

# EFFECTO DE LOS PRECIPITADOS $\gamma'$ SOBRE LA TENSION DE FLUENCIA EN LA ALEACION INCONEL X-750

J. A. del Valle <sup>(1)</sup>, A. Picasso <sup>(1)</sup>, I. Armas <sup>(2)</sup>, R. Romero <sup>(1)</sup>

(1) IFIMAT - Fac. Cs. Exactas - UNCentro. Pinto 399, Tandil

(2) IFIR - UNR. 27 de Febrero 210 bis, Rosario

Se estudió el efecto de los precipitados  $\gamma'$  sobre la tensión crítica de fluencia  $\tau_c$  en la aleación Inconel X-750 a temperatura ambiente mediante ensayos de tracción. Se realizaron observaciones por microscopía electrónica de transmisión en muestras previamente deformadas, de esta forma se midió el tamaño de los lazos de dislocación formados alrededor de las partículas  $\gamma'$  a partir de lo cual se obtuvo la energía de borde de antifase de estos precipitados. Se discutieron los mecanismos de endurecimiento operativos en función del tamaño de los precipitados, en particular se analizan en detalle los criterios de superposición de las contribuciones a la tensión crítica de fluencia provenientes de la solución sólida en la matriz  $\tau_m$  y de los precipitados  $\tau_{\gamma'}$ , mediante la ley de superposición generalizada:  $\tau_c^q = \tau_m^q + \tau_{\gamma'}^q$ .

The effect of  $\gamma'$ -precipitates on critical resolved shear stress (CRSS)  $\tau_c$  in the alloy Inconel X-750 at room temperature has been studied by means of tensile test. Observations by transmission electron microscopy of deformed samples have been made, in this way, the antiphase boundary energy has been determined by measuring the minimum size of stable dislocation loops formed around the particles. The strengthening mechanism operating at different stages of ageing are discussed as a function of precipitate size. Specially, the strengthening superposition criteria of the contributions to CRSS from the solid solution in the matrix  $\tau_m$ , and the  $\gamma'$ -precipitates  $\tau_{\gamma'}$ , are analyzed in detail by means of the generalized superposition law:  $\tau_c^q = \tau_m^q + \tau_{\gamma'}^q$ .

## INTRODUCCION

El propósito de este trabajo fue estudiar el incremento de la tensión crítica de fluencia (TCF) debido a la presencia de partículas precipitadas de la fase coherente  $\gamma'$  [ $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ ] en la aleación comercial policristalina Inconel X-750. El análisis de la TCF se basa en los siguientes puntos:

i) Se analiza en detalle el efecto combinado sobre la TCF de dos agentes endurecedores diferentes: la solución sólida (fase matriz) y los precipitados  $\gamma'$ . Mediante la aplicación de criterios de superposición se obtiene la contribución de los precipitados  $\gamma'$  a la TCF total.

ii) Utilizando microscopía electrónica de transmisión (MET), se obtiene la energía de borde de antifase a partir del tamaño mínimo de los lazos de dislocación formados alrededor de las partículas durante la deformación.

iii) Se evalúan los modelos propuestos en la literatura de endurecimiento por orden, utilizando la energía de borde de antifase obtenida.

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

La Tabla 1 muestra la composición química del material utilizado en el presente estudio.

| 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 Inconel X-750, wt %

Los ensayos de tracción se realizaron con una máquina universal Shimadzu Autograph 10T a temperatura ambiente. Las muestras utilizadas fueron de tipo planas con una longitud útil  $L_0 = 25.4$  mm y una sección

transversal de 1.8 mm x 4 mm. Previo a los ensayos, las muestras fueron sometidas a un tratamiento de solubilización seguido por un tratamiento de precipitación (ver ref. (1)); este último a distintos tiempos de envejecido a fin de obtener diferentes muestras con radio medio de precipitados  $\gamma'$  entre 4 y 90 nm. La fracción en volumen de precipitados fue de  $f_v = 0.15$ . Paralelamente, se realizaron ensayos de tracción utilizando muestras con radio medio de partículas de 27 y 56 nm, hasta alcanzar niveles de deformación plástica de  $\epsilon = 2, 4.7, 6.8, 9.7$  y 14.5 %; a partir del cual el ensayo era interrumpido. Posteriormente, estas muestras fueron observadas mediante MET y caracterizada su estructura de dislocaciones.

A partir de los diagramas fuerza-elongación se obtuvieron los diagramas tensión-deformación verdadera y se determinó la tensión de fluencia al 0.2% de deformación plástica,  $\sigma_{0.2\%}$ .

## ANALISIS DE LOS RESULTADOS

### Constantes elásticas

Los valores del módulo de corte G y el factor de Poisson  $\nu$ , que se deben utilizar en la evaluación de los modelos propuestos son los valores anisotrópicos apropiados del sistema de planos de deslizamiento,  $\{111\}$  en metales fcc. Las ecuaciones para calcular  $G_{111}$  y  $\nu_{111}$  a partir de las constantes elásticas  $C_{11}$  y  $C_{12}$  y  $C_{44}$  son dadas por Ardell <sup>(2)</sup>  $G_{111} = 3C_{44}(C_{11}-C_{12})/(C_{11}-C_{12}+4C_{44})$  y  $\nu_{111} = C_{12}/(C_{11}+C_{12})$ . En este trabajo se utilizaron las constantes elásticas del Níquel puro ya que la fase matriz esta compuesta en un 75% por Ni; esto es <sup>(2)</sup>:  $C_{11} = 250$  MPa,  $C_{12} = 151$  MPa y  $C_{44} = 123$  MPa, de donde se obtiene  $G_{111} = 61.8$  GPa y  $\nu_{111} = 0.377$ .

### Determinación de la energía de borde de antifase

Es conocido que cuando ocurre deformación plástica en materiales con partículas las dislocaciones forman lazos alrededor de las partículas más grandes. Un lazo de dislocación alrededor de una partícula puede cortarla y colapsar si  $dE_{ext} \geq dE_{apb} - dE_{lin}$ , donde  $dE_{ext} = \tau_{ext} b dA$  es el trabajo realizado por las fuerzas externas en deslizar un área  $dA$ ,  $dE_{lin} = \tau_{self} b dA$  es el cambio en la energía de línea del lazo de dislocación y  $dE_{apb} = \gamma dA$  es la energía requerida para crear un borde de antifase dentro de la partícula, siendo  $\gamma$  la energía de borde de antifase.

Por lo tanto, los lazos observables por MET son estables y cumplen la condición:

$$\tau_{ext} + \tau_{self} < \gamma/b \quad (1)$$

donde:

$$\tau_{self} = \frac{Gb}{8\pi r_L} \frac{2-\nu}{1-\nu} \left( \ln \left( \frac{8r_L}{b} \right) - 1 \right) \quad (2)$$

$$\tau_{ext} = \sigma_{ext} / M \quad (3)$$

donde  $r_L$  es el radio de los lazos y  $\tau_{ext}$  es la tensión resuelta que soportan los lazos, la cual es obtenida a partir de la tensión externa aplicada mediante el factor de Taylor  $M = 3$ . Para obtener  $\gamma$  se buscaron los lazos más pequeños que maximizan el miembro izquierdo de la ec. (1), de forma tal que la igualdad se cumple en forma aproximada <sup>(4)</sup>. Se encontró que el radio medio de los lazos más pequeños fue igual a 13 nm, en probetas deformadas hasta  $\epsilon = 6.8\%$  y una tensión externa  $\sigma_{ext} = 1320$  MPa, (ver micrografía 1). De la ec. (1) se obtiene  $\gamma \geq 0.27$  J/m<sup>2</sup> lo cual está dentro del rango 0.2-0.3 J/m<sup>2</sup>, dado por otros autores <sup>(2)</sup>.



Micrografía 1: Lazos de dislocación alrededor de las partículas  $\gamma'$  en una probeta deformada hasta  $\epsilon = 6.8\%$

### Análisis de la tensión crítica de fluencia versus el tamaño de partícula

Se obtuvo la TCF resuelta  $\tau_c$  a partir de la tensión medida  $\sigma_{0.2\%}$ , mediante el factor de Taylor  $M = 3$ ,  $\tau_c = \sigma_{0.2\%}/M$ . Para obtener la contribución de las partículas a la TCF se debe tener en cuenta que la TCF de un material de dos fases  $\tau_c$ , incluye el endurecimiento por solución sólida de la matriz  $\tau_m$ , y una componente asociada a los

precipitados  $\tau_{\gamma'}$ . La separación de esta última componente a partir de la TCF total medida  $\tau_c$  involucra dos problemas:

i) La primera cuestión surge de la ley de superposición de los procesos de endurecimiento que se aplica cuando las dislocaciones interactúan con diferentes clases de obstáculos, como átomos de soluto distribuidos aleatoriamente en la matriz y por otro lado precipitados  $\gamma'$ . Esta ley puede escribirse en forma general:

$$\tau_c^q = \tau_{\gamma'}^q + \tau_m^q \quad (4)$$

El criterio más aceptado comúnmente es el correspondiente a la superposición lineal  $q=1$ . Teóricamente este tipo de superposición es exacta si las resistencias y densidades de los dos tipos de obstáculos es muy diferente, mientras que la superposición cuadrática,  $q=2$ , es exacta si las dos especies de obstáculos son de idéntica resistencia <sup>(2,5)</sup>.

Según Ardell <sup>(2)</sup>, hay suficiente evidencia experimental y teórica en apoyo de la superposición lineal, sin embargo en la bibliografía se encuentra que, dependiendo del autor, hay bastante arbitrariedad en la elección del valor de  $q$ .

ii) El segundo problema es la evaluación de  $\tau_m$ . Es una práctica común <sup>(6)</sup> aproximar el valor de  $\tau_m$  a partir de la TCF medida para el material después de ser templado desde un tratamiento de solubilizado. En nuestro caso, obtuvimos  $\sigma_{ss} (\epsilon = 0.2\%) = 283$  MPa.

Para obtener la TCF resuelta  $\tau_{\gamma'}$  a partir de  $\sigma_{0.2\%}$  se aplicó la siguiente relación:

$$\tau_{\gamma'} = \left( \sigma_{0.2\%}^q - 283^q \right)^{1/q} / M \quad (5)$$

donde  $q$  será un parámetro a determinar.

### Muestras subvejecidas ( $\bar{r} < 10$ nm)

Raynor y Silcock, Brown y Ham (RSBH) consideran el caso del deslizamiento de dos dislocaciones débilmente acopladas obteniendo la ec (6) (ver Tabla 2) para la TCF resuelta  $\tau_{\gamma'}$ .

En el caso de partículas no puntuales se modifican las distancias entre partículas a lo largo de la línea de dislocación y se corrige el modelo RSBH multiplicándolo por el término de Schwarz y Labusch <sup>(3,7)</sup>, ecs. (7) y (8) (tabla 2), donde  $\xi$  es la constante de proporcionalidad entre el rango de interacción de los obstáculos y el radio medio de las partículas intersectado en el plano de deslizamiento ( $r_s = [\pi/4]\bar{r}$ ). El parámetro,  $\xi$ , varía entre 1 y 2 dependiendo del acoplamiento de las dislocaciones. El parámetro  $C_{SL}$ , depende de  $\eta_{SL}$  <sup>(3)</sup>: esto es:  $C_{SL} = 2/3$  si  $\eta_{SL} \ll 1$ ,  $C_{SL} = 0.82$  si  $0 < \eta_{SL} < 1.2$  y  $C_{SL} > 1$  si  $\eta_{SL} \gg 1$ .

Otra cuestión a tener en cuenta, en la evaluación de las ecs. (6) y (7), es el carácter de la línea de dislocación, debido a que el mismo afecta considerablemente la tensión crítica calculada. Teniendo en cuenta las expresiones para la tensión de línea (ver Ref. (8)), y las constantes elásticas es fácil demostrar que hay un factor 5.5 entre las tensiones de línea de una dislocación de hélice y una de borde. Nembach <sup>(3)</sup> considera apropiado utilizar la media geométrica entre esos factores, ec. (9) (Tabla 2).

| Tamaño de partícula   | Tensión de Línea  | Expresiones de $\tau_y$ según los modelos teóricos <sup>(3,8,9)</sup>   |
|---|---|---|
| Muestras subenvejecidas<br>$\bar{r} < 10\text{nm}$                                | $T_L^g = 0.93 \left( \frac{Gb^2}{4\pi} \ln \left( \frac{r_a}{r_i} \right) \right)$ (9)<br>$r_i = b$ , $r_a = L_F = L \left( \frac{\gamma 2r_s}{2T_L} \right)$ | $\tau_{RSBH} = \frac{\gamma}{2b} \left[ 0.96 \left( \frac{\gamma \bar{r} f_v}{T_L} \right)^{1/2} - f_v \right]$ (6)<br>$\tau_{SL} = \tau_{RSBH} \left[ 0.94 (1 + C_{SL} \eta_{SL}) \right]$ (7)<br>$\eta_{SL} = \left( \frac{3}{8} \right)^{1/2} \zeta \left( \frac{f_v T_L}{\gamma \bar{r}} \right)^{1/2}$ (8) |
| Tensión Máxima<br>$\bar{r} \approx 18\text{nm}$                                   | Independiente de $T_L$  | $\tau_{RSBH}^{peak} = \frac{\gamma}{2b} \left[ \left( \frac{3\pi}{8} f_v \right)^{1/2} - f_v \right]$ (10)<br>$\tau_{SL}^{peak} = \tau_{RSBH}^{peak} \left[ 0.94 (1 + C_{SL} \eta_{SL}) \right]$ (11)   |
| Muestras poco sobrevenecidas<br>$20 < \bar{r} < 45 \text{ nm}$                    | $T_L^g$ (ec. 9)   | $\tau_{HR} = \frac{1}{2} \frac{T_L w f_v^{1/2}}{b \bar{r}} \left[ \left( \frac{\pi^2}{4} \frac{\bar{r} \gamma}{w T_L} - 1 \right)^{1/2} - 0.94 \left( 1 + \frac{C_{SL} f_v^{1/2}}{2} \right) \right]$ (12)<br>$w = \left( \frac{\pi^2}{8} \right)^{1/2} \left( \frac{\gamma R^{peak}}{T_L} \right)$             |
| Muestras muy sobrevenecidas<br>$\bar{r} > 45 \text{ nm}$<br>(Mecanismo de Orowan) | Independiente de $T_L$<br>Hélice  | $\tau_{orowan} = 0.84 \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)^{1/2}(L-2r_s)} \ln \left( \frac{2r_s}{r_i} \right)$ (13)<br>$\tau_{orowan} = Y \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)(L-2r_s)} \frac{[\ln(8r_s/r_i)]^{3/2}}{[\ln(L/r_i)]^{1/2}}$ (14)  |

Tabla 2: Expresiones de  $\tau_y$  según los modelos teóricos para los diferentes grados de envejecido

Un problema adicional al aplicar la ec. (9) es la elección del radio interno  $r_i$  y externo  $r_a$ ; la elección  $r_i = b$  es la usada comúnmente, y para una dislocación levemente curvada que interactúa con partículas débiles  $r_a = L_F$  es el espaciado de Friedel; siendo  $L_F = L \left( \frac{F_m}{2T_L} \right)^{1/2}$ ,  $F_m = \gamma 2r_s$  es la resistencia del obstáculo y  $L$  el espaciado medio cuadrático entre partículas esféricas ( $L = \bar{r} (2\pi/3f)^{1/2}$ ).

De esta forma la ec. (9) expresa la tensión de línea en función de  $\gamma$  y  $f_v$ . Usualmente <sup>(2,7)</sup>  $T_L$  es obtenida a través de cálculos iterativos; un valor apropiado para iniciar el cálculo es elegir  $L_F = L$ . De esta manera, una vez obtenida  $T_L^g$  se calculó el factor  $\eta_{SL}$ , utilizando la ec. (5) y se encontró que  $\eta_{SL} \leq 0.8$ . De acuerdo con lo anterior,  $C_{SL}$  estará en el rango  $2/3 < C_{SL} < 0.82$ .

En la Fig. 1, se muestran las tensiones críticas  $\tau_y$  obtenidas mediante la aplicación de dos criterios de superposición  $q = 1$  y  $q = 1.25$  (ec. (5)), además se representan  $\tau_{RSBH}$  (ec. (6)) y  $\tau_{SL}$  (ec. (7)).

Se encontró que los puntos obtenidos mediante superposición lineal, pueden ajustarse satisfactoriamente por el modelo RSBH o por el modelo SL usando  $\xi = 1$  y  $C_{SL} = 2/3$ . Mientras que los puntos obtenidos con  $q = 1.25$  son ajustados por el modelo SL con  $\xi = 2$  y  $C_{SL} = 0.82$ .

#### Tensión máxima ( $\bar{r} \approx 18\text{nm}$ )

A partir de las Figs. (1) y (2), se encuentra que la tensión máxima o de pico se obtiene cuando la aleación contiene partículas  $\gamma'$  de radio  $\bar{r} = R^{peak} \approx 18 \text{ nm}$ .

La tensión máxima (ec. (10) en la Tabla 2) es obtenida a partir del modelo de RSBH (ec. (6)) suponiendo <sup>(3,9)</sup>  $F_m \approx 2T_L$ , mientras que la ec. (11) (Tabla 2) es derivada a partir de la ec. (7) (Tabla 2). En el caso del modelo SL <sup>(9)</sup>,  $\eta_{SL}$  alcanza su valor mínimo  $= f_v^{1/2} / 2 = 0.194$ , entonces  $C_{SL} \approx 2/3$ .

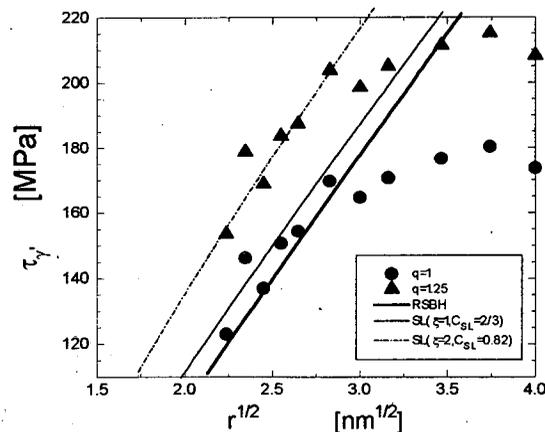


Figura 1: Tensiones críticas  $\tau_y$  obtenidas mediante dos criterios de superposición:  $q = 1$  ( $\bullet$ ),  $q = 1.25$  ( $\blacktriangle$ ), también se representan  $\tau_{RSBH}$  (ec. (6)) y  $\tau_{SL}$  (ec. (7)) en función de  $\bar{r}^{1/2}$  para diferentes valores de  $\xi$  y  $C_{SL}$ .

Utilizando la ec. (10) se obtiene  $\tau^{peak} = 143 \text{ MPa}$ , mientras que con la ec. (11) se obtiene  $\tau^{peak} = 162 \text{ MPa}$ .

Estos valores son menores que el obtenido experimentalmente mediante superposición lineal ( $\tau^{\text{peak}} = 183 \text{ MPa}$ ).

### Probetas poco sobrevejecidas ( $20 < \bar{r} < 45 \text{ nm}$ )

Este caso ha sido tratado solamente por Hühner y Reppich (HR) <sup>(3,7,9)</sup> considerando un acoplamiento fuerte entre pares de dislocaciones. De esta manera, la tensión de corte, viene dada por la ec. (12) (ver Tabla 2). De acuerdo con estos autores, esta permite describir la región comprendida entre la tensión de pico  $\bar{r} \approx 20 \text{ nm}$  y la región donde actúa el mecanismo de Orowan ( $\bar{r} > 45 \text{ nm}$ ). En la ec. (12),  $w$  es un parámetro ajustable relacionado con  $R^{\text{peak}}$ . Como en la sección anterior es apropiado utilizar  $C_{\text{SL}} = 2/3$ .

En la Fig. 2, se observa que el mejor ajuste a los puntos experimentales obtenidos mediante superposición lineal conduce a un valor de  $R^{\text{peak}} = 10$ , y no es satisfactorio en la zona de tensión máxima. Además, se muestra que utilizando  $R^{\text{peak}} = 20$  se obtiene un buen ajuste para el rango de tensiones que incluye la tensión de pico y la zona sobrevejecida, utilizando  $q = 1.4$  para la superposición. Este valor es bastante similar al utilizado por Reppich <sup>(6)</sup> ( $q = 3/2$ ) para ajustar sus valores experimentales mediante la ec. (12).

### Probetas altamente sobrevejecidas ( $\bar{r} > 45 \text{ nm}$ )

Es aceptado <sup>(3,7,9)</sup> que en probetas muy sobrevejecidas el mecanismo de Orowan gobierna  $\tau_{\gamma}$ , sin embargo no hay uniformidad de criterios en cuanto a la expresión de  $\tau_{\text{Orowan}}$  correspondiente. Gerold <sup>(8)</sup> utilizó dos expresiones en su análisis del mecanismo de Orowan (ec. (13) y (14), Tabla 2). Allí,  $r_s$  es el radio interceptado en el plano de deslizamiento,  $r_i = b$  e  $Y \approx 0.9$ . La ec. (13) es independiente del carácter de la dislocación mientras que la ec. (14) fue deducida para dislocaciones de hélice.

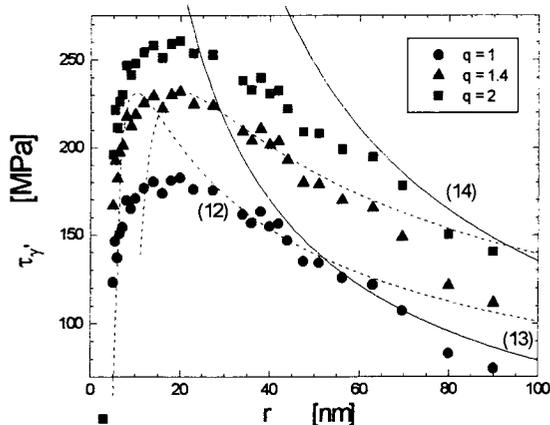


Figura 2: Tensiones críticas  $\tau_{\gamma}$  obtenidas mediante dos criterios de superposición:  $q = 1$  ( $\bullet$ ),  $q = 1.4$  ( $\blacktriangle$ ) y  $q = 2$  ( $\blacksquare$ ), también se representan  $\tau_{\text{HR}}$  (ec. 12) para  $R^{\text{peak}} = 10$  y  $20 \text{ nm}$  y  $\tau_{\text{Orowan}}$  de ecs. 13 y 14 en función de  $\bar{r}$ .

En la Fig. 2 se representa la tensión  $\tau_{\gamma}$  obtenida mediante superposición lineal y cuadrática; además se

representa las ecs. (13) y (14). Se observa que la ec. (13) es la que mejor ajusta a los puntos experimentales obtenidos con superposición lineal, un mejor ajuste se obtiene usando un coeficiente 0.8, en lugar de 0.84. En cambio, para que los puntos experimentales y la tensión predicha por la ec. (14) acuerden aproximadamente, debe utilizarse superposición cuadrática.

### CONCLUSIONES

- 1.- Utilizando MET sobre muestras previamente deformadas, se midieron los tamaños mínimos de los lazos de dislocación que rodean a las partículas precipitadas  $\gamma'$ . A partir de este valor, se calculó la energía de borde de antifase y se obtuvo  $\gamma \geq 0.27 \text{ J/m}^2$ .
- 2.- Se encontró que, para muestras subvejecidas las expresiones dadas por RSBH y SL permiten obtener una buena descripción de los resultados, utilizando una superposición con  $q \cong 1$ .
- 3.- La mejor descripción para la tensión máxima se obtiene a través del modelo de SL.
- 4.- En muestras poco sobrevejecidas el modelo HR no describe correctamente los resultados a menos que se utilice una superposición con  $q = 3/2$ , el cual es demasiado alto. De acuerdo con la literatura (5), el coeficiente  $q$  debería disminuir a medida que el tamaño de los precipitados aumenta, debido a que las dos especies de obstáculos al deslizamiento: átomos de soluto y precipitados van diferenciándose cada vez más en densidad y en resistencia individual. Por esta razón para la tensión crítica de fluencia en el caso de muestras muy sobrevejecidas parece más razonable aceptar la ec. (13) conjuntamente con una superposición lineal.

### REFERENCIAS

- 1- J. A. del Valle, A. Picasso, R. Romero, *Anales AFA* 1996, en imprenta
- 2- A. J. Ardell, *Metallurgical Transactions* 16A, p. 2131, 1985
- 3- E. Nembach and G. Neite, *Progress in Materials Science* 29, 1985
- 4- E. Nembach, S. Schänzer and K. Trinckauf, *Philosophical Magazine* 66, p. 729, 1992
- 5- U.F. Kocks, *Proc. 5th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys (ICSMA 5)*, Pergamon Press, Oxford, p. 1661 a 1680, (1979).
- 6- B. Reppich, P. Schepp and G. Wehner, *Acta Metallurgica* 30, p. 95, 1982
- 7- B. Reppich, *Acta Metallurgica* 30, p. 87, 1982
- 8- V. Gerold, "Dislocation in Solids", Capítulo 15 part 3, 1979
- 9- B. Reppich, "Materials Science and Technology", V6, Chapter 7, 1993