



01-77.04

ESP

Plasticidad a Bajas Temperaturas  
en Plomo Monocristalino y la  
Influencia de la Transición  
Normal - Superconductor

TESIS

DANIEL A. ESPARZA

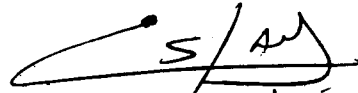
PLASTICIDAD A BAJAS TEMPERATURAS EN PLOMO MONOCRISTALINO  
Y LA INFLUENCIA DE LA TRANSICION NORMAL-SUPERCONDUCTOR

Lic. Daniel A. Esparza

Tesis presentada ante el Instituto  
de Física "Dr. José A. Balseiro",  
dependiente de la Universidad Na-  
cional de Cuyo, para optar al tí  
tulo de Doctor en Física.-



Dr. Manfred Ahlers  
Asesor Científico



Lic. Daniel A. Esparza  
Doctorando

1977

Bariloche Argentina

A Cristina y mis padres

## I N D I C E

|     |                                                                             |      |    |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------|------|----|
|     | RESUMEN. . . . .                                                            | pág. | 1  |
| I   | - INTRODUCCION . . . . .                                                    | "    | 2  |
| 1.1 | - Atenuación ultrasónica en metales superconductores .                      | "    | 2  |
| 1.2 | - Influencia de la transición N-S en las propiedades<br>plásticas . . . . . | "    | 3  |
| II  | - TECNICAS EXPERIMENTALES . . . . .                                         | "    | 19 |
| 2.1 | - Preparación de las muestras . . . . .                                     | "    | 19 |
| 2.2 | - Equipo de deformación plástica a bajas temperaturas                       | "    | 24 |
| 2.3 | - Electrónica asociada a los sistemas de medición y<br>control . . . . .    | "    | 39 |
| III | - RESULTADOS EXPERIMENTALES . . . . .                                       | "    | 51 |
| 3.1 | - Experimentos relacionados con el mecanismo de defor-<br>mación . . . . .  | "    | 53 |
| 3.2 | - Experimentos relacionados con la transición N-S . .                       | "    | 66 |
| IV  | - DISCUSION . . . . .                                                       | "    | 74 |
| 4.1 | - Cambios pequeños de tensión de fluencia . . . . .                         | "    | 74 |
| 4.2 | - Cambios grandes de tensión de fluencia . . . . .                          | "    | 81 |
| V   | - CONCLUSIONES . . . . .                                                    | "    | 85 |
| VI  | - CONSIDERACIONES FINALES . . . . .                                         | "    | 88 |
| VII | - REFERENCIAS . . . . .                                                     | "    | 91 |

\*\*\*\*\*

\*\*\*\*\*

\*\*\*

\*

## RESUMEN

Se ha descrito un equipo experimental que permite investigar propiedades plásticas alrededor de la temperatura del helio líquido. Con este equipo se pueden realizar experimentos tanto a velocidad de deformación constante como a tensión constante y estudiar la influencia de cambios de temperatura, velocidad de deformación, tensión aplicada o campo magnético.

Se han desarrollado y descrito las técnicas para preparar monocristales de plomo de una orientación deseada así como el tratamiento previo que se le da a las muestras.

Se han estudiado las propiedades plásticas y la influencia de la transición normal (N) - superconductor (S) en los monocristales de plomo entre 2°K y 15°K midiendo la sensibilidad de la tensión con la velocidad de deformación y la sensibilidad de la velocidad de deformación con la temperatura a tensión constante en los estados normal y superconductor, el cambio de la tensión de fluencia con la transición N-S a velocidad de deformación constante y la variación de la velocidad de deformación con la transición N-S a tensión constante, como función de varios otros parámetros. Se concluye que la densidad de dislocaciones móviles es dependiente de la tensión y que los cambios entre el estado N y el estado S se deben al movimiento de dislocaciones subamortiguadas.

## ABSTRACT

An experimental set-up has been described which permits to investigate crystal plasticity around liquid helium temperatures. With this equipment it is possible to perform tests at constant strain rates as well as at constant applied stresses (creep tests) and to study the influence of changes in temperature, strain rate, applied stress or magnetic field.

Techniques to prepare and pretreat lead single crystals of the desired orientations have been developed and are also described.

The plastic flow and the influence of a transition between the normal (N) and the superconducting (S) states have been studied in the lead single crystals between 2°K and 15 °K by measuring the strain rate sensitivity of the flow stress and the temperature sensitivity of the strain rate at constant stress in the normal and in the superconducting state, the change in flow stress at the N-S transition at constant strain rate and the change in strain rate at the N-S transition at constant applied stress and their dependence on various parameters. It is shown that the mobile dislocation density is stress dependent and that the differences in the N and the S state are due to the movement of underdamped dislocations.

## CAPITULO I

### I.- INTRODUCCION

La transición superconductor - normal afecta en general las propiedades mecánicas de los metales y aleaciones. Al hablar de propiedades mecánicas nos referimos también a la atenuación de ultrasonidos.

Las variaciones que produce el cambio de estado son importantes especialmente a temperaturas suficientemente por debajo de la temperatura crítica de la transición ( $T_c$ ).

#### I.1. Atenuación ultrasónica en metales superconductores

En el caso de atenuación de ultrasonidos se observa un máximo en la curva de atenuación versus temperatura (Hikata y Elbaum-1967) para el estado superconductor en la temperatura crítica. También se observa un máximo en la curva de atenuación versus amplitud en ambos estados pero en el estado superconductor el máximo se encuentra a amplitudes menores, la interpretación más generalizada de estos resultados consiste en considerar la dispersión de fonones debido a electrones en estado normal. De allí que la atenuación tenga una dependencia con la temperatura que corresponde a la teoría B.C.S. (Bardeen-Cooper-Schrieffer- 1957):

$$\frac{\alpha_s}{\alpha_n} = \frac{2}{\exp\left[\frac{\Delta(T)}{KT}\right] + 1} \quad (I.1)$$

donde  $\alpha_s$  y  $\alpha_n$  son los coeficientes de atenuación ultrasónico en estado superconductor y normal,  $\Delta(T)$  es el intervalo de energías prohibidas (Energy gap),  $K$  constante de Boltzmann y  $T$  la temperatura absoluta.

Sin embargo el problema no es tan sencillo dado que aparecen efectos dependientes de la amplitud y de la frecuencia del ultrasonido, en el primer caso se debe a movimiento de dislocaciones (Tittmann y Bömmel - 1965), el segundo efecto fue estudiado por B.C. Deaton (1966) y por B. Tittmann y H.E. Bömmel (1966) quienes encuentran una dependencia del intervalo de energías prohibidas con la frecuencia, esto se traduce en que las curvas en función de la temperatura son distintas para cada frecuencia; K.D. Chaudhuri

(1959) relaciona la atenuación con la conductividad eléctrica y térmica. Posteriormente W.A. Fate et al. (1968) y J.E. Randorff et al. (1970) realizan un completo estudio de la dependencia del energy gap con la orientación y con la frecuencia del ultrasonido y analizan resultados obtenidos en cristales sin deformar y previamente deformados, encontrándose en estos últimos que el energy gap no depende de la orientación, como en el caso de los sin deformar, esto es, son isotrópicos.

## I.2 Influencia de la transición superconductor - normal en las propiedades plásticas.

Paralelamente a estos estudios en atenuación se realizan experimentos de deformación plástica en metales superconductores, la primera indicación acerca de alguna variación en las propiedades plásticas debido a la transición superconductor-normal es publicada por V.V. Pustovalov et al. (1967) quienes analizan la variación de la tensión de fluencia del plomo en el rango de 20 °K a 4.2 °K encontrando un máximo suave en las vecindades de la temperatura crítica. Esto fue relacionado con un cambio de propiedades plásticas al pasar la transición. A partir de ese momento comienzan a realizarse diversos experimentos relacionados directamente con la transición en distintos materiales.

### I.2.1 - Movilidad de dislocaciones

Mediciones de movilidad de dislocaciones en cristales de plomo fueron realizadas por Parameswaran y Weertman (1969) calculando la constante de amortiguamiento  $B$  y comparando los valores con los obtenidos por Mason et al. (1966) y (1967). Encuentran que en el estado superconductor el amortiguamiento es muy inferior al correspondiente al estado normal. De cualquier manera los datos no son completos, se necesitarían más mediciones por debajo de 7.2 °K (temperatura crítica del plomo) en ambos estados, para sacar conclusiones.

### I.2.2 - Experimentos a velocidad de deformación constante.

H. Kojima y T. Suzuki (1968) encuentran una variación reversible en la tensión de fluencia entre el estado superconductor

y el normal, que llamaremos  $\Delta\tau^{SN}$ , para cristales de Niobio en diferentes orientaciones y para policristales de plomo. Estos autores intentan relacionar este efecto con la desaceleración de dislocaciones producida por los electrones de conducción del metal. Correlacionan este efecto con mediciones de dinámica de dislocaciones realizadas por Greenman et al. (1967), Pope et al. (1967) y por Suzuki (1968 a) (1968 b) (1968 c). Por tal motivo suponen una dependencia lineal entre la tensión aplicada y la velocidad de las dislocaciones en el metal:

$$\tau_a = B_e \cdot v/b \quad (1.2)$$

donde  $\tau_a$  es la tensión aplicada a la muestra,  $B_e$  constante de viscosidad debida a electrones,  $v$  es la velocidad media de las dislocaciones en el metal y  $b$  es el vector de Burger.

De esa manera calculan las constantes de viscosidad para los distintos casos en base a los datos experimentales obtenidos y las comparan con las calculadas de acuerdo al modelo teórico de Kravchenko (1966), en el caso de policristales de plomo observan variaciones de la tensión de fluencia de 3.5% para el material recocido y de 2.3% para el material trabajado, en cambio para los cristales de Nb obtienen variaciones menores: 0.78% para la dirección (110) y de 0.59% para la dirección (112).

Para el Nb en estado mixto también hay variación de tensión de fluencia. Este hecho nos indica que la sola presencia de electrones normales en un metal, aún cuando estén localizados en zonas, como ocurre en el estado mixto, provoca el aumento de tensión observado.

G.A. Alers et al. (1969) estudian la variación de tensión de fluencia en monocristales de plomo y policristales de indio al pasar de estado superconductor a estado normal y viceversa, como función de la temperatura y tensión aplicada y la dependencia con la velocidad de deformación de este efecto. Analizan los resultados con modelos existentes sobre movimiento de dislocaciones teniendo en cuenta corte de obstáculos y flujo viscoso entre ellos, de tal forma que predicen para el caso en que el movimiento es dominado por un flujo viscoso una dependencia lineal entre el efecto  $\Delta\tau^{SN}$  y la velocidad de deformación, lo cual no fue observado en la práctica.

Si en cambio se supone que la velocidad de deformación está controlada por los obstáculos se encuentra una dependencia logarítmica del salto de la tensión de fluencia. Este hecho todavía no ha podido ser confirmado experimentalmente.

De acuerdo a estos autores si tenemos en cuenta que:

$$\dot{\epsilon} = \rho b \bar{v} = \frac{\rho b d}{1/v + d/v} \quad (1.3)$$

donde  $\dot{\epsilon}$  es la velocidad de deformación,  $\rho$  es la densidad de dislocaciones móviles,  $b$  el vector de Burgers,  $d$  la distancia entre obstáculos,  $v$  es la velocidad con que las dislocaciones viajan entre obstáculos,  $\bar{v}$  es la velocidad promedio de movimiento de las dislocaciones,  $\nu$  es la frecuencia de salto de obstáculos.

De la teoría de activación térmica se tienen para la frecuencia de salto:

$$\nu = \nu_0 \exp \left[ - \frac{U_0 - V (\tau_a - \tau_G)}{K T} \right] \quad (1.4)$$

y para la parte viscosa:

$$\tau_a - \tau_G = B v/b$$

donde  $\tau_a$  es la tensión aplicada,  $\tau_G$  es la tensión de largo alcance que aparece en el cristal debido al campo elástico de las demás dislocaciones,  $V$  es una constante llamada también volumen de activación,  $U_0$  es la energía de la barrera potencial de los obstáculos,  $\nu_0$  es una constante que puede interpretarse como la frecuencia de salto para el caso particular en que la energía suministrada a la dislocación por la tensión aplicada  $V (\tau_a - \tau_G)$  iguala la energía de la barrera  $U_0$ ,  $K$  es la constante de Boltzmann,  $T$  es la temperatura absoluta,  $B$  es la constante de viscosidad. Si la parte viscosa es dominante es decir:  $d/v \gg 1/v$  se tiene:

$$(B_n - B_s) \dot{\epsilon} = \rho b^2 \Delta \tau^{SN} \quad (1.5)$$

Aquí  $B_n$  y  $B_s$  son las constantes de viscosidad en los estados normal y superconductor respectivamente. Podemos observar que en este caso el cambio de tensión aplicada  $\Delta \tau^{SN}$  resultante debería ser proporcional a la velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}$ .

Si la parte dominante es el salto de obstáculos o sea:  
 $d/v \ll 1/v$  se llega a:

$$KT \ln(\dot{\epsilon} / \rho b d v_0) = V (\tau_a - \tau_G) - U_0 \quad (1-6)$$

en este caso la dependencia de  $\Delta\tau^{SN}$  con  $\dot{\epsilon}$  es más débil, pero tampoco ha sido observada en los experimentos.

La dependencia con la temperatura del efecto determinada experimentalmente por estos autores no corresponde a la dependencia del energy gap, ni con la de la densidad de electrones superconductores que predice la teoría BCS; en cambio se obtienen dependencia con  $1 - (T/T_c)^2$ .

V.V. Pustovalov y Fomenko (1970) obtienen una relación lineal entre este efecto y el energy gap ambos como funciones de la temperatura.

También se ha postulado, Pustovalov et al. (1970), la existencia de distintos tipos de viscosidad como responsable de la desaceleración de las dislocaciones durante la deformación plástica, considerándose una contribución debida a fonones (que a bajas temperaturas sería despreciable), otra debida a electrones y por último un término referente a impurezas. No se encuentra variación de  $\Delta\tau$  para campos magnéticos superiores a  $H_c$ . La dependencia de  $\Delta\tau$  con la tensión aplicada también es medida Pustovalov et al. (1970) lo mismo que la variación relativa.

Así como se altera la tensión de fluencia con la transición, también ocurre lo mismo con la tensión de corte crítica tal como fue comprobado por Pustovalov Startsev y Fomenko (1969) en este caso también se relaciona dicha variación con la disminución de la viscosidad efectiva de la nube electrónica al transformarse parte de éstos en electrones superconductores.

Esto significa que el efecto descripto tiene lugar desde los comienzos de la deformación fortaleciendo la hipótesis de que se trata de un fenómeno intrínseco de la interacción de las dislocaciones con defectos ya existentes en el cristal antes de comenzar la deformación plástica o de la interacción con electrones de conducción.

Si las dislocaciones interactúan con los electrones produciendo el aumento de la tensión de fluencia correspondiente al estado normal contradice aparentemente las observaciones de Buck, Alers y

Tittmann (1970) quienes encuentran que existe un efecto similar cuando se detiene la deformación y luego se cambia del estado normal al superconductor. Este efecto no es reversible. La magnitud de este salto es similar a la del salto obtenido en experimentos a velocidad de deformación constante ya descriptos. Este salto (de acuerdo a estos autores) es provocado luego de esperar alrededor de 100 segundos y suponen que no hay relajación por lo tanto las dislocaciones están inmóviles.

Esta afirmación es arriesgada ya que habría que esperar mucho más tiempo antes de provocar la transición para asegurar que las dislocaciones están inmóviles o que no hay relajación.

En ese trabajo se analiza la influencia de las impurezas en la magnitud del efecto, interpretándose que el salto producido en el experimento de relajación es debido a un cambio de la interacción entre la dislocación y la impureza al producirse la transición. En ese sentido se comparan mediciones realizadas en dos cristales con distinto contenido de impurezas observándose que en caso de la muestra más pura se tiene que el  $\Delta\tau$  es menor que el correspondiente a la muestra impura. De tal manera que  $\Delta\tau$  puede ser tratado en la misma <sup>que la parte</sup> forma térmica,  $\tau^*$ , de la tensión total  $\tau_a$ , Berner y Kronmuler (1965). Ya que  $\tau^*$  es muy sensible a la concentración de impurezas.

La dependencia de  $\Delta\tau$  con el tiempo de relajación previo a la transición fue medido por Suenaga y Galligan (1970) indicando que para tiempos suficientemente largos se reduciría a cero; sin embargo no fue medida simultáneamente la relajación propia de la tensión por lo que no puede comprobarse si  $\Delta\tau$  depende o no de esta relajación propia; estos autores midieron hasta con tiempos de espera (relajación) de 1/2 hora. Queda la pregunta si ese tiempo es suficiente para que las dislocaciones se detengan completamente.

En ese mismo trabajo Suenaga y Galligan miden  $\Delta\tau$  en función de la tensión aplicada coincidiendo en general con la dependencia observada por G.A. Alers et al. (1966) (dependencia lineal con la tensión) pero en este trabajo se puede ver en detalle la variación de  $\Delta\tau$  en la tensión crítica de fluencia es decir cuando pasa de valer cero al valor  $\Delta\tau$  (TCRC)(tensión de corte resuelta, crítica).

Resulta claro, a esta altura, que un conocimiento detallado de variables como el volumen de activación o de la energía de activación aportarían nuevos argumentos para aclarar la situación especialmente si estos se miden en función de la tensión aplicada y de la temperatura. En este sentido T.S. Hutchison et al. (1970) han medido el volumen de activación en función de temperatura para ambos estados. Tienen en cuenta el modelo de salto térmicamente activado de obstáculos por dislocaciones que como ya hemos visto de acuerdo con G.A. Alers et al. (1969) se llega a

$$K T \ln (\dot{\epsilon} / \rho b d v_0) = V (\tau_a - \tau_G) - U_0 \quad (1-7)$$

donde el volumen de activación se calcula como:

$$V = K T \frac{\ln (\dot{\epsilon}_1 / \dot{\epsilon}_2)}{\tau_1 - \tau_2} \quad (1-8)$$

de la ecuación (1-7) se deduce:

$$(V_S - V_N) / V_N = (\tau_N - \tau_S) / (\tau_S - \tau_G) \quad (1-9)$$

esto, si suponemos que sólo  $V$  cambia en la transición, los sufijos  $n$  y  $s$  indican estado normal y superconductor respectivamente.

La variación con la temperatura encontrada por estos autores se asemeja a la obtenida por G.A. Alers et al. (1969) para la dependencia de  $\Delta\tau$  con la temperatura, es decir con  $1 - (T/T_C)^2$ . Se afirma entonces que la causa de aparición de  $\Delta\tau$  se debe a una variación del volumen de activación en la transición. Esta conclusión puede interpretarse a la inversa: el volumen de activación varía debido a que por otro mecanismo está variando  $\tau$  de modo que la energía de activación total permanece constante para mantener constante la velocidad de deformación que por otro lado está fijada por el experimento.

Un posterior trabajo de M. Suenaga y J.M. Galligan (1971 c) analiza con detenimiento cómo varía  $\Delta\tau_R$  con la temperatura (el experimento se realiza por relajación). Comparan la variación de  $\Delta\tau_R$  con la calculada por la teoría BCS para el energy gap (Mühlschlegel 1959), con la densidad de electrones superconductores y con la dependencia de la atenuación de ultrasonidos (Bardeen et al. (1957)). También se compara con el modelo de Huffman-Louat (1970). El efecto producido por

distintas orientaciones sobre la curva de  $\Delta\tau$  en función de la tensión aplicada es a su vez analizado en Suenaga y Galligan (1971 c).

Kostorz (1973)(ver también Kostorz 1971) publica mediciones de  $\Delta\tau^{SN}$  para cristales de plomo de diferentes orientaciones como función de la tensión aplicada hasta tensiones de  $2 \tau_{II}$  como así también de la sensibilidad de  $\tau$  a los cambios de velocidad de deformación hasta  $4 \tau_{II}$  de tensión aplicada en otro cristal de diferente orientación que los anteriores. Correlaciona  $\Delta\tau$  con resultados teóricos del modelo inercial de Granato (ver sección 1.2.4.) hasta tensiones correspondientes a  $\tau_{III}$  es decir hasta la mitad del rango medido experimentalmente por el autor.  $\tau_{II}$  y  $\tau_{III}$  son las tensiones a las que aparecen las zonas II y III respectivamente de la curva tensión-deformación.

En Kostorz (1973 b) se extienden los resultados a aleaciones diluídas de plomo con Tl, Sn, Cd y Bi para diferentes concentraciones, encuentra que para ciertas aleaciones y concentraciones la variación de  $\Delta\tau$  puede ser anómala y disminuir con la tensión aplicada, contrariamente a lo que ocurre en Pb puro que aumenta. Asimismo encuentra que el  $\Delta\tau$  (extrapolado a tensión cero) aumenta con la concentración de soluto. Este  $\Delta\tau$  puede normalizarse a los diferentes factores de forma de los solutos y puede encontrarse una ley de variación universal entre  $\Delta\tau$  normalizado versus concentración, independiente de los solutos empleados. Para los casos de aleaciones de plomo que pertenecen al tipo II han medido la variación de  $\Delta\tau$  en el estado mixto como función de  $H/HC2$ .

T. Suzuki (1972) publica experimentos a distintas temperaturas para plomo y aleaciones con Tl y Bi. De la curva  $\Delta\tau^{SN}$  versus  $\tau$  encuentra un método de extrapolación en base a ciertas suposiciones acerca de la superposición de dos efectos que dan origen a  $\Delta\tau$  y así obtiene que la dependencia con la temperatura de  $\Delta\tau^{SN}$  es la misma que  $(1 - \Gamma)_{BCS}$ . La extrapolación consiste en linealizar la curva para altas tensiones y tener en cuenta la intersección con la ordenada de la recta así obtenida.

Suenaga y Galligan (1971 b) midieron la variación del salto superconductor normal con la distorsión de la red en plomo provocada por el agregado de distintos elementos y para distintas concentraciones de aleación plomo-indio relacionando los resultados con la teoría desarrollada.

Kostorz (1970) investigó la aleación Nb Mo hasta 8% de molibdeno. Midió el  $\Delta\tau$  como función de la concentración de molibdeno observando que este crece (hasta  $\sim 4\%$  de molibdeno) para luego disminuir ligeramente. Por otra parte mide la variación de  $\tau$  para la transición al estado mixto, encontrando que esta variación dividida por el salto superconductor-normal coincide con la inducción magnética  $B(H)/B(H_{c2})$  en función de  $H/H_{c2}$  esta última obtenida de mediciones de magnetización de Tsuda y Suzuki (1967). Este hecho es interpretado por dicho autor como una evidencia de la existencia de una simple regla de mezcla para el estado mixto dado que  $B(H)/B(H_{c2})$  representa la fracción de volumen de material normal.

El aumento de  $\Delta\tau$  al aumentar la concentración de molibdeno es interpretado como consecuencia de una disminución del volumen de activación al aumentar la concentración de soluto.

Para el caso de aleaciones de metales BCC y metal puro de esa estructura Kostorz (1973 d) mide en varios cristales de Nb y aleaciones de Nb Mo la dependencia de  $\Delta\tau^{SN}$  como función de la tensión aplicada. Aquí  $\Delta\tau$  disminuye con la tensión aún para el metal puro.

Experimentos de Suenaga y Galligan (1971 a) de relajación de tensión en el estado mixto de monocristales de aleaciones de plomo-indio indican que la dependencia entre  $\Delta\tau^{SN}$  y B en el estado mixto es la misma que la atenuación de ultrasonido en función de H. Los resultados pueden relacionarse, en este caso, con los coeficientes de atenuación ultrasónica es decir con un simple modelo viscoso sin considerar la interacción de dislocaciones y obstáculos como único mecanismo.

El salto de tensión entre ambos estados es en algunos casos irreversible. Hutchison et al. (1972 c) observan que la tensión en

el estado superconductor luego de un ciclo SNS puede ser menor que al comienzo y que este efecto puede acumularse luego de varios ciclos SN produciendo una disminución progresiva de la tensión de fluencia en ambos estados.

#### 1.2.2.1 - Comportamiento dinámico de la transición a velocidad constante.

El efecto necesita un cierto tiempo de incubación, se ha medido (Hutchison et al. (1972 c)) que la tensión tarda 30 seg. en establecerse en el estado normal mientras que simultáneas mediciones de atenuación indican que se llega al estado estacionario en solo 3 seg. También Bobrov et al. (1972) estudian este retardo y hallan que es dependiente de la tensión aplicada y de la velocidad de deformación para plomo. Hallan también una correlación entre el retardo que aparece en mediciones a velocidad constante con el retardo en la aceleración de la deformación en mediciones a tensión constante para cambios de estado.

#### 1.2.3. - Experimentos a tensión constante.

Se encuentra que la velocidad de deformación aumenta considerablemente (varios cientos de veces en algunos casos) al pasar el material del estado normal al superconductor en experimentos a tensión constante. Al mismo tiempo se observa que el régimen estacionario de deformación a tensión constante (pasado el transitorio) se incrementa en el estado superconductor produciéndose el equivalente a un incremento de la deformación (Gindin et al. (1970 a)) que es fuertemente dependiente de la tensión aplicada.

Posteriormente Gindin et al. (1970 c) extienden estas mediciones realizadas en Pb a otros metales: In, Tl, Hg y Sn; para los tres primeros se encuentra una variación con la tensión similar a la hallada para plomo (Gindin et al. (1970 a)), en cambio para el Sn la variación es muy pequeña entendiéndose que es debido a su fragilidad en este rango de temperaturas. Se comprueba que esta pérdida de resistencia mecánica, como le llaman estos autores al incremento de deformación estacionaria, es dependiente de la temperatura de tal manera que cuando la temperatura baja por debajo de  $T_c$  la pérdida de resistencia aumenta abruptamente. El fenómeno es explicado por la desaceleración de dislocaciones por los electrones del metal.

Soldatov et al. (1970) han medido el mismo efecto en función de la tensión aplicada para Pb, In, Sn y Tl observando que para la zona I crece bruscamente, hasta entrar en la zona II, para luego durante la zona II permanecer constante y volver a aumentar en la zona III; los autores no aclaran si estas zonas se refieren a las zonas de la curva tensión-deformación (para cada material). Se comprueba con esos experimentos que la ley logarítmica para la deformación a tensión constante sigue valiendo a temperaturas tan bajas como 1.65 °K y en ambos estados (sup-nor). El volumen de activación también es medido por estos autores indicando que hay una diferencia entre los dos estados, pero que el volumen de activación no depende de la tensión aplicada en el rango que va desde 700 gr/mm<sup>2</sup> y 3000 gr/mm<sup>2</sup> obteniendo:

$$V_s = 10.5 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \quad \text{y} \quad V_n = 8.9 \times 10^{-21} \text{ cm}^3$$

Se concluye entonces que todo el efecto no puede atribuirse a viscosidad y se propone que la densidad de dislocaciones móviles varíe en la transición.

Gindin et al. (1971 a) observa en plomo una dependencia con la velocidad de deformación del efecto de ablandamiento, es decir, del aumento de deformación\*. En el mismo trabajo hallan una dependencia anómala para este efecto como función de la temperatura con un máximo en  $T/T_c$  de aproximadamente 0,4.

En Indio no alcanzan temperaturas relativas tan bajas y la anomalía no aparece, tal vez porque las mediciones cubren el mismo rango de temperaturas que para el plomo. También describen mediciones del aumento de deformación normal - superconductor como función de la tensión aplicada en plomo para distintas temperaturas como parámetro.

En Gindin et al. (1970 b) se describen experimentos en indio desarrollados a tensión constante ; observan el cumplimiento de la ley logarítmica de deformación en el estado normal, mientras que en el superconductor hay apartamientos de la dependencia logarítmica para bajos tiempos, este intervalo de tiempos hasta que la deformación siga la mencionada ley es llamada por los autores tiempo de incubación.

---

\* En contraposición a lo que ocurre para la deformación a velocidad constante.

También describen experimentos donde establecen la dependencia con la tensión aplicada del aumento de deformación normal-superconductor, con la temperatura como parámetro.

También la dependencia con la temperatura del aumento de deformación normal-superconductor es medida por Soldatov et al. (1971) para indio y plomo. Sin embargo estos autores no encuentran para el plomo la anomalía de Gindin et al. (1971 a). La dependencia con temperatura es más débil que la del "energy gap" y de acuerdo a este trabajo sigue una ley del tipo  $1 - (T/T_c)^2$ .

La dependencia con la concentración de soluto en aleaciones templadas de Pb Sb (con Sb como soluto) del aumento de deformación normal-superconductor (Soldatov et al. (1973) ), es similar a la encontrada por Kostorz (1970, 1973 d) para la transición a velocidad constante en aleaciones de Nb, Mo\*. Hay diferencias notables de comportamiento de la aleación templada respecto a la recocida, posiblemente por aparecer en esta última una segunda fase debido a precipitados. En la aleación templada el efecto superconductor-normal depende del grado de deformación de la muestra para todas las aleaciones estudiadas salvo para el metal puro en que no depende. En cambio, para las aleaciones recocidas no hay dependencia del efecto con la deformación como en el caso del metal puro. Puede correlacionarse linealmente (siempre de acuerdo con Soldatov et al. (1973) ) la inversa del endurecimiento ( $d\tau/da$ ) y el efecto observado para cada una de las aleaciones estudiadas.

En la aleación Pb + 3 at % Sb el efecto no existe para todo el rango de deformaciones medidas. También el efecto depende del tiempo de recocido (disminuye al aumentar éste) lo que indica crecimiento o aumento en número de precipitados. Los autores interpretan estos resultados en base al modelo de Natsik (1972)

---

\* Para la aleación recocida hay una disminución monótona del efecto a medida que aumenta la concentración.

Acerca del transitorio de la curva de deformación a tensión constante (al incrementar la tensión) se han realizado pocos trabajos. Soldatov et al. (1970) mide la variación de velocidad de deformación al pasar el material de normal a superconductor para tres tipos de muestras de plomo: policristal, monocristal más puro, idem menos puro. La dispersión es muy grande y el valor promedio encontrado es de 32, 250, 143 respectivamente.

Este efecto no parece ser reversible como el que ocurre a velocidad de deformación constante (salto de tensión) y no hay acuerdo todavía si lo es o no.

En superconductores de segunda especie los efectos son dependientes de la intensidad de campo magnético. Vainblat et al. (1971) observan en Pb + 10at.% In (superconductor típico de segunda especie) un aumento de la deformación entre  $0.8 H_{c2}$  y  $H_{c2}$ , en un experimento en el que se variaba el campo magnético desde un valor superior a  $H_{c2}$  por pasos hasta cero y midiendo la deformación permanente en cada caso. Encuentran variación de deformación hasta muy cerca del  $H_{c1}$  interpretándose que mientras queda material normal en el metal debe haber efecto.

#### 1.2.4 - Modelos teóricos.-

A esta altura vemos que el modelo viscoso por si sólo no puede explicar hechos tales como la independencia del efecto  $\Delta\tau^{SN}$  con la velocidad de deformación, tampoco el modelo donde los obstáculos son los responsables de las variaciones que ocurren en la transición, explica que es lo que varía de ellos al pasar el material de superconductor a normal. Por ejemplo, se sabe que varía el volumen de activación pero no porqué varía, tampoco se sabe si este hecho es el que origina los efectos observados o si no es más que una consecuencia de algún mecanismo aún desconocido. Los modelos desarrollados por Huffman-Louat (1970) y Kravchenko (1966) tratan a la dislocación como formada por excitaciones elementales interactuando con los electrones de conducción, es decir son ambos modelos viscosos y explican sólo algunos de los efectos observados. Son generalizaciones de la teoría de atenuación de ultrasonidos por fonones.

Una teoría combinada, donde se tienen en cuenta tanto los obstáculos como la parte viscosa del movimiento, es desarrollada independientemente por Granato (1971 a, 1971 b) y por Suenaga y Galligan (1971 b). Se tiene en cuenta aquí el efecto inercial de una dislocación, en movimiento entre obstáculos, que al arribar a éstos puede hacerlo en forma subamortiguada o sobreamortiguada dependiendo del amortiguamiento del medio, produciendo en el primer caso una fuerza extra sobre el obstáculo, superándolo más fácilmente cuando la dislocación está subamortiguada que cuando está sobreamortiguada. Igual que en el modelo viscoso, se considera que el amortiguamiento está dado por los electrones normales y no por los superconductores. Por lo tanto la tensión necesaria para mantener una misma velocidad de deformación será menor en el estado superconductor que en el estado normal. Este modelo es similar al de la cuerda vibrante introducido por Granato y Lücke (1956) para fricción interna.

#### 1.2.4.1 - Modelo inercial

Desarrollaremos a continuación el modelo inercial de Granato (1971 a, 1971 b) siguiendo la formulación de Kostorz (1973 a). Supongamos una fila de obstáculos espaciados entre sí, todos ellos, por una distancia  $L$ . Sea una dislocación rectilínea que se aproxima con velocidad  $v_0$  a la fila de obstáculos y en forma paralela a la misma. Esta situación podemos visualizarla en la figura 1.1 a.-

La dislocación toca los obstáculos en  $t = 0$  (posición 2) y comienza a arquearse entre obstáculos debido a la tensión efectiva existente en ese lugar del espacio. La posición de equilibrio será alcanzada gradualmente (posición 3) (y dependerá de la tensión) si el amortiguamiento es mayor que un cierto valor crítico. Sin embargo para un amortiguamiento del medio menor que el valor crítico la línea de dislocación oscilará alrededor del valor estacionario y llegará al máximo desplazamiento dado en la posición 4, figura 1-1(b). Ambos casos pueden verse en la figura 1-1(b) donde la línea representa el caso amortiguado y la punteada el otro caso. Aquí está representado el desplazamiento del punto medio entre obstáculos en función del tiempo. En la posición 4 la fuerza que se ejerce sobre el obstáculo es mayor que para la posición 3 ya que la tensión de línea de la dislocación tiene una componente mayor en la dirección  $y$ .

La fuerza sobre el obstáculo puede calcularse fácilmente ya que la proyección de la tensión de línea "C" puede ponerse como función de la tangente del ángulo ( $\psi$ ) que hay entre la línea de dislocación y el eje X en el obstáculo y que es

$$\operatorname{tg} \psi = \left( \frac{\partial y}{\partial x} \right)_{x=0}$$

(Por comodidad trasladamos el origen del eje X a un obstáculo) de lo que se deduce:

$$F = 2 C \left( \frac{\partial y}{\partial x} \right)_0 \left[ 1 + \left( \frac{\partial y}{\partial x} \right)_0^2 \right]^{1/2} \quad (1-10)$$

Para calcular  $\left[ \frac{\partial y}{\partial x} \right]_0$  tenemos que resolver la ecuación diferencial de la cuerda vibrante:

$$A \ddot{y} + B \dot{y} - C \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} = b \tau \quad (1-11)$$

donde  $A = \rho b^2$  es la masa de dislocación por unidad de longitud, B es la constante de amortiguamiento y la tensión de línea  $C \approx G b^2$  con G módulo de corte. Las derivadas temporales están indicadas por puntos

Las condiciones de contorno e iniciales son:

$$y(0, t) = y(L, t) = y(x, 0) = 0 \quad \text{y} \quad \dot{y}(x, 0) = v_0$$

Con estas condiciones la ecuación (1-11) tiene la siguiente solución (Granato 1971) para el caso que  $BL < 2\pi \sqrt{AC}$  o sea el caso subamortiguado:

$$y = e^{-\gamma t} \sum_{n=0}^{\infty} (B_{2n+1}^{(1)} \cos \omega'_{2n+1} t + B_{2n+1}^{(2)} \operatorname{sen} \omega'_{2n+1} t) \operatorname{sen} \left( \frac{(2n+1) \pi x}{L} \right) + b \tau x(L-x)/2C$$

donde:

$$\begin{aligned} B_{2n+1}^{(1)} &= -\frac{4}{\pi^3} \frac{b \tau L^2}{C} \frac{1}{(2n+1)^3} \\ B_{2n+1}^{(2)} &= \frac{4 v_0}{(2n+1) \pi \omega'_{2n+1}} + \frac{\gamma B_{2n+1}^{(1)}}{\omega'_{2n+1}} \\ \omega'_{2n+1} &= (2n+1) \omega_0 \left[ 1 - \gamma^2 / (2n+1)^2 \omega_0^2 \right]^{1/2} \\ \gamma &= B/2A, \quad \omega_0 = \pi(C/A)^{1/2} L^{-1} \end{aligned} \quad (1-12)$$

La pendiente en  $x = 0$  se obtiene derivando (1-12) y tenemos:

$$\begin{aligned} (\partial y / \partial x)_0 = (b\tau L / 2C) \{ 1 - (8/\pi^2) e^{-\gamma t} \sum_{n=0}^{\infty} \left[ \cos \omega_{2n+1} t / (2n+1)^2 \right] \\ + e^{-\gamma t} \sum_{n=2}^{\infty} (8 C v_0 / b\tau L^2) (\sin \omega_{2n+1} t / \omega_{2n+1}) \} \end{aligned} \quad (1-13)$$

La deformación plástica aparece cuando  $F$  de la ecuación (1-10) toma un valor crítico y que es independiente de la amortiguación del medio. Es decir habrá un valor crítico también de la pendiente  $\partial y / \partial x|_{x=0}$

$$\psi = \partial y / \partial x|_{x=0} \quad (1-14)$$

Reemplazando  $v_0$  por  $\tau b/B$  (velocidad de la dislocación entre obstáculos dominada por la viscosidad del medio) se tiene:

$$\begin{aligned} (\partial y / \partial x)_0 = (b\tau L / 2C) \left[ 1 - (8/\pi^2) e^{-\gamma t} \sum_{n=0}^{\infty} \left\{ \cos \omega_{2n+1} t / (2n+1)^2 \right\} \right. \\ \left. - (C\pi^2 / B_e L^2) (\sin \omega_{2n+1} t / \omega_{2n+1}) \right] = (b\tau L / 2C) Y(B_e, t, L) \end{aligned} \quad (1-15)$$

Así puede entenderse a la función  $Y$  como una corrección que depende del tiempo y del amortiguamiento de la fuerza que actúa sobre el obstáculo. El valor máximo de la ecuación anterior o sea cuando  $Y$  pasa por el primer máximo es el valor crítico.

Al valor de  $Y$  en este tiempo le llamamos  $Y_{\max}(B, L)$ . La diferencia de tensión superconductor - normal  $\Delta\tau^{SN}$  la tenemos de calcular la diferencia de la función  $Y_{\max}$  en los estados normal y superconductor, es decir cambiando el  $B$ , esto es, aplicando (1-14) y (1-15)

$$\Delta\tau^{SN} = (2 \varphi_c C / bL) (Y_{\max}^{-1}(S) - Y_{\max}^{-1}(N)) = 2 b G \psi / L \Delta(Y_{\max}^{-1})^{SN} \quad (1-16)$$

Kostorz (1973 a) calcula  $\Delta(Y_{\max}^{-1})$  en forma numérica sin tener que hacer aproximaciones y obtiene una dependencia entre  $\Delta\tau^{SN}$  y la distancia entre obstáculos  $L$ . Granato (1971 a)(1971 b) y Suenaga y Galligan (1971 b) llegan a resultados aproximados resolviendo algunos casos particulares pero no obtienen dependencia de  $\Delta\tau^{SN}$  con  $L$ .

Suponiendo que la función  $Y_{\max}(B, L)$  modifica la tensión efectiva (Suenaga y Galligan - 1971 b, 1972), Kostorz (1973 b, 1973 c) puede modificarse convenientemente la ecuación de velocidad de deformación para procesos térmicamente activados:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp \left[ - \frac{U_0 - V \tau_e Y_{\max}}{K T} \right] \quad (1-17)$$

con

$$\dot{\epsilon}_0 = v_0 N_m b d$$

$v_0$  frecuencia de corte de obstáculos

$N_m$  densidad de dislocaciones móviles

$b$  vector de Burgers

$d$  distancia entre obstáculos

$U_0$  energía del obstáculos

$V$  volumen de activación

De esta expresión y suponiendo que durante la transición sólo varían  $Y$  y  $\tau_e$  se puede expresar

$$\frac{\Delta \tau^{SN}}{\tau} = - \frac{\Delta Y_{\max}^{SN}}{Y_{\max}} = Y_{\max} (\Delta Y_{\max}^{-1}) \quad (1-18)$$

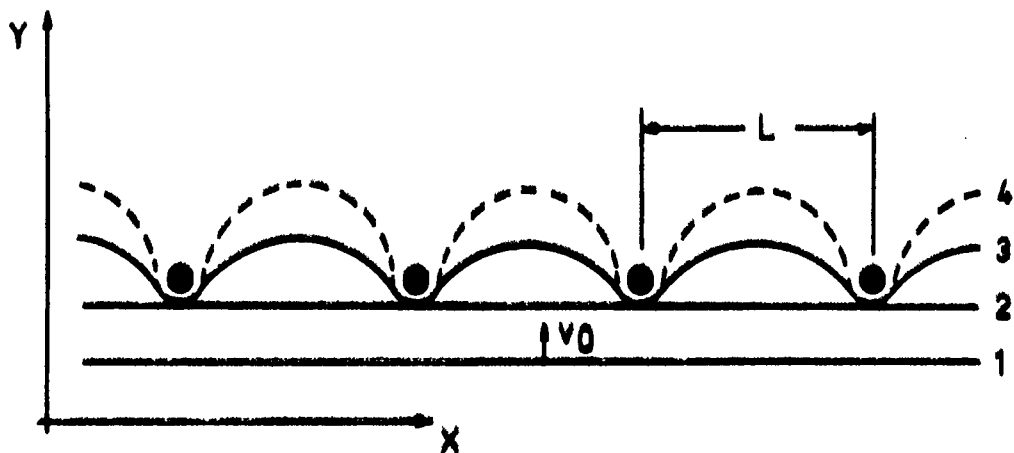
despreciando  $K T \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon}) \ll U_0$  (Kostorz 1973 c) es:

$$\Delta \tau^{SN} \approx \frac{U_0}{V} \Delta Y_{\max}^{-1} \quad (1-19)$$

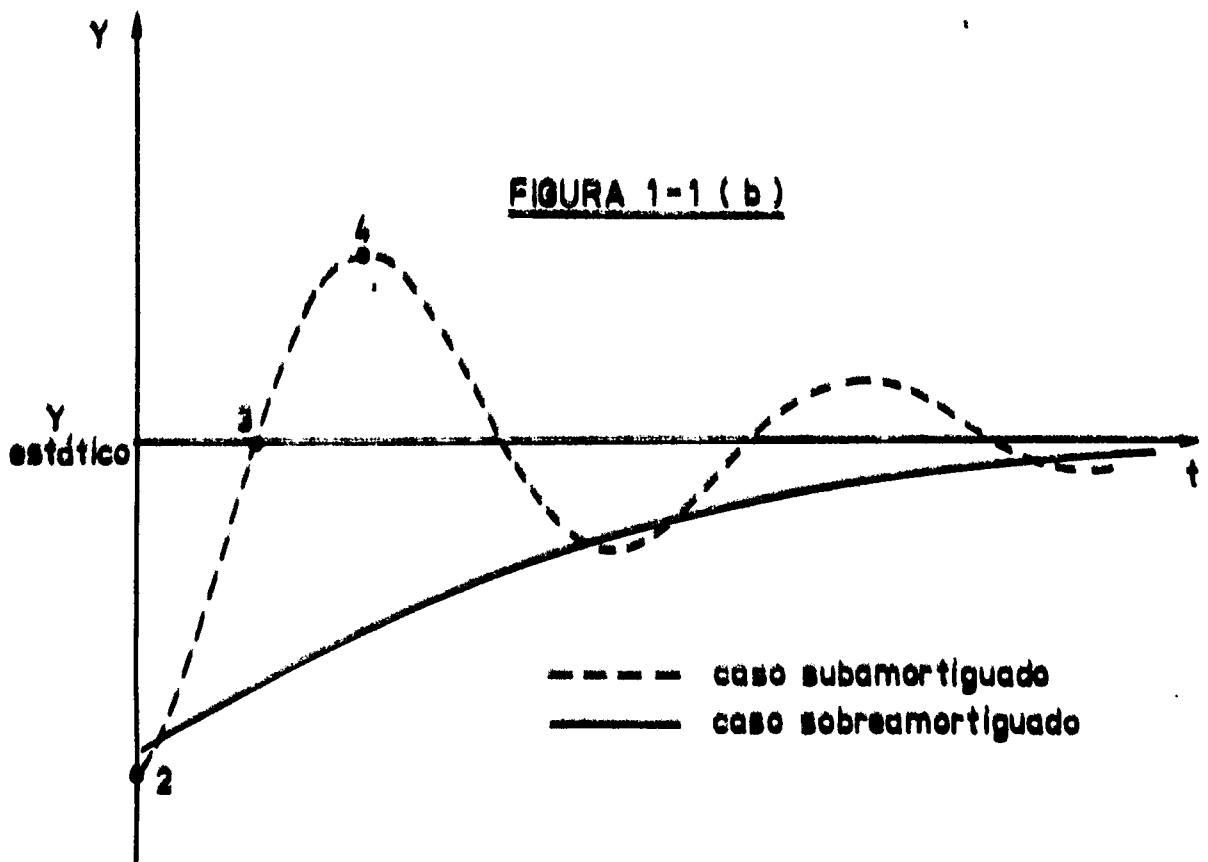
Estas expresiones pueden compararse satisfactoriamente con los resultados experimentales (Kostorz 1973 a).

Natsik (1972) intenta explicar los resultados experimentales en base a cambios de  $v_0$  sin usar efectos inerciales. Usa el modelo de la cuerda vibrante pero reemplaza en la ecuación (1-11) el término inhomogéneo por una fuerza aleatoria basada en teoría de fluctuaciones (Landau y Lifshitz 1959). Resolviendo llega a que para el caso sobre-amortiguado es  $v_0 \sim 1/B$ . Con esta nueva frecuencia y la ecuación (1-17) deriva la variación de tensión de fluencia que debería esperarse en la transición así como el aumento de deformación y velocidad de deformación a tensión constante.

FIGURA 1-1 (a)



- (1) La dislocación se aproxima al obstáculo con velocidad  $v_0$ .
- (2) La dislocación toca el obstáculo.
- (3) Posición de equilibrio estático.
- (4) En el caso subamortiguado la dislocación se curva mas.



Desplazamiento de la dislocación como función del tiempo alrededor de la posición de equilibrio (3).

## CAPITULO II

### TECNICAS EXPERIMENTALES

#### 2.1 - Preparación de las muestras

Al decidirse encarar el presente trabajo en cristales de plomo surgió la necesidad de construir un sistema de crecimiento para este material de bajo punto de fusión. Al mismo tiempo, por razones de comodidad en el montaje de los calefactores y termómetros, se decidió usar muestras cilíndricas con esferas en los extremos para así usar un sistema de soporte partido (split grips) que facilita el montaje de éstas. El material usado en este trabajo fue plomo refinado de 99,999% de pureza suministrado por ASARCO (American Smelting and Refining Company).

##### 2.1.1. - Aparato para crecer cristales de bajo punto de fusión

Se usa la técnica de Bridgman (1925) de fusión controlada en un gradiente de temperatura. La velocidad de crecimiento usada es más lenta que para la mayoría de los metales debido a la relativamente baja conductividad del plomo; en la literatura se recomienda entre 5 y 24 mm por hora (Gilman, 1963) por lo que se decidió por 12 mm por hora considerándolo un buen compromiso.

##### 2.1.1.1 - Parte mecánica

El molde con la muestra permanece fijo en el espacio mientras que el horno es desplazado por un mecanismo de relojería. La Fig. 2-1 muestra esquemáticamente el aparato.

El horno (1) es arrastrado por dos alambres de acero que son movidos por poleas conectadas al eje más lento (1 vuelta/12 horas) de un reloj eléctrico (2). Sendos contrapesos (3) facilitan el movimiento ascendente del horno. El diámetro de las poleas está calculado de modo que el horno se desplace a razón de 12 mm/hora. El molde (4) se aloja suspendido por medio de una cadena metálica en el interior de un tubo de vidrio evacuado por medio de una bomba difusora (5) conectada axialmente y a continuación de ésta. Una bomba mecánica (6) completa el sistema de vacío. Entre la bomba difusora y el tubo hay

un deflector refrigerado por agua que evita el ascenso de vapores de aceite al tubo de vidrio que contaminarían la muestra. El extremo superior del tubo está cerrado por un casquete de bronce (7) del cual es suspendido el molde y que tiene un orificio para un manómetro de ionización (8). Todo el conjunto está alojado en un armazón metálico con forma de paralelepípedo de sección cuadrada.

Por ser el reloj eléctrico de muy baja potencia no fue necesario incluir interruptores de fin de carrera ya que poniendo toques al horno o a los contrapesos, el conjunto se detiene solo.

Una termocupla de Cr-Al acompaña al molde durante las pruebas para determinar la posición óptima de arranque del horno. Esta entraba al tubo por un pasante sellado con cemento termomoldeable Dekotinsky realizado en el capuchón. Luego fue eliminada para evitar posibles contaminaciones de los cristales.

El horno propiamente dicho está construido con alambre Kanthal bobinado helicoidalmente sobre un tubo de alúmina. El espaciado es menor en la parte central para obtener un gradiente mayor de temperatura en esa zona. El alambre está recubierto por cemento refractario para inmovilizarlo y al mismo tiempo fijar la termocupla de control cuya punta se encuentra en la parte media del bobinado. El conjunto está alojado en un cilindro de chapa de hierro y el espacio circundante lleno de amianto en polvo.

#### 2.1.1.2 - Sistema eléctrico de regulación de temperatura del horno

El circuito eléctrico que alimenta el horno está descrito en bloque en la Fig. 2-2. Un controlador tipo encendido-apagado marca Renca regula la temperatura del horno tomando como referencia la f.e.m. de una termocupla de Cromel-Alumel que está casi en contacto con el bobinado del horno. Un relé gobernado por el controlador comanda el pasaje de corriente hacia el horno desde un transformador variable usado para reducir la tensión de línea a un valor adecuado para minimizar la fluctuación de temperatura del horno. Un voltímetro y un amperímetro de control, completan el circuito eléctrico.

### 2.1.1.3 - Molde de grafito

El molde usado para la preparación de las muestras cristalinas puede verse en la Fig. 2-3. Consta de tres partes: una cavidad (1) para alojar el material de pureza conocida; el molde propiamente dicho (2) que le dará a la muestra la forma necesaria; el recipiente de la semilla (3) comunicado con el molde por un canal (4) que permite desprender el cristal de la semilla una vez crecido sin daño para ambos.

Todo el conjunto tiene simetría cilíndrica y está construido en grafito de alta pureza para evitar contaminación del material. Tanto el molde como el porta semilla están divididos por la mitad de modo que la semilla o el cristal puedan ser extraídos fácilmente y sin daño para la muestra.

Las mitades del molde son mantenidas enfrentadas y en posición por medio de tubos exteriores de grafito (5) que ajustan el molde e impiden que el molde se separe y el metal fundido pueda escurrirse a través de la separación. Para evitar corrimientos longitudinales de las mitades entre sí, se dispone de espigas de acero (6) que atraviesan los tubos exteriores y el molde, evitando todo movimiento. La parte inferior está cerrada por un casquete (7) también de grafito. El molde se suspende del gancho (8) por medio de una cadena a la parte superior del equipo (ver Fig. 2-1). Los cristales son luego cortados para darles la forma indicada (9).

En una primera versión no existía el porta-semilla, entonces el molde propiamente dicho terminaba en una punta cónica en el lugar donde está marcado el canal (4). Así se crecieron los primeros cristales; a uno de ellos de orientación cristalina conveniente le fueron eliminadas las esferas y la parte cilíndrica restante usada como semilla.

Todo el molde de grafito va recubierto de una fina capa de negro de humo producido por combustión incompleta de un mechero de gas. De esta forma se evita que el metal se pegue al molde obteniéndose de esta manera cristales más perfectos.

#### 2.1.1.4 - Operación

El modo de usar el equipo es el siguiente: se coloca una semilla cilíndrica en el porta-semilla del molde, previamente crecida con el molde superior solamente y cortadas las esferas de ambas puntas. Se lleva el horno a una temperatura por encima de la de fusión del plomo. Con 380 °C en el horno se tenía 350 °C en el molde lo cual daba buenos resultados.

Se coloca el metal en el recipiente (1) en cantidad suficiente para que por colada se forme la muestra en el molde. Se ubica el horno para que su máxima temperatura quede a la altura del trozo de metal para fundirlo y efectuar la colada. Luego, una vez que el metal ha colado a su lugar, se desplaza el horno hasta una posición tal que la zona fundida comience aproximadamente a la mitad de la semilla. Finalmente se da comienzo al crecimiento por desplazamiento del horno en la forma indicada a 12 mm/hora.

#### 2.1.2 - Tratamiento dado a los cristales

##### 2.1.2.1 - Corte a la chispa

Los cristales, tal cual como salen del molde son cortados en una electroerosionadora para evitar daños mecánicos y deformaciones. Con este procedimiento se eliminan los extremos del cristal para que resulte de la forma de la Fig. 2-3 (9).

El corte se realiza con el cristal apoyado en una cama especial de bronce de modo que por su propio peso y sin necesidad de fijarle un electrodo mecánicamente, establece contacto eléctrico con el aparato. La herramienta de corte es una lámina de acero o bronce. Para hacer mínimo el daño mecánico se usó una velocidad de corte lenta. El corte del casquete esférico se realizaba en aproximadamente 15 minutos.

#### 2.1.2.2 - Pulido y atacado

Estas operaciones se realizan para preparar el cristal para la observación por rayos x. El cristal se pule en las superficies frontales electrolíticamente. Se suspende el cristal de un electrodo especial que tiene un hueco para alojar a las esferas de la muestra de modo que hace contacto eléctrico por su propio peso. La solución electrolítica se compone por 315 cc de Ácido Acético, 95 gr de Acetato de Amonio y 50 cc de  $H_2O$  que requiere un cátodo de grafito.

Para pulir sólo la superficie necesaria, es decir la frontal, se hace tocar solamente la punta de la muestra contra la superficie del electrolito y se la levanta para que se forme un menisco debido a la tensión superficial. Luego de algunos minutos de electrólisis, queda disuelta la capa distorsionada por corte lo que permite una observación fidedigna por medio de los rayos x.

El ataque se efectúa para observar cualitativamente la superficie; si el material no es monocristalino aparecen las líneas divisorias de los granos (bordes de granos) separando zonas con distintos brillos. Sin embargo, la eficiencia del sistema de crecimiento es tal que en todos los casos se obtuvieron monocristales. La solución de ataque es  $NO_3H$  diluido en agua en proporciones 1:3. Se realiza sumergiendo el cristal por algunos minutos (no es crítico el tiempo) en la solución de ataque, siendo necesario lavar luego con abundante agua. En general se observaban en los cristales bordes de grano de bajo ángulo característicos de los cristales crecidos con material de alta pureza (Bolling et al., 1960). Sin embargo no encontramos dificultades para semillar, contrariamente a lo expresado por estos autores para el caso de material muy puro.

#### 2.1.2.3 - Determinación de la orientación cristalina por medio de rayos x

La orientación de los cristales se obtiene por el método de Laue convencional, es decir por reflexión de rayos x.

Como soporte para el cristal se usa una cama moldeada en yeso con una impronta con forma de canaleta semicilíndrica hecha con una muestra descartable. La muestra apoya su parte cilíndrica en di-

cho canal evitándose de esta manera deformaciones mecánicas y sin embargo asegurando inmovilidad. El soporte tiene un pie y una guía que se adapta al equipo de rayos x.

Los diagramas fueron obtenidos con el tubo de cátodo de cobre con exposiciones de alrededor de 1 hora con el haz de rayos x dirigido en la dirección del eje de la muestra incidiendo en las caras frontales previamente pulidas. De esta forma los diagramas dan directamente la orientación del cristal en el triángulo principal sin necesidad de traslaciones angulares en la red de Wolf que introducen errores.

### 2.1.3. - Dimensiones de las muestras usadas en este trabajo

Los monocristales de plomo usados tenían en todos los casos sección efectiva cilíndrica de 5 mm de diámetro y 50,4 mm de longitud efectiva, esto es, medida entre los comienzos de las semiesferas. Estas últimas tienen 8.75 mm de diámetro.

## 2.2 - Equipo de deformación plástica a bajas temperaturas

### 2.2.1 - Máquinas de deformación.

Los experimentos de deformación plástica del presente trabajo fueron realizados en algunos casos a velocidad de deformación constante y en otros a tensión constante. Para ambos casos es necesario contar con máquinas distintas. Algunas veces se usan sistemas separados siendo necesario cambiar la muestra de una máquina a otra durante el mismo experimento con los riesgos que ello implica.

En nuestro caso se usaron dos máquinas que pueden combinarse de modo tal que sin cambiar la muestra de lugar, pueden hacerse experimentos en las dos condiciones enunciadas.

#### 2.2.1.1 - Máquina de tensión constante (Creep)

Esta máquina ya estaba construída y fue usada en otros experimentos anteriores. Una descripción de la misma puede verse en Pascual (1969); consta de un balancín de brazos iguales de uno de los cuales cuelga un platillo porta pesas y un amortiguador que va sumergido en aceite. El otro brazo está conectado con la muestra a quien transmite la tensión.

Fue necesario adaptar el soporte sobre el que bascula el balancín y construir un tornillo de paso fino (0,5 mm) para el transductor de desplazamientos. El tornillo de paso fino permite suprimir la deformación a medida que se va desplazando el balancín y mantener el transductor en el rango lineal.

#### 2.2.1.2 - Máquina de deformación a velocidad constante

Se construyó una máquina para deformar a velocidad constante en un amplio rango. La máquina es del tipo de tornillos gemelos y paralelos que giran al unísono arrastrando un cabezal. El cabezal es solidario con el portamuestras al cual comunica su movimiento.

La Fig. 2-4 describe la máquina de deformación: A: Constituye un marco de hierro que soporta el conjunto; B: son los tornillos de tracción; C: cojinetes de empuje axial (crapodinas); D: cabezal; E: bujes incorporados al cabezal; F: engranajes de tracción; G: unión rígida entre el cabezal y el portamuestras.

El marco de hierro es de gran sección lo que permite esfuerzos de más de 1000 kg sobre el conjunto. Las crapodinas pueden soportar individualmente 1250 kg de empuje estático que repartido entre los dos tornillos hacen un total de 2500 kg. Para que los tornillos de tracción puedan soportar un esfuerzo mayor se los construyó de un paso 1,25 mm en vez de 1 mm que hubiera sido mejor por razones de diseño. De esta forma pudo hacerse con la precisión requerida para la máquina y al mismo tiempo cumplir con los requisitos de rigidez impuestos.

En una primera versión los engranajes de tracción eran del tipo corona sin fin y un tornillo movía a ambos simultáneamente; a su vez el tornillo era movido por otro sistema de sin fin-corona que giraba por medio de un motor sincrónico (ver Fig. 2-5 (a)). En este caso, al no disponer de caja de velocidades, la misma era cambiada por variación de la frecuencia de alimentación del motor. Dado que el sincronismo no es perfecto con motores de inducción, la velocidad exacta no era determinada por la frecuencia de la corriente alterna de alimentación, sino por un sistema fotoeléctrico que consistía de un fotoresistor, un obturador solidario al motor, un haz de luz y un frecuencímetro que permitía conocer con exactitud la frecuencia de repetición e incluso el promedio de la velocidad suponiendo que hubiera fluctuaciones, con el procedimiento de contar pulsos durante un intervalo de tiempo mayor.

Este sistema de tracción permitía cambios de velocidad del orden de 10 veces para realizar ensayos incrementales.

El incorporar al sistema una caja de velocidades marca Instron (similar a la del modelo TM de mesa) le dió al equipo una flexibilidad mayor.

Esta caja es del tipo de dos velocidades conmutables eléctricamente por medio de embrages magnéticos con sus correspondientes inversiones de marcha también gobernada eléctricamente. Ambas velocidades son establecidas de antemano por medio de pares de engranajes y décadas reductoras. La reducción entre la caja y los tornillos de tracción fue calculada de tal manera que las velocidades del cabezal de la máquina aquí descripta correspondía exactamente a las velocidades del cabezal de la máquina Instron TM para las mismas combinaciones de engranajes y cajas reductoras, lo que permite usar las mismas tablas de velocidades que para la máquina Instron.

La transmisión entre la salida de la caja y los tornillos se realiza por medio de coronas dentadas y cadena de eslabones de bicicleta. Fue necesario realizar la reducción en dos pasos ya que directamente no fue posible por el tamaño prohibitivo que tomarían las coronas dentadas. La Fig. 2-5 (b) muestra la forma en que fue hecha la reducción prácticamente: el eje "loco" puede ajustarse en ambas direcciones lo que permite tensar ambas cadenas.

El comando de los embrages se realiza por medio de una llave selectora de 5 posiciones que alimenta con 24 volts las bobinas de los embrages cuando son requeridos. El circuito correspondiente se muestra en la Fig. 2-5 (c).

Para evitar interferencias, un condensador de  $1 \mu\text{F}$  es puesto en paralelo con la bobina, para evitar el efecto inductivo. Se podía haber usado un diodo en oposición con la tensión de alimentación que hubiera sido más eficaz. El equipo original Instron usa supresores especiales que, sin embargo, pueden obviarse fácilmente. Estas interferencias son particularmente molestas ya que producen movimientos espúreos de la pluma del registrador que se superponen a los transitorios del proceso de deformación que es necesario registrar. Con los condensadores pudimos eliminar estas interferencias totalmente.

## 2.2.2. Criostato para deformar a bajas temperaturas

### 2.2.2.1 - Descripción general

El criostato para deformación plástica fue construido a partir de un termo de acero inoxidable para helio y aire líquido comercial y un imán superconductor marca Magnion para provocar la transición superc.-normal. Este imán es capaz de llegar a campos de 60 KG (aunque en nuestro caso no es necesario más de 1000 G).

La Fig. 2-6 muestra un esquema de la disposición de los diversos elementos usados en su construcción. El cable usado para alimentar el imán es de 4 hebras en total de 0,7 mm de alambre de cobre esmaltado y recubierto de una capa de malla de fibra de vidrio. Dos hebras para introducir la corriente y dos para el retorno de la misma.

El termo para aire y helio líquido (A) es del tipo de camisa común, es decir la aislación por vacío está interconectada a ambos termos; esto hace imposible el uso de gas de intercambio para preenfriar el interior hasta la temperatura del aire líquido que está en el termo interior. Tiene una llave de vacío para la evacuación de la camisa de vacío y todo el conjunto termina en una tapa con anillo de goma y agujeros roscados para fijar la tapa (F).

El imán superconductor (B) está sostenido por tres tornillos a una placa de bronce (C) que a su vez está suspendida por tres tubos de acero inoxidable de 6,3 mm de diámetro exterior y 0,5 mm de pared (D) los cuales se atornillan a la tapa (F) por medio de tres tornillos que regulan la altura y alineación del imán (E).

La tapa es de bronce de 1 cm de espesor y 30 x 30 cm de lados; posee 4 ruedas (G) de altura regulable por medio de una palanca y un tornillo calante; las ruedas propiamente dichas son rulemanes que ruedan sobre rieles (A Fig. 2-7) con una canaleta del ancho del ruleman para evitar movimientos laterales de éstos.

Se usa un medidor de nivel (J) (Fig. 2-6) para detectar y medir la profundidad de la superficie del helio líquido; el método usado consiste en dos resistencias de carbón una encima de la otra y separadas por unos 3 mm montadas en un soporte de resina (Epibond 100-A) maquinado convenientemente; cuando el helio líquido baña la resistencia inferior pero no la otra, hay una variación de resistencia relativa que

se detecta con un puente de Wheastone. Para poder buscar el nivel, el sensor está montado sobre un tubo de acero inoxidable de 3/16" que puede entrar o salir del criostato mientras que un aro de goma y un cierre de bronce impiden la fuga de helio a la atmósfera. Un tubo de acero inoxidable (H) sirve de guía al medidor de nivel en el interior del criostato. El tubo portamuestra (K) será descrito en una sección separada.

La transferencia del helio al criostato se realiza por medio de un sifón. El criostato posee una entrada para el acoplamiento hermético del sifón al embudo de entrada. En el interior del mismo el sifón es guiado por un tubo con doble pared evacuada (L) para minimizar las pérdidas, que continúa con un tubo de acero inoxidable de 6 mm hasta el fondo del termo. La unión entre el tubo de acero inoxidable con la camisa evacuada no es hermética lo que permite que el helio pueda derramarse cuando ya se ha llenado parte del termo o el gas caliente generado por la evaporación no burbujee en el líquido que hay en el fondo durante una **retransferencia**.

El criostato posee un sistema de vacío que permite variar la presión de ebullición del  $\text{He}_4$  y por lo tanto la temperatura. El volumen a bombear (todo el baño de helio) está conectado al equipo de vacío por un tubo de bronce de gran sección (50 mm de diámetro) (N) para minimizar la caída de presión dinámica y obtener presiones más bajas y por lo tanto menores temperaturas. Con esta configuración y la bomba mecánica usada se consiguió bajar la temperatura por debajo de la transición superfluida del helio. La presión del baño de  $\text{He}_4$  se mide con un manómetro a través de un tubo a la manera de sonda (O) que penetra 20 cm dentro del termo.

La transferencia es controlada por medio de sensores compuestos por resistores de carbón que cuando son bañados por el helio líquido aumentan considerablemente su resistencia; uno está colocado muy cerca del fondo (Ñ) y detecta el instante en que comienza a acumularse helio líquido en el criostato el otro (P) está directamente unido a la masa térmica del imán y sus soportes, indicando cuando el conjunto se ha enfriado a la temperatura del helio.

Los espacios muertos están rellenos con poliestireno expandido (telgopor) para que el volumen sea mínimo y reducir el gasto de helio líquido. Las conexiones eléctricas del imán y de los sen-

sores se realizan a través de un sistema de pasantes (M) realizado en plástico fraguable térmicamente (Epibond 100-A) que a su vez posee un cierre de vacío convencional. Los alambres de las conexiones son de cobre esmaltado de 0,1 mm de diámetro salvo las correspondientes a la alimentación del imán que ya fueron descritas.

Para aprovechar el calor específico de los gases evaporados se hace recorrer a éstos un camino sinuoso forzándolos por medio de bandejas de cobre fino (Q) que obstruyen casi totalmente el retorno. Estas bandejas forman a su vez superficies isotérmicas con temperaturas intermedias entre el baño y el ambiente disminuyendo las pérdidas.

El criostato y la máquina de deformación van montados en la forma que indica la Fig. 2-7. Todo el sistema está montado en soportes de hierro ángulo (I) que a su vez están amurados a una pared. La alineación de la máquina (D) y el criostato (H) fue realizada antes de fijar el conjunto a la pared. El criostato puede deslizarse por un par de rieles A que apoyan sobre el soporte de hierro. El soporte de la máquina de deformación (D) también contiene el motor y la caja de velocidades (F), el sistema de transmisión ya descrito (E) y el soporte para la celda de tensión (G). El desacople entre la máquina y el tubo portamuestra se realiza por medio de un mango roscado de bronce (B) que a su vez alinea el portamuestra con la máquina. En la Fig. 2-7 también puede verse la ubicación del sifón de transferencia de helio (C). Con este sistema se consigue retirar todo el criostato de abajo de la máquina de deformación y retirar el portamuestra hacia arriba sin necesidad de desarmar el criostato con gran ahorro de tiempo en los montajes.

#### 2.2.2.2 - Tubo portamuestra

El portamuestra del equipo de deformación está situado en el centro del criostato. Está construido de acuerdo al esquema de la Fig. 2-8.

El tubo central (A) es de acero inoxidable de 25 mm de diámetro exterior y de 3 mm de pared. Tiene dos derivaciones (B) en la parte superior desproporcionadas en la figura para mayor claridad, de 12,5 de diámetro exterior; uno sirve para la salida de los cables

correspondientes a los calefactores y termómetros; el otro se conecta al sistema de vacío y permite bombear la cámara de la muestra.

En su parte inferior, el tubo está cerrado por una pieza de bronce (C) que sirve de anclaje al soporte inferior de la muestra y le transmite la fuerza. Esta pieza tiene una canaleta circular en la que descansa un collar (D) que está soldado al tubo central y que permite hacer cierre de vacío con soldadura blanda (metal de Wood). El tubo en su parte superior (E) está roscado, lo que permite acoplarlo al tubo similar de la máquina de deformación.

Un tubo de acero inoxidable (F) de 11 mm de diámetro exterior y 1,8 mm de pared, comunica la fuerza desde la muestra a una varilla (G) cuyo extremo superior está doblado en forma de gancho. Otra varilla con otro gancho invertido (H) se enlaza con la anterior y está conectada finalmente a la celda que mide la tensión aplicada (I) en el caso de deformar a velocidad de deformación constante.

Un cierre de vacío con anillo de goma regulable (J) evita la fuga de helio a la atmósfera. Sin la presión del cierre ajustado, el aro de goma tiene un diámetro interior ligeramente mayor que la varilla. Al apretar el cierre, el chanfle a  $45^\circ$  que tiene la pieza comprime hacia adentro el aro y permite un cierre con rozamiento regulable. Para que el rozamiento sea mínimo, la varilla deslizante (G) está hecha en  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  que es una aleación resistente e inoxidable que permite fabricar varillas de diámetro muy exacto y con una terminación superficial especular. Para esta operación se parte de una varilla de sección irregular y por medio de martilleo en una máquina especial con dados acanalados en forma de media caña se obtiene una varilla de diámetro constante y de superficie perfectamente lisa.

El error introducido por el rozamiento fue medido haciendo un ensayo en vacío (sin muestra) de 2 velocidades del cabezal diferentes del orden de las que se usaron durante los experimentos.

Estas velocidades traducidas a velocidades equivalentes de muestra eran  $6 \times 10^{-5} \text{ seg.}^{-1}$  y  $6 \times 10^{-6} \text{ seg.}^{-1}$  respectivamente. Se comprobó contrariamente a lo esperado que el rozamiento no dependía de la velocidad dentro del error experimental de estas mediciones. A la velocidad más baja en un recorrido de 7 mm de la varilla el rozamiento tenía un valor medio de 4 gr. con fluctuaciones en más y en menos de 1 gr. Al detener la máquina la fuerza de roce disminuía solamente 1,3 gr y

esto sucedía también cuando el recorrido era en la dirección contraria. Existe por lo tanto una histeresis en el rozamiento. A la velocidad más alta se recorrió mayor longitud de la varilla (10 cm aproximadamente). Pudo observarse la presencia de irregularidades en la varilla por la aparición de picos en el registro de la fuerza de roce. Dos de estos picos tenían entre 7 y 8 gramos de magnitud por encima del valor medio, que para esta velocidad y durante 7 cm de recorrido era de 1,2 a 2,5 gramos. Al invertir la marcha la curva de fuerza de roce era exactamente simétrica y se repetían los picos y valores absolutos de la corrida directa, lo que indica que se debe a irregularidades y no a algún fenómeno aleatorio.

Dado que los incrementos de tensión usados durante los experimentos son mucho mayores que las fluctuaciones aquí observadas y que los cambios de rozamiento en el intervalo de deformaciones incrementales empleadas son despreciables, concluimos que el rozamiento no afecta las mediciones.

Las conexiones eléctricas de los termómetros y calefactores situados sobre la muestra, están realizados con alambre de cobre esmaltado de 0,05 mm (50  $\mu$ ) y envainados en malla de fibra de vidrio. La razón de usar alambre fino para las conexiones es minimizar la evaporación de helio. El conjunto de cables va por el interior del tubo central de inoxidable hasta el dispositivo de conexiones de salida. Los pasantes eléctricos de este dispositivo son alambres de cobre de 1 mm, espaciados en el interior de una cápsula de bronce y rellenos con plástico termofraguable (Epibond 100-A). Para ese fin se dispusieron los alambres separados entre sí por una criba de nylon y luego la copa resultante llena con polvo de Epibond 100-A. Una vez asegurada la posición de los alambres se licuó el polvo y se curó a 120 °C en estufa para que fraguara.

Los alambres de 50  $\mu$ m se soldaron a los alambres de cobre del dispositivo de conexiones de salida en la parte interior de éste y se aseguró que no pudieran cortarse por manipuleo. Los extremos libres de los alambres de cobre grueso en el exterior del dispositivo conector se sueldan al haz de cables que provienen del equipo de medición y control. Estos pueden desoldarse a voluntad para sacar el tubo portamuestra del equipo. Un aro de goma dispuesto en la pieza de los pasantes hace el cierre correspondiente.-

#### 2.2.2.2.1 Soporte de las muestras

Las muestras de forma cilíndrica con esferas en ambos extremos requieren una fijación especial al equipo de deformación. Fue necesario desarrollar un sistema de soportes compacto que entrara holgadamente en el tubo de deformación. Para fijar los extremos al equipo de deformación se contaba inicialmente con un sistema de montaje rápido.

La agarradera superior iba solidaria al tubo central de inoxidable y permitía un montaje rápido de la muestra. La inferior formaba parte de la pieza que realizaba el cierre del tubo de deformación. Para colocar la muestra era necesario simplemente pasar la esfera por el orificio circular y calzarla deslizándola hacia el asiento. De esta forma es muy difícil dañar la muestra con una pre-deformación. Sin embargo este método adolecía de un defecto y es que la cabeza de la muestra no asentaba totalmente y por lo tanto al traccionar aparecía una componente de flexión indeseable sobre la muestra como es fácil de observar.

Para solucionar este importante problema fue necesario cambiar el diseño de las portaesferas para que las cabezas de la muestra asienten totalmente y la tensión se efectúe en forma uniforme. Se adoptó el sistema de soporte partido (splitgrip) que se describe en la Fig. 2-9.

Consiste en dos mitades construídas de acero inoxidable ahuecadas al tamaño de la cabeza del cristal. En un extremo del soporte un agujero, compartido por ambas mitades, deja pasar el cuerpo de la muestra (cilíndrico) dejando la esfera en el interior del dispositivo; un tubo exterior de bronce sostiene ambas mitades en perfecto ajuste. El otro extremo del soporte opuesto a la muestra, posee dos agujeros transversales uno en cada mitad por los que pasa un perno de acero inoxidable que conecta el soporte con el resto y transmite la fuerza.

El soporte superior está vinculado a una pieza intermedia (ver Fig. 2-9 (b)) que a su vez con otro perno a 90° del anterior se vincula al tubo central que transmite la fuerza. Este tipo de junta permite movimientos oscilatorios en todas las direcciones y posibilita la alineación del eje tensil cuando se deforma.

Para conectar térmicamente, con la muestra, los termómetros y calefactores, los soportes de la muestra tienen una acanaladura longitudinal con una profundidad tal que permite la conexión térmica entre dichos elementos y la cabeza esférica de la muestra (ver Fig. 2-9 c). Tanto el soporte superior como el inferior tienen esta acanaladura ya que por razones de uniformidad térmica la muestra tiene un termómetro y calefactor en ambas cabezas.

#### 2.2.2.2.2 Calefactores y termómetros

Los termómetros que están conectados en ambos extremos de las muestras, son resistores de carbón, de  $15\ \Omega$  a temperatura ambiente, del tipo 1/4 W. Se trata de resistencias comunes de carbón similares a las que se usan en el armado de equipos electrónicos. El carbón aglomerado aumenta su resistencia con la disminución de temperatura en forma exponencial. Por ejemplo los usados aquí tienen a  $300\ ^\circ\text{K}$   $15\ \Omega$ , a  $77^\circ\text{K}$   $18\ \Omega$  y a  $4,2^\circ\text{K}$   $130\ \Omega$  mientras que a  $2^\circ\text{K}$  su valor es de aproximadamente  $400\ \Omega$ .

La repetibilidad de los valores de resistencia de estos termómetros usados en el equipo es excelente comprobándose que el valor a temperatura de helio no variaba de un experimento a otro aún luego de repetidos ciclados a temperatura ambiente.

Una lámina de cobre rodea la resistencia y se prolonga en forma de lengüeta que es a su vez soldado con soldadura de Indio a los extremos de la muestra. Soldado con estaño a la misma lengüeta está dispuesto el calefactor que consiste en un alambre de cobre esmaltado de  $1\ \text{mm}$  de diámetro sobre el que va arrollado alambre de manganina con una resistencia total de  $50\ \Omega$ . De esta manera, se establece en ambos extremos de la muestra la temperatura necesaria para el experimento en forma independiente, entregando en cada caso la distinta potencia a cada calefactor para compensar las diferencias de conducción térmica hacia el baño refrigerante.

El circuito eléctrico de control de estos elementos será tratado más adelante.

En la Fig. 2-10 podemos observar un esquema del conjunto termómetro-calefactor. A es la resistencia de carbón; B el calefactor de manganina; C el soporte de cobre del conjunto y D los cables de control. La lengüeta se suelda a la muestra E a través de la ventana prac-

### 2.2.2.3 - Cálculos relacionados con el diseño del equipo de deformación para bajas temperaturas

Algunas partes del equipo, dada su criticidad, fue necesario dimensionarlas, teniendo en cuenta su tamaño físico y, por lo tanto, ajustar éste por medio de cálculos relacionados con la función que cumplen. En el caso de la máquina de deformación se trató de que fuera del tamaño más reducido posible, compatible con el esfuerzo mecánico que debía soportar. En el criostato se trató de minimizar la evaporación del helio y por lo tanto usar secciones mínimas en los elementos que comunican el baño de helio con la zona de temperatura ambiente.

#### 2.2.2.3.1 - Resistencia mecánica de los elementos de la máquina de deformación.

La máquina de deformación, por su diseño compacto y robusto, está solamente limitada en su capacidad por la resistencia mecánica de los bujes roscados de bronce y por las crapodinas que resisten cada una 1250 kg o sea que, suponiendo distribución uniforme de carga, se puede alcanzar 2500 kg de fuerza.

Sin embargo, con el diseño actual el límite está determinado por el tubo de deformación que soportará una tensión máxima antes de deformarse por pandeo. En efecto, calculando la fuerza máxima, se tiene, para un tubo, la siguiente expresión:

$$F = \frac{\pi^2}{4} \cdot E \cdot \frac{(R^4 - r^4)}{l^2}$$

donde E es el módulo de Young; R radio exterior; r radio interior; l longitud de tubo; F esfuerzo a partir del cual se produce el pandeo. En nuestro caso, tratándose de acero inoxidable, estimamos E en  $7 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2$ ; R = 12,7 mm; r = 9,5 mm; l = 1000 mm. Luego:

$$F = 870 \text{ kg}$$

que nos establece un límite superior de carga en 850 kg.

La varilla central, que transmite la tensión en nuestro caso, no resistiría esa fuerza, pero para el caso de trabajar en plomo no se necesita que resista más de 50 kg. Para otras aplicaciones habría que cambiarla por una más robusta.

#### 2.2.2.3.2 - Pérdida de helio debida a la conductividad térmica de los elementos del crióstato.

Este cálculo es muy importante en el diseño de un crióstato y debe ser tenido muy en cuenta para evitar pérdidas innecesarias de helio por evaporación.

Para el cálculo de la cantidad de calor que entra a través de algún elemento que une la tapa del crióstato (a temperatura ambiente) con el baño de helio líquido del fondo usamos la ecuación de transferencia del calor para una barra:

$$\dot{Q} = \frac{A}{L} \int_{T_1}^{T_2} \lambda dt$$

donde  $\dot{Q}$  es la potencia transmitida; A es la sección de la barra o tubo; L es su longitud,  $T_1$  y  $T_2$  son las temperaturas en ambos extremos,  $\lambda$  es la conductividad térmica, la integral está calculada para distintos materiales y se dispone de tablas. Entre 4,2 °K y 300 °K la integral vale 30,6 Watt/cm para el acero inoxidable, 1620 Watt/cm para el cobre y para el plomo entre 4° y 10°K 0.229 Watt/cm.

La fórmula para el cálculo de  $\dot{Q}$  vale para el caso en que hay un gradiente constante entre ambos extremos del elemento conductor, en el caso de un crióstato esto no ocurre ya que por efecto refrigerante de los vapores de helio la temperatura es baja hasta distancias muy próximas a la tapa. Esto hace que el cálculo exacto sea imposible pero por ser la condición real más favorable que la teórica, esto sirve para hacer una estimación de la cota superior de evaporación de helio.

La conversión de potencia a litros evaporados por unidad de tiempo se hace en base al calor latente de vaporización (y otra vez no se tiene en cuenta la cantidad de calor entregado para calentar el gas). La conversión es: 1 Watt evapora 1,37 litros de helio por hora.

Consideraremos primero las pérdidas debido al acero inoxidable. Los elementos de este material son: tubo portamuestra, tubo transmisor de fuerza a la celda; soportes del imán (3 tubos de 6,3 mm de diámetro y 0,5 mm de pared) más un tubo que comunica la salida del sifón de transferencia con el fondo del crióstato. En total tenemos:

tubo de deformación:  $2,25 \text{ cm}^2$ , tubo central:  $0,52 \text{ cm}^2$ ; los cuatro tubos de  $6,3 \text{ mm}$ ,  $0,36 \text{ cm}^2$ , lo que hace una suma de  $3,13 \text{ cm}^2$ . Si suponemos una longitud efectiva de 1 metro, el cálculo da aproximadamente 1 Watt.

Otros elementos importantes en la conducción del calor son los cables de alimentación del imán. Estos son de cobre forrado en vaina de fibra de vidrio (que supondremos aislante térmico perfecto). Cada conductor es de  $0,7 \text{ mm}$  de diámetro y se han empleado 4 en total. A los cables se les dio un recorrido helicoidal para aumentar su longitud. En la última parte del recorrido (cerca de la tapa) se apretaron las espiras para conseguir un mayor intercambio con los gases fríos evaporados del baño. La longitud total empleada es de 2 metros. La sección total de los 4 alambres es de  $0,031 \text{ cm}^2$ . Por lo tanto, la potencia transmitida debida a éstos es de  $0,25 \text{ Watts}$ . Los cables correspondientes a los termómetros y calefactores, así como de otros de control del imán y termómetros auxiliares son de  $0,1 \text{ mm}$  de diámetro y cada uno transporta  $6 \text{ mW}$ . Habiendo 15 cables de este tipo estimamos la pérdida de calor en  $0,1 \text{ Watt}$ .

Agrupando estas contribuciones individuales tenemos un total de  $1,35 \text{ W}$  que, convertidos a litros por hora, tenemos  $1,85$  litros de helio líquido por hora.

La experiencia indica que la pérdida resulta ser mucho menor que la calculada. Como conclusión, para diseñar un crióstato es necesario hacer los cálculos para estimar las pérdidas, de ningún modo este cálculo es real y sólo sirve para evitar errores groseros. Es muy importante aprovechar los gases evaporados: para ello conviene hacer recorrer a éstos un largo camino forzando su desplazamiento con bandejas de cobre fino que a su vez forman superficies isotérmicas evitando pérdidas por radiación.

#### 2.2.2.3.3 - Gradiente de temperatura en la muestra debido a conductividad térmica

Vamos a calcular una cota superior de la diferencia de temperatura entre ambos extremos del monocristal. Para lo cual es necesario considerar la resistencia térmica de la muestra en serie con la resistencia térmica del tubo central que transmite la fuerza. Consideramos otra vez gradiente constante y que no hay transferencia de calor intermedia. Estas hipótesis son falsas ya que el baño de helio rodea

completamente la zona de la muestra y el intercambio del calor es muy efectivo ya que hay helio gaseoso en el interior del tubo de deformación. De modo que es de esperar diferencias de temperatura mucho menores que la cota superior que calcularemos a continuación.

El área de la muestra es de  $19 \text{ mm}^2$  y su longitud 50 mm, la sección del tubo de  $0,52 \text{ cm}^2$  y su longitud 100 cm. Tomando los valores de las integrales de conductividad térmica entre  $4 \text{ }^\circ\text{K}$  y  $300 \text{ }^\circ\text{K}$  dados anteriormente para el acero inoxidable y para el plomo se tiene un flujo de calor de 0,15 Watt que produce una caída de temperatura en la resistencia térmica de la muestra de  $0,3^\circ\text{K}$ .

En consiguiente por ser los valores reales mucho menores que éste no debemos preocuparnos por este efecto. Experimentalmente también se comprobó esta afirmación ya que no fue posible observar diferencias en los termómetros salvo cuando quedaba muy poco helio en el crióstato.

#### 2.2.2.4 - Sistema de bombeo del crióstato

Para disminuir la temperatura por debajo de  $4,2 \text{ }^\circ\text{K}$  en un baño de helio es necesario contar con un sistema que permita reducir la presión del recinto donde el helio está en ebullición. Esta presión se debe mantener constante durante la medición para asegurar temperatura constante en la muestra.

Se intentaron diversos diseños pero el volumen disponible dentro del imán superconductor era muy reducido (25 mm de diámetro). En ese espacio la construcción de una cámara independiente y aislada térmicamente para mantener un baño refrigerante se hizo técnicamente difícil. Finalmente se optó por lo más sencillo o sea bombear el baño de helio a costa de ~~evaporar~~ un mayor volumen de líquido. Este procedimiento tiene el inconveniente de tener una temperatura límite que es el punto  $\lambda$  del helio donde se transforma en superfluido ( $2,14 \text{ }^\circ\text{K}$ ). Al bajar el helio a esa temperatura trepa por las paredes del crióstato evaporándose rápidamente. La Fig. 2-11 es un esquema del sistema de bombeo completo.

El sistema de bombeo cuenta con una bomba mecánica rotativa de mediana capacidad, ( $10 \text{ m}^3/\text{hora}$ ) (9) encargada de la circulación de gas helio desde el baño a la línea de recuperación (20). La acción de esta bomba a través de la línea de 50 mm (19) (diámetro grande pa-

ra disminuir la impedancia) reduce la presión del baño de  $\text{He}_4$ . La conexión de la línea al equipo es flexible (18) para permitir correr el crióstato sin desconectarlo de la línea de bombeo. Por medio de la válvula (1) de 50 mm se realiza el control grueso. La válvula (2) conectada en paralelo es de 6 mm y permite un control fino sobre el flujo. Se dispuso de una válvula (3) unidireccional para la recuperación automática. En caso de aumentar la presión del crióstato por encima de la existente en la línea de recuperación se abre y libera la presión de éste. La hemos representado como un diodo para mayor claridad. El sistema está conectado a la recuperación general del laboratorio por medio de la válvula (4) de 25 mm.

Las válvulas (6) (7) y (8) conectan la salida de la bomba a la recuperación (8) o a la atmósfera (6) o por medio de la (7)-(8) se igualan las presiones del secundario y primario para poder detener la bomba sin abrir a la atmósfera.

Para enunciar todas las posibilidades haremos una tabla:

| Válvula             | (6) | (7) | (8) |
|---------------------|-----|-----|-----|
| Bombeo baño         | NO  | NO  | SI  |
| Evacuación equipo   | SI  | SI  | NO  |
| Recuperación normal | NO  | SI  | SI  |

Para llenar el equipo de gas helio se lo introduce por la válvula (6) habiendo evacuado previamente el equipo.

Las paredes del crióstato (10) son evacuadas en forma independiente por medio de una bomba difusora (11) juntamente con una bomba mecánica (12). Para conseguir una buena aislación térmica se necesitaba una presión de aproximadamente  $10^{-5}$  mm de Hg. Sin embargo con vacíos peores se conseguían buenos resultados teniendo en cuenta que al entrar helio líquido al crióstato se establecía un vacío criogénico en las paredes del termo.

El tubo portamuestra (13) se conecta al sistema de bombeo a través de (14) o bien a la atmósfera o a helio gas a través de (15). La sonda (16) es un tubo de acero inoxidable de 6 mm que penetra 20 cm en el crióstato y permite medir la presión estática del helio líquido. Está conectada a un par de manómetros de aguja (17): Uno de 0 a 800 mm de rango y otro de 0-20 mm graduado cada 0,1 mm de Hg. Ambos manómetros son comerciales marca Wallace and Tierman.

2.3. - Electrónica asociada a los sistemas de medición y control.

2.3.1 - Control del campo magnético

Como ya hemos dicho el campo magnético necesario para efectuar la transición superconductor-normal, se aplica por medio de un imán superconductor.

El imán es del tipo que permite automantener el campo trabajando en circuito cerrado superconductor. Para ello tiene una pequeña zona de material superconductor (puente entre A y F) que puede ser calentada y que permite que la corriente circule por el arrollamiento, de lo contrario el bobinado está cerrado sobre sí mismo e independiente del circuito exterior (ver Fig. 2\_12 a).

La Fig. 2-12 (b) muestra el circuito asociado con el imán por medio del cual es controlado. La función del milivoltímetro entre A y F es la de registrar el voltaje inductivo que se genera en la bobina del imán debido a los cambios de corriente. Para que el alambre superconductor del imán no se vuelva normal, la velocidad de crecimiento de la corriente no tiene que sobrepasar un cierto valor crítico y por lo tanto el voltaje. El fabricante aconseja en general un valor máximo que en nuestro caso era de 4 amp/min. (0,23 volts entre A y F).

La corriente para el calefactor CD es controlada por un reóstato y pilas secas. El fabricante recomienda entre 110 y 125mA de corriente para mantener en estado normal el puente entre A y F y poder inyectar corriente al solenoide.

La fuente de corriente para el imán propiamente dicho está compuesta por tres transistores ( $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$ ) en conexión Darlington. La corriente de base del primer transistor puede controlarse de diversas formas. Por un lado se puede variar en forma manual con un reóstato (R) o bien este reóstato movido por un motor que asegura el  $di/dt$  constante. Por otro lado la corriente puede variarse automáticamente cargando un capacitor (C) con distintas constantes de tiempo; este capacitor, conectado a la base del primer transistor, hace variar la tensión de base en forma creciente y por consiguiente la corriente de base. El capacitor puede descargarse a través de otra resistencia que se conecta en paralelo lo que permite hacer la bajada en forma controlada. Este último sistema tiene el inconveniente que no es lineal y, por ejemplo, al principio el transistor es insensible a la variación de tensión. Un me-

joramiento que se propone, aunque no fue ensayado, es usar la tensión inductiva que aparece en los terminales del imán para realimentar un circuito electrónico que mantenga esta tensión constante. Con este método se conseguiría linealidad y automatismo.

### 2.3.2 - Control de la temperatura

La temperatura es medida por medio de termómetros de carbón y puede variarse, además de bombear el baño de helio, por calefacción. Ambos métodos (de enfriar y calentar) permiten, combinándolos, obtener cualquier temperatura en el rango de 2°K a 12°K.

#### 2.3.2.1 - Circuito termométrico

Para detectar cambios de resistencia de los termómetros éstos están conectados en configuración tipo puente de Wheastone y contrastados contra una caja de resistencia patrón por décadas; la alimentación del puente se realiza por medio de pilas secas. La corriente usada es muy pequeña para evitar el calentamiento de los termómetros y por lo tanto obtener lecturas erróneas. La detección de desbalance del puente se hace por medio de un microvoltímetro electrónico comercial.

El circuito eléctrico permite la comparación de ambos termómetros para ver variaciones diferenciales de temperatura. La Fig. 2-13 (a) muestra el circuito asociado a los termómetros.

La llave inversora  $I_1$  permite cambiar la polaridad de la tensión aplicada al circuito para eliminar por diferencia, potenciales espúreos.  $R_1$  permite variar la corriente de alimentación del puente de modo de aumentar su sensibilidad cuando las resistencias de los termómetros son bajas (cerca de temperatura ambiente).

La llave  $LL_2$  permite cambiar de una configuración individual a una diferencial. Con  $LL_2$  a la derecha (ver Fig. 2-13 (a) ) el puente queda formado  $R_2 - R_3 - T_1 - T_2$ . De esta forma con  $LL_1$  y  $R_4$  se compensa la ramadeficitaria del puente hasta lograr un balance. Al calentar la muestra puede hacerse en forma uniforme con sólo mantener el balance nulo cambiando la potencia de un calefactor respecto del otro. Con  $LL_2$  a la izquierda se obtienen lecturas individuales de tem-

peratura.  $LL_3$  selecciona el termómetro a comparar. De tal manera que la configuración puede quedar:  $R_2 - R_3 - R - T_1$  ó  $R_2 - R_3 - R - T_2$ .

$R_2$  y  $R_3$  son resistencias de manganina.  $R$  es una caja de resistencias por décadas. Los trazos gruesos son los cables de conexión de los termómetros que salían del crióstato.

Los termómetros están conectados por medio de tres cables. Esta técnica permite eliminar por diferencia la resistencia de los cables. Puede observarse que siempre hay una conexión con cables en ramas opuestas del puente. Sólo hay que tener la precaución de que los cables sean del mismo material, longitud y diámetro.

La temperatura fue calculada a partir de la siguiente ecuación:

$$\ln T (^{\circ}K) = 5,45 - 2,59 \ln \left[ \ln \left[ R(\Omega) - 15 \right] \right]$$

previamente se calcularon las constantes en base a una calibración con diferentes temperaturas del baño de helio, bombeado a distintas presiones. Por medio de una tabla de presión de vapor de helio en función de la temperatura pudo determinarse esta última.

#### 2.3.2.2 - Circuito de calefacción

Los calefactores soldados a las cabezas de las muestras tienen una resistencia de  $50 \Omega$  y están hechos de alambre de manganina esmaltada. Para disponer de calefacción independiente y al mismo tiempo variaciones diferenciales se usó un circuito como el de la Fig. 2-13 (b).

Con la resistencia  $R_1$  se establece una cierta tensión sobre los calefactores, la cual puede ser balanceada con  $R_3$  para conseguir que la potencia cedida a  $C_1$  y  $C_2$  (calefactores) sea la apropiada para obtener temperaturas iguales en ambos extremos de la muestra, y por lo tanto gradiente nulo. La llave  $LL_1$  permite incrementar la temperatura en cantidades prefijadas y resulta muy útil para medir energías de activación en función de la temperatura.

La Llave  $LL_2$  permite conectar un voltímetro a los calefactores para tener una indicación de la potencia individual que reciben  $C_1$  y  $C_2$ . Los calefactores son alimentados por medio de tres cables que descienden al interior del crióstato.

### 2.3.3 - Medición de la deformación

En experimentos a tensión constante es necesario medir la deformación de la muestra en función del tiempo provocada por la carga aplicada a la misma. Los desplazamientos son muy pequeños y para medirlos con suficiente precisión es necesario detectar variaciones de longitud del orden de la décima de micrón ( $10^{-5}$  cm). Para ello es necesario contar con transductores especiales y un sistema electrónico libre de ruidos.

#### 2.3.3.1 - Transductores de desplazamiento

El método comúnmente usado para medir desplazamientos consiste en un núcleo magnético vinculado mecánicamente con la muestra que se desliza entre dos bobinas. Cuando está equidistante de ellas, la inductancia es la misma en ambas bobinas. Al desplazarse hacia una de las dos se produce un desbalance de las inductancias. Por medio de un puente de corriente alternada se obtiene una señal que para pequeños apartamientos del equilibrio es proporcional al desplazamiento. El núcleo magnético está montado en el extremo de un tornillo de paso fino (0,5 mm) que permite el ajuste mecánico del cero para poder trabajar siempre en la zona lineal del transductor. El par de bobinas está solidario con la parte fija de la máquina de deformación. Se ensayaron dos métodos de detección; describiremos el que finalmente usamos y dejaremos para un apéndice el opcional.

#### 2.3.3.2 - Detección con amplificador-detector sensible a fase (Lock in amplifier)

La Fig. 2-14 muestra el circuito asociado con el transductor. El puente es alimentado por la señal de referencia provista por el detector sensible a fase J5 P.A.R. (Princeton Applied Research). El amplificador detecta la respuesta del puente y está sintonizado a la frecuencia de la referencia. La señal detectada y amplificada es enviada a un registrador x-t que registra la curva de deformación en función del tiempo. La resistencia variable  $R_0$  permite un ajuste de cero adicional. El uso de un lock-in amplifier permite disponer de excelentes relaciones señal-ruido y trabajar con gran sensibilidad. En el circuito original se interconectaba el puente de alterna para medir desplazamientos y el de los termómetros de modo que pudiera me-

dirse la resistencia de éstos con corriente alterna. Pero al obtenerse buenos resultados con corriente continua no fue necesaria esta complicación. La calibración del transductor se efectúa por medio de la misma máquina de deformación a velocidad constante que imprime al núcleo del transductor una velocidad conocida y de la pendiente en el gráfico  $x-t$  se puede deducir la relación entre longitud de papel en el registrador y desplazamiento de la muestra. Este método es mucho más sencillo y directo que el convencional de comparar el transductor con un micrómetro.

#### 2.3.4 - Mediciones en experimentos a velocidad de deformación constante

En este tipo de experimentos se registra la fuerza necesaria para deformar la muestra a una velocidad de deformación impuesta por la máquina.

El registrador debe ser del tipo  $x-t$  donde al eje  $x$  se envía una señal proporcional a la fuerza aplicada. El papel se mueve a velocidad constante y por lo tanto su desplazamiento es proporcional a la deformación.

##### 2.3.4.1 - Medición de la fuerza

El registro de la fuerza se realiza con el equipo electrónico de la máquina Instron T.T.M. ya que se usaron las celdas transductoras de fuerza de la misma máquina. Una descripción del sistema de detección y registro puede verse en los manuales de la máquina provistos por la fábrica.

En general para los experimentos del presente trabajo se usó la celda de 50 kg que permite con la máxima sensibilidad del equipo tener 200 gr a fondo de escala del registrador (sensibilidad en high) aunque generalmente se usó a 1 kg fondo de escala (sensibilidad en normal) donde el nivel de ruido no perjudicaba las mediciones.

#### 2.3.4.2 - Mando simultáneo de la caja reductora de la Instron y el registrador

Comercialmente se vende un accesorio para el mando simultáneo de caja reductora (con embrages magnéticos) y registrador (cambio de velocidad del papel también con embrages magnéticos). Como no disponíamos del mismo y los voltajes de trabajo de los embrages de la caja y del registrador eran compatibles, simplemente los operamos en paralelo. El procedimiento consiste en conectar los terminales correspondientes de los embrages de la caja de velocidades que están dispuestos en una tira de terminales y ordenadas de acuerdo al manual de la máquina Instron con los correspondientes del registrador a los que se tiene acceso por el interior del mismo.

De esta manera, por ejemplo, puede hacerse que el papel del registrador se mueva a una velocidad proporcional con la de la muestra, manteniendo la relación longitud de papel-deformación constante al hacer cambiar la velocidad de deformación.

#### 2.3.5 - Medición del nivel de helio en el crióstato

Para medir la posición de la superficie del helio líquido dentro del equipo y por lo tanto la cantidad, se usa un sensor desplazable (ver sección 2.2.2.1) con dos resistencias de carbón. Estas resistencias forman parte de un puente de Wheastone alimentados con pilas usando como instrumento de cero un microamperímetro con cero al centro.

Con las resistencias fuera del helio se balancea el puente. Cuando el sensor es descendido hasta tocar la superficie del líquido, el puente se sale de balance ya que una resistencia se ha enfriado más que la otra. Al atravesar la interfase y sumergirse ambas en el líquido se reestablece el balance. Esto produce una indicación visual de la posición de la superficie.

## A P E N D I C E S

### A - 1 - Montaje de las muestras

El montaje de las muestras en la máquina de deformación es una operación delicada, teniendo en cuenta lo fácilmente deformable que resulta el plomo cristalino. Además, cualquier deformación previa es perjudicial para nuestros experimentos.

La operación más delicada es, sin duda, la de soldar los termómetros y calefactores a las cabezas de las muestras. Para lo cual se sitúa la muestra ya convenientemente cortada sobre la cama de yeso usada para la orientación por rayos x. Se raspa cuidadosamente con una hoja de afeitar el lugar elegido para ubicar el termómetro-calefactor. Este lugar es un punto del ecuador de la esfera (cabeza) teniendo como eje el correspondiente a la muestra. En el lugar indicado se aplica una solución ácida de  $\text{Cl}$   $\text{Zn}$  diluida (decapante) y se recubre el punto con metal de bajo punto de fusión (Indio  $150^{\circ}\text{C}$ ) hasta formar una pequeña saliente. Entre una y otra cabeza se procura que las soldaduras no estén enfrentadas para que los termómetros tengan lugar. Un ángulo de aproximadamente  $90^{\circ}$  resulta ser adecuado.

El montaje de la muestra dentro del tubo de deformación se realiza con éste en posición vertical, solidario por medio de soportes a una columna con pie. El soporte superior de la muestra es bajado todo lo posible hasta que sobresalga del tubo y sea cómodo su desarmado y operación.

Una vez soldada la muestra es montada en ambos soportes cuidando que la ranura que éstos poseen coincidan con el punto de soldadura practicado en la muestra.

Ambos termómetros y calefactores son presentados en el lugar de soldadura con un par de pinzas cocodrilo soldadas a un alambre con estaño de modo que una vez ubicadas y soldadas a la muestra, los termómetros pueden desprenderse cómodamente de las pinzas cocodrilo a las que están sujetos.

Luego de esta operación, la muestra y el conjunto de termómetros y calefactores son recubiertos con una lámina curvada de papel vegetal para evitar cualquier contacto con las paredes del tubo.

La operación de introducir el conjunto dentro del tubo es delicada. Un contrapeso y un hilo de nylon tiran hacia arriba de la varilla central del tubo de deformación. Al mismo tiempo, con sumo cuidado, se va izando el conjunto hasta que quede en posición. De esta forma se evita deformar la muestra.

Una vez en esta posición se calienta con aire al mismo tiempo que se limpia la superficie del cierre con decapante. La soldadura se hace con metal de Wood que funde a aproximadamente 85 °C. Una vez asegurado el cierre se coloca una traba a la varilla central para evitar que su peso deforme la muestra. Sin embargo, esta traba no impide que se tensione sobre la muestra cuando deformamos; es decir, no es necesario retirarla.

Se verifica también que la soldadura sea hermética para lo cual se lo sumerge en un vaso con agua y con presión se observa la aparición de burbujas.

Sin apartarse de la verticalidad (una desviación provocaría la aparición de fuerzas transversales dentro del tubo debido al peso de la varilla y la muestra se doblaría), se traslada el tubo de deformación al equipo y se lo introduce en el crióstato por el agujero central. Se conectan los cables correspondientes a termómetros y calefactores, así como la conexión de vacío al equipo. Luego se acopla el tubo de deformación a la máquina y también la varilla central a la celda en caso de un experimento a velocidad constante o a la máquina de creep cuando es a tensión constante.

#### A - 2 - Uso del sistema de detección Instron para medir deformación

Se ha ensayado un método de detección de desplazamientos usando el mismo equipo que se usa para medir la tensión con la máquina Instron, para lo cual se reemplazó el puente resistivo de la celda de tensión por el puente resistivo-inductivo del medidor de desplazamientos registrándose el desplazamiento de la misma manera que la tensión. Este sistema demostró ser confiable y tener suficiente sensibilidad para la mayoría de los ensayos a tensión constante. Tiene la ventaja de que para hacer ensayos duales a tensión constante y velocidad constantes no es necesario cambiar el equipo de detección. En nuestro caso una llave selectora permitía pasar de un sistema a otro. La frecuencia

de trabajo es, incluso, prácticamente la misma. La celda Instron trabaja con 400 Hz y la frecuencia recomendada por el fabricante es de 1 KHz para los transductores que nosotros usamos.

Es útil en el caso de no disponer de registrador x-t para registrar la deformación.

### A-3 - Indicador automático de deformación.

Para simplificar las mediciones de deformación, se da desarrollado un mecanismo que emite una señal cada vez que el espécimen ha incrementado su deformación en 0,1 mm. Esta señal activa el marcador de eventos del registrador y un contador electromecánico. Así la deformación va siendo registrada directamente sobre el papel del registrador y cada marca puede ser numerada de acuerdo con la indicación del contador durante el experimento para tener así la deformación total en cada instante.

Este sistema tiene las siguientes ventajas:

- 1 - Permite conocer la deformación total durante el mismo experimento.
- 2 - Se tiene en cada instante una indicación diferencial de la deformación y puede deducirse la velocidad instantánea de deformación por el tiempo transcurrido entre marcas.
- 3 - En caso de no tener velocidades calibradas en el equipo, el aparato puede usarse para determinar esas velocidades.
- 4 - Puede usarse, en general, en cualquier dispositivo donde sea necesario un micrómetro digital automático.

El aparato puede verse esquemáticamente en la Fig. 2-15 (a). Consta de un motor de corriente continua (A) acoplado a un tornillo sin fin (B) y su corona (C). Un juego de engranajes (E), (F), reduce la velocidad y hace girar un tornillo de 0,5 mm de paso (G) que mueve una barra (H). La relación del juego de engranajes es 1:5 de modo tal que por cada vuelta de (C) la barra se desplaza 0,1 mm. De esta forma es cuantificado el movimiento de la barra y por medio de una leva (I) fija a la corona (C) se cierra un contacto (Sd) por cada vuelta de ésta, o sea cada vez que la barra se desplaza 0,1 mm.

Un circuito electrónico alimenta el motor de modo tal que el movimiento de la barra (H) sea el mismo que el de la muestra. Para ello se fija rígidamente a la varilla central del equipo de deformación (M) un brazo (J); sobre este brazo se dispone un electrodo (K) que se corresponde con uno similar situado sobre la barra (H). Cuando el sistema funciona, el electrodo (K) tiende a alejarse de la barra (H) por efecto de la deformación de la muestra pero el circuito alimenta el motor, que mueve la barra, evitando que esto ocurra, de modo tal que sigue exactamente el movimiento de la muestra. Al estar el desplazamiento de la barra cuantificado en vueltas de la corona (C) también lo está la deformación de la muestra.

La Fig. 2-15 (b) es un esquema del circuito electrónico. Este puede dividirse en dos partes: una que alimenta el motor y la otra que activa al marcador de eventos y al contador.

Cuando  $S_2$  (o sea la barra (H) y el electrodo (K) de la figura 2-15 b) está abierto, los transistores  $T_1$  y  $T_2$  conducen y el motor (A) mueve la barra hacia el tornillo hasta que el contacto se cierra y el motor se para. Este proceso continúa hasta que se alcanza el estado estacionario: el movimiento del motor es proporcional al movimiento de la muestra. En este caso la lámpara piloto parpadea indicando que el sistema funciona correctamente.

Con la llave  $S_I$  se selecciona la alimentación del motor: en la posición "automático", el motor es alimentado de la forma ya descrita. La otra posición "retroceso" invierte la polaridad del motor y por lo tanto cambia el sentido de giro del sistema y se usa para colocar la barra (H) tocando el electrodo (K) antes de la operación automática.

Cada vuelta de la corona (C) (al incrementar la muestra su deformación en 0,1 mm) se cierra el contacto  $S_d$  entonces los transistores  $T_3$  y  $T_4$  conducen y alimentan los arrollamientos del marcador de eventos y del contador.

Mediante un adecuado cambio de los engranajes E y F y/o con el agregado de levas adicionales en la corona (C), puede variarse el intervalo de deformación de 0,1 mm a lo que los requerimientos experimentales aconsejan, con sus evidentes ventajas.

#### A.4 - Método para mantener tensión constante en forma dinámica

Se utilizó con éxito un sistema para mantener tensión constante en la máquina de velocidad constante. Un servomotor de corriente continua movía la máquina de deformación para mantener la tensión constante en el registrador Instron. Para lo cual se instaló un potenciómetro de retrasmisión de alambre, de  $\pm 0,25\%$  de linealidad, acoplado al eje del servo motor del registrador. La posición del potenciómetro era entonces proporcional a la posición de la pluma del registrador. De tal manera que un apartamiento de la posición previamente establecida alimentaba un amplificador que movía el motor de la máquina de deformación. La tensión permanecía constante gracias a la deformación que iba provocando la realimentación. Un sistema de este tipo tiene la ventaja que no es necesario realizar ningún cambio mecánico para cambiar de sistema de deformación (es decir, no es necesario usar una máquina de tensión constante). Se usó un motor de alta velocidad (de los usados en licuadoras domésticas) para tener velocidad de respuesta. De cualquier manera los transitorios de tensión quedan registrados si éstos aparecen.

La deformación resultante en función del tiempo era detectada y registrada en la forma ya indicada. Para realizar un aumento de tensión se realizaba un corrimiento de cero en el registrador de Instron y el sistema reaccionaba para compensar ese corrimiento. La variación de tensión puede medirse directamente del salto provocado en el registrador con el corrimiento de cero impuesto. Una posibilidad adicional es la de proporcionar un método exacto para medir la velocidad de deformación a tensión constante. Ya que es mucho más fácil medir la velocidad de un motor (tacómetro) que derivar una tensión que varía muy lentamente en el tiempo (como es el caso de una curva de tensión constante).

El único inconveniente que se nos presentó fue la velocidad de respuesta del sistema, ya que teníamos un acoplamiento por medio de una banda de goma que no soportaba grandes aceleraciones. Se modificó esto haciendo un acoplamiento directo entre el motor y la caja, pero aún no fue probado en operación.

Con este sistema se midieron energías de activación coincidiendo los resultados con los obtenidos por el método convencional.

#### A.5 - Derivada electrónica de la curva de creep,-

La utilidad de la derivada de una curva de creep reside en el hecho de que es importante conocer la velocidad de deformación a tensión constante.

Se utilizó un derivador operacional cuyo circuito se encuentra en la Fig. 2-16.

Como amplificador operacional se utilizó un amplificador de corriente continua marca Keithley juntamente con un C.I.-741 como inversor. Como registrador se usó un Hewlet Packard mod. 35.

Este sistema tiene la desventaja que el derivador magnifica las pequeñas variaciones de la señal de la deformación, lo que obliga a usar un excesivo filtrado y por lo tanto se pierde en velocidad de respuesta. Puede usarse cuando se tienen variaciones continuas de deformación, pero no es útil para el análisis de transitorios ante cambios de carga.

También se intentó usar un circuito inversor analógico en conjunción con el derivador para registrar directamente  $\dot{\epsilon}^{-1}$ , sin embargo no obtuvimos buenos resultados por exceso de ruido.

El procesamiento electrónico de la señal de deformación puede ser una gran ayuda en la interpretación de los resultados, pero es necesario usar circuitos electrónicos más elaborados que los descritos aquí.

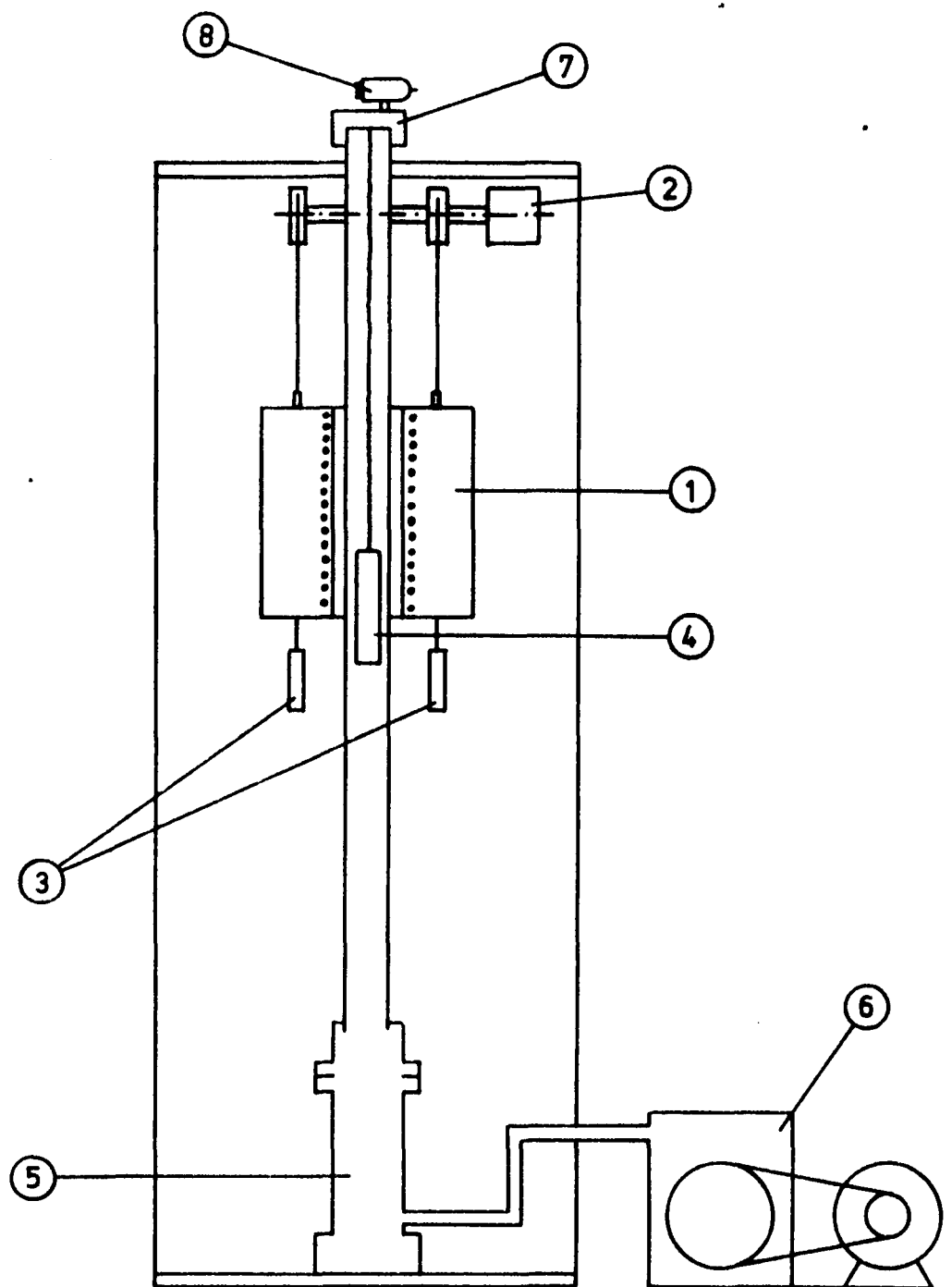


FIGURA 2 - 1

SISTEMA PARA CRECER MONOCRISTALES

REGULACION DE TEMPERATURA DEL HORNO DE  
MONOCRISTALES

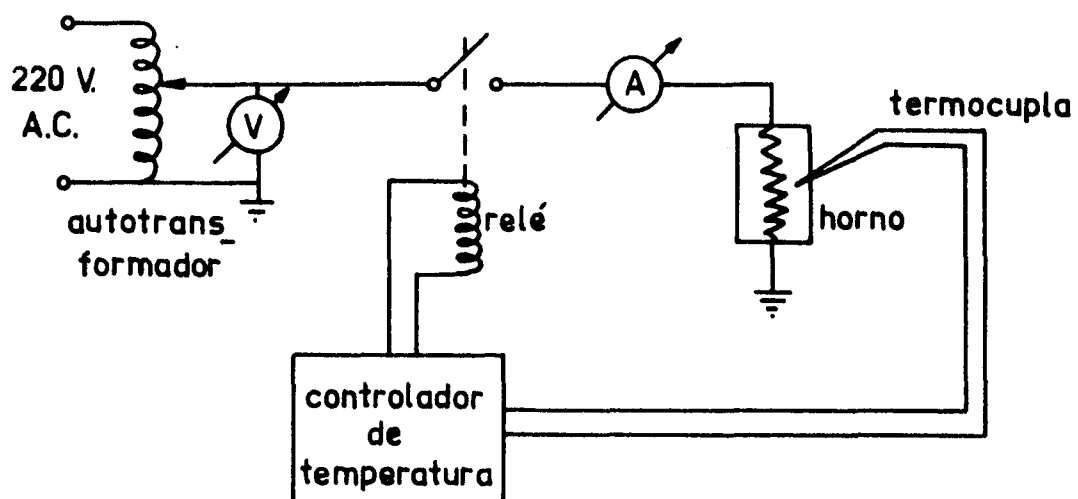


FIGURA 2 - 2

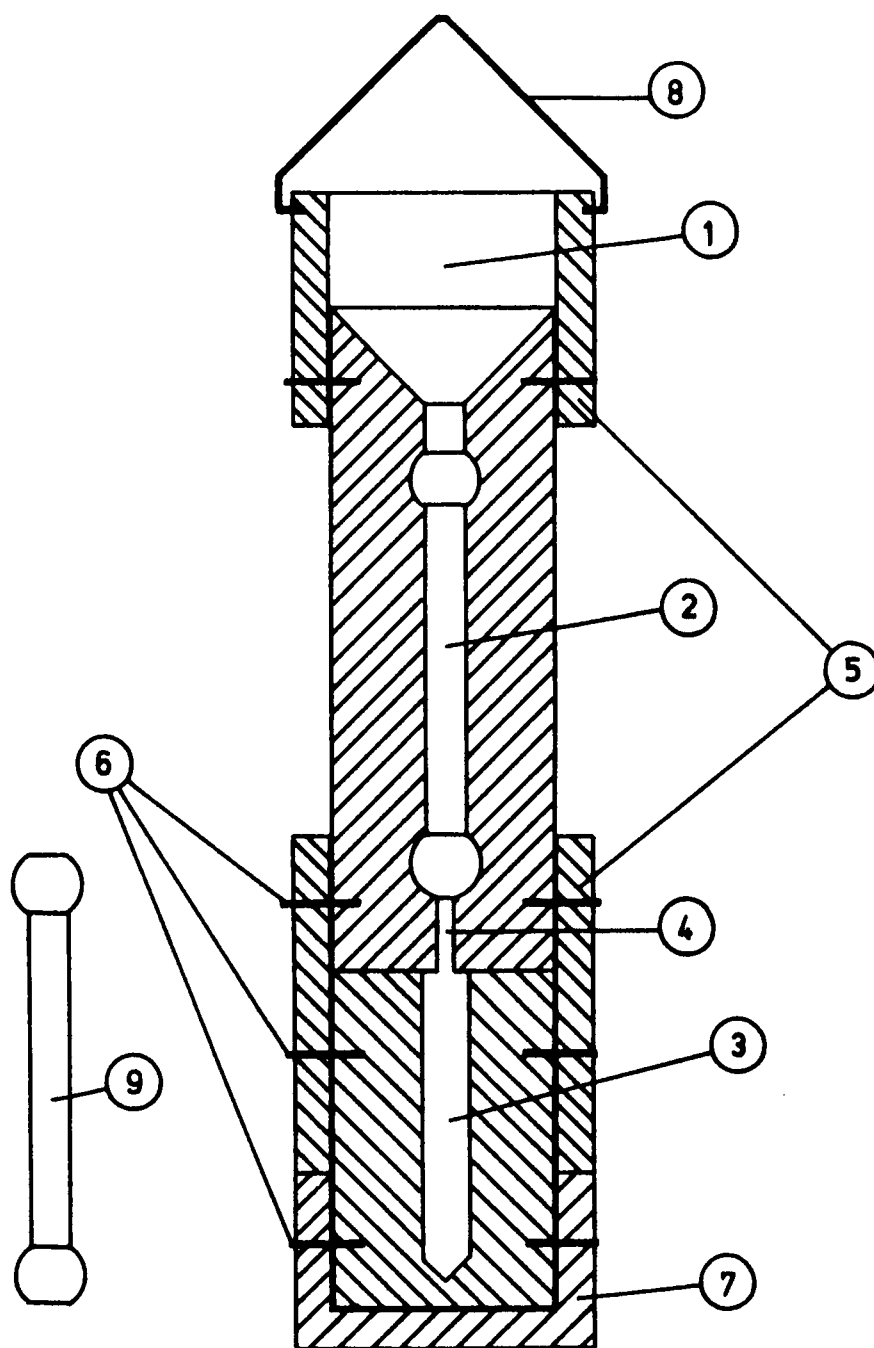


FIGURA 2 - 3  
MOLDE DE LOS MONOCRISTALES

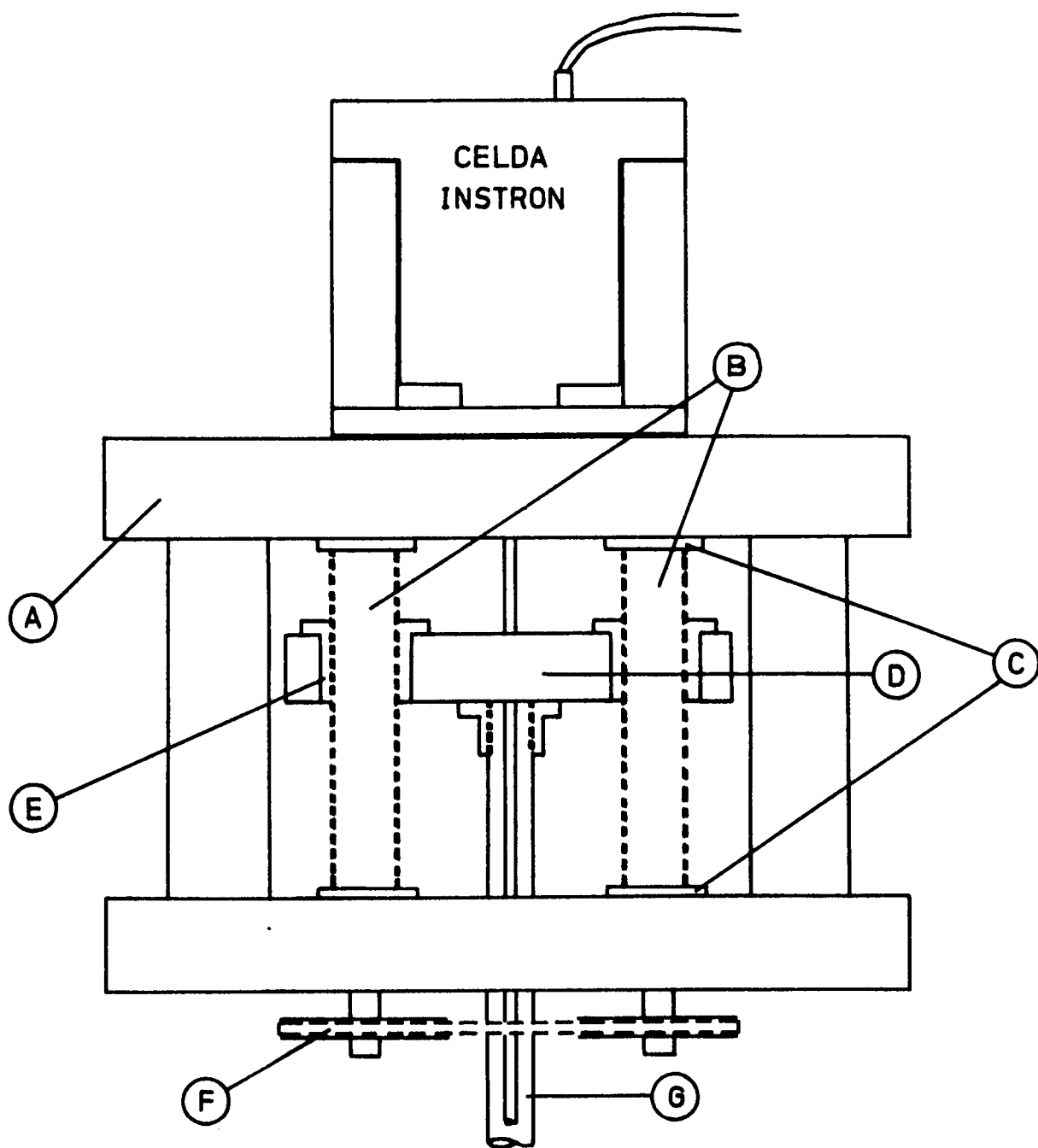


FIGURA 2 - 4  
MAQUINA DE DEFORMACION

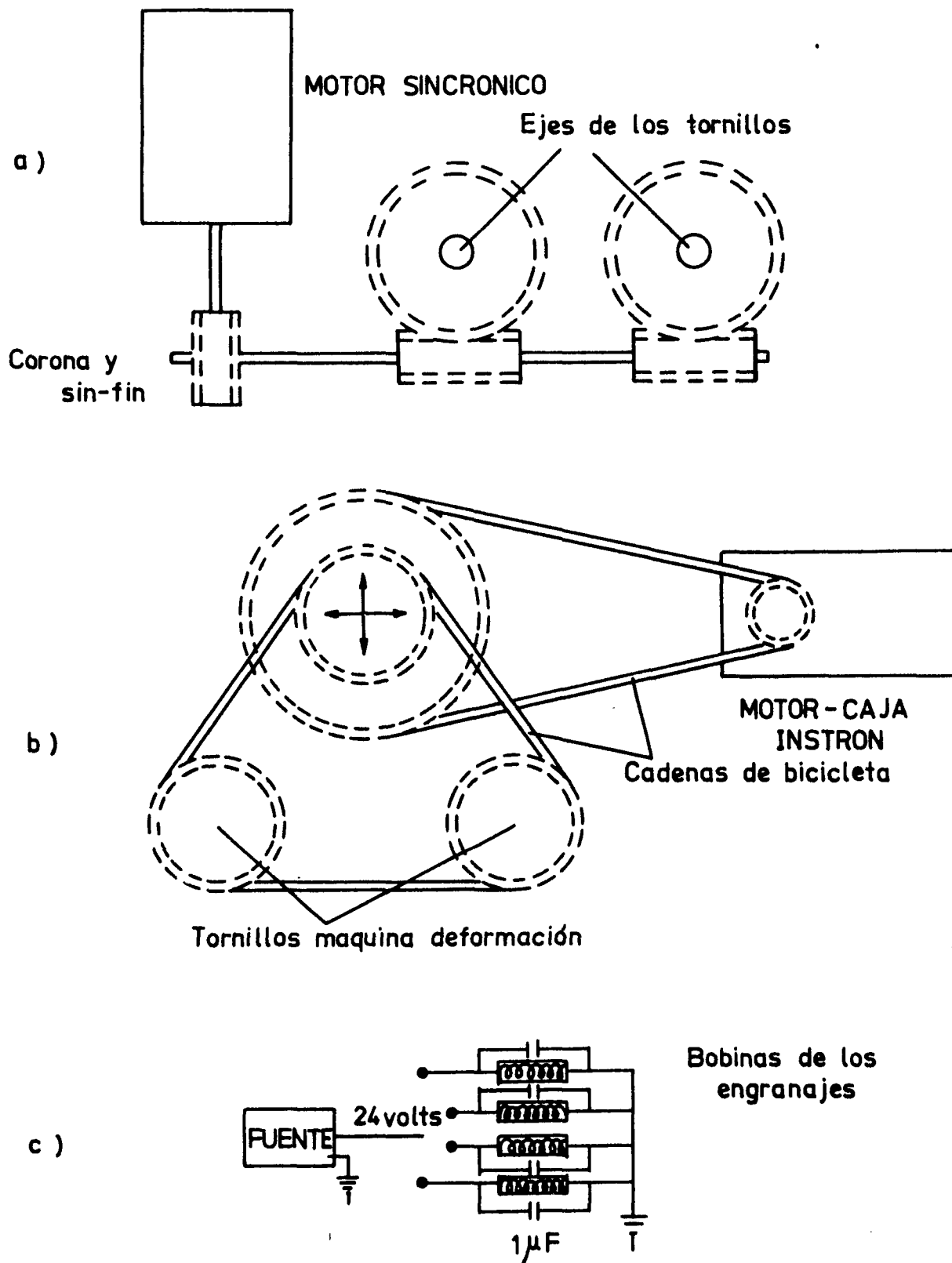


FIGURA 2-5

ACCESORIOS MAQUINA DE DEFORMACION

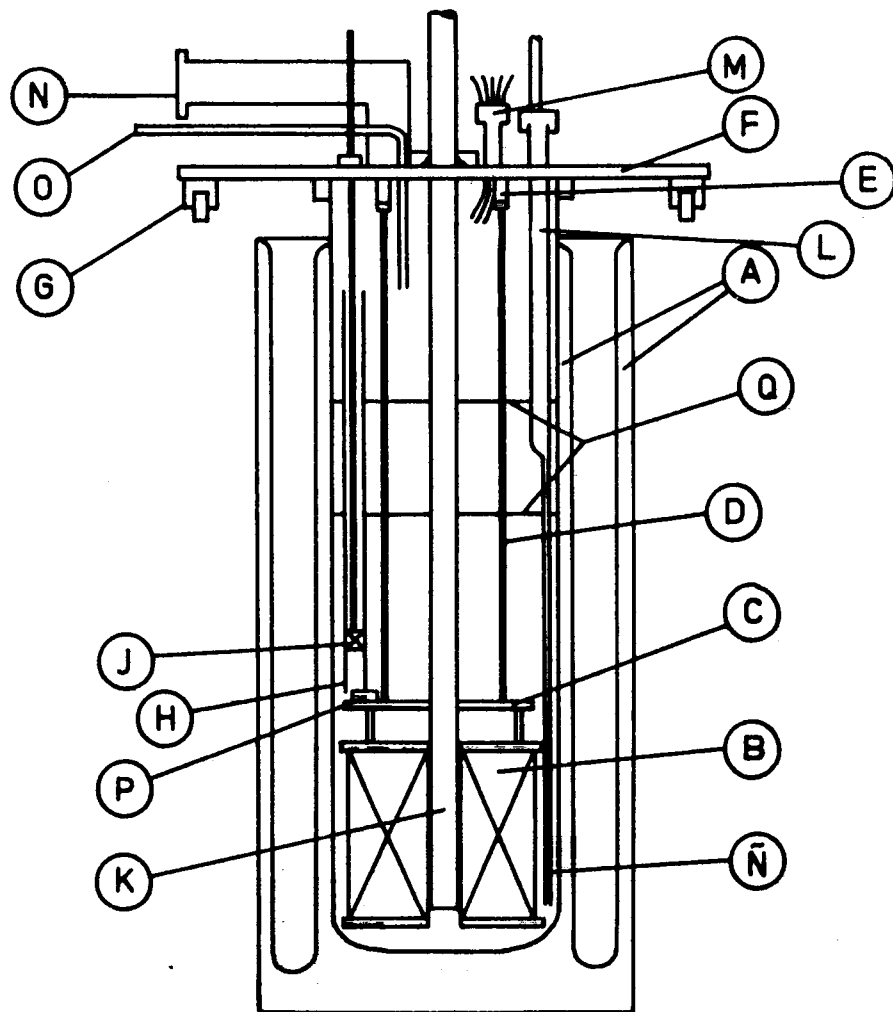


FIGURA 2-6  
ESQUEMA DE CRIOSTATO

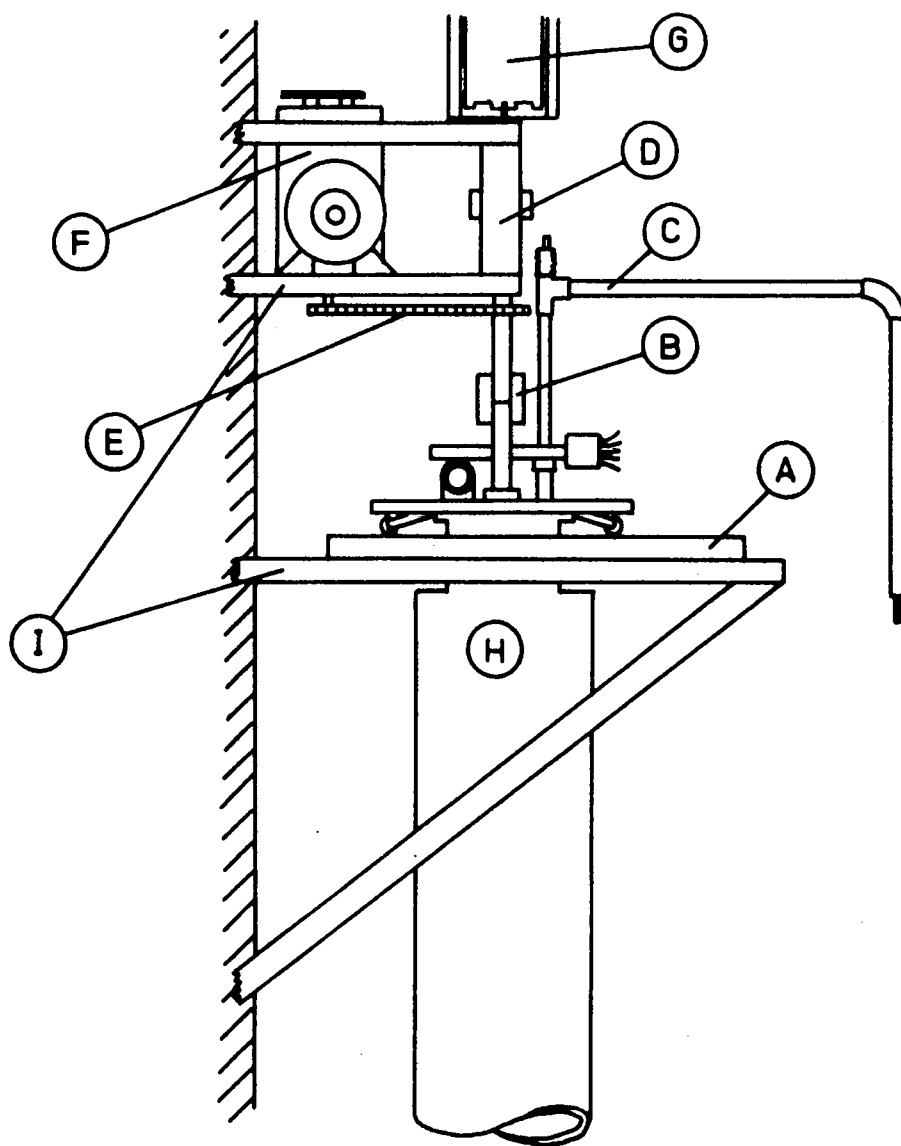


FIGURA 2-7

MONTAJE DEL CRIOSTATO Y MAQUINA DE DEFORMACION

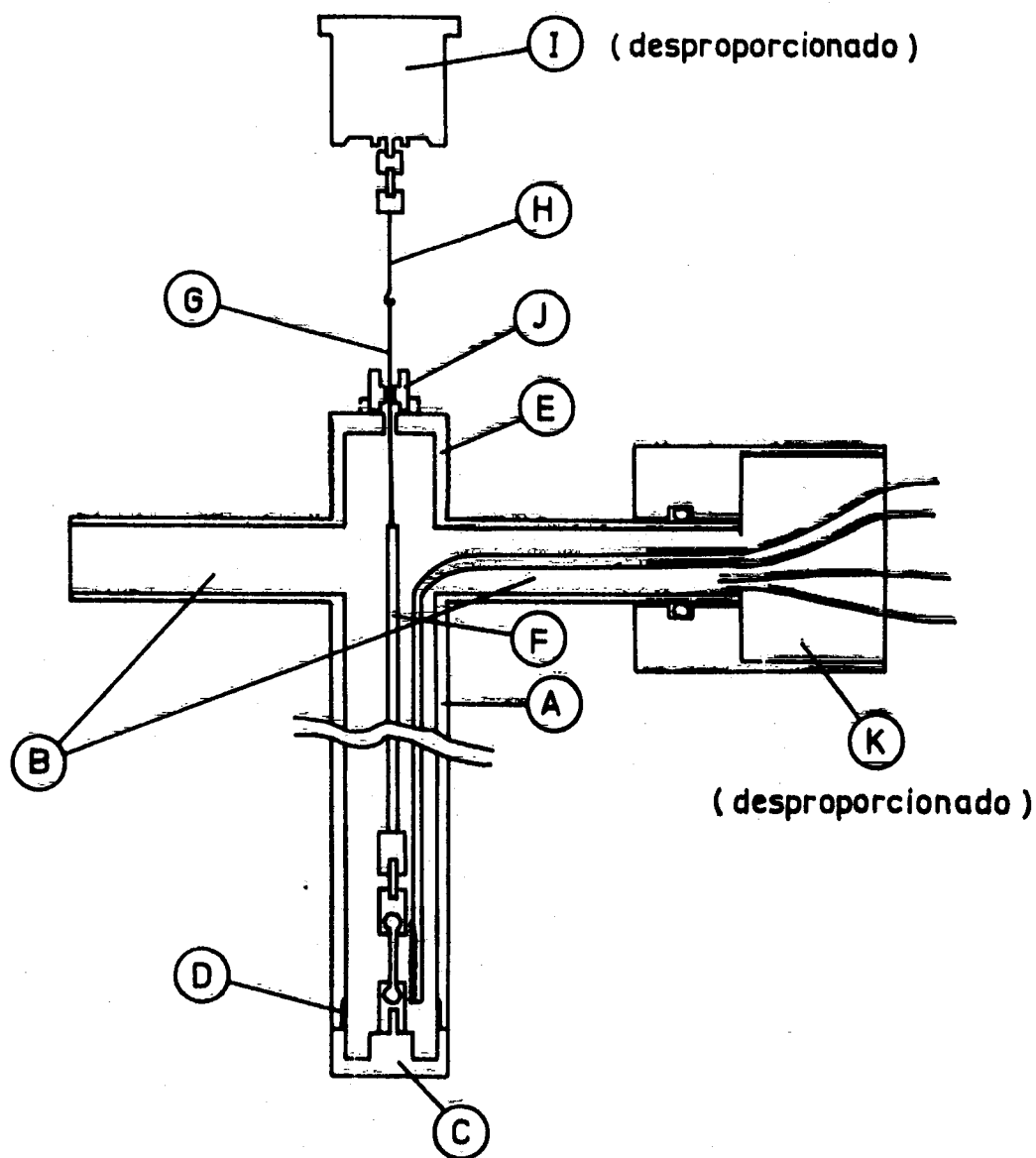


FIGURA 2 - 8

TUBO PORTA MUESTRAS

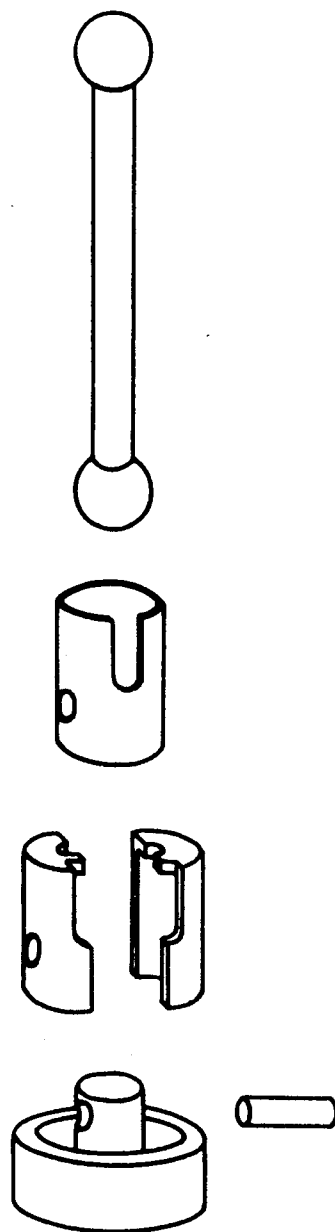
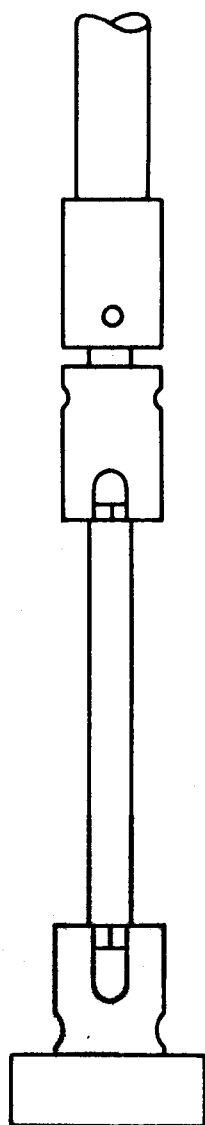
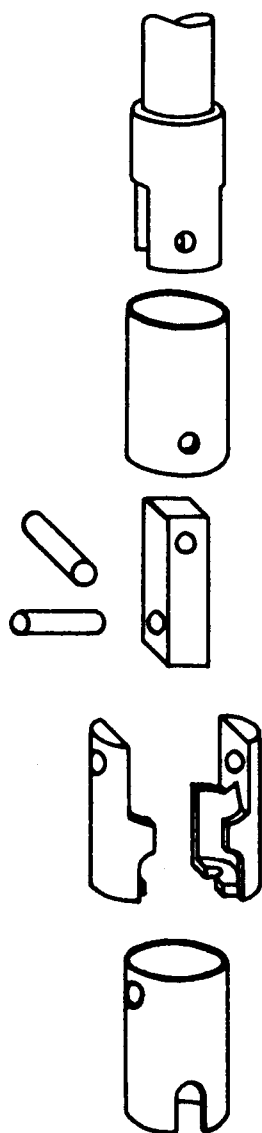


FIGURA 2- 9 b

FIGURA 2- 9 a

FIGURA 2- 9 c

SOPORTE DE LAS MUESTRAS

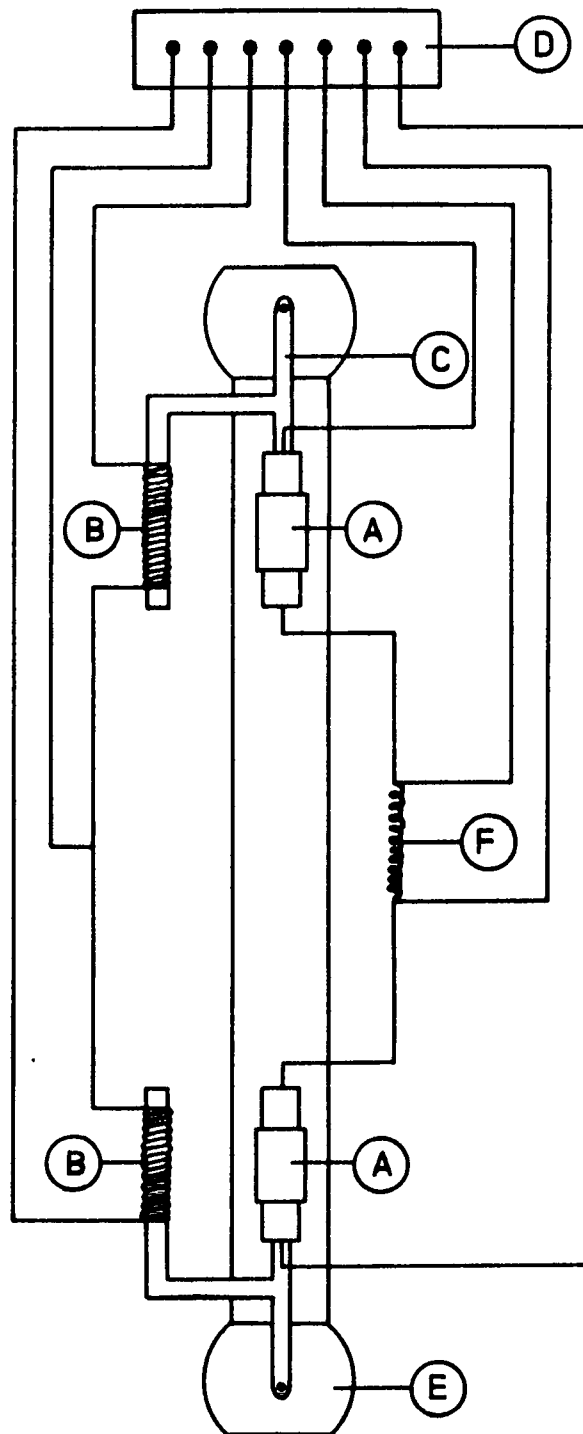
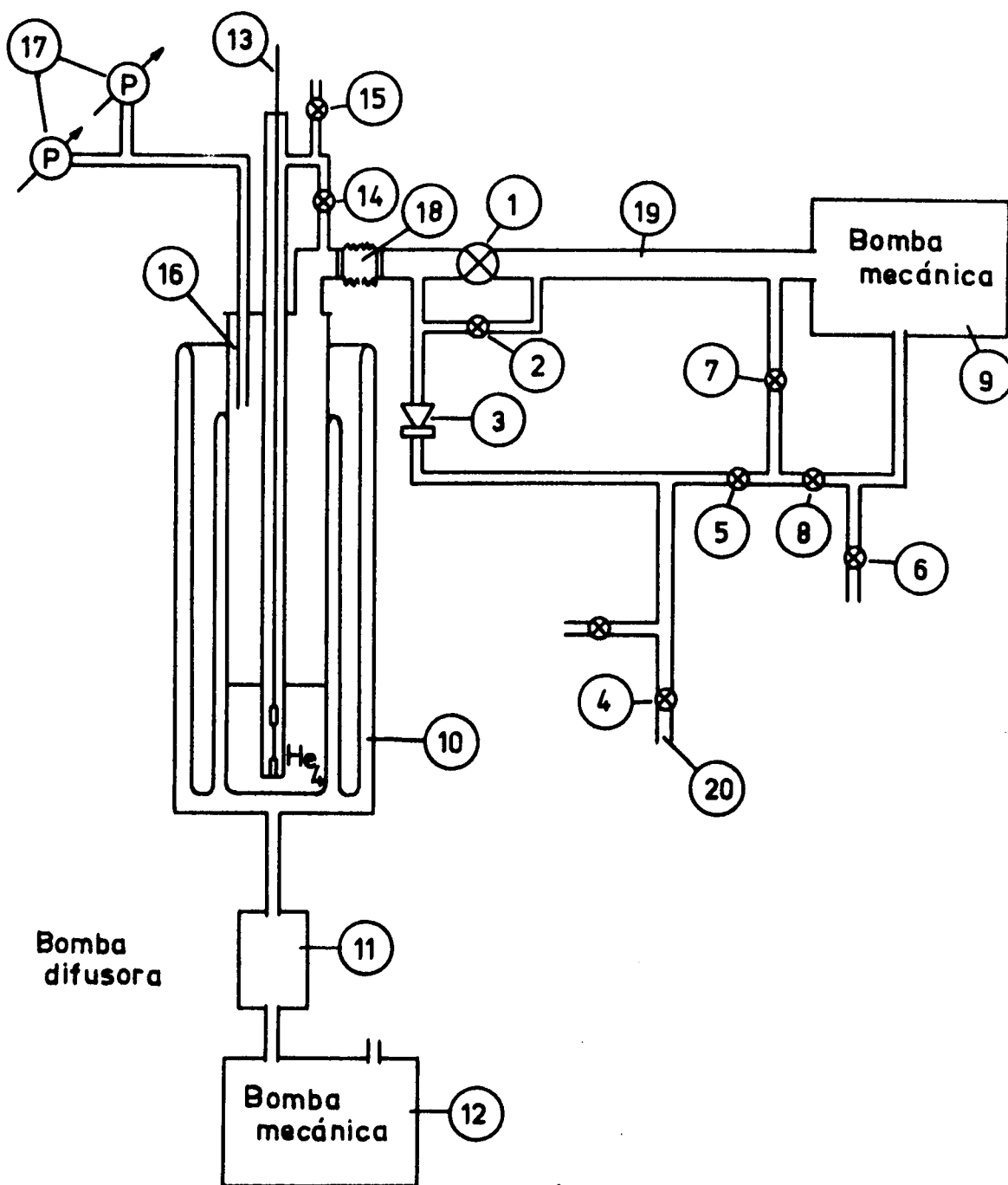


FIGURA 2 - 10

ESQUEMA DE UBICACION DE TERMOMETROS Y CALEFACTORES



**FIGURA 2-11**

**SISTEMA DE VACIO DEL CRIOSTATO**

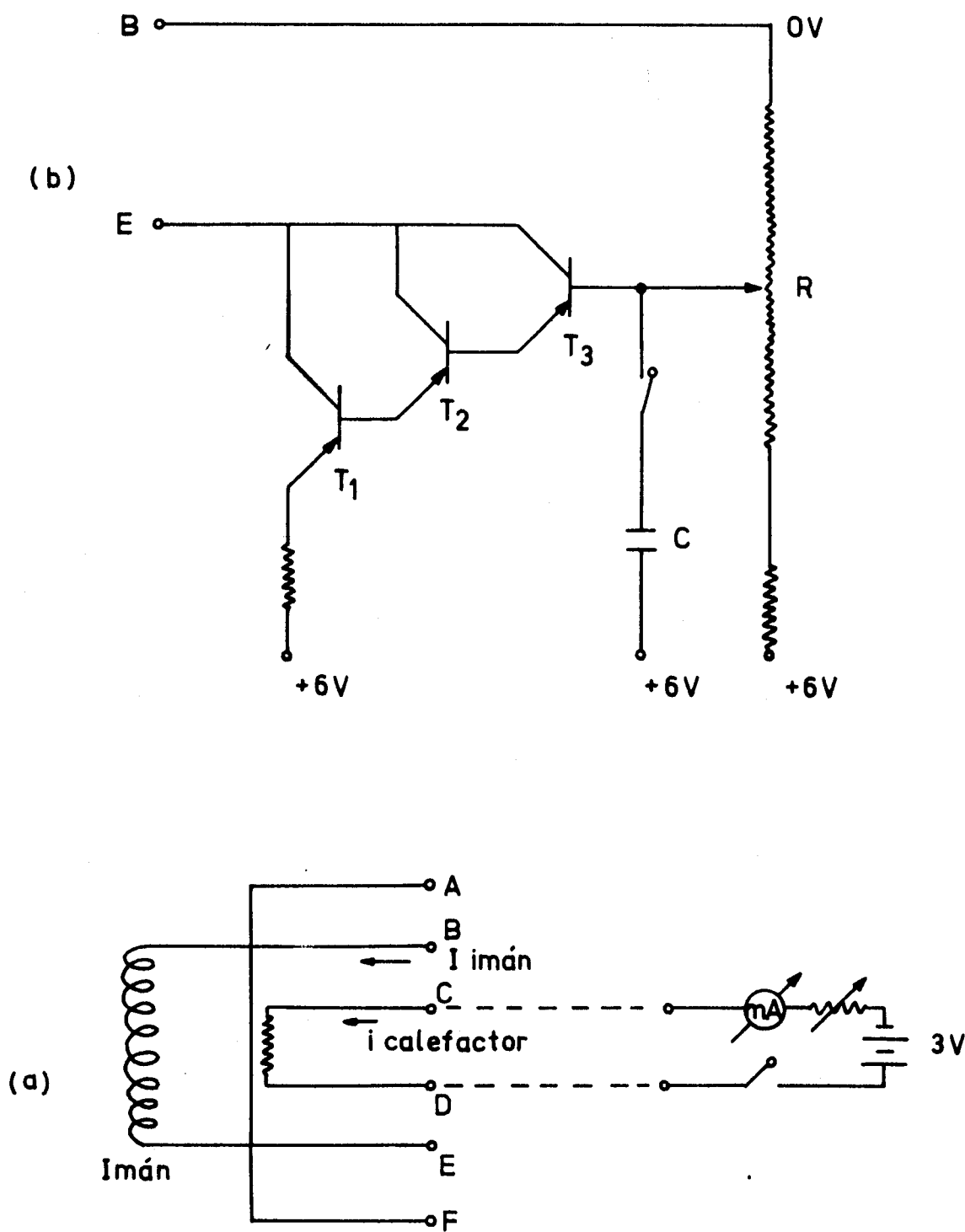


FIGURA 2-12

CIRCUITOS DE ALIMENTACION DEL IMAN

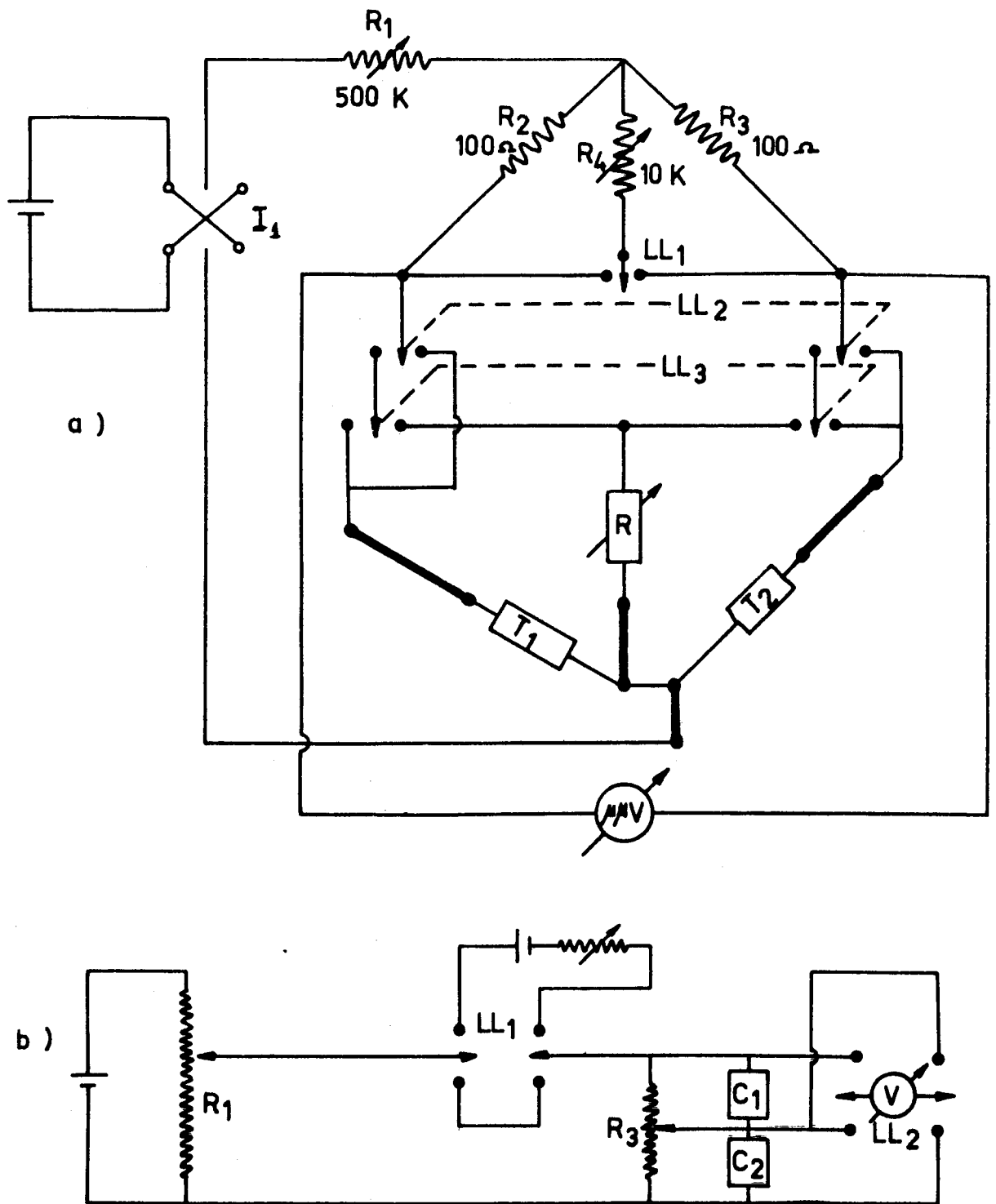
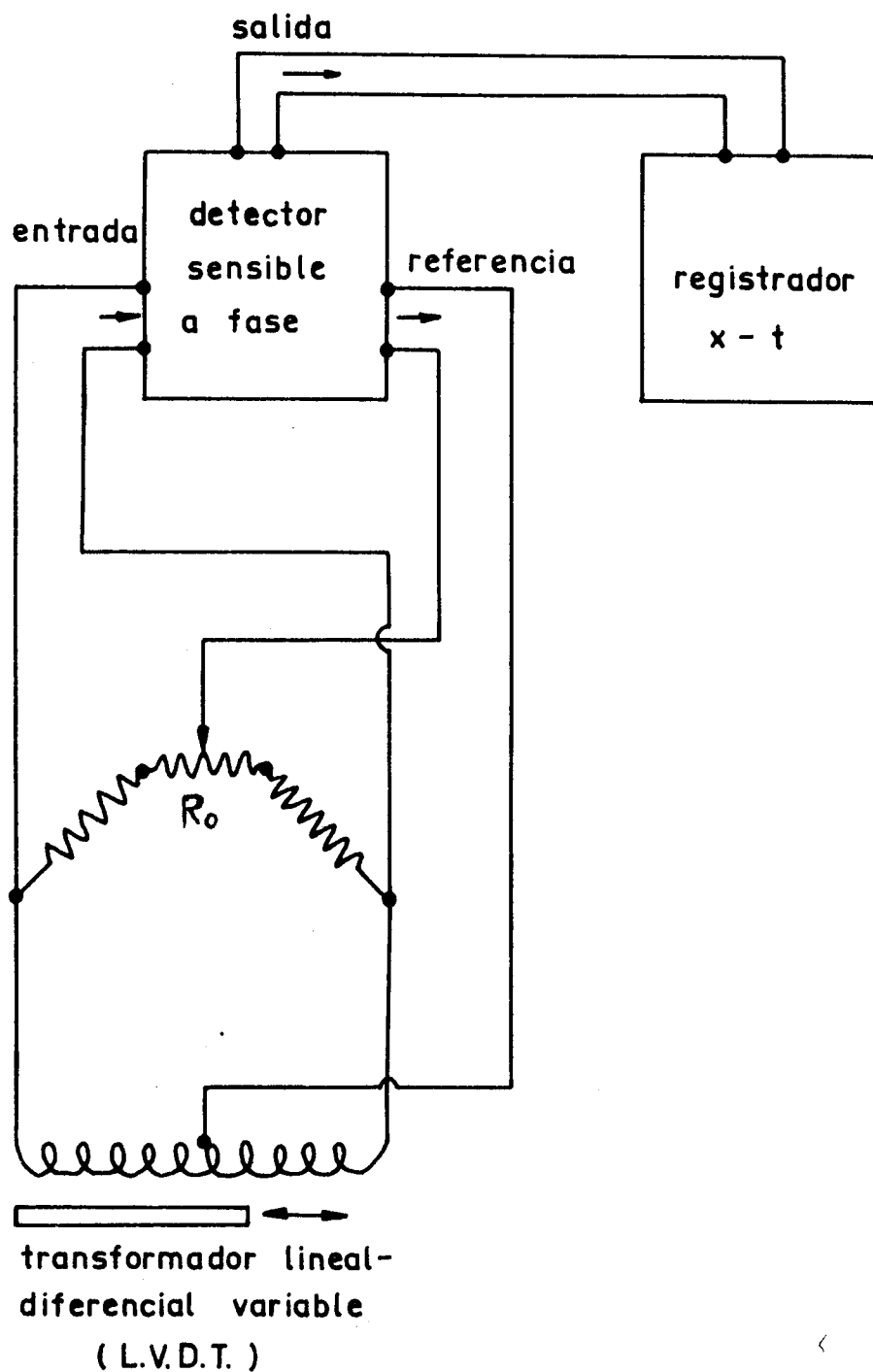


FIGURA 2-13

CIRCUITO DE LOS TERMOMETROS Y CALEFACTORES



**FIGURA 2-14**

**CIRCUITO DE MEDICION DE DESPLAZAMIENTOS**

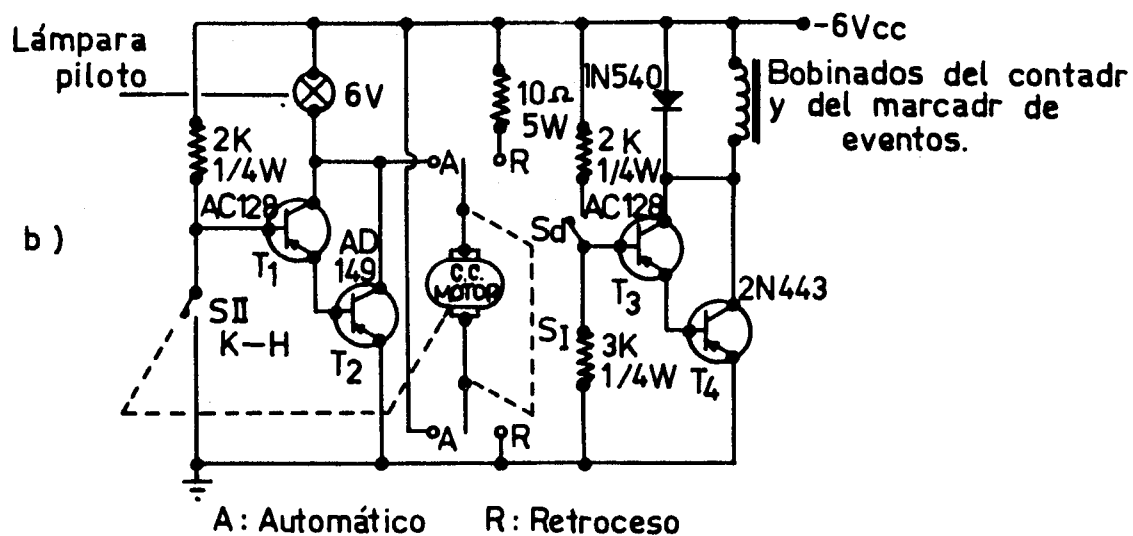
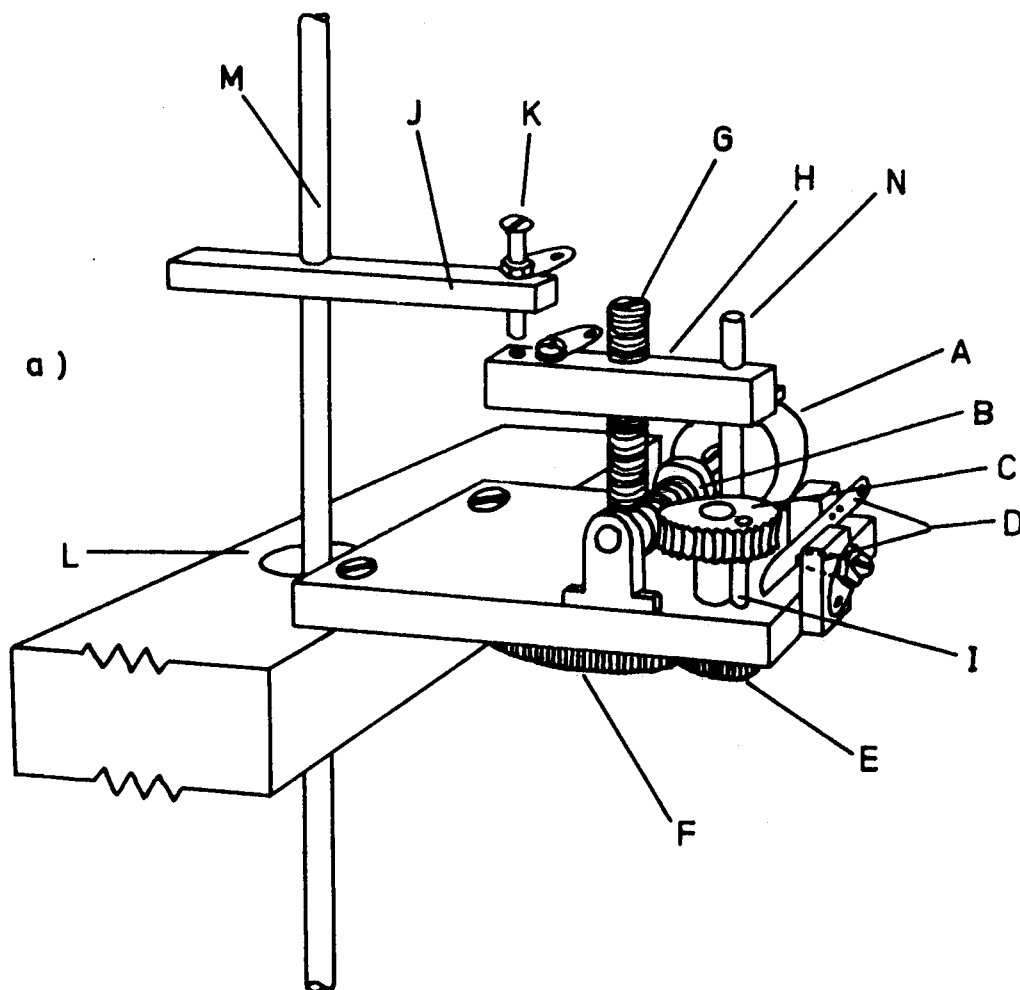


FIGURA 2-15

INDICADOR AUTOMATICO DE DEFORMACION

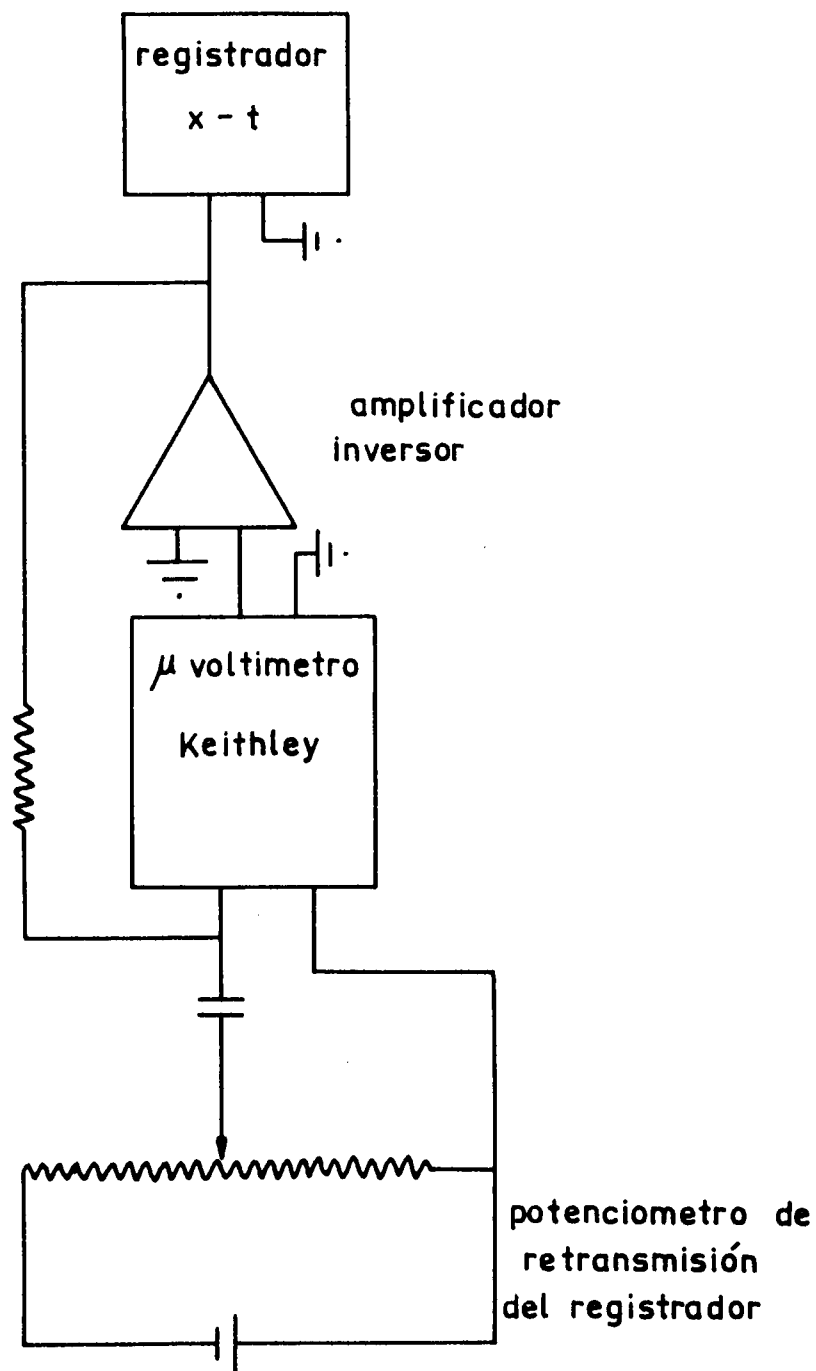


FIGURA 2 - 16

DERIVADOR DE LA CURVA DE DEFORMACION

### CAPITULO III

#### Resultados experimentales

El material usado en este trabajo - monocristales de plomo - tiene una estructura cristalina cúbica de cara centrada. La orientación cristalo-  
gráfica fue la misma para la mayoría de las series de mediciones aquí presen-  
tadas y fue elegida de modo tal que fuera favorable para el desarrollo de  
una zona de deslizamiento fácil, relativamente grande en este tipo de estruc-  
turas. Con esta orientación se sembraron cristales de forma tal que los dis-  
tintos experimentos puedan compararse.

La fig. 3-1 muestra la ubicación estereográfica del eje tensil con  
respecto a los ejes principales de la estructura cúbica de los cristales men-  
cionados en los experimentos. La serie I corresponde a los cristales semi-  
llados, identificados en las figuras siguientes con un número a continuación.  
Una cruva típica de tensión-deformación para esa orientación particular, está  
representada en la Fig. 3-2. La tensión representada ( $\tau_R$ ) es la resuelta en  
el plano y dirección de deslizamiento al igual que la deformación ( $a$ ).

Ambas magnitudes son calculadas con la fórmula de Schmid y Boas (1935):

$$\tau_R = \frac{F}{A_0} \cos \lambda \sin \chi$$

$$a = (\cotg \lambda - \cotg \lambda_0) \frac{\sin \lambda_0}{\cos \chi_0}$$

donde:

$$\frac{\cos \chi_0}{\cos \chi} = \frac{\sin \lambda_0}{\sin \lambda} = \frac{L}{L_0} = 1 + \epsilon$$

con 
$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

F Fuerza aplicada al eje tensil

$L_0$  longitud inicial de la muestra

$A_0$  Area inicial de la muestra

$\lambda_0$  Angulo inicial de la dirección de deslizamiento y el eje tensil

$\chi_0$  Angulo inicial de la normal al plano de deslizamiento al eje

Idem  $L, \lambda$  y  $\chi$  después de un cierto  $\Delta L$

Por lo tanto usaremos en lo sucesivo (salvo que se especifique lo contrario), tensiones, deformaciones y velocidades de deformación resueltas en el plano y dirección de deslizamiento. En la fig. 3-2 se observan claramente la zona I de deslizamiento fácil y la zona II caracterizada por un mayor endurecimiento. Una tercera zona parece definirse como un cambio de pendiente de la zona II hacia tensiones más altas.

La tabla III-I resume los parámetros obtenidos de la Fig. 3-2,  $\tau_0$  es la tensión de fluencia resuelta,  $\tau_{II}$  es la tensión resuelta de transición entre zona I y zona II,  $\tau_{III}$  es la tensión resuelta a la que aparece la zona III;  $a_{II}$  y  $a_{III}$  las deformaciones resueltas a las que aparecen las zonas II y III respectivamente;  $\theta_I$ ,  $\theta_{II}$  y  $\theta_{III}$  son las pendientes de las distintas zonas definidas como:

$$\theta = d \tau / da$$

Tabla III-I

Parámetros de la curva tensión-deformación para  
cristales de plomo de la orientación I

| $\tau_0$           | $\tau_{II}$ | $\tau_{III}$ | $a_{II}$ | $a_{III}$ | $\theta_I$         | $\theta_{II}$ | $\theta_{III}$ |
|--------------------|-------------|--------------|----------|-----------|--------------------|---------------|----------------|
| 88                 | 134         | 1167         | .055     | .34       | $870 \pm 40$       | $3639 \pm 7$  | 3450           |
| gr/mm <sup>2</sup> |             |              |          |           | gr/mm <sup>2</sup> |               |                |

Información respecto a otras orientaciones puede obtenerse de los trabajos de Bolling et al. (1962) y Kosterz (1971).

### 3.1 - Experimentos relacionados con el mecanismo de deformación operante a bajas temperaturas.

Durante el desarrollo del trabajo relacionado con la influencia de la transición normal-superconductor del plomo en las propiedades plásticas, surgió la necesidad de estudiar el mecanismo de deformación plástica que opera a esas temperaturas. Para ello se realizaron una serie de experimentos en ambos estados (superconductor y normal) actuando sobre los parámetros que influyen en la deformación plástica tales como tensión aplicada, velocidad de deformación, temperatura, etc.-

Debido a que durante la transición N-S aparecen grandes variaciones de tensión (a velocidad constante) y de velocidad de deformación (a tensión constante) se realizaron experimentos con incrementos pequeños de tensión y otros con variaciones grandes de la misma. En lo sucesivo se hablará

de deformación a velocidad o tensión constantes y al mismo tiempo de incremento de las mismas. Se entiende que tanto una como la otra son constantes antes y después del incremento. No, como es obvio, durante el mismo.

Para mayor claridad, usaremos durante el desarrollo del trabajo la sigla STC para indicar Sistema de Tensión Constante que significará que el experimento se desarrolla manteniendo la tensión aplicada constante en el aparato descrito en el capítulo II, y la sigla SVC para designar Sistema de Velocidad Constante en el cual durante el experimento se mantiene constante la velocidad de deformación como también ya fue descrito en el capítulo 2.

Estas dos técnicas son corrientes en estudios de deformación plástica.

### 3.3.1 - Resultados obtenidos con incrementos de tensión pequeños.

#### 3.1.1.1 - Temperatura constante en SVC.

Se realizaron experimentos a temperatura constante, en baño de helio líquido a 4.12°K (correspondiente a una presión atmosférica media de 690 Torr) con diferentes velocidades de deformación, la cual era incrementada en factores que variaban entre 10 y 100, registrándose el aumento de tensión de fluencia. Además se tomaron diferentes velocidades iniciales para averiguar la dependencia entre tensión de fluencia y velocidad de deformación y se realizaron incrementos de velocidad de diferente magnitud. Las mediciones se realizaron en ambos estados, superconductor y normal.

La forma de la curva tensión-deformación para un salto de velocidad se ve en la Fig. 3-3. Se observa un pico de tensión inmediatamente después del aumento de velocidad de deformación para luego establecerse un estado estacionario a tensión más reducida. Este fenómeno fue exhaustivamente analizado (R. Pascual, 1969) concluyéndose que el valor  $\Delta\tau$  transitorio corresponde al caso en que no hay variación de ningún parámetro entre una velocidad y otra, y en tal caso se debe tener en cuenta para la evaluación del resultado. Puede observarse también que al bajar la velocidad de deformación se produce el fenómeno inverso al descrito. Un criterio diferente fue usado, en cambio, en un trabajo de Zeyfang (1974).

Una causa de dispersión aparece en este tipo de mediciones debido a que el pico puede ser mayor que el observado y, debido a las limitaciones de velocidad de respuesta mecánica del registrador, reducirse en altura.

La Fig. 3-4 muestra una relación lineal entre el  $\ln(\dot{a}_1/\dot{a}_2)$  y el salto de tensión  $\Delta\tau_R$  producido por tal cambio en la velocidad de deformación, obtenida en la zona II. Se deduce entonces que la relación  $\Delta\tau/\ln(\dot{a}_1/\dot{a}_2)$  es una constante que no depende de la variación de velocidad de deformación impuesta.

Esta constante es diferente en ambos estados (superconductor o normal). Se estudió la variación de  $\Delta\tau/\Delta \ln \dot{a}$  que llamaremos  $\alpha^{-1}$  como función de la tensión resuelta para ambos estados. La Fig. 3-5 muestra la relación entre dicho parámetro y la tensión resuelta. Se observa que existe una relación lineal entre  $\alpha^{-1}$  y  $\tau$  en ambos estados, especialmente para tensiones grandes. A bajas tensiones hay un apartamiento de la linealidad que puede deberse a impurezas, entre ellas oxígeno, captadas durante el crecimiento de los cristales. Un comportamiento similar fue observado por otros investigadores (Ahlers, 1965)(Zeyfang et al., 1974), en otros materiales. Esta anomalía puede deberse también a lo ya expresado respecto a la altura del pico transitorio de tensión de la Fig. 3-3 y coincide con el hecho que a tensiones mayores el efecto transitorio desaparece.

En este experimento se ensayaron variaciones de velocidad de deformación de distintas magnitudes y distintas velocidades de base, las cuales están indicadas en la tabla III-II. Se observa que no hay dependencia de la magnitud medida con respecto a estas variables dentro del error experimental, contrariamente a lo encontrado por Zeyfang et al. (1974) en cristales de cobre. Con respecto a la magnitud del cambio de velocidades puede observarse que a altas tensiones  $\alpha^{-1}$  no depende, dentro del error experimental, de este parámetro. Sin embargo a bajas tensiones, donde se usó un factor de cambio de velocidad grande, puede haber una dependencia con este parámetro que explicaría el apartamiento de la linealidad.

Suponiendo, como generalmente se hace, que  $\tau_R = \tau_i + \tau_e$  ( $\tau_i$  es la tensión interna debido a otras dislocaciones y  $\tau_e$  la tensión efectiva que actúa sobre la dislocación) y que  $\tau_i$  permanece constante durante el cambio de velocidad, la relación entre velocidad de deformación y  $\tau_e$  está dada por

$$\dot{a} = C \exp \alpha \tau_e,$$

C independiente de  $\tau_e$ .

### 3.1.1.2 - Temperatura variable en SVC

Se realizaron algunas mediciones de  $\Delta \ln \dot{\alpha} / \Delta \tau (\alpha)$  en función de la temperatura para la zona I, usando siempre el mismo cambio de velocidad. El rango de temperaturas de medición fue de 2°K hasta la temperatura crítica del Pb, es decir 7,2°K. Las diferencias entre el  $\Delta \tau$  normal y superconductor son pequeñas y caen dentro del error experimental. Por lo tanto no fue observada la notable variación encontrada por Hutchison et al.(1970). Ellos observan una variación del 100% a 2°K en Indio. En ese trabajo no está aclarada la tensión del fluencia a la que realizaron las mediciones. Es posible que esta fuerte variación ocurra a tensiones mayores, o que sea el metal Indio un caso particular. Como las variaciones eran pequeñas entre estados y caían dentro del error experimental no se los diferenció entre sí.

En la Fig. 3-6 se han promediado para cada temperatura valores de  $\alpha$  en ambos estados relativo al valor de  $\alpha$  correspondiente a 4,12°K, para la misma tensión resuelta, con el objeto de eliminar el efecto de la variación del  $\alpha$  como función de  $\tau_R$ . El procedimiento fue el siguiente: Se tomaron varios valores de  $\alpha$  a cada temperatura y en ambos estados, se promediaba y se obtenía el error estadístico. Después de cada cambio de temperatura se volvía a 4,12°K y se tomaban varios valores de  $\alpha$  a 4,12°K. Con los valores promediados a 4,12°K se obtenía la dependencia de  $\alpha$  en  $\tau$  con su cota de error. Luego se interpolaba qué valor hubiera tenido  $\alpha$  a 4,12°K a la tensión correspondiente de las mediciones de temperatura variable, estimándose al mismo tiempo su error. Resumiendo, obteníamos pares de valores

$$\left[ \alpha (T_1) , \alpha (4,12) \right]$$

con sus respectivos errores, considerando ambos valores normalizados a la tensión correspondiente a la medición a temperatura  $(T_1)$ . La barra de error de  $\alpha (T) / \alpha (4,12)$  fue calculada propagando errores de ese cociente.

Parecería que  $\alpha$  alcanza un valor máximo alrededor de 3°K pero se tienen pocos puntos a bajas temperaturas para confirmarlo. El valor a 4,12 °K no tiene asignado la barra de error ya que por definición de la ordenada vale 1.

### 3.1.1.3 - Temperatura constante en STC

Describiremos los resultados obtenidos a bajas temperaturas en experimentos realizados a tensión aplicada constante.

#### 3.1.1.3.1 - Deformación y velocidad de deformación como función del tiempo.

La Fig. 3-7 muestra una curva típica a tensión constante, donde se grafica deformación en función del tiempo. En esta curva, en particular, se muestra el efecto de una sobrecarga. La evolución temporal presenta una zona de comportamiento complejo de tipo transitorio entre los puntos A y C. A partir de C el comportamiento es logarítmico en el tiempo y sigue una función del tipo:

$$a = a_0 + \delta \ln (\gamma t + 1) \quad (3.1)$$

tal como fue verificado por Wyatt (1953), Glen (1956), I.A. Gindin (1970).

Derivando respecto al tiempo la ecuación 3.1, se obtiene:

$$\dot{a} = \frac{\delta \gamma}{\gamma t + 1}$$

cuya inversa tiene la forma:

$$\dot{a}^{-1} = K t + \beta \quad (3.2)$$

Es de esperar, por lo tanto, un comportamiento lineal en el tiempo de la inversa de la velocidad de deformación con pendiente:

$$K = \frac{1}{\delta} \quad (3.3)$$

La ecuación 3.1 graficada logarítmicamente no da una recta debido al término sumado a  $\gamma t$  y ello sólo ocurre a tiempos altos cuando  $\gamma t \gg 1$ .

Experimentalmente se comprueba la ecuación (3.2) lo que puede verse en la Fig. 3-8. Este método permite entonces obtener gráficamente el parámetro  $\delta$  ó  $K$ . Para velocidades muy bajas se produce un aumento de la pendiente  $K$ . También para tiempos cortos se produce en muchos casos un transitorio de pendiente menor que la estacionaria. Esto en general ocurre para incrementos relativos de carga, grandes.

La pendiente de la curva  $\dot{a}^{-1}$  vs.  $t$ , es decir  $K$ , es un parámetro importante ya que está directamente relacionado con el  $\Delta\tau/\Delta \ln \dot{a}$  proveniente de ensayos incrementales como analizaremos a continuación. En efecto, si consideramos que en STC (creep) la tensión efectiva  $\tau_e$  decrece al mismo tiempo que progresa la deformación,  $a$ , debido al endurecimiento  $\theta$ , ( $d\tau_e = -d\tau_i = -\theta da$ ) reemplazando  $\tau_e$  en  $\dot{a} = C \exp \alpha \tau_e$  se obtiene una ecuación diferencial con una dependencia temporal para  $\dot{a}$  similar a la ecuación (3.2) y se deduce que  $\theta/K = \alpha^{-1}$ .

Esta pendiente  $K$  cambia rápidamente al pasar de la zona I a la zona II correspondiéndose al cambio de endurecimiento de la Fig. 3.2. Si graficamos  $\theta/K$  vemos una variación monótona creciente como función de la tensión resuelta (Fig. 3-9). Del mismo tipo que para  $\Delta\tau/\Delta \ln \dot{a}$ . Los puntos de la figura son promedios de varias mediciones, las barras de error corresponden al error del promedio, la tensión resuelta de cada punto es el promedio también.

#### 3.1.1.3.2 - Salto incrementales de tensión en STC

Se realizaron experiencias con incrementos de tensión aplicada deformando en STC. Lo que se mide en este caso es la variación de velocidad de deformación. Es decir, se trata del experimento inverso al descrito en 3.1.1.1. Los resultados deben coincidir si se mantienen las mismas condiciones de temperatura, tensión aplicada, velocidad de deformación y aumento de tensión aplicada impuesto durante el ensayo incremental. Esta condición es difícil de lograr para tensiones bajas en STC debido a que habría que usar incrementos muy pequeños que podrían ser afectados por rozamientos en el equipo experimental. Por lo tanto, a tensiones bajas, por usar variaciones de tensión relativa grandes, en general aparecen transitorios que cambian el resultado en forma sistemática.

La Fig. 3-10 es un gráfico de  $\Delta\tau/\Delta \ln \dot{a}$  para estos experimentos como función de la tensión resuelta. La variación con la tensión es similar a la observada a velocidad constante (Fig. 3-5). La dispersión de los puntos en este caso es mayor que para el otro. Proviene del hecho que en el primero, la variación de la velocidad está impuesta y el salto de tensión es un incremento fácil de medir en el registrador; en el segundo,

se impone la variación de tensión y el cambio de la velocidad de deformación debe determinarse por extrapolación en pendientes (o sea velocidades de deformación), que es inexacto y engorroso. Dada la dispersión de los puntos, no se puede asegurar linealidad aunque no se observa ningún apartamiento sistemático de la recta.

Haciendo estadística sobre los puntos normales y superconductores, se puede decir que el valor medio normal está por encima del superconductor en correspondencia con la Fig. 3-5. La diferencia es pequeña y, dada la dispersión, no se puede concluir nada definitivo.

#### 3.1.1.4 - Temperatura variable en STC

En esta sección describiremos algunos experimentos en los cuales se estudia la variación de algunos de los parámetros medidos a tensión constante como función de la temperatura. Además, ensayos incrementales de temperatura para determinar la relación entre temperatura y velocidad de deformación.

##### 3.1.1.4.1 - Variación de la pendiente $K$ de la recta $\dot{\epsilon}^{-1}$ vs. $t$ . con la temperatura.

Se realizaron curvas de deformación en función del tiempo para distintas temperaturas en la zona II y en ambos estados. Los valores de las pendientes  $\dot{\epsilon}^{-1}$  vs.  $t$  fueron graficados en la Fig. 3-11 como función de la temperatura y en ambos estados.

Los valores de  $K$  correspondientes a estado normal disminuyen con la temperatura. En el estado superconductor  $K$  parecería aumentar hasta  $T_c$ . Sin embargo debido a la dispersión de los puntos no pueden establecerse leyes definitivas para la dependencia de  $K$  superconductor o normal con la temperatura. La dispersión de los puntos de este experimento se debe a que, en algunos casos, la curva deformación versus tiempo no fue desarrollada suficiente tiempo como para definir bien la pendiente de  $\dot{\epsilon}^{-1}$  versus  $t$ . Esto debido a que el experimento estaba dirigido a obtener solamente los cambios instantáneos de velocidad de deformación debido a cambios de temperatura. Los puntos llamados "normal sin campo magnético" corresponden a la serie "superconductor" por encima de la temperatura crítica. La serie "normal" siempre fue medida con campo magnético aplicado aún a temperaturas superiores a la crítica.

3.1.1.4.2 - Cambio de velocidad de deformación debido a variación de la temperatura como función de la velocidad de deformación inicial.

Se realizaron cambios de temperaturas mientras se deformaba a tensión constante. Debido a que el cambio de temperatura no es instantáneo es necesario detener la deformación, es decir llegar a una condición de velocidad nula de deformación. Esto se consigue descargando la máquina de tensión constante en una cantidad tal que, aún a la nueva temperatura, la tensión de fluencia sea inferior a la tensión aplicada.

En general se comprobó que descargando un kilogramo del total era suficiente para conseguir ese propósito, aún en el caso del máximo de carga aplicada (aprox. 30 kg) donde el porcentaje removido era sólo 3%. Cuando la nueva temperatura se ha establecido, se reincorpora a la máquina el mismo peso removido y en el mismo lugar del portapesas. Esto es importante para evitar las diferencias de calibración en pesas y para que no cambie el centro de masa provocando distinta reacción en la cuchilla. Se consigue removiendo siempre una misma pesa colgada de un gancho fijo.

Para comprobar que el procedimiento de carga y descarga no introducía errores sistemáticos, se realizaron simulaciones en las que no se cambiaba la temperatura y los valores extrapolados coincidían.

Las velocidades de deformación deben extrapolarse a los instantes de carga y descarga. La Fig. 3-12 muestra un ensayo incremental de este tipo. Se ha eliminado el tiempo muerto de estabilización de temperatura haciendo coincidir el cero de tiempo para los negativos y positivos. Los saltos de temperatura con que se trabajó oscilaron alrededor de 0,5°K.

Para determinar la dependencia de  $\dot{\epsilon}$  con la temperatura se realizaron mediciones, con incrementos de temperatura distintos, de la variación de  $\dot{\epsilon}$  correspondiente a cada salto de temperatura. Graficando

$$\ln \left[ \frac{\dot{\epsilon}(T_2)}{\dot{\epsilon}(T_1)} \right]$$

como función de  $1/T_1 - 1/T_2$  se observa, en la Fig. 3-13, que puede establecerse una relación lineal entre ambas magnitudes. Es probable que los puntos correspondientes a mayores incrementos de temperatura estén disminuidos sistemáticamente debido a transitorios, que hemos comprobado aparecen

para variaciones grandes de velocidad como analizaremos en la discusión. Por lo tanto la pendiente debería ser mayor que la observada.

Si existe, entonces, una relación lineal entre  $\ln \left[ \frac{\dot{a}(T_1)}{\dot{a}(T_2)} \right]$  y  $1/T_2 - 1/T_1$ , se puede expresar:

$$\ln \left[ \frac{\dot{a}(T_1)}{\dot{a}(T_2)} \right] = W \left( \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) = -W (1/T_1 - 1/T_2)$$

Llamando a  $W, \frac{Q}{K}$  tenemos:

$$\ln \left[ \frac{\dot{a}(T_1)}{\dot{a}(T_2)} \right] = -\frac{Q}{K} \left( \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)$$

que puede expresarse en esta forma:

$$\dot{a} = \dot{a}_0 e^{-Q/KT} \quad (3.4)$$

donde  $Q$  es equivalente a una energía de activación.

Se deduce que a  $T$  constante,  $Q$  va a depender linealmente con el  $\ln \dot{a}$  y a  $\dot{a}$  constante,  $Q$  va a ser lineal siempre que  $\dot{a}_0$  no dependa de  $T$ . Para un incremento de temperatura de  $T_2$  a  $T_1$  se obtiene:

$$Q = K T_1 \cdot T_2 \frac{\ln [\dot{a}_1 / \dot{a}_2]}{T_1 - T_2} \quad (3.5)$$

La Fig. 3-14 muestra la dependencia de  $Q$  con  $\ln \dot{a}^{-1}$  inicial. La variación está de acuerdo con lo esperado, es decir, a mayor  $\dot{a}^{-1}$ , mayor  $Q$ . Sin embargo debido a que experimentalmente  $\dot{a}$  no puede variarse demasiado, el logaritmo de ésta varía poco. Graficando  $Q$  vs.  $\dot{a}^{-1}$  inicial, también se observa una variación similar, aproximadamente lineal. Por lo tanto este experimento no permite deducir la dependencia exponencial propuesta. Los resultados de la Fig. 3-14 están parametrizados por la tensión aplicada y estado normal o superconductor. Se observa una variación de  $Q$  con la tensión aplicada que corresponde al desplazamiento hacia  $Q$  mayores de las rectas. Se observa también que a tensiones más altas  $Q$  se hace menos sensible a las variaciones de  $\ln \dot{a}^{-1}$ . Las rectas son de pendientes menores. La tensión asignada a cada recta se determinó promediando las tensiones resueltas correspondientes a cada punto.

Se realizaron mediciones tanto con aumentos de temperatura como con disminución de ésta. Los resultados obtenidos son similares, aunque para el análisis se tomaron los incrementos positivos ya que se miden velocidades de deformación mayores y se tiene mucha menor dispersión.

Se observa para tensiones bajas un comportamiento anómalo de la energía de activación que toma valores negativos. Esto significa que para aumentos de temperatura corresponden disminuciones de velocidad de deformación. Este hecho también fue observado a la inversa, es decir que disminuyendo la temperatura aumentaba la velocidad de deformación.

#### 3.1.1.4.3 - Energía de activación como función de la tensión resuelta

A medida que progresa la deformación, la energía de activación puede cambiar. Para medir esta variación se interpolaron las curvas de la Fig. 3-14 a un mismo valor de  $\dot{\epsilon}$  llamado  $\dot{\epsilon}$  normalización.

En la Fig. 3-15 pueden verse las curvas correspondientes a los estados normal y superconductor para el  $Q$  normalizado a velocidad inicial de deformación constante, en función de la tensión resuelta. La variación parece ser aproximadamente lineal en la tensión para ambos estados, siendo la energía del estado normal siempre mayor que la del superconductor. Sin embargo, esta última varía más rápidamente y a altas tensiones tiende a coincidir con la del estado normal.

Hasta los 200 gr/mm<sup>2</sup> de tensión resuelta, se observa que la energía del estado superconductor es negativa. Sin embargo este resultado depende de la velocidad a que se haya hecho la normalización en la Fig. 3-14. Cambiando el valor de la normalización, se consigue desplazar las curvas de la Fig. 3-15; a mayores  $\dot{\epsilon}^{-1}$  (menor velocidad de deformación) los puntos de la Fig. 3-15 se desplazan hacia  $Q$  mayores.

#### 3.1.1.4.4 - Energía de activación como función de la temperatura

Se determinó la energía de activación en función de la temperatura en el rango que va de 4°K a 12°K. Para ello se fueron realizando incrementos sucesivos y casi no fue necesario aumentar la carga ya que el aumento de temperatura escalonado compensaba el decaimiento de la velocidad de deformación.

Esto fue realizado en un entorno pequeño de tensiones aplicadas por lo que podemos suponer que ésta es constante para cada estado e igual al promedio. En algunos casos (temperaturas altas) los puntos son dudosos ya que se hicieron aumentos grandes de temperatura entre un escalón y otro.

La Fig. 3-16 muestra la variación de  $Q$  con la temperatura. Se observa que otra vez la energía del estado normal es mayor y que las extrapolaciones, a  $Q = 0$ , ambas cortan al eje de temperaturas en valores positivos. Esto sugiere que a la tensión aplicada que parametriza las curvas hay una temperatura por debajo de la cual el comportamiento es anómalo ( $Q < 0$ ), si bien  $Q$  es positiva en el rango de temperaturas donde se midió.

Las mediciones se realizaron con la siguiente sistemática, con campo magnético aplicado superior al campo crítico se fue variando la temperatura a saltos, cubriendo el rango de medición. Se hizo lo mismo sin campo magnético aplicado. Por debajo de la temperatura crítica tendremos estado normal para el caso en que hay campo magnético presente y superconductor en el caso contrario. Por encima de  $T_c$  en ambos casos el estado es normal pero distinguiremos "sin campo" y "con campo" dada la forma en que se realizaron las mediciones.

Los puntos denominados "normal sin campo magnético" deberían coincidir con los correspondientes a las mismas temperaturas denominados "normal". Sin embargo vemos que lejos de coincidir parecerían alinearse con las mediciones sin campo por debajo de la temperatura crítica (estado superconductor). El desplazamiento de los puntos podría deberse a que se midieron a distintas tensiones aplicadas o que el campo magnético influye en las mediciones. En tal caso las curvas deberían parametrizarse "con campo" y "sin campo" en lugar de "normal" o "superconductor".

Para las mediciones con campo (estado normal), en que tenemos menor dispersión, la dependencia de  $Q$  con la temperatura parece ser lineal y como ya dijimos la extrapolación corta el eje de las  $T$  en un valor positivo. Observemos que si  $Q$  es función de  $T$ , tal como fuera definido en la ecuación 3-5, no corresponde al  $Q$  definido en la ecuación 3-4. En la discusión volveremos sobre este tópico.

Una causa de dispersión de estos resultados reside en que no se pudo normalizar a velocidad constante de deformación debido a que se tomaron pocos puntos en función de la temperatura y solamente se trató de que la velocidad fuese aproximadamente la misma en todos los casos.

### 3.1.2.- Resultados obtenidos con incrementos grandes de tensión.

Estos experimentos están destinados a averiguar los mecanismos que operan en el caso de trabajar con variaciones grandes de tensión de fluencia durante ensayos incrementales. Si la magnitud de esos cambios es relativamente grande, los mecanismos de deformación no serán necesariamente los mismos que operan a pequeños incrementos. Los experimentos están inspirados en los cambios de tensión grandes que aparecen durante la transición Superconductor-Normal. Por esta razón se realizaron una serie de experimentos con saltos de tensión comparables en magnitud a los que aparecen en la transición.

#### 3.1.2.1. - Deformación a velocidad constante (SVC)

En este tipo de experimentos se varió la velocidad hasta un factor 100. Sin embargo, las variaciones de tensión de fluencia obtenidas no son comparables con las que se obtienen en la transición normal-superconductor. Serían necesarias variaciones muy grandes de velocidad (por la dependencia logarítmica del  $\Delta\tau$  en  $\dot{\epsilon}$ ) para conseguir variaciones comparables. Como ya hemos visto (Fig. 3-5) hasta un factor 100 de cambio de velocidad no se observa variación de  $\Delta\tau / \ln \dot{\epsilon}$  respecto al valor obtenido con cambios menores.

#### 3.1.2.2 - Deformación a tensión constante (STC)

En este caso, pueden fácilmente realizarse incrementos de tensión comparables con los de la transición normal-superconductor.

Se verifica que para tiempos cortos la ley logarítmica de la ecuación (3.1) no se cumple. Para tiempos posteriores a la aplicación de la carga aparece un transitorio y recién a tiempos mayores se tiene la dependencia logarítmica. La Fig. 3-17 corresponde a la evolución de la velo-

cidad de deformación como función del tiempo transcurrido después de la aplicación del incremento grande de carga.

Gindin et al. (1970), encontraron un comportamiento similar en Indio de alta pureza para el estado superconductor en experimentos con carga escalonada. Estos incrementos eran de  $70 \text{ gr/mm}^2$  lo que constituye un valor muy grande. Sin embargo, de acuerdo a este trabajo en el estado normal no hay etapa transitoria. Nuestros experimentos demuestran que en plomo hay transitorio en ambos estados.

En las curvas de la Fig. 3-17 podemos ver que la extrapolación de la zona lineal corta al eje de los tiempos en valores positivos indicando que la extrapolación a  $t = 0$  da valores negativos de la velocidad de deformación. Esto significa que se trata de un efecto que no se debe a problemas experimentales de velocidad de respuesta del equipo o de la electrónica asociada. Si tal fuera el caso, la extrapolación daría valores positivos de velocidad a instante cero.

Podemos definir como tiempo estacionario aquel en que la curva comienza a ser una recta. Análogamente, velocidad estacionaria a la correspondiente al tiempo definido anteriormente. Más adelante, en la discusión, llamaremos a éste  $\dot{\epsilon}$  crítico, pues como veremos corresponde a un cambio de mecanismo..

Para una mejor evaluación cuantitativa la velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}$  después de un incremento de tensión ha sido graficada como función de la deformación  $\Delta\epsilon$ . La mayor parte de las curvas corresponden a bajas  $\tau_R$  en etapa I y comienzos de la II en los estados N y S. A mayores  $\tau_R$  las curvas se desplazan hacia valores menores y ya no es posible una evaluación cuantitativa. En la Fig. 3-17bis pueden verse estas curvas juntamente con algunas correspondientes a la transición N-S. En la tabla 3-III podemos encontrar los parámetros que caracterizan las diferentes curvas numeradas en la Fig. 3-17bis. Aparentemente el máximo de  $\dot{\epsilon}$  no se alcanza inmediatamente después del incremento, si bien podría pensarse que la parte inicial de la curva está afectada por la forma en que se aplica la sobrecarga, la similitud de las curvas correspondientes a una transición N-S confirman que el efecto es real. Las pendientes de la parte decreciente de las curvas no difieren apreciablemente entre ellas aún entre curvas correspondientes a distintos estados.

La velocidad a la cual se pasa de régimen transitorio a estacionario parece ser un parámetro importante ya que es aproximadamente constante para distintas curvas a la misma tensión. Parece no depender del estado (normal o superconductor, ver Fig. 3-17), como así tampoco del incremento de carga usado para iniciar la curva, pero sí de la tensión aplicada. La existencia de un valor crítico de velocidad por debajo del cual el régimen es estacionario implica, de acuerdo a la ecuación 3.4 ( $\dot{a} = \dot{a}_0 e^{-Q/KT}$ ), que hay un valor crítico de energía de activación. Sin embargo este valor crítico de  $\dot{a}$  varía con la tensión aplicada, lo que se atribuye a variaciones del  $\dot{a}_0$  o del  $Q$  crítico con la tensión aplicada.

La Fig. 3-18 es un gráfico de  $\dot{a}^{-1}$  estacionario como función de la tensión resuelta; se indican diferentes estados e incrementos de cargas. Se observa una correlación bien definida entre estas dos magnitudes con un máximo en 350 gr/mm<sup>2</sup> de tensión resuelta.

### 3.2 - Experimentos relacionados con la transición normal-superconductor.

La transición N-S da lugar a dos efectos principales sobre la deformación plástica. En un caso, deformando a velocidad constante (SVC), aparece un aumento de tensión de fluencia al pasar de superconductor a normal y viceversa. En el otro (STC), se trata de un aumento de velocidad de deformación al pasar de normal a superconductor. En este caso, parece no ser reversible. Dividiremos los resultados en dos casos: velocidad de deformación constante (SVC), y tensión constante (STC).

#### 3.2.1. Velocidad de deformación constante en SVC

La Fig. 3-19 muestra una curva de **tensión** versus deformación resueltas para la transición superconductor-normal y viceversa. Se ve en ella la variación de tensión de fluencia con la transición. Este cambio de tensión de fluencia es dependiente de la tensión aplicada, orientación cristalográfica, temperatura, tipo de material e independiente de la velocidad de deformación a la cual se produce la deformación (ver referencias generales).

### 3.2.1.1. Dependencia con la tensión aplicada

Hemos concentrado nuestra atención en el estudio detallado de la dependencia de  $\Delta\tau^{N-S}$  como función de la tensión aplicada en la zona I y zona II, de tal manera de poder relacionar éste con la dependencia de otros parámetros de la deformación plástica con la tensión aplicada.

La Fig. 3-20 muestra la variación de  $\tau_R / \Delta\tau^{S-N}$  versus  $\tau_R$  para dos cristales diferentes pero de la misma orientación y a la misma temperatura de trabajo. Además hemos superpuesto en la Fig. 3-20 datos de la literatura, Suzuki (1972) y Kortorz (1973), regraficados en la misma forma que los nuestros. Hemos usado como  $\tau_R$  la correspondiente al estado superconductor antes de la transición, sin embargo la diferencia con la del estado normal es pequeña y cambiaría muy poco la figura 3-20 de haber tomado esta última tensión como parámetro.

La expresión analítica para la zona II de la Fig. 3-20 es:

$$\tau_R^S / \Delta\tau^{SN} = 22,46 + .0565 \tau_R^S \text{ (gr/mm}^2\text{)} \quad (3.6)$$

donde  $\tau_R^S$  es la tensión resuelta en el estado superconductor antes de la transición.

En la zona I, a tensiones bajas, el  $\Delta\tau^{S-N}$  varía poco con la tensión resuelta y disminuye con ésta (ver Fig. 3-21) contrariamente a lo que ocurre a tensiones más altas, este comportamiento también fue observado en otras muestras. Esta es la razón del cambio de pendientes que se observa a tensiones bajas en la Fig. 3-20 tanto para nuestras mediciones como para las de la literatura.

Se realizó el mismo análisis de la inversa de la variación relativa en datos de la literatura (Suzuki, 1972 y Kortorz, 1973). Se encuentra para los datos de estos autores una variación con la tensión resuelta, similar a la nuestra (Fig. 3-20). Sin embargo Suzuki sugiere que a tensiones altas se establece una zona lineal en la dependencia de  $\Delta\tau^{SN}$  con la tensión resuelta. En cambio nosotros hemos encontrado que regraficando sus datos como  $\tau_R / \Delta\tau^{SN}$  es para esta magnitud que aparece linealidad respecto a la tensión resuelta en correspondencia con nuestras observaciones y los datos de Kortorz (Fig. 3-20). Por lo tanto se deduce que  $\Delta\tau^{SN}$  versus  $\tau$  no tiene una zona lineal dentro del rango de tensiones de

la Fig. 3-20, sino que la pendiente es siempre decreciente cuando crece la tensión aplicada acercándose a un valor asintótico. Este valor puede calcularse como el límite de  $\Delta\tau^{SN}$  de la ecuación 3-6 cuando la tensión tiende a infinito y que es igual a la inversa de la pendiente de las rectas de la Fig. 3-20. En nuestro caso, de la ecuación 3-6, se deduce que:

$$\Delta\tau_{\text{asintótico}}^{SN} = \frac{1}{.0565} = 17,7 \text{ gr/mm}^2$$

Para los datos de Suzuki y Kostorz de la Fig. 3-20 son respectivamente de 24,9 gr/mm<sup>2</sup> y 19,3 gr/mm<sup>2</sup>, también a 4°K.

### 3.2.1.2 - Dependencia con la temperatura

Se midió la variación con la temperatura del salto de tensión S-N. Los valores están referidos al valor medido a 4°K para esa tensión, deducidos a partir de la Fig. 3-20, aplicando la expresión analítica obtenida de esa figura (ecuación 3.6). De esta manera se elimina la variación del efecto por la tensión aplicada. Se está suponiendo que la dependencia con la temperatura no cambia con la tensión aplicada. Esto puede no ser correcto.

La Fig. 3-22 corresponde a tal dependencia como función de la temperatura reducida  $T/T_c$ , donde  $T_c = 7,19^\circ\text{K}$  es la temperatura crítica del plomo. La normalización supone que ambos cristales tanto en el que se varía la temperatura como el usado para obtener la expresión analítica, se comportan de manera similar. Sin embargo, esto no es necesariamente cierto. Por consiguiente la dispersión observada puede deberse a ese motivo. La dependencia con la temperatura encontrada es similar a la obtenida por Suzuki (1972), para el  $\Delta\tau^{S-N}$  total.

### 3.2.1.3 - Dependencia con la velocidad de deformación

Como ya ha sido puntualizado por varios autores (ver referencias generales), el efecto de la transición superconductor-normal a velocidad constante es independiente de la velocidad de deformación a la que se realiza la transición. Para verificar esta hipótesis a velocidades distintas se midió el efecto entre  $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-7} \text{ seg.}^{-1}$  y  $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ seg.}^{-1}$ , no encontrándose variaciones. Sin embargo, la transición inversa de normal a superconductor, sí depende de la velocidad de deformación y va disminuyen-

do a medida que se hace el experimento a mayor velocidad. Esta irreversibilidad ha sido también observada por Hutchison y Mc Bride (1972 c).

Hemos medido la relación entre el efecto S-N y el efecto N-S como función de la velocidad. La Fig. 3-23 muestra la dependencia de  $\Delta\tau^{S-N}/\Delta\tau^{N-S}$  con la velocidad. Puede observarse que a una cierta velocidad el efecto debido a la transición es reversible, es decir  $\Delta\tau^{S-N} = \Delta\tau^{N-S}$ . Se observa que la irreversibilidad del efecto es notable a velocidades de deformación altas.

El hecho de haber variado la velocidad de deformación tres órdenes de magnitud sin encontrar variación de  $\Delta\tau^{S-N}$ , implica que tampoco puede esperarse una dependencia débil con la velocidad de deformación (logarítmica, por ejemplo), como fue propuesto por G.A. Alers et al. (1969).

### 3.2.2 - Transición normal-superconductor a tensión constante (STC)

En este caso, es interesante estudiar la transición de Normal a Superconductor ya que se produce un notable aumento de la velocidad de deformación.

En la Fig. 3-24 se observa la evolución de una curva de deformación a tensión constante en el momento de producirse la transición N-S. Vemos que después de la transición, la velocidad comienza a aumentar hasta alcanzar un valor máximo (punto de inflexión) para luego evolucionar como una curva de tensión constante típica, es decir, con velocidad decreciente con el tiempo. Interesa estudiar cual es la variación de velocidad de deformación debido a la transición. Se toma como parámetro el cociente entre la velocidad inicial (antes del cambio de estado) y la velocidad máxima alcanzada en el estado superconductor.

Se ha estudiado la dependencia del cociente de velocidades como función de la tensión aplicada, temperatura y velocidad de deformación antes de la transición.

#### 3.2.2.1 - Variación del cociente de velocidad N-S como función de la velocidad de deformación

Se ha encontrado una fuerte dependencia del cociente de velocidades N-S como función de la velocidad inicial. En las curvas experimentales de Gindin et al. (1971) puede observarse una dependencia similar aunque dichos autores no analizan este problema directamente. Esta variación puede ser

mayor que dos órdenes de magnitud. Este es, sin duda, el motivo de la gran dispersión observada en los resultados del Soldatov et al. (1970). Se supone que estos autores no tuvieron en cuenta esta dependencia.

Se analizaron transiciones a tensión constante con distintas velocidades iniciales a partir del estado normal. La Fig. 3-25 es una gráfica del cociente de velocidades N-S como función de la inversa de la velocidad inicial. Se observa un comportamiento aproximadamente lineal entre el cociente de velocidades y la inversa de la velocidad inicial. La dependencia es más fuerte en la zona II que para tensiones bajas como puede verse fácilmente en la Fig. 3-25. Observemos también que si esta recta pasara por el origen implicaría que la velocidad final en el estado superconductor sería independiente de la velocidad inicial, y por lo tanto una constante. Esto no ocurre exactamente, como se ve en la figura. Sin embargo para dos transiciones con velocidades en el estado normal que difieren, por ejemplo, en el 140 % las velocidades finales en el estado superconductor difieren entre sí tan sólo 15 %.

#### 3.2.2.2 - Cambio de velocidad N-S como función de tensión aplicada.

El cambio de velocidad N-S es dependiente también de la tensión aplicada. El experimento debe realizarse a velocidad inicial (estado normal) constante, a fin de eliminar la variación con ésta, que ya analizáramos en la sección anterior. Sin embargo, es dificultoso partir siempre de una velocidad ya que hay que hacer una estimación grosera de la pendiente en el registrador. Por lo tanto es necesario realizar una normalización posterior que compense la variación por diferente velocidad inicial. El camino seguido para esta normalización es el siguiente: primero se grafica el cambio de velocidad N-S como función de la tensión, se normaliza a un estado de igual tensión aplicada, se grafica el cambio de velocidades N-S (con tensión normalizada) como función de la velocidad inicial, esto con el objeto de obtener una variación global de todos los puntos con la velocidad inicial. Con esta dependencia obtenida se renormalizan los datos iniciales a un estado de igual velocidad. Con este procedimiento, y si las variaciones de velocidad no son muy grandes (como efectivamente se conseguía) se consigue que el error introducido por cambios de velocidad inicial sea de segundo orden.

La Fig. 3-26 muestra la dependencia con la tensión resuelta del cambio de velocidad N-S. De la figura se puede ver que para la zona I el efecto es aproximadamente constante y luego en zona II es creciente con la tensión resuelta. Esta es, cualitativamente, la misma dependencia que tiene con la tensión el salto S-N a velocidad de deformación constante (SVC). Para tensiones cercanas a las de fluencia, el efecto crece rápidamente con la tensión como puede verse para los primeros puntos de la Fig. 3-26.

#### 3.2.2.3 Cambio de velocidad N-S como función de temperatura

Para obtener la variación del efecto con la temperatura se han hecho transiciones N-S a tensión constante para distintas temperaturas, ya que todos los puntos en temperatura variable no pueden hacerse a la misma tensión aplicada, se ha usado aquí el mismo procedimiento de normalización de la sección 3.2.2.2, para referir las mediciones a un mismo estado de tensión resuelta. También este experimento se ha normalizado a un mismo valor de velocidad inicial.

La variación con la temperatura del efecto en cuestión, puede observarse en la Fig. 3-27. Se han usado como variables, la temperatura reducida  $T/T_c$  y el logaritmo del cambio de velocidad N-S. La línea llena trazada por los puntos nos da una idea del valor de extrapolación a  $0^\circ\text{K}$ .

#### 3.2.2.4-Relación entre la velocidad de deformación y tiempo luego de un cambio N-S

Quando el material entra en el estado superconductor, el comportamiento de la velocidad de deformación vs. tiempo no responde a la ecuación 3.3. La velocidad de deformación pasa por un máximo un cierto tiempo después de la transición. Pasado otro intervalo de tiempo, recién alcanza un régimen estacionario (ver Fig. 3-24).

La Fig. 3-28 representa la inversa de la velocidad de deformación para el estado superconductor como función del tiempo transcurrido a partir de la transición. Puede observarse que al comienzo la velocidad de deformación va en aumento (disminuye la inversa) hasta el punto correspondiente a la inflexión de la curva de la Fig. 3-24 a partir del cual comienza a disminuir y luego se hace lineal en el tiempo ( $t$ ) dentro del error experimental.

Este tipo de curvas, como puede verse, es muy similar a las de la Fig. 3-16 donde analizábamos transitorios correspondientes a variaciones grandes de carga. En este caso la situación es idéntica si consideramos que la variación de tensión efectiva en experimentos a tensión aplicada constante debida a la transición normal-super es equivalente a la variación de tensión efectiva (y por lo tanto aplicada) que aparece en experimentos a velocidad de deformación constante. Por otra parte, esto ha sido comprobado experimentalmente por Gindin et al. (1971) de cuyos resultados queda demostrada la equivalencia entre las curvas tensión/deformación a tensión constante (STC) con las de velocidad constante (SVC) en lo que respecta a la transición S-N.

T A B L A 3-III

Parámetros de las curvas de la figura 3-17 bis

| Curva | $\tau_R$           | $\dot{a}_{in}$                     | $\Delta\tau_R$     | estado | cristal |
|-------|--------------------|------------------------------------|--------------------|--------|---------|
| Nº    | gr/mm <sup>2</sup> | 10 <sup>-6</sup> seg <sup>-1</sup> | gr/mm <sup>2</sup> | ----   | Nº      |
| 1     | 119                | 9.1                                | 3.2                | N      | I-72    |
| 2     | 109                | 3.5                                | 3.2                | N      | I-72    |
| 3     | 101                | 5.0                                | 3.2                | S      | I-72    |
| 4     | 115                | 0.79                               | 3.2                | N      | I-72    |
| 5     | 684                | 2.8                                | 3.2                | N      | I-73    |
| 6     | 124                | 6.0                                | 4.2 *              | N-S    | I-72    |
| 7     | 113                | 7.7                                | 3.9 *              | N-S    | I-72    |

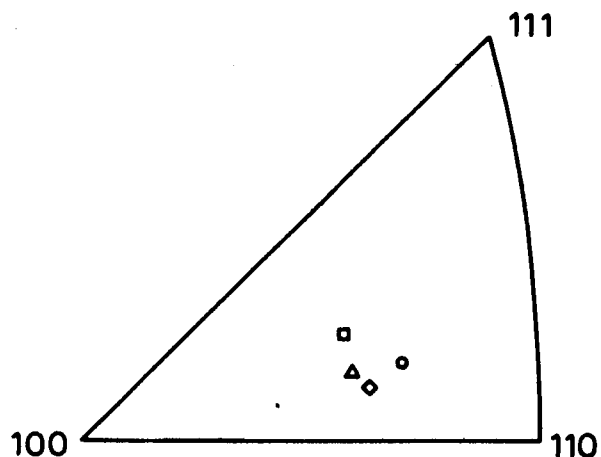
$\tau_R$  = Tensión resuelta

$\dot{a}_{in}$  = Velocidad de deformación inicial, antes del incremento

$\Delta\tau_R$  = Incremento de tensión

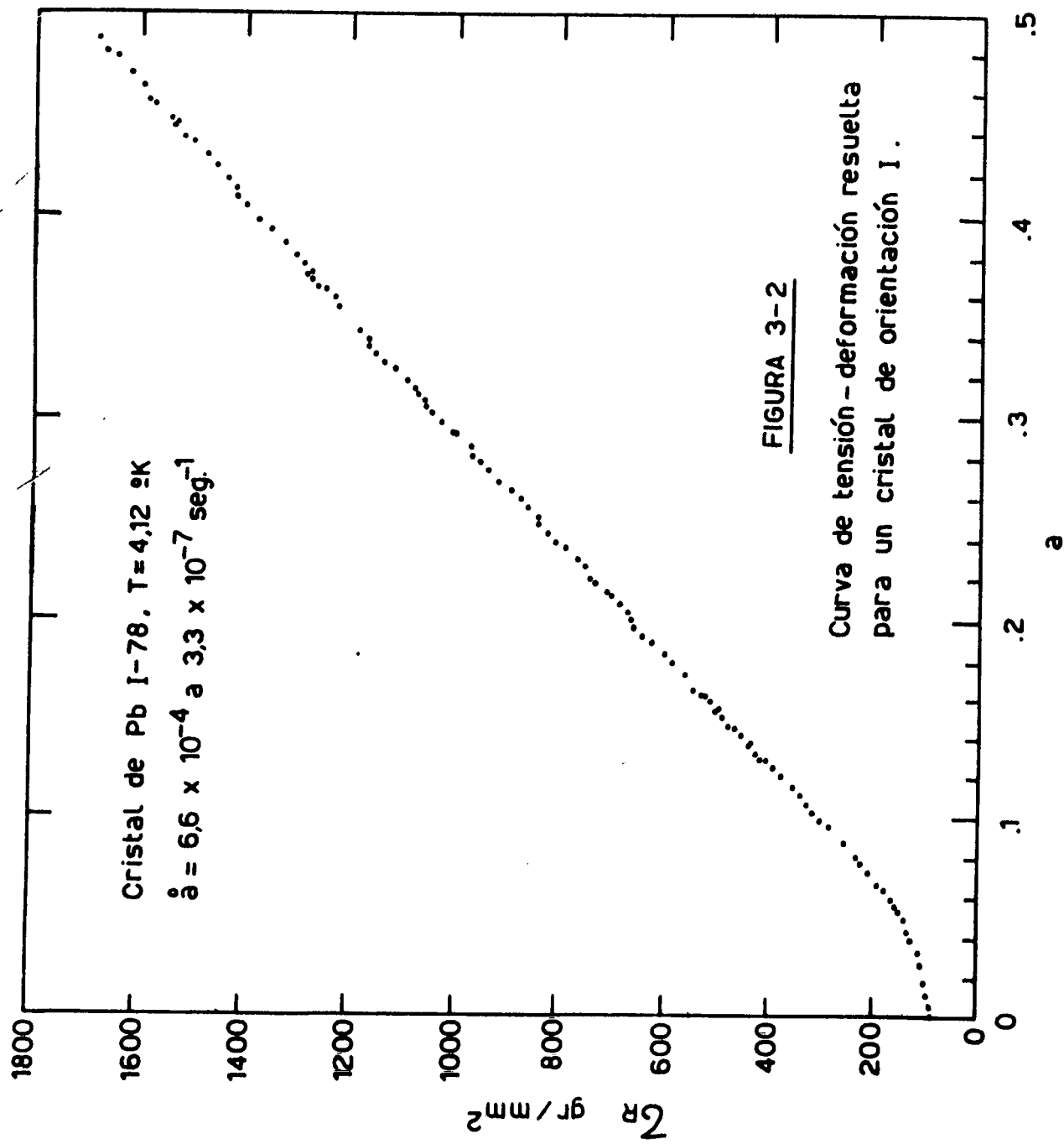
\* Estos valores de  $\Delta\tau_R$  son los correspondientes al  $\tau_R$  usado, aplicando la ecuación 3.6

**FIGURA 3-1**



| Símbolo | Cristal                   | $\varphi$ ° | $\lambda$ ° |
|---------|---------------------------|-------------|-------------|
| ◦       | Serie I                   | 43.5        | 46.5        |
| ◊       | 22                        | 43          | 47          |
| ◻       | 5                         | 49          | 41          |
| △       | Kostorz(1973)<br>B-Pb-I-3 | 45          | 45          |
| —       | Suzuki (1972)             | Desconocida |             |

Orientaciones cristalográficas de los cristales usados en éste trabajo.  $\varphi$  y  $\lambda$  son los ángulos entre el eje tensil y la normal al plano de deslizamiento y la dirección de deslizamiento respectivamente.-



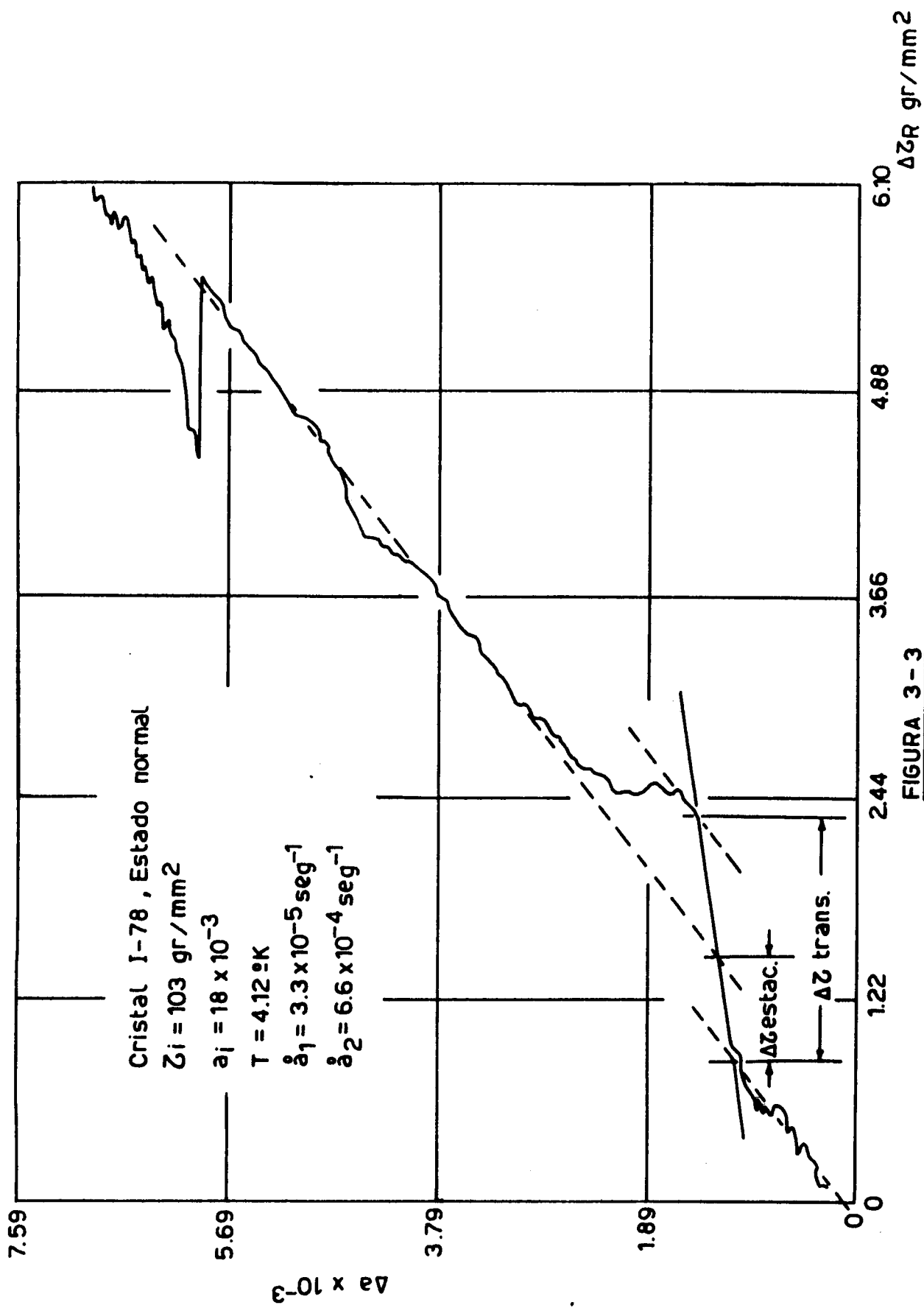


FIGURA 3-3

Salto de tensión debido a un cambio de velocidad de deformación de 20 ( veinte ) veces.

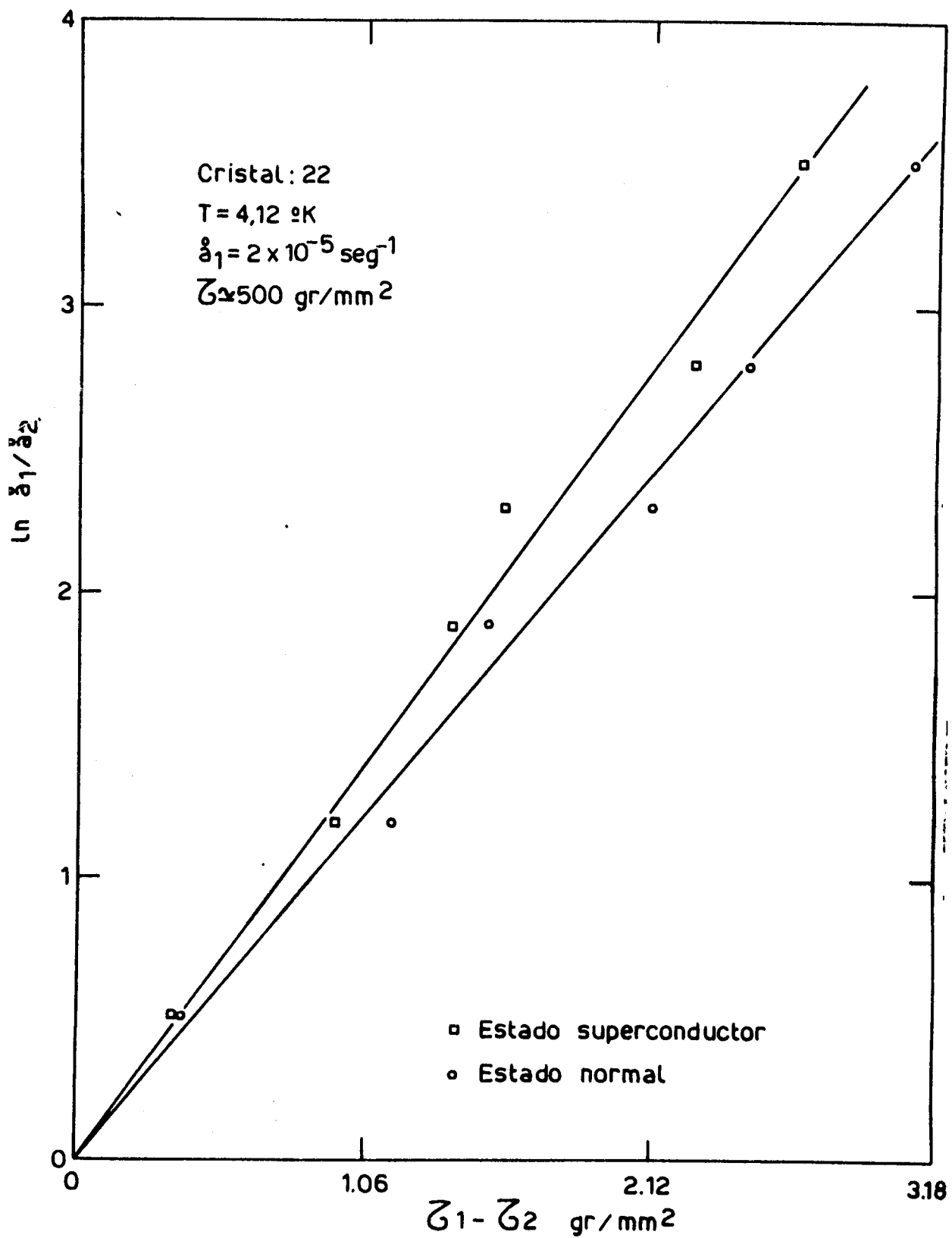
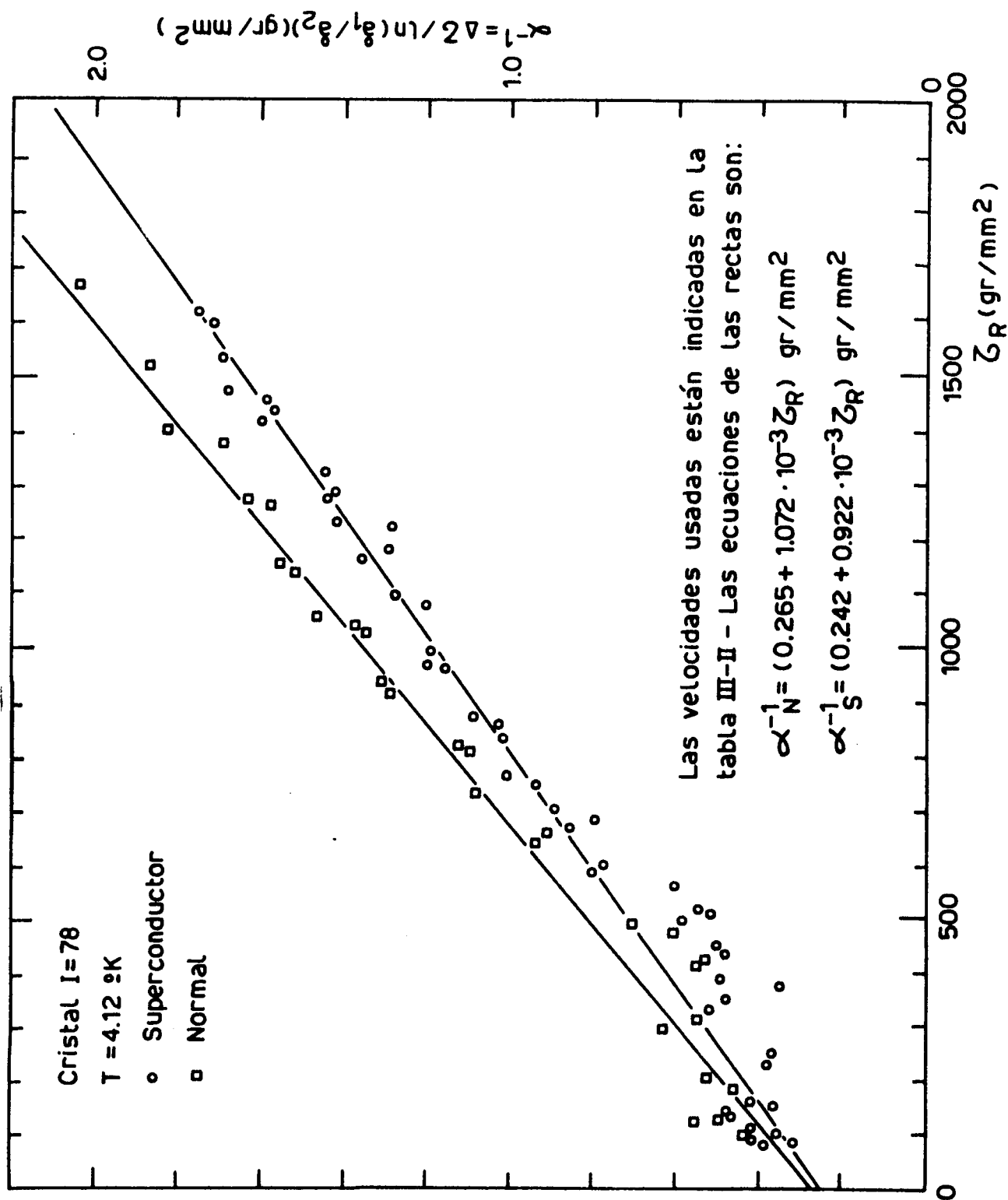


FIGURA 3-4

Variación de la tensión resuelta ante cambios de velocidad de deformación.



**FIGURA 3-5**

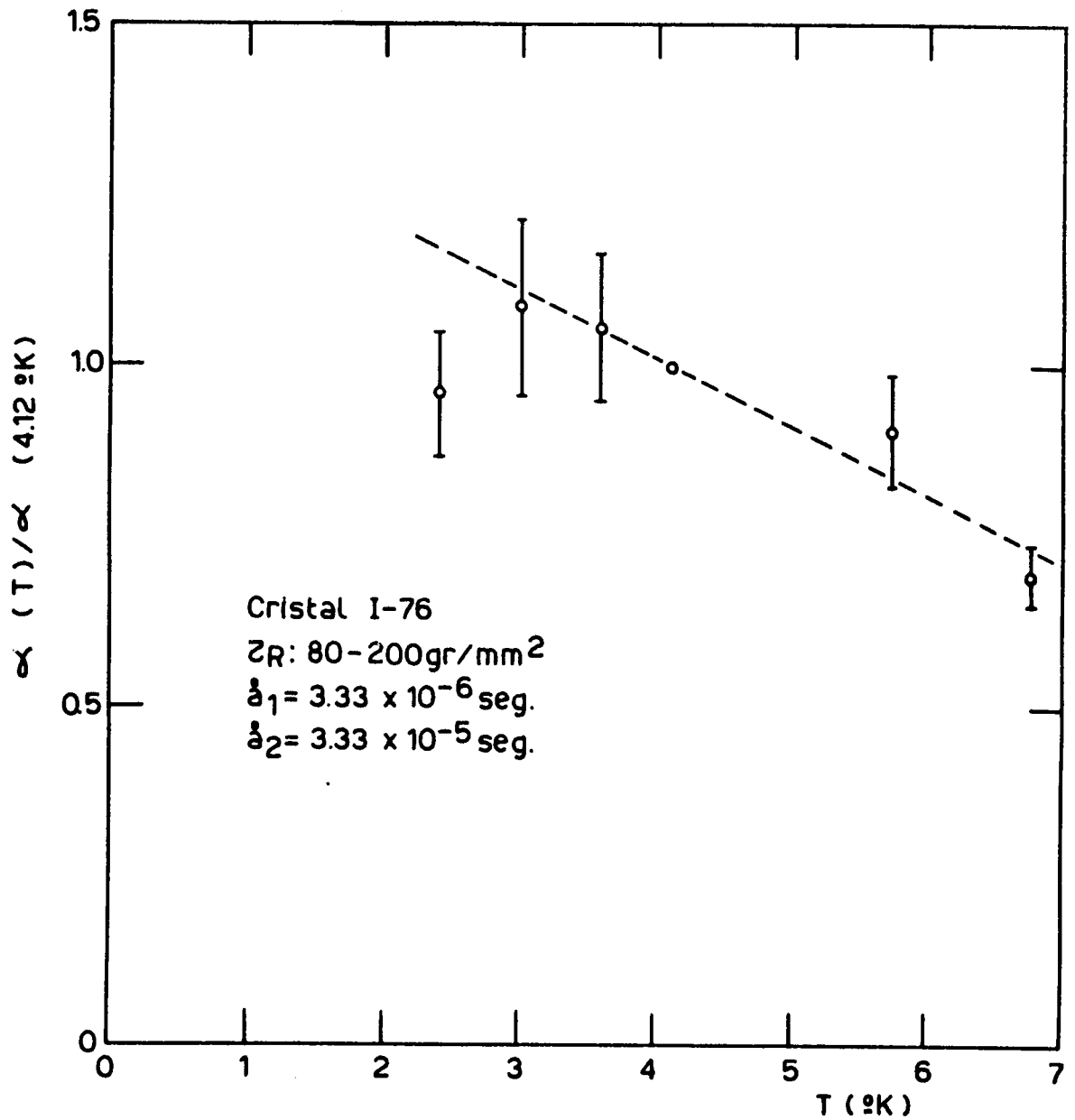
Variación de tensión debida a cambios de velocidad de deformación  
como función de la tensión resuelta.

TABLA III - II

| ZR gr/mm <sup>2</sup> | $\dot{\epsilon}_1 \text{ seg}^{-1}$ | $\dot{\epsilon}_2 \text{ seg}^{-1}$ | factor |
|-----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|--------|
| 86 - 355              | $3.33 \times 10^{-5}$               | $6.66 \times 10^{-4}$               | 20     |
| 378 - 436             | $3.33 \times 10^{-6}$               | $6.66 \times 10^{-5}$               | 20     |
| 453 - 562             | $3.33 \times 10^{-6}$               | $3.33 \times 10^{-4}$               | 100    |
| 585 - 1185            | $3.33 \times 10^{-5}$               | $6.66 \times 10^{-4}$               | 20     |
| 1225 - 1290           | $3.33 \times 10^{-6}$               | $3.33 \times 10^{-5}$               | 10     |
| 1307 - 1437           | $3.33 \times 10^{-5}$               | $3.33 \times 10^{-4}$               | 10     |
| 1456 - 1596           | $6.66 \times 10^{-6}$               | $6.66 \times 10^{-4}$               | 100    |
| 1618 - 1682           | $3.33 \times 10^{-5}$               | $6.66 \times 10^{-4}$               | 20     |

Velocidades de deformación a las que fueron medidos  
los puntos de la figura 3-5.-

FIGURA 3-6



Dependencia con la temperatura de  $\alpha$  , relativo al valor a 4.12 °K.

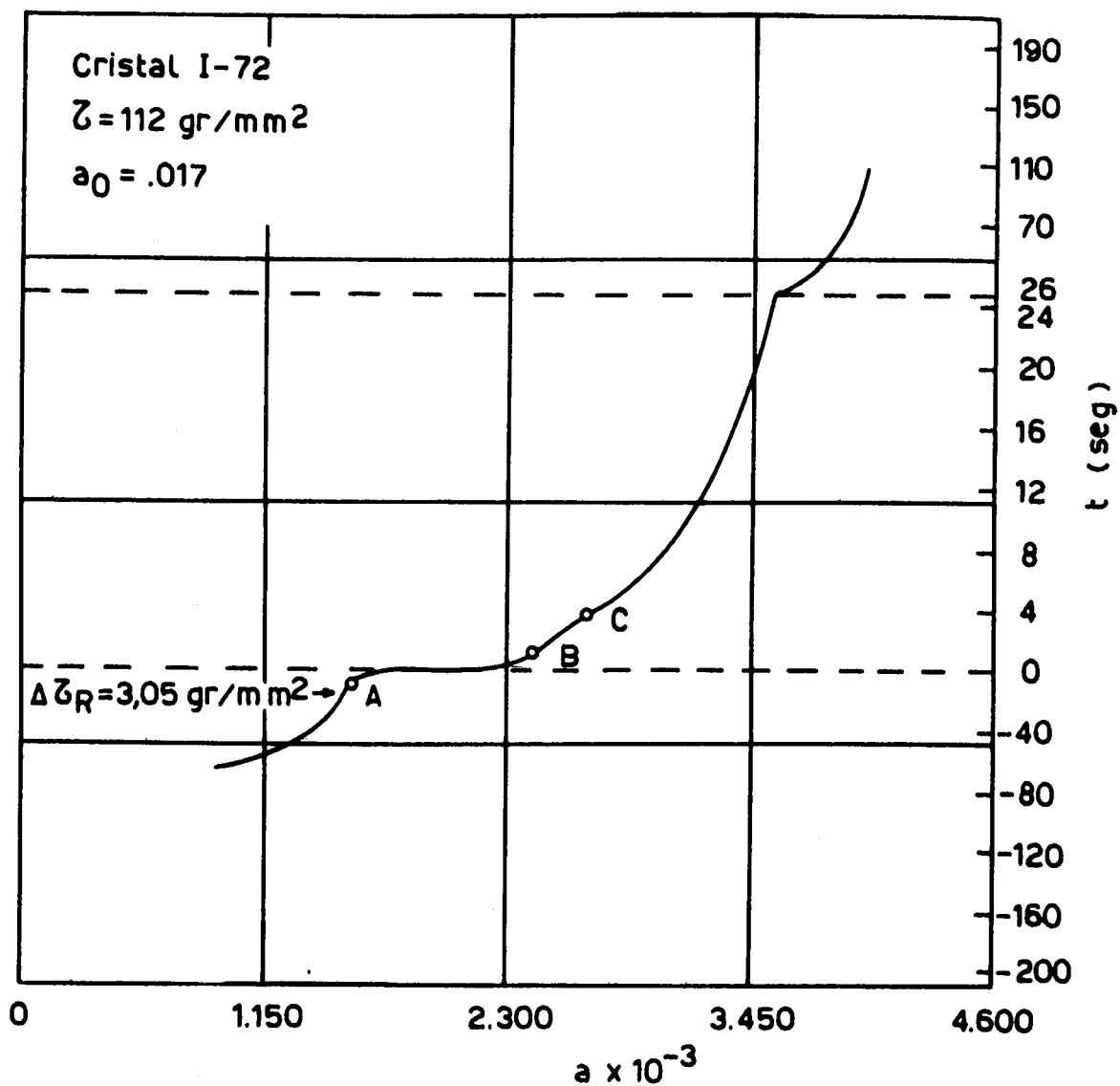


FIGURA 3-7

Porción de la curva de deformación versus tiempo mostrando el efecto producido por un incremento de tensión.

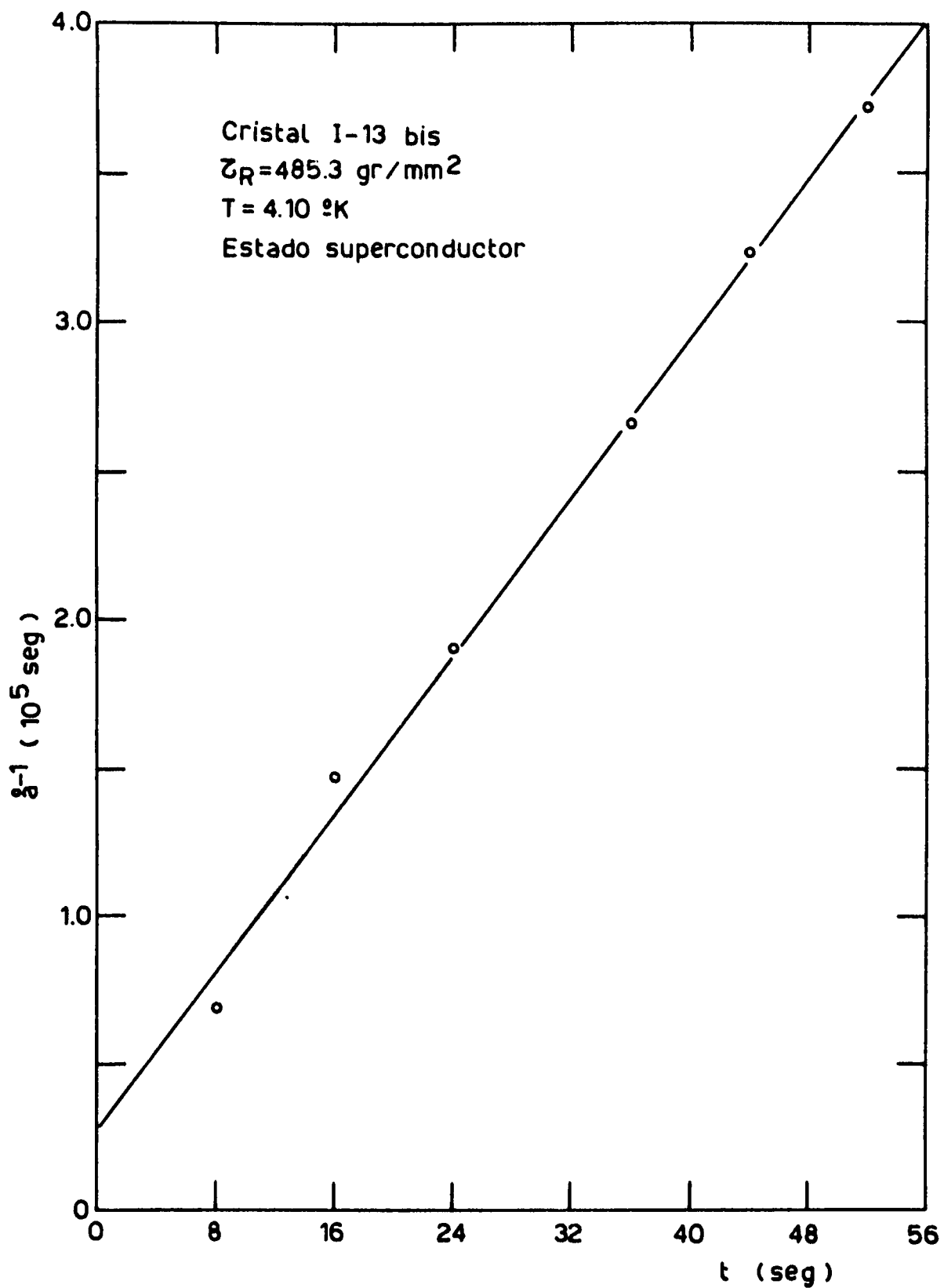


FIGURA 3-8

Linealidad observada entre la inversa de la velocidad de deformación y el tiempo a tensión constante. Curva típica.

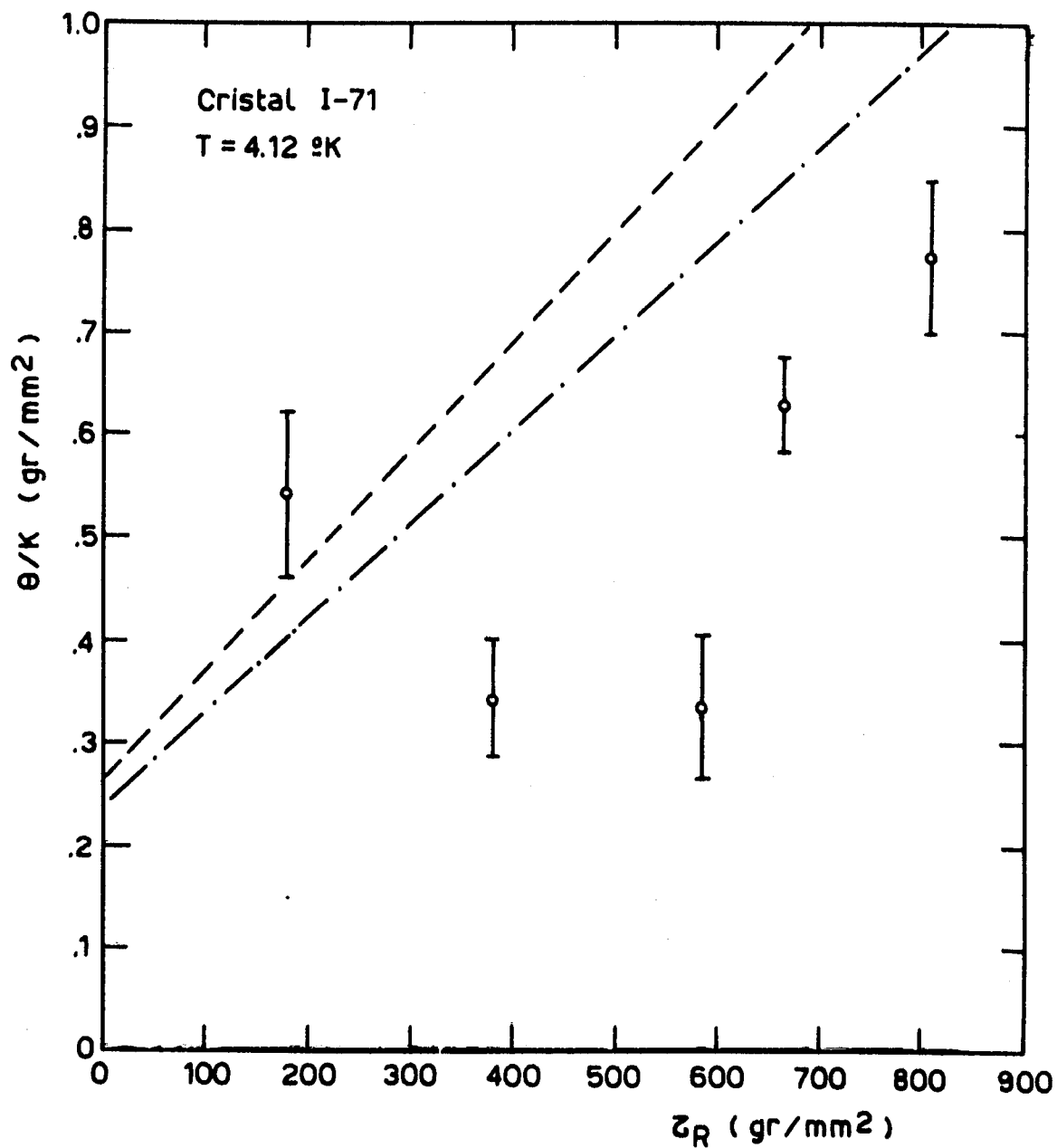
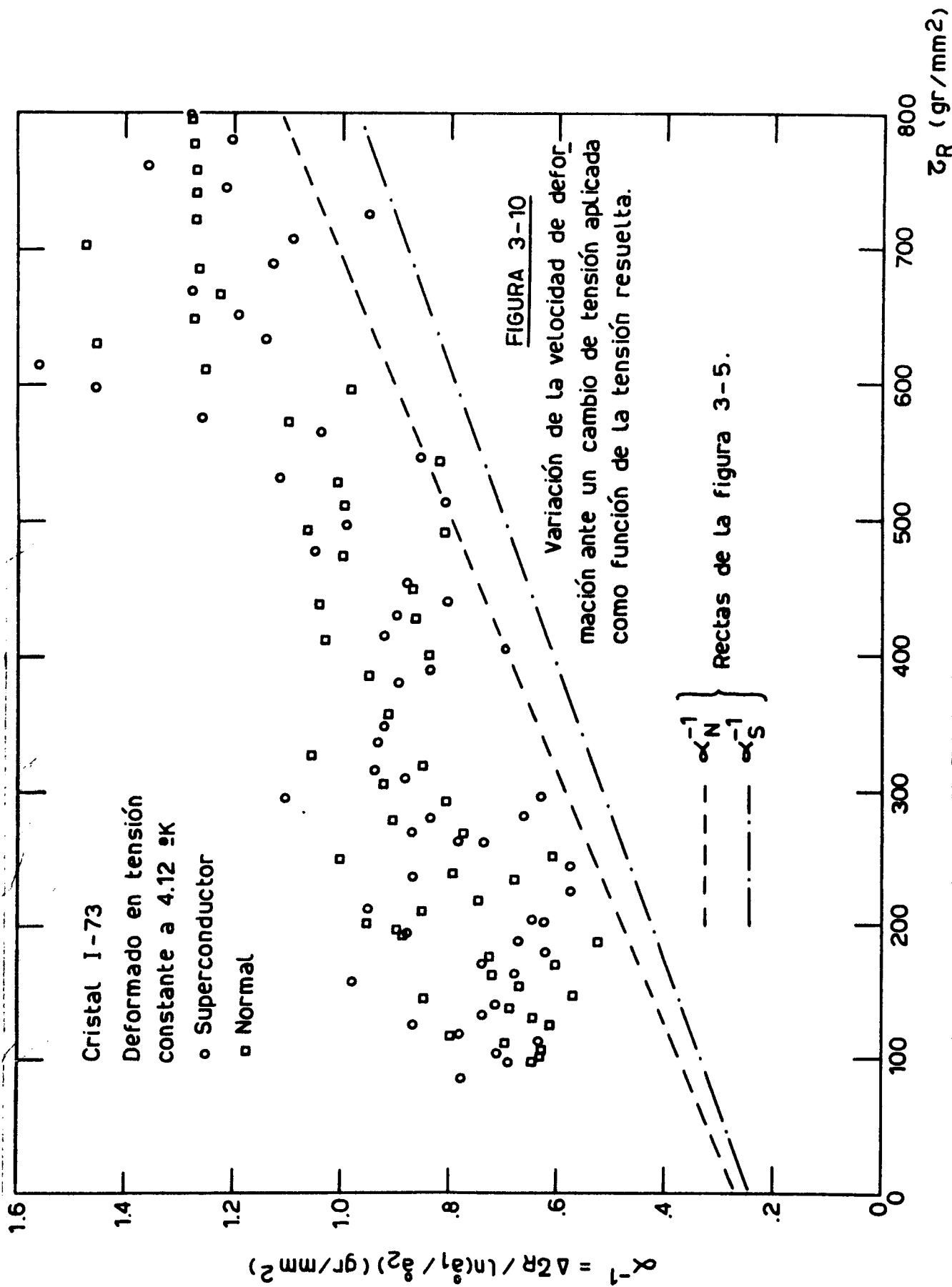


FIGURA 3-9

Inversa de la pendiente de la figura 3-8 (K) relativa al endurecimiento ( $\theta$ ) como función de la tensión aplicada resuelta.

---  $\alpha_N^{-1}$   
 -.-.  $\alpha_S^{-1}$

} Rectas de la figura 3-5



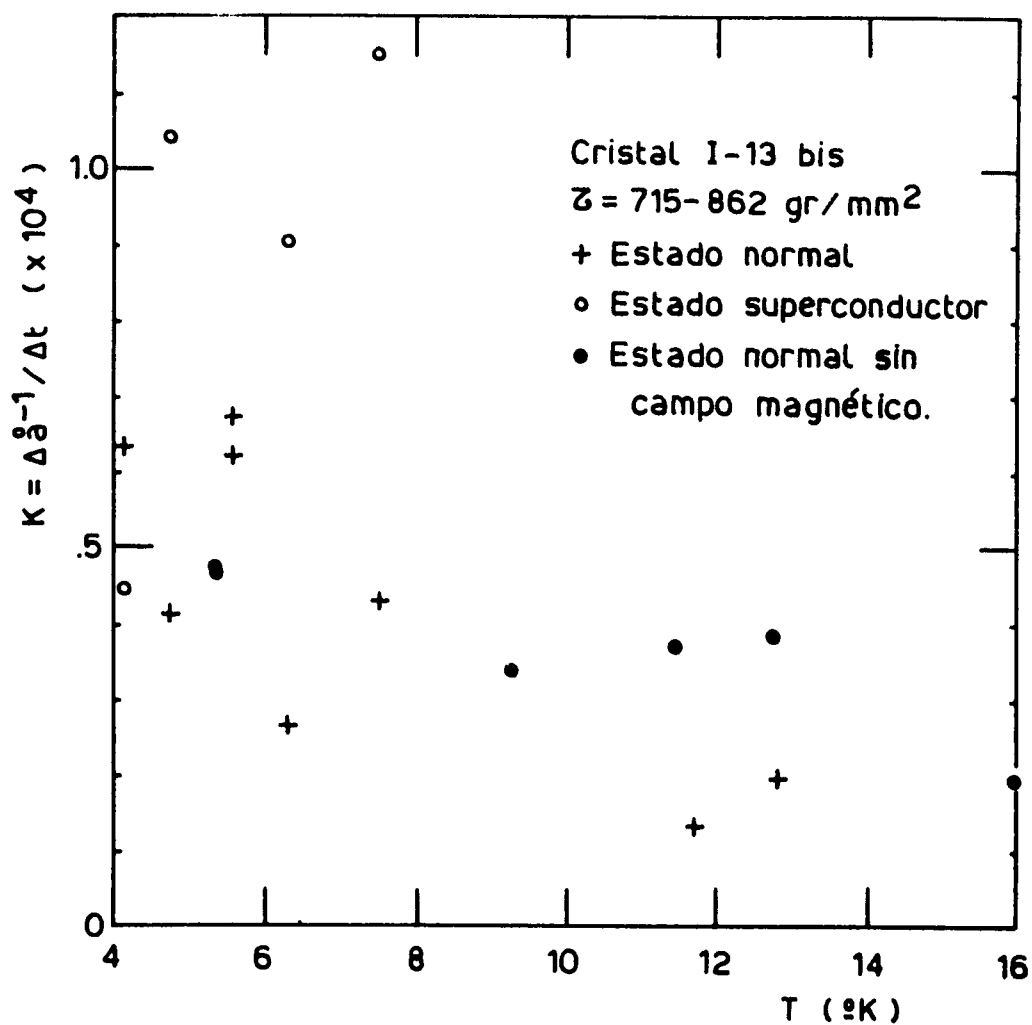
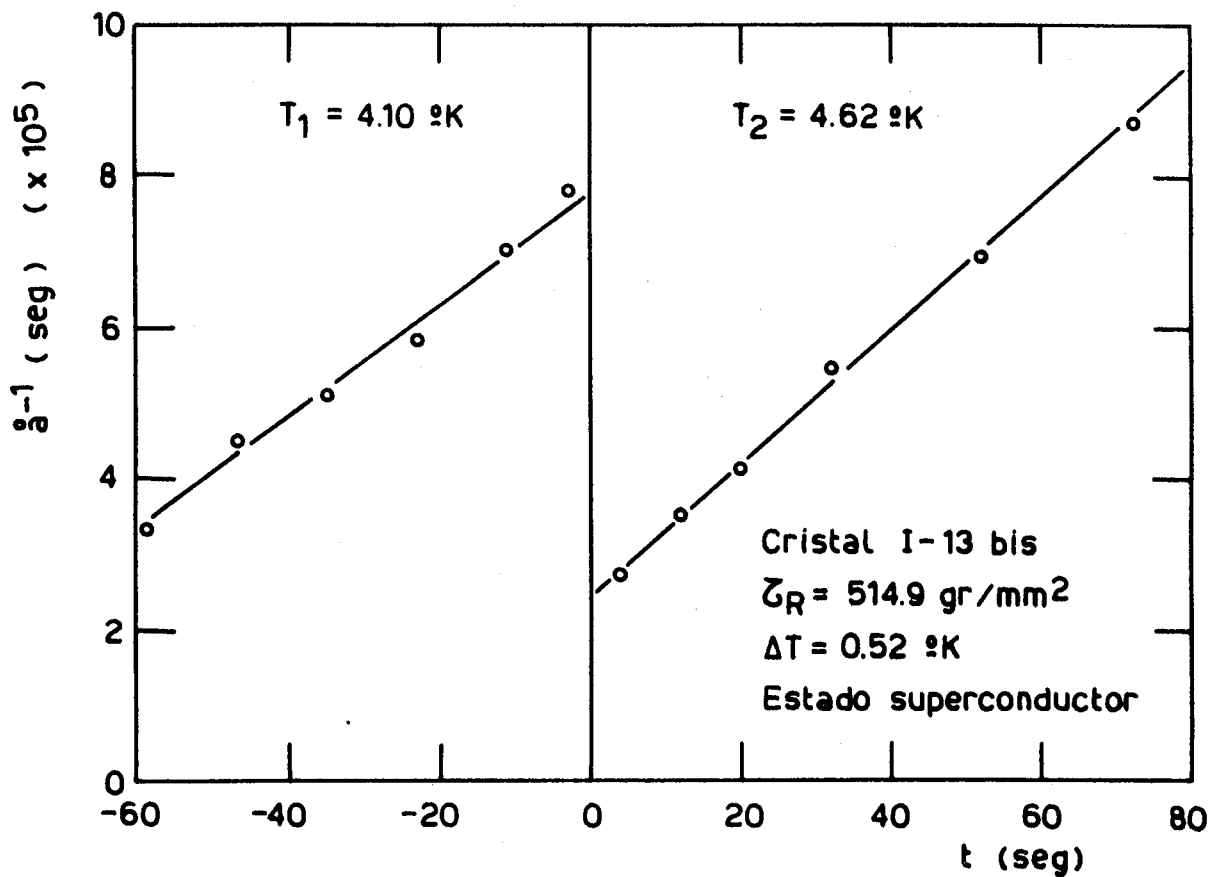


FIGURA 3-11

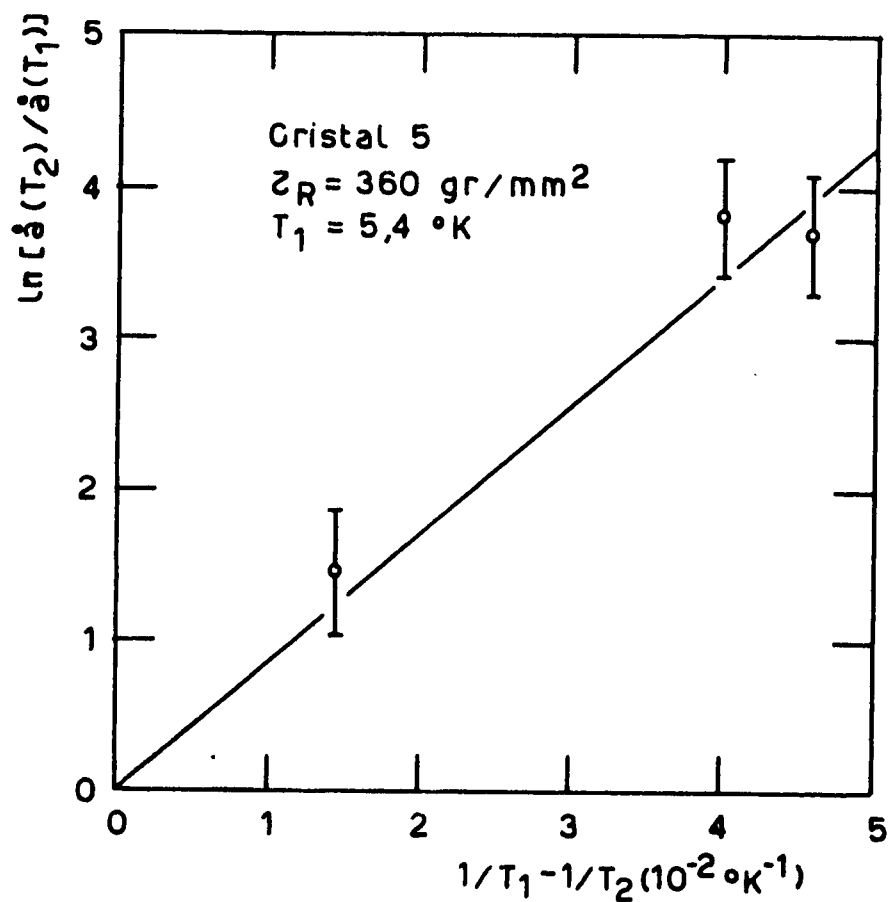
Pendiente K de la recta  $\Delta^2$  Vs t como función de la temperatura para ambos estados.

FIGURA 3-12



Cambio en la inversa de la velocidad de deformación producido por un cambio de temperatura a tensión constante.

FIGURA 3-13



Dependencia del logaritmo del cambio de velocidad de la figura 3-12 con el incremento de la recíproca de la temperatura.

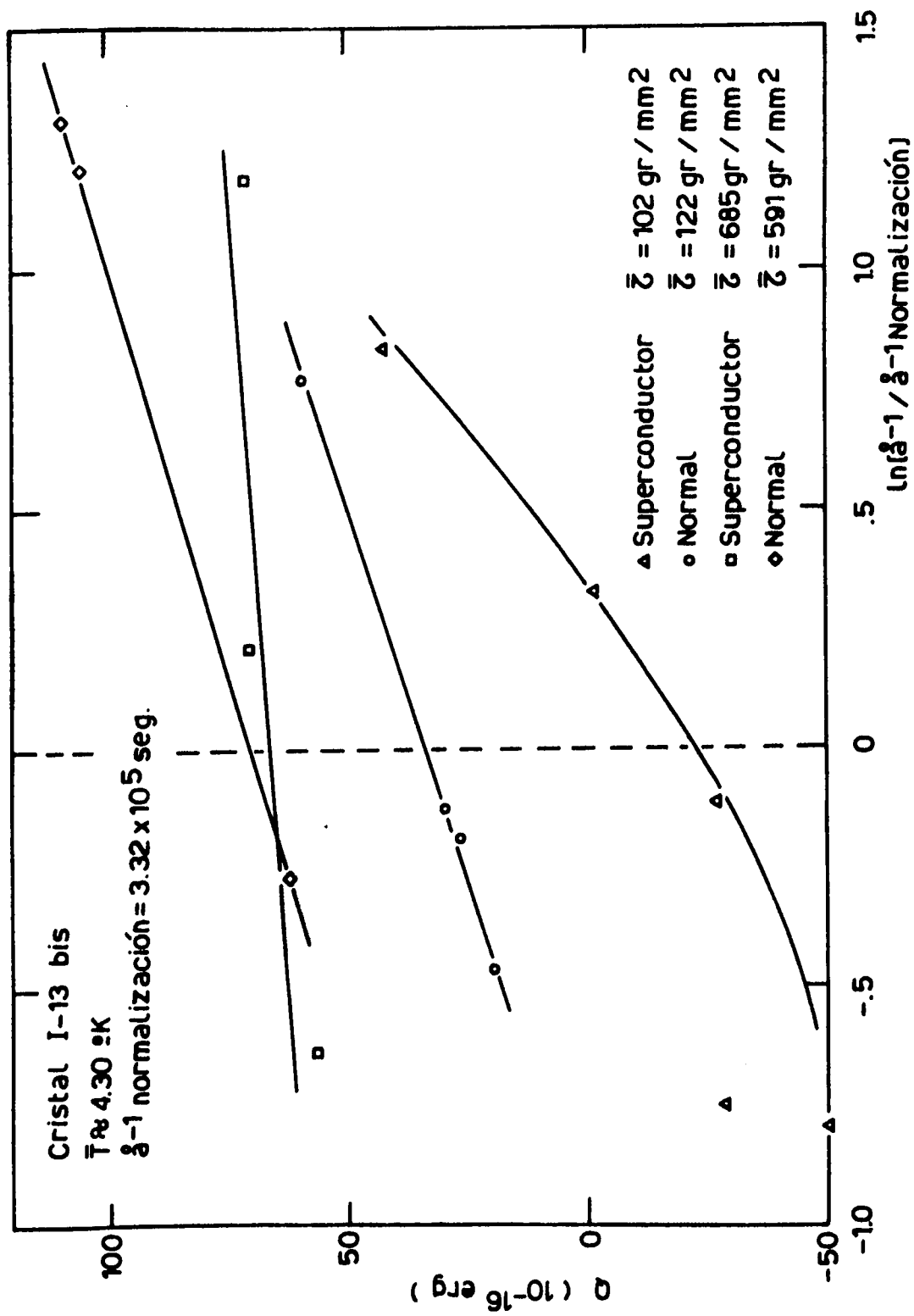
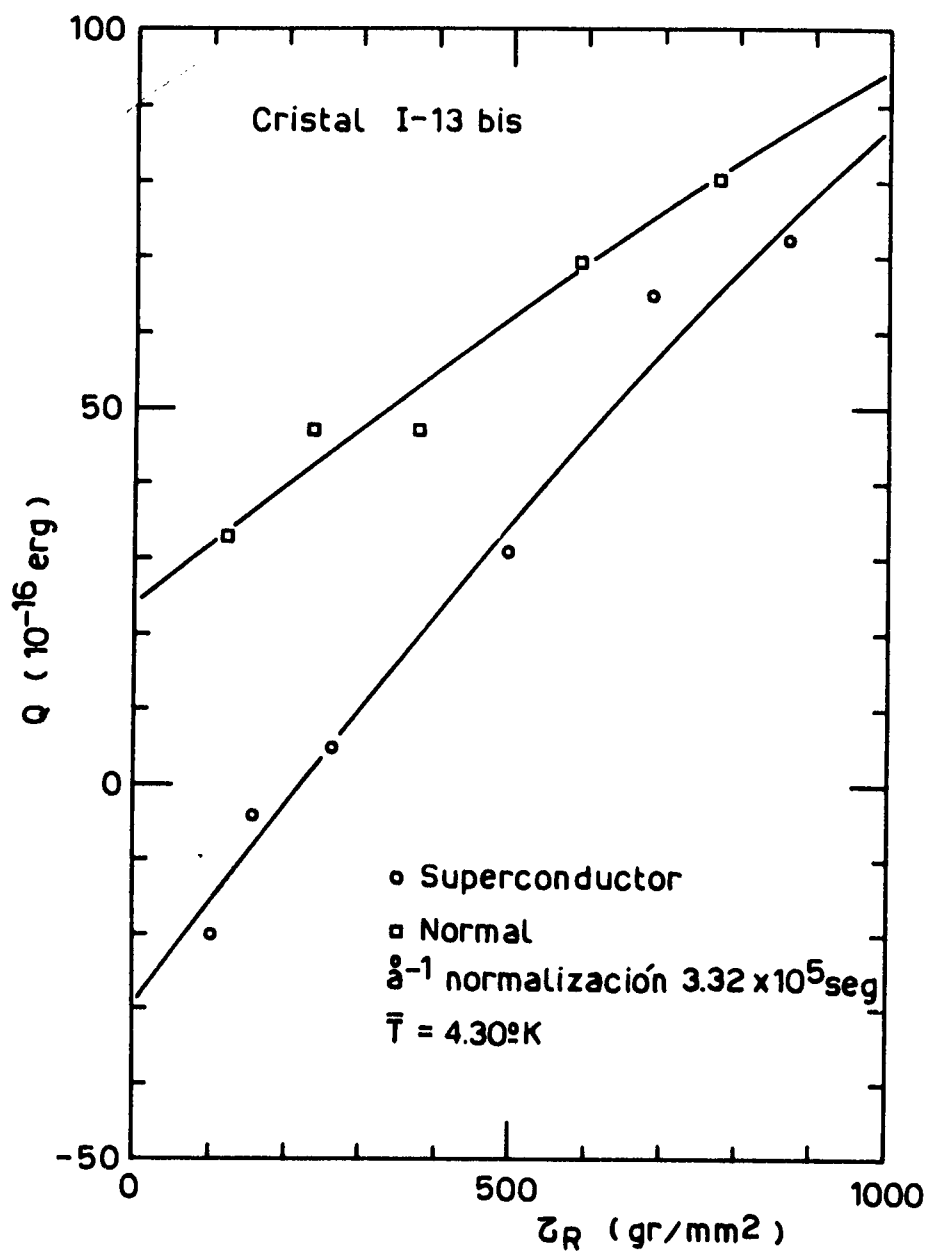


FIGURA 3-14

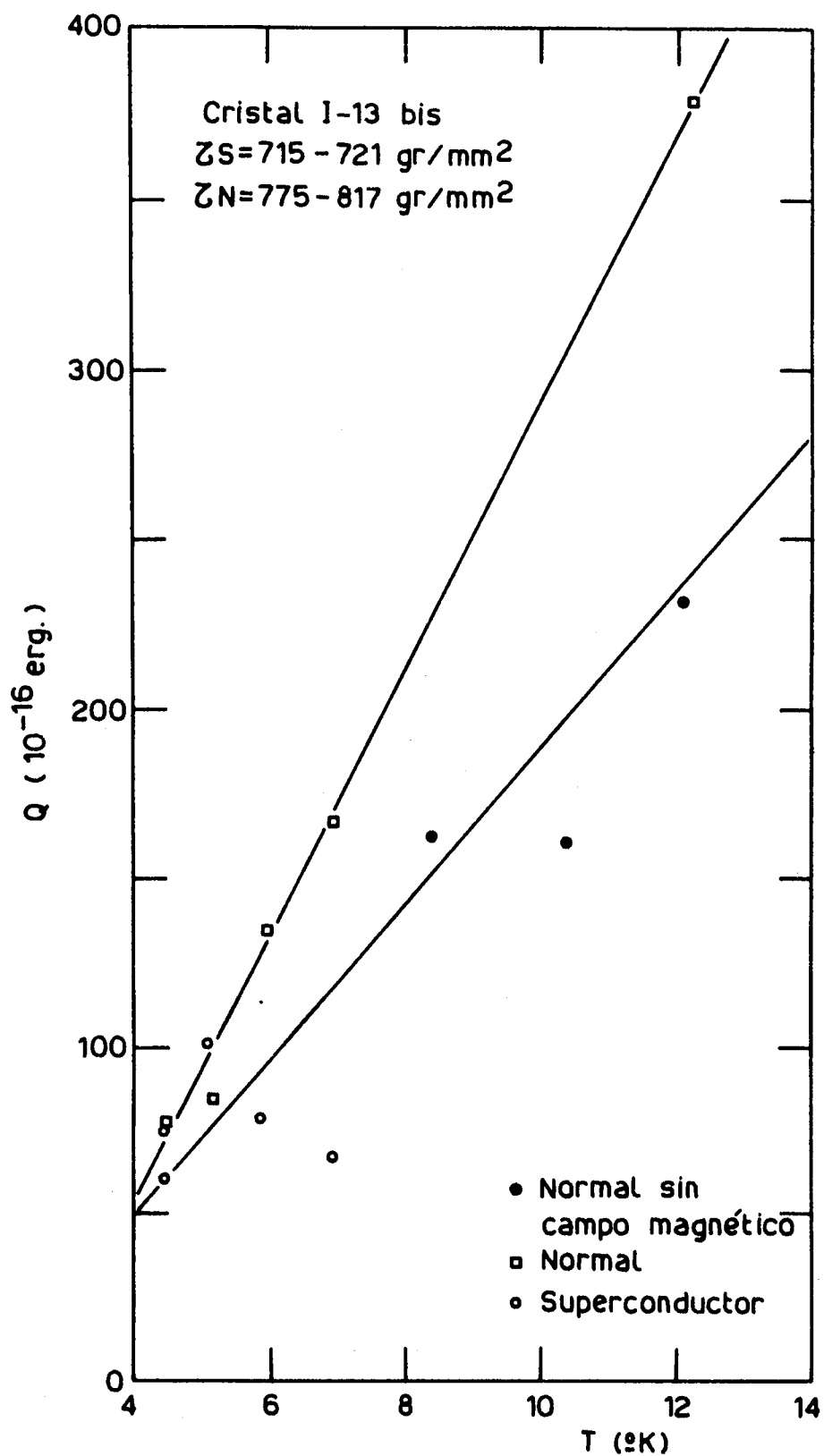
Curvas de energía de activación en función de la inversa de la velocidad de deformación donde se muestra el procedimiento de normalización a velocidad constante

FIGURA 3-15



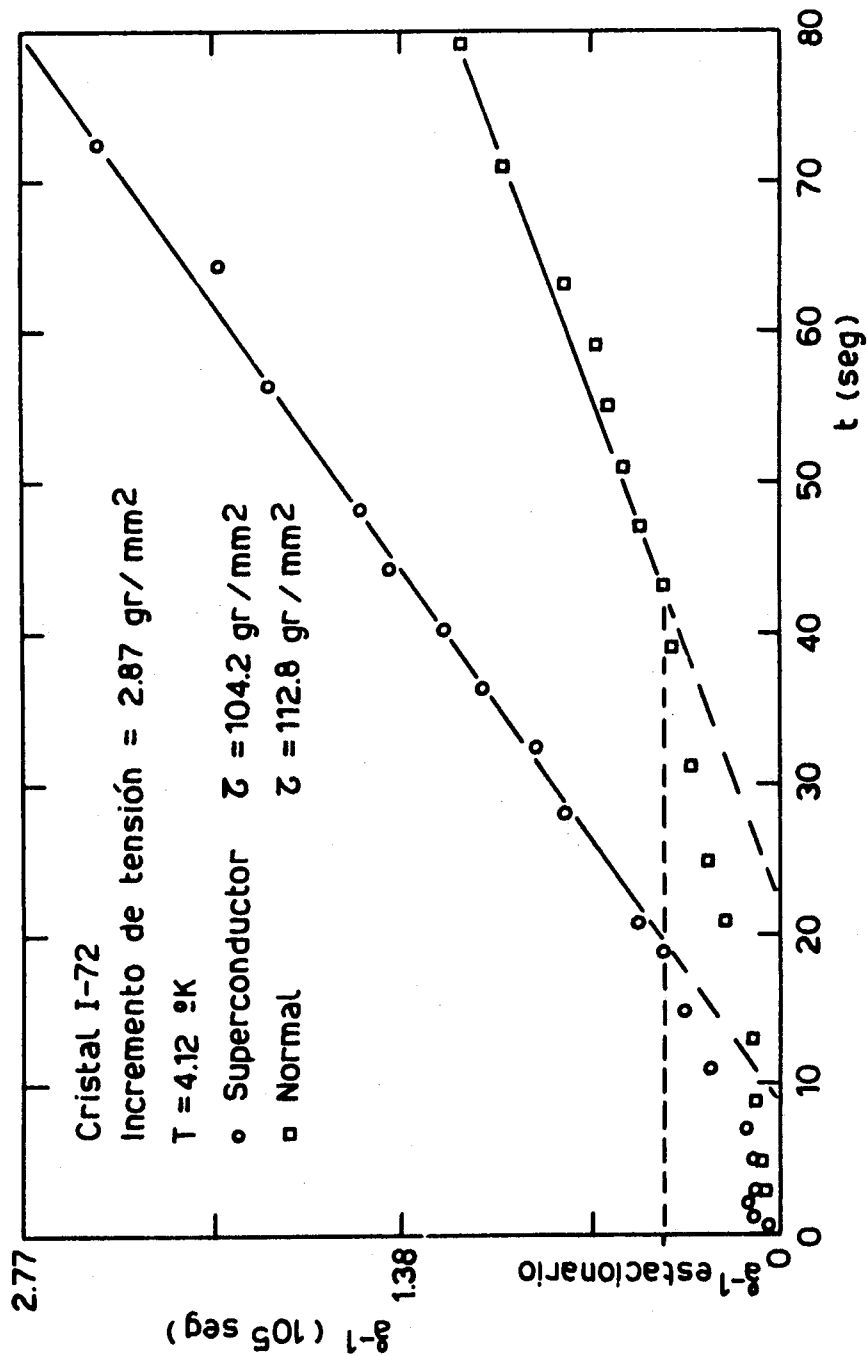
Energía de activación como función de la tensión  
 resuelta para una misma velocidad de deformación

FIGURA 3-16



Energía de activación como función de la temperatura en los estados normal y superconductor.

**FIGURA 3-17**



**Etapas transitorias en la velocidad de deformación luego de un incremento grande de tensión.**

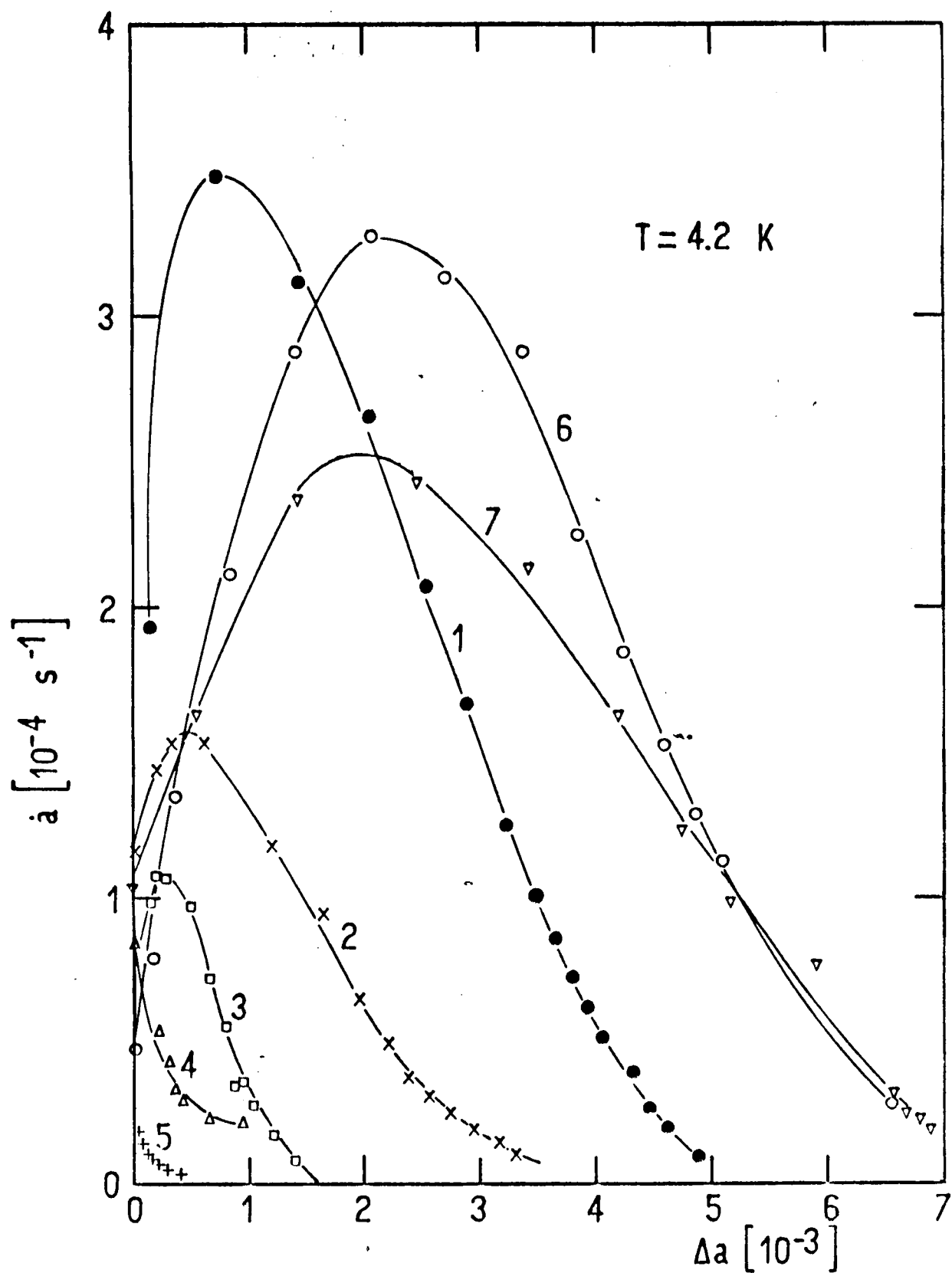
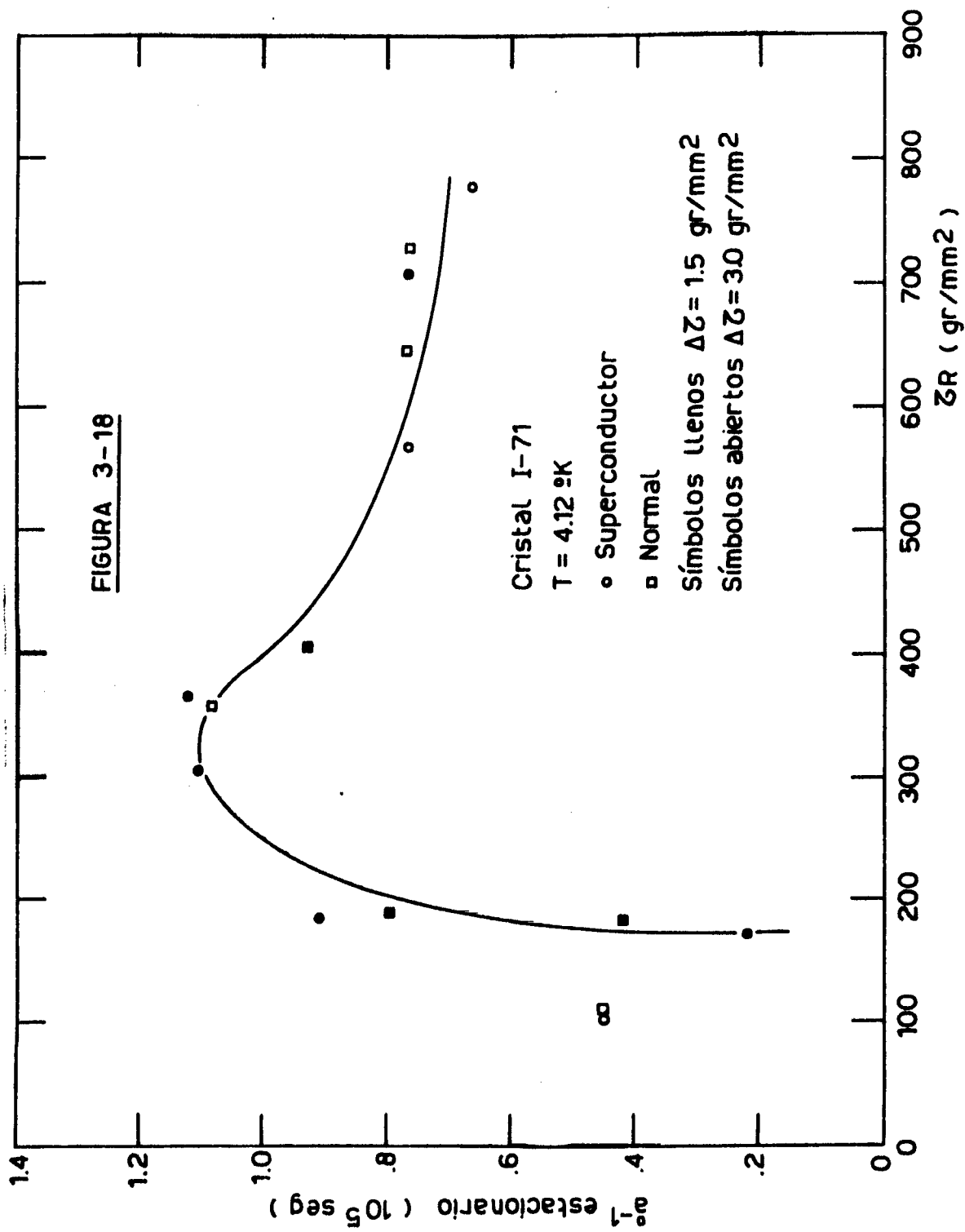


Figura 3-17 bis

Evolucion de la velocidad de deformacion como funcion de la deformacion para varias condiciones segun tabla 3-III.



Variación con la tensión resuelta de la velocidad de deformación a la que termina la etapa transitoria luego de un incremento de tensión.

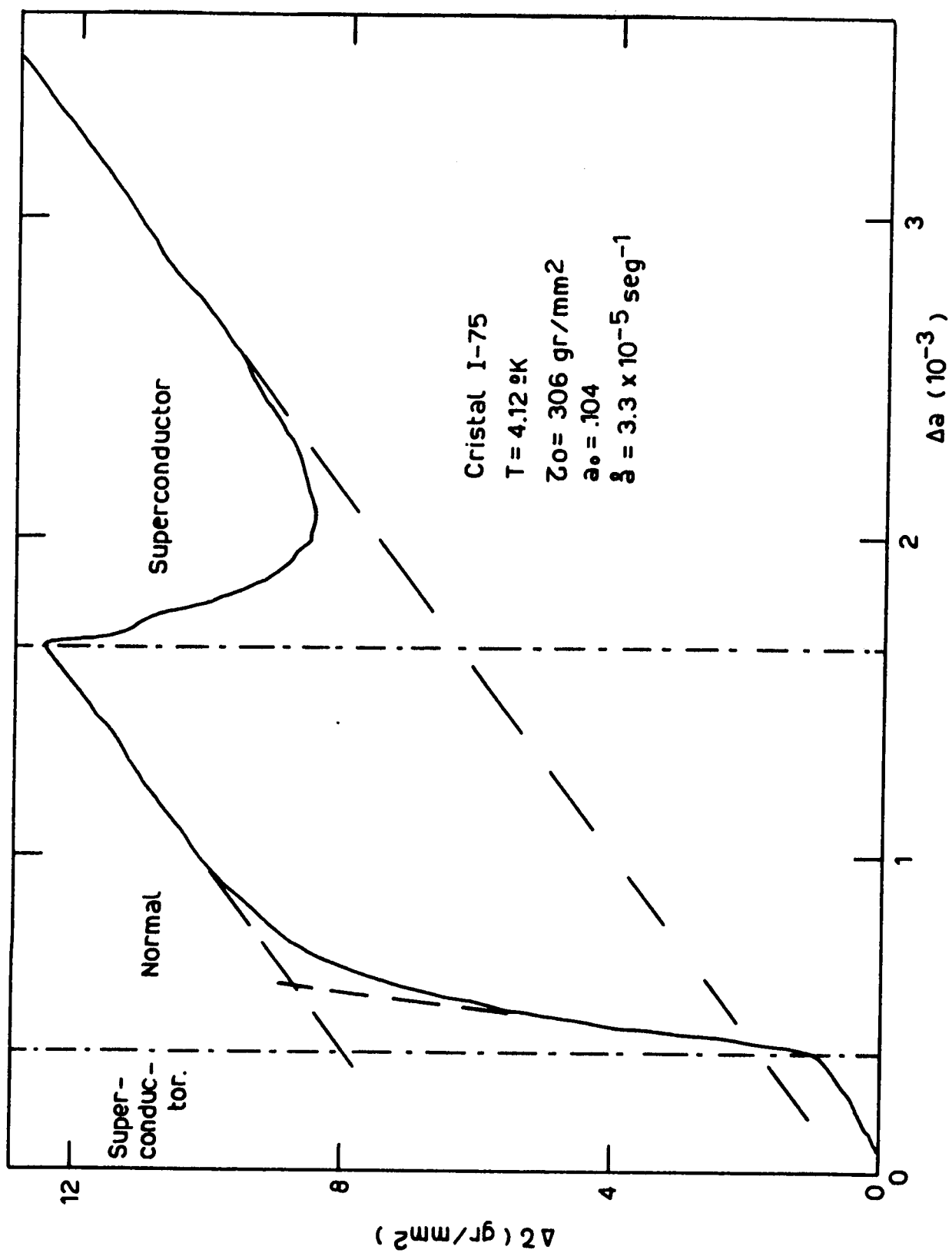


FIGURA 3-19

Transición Superconductor - Normal a velocidad constante.

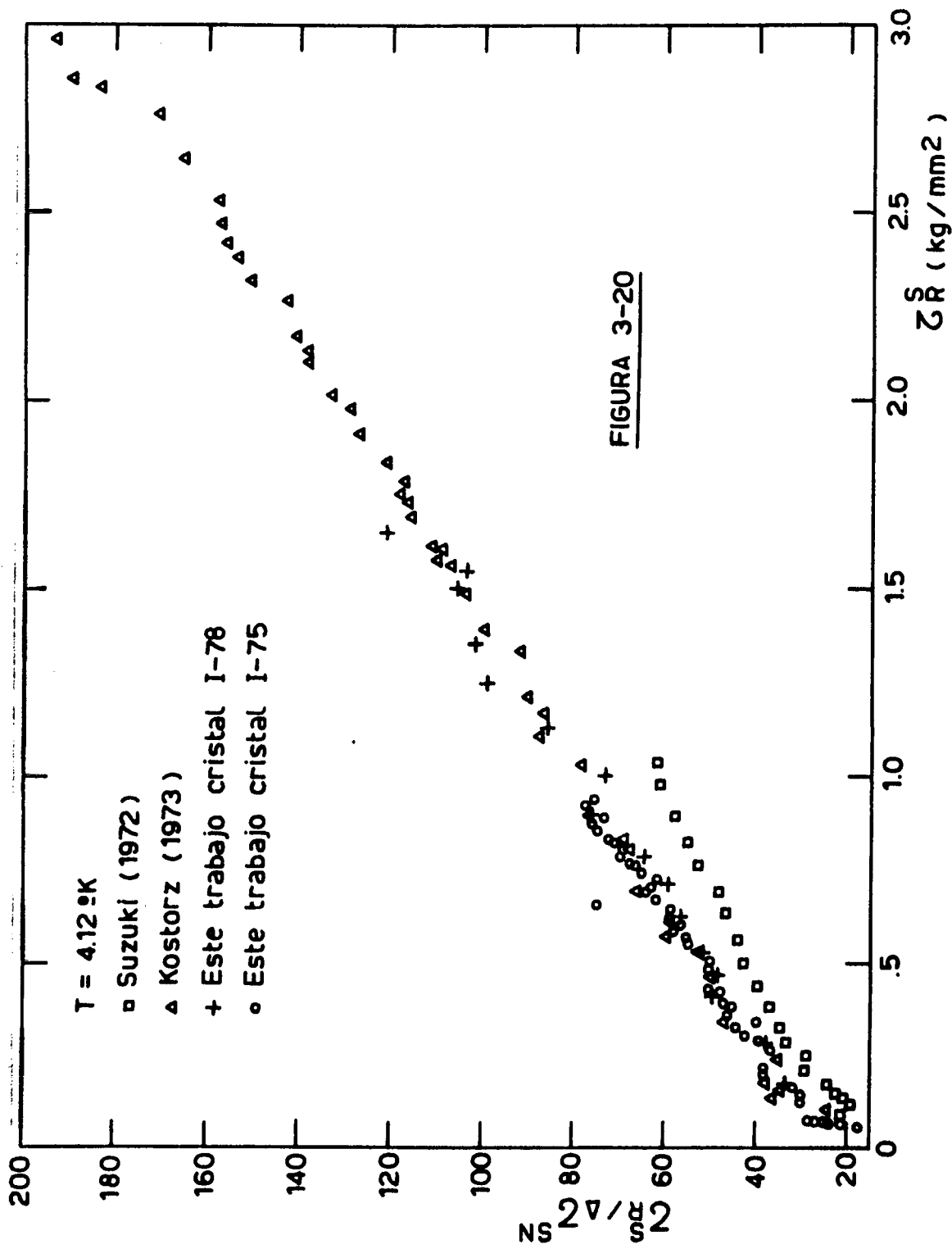
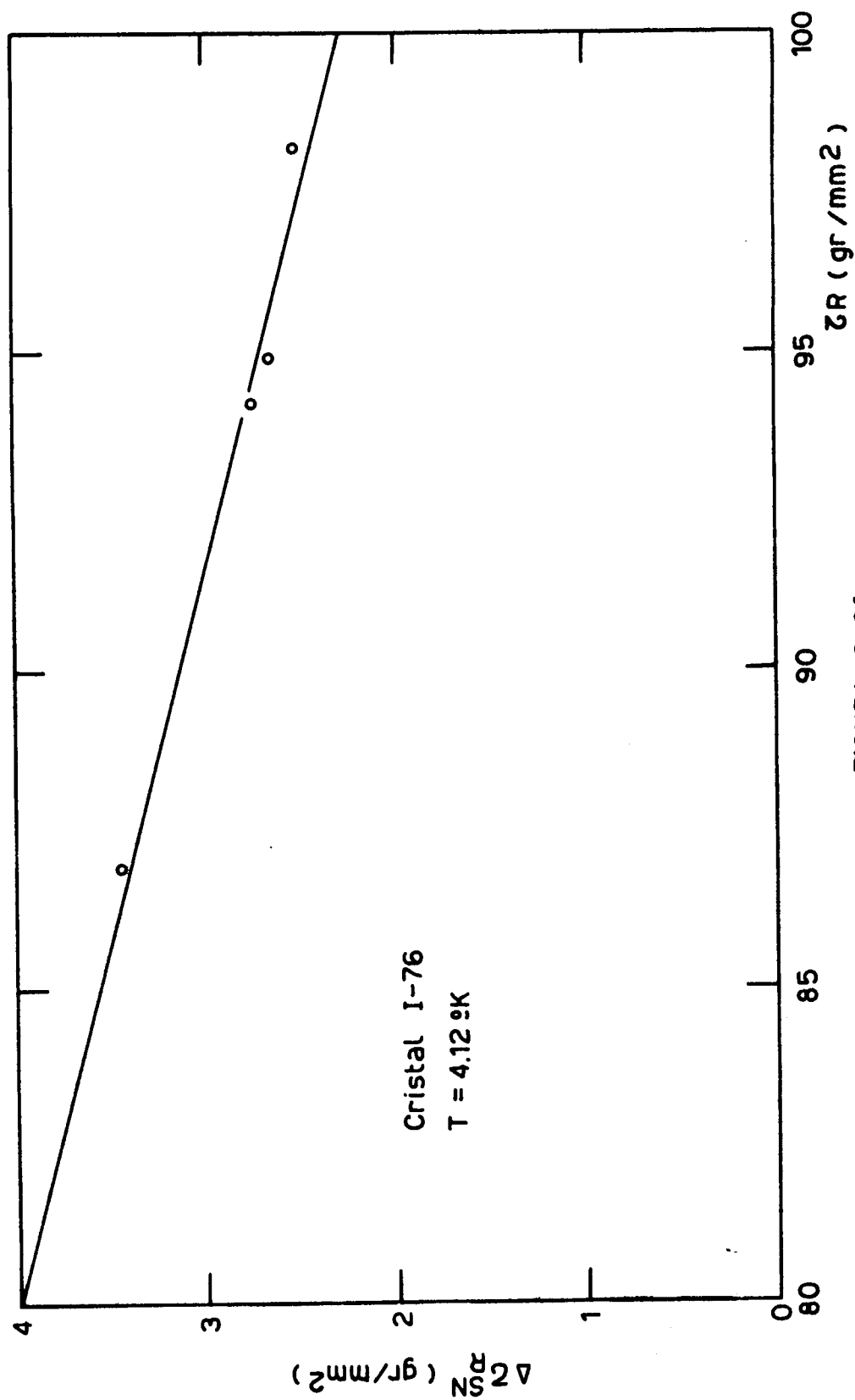


FIGURA 3-20

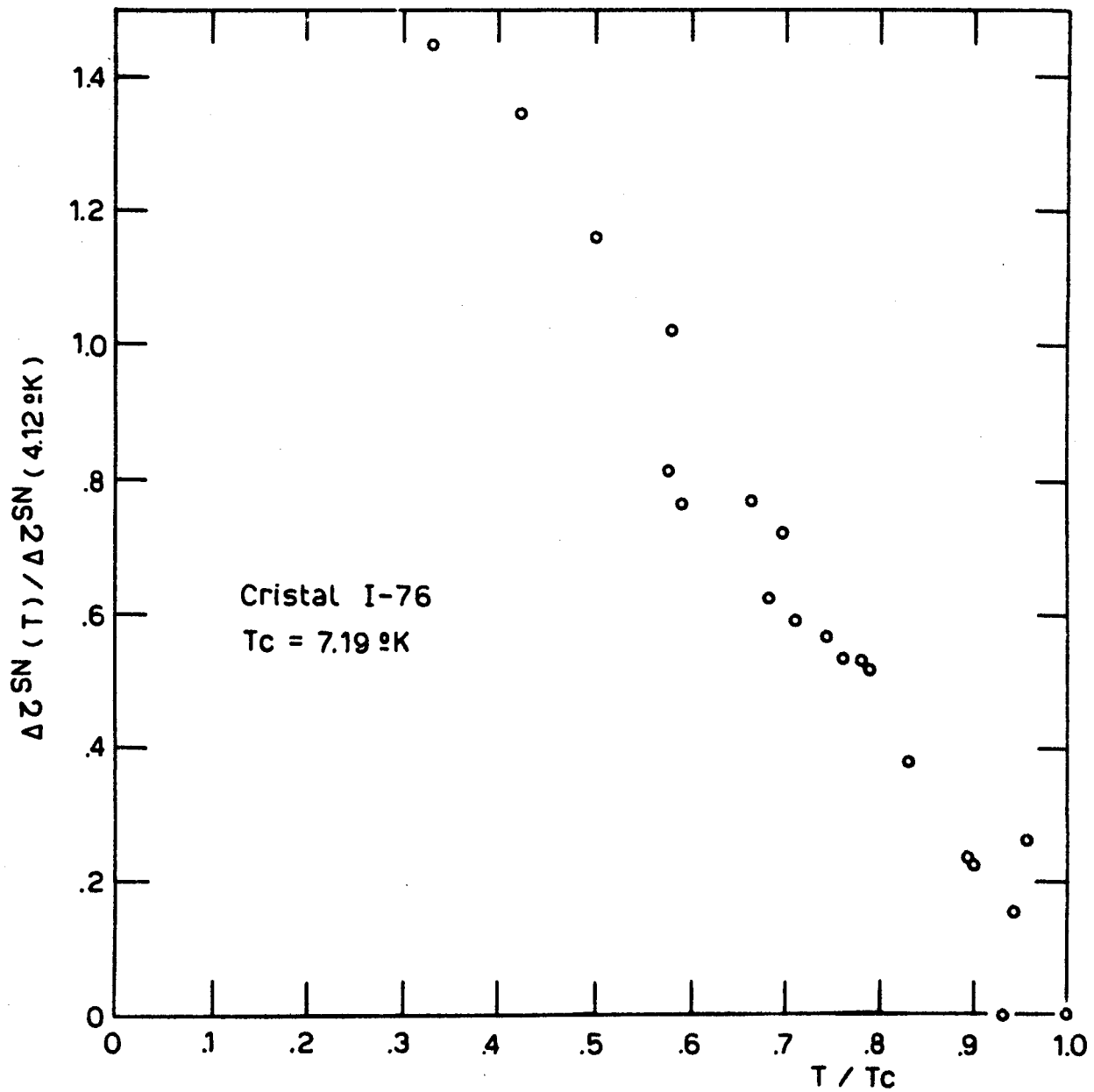
Inversa de la variación relativa del cambio de tensión superconductor normal ( $\Delta Z_{SN}$ ) respecto de la tensión resuelta en el estado superconductor ( $Z_{SN}$ ) como función de la tensión resuelta en el estado superconductor.



**FIGURA 3-21**

Cambio de tensión resuelta  $\Delta \sigma_R^{SN}$  en la transición Normal - Superconductor para tensiones bajas como función de la tensión resuelta.

FIGURA 3-22



Dependencia con la temperatura reducida ( $T / T_c$ ) del incremento de tensión Superconductor - Normal relativo al valor del incremento a  $4.12^\circ K$ .

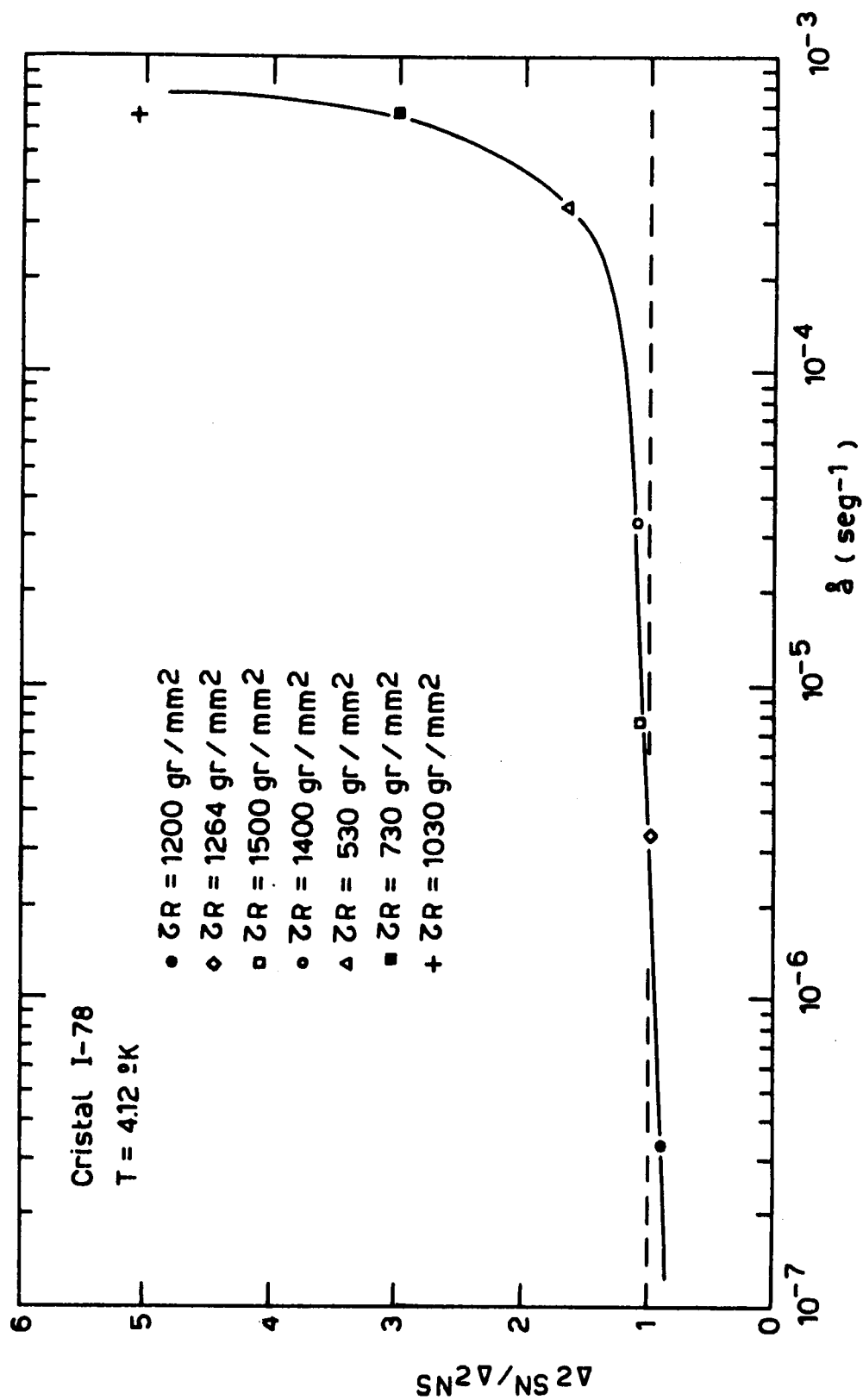
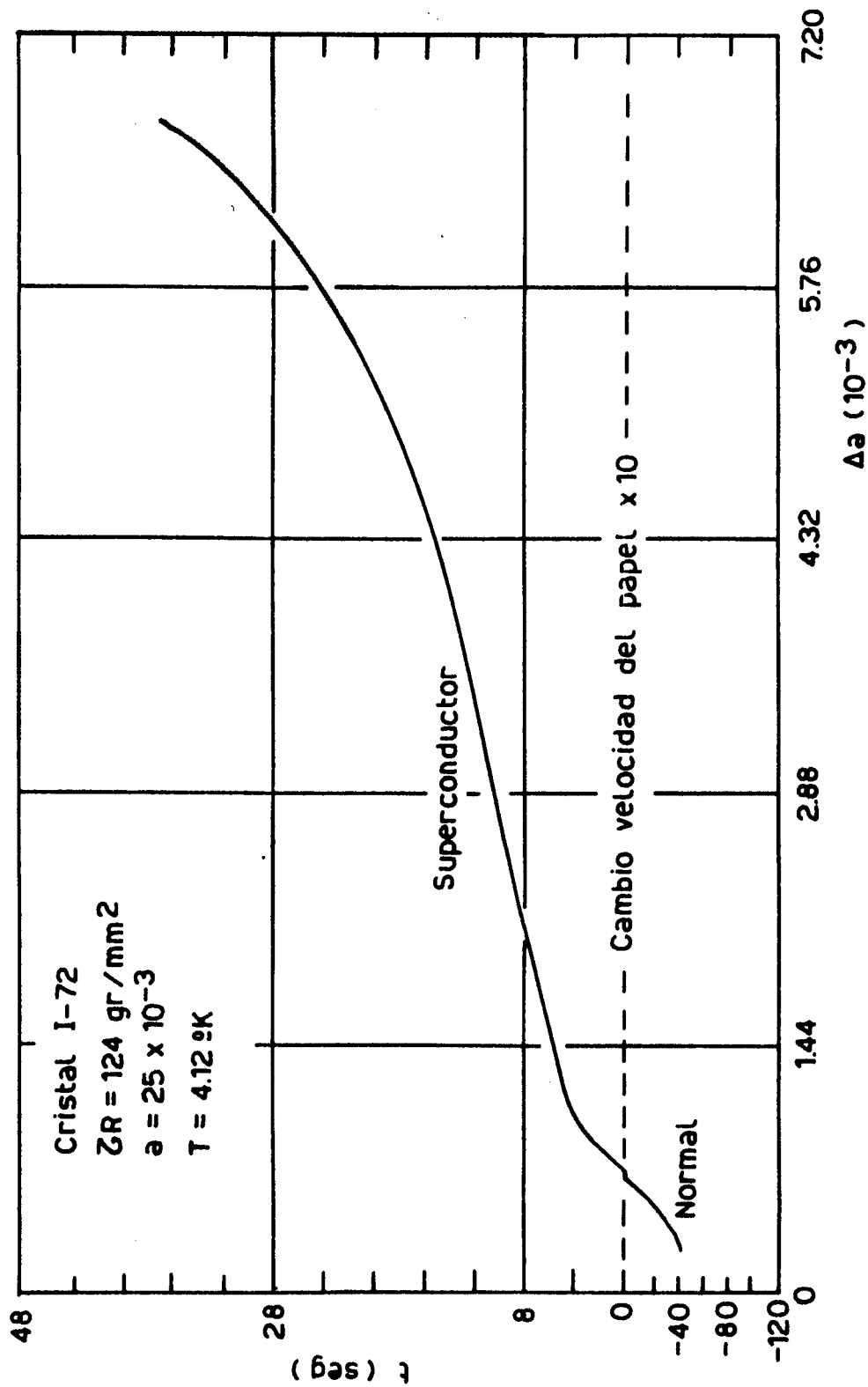


FIGURA 3-23

Relación entre el incremento de tensión Superconductor - Normal respecto al Normal - Superconductor en función de la velocidad de deformación mostrando el efecto de irreversibilidad.



**FIGURA 3-24**

Influencia de la transición Normal - Superconductor en la deformación a tensión constante.

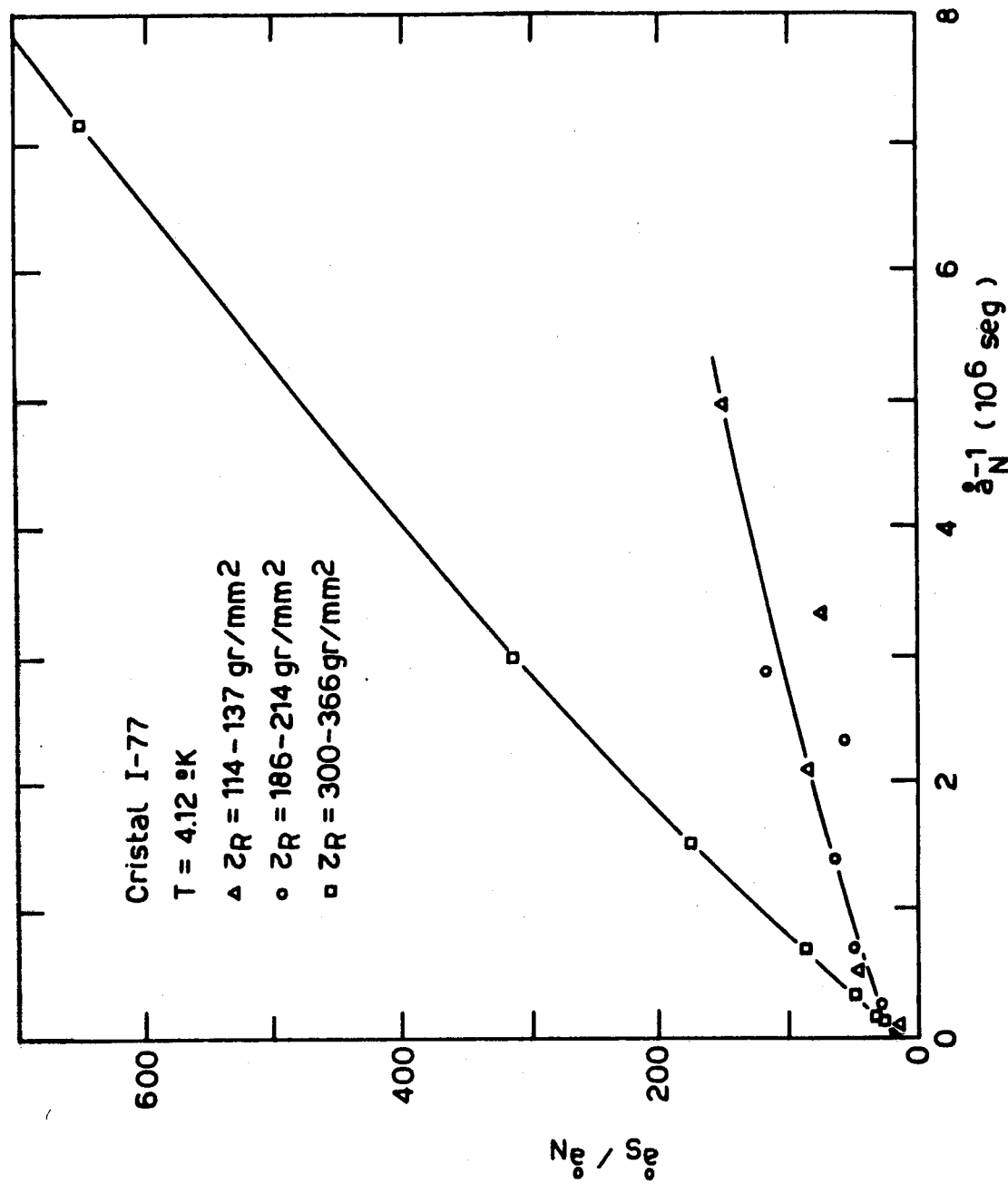


FIGURA 3-25

Cambio de velocidad de deformación a tensión constante debido a la transición Normal - Superconductor ( $\dot{\epsilon}_S / \dot{\epsilon}_N$ ) como función de la inversa de la velocidad antes de la transición ( $\dot{\epsilon}_N^{-1}$ ) para distintos rangos de tensiones resueltas.-

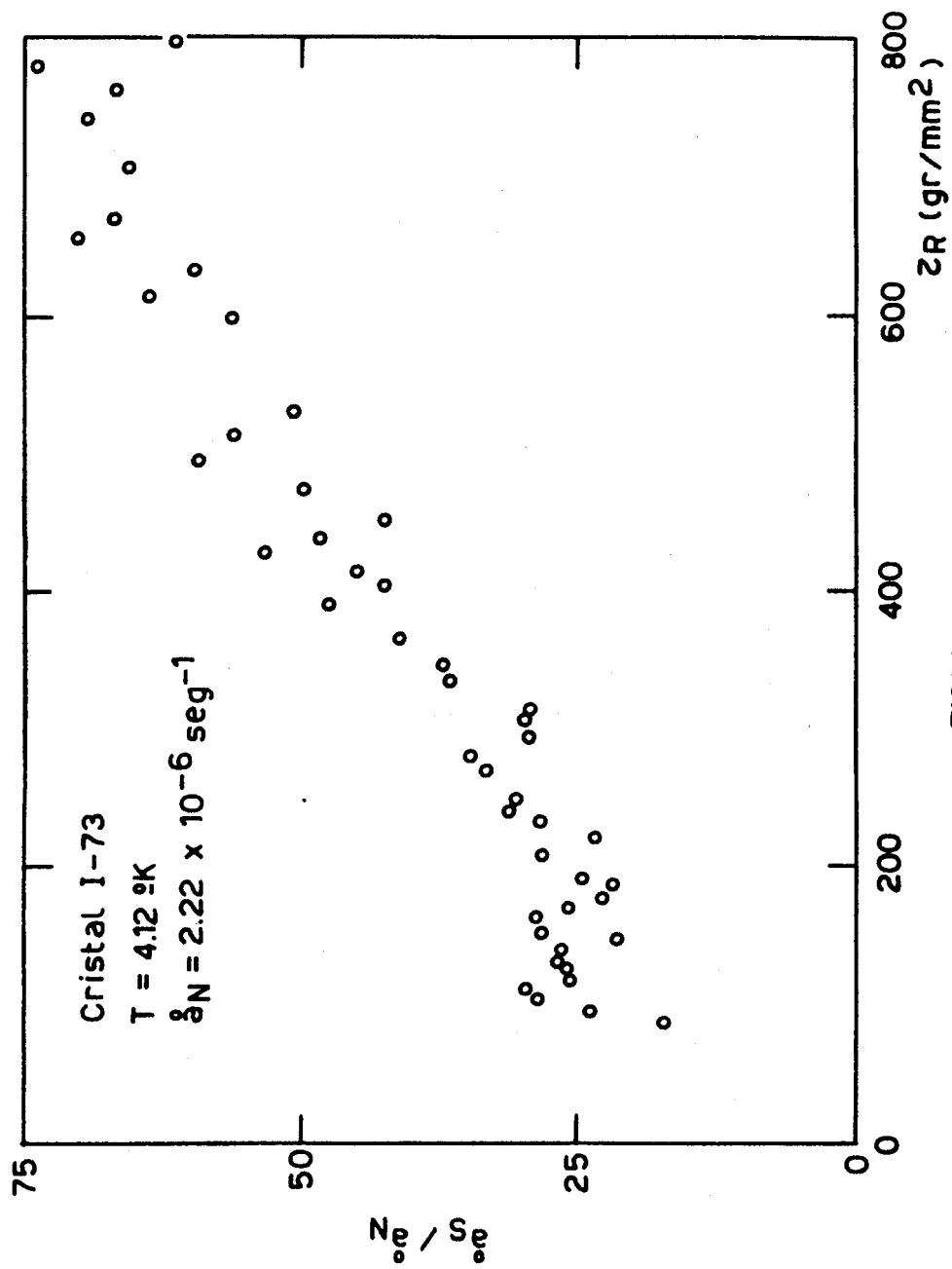
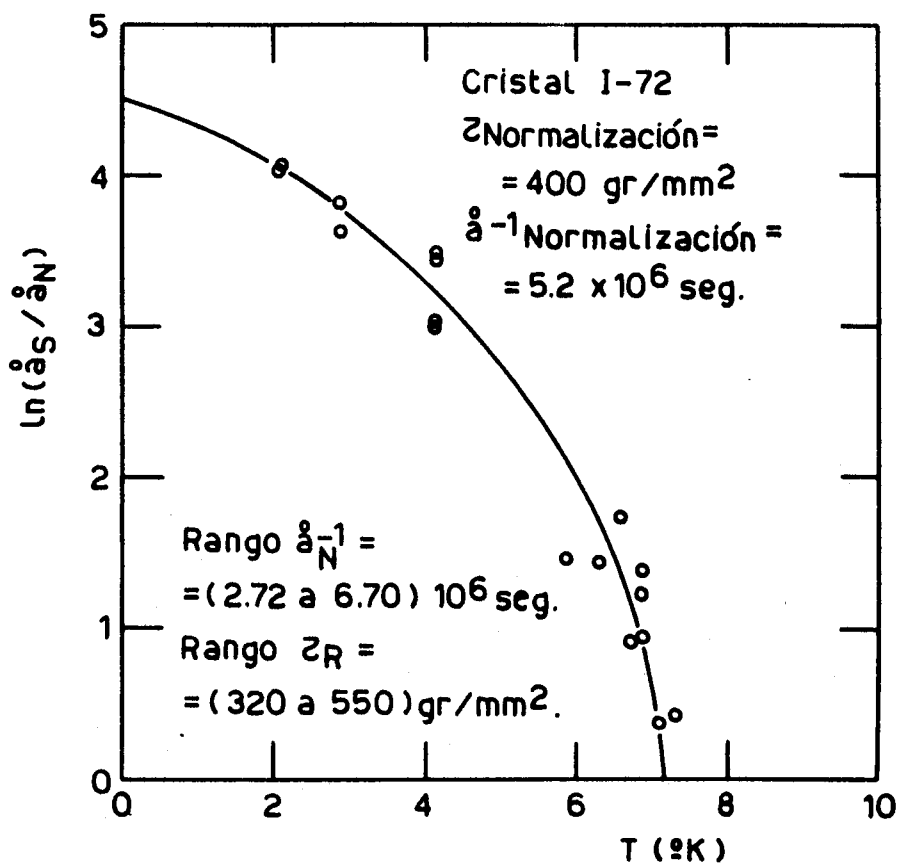


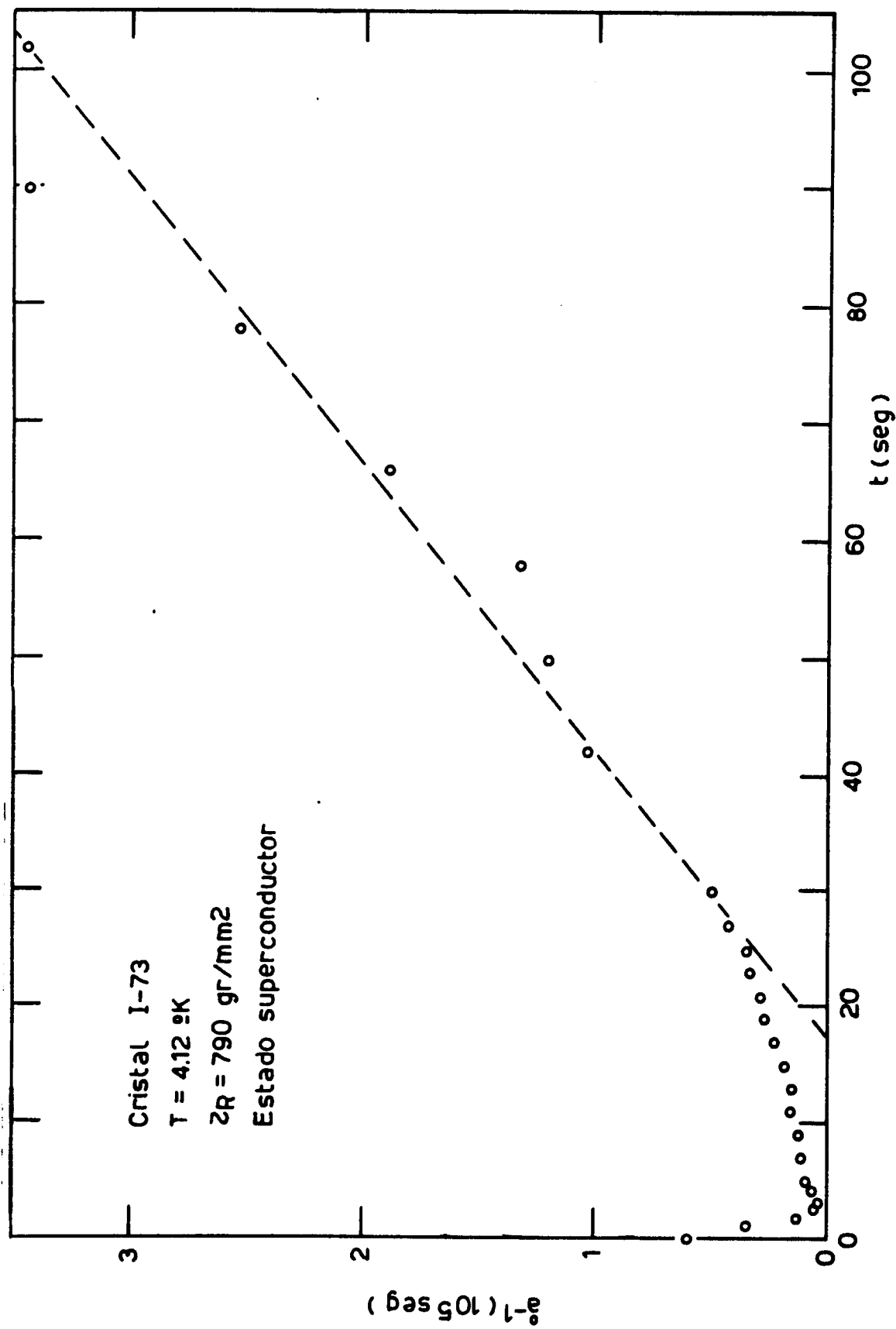
FIGURA 3-26

Dependencia con la tensión resuelta del cambio de velocidad de deformación a tensión constante debido a la transición Normal - Superconductor.

FIGURA 3-27



Dependencia con la temperatura del logaritmo del cociente del cambio de velocidad de deformación durante la transición Normal - Superconductor.



**FIGURA 3-28**

Evolución de la inversa de la velocidad de deformación luego de una transición Normal - Superconductor.-

## CAPITULO IV

### 4.1 - Cambios pequeños de tensión de fluencia.

El diferente comportamiento plástico observado a velocidades de deformación por debajo y por encima de una tensión crítica efectiva (que se corresponde con  $\dot{\epsilon}_{cr}$  en los experimentos en STC) puede ser relacionado con un cambio de los mecanismos que controlan la velocidad de las dislocaciones  $\bar{v}$  que a su vez puede también afectar la densidad de dislocaciones móviles  $N_m$ . A bajas tensiones efectivas la velocidad de las dislocaciones será descripta por una ecuación de Arrhenius, en la cual  $\dot{\epsilon}$  depende exponencialmente de la tensión efectiva  $\tau_e$  (ver Kocks (1975)).

Las variables que se suponen determinan la fluencia son (Kocks 1975) la velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}$ , la temperatura  $T$ , la tensión interna de largo alcance  $\tau_l$ , la tensión efectiva de corto alcance  $\tau_e$  y el estado, N o S. De acuerdo con la teoría de Granato (1971 a, b) y Suenaga y Galligan (1971 b) la influencia del estado puede ser eliminada si se usa la tensión dinámica (ver capítulo I)  $\tau_{din}$ , en lugar de la tensión efectiva  $\tau_e$  que sí depende del estado. Los resultados de la presente investigación serán analizados también de esta manera, suponiendo que  $\tau_{din}$  permanece constante durante los cambios de estado a velocidad de deformación constante. Ya que también  $N_m$  puede depender de la tensión, la suposición incluye una posible dependencia de  $N_m$  con  $\tau_{din}$ . La evidencia experimental para esta hipótesis viene del hecho que  $\dot{\epsilon}_{cr}$  es el mismo para ambos estados (ver figura 3-18), aunque  $\tau_e$  es diferente y además por los  $Q$  negativos encontrados para el estado superconductor y baja tensión, como se verá más adelante. La suposición contraria de que los efectos dinámicos no son importantes (Natsik 1972) no es consistente con los presentes resultados a menos que se introduzcan modificaciones drásticas en los modelos existentes.

Escribiremos para la velocidad promedio de las dislocaciones

$$\bar{v} = \bar{v}_0(\tau_l) \exp \left[ -\frac{U}{kT} + \frac{V(\tau_l) \tau_{din}}{kT} \right] \quad (4.1)$$

y para la densidad de dislocaciones móviles  $N_m$ :

$$N_m = N_0(T, \tau_l) \exp \beta(\tau_l, T) \tau_{din} \quad (4-2)$$

Entre paréntesis están las variables de las cuales pueden depender las cantidades de la ecuación. Ya que no se conoce la forma en que se da esta dependencia la ecuación (4-2) ha sido elegida por conveniencia de modo de poder describir los resultados experimentales en una manera simple. Por lo tanto no debe excluirse una dependencia con la temperatura  $T$  del factor preexponencial  $N_0$  y de  $\beta$ .

Cuando  $\beta = 0$  se obtienen como caso límite la densidad de dislocaciones móviles independiente de la tensión efectiva.

La velocidad de deformación  $\dot{a}$  es entonces:

$$\begin{aligned} \dot{a} &= N_m b \bar{v} = N_0 \bar{v}_0 \exp(-U/kT) \exp(\beta + V/kT) \tau_{din} \\ &\equiv C(T, \tau_i) \exp \alpha \tau_e \end{aligned} \quad (4.3)$$

donde

$$\alpha = \left( \partial \ln \dot{a} / \partial \tau_e \right)_{T, \tau_i} = (\beta + V/kT) Y_{max}$$

es la sensibilidad de la velocidad de deformación con la tensión y

$$C(T, \tau_i) = N_0 \bar{v}_0 \exp(-U/kT)$$

es un término que no depende de  $\tau_e$ . También tenemos:

$$\begin{aligned} Q &\equiv -k \left[ \frac{\partial \ln \dot{a}}{\partial 1/T} \right]_{\tau_e, \tau_i} = \\ &= k T^2 \left[ \frac{\partial \ln C(T)}{\partial T} \right] + k T^2 \tau_e \left( \partial \alpha / \partial T \right)_{\tau_i, \tau_e} \end{aligned} \quad (4-4)$$

y

$$\left[ \frac{\partial Q}{\partial \ln \dot{a}} \right]_T = \frac{k T^2}{\alpha} \left[ \frac{\partial \alpha}{\partial T} \right]_{\tau_i, \tau_e} \quad (4-5)$$

$Q$  es la sensibilidad de la velocidad de deformación con la temperatura y es una energía efectiva que coincide con la energía térmica  $H$  en el caso especial que  $N_m$  sea independiente de la tensión y de la temperatura y que  $H$  sea independiente de la temperatura.

Suponiendo ahora que todas las cantidades de la ecuación (4-3) son las mismas en ambos estados para una misma tensión y temperatura, la diferencia en  $\alpha$  entre ambos estados es debida solamente a diferencias en  $Y_{\max}$  y por lo tanto

$$Y_{\max}^S / Y_{\max}^N = \alpha_S / \alpha_N$$

Los resultados de la figura 3-5 muestran que  $\alpha_S > \alpha_N$  y por consiguiente

$$Y_{\max}^S > Y_{\max}^N$$

en concordancia con las predicciones del modelo. De las ecuaciones de las rectas de la figura 3-5 se deduce para  $Y_{\max}^S / Y_{\max}^N$ :

$$\frac{Y_{\max}^S}{Y_{\max}^N} - 1 = \frac{0.023 + 0.150 \times 10^{-3} \cdot \tau_R}{0.242 + 0.922 \times 10^{-3} \tau_R} \quad (4-6)$$

( $\tau_R$  en  $\text{gr/mm}^2$ )

Calculando a partir de la ecuación (4-6) se obtiene

$$Y_{\max}^S / Y_{\max}^N = 1.11; 1.14 \text{ y } 1.15 \text{ para } \tau_R = 100 \text{ gr/mm}^2;$$

500  $\text{gr/mm}^2$  y 1000  $\text{gr/mm}^2$  respectivamente.

Sin embargo no es posible comparar los valores calculados con predicciones del modelo inercial ya que  $Y_{\max}$  depende exponencialmente con la longitud  $L$  de los segmentos de dislocación y  $L$  no se conoce con suficiente precisión.

De los valores medidos de  $Y_{\max}^S / Y_{\max}^N$  se deduce, sin embargo, que  $Y_{\max}^N$  es aproximadamente 1 ( $Y_{\max}^N - 1 < 5 \times 10^{-3}$ ). Esto se deduce de la expresión

$$Y_{\max} \approx 1 + \gamma \exp(-z)$$

donde  $\gamma$  es aproximadamente 1 y  $z$  es proporcional a  $B(T)$  y a la longitud  $L$  del segmento de dislocación y teniendo en cuenta que el coeficiente de fricción del cristal  $B$  es tres veces mayor en el estado normal que es el superconductor.

Un resultado sorprendente del presente trabajo son los valores negativos de  $Q$  medidos en el estado superconductor a bajas  $\tau_R$ . Este resultado no puede ser explicado si la energía de activación para el movimiento de las

dislocaciones depende sólo de  $\tau_e$  y no explícitamente de la temperatura  $T$ , ya que en el primer caso la energía de activación disminuye con la temperatura y para  $\tau_e$  constante la velocidad promedio de las dislocaciones disminuye también, esto es  $Q > 0$  simple. (La alternativa de que  $N_m$  disminuya al aumentar  $\tau_e$  puede ser descartada con tranquilidad). En el modelo de Granato una disminución de temperatura aumenta los efectos dinámicos en el estado superconductor (a través de la disminución de  $B$ ) y para un  $\tau_e$  constante (en STC)  $\tau_{din}$  crece, por lo tanto incrementando la velocidad de deformación cuando el efecto es suficientemente grande. Puede verse también este efecto al analizar la figura 3-14 donde observamos que los  $Q$  negativos se obtienen para velocidades de deformación altas, es decir cuando la tensión efectiva también lo es y por lo tanto predomina el efecto dinámico sobre el térmico.

Supongamos nuevamente que  $C(T)$ ,  $V$ ,  $\beta$  son iguales en ambos estados a temperatura  $T$  y tensión interna  $\tau_i$  constantes, tenemos entonces para la diferencia  $Q_N - Q_S$ :

$$Q_N - Q_S = k T^2 \left[ \beta + \frac{V}{k T} \right] \tau_{din} \left[ \left( \frac{\partial \ln Y_{max}^N}{\partial T} \right)_{\tau_i} - \left( \frac{\partial \ln Y_{max}^S}{\partial T} \right)_{\tau_i} \right] \quad (4-7)$$

Poniendo  $Y_{max}^N = 1$  tenemos:

$$Q_N - Q_S = - k T^2 \alpha_N \tau_e^N \left[ \frac{\partial \ln Y_{max}^S}{\partial T} \right]_{\tau_i}$$

que para  $Q_N - Q_S = 50 \times 10^{-16}$  erg a  $\tau_R = 100$  gr/mm<sup>2</sup> y  $T = 4.12^\circ K$  da como resultado:

$$\left( \frac{\partial \ln Y_{max}^S}{\partial T} \right)_{\tau_i} = - \frac{8}{\tau_e^N}$$

para un valor de  $\tau_e = 34$  gr/mm<sup>2</sup> (como será deducido más tarde) se deduce

$$d Y_{max}^S / d T = - 2.4 \times 10^{-2} K^{-1}$$

el cual tiene el signo correcto.

Hay suficiente evidencia de que  $N_m$  es dependiente de la tensión ( $\beta \neq 0$ ) al menos para bajas tensiones  $\tau_R$ . Los siguientes argumentos dan asidero a la hipótesis:

- a) - Supóngase lo contrario, que  $N_m$  no depende de la tensión y de la temperatura. En este caso y en el estado normal, el  $Q$  medido es igual a la energía de activación  $H$ , y además  $\dot{a} = N_m b \bar{v}_0 \exp Q/k T$ . Con  $\bar{v}_0 = d \cdot v_0$  ( $d$  es el espaciado de los obstáculos y  $v_0 = 5 \times 10^{10} \text{ seg}^{-1}$  (Granato 1964) la frecuencia de vibración del segmento de dislocación) y usando  $d/b = 10^4$ ,  $Q = 30 \times 10^{-16} \text{ erg}$ ,  $\dot{a} = 3 \times 10^{-6} \text{ seg}^{-1}$ , tenemos una densidad de dislocaciones móviles  $N_m = 10^{-3} \text{ cm}^{-2}$  la cual es poco razonable por lo reducida. Una suposición más razonable ubica  $N_m$  por encima de  $10 \text{ cm}^{-2}$  que implica una energía de activación por encima de  $70 \times 10^{-16} \text{ erg}$ . Debido a esta discrepancia se concluye que  $N_m$  debe depender de  $\tau_e$ .
- b) - Según la figura 3-14 es  $(\partial Q / \partial \ln \dot{a}) < -k T$ . Si  $\beta = 0$  y  $V$  no depende explícitamente de la temperatura,  $\partial Q / \partial \ln \dot{a} = -k T$ . Una pendiente mayor que  $k T$  no sólo implica que  $\beta \neq 0$  sino que  $\beta$  depende explícitamente de la temperatura y que  $\partial \beta / \partial T < 0$ .
- c) - La observación de un "Yield point" en el experimento a velocidad constante también nos sugiere variaciones en  $N_m$ .
- d) - Los valores obtenidos para  $\alpha^{-1}$  como función de la tensión en las figuras 3-5, 3-9, y 3-10 (ver figura 4-1) difieren según sea la forma en que fueron medidos. Estos resultados pueden compatibilizarse por medio de una densidad de dislocaciones móviles  $N_m$  dependientes de la tensión. En efecto, en el experimento a velocidad constante la tensión máxima del "yield point" es la que se usa para evaluar  $\alpha^{-1}$ , sin embargo en ese punto ya se ha producido alguna deformación adicional y por lo tanto un incremento de  $N_m$ . Por lo tanto el  $\Delta \tau$  medido en ese experimento se espera que sea menor que aquél proveniente del experimento a tensión constante, donde  $\dot{a}$  es medido antes e inmediatamente después del aumento de tensión. Lo que concuerda con los resultados de las figuras 3-5 y 3-10.

La pendiente  $K$  de las curvas  $\dot{a}^{-1}$  versus  $t$  (figura 3-8) está determinada parcialmente por cambios en  $N_m$ . Cuanto mayor es la disminución en  $N_m$  durante el desarrollo de la deformación a tensión constante (o sea durante la disminución en tensión efectiva) más rápidamente  $\dot{a}$  disminuirá y más grande será  $K$ . Los valores de  $\theta/K$  de la figura 3-9 más pequeños que los correspondientes a  $\alpha^{-1}$  de la figura 3-5 pueden deberse a este efecto. Pueden darse argumentos similares para explicar la discrepancia entre la de-

pendencia con la temperatura de  $\alpha$  en la figura (3-6):

$$-\frac{1}{\alpha} \left( \partial \alpha / \partial T \right) = 0.1 \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}$$

y el valor deducido aplicando la ecuación (4-5) a los resultados de la figura (3.14):

$$-\frac{1}{\alpha} \left( \partial \alpha / \partial T \right) > 0.25^\circ\text{K}^{-1}$$

Puede analizarse ahora el cambio de tensión de fluencia durante una transición superconductor normal en SVC (sistema de velocidad constante). La suposición que  $\tau_{\text{din}}$  no cambia durante una transición S-N y que  $N_m$  depende de  $\tau_{\text{din}}$  y no de  $\tau_e$  permite calcular la tensión efectiva  $\tau_e$  usando

$$\alpha_N \tau_e^N = \alpha_S \tau_e^S$$

para  $\dot{a}$  constante (ecuación (4-3)):

$$\tau_e^N = \frac{\Delta\tau^{\text{NS}} \alpha_N^{-1}}{\alpha_N^{-1} - \alpha_S^{-1}} = \frac{(0.264 + 1.072 \times 10^{-3} \tau_R) \tau_R}{(22.46 + 0.0565 \tau_R)(0.022 + 0.15 \times 10^{-3} \tau_R)} \quad (4-8)$$

( $\tau_R$  en  $\text{gr}/\text{mm}^2$ )

Para  $\tau_R = 100 \text{ gr}/\text{mm}^2$ ,  $500 \text{ gr}/\text{mm}^2$ ,  $1000 \text{ gr}/\text{mm}^2$  tenemos  $\tau_e^N = 35 \text{ gr}/\text{mm}^2$ ,  $80 \text{ gr}/\text{mm}^2$  y  $95 \text{ gr}/\text{mm}^2$  respectivamente. En la figura (4-2) puede verse un gráfico de la tensión efectiva como función de  $\tau_R$  mientras que en la figura (4-3) se observa la variación relativa de  $\tau_e$  respecto a  $\tau_R$  como función de  $\tau_R$ . Vemos que a bajas tensiones alrededor de un tercio de  $\tau_R$  es debido a tensiones de corto alcance  $\tau_e$ , mientras que a altas tensiones ésta relación disminuye a 0.1. Estas relaciones concuerdan bastante bien con estimaciones hechas a altas temperaturas. Los valores de  $\tau_e$  a bajas  $\tau_R$  son algo inciertos debido a los errores en la determinación de  $\alpha$  y al distinto comportamiento de  $\Delta\tau^{\text{SN}}$  como función de  $\tau_R$ . Se ha supuesto que  $N_m$  no cambia, si esto no fuera cierto se hubiere encontrado un "yield point" después de la transición S-N y  $\tau_e$  sería mayor y menos probable.

Con los valores obtenidos para  $\tau_e$ , se puede evaluar la diferencia  $Q_N - Q_S$  con más precisión. Usaremos las predicciones del modelo inercial, Granato (9172), entre  $Y_{\text{max}}$ , la longitud del segmento de dislocación  $L$  y el coeficiente de fricción  $B$  que está dado por:

$$Y_{\text{max}} = 1 + \exp(-z),$$

con

$$z = \left[ 2 (G\rho)^{1/2} b \right]^{-1} B \cdot (L/b),$$

G módulo de corte,  $\rho$  densidad y b el vector de Burgers. Para plomo a 4.2 °K

$$\left[ 2 (G\rho)^{1/2} b \right]^{-1} = 10 \text{ cm}^2/\text{dina seg}$$

$$Q_N - Q_S = k T^2 \alpha_N \tau_e^N (L/b) (dB/dT) 10 \left[ \frac{Y_{\max}^S - 1}{Y_{\max}^S} \right] \quad (4-9)$$

Usando los resultados de la ecuación (4-6) con  $Y_{\max}^N = 1$ , la diferencia

$Q_N - Q_S$  (figura 3-15) y  $dB/dT = 10^{-6}$  dina seg/cm<sup>2</sup> de los datos de

Parameswaran y Weertman (1971), tenemos para L/b los valores:

$2.5 \times 10^4$ ,  $1 \times 10^4$  y  $0.4 \times 10^4$  para  $\tau_R = 100 \text{ gr/mm}^2$ ,  $500 \text{ gr/mm}^2$  y  $1000 \text{ gr/mm}^2$  respectivamente. Estos valores son de un razonable orden de magnitud para la distancia entre dislocaciones de foresta y muestra que  $Q_N - Q_S$  puede evaluarse con el modelo de Granato.

La discusión de la presente sección ha mostrado que las diferencias en comportamiento plástico entre el estado normal y el superconductor pueden ser explicadas por la presencia de dislocaciones subamortiguadas y que la densidad de dislocaciones móviles  $N_m$  depende de la tensión dinámica  $\tau_{\text{din}}$  y no de la tensión efectiva cuando ésta es diferente de  $\tau_{\text{din}}$ .

Natsik (1972) ha propuesto que sólo un cambio en el factor preexponencial  $\tilde{v}_0$ , en la ecuación (4-1) es responsable de los cambios plásticos en la transición N-S. Con esta hipótesis no es posible explicar los presentes resultados especialmente los Q negativos. Por otra parte Suzuki (1972) supone que  $\tau_{\text{din}}$  permanece constante durante un cambio N-S, pero que además cambia el factor preexponencial debido a desviaciones del equilibrio estadístico (Kramers 1940). Por lo tanto él descompone el cambio de tensión  $\Delta\tau^{N-S}$  en dos componentes cuyas contribuciones relativas dependen de  $\tau_R$ . Cuando graficamos los resultados en la forma que aparecen en la figura 3-20 la presencia de dos procesos no es convincente.

#### 4.2 - Cambios grandes de tensión de fluencia

Lo que discutiremos ahora es el comportamiento plástico ante grandes incrementos de tensión en STC correspondientes a valores de velocidad de deformación  $\dot{a}$  por encima de un cierto valor crítico  $\dot{a}_{cr}$ . Supondremos que en esta región se supera una tensión efectiva crítica y los obstáculos son atravesados por las dislocaciones sin activación térmica.

Puede considerarse la alternativa de que aún en este rango las dislocaciones se muevan controladas por activación térmica como ha sido discutido para el rango de bajas tensiones efectivas, pero que  $N_m$  depende de una manera diferente de la tensión efectiva. Se pueden distinguir dos posibilidades: La dependencia con la tensión de  $N_m$  es o mayor o menor que la deducida para la región de baja  $\tau_e$ . Una dependencia mayor conduce, sin embargo, a grandes incrementos de  $N_m$  que son poco probables. Esto puede verse como sigue: Si escribimos  $\dot{a} = f C \exp \alpha \tau_e$  donde  $C$  y  $\alpha$  son las cantidades determinadas en el rango de bajas  $\tau_e$  y  $f$  tiene en cuenta el aumento de dependencia con la tensión de  $N_m$ . La velocidad de deformación  $\dot{a}(0)$  inmediatamente después de un incremento de tensión y  $\dot{a}(\Delta a)$  después que una cierta deformación  $\Delta a$  ha progresado, están relacionados por:

$$\ln \frac{f(\Delta a)}{f(0)} = \ln \frac{\dot{a}(\Delta a)}{\dot{a}(0)} + \alpha \cdot \theta \cdot \Delta a$$

Usando los datos de la figura 3-17 bis, se encuentra que  $f$  aumenta continuamente con  $\Delta a$ , lo que significa que después de unos pocos incrementos  $N_m$  excede cualquier número razonable. La segunda posibilidad que la dependencia de  $N_m$  con  $\tau_e$  se haga más débil, no puede eliminarse con los datos experimentales disponibles y queda especulativa.

Un cambio en el mecanismo de las dislocaciones es bastante probable que ocurra ya que a 4°K la energía de activación térmica es baja y por lo tanto pequeños incrementos en tensión efectiva son suficientes para mover las dislocaciones a través de la mayoría de los obstáculos sin activación térmica.

En el caso de un comportamiento viscoso la velocidad de deformación viene dada por:

$$\dot{a} = N_m(\tau_e) b^2 \tau_e / B \quad (4-10)$$

Las curvas de la figura 17 bis fueron obtenidas después de un incremento de tensión suficientemente grande o después de un cambio de estado de N a S. Ambos tipos de curvas son muy similares. Cuando  $\dot{a}$  se vuelve suficientemente grande muestran un aumento inicial en  $\dot{a}$  seguido de una disminución lineal hasta que  $\dot{a}_{cr}$  es alcanzado, a partir de ese valor las curvas coinciden con aquellas obtenidas a bajas  $\tau_e$ . Es probable que el aumento inicial de  $\dot{a}$  se deba a un aumento de  $N_m$  por medio de un mecanismo de multiplicación.

Discutamos primero el comportamiento ante aumentos de tensión en el estado normal o superconductor y después el comportamiento ante cambios de estado. Para deformaciones mayores que la correspondiente a los máximos de la figura 3-17 bis la velocidad de deformación (usando la ecuación (4-10) ) puede ser expresada con referencia a dicho máximo (denominado con M) por:

$$\dot{a}(\Delta a) = \dot{a}(M) \left[ \frac{N_m(\Delta a)}{N_m(M)} \right] \left[ 1 - \frac{\tau_e(M) - \tau_e(\Delta a)}{\tau_e(M)} \right] \quad (4-11)$$

ya que  $\tau_e(M) - \tau_e(\Delta a)$  es menor que el incremento de tensión aplicada de alrededor de 3 gr/mm<sup>2</sup> y  $\tau_e > 35$  gr/mm<sup>2</sup> el segundo término entre paréntesis puede ser despreciado. Se ve que la disminución en  $\dot{a}$  es debido principalmente a una disminución en  $N_m$ . La relación entre  $N_m(M)$  en el máximo y  $N_m(\dot{a}_{cr})$  en la velocidad de deformación crítica, puede ser estimada con la ecuación (4-11). Se encuentra que  $N_m(M)$  es menos de 10 veces mayor que  $N_m(\dot{a}_{cr})$  para las curvas de la figura 3-17 bis lo cual parece ser un razonable orden de magnitud. La densidad de dislocaciones móviles en el máximo puede estimarse de la ecuación (4-10) si B y  $\tau_e(M)$  son conocidas. Sin embargo si la curva 1 de la figura 3-17 bis es analizada utilizando el B que ha sido medido por Parameswaran y Weertman (1971) en el estado normal ( $B_n = 4.5 \times 10^{-6}$  dina seg/cm<sup>2</sup>) y si  $\tau_e(M)$  es reemplazado por el menor  $\tau_e$  de la ecuación (4-8),  $N_m$  es menor que 40 dislocaciones por cm<sup>2</sup>. Este valor de  $N_m$  parece ser demasiado pequeño para ser real e indica que la influencia de los obstáculos no se anula completamente a partir de  $\dot{a}_{cr}$ . Aunque la activación térmica ya no es más necesaria para mover las dislocaciones a través de los obstáculos, las dislocaciones todavía tienen que curvarse entre los obstáculos y por lo tanto su movimiento

es retardado conduciendo a un  $B$  mayor y, para un dado  $\tau_e$  (M) y  $\dot{a}$  (M), a una mayor densidad de dislocaciones móviles.

El aumento de velocidad de deformación después de una transición normal a superconductor queda ahora por ser analizado. Dentro del contexto de este trabajo este comportamiento puede ser explicado de la siguiente manera: Mientras que en los experimentos a velocidad de deformación constante (SVC)  $\tau_{din}$  permanece constante y  $\tau_e$  varía durante un cambio de estado, en los experimentos a tensión constante (STC)  $\tau_e$  es mantenido constante y  $\tau_{din}$  se incrementa durante un cambio de estado desde N a S. Este incremento en  $\tau_{din}$  está dado por:

$$\Delta \tau_{din} = \tau_e^N (Y_{max}^S - 1) \quad (4-12)$$

Esta ecuación nos permite describir cualitativamente los resultados de las figuras (3-17 bis) y (3-24)a (3-28) (no se dispone de suficientes datos sobre las relaciones entre  $\Delta \tau_{din}$ ,  $N_m$  y  $\dot{a}$  para una evaluación más completa).

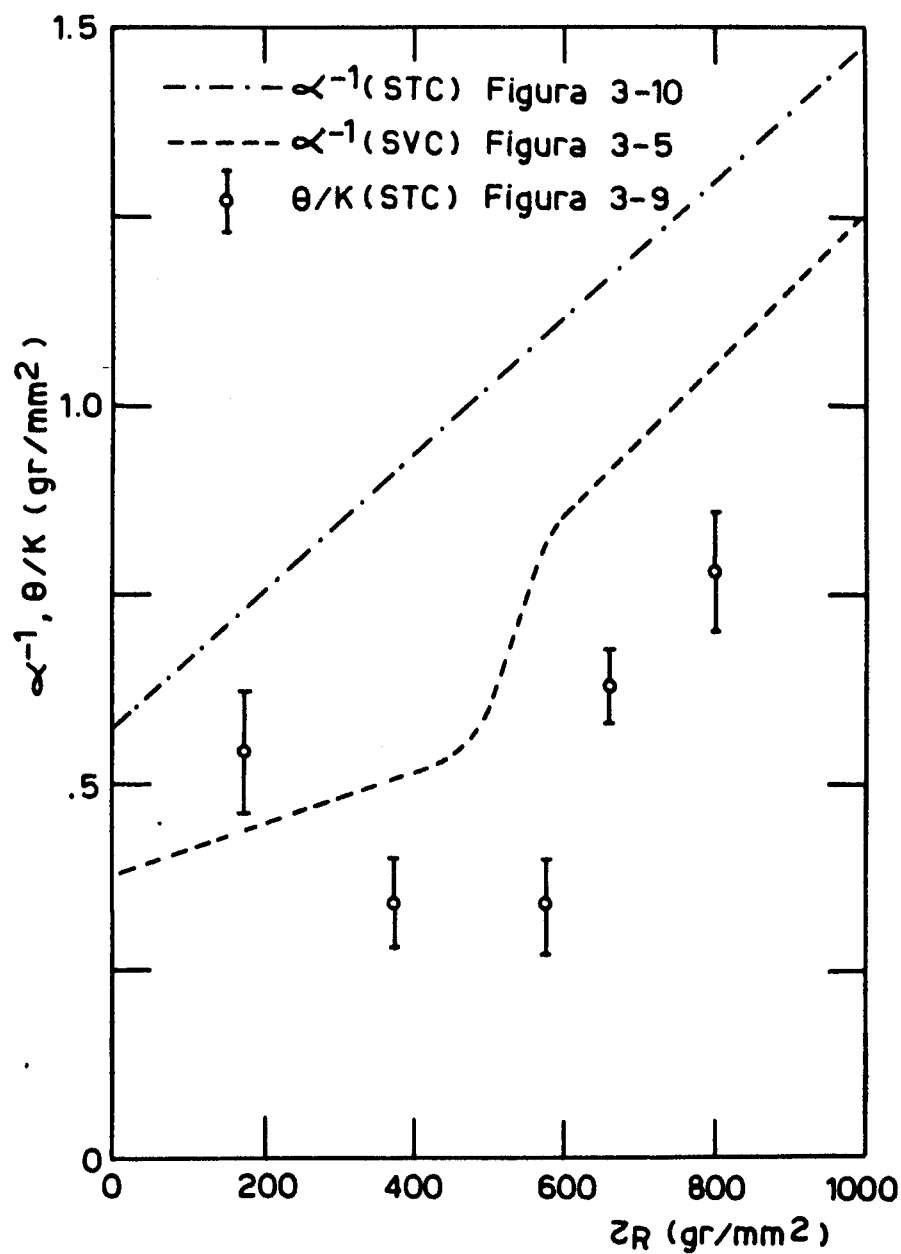
a) A bajas tensiones  $\tau_R$ , el aumento  $\Delta \tau_{din}$  es 3,5 gr/mm<sup>2</sup>. Las curvas 6 y 7 de la figura 3-17 bis después de una transición N - S son muy similares a la curva 1 con casi la misma  $\tau_R$  y  $\dot{a}_{in}$ , aunque la curva 1 fue obtenida después de un aumento de tensión de 3,2 gr/mm<sup>2</sup> en el estado normal. Esto indica que a tensión constante un cambio de estado verdaderamente corresponde a un aumento de tensión en una cantidad  $\Delta \tau_{din}$ , el cual es suficientemente grande como para mover las dislocaciones a través de los obstáculos sin activación térmica.

b) A pesar de las grandes variaciones de velocidad inicial antes del cambio de estado  $\dot{a}_N (\equiv \dot{a}_{in})$  producidas en los experimentos de la figura 3-25,  $\dot{a}_S$  después de la transición varía mucho menos, lo que puede deducirse de la casi proporcionalidad entre  $\dot{a}_S/\dot{a}_N$  y  $1/\dot{a}_N$  lo que implica  $\dot{a}_S$  es casi constante y poco dependiente de  $\dot{a}_N$ . Este comportamiento puede explicarse considerando que a bajas tensiones efectivas la velocidad de deformación depende exponencialmente de  $\tau_e$  a través de  $\alpha$ . A altas  $\tau_e$ , después de un cambio N - S,  $\alpha$  se reduce. Esto puede verse en la figura 3-17, en la cual la pendiente (y consecuentemente  $\alpha$ ) es menor a tiempos cortos (región de alta  $\tau_e$ ) que a tiempos mayores. Esto implica que la velocidad de deformación se vuelve menos sensible a variaciones de  $\tau_e$

después de una transición N - S que lo que lo había sido antes.

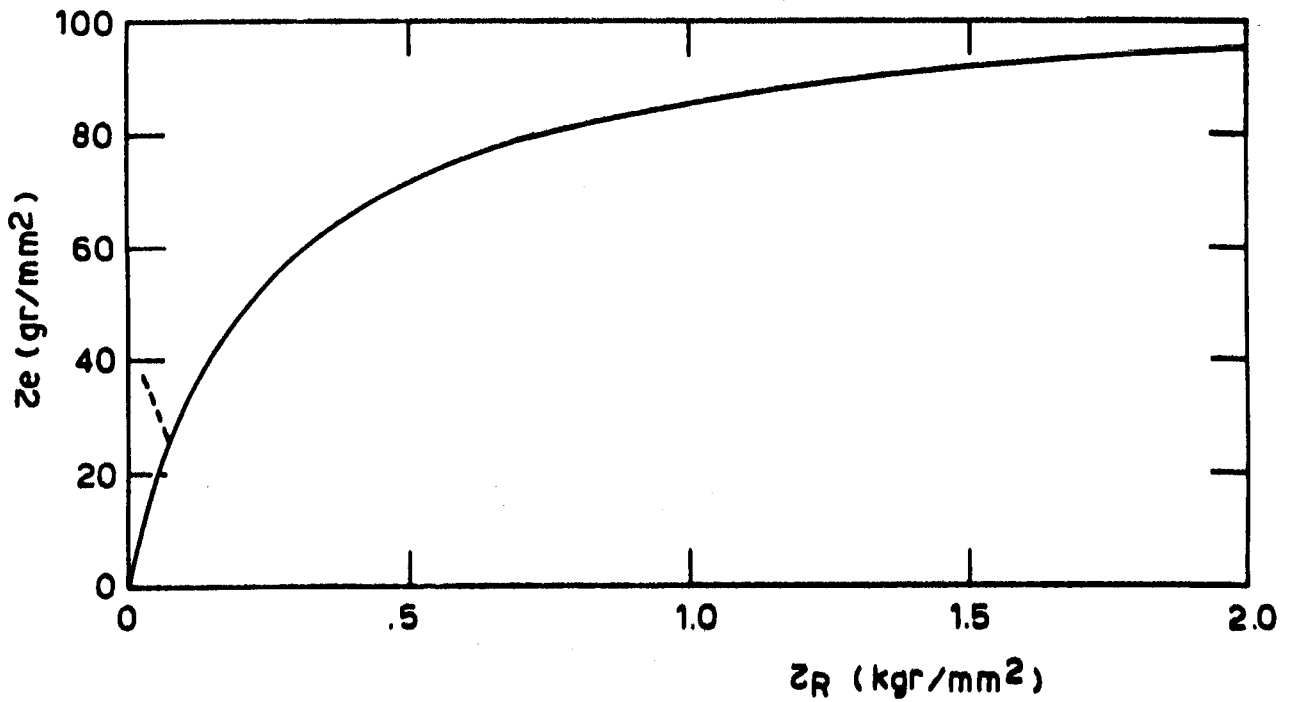
c) - A  $\dot{a}_N$  constante  $\dot{a}_S$  crece con  $\tau_R$  (figura 3-26). Ya que  $\tau_e^N$  y  $Y_{\max}^S$  aumentan con  $\tau_R$ , de acuerdo con la ecuación (4-12)  $\Delta\tau_{\text{din}}$  también crece, por lo tanto debe ser esperado un aumento de  $\dot{a}_S$  con  $\tau_R$ .

FIGURA 4-1



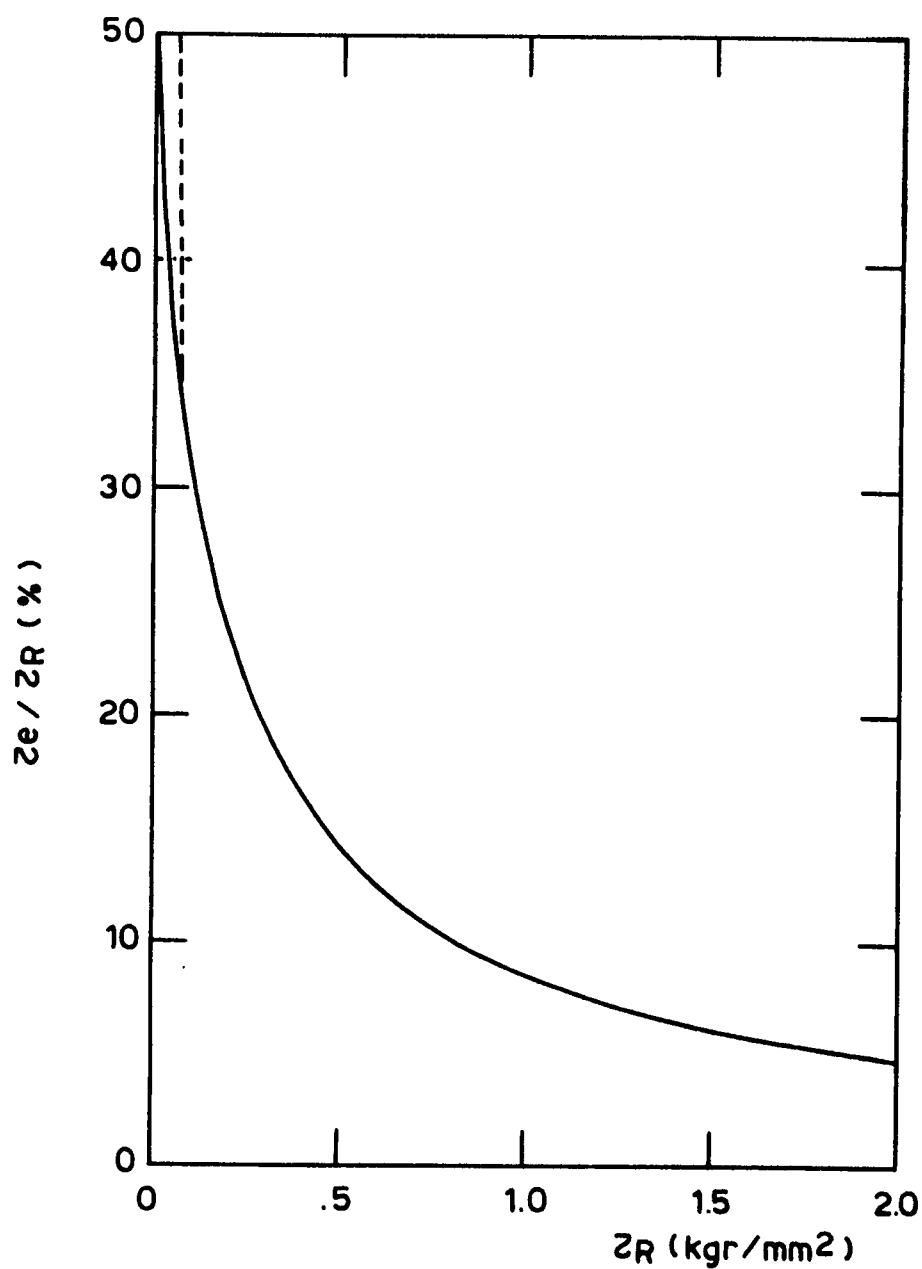
Comparación de valores de  $\alpha^{-1}$  medidos a tensión y velocidad constante y valores de  $\theta/K$  como función de la tensión resuelta.

FIGURA 4-2



Cálculo de la tensión efectiva como función de tensión resuelta según la ecuación 4-31 (curva con trazo lleno). El trazo rayado corresponde al cálculo con valores de  $\Delta Z^{SN}$  obtenidos a tensiones bajas.-

FIGURA 4-3



Relación porcentual entre tensión efectiva y tensión resuelta calculada según ecuación 4-31 (curva con trazo lleno). El trazo rayado corresponde al cálculo con valores de  $\Delta Z_{SN}$  obtenidos a tensiones bajas.-

## CAPITULO V

### CONCLUSIONES

En este trabajo se ha detallado el diseño y la construcción de un equipo experimental para estudiar la deformación plástica a bajas temperaturas así como las técnicas experimentales desarrolladas para ese fin. Se construyó un criostato para trabajar en el rango de 2°K a 15°K con facilidades para bombear el baño de helio líquido y para calefaccionar las muestras. Se ha implementado un sistema de medición de temperatura de las muestras. Se ha construido una máquina de deformación a velocidad constante con mecanismos para cambiar la velocidad de deformación durante los experimentos; esta máquina permite reemplazar en pocos minutos la celda de carga por una máquina de tensión constante y poder realizar ambos tipos de experimentos en la misma muestra. Se ha incursionado también en algunos sistemas automáticos de control de la deformación como por ejemplo el de mantener la tensión automáticamente en la máquina de velocidad constante o el sistema automático de registro de la deformación; si bien estas innovaciones no han sido usadas intensivamente en los experimentos, pueden ser de utilidad en experimentos futuros. Se han construido los equipos para crecer las muestras monocristalinas usadas en los experimentos y desarrollado las técnicas para el semillado, corte, pulido, orientación y montaje de las mismas para conseguir la mínima predeformación.

En este trabajo se han presentado y discutido resultados que se refieren a dos problemas diferentes:

a) - La dependencia con la temperatura y con la velocidad de deformación de la deformación plástica de monocristales de plomo alrededor de 4°K.

b) - La influencia de una transición normal superconductor en el comportamiento plástico.

Los puntos principales pueden resumirse como sigue, tratando en primer lugar con el comportamiento plástico en el estado normal y después con la transición N - S:

1 - Plasticidad en el estado normal: Fueron realizados experimentos a tensión constante y a velocidad de deformación constante.

- a) Cuando la tensión efectiva  $\tau_e$  que actúa sobre la dislocación es suficientemente pequeña, los resultados pueden ser interpretados por intermedio de dislocaciones que sobrepasan obstáculos por activación térmica. Cuando  $\tau_e$  supera un valor crítico que corresponde a una velocidad de deformación crítica  $\dot{\epsilon}_{cr}$  en los experimentos a tensión constante, se observa un comportamiento plástico diferente que, se concluye, aparece cuando las dislocaciones superan los obstáculos sin activación térmica.
- b) Se ha obtenido amplia evidencia de que la densidad de las dislocaciones móviles depende de la tensión efectiva y que varía cuando se cambia la velocidad de deformación.

2. - La transición normal-superconductor: Las diferencias en comportamiento plástico entre el estado N y el S han sido analizadas en términos de una tensión dinámica  $\tau_{din}$ , la cual está relacionada con la tensión efectiva por intermedio de

$$\tau_{din} = Y_{max}(T) \cdot \tau_e$$

$Y_{max}(T)$  tiene en cuenta el subamortiguamiento de las dislocaciones. En el estado superconductor  $Y_{max}^S > 1$  mientras que en el estado normal  $Y_{max}^N \approx 1$ . También se presentan argumentos que muestran que  $\tau_{din}$  determina no solamente la velocidad de las dislocaciones sino también la densidad de dislocaciones móviles.

Las siguientes observaciones fueron realizadas:

- a) La sensibilidad con la temperatura de la velocidad de deformación,  $\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial T$ , es negativa en el estado superconductor para pequeñas tensiones resueltas  $\tau_R$  en los comienzos de la curva tensión-deformación, es decir al disminuir la temperatura la deformación se facilita, en contraste con lo que se espera para un deslizamiento térmicamente activado de dislocaciones. Este comportamiento no puede ser explicado por una energía de activación independiente de temperatura (pero sí dependiente de la tensión) o por un aumento de  $N_m$  cuando  $\tau_e$  es incrementado. Puede, en cambio, ser explicado por una energía de activación que depende de  $\tau_{din}$  y vía  $Y_{max}(T)$  explícitamente de la temperatura.
- b) Cuando se realiza un cambio de S a N por la aplicación de un campo magnético, sin cambiar la velocidad de deformación, la tensión de fluencia se incrementa.

Se concluye que en este tipo de experimento  $\tau_{din}$  permanece constante durante la transición. Por lo tanto  $N_m$  no cambia. Sin embargo, cuando una transición N - S es realizada durante un experimento a tensión constante, un aumento de la velocidad de deformación se observa. En este tipo de experimento la tensión efectiva permanece constante, pero  $\tau_{din}$  aumenta y consecuentemente  $N_m$ . Se ha encontrado que el aumento de  $\tau_{din}$  produce el mismo efecto que un aumento de la tensión sin cambio de estado. El cambio en  $\tau_{din}$  es suficientemente grande como para cambiar el comportamiento de la deformación, respecto al observado a bajas  $\tau_e$ , a otro que es activo a más altas tensiones efectivas.

## CAPITULO VI

### CONSIDERACIONES FINALES.-

El tema de la deformación plástica a bajas temperaturas está lejos de la explotación total de sus posibilidades. De los trabajos publicados y de nuestros resultados se abren muchas líneas interesantes para trabajos futuros. Aparte del interés científico, es importante considerar el papel que juega la plasticidad en el desarrollo de nuevos materiales para su uso a bajas temperaturas entre los que se cuentan no sólo los metales puros sino también las aleaciones y los materiales inhomogéneos caracterizados por la presencia de precipitados o fibras de otros materiales (composites).

En lo que respecta al conocimiento básico debe tenerse en cuenta que existen una serie de tópicos en deformación plástica cuyo estudio a altas temperaturas es imposible o a lo sumo dificultoso y que sin embargo a muy bajas temperaturas este estudio se hace mucho más favorable. Podemos dar algunos ejemplos de éstos:

a) Interacción de dislocaciones con obstáculos.

En este rango de temperaturas es posible observar distintos mecanismos por los cuales las dislocaciones pueden superar los obstáculos. Cuando la energía de la dislocación es menor que la barrera de energía de los obstáculos la superación de estos últimos puede producirse por activación térmica como ocurre a altas temperaturas o por mecanismos cuánticos como vibraciones del punto cero (Natsik, Osetskii et al. 1972) o efecto túnel (Mott 1956). En el caso contrario, es decir cuando la energía de la dislocación es mayor que la barrera de energía el comportamiento plástico es totalmente diferente dando lugar, en general, a un flujo plástico controlado por la viscosidad del medio. Es posible diagramar los experimentos para poder hacer dominante alguno de estos mecanismos sobre los restantes y estudiarlo.

b) Comportamiento de la densidad de dislocaciones móviles  $N_m$ .

Por ser, en este rango, las energías de activación muy reducidas es posible activar fácilmente un mecanismo plástico del tipo viscoso donde de acuerdo a nuestros resultados  $N_m$  parece ser el parámetro que controla el comportamiento plástico y por lo tanto es posible estudiar este parámetro acerca del cual poco se conoce.

c) Efectos dinámicos sobre las dislocaciones.

Pueden estudiarse los efectos que aparecen cuando las dislocaciones se mueven en un medio que no amortigua su movimiento (dislocaciones amortiguadas). Esto ocurre a bajas temperaturas cuando los fonones y los electrones (en el estado superconductor) contribuyen poco al amortiguamiento. En tal caso, como es corroborado por nuestros experimentos, los efectos dinámicos se hacen importantes y producen efectos apreciables.

En la línea del presente trabajo podrían encararse algunos estudios complementarios que permitirían, tal vez, una interpretación más cuantitativa de los fenómenos; podemos citar, por ejemplo:

- a) Un estudio más detallado de la influencia de la temperatura en la plasticidad. Investigar si la anomalía de la sensibilidad de la velocidad de deformación con la temperatura se hace más notable hacia más bajas temperaturas como lo predice nuestra interpretación y ver si se presenta también en otros materiales superconductores. Asimismo investigar si esta anomalía se presenta en la sensibilidad de la tensión con la temperatura en deformación a velocidad constante. Medir la sensibilidad de la tensión con la velocidad de deformación en todo el rango de tensión resuelta y con distintas temperaturas como parámetro.
- b) Investigar la influencia de la orientación cristalina y su efecto sobre la densidad de dislocaciones móviles. Con distintas orientaciones puede estudiarse también la influencia de los cambios de interacción entre dislocaciones correspondientes a distintos sistemas de deslizamiento. Esto permitiría obtener información adicional sobre la densidad de dislocaciones móviles.
- c) Estudiar el efecto de agregar al plomo un segundo componente lo cual como se sabe cambia las propiedades plásticas y realizar mediciones similares a las del presente trabajo.-

### AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Prof. Dr G.Schoeck por haber sugerido el trabajo; al Prof. Dr. P. Haasen y al Prof. Dr A. Seeger por las discusiones sobre el trabajo y al Dr G. Kostorz por sus comentarios acerca del mismo.

Asimismo agradezco las discusiones con los Drs R. Pascual, M. Mondino y F. de la Cruz.

Se quiere recalcar la muy valiosa colaboración de R. Runge y demás miembros de la División Metales, de C.A. Viliguer que colaboró en las mediciones y de R. Scotti de la Sección Criogénicos.

También se agradece la colaboración de A.L. Nikolic, de J. Tomba y de E. Hamann de la Sección Electromecánica y de los integrantes de la División Bajas Temperaturas.

Quiero agradecer finalmente a todos los que en el Centro Atómico de una u otra manera hicieron posible la realización de este trabajo y especialmente a aquellos que me alentaron durante el mismo.-

## REFERENCIAS

- AHLERS M. (1965), Zeitschrift für Metallkunde Band 56 Heft 11 S. 741-750.
- AHLQUIST C.N., R. GASCO - NERI y W.D. NIX. (1970), Acta Met. 18, 663.
- ALERS G.A., BUCK O., TITTMANN B.R. (1969), Phys. Rev. Lett. 23, 290.
- BARDEEN J., COOPER L.N. y SCHRIEFFER J.R. (1957), Phys. Rev. 108, 1175.
- BERNER R. y KRONMÜLLER H. (1965), "Moderne Probleme der Metallphysik" 1 cap. 2, editado por A. Seeger. Springer Verlag Berlin...
- BOBROV V.S., y GUTMANAS E. Yu (1972), Phys. Stat. Sol. (b) 54, 413!
- BOLLING G.F., HAY L.E. y WIEDERSICH A.W. (1962), Acta Met. 10, 185.
- BRAILS福德 A.D. (1969), Phys. Rev. 186, 959.
- BRIDGMAN P.W. (1925), Proc. Amer. Acad. Arts. Sci., 60-305.
- BUCK O., ALERS G.A. y TITTMANN B.R. (1970), Scripta Met. 4, 503.
- CHAUDHURI K.D. (1959), Zeitschrift für Physik 155, 290.
- DEATON B.C. (1966), Phys. Rev. Lett. 16, 577.
- FATE W.A., SHAW R.W. y SALINGER G.L. (1968), Phys. Rev. 172, 413.
- FOMENKO V.S. (1972), Zh. eksper teor. Fiz. 62, 2190.
- GILMAN J.J. (1963) - "The art and Science of growing crystals" - John Wiley & Sons - New York.
- GINDIN I.A., LAZAREV B.G., STARODUBOV Ya. D. y LEBEDEV V.P. (1970 a), Soviet Physics-Doklady 14, 1011.
- Idem anterior (1970 c), JETP Lett. 11, 188.
- Idem anterior (1970 b), Phys. Metal and Metallography 29 (4), 187.
- Idem anterior (1971 a), Phys. Metal and Metallography 31 (5), 147.
- GLEN (1956), Phil. Mag. 1, 400, 590.
- GRANATO A.V. y LÜCKE K. (1956), J. Appl. Phys. 27, 583.
- GRANATO A.V., LÜCKE K., SCHLIPF J. y TEUTONICO L.J. (1964), J. Appl. Phys. 35, 2732.
- GRANATO A.V. (1971 a), Phys. Rev. Lett. 27, 660.
- GRANATO A.V. (1971 b), Phys. Rev. B 4, 2196.
- GREENMAN W.F., VREELAND T. Jr. y WOOD D.S. (1967), J. Appl. Phys. 38, 3595.
- HIKATA A. y ELBAUM C. (1967), Phys. Rev. Lett. 18, 750.
- HUFFMAN G.P. y LOUAT N. (1970), Phys. Rev. Lett. 24, 1055.
- HUTCHISON T.S. y PAWLOWICZ A.T. (1970), Phys. Rev. Lett. 25, 1272.
- HUTCHISON T.S. y Mc BRIDE S.L. (1972 a), Can J. Phys. 50, 64.
- (1972 b), Can J. Phys. 50, 906.
- (1972 c), Can J. Phys. 50, 2592.

- HUTCHISON T.S. y Mc BRIDE S.L. (1973), Can J. Phys. 51, 1797.
- INDENBOM V.L. y ESTRIN Y.Z. (1975), J. Low Temp. Phys. 19, 83.
- JONES E. y THIRSH H.R. (1953), Nature 171, 843.
- KOJIMA H. y SUZUKI T. (1968), Phys. Rev. Lett. 21, 896.
- KOSTORZ G. (1970), Scripta Met. 4, 95.
- KOSTORZ G. (1971), ANL Report N° ANL - 7903.
- KOSTORZ G. (1973 a), J. Low Temp. Phys. 10, 167.
- KOSTORZ G. (1973 b), Phil. Mag. 27, 633.
- KOSTORZ G. (1973 c), Phys. Stat. Sol. (b) 58, 9.
- KOSTORZ G. (1973 d), Acta Met. 21, 813.
- KRAMERS H.A. (1940), Physica VII, 284.
- KRAVCHENKO V.Ya. (1966), Soviet Physics-Solid State 8, 740.
- LANDAU L.D. y LIFSHITS E.M. (1959), Statistical Physics Cap. 12 Pergamon Press London.
- LINTON E.A. (1969), Chapman and Hall Ltd. (London).
- MASON W.P. (1966), Phys. Rev. 143, 229.
- MASON W.P. y ROSENGER A. (1967), J. Appl. Phys. 38, 1929.
- MEISSNER, POLANYI y SCHMID Z. (1930), Phys. 66, 477.
- MÜHLSCHLEGEL B. (1959), Z. Physik 155, 313.
- MOTT N.F. (1956), Phil. Mag. 1, 568.
- NABARRO (1967), "Theory of crystal dislocations" (Oxford).
- NATSIK V.D. (1972), Soviet Physic J.E.P.T. 34, 1359.
- NATSIK V.D., OSETSKII A. I., SOLDATOV V.P. y STARTSEV V.I. (1972), Phys. Stat. Sol. (b) 54, 99.
- OROWAN (1935), Z. Phys. 98, 382.
- PARAMESWARAN V.R. y WEERTMAN J. (1969), Scripta Met. 3, 477.
- PARAMESWARAN V.R. y WEERTMAN J. (1971), Met. Trans. 2, 1233.
- PASCUAL R. (1969), Tesis, Universidad de Cuyo.
- POPE D.P., VREELAND Jr. T. y WOOD D.S. (1967), J. Appl. Phys. 38, 4011.
- PUSTOVALOV V.V., STARTSEV V.I., DIDENKO D.A. y FOMENKO V.S. (1967), Fiz. Metallov i Metalloved 23, 312.
- PUSTOVALOV V.V., STARTSEV V.I. y FOMENKO V.S. (1969), Soviet Physics-Solid State 11, 1119.
- PUSTOVALOV V.V. y FOMENKO V.S. (1970), JETP Lett. 12, 10.
- PUSTOVALOV V.V., STARTSEV V.I. y FOMENKO V.S. (1970), Phys. Stat. Sol. 37, 413.
- RANDORFF J.E. y MARSHALL B.J. (1970), Phys. Rev. B 2, 100.
- SCHMID E. y BOAS W., Kristallplastizität (1935) Berlin Springer.

- SOLDATOV V.P., STARTSEV V.I. y VAINBLAT T.I. (1970 a), Phys. Stat. Sol. 37, 47.  
Idem anterior (1970 b), Journal of Low Temperature Physics 2, 641.  
Idem anterior (1971), Phys. Stat. Sol. 48, 381.  
SOLDATOV V.P., STARTSEV V.I., VAINBLAT T.I. y DANILENKO L.A. (1972), Phys. Stat. Sol. (b) 53, 261.  
SOLDATOV V.P., STARTSEV V.I., VAINBLAT T.I. y KASAROV Ya. G. (1973), J. Low Temp. Phys. 11, 321.  
SOLDATOV V.P., STARTSEV V.I. y VAINBLAT T.I. (1974), Phys. Stat. Sol. (a) 22, 109.  
SUENAGA M. y GALLIGAN J.M. (1970), Scripta Met. 4, 697.  
Idem anterior (1971 a), Phys. Rev. Lett. 27, 721.  
Idem anterior (1971 b), Scripta Met. 5, 63.  
Idem anterior (1971 c), Scripta Met. 5, 829.  
Idem anterior (1971 d), BNL Report 16260.  
Idem anterior (1972), Physical Acoustics, editado por W.P. Mason Vol. IX (Academic Press).  
SUZUKI T. (1968 a), en Dislocation Dynamics editado por A.R. ROSENFELD et al. (Mc Graw Hill Book Company, Inc. New York).  
SUZUKI T. y ISHII T. (1968 b), idem anterior p. 551.  
SUZUKI T. y ISHII T. (1968 c), University of Tokio Technical Report Nº 311.  
SUZUKI T. (1972), University of Tokio Report Serie A nº 544.  
SUZUKI T. (1975), en "Rate Processes in Plastic Deformation", ASM.  
TITTMANN B.R. y BÖMEL H.E. (1965), Phys. Rev. Lett. 14, 296.  
Idem anterior (1966), Phys. Rev. 151, 189.  
TSUDA N. y SUZUKI T. (1967), J. Phys. Chem. Solids 28, 2487.  
VAINBLAT T.I., SOLDATOV V.P. y STARTSEV V.I. (1971), Soviet Physics Solid State 12, 2727.  
WALDORF D.L. y ALERS G.A. (1962), J. Appl. Phys. 33, 3266.  
WYATT O. Ho. (1953), Proc. Phys. Soc. B. 66, 459.  
ZEYFANG R., BUCK O. y SEEGER A. (1974), Phys. Stat. Sol. (b) 61, 551.

#### REFERENCIAS GENERALES

- BARDEEN J., COOPER L.N. y SCHRIEFFER J.R. (1957), Phys. Rev. 108, 1175.  
BOLLING G.F., HAY L.E. y WIEDERSICH A.W. (1962), Acta Met. 10, 185.  
ESPARZA D.A. y AHLERS M. (1977) aceptado para su publicación en Acta Met.

GRANATO A.V. (1971), Phys. Rev. B 4, 2196.

KOSTORZ G. (1973), Phys. Stat. Sol. (b) 58, 9.

NATSIK V.D. (1972), Soviet Physic J.E.P.T. 34, 1359.

SUENAGA M. y GALLIGAN J.M. (1971) ENL Report 16260.

