

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 1	ANO 1968

04.68.03

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

DESLIZAMIENTO INHOMOGENEO EN MONOCRISTALES DE MAGNESIO  
IRRADIADOS CON NEUTRONES

C. Pomar y E.A. Bisogni

Departamento de Metalurgia  
Buenos Aires - Argentina  
1968

## DESLIZAMIENTO INHOMOGENEO EN MONOCRISTALES DE MAGNESIO IRRADIADOS CON NEUTRONES

C. Pomar\* y E.A. Bisogni\*

### RESUMEN

Mediante observaciones metalográficas sucesivas se ha estudiado el desarrollo de las líneas de deslizamiento en monocristales de magnesio irradiados con una dosis integrada de aproximadamente  $1 \cdot 10^{20}$  n.v.t.

Se observa que el deslizamiento se produce en forma inhomogénea y se describe la generación y evolución de las bandas de deslizamiento. Se presentan resultados acerca de la magnitud de deslizamiento por banda en función de la elongación macroscópica medida, para diferentes regiones del cristal.

Los resultados obtenidos son coherentes con el comportamiento observado en cobre irradiado con dosis equivalentes y se interpretan en base a la destrucción durante el deslizamiento de "zonas" generadas por la irradiación neutrónica.

### ABSTRACT

The development of the slip line pattern in magnesium single crystals irradiated to  $1 \cdot 10^{20}$  n.v.t., has been studied by successive metallographic observations.

It is found that slip proceeds inhomogeneously, and the formation and development of slip bands is described. Results are given about the amount of slip per band as function of the macroscopic elongation, for different regions of the crystal.

The results obtained agree with the behaviour shown in copper crystals irradiated with similar doses, and are interpreted in terms of the destruction during deformation of "zones" created by the neutron irradiation.

---

\* Departamento de Metalurgia de la Comisión Nacional de Energía Atómica Argentina.

## I - INTRODUCCION

Es conocido que la irradiación de metales con neutrones produce alteraciones en las propiedades mecánicas, que se manifiestan como un aumento de la dureza y disminución de la ductilidad, así como en modificaciones de las características macroscópicas del deslizamiento.

Blewitt y colaboradores (1) han reportado que en monocristales de cobre irradiados con neutrones, las líneas de deslizamiento son mucho más gruesas que en cobre no irradiado y que se asemejan, al menos superficialmente, a las líneas que presentan los latones alfa deformados. Estos autores han hecho notar que la deformación en los cristales de cobre irradiados es inhomogénea, formándose un frente de deformación (o banda de Lüders) que comenzando en un extremo del cristal lo recorre a medida que la deformación progresa. Las líneas de deslizamiento en la banda de Lüders son visibles a simple vista y mediciones practicadas de la altura del escalón superficial de las líneas de deslizamiento arrojan valores cercanos a un micrón.

Estas características han sido confirmadas por otras investigaciones posteriores (2, 5) en las que se ha puesto de manifiesto la influencia de parámetros tales como la temperatura de deformación y la dosis total integrada.

En el curso de una investigación sobre el fenómeno de endurecimiento por irradiación neutrónica en monocristales de magnesio (6), se ha encontrado que en este material la deformación se produce en forma inhomogénea, y que el aspecto del conjunto de líneas de deslizamiento difiere en forma marcada del observado en monocristales de magnesio sin irradiar.

Es propósito del presente trabajo estudiar mediante técnicas de observación metalográfica las características del deslizamiento inhomogéneo en monocristales de magnesio irradiados con una dosis de  $1.10^{20}$  n.v.t.

## II - TECNICAS EXPERIMENTALES

### 2.1. Preparación y deformación de los monocristales

Las experiencias se realizaron utilizando magnesio de pureza 99,99% suministrado por la firma Johnson Matthey. Los monocristales fueron crecidos en crisoles de grafito de alta pureza, partidos en el medio, usando una técnica de Bridgman modificada. El crecimiento se realizó en atmósfera de argón de alta pureza, a una velocidad de 2.2 cm por hora.

Los monocristales se crecieron con la forma de la probeta de tracción, con una sección cuadrada de 3 x 3 mm y 30 mm de longitud útil, con cabezas esféricas de  $\varnothing = 6.35$  mm. Después de obtenidos fueron atacados con una solución diluida de ácido clorhídrico y enjuagados en agua destilada y alcohol sucesivamente.

La orientación cristalográfica fué determinada usando el método de Laue de re-

flexión. Con el objeto de asegurar deslizamiento basal, se seleccionaron cristales cuya orientación era  $\chi_0 = 55^\circ$  y  $\lambda_0 = 35^\circ$ , siendo  $\chi_0$  el ángulo entre el eje del cristal y el plano basal, y  $\lambda_0$  el ángulo entre la dirección de deslizamiento  $11\bar{2}0$  y el eje del cristal.

La irradiación fué realizada en una facilidad enfriada con agua del Reactor CP-5 del Laboratorio Nacional de Argonne (EE.UU.), con una dosis integrada de  $1.2 \times 10^{20}$  neutrones por  $\text{cm}^2$  ( $E > 1 \text{ Mev}$ ).

Antes de comenzar las observaciones metalográficas los cristales fueron pulidos químicamente por inmersiones sucesivas de pocos segundos en soluciones enfriadas de HCl al 10% en agua destilada y de  $\text{HNO}_3$  al 30% en alcohol etílico. De esta manera se obtenían superficies especulares adecuadas para la observación metalográfica.

Las deformaciones fueron realizadas montando al cristal en mordazas de acero partidas, en una máquina de ensayos Instron modelo TTM, a temperatura ambiente y a una velocidad de deformación de  $1.1 \times 10^{-4} \text{ seg}^{-1}$ .

## 2.2 Evaluación de las características del deslizamiento

Con el objeto de estudiar la distribución de la deformación a lo largo del cristal se trazaron sobre una de las caras de éste, siete surcos distanciados 5 mm entre sí (Fig. 1).

Esta operación requería que los surcos fueran muy delgados y de mínima profundidad para no distorsionar el cristal, lo que fué logrado de la siguiente manera. Se utilizó un alambre delgado de tungsteno ( $\varnothing = 0.1 \text{ mm}$ ) cuyo extremo fué adelgazado por pulido electrofítico en una solución de NaOH ( $V = 1.5 \text{ volts}$ ). El proceso de formación de la punta fué controlado por medio de una lupa estereoscópica e iluminación adecuada. El alambre fué luego montado en una máquina trazadora de alta precisión, obteniéndose surcos cuyo ancho era de aproximadamente 0.7 micrones (Fig. 2).

Después de sucesivas deformaciones se medían los valores que tomaba la separación  $X_i$  entre surcos, con un error relativo menor que el 2%.

Las observaciones ópticas y micrograffas fueron realizadas mediante un aparato de contraste interferencial según Nomarsky, en un banco metalográfico Reichert Me F.

Al producirse la deformación, las líneas de deslizamiento intersectan a los surcos transversales y producen corrimientos de éstas que son proporcionales a la magnitud de la deformación en cada una de las bandas. De esta manera es posible medir la deformación según la dirección de deslizamiento cristalino, en diferentes bandas y en diferentes etapas de la deformación.

En la Fig. 3 se ha ejemplificado como una banda de deslizamiento produce un corrimiento del surco transversal, de magnitud  $\Delta S_1$ , medido paralelamente a la dirección de la banda. En dicha figura se muestra también en corte al plano de deslizamiento basal 0001 (plano G) que contiene a la dirección de deslizamiento  $11\bar{2}0$  (dirección  $\vec{g}$ ). Para relacionar el corri-

miento medido  $\Delta S_1$  con el deslizamiento  $\Delta S$  en el plano G según la dirección  $\vec{g}$ , conviene hacer uso de la proyección estereográfica.

En la Fig. 4 a, se muestra la proyección estereográfica según la dirección del eje del cristal. Sobre el plano G se halla la dirección de deslizamiento  $\vec{g}$ , que forma ángulos  $\alpha_1$  y  $\alpha_2$ , con las trazas de intersección del plano de deslizamiento con las caras 1 y 2 del cristal respectivamente. La Fig. 4 b muestra que, conocidos  $\alpha_1$  y  $\alpha_2$  y el desplazamiento  $\Delta S_1$ , es posible determinar el deslizamiento  $\Delta S$  según la dirección  $\vec{g}$ , por la relación:

$$\Delta S = \Delta S_1 \frac{\text{sen}(\alpha_1 + \alpha_2)}{\text{sen} \alpha_2}$$

### III - RESULTADOS EXPERIMENTALES

Sobre una de las probetas irradiadas se realizó un ensayo de tracción, interrumpiendo la deformación a valores prefijados, con el objeto de analizar el desarrollo de la deformación.

En la Fig. 5 se presenta una sucesión de macrograffas del cristal, tomadas con vista a la cara 1, en las que es posible observar que la deformación comienza en dos zonas del cristal cercanas a los extremos, de donde se propaga hacia el centro. Nótese el hecho de que las bandas de deslizamiento se presentan en racimos que permiten su observación a simple vista.

Este comportamiento es corroborado por las mediciones de las separaciones entre surcos, que dan una medida directa del grado de deformación local en cada una de las seis regiones en que se ha dividido el cristal, y que se presentan en las Figs. 6 y 7. Del análisis de estas figuras resulta evidente que la deformación procede en forma inhomogénea, propagándose como un frente o banda de Lüders que finalmente cubre el cristal. Es de notar sin embargo, como lo muestra la evolución de la deformación en las zonas 2, 6, 3 y 4, que al avanzar el frente se produce deformación, aunque en menor grado, por atrás y por delante de éste. Cuando la probeta tenía un 55% de deformación, se obtuvieron las micrograffas de la Fig. 8, que muestran el pasaje sobre una zona de cristal del frente de la banda de Lüders. Es posible observar fehacientemente, que no solo se producen nuevas bandas por delante del frente, sino que se intensifican las ya existentes y aparecen nuevas bandas por detrás del frente móvil.

Se tomaron micrograffas para analizar la evolución de las bandas de deformación en la zona que abarca el surco número 2. La Fig. 9 muestra una secuencia de micrograffas de esta zona para pequeñas deformaciones, en la que es posible constatar, con deformaciones crecientes, que las bandas existentes se ensanchan y crecen al mismo tiempo que se forman nuevas bandas aproximadamente equidistantes de las ya activas.

En la Fig. 10 se presentan valores del deslizamiento  $\Delta S_1$  de algunas bandas de dicha zona, en función de la deformación. Es posible observar que a un aumento rápido inicial, sucede una saturación, que coincide con el alejamiento del frente de Lüders de esa zona del cristal. Dada la poca resolución del sistema óptico empleado, no ha sido posible separar las contribuciones individuales de las líneas de deslizamiento que forman las bandas. Para realizar dichas mediciones se requiere el uso de un microscopio electrónico, por lo que será objeto de un estudio

posterior.

#### IV - DISCUSION

Es sabido que la irradiación con neutrones produce zonas cuyo diámetro es del orden de 10 - 50 Å, las cuales se cree contienen una alta densidad de vacancias (7). De acuerdo a Seeger y colaboradores (7, 10) estas zonas diluidas constituyen obstáculos para el movimiento de dislocaciones, por lo que son directamente responsables del aumento de la tensión de fluencia  $\tau_y$  y de su dependencia con la temperatura.

Para el análisis de nuestros resultados, seguiremos a Diehl (11) considerando que la tensión de fluencia puede representarse como la suma de dos contribuciones:

$$\tau_y = \tau_G + \tau_S$$

donde  $\tau_G$  es la contribución debida al campo de tensiones de largo alcance de las dislocaciones y  $\tau_S$  es la tensión necesaria para vencer los obstáculos en el plano de deslizamiento, lo que puede lograrse con ayuda de la activación térmica. En el modelo de Seeger estos obstáculos serían las zonas diluidas ya mencionadas. Durante la deformación, las dislocaciones cortan estas zonas y las destruyen gradualmente, con lo cual hacen desaparecer su efectividad como obstáculos. De este modo la contribución al endurecimiento,  $d\tau_S/d\epsilon$ , es negativa. Por otra parte, la contribución al endurecimiento del término  $\tau_G$ ,  $d\tau_G/d\epsilon$ , es siempre positiva pues en general la densidad de dislocaciones aumenta con la deformación.

Cuando se tensiona homogéneamente una muestra irradiada, la deformación comienza en regiones localizadas del cristal. En ellas se dará el hecho de que debido a la destrucción de zonas será más fácil que la deformación continúe allí que en otras regiones del cristal. Esta situación se mantendrá hasta que el aumento de  $\tau_G$ , dentro de la región deformada, sea tal que a la tensión aplicada, puedan formarse nuevas bandas en regiones no deformadas. De esta manera es posible explicar en forma cualitativa la formación de un frente localmente muy deformado que se propaga a través del cristal.

Cuando se tienen dos bandas ya activas que tienden a saturarse por la contribución de  $\tau_G$  al endurecimiento local, la contribución del campo de tensiones de largo alcance de las mismas será mínima a una distancia media entre ambas. Este razonamiento predice entonces, en concordancia con nuestras observaciones, que las nuevas bandas se formarán equidistantes de bandas ya existentes.

Nuestras observaciones en cristales de magnesio irradiados con neutrones concuerdan en forma general con el comportamiento observado en cobre irradiado, por lo que puede ser explicado en forma similar. El hecho de que en magnesio, a diferencia del cobre, se produzca deformación por delante y por detrás del frente de Lüders indica que esta similitud, sin embargo, no es completa. Por otra parte el hecho de que la deformación  $\epsilon_F$  para que el frente de Lüders se propague completamente a través del cristal, sea notoriamente mayor que en el cobre irradiado con dosis equivalente, sugiere la validez de la interpretación avanzada, ya que en Magnesio, por operar un solo sistema de deslizamiento, el coeficiente de endurecimiento  $d\tau_G/d\epsilon$  es menor que en el cobre, donde se ha observado la activación de sistemas secundarios.

## AGRADECIMIENTOS

Queremos agradecer al Dr. T. H. Blewitt, de Argonne National Laboratory, USA, por haber irradiado muestras de magnesio y al Prof. R. Steinberg y Sr. A. M. Araoz, del Laboratorio de Metrología Dimensional del Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Argentina, por su colaboración en la parte experimental de este trabajo.

## REFERENCIAS

- 1) BLEWITT T. H., COLTMAN R. R., JAMISON R. E. and REDMAN J. K.,  
J. Nuclear Mat., 2 (1960) 277.
- 2) ESSMANN U., MADER S. and Seeger A., Metallk. 52, (1961) 443.
- 3) GREENFIELD J. G. and WILSDORF H. G. F., J. Appl. Phys. 32, (1961), 827.
- 4) ESSMAN U. and SEEGER A., Phys. Stat. Sol. 4, (1964), 177.
- 5) DIEHL J. and HINZNER F., Phys. Stat. Sol. 7, (1964), 121.
- 6) BISOGNI, E., FUNES A. J. y POMAR C., Conferencia A. B. M. 1967.
- 7) SEEGER A., Proc. 2nd. UN Int. Conf. P. U. A. E., 6 (1958) 250;  
SEEGER A., Rad. Damage in Solids, I. A. E. A., Viena, 1962.
- 8) RUKWIED A. and DIEHL J., Z. Metallk. 55 (1964) 266.
- 9) SCHWINK Ch. and GRIESHMMER G., Phys. Stat. Sol. 6 (1964) 665.
- 10) DIEHL J., SEIDEL G. P. and NIEMANN L., Phys. Stat. Sol. 11 (1965) 339.
- 11) DIEHL J., Rad. Damage in Solids, I. A. E. A., Viena 1962.

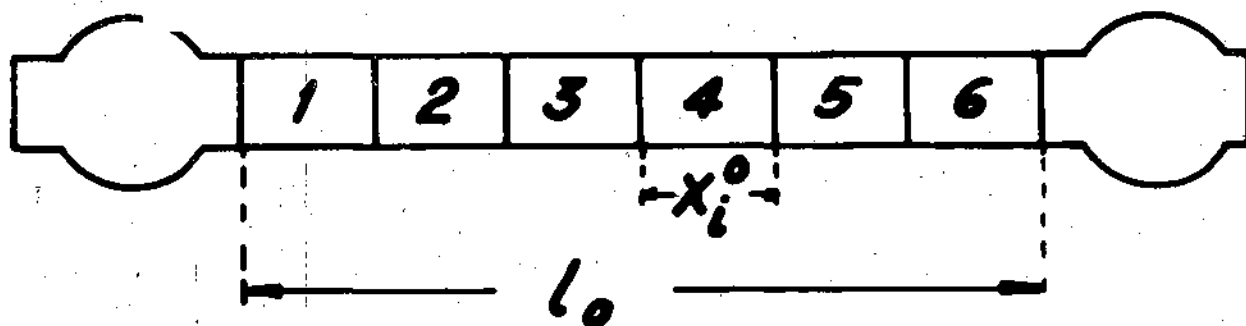


Fig 1 - Vista esquemática de una probeta con los siete surcos que dividen su cara en seis zonas.

$l_0$  = longitud inicial de la probeta;  $x_i^0$  longitud inicial de la zona

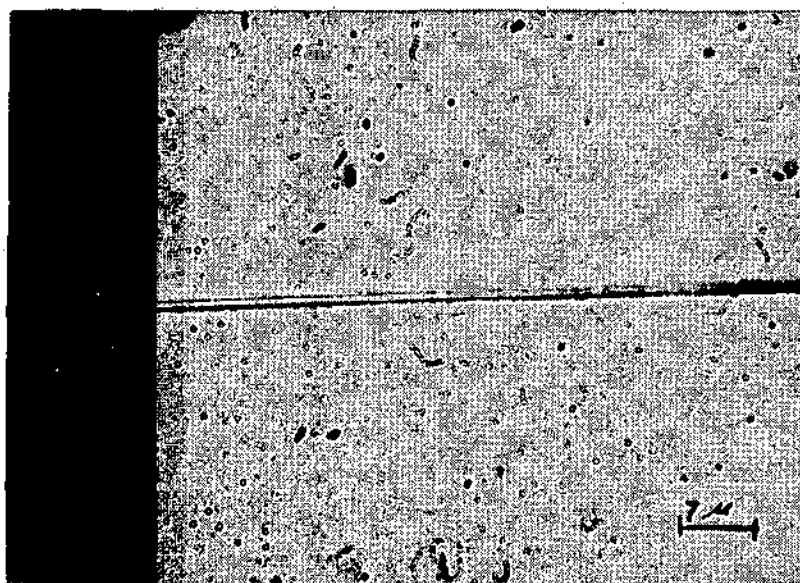


Fig. 2 - Surco trazado con una punta de tungsteno sobre una superficie de Mg.



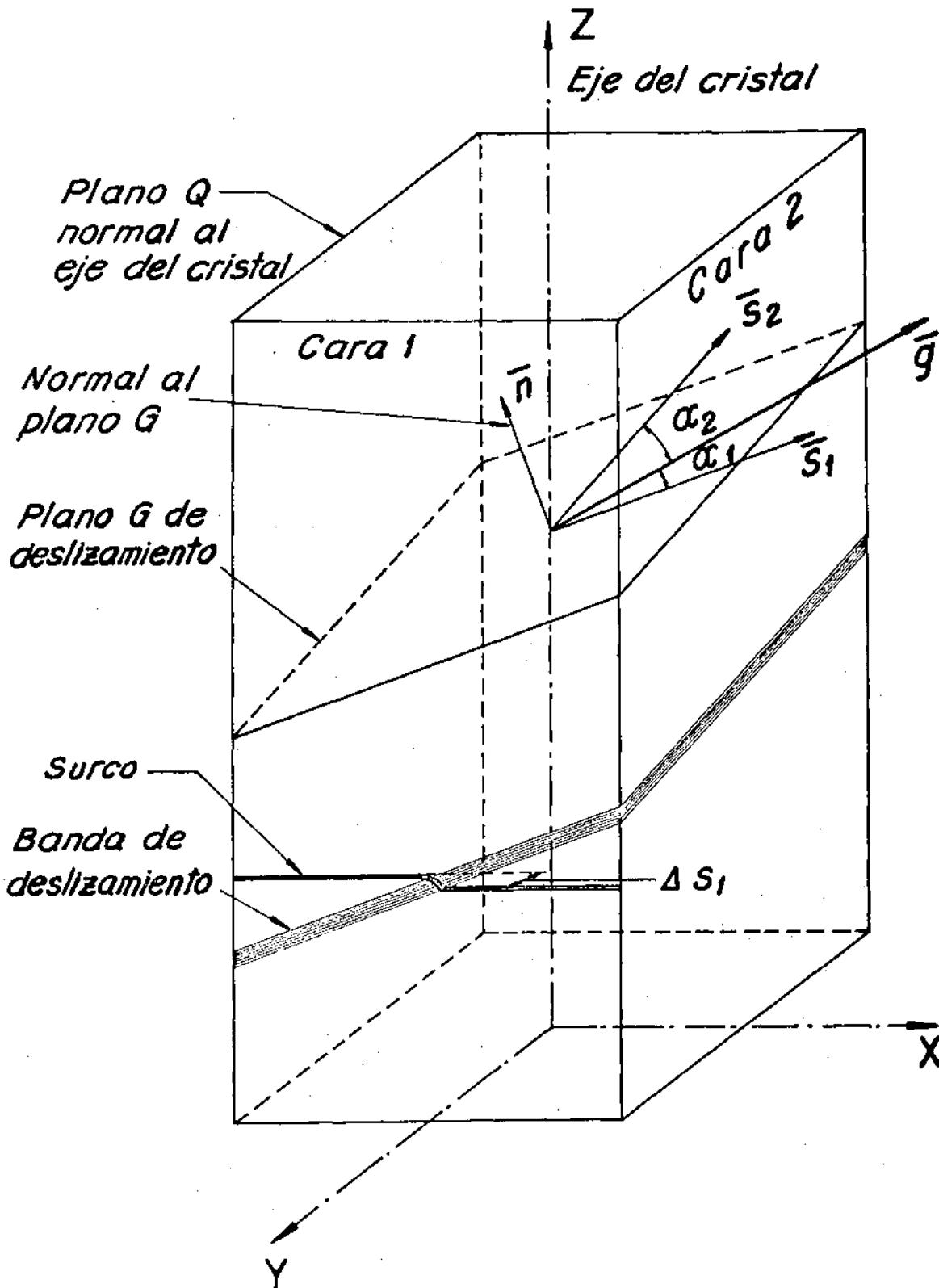


Fig. 3 - Vista en perspectiva del cristal, del sistema de deslizamiento y del corrimiento de un surco por una banda de deslizamiento.

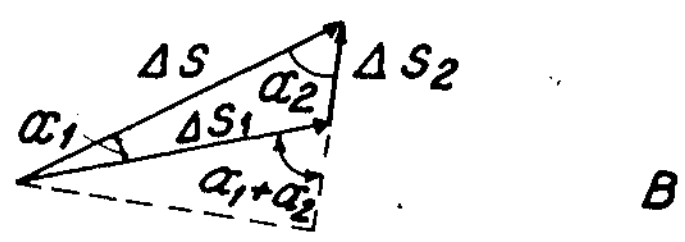
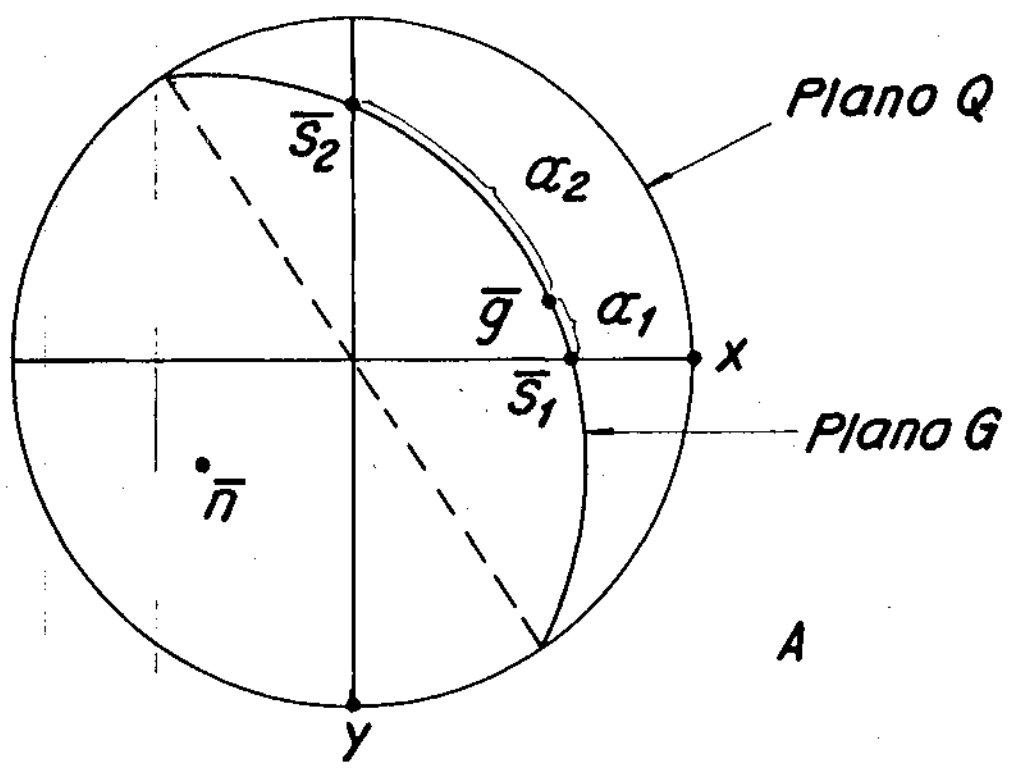
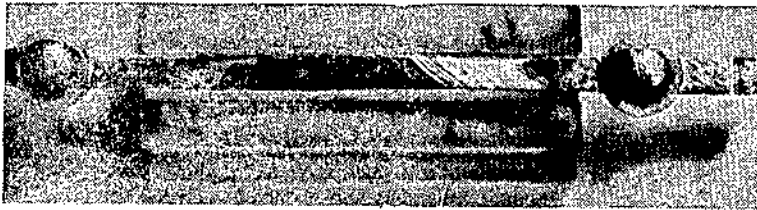
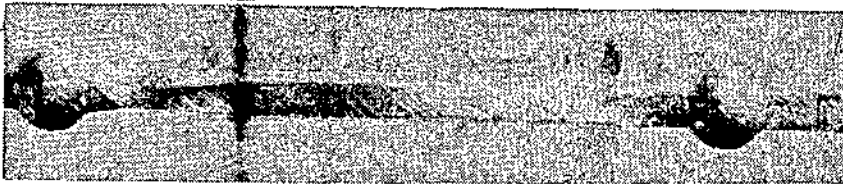


Fig. 4 - A) Proyección estereográfica según el eje Z del cristal de la Fig. 3.  
 B) Descomposición vectorial de deslizamiento según  $\bar{S}_1$  y  $\bar{S}_2$



Deformado 8%



Deformado 30%



Deformado 38%

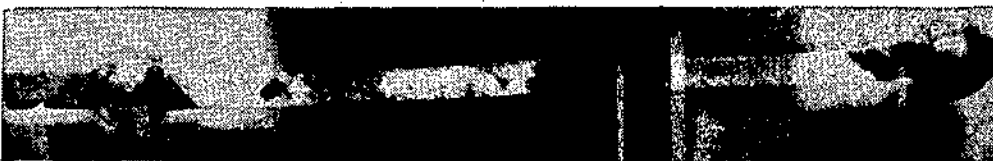


Deformado 55%

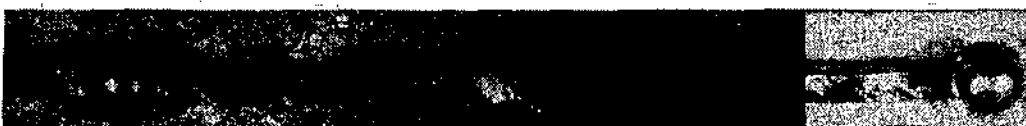
Fig. 5a. - Macrograffa de la cara 1 del Mg 18.1 en sucesivos estados de deformación.



Deformado 30%



Deformado 38%



Deformado 72%

Fig. 5b. - Macrograffa de la cara 2 del Mg 18.1 en sucesivos estados de deformación.

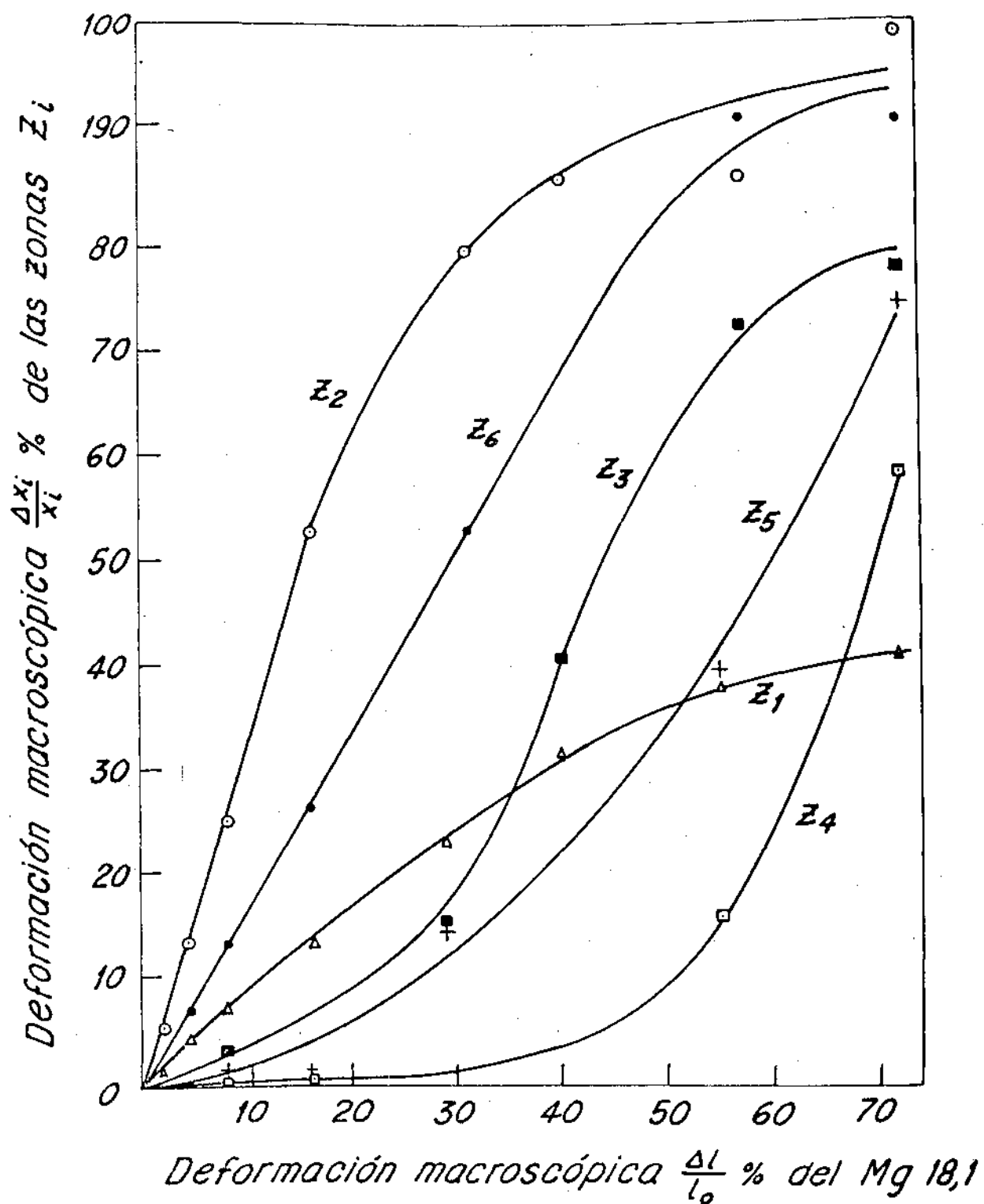


Fig. 6 - Deformación de cada una de las seis zonas del cristal en función de la deformación total.

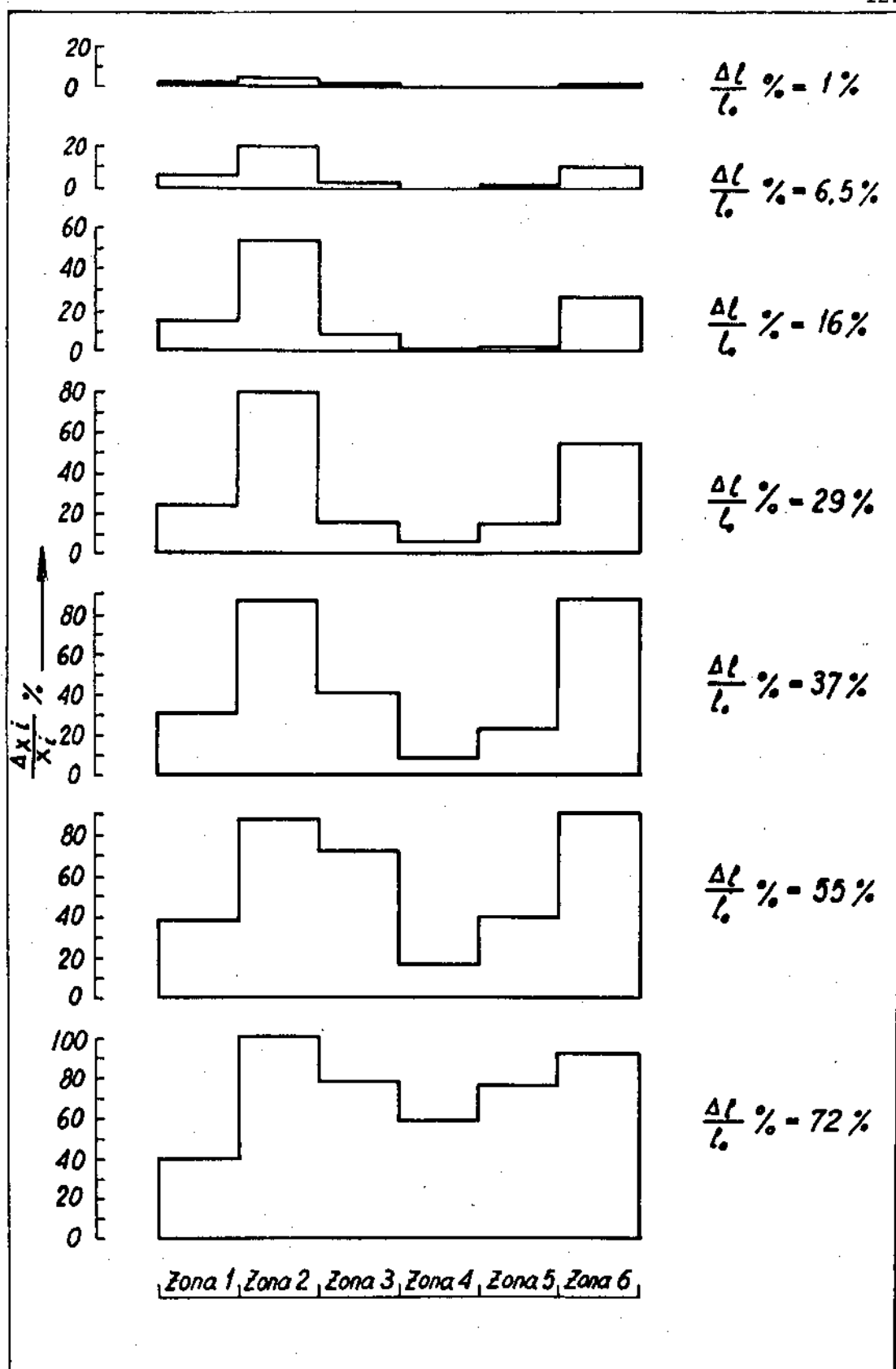
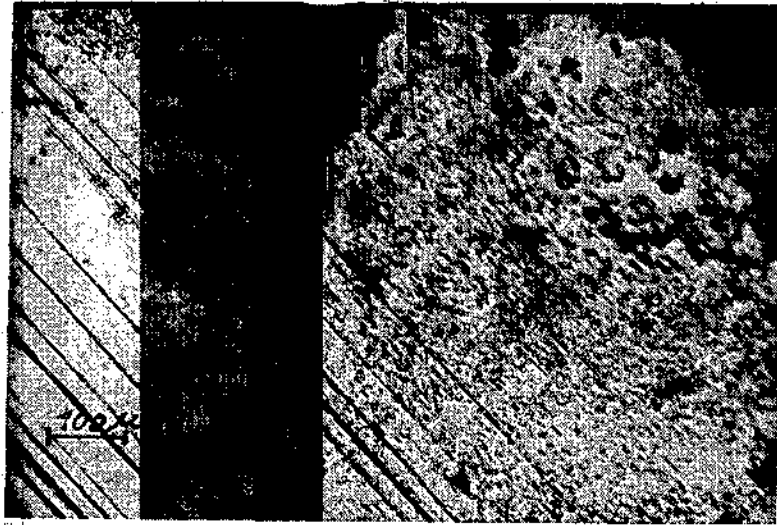
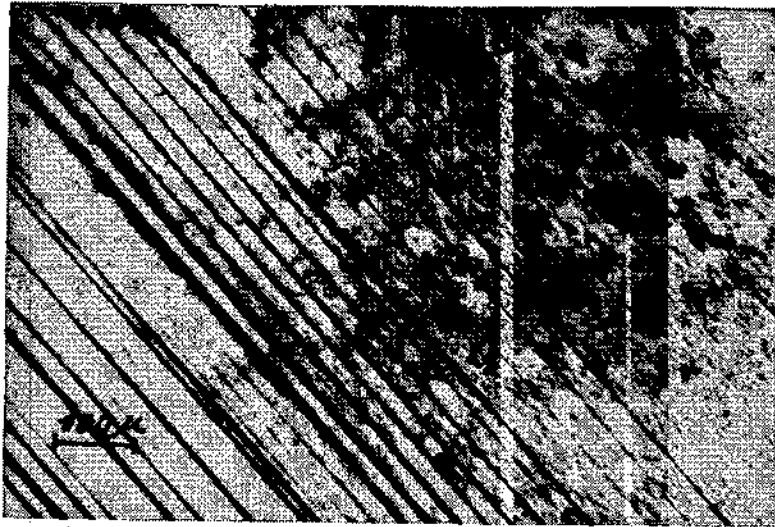


Fig. 7 - Deformación macroscópica  $\frac{\Delta X_i}{X_i} \%$  de las seis zonas del Mg 18.1 para siete estados distintos de deformación macroscópica.



Deformada 55%



Deformada 58%



Deformada 62%

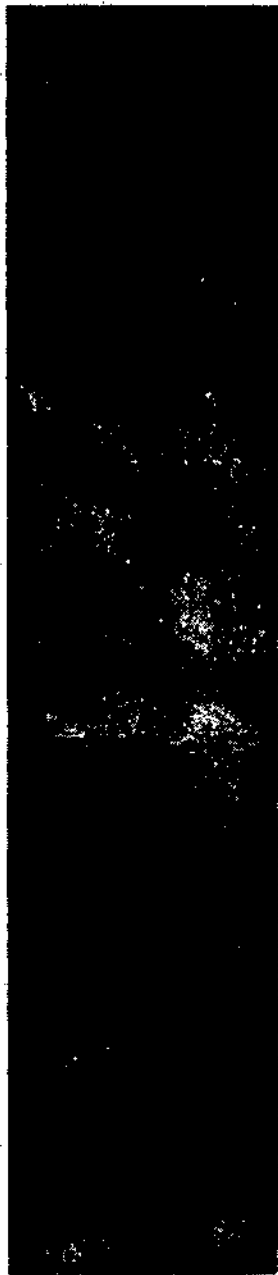
Fig. 8 - Las tres micrograffas ponen de manifiesto el avance del frente de la zona deformada.

C

B

A

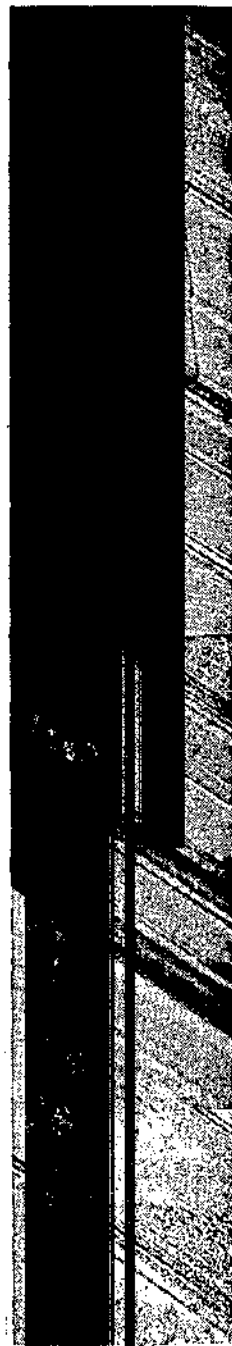
$$\frac{\Delta l}{l_0} \% = 3\%$$



$$\frac{\Delta l}{l_0} \% = 5\%$$



$$\frac{\Delta l}{l_0} \% = 7\%$$



10 μ

Fig. 9 - Micrografías de la misma zona del cristal en tres estados distintos de deformación. La línea horizontal quebrada es el surco No. 2 (ver Fig. 1).

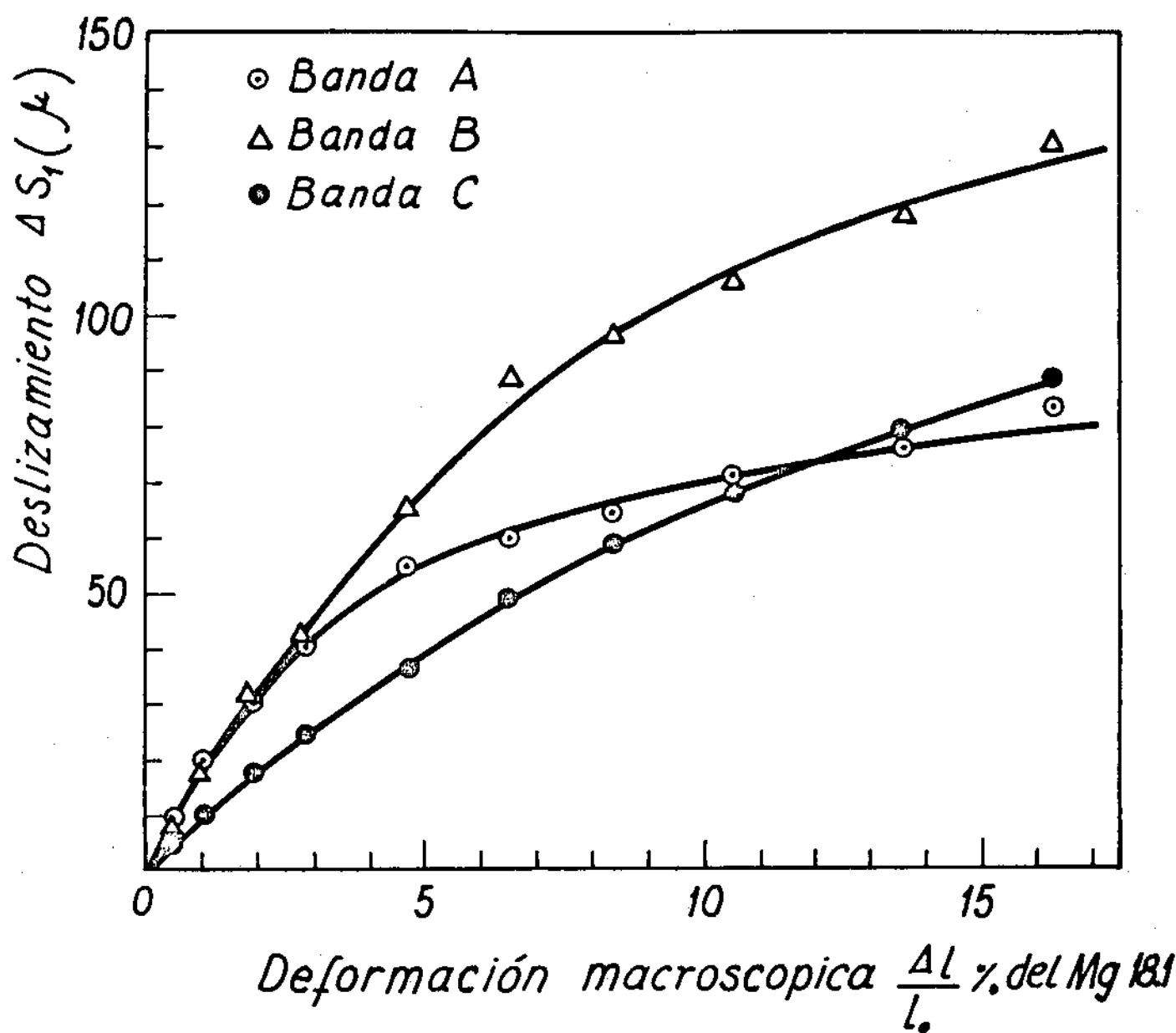


Fig. 10 - Evolución de las bandas A, B y C de la Fig. 9