

# Mecanismos de deformación por creep en la superaleación IN-X750

A. C. Picasso (\*) y A. J. Marzocca (\*\*)

Instituto de Física de Materiales Tandil (IFIMAT) - UNCPBA

Se presenta un análisis de los mecanismos operativos de deformación por creep en la superaleación base níquel IN-X750 para dos temperaturas de ensayo, 923 y 973 K y diferentes tensiones aplicadas. Los datos experimentales obtenidos de velocidad mínima de creep  $\dot{\epsilon}$  en función de la tensión mecánica aplicada  $\sigma$ , fueron interpretados en base a la superposición de dos mecanismos de deformación; el deslizamiento cruzado de dislocaciones a bajas tensiones más el trepado de dislocaciones sobre partículas, a altas tensiones. Utilizando la técnica de ensayos diferenciales en temperatura se obtuvo la energía de activación aparente por creep para diferentes tensiones aplicadas. Los datos experimentales obtenidos para  $\Delta Q_{cr}$  son interpretados a partir del modelo propuesto.

An Investigation of the minimum creep rate of one nickel-base superalloy, with low volume fraction has shown that two mechanisms were operative at the temperatures 923 and 973K and in an extensive range of applied stresses. The experimental data were interpreted in terms of a new constitutive equation based on a creep model involving dislocations cross-slip in the matrix and dislocation climb at high stresses over the strengthening phase. This analysis has been used to obtain microstructural parameters involved in the model such as activation area and stacking fault energy. The apparent activation energy,  $\Delta H_{ap}$ , measured by abrupt and small changes in temperature were analyzed.

## Introducción

En una publicación anterior, Marzocca y Picasso [1] presentaron un modelo de deformación por creep para describir el comportamiento mecánico de una superaleación base níquel con baja fracción de precipitados  $\gamma'$ . Fundamentalmente, el modelo propuesto está basado en la superposición de dos mecanismos de deformación por creep; deslizamiento cruzado de dislocaciones en la matriz (bajas tensiones) y trepado de dislocaciones sobre partículas precipitadas (altas tensiones). De esta forma, la ecuación que describe la evolución de la velocidad de deformación en el estado estacionario  $\dot{\epsilon}_s$  en función de la tensión mecánica aplicada  $\sigma$  a una dada temperatura, puede escribirse como:

$$\dot{\epsilon}_{cs} = \frac{1}{4\sqrt{2}} \sigma^2 \left[ \dot{\epsilon}_0 \exp(\beta\sigma) + \dot{\epsilon}_1 \exp(\alpha\sigma^2) \right] \quad (1)$$

donde

$$\dot{\epsilon}_0 = \left( \frac{A}{G^2} \right) \exp\left(-\frac{\delta}{kT}\right) \quad \beta = \frac{3b\delta}{\gamma_{fa} kT}$$

$$\text{con } \delta = \left( \frac{G^2 b^4}{C\gamma_{fa}} \right) [\ln(Gb/C_1\gamma_{fa})]^{1/2}$$

$$\dot{\epsilon}_1 = \frac{3\pi^2(1-\eta)\Gamma D}{\ln(R/b)G^2 b^2 h} \quad \alpha = \frac{\pi(1-\eta)\Gamma A^*}{GkT}$$

siendo G el módulo de corte,  $\gamma_{fa}$  la energía de falla de apilamiento, b el vector de Burgers,  $\eta$  la relación de Poisson,  $\Gamma$  el espaciado entre partículas, h la distancia de trepado, D el coeficiente de autodifusión expresado como  $D_0 \exp(-Q/RT)$ , siendo Q la energía de autodifusión en volumen y

$D_0$  un término pre-exponencial,  $A^*$  el área de activación, T la temperatura, k la constante de Boltzmann, A, C y  $C_1$  constantes.

Los valores de  $\gamma_{fa}$  y  $A^*$  obtenidos en aquella oportunidad, a través del ajuste de la ec. (1) a los datos experimentales, fueron consistentes con aquellos reportados por otros autores; sin embargo, la energía de autodifusión Q obtenida fue mayor que la esperada para este tipo de aleaciones y no pudo ser justificada.

En este trabajo se presentan nuevos datos experimentales de creep para otra aleación base níquel, también con baja fracción en volumen de precipitados  $\gamma'$ , para dos temperaturas y un amplio rango de tensiones mecánicas aplicadas. Los altos valores obtenidos en la energía de activación por creep, mediante el método de cambio diferencial en temperatura, son discutidos y justificados. Finalmente, se propone una modificación al parámetro  $\dot{\epsilon}_1$  del modelo, incorporando un factor que depende de la energía de falla de apilamiento normalizada.

## Experimental

En el presente estudio se utilizó una superaleación denominada comercialmente IN-X750. La tabla 1 muestra la composición química (% en peso) de este material.

Ni	Cr	Fe	Ti	Al	Ta
70min	14-17	5-9	2.2-2.7	0.4-1	0.7-1.2
Mn	Si	S	Cu	C	Co
1	0.5	0.01	0.5	0.08	1

Tabla 1.- Composición de la aleación IN-X750 (% en peso)

Fundamentalmente, es una aleación base níquel con precipitados  $\gamma'$  [ $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ] de tipo esferoidal. Las muestras planas para ensayos de creep fueron cortadas por electroerosión a partir de una chapa laminada. La longitud útil de éstas fue  $l_0 = 25.4$  mm y su sección transversal de  $1.8$  mm x  $4$  mm. El tratamiento térmico aplicado consistió en un solubilizado a  $1373$  K durante una hora, con enfriamiento al aire, seguido de un tratamiento de precipitación a  $973$  K durante 20 horas, con enfriamiento al aire. De esta manera, utilizando microscopía electrónica de transmisión (TEM) se obtuvo un tamaño medio de precipitados  $\gamma'$  de  $20$  nm y una fracción en volumen  $f \cong 0.15$ .

Los ensayos se realizaron en una máquina de creep que trabaja a tensión constante. Los detalles experimentales fueron descriptos en la referencia (2).

### Resultados y Discusión

Se obtuvieron curvas de creep para dos temperaturas  $923$  y  $973$  K y un rango de tensiones aplicadas  $\sigma$  entre  $300$  y  $650$  MPa. Las figs. 1.(a) y 1.(b) muestran la evolución de la velocidad de deformación por creep del estado estacionario  $\dot{\epsilon}_s$  con la tensión aplicada  $\sigma$  para ambas temperaturas  $T$ .

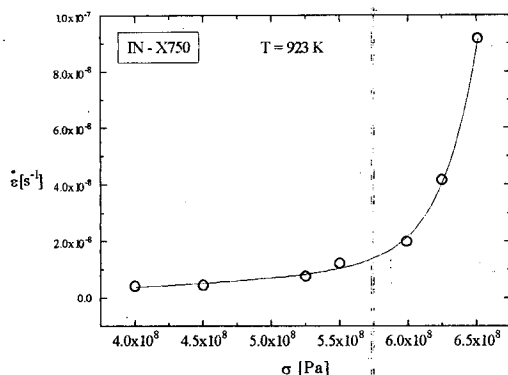


Fig. 1.(a) - Evolución de  $\dot{\epsilon}_s$  en función de  $\sigma$  a  $T = 923$  K. (o) puntos experimentales; (—) ajuste ec. (1)

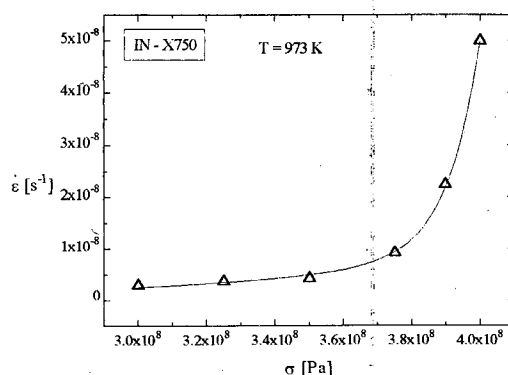


Fig. 1.(b) - Evolución de  $\dot{\epsilon}_s$  en función de  $\sigma$  a  $T = 973$  K. (Δ) puntos experimentales; (—) ajuste ec. (1)

La línea continua corresponde al ajuste realizado con la expresión (1) a los puntos experimentales y los parámetros que de allí se obtienen,  $\dot{\epsilon}_0$ ,  $\alpha$ ,  $\dot{\epsilon}_1$  y  $\beta$  son especificados en la tabla 2, para ambas temperaturas.

T [°K]	$\dot{\epsilon}_0$ [s <sup>-1</sup> ]	$\beta$ [Pa <sup>-1</sup> ]	$\dot{\epsilon}_1$ [s <sup>-1</sup> ]	$\alpha$ [Pa <sup>-2</sup> ]
923	$1 \times 10^{-25}$	$1.1 \times 10^{-8}$	$1.3 \times 10^{-29}$	$4.4 \times 10^{-16}$
973	$5 \times 10^{-26}$	$2.2 \times 10^{-8}$	$2 \times 10^{-29}$	$1 \times 10^{-15}$

Tabla 2.- Parámetros obtenidos mediante el ajuste de la ec. (1) a los puntos experimentales, para las dos temperaturas de ensayo.

Utilizando estos valores, los datos del material y las expresiones dadas para estos parámetros del modelo, es posible estimar aquellos parámetros asociados con el material y los mecanismos de deformación operativos. Por ejemplo; a partir de la expresión dada para  $\beta$ , los datos del material y la tabla 2, podemos obtener la energía de falla de apilamiento en la matriz  $\gamma_{fa}$ . Para la temperatura  $T = 923$  K obtenemos.

$$24.6 \gamma_{fa}^2 = [\ln(1.05 / \gamma_{fa})]^{0.5}$$

la cual conduce a  $\gamma_{fa} = 0.223$  J/m<sup>2</sup>.

Utilizando la expresión para  $\alpha$ , los datos del material y el valor obtenido (tabla 2) podemos estimar el área de activación  $A^*$  asociada al mecanismo de trepado de dislocaciones sobre partículas. En la tabla 3 se presentan los valores de  $\gamma_{fa}$  y  $A^*$  para las dos temperaturas, como así también valores obtenidos de  $\gamma_{fa}$  por otros autores en Ni puro.

	T [°K]	$\gamma_{fa}$ [J/m <sup>2</sup> ]	$A^*$
Pres. Trab.	923	0.223	$120 b^2$
"	973	0.156	$280 b^2$
Ni <sup>(3)</sup>	---	0.300	---
Ni <sup>(4)</sup>	---	0.300	---
Ni <sup>(5)</sup>	---	0.240	---

Tabla 3.- Valores de energía de falla de apilamiento  $\gamma_{fa}$  y áreas de activación que predice el modelo.

Desafortunadamente, no han sido reportados valores de energía de falla de apilamiento en la matriz en el caso de estas aleaciones; sin embargo, vemos que los valores que predice el modelo son consistentes con aquellos obtenidos por otros autores. En cuanto a los valores obtenidos para el área de activación, es posible comparar estos con las estimaciones dadas por Ansell y Weertman [4], la cual, de acuerdo con el modelo es del orden de  $\Gamma b$ , siendo  $\Gamma$  la distancia que trepa la dislocación sobre la partícula. De acuerdo con los valores obtenidos por TEM en nuestras muestras, el espaciado entre partículas es  $\Gamma \cong 30$  nm, y tomando  $b = 2.5 \times 10^{-10}$  m, será  $A^* = 120 b^2$ . Este

valor es del mismo orden que aquellos que hemos obtenido a partir del modelo (ver tabla 3).

Por otra parte, a partir de la expresión de  $\dot{\epsilon}_1$ , su valor en la tabla 2 y los datos del material podemos calcular la energía de autodifusión. De este cálculo, obtenemos  $Q \cong 485$  kJ/mol, lo cual está de acuerdo con el valor medio obtenido ( $\Delta Q_{ap} \cong 492$  kJ/mol) a partir de ensayos diferenciales en temperatura. Sin embargo, este valor es mayor que la energía de autodifusión en volumen para aleaciones Ni-Cr, la cual es  $Q \cong 295$  kJ/mol [7-9]. La respuesta a este problema es sencilla y se puede visualizar a partir de la fig. 2. Allí, se ha graficado la energía de activación aparente por creep,  $\Delta H_{ap}$ , en función de la variación relativa porcentual de la velocidad de deformación de la etapa inmediatamente anterior al cambio ( $\dot{\epsilon}_I$ ) e inmediatamente posterior al cambio ( $\dot{\epsilon}_{III}$ ).

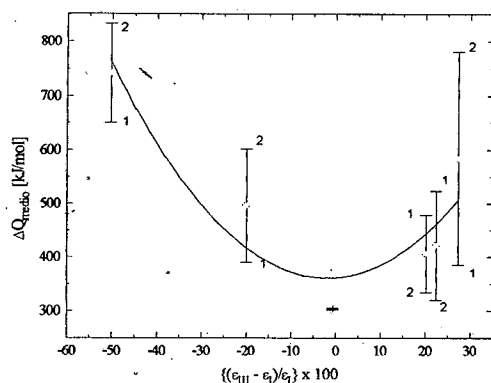


Fig. 2.- Energía de activación aparente por creep (media) en función de la VDRP, para dos temperaturas de ensayo y diferentes tensiones aplicadas.

Para una mejor interpretación de esta gráfica es necesario recordar la definición de Energía de Activación Aparente por creep  $\Delta Q_{ap}$ , la cual es:

$$\Delta Q_{ap} = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \left( \frac{-1}{RT} \right)} \cong \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \left( \frac{-1}{RT} \right)} = RT \frac{\ln \frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}}{\left( \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right)}$$

y el método del ensayo diferencial en temperatura. La fig. 3 muestra parte de un ensayo de creep típico donde se ha realizado un cambio diferencial en temperatura durante la zona del estado estacionario.

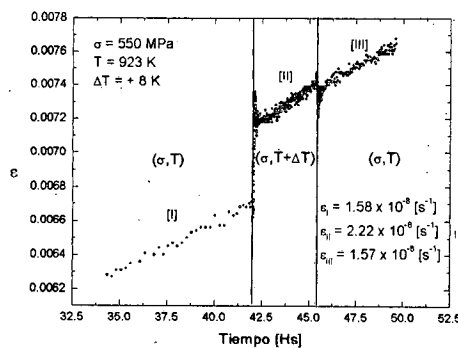


Fig. 3.- Cambio diferencial en temperatura típico a tensión constante.

Allí, se muestran tres etapas; en la etapa 1 la velocidad de deformación ha alcanzado un valor de estado estacionario a  $\sigma$  y  $T_1$  constante (esto es,  $\dot{\epsilon}_1$ ), provocamos un pequeño cambio en la temperatura  $\Delta T$ , pasando de  $T_1$  a  $T_2 = T_1 + \Delta T$  obteniendo una nueva  $\dot{\epsilon}_2$  en la etapa 2, y por último, volvemos a la condición de temperatura inicial  $T_1$ , obteniendo  $\dot{\epsilon}_3$ . La definición de  $\Delta Q_{ap}$  exige que durante el cambio, la subestructura se mantenga constante; esto significa que  $\dot{\epsilon}_1$  no debe diferir apreciablemente de  $\dot{\epsilon}_3$ .

De este modo, en este tipo de ensayo obtendremos dos valores de energía de activación aparente; una correspondiente al cambio de ida (etapa 1  $\rightarrow$  etapa 2), esto es  $\Delta Q_{ap}^1$  y una de vuelta (etapa 2  $\rightarrow$  etapa 3), esto es,  $\Delta Q_{ap}^2$ . La tabla 4 muestra los valores de  $\Delta Q_{ap}$  obtenidos a diferentes tensiones aplicadas y dos temperaturas de ensayo.

T [°K]	$\sigma$ [MPa]	$\Delta T$ [°K]	$\dot{\epsilon}_I$ [s <sup>-1</sup> ]	$\dot{\epsilon}_{II}$ [s <sup>-1</sup> ]
923	400	+8	$5.55 \times 10^{-9}$	$9.6 \times 10^{-9}$
923	450	+9	$4.66 \times 10^{-9}$	$8.8 \times 10^{-9}$
923	550	+8	$1.58 \times 10^{-8}$	$2.22 \times 10^{-8}$
973	275	+8	$1.22 \times 10^{-8}$	$1.5 \times 10^{-8}$
973	350	+8	$5.08 \times 10^{-9}$	$8.58 \times 10^{-9}$
973	375	-8	$1.10 \times 10^{-8}$	$7.77 \times 10^{-9}$

$\dot{\epsilon}_{III}$ [s <sup>-1</sup> ]	$\Delta Q_1$ [kJ/mol]	$\Delta Q_2$ [kJ/mol]	$\Delta \epsilon_r$	$\Delta Q_m$ [kJ/mol]
$4.44 \times 10^{-9}$	390	601	-20	495.5
$5.6 \times 10^{-9}$	478.3	334	20.2	406.2
$1.57 \times 10^{-8}$	302	305	-0.6	303.5
$5.58 \times 10^{-9}$	650	834	-50.3	742
$6.22 \times 10^{-9}$	522.5	320.6	22.4	421.5
$1.4 \times 10^{-8}$	385	782	27.3	583.5

Tabla 4.- Valores de energía de activación aparente obtenidos mediante el método de cambio diferencial en temperatura, para dos temperaturas y diferentes tensiones aplicadas

En la última columna se especifica el valor medio de  $\Delta Q_{ap}$ . Ahora podemos volver a la fig. 2 e interpretar los resultados. Allí, a cada valor determinado de velocidad de deformación relativa porcentual (VDRP) le hemos asociado un valor de  $\Delta Q_{ap}$  promedio y dos barras de dispersión las

cuales corresponden a  $\Delta Q_{ap}^1$  y  $\Delta Q_{ap}^2$ . Se puede observar que, cuando la VDRP crece en módulo hay un aumento en la dispersión para  $\Delta Q_{ap}$ ; esto es, la diferencia entre  $\Delta Q_{ap}^1$  y  $\Delta Q_{ap}^2$  se hace mayor. Un aumento en la VDRP significa que  $\dot{\epsilon}_1$  y  $\dot{\epsilon}_3$  difieren apreciablemente; en consecuencia, durante el cambio diferencial la subestructura cambia. Sin embargo, existe un único punto que obedece al requisito de mantener la subestructura constante y es aquel correspondiente al ensayo  $\sigma = 500$  MPa,  $T = 923$  K. Para este punto en particular,  $\dot{\epsilon}_1$  y  $\dot{\epsilon}_3$  son casi iguales (ver tabla 4) y  $\Delta Q_{ap}^1$  y  $\Delta Q_{ap}^2$  no difieren. De este modo, la  $\Delta Q_{ap} = 303$  kJ/mol la cual es muy próxima a la energía de autodifusión en volumen para aleaciones Ni-Cr y comparable con aquel obtenido por Castani y Lupinc [10] para esta misma aleación ( $Q = 290$  kJ/mol).

Como se vio anteriormente, si bien hemos podido explicar el origen de los altos valores en  $\Delta Q_{ap}$ , medidos a través del método de cambio diferencial en temperaturas, los cálculos anteriores, utilizando la expresión de  $\epsilon_1$  y su valor, nos conducen a valores en  $\Gamma/h$  que difieren en varios órdenes de magnitud respecto de sus valores reales, donde hemos supuesto que  $h$ , la distancia de trepado es del orden del tamaño medio de las partículas.

Barret y Sherby[11], han estudiado el creep en metales y aleaciones fcc y han encontrado que cuando opera un mecanismo de trepado de dislocaciones, la  $\dot{\epsilon}_s$  depende, entre otros factores, de la energía de falla de apilamiento normalizada elevada a la potencia 3.5; esto es  $\dot{\epsilon}_s \propto (\gamma_{fa}/Gb)^{3.5}$ . Si introducimos este factor en la expresión de  $\epsilon_1$ , dada con la expresión (1), se encuentra que los valores obtenidos para  $\Gamma/h$ , a partir del modelo, están en buen acuerdo con los valores reales que presenta la microestructura, para ambas temperaturas de ensayo.

### Conclusiones

- 1.- El modelo propuesto describe satisfactorimente la evolución de la velocidad de deformación por creep del estado estacionario  $\dot{\epsilon}_s$  en función de la tensión aplicada  $\sigma$  para dos temperaturas de ensayo en la aleación IN-X750.
- 2.- Los valores que predice el modelo para las energías de falla de apilamiento,  $\gamma_{fa}$ , son próximos a aquellos obtenidos para Ni puro, el cual es el componente mayoritario en la aleación estudiada.
- 3.- Los valores de área de activación que predice el modelo son consistentes con la activación de algún mecanismo de interacción dislocación - partícula, el cual podría ser el mecanismo de trepado propuesto.
- 4.- Las altas energías de activación aparente por creep obtenidas están asociadas con cambios en la subestructura.
- 5.- Se propone una modificación en el parámetro  $\epsilon_1$  del modelo, introduciendo un factor normalizado

dependiente de la energía de falla de apilamiento. De esta manera, los parámetros asociados a la microestructura que predice el modelo son consistentes con aquellos obtenidos de la microestructura.

### Referencias

- 1) A. Marzocca and A. Picasso. *J. Mater. Sc.* **29** (1994) 1724 - 1730.
- 2) A. Picasso. Tesis de Lic. en Física, Fac. de C. Ex. UNCPBA (1990).
- 3) P. Haasen. *Phil. Mag.* (1958), vol. 3, pp 384.
- 4) S. Mader, A. Seeger and C. Leitz, *J. Appl. Phys.*, 1963, vol. 34, pp 3368.
- 5) B. E. P. Beeston, I. L. Dillamore and R. E. Smallman. *Met. Sc. J.* (1968) 12.
- 6) G. S. Ansell and J. Weertman. *Trans. Met. Soc. Aime* **215** (1959) 838.
- 7) A. H. Cottrell, V. Aytakin. *J. Inst. Metals*, **77** (1950) 389.
- 8) K. Monma, H. Suto, H. Oikawa. *J. Japan Inst. Metals*, **28** (1964) 253.
- 9) J. P. Dennison, K. J. Llewelyn, B. Wilshire. *J. Inst. Metals* **95** (1967) 115.
- 10) C. Castani, V. Lupinc. "la metallurgia italiana" n. 7/8 - 1977.
- 11) C. Barret and O. Sherby. *Trans. Metall AIME* **233** (1965), 1116.

(\*) IFIMAT, Fac. C. Exactas UNCPBA.

(\*\*) Fac. C. Ex. y Nat. UBA