

UM ESTUDO COMPARATIVO DO EFEITO SNOEK-KÖSTER EM METAIS DE TRANSIÇÃO

Juliana Maria de Albuquerque Gimenez, Rosilene de Rezende, Terlize Cristina Niemeyer, Jean Paulo Reghine China, Carlos Alberto Fonzar Pintão e Carlos Roberto Grandini

*Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências, Departamento de Física
17.033-360, Bauru, SP, Brasil
betog@bauru.unesp.br*

*Odila Florêncio
Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Física
13.565-065, São Carlos, SP, Brasil*

Palavras-chave: anelasticidade, atrito interno, efeito Snoek

Resumo

Átomos de impurezas intersticiais presentes em metais de transição causam alterações significativas no comportamento anelástico, que se manifestam sob a forma de picos nos espectros de atrito interno como função do inverso da temperatura, conhecidos como Picos de Snoek. Este trabalho apresenta o estudo do comportamento anelástico em amostras de metais de transição, como nióbio, tântalo e molibdênio contendo átomos de elementos intersticiais. As amostras utilizadas foram policristais produzidos através de fusão por feixe de elétrons na Rice University (USA). As medidas de atrito interno foram efetuadas utilizando-se um Pêndulo de Torção invertido operando com frequência entre 0,1 e 10 Hz, num intervalo de temperatura compreendido entre 300 e 700 K, com taxa de aquecimento em torno de 1,0 K/min. Os resultados mostraram espectros contendo uma estrutura de relaxação que foi atribuída a um processo de relaxação devido a tensões internas provocadas por uma pequena deformação da amostra.

Abstract

Atoms of interstitial impurities present in transition metals cause significant alterations in the anelastic behavior, which appears as peaks in the internal friction spectra, known as Snoek Peaks. This work presents the study of the anelastic behavior in samples of transition metals, as niobium, tantalum and molybdenum with atoms of interstitial elements. The samples were polycrystals produced electron beam melting in the Rice University (USA). The internal friction measurements were made using an inverted torsion pendulum, oscillating with frequency between 0,1 and 10 Hz, in a temperature range between 300 and 700 K, with heating rate around 1,0 K/min. The results shown a relaxation structure that it was attributed to a relaxation process due to internal stress caused by a small deformation of the sample.

1. Introdução

Nas últimas seis décadas, as medidas de atrito interno têm sido utilizadas como uma rica fonte de informa-

ções a respeito do comportamento de gases difundidos intersticialmente em metais ou ligas metálicas, uma vez que, através delas, podemos obter informações a respeito de difusão, concentração de intersticiais, limite de solubilidade, fenômenos de precipitação, interação entre intersticiais e outras imperfeições da rede cristalina [1-3].

O interesse nesse estudo iniciou-se por volta de 1940 com o primeiro trabalho de Snoek [4], no qual postulou que átomos de impurezas intersticiais reorientam-se sob a ação de uma tensão externa aplicada. Essa reorientação dá origem a um pico no espectro de atrito interno como função da temperatura, que ficou conhecido como Pico de Snoek.

Este trabalho mostra um estudo de relaxações anelásticas efetuado em amostras de nióbio, tântalo e molibdênio livres de impurezas intersticiais, através de medidas de atrito interno e frequência como função da temperatura. Os resultados mostram uma estrutura de relaxação na região de alta temperatura, que foi atribuída a um processo de relaxação devido a tensões internas provenientes do processo de fusão da amostra.

2. Parte Experimental

As amostras policristalinas de nióbio, tântalo e molibdênio foram produzidas através de fusão por feixe de elétrons na Rice University (Houston, TX., USA), contendo 99,99 % de pureza. As amostras foram recebidas na forma de barras cilíndricas com cerca 5 mm de diâmetro por 200 mm de comprimento. Para serem utilizadas em medidas de atrito interno no pêndulo de torção, foi necessário submeter as amostras a trabalhos mecânicos a frio, atingindo dimensões finais de 2 mm de diâmetro por 50 mm de comprimento. Este trabalho foi responsável pelo surgimento de tensões internas, que podem ser removidas efetuando-se um tratamento térmico do tipo recozimento.

Essas amostras não contêm quantidade significativa de elementos dissolvidos intersticialmente na matriz metálica (em solução sólida) e foram medidas da maneira como foram recebidas, após atingir as dimensões finais desejadas.

Existem várias técnicas que podem ser utilizadas no estudo de relaxações anelásticas, cada qual adequada para um tipo de imperfeição a ser estudada. Por exemplo,

utiliza-se alta frequência (Pulso-Eco Ultrassônico) para se obter informações a respeito de linhas de discordância ou defeitos pontuais e baixa frequência (Pêndulo de Torção), para investigar intersticiais.

O princípio de medida do atrito interno é muito simples: a amostra é colocada a vibrar em seu modo fundamental (vibrações livres ou forçadas), que causa a dissipação de energia sob a forma de calor, devido a existência de atrito interno. Essa dissipação de energia pode ser medida direta ou indiretamente. No caso do Pêndulo de Torção, essa dissipação de energia por ciclo é medida através do decremento logarítmico que é, a menos de uma constante, o próprio atrito interno da amostra [5].

Os espectros de atrito interno e frequência como função da temperatura foram obtidos utilizando-se um Pêndulo de Torção invertido [6] com frequência de oscilação entre 1,0 e 10 Hz na faixa de temperatura compreendida entre 300 e 700 K. As medidas foram efetuadas aquecendo as amostras, com taxa em torno de 1,0 K/min e vácuo da ordem de 10^{-5} mbar. Os dados relativos ao amortecimento da amplitude de oscilação foram coletados automaticamente, utilizando-se um feixe de laser refletido por um espelho colocado sobre o eixo do pêndulo e atingindo dois fotodiodos conectados a um microcomputador.

3. Resultados e Discussão

As curvas de atrito interno e frequência função da temperatura para a amostra de nióbio medida com frequência de oscilação de 1,4 e 9,1 Hz, são mostradas na figura 1. Podemos observar que os espectros de relaxação apresentam uma estrutura de relaxação na região de alta temperatura, aparentemente termicamente ativada (por questões técnicas, não foi possível completar o pico, em função da máxima temperatura atingida pelo sistema ser 700 K). Tal estrutura é característica de uma amostra deformada e com tensões internas, oriundas do processo de preparação da amostra [7].

As curvas de atrito interno e frequência para a amostra de tântalo, medida com frequência de 2,8 e 9,0 Hz, são mostradas na figura 2. Nesse caso, a estrutura de relaxação é bem mais clara e percebemos que se trata de um processo de relaxação termicamente ativado, isto é, desloca-se para a região de alta temperatura com o aumento da frequência. A amplitude do pico também aumenta com o aumento da frequência.

Um comportamento semelhante é observado nas curvas de atrito interno e frequência para a amostra de molibdênio, medida com frequência de 3,5 e 11,2 Hz, que são apresentadas na figura 3. Nesse caso, além da característica de deslocar-se para a região de alta temperatura com o aumento da frequência, observamos um aumento descomunal na amplitude do pico com o aumento da frequência.

Fazendo uma análise de todos os resultados apresentados, fica uma suspeita que o pico de relaxação encontrado na região de alta temperatura seja devido ao processo de relaxação de Snöek-Köster. Este processo de relaxação é devido à amostra conter uma certa taxa de

deformação, provavelmente oriunda do processo de preparação da amostra.

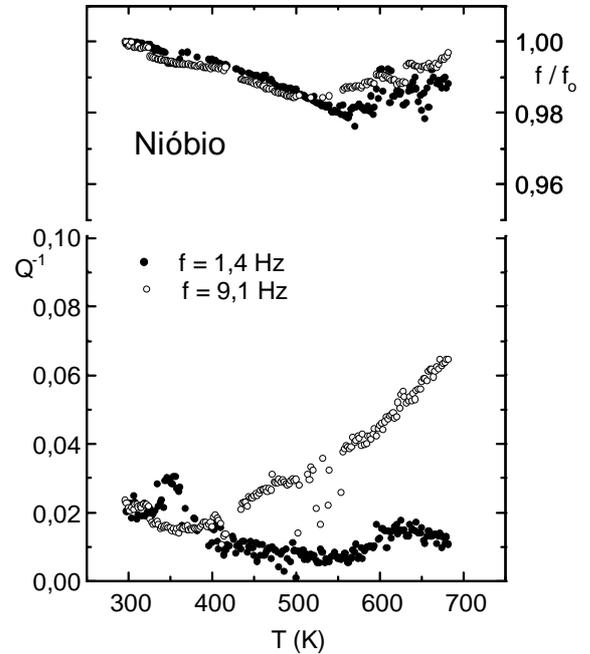


Figura 1 – Atrito interno e frequência como função da temperatura para a amostra de nióbio.

Para verificar esta suspeita, analisamos os picos apresentados, fazendo uma regressão através do método das subtrações sucessivas, usando o módulo “peakfitting” do software Microcal Origin©. Tal procedimento consistirá no melhor ajuste de um pico do tipo Debye, que é definido pela expressão:

$$Q^{-1} = Q_m^{-1} \operatorname{sech} \left[\frac{E}{k} \left(\frac{1}{T_m} - \frac{1}{T} \right) \right]$$

onde: Q_m^{-1} é a altura do pico; E é a energia de ativação e T_m é a temperatura do pico.

Os parâmetros de relaxação referente a este processo são:

| Material | Frequência (Hz) | Temperatura do pico (K) | Energia de Ativação (eV) |
|----------|-----------------|-------------------------|--------------------------|
| Nb | 1,4 | 635,4 | 1,20 |
| Ta | 2,8 | 605,8 | 1,25 |
| | 9,0 | 641,2 | 1,25 |
| Mo | 3,5 | 649,7 | 1,40 |

Comparando nossos resultados com os apresentados na literatura [8-10], para este processo de relaxação, encontramos uma congruência muito boa, dentro de um erro de 10%.

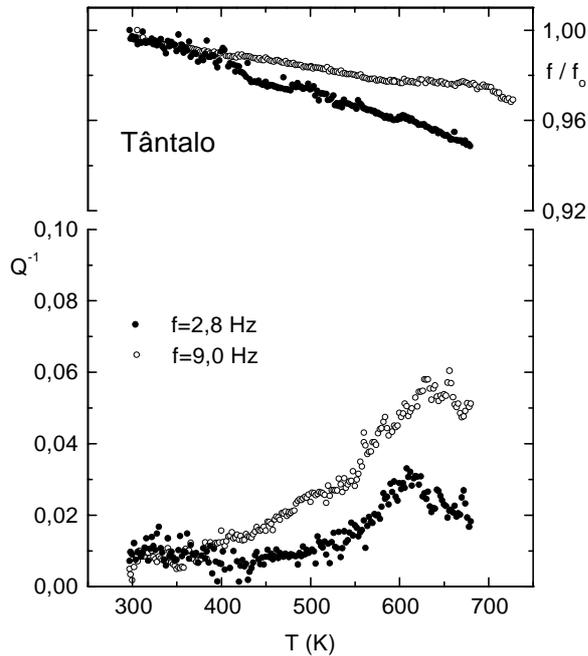


Figura 2 – Atrito interno e frequência como função da temperatura para a amostra de tântalo.

4. Conclusões

Nós estudamos por intermédio de medidas de relaxações anelásticas, amostras de nióbio, tântalo e molibdênio sem a presença de elementos intersticiais na matriz metálica, da forma como foram recebidas do processo de fusão.

Os resultados mostraram espectros contendo uma estrutura de relaxação na região de alta temperatura que foi atribuída a um processo de relaxação devido a tensões internas provocadas por uma pequena deformação da amostra, provavelmente proveniente do processo de preparação das amostras (processo de relaxação Snöek-Köster), cuja energia de ativação é de 1,20 eV para Nb, 1,25 eV para Ta e 1,45 eV para Mo.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem ao Prof. Dr. José Roberto Gonçalves da Silva pela cessão das amostras de nióbio, tântalo e molibdênio e ao CNPq, FAPESP e FUNDUNESP pelo suporte financeiro.

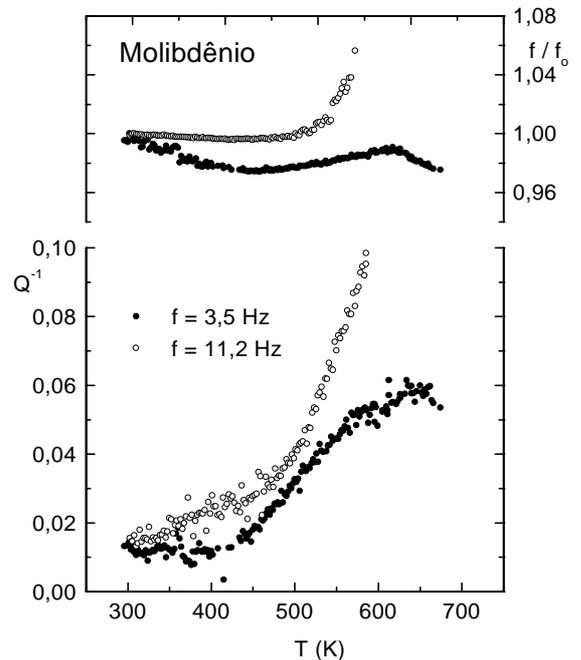


Figura 3 – Atrito interno e frequência como função da temperatura para a amostra de molibdênio.

6. Referências

- 1 B. S. Berry, *Acta Metall.* **10**, 271 (1962).
- 2 C. A. Wert, *J. Phys. Chem. Solids* **31**, 1771 (1970).
- 3 Z. C. Szkopiak, *J. Physique* **32**, C21 (1971).
- 4 J. L. Snoek, *Physica* **8**, 711 (1941).
- 5 A. S. Nowick and B. S. Berry, *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*, Academic Press, New York, 1972.
- 6 C. R. Grandini; R. M. F. Scalvi; A. R. G. Oliveira; O. Florêncio; H. Tejima e J. A. R. Jordão, *Revista Brasileira de Física Aplicada e Instrumentação* **10**, 133 (1995).
- 7 C. A. Wert, *J. Appl. Phys.* **60**, 1888 (1986).
- 8 M. Weller, *J. de Physique* **46**, C1071 (1985).
- 9 – L. Hollang; M. Hommel; A. Seeger, *Phys. Stat. Sol. (a)* **160**, 326 (1997).
- 10 Q. F. Fang, M. Weller and J. Diehl, *Phys. Stat. Sol. (a)* **156**, 331 (1996).