

Influencia de la densidad de dislocaciones en la tensión de maclado romboédrico del zafiro (α -Al₂O₃)

A. Muñoz*, J. Castaing** y A. Domínguez-Rodríguez*

Resumen Se ha estudiado en el zafiro (α -Al₂O₃) la influencia de la estructura de dislocaciones presentes en el material sobre la tensión necesaria para el maclado romboédrico. La densidad de dislocaciones se ha modificado predeformando las muestras por deslizamiento basal en ensayos de compresión a temperaturas entre 1.000 y 1.300 °C y tensiones de, hasta 400 MPa. Como consecuencia de esta predeformación se ha conseguido un endurecimiento en la tensión de maclado a 900 °C de aproximadamente un orden de magnitud. La estructura de maclas que se obtiene está fuertemente influenciada por la presencia de las dislocaciones que dificultan el movimiento de la pared de macla provocando la formación de maclas de muy pequeña anchura en relación con las que se generan en ausencia de dislocaciones.

Palabras clave Zafiro. Maclado romboédrico. Deslizamiento basal.

Effect of dislocation density on the rhombohedral twinning stress of sapphire (α -Al₂O₃)

Abstract The influence of dislocations on the stress to induce rhombohedral twinning has been examined in α -Al₂O₃ single crystals. Dislocation densities have been modified by basal slip induced by compression at temperatures between 1.000 and 1.300 °C, at stresses up to 400 MPa. As a consequence of this pre-deformation, sapphire is more resistant to twinning at 900 °C, the hardening corresponding to a stress increase by a factor of 10. The twin structure is strongly influenced by the dislocations which impede the motion of twin boundaries; therefore, for high dislocation density very thin twin lamellae are formed contrary to the case for low density.

Keywords Sapphire. Rhombohedral twinning. Basal slip.

1. INTRODUCCIÓN

La deformación plástica de monocristales sometidos a una tensión mecánica puede ser debida a movimiento de dislocaciones, en el que pueden o no intervenir procesos de difusión, o a la formación de maclas. El conocimiento de las interrelaciones entre estos procesos resulta imprescindible para predecir el comportamiento del material frente a determinadas sollicitaciones externas o modificar, de forma controlada, este comportamiento.

En el zafiro (α -Al₂O₃) el maclado romboédrico es el proceso de deformación plástica que, a bajas temperaturas, requiere menos tensión resuelta τ . Scott y Orr^[1] encuentran valores próximos a 13 MPa, independientes de la temperatura entre 600 y 1.250 °C, para muestras con daños superficiales

originados en el corte y preparación de las mismas. No obstante la tensión de maclado romboédrico del zafiro está fuertemente influenciada por factores tales como el grado de pulido de las muestras, de forma que un pulido químico puede aumentar esta tensión hasta 160 MPa^[2], posiblemente debido a la eliminación de los defectos superficiales que pueden actuar como núcleos o gérmenes a partir de los cuales se produce el crecimiento de la macla. La heterogénea naturaleza de este proceso de nucleación no es bien conocida y es probablemente el origen de las diferencias encontradas en la tensión de maclado para muestras supuestamente idénticas^[3].

La transparencia óptica del zafiro monocristalino junto a su elevada dureza hacen que en la actualidad se utilice en la fabricación de sistemas

(*) Dpto. de Física de la Materia Condensada. Universidad de Sevilla. Apdo. 1065, 41080 Sevilla (España).

(**) Laboratoire de Recherche des Musées de France. C2RMF, C.N.R.S. UMR 171, 6 rue des Pyramides. 75041 Paris Cedex 01 (Francia).

ópticos como ventanas para infrarrojo en las cabezas de misiles y ventanas ópticas en recipientes a alta presión. Sus cualidades le hacen potencialmente útil para todas aquellas aplicaciones que requieran una buena transparencia óptica al tiempo que una elevada resistencia a los daños superficiales. No obstante, la facilidad con que se produce el maclado romboédrico de estos cristales por aplicación de una tensión mecánica y el hecho de que la intersección de dos sistemas diferentes de macla da lugar a la aparición de fisuras, hacen difícil la utilización del material sin riesgos de ruptura cuando ha de estar sometido a altas tensiones.

En la actualidad se trabaja sobre la posibilidad de incrementar la tensión de maclado introduciendo impurezas, tales como el Ti, en la estructura cristalina. No obstante, esto puede dar lugar a la aparición de centros de color y, como consecuencia, afectar a las propiedades ópticas del cristal.

En nuestro trabajo estudiamos la posibilidad de aumentar la tensión de maclado romboédrico introduciendo en el cristal cierta densidad de dislocaciones mediante deformación plástica previa por deslizamiento basal a alta temperatura, lo que en principio no debe afectar de forma significativa a su transparencia óptica. Al mismo tiempo pretendemos estudiar la interacción entre los mecanismos de deformación por movimiento de dislocaciones y por nucleación y crecimiento de maclas.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

El material ha sido suministrado, en forma de barras cilíndricas de aproximadamente 3,5 cm de diámetro, por RSA Le Rubis (Jarrie, Francia). La orientación se ha realizado por difracción Laue de rayos X. Las muestras para ensayos mecánicos fueron cortadas en paralelepípedos de 3×3×6 mm y posteriormente todas sus caras rectificadas utilizando las técnicas convencionales. Dos de las caras laterales fueron pulidas con pasta de diamante de 3 μm de tamaño de grano para posterior observación por microscopía óptica de las muestras ensayadas.

Las muestras se han cortado con la dirección de compresión a 57° del eje [0001] del cristal, en la dirección del nodo (0 $\bar{1}$ 10) de la proyección estereográfica correspondiente al eje [0001] y con dos de las caras laterales coincidiendo con el plano (2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0). Detalles sobre la estructura cristalina del zafiro pueden verse en las referencias^[4 y 5] y sobre la orientación elegida en la referencia^[6]. Esta orientación permite activar, con factor de Schmid

próximo a 0,15, dos de los tres sistemas de maclado romboédrico {1 $\bar{1}$ 02} < $\bar{1}$ 101>, concretamente los planos de macla (1 $\bar{1}$ 02) y ($\bar{1}$ 012). El tercer plano (01 $\bar{1}$ 2) no puede ser activado mediante ensayos de compresión^[7]. Al mismo tiempo esta orientación permite la deformación por deslizamiento basal (0001)1/3 < $\bar{1}$ $\bar{1}$ 20> con un factor de Schmid próximo a 0,4.

Los ensayos mecánicos de compresión se han realizado en aire a temperaturas entre 800 y 1.300 °C y velocidad de deformación constante ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$), en una máquina Instron modelo 1185 dotada de un sistema de calentamiento. Se han utilizado pistones y pastillas de alúmina policristalina. Estos ensayos permiten obtener la tensión σ frente a la deformación ϵ de las muestras durante el ensayo.

Para la observación de los planos de macla y las líneas de deslizamiento basal se ha utilizado la microscopía óptica con luz reflejada sobre caras pulidas y por transmisión en láminas delgadas (150 μm de espesor) cortadas de las muestras deformadas con la orientación adecuada. Estas observaciones por microscopía óptica se han realizado en un Leica DMRE provisto de polarizador y analizador. Las láminas cortadas para observación por microscopía electrónica de transmisión (MET) han sido adelgazado para la transparencia electrónica utilizando los métodos convencionales. Las observaciones MET se han realizado en un microscopio electrónico Hitachi H800-2 a 200 kV.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Comportamiento mecánico

La figura 1 muestra algunas curvas típicas tensión-deformación en las que el maclado de las muestras se corresponde con las caídas bruscas y sucesivas en la tensión que originan la forma de diente de sierra en estas gráficas. Las curvas (a) y (b) corresponden a muestras ensayadas a baja temperatura 796 y 912 °C y sin ningún tratamiento mecánico previo, salvo los propios del corte y pulido de las mismas. Se trata, por tanto, de muestras con baja densidad de dislocaciones, para las que hemos obtenido tensiones de maclado muy bajas, próximas a los 50 MPa.

En la figura 1 se muestra también el procedimiento seguido en nuestro trabajo para el endurecimiento del material frente al maclado, consistente en generar en el volumen del mismo una determinada densidad de dislocaciones mediante deformación plástica previa de las muestras a una

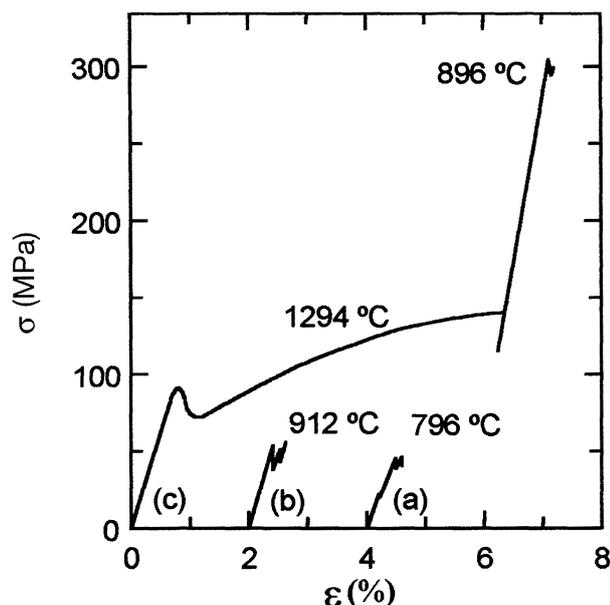


Figura 1. Tensión σ frente a deformación ε (a) y (b) corresponden a muestras sin deformación previa y (c) corresponde a una muestra predeformada a 1.294 °C hasta una tensión de 140 MPa.

Figure 1. Stress σ versus strain ε curves. (a) and (b) corresponds to undeformed specimens, and (c) corresponds to a specimen submitted to a pre-deformation at 1294 °C to a stress of 140 MPa.

temperatura suficientemente alta para que la tensión necesaria para el deslizamiento basal a esa temperatura sea inferior a la tensión de maclado. La curva (c) muestra un ensayo típico en el que la densidad de dislocaciones creada por la deformación a 1.294 °C y a una tensión de 140 MPa hace que la tensión de maclado, en un ensayo posterior a temperatura próxima a los 900 °C, se eleve hasta valores superiores a los 300 MPa.

Como puede observarse en la curva (c) de la figura 1 la tensión para el deslizamiento basal a 1.294 °C es superior a la tensión de maclado correspondiente a las curvas (a) y (b). Esto podría suponer una dependencia de la tensión de maclado con la temperatura, lo que estaría en contradicción con los resultados de Scott y Orr^[1] que no encuentran esa dependencia. Esta falta de acuerdo es solo aparente ya que el incremento encontrado en nuestro trabajo es atribuible más que a una dependencia real con la temperatura a que a temperaturas superiores a los 1.200 °C la tensión necesaria para el deslizamiento basal es suficientemente baja como para que se introduzca cierta densidad de dislocaciones en la muestra antes de alcanzar la tensión de maclado, lo que origina un endurecimiento significativo del mismo.

Dado que la densidad de dislocaciones en el material crece con la tensión de deformación, si deseamos aumentar esta densidad es necesario deformar a temperaturas cada vez más bajas pero evitando el maclado. Para ello se hace necesario realizar la deformación en varias etapas comenzando por una temperatura próxima a los 1.300 °C para posteriormente realizar otras etapas de deformación a temperaturas cada vez más bajas, hasta alcanzar la tensión de deformación, y por tanto la densidad de dislocaciones, deseada en el material. Posteriormente la muestra se ensaya a baja temperatura para determinar la tensión de maclado correspondiente a esa densidad de dislocaciones.

En la figura 2a se ha representado la tensión de maclado a 900 °C en función de la tensión máxima a que se ha realizado la predeformación de las muestras, siguiendo el procedimiento descrito. En lugar de σ se ha representado la tensión resuelta $\tau = \sigma \cdot f$ siendo f el factor de Schmid para el maclado en nuestras muestras. Los puntos a 1.159 y 1.077 °C se han obtenido por maclado accidental de las muestras en alguna de las etapas de predeformación destinadas a incrementar la densidad de dislocaciones y su proximidad a los puntos correspondientes a 900 °C nos indica que la tensión de maclado no parece estar fuertemente influenciada por la temperatura de la experiencia, dentro del rango en que hemos trabajado. En esta figura se muestra un incremento en la tensión de maclado romboédrico de aproximadamente un orden de magnitud como consecuencia del incremento en la densidad de dislocaciones. La mayor dispersión de los puntos correspondientes a muestras no deformadas previamente puede ser consecuencia de una menor homogeneidad en la distribución de la pequeña densidad de dislocaciones preexistente en el material sin deformar. La figura 2b muestra la linealidad de la tensión resuelta de maclado τ con $\sigma^{1/2}$.

3.2. Observaciones microscópicas

Las observaciones microscópicas muestran una gran diferencia entre las maclas formadas en muestras no deformadas previamente y las que se generan en muestras con una alta densidad de dislocaciones como consecuencia de la predeformación por deslizamiento basal.

En el primer caso, figura 3, la densidad de maclas es pequeña, entre 8 y 15 maclas/mm, y se trata de maclas de espesor elevado, entre 25 y 75 μm , lo que indica una mayor facilidad para el avance de la pared de macla en dirección normal a la misma

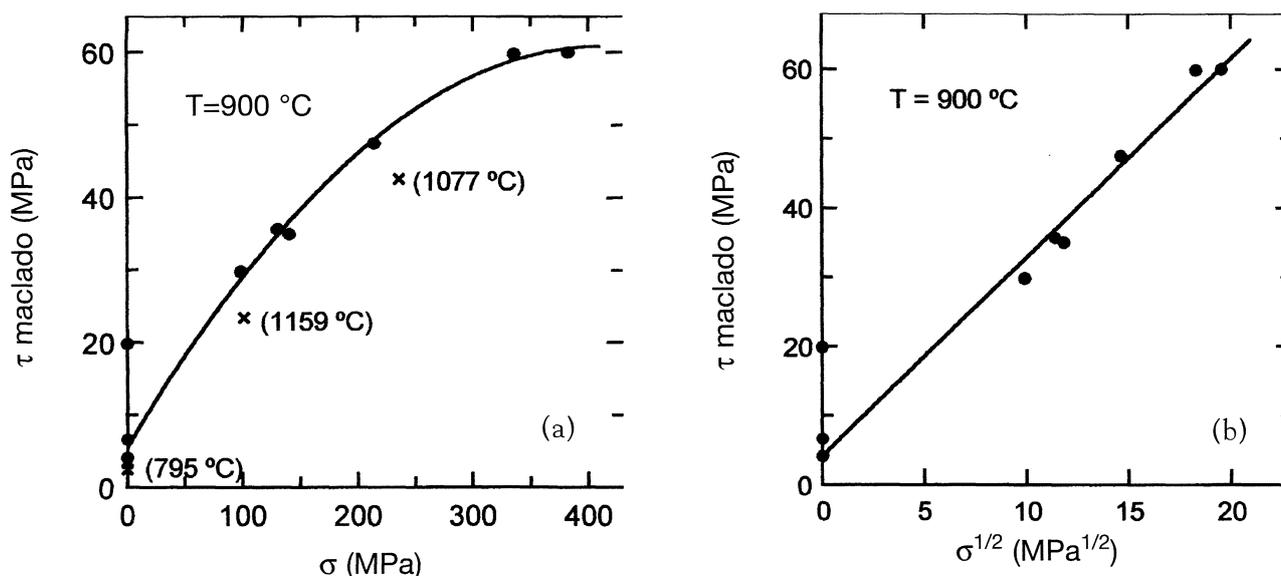


Figura 2. Tensión resuelta τ de maclado romboédrico. (a) En función de la tensión σ de predeformación, [•] maclado a 900 °C, [x] maclado a las temperaturas que se indican. (b) En función de $\sigma^{1/2}$.

Figure 2. Resolved shear stress τ for rhombohedral twinning. (a) For different stresses of pre-deformation, [•] twinning at 900 °C, [x] twinning at the indicated temperature. (b) For different $\sigma^{1/2}$ values.

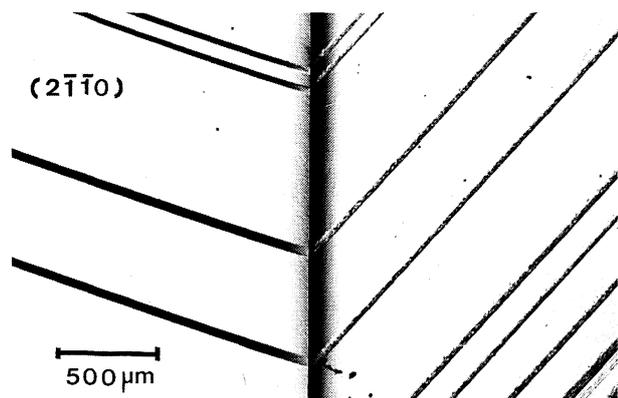


Figura 3. Micrografía óptica de reflexión mostrando la estructura de maclas en una muestra ensayada a 900 °C sin predeformación. Composición correspondiente a dos caras contiguas de la muestra en la que la dirección de compresión coincide con la arista de intersección de ambas caras.

Figure 3. Optical micrograph obtained in reflexion to show the twin structure for a specimen loaded directly at 900 °C without pre-deformation. Montage showing two contiguous faces with the compression axis parallel to the edge common to the two faces.

frente a la creación de nuevas maclas. Este avance de la pared de macla se produce a una velocidad alta lo que origina una deformación de forma brusca y de valor apreciable en la muestra. Esto está de acuerdo con los valores relativamente altos de las caídas $\delta\sigma$ que se producen en la tensión (ver figura

1) como consecuencia de la formación de una macla durante el ensayo de las muestras sin predeformación.

En muestras predeformadas, figura 4, la densidad de maclas se hace muy alta, entre 80 y 150 maclas/mm para tensiones de deformación entre 100 y 200 MPa, y entre 300 y 500 maclas/mm para tensiones entre 300 y 400 MPa. Al mismo tiempo la anchura de las maclas se reduce hasta valores entre 2 y 8 μm para tensiones entre 100 y 200 MPa y entre 0.3 y 1 μm para tensiones de deformación entre 300 y 400 MPa. Esto nos indica que la presencia de dislocaciones en el material dificulta más el avance de la pared de macla en dirección normal a la misma que la creación de nuevas maclas. La pequeña anchura de las maclas hace que la deformación en la muestra como consecuencia de la formación de una de ellas sea muy pequeña lo cual está de acuerdo con los reducidos valores de $\delta\sigma$ medidos en estos casos.

Actualmente está en curso el estudio por microscopía electrónica de transmisión (MET) de los mecanismos de interacción entre la estructura de dislocaciones producidas por deslizamiento basal y la pared de macla. La figura 4b muestra una micrografía correspondiente a una muestra deformada a temperaturas entre 1.319 y 1.016 °C hasta una tensión de 380 MPa y posteriormente maclada a 912 °C. El plano de observación es el basal y en ella puede verse por el contraste de difracción una

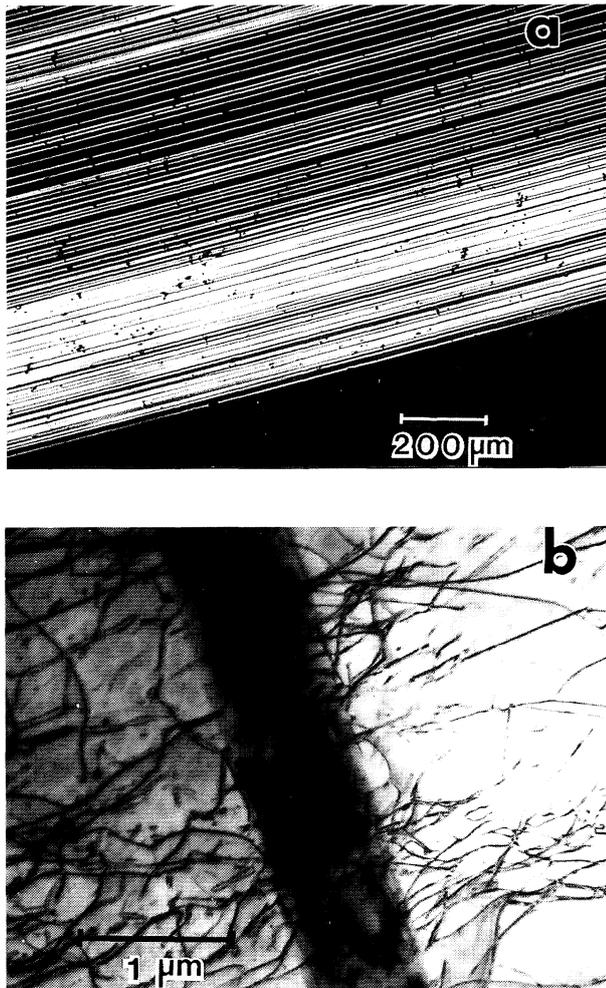


Figura 4(a). Micrografía óptica de transmisión mostrando la estructura de maclas en una muestra predeformada a 130 MPa; la lámina (espesor 150 μm) fue cortada normal al plano de macla y al plano basal. El contraste claro corresponde a las zonas macladas. (b) Micrografía MET de una lámina paralela al plano basal, cortada de una muestra predeformada a 380 MPa. Se observa la estructura de dislocaciones en la matriz y en la zona maclada que corresponde al contraste oscuro.

Figure 4(a). Transmission optical micrograph showing the twin structure for a specimen deformed at 130 MPa; the thin section was cut perpendicular to the twin plane and the slip plane. (b) TEM micrograph of a parallel sheet to the basal plane, cut of a specimen pre-deformed at 380 MPa. The structure of dislocations is observed in the matrix and the twinned zone corresponding to the dark contrast.

macla muy fina y la estructura de dislocaciones en la matriz y en la zona maclada. Se observan dislocaciones plegadas en las maclas, lo que corresponde necesariamente a un aumento de energía en el material deformado y, por tanto, a un endurecimiento del mismo. Los detalles del mecanismo de interacción son analizados en la actualidad.

4. CONCLUSIONES

Las conclusiones del presente estudio pueden resumirse en los siguientes puntos:

- Se ha obtenido un endurecimiento de más de un orden de magnitud en la tensión resuelta correspondiente al maclado romboédrico. Esto se ha conseguido creando una alta densidad de dislocaciones en el material mediante deformación previa por deslizamiento basal a alta temperatura. La tensión de maclado crece linealmente con la raíz cuadrada de la tensión de predeformación.
- La interacción de la pared de macla con las dislocaciones existentes en el material hace que la estructura de maclas que se genera sea muy diferente según la densidad de dislocaciones. Para baja densidad se crea un número reducido de maclas de gran anchura en tanto que la alta densidad de dislocaciones dificulta el avance de la pared de macla dando lugar a una elevada densidad de maclas de anchura muy pequeña.
- Las muestras sin deformación previa presentan cierta dispersión en las tensiones de maclado y en los saltos de tensión asociados a la formación de maclas. La predeformación homogeneiza la estructura de dislocaciones en el material y hace que los resultados presenten poca dispersión después de la misma.

Agradecimientos

J. Castaing agradece a IBERDROLA por la ayuda recibida dentro del programa “Profesores Visitantes de Ciencia y Tecnología”.

Esta investigación ha estado financiada por CYCYT MAT97-1007-C02.

REFERENCIAS

- [1] W.D. SCOTT y K.K. ORR, *J. Am. Ceram. Soc.* 66 (1983) 27.
- [2] F.B. KARP, M.S. Thesis, University of Washington, 1981.
- [3] R.L. BELL y R.W. CAHN, *Acta Metall.* 1 (1953) 752.
- [4] J.B. BILDE-S, SORENSEN, B.F. LAWLOR, T. GEIPEL, P. PIROUZ, A.H. HEUER y K.P.D. LAGERLOF, *Acta Metall.* 44 (1996) 2145.
- [5] W.E. LEE y K.P.D. LAGERLOF, *J. Electron Microsc. Technol.* 2 (1985) 247.
- [6] J. CASTAING, A. MUÑOZ, D. GÓMEZ GARCÍA y A. DOMÍNGUEZ RODRÍGUEZ, *Mater. Sci. Eng.* A233 (1997) 121-125.
- [7] W.D. SCOTT, *Deformation of Ceramic Materials*, R.C. Bradt, R.E. Tressler (Eds.). Plenum, New York, 1975, p. 151.
- [8] K.P.D. LAGERLOF, A.H. HEUER, J. CASTAING, J.P. RIVIÉRE y T.E. MITCHELL, *J. Am. Ceram. Soc.* 77 (1994) 385.