

# Mecanismos de movilidad de dislocaciones a temperaturas medias en plomo de muy alta pureza (99,9999 %)

I. Gallego<sup>(\*)</sup>, M.L. Nó<sup>(\*)</sup> y J. San Juan<sup>(\*\*)</sup>

**Resumen** Se ha realizado un estudio sistemático del espectro de fricción interna del plomo de muy alta pureza (99,9999 %) a temperaturas medias, encontrándose un pico a 240 K ( $P_1$ ) que no ha sido estudiado en la bibliografía hasta el momento. Los análisis mediante fricción interna nos han permitido evaluar la energía de activación del proceso ligado a  $P_1$  y determinar el comportamiento de este pico en función de diversos parámetros. La comparación de los resultados experimentales con las predicciones teóricas de varios modelos microscópicos de movilidad de dislocaciones nos ha permitido concluir que el pico  $P_1$  está asociado con el deslizamiento de dislocaciones controlado por la escalada de escalones mediante la difusión de vacantes a lo largo de la línea de dislocación. Esta interpretación es análoga a la realizada en trabajos previos para el pico  $P_1$  del aluminio de muy alta pureza (99,9999 %).

Palabras clave: **Fricción interna. Dislocación. Plomo puro.**

## Dislocation mobility mechanisms at medium temperatures in very high purity lead (99.9999 %)

**Abstract** The internal friction spectrum of high purity lead (99.9999 %) at medium temperatures has been studied. A new peak ( $P_1$ ) has been found at 240 K, which has not been studied up to now. The activation energy of the process associated with  $P_1$  has been determined and its experimental behaviour has also been systematically studied. The comparison between the results and the theoretical predictions of the models of dislocation mobility allows us to attribute the  $P_1$  peak to the sliding of dislocations, controlled by the climbing of jogs induced by the diffusion of vacancies along the dislocation line. This conclusion is analogue to that obtained in previous works for the  $P_1$  peak in very high purity aluminium (99.9999 %).

Keywords: **Internal friction. Dislocation. Pure lead.**

## 1. INTRODUCCIÓN

Los espectros de fricción interna presentan picos asociados a una gran variedad de procesos microscópicos (1 y 2) y el estudio sistemático de algunos de ellos permite identificar los mecanismos que controlan el movimiento de las dislocaciones en cada metal a diferentes temperaturas. Como es bien conocido, las dislocaciones a bajas temperaturas ( $T$

$< 0,3 T_f$ ,  $T_f$  = temperatura de fusión) deslizan mediante la formación y migración de pares de codos en planos compactos (3). En ese rango de temperaturas, adquieren una gran relevancia las interacciones de las dislocaciones con obstáculos localizados (vacantes, impurezas, etc.), que pueden dificultar notablemente el avance de las dislocaciones. A su vez, a medias temperaturas ( $0,3 T_f < T < 0,7 T_f$ ), aparecen nuevos mecanismos microscópicos que facilitan y controlan la movilidad de las dislocaciones: deslizamiento desviado, deslizamiento mediante escalada de escalones, etc. (4).

Con anterioridad a este trabajo, se han realizado algunos estudios en plomo a muy bajas temperaturas mediante fricción interna y técnicas ultrasónicas

(\*) Dpto. de Física Aplicada II. Fac. de Ciencias. Univ. del País Vasco, Apto. 644. 48080-Bilbao (España).

(\*\*) Dpto. de Física de la Materia Condensada. Fac. de Ciencias. Univ. del País Vasco. Apto. 644. 48080-Bilbao (España).

(5 y 6). El objetivo del presente trabajo, encuadrado en un estudio general de metales cúbicos centrados en las caras, es el análisis de los mecanismos de movilidad de las dislocaciones en plomo 99,9999 % a temperaturas medias (100-400 K).

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El plomo 99,9999 % (Pb6N) utilizado en este estudio fue suministrado por Johnson&Matthey en forma de barras de 12 mm. El material original fue laminado unidireccionalmente a 77 K en pasos de 0,2 mm hasta llegar a un espesor de 4,5 mm. Tras este proceso, el Pb6N fue decapado (con una mezcla de 80 % de ácido acético y 20 % de peróxido de hidrógeno) y se observó mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido que el tamaño medio de los granos era de 100  $\mu\text{m}$ .

Las medidas de fricción interna fueron llevadas a cabo en un péndulo de torsión invertido trabajando en oscilación libre, con una muestra de dimensiones  $50 \times 2,2 \times 2,2 \text{ mm}^3$ , en rampas de calentamiento a 100 K/h y, salvo que se indique lo contrario, con una amplitud de oscilación de  $4 \times 10^{-6}$ .

## 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En la figura 1a se presenta el espectro de fricción interna del Pb6N después de los tratamientos descritos en el capítulo 2. A 240 K aproximadamente ( $0,4 T_f$ ) aparece un pico, que denominaremos  $P_1$ , asociado al cual hay una caída del módulo que se superpone a la variación normal del módulo con la temperatura (Fig. 1b).

Con objeto de conocer la energía de activación del proceso ligado al pico  $P_1$ , se han efectuado diferentes espectros de fricción interna variando la frecuencia entre 0,99 y 3,41 Hz, dos de los cuales se han representado en la figura 2a. Los datos de temperatura y frecuencia en los máximos de los picos se llevaron a un diagrama de Arrhenius (Fig. 2b), obteniéndose un valor para la energía de activación de  $E_a = 0,42 \pm 0,05 \text{ eV}$ .

A fin de estudiar la naturaleza de la relajación  $P_1$ , se ha analizado su evolución en función de la amplitud de oscilación  $\epsilon_m$  (Fig. 3a). Aunque el fondo de altas temperaturas del espectro depende de la amplitud, el porcentaje de la caída de módulo asociada a  $P_1$  (Fig. 3b) permanece en todas las medidas invariable, indicando que la intensidad de la relajación  $P_1$  no es muy sensible a la amplitud de oscilación.

A su vez, una tensión estática  $\sigma_s$  de  $4 \times 10^{-5} \mu$  superpuesta a la amplitud de oscilación no afecta a la intensidad de la relajación  $P_1$ , como se observa en la figura 4.

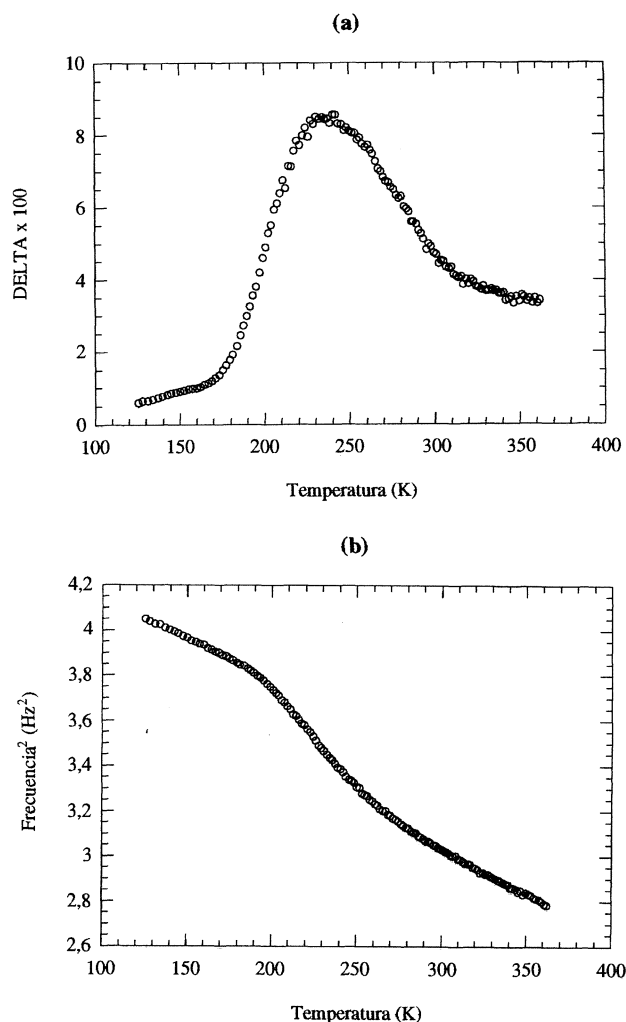


FIG. 1.— (a) Espectro de fricción interna en Pb6N (delta). (b) Variación del módulo (Frecuencia<sup>2</sup>).

FIG. 1.— (a) Internal friction spectrum in Pb6N (delta). (b) Change of the modulus (Frequency<sup>2</sup>).

## 4. DISCUSIÓN

Con el fin de identificar el mecanismo ligado a la relajación  $P_1$  del plomo 99,9999% se describe a continuación brevemente el comportamiento en fricción interna de cada uno de los mecanismos microscópicos de movilidad de dislocaciones susceptibles de originar la relajación  $P_1$ .

### 4.1. Deslizamiento de dislocaciones controlado por la escalada de escalones

Cuando un escalón no puede deslizarse en el plano en el cual se está moviendo una dislocación, debe avanzar forzosamente mediante escalada (Fig. 5). Si la vacante necesaria para que el escalón escale es emitida en la red, la energía de activación del proceso es la energía de autodifusión, 1,1 eV en el

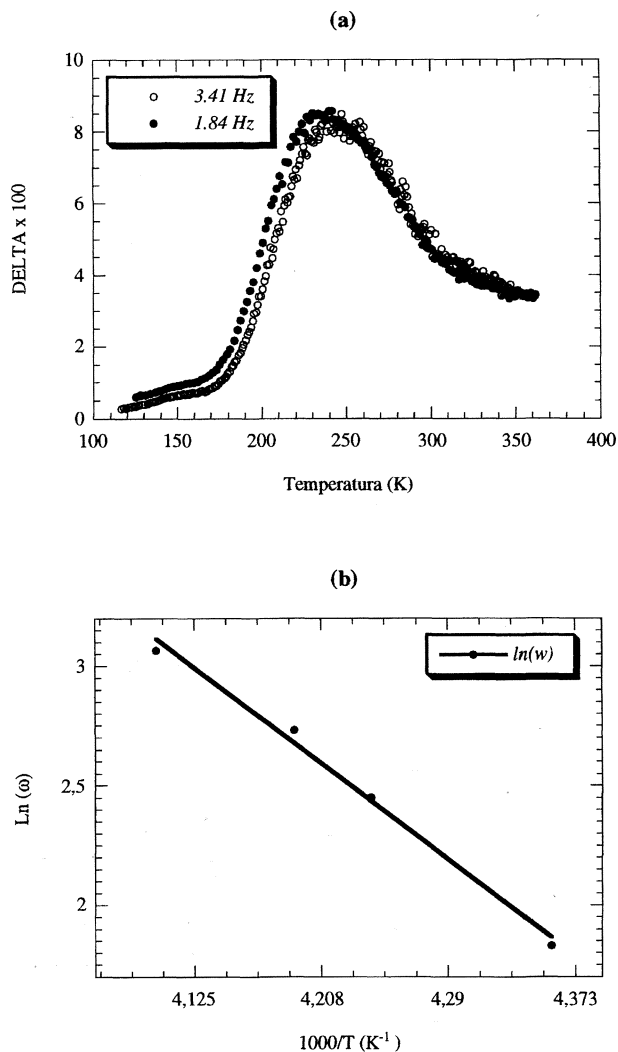


FIG. 2.— (a) Espectro de fricción interna (delta) a 3,41 y 1,84 Hz. (b) Diagrama de Arrhenius para las 4 frecuencias empleadas.

FIG. 2. — (a) Internal friction spectrum (delta) at 3.41 and 1.84 Hz. (b) Arrhenius plot for 4 different frequencies.

plomo (7). Si, por el contrario, la vacante es emitida a lo largo de la línea de la dislocación, la energía del proceso es una fracción de la energía de autodifusión. La intensidad de un pico asociado a este mecanismo debe disminuir a partir de un cierto valor de la amplitud de oscilación, dependiendo dicho valor de la densidad de dislocaciones presentes en el material (4). Respecto a los ensayos realizados con tensiones estáticas superpuestas, es de esperar que la intensidad de la relajación no se vea afectada por este parámetro.

#### 4.2. Deslizamiento desviado

Según el modelo propuesto por Friedel-Escaig (8), para que una dislocación hélice realice desliza-

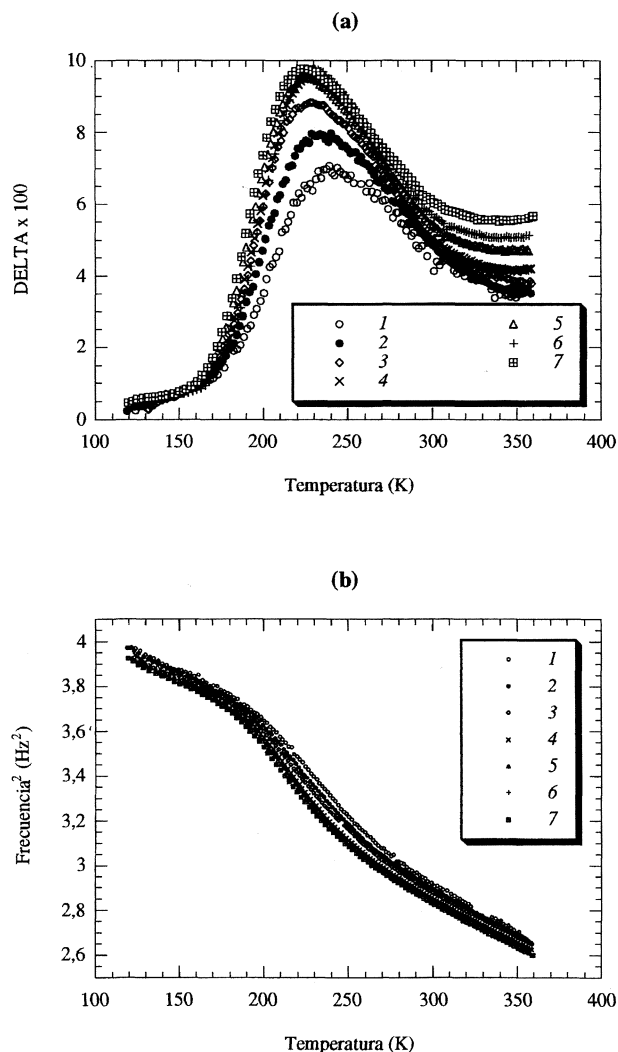


FIG. 3.— (a) Espectros de fricción interna a diferentes amplitudes de oscilación. (b) Caída de módulo asociada. 1)  $\epsilon_m = 2 \times 10^{-6}$ . 2)  $4 \times 10^{-6}$ . 3)  $8 \times 10^{-6}$ . 4)  $14 \times 10^{-6}$ . 5)  $20 \times 10^{-6}$ . 6)  $26 \times 10^{-6}$  y 7)  $32 \times 10^{-6}$ .

FIG. 3.— (a) Internal friction spectra at different oscillation amplitudes. (b) Modulus defect. 1)  $\epsilon_m = 2 \times 10^{-6}$ . 2)  $4 \times 10^{-6}$ . 3)  $8 \times 10^{-6}$ . 4)  $14 \times 10^{-6}$ . 5)  $20 \times 10^{-6}$ . 6)  $26 \times 10^{-6}$  and 7)  $32 \times 10^{-6}$ .

miento desviado, debe recombinarse previamente en algún punto (constricción) y, posteriormente, bajo la influencia de la tensión aplicada y con la ayuda de la activación térmica, el segmento no disociado se disocia y desliza en otro plano compacto {111}. La energía de activación de este mecanismo es difícil de determinar debido a que la energía necesaria para crear una constricción también se evalúa con gran imprecisión. En cualquier caso, desde el punto de vista de la fricción interna, un pico hipotéticamente asociado a deslizamiento desviado se debería comportar de la siguiente manera. Cuando se aplica una tensión estática, las dislocaciones en posiciones adecuadas realizarán

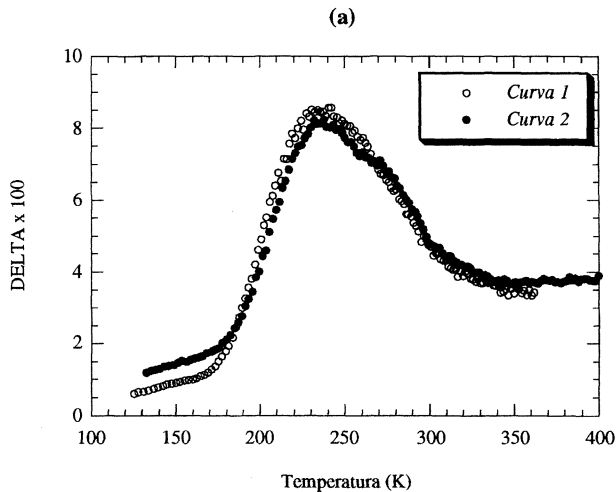


FIG. 4.— Espectros de fricción interna sin tensión estática superpuesta (curva 1) y con tensión  $\sigma_s = 4 \times 10^{-5} \mu$  (curva 2).

FIG. 4.— Internal friction spectra without static stress (curve 1) and with stress  $\sigma_s = 4 \times 10^{-5} \mu$  (curve 2).

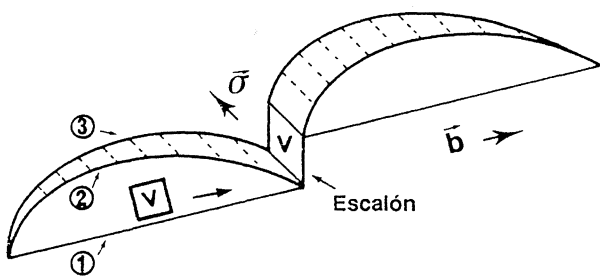


FIG. 5.— Esquema del deslizamiento de la dislocación controlado por la escalada de un escalón inmóvil gracias al aporte de vacantes.

FIG. 5.— Sliding of a dislocation controlled by the climbing of jogs induced by the diffusion of vacancies along the dislocation line.

deslizamiento desviado y se comportarán posteriormente de modo elástico bajo la acción de la tensión de oscilación. Es decir, bajo una tensión estática superpuesta, el pico debe desaparecer. Por otro lado, se puede esperar la existencia de una tensión de oscilación crítica a partir de la cual se produce la desviación (9), momento desde el que el comportamiento será elástico y, por tanto, la fricción interna variará con la amplitud de la oscilación como  $\varepsilon^{-2}$ . También pueden producirse procesos de deslizamiento desviado en nudos formados por 3 dislocaciones. Sin embargo este mecanismo requiere tensiones cercanas a la tensión de Orowan (4), que son mucho mayores que las usadas en los ensayos de fricción interna ( $\sigma_m < 10^{-4} \mu$ ).

### 4.3. Deslizamiento en planos no compactos

En condiciones muy extremas M. Carrard y J.L. Martin (10) observaron deslizamiento en planos no compactos tipo  $\{100\}$  en un monocristal de aluminio 99,99 %. Para que se inicie este proceso, es necesario que un segmento de dislocación (disociado en  $\{111\}$ ) se recombine mediante la creación de dos constricciones. Posteriormente, deben crearse los codos en los planos no compactos y, si están suficientemente separados, migrarán (11). Como la energía necesaria para crear una constricción se evalúa con gran imprecisión, la energía de activación de este mecanismo es difícil de estimar. También pueden producirse fenómenos de deslizamiento en planos no compactos en dislocaciones organizadas en subjetas de poligonización, siendo este proceso menos costoso energéticamente, ya que en dicho caso solamente hay que crear un único codo en un plano no compacto (9). En ambos casos, el mecanismo necesita de dislocaciones hélice, por lo que su observación depende fuertemente de la microestructura de la muestra. Finalmente, las características de una relajación ligada a este mecanismo dependerán de las tensiones internas, así como de las longitudes medias de las dislocaciones.

Teniendo en cuenta todas las predicciones de estos modelos, se puede concluir que los dos únicos mecanismos que pueden estar en el origen del pico  $P_1$  del plomo son el deslizamiento de dislocaciones controlado por la escalada de escalones mediante difusión de vacantes a lo largo de la línea y el deslizamiento en planos no compactos. Conviene comparar estos resultados con los obtenidos previamente para el pico  $P_1$  del aluminio de la misma pureza (12), presente en los espectros de fricción interna en rangos de temperatura similares ( $0,4 T_f$ ). En Al6N, todos los resultados experimentales indicaban que  $P_1$  estaba asociado a deslizamiento de dislocaciones controlado por escalada de escalones mediante difusión de vacantes a lo largo de la línea. La energía de falta de apilamiento del plomo ( $30 \text{ mJ m}^{-2}$  (13)) es mucho menor que en aluminio ( $200 \text{ mJ m}^{-2}$  (13)), lo cual implica que las dislocaciones se encuentran más disociadas y que, por lo tanto, será más difícil recombinar un segmento para que deslice en planos no compactos. Además, en las muestras de aluminio 5N y 6N fluídas a diferentes temperaturas, en las cuales las estructuras están completamente poligonizadas en 3 ó 5 familias con una familia hélice, no se observa ninguna relajación ligada al deslizamiento en planos no compactos (4 y 9), por lo que es improbable que la relajación  $P_1$  observada en el plomo sea debida a dicho mecanismo.

A modo de conclusión, podemos afirmar que la relajación  $P_1$  presente en el Pb6N parece tener un

origen similar a la relajación  $P_1$  observada en el Al6N, si bien su interpretación queda abierta todavía, a falta de nuevos experimentos de fricción interna en combinación con observaciones en paralelo mediante microscopía electrónica de transmisión.

### Agradecimiento

Este trabajo se ha llevado a cabo en el marco de los Proyectos de Investigación UPV 060.123-EA178/94 Y GV PI95/105, subvencionados por la Universidad del País Vasco y el Gobierno Vasco, respectivamente. I. Gallego agradece asimismo al Gobierno Vasco la concesión de su beca predoctoral.

### REFERENCIAS

- (1) NO, M.L. y SAN JUAN, J. Proc. V. Cong. Propiedades Mecánicas de Sólidos. Ed. F. J. Gil Mur. Barcelona (España). 1996: 105-116.
- (2) NOWICK, A.S. y BERRY, B.S. Anelastic Relaxation in Crystalline Solids. Academic Press (Nueva York). 1972.
- (3) FANTOZZI, G., ESNOUF, C., BENOIT, W. y RITCHIE, I.G. *Prog. Mater. Sci.*, 27, 1982: 311.
- (4) NO, M.L., ESNOUF, C., SAN JUAN, J. y FANTOZZI, G. *Acta Metall.*, 36, 1988: 837.
- (5) PROGIN, O. Tesis École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suiza). 1995
- (6) QUENET, B., CUCHE, I., GREMAUD, L. y BENOIT, W. *Mater. Sci. Forum*, 119-121, 1993: 201.
- (7) WOLLENBERGER, H.J. Point defects. *Physical Metallurgy* (3ª ed.) Eds: R. W. Cahn, P. Haasen. North-Holland Physics Publishing. 1983.
- (8) ESCAIG, B. *J. de Phys.*, 29, 1968: 225.
- (9) NO, M.L. Tesis. Univ. del País Vasco (Bilbao, España). 1990
- (10) CARRARD, M. y MARTIN, J.L. *Phil. Mag.*, A56, 1987: 391.
- (11) ESCAIG, B. *J. de Phys.*, 35, 1974: C7-151.
- (12) NO, M.L., ESNOUF, C., SAN JUAN, J. y FANTOZZI, G. *Acta Metall.*, 36, 1988: 827.
- (13) GALLAGHER, P.C.J. *Metall. Trans.*, 1, 1970: 2459.