1.18$$

Para pequenos valores de atrito interno, geralmente definido por  $Q^{-1}$ , tem-se:

$$Q^{-1} = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W} = \frac{\delta}{\pi} \quad 1.19$$

## CAPÍTULO 2

### ANELASTICIDADE DEVIDO ÀS DISCORDÂNCIAS

Se uma tensão alternante aplicada a um cristal, contém uma componente na direção de deslizamento de uma discordância, pode-se observar um efeito de amortecimento.

Num cristal deformado, com um certo número de átomos de impureza, o comprimento de uma linha de discordância pode ser determinado pela intersecção das discordâncias (nodos = pontos de ancoramento fortes) e pelas partículas de impureza (pontos de ancoramento fracos).

A equação geral que descreve o movimento, numa direcção  $y$ , de uma discordância ancorada por impurezas, tem a forma:

$$A \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} + B \frac{\partial y}{\partial t} - \mu \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} + \sigma_p b + \rho(x) \frac{dE(y)}{dy} = \sigma b \quad 2.1$$

O primeiro termo é a força inercial, sendo  $A$  a massa efetiva de discordância por unidade de comprimento; o segundo termo exprime a viscosidade experimentada pela discordância em movimento, devido à dispersão dos fónons, onde  $B$  é a constante de amortecimento viscoso da discordância; o terceiro termo é a força devido à tensão de linha de uma discordância encurvada, sendo  $\mu$  a tensão de linha; o quarto termo descreve a força devida à tensão periódica interna ( $\sigma_p$  = tensão de PEIERLS). O quinto termo descreve uma força de restauração que é dependente da amplitude de deformação:  $\rho(x)$  é a densidade de pontos de ancoramento ao longo da linha de discordância ( $y=0$ ), e  $E(y)$  é a energia de interação entre um ponto de ancoramento e a discordância. Finalmente,  $\sigma b$  exprime a força exercida pelas tensões externas, sobre o elemento de discordância; esta força é sempre perpendicular à discordância.

Na equação acima, 3 termos contribuem para o atrito interno:

$$B \frac{\partial y}{\partial t}, \quad \sigma_p \cdot b, \quad \text{e} \quad \rho(x) \frac{dE}{dy} \quad 2.2$$

O 1º termo leva a um amortecimento dinâmico, descrito pela equação 2.3; o 2º termo leva a um amortecimento do tipo BORDONI, de formação de "kinks", e o 3º termo a uma relaxação do tipo HASIGUTI. Os dois últimos termos são descritos nos itens 2.2 e 2.3.

## 2.1 – Teoria de Granato e Lücke

O movimento das discordâncias em uma rede cristalina foi descrito por vários autores, sendo o modelo mais simples, o da corda vibrante, introduzido por KOEHLER<sup>(25)</sup> e GRANATO-LUCKE<sup>(17)</sup>. Estes últimos partem da equação 2.1, desprezando os termos referentes à tensão de PEIERLS e à interação discordâncias-defeitos puntiformes.

A Figura 2.1 mostra uma possível configuração de equilíbrio de uma discordância, ancorada, inicialmente, ao longo de  $x$ , sob a ação de uma tensão. Para pequenas tensões aplicadas, os segmentos de discordâncias (loops)  $L_c$ , determinados pelos átomos de impureza, curvam e continuam a curvar-se até que a tensão se torne suficientemente grande para desancorá-los. Este comportamento leva a dois tipos de amortecimento, um dinâmico e outro estático, que serão descritos a seguir.

### 2.1.a – Atrito Interno Devido à Ressonância das Discordâncias

O amortecimento dinâmico surge devido ao fato de que o movimento do loop de discordância é oposto a algum mecanismo de amortecimento; ocorre assim, uma defasagem com uma tensão oscilante e portanto, um decremento e uma variação no efeito de módulo.

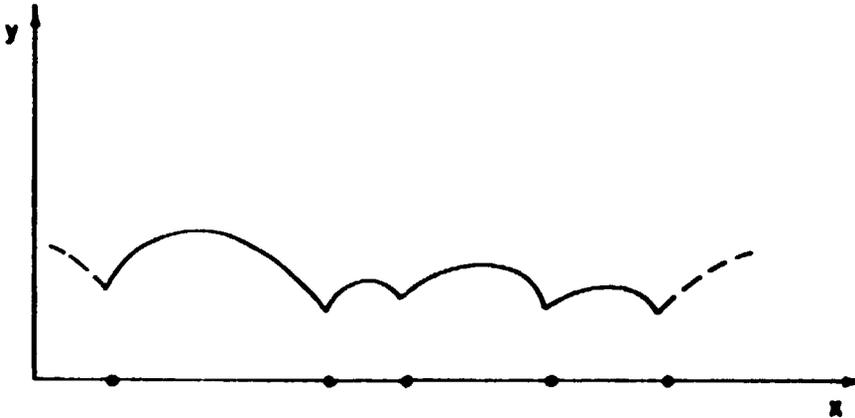


Figura 2.1 – Configuração de Equilíbrio Possível, para uma Discordância Ancorada, sob a ação de uma Tensão

Este tipo de amortecimento é dependente da frequência, pois tem um caráter do tipo ressonante, e é descrito pela equação 2.3:

$$\Delta_1 = \frac{\Omega \Delta_o \Lambda L_c^4 B \omega}{\pi^2 \mu} \quad 2.3$$

$\omega$  = frequência de vibração

$\Lambda$  = comprimento total da linha de discordância por unidade de volume

$$\Delta_o = \frac{(1 - \nu)}{\pi^2} \quad , \quad \nu = \text{constante de Poisson}$$

$\Omega$  = fator de orientação

Para baixas frequências, o movimento do loop está em fase com a tensão aplicada e o decremento é pequeno. Próximo à frequência de ressonância (10 ~ 100 MHz) determinada pelo comprimento do loop, o movimento está defasado de 90 graus, e o decremento é um máximo. Para frequências muito altas, o movimento está defasado de meio-ciclo da tensão aplicada e o decremento se torna um mínimo.

#### 2.1.b – Atrito Interno Dependente da Amplitude

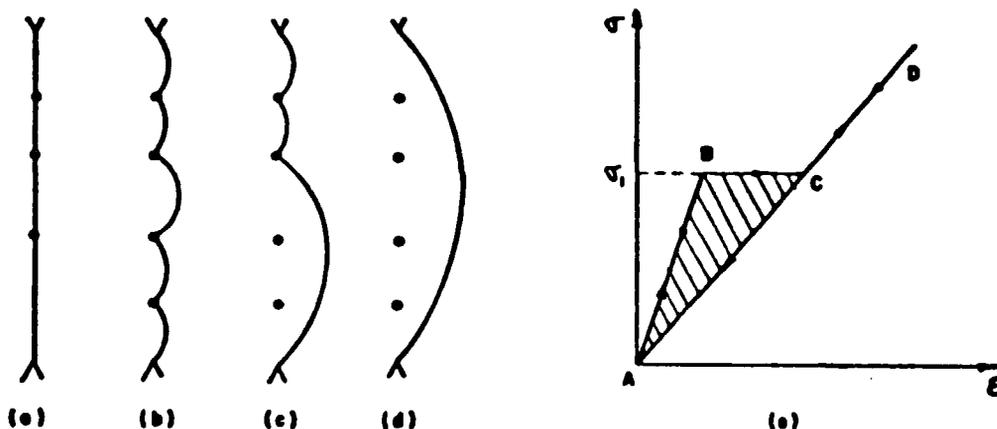
O amortecimento estático surge porque durante a parte de alívio do ciclo de tensão, os loops longos sofrem um colapso ao longo do caminho determinado pelos seus comprimentos, dando uma curva de histerese estática. No momento em que se colapsaram completamente, os loops estão novamente ancorados pelas partículas de impureza.

Na Figura 2.2 (e) o ramo AB corresponde à deformação elástica reversível de uma linha de discordância sob a ação de uma tensão (2.2 (b)). O ramo BC corresponde a um desancoramento catastrófico da discordância (2.2. (c)): enquanto ocorre o desancoramento, a tensão é constante, porém,

a deformação aumenta. Após o desancoramento, para tensões maiores (ramo CD), a linha de discordância se encurva cada vez mais (2.2 (d)). Quando a tensão vai a zero, ocorre o reancoramento, que é descrito pelo ramo CA.

O mesmo tipo de comportamento ocorre no meio-ciclo seguinte.

O amortecimento é proporcional à área varrida pelo loop de discordância sob tensão.



**Figura 2.2** – (a) Loop de Discordância Ancorada por Impurezas; (b) Encurvamento da Linha de Discordância, sob a Ação de uma Tensão; (c) Desancoramento Catastrófico da Linha de discordância; (d) Aumento da Curvatura da Linha, com o Aumento da Tensão; (e) Curva Tensão-Deformação que Resulta deste Modelo

Para baixas frequências, que compreendem também o intervalo de kilociclos, este amortecimento é independente da frequência. O amortecimento é dado pela equação 2.4:

$$\Delta_H = \frac{\Omega \Delta_o \Lambda \cdot L_N^3}{\pi L_c} \cdot \frac{K e' A}{L_c} \cdot \frac{1}{\epsilon_o} \exp\left(-\frac{K e' a}{L_c} \cdot \frac{1}{\epsilon_o}\right) \quad 2.4$$

$\epsilon_o$  = amplitude de deformação de medida

$a$  = parâmetro da rede

$e'$  = fator de tamanho entre o átomo de impureza e o átomo da matriz

$K$  = função de orientação e anisotropia

$A = \pi \rho b^2$  = massa efetiva da discordância,  $\rho$  = densidade do metal

$b$  = vetor de Burgers

$L_N$  = comprimento do loop entre dois nodos fixos.

Em ambos os casos descritos, o amortecimento não depende da temperatura. Ou seja, a teoria não leva em conta o movimento lateral dos defeitos puntiformes. devido às flutuações térmicas, que poderia modificar os comprimentos dos loops. Sendo assim, a teoria só é exata para 0°K.

No caso de nossas experiências, realizadas à baixas frequências e amplitudes baixas e constantes (exceto no caso específico de medidas em função da amplitude), os dois tipos de amortecimento contribuem somente para o fundo de atrito interno, não havendo contribuição para os fenômenos de relaxação observados.

## 2.2 – Picos de Bordoni

As principais características, coletadas a partir de experiências realizadas, principalmente, com cobre (c.f.c) que permitem identificar um pico de BORDONI, são<sup>(13)</sup>:

- i) ocorre somente em amostras deformadas plasticamente e desaparece após recozimento a temperaturas suficientemente altas, nas quais, supõe-se que tenha desaparecido a maior parte das discordâncias (no cobre, após a recristalização);
- ii) ocorre tanto em monocristais como em policristais;
- iii) é acompanhado por um defeito de módulo;
- iv) a temperatura do pico aumenta com a frequência na qual é medida;
- v) a altura do pico é independente da amplitude de deformação de medida;
- vi) a altura do pico aumenta com a quantidade de deformação plástica, saturando a seguir, ou mesmo, decrescendo, para deformações mais altas;
- vii) impurezas podem reduzir, drasticamente, a altura do pico;
- viii) muito frequentemente, ocorre um outro pico de atrito interno com as mesmas características gerais, a temperaturas mais baixas; este pico subsidiário é conhecido como pico de NIBLETT-WILKS<sup>(35)</sup>.

Pode-se acrescentar, ainda, que, quando a deformação é realizada a frio (temperaturas abaixo da temperatura do pico de BORDONI), a altura do pico depende do tratamento de recozimento que se segue à deformação<sup>(10,54)</sup>.

### 2.2.1 – Teorias do Pico de Bordoni

O fato de que o pico de BORDONI aparece somente em metais deformados plasticamente, e é relativamente estável aos recozimentos abaixo da temperatura de recristalização, sugere que as discordâncias têm um papel essencial na relaxação. Igualmente, da dependência da temperatura do pico com a frequência de vibração, deduz-se que o fenômeno é provocado por um processo de relaxação ativado termicamente.

Baseados nestas características, surgiram vários modelos nos quais consideram-se que as linhas de discordâncias são termicamente ativadas, através de barreiras de energia, dadas pelo potencial de PEIERLS. Esta barreira existe devido à periodicidade das filas compactas de átomos da rede, ao longo das quais repousa a maior parte das discordâncias (Figura 2.3). O potencial de PEIERLS é uma constante ao longo das direções compactas e pode ser representado por uma sucessão de vales e colinas.

Os primeiros modelos, propostos por BORDONI<sup>(24)</sup> e por MASON<sup>(30,31)</sup>, consideram que o atrito interno é devido ao deslocamento de segmentos inteiros de discordâncias livres, presos em suas extremidades por dois pontos de ancoramento, de uma fila compacta para outra. Na expressão deduzida

por MASON, a energia de ativação é determinada pela distância entre os pontos de ancoramento (Figura 2.4), ou seja, é fortemente dependente da quantidade de deformação plástica e da pureza da amostra. Esta dependência, entretanto, não é verificada experimentalmente.

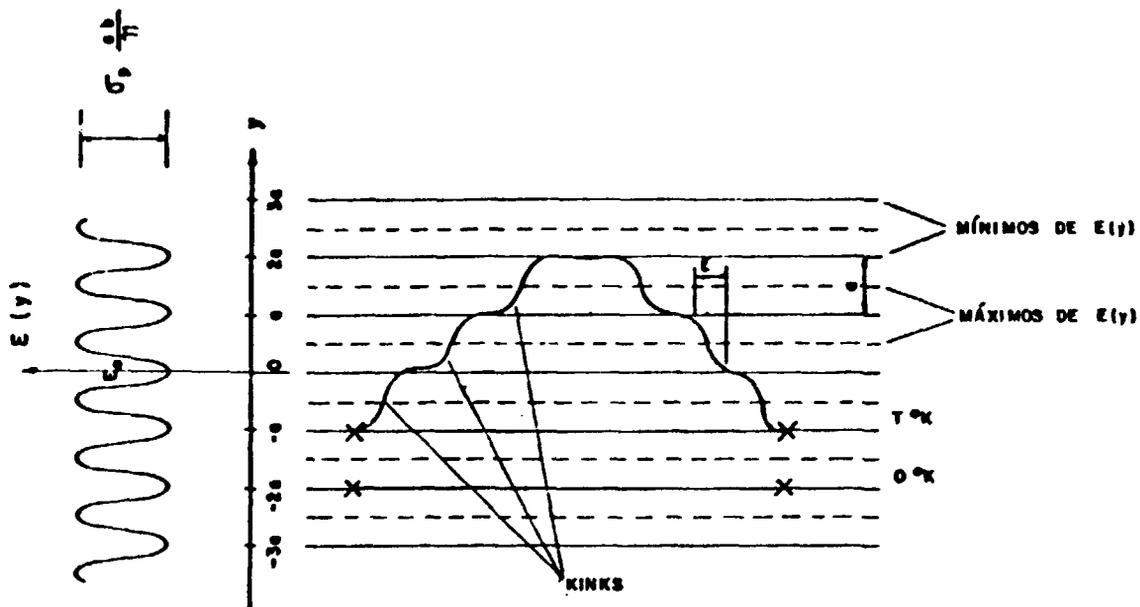


Figura 2.3 - Superfície de Energia Potencial de uma Linha de Discordância, Devida à Tensão de Peierls  $\sigma_p$

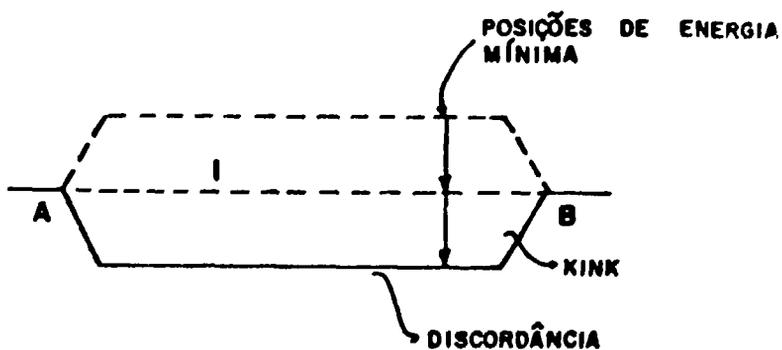


Figura 2.4 - Deslocamento do Loop AB de Comprimento  $\ell$  para Posições de Energia Mínima Adjacentes

WEERTMANN<sup>(55)</sup> sugeriu, então, que todo o segmento de discordância poderia ultrapassar a barreira de potencial, somente pela criação de um par de "kinks", de comprimento igual a duas vezes sua largura. Os "kinks" são segmentos de linha de discordância, conectando as discordâncias em vales adjacentes (Figura 2.5).

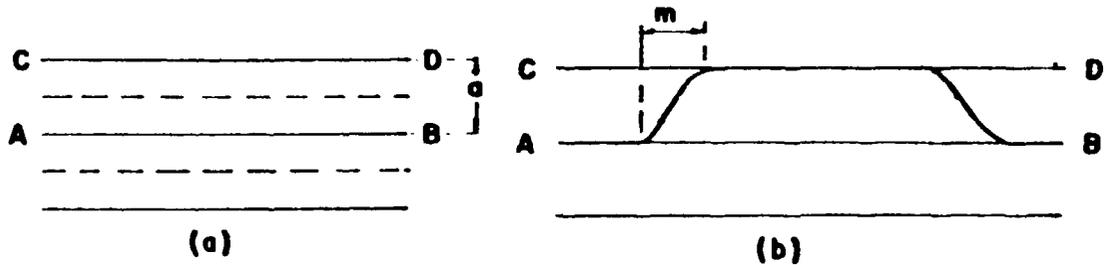


Figura 2.5 – (a) Uma Discordância AB ao Longo de um Vale de Peierls; (b) a Parte Central da Discordância é Movida para o Vale Adjacente CD;  $m$  = Largura do "kink"

Com o movimento lateral dos "kinks", toda a discordância passaria de uma fita compacta para outra. Nesse caso, a energia de ativação é independente do comprimento da discordância.

Após WEERTMANN, surgiram inúmeros modelos e modificações para a relaxação de Bordoni, que podem ser classificados como:

- a – Relaxação devida à criação de pares de "kinks"
- b – Relaxação devida à difusão de "kinks"
- c – Dissociação de discordâncias
- d – Movimento de "jogs"
- e – Reorientação de dipolos de discordâncias em cunha.

Dentre os modelos citados, a teoria de Seeger da formação de pares de "kinks", com as modificações introduzidas pelos outros autores é, até agora, a que mais se aproxima de resultados experimentais.

### 2.2.1.a – Relaxação Devida à Criação de Pares de "kinks"

A ausência de qualquer efeito de uma mudança na densidade de discordâncias, comprimento do loop e concentração de impurezas ou vacâncias sobre o tempo de relaxação, sugeriu a Seeger<sup>(49)</sup> que os picos surgem de uma propriedade intrínseca de discordâncias em uma rede metálica.

Em cristais livres de tensões as discordâncias estão, normalmente, alinhadas ao longo dos vales de PEIERLS, que são as posições de mais baixa energia. O movimento de uma discordância em seu plano de deslizamento, através de um cristal puro, requer uma força, a força de PEIERLS, pois a discordância deve ultrapassar a barreira de energia entre um vale e seu vizinho. Se somente parte da discordância é assim movida, formam-se dois "kinks" (Figura 2.5.b). Devido à tensão de linha da discordância, os "kinks" atraem-se com uma força que aumenta à medida que a distância entre eles é diminuída, aniquilando-se mutuamente. Se uma tensão é aplicada externamente, esta tenderá a separar os "kinks"; para uma dada tensão, há uma distância crítica entre "kinks",  $d_{cr}$ , acima da qual estes se afastam facilmente para as extremidades das discordâncias, pois as forças do cristal que se opõem ao movimento dos "kinks", são muito pequenas. Esta distância crítica é definida pela equação 2.5.

$$d_{cr} = \frac{m}{\pi} \ln\left(\frac{16}{\pi} \frac{\sigma_p}{\sigma}\right) \quad 2.5$$

onde:

$$m = \left(\frac{\pi a E_o}{2 b \sigma_p}\right)^{1/2} = \text{largura do kink} \quad 2.6$$

$E_o$  = energia potencial da discordância, por unidade de comprimento

$\sigma_p$  = tensão de Peierls = tensão mínima para deslocar uma linha de discordância de um vale de Peierls, de uma distância interatômica  $a$ , a 0°K.

$\sigma$  = tensão aplicada.

O tipo de movimento descrito dá origem a uma deformação anelástica. A consequente perda de energia terá um máximo quando o tempo requerido para a geração térmica de um par de "kinks" de separação crítica, for igual à metade do período de vibração. A energia de ativação para o processo de amortecimento será a energia requerida para formar dois "kinks"; esta energia é a diferença entre as energias de linha da discordância nas configurações com "kinks" e sem "kinks".

SEEGER supõe que a frequência de formação de pares de "kinks" pode ser descrita, aproximadamente, por uma relação de ARRHÉNIUS:

$$\nu = \nu_o \exp[-E/kT] \quad 2.7$$

$\nu_o$  = frequência de oscilação da discordância em seu vale de potencial;

$E$  = Energia de ativação para a formação de um "kink" duplo;

$k$  = constante de Boltzmann;

$T$  = temperatura absoluta.

A forma final para a energia de ativação foi deduzida por Seeger, a partir da eq.2.1 e desprezando os termos devidos à viscosidade, e à interação discordância-defeito puntiforme:

$$E = E_K \left[ 1 + 0,25 \ln\left(\frac{16\sigma_p}{\pi\sigma_s}\right) \right] \quad 2.8$$

$\sigma_s$  = tensão de cisalhamento mecânico que age sobre a linha de discordância na direção de escorregamento, e

$$E_K = \frac{\mu a}{\pi} \left( \frac{C a b \sigma_p}{2 \pi} \right)^{1/2} \quad 2.9$$

é a energia de formação de um "kink" de discordância;  $C$  é a tensão de linha da discordância e  $b$  o vetor de BURGERS ( $\sim$  uma distância interatômica).

Se a tensão  $\sigma$ , é uma tensão aplicada externamente, observa-se, na equação 2.8, que a energia de ativação é fortemente dependente da amplitude de deformação de medida. Tal, entretanto, não é observado experimentalmente.

SEEGER, DONTN e PFAFF<sup>(51)</sup> fizeram um tratamento mais rigoroso, sem recorrer à hipótese da validade da equação de ARRHÉNIUS (eq. 2.7) para a frequência de formação de pares de "kinks".

Consideram que a separação crítica dos "kinks" deve ser da ordem de  $\sim 100$  distâncias interatômicas, e para tal grandeza de complexo ativado termicamente, a relação de ARRHÉNIUS não mais é válida.

Utilizam então uma teoria estatística aleatória para descrever o movimento dos segmentos de discordância.

A expressão da energia de ativação para o pico de amortecimento encontrada é<sup>(39)</sup>:

$$E = 4,56 E_K \left[ 1 - 0,785 \left( \frac{\sigma}{\sigma_p} \right)^{0,592} \right] \quad 2.10$$

O limite superior do valor máximo do atrito interno dado pela teoria é igual a:

$$Q_m^{-1} = \frac{L^3 N}{24} \quad 2.11$$

$L$  = comprimento médio de loops de discordâncias

$N$  = nº de loops, por unidade de volume, que participam do processo de relaxação.

Observa-se desta teoria que muitas das propriedades do pico de BORDONI podem ser explicadas:

- 1) Quanto maior a deformação plástica, maior o número de discordâncias, portanto, maior a altura do pico (eq. 2.11). Com o aumento do número de discordâncias, diminui a distância  $L$  entre os pontos de ancoramento; observa-se, então, um ligeiro decréscimo da altura.
- 2) Nos materiais irradiados, ou contendo impurezas, há uma redução da altura do pico de BORDONI, devido ao ancoramento das discordâncias, que diminui o comprimento  $L$  do loop.
- 3) A teoria não prediz qualquer dependência da altura do pico, com a frequência de vibração.
- 4) Com recozimento a altas temperaturas, há uma redução na densidade de discordâncias, o que leva ao desaparecimento do pico.

Outras propriedades, contudo, não são devidamente esclarecidas pela teoria. Apesar da dependência da energia de ativação com a tensão ter sido consideravelmente reduzida, ela permanece ainda, não concordando com os resultados experimentais.

PARÉ<sup>(39)</sup> modificou os resultados de SEEGER et al<sup>(51)</sup> pela introdução de outros fatores tais como interação entre as discordâncias introduzidas durante a deformação plástica, e entre estas e os defeitos puntiformes. As discordâncias não estariam perfeitamente alinhadas ao longo dos vales de PEIERLS, devido às tensões internas. Utilizando dados de THOMPSON et al no cobre<sup>(52)</sup>, PARÉ calculou a tensão mínima para determinados comprimentos de loops, na qual a altura do pico seria mensurável, e encontrou que  $10^{-2} \sigma_p < \sigma < 3 \times 10^{-1} \sigma_p$ . Como o pico pode ser observado para tensões aplicadas menores que  $10^{-4} \sigma_p$ , concluiu que as discordâncias que contribuem para o pico, devem estar sob tensões internas que são apreciáveis em comparação a  $\sigma_p$ . Assim, na equação 2.10 tem-se:

$$\sigma = \sigma_a + \sigma_i \quad 2.12$$

$\sigma_a$  = tensão aplicada, e  $\sigma_i$  = tensão interna

Mesmo que a tensão  $\sigma_a$  seja muito pequena, a tensão total sobre cada discordância é suficientemente grande para que o decréscimo da energia de ativação com tensão crescente deva ser considerado.

Supondo uma distribuição normal de tensões internas, PARÉ demonstrou que a posição do máximo do pico de BORDONI não varia com a amplitude de deformação de medida (Strain amplitude).

ALFRED<sup>(13)</sup> introduziu uma variação de entropia  $\Delta S$ , resultante de formação de "kinks", na modificação de PARÉ. Em total acordo com PARÉ, ALEFELD conclui que as características do pico são fortemente influenciadas pelo valor da tensão interna. Em particular, a força de relaxação é zero para tensão interna zero.

O termo de entropia é preponderante em medidas a altas frequências (domínio do megahertz), onde a temperatura do pico poderia ser elevada suficiente para que a criação de pares de "kinks" tivesse lugar sem a ajuda de tensões internas.

SEEGER e SCHILLER<sup>(50)</sup> sugeriram que a difusão de "kinks" tem um papel importante nos processos responsáveis pelas características secundárias do efeito de relaxação das discordâncias. O tempo de relaxação do fenômeno constitui-se de um tempo de relaxação para a formação de "kinks",  $\tau_K$ , e um tempo de relaxação para a propagação do "kink",  $\tau_W + \tau_p$ . Ou seja, o tempo de relaxação para o mecanismo de BORDONI fica:

$$\tau = \tau_K + \tau_W + \tau_p \quad 2.13$$

$\tau_W$  = tempo de relaxação devido à interação entre "kinks"

$\tau_p$  = tempo de relaxação devido à viscosidade do "kink" (efeitos de amortecimentos devido a fónons).

Desses termos, somente  $\tau_K$  depende da temperatura segundo uma expressão de ARRHENIUS, com uma energia de ativação igual à energia de formação de um par de "kinks". Os outros dois termos variam lentamente com a temperatura, sendo responsáveis pelo alargamento do pico de BORDONI, particularmente, do lado de altas temperaturas.

ENGELKE<sup>(14)</sup> elaborou uma teoria mais aprofundada do tempo de relaxação em metais c.f.c., considerando ainda a difusão de "kinks". Supõe que a maior parte dos loops não se encontra em vales de PEIERLS e que, durante a relaxação, as discordâncias atravessam vários vales de PEIERLS. Neste

modelo, contudo, apesar da largura do pico ser maior do que para um pico único de DEBYE, é ainda mais estreita do que a obtida experimentalmente.

### 2.2.1.b – Relaxação Devida à Difusão de "kinks"

LOTHE<sup>(29)</sup> considera a difusão de "kinks" a partir da existência de uma população de pares de "kinks" quase em equilíbrio termodinâmico. A relaxação de BORDONI ocorre pela distribuição dos "kinks" com uma separação além da separação crítica calculada por SEEGER e DONTH<sup>(51)</sup>.

No modelo de BRAILSFORD<sup>(6,7,8)</sup> ambos, a geração de "kinks" e seu movimento lateral, são assumidos como ativados termicamente. O autor supõe que os "kinks" são abruptos (largura  $\sim b$ ) tornando razoável observar de maneira simples, seu comportamento termicamente ativado. SACK<sup>(45)</sup> considera que o modelo de BRAILSFORD não pode prever a energia de ativação observada para o pico de BORDONI.

### 2.2.1.c – Modelo de Dissociação de Discordâncias

BRUNER<sup>(9)</sup>, baseado na grande ocorrência de picos de BORDONI em metais c.f.c., propôs um mecanismo de amortecimento envolvendo discordâncias dissociadas em parciais, que ocorrem nesta estrutura. Este comportamento, contudo, não se aplicaria em estruturas c.c.c., onde não ocorre falha de empilhamento.

### 2.2.1.d – Movimento de "jogs"

FELTHAN<sup>(15)</sup> sugeriu que os picos de BORDONI são causados pelo movimento conservativo, ativado termicamente, de "jogs" (segmentos de discordâncias ligando duas discordâncias em planos paralelos). De acordo com FELTHAM, este mecanismo leva ao cálculo da energia de ativação da mesma magnitude que a observada para os picos de BORDONI.

### 2.2.1.e – Reorientação de Dipolos de Discordâncias

Finalmente, o modelo de GILMAN<sup>(16)</sup> atribui os picos de BORDONI a uma reorientação de dipolos de discordâncias em cunha. Estes dipolos, que possuem duas posições de estabilidade, poderiam produzir um pico de relaxação pelo movimento termicamente ativado de uma posição para outra (Figura 2.6). O alargamento do pico surge da presença de tensões internas que influenciam as energias de saltos dos dipolos.

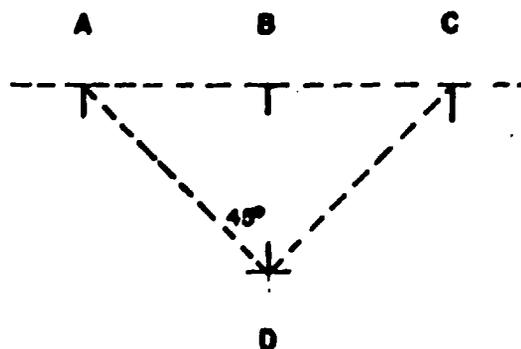


Figura 2.6 – AD e CD: Posições de Menor Energia

## 2.3 – Picos de HASIGUTI

HASIGUTI et al<sup>(21)</sup> detetaram em metais de diferentes estruturas, deformados plasticamente, pelo menos três picos de atrito interno. Após estes, muitos autores vieram estudando estes picos, que são denominados  $P_1$ ,  $P_2$  e  $P_3$ , em ordem de temperatura crescente, e cujas características, observadas principalmente em metais c.f.c., são enumeradas abaixo:

- i – os picos aparecem a temperaturas acima da temperatura do pico de BORDONI;
- ii – as energias de ativação, obtidas a partir do deslocamento do pico, são maiores do que as dos picos de BORDONI, estando num intervalo entre 0,2 a 0,6 eV para muitos metais c.f.c.;
- iii – os picos desaparecem, quando a amostra é recozida a temperaturas apropriadas nas quais os picos de BORDONI não recozem. Ou seja, estes picos são menos estáveis que os picos de BORDONI.

### 2.3.1 – Modelos Teóricos

Desde que os picos surgem somente após deformação plástica, deduz-se que sejam devidos a defeitos na rede, produzidos por deformação. A magnitude do fator de frequência ( $10^{10} \sim 10^{11}$ /seg) sugere que os defeitos responsáveis pela relaxação envolvam discordâncias, ao invés de defeitos puntiformes apenas. Como as temperaturas dos picos e as energias de ativação são maiores que as dos picos de BORDONI, é razoável considerar que esteja em jogo a interação discordâncias defeitos puntiformes.

Muitos modelos têm surgido, numa tentativa para a explicação dos picos de HASIGUTI. Aparentemente, contudo, são necessárias ainda muitas experiências detalhadas, para a escolha do modelo mais apropriado.

BRUNER<sup>(9)</sup> propôs um modelo para o pico de BORDONI no qual, um defeito puntiforme interage com uma das parciais de uma discordância dissociada. Este modelo explica bem o comportamento do pico  $P_1$ , sendo uma vacância, o agente ancorador.

OKUDA e HASIGUTI<sup>(37)</sup> modificaram o modelo de SEEGER para o pico de BORDONI, de modo a levar em conta o efeito de ancoramento de uma discordância por um defeito puntiforme. Uma linha de discordância ao longo de uma direção compacta, tem uma certa probabilidade de se desancorar do defeito puntiforme, com o auxílio de energia térmica. Após o desancoramento, o defeito deixado para trás será atraído para a discordância e tentará ancorá-la novamente, antes que esta tenha tido chance de retornar à sua posição original. Quando a frequência do processo de desancoramento e reancoramento coincide com a frequência de vibração externa, surge um pico de relaxação. OKUDA e HASIGUTI consideram que os responsáveis pelos picos  $P_1$ ,  $P_2$  e  $P_3$  através desse processo sejam, respectivamente, vacância, intersticial e divacância. Entretanto, este modelo requer que a energia de migração de um defeito puntiforme, próximo a uma linha de discordância, seja extremamente pequena, quando comparada à energia requerida para uma migração simples, sem qualquer influência do campo da discordância.

SCHILLER<sup>(48)</sup> desenvolveu, matematicamente, o modelo de OKUDA e HASIGUTI<sup>(37)</sup>, utilizando o cálculo da probabilidade de um salto unitário do defeito puntiforme para a discordância. De acordo com o modelo, um segmento de discordância  $L_N$ , pode ser ancorado por defeitos puntiformes móveis e imóveis. O defeito puntiforme imóvel define um segmento  $2l$  e mantém-se fortemente preso à linha de discordância, mesmo quando da aplicação de uma tensão  $\sigma$ ; o defeito móvel difunde-se acompanhando o segmento de discordância (Figura 2.7.a). SCHILLER considera que há três posições de equilíbrio da linha de discordância interagindo com o defeito puntiforme (Figura 2.7.b).



Figura 2.7

A uma determinada temperatura, o número de segmentos em equilíbrio na posição 0 é  $n_0$ , e nas posições 1 e 2, respectivamente,  $n_1$  e  $n_2$  (eq. 2.14).

$$n_2 = n_1 = n_0 e^{-R/kT} \tag{2.14}$$

$$R = Gb^2 \frac{a^2}{l} \tag{2.15}$$

onde  $R$  é a diferença de energia entre as posições do segmento reto e encurvado;  $k$  é a constante de BOLTZMANN e  $T$  a temperatura absoluta.

As posições de energia mínima, correspondentes a 0, 1 e 2 são mostradas na Figura 2.8.

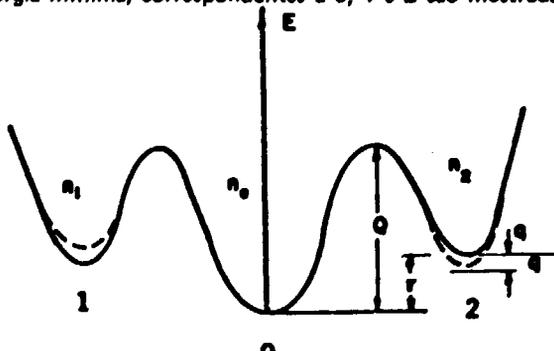


Figura 2.8

A probabilidade de salto do defeito puntiforme para a posição 0 é dada pela equação 2.16:

$$W_{20} = W_{10} = \nu e^{-\frac{Q-R}{kT}} = W \tag{2.16}$$

onde  $W_{20}$  e  $W_{10}$  são, respectivamente, as probabilidades de salto das posições 2 e 1 para a posição 0;  $\nu$  é o fator de frequência do segmento de discordância.  $Q$  é a barreira de energia para o salto da posição 0.

Analogamente, a probabilidade de um salto para as posições 1 e 2 é:

$$W_{01} = W_{02} = \nu e^{-Q/kT} \quad 2.17$$

Quando é aplicada uma tensão  $\sigma$ , cada probabilidade aumenta ou diminui, dependendo do sentido da tensão:

$$W'_{20} = \nu e^{-\frac{Q-R+q}{kT}} \sim W_{20} \left(1 - \frac{q}{kT}\right) \sim W \left(1 - \frac{q}{kT}\right) \quad 2.18$$

$$W'_{10} = \nu e^{-\frac{Q-R-q}{kT}} \sim W_{10} \left(1 + \frac{q}{kT}\right) \sim W \left(1 + \frac{q}{kT}\right) \quad 2.19$$

$$q = \sigma a b \ell \quad 2.20$$

onde  $q$  é o decréscimo, ou o acréscimo, da energia potencial, após a aplicação da tensão, como é indicado na Figura 2.8.

A variação no número de segmentos na posição 1 após a aplicação de  $\sigma$  é dada por:

$$\frac{dn'_1}{dt} = -W'_{10} n'_1 + W'_{01} n'_0 \quad 2.21$$

e na posição 2:

$$\frac{dn'_2}{dt} = -W'_{20} n'_2 + W_{02} n'_0 \quad 2.22$$

A contribuição para a deformação anelástica é dada pelo número resultante de saltos em um sentido; combinando as equações 2.17 a 2.20 vem:

$$\frac{d\Delta n}{dt} = -W\Delta n + W \frac{qn}{kT} \left( \frac{2 e^{-R/kT}}{1 + e^{-R/kT}} \right) \quad 2.23$$

onde

$$\Delta n = n'_2 - n'_1$$

Assumindo uma distribuição de segmentos  $\ell$  determinados pelos defeitos puntiformes móvel e imóvel, FLETCHER deduz a expressão para o atrito interno, quando é aplicada uma tensão alternada  $\sigma = \sigma_0 \sin \omega t$  no cristal:

$$Q^{-1} = \frac{4 N \Delta^2}{(N + N_0)^2} \cdot \frac{(ab)^2 \cdot G}{kT} \cdot \frac{e^{-R/kT}}{1 + e^{-R/kT}} \cdot \frac{\omega \bar{\tau}}{1 + \omega^2 \bar{\tau}^2} \quad 2.24$$

onde  $N$  e  $N_0$  são, respectivamente, o número total de defeitos ancorados móveis e imóveis;  $\Delta$  é a densidade de discordâncias,  $a$  é a distância coberta por um salto unitário,  $b$  o vetor de BURGERS,  $\omega$  a frequência aplicada e  $G$  o módulo de cisalhamento. Por simplicidade, são considerados os valores médios da energia  $R$  e do tempo de relaxação  $\bar{\tau}$ ; na realidade, contudo, estes parâmetros dependem, ligeiramente, do comprimento  $\underline{l}$  do segmento de discordância.

Na expressão acima, o valor máximo da altura do pico de atrito interno ocorre quando  $N = N_0$ . A Figura 2.9 representa a curva correspondente à altura do pico de atrito interno em função de  $N/N_0$ .

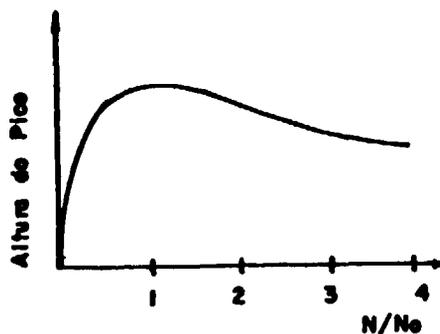


Figura 2.9

HASIGUTI<sup>(19)</sup> baseado na teoria de BRAILSFORD<sup>(6,7,8)</sup> para o pico de BORDONI, considerou um modelo de difusão de "kinks" de discordância ancorados por defeitos puntiformes. A linha de discordância está presa entre dois nodos e sua direção é, em média, não paralela ao vale de PEIERLS. Esta direção oblíqua contém, naturalmente, um certo número de "kinks", dependendo do ângulo entre a discordância e um vale de PEIERLS. Alguns dos "kinks" são ancorados (ou armadilhados) por defeitos puntiformes produzidos pela prévia deformação plástica (Figura 2.10). Em um instante qualquer, o "kink" está situado na posição 1, armadilhado em seu lado direito; aplicando-se uma tensão de maneira tal a forçá-lo para a direita, e se a energia térmica o desancora do ponto de ancoramento, o "kink" mover-se-á para a posição 2. Quando a direção da tensão é invertida, seu movimento é invertido para a posição 3, sem ativação térmica. se o "kink" for termicamente desancorado na posição 3, difundirá para a posição 4

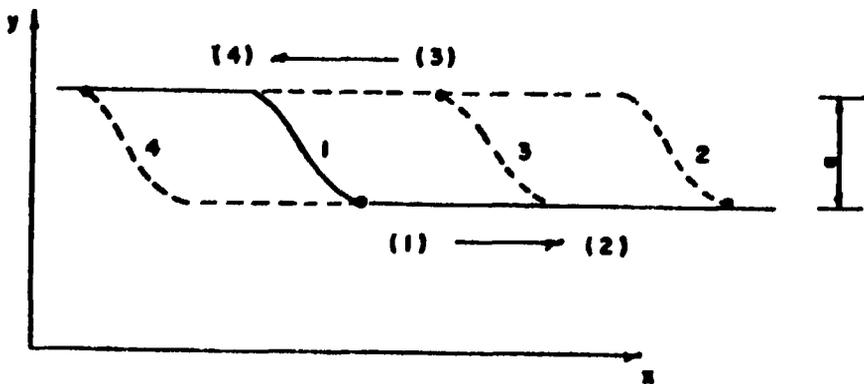


Figura 2.10 - Difusão de "kink" Armadilhado

Sub estas condições, a difusão do "kink" armadilhado leva a uma equação diferencial:

$$\frac{\partial y}{\partial t} = D \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} + \sigma b a^2 N \mu \quad 2.25$$

onde  $x$  e  $y$  são as armadilhas no plano de escorregamento, sendo o vale de PEIERLS paralelo ao eixo- $x$ .  $t$  é o tempo,  $D$  e  $\mu$  são, respectivamente, os coeficientes de difusão e a mobilidade do "kink" armadilhado;  $\sigma$  é a tensão externa aplicada,  $b$  é a magnitude do vetor de BURGERS,  $N$  é o número de "kinks" armadilhados por unidade de comprimento de discordância;  $a$  é o espaçamento dos vales de PEIERLS.

Resolvendo esta equação, obtém-se as expressões para o atrito interno  $Q^{-1}$  e defeito de módulo  $\Delta G/G$ :

$$Q^{-1} = \frac{\Delta \omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad 2.26$$

e

$$\frac{\Delta G}{G} = \frac{\Delta}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad 2.27$$

onde

$$\Delta = \frac{8 N \rho G a^2 b^2 L^2}{\pi^4 k T} \quad 2.28$$

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_B}{k T}\right) \quad 2.29$$

e

$$\tau_0 = \frac{L^2}{\pi^2 \nu^2 \bar{\Lambda}^2} \quad 2.30$$

Aqui,  $\Delta$  é a força de relaxação,  $\omega$  a frequência angular da tensão vibracional externa,  $\rho$  a densidade de discordância,  $G$  o módulo de cisalhamento,  $L$  o comprimento da discordância entre dois nodos,  $k$  a constante de BOLTZMANN,  $T$  a temperatura absoluta,  $E_B$  é aproximadamente igual à energia de ligação entre um defeito puntiforme e uma discordância,  $\nu$  a frequência vibracional de um "kink", e  $\bar{\Lambda}$  é a distância média que o "kink" percorre após um desancoramento simples.

O modelo é relevante somente para o caso em que o movimento de discordâncias é, principalmente, ativado por difusão de "kink", isto é, se o potencial de PEIERLS for grande ou a temperatura do pico relativamente baixa. Se a tensão de PEIERLS for baixa ou a temperatura do pico alta, as discordâncias poderiam mover-se de maneira a ignorar o potencial de PEIERLS, e o modelo falharia.

HASIGUTI<sup>(20)</sup> estendeu a teoria para o caso em que o modelo de difusão de kinks não seja aplicável.

Ignorou o potencial de PEIERLS e considerou a difusão de loops de discordâncias armadilhados, do tipo MOTT-FRIEDEL<sup>(34)</sup>.

A teoria é similar á difusão de "kinks" e o modelo é ilustrado na Figura 2.11. As expressões obtidas para a força de relaxação e frequência de solitação são dadas nas equações 2.28 e 2.30, com as quantidades  $\underline{a}$  e  $\bar{\Lambda}$  agora definidas na Figura 2.11. Neste modelo,  $\underline{\nu}$  é a frequência vibracional de um loop, e  $\underline{N}$  o número de loops armadilhados.

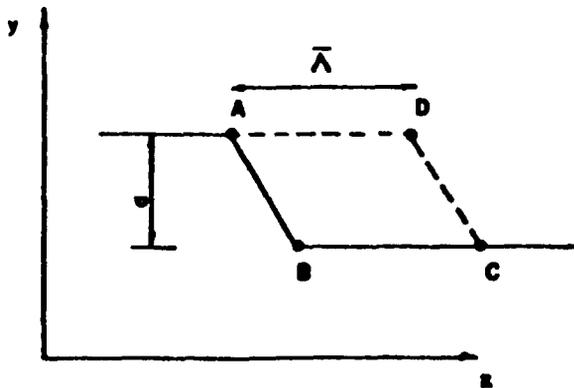


Figura 2.11 – Difusão de Loop Armadilhado

KOIWA e HASIGUTI<sup>(27)</sup> investigaram a dependência do pico  $P_1$  em cobre, com a amplitude de deformação de medida, a frequências de um pêndulo de torção.

A grandes amplitudes, a forma do pico se desvia do tipo simétrico observado a pequenas amplitudes. O modelo é comparado com a teoria de GRANATO-LUKE (G-L), (item 2.1.b) de amortecimento dependente da amplitude de deformação. O atrito interno do tipo histerese estática é proporcional à área compreendida pela curva tensão-deformação, a  $0^\circ\text{K}$ , de acordo com o modelo de G-L (Figura 2.2 (e)).

A temperaturas finitas, contudo, o desancoramento de uma discordância, com a ajuda de energia térmica, pode ser esperado mesmo a tensões mais baixas que a tensão crítica na qual ocorre o desancoramento mecânico. As curvas tensão-deformação de discordância a tensões mais baixas, são esquematizadas para vários intervalos de temperatura, na Figura 2.12 (a). A Figura 2.12 (b) mostra a curva de atrito interno com a temperatura, resultante de 2.12 (a).

A baixas temperaturas não ocorre desancoramento, enquanto a altas temperaturas, ocorre desancoramento quase completo. Assim, a duas temperaturas extremas, o atrito interno é quase zero, enquanto a temperaturas intermediárias, espera-se que tenha valores consideráveis.

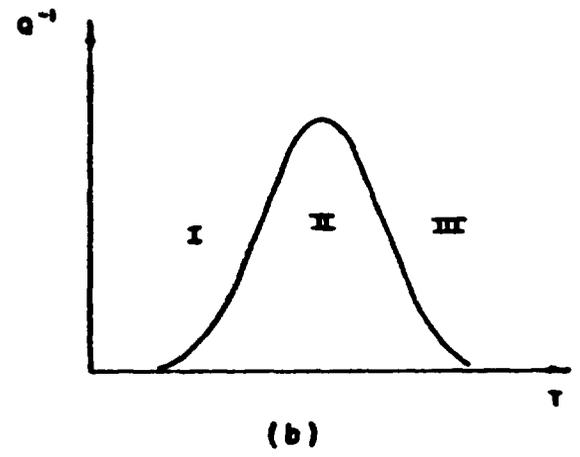
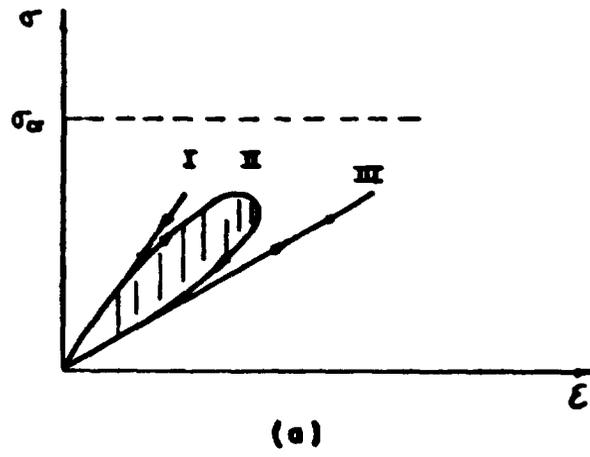


Figura 2.12 - Relação Tensão Deformação a Temperaturas I - Baixa, II - Média, e III - Alta;  
 (b) Curva de Atrito Interno Resultante, a Várias Temperaturas

## CAPÍTULO 3

### MÉTODO EXPERIMENTAL

Utilizamos um pêndulo de torção invertido, para a obtenção do atrito interno e do período. A frequência de medida não ultrapassou 1 Hz.

#### 3.1 – Aparelhagem Mecânica

Na Figura 3.1, a massa de inércia está situada na parte superior do conjunto, suspensa por um fio de momento de torção desprezível. A amostra, presa por pinças adequadas à sua forma, está colocada na parte inferior, onde se encontra instalado um forno. Um criostato e uma campânula envolvem o sistema, em cujo interior se alcança um vácuo de  $\sim 10^{-2}$  Torr.

A solicitação da amostra é feita através da interação do campo induzido em duas bobinas e do campo magnético de dois imãs presos ao fio de suspensão.

O decaimento da oscilação é observado através da reflexão de um feixe de luz incidente sobre o espelho; a luz refletida é dirigida para um seguidor de sinal luminoso do tipo SEFRAM, acoplado a um registrador de vibração.

#### 3.2 – Regulagem da Temperatura

Após a obtenção do vácuo, a amostra é envolvida por uma atmosfera rarefeita de hélio.

O criostato envolvendo o forno é mergulhado em um vaso Dewar contendo nitrogênio líquido. A regulagem da temperatura é feita através de um programador SETARAM, modelo 3000, acoplado ao forno. Este último permite a variação de temperatura desde  $-170^{\circ}\text{C}$  até  $\sim 400^{\circ}\text{C}$ . Durante a medida de atrito interno, as subidas de temperatura são lineares, com uma velocidade de  $\sim 1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , e são registradas em um aparelho MULTIPEN RIKADENKI, modelo B:606. O erro na medida é inferior a  $2^{\circ}\text{C}$ .

#### 3.3 – Medida do Período de Oscilação

Uma célula fotoelétrica envia o sinal luminoso de vibração a um contador eletrônico HEWLETT-PACKARD, modelo 5245L. O período de oscilação é registrado em um aparelho HEWLETT-PACKARD, modelo 562A.

#### 3.4 – Medida do Atrito Interno

A oscilação da amostra, captada pelo seguidor de sinal luminoso, é registrada em papel milimetrado, apresentando uma forma mostrada na Figura 3.2.

O atrito interno é calculado de acordo com a equação 3.1:

$$Q^{-1} = \frac{1}{n\pi} \ln \frac{A_0}{A_n} \tag{3.1}$$

$n$  = número de oscilações entre as amplitudes  $A_0$  e  $A_n$  definidas na Figura 3.2.

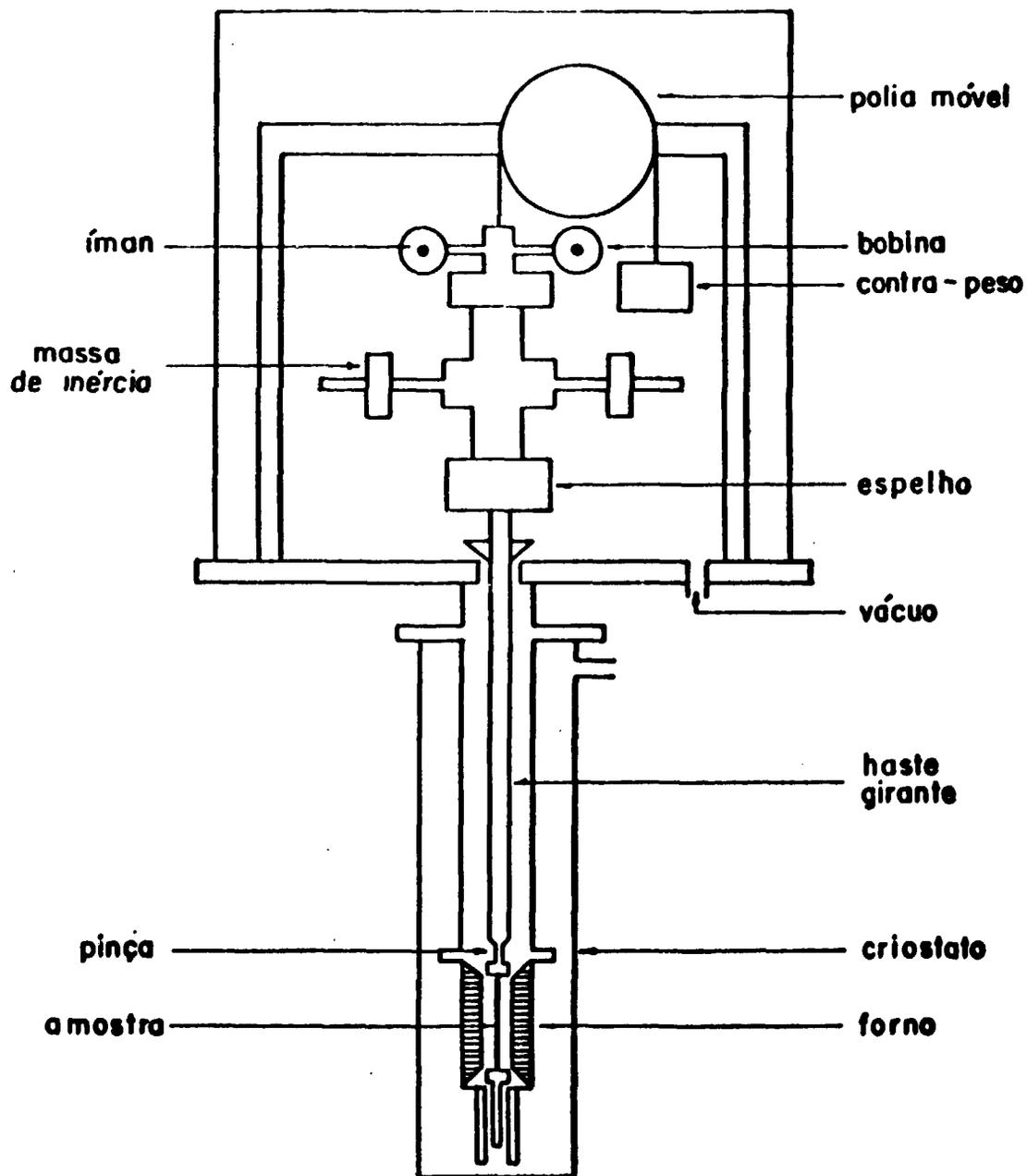


Figura 3.1

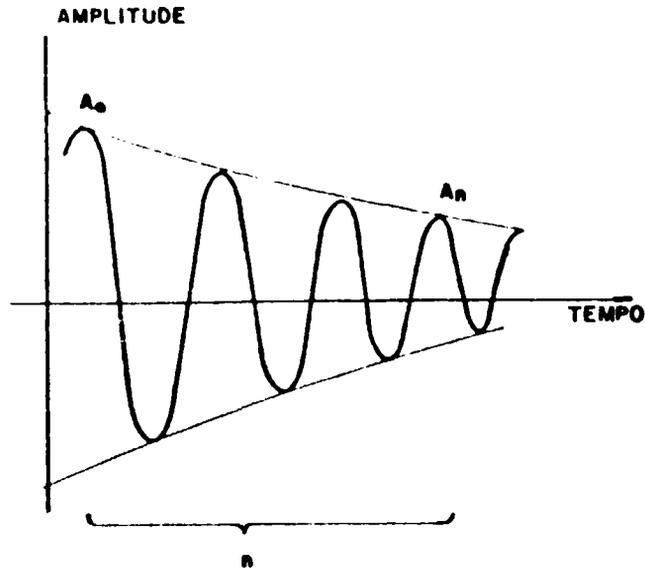


Figura 3.2

O número considerado de oscilações entre as amplitudes máxima e mínima é fixo, igual a 20.

O erro no valor do atrito interno, proveniente das medidas de  $A_0$  e  $A_n$ , não ultrapassa 1%.

### 3.5 – Deformação de Medida

A torção aplicada provoca na amostra uma deformação de medida. Pode-se mostrar que a amplitude de deformação é calculada através da fórmula:

$$\epsilon = \frac{A_0 r}{4 L \ell} \quad 3.2$$

onde

$A_0$  = amplitude máxima da oscilação

$r$  = raio da amostra

$\ell$  = comprimento da amostra

$L$  = distância do espelho ao seguidor de sinal luminoso

Por exemplo, numericamente,  $A_0 = 40$  mm,  $r = 0,6$  mm,  $L = 6900$  mm e  $\ell = 45$  mm, que resulta em  $\epsilon = 1,6 \times 10^{-5}$ .

### 3.6 – Preparação das Amostras

Utilizamos amostras de titânio em forma de fio, de 1,2 mm de diâmetro, com o comprimento útil variando de 35 a 40 mm. As amostras são provenientes de Metals Research Co., sendo sua pureza de 99,97%.

Os teores de impureza intersticial indicados são: H = 11,1 p.p.m., O = 72 p.p.m., N = 1 p.p.m. e C = 130 p.p.m.

### 3.6.1 – Tratamento Térmico

Procedendo qualquer tipo de deformação plástica nas amostras, foram realizados tratamentos térmicos padrão de recozimento a 700°C, durante 1 hora, em vácuo de  $10^{-6}$  Torr.

### 3.6.2 – Deformação Plástica

A deformação plástica foi obtida por tração, laminação e torção, à temperatura ambiente.

Após sofrer deformação, a amostra foi mantida à temperatura ambiente durante 24 horas, no mínimo, antes de realizar as medidas de atrito interno.

#### 3.6.2.a – Deformação por Tração

Foi utilizada uma máquina do tipo INSTRON, modelo 1125. A taxa de deformação aplicada foi de  $1 \times 10^{-2} \text{ mm}^{-1}$ .

O cálculo de deformação na amostra é dado por:

$$\epsilon = \frac{\ell - \ell_0}{\ell_0} \quad 3.3$$

sendo  $\ell_0$ , e  $\ell$  os comprimentos inicial e final da amostra, respectivamente.

#### 3.6.2.b – Deformação por Laminação

A laminação foi realizada por passos, até atingir a quantidade de deformação desejada. Com a forma circular inicial da secção reta da amostra é modificada para a de um paralelepípedo, após a deformação, a equação utilizada no cálculo é a mesma que a 3.3.

#### 3.6.2.c – Deformação por Torção

Deformação realizada manualmente, girando as extremidades da amostra, de um certo número de voltas.

A deformação média resultante é calculada conforme a equação 3.4:

$$\epsilon = \frac{2}{3} n \frac{r\theta}{\ell} \quad 3.4$$

$\ell$  = comprimento da amostra

$r$  = raio da amostra

$\theta$  = ângulo de torção em radianos

$n$  = número de voltas

### 3.6.3 – Irradiação

As irradiações foram realizadas na piscina do reator IEAR-1, sendo de principal interesse, a irradiação com nêutrons rápidos.

A temperatura da amostra não ultrapassou 50°C, durante as irradiações; após estas, a amostra não permaneceu mais que 5 dias à temperatura ambiente, para o decaimento da atividade. Para tempos de decaimento maiores, a amostra foi mantida em nitrogênio líquido.

As posições utilizadas no reator foram duas, dependendo da fluência de nêutrons rápidos desejados; a guia de irradiação, GI-32, com o fluxo de  $2,0 \times 10^{12}$  n/cm<sup>2</sup>seg, e a posição 35, no caroço do reator, de fluxo igual a  $7,7 \times 10^{12}$  n/cm<sup>2</sup>seg. Para uma fluência maior que  $8,4 \times 10^{15}$  n/cm<sup>2</sup>, a irradiação foi realizada a intervalos de pelo menos 16 horas, correspondentes ao tempo de não-operação do reator.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Estudamos a influência de deformação plástica, de temperaturas de recozimento, do tipo de deformação e da dose de irradiação neutrônica nos picos de atrito interno. Sobre o pico denominado  $P_d$ , estudamos a influência da amplitude de deformação da medida.

#### 4.1 – Amostra Bruta ("as-received")

A Figura 4.1 mostra as curvas de atrito interno e de período em função da temperatura, de uma amostra bruta. A amostra, trefilada, não recebeu nenhum tratamento térmico prévio, estando, portanto, fortemente deformada.

Na curva de atrito interno destaca-se um pico alto, a -101°C, que denominaremos  $P_d$ , e um pico subsidiário a -140°C,  $P'_d$ .

A medida do período mostra a ocorrência de um efeito de módulo no intervalo de temperatura correspondente ao pico  $P_d$ .

#### 4.2 – Atrito Interno em Função da Taxa de Deformação Plástica

Após recozimento a 700°C por 1 hora, os picos  $P_d$  e  $P'_d$  observados na amostra bruta, desapareceram. Este resultado é mostrado na Figura 4.2 (curva a).

Os picos reaparecem, após deformação por tração (curvas b=5%, c=8% e d=10% da Figura 4.2). Pode-se perceber as seguintes características nestas amostras:

- 1) As temperaturas dos picos dependem da taxa de deformação, sendo mais baixas para deformações maiores.
- 2) A altura do pico aumenta com a taxa de deformação.
- 3) As curvas apresentam, do lado de altas temperaturas, um pequeno máximo por volta de -50°C ( $P'_d$ ) e outro por volta de -75°C ( $P'_d$ ).

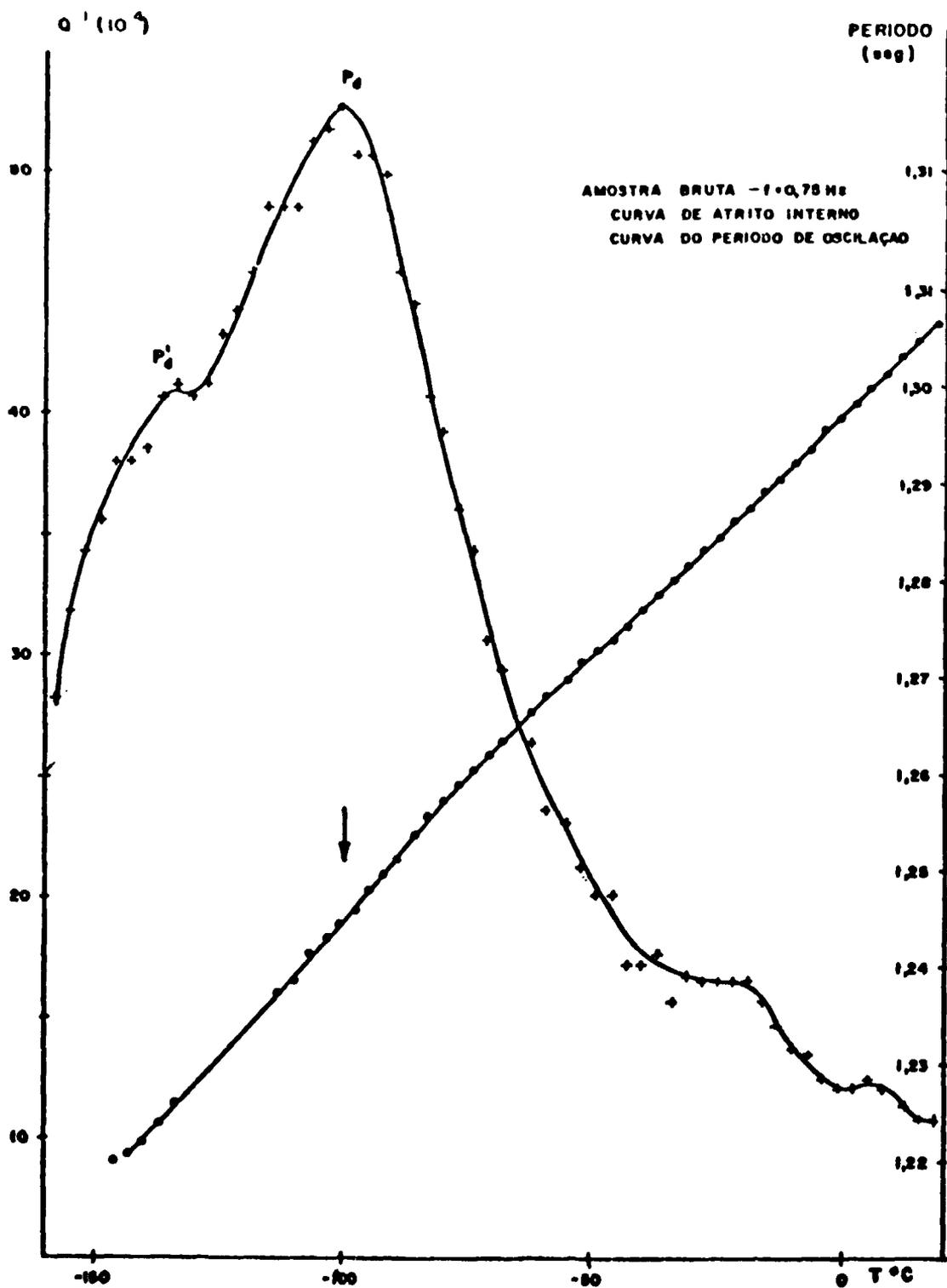


Figura 4.1

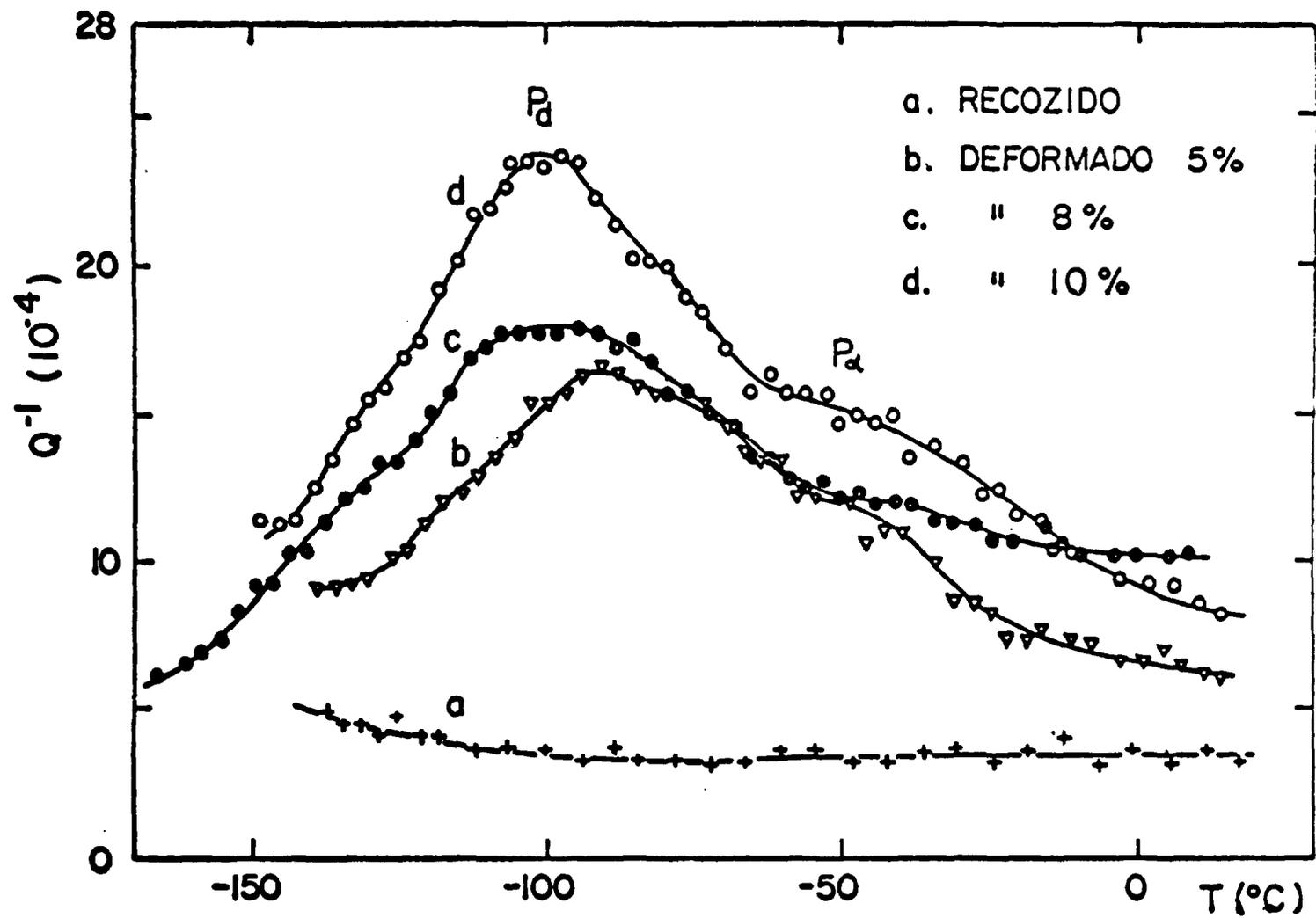


Figura 4.2

#### 4.3 – Comportamento em Função de Recozimentos Isócronos

Em uma amostra deformada 10% por tração, fizemos recozimentos isócronos "in situ", de 30 minutos a 50, 100, 150, 200 e 250°C.

A Figura 4.3 mostra as curvas de atrito interno da amostra deformada, e após cada recozimento. As características observadas neste estudo mostram que:

- 1) Os picos  $P_d$  e  $P'_d$  decrescem monotonamente com os recozimentos.
- 2) Não se percebe qualquer deslocamento de temperatura de seus máximos.
- 3) Os máximos  $P_\alpha$  e  $P'_\alpha$  primeiro (a 50°C) crescem ligeiramente e a seguir decrescem de modo contínuo.
- 4) Após 250°C, os picos  $P_d$  e  $P'_d$  desaparecem, antes de ocorrer a recristalização ( $\sim 600^\circ\text{C}$ ).

A Figura 4.4 mostra as curvas de variação do período com os recozimentos isócronos. As setas indicam as temperaturas nas quais pode ser observado um defeito de módulo. As regiões em que se observa este efeito, correspondem aos picos  $P'_d$ ,  $P_d$ ,  $P'_\alpha$  e  $P_\alpha$  da Figura 4.3. À temperaturas abaixo de  $P'_d$ , quase não se observa variação entre as curvas de período e, especialmente, a  $-150^\circ\text{C}$ , o período permanece constante; à temperaturas acima de  $P'_d$ , as curvas se afastam umas das outras, com o período tornando-se bem menor após cada recozimento. A magnitude do defeito de módulo é bastante marcante no estágio inicial dos recozimentos. Entretanto, esta se torna cada vez menor, após 200°C, onde o pico quase desapareceu; a curva torna-se quase linear, após 250°C, e varia pouco.

#### 4.4 – Influência da Amplitude de Deformação de Medida Sobre o Pico $P_d$

Utilizamos uma amostra deformada 10% por laminação. As amplitudes de deformação de medida, calculadas conforme a equação 3.2, tiveram os valores:  $1,60 \times 10^{-5}$ ,  $3,15 \times 10^{-5}$  e  $4,40 \times 10^{-5}$ . As medidas foram realizadas no sentido de deformação crescente, para cada temperatura.

Os resultados, ilustrados na Figura 4.5 mostram que:

- 1) Não ocorre deslocamento da temperatura do pico  $P_d$ , pelo menos para o intervalo de deformação utilizado.
- 2) A largura do pico e o fundo de atrito interno aumentam com a amplitude de deformação.

#### 4.5 – Influência do Tipo de Deformação Plástica

Fizemos diferentes tipos de deformação plástica em amostras previamente recozidas a  $700^\circ\text{C}$ , a fim de verificarmos a influência deste tratamento sobre a altura, a forma e a temperatura do pico  $P_d$  (Figura 4.6).

Os tipos de deformação utilizados foram torção, tração e laminação, e a taxa de deformação plástica foi de 10%, calculada a partir das equações 3.3 e 3.4. A curva de atrito interno de uma amostra bruta (trepada, mostrada na Figura 4.1) foi colocada na Figura para uma comparação.

A forma do pico depende marcadamente do tipo de deformação utilizado. No caso da deformação por laminação, a forma se aproxima bastante daquela obtida na amostra trepada. Entretanto, nas amostras deformadas por tração e torção o pico torna-se mais largo, a altura diminui e a

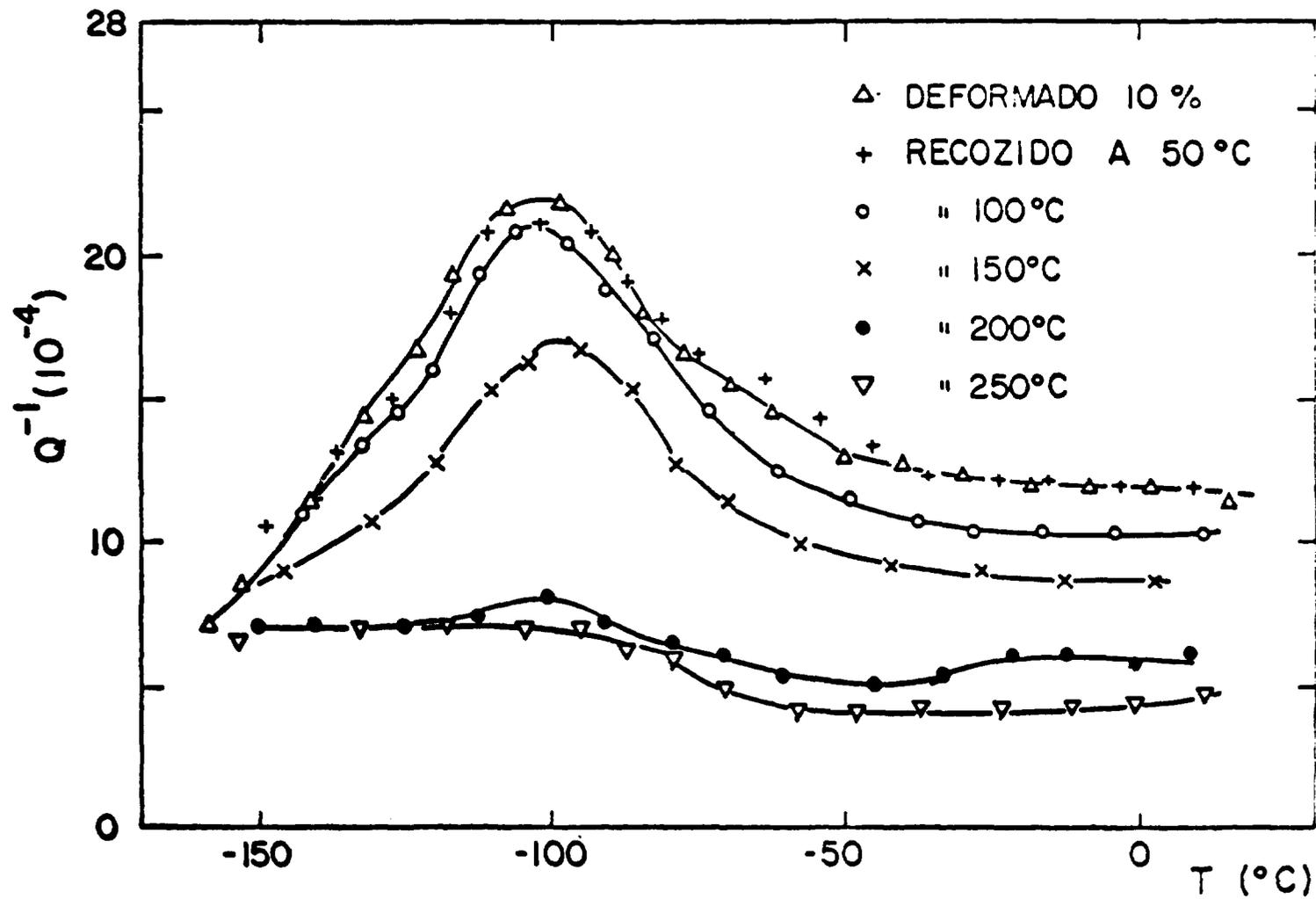


Figura 4.3

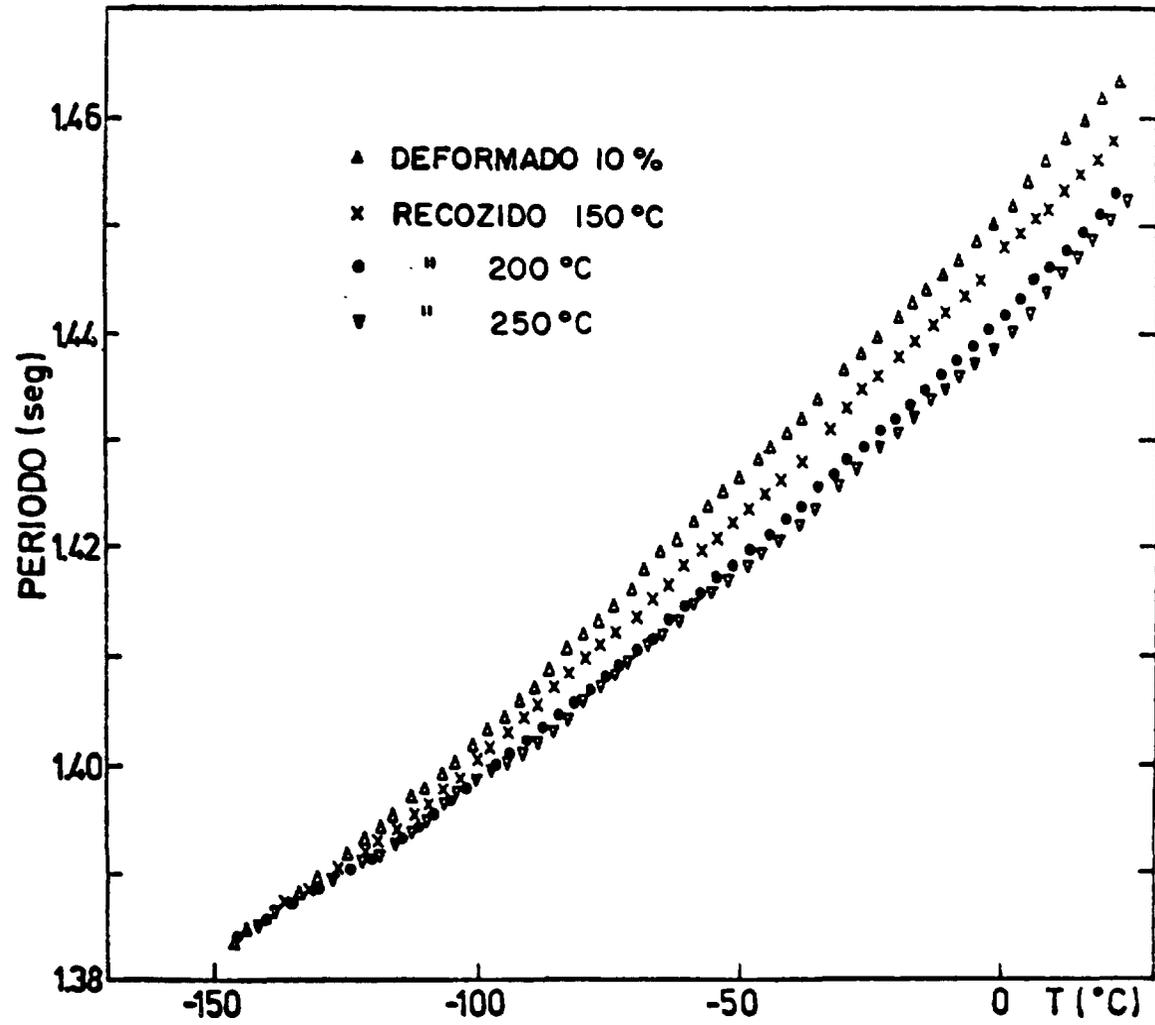


Figura 4.4

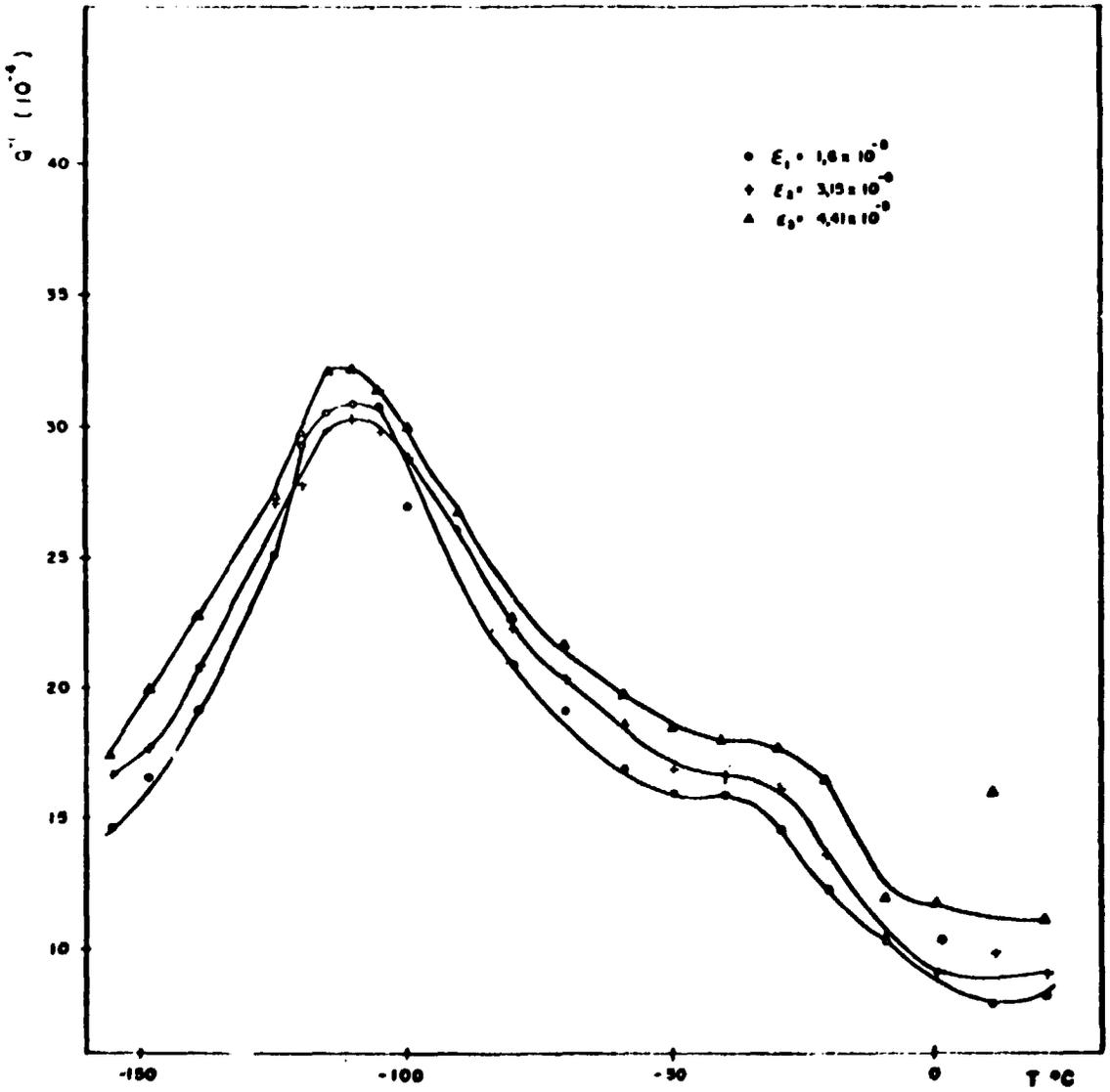


Figura 4.5

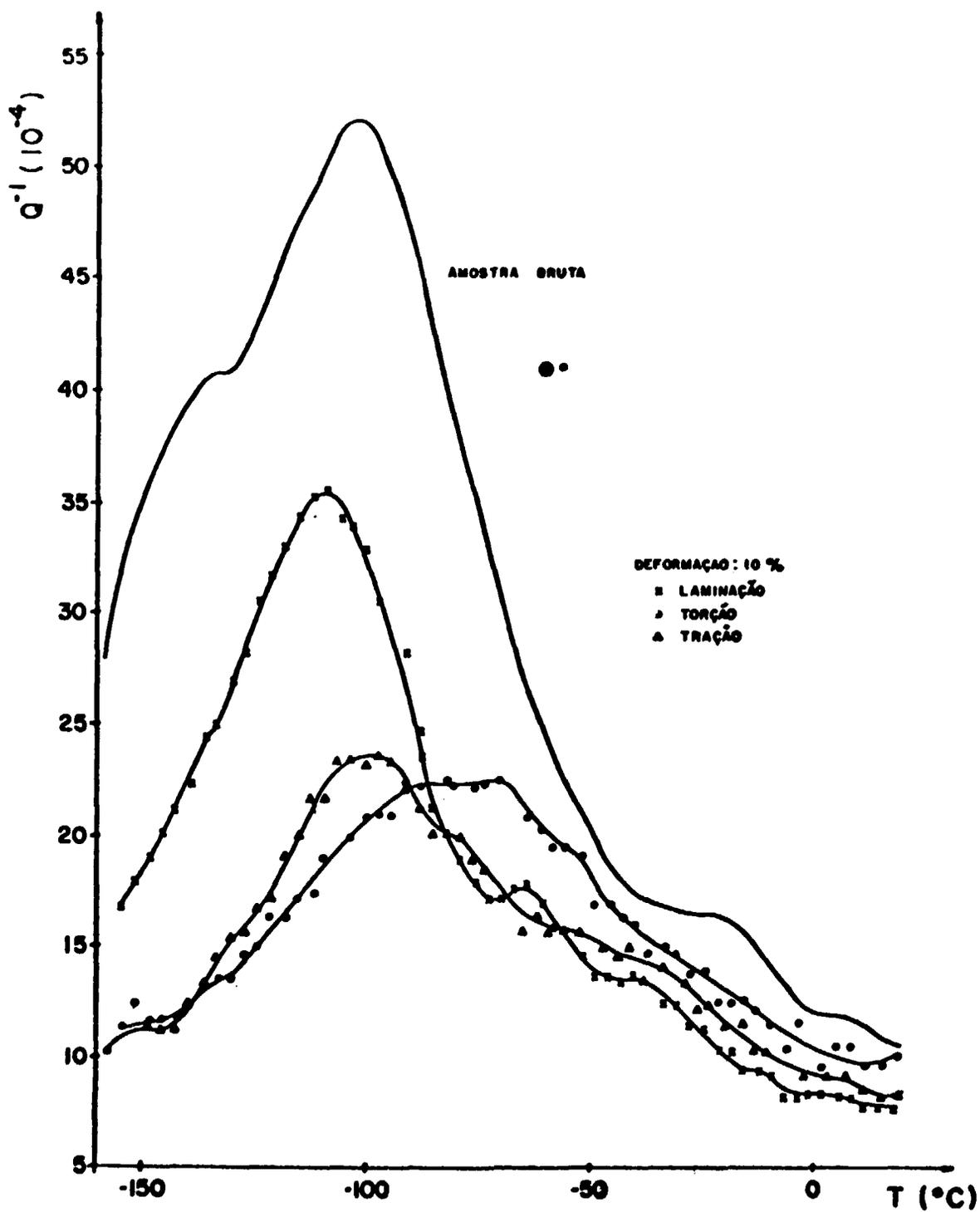


Figura 4.6

temperatura do pico aumenta; tal sugere que a contribuição das componentes  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$  é maior em amostras deformadas por tração e torção do que naquelas deformadas por laminação ou trefilação.

#### 4.6 – Influência da Dose de Irradiação Neutrônica

Utilizamos duas amostras, sendo uma deformada 8% por tração após recozimento a 700°C, e outra, uma amostra bruta. Ambas foram irradiadas simultaneamente, recebendo as seguintes doses de irradiação de nêutrons rápidos:  $1,2 \times 10^{14} \text{ n cm}^{-2}$ ,  $1,8 \times 10^{15} \text{ n cm}^{-2}$ ,  $8,4 \times 10^{15} \text{ n cm}^{-2}$ ,  $2,0 \times 10^{17} \text{ n cm}^{-2}$  e  $1,0 \times 10^{18} \text{ n cm}^{-2}$ .

##### 4.6.a – Amostra Deformada 8% por Tração

O comportamento dos picos é ilustrado na Figura 4.7, onde, para fins de clareza, a origem da abcissa de cada curva está apropriadamente deslocada.

Pode-se observar que, para doses crescentes de irradiação, tem-se que:

- 1) Os picos  $P_d$  e  $P'_d$  decrescem continuamente, desaparecendo, quase completamente, após  $1,0 \times 10^{18}$  n.v.t.
- 2) A temperatura do pico não é afetada pela irradiação.
- 3) O pico  $P'_{\alpha}$  (-68°C) cresce marcadamente, no estágio inicial da irradiação, passando por um máximo a  $1,8 \times 10^{15}$  n.v.t. para, a seguir, decrescer com doses maiores.
- 4) O pico  $P_{\alpha}$  cresce continuamente.
- 5) Próximo a 0°C, parece surgir um outro pico ( $P_{\beta}$ ) após irradiação a altas doses de nêutrons.

A presença de todos os cinco picos pode ser vista de modo evidente, por exemplo, na curva D ( $8,4 \times 10^{15}$  n.v.t.).

Estas características são esquematizadas na Figura 4.8. Se compararmos os picos  $P_d$  e  $P'_d$  com os picos  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$ , notaremos que os comportamentos destes dois grupos são opostos: enquanto  $P_d$  e  $P'_d$  decrescem monotonamente com dose crescente de nêutrons,  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$  tem regiões onde aumentam. Estes pontos serão discutidos em detalhe no próximo capítulo.

##### 4.6.b – Amostra Bruta

Como na amostra anterior, os picos  $P_d$  e  $P'_d$  decrescem continuamente com a irradiação (Figura 4.9).

Observa-se, também, que o decaimento de  $P'_d$  é um pouco mais lento do que de  $P_d$ .

A presença de  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$ , que não é notada na amostra antes da irradiação, surge após  $8,4 \times 10^{15}$  n.v.t. Após doses mais altas, estes picos desaparecem.

#### 4.7 – Comportamento de $P_{\alpha}$ com Recozimentos

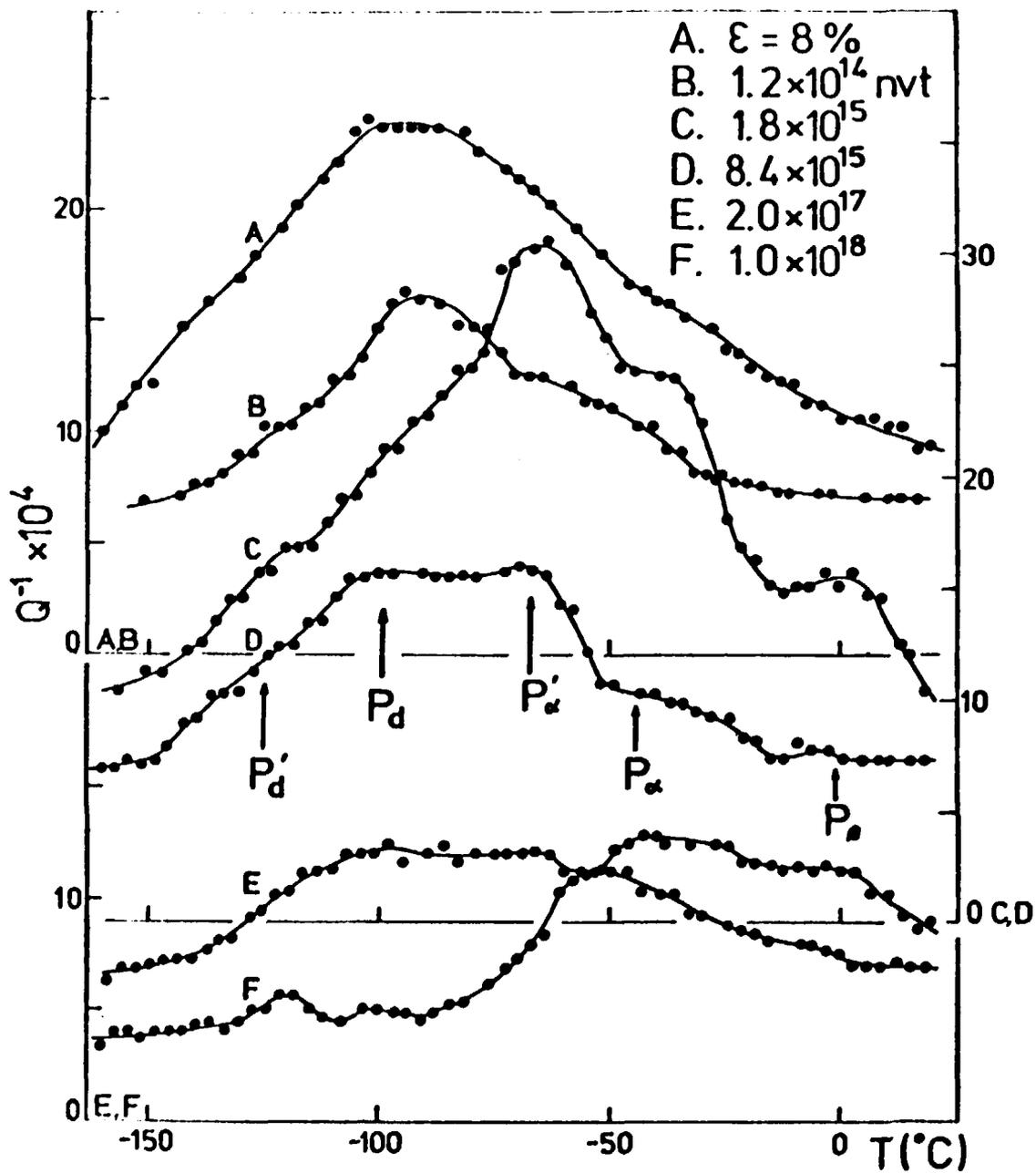


Figure 4.7

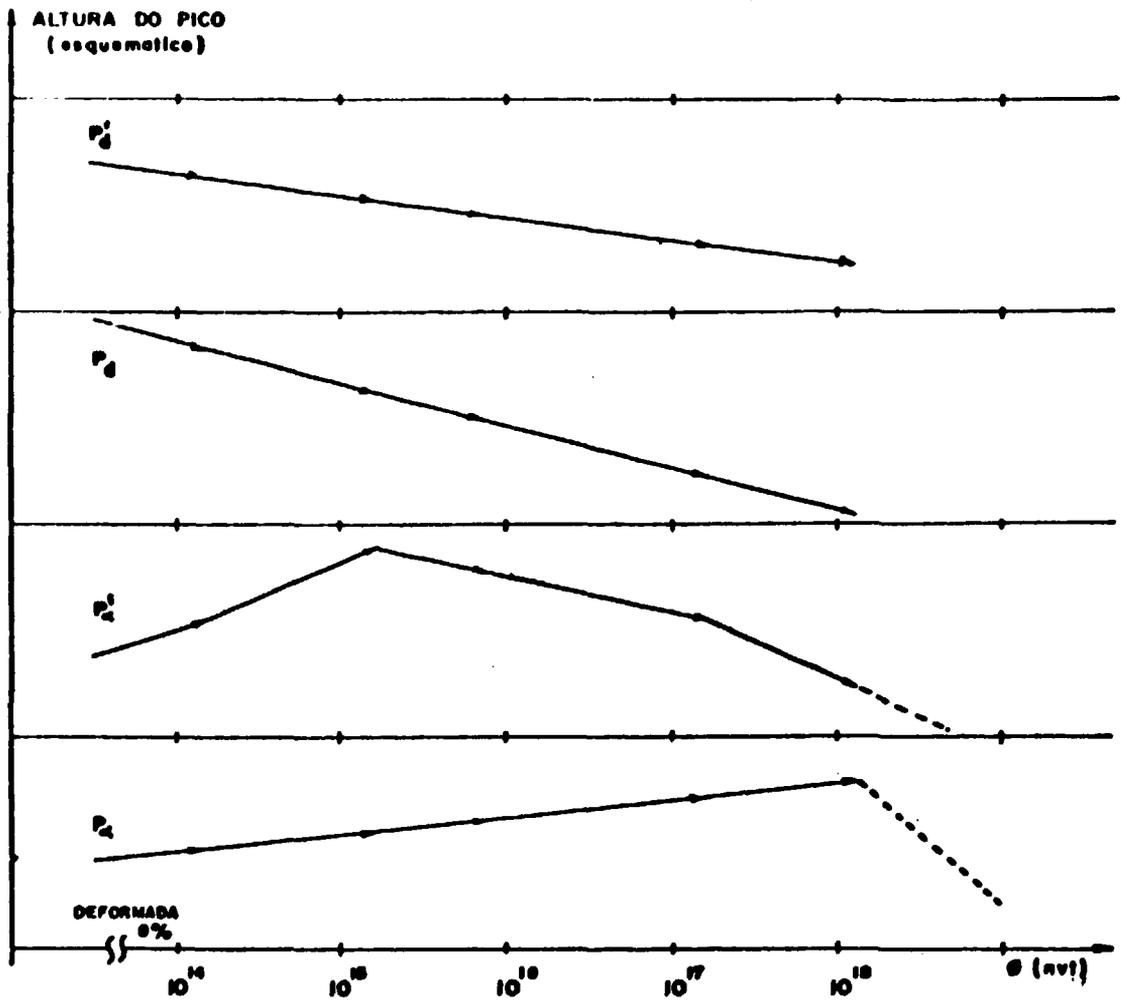


Figure 4.8



Em uma amostra deformada 8,8% e a seguir irradiada com  $3,5 \times 10^{16} \text{ n cm}^{-2}$ , o pico  $P_{\alpha}$  aparece nitidamente, como pode-se observar na Figura 4.10, curva a.

Fizemos a seguir, recozimentos isócronos de 30 min. a 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 e  $365^{\circ}\text{C}$ .

O comportamento de  $P_{\alpha}$  caracterizou-se como:

- 1) Com recozimentos até  $100^{\circ}\text{C}$ , o pico simplesmente decai.
- 2) A partir de  $150^{\circ}\text{C}$ , o pico se desloca continuamente para altas temperaturas, decaindo, e desaparecendo após  $365^{\circ}\text{C}$ .
- 3) As características de decaimento da componente  $P_{\beta}$  são bastante similares às aquelas observadas em amostras somente deformadas (Figura 4.3).

#### 4.8 – Influência de Recozimentos Prévios à Irradiação

Amostras deformadas 15% por laminação foram submetidas a temperaturas diferentes de recozimento ( $300^{\circ}\text{C}$  – linear; 400, 460 e  $650^{\circ}\text{C}$  – 30 min. cada) e a seguir irradiadas com  $10^{17}$  n.v.t.

Como mostra a Figura 4.11, na amostra recozida a  $300^{\circ}\text{C}$ ,  $P_{\alpha}$  aparece claramente, enquanto dois pequenos picos  $P_{\beta}$  e  $P'_{\beta}$  ainda permanecem, em uma curva similar à da Figura 4.10 curva a; esta medida foi, excepcionalmente, realizada 30 dias após a irradiação. Nas amostras recozidas a temperaturas acima de  $400^{\circ}\text{C}$ , contudo, nenhum pico pode ser observado.

## CAPÍTULO 5

### DISCUSSÃO

#### 5.1 – Energias de Ativação para a Relaxação

O diagrama de ARRHÉNIUS obtido para diferentes frequências (Figura 5.1) mostra que os picos  $P_{\beta}$  e  $P_{\alpha}$  correspondem a fenômenos de relaxação. Os dados de HASIGUTI et al<sup>(21)</sup> e de PETIT et al<sup>(40)</sup> em kilohertz, foram também utilizados, pois era para nós impossível variarmos a frequência em um intervalo suficientemente grande, para a observação do deslocamento dos picos. Deve-se considerar, assim, que há um erro proveniente das diferenças nas purezas das amostras, e da quantidade de deformação aplicada para a observação dos picos, fatores que afetam a temperatura do pico<sup>(42)</sup>. Para o pico  $P_{\beta}$ , contudo, os pontos se alinham em uma reta.

A energia de ativação, e o fator de frequência calculado através da equação 1.15, correspondentes a cada pico, são:

$$P_{\beta} : E = 0,39 \text{ eV} \quad \text{e} \quad f_0 = 4 \times 10^{11} \text{ seg}^{-1}$$

$$P_{\alpha} : E = 0,52 \text{ eV} \quad \text{e} \quad f_0 = 6 \times 10^{11} \text{ seg}^{-1}$$

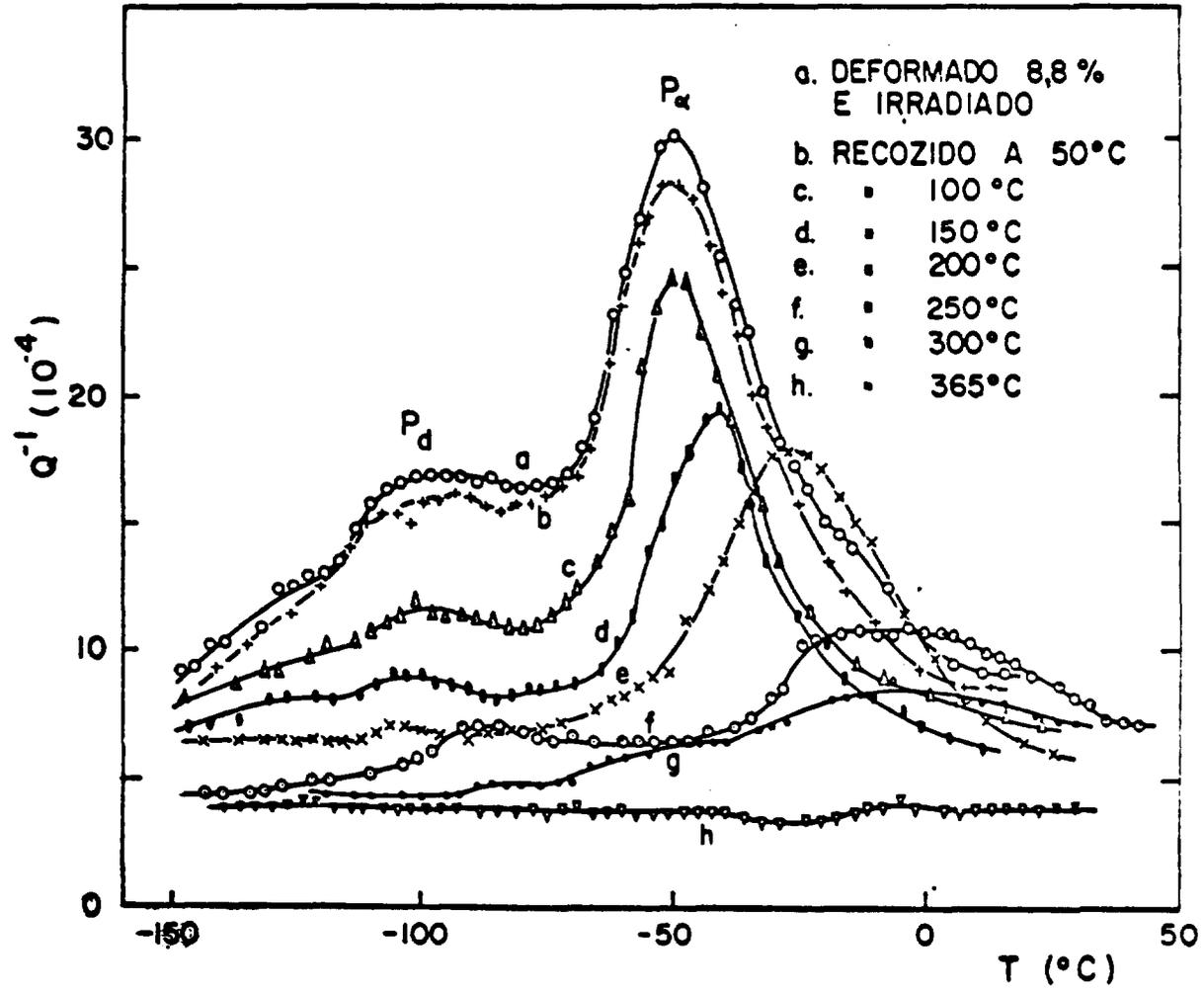


Figura 4.10

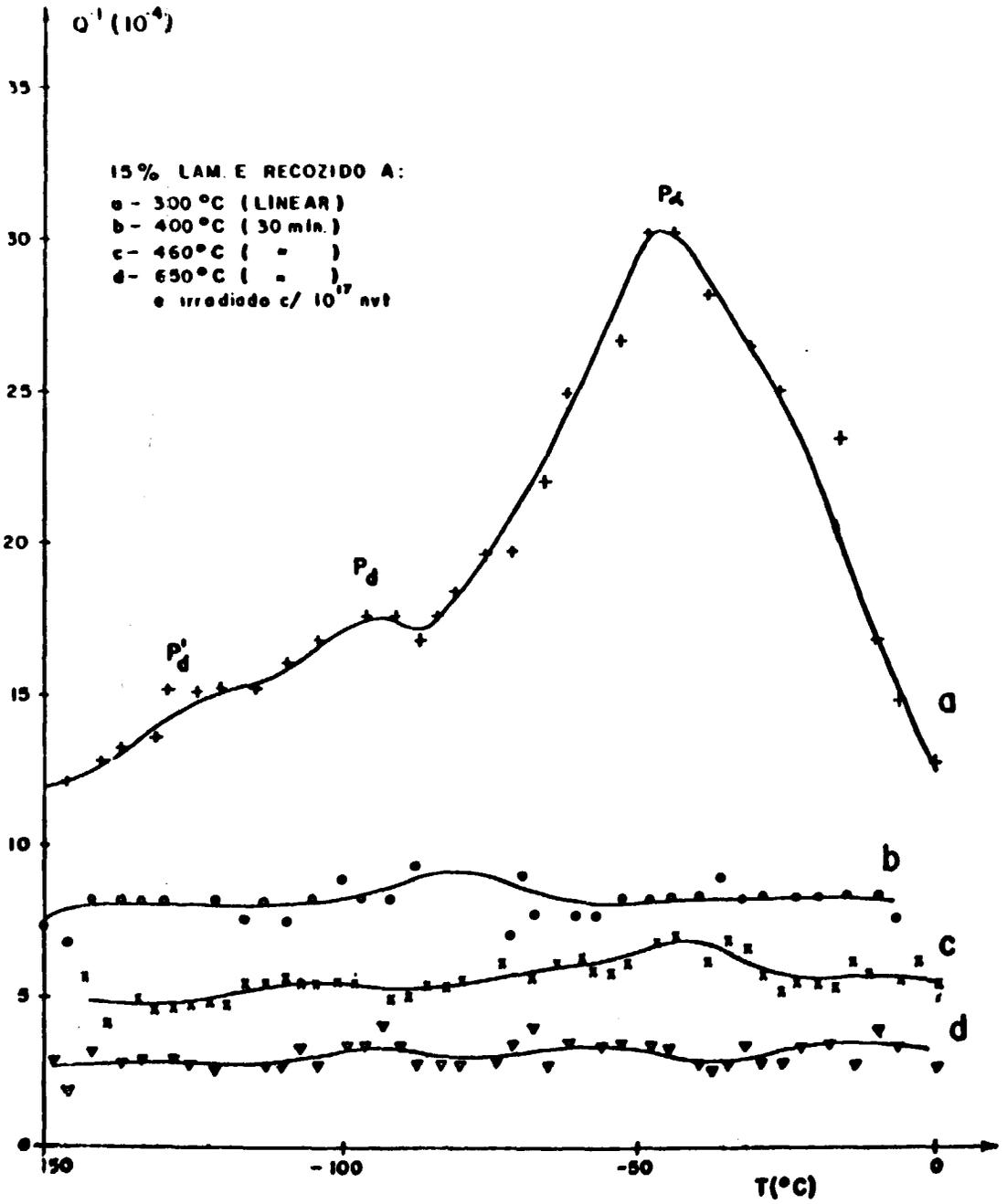


Figura 4.11

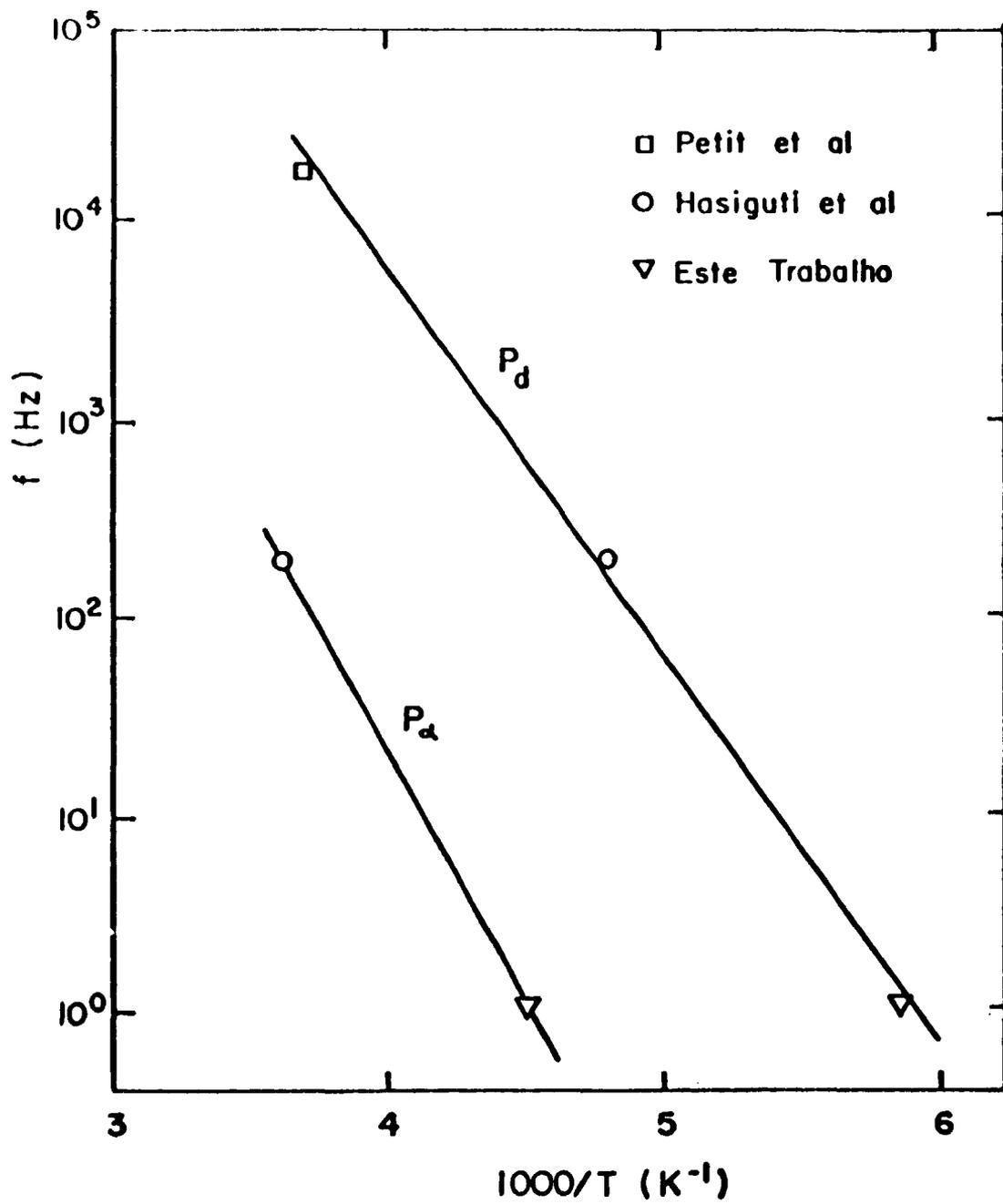


Figure 5.1

Os valores das energias de ativação estão próximos aos obtidos por PETIT et al ( $P_d = 0,40$  eV) e por HASIGUTI et al ( $P_d = 0,35 \pm 0,04$  eV;  $P_\alpha = 0,44 \pm 0,07$  eV), o que indica que os picos detetados em nosso trabalho, correspondem aos observados por estes autores.

## 5.2 – Picos $P_d$ e $P'_d$

Pudemos observar que os picos  $P_d$  e  $P'_d$  comportam-se de maneira semelhante quanto à deformação, irradiação e recozimento. Ambos só aparecem em amostras deformadas, e a temperatura do pico não é afetada por tratamentos térmicos. Igualmente, não aparecem em amostras irradiadas, se estas foram previamente recozidas a temperaturas acima de  $400^\circ\text{C}$ .

Todas estas características indicam que há a necessidade da presença de discordâncias introduzidas por deformação plástica, para que estes picos sejam detetados. Ou seja, os fenômenos observados estão relacionados com a relaxação de discordâncias.

Sabe-se que Ti- $\alpha$  possui três tipos de planos de deslizamento (planos basal (0001), piramidal ( $10\bar{1}1$ ) e prismático ( $10\bar{1}0$ )) com diferentes tensões críticas de cisalhamento resolvidas ("critical resolved shear stress") que dependem fortemente da quantidade de impurezas intersticiais<sup>(22)</sup>. É razoável supor, assim, que hajam mecanismos de relaxação diferentes para as discordâncias em cada tipo de plano de deslizamento, resultando no aparecimento de cada um dos picos  $P_d$  e  $P'_d$ .

O comportamento de ambos os picos de relaxação em função da irradiação e de recozimentos, descrito no capítulo anterior, é bastante similar ao dos picos de BORDONI observados em metais c.f.c. e sumarizados no capítulo 2. Consideramos, portanto, que ambos,  $P_d$  e  $P'_d$ , referem-se a mecanismos do tipo BORDONI baseados, principalmente, na teoria de SEEGER<sup>(49,51)</sup>. A energia de relaxação do pico  $P_d$  é mais alta do que a calculada para metais c.f.c.<sup>(11)</sup>. Isto poderia, contudo, ser devido à diferença do potencial de PEIERLS das diferentes estruturas cristalinas.

A introdução de defeitos puntiformes através da irradiação neutrônica diminui a altura do pico, culminando com seu desaparecimento após dose alta. Dados de HORAK e BLEWITT<sup>(23)</sup> indicam que a irradiação com nêutrons rápidos em Ti resulta na produção de pares de FRENKEL. De acordo com BAUER et al<sup>(1)</sup>, a migração de átomos intersticiais no Ti tem início em torno de  $-150^\circ\text{C}$ , restando, à temperatura ambiente, apenas discordâncias e vacâncias. O ancoramento das discordâncias pelas vacâncias produzidas pela irradiação, reduz o comprimento dos loops, diminuindo, assim, a altura dos picos (equação 2.11). Essa diminuição é mais drástica quando se aumenta a dose de irradiação, pois o número de defeitos ancorantes produzidos é muito maior.

Quando a amostra apenas deformada é recozida, as vacâncias migram para as discordâncias, ancorando-as, razão pela qual a altura do pico diminui. Não está ainda estabelecido a que temperatura as vacâncias podem migrar no Ti, entretanto, pode-se derivar das Figuras 4.3 e 4.10 que à temperatura em torno de  $50^\circ\text{C}$ , as vacâncias já iniciam o ancoramento das discordâncias. A característica observada em relação ao não-deslocamento do pico com os recozimentos (Figura 4.3) reforça a hipótese de uma relaxação devida só às discordâncias: o pico dependeria só das discordâncias livres para movimentar-se e não da configuração dos defeitos puntiformes envolvidos no processo de ancoramento. O rápido desaparecimento após recozimento a  $250^\circ\text{C}$  poderia ser devido ao forte ancoramento dos segmentos de discordâncias por átomos de impurezas intersticiais como carbono e oxigênio nessa temperatura<sup>(23,33)</sup>.

PETIT e QUINTARD<sup>(40)</sup> atribuíram o pico a baixa temperatura por eles observado, que corresponde ao pico  $P'_d$ , e o pico a alta temperatura,  $P_d$ , a uma interação entre discordâncias e átomos de impureza como o hidrogênio. Entretanto, não há evidência de uma correlação entre a quantidade de hidrogênio em amostras de Ti e a altura do pico.

O comportamento do período da amostra deformada e sujeita a recozimentos (Figura 4.4), pode

ser explicado de modo consistente com a interpretação desses picos de relaxação segundo o modelo de SEEGER. Pode-se observar uma variação marcante do efeito de módulo acima da temperatura de  $P'_d$ . Por outro lado, a variação do período, à temperatura abaixo de  $P'_d$ , é negligível. Isto indica que o movimento das discordâncias, ativado termicamente, inicia-se somente à temperatura acima de  $P'_d$ ; tal é, justamente, o resultado previsto pelo modelo de SEEGER.

A Figura 5.2 mostra a curva de atrito interno de uma amostra deformada 10% por tração (curva a). O fundo de atrito interno foi, nesse caso, subtraído. A meia-largura à meia-altura, do lado de baixas temperaturas, indica que o pico  $P_d$  é pelo menos duas vezes mais largo que o pico correspondente a uma única relaxação, dado pela equação 1.8 (curva b). O pico de BORDONI em metais c.f.c. caracteriza-se também por ser relativamente largo em comparação a um pico de relaxação única.

Finalmente, cabe ainda frisar que, de acordo com a presente interpretação, a variação das intensidades relativas dos picos  $P_d$  e  $P'_d$  como uma função da quantidade de deformação (Figuras 4.1 e 4.2), do modo de deformação (Figura 4.6), e dose de irradiação (Figuras 4.7 e 4.9) pode ser explicada de maneira coerente, se assumirmos diferentes tipos de reações de discordâncias a esses fatores.

### 5.2.1 – Cálculo das Tensões de Peierls

Utilizando o dado referente ao pico  $P_d$  obtido em 5.1 ( $E = 0,39$  eV) e o dado de PETIT e QUINTARD<sup>(40)</sup> referente ao pico  $P'_d$  ( $E = 0,26$  eV), a tensão de PEIERLS pode ser estimada a partir das equações 2.9 e 2.10 deduzidas nas teorias de SEEGER e de SEGGER, DONTH e PFAFF.

Da equação 2.10, obtém-se as energias de formação de um "kink" para a observação dos picos  $P'_d$  e  $P_d$ .

$$P'_d : E_K = 0,057 \text{ eV}$$

$$P_d : E_K = 0,086 \text{ eV}$$

Os valores dos parâmetros utilizados na equação 2.9 são:

$$a = 2,55 \times 10^{-8} \text{ cm}, \quad b = 2,95 \times 10^{-8} \text{ cm}, \quad c = 33,51 \times 10^{-5} \text{ erg/cm},$$

$$G = 3,85 \times 10^{11} \text{ dina/cm}^2$$

Substituindo na equação 2.9, juntamente com os valores correspondentes a cada uma das energias  $E_K$ , temos as tensões de PEIERLS:

$$P'_d : \frac{\sigma_p}{G} = 5,09 \times 10^{-4}$$

$$P_d : \frac{\sigma_p}{G} = 11,6 \times 10^{-4}$$

Estes valores são consistentes, se considerarmos que PARÉ<sup>(39)</sup> encontrou para o pico de BORDONI no Cu o valor  $\sigma_p/G = 5,3 \times 10^{-4}$ .

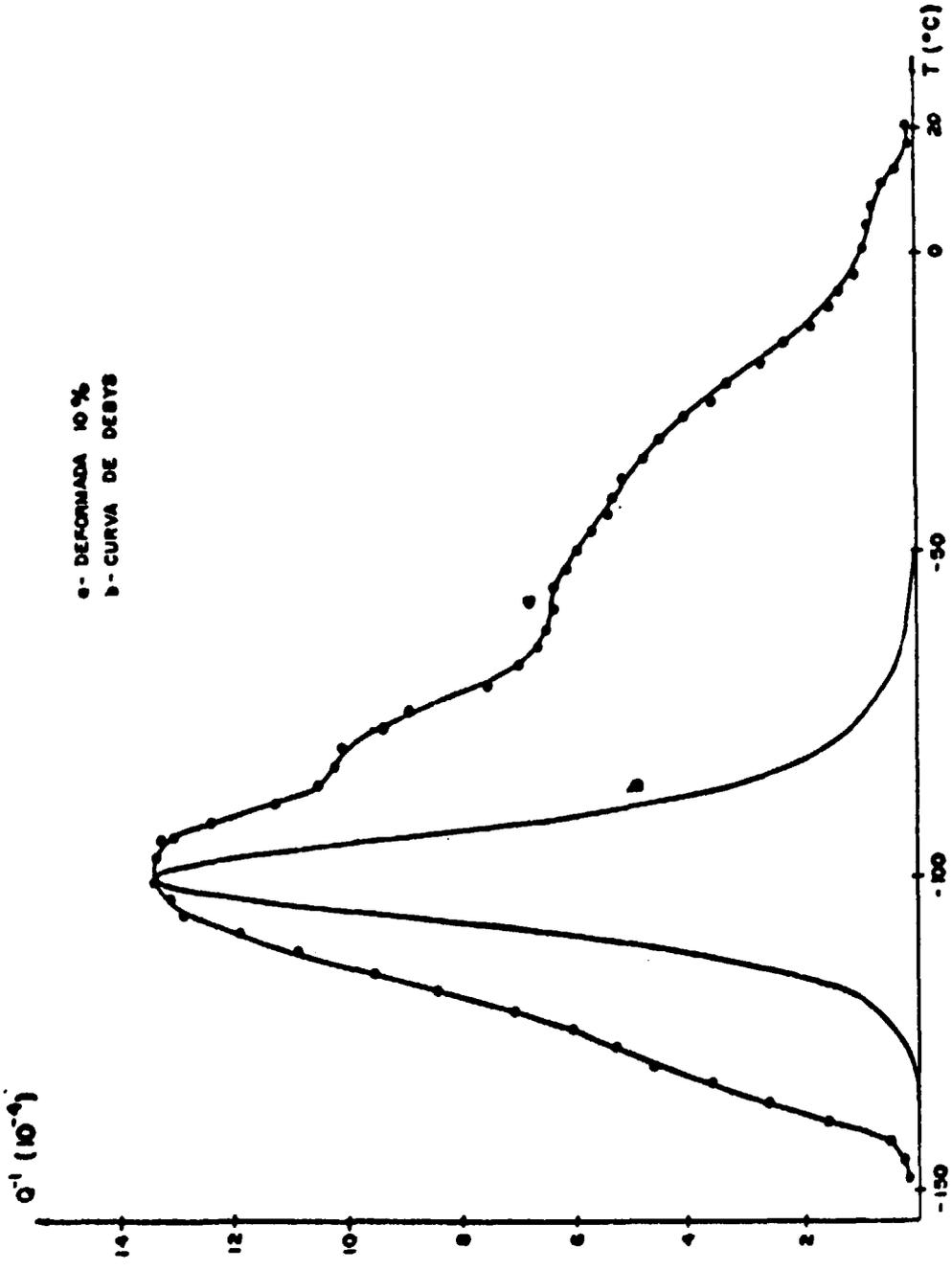


Figura 6.2

### 5.3 – Picos $P_{\alpha}$ e $P'_{\alpha}$

Ambos os picos aparecem, ligeiramente, em amostras deformadas por tração, torção e laminação, não sendo percebidas as suas presenças em amostras trefiladas. Com a irradiação, contudo, os picos crescem, indicando ser necessária a introdução de maior número de defeitos puntiformes, além das discordâncias e dos defeitos já existentes após deformação, para seu aparecimento. A necessidade da presença de discordâncias foi evidenciada após as medidas em amostras recozidas e a seguir irradiadas (Figura 4.11): enquanto a curva a, que corresponde a uma amostra recristalizada, mostra um pico  $P'_{\alpha}$ , nenhum dos dois,  $P_{\alpha}$  ou  $P'_{\alpha}$ , pode ser visto em uma amostra completamente recristalizada (curva d).

As considerações acima nos levam, naturalmente, à conclusão de que está operando, para produzir os picos  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$ , um mecanismo de relaxação, do tipo HASIGUTI em metais c.f.c., descrito no capítulo 2.

Em relação à dependência de  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$  com a dose de irradiação, que é esquematizada na figura 4.8, pode-se interpretar, tentativamente, como segue. O pico  $P'_{\alpha}$  pode ser explicado de maneira simples, se considerarmos que a irradiação com baixa dose de nêutrons formam vacâncias que irão ancorar as discordâncias, por um processo de migração a longo alcance na rede, na temperatura de irradiação ( $\sim 50^{\circ}\text{C}$ ). A interação das discordâncias com a configuração simples das vacâncias, daria origem ao pico  $P'_{\alpha}$ . Aumentando a dose de irradiação, as vacâncias podem se recombinar, formando divacâncias e diminuindo a altura do pico.

Por outro lado, a interação divacâncias-discordâncias seria a causa do aparecimento de  $P_{\alpha}$ . A Figura 5.3 mostra a superposição de duas curvas (a,b) correspondentes a duas doses de irradiação próximas, em uma amostra bruta, extraídas da Figura 4.9. Quando subtraímos uma curva da outra, observamos o aparecimento de  $P_{\alpha}$  ( $-50^{\circ}\text{C}$ ) após a dose mais alta (curva c). Para esta dose de irradiação, supõe-se que vacâncias estejam combinando-se em divacâncias, aumentando a altura do pico. O pico decresce, após doses mais altas. Observa-se também que a altura de  $P_{\alpha}$  em relação a  $P_{\alpha}$  é muito pequena, após irradiação, quando comparada com a observada na amostra deformada por tração (Figura 4.7). Nesta amostra, contudo, a densidade de discordâncias é muito alta e sua configuração complicada, pois a amostra foi trefilada.

O comportamento de  $P_{\alpha}$  com os recozimentos (Figura 4.10, curva b e g) pode ser entendido se considerarmos que as divacâncias migram ao longo das discordâncias, formando aglomerados e tornando-se fortes pontos de ancoramento, o que contribui para o desaparecimento e deslocamento da temperatura do pico.

#### 5.3.1 – Verificação da Teoria de Schiller para o Pico $P'_{\alpha}$

O modelo de SCHILLER<sup>(48)</sup> pode ser verificado se assumirmos os valores para os parâmetros  $\Lambda = 10^8 \text{ cm/cm}^3$ ,  $L_N = 10^{-5} \text{ cm}$ ,  $N_0 = 10^{13} / \text{cm}^3$ ,  $\bar{r} = 5 \times 10^{-6} \text{ cm}$ , e considerarmos a temperatura do pico  $P'_{\alpha}$ ,  $T_p = -70^{\circ}\text{C}$  para amostra deformada 8% e irradiada com  $1,8 \times 10^{15} \text{ n cm}^{-2}$  (Figura 4.7 curva c). Os outros parâmetros  $g$ ,  $b$  e  $G$ , foram já definidos na seção 5.2.1.

Da equação 2.15, tem-se, substituindo os parâmetros acima:

$$\bar{R} = 2,75 \times 10^{-2} \text{ eV}$$

O valor máximo do atrito interno  $Q^{-1}$  é obtido quando  $\omega\tau = 1$  na equação 2.24; a altura máxima atingida pelo pico ocorre quando  $N = N_0$  (Figura 2.9). Substituindo esses valores, obtém-se:

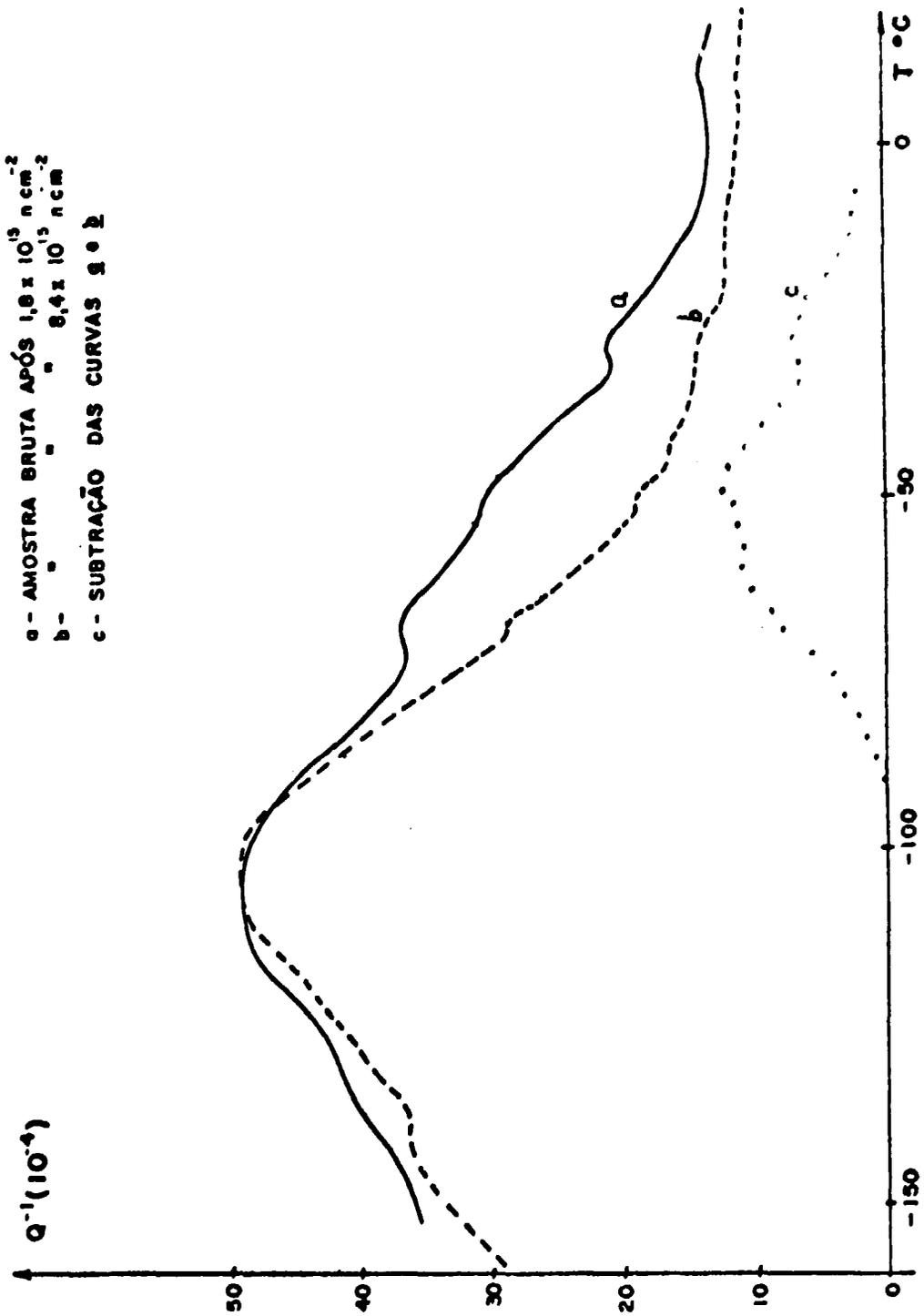


Figura 5.3

$$Q_{\max}^{-1} = 5,3 \times 10^{-4}$$

Este é um valor razoável, comparado com a altura máxima observada experimentalmente, com a dose de irradiação ( $Q_{\max}^{-1} \sim 20 \times 10^{-4}$ ), para o pico  $P'_{\alpha}$ , já que os valores assumidos para a densidade de discordâncias, o comprimento do segmento e o número de defeitos ancorantes, são apenas estimativos.

## CAPÍTULO 6

### CONCLUSÕES E SUGESTÕES

#### 6.1 – Deduzimos deste Estudo, as Seguintes Principais Conclusões

– As medidas de atrito interno a baixas frequências, em função da temperatura, em amostras de Ti deformadas plasticamente, mostram a existência de pelo menos quatro picos de relaxação:  $P'_d$  ( $-140^{\circ}\text{C}$ ),  $P_d$  ( $-100^{\circ}\text{C}$ ),  $P'_\alpha$  ( $-75^{\circ}\text{C}$ ) e  $P_\alpha$  ( $-50^{\circ}\text{C}$ ).

Os picos  $P'_d$  e  $P_d$  são consistentes com dados de outros autores. Contudo, as presenças dos picos  $P'_\alpha$  e  $P_\alpha$  foram evidenciadas, claramente, pela primeira vez, através deste estudo.

– A intensidade de relaxação e a forma dos picos  $P_d$  e  $P'_d$  dependem da quantidade de deformação e do tipo de deformação aplicada.

– A temperatura em que  $P'_d$  e  $P_d$  surgem, varia com a quantidade de deformação plástica introduzida, não dependendo, contudo, da dose de irradiação aplicada no material deformado.

– Recozimentos e irradiação diminuem a altura dos picos  $P_d$  e  $P'_d$ . O comportamento de ambos os picos, em relação a estes tratamentos, sugere fortemente um mecanismo de relaxação de discordâncias, do tipo BORDONI, contrariando as hipóteses até agora existentes da interação discordâncias-defeitos puntiformes. Diferentes planos de deslizamento caracterizariam o movimento das discordâncias em estruturas h.c. do Ti- $\alpha$ , dando origem a cada um dos picos  $P_d$  e  $P'_d$ . Esta seria a principal diferença entre picos de BORDONI em metais c.f.c. e em metais h.c.

– A teoria de SEEGER, com as modificações de SEEGER, DONTH e PFAFF, para picos de BORDONI, é aplicável aos picos  $P_d$  e  $P'_d$ . As tensões de PEIERLS para o Ti, calculadas desta teoria, são razoáveis quando comparadas com a calculada para o Cu.

– Os picos  $P_\alpha$  e  $P'_\alpha$  são fortemente influenciados pela irradiação, no sentido oposto de  $P_d$  e  $P'_d$ : os primeiros crescem, às expensas dos dois últimos.

– A dependência das alturas de  $P_\alpha$  e  $P'_\alpha$  com a irradiação e recozimentos, evidencia a necessidade da existência de defeitos puntiformes, além das discordâncias, para a observação desses picos, sugerimos um mecanismo do tipo HASIGUTI, de interação discordâncias-defeitos puntiformes.

É sugerido que os defeitos puntiformes responsáveis pelo aparecimento de  $P'_\alpha$  sejam vacâncias, enquanto que  $P_\alpha$  surgiria devido à interação discordâncias-divacâncias.

– O comportamento de  $P'_{\alpha}$  é consistente como o modelo de SCHILLER, fortalecendo a hipótese assumida para o mecanismo operante em relação à dose de irradiação.  $P_{\alpha}$  concorda, igualmente, com a predição do modelo.

– O estudo do comportamento plástico de metais h.c. como Ti e Zr não tem sido tão extensivo como em metais c.f.c. como Cu, Ag e Au. Isto porque os sistemas de escorregamento dos primeiros são mais complicados do que os últimos, e impurezas intersticiais como o O e H têm importante papel sobre o comportamento e as propriedades das discordâncias. O presente trabalho, baseado em medidas de atrito interno, tornou claro que a técnica pode ser efetivamente aplicada para o estudo das propriedades microscópicas das discordâncias, tais como o movimento termicamente ativado na rede cristalina, e interações com defeitos puntiformes e átomos de impureza.

Encontramos neste estudo, que discordâncias em metais h.c. comportam-se, essencialmente, como em metais c.f.c. Tal leva, em correspondência, a um espectro similar de atrito interno em ambas as estruturas, como evidenciado pela presença de dois picos de BORDONI ( $P_d$  e  $P'_d$ ) em Ti, quando comparado com um simples pico em metais c.f.c. Além disso, o significativo crescimento dos picos  $P_{\alpha}$  e  $P'_{\alpha}$  (picos de HASIGUTI), após irradiação em amostras deformadas, mostra que a resposta do Ti contendo discordâncias é bastante sensível a efeitos de irradiação, do ponto de vista do estudo de atrito interno.

Finalmente, concluímos que as várias características observadas, de Ti com imperfeições na rede, contribuem, certamente, para uma melhor compreensão das propriedades mecânicas e físicas do material.

## 6.2 – Sugestões para Trabalhos Posteriores

1.a – Fazer deformações em Ti puro a baixas temperaturas e observar a evolução dos picos  $P_d$  e  $P_{\alpha}$  quando a amostra é submetida ao processo de envelhecimento. Nesse caso, o processo de ancoramento das discordâncias pelas vacâncias poderia ser acompanhado, permitindo um melhor conhecimento da natureza dos picos  $P_d$  e  $P_{\alpha}$ .

1.b – Irradiar com nêutrons, a temperaturas suficientemente baixas para impedir o movimento das vacâncias ( $\sim 0^{\circ}\text{C}$ ), amostras deformadas e/ou recozidas. O mesmo processo citado no parágrafo anterior poderia ser observado em um estudo em função da temperatura de recozimento ou do tempo de envelhecimento.

2 – Estudar o efeito da irradiação neutrônica em amostras deformadas por tração, torção e laminação, observando a dependência de  $P_{\alpha}$ , quanto à intensidade de relaxação, com o tipo de configuração de discordâncias resultante de cada tipo de deformação. Este estudo seria importante para entender o processo microscópico do movimento de discordâncias em metais hexagonais deformados.

3 – Investigar efeito de impurezas, como o H, sobre os picos de relaxação. Se a interpretação dada em nosso trabalho, para os picos  $P_d$  e  $P'_d$  corresponde à realidade, cada um destes comportar-se-á de maneira diferente em relação à quantidade de impurezas no material.

4 – Fazer irradiação com elétrons para ter apenas defeitos puntiformes simples dentro do material, permitindo um estudo melhor do comportamento de  $P'_{\alpha}$  com a irradiação.

## ABSTRACT

Internal friction and modulus defect have been measured in pure Ti at low temperature using an inverted torsion-pendulum at about 1 Hz.

The presence of four relaxation peaks  $P'_d$  (-140°C),  $P_d$  (-101°C),  $P'_\alpha$  (-75°C) and  $P_\alpha$  (-50°C) has been found, and effects of plastic deformation, heat treatment and neutron irradiation on these peaks have been investigated in detail. Activation energies and frequency factors of  $P_d$  and  $P_\alpha$  peaks are consistent with the data in higher frequency range reported by other workers.

The  $P_d$  and  $P'_d$  peaks grow after deformation and tend to decay after annealing at high temperatures or after neutron irradiation. Both peaks are reasonably interpreted in terms of dislocation relaxation mechanisms (Bordoni type) arising from thermally activated motion of dislocations in different slip planes of h.c.f. structure. Peierls stress of dislocations giving rise to each peak has been calculated based on Seeger's theory, and found to be consistent with that of f.c.c. metals.

On the other hand,  $P_\alpha$  and  $P'_\alpha$  peaks grow significantly at the expense of  $P_d$  and  $P'_d$  peaks after neutron irradiation in deformed samples. The behaviour of these peaks as a function of irradiation dose and annealing temperatures strongly indicated that they are due to relaxations resulting from dislocations-point defects interactions (Hasiguti type). It is tentatively suggested that  $P_\alpha$  and  $P'_\alpha$  peaks are related with interactions of dislocations with divacancies and single vacancies, respectively.

Application of Schiller's model showed a consistent result with regard to the  $P'_\alpha$  peak experimentally observed.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

1. BAUER, W.; HERSCHBACH, K.; JACKSON, J. J. Low-temperature electron and alpha-particle irradiation of titanium. *Phys. Rev.*, 185(3):924-30, Sep. 1969.
2. BENOIT, W.; GRANDCHAMP, P. A.; VITTOZ, B.; FANTOZZI, G.; PEREZ, J.; GOBIN, P. Modulus effects and Hasiguti peaks on two coldworked fcc metals: gold and aluminium. *J. Phys. Chem. Sol.*, 31:1907-12, 1970.
3. BORDONI, P. G. *Ric. Sic.*, 19:851, 1949 apud BATIST, R. *Internal friction of structural defects in crystalline solids*. Amsterdam, North-Holland, 1972.
4. BORDONI, P. G.; NUOVO, M.; VERDINI, L. Dislocation relaxation in zinc single crystals. *Nuovo Cim.*, 19:1397-401, 1960.
5. BORDONI, P. G.; NUOVO, M.; VERDINI, L. Relaxation of dislocations in copper. *Nuovo Cim.*, 14:3177-218, 1959.
6. BRAILSFORD, A. D. Abrupt-kink model of dislocation motion. *Phys. Rev.*, 122(3):778-86, May 1961.
7. BRAILSFORD, A. D. Abrupt-kink model of dislocation motion II. *Phys. Rev.*, 128(3):1033-8, 1962.
8. BRAILSFORD, A. D. Abrupt-kink model of dislocation motion. III. The effect of internal stresses. *Phys. Rev.*, 137A(5A):1562-72, Mar. 1965.

(\* As referências bibliográficas relativas a documentos localizados pelo IEA foram revistas e enquadradas na NB-66 de ABNT.

9. BRUNER, L. J. Low-temperature internal friction in face-centered cubic and body-centered cubic metals. *Phys. Rev.*, 118(2):399-410, Apr. 1960.
10. BRUNER, L. J. & MECS, B. M. Modulus and damping of copper after plastic deformation at 4.2°K. *Phys. Rev.*, 129(4):1525-32, Feb. 1963.
11. BURDETT, C. F. & QUEEN, T. J. The role of dislocations in damping. *Metall. Rev.*, 143(1):47-65, 1970.
12. CASWELL, H. L. Investigation of low-temperature internal friction. *J. appl. Phys.*, 29:1210-4, 1958.
13. DE BATIST, R. *Internal friction of structural defects in crystalline solids*. Amsterdam, North-Holland, 1972.
14. ENGELKIC, H. Ein Diffusionsmodell zur Behandlung der Doppelkinkrelaxation in Kubisch-Flächenzentrierten metallen. *Phys. Status Solidi*, 36:231-44, 1969.
15. FELTHAN, P. On low temperature internal friction peaks in deformed metals. *Phil. Mag.*, 13:913-9, 1966.
16. GILMAN, J. J. Debris dipoles and low-temperature internal friction in crystals. *Phil. Mag.*, 7:1779-82, 1962.
17. GRANATO, A. & LUCKE, K. Theory of mechanical damping due to dislocations. *J. appl. Phys.*, 27:583-93, 1956.
18. GRANDCHAMP, P. A.; BAYS, B.; BENOIT, W. Effects du recuit sur le pic de Bordoni et l'anomalie de module de l'or 99,999% écroui et irradié aux neutrons rapides. *Mem. Sci. Rev. Metall.*, 68:617-27, 1971.
19. HASIGUTI, R. R. *J. Phys. Soc. Japan*, 18(Suppl., 1):114, 1963 apud KOIWA, M. & HASIGUTI, R. R. A theory of internal friction peak to thermal unpinning of dislocations and its application to P<sub>1</sub> peak in copper. *Acta metall.*, 13:1220, 1965.
20. HASIGUTI, R. R. Theory of mechanical relaxation peaks in cold-worked metals. *Phys. Status Solidi*, 9:157-66, 1965.
21. HASIGUTI, R. R.; IGATA, N.; KAMOSHITA, G. Internal friction peaks in cold-worked metals. *Acta metall.*, 10:442-7, 1962.
22. HONEYCOMBE, R. W. K. *The plastic deformation of metals*. London, Edward Arnold, 1968.
23. HORAK, J. A. & BLEWITT, T. H. Fast and thermal-neutron irradiation and annealing of Cu, Ni, Fe, Ti and Pd. *Nucl. Technol.*, 27:416-37, 1975.
24. HULL, D. *Introduction to dislocation*. London, Pergamon, 1969.
25. KOEHLER, J. S. *Imperfections in nearly perfect crystals*. New York, N. Y., Wiley, 1952. p. 197. apud GRANATO, A. & LUCKE, K. Theory of mechanical damping due to dislocations. *J. appl. Phys.*, 27:583, 1956.
26. KOIWA, M. & HASIGUTI, R. R. Internal friction peaks at low temperatures in deformed copper. *Acta metall.*, 11:1215-22, 1963.

27. KOIWA, M. & HASIGUTI, R. R. A theory of internal friction peak due to thermal unpinning of dislocations and its applications to  $P_1$  peak in copper. *Acta metall.*, 13:1219-30, 1965.
28. LAUZIER, J.; ORY, M.; FANTOZZI, G.; MINIER, C.; MOSER, P. Influence of strain amplitude on the internal friction of cold-worked and electron-irradiated copper. *Phys. Status Solidi, A, Applied Research*, 32:305-14, 1975.
29. LOTHE, J. Aspects of the theories of dislocations mobility and internal friction. *Phys. Rev.*, 117(3):704-8, Feb. 1960.
30. MASON, W. P. Dislocation relaxations at low temperatures and the determination of the limiting shearing stress of a metal. *Phys. Rev.*, 98(4):1136-8, May 1955.
31. MASON, W. P. Comments on Weertman's dislocation relaxation mechanism. *Phys. Rev.*, 101(4):1430-1, Feb. 1956.
32. MERCIER, O. & BENOIT, W. Internal friction peaks of electron and neutron-irradiated cold-worked gold and dilute gold and dilute gold alloys. *Radiat. Eff.*, 27:207-18, 1976.
33. MISHRA, S. & ASUNDI, M. K. Internal friction studies in titanium and titanium base alpha and beta alloys. In: JAFFEE, R. I. & BURTE, H. M., eds. *Titanium science and technology: proceedings of the second international conference by. . . Cambridge, Massachusetts, May 2-5, 1972*, v.2. New York, N. Y., Plenum, 1973. p. 883-903.
34. MOTT, N. F. *Imperfections in nearly perfect crystals*. New York, N. Y., Wiley, 1952.
35. NIBLETT, D. H. & WILKS, J. The internal friction of cold worked copper at low temperature. *Phil. Mag.*, 1:415-8, 1956.
36. NIBLETT, D. H.; BROWN, G. R.; ZEIN, N. The Bordoni peak in copper and silver single crystals. In: LENZ, D., ed. *Internal friction and ultrasonic attenuation in crystalline solids*, v.2. Berlin, Springer, 1975. p.306-13.
37. OKUDA, S. & HASIGUTI, R. R. Internal friction peaks of cold-worked gold and copper at low temperatures. *Acta metall.*, 11:257-65, 1963.
38. ORY, M.; FANTOZZI, G.; LAUZIER, J.; MINIER, C.; MOSER, P. Internal friction of cold-worked and irradiated copper. *Nuovo Cim.*, 33B:125-30, 1976.
39. PARÉ, V. K. Study of the Bordoni internal friction peaks in copper. *J. appl. Phys.*, 32:332-40, 1961.
40. PETIT, J. & QUINTARD, M. Frottement intérieur du titane écroui dans le domaine des basses températures. *Phys. Status Solidi, A, Applied Research*, 37:257-62, 1976.
41. PETIT, J.; QUINTARD, M.; MAZOT, P.; FOUQUET, J. de Anelastic effects due to dislocations in low temperature cold-worked titanium and zirconium. In: LENZ, D., ed. *Internal friction and ultrasonic attenuation in crystalline solids*, v.2. Berlin, Springer, 1975. p. 407-14.
42. PETIT, J.; QUINTARD, R.; SOULET, R.; FOUQUET, J. Étude des pics de frottement intérieur observés après écrouissage sur le titane et le zirconium, dans le domaine des basses températures. *J. Phys. (Paris)*, 32:215-20, 1971.
43. PICHON, R.; BISOGNI, E.; MOSER, P. Frottement interne dans le titane irradié ou écroui a 77K. *Radiat. Eff.*, 22:173-9, 1974.

44. POVOLO, F. & BISOGNI, E. A. Internal friction in zirconium-hydrogen alloys at low temperatures. *J. nucl. Mater.*, 29:82-102, 1969.
45. SACK, H. S. Review of low temperature relaxation peaks. *Acta metall.*, 10:455-60, 1962.
46. SAVINO, E. J. & BISOGNI, E. A. Low temperature internal friction of cold-worked zirconium. *J. Phys. (Paris)*, 32:209-13, 1971.
47. SAVINO, E. J. & BISOGNI, E. A. Low temperature relaxation process in cold-worked zirconium. *J. nucl. Mater.*, 50:298-308, 1974.
48. SCHILLER, P. Zum Mechanischen Relaxationsspektrum in Kupfer. *Phys. Status Solidi*, 5:391-8, 1964.
49. SEEGER, A. On the theory of the low-temperature internal friction peak observed in metals. *Phil Mag.*, 1:651-62, 1956.
50. SEEGER, A. & SCHILLER, P. The formation and diffusion of kinks as the fundamental process of dislocation movement in internal friction measurements. *Acta metall.*, 10:348-57, 1962. (In German).
51. SEEGER, A.; DONTZ, H.; PFAFF, F. The mechanism of low temperature mechanical relaxation in deformed crystals. *Disc. Far. Soc.*, 23:19-30, 1957.
52. THOMPSON, D. O. & HOLMES, D. K. Effects of neutron irradiation upon the young's modulus and internal friction of copper single crystals. *J. appl. Phys.*, 27:713-23, 1956.
53. TSUI, R. T. C. & SACK, H. S. Internal friction and transmission electron microscopy studies of magnesium-I. Internal friction. *Acta metall.*, 15:1715-22, 1967.
54. VÖLKL, J.; WEINLANDER, W.; CARSTEN, J. Relaxationserscheinungen in hochreinem, polykristallinem Aluminium nach plastischer verformung bei tiefen Temperature. *Phys Status Solidi*, 10:739-54, 1965.
55. WEERTMANN, J. Mason's dislocation relaxation mechanism. *Phys. Rev.*, 101(4):1429-30, Feb. 1956.
56. ZENER, C. *Elasticity and anelasticity of metals*. Chicago, Ill., University of Chicago, 1948.

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**  
Caixa Postal, 11049 – Pinheiros  
CEP 05508  
01000 – São Paulo – SP

Telefone: 211-6011  
Endereço Telegráfico – IEATOMICA  
Telex – 011-23592 IENA BR