

ESTUDO DO EFEITO SNOEK DEVIDO A OXIGÊNIO E NITROGÊNIO EM TUNGSTÊNIO UTILIZANDO UM PÊNDULO DE TORÇÃO

Carlos Roberto Grandini¹, Carlos Alberto Fonzar Pintão¹ e Odila Florêncio²

¹Departamento de Física - UNESP
Caixa Postal, 473
17.033-360 - Bauru - SP
e-mail: betog@bauru.unesp.br

²Departamento de Física - UFSCar
Caixa Postal, 676
13.565-905 - São Carlos - SP

Palavras-chave: relaxações anelásticas, atrito interno, tungstênio

RESUMO

As medidas de atrito interno vem sendo muito utilizadas há mais de cinquenta anos no estudo de relaxações anelásticas devido à reorientação induzida por tensão de elementos intersticiais presentes em metais do grupo V, com estrutura cúbica de corpo centrado. Porém, este estudo não tem sido tão extensivo no caso de metais do grupo VI, como por exemplo, tungstênio. Neste trabalho, foram efetuadas medidas do atrito interno e da frequência como função da temperatura em tungstênio contendo oxigênio e nitrogênio dissolvidos em solução sólida na matriz metálica. As amostras utilizadas foram policristais de tungstênio, fornecidas pela Aldrich Inc. Estas amostras foram medidas utilizando-se a técnica do pêndulo de torção invertido, operando num intervalo de temperatura compreendido entre 300 e 700 K, com taxa de aquecimento de 1.0 K/min, num vácuo melhor que 10^{-5} torr. Os resultados obtidos mostram estruturas de relaxação onde foram identificados os processos de relaxação devido à reorientação induzida por tensão de um átomo de oxigênio e um átomo de nitrogênio em torno de átomos de tungstênio da matriz metálica (processos W-O e W-N) e, pares de átomos de oxigênio e nitrogênio em torno de átomos de tungstênio da matriz metálica (processos W-O-O e W-N-N).

ABSTRACT

The internal friction measurements have often been used for more than fifty years in the study of anelastic relaxations due to stress induced ordering of interstitials elements present in the group V metals with bcc structure. However, this study has not been extensive for group VI metals, as for example, tungsten. In this work, the internal friction and frequency measurements as a temperature function were made in tungsten samples with oxygen and nitrogen present in the metallic matrix. The samples were polycrystals of tungsten, supplied by Aldrich Inc. These samples were measured using a torsion pendulum, operating in a temperature range between 300 and 700 K, with heating rate of 1.0 K/min, in a vacuum lower than 10^{-5}

torr. The results have shown complex relaxation structures where were identified the relaxation processes due to the stress induced ordering of one oxygen and one nitrogen atom around tungsten atoms of the metallic matrix (W-O and W-N processes) and pairs of oxygen and nitrogen around tungsten atoms of the metallic matrix (W-O-O and W-N-N processes).

1. INTRODUÇÃO

O interesse pelo estudo de relaxações anelásticas de átomos como O, N e C, dissolvidos intersticialmente em metais ou ligas metálicas com estrutura cúbica de corpo centrado começou com o trabalho de Snoek [1], o qual postulou que estes átomos interagem com a matriz metálica através de um processo de relaxação de chamado reorientação induzida por tensão. Esta reorientação dá origem a picos no espectro de atrito interno como função da temperatura, os quais são chamados "Picos de Snoek".

Desde então, vários trabalhos tem sido efetuados com o objetivo de esclarecer os mecanismos desta interação [2-6], principalmente em metais do grupo V, como nióbio e tântalo. Porém, em metais do grupo VI, como molibdênio e tungstênio, este estudo não sido tão extensivo. Este trabalho inicia o estudo detalhado dos processo de relaxação devido à reorientação induzida por tensão de átomos de oxigênio e nitrogênio dissolvidos intersticialmente em tungstênio.

2. PARTE EXPERIMENTAL

As amostras de tungstênio foram adquiridas da Aldrich Inc. (Milwaukee (WI), USA), contendo 99,99 % de pureza. Estas amostras, na forma de um fio, possuem 1,0 mm de diâmetro e 55 mm de comprimento útil.

As medidas de atrito interno foram obtidas automaticamente, utilizando-se um Pêndulo de Torção invertido [7], operando com frequência entre 0,1 e 10 Hz, num vácuo melhor que 10^{-5} torr, num intervalo de

temperatura compreendido entre 300 e 700 K, com taxa de aquecimento de aproximadamente 1,0 K/min. A deformação máxima sofrida pela amostra foi em torno de $5,0 \times 10^{-5}$.

Com o objetivo de introduzir oxigênio e nitrogênio intersticialmente na amostra, esta foi aquecida a 1050 K durante 90 minutos em uma atmosfera de 10 torr de oxigênio e nitrogênio [8].

3. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra o espectro de atrito interno como função da temperatura para a amostra de tungstênio, medida da maneira como foi recebida, com frequência de 1,6 Hz. Podemos observar um espectro limpo, sem a presença de quaisquer estruturas de relaxação, característico de uma amostra sem a presença de átomos dissolvidos intersticialmente.

A figura 1 mostra ainda, o espectro de atrito interno como função da temperatura para a mesma amostra, após ser dopada com oxigênio e nitrogênio. Neste caso, observamos a presença de uma estrutura de relaxação complexa, que pode ser atribuída à reorientação induzida por tensão de átomos de oxigênio, localizados intersticialmente em posições octaédricas da rede em torno de átomos de tungstênio da matriz metálica.

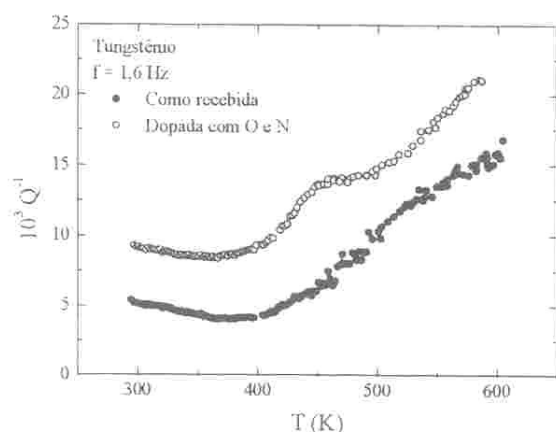


Figura 1 - Atrito interno como função da temperatura para uma amostra de tungstênio, medida como foi recebida (•) e dopada com oxigênio e nitrogênio (○).

Podemos observar ainda, que a linha de base das curvas apresentadas na figura 1 não sofreram uma alteração significativa com a introdução de oxigênio e nitrogênio.

Admitindo que a relaxação anelástica representada pelo pico no espectro de atrito interno é governada por um único processo de relaxação, a equação básica para o atrito interno é dada por [9]:

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

onde: Δ é a intensidade da relaxação, τ é o tempo de relaxação e $\omega = 2\pi f$, f é a frequência de oscilação do pêndulo.

Na maior parte dos casos, o tempo de relaxação segue a Lei de Arrhenius:

$$\tau = \tau_0 \exp(E/kT) \quad (2)$$

onde: E é a energia de ativação e a τ_0^{-1} é frequência de reorientação do processo de relaxação.

Substituindo a eq. (2) na eq. (1) e considerando que no pico $\omega\tau = 1$, obtemos:

$$Q^{-1} = \frac{Q_p^{-1}T_p}{T} \operatorname{sech} \left[\frac{E}{k} \left(\frac{1}{T_p} - \frac{1}{T} \right) \right] \quad (3)$$

onde: Q_p^{-1} e T_p são o atrito interno e a temperatura do pico de Snoek, respectivamente.

Quando mais de um processo de relaxação está presente, cada processo individualmente pode ser descrito pela eq. (3). O espectro de relaxação resultante é então, da soma de todos os processos individuais, isto é [10]:

$$Q^{-1} = \sum_{i=1}^n \frac{Q_{pi}^{-1}T_{pi}}{T} \operatorname{sech} \left[\frac{E_i}{k} \left(\frac{1}{T_{pi}} - \frac{1}{T} \right) \right] \quad (4)$$

onde: o índice i representa cada um dos n processos que compõem o espectro de atrito interno.

Utilizando um programa para a análise de espectros compostos por picos, o Módulo Peakfitting do Microcal Origin, a curva da amostra dopada, com a linha de base extraída, foi decomposta em seus picos constituintes e o resultado é apresentado na figura 2. Neste caso, identificamos a presença de cinco processos de relaxação devido à reorientação induzida por tensão de um átomo de nitrogênio em torno de átomos de tungstênio, processo W-N; pares de átomos de nitrogênio em torno de átomos de tungstênio, processo W-N-N; átomos de oxigênio em torno de átomos de tungstênio, processo W-O; pares de átomos de oxigênio em torno de átomos de tungstênio, processo W-O-O e trios de átomos de oxigênio em torno de átomos de

tungstênio, processo W-O-O-O. Os parâmetros de cada processo de relaxação são apresentados na tabela 1.

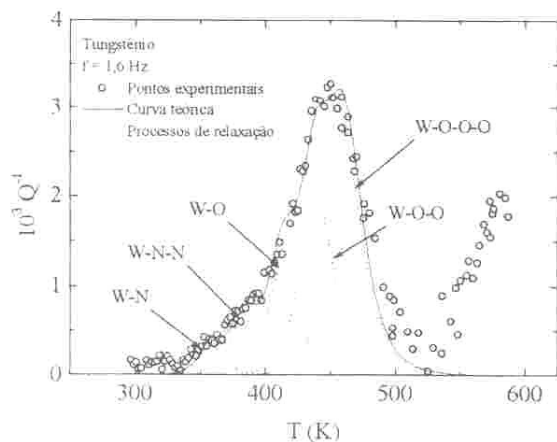


Figura 2 - Decomposição em seus picos constituintes representando os processos de relaxação, da curva após a amostra ser dopada com oxigênio e nitrogênio.

Novas medidas de atrito interno devem ser efetuadas variando-se a frequência de oscilação do pêndulo e a quantidade de oxigênio e nitrogênio, com o objetivo de estudar os mecanismos da interação de átomos ou agregados de átomos de oxigênio e nitrogênio com a matriz metálica.

Tabela 1 - Parâmetros para os processos de relaxação identificados neste trabalho

Processo	Temperatura (K)	Energia de Ativação (eV)
W-N	358	1,30
W-N-N	383	1,38
W-O	413	1,40
W-O-O	439	1,47
W-O-O-O	461	1,52

4. CONCLUSÕES:

Foram efetuadas medidas de atrito interno em tungstênio contendo oxigênio e nitrogênio em solução sólida.

O espectro de relação encontrado foi decomposto em seus picos constituintes representando os processos de relaxação presentes na amostra.

Foram identificados cinco processos de relaxação devido a reorientação induzida por tensão de átomos e agregados de átomos de oxigênio e nitrogênio em torno de átomos de tungstênio da matriz metálica.

Os processos de relaxação identificados foram W-N, com temperatura de 358 K e energia de ativação 1,30 eV; W-N-N, com temperatura de 383 K e energia de ativação de 1,38 eV; W-O, com temperatura de 413 K e energia de ativação

1,40 eV; W-O-O, com temperatura de 439 K e energia de ativação de 1,47 eV e W-O-O-O com temperatura de 461 K e energia de ativação de 1,52 eV.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, FAPESP e FUNDUNESP pelo suporte financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- [1] - J. L. Snoek, *Physica*, **8**, 711 (1941).
- [2] - B. S. Berry, *Acta Metall.*, **10**, 271 (1962).
- [3] - C. A. Wert, *J. Phys. Chem. Solids*, **31**, 1771 (1970).
- [4] - M. Weller, *J. Phys. (Paris)*, **46**, C10-7 (1985).
- [5] - C. A. Wert, *J. Appl. Phys.*, **60**, 1888 (1986).
- [6] - M. Weller, *J. Phys. IV*, **6**, C8-63 (1996).
- [7] - 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).
- [8] - E. Fromm and H. Jehn, *Metallurgical Transactions*, **3**, 1685 (1972).
- [9] - A. S. Nowick and B. S. Berry, *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*, Academic Press, New York, 1972.
- [10] - W. J. Botta F^o, O. Florêncio, C. R. Grandini, H. Tejima and J. A. R. Jordão, *Acta Metall. et Mater.*, **38**, 391 (1990).