

ESTUDIO DE LA SENSIBILIDAD DE LA TENSIÓN CRÍTICA DE FLUENCIA CON RESPECTO A LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN LA ALEACIÓN INCONEL X-750

J. A. del Valle ⁽¹⁾, A. C. Picasso ⁽²⁾, R. Romero ⁽³⁾

Instituto de Física de Materiales Tandil (IFIMAT) - Universidad Nacional del Centro de la
Provincia de Buenos Aires (UNICEN).
Pinto 399, Tandil (7000), Prov. de Bs. As., Argentina
(1) CONICET, (2) UNICEN, (3) CICPBA

En este trabajo se propone un método experimental para analizar la superposición de tensiones asociadas a dos componentes microestructurales: la solución sólida en la fase matriz y los precipitados de segunda fase, mediante la medición de la sensibilidad de la tensión crítica de fluencia con respecto a la velocidad de deformación. Este método se aplicó a la aleación Inconel X-750 y se presentan resultados preliminares.

In this work a experimental method is proposed in order to study the stress superposition of two microstructural components: the solid solution in the matrix phase and second phase precipitates, by means of strain rate sensitivity measures. This procedure was applied to Inconel X-750 alloy and some experimental results are shown.

1. INTRODUCCIÓN

En la bibliografía ⁽¹⁻⁴⁾ se han propuesto diversas relaciones que tienen en cuenta la contribución de distintos obstáculos de diferentes resistencias a la Tensión Crítica de Fluencia (TCF). En este trabajo consideraremos que la TCF total σ_y contiene solamente las contribuciones del endurecimiento por solución sólida en la fase matriz σ_M , y de los precipitados de segunda fase σ_p .

Un problema importante, es conocer como esas componentes se superponen para producir la TCF total de la aleación. Se ha propuesto una generalización ^(1,2):

$$\sigma_y^q = \sigma_M^q + \sigma_p^q \quad (1)$$

donde q es un parámetro ajustable cuyo valor está comprendido entre 1 (superposición lineal) y 2 (superposición cuadrática).

Este problema ha sido discutido por varios autores ^(2,3) quienes argumentan que si una de las dos contribuciones a la TCF es originada por obstáculos de resistencia relativamente baja (p.ej. átomos de soluto) y la otra por obstáculos de resistencia relativamente alta (p.ej. precipitados), es posible considerar a la primera como una componente de fricción; luego las dos contribuciones se sumarían linealmente ($q = 1$).

Kocks et al. ⁽⁴⁾ propusieron un método para investigar la ley de superposición mediante la realización de un estudio de las áreas aparentes de activación. Este método permitiría distinguir entre superposición lineal y cuadrática de σ_1 y σ_2 , si sólo una (σ_1) es activada térmicamente y suponiendo además que $\sigma_1 \propto 1/l_1 \propto 1/\Delta a$, donde l_1 es el espaciado y Δa el área de activación aparente. En ese caso el método predice un

comportamiento lineal en un gráfico $1/\Delta a$ vs. σ , si σ es una superposición lineal de σ_1 y σ_2 , mientras que en el caso de superposición cuadrática predice una desviación de la linealidad.

También, ⁽⁴⁾ en el caso de que los dos tipos de obstáculos sean térmicamente activables y exista superposición lineal entre las tensiones, σ_1 y σ_2 , se predice un comportamiento lineal doble en un gráfico $1/\Delta a$ vs. σ , (de nuevo bajo la hipótesis de que $\sigma_1 \propto 1/l_1 \propto 1/\Delta a_1$ y $\sigma_2 \propto 1/l_2 \propto 1/\Delta a_2$).

2. MÉTODO PROPUESTO

Consideraremos el caso general de la regla de superposición dada por la ec.(1), derivando ec.(1) respecto a $\ln \dot{\gamma}$ obtenemos:

$$\sigma_y^{q-1} \frac{\partial \sigma_y}{\partial \ln \dot{\gamma}} = \sigma_M^{q-1} \frac{\partial \sigma_M}{\partial \ln \dot{\gamma}} + \sigma_p^{q-1} \frac{\partial \sigma_p}{\partial \ln \dot{\gamma}} \quad (2)$$

En esta ecuación el primer miembro está compuesto por cantidades medibles σ_y y $\partial \sigma_y / \partial \ln \dot{\gamma}$, excepto q .

En el segundo miembro, el primer término es independiente del tamaño de los precipitados, mientras que las cantidades σ_p y $\partial \sigma_p / \partial \ln \dot{\gamma}$, en el segundo término, dependen del radio de los precipitados de tal forma que, en principio, puede ser predicha por la teoría. Se verá más adelante que, en el caso de endurecimiento por orden, se podrá escribir:

$$\sigma_p \propto r^\alpha \quad (3.a)$$

$$\partial \sigma_p / \partial \ln \dot{\gamma} \propto r^\beta \quad (3.b)$$

Donde α y β son coeficientes, y r es el radio medio de los precipitados. La ecuación (2) puede ser reescrita en la forma:

$$\sigma_y^{q-1} \frac{\partial \sigma_y}{\partial \ln \dot{\gamma}} = A(q) + B(q)r^{\alpha(q-1)+\beta} \quad (4)$$

Donde $A(q)$ y $B(q)$ son independientes de r . Luego si se elige el valor correcto de q deberíamos observar un comportamiento lineal en una representación $\sigma_y^{q-1}(\partial \sigma_y / \partial \ln \dot{\gamma})$ vs $r^{\alpha(q-1)+\beta}$; en caso contrario se debería observar un apartamiento de la linealidad.

En este trabajo se propone un método que permite investigar la regla de superposición. El mismo consiste en utilizar representaciones en la forma sugerida por la ecuación (4), y determinar el valor de q con el mejor ajuste de los puntos experimentales por medio de una recta. Desafortunadamente, el método requiere el conocimiento previo de las relaciones (3.a) y (3.b).

En las siguientes secciones se considerará el mecanismo de endurecimiento por orden en aleaciones subenvejecidas con el objeto de obtener en forma teórica los coeficientes α y β en ecs.(3). Posteriormente se evaluarán algunos resultados experimentales en la aleación Inconel X-750.

3. TENSIÓN DE FLUENCIA Y ÁREA DE ACTIVACIÓN DE LOS PRECIPITADOS γ'

En aleaciones base níquel, las cuales presentan una fase γ' ordenada y coherente con la red γ , la principal contribución al endurecimiento proviene de los efectos de endurecimiento por orden. Para una lectura general véase las referencias (2) (3) (5) y (6).

A partir de una configuración de dos dislocaciones acopladas débilmente en equilibrio, es posible obtener la TCF resuelta a 0K, τ_p . El balance de fuerzas entre la primera dislocación D1 y la segunda dislocación D2 establece que:

$$D1: \quad \tau_p b L_1 + \tau_r b L_1 - \gamma d_1 = 0 \quad (5.a)$$

$$D2: \quad \tau_p b L_2 - \tau_r b L_2 + \gamma d_2 = 0 \quad (5.b)$$

donde τ_p es la resistencia planar al deslizamiento, τ_r es la tensión de corte repulsiva ejercida por D2 sobre D1 y viceversa, γ es la energía de borde de antifase, d_1 y d_2 son las longitudes de las dislocaciones dentro de las partículas y L_1 , y L_2 son los espaciados efectivos a lo largo de dichas dislocaciones ^(2,3,6). A partir de las ecs. (5.a) y (5.b) obtenemos:

$$\tau_p = \frac{\gamma}{2b} \left(\frac{d_1}{L_1} + \frac{d_2}{L_2} \right) \quad (6)$$

No hay controversia acerca de $d_1/L_1 = 2 r_s / L_F$ (donde r_s es el radio medio planar, y L_F es el espaciado de Friedel). Por otra parte, al presente, no hay un criterio único para determinar d_2/L_2 , una aproximación ampliamente aceptada es tomar $d_2/L_2 = f_v$, siendo f_v la fracción en volumen. Sin embargo los resultados de

Ardell ⁽³⁾ muestran que d_2/L_2 es mucho menor que f_v . No obstante existe consenso general en suponer $d_2/L_2 \ll d_1/L_1$, luego a partir de la ec.(6) obtenemos:

$$\tau_p = \frac{\gamma}{2b} \left(\frac{2r_s}{L_F} \right) \quad (7)$$

donde L_F y r_s están dados por:

$$L_F = L \left(\frac{2T_L}{2r_s \gamma} \right)^{1/2}, \quad L = r \left(\frac{2\pi}{3f_v} \right)^{1/2}, \quad r_s = \frac{\pi}{4} r \quad (8)$$

Así:

$$\tau_p = \frac{\gamma}{2b} \left(\frac{3\pi^2 f_v \gamma}{32 T_L} \right)^{1/2} r^{1/2} \quad (9)$$

De la ec. (9) se obtiene el exponente $\alpha = 1/2$.

Para calcular $\partial \tau_p / \partial \ln \dot{\gamma}$, se seguirá un procedimiento similar al utilizado recientemente por Nabarro ⁽⁷⁾ (en el caso del mecanismo de Orowan). En este caso se supone que la velocidad de deformación esta dada por:

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp(-\Delta G / kT) \quad (10)$$

donde ΔG es la entalpía libre de activación.

Se define el área aparente de activación Δa_p a partir de:

$$\frac{\partial \sigma_p}{\partial \ln \dot{\gamma}} = kT \frac{\partial \sigma_p}{\partial \Delta G} \equiv \frac{kT}{b} \frac{1}{\Delta a_p} \quad (11)$$

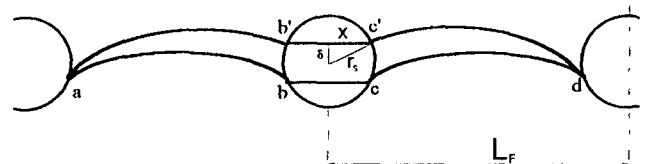


Figura 1: Representación esquemática de dos configuraciones de equilibrio para un segmento de la dislocación D1

En la Figura 1 se muestran dos configuraciones de equilibrio, una estable $abcd$ y otra inestable $ab'c'd$, para un segmento de la primera dislocación D1. Bajo estas condiciones, a partir de las ecs. (5.a) y (5.b) y la condición $d_2/L_2 \approx 0$, la resistencia umbral al deslizamiento para ese segmento de dislocación es: $\tau_{D1} = \tau_p + \tau_r = 2\tau_p$, con lo cual obtenemos:

$$\tau_{D1} = \frac{\gamma}{b} \left(\frac{2r_s}{L_F} \right) \quad (12)$$

y para las dos posiciones de equilibrio bajo una tensión aplicada σ_{D1} , el balance de fuerzas conduce a:

$$\sigma_{D1} = \frac{\gamma}{b} \left(\frac{2x}{L_F} \right) \quad (13)$$

donde $2x$ y $2r_s$ son las longitudes de la dislocación dentro de las partículas en las configuraciones de equilibrio y crítica, respectivamente. Luego por consideraciones

geométricas se obtiene:

$$\Delta a_p \approx 2L_F \delta = 2L_F \sqrt{r_s^2 - x^2} = 2L_F r_s \sqrt{1 - \left(\frac{\sigma_{DI}}{\tau_{DI}}\right)^2} \quad (14)$$

Nuestro interés está centrado en el caso en que la tensión aplicada está muy cerca de la tensión umbral:

$$\sigma_{DI} = (1 - \varepsilon)\tau_{DI}, \quad 0 < \varepsilon \ll 1 \quad (15)$$

obteniéndose:

$$\Delta a_p \approx 2L_F r_s \left[2 \left(1 - \frac{\sigma_{DI}}{\tau_{DI}} \right) \right]^{1/2} \quad (16)$$

y la entalpía libre de activación esta dada por ⁽⁴⁾:

$$\Delta G = b \int_{\sigma_p}^{\tau_p} \Delta a_p(\sigma_p) d\sigma_p = \frac{2^{7/2}}{3} r_s^2 \gamma \left(1 - \frac{\sigma_{DI}}{\tau_{DI}} \right)^{3/2} \quad (17)$$

Donde $\sigma_{DI}/\tau_{DI} = \sigma_p/\tau_p$. Este resultado es muy similar al presentado por Kocks et al. ⁽⁴⁾ excepto por el factor $2^{7/2}/3$ que cambia a π .

A partir de la ec.(10) se puede obtener $\Delta G = kT \ln(\dot{\gamma}_0 / \dot{\gamma}) \approx 30kT$, igualando con la ec.(17) obtenemos:

$$\left(1 - \frac{\sigma_{DI}}{\tau_{DI}} \right) = \left(\frac{30kT}{r_s^2 \gamma} \right)^{2/3} \left(\frac{3}{2^{7/2}} \right)^{2/3} \quad (18)$$

luego, reemplazando (18) en (16):

$$\Delta a_p \approx 6^{1/3} L_F r_s^{1/3} \left[\frac{30kT}{\gamma} \right]^{1/3} \quad (19)$$

finalmente de (19) y de (8) se obtiene:

$$\Delta a_p \approx 6^{1/3} \left(\frac{8}{3} \right)^{1/2} \left(\frac{\pi}{4} \right)^{1/3} r_s^{5/6} \left[\frac{30kT}{\gamma} \right]^{1/3} \left[\frac{T_L}{\gamma f_v} \right]^{1/2} \quad (20)$$

Con lo cual, de la ecuaciones (20) y (11) se determina el exponente $\beta = -5/6$.

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La composición de la aleación Inconel X-750 fue dada en la ref. (8). Las muestras fueron solubilizadas a 1363 K por 2 h, y luego envejecidas a 1010 K durante diferentes tiempos para obtener distintos tamaños medios de los precipitados γ' (ver la ref. (8)).

Se realizaron ensayos de tracción a temperatura ambiente utilizando una máquina Shimadzu Autograph DSS-10T. La fuerza aplicada y el estiramiento de la probeta fueron medidos con una celda de carga y un extensómetro conectados a una plaqueta adquisidora de datos incorporada en una PC.

De esta forma, mediante un programa especial de adquisición se obtiene un archivo de datos Desplazamiento-Fuerza-Tiempo, cabe señalar que estos datos son almacenados a una frecuencia apropiada de

acuerdo a la velocidad de deformación utilizada en cada parte del ensayo. Posteriormente estos fueron convertidos a curvas Tensión -Deformación verdaderas.

Los cambios en velocidad de deformación fueron realizados entre 5×10^{-6} y 5×10^{-4} [1/seg.] a intervalos regulares como se muestra en la Figura 2. El criterio para evaluar el incremento en tensión $\Delta\sigma$ se muestra en la Figura 2.

La TCF fue determinada a la deformación $\varepsilon = 0.2\%$ ($\sigma_{0.2\%}$), la cual está relacionada a la TCF resuelta por medio de $\sigma_y = \sigma_{0.2\%} / M$, como también $\varepsilon = \gamma M$, donde $M = 3.06$ es el factor de Taylor. Así:

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial \ln \dot{\gamma}} = \frac{1}{M} \frac{\partial \sigma_{0.2\%}}{\partial \ln \dot{\gamma}} \quad (21)$$

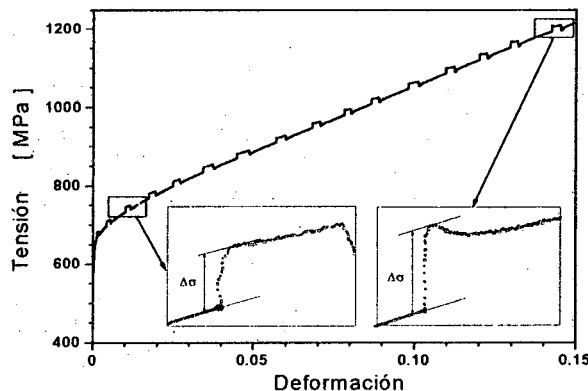


Figura 2 : Curva tensión-deformación plástica donde se observan los efectos de realizar cambios abruptos en la velocidad de deformación

5. RESULTADOS

La Figura 3 muestra sobre un gráfico de Haasen la relación entre $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\varepsilon}$ y σ , para tres tamaños de precipitados γ' . A partir de realizar un ajuste mediante un polinomio de segundo grado, y por medio de una extrapolación a $\sigma_{0.2\%}$, obtenemos $\partial\sigma_{0.2\%}/\partial \ln \dot{\varepsilon}$.

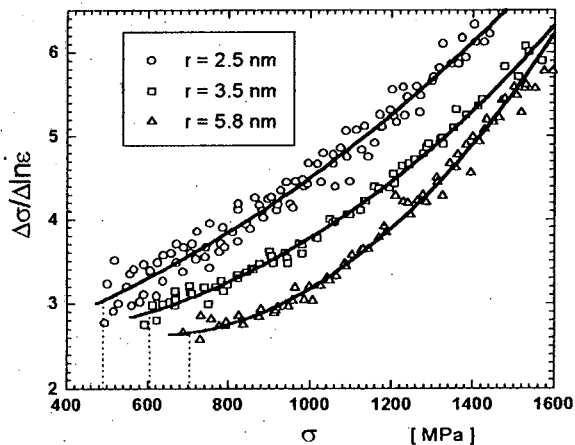


Figura 3: Representaciones de Haasen $\partial\sigma/\partial \ln \dot{\varepsilon}$ vs σ . Determinación de $\partial\sigma_{0.2\%}/\partial \ln \dot{\varepsilon}$ por extrapolación a $\sigma_{0.2\%}$.

Como se mencionó anteriormente, es de esperar que en una representación $\sigma_y^{q-1}(\partial\sigma_y/\partial\ln\dot{\gamma})$ vs $r_i^{\alpha(q-1)+\beta}$, con $\alpha=1/2$ y $\beta=-5/6$, el comportamiento sea lineal para el valor adecuado de q .

En las Figuras 4 y 5 se muestra esta representación para $q=1$ y $q=2$ conjuntamente con un ajuste lineal por cuadrados mínimos.

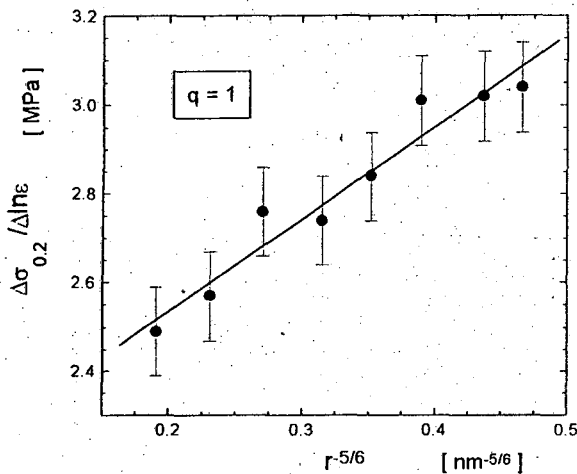


Figura 4 : Representación $\sigma_y^{q-1}(\partial\sigma_y/\partial\ln\dot{\gamma})$ vs $r^{\alpha(q-1)+\beta}$ utilizando $q=1$, para $r=2.5, 2.7, 3.1, 3.5, 4, 4.8, 5.8, y 7.3$ nm.

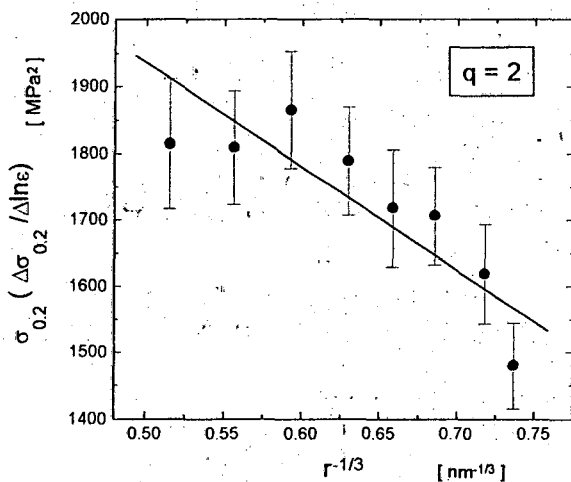


Figura 5 : Representación $\sigma_y^{q-1}(\partial\sigma_y/\partial\ln\dot{\gamma})$ vs $r^{\alpha(q-1)+\beta}$ utilizando $q=2$.

La desviación standard (SD) del ajuste lineal se calcula mediante:

$$SD = \left[\sum_{i=1}^n [y_i - (A + Bx_i)]^2 / (n-2) \right]^{1/2} \quad (22)$$

En la Figura 6 se representa el coeficiente SD de los ajustes lineales en función del parámetro q , es claro que la bondad del ajuste decrece en la medida que aumenta q .

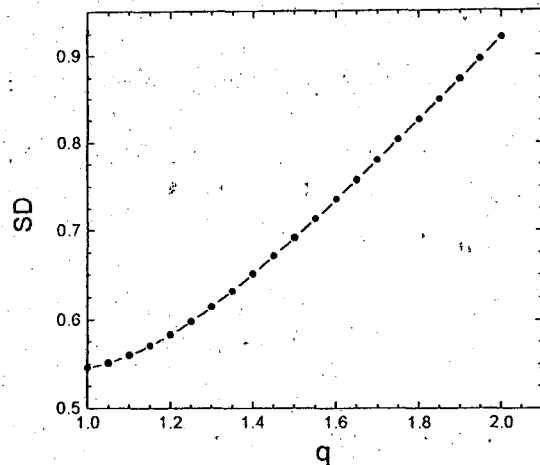


Figura 6: Representación de la desviación standard del ajuste lineal en función del parámetro q .

6. CONCLUSIONES

Se ha propuesto un método experimental para investigar la superposición del endurecimiento por solución sólida y por precipitados, mediante la medición sistemática de la sensibilidad de la TCF con respecto a la velocidad de deformación, en muestras con diferentes tamaños de precipitados. El método se basa en los siguientes puntos:

- i) Se supone una ley del tipo de superposición: $\sigma_y^q = \sigma_M^q + \sigma_p^q$, donde q es un parámetro a determinar
- ii) Se calcula teóricamente la dependencia de σ_p y $\partial\sigma_p/\partial\ln\dot{\gamma}$ con el tamaño de partícula, y se supone que σ_M y $\partial\sigma_M/\partial\ln\dot{\gamma}$ son independientes del tamaño de partícula.
- iii) Si se cumplen i) y ii), mediante ciertos gráficos se puede obtener el valor de q .

Se aplicó el método a la aleación Inconel X-750 subvenejecida, se observa el mejor acuerdo entre teoría y experimento si se aplica superposición lineal.

REFERENCIAS

- 1 - G. Neite, M. Sieve, M. Mrotzek, y E. Nembach, en *Proc. 4th Risø International Symposium on Metallurgy and Materials Science*, editado por J. Bilde-Sørensen et al., p.447 (1983).
- 2 - E. Nembach y G. Neite en *Progress in Materials Science*, **39**, p. 177 (1985).
- 3 - A. J. Ardell, *Metall. Trans.*, **16A**, p. 2131 (1985).
- 4 - U.F. Kocks, A.S. Argon y M.F. Ashby en *Progress in Materials Science*, **19**, (1975).
- 5 - B. Reppich, P. Schweep y G. Wehner, *Acta Mater.*, **30**, p. 95 (1982).
- 6 - B. Reppich en "*Materials Science and Technology*", eds. R. W. Cahn, P. Haasen y E. J. Kramer, Volumen 6, Capítulo 7 (1993).
- 7 - F. R. N. Nabarro, *Acta Metall.*, **38**, p. 161 (1990)
- 8 - J. A. del Valle, A. Picasso y R. Romero, *Acta Metall et Mater.*, **46**, p.1981 (1998).