

UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO

Tesis que para obtener
el título de Físico
presenta

SUSANA SPERSTEIN
SHADERMAN

1975

A M I S P A D R E S

I N D I C E

I .-- INTRODUCCION

- a). Estructura del KBr, características y propiedades.
- b). La deformación plástica en cristales iónicos.
- c). Termofluencia. La curva de termofluencia.

II .-- LA TERMOFLUENCIA EN MATERIALES CRISTALINOS.

- a). Fenomenología y leyes empíricas.
- b). Los efectos del tamaño del grano y del subgrano.
- c). Los efectos de la porosidad.
- d). Termofluencia en iónicos.

III .-- LA PREPARACION DE LAS PASTILLAS DE KBr.

- a). Elaboración y compactación del polvo.
- b). Sinterizado de las muestras.
- c). Ataque químico para la determinación del tamaño de grano. Clasificación de las muestras.

IV .-- TERMOFLUENCIA EN CRISTALES DE KBr.

- a). Descripción de la máquina empleada. Calibración y control del esfuerzo.
- b). Resultados de termofluencia obtenidos para diferentes policristales de KBr.
- c). Comparación de la termofluencia en KBr policristalino y KBr monocristalino.
- d). Análisis de los resultados.

Ia .- ESTRUCTURA DEL KBr, CARACTERISTICAS Y PROPIEDADES.

La deformación plástica de los metales a altas temperaturas ha sido bastante estudiada, por lo que se comprende con claridad el comportamiento mecánico de los metales a altas temperaturas. Esto no sucede con los materiales iónicos cuyo comportamiento mecánico a altas temperaturas no se conoce con precisión. El KBr es un material iónico (una sal) que como el NaCl tiene una red de Bravais cúbica centrada en las caras. Los cristales de KBr son incoloros, cuando es puro. Sus principales propiedades físicas son las siguientes:

a). Vector de Burgers	3.29 Å
b). Punto de Fusión	730 °C
c). Densidad del KBr Sólido	2.75 gr/cm ³
d). Densidad del KBr Líquido	1.99 gr/cm ³
e). Presión de Vapor a T ambiente	10 ⁻¹ Torr.
f). Peso Molecular	119.01 gr.
g). N ^o de átomos por cm ³	1.39 x 10 ²⁷

Ib.- LA DEFORMACION PLASTICA EN CRISTALES IONICOS.

La deformación plástica a bajas temperaturas es producida en gran parte por deslizamiento. El proceso de maclado mecánico si bien es menos importante, contribuye en forma significativa cuando el deslizamiento es impedido.

Después de la deformación plástica de un cristal, se puede observar que su superficie está cubierta por líneas delgadas y paralelas. Estas se llaman líneas de deslizamiento y resultan de un desplazamiento relativo de los planos cristalinos. Estas líneas se ven por medio de microscopio óptico y en algunos casos a simple vista formando bandas gruesas.

Las líneas de desplazamiento son rectas en cristales hexagonales y en cristales cúbicos centrados en las caras (CCC) pero son onduladas en materiales (CC).

La combinación de la dirección de deslizamiento y el plano que la contiene se llama sistema de deslizamiento.

En general, la dirección de deslizamiento es la más compacta y los planos de deslizamiento son los más distantes entre sí y también los más compactos. Si se impide el deslizamiento de estos planos por esfuerzos locales elevados, otros planos menos compactos pueden elevar ó iniciar su actividad.

En los materiales CCC que se componen de un solo tipo de átomos, se ha encontrado un solo sistema de deslizamiento. (Ver - Figura Ib.1.)⁽¹⁾.

En los cristales iónicos la cosa es un tanto diferente ya que la red esta formada por dos tipos de iones, uno positivo y

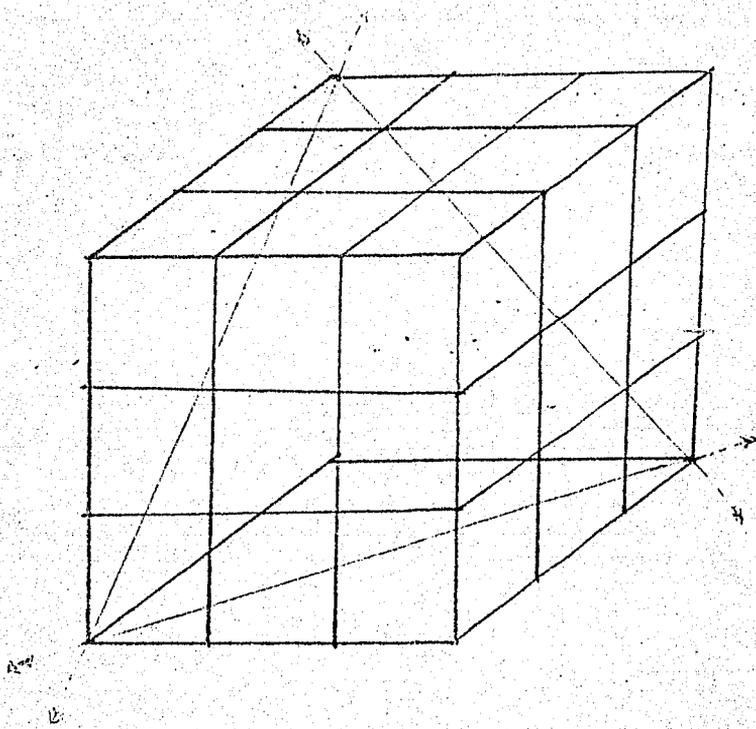


FIGURA Ib.1.- Planos de deslizamiento $\{111\}$ y dirección de desplazamiento $\langle 110 \rangle$ en cristales CCC.

el otro negativo.

Los cristales con la estructura del NaCl se deslizan más fácilmente en los planos $\{110\}$ y en la dirección $\langle 110 \rangle$ como se muestra en la Figura Ib.2.⁽²⁾

A temperaturas elevadas el deslizamiento puede ocurrir también en los planos $\{100\}$ con dirección $\langle 100 \rangle$ como se muestra en la Figura Ib.3. En ambos casos la dirección de deslizamiento es la más corta conectando dos iones del mismo signo.

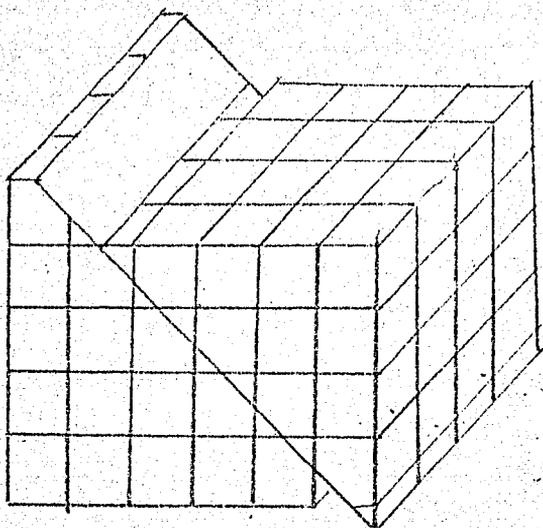


FIGURA Ib.2.- Planos $\{110\}$ con dirección $\langle 110 \rangle$.

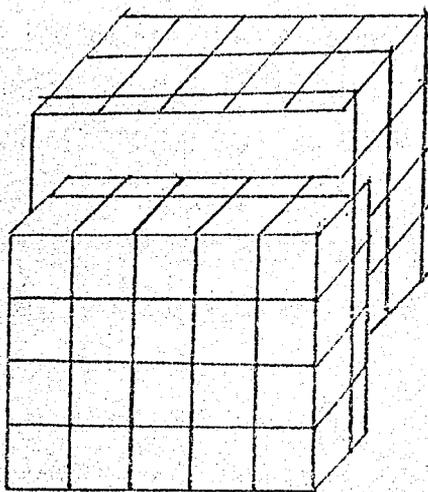


FIGURA Ib.3.- Plano: $\{100\}$ con dirección $\langle 100 \rangle$.

Notese que cualquier deslizamiento en la dirección $\langle 100 \rangle$ daría como resultado que iones del mismo signo quedaran en algún momento enfrente uno del otro.

Geométricamente se supondría que el sistema de deslizamiento $\{100\} \langle 110 \rangle$ debiera ser más favorable que el sistema $\{110\} \langle 110 \rangle$ ya que los planos $\{100\}$ son más compactos y están más separados. Esto no se observa y se debe probablemente a que durante el deslizamiento iones del mismo signo se acercan entre sí a la mitad de la unidad de traslación ejerciendo entre ellos una fuerte repulsión.

Los planos $\{111\}$ son más compactos y están más espaciados que los $\{110\}$ pero su deslizamiento daría lugar a un desequilibrio de cargas electrostáticas.

El deslizamiento cristalino es el resultado de la acción de un esfuerzo cortante en el plano de deslizamiento. La componente del esfuerzo normal a este plano no tiene influencia en la deformación por deslizamiento.

Para aclarar esto, consideremos la componente del esfuerzo en el plano de deslizamiento. Un monocristal, por ejemplo, de sección transversal A sometido a una tensión axial (Figura Ib.4.), muestra que el esfuerzo sobre una sección recta es uniforme y su magnitud es $\sigma = P/A$. Consideremos ahora el estado de tensión sobre una sección oblicua pq (el plano de desplazamiento) que corta la barra formando un ángulo ϕ con sección normal $m'n'$. Consideremos la parte situada a la izquierda de la sección oblicua pq como cuerpo libre y representemos la acción de la parte eliminada

sobre este cuerpo por la fuerza resultante S .

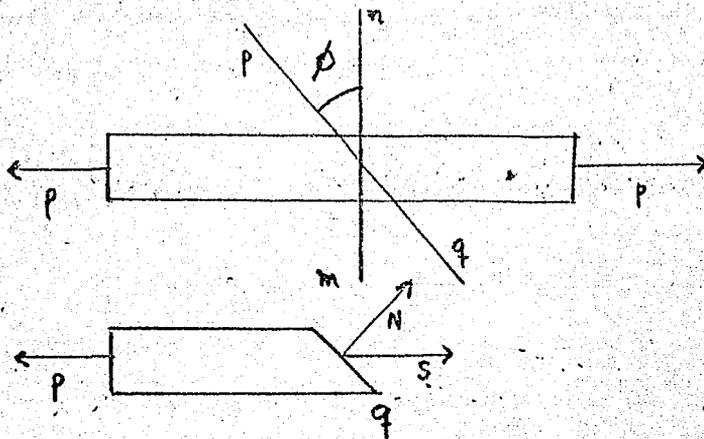


FIGURA Ib.4.- Cristal sometido a tensión.

Por la condición de equilibrio, la fuerza S debe ser igual, opuesta y colineal a la fuerza externa tal como se indica. - Descomponiendo S en las componentes N y q normal y tangencial al plano tenemos;

$$N = P \cos \phi \qquad q = P \sin \phi$$

puesto que el área de la sección oblicua es,

$$A' = A / \cos \phi$$

los esfuerzos correspondientes son

$$\sigma_n = \frac{N}{A'} = \frac{P}{A} \cos^2 \phi \qquad \text{esfuerzo normal}$$

$$t = \frac{q}{A'} = \frac{P}{A} \cos \phi \sin \phi \qquad \text{esfuerzo cortante.}$$

Para un cierto valor de la tensión tendremos que los planos de deslizamiento se desplazarán uno sobre otro. Aeste valor del esfuerzo se le llama esfuerzo de corte crítico.

De la fórmula para el esfuerzo de corte vemos que este -

es máximo para $\phi: 45^\circ$ de modo que si el material no tiene una orientación preferencial (como en el caso general de los policristales) y este es más débil que al corte, a la tensión (ó a la compresión) puede ocurrir que se produzca una falla debido al desplazamiento relativo entre dos partes del material con una inclinación de 45° .

A altas temperaturas un policristal puede deformarse por deslizamiento de grano. Los límites de grano a 45° son los que más se deslizan, pues son los que mayor esfuerzo de corte sienten.

El maclado mecánico como se dijo anteriormente también contribuye a la deformación plástica. Se dice que un cristal está maclado cuando una región de su red cristalina es una imagen, respecto a un plano, de otra región. (Ver Figura Ib.5.)

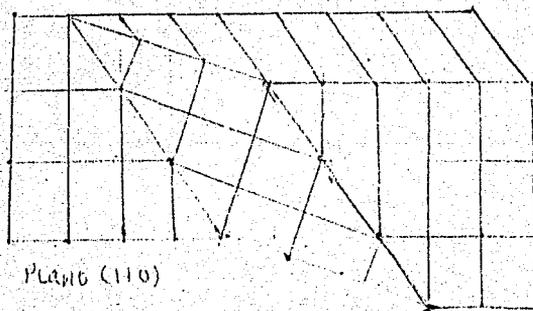


Figura Ib.5. - DÍA RAMA DEL PROCESO DE MACLADO EN UNA RED CC.

El esfuerzo requerido para producir el maclado mecánico - es más elevado que el necesario para producir deslizamiento y menos sensitivo a la temperatura que este. Por lo general el maclado se produce cuando el esfuerzo interno es elevado, ya sea como resultado del endurecimiento ó debido a las bajas temperaturas.

I c.- TERMOFLUENCIA. LA CURVA DE TERMOFLUENCIA.

El esfuerzo de cedencia a bajas temperaturas, es una medida del esfuerzo necesario para que comience la deformación plástica instantánea de los materiales (Figura Ic.1.)



FIGURA Ic.1.- Curva de esfuerzo contra deformación.

A temperaturas elevadas, ($T > \frac{1}{2}$ Temperatura de Fusión), sin embargo, la deformación plástica se produce aún a esfuerzos mucho menores⁽³⁾.

Para describir la deformación plástica que tiene un material a altas temperaturas se realizan pruebas de termofluencia. Estas pruebas se efectúan aplicando al material a altas temperaturas un esfuerzo o una fuerza constante y midiendo la deformación del mismo en función del tiempo.

Una serie de curvas típicas de termofluencia a esfuerzo constante se muestran en la Figura Ic.2.⁽⁴⁾

Como se puede observar de la figura, es posible dividir

$$\epsilon = \Delta l / l_0$$

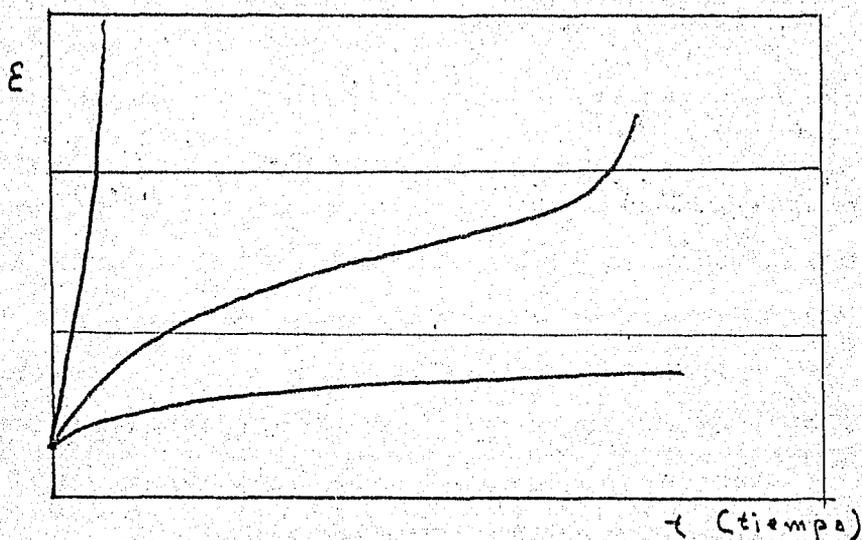


FIGURA 10.2.- Curvas típicas de termofluencia.

a las curvas entres zonas, delimitando cada una de ellas, distintas etapas de la prueba.

La primera etapa de la prueba se llama etapa primaria.

En esta el material se endurece, o sea que la velocidad de termofluencia decrece con el tiempo. Se supone que en este periodo de tiempo se forma una subestructura estable.

La segunda etapa de la termofluencia se llama etapa secundaria y se caracteriza por una rapidez constante de fluencia a medida que se deforma la muestra. Las subestructuras se mantienen generalmente estables.

Existe un equilibrio entre el endurecimiento de la muestra debido al esfuerzo y la recuperación de la misma por la temperatura a la que esta sometida.

La tercera etapa ó etapa terciaria, se asocia generalmente con la aparición de un cuello (en probetas sometidas a tensión) y por la formación de cavidades que se encuentran localizadas, generalmente cerca de las fronteras de grano. En esta etapa falla la muestra.

En las gráficas que se obtienen cuando un material se somete a una fuerza de tensión constante, se distinguen también tres etapas. Sin embargo la segunda etapa se verá reducida ya que como la muestra disminuye en su sección transversal, a medida que pasa el tiempo, el esfuerzo irá aumentando con la deformación. La última etapa es en este caso más larga, al ser la segunda más corta.

Para explicar el fenómeno de deformación plástica se toman en cuenta muchos factores, entre ellos, el tamaño de grano, el tamaño de subgrano, el grado de pureza y la porosidad del material, la temperatura y el esfuerzo a que están sometidos los materiales. La influencia de cada uno de estos factores la estudiaremos más adelante.

La segunda etapa de la termofluencia, en la que la velocidad de deformación es constante, ha sido la más estudiada. En las aplicaciones, los materiales sometidos a esfuerzos y temperaturas elevadas son útiles mientras se encuentran en esta etapa. El material debe reemplazarse cuando se inicia la etapa terciaria para evitar una ruptura que en ocasiones puede resultar catastrófica.

11a.- FENOMENOLOGIA Y LEYES EMPIRICAS

En esta sección estudiaremos la dependencia de la rapidez de termofluencia con la temperatura, la difusión y el esfuerzo.

Si se considera que existen i mecanismos independientes que contribuyen a la deformación plástica a esfuerzo constante, entonces la rapidez de la termofluencia estará dada por (2).

$$\dot{\epsilon} = \sum_i A_i f_i(\sigma, T, S) \exp \left[-Q_i(\sigma, T, S) / RT \right] \text{--- II a.1}$$

donde la suma es sobre todos los mecanismos i presentes, A_i es una constante, f_i representa una función que depende de las variables, σ es el esfuerzo aplicado, T la temperatura absoluta y S el parámetro de estructura que varía con el tamaño de grano, la subestructura y la porosidad. Q_i es la energía de activación de la termofluencia y R la constante de los gases.

En la práctica un mecanismo predomina sobre los otros y la ecuación para la rapidez se reduce a:

$$\dot{\epsilon} = \frac{A'}{RT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \exp(-Q/RT) \text{--- II a.1'}$$

donde n es el exponente del esfuerzo, G el módulo de corte y A' es aproximadamente constante para cualquier esfuerzo.

Si consideramos al esfuerzo constante, podremos estudiar la variación de la rapidez de termofluencia con la temperatura. La ecuación que describirá el proceso será:

$$\dot{\epsilon} = \frac{k e^{-Q/RT}}{RT} \quad \text{--- II a. 1''}$$

La constante k puede ser ligeramente dependiente de la temperatura. La energía de activación Q es generalmente independiente de la deformación, pero puede ser función de la temperatura y del esfuerzo.

Si se evalúa la energía de activación como función de la temperatura para el aluminio policristalino puro, se encuentra una dependencia como la que se muestra en la figura 11a.1. Se puede observar en la misma figura que la energía de activación es casi constante entre $0.5T_m$ y $1.0T_m$ (T_m es la temperatura de fusión). Esta energía (en ese intervalo de temperatura) resulta ser igual a la energía de autodifusión del aluminio.

Para la mayoría de los no-metales, no existen suficientes datos para determinar la dependencia de la energía de activación con la temperatura. El caso del NaCl, sin embargo, si se ha estudiado y se conoce como varía la energía de activación entre $0.5T_m$ y $1.0T_m$. (Ver figura 11a.2).

También en el caso del NaCl a temperaturas mayores de $0.5T_m$ la energía de activación es casi igual a la

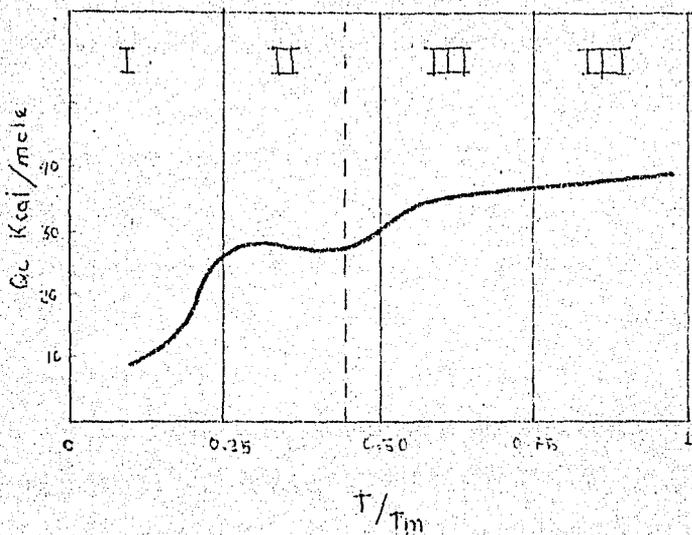


FIGURA 11a.1.-Dependencia de Q_c con la temperatura para aluminio policristalino puro.

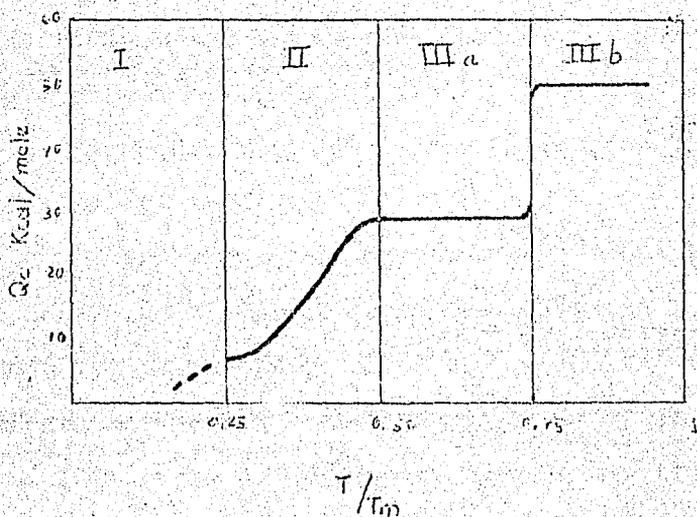


FIGURA 11a.2.-Dependencia de Q_c con la temperatura para el NaCl.

de autodifusión de los iones de cloro. En el intervalo -- llla de la figura lla.2. la energía de activación es casi constante y es igual a la energía de difusión de los iones de cloro en monocristales de NaCl con una gran concentración de dislocaciones. En el intervalo lllb, la energía de activación es también casi constante y es casi igual a la de difusión de los iones de cloro en policristales o monocristales de NaCl.

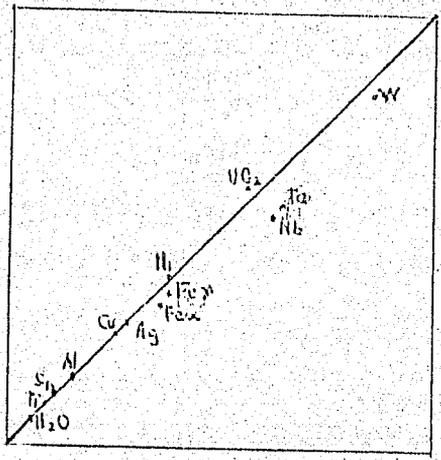
Se cree que la energía de activación en la ~~región llla~~ región llla está relacionada con el movimiento de las dislocaciones, mientras que en la región lllb, estas no influyen en la energía de activación.

A continuación se estudiará la dependencia de la rapidez de termofluencia con la difusión.

A temperaturas elevadas (T_{D1} o T_{D2}), las dislocaciones pueden ascender ayudadas por el transporte de átomos que existe debido a la difusión. Se puede esperar entonces una proporcionalidad entre la rapidez de termofluencia y la difusión.

Dorn y su grupo demostraron (5) que la autodifusión controla la rapidez de la termofluencia en el caso de los metales puros cuando éstos se prueban a temperaturas elevadas. Esta prueba consistió en mostrar experimentalmente que la energía de activación para la termofluencia y la energía de activación para la autodifusión tienen el mismo

VALOR DE Q PARA LA AUTODIFUSION



VALOR DE Q PARA LA TERMOFLUENCIA

FIGURA 11a. 3.-Resultados obtenidos por Dorn y su grupo.

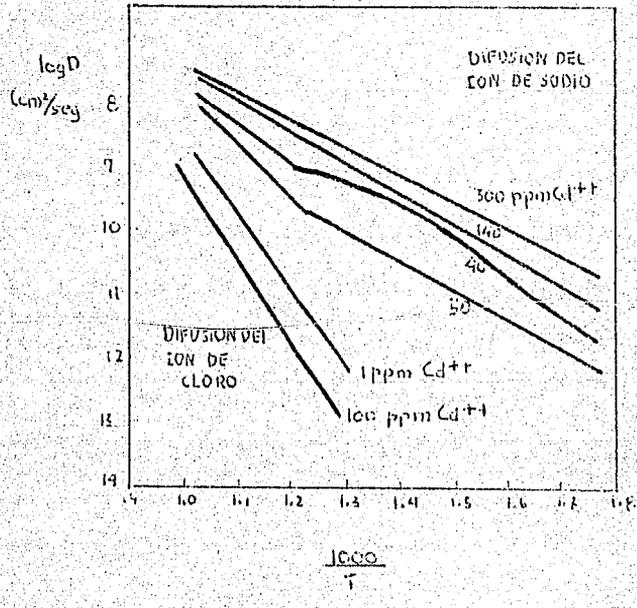


FIGURA 11a. 4.- Variación de la difusión con el aumento de impurezas para un monocristal de NaCl

valor. (Ver figura lla.3).

En los materiales iónicos se dificulta la determinación de la energía para la autodifusión ya que esta -- varía con la concentración de impurezas. por ejemplo, cuando se disuelve calcio o cadmio en NaCl, aumenta la concentración de las vacancias de sodio y decrece la de las de cloro. Este efecto influye notáblemente en la difusión (ver figura lla.4).

Aún no se conoce el efecto de las impurezas en la rapidez de la termofluencia pero es de esperarse que, al igual que la difusión, sea afectada.

En general es difícil determinar cual es el mecanismo dominante que controla la rapidez de la termofluencia en determinadas condiciones. Los mecanismos más comunes son: Difusión de las vacancias, ascenso de dislocaciones, y el movimiento no conservativo de codos en dislocaciones de tornillo.

Teóricamente se han obtenido varias expresiones para la rapidez de la termofluencia. Estas expresiones se calculan suponiendo que existe algún mecanismo que controla la rapidez de la termofluencia. Algunas de las teorías más importantes se muestran en la tabla lla.1.

Las teorías que se muestran en la tabla lla.1. se expondrán con mayor detalle en las siguientes páginas.

La dependencia de la rapidez de deformación $\dot{\epsilon}$ con el esfuerzo σ se puede estudiar manteniendo la temperatura constante. En la figura lla.5 se ilustra como varía la rapidez de termofluencia con el esfuerzo para un metal típico policristalino y puro sometido a una temperatura entre $0.5T_m$ y $1.0T_m$.

En esa figura se puede ver que cuando los esfuerzos son bajos $\dot{\epsilon} = k\sigma$. A esfuerzos intermedios $\dot{\epsilon} = k\sigma^5$ y cuando los esfuerzos son elevados $\dot{\epsilon} = k\sigma^6$. Para cualquier material cristalino, tendremos que para esfuerzos intermedios $\dot{\epsilon} = k\sigma^\alpha$ donde α varía entre 3 y 6.

Se cree que cuando $\dot{\epsilon} = k\sigma$ la termofluencia se debe a la migración de átomos en el sentido en el que se aplica el esfuerzo. Esta migración puede ser a través de la red (6) o a través de la frontera de grano (figuras lla.6 y lla.7).

El primer caso fué analizado por Nabarro y Herring en forma independiente (6) (7). La ecuación para la rapidez de termofluencia que obtuvieron para el estado estacionario fue

$$\dot{\epsilon} = \frac{\alpha D}{L^2} \frac{\sigma \Omega}{kT} - \Pi \alpha \cdot J_a$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la rapidez de deformación longitudinal, L es el tamaño de grano, α es una constante aproximadamente igual a 5 para esfuerzos uniaxiales, Ω es el volumen atómico, k la constante de Boltzman, D el coeficiente de di-

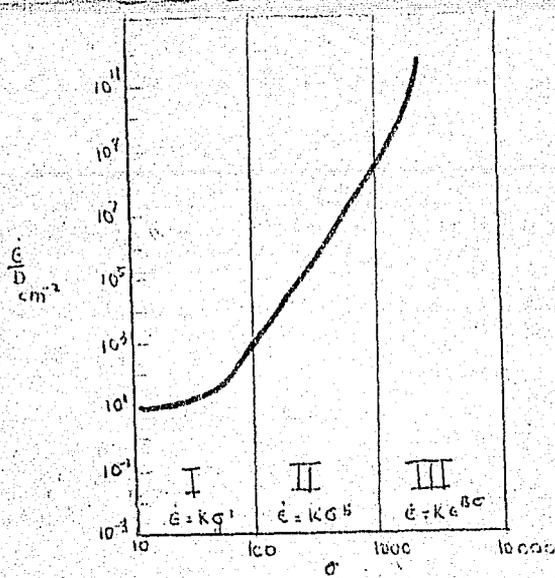


FIGURA IIa.5.- Influencia del esfuerzo en la rapidez de la termofluencia para un metal típico policristalino y puro.

El intervalo I corresponde a la termofluencia difusiva.

El intervalo II está controlado por el ascenso de dislocaciones manteniéndose la de vacancias en equilibrio.

El intervalo III está controlado por el ascenso de dislocaciones. La concentración de vacancias en este intervalo es mayor que cuando existe equilibrio térmico.

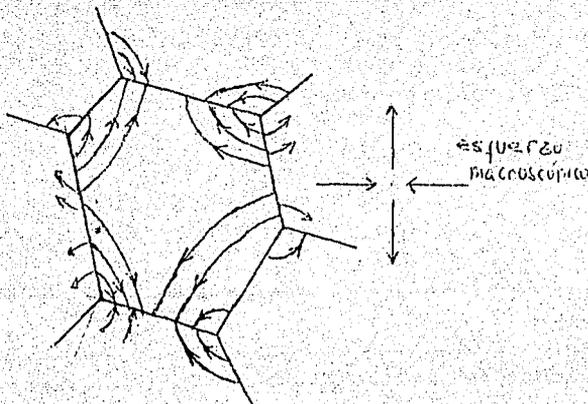


FIGURA IIa.6.- Grano en el cual se muestra la migración de átomos por medio de flechas

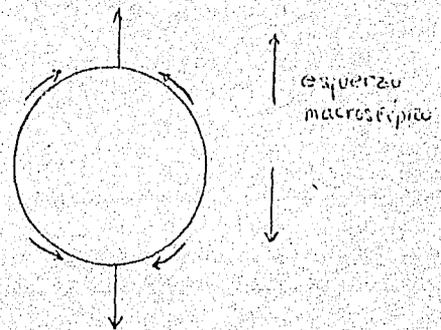


FIGURA IIa.7.- Grano esférico en el cual se muestra la migración de átomos

fusión y T la temperatura.

Este mecanismo predomina cuando el tamaño de grano es pequeño.

Consideremos el grano de la figura 11a.6. Apliquémosle un esfuerzo de tensión σ en dirección vertical y un esfuerzo de compresión $-\sigma$ en la dirección horizontal. Debido a los esfuerzos aplicados, la energía libre requerida para la formación de vacancias será menor en una frontera de grano horizontal que en una frontera vertical.

La concentración de vacancias en equilibrio en una frontera horizontal será de $N_0 e^{\sigma\Omega/kT}$ y la de una frontera vertical será de $N_0 e^{-\sigma\Omega/kT}$ donde N_0 es la concentración de vacancias en equilibrio (5).

Cuando $\frac{\sigma\Omega}{kT} \ll 1$ la diferencia en la concentración será de $2\Delta N = \frac{2\sigma\Omega N_0}{kT}$ existirá un flujo de vacancias (gradiente) igual a $\frac{4D_v \Delta N}{L}$ por unidad de volumen. Donde D_v es el coeficiente de difusión de las vacancias. Este flujo de vacancias crea un flujo de átomos en dirección vertical dando lugar a un desplazamiento de la frontera del grano con una rapidez de $\frac{2\Omega D_v \Delta N}{L}$ o sea que su deformación será $\frac{2\Omega D_v \Delta N}{L^2}$ por lo que

$$\dot{\epsilon} = \frac{\alpha \Omega \sigma D}{L^2}$$

donde $N_0 \Omega D_v = D$.

El caso de la migración de los átomos por la frontera de los granos fué analizado por Coble (8). Obtú-

vo la siguiente ecuación para la rapidez de la termofluencia:

$$\dot{\epsilon} = \frac{150 \sigma D_b W \Omega}{L^3 kT} \quad \text{II a 2}$$

donde D_b es el coeficiente de difusión en la frontera de grano, W es el ancho de la misma, Ω es el volumen que ocupa una vacancia.

Este mecanismo tiene por lo general menos importancia en el proceso de la termofluencia que el mecanismo de Nabarro-Herring, porque se presenta solamente a temperatura y tamaño de grano menores.

Coble supuso que los granos eran esféricos y estaban sometidos a tensión (figura 11a.7).

Cuando los esfuerzos son pequeños, el número de vacancias en equilibrio aumentará en la vecindad de las fronteras de grano perpendiculares al esfuerzo aplicado en una cantidad

$$\Delta N = N_0 \frac{\sigma \Omega}{kT} \quad \text{II a 3}$$

La concentración de vacancias en las fronteras de grano paralelas al esfuerzo será la concentración N_0 de equilibrio.

Coble calculó que el flujo de vacancias J está dado por la ecuación

$$J = 7.4 D_v W \Delta N$$

El cambio de volumen de un grano de radio R se-

$$J a^3 = \pi R^2 \frac{dD}{dt} = 7.4 W \Delta N a^3 D_v - \pi a^5$$

donde $\Delta = a^3$.

Sustituyendo ΔN por $\frac{N_v \sigma a^3}{kT}$ y D_v por $\frac{D_b}{N_0 a^3}$

donde D_b es el coeficiente de difusión para las fronteras de grano tendremos que

$$\dot{\epsilon} = \frac{7.4 \sigma D_b W a^3}{\pi R^3 kT} = \frac{148 (D_b W) a^3}{L^3 kT} \quad \text{II a.6}$$

Para esfuerzos intermedios ($\dot{\epsilon} = 10^{-6}$ a 10^{-2}) se cree que la rapidez de termofluencia esté controlada, ya sea por el ascenso de dislocaciones o por el movimiento no conservativos de codos en dislocaciones helicoidales.

Weertman (9), (10), dedujo una ecuación para la rapidez de la termofluencia en el estado estacionario suponiendo que existe ascenso de dislocaciones y que éste es el mecanismo predominante. Obtuvo la siguiente ecuación:

$$\dot{\epsilon} = R \sigma^m \exp \left(-\frac{Q}{kT} \right) \quad \text{II a.7}$$

que es válida para materiales policristalinos puros (se excluye la estructura hexagonal) donde m varía entre 3 y 4.5, la constante R está relacionada con el módulo de elasticidad, ya que cuando no es una constante R también deja de serlo.

En su modelo Weertman considera que existen dislocaciones inmóviles que se forman debido a la interacción de dislocaciones de diferentes sistemas de deslizamiento.

En la figura 11a.8. se muestra la creación de -- una dislocación inmóvil.

Después de que un esfuerzo externo se aplica, se crean dislocaciones de circuito de una fuente de Frank-Read. Estos se mueven hasta que son detenidos por algún obstáculo natural como una frontera de grano. El esfuerzo producido por el apilamiento de las dislocaciones inducen a otras fuentes de Frank-Read a producir dislocaciones en otros -- sistemas de deslizamiento; estas se combinan con las del -- grupo apilado produciendo dislocaciones inmóviles. Las dislocaciones escapan al obstáculo ascendiendo. La rapidez de termofluencia en el estado estacionario se obtiene calculando la "altura" que deben saltar las dislocaciones (mientras mayor sea el módulo elástico mayor será la magnitud -- del campo de esfuerzos y mayor la "altura" que deben ascen-- der las dislocaciones).

Barret y Nix (11) supusieron que el mecanismo do-- minante en la termofluencia en el estado estacionario es -- el movimiento no conservativo de codos en dislocaciones he-- licoidales. Obtuvieron la siguiente ecuación:

$$\dot{\epsilon} = 2\pi\rho_s D\alpha \frac{b^3}{a_0} \sinh\left(\frac{\sigma b^2 \lambda}{2kT}\right) - \text{II a. 8}$$

donde $\rho_s = A\sigma^3$ es la densidad de dislocaciones helicoidales móviles, D es coeficiente de autodifusión, α el número --

de iones por celda unitaria, b el vector de Burgers, a , el parámetro de la red y λ el espacio promedio que existe entre los codos.

La ecuación anterior se dedujo considerando movimientos de codos en planos diferentes al plano de deslizamiento (movimientos no conservativos) por medio de la absorción o emisión de vacancias.

En general todas las teorías para esfuerzos intermedios indican que la rapidez de termofluencia es proporcional al coeficiente de difusión y es una función del módulo elástico.

Para materiales fcc la rapidez de termofluencia está descrita por (4)

$$\dot{\epsilon} = A D \gamma^{3.5} \left(\frac{\sigma}{E} \right)^5 \quad \text{IIa.9}$$

donde γ es la energía de falla de apilamiento, y E el módulo elástico.

La importancia de la energía de falla de apilamiento se ilustra en las figuras Ila.9 y Ila.10.

Anteriormente se indicó que la energía de activación para la termofluencia es aproximadamente igual a la energía de activación para la autodifusión. Esto se hizo suponiendo que γ era independiente de la temperatura. Sin embargo, utilizando la ecuación anterior se encuentra que:

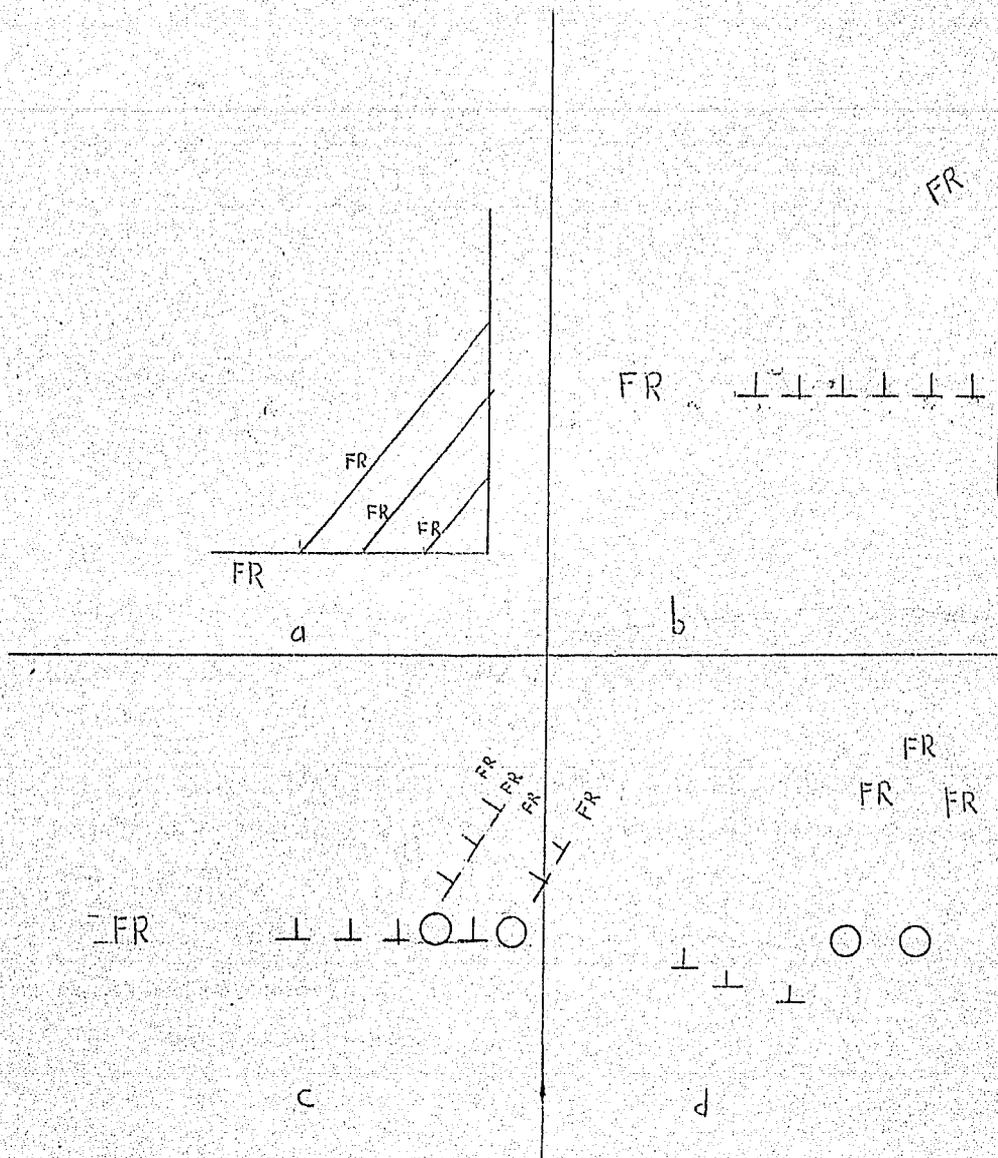


FIGURA IIa.8.

- IIa.8a.-Antes de aplicar el esfuerzo, las líneas representan planos de deslizamiento de las dislocaciones de Frank-Read.
 IIa.8b.-La activación de fuentes de Frank-Read lejanás (las dislocaciones que se muestran en la figura son de borde, aunque no es necesario que lo sean).
 IIa.8c.-Después de la creación de dislocaciones inmóviles.
 IIa.8d.-Dislocaciones que libraron los obstáculos ascendiendo.

$$Q_c = Q_d + 5R \frac{d \ln E}{d 1/T} - 3.5R \frac{d \ln \mu}{d 1/T} \quad \text{II a.10}$$

En el intervalo de temperaturas entre $0.5T_m$ y $0.6T_m$ el término $\frac{d \ln E}{d 1/T}$ es generalmente pequeño por lo que

$$Q_c \approx Q_d.$$

La energía de falla de apilamiento se crea cuando una dislocación, en un material fcc o hc se disocia formando dos dislocaciones parciales separadas por una superficie donde la secuencia de los planos de apilamiento se ha alterado (12) (figura 11a.11).

~~El ascenso de las dislocaciones se disociadas se~~
dificulta debido a que estas se deben recombinar previamente.

Esta situación sugiere que la mayor resistencia a la termofluencia de los cristales con estructura fcc que la de los cristales con estructura bcc se deba a la diferencia en la energía de falla de apilamiento. Sin embargo, se encuentra que cuando el coeficiente de difusión tiene el mismo valor en ambos tipos de material, la rapidez de termofluencia es muy parecida.

Aparentemente la razón principal de la diferencia en las resistencias entre los materiales bcc y los fcc es que el coeficiente de difusión es menor para los fcc.

No se conoce hasta el momento una forma de expli

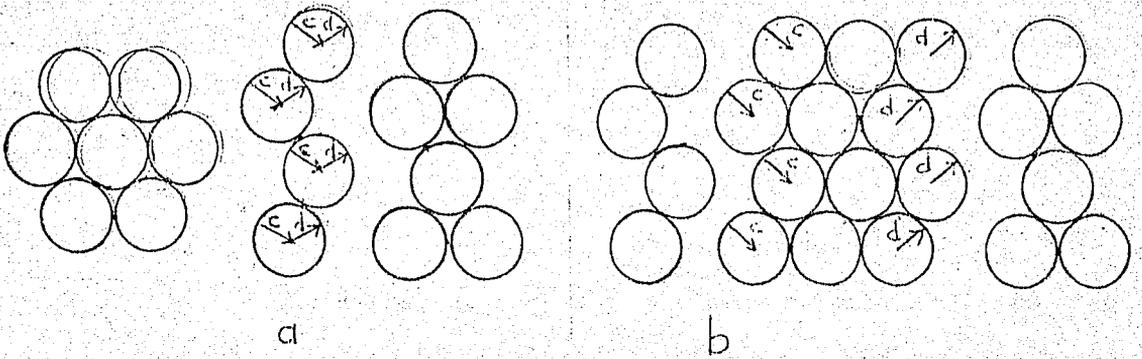


FIGURA IIa.11.a) Dislocación parcial en una red cúbica centrada en las caras.
 b) Dislocación extendida. (sólo se ilustra la última capa de átomos)

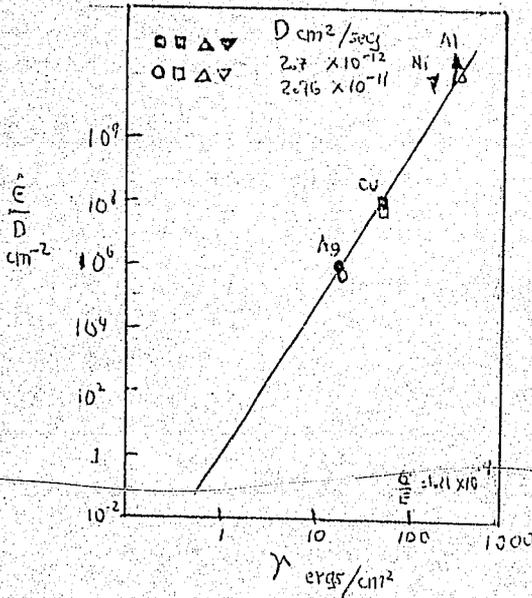


FIGURA IIa.12 Estado estacionario de la termofluencia del Al, Ni, Cu y Ag comparadas a una temperatura donde ρ y σ/E tienen el mismo valor. La rapidez de deformación aumenta al aumentar la energía de falla de apilamiento.

En el intervalo III la rapidez de la termofluencia aumenta con respecto a la rapidez en el intervalo II. Esto podría deberse a que a altos esfuerzos se pueden crear un exceso de vacancias debido a las intersecciones de las dislocaciones. Este exceso puede activar el proceso de ascenso el cual se efectuará con mayor rapidez.

La teoría de Barret y Nix (mencionada anteriormente) y la de Weertman (también mencionada anteriormente) generalizada en este caso para incluir estructuras hexagonales:

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^3 \operatorname{sen} h \frac{\sigma^{1.5}}{kT} \exp -\frac{Q}{kT} \quad \text{II a.10}$$

donde A y h son constantes pueden explicar la termofluencia en el intervalo III.

En ambas teorías se supone que las dislocaciones se comportan como fuentes y sumideros de vacancias perfectos y en ambos casos la rapidez de termofluencia resulta función de un seno hiperbólico.

Suponiendo que se mantienen constantes la subestructura y la temperatura en las ecuaciones Ila.8 y Ila.

10 tendremos que:

$$\dot{\epsilon} = k \sigma^3 \operatorname{sen} h \sigma m \quad \text{Nix y Barret} \quad \text{II a.11}$$

$$\dot{\epsilon} = k' \sigma^3 \operatorname{sen} h \sigma^{1.5} m' \quad \text{Weertman} \quad \text{II a.12}$$

donde $k, k', m, y m'$ son constantes.

Cuando los esfuerzos son elevados tendremos que como de II a. 11

$$\dot{\epsilon} = k \sigma^3 \left(\frac{e^{\sigma m} - e^{-\sigma m}}{2} \right)$$

entonces

$$\dot{\epsilon} \approx p e^{m \sigma}$$

Nix y Barret

de II a. 12

$$\dot{\epsilon} = k' \sigma^3 \left(\frac{e^{\sigma^{1.5} m'} - e^{-\sigma^{1.5} m'}}{2} \right)$$

entonces

$$\dot{\epsilon} = p' e^{\sigma^{1.5} m'}$$

Weertman

donde p y p' son constantes.

Garofalo (4) propuso una relación empírica para el intervalo III de la forma

$$\dot{\epsilon} = (A \sigma^B)^n$$

Se ve de la relación anterior que cuando los esfuerzos son bajos $\dot{\epsilon} = k \sigma^n$ y para esfuerzos elevados $\dot{\epsilon} = k' e^{\sigma}$.

En el caso de las soluciones sólidas se puede observar experimentalmente que estas se comportan ya sea como metales, siguiendo la relación $\dot{\epsilon} = A' \frac{\sigma^5}{E}$ o de acuerdo

con la relación $\dot{\epsilon} = \frac{A \sigma^3}{E}$.

Los compuestos que se comportan de acuerdo con

car satisfactoriamente el porque en los materiales fcc la rapidez de la deformación es proporcional a $\gamma_1^{3.5}$. Cualitativamente el argumento sería que cuando la energía de falla de apilamiento se reduce, la distancia entre las dislocaciones parciales aumenta, mientras más separadas las dislocaciones parciales mayor es la dificultad para ascender por lo que la rapidez de deformación se reduce. Ver figura lla.12.

El tercer intervalo de la figura lla.5, en el que no se ha logrado, hasta la fecha, explicar con claridad. El hecho de que se puede demostrar experimentalmente (figura lla.13).

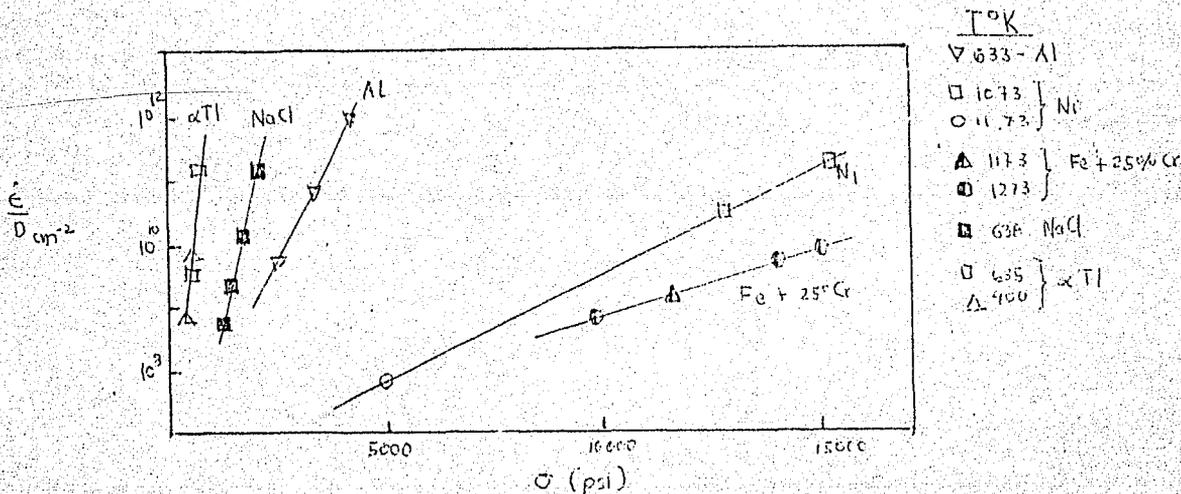


FIGURA lla.13.- Se grafica la rapidez de deformación como función del esfuerzo externo aplicado. Este último se grafica en una escala lineal.

con esta última relación, el mecanismo predominante en la rapidez de la deformación es el deslizamiento de las dislocaciones.

11b.- LOS EFECTOS DEL TAMAÑO DE GRANO Y DEL TAMAÑO DE SUB-GRANO.

Un breve resumen de esta sección se encuentra al final de la misma.

Cuando trabajamos con esfuerzos bajos ($\dot{\epsilon} = k\sigma$) el tamaño del grano resulta ser importante en el proceso de la termofluencia, tal como lo muestran las teorías de Nabarro-Herring y Coble (6), (8).

Cuando trabajamos con esfuerzos intermedios, ($\dot{\epsilon} = k\sigma^n$ $3 \leq n \leq 6$) el tamaño de grano no influye en la deformación total si este es mayor que 0.01mm. Sin embargo, para tamaños de grano menores, la rapidez de deformación aumenta al disminuir el tamaño de grano. Este aumento se supone que se debe a que el deslizamiento de las fronteras de grano adquiere mayor importancia relativa al disminuir el tamaño del mismo. La dependencia de la rapidez de deformación con el tamaño de grano para el cobre policristalino se muestra en la figura 11b.1.

Langdon (15) dedujo una ecuación para la contribución del deslizamiento de grano a la rapidez de deformación. Esta ecuación es:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\rho b^2 \sigma D_L}{d G K T} \quad \text{II b.1}$$

donde ρ es una constante cercana a la unidad, b es el vector de Burgers, d es diámetro del grano, T la temperatura

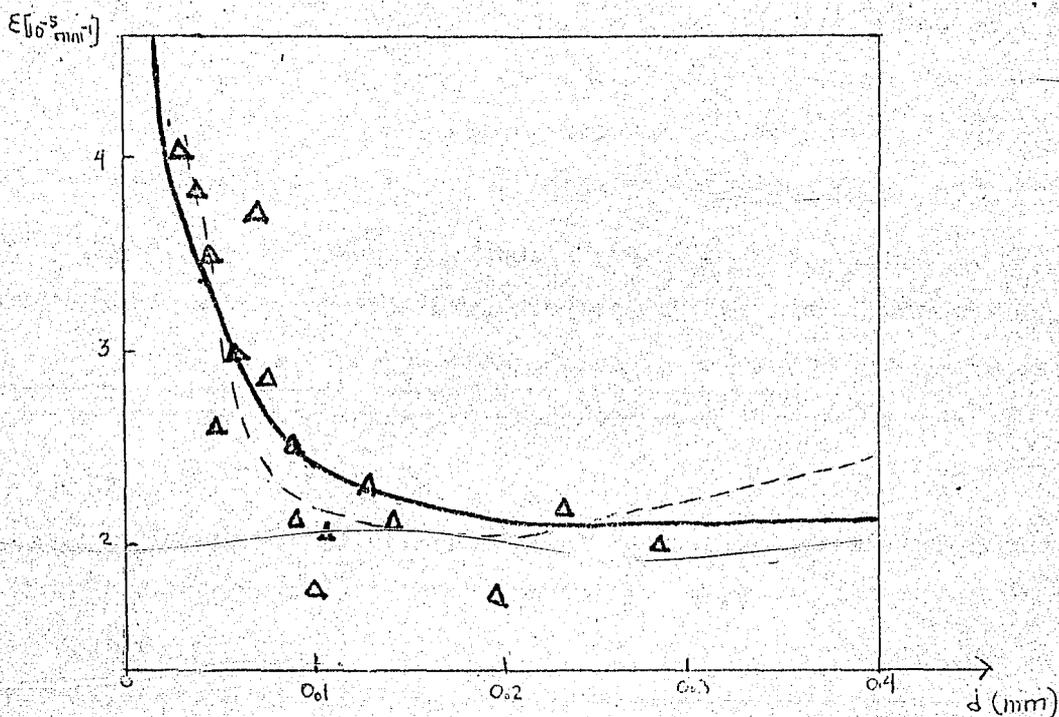


FIGURA IIb.1.-Rapidez de termofluencia en el estado estacionario contra tamaño de grano de muestras de cobre policristalino sometido a una temperatura de 496°C . y a un esfuerzo de $1.07 \times 10^7 \text{ dinas/cm}^2$. la línea sólida representa la solución de la ecuación IIb.2 excluyendo la contribución a la termofluencia difusional y suponiendo correcto el punto en el que $C_1 = 2.06 \times 10^5 \text{ mm}^{-1}$, $d = 0.4 \text{ mm}$ y que la contribución del deslizamiento es tal que

absoluta, σ el módulo de corte, D es el esfuerzo aplicado y el coeficiente de autodifusión de la red.

Generalmente las observaciones experimentales muestran que la energía de activación aumenta con la temperatura como lo muestra la figura 11b.2. En este caso podemos concluir que actúan al menos dos mecanismos independientes y que la rapidez de deformación observada $\dot{\epsilon}_T$ es igual a la suma de las rapidez de deformación $\dot{\epsilon}_i$ correspondientes a cada mecanismo i : $\dot{\epsilon}_T = \sum_{i=1}^n \dot{\epsilon}_i$. En el caso en que la operación de los mecanismos no fuera independientes se observará una disminución de la energía de activación con la temperatura como lo muestra la figura 11b.3, y entonces $\frac{1}{\dot{\epsilon}_T} = \sum_{i=1}^n \frac{1}{\dot{\epsilon}_i}$.

Si suponemos que los mecanismos que contribuyen a la rapidez de deformación total ($\dot{\epsilon}_T$), incluyen los procesos de las dislocaciones que ocurren dentro del grano ($\dot{\epsilon}_g$), el deslizamiento de las fronteras de grano, ($\dot{\epsilon}_{dfg}$), la difusión de las vacancias a través de la red, ($\dot{\epsilon}_{dv}$), y la difusión de las vacancias a lo largo de las fronteras de grano, ($\dot{\epsilon}_{dfg}$) y si además suponemos que todos estos mecanismos son independientes, tendremos que:

$$\dot{\epsilon}_T = \dot{\epsilon}_g + \dot{\epsilon}_{dfg} + \dot{\epsilon}_{dv} + \dot{\epsilon}_{dfg} \quad \text{II b.2.}$$

$$\dot{\epsilon}_T = \dot{\epsilon}_g + \dot{\epsilon}_{dfg} + \dot{\epsilon}_{dv} + \dot{\epsilon}_{dfg} \quad \text{II b.3}$$

De ésta manera, al realizar un experimento de termofluen

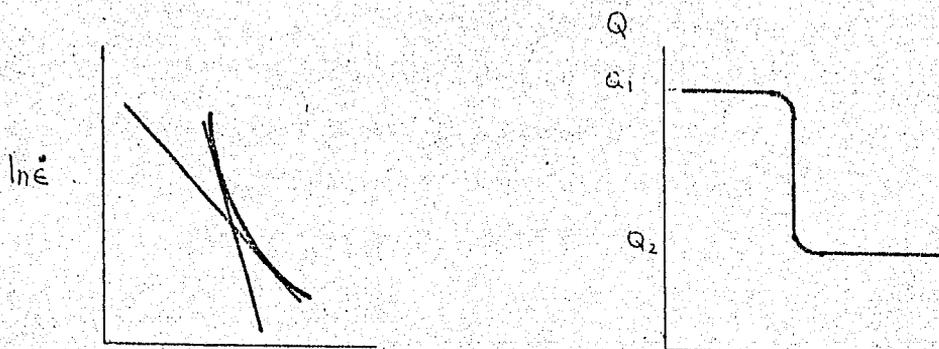


FIGURA IIb.2.-Caso en el que actúan dos mecanismos independientes con sus energías de activación correspondientes $Q = \epsilon_1 + \epsilon_2$

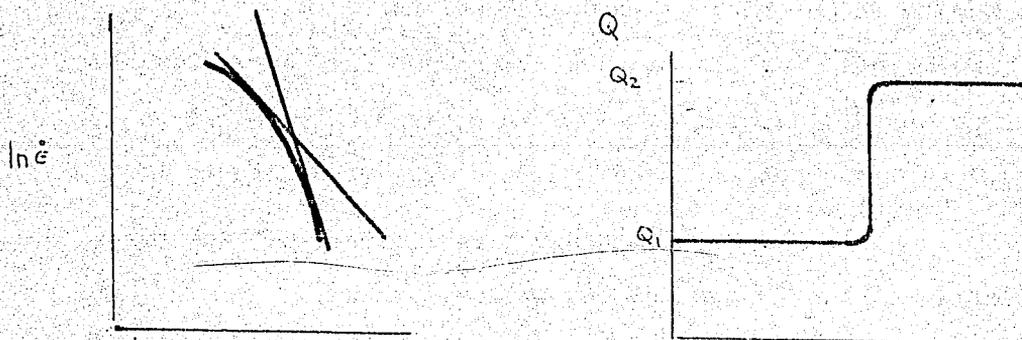


FIGURA IIb.3.-Caso en el que actúan dos mecanismos dependientes con sus energías de activación correspondientes $\frac{1}{\epsilon_r} = \frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2}$

cia obtendremos ϵ_T y por medio de cálculos podremos saber cual es la contribución de cada mecanismo a la rapidez de deformación total.

Para determinar la contribución del deslizamiento a la deformación total se efectúan mediciones de $\frac{\epsilon_{dgg}}{\epsilon_T}$ (17) (ver figura 11b.4). Las líneas sólidas de la figura se obtuvieron incluyendo en ϵ_T únicamente ϵ_g y ϵ_{dgg} y suponiendo correcto el punto en el que $\frac{\epsilon_{dgg}}{\epsilon_T} = 30\%$ para $d = 3.8 \times 10^{-2} \text{ m}$ y $\Phi = 2.76 \times 10^8 \frac{\text{din} \cdot \text{cm}}{\text{cm}^2}$.

Si se incluyen todos los términos de la ecuación se obtendrán como resultados las líneas sólidas de la figura 11b.5. Esta figura muestra la importancia real del deslizamiento en la deformación total en función del tamaño de grano y del esfuerzo aplicado.

El efecto de tamaño de subgrano en ϵ parece ser importante, una de las razones para suponer eso es que, durante la primera etapa de la termofluencia, que es cuando la rapidez disminuye continuamente, es cuando la estructura de los subgranos se está creando.

Se ha comprobado que durante el estado estacionario, el tamaño de subgrano depende fuertemente del esfuerzo aunque no cambia durante ese período. También se ha comprobado que es independiente de la historia térmica y mecánica del material y que no es función importante de la temperatura ni del contenido de impurezas.

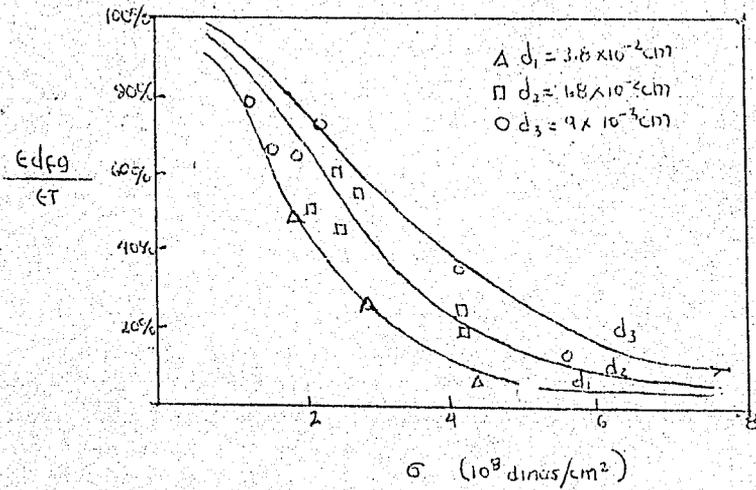


FIGURA IIb.4.- La contribución del deslizamiento de fronteras de grano a la deformación total, contra el esfuerzo para varios tamaños de grano.

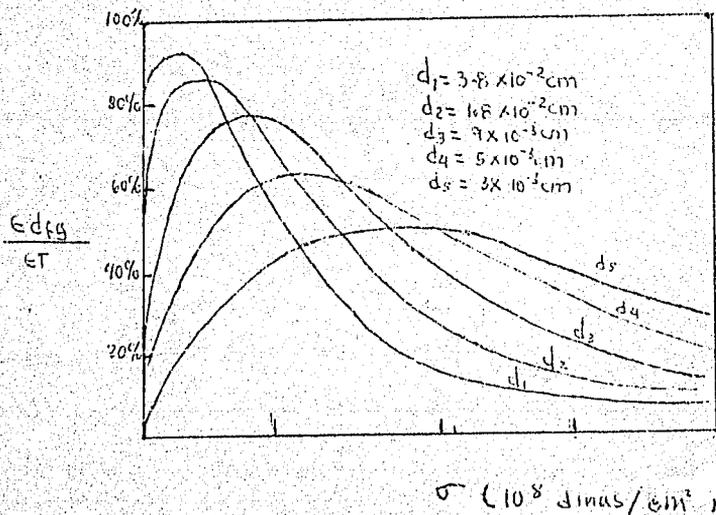


FIGURA IIb.5.- Contribución del deslizamiento a la deformación total incluyendo todos los términos de la ecuación IIb.2

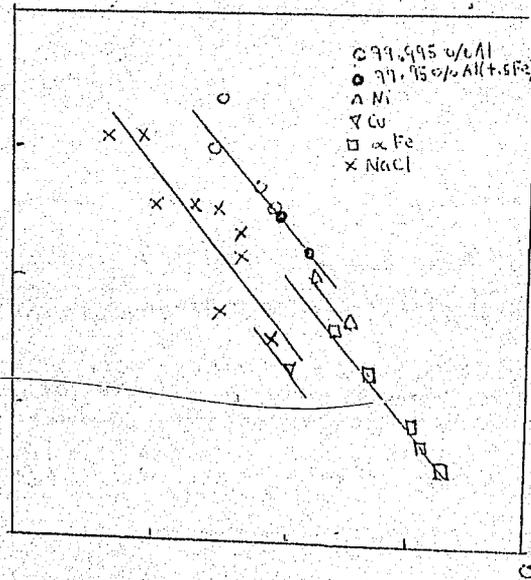


FIGURA IIb.6.-Influencia del esfuerzo en el tamaño de subgrano que se encuentra en el estado estacionario de la termofluencia.

La dependencia del esfuerzo con el tamaño de subgrano para algunos materiales se muestra en la figura 11b.6. Nótese que $\sigma = A\lambda^{-b}$ donde λ es el tamaño del subgrano, b es una constante cercana a la unidad, σ , el esfuerzo aplicado y A una constante.

Para evaluar la influencia del tamaño de subgrano en la termofluencia se somete el material por estudiar a una prueba que consiste en que una vez alcanzado el estado estacionario se disminuye el esfuerzo instantáneamente y se mide la rapidez de deformación instantánea, la cual se compara con la que adquiere el mismo material en el nuevo estado estacionario correspondiente al segundo esfuerzo (ver figura 11b.7). De esta manera se asegura que el efecto de λ en $\dot{\epsilon}$ se determine a esfuerzo constante.

Es posible que el tamaño de subgrano tenga alguna relación con la energía de falla de apilamiento. En la figura 11b8 podemos ver que para un mismo valor del esfuerzo, el tamaño de subgrano del cobre (con baja energía de falla de apilamiento) es menor que el tamaño del subgrano del Al (mayor energía de falla de apilamiento).

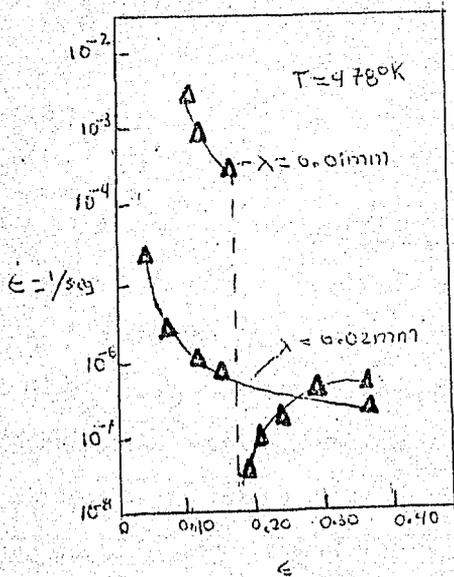


FIGURA IIb.7.-La rapidez de deformación instantánea cuando se reduce el esfuerzo en aproximadamente diez veces la rapidez de deformación en el aluminio sometido - al mismo esfuerzo pero con el tamaño del grano propio de ese esfuerzo.

IIc.- LOS EFECTOS DE LA POROSIDAD.

Este efecto ha sido de los menos estudiados. En general se trabaja con muestras poco porosas (de por lo menos 99 % de la densidad teórica). El eliminar completamente la porosidad es muy difícil ya que si por el ejemplo los poros representan el 0.01 % del volumen total, habrán 10^{11} poros de 0.1μ m. cada uno por cm^3 del material.

En general un material es menos resistente a la termofluencia mientras sea más poroso. Una razón simple para este comportamiento es que la sección transversal efectiva de la muestra es menor debido a la porosidad y por lo tanto el esfuerzo real es mayor que el nominal, como se puede ver en la siguiente relación;

El efecto en la rapidez de termofluencia no solo depende de la cantidad de poros, sino también de su localización.

Snowden y Pask⁽¹⁸⁾ hicieron un estudio con MgO fabricado de dos maneras distintas. En un caso se presionó MgO a 3000 p.s.i. so metido a 1450°C . durante 30 minutos. En el segundo caso se siguieron los mismos casos que en el primero a diferencia que este fue recocido después de haber sido presionado a 1500°C . durante dos horas.

Aunque ambas muestras tenían la misma densidad se mostró por medio de ataques químicos que el MgO recocido presentaba poros en la red, mientras que el no recocido carecía de ellos. Esto hizo suponer a los autores que los poros se encontraban en las fron-

teras de grano. Sometiendo ambas muestras a termofluencia se pudo -
comprobar que la rapidez de termofluencia de las muestras recocidas
era controlada por el deslizamiento y ascenso de las dislocaciones -
mientras que en el caso de las muestras no recocidas la rapidez era
controlada por medio del deslizamiento de las fronteras de grano.

III.- TERMOFLUENCIA EN CRISTALES IONICOS.

Una de las causas por las que la termofluencia en cristales iónicos difiere de la termofluencia en metales, está en que la generación de las dislocaciones en los cristales iónicos son frecuentemente más complejas que las de los metales. Esto hace que su movimiento sea más difícil, especialmente en el caso de los policristales ya que cada grano tiene que cambiar de forma para evitar que el cristal se fracture por las fronteras de grano. Como resultado, la termofluencia de Navarro y Herring es dominante, incluso a mayores esfuerzos y a menor fracción de la temperatura absoluta de fusión que los metales. Además, para que exista deformación en cristales iónicos, todos los iones se tienen que mover y la rapidez de deformación tiende a ser controlada por el ión más lento.

Pascoe y Haz⁽¹⁹⁾ encontraron que la teoría de Navarro y Herring no se aplica a cristales iónicos si estos tienen una concentración considerable de impurezas y que debido a estas la resistencia a la termofluencia puede aumentar en algunos casos y disminuir en otros.

Uno de los cristales iónicos que más se han estudiado es el cloruro de sodio NaCl, que es de gran interés para este trabajo ya que tiene la misma estructura que el bromuro de potasio (KBr).

Poirier⁽²²⁾ trabajó con monocristales de NaCl y llegó a la conclusión entre otras, de que la deformación a esfuerzos intermedios es debida al deslizamiento de las dislocaciones y que la dependencia de la rapidez de termofluencia con el esfuerzo es de la forma :

También encontró que el tamaño del subgrano depende del esfuerzo, aunque no es importante en la rapidez de termofluencia.

Debido a que el número de dislocaciones encontradas por dicho autor es mucho menor (dos órdenes de magnitud) que el que predice la teoría de Weertman⁽⁵⁾ (que implica el desplazamiento y el ascenso de dislocaciones). Poirier propone que el modelo que mejor explica sus resultados experimentales es el de Blum⁽²⁵⁾. En ese modelo la rapidez de termofluencia no está controlada por la velocidad con la que se mueven las dislocaciones sino por la rapidez de aniquilación de las mismas. Blum mismo dedujo que:

$$\dot{\epsilon} = \frac{L D}{K T} \nu a \sigma^4 \quad \text{Ec. II.d.1.}$$

donde L es una constante y a es la anchura efectiva, K es la constante de Boltzman, σ el esfuerzo aplicado y ν el coeficiente de difusión. La anchura efectiva a se refiere a las dimensiones de la frontera en donde la aniquilación de las dislocaciones de celdas cercanas ocurre.

Robinson, Burke y Sherby⁽²⁰⁾ midieron la energía de activación para la termofluencia del NaCl tomando en cuenta la variación del módulo elástico con la temperatura y encontraron que esta energía era aproximadamente la misma que la energía de autodifusión de los iones de cloro. Encontraron además (contrariamente a lo que obtiene Poirier para el caso del NaCl monocristalino) que el subgrano que se forma en los policristales en la primera etapa de la termofluencia tiene gran importancia en la rapidez de la misma.

Para comprobar la importancia del tamaño de subgrano, se supuso que:

$$\dot{\epsilon}|_T = S' \lambda^p \left(\frac{\sigma}{E}\right)^N \quad \text{Ec. II d.2.}$$

donde λ es el tamaño del subgrano, σ el esfuerzo aplicado, p una constante que tiene un valor mayor que 2 y menor que 3, N es una constante ≈ 7 , E es el módulo elástico y S' es una constante.

Se realizó la prueba en la que se disminuye el esfuerzo instantáneamente y se mide la rapidez de termofluencia instantánea. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura II d.1. (Nótese que cuando el esfuerzo se disminuye instantáneamente $N \approx 7$).

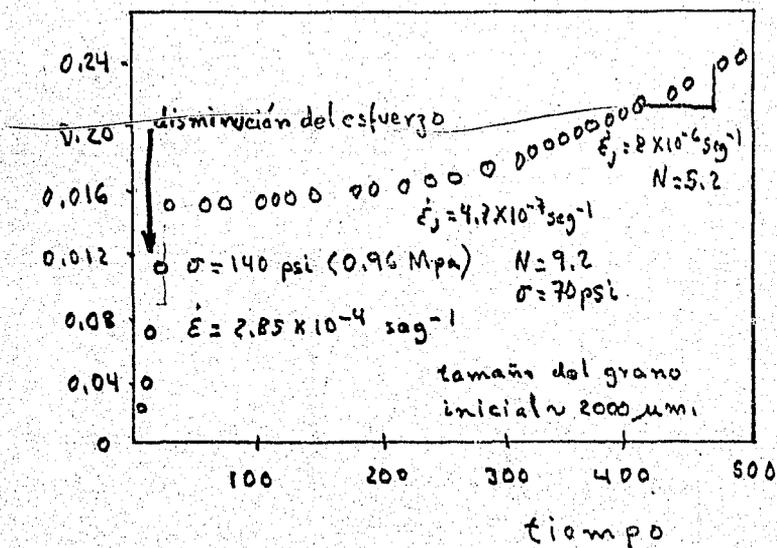


FIGURA II d.1.- Prueba de disminución del esfuerzo para NaCl. Este muestra un comportamiento parecido al observado en los metales.

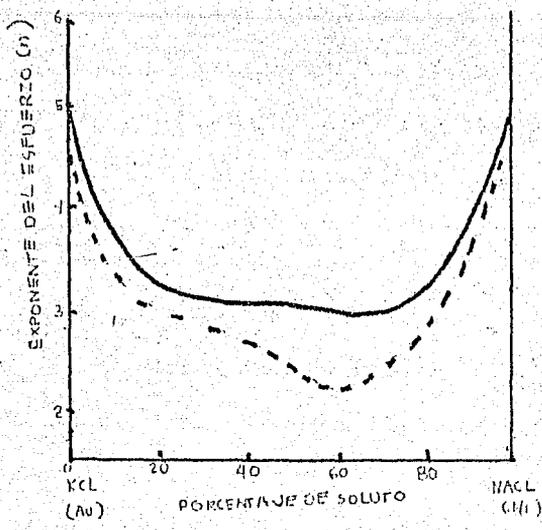


Figura 11.d.2. Exponente del esfuerzo para una combinación Solador de NaCl-KCl

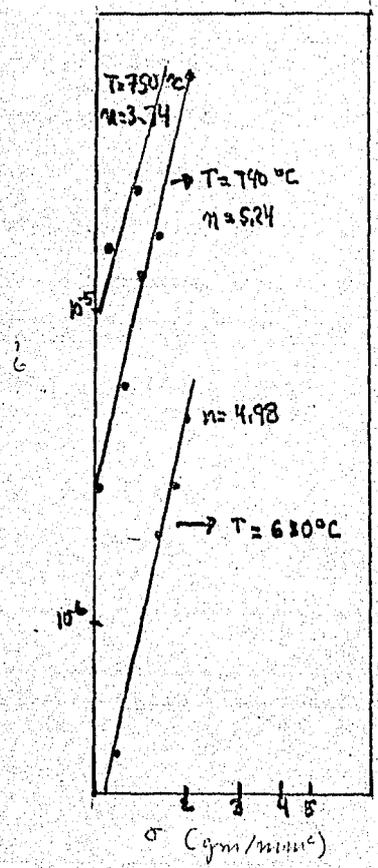


Figura 11.d.3.

Dependencia del esfuerzo con la rapidez de vibración

El caso de las soluciones sólidas de iónicos se ha estudiado muy poco. Una solución que sí se ha estudiado es la formada por NaCl y KCl. La rapidez de termofluencia parece comportarse según la ecuación:

$$\dot{\epsilon} = k D_s \frac{\sigma^3}{G} \quad \text{Ec. IIId.3.}$$

donde D_s es el coeficiente de difusión del soluto, G es el módulo de corte del material, k es una constante y σ el esfuerzo aplicado (23).

El NaCl y KCl puros sin embargo se comportan según la ecuación:

$$\dot{\epsilon} = A D \mu^{3.5} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^5 \quad \text{Ec. IIId.4.}$$

donde A es una constante que vale aproximadamente 10^{13} , es el coeficiente de difusión del catión y σ el esfuerzo aplicado. Ver Figura IIId.2.

Otro cristal iónico que ha sido estudiado es el fluoruro de litio (LiF) (24). Su comportamiento en función del esfuerzo se muestra en la Figura IIId.3. Además se encontró que la energía de activación corresponde a la energía de difusión de los iones de fluor.

III.- LA ELABORACION Y CLASIFICACION DE LAS PASTILLAS

Para elaborar las pastillas se siguieron los siguientes - pasos. a). Se prepararon polvos de KBr de diferente tamaño de partícula promedio, b). se compactaron esos polvos y c). se sinterizaron. Las pastillas así obtenidas se clasificaron según su tamaño de grano.

IIIa.- ELABORACION Y COMPACTACION DEL POLVO.

Todo el KBr utilizado en este trabajo fue obtenido del - mismo lote.

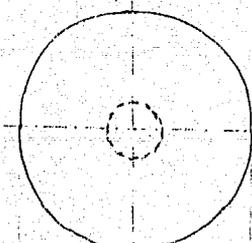
Para la elaboración de los polvos que se compactaron, se partió de partículas macroscópicas irregulares de KBr las cuales - fueron molidas por medio de un mortero eléctrico.

Según el tiempo de molido en el mortero, se obtuvieron - partículas de diferentes tamaños promedio.

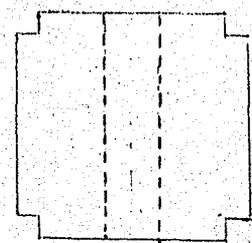
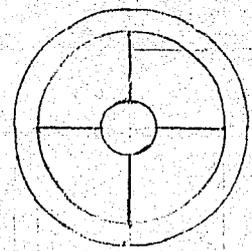
Se obtuvieron para ser compactadas tres tamaños de partí- culas. La mayor se fabricó moliendo el KBr durante 10 minutos, la de tamaño intermedio moliendo durante media hora y la menor fue obteni- da moliendo durante dos horas.

Como es sabido, las características y la densidad del com- pactado dependen de la forma de la partícula inicial. Si, por ejem- plo, estas son esféricas, obtendremos al prensarlas una compacta- ción frágil. Esto es debido a que la superficie de contacto entre las partículas es muy pequeña.

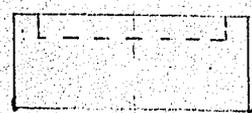
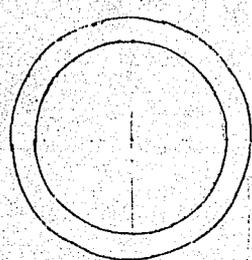
Las partículas que se obtuvieron después del molido fue- ron estudiadas al microscopio y se observó que tienen forma irre- gular por lo que poseen una mayor facilidad de entrelazarse o de



PIEZA A



PIEZA B (CADO)



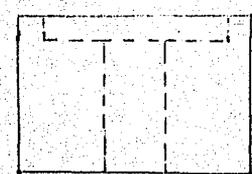
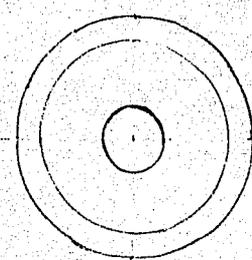
PIEZA C



PIEZA D
(EMBOLLO)



PIEZA E



PIEZA E

FIGURA llla.1. partes del aparato utilizadas para la compactación de los polvos.

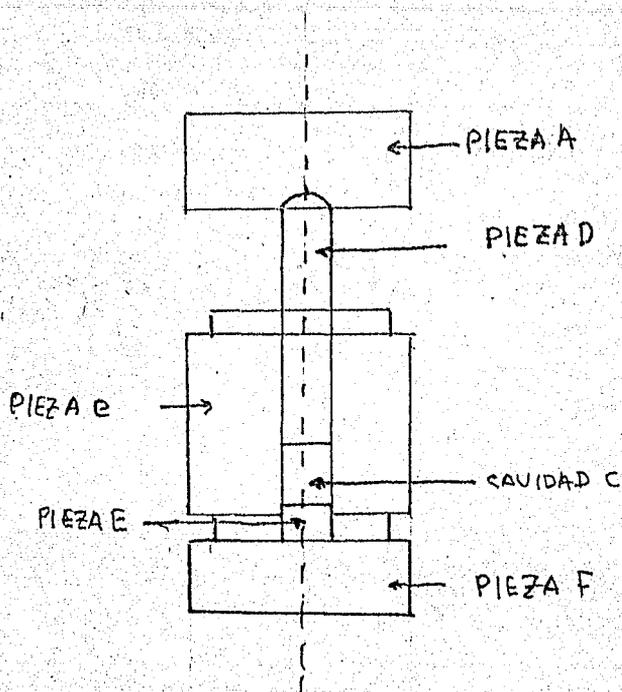


FIGURA III d.2.- Un corte del aparato usado para la compactación de los polvos con todas las piezas que lo forman ensambladas.

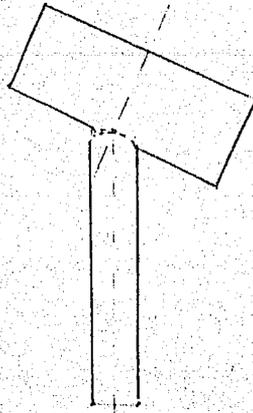


FIGURA 111d.- La esfericidad de la parte superior del émbolo (III a. 3.) y la de la pieza A hacen posible que la carga se transmita a través del eje del émbolo.

desmoronarse durante el prensado.

En el caso de compactación de polvos metálicos existe un intervalo de tamaño de partículas para el cual se obtiene una mayor densidad. Además, en ocasiones se aumenta la densidad utilizando diferentes tamaños de partículas, ya que así las más pequeñas de estas rellenan los huecos que dejan las mayores.

En el caso del KBr es razonable pensar que sea lo mismo, sin embargo, no hubo necesidad de determinar el intervalo de tamaño de partículas más apropiado, ya que las densidades de todas las muestras eran aproximadamente iguales.

Las pastillas se compactaron por medio de un aparato fabricado de acero 4140 y que consta de las partes que se muestran en la Figura IIIId.1. Un corte del aparato con las piezas ensambladas se muestra en la Figura IIIId.2.

El objeto de que la parte A de la Figura IIIId.1. tenga una forma esférica, tal que el émbolo embone con ella, es el de evitar el que los platillos de la prensa utilizada, (que no son paralelos el uno al otro, además de estar ondulados), no transmitan la carga a través del eje del émbolo. (Ver Figura IIIId.3.). Las ranuras que se encuentran en la parte C (vista superior Figura IIIId.1.), sirven para evitar que quede aire atrapado en la cavidad donde se coloca el polvo. La parte E tiene por objeto que al aplicar la fuerza por medio de la prensa, el polvo (que a presiones grandes se comporta prácticamente como un fluido) no fluya hacia afuera de la cavidad C. La pieza F sirve para facilitar la evacuación de la muestra.

La operación de prensado se efectúa de la siguiente manera:

Llenando el dado hasta la altura deseada (según el tamaño - que se desee para el espécimen en fabricación). Se limpia el polvo adherido a las paredes de dicho dado. Seguidamente se inserta el pistón y finalmente se presiona el polvo por medio de una prensa hidráulica.

Se elaboraron 9 tipos de muestras diferentes, según el tamaño de la partícula y la presión a la que se sometieron. (Ver Tabla IIIa.1.).

Los polvos más finos sometidos a las presiones elevadas - conducen en general a muestras más transparentes.

TABLA IIIa.1.

Tamaño de Presión / partícula	Grueso	Mediano	Fino
1.58 T.	X	X	-
3.16 T.			X
4.74 T.	X	X	X
9.48 T.	X	X	X

Nota.- Las X denotan que se elaboraron muestras bajo las condiciones especificadas en la tabla.

Existen limitaciones para la presión más elevada que podemos aplicar en la elaboración de los especímenes. Una de ellas es la resistencia del acero y otra es la formación de laminaciones ó fisuras. Estas fisuras, de aparecer, generalmente atraviesan enteramente al compactado en dirección perpendicular a la de prensado. Estas fisuras son causadas por el aire atrapado y por la fricción de la pared del dado, la cual causa alternativamente aferración y desprendimiento del polvo, durante la operación de prensado. Una de las for-

mas de evitar las laminaciones ó fisuras puede ser lubricar las paredes del dado. También se puede conseguir evacuando la mayor parte del aire atrapado. Una manera de atacar el problema es haciendo ligeramente cónico el fondo del dado, para así permitir una relevación gradual de los esfuerzos esásticos en la muestra al expelerla.

En este trabajo no se utilizaron lubricantes debido a que se requería que la pastilla no se contaminara. Sin embargo, sería muy útil un lubricante que tuviera la propiedad de evaporarse totalmente después de la operación de prensado y que no reaccionara con el KBr, para poderlo utilizar en este tipo de compactación sin contaminación de la muestra.

No hubo problema con respecto al aire atrapado entre las partículas de KBr, ya que la densidad medida de estas variaba tan solo entre el 98 y 99 % de la densidad teórica del mismo.

Sería conveniente para mejorar el aparato utilizado, hacer cónica la pieza E, con el objeto de elevar la presión, sin que se lamine la pastilla. Además resultaría muy práctico cubrir todas las paredes del aparato con una capa delgada de cromo para evitar la corrosión. El KBr es muy corrosivo.

El calentar ligeramente el polvo antes de prensarlo relaja el material que ha sido sometido a trabajo mecánico durante el molido. Las muestras obtenidas con polvo recalentado serán más transparentes que las muestras elaboradas con polvo sin recalentar. Además como el KBr es higroscópico permitimos que el agua absorbida se evapore. Por estas razones es recomendable este sencillo proceso.

IIIb.- SINTERIZADO DE LAS MUESTRAS.

Cuando un prensado en frío se calienta a temperatura elevada, pero por debajo del punto de fusión de la sustancia, se dice que se ha sinterizado. En general, la naturaleza del compactado cambia notablemente. Este se vuelve un cuerpo mucho más fuerte, aumenta su densidad y las partículas que lo forman se unen aumentando el tamaño de grano. Mientras mayor sea la temperatura a la que estén sometidas las muestras, más rápidamente se sinterizan.

El proceso de sinterizado se sabe que está influenciado por muchos factores. Entre ellos el tamaño promedio de la partícula inicial, la distribución de los tamaños de las mismas, la presión a la que fueron compactadas las muestras, la temperatura del sinterizado, la atmósfera que rodea al compactado, etc.

Para sinterizar las muestras compactadas que se fabricaron, estas fueron introducidas en cápsulas de vidrio Pyrex a las que se les hizo vacío. Cabe hacer notar, que en ocasiones, cuando el vacío no era lo suficientemente bueno, las pastillas de KBr se ennegrecían al sinterizarse, por lo que probablemente como se trata de una oxidación sea más conveniente usar una atmósfera reductora, en lugar de solamente hacer el vacío.

Las cápsulas fueron calentadas a 550°C . por diferentes periodos de tiempo.

En la Tabla IIIb.1. se encuentran los tiempos de sinterizado a los que se sometieron los distintos especímenes que habían sido clasificados por tamaño de grano y presión de compactación.

TABLA IIIb.1.

Grano Grueso	Presión de compactación (Toneladas)	Tiempo de sin- terizado (min)
	1.58	0
	1.58	20
	1.58	60
	4.74	0
	4.74	20
	4.74	60
	9.48	0
	9.48	20
	9.48	60
Grano Mediano	1.58	0
	1.58	20
	1.58	60
	4.74	0
	4.74	20
	4.74	50
	9.48	0
	9.48	20
	9.48	60
Grano fino	3.16	0
	3.16	20
	3.16	60
	4.74	0
	4.74	20
	4.74	60
	9.48	0
	9.48	20
	9.48	60

IIIc.- ATAQUE QUIMICO PARA LA CLASIFICACION DEL TAMAÑO DEL GRANO DE LAS MUESTRAS. DENSIDAD DE LAS MUESTRAS.

Antes de ser atacadas químicamente las muestras fueron pulidas. El pulido se hizo mecánicamente por medio de un instrumento metálico plano, hasta obtener una superficie brillante.

El ataque químico se realizó por medio de una solución de KBr en agua, (el KBr se utilizó para disminuir la acción del agua). Las muestras fueron introducidas en la solución por intervalos de uno a dos segundos. A continuación fueron introducidas rápidamente en tetracloruro de carbono. Este último paso tiene por objeto detener el ataque de la primera solución.

Así fueron atacadas todas las muestras con las características de la Tabla IIIb.1.

Observando los granos al microscopio, se encontró que las muestras de partícula inicial gruesa tenían el grano mayor. A su vez, las muestras de partícula inicial mediana lo mostraban mayor que las de partícula inicial pequeña.

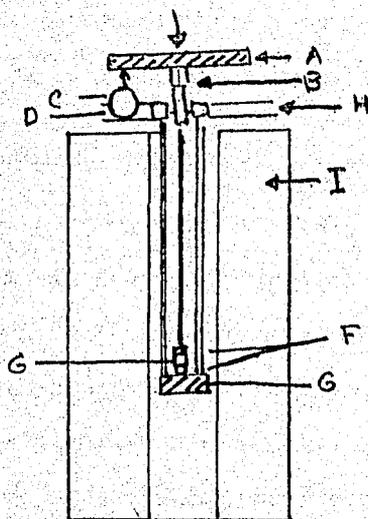
Se escogieron, para la determinación del tamaño de grano, las muestras con partícula inicial gruesa y con partícula inicial fina, descartándose las intermedias.

Se tomaron fotografías al microscopio de todas las muestras. Se encontró que el tamaño de grano, para las muestras de partícula inicial gruesa, era de 1×10^{-4} m.. Para partícula inicial fina era de 1.6×10^{-5} m..

No se pudo determinar si existe una diferencia en el tamaño de grano dependiendo del tiempo de sinterizado y presión inicial.

IVa.- DESCRIPCION DE LA MAQUINA EMPLEADA. CALIBRACION Y CONTROL DEL ESFUERZO.

En la Figura IVa.1. se muestra un esquema de la máquina de termofluencia empleada.



- A. Disco transmisor del esfuerzo (de Al ó de acero)
- B. Barra transmisora del esfuerzo (de hynes).
- C. Aparato para medir el desplazamiento
- D. Armadura
- E. Disco de hynes.
- F. Discos de alumina.
- G. Muestra
- H. Barras de hynes para sostener al disco
- I. Horno

FIGURA IVa.1.- Esquema de la máquina de termofluencia.

La mayor parte de las piezas de esta máquina se encuentran fijas durante la prueba de termofluencia. Las únicas partes móviles son el disco A que está unido a la barra B.

La parte inmóvil de la máquina está sostenida por medio de un armazón, el cual tiene cuatro patas con cuatro tornillos de nivelar. El disco E también se puede nivelar.

El horno I es tubular. Este alcanza una temperatura máxima de trabajo de 840 °C. Un controlador de temperatura asegura que durante el curso de la prueba la temperatura de trabajo no fluctúa.

CONTROL DEL ESFUERZO.

A medida que avanza la prueba de termofluencia, la muestra se deforma longitudinalmente. Esta deformación se mide por medio de un dispositivo montado sobre el armazón H de la máquina. Debido a la deformación longitudinal y a que la muestra no cambia de volumen si la temperatura se mantiene constante, la fuerza que se debe aplicar tendrá necesariamente que ser variable, con el objeto de poder mantener el esfuerzo constante.

Si la deformación real es:

$$\epsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln \left(\frac{l}{l_0} \right)$$

tendremos que aplicar la fuerza;

$$F = F_0 e^{-\epsilon}$$

en cada momento para mantener al esfuerzo constante. Este aumento del esfuerzo se realiza añadiendo agua. Sabemos exactamente cuanta agua añadir porque tenemos calculado en un programa de computación

la cantidad de peso a agragar en función de la deformación.

CALIBRACION.

La calibración se hace con la ayuda de una muestra patrón. Esta es cilíndrica, de acero y de longitud conocida muy cercana a la de la muestra. Para calibrar se le embarra grafito a las superficies planas, (al igual que a la muestra durante la prueba.

La longitud de calibración se calcula tomando en cuenta la longitud de la muestra por probar, la de los discos de alumina F y la diferencia de las expansiones térmicas de las partes fijas y móvil del sistema de aplicación de esfuerzos.

El medidor de desplazamientos se coloca en una posición tal que cuando entra en contacto con la muestra (a la temperatura de trabajo) la lectura en este sea cero. Para una descripción más detallada de la máquina vease ⁽²⁷⁾.

IVb.- RESULTADOS DE TERMOFLUENCIA OBTENIDOS PARA POLICRIS
TALES DE KBr.

Se escogieron cuatro tipos de muestra (lo más distintas posible en cuanto a tamaño de grano y a presión a la que fueron comprimidas) para ser sometidas a pruebas de termofluencia

Las muestras que tienen las características -- que se muestran en la tabla IVb.1. fueron sometidas a -- prueba a una temperatura de 550°C bajo un esfuerzo de -- 120 gm/mm^2 . La rapidez de termofluencia que adquirió cada muestra se encuentra en la misma tabla.

Las gráficas de deformación contra tiempo que se obtuvieron de cada muestra se encuentran en las siguientes páginas.

TABLA IVb.1.

	PRESION (T/ cm^2)	RAIIDEZ DE TERMOFLUENCIA l/seg
Grano Grueso	1.58	6.7×10^{-4}
	9.48	1.4×10^{-4}
Grano Fino	3.16	20.2×10^{-4}
	9.48	6.8×10^{-4}

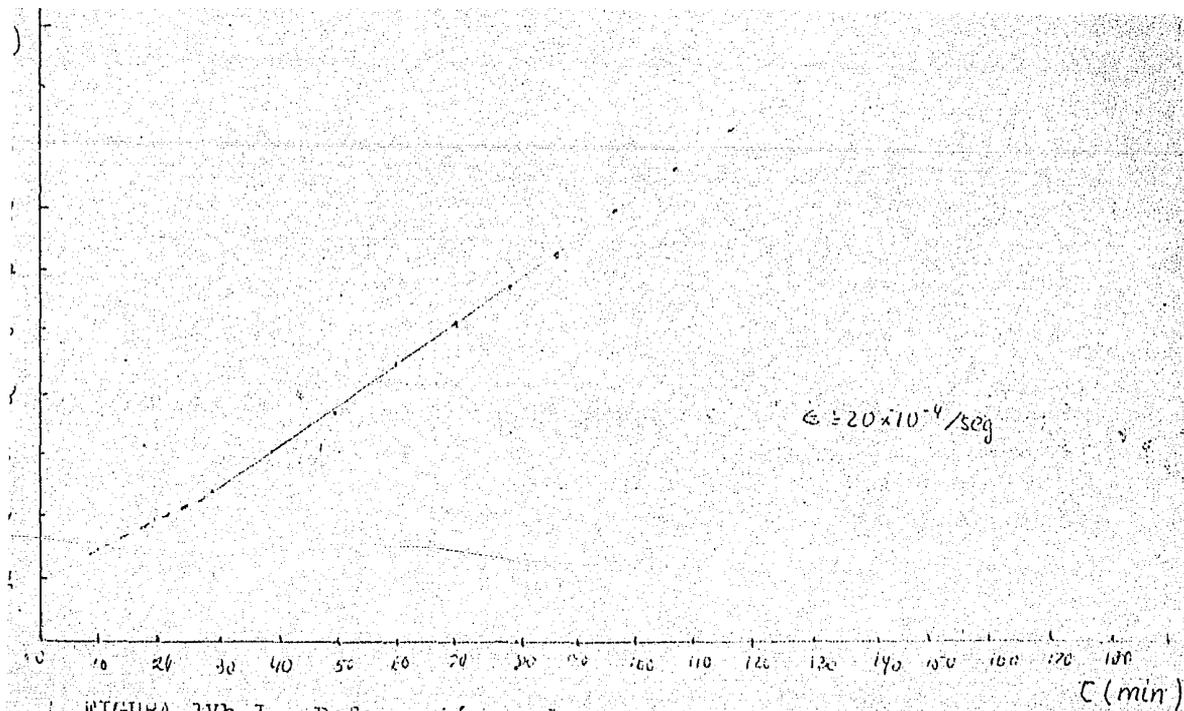


FIGURA 1Vb.1.- Deformación real contra tiempo para un policristal de grano fino hecho con polvo compactado a 1.58 T/cm².

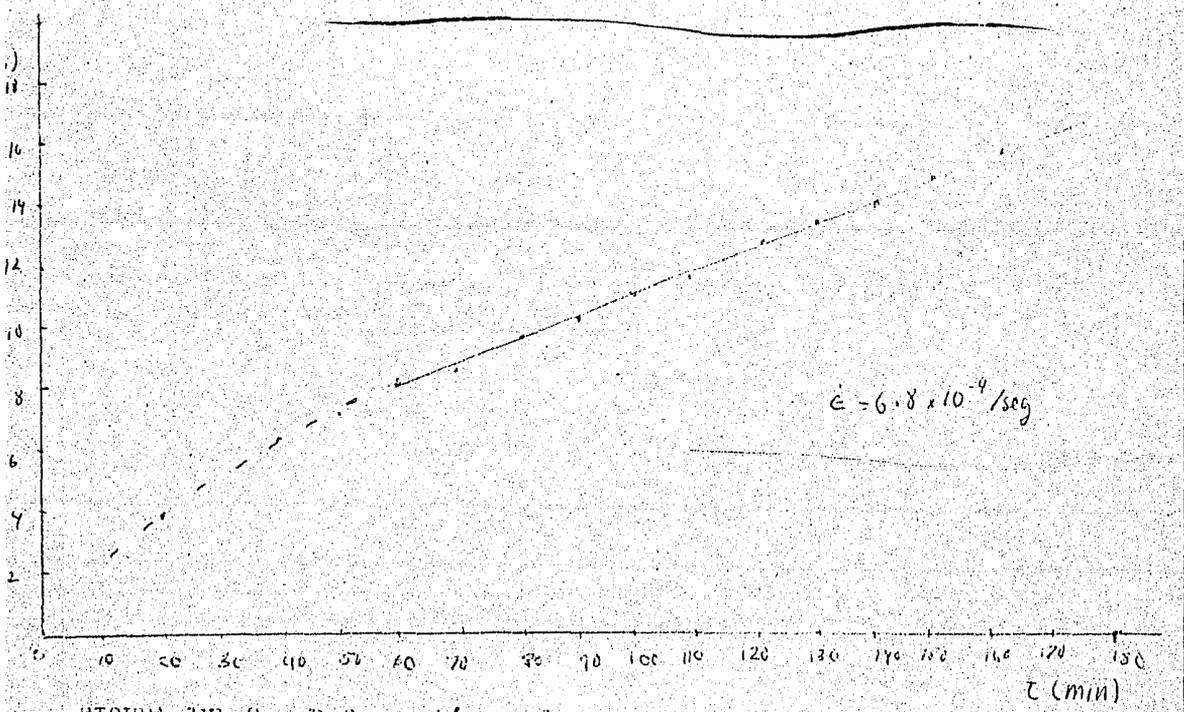


FIGURA 1Vb.2.- Deformación real contra tiempo para un policristal de grano fino con polvo compactado a 9.48 T/cm².

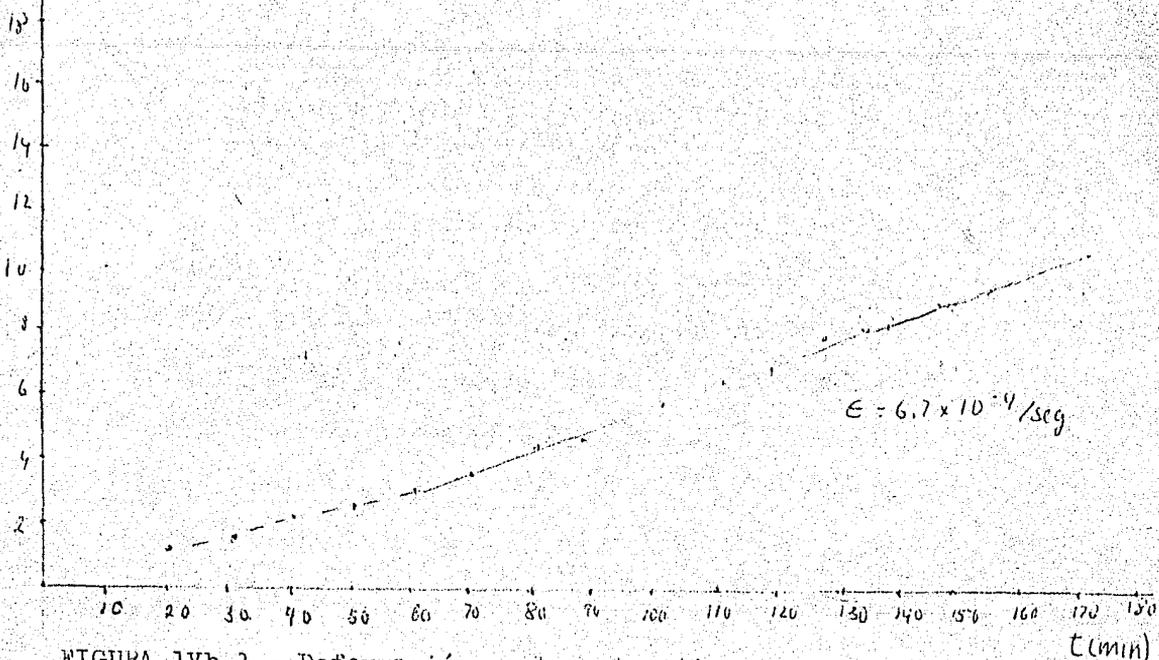


FIGURA 1vb.3.- Deformación real contra tiempo para un policristal de KBr de grano grueso hecho con polvo compactado a 1.58 T/cm².

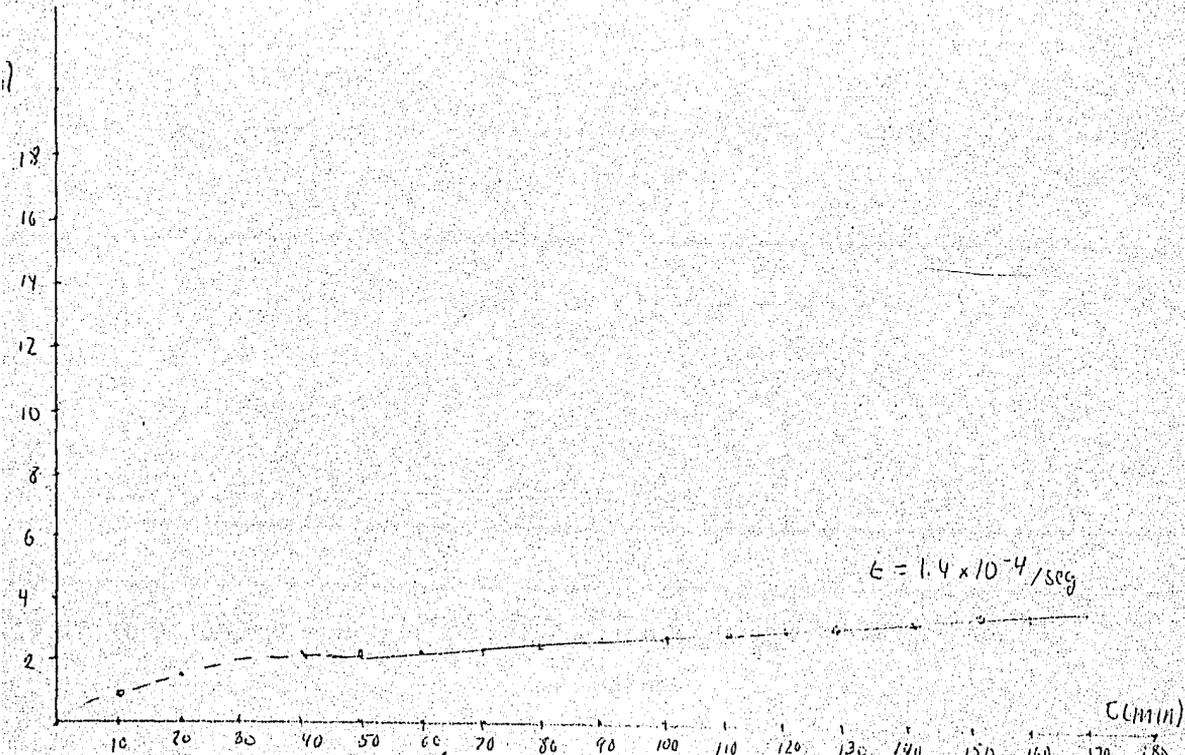


FIGURA 1vb.4.- Deformación real contra tiempo para un policristal de KBr de grano grueso hecho con polvo compactado a 9.48 T/cm².

IV.- COMPARACION DE LA TERMOFLUENCIA DEL KBr MONOCRISTALINO CON EL KBr POLICRISTALINO.

Los policristales resultan ser mucho más resistentes a la termofluencia que los monocristales.

La rapidez de termofluencia de un monocristal sometido a un esfuerzo de 120 gm/mm^2 y a una temperatura de 550°C es de aproximadamente $2 \times 10^{-3} / \text{seg}$. La gráfica para un monocristal sometido a las condiciones de presión y temperatura anteriormente descritas se muestran en la figura IVc.3.

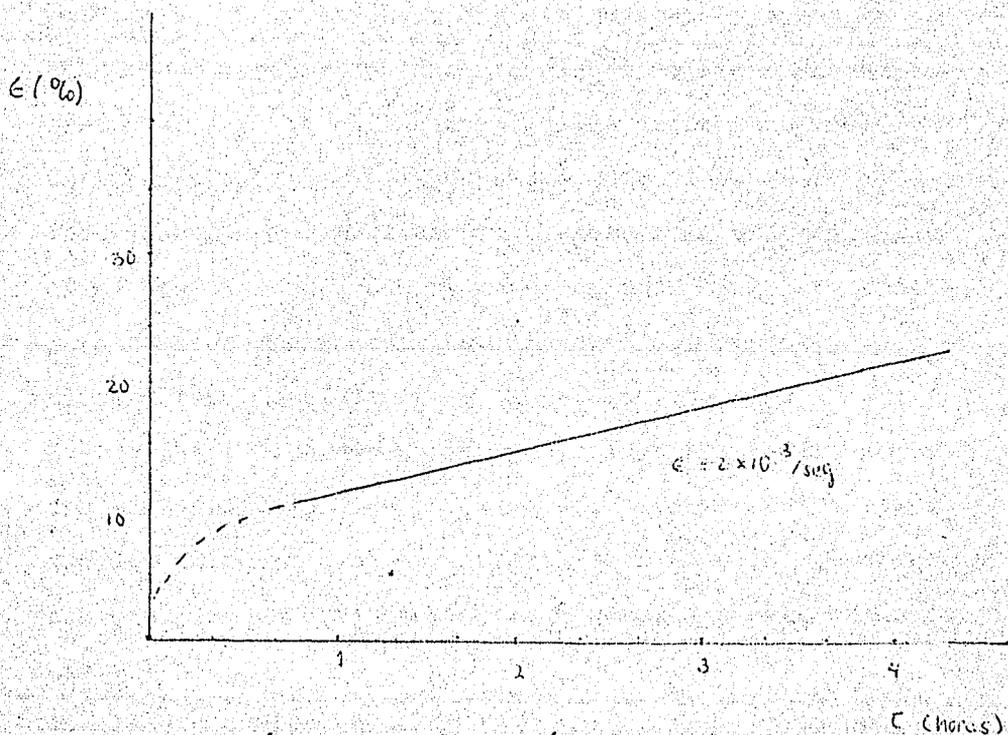


FIGURA IVc.1.-Gráfica de deformación contra tiempo para un monocristal de KBr.

CONCLUSIONES Y COMENTARIOS.

De las curvas de deformación contra tiempo, se puede concluir:

1.- Se ve de las gráficas 1Vb.1 y 1Vb.2 y de las gráficas 1Vb.3 y 1Vb.4 que mientras el tamaño de grano de las muestras es menor, estas resultan ser menos resistentes a la termofluencia o sea que la rapidez de deformación resulta ser mayor.

2.- De las gráficas 1Vb.1 y 1Vb.3 y de las gráficas 1Vb.2 y 1Vb.4 se puede observar que las muestras que fueron hechas con mayor presión durante el compactado eran más resistentes a la termofluencia. Aunque no se pudo medir una diferencia notable de la densidad entre las pastillas elaboradas con mayor presión y las elaboradas con menor presión, es de suponerse que estas últimas eran más porosas por lo que podemos decir que mientras más porosa es una muestra menos resistente es a la termofluencia.

3.- Se puede observar comparando cualquiera de las gráficas para policristales con la gráfica para monocristales, que los policristales son más resistentes a la termofluencia que los monocristales (por lo menos diez veces más resistentes).

4.- Se efectuaron cálculos para ver si el proceso que

controla la rapidez de la termofluencia en el caso de los granos finos es el de Nabarro-Herring pero no se obtuvieron resultados satisfactorios.

Para concluir el trabajo es necesario decir que, aunque han sido desarrolladas todas las técnicas necesarias para estudiar el KBr policristalino es necesario hacer más pruebas para así poder determinar el valor de la energía de los policristales y compararla con la de los monocristales y para calcular el exponente del esfuerzo.

BIBLIOGRAFIA

- 1 .- Hayden, Moffatt y Wulff
Editorial Limua Wiley 1968 capítulo 5.
- 2 .- T. G. Langdon y J. A. Pask
Mechanical Behavior of Single-Crystal and Polycrystalline MgO 1970.
- 3 .- A. G. Guy Physical Metallurgy 1970.
- 4 .- O. P. Sherby y F. M. Burke (Mechanical Behavior of Crystalline Solids at elevated temperature) First Technical Report To National Aeronautics and Space Administration. 1967.
- 5 .- J. W. Weertman
ASM 61 1968.
- 6 .- C. Herring
J. Appl. Phys. 21
21 437(1950)
- 7 .- N. Nabarro
Physical Society of London p. 75 1948.
- 8 .- Coble
J. Appl. Phys. 34 1679(1963).
- 9 .- J. W. Weertman.
J. Appl Phys. 28 362(1957)
- 10.- J. W. Weertman
J. Appl Phys. 26 1212(1955)
- 11.- C. R. Barret y W.D. Nix
Acta Met. 13 1247(1965)
- 12.- R. E. Reed-Hill. Principios de Metalurgia Física.
Compañía Editorial Continental. 1972.
- 13.- J Weertman.
J. Appl Phys. 28 1085(1957)
- 14.- Metallurgical Transaccion.
1 1031(1970)
- 15.- Terrence G. Langdon.
Grain Boundary Sliding as a Reformation Mechanism during Creep p.698 1970.
- 16.- S. L. Robinson y P. M. Burke and O. Sherby.
Activation Energy and Subgrain size in creep rate Relations in Sodium Chloride.
- 17.- Deformation of Ceramic Materials.
Edited by R. C. Bradt and R.E. Tressler.
Plenum Publishing Corporation N.Y.
- 18.- William E. Snowden and Joseph A. Pask

High Temperature Deformation of Polycrystalline magnesium
Oxide P.1441 1973.

- 19.-R. T. Pascoe and K. A. Hay
Philosophical Magazine 27 897(1973).
- 20.-S. L. Robinson, P. M. Burke y O. D. Sherby.
Activation Energy and Subgrain Size Creep in Sodium
Chloride.
p.423 1973
- 21.-W. R. Cannon y Oleg D. Sherby.
Journal of the American Ceramic Society
56 157(1973)
- 22.-Jean Paul Poirier.
High Temperature Creep of Single Crystalline Sodium
Chloride. Investigation of the Creep Substructure.
J.M. 2z 1972.
- 23.-W. Roger Cannon Oleg D. Sherby.
Journal of the American Ceramic Society.
53 346(1970)
- 24.-C. V. S. H. Narayan Rao and A. B. Rioff.
J. Appl Phys. 43 1437(1972).
- 25.-Blum.
Phys. Stat. Sol. 45 561(1971).
- 26.-C. Herring.
Surface Tension as a Motivation for Sintering.
The Physics of Powder Metallurgy p143.