

# TERMOFLUENCIA EN ESTADO ESTACIONARIO DE LA SUPERALEACION PE-10 A 973°K.

C. Picasso\*

*Instituto de Física de Materiales Tandil, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Buenos Aires, Pinto 399, 7000 Tandil*

A. J. Marzocca

*Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires, Ciudad Universitaria, Pabellón I, 1428 Buenos Aires.*

Se estudió el comportamiento mecánico de una superaleación base níquel a una temperatura de 973°K y diferentes tensiones mediante ensayos de creep. Se obtuvo una expresión para la velocidad de termofluencia (creep) en el estado estacionario ( $\dot{\epsilon}$ ) en función de la tensión  $\sigma$  aplicada. Se evaluó la energía de activación aparente  $\Delta H$  y el parámetro de sensibilidad  $m$  y se analizaron los posibles mecanismos de deformación que actúan.

## INTRODUCCION

La superaleación base níquel PE-10 está compuesta por la matriz austenítica o fase  $\gamma$  (FCC) formada por Ni, Co, Fe, Cr, Mo, W y V; la fase de los precipitados, que son compuestos intermetálicos del tipo  $\gamma$  (FCC)  $Ni_3(Al, Ti)$  y  $\gamma^*$  (BCT)  $Ni_3Nb$ , y la fase de los carburos del tipo MC y  $M_{23}C_6$  [1].

La presencia de los precipitados  $\gamma$  y  $\gamma^*$  (en cuanto a forma, tamaño y distribución) fueron logrados mediante una serie de tratamientos térmicos los cuales ya han sido especificados [2].

Para analizar el comportamiento por deformación plástica de la PE-10, se realizaron ensayos de creep a tensión constante en un rango de 355 MPa hasta 512 MPa, manteniendo la temperatura constante en 700°C  $\pm$  2°C. A partir de los mismos se construyeron los diagramas de deformación por creep  $\epsilon$  vs.  $t$ .

Para cada ensayo, caracterizado por una tensión determinada, se evaluó la energía de activación aparente  $\Delta H_{ap}$ , a través de la expresión:

$$\Delta H_{ap} = \frac{R \ln (\dot{\epsilon}_1 / \dot{\epsilon}_2)}{\left( \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)} \Bigg|_{\sigma, S} \quad (1)$$

donde  $R$  es la constante universal de los gases,  $\dot{\epsilon}_1$  representa la velocidad de deformación del nuevo estado estacionario a temperatura  $T_1$ , y  $\dot{\epsilon}_2$  la velocidad de deformación del nuevo estado estacionario a temperatura  $T_2$ ; y el parámetro  $m$  (sensibilidad al cambio de tensión) definido por:

$$m = \frac{\ln (\dot{\epsilon}_1 / \dot{\epsilon}_2)}{\ln (\sigma_1 / \sigma_2)} \Bigg|_{T, S} = \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \ln \sigma} \Bigg|_{T, S} \quad (2)$$

En esta última expresión,  $\dot{\epsilon}_1$  representa la velocidad de deformación del estado estacionario a  $\sigma_1 = cte.$  y  $\dot{\epsilon}_2$  la velocidad de deformación para el nuevo estado estacionario a  $\sigma_2 = \sigma_1 + \Delta\sigma$ .

Ambas cantidades  $\Delta H_{ap}$  y  $m$  se obtienen en forma experimental mediante cambios diferenciales de temperatura y tensión, respectivamente. En el primer caso, se mantiene constante la tensión y el parámetro  $S$  que caracteriza la estructura y en el segundo, es la temperatura la que se debe mantener constante conjuntamente con  $S$ .

## PARTE EXPERIMENTAL

Para realizar las experiencias de creep, se construyó una máquina de creep que trabaja a tensión constante. El principio de funcionamiento y los detalles del equipamiento de medidas pueden verse en la ref. (3).

Los ensayos consistieron en obtener los diagramas de deformación por creep vs. tiempo ( $\dot{\epsilon}$  vs.  $t$ ) para tensiones  $\sigma$  de 355 MPa, 368 MPa, 402 MPa, 449 MPa, 493 MPa y 512 MPa, manteniendo la temperatura constante ( $T=973^\circ K$ ) durante las primeras 100 horas (ver fig. 1). A partir de estos diagramas se evaluó la velocidad de creep para el estado estacionario  $\dot{\epsilon}_s$  (ver Tabla 1) y mediante cambios diferenciales en  $T$  y  $\sigma$ , producidos en esta zona de las curvas, se obtuvieron los parámetros "Energía de activación aparente"  $\Delta H$  y la sensibilidad de  $\dot{\epsilon}_s$  con  $\sigma$ " a través de  $m$ .

\* Becario UNCPBA

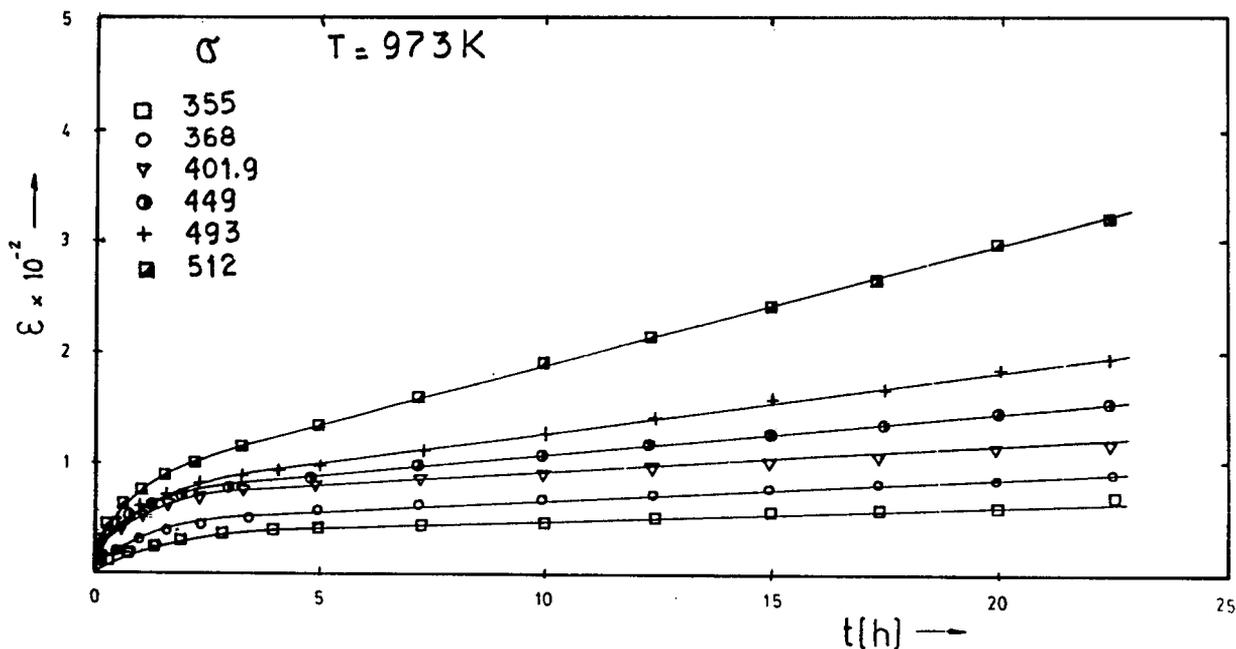


Figura 1: Curvas de Creep para la superaleación PE-10

| $\sigma$ [MPa] | $\dot{\epsilon} \times 10^{-8}$ |
|----------------|---------------------------------|
| 355            | 2.92                            |
| 368            | 3.32                            |
| 401.9          | 4.57                            |
| 449            | 7.27                            |
| 493            | 14.81                           |
| 512            | 26.07                           |

Tabla 1: Velocidades de creep ( $\dot{\epsilon}$ ) para el estado estacionario para distintas tensiones  $\sigma$  y a  $T=973K$ .

La fig. 2 muestra una curva típica de creep y las zonas indicadas donde se han realizado cambios.

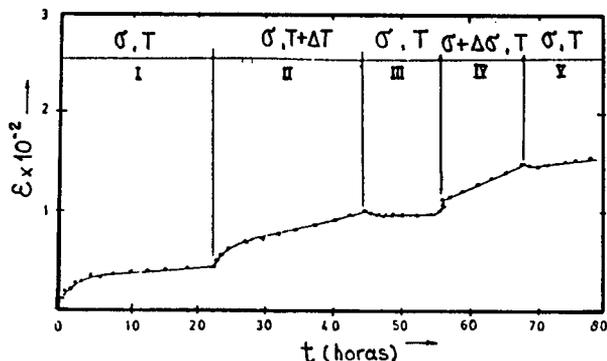


Figura 2: Curva completa de creep. donde se muestran los cambios de  $\dot{\epsilon}$  al evaluar  $\Delta H$  y  $m$ .

Para poder medir energía de activación, primeramente se aseguraba que el ensayo de creep correspondiente se encontrara en la etapa de estado estacionario. Una vez dentro de esta zona de la curva de creep, se realizaba un cambio brusco de temperatura sobre la muestra, de  $+35^{\circ}C$ .

Esto se lograba cambiando el punto de regulación para la temperatura del horno y controlando la temperatura en la probeta (parte central y extremos de la misma) hasta lograr que ésta se estabilizara en el valor deseado. Debido a la gran inercia del horno utilizado, se empleaba aproximadamente media hora en llegar a la temperatura requerida sobre la probeta.

Una vez cumplido eses paso, se registraba la deformación en el tiempo de la muestra a esta nueva temperatura, durante períodos de tiempo suficientemente grandes como para poder evaluar con precisión la nueva velocidad de deformación del material.

Luego, se volvía al valor inicial de temperatura,  $700^{\circ}C$  y se continuaba midiendo la deformación durante algunas horas más. De esta manera se comprobaba si se recuperaba el valor original de velocidad de deformación para el estado estacionario. Así, se garantiza que no existe un cambio fundamental en la estructura del material, que es una condición necesaria para poder aplicar este método.

Con los datos obtenidos de las experiencias se calculó la velocidad de deformación antes y después del cambio de temperatura y luego, utilizando la expresión (1), se pudo calcular la energía de activación

aparente. La fig. 2 muestra una de las curvas de creep obtenidas, donde se indica la zona del estado estacionario sobre el cual se hizo el cambio de temperatura para obtener  $\Delta H$ . En la tabla 2 figuran los valores de las energías de activación aparente, obtenidas para los diferentes valores de tensión.

| $\sigma$ | T   | $\Delta T$ | $\Delta H_1$ [J/mol] | $\Delta H_2$ [J/mol] |
|----------|-----|------------|----------------------|----------------------|
| 355      | 700 | +35        | 390                  | 334                  |
| 368      | "   | +20        | -                    | 454.3                |
| 401.9    | "   | +35        | 469.7                | 335.7                |
| 449.7    | "   | +20        | 554.3                | 396.5                |
| 493      | "   | +35        | 476.2                | 482.3                |
| 512      | "   | +20        | 402.7                | -                    |

**Tabla 2: Energías de activación aparentes medidas.**

Utilizando la expresión (2), y aplicando cambios diferenciales en la tensión, se pudo evaluar el parámetro de sensibilidad  $m$ .

Entonces, una vez que estamos en la etapa estacionaria de la curva de creep con una  $\dot{\epsilon}_1$  correspondiente a  $\sigma_1$  y T constante, realizamos un cambio brusco de tensión a  $\sigma_2$ , obteniendo una nueva  $\dot{\epsilon}_2$  para el estado estacionario. Como lo indica la expresión anterior T y S deben mantenerse constantes. Para asegurarse que la estructura no ha cambiado, se debe volver a la tensión inicial  $\sigma_1$  y comparar esta  $\dot{\epsilon}_3$  última con  $\dot{\epsilon}_1$  verificando que ambos valores no difieran sustancialmente.

Para nuestros ensayos, se realizaron los cambios de tensión sobre la etapa estacionaria con posterioridad al cambio diferencial producido para evaluar  $\Delta H_c$ , tal como se indica en la fig. 2.

Los valores calculados para  $m$  se indican en la tabla 3, junto con los valores de tensión correspondientes y el  $\Delta\sigma$  elegido para producir el cambio.

| $\sigma$ | T   | $\Delta\sigma$ | $m_1$ | $m_2$ |
|----------|-----|----------------|-------|-------|
| 355      | 700 | +41.4          | 9.4   | 5.8   |
| 368      | "   | +37            | 16.5  | 13.6  |
| 401.9    | "   | +20            | 3     | 7.5   |
| 449.7    | "   | +26            | 8.8   | 5.8   |
| 493      | "   | +29            | 10.5  | 12.1  |
| 512      | "   | +25.5          | 19.7  | ---   |

**Tabla 3: Parámetro  $m$  medido**

## ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

*Sobre la velocidad de deformación para el estado estacionario.*

En las curvas de la deformación por creep vs. tiempo (fig. 1) se observa que, luego de la etapa de creep primario, comienza una nueva etapa donde la deformación mantiene una relación aproximadamente lineal con el tiempo. Así la deformación por creep en esta zona de la curva será:

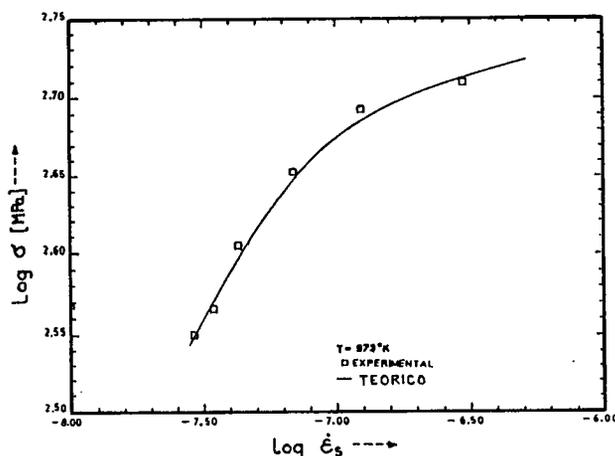
$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_s t + \text{cte},$$

donde  $\dot{\epsilon}_s$  es la velocidad de deformación para el estado estacionario. Sobre la zona del estado estacionario se calculó la velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}_s$  para cada una de las curvas de creep. En la tercera columna de la tabla 1 se especifican los valores de  $\dot{\epsilon}_s$  para cada valor de tensión  $\sigma$  aplicada.

Con el objeto de encontrar una expresión que relacione la velocidad de deformación para el estado estacionario con la tensión aplicada, se analizaron los datos de  $\dot{\epsilon}_s$  y  $\sigma$  sobre gráficas del tipo  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\sigma$  y  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\log \sigma$ .

Si la relación entre  $\dot{\epsilon}_s$  y  $\sigma$  fuera del tipo exponencial, se obtendría una recta en el gráfico  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\sigma$ . Sin embargo, tal como se suponía, este no fue el caso.

Un posterior análisis de los datos sobre una gráfica  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\log \dot{\epsilon}$ , mostró que los puntos experimentales ajustaban bien sobre un segmento de recta hasta un cierto nivel de tensión, a partir del cual se observó un cambio de pendiente, como se ve en la fig. 3. Esto condujo a suponer que la relación entre  $\dot{\epsilon}_s$  y  $\sigma$  sigue una ley de potencia del tipo  $\dot{\epsilon}_s \sim \sigma^n$ , donde se observaba a primera vista que el exponente  $n$  debería ser mayor que 2 para tensiones intermedias y que, luego cambiaría hacia valores de  $n$  muchos más altos.



**Figura 3: Ajuste entre puntos experimentales y curva teórica propuesta para  $\dot{\epsilon}_s$ .**

Por otro lado, de acuerdo con la literatura, a altas tensiones y para temperaturas  $T > 0.5 T_m$ , el mecanismo de trepado de dislocaciones puede contribuir fuertemente como proceso de recuperación en creep, haciendo que la  $\dot{\epsilon}_s$  se incremente con la tensión más rápidamente. Bajo este aspecto, la velocidad de deformación para el estado estacionario debería estar relacionada con la tensión a través de una función del tipo  $\dot{\epsilon}_s \sim \exp(\beta\sigma^n)$ , donde  $\beta$  es una constante. Un posterior ajuste realizado mediante cálculo numérico, permitió obtener una expresión general para la velocidad de deformación del estado estacionario en función de la tensión. La expresión es:

$$\dot{\epsilon}_s = C_1 \sigma^{3.5} + C_2 \sigma^{1.5} \exp(\beta\sigma^2)$$

donde  $C_1 = 3.25 \times 10^{-17}$   $C_2 = 0.31 \times 10^{-15}$  y  $\beta = 1.8 \times 10^{-6}$

El primer término en la expresión anterior sigue una ley de potencia con  $n=3.5$ , similar a la obtenida para soluciones sólidas. Varios autores [4-7] coinciden en que para bajas tensiones, las superaleaciones base níquel se comportan según una ley de potencia con  $n=4$ .

Para tensiones mayores, el segundo término contribuye más fuertemente y tiene una expresión similar a la obtenida por Ansell y Weertman en su teoría sobre el trepado de dislocaciones.

Además, en una publicación anterior, Weertman [9] obtiene una expresión más general para el trepado de dislocaciones sobre diferentes obstáculos, para altas y bajas tensiones, cuya expresión para altas tensiones es

$$\dot{\epsilon}_s \sim \sigma^n \exp(\beta\sigma^m),$$

donde  $n$  puede tomar valores entre 1 y 2, y  $m$  entre 2 y 3.

Por lo tanto, es de esperar, de acuerdo con lo anterior, que el mecanismo de trepado de dislocaciones proporcione una gran contribución al proceso de deformación para este rango de tensiones y para esta temperatura.

Utilizando el método de cambio de temperatura explicado previamente se obtuvieron las nuevas velocidades de deformación con sus correspondientes temperaturas en la etapa estacionaria.

Los valores calculados para  $m$  se indican en la tabla 3, con los valores de tensión correspondientes y el  $\Delta\sigma$  elegido para producir el cambio. Similarmente a la

tabla  $m$  corresponde al cálculo, al hacer la transición  $\sigma, T$  (zona 3) a  $\sigma + \Delta\sigma, T$  (zona 4), y  $m$  a la transición  $\sigma + \Delta\sigma, T$  (zona 4) a  $\sigma, T$  (zona 5), (ver fig.2).

## CONCLUSIONES

1) Con los valores obtenidos  $\dot{\epsilon}_s$  y  $\sigma$  para cada uno de los ensayos, se construyó una curva  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\log \sigma$  suponiendo que dichos puntos podrían ajustar sobre una relación del tipo

$$\dot{\epsilon}_s = \sigma^n \exp(-\Delta H/kT),$$

siendo  $\Delta H$  la energía de activación aparente, tal como lo indican varios autores [1,4,6-8,10].

Se observó que tal ajuste existe para un rango de tensiones intermedias, que en nuestro caso va desde 355 MPa hasta 470 MPa aproximadamente, sin un límite inferior específico para la tensión (ver fig. 3). De la curva  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\log \sigma$  se obtuvo el valor  $n=3.5$ , el cual está dentro del rango esperado según varios autores, como se mencionó previamente.

2) Si bien, por encima del límite superior de tensiones intermedias aparecen solamente dos puntos, se procuró obtener una relación de carácter general entre  $\dot{\epsilon}_s$  y  $\sigma$ , sobre todo el rango de tensiones. Numerosos autores [4,6,8 y 11], describen esta zona de altas tensiones, señalando la existencia de un punto de quiebre sobre la curva  $\log \dot{\epsilon}_s$  vs.  $\log \sigma$ , por encima del cual  $n$  puede tomar valores entre 9 y 15, generalmente.

Sin embargo un ajuste realizado en nuestro caso permitió obtener una relación del tipo:

$$\dot{\epsilon}_s = C_1 \sigma^{3.5} + C_2 \sigma^{1.5} \exp(\beta\sigma^2)$$

válida para todo el rango de tensiones estudiadas.

3) En principio, la relación anterior sugiere que el proceso que controla la velocidad de deformación para el estado estacionario a tensiones intermedias y altas, es el trepado de dislocaciones por dos mecanismos ligeramente diferentes.

A tensiones intermedias, las dislocaciones que han sido generadas por las fuentes pueden ser bloqueadas en su movimiento sobre el plano de deslizamiento por las partículas de segunda fase. El movimiento de la dislocación puede proseguir, y así la deformación, cuando la dislocación trepa fuera del plano de deslizamiento desviándose de la partícula. Una vez que la dislocación ha pasado la partícula, otras dislocaciones son generadas nuevamente por las fuentes

resultando el creep del estado estacionario.

A altas tensiones, las dislocaciones son forzadas a atravesar el campo de partículas de segunda fase y curvarse a través de ellas.

Dicha curvatura en la dislocación puede cerrarse al atravesar la partícula, dejando un anillo de dislocación que rodea a la misma, y prosiguiendo el resto de la dislocación de su plano de deslizamiento.

Al continuar la deformación, el número de estos anillos se incrementa, impidiendo la generación de nuevas dislocaciones a partir de las fuentes. Sin embargo, los gradientes de vacancias existentes a altas temperaturas pueden hacer trepar estos anillos fuera de sus planos de deslizamiento. Cuando esto ocurre, otras dislocaciones son generadas por las fuentes, y forzadas a curvarse a través de las partículas, resultando de esta manera el creep para el estado estacionario.

Por tanto, es probable que el proceso que controla la velocidad de deformación del estado estacionario ( $\dot{\epsilon}_s$ ) sea el trepado de anillos de dislocaciones residuales.

4) A partir de la definición de  $m$  se la evaluó utilizando la relación general obtenida anteriormente de  $\dot{\epsilon}_s = f(\sigma)$ , encontrándose la siguiente expresión:

$$m = 1/C_1 \{ n C_1 \sigma^n + C[1.5 \sigma^{1.5} + 2.5 \beta \sigma^4] \exp(\beta \sigma^{2.5}) \}$$

con  $n=3.5$   $C_1=3.25 \times 10^{-17}$   $C=0.31 \times 10^{-15}$   $\beta=1.5 \times 10^{-6}$

La fig.4 muestra los puntos experimentales obtenidos y la función continua que allí aparece corresponde a la expresión de  $m$  encontrada anteriormente. Se puede observar que dicha expresión ajusta satisfactoriamente a altas tensiones, no ocurriendo lo mismo a bajas tensiones, donde por lo general los valores de  $m$  presentan mayor dispersión.

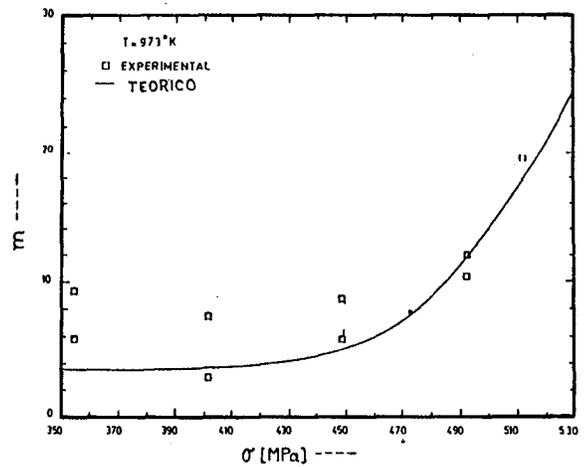


Figura 4: Ajuste entre puntos experimentales y curva teórica propuesta para  $m$ .

## REFERENCIAS

- [1] Sims and Hagel. "The Superalloys", Cap.1, pag.4, ed. J. Wiley and Sons, New York, 1972.
- [2] H.Palacio, O.Garbellini, A.Ges, R.Scarpa, A.Picasso, H.Biloni, SAM 1988, Bs.As.
- [3] A.C.Picasso. Tesis de Lic. en Física. Fac.Cs.Ex. U.N.C.P.B.A. 1990.
- [4] V.Lupinc. "Proc. on High Temperature alloys for gas turbines" pag. 398-399, ed. Brunetaud et al., 1982.
- [5] Lagneborg R.:1981, in "Creep and Fatigue in H. T.Alloys", pg.440, ed Warlimont, Springer- Verlag.
- [6] R. Lagneborg and Bergman, Metal Sci., 1976, 1,20.
- [7] Denninson, J.P. Holmes and Wilshire B.: 1978, Mat. Sci. Engng., 33.35.
- [8] Harrison G. F. and Evans W. J. : 1980, in Proc. Conf. Engng. Aspects of creep", pag. 69, Univ. Sheffield, U.K.
- [9] J.Weertman, J. Applied Phys., 26, 1955, pag. 1213.
- [10] O.D. Sherby and P.M.Burke, "Progress Mat. Sci.", 1967, 13, 325.
- [11] K.R. Williams and B. Wilshire, Metal Sci. J., 1973, 7,176.