

Análisis del comportamiento en fluencia de un material intermetálico de base Ni₃Al, reforzado por dispersión de óxidos, mediante el modelo \tilde{n} de interacción dislocación-dispersoide

F. Carreño^(*) y O.A. Ruano^(*)

Resumen Se presenta en este trabajo una descripción alternativa del comportamiento en fluencia a elevada temperatura de un material intermetálico ordenado de base Ni₃Al, reforzado por dispersión de óxidos, a la presentada recientemente por Klotz *et al.* utilizando un modelo de Arzt y Göhring. En este material, se obtuvo un exponente de la tensión aparente, n_{ap} , de 7,8 y una energía de activación aparente, Q_{ap} , de 697 kJ/mol. Estos valores son aproximadamente el doble que los usuales para el material sin dispersión de óxidos. El modelo de interacción dislocación - precipitado, denominado “modelo \tilde{n} ”, considera que esta interacción simplemente eleva el exponente de la tensión propio de la matriz sin dispersoides en un valor \tilde{n} . En consecuencia, el valor de la energía de activación aparente también se eleva. El modelo predice más precisamente los resultados experimentales y presenta ventajas para analizar el comportamiento en fluencia de materiales reforzados por dispersión.

Palabras clave: **Fluencia. Aleaciones de base Ni₃Al. Aleaciones reforzadas por dispersión.**

Creep behaviour analysis of an oxide dispersion strengthened Ni₃Al intermetallic material through the \tilde{n} model of dislocation-dispersoid interaction

Abstract This research work presents an alternative description of the high temperature creep behaviour of an ordered oxide dispersion strengthened Ni₃Al intermetallic material to that recently presented by Klotz *et al.* following an Arzt and Göhring model. An apparent stress exponent, n_{ap} , of 7.8 and an apparent activation energy, Q_{ap} , of 697 kJ/mole was obtained for this material. These values are approximately double than those for the non reinforced material. The dislocation-dispersoid interaction model, termed “ \tilde{n} model”, considers that this interaction merely raises the stress exponent associated to the non reinforced matrix by a value of \tilde{n} . Consequently, the apparent activation energy value is simultaneously raised. The \tilde{n} model predicts accurately the experimental data and presents advantages for analysing the creep behaviour of the dispersion strengthened materials.

Keywords: **Creep. Ni₃Al based alloys. Dispersion strengthened alloys.**

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento en fluencia de los materiales reforzados por dispersión se caracteriza general-

mente por sus elevados exponentes de la tensión y energías de activación comparados con los de la matriz. Además, las observaciones experimentales sugieren que este comportamiento podría deberse a la interacción entre dislocaciones y partículas (1-9). Arzt *et al.* (10-12) desarrollaron un modelo de fluencia considerando la interacción entre dislocaciones y partículas, y que ampliaron más tarde para

(*) Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, CENIM (CSIC), Avda. de Gregorio del Amo, 8. 28040-Madrid (España).

superdislocaciones (13). Los conceptos utilizados por estos investigadores son interesantes y el modelo arranca de primeros principios. Sin embargo, las predicciones distan de ser precisas. En este trabajo, aplicamos el “modelo \tilde{n} ”, recientemente desarrollado para explicar el comportamiento en fluencia de materiales de aluminio reforzados por dispersión (14-16), al material ordenado de matriz Ni₃Al caracterizado por dislocaciones disociadas en dos superparciales.

El buen ajuste entre las predicciones y los datos experimentales y la gran coherencia del modelo \tilde{n} para materiales reforzados por dispersión, tanto de base aluminio como de Ni₃Al ordenado, sugiere que el modelo \tilde{n} es un buen candidato para explicar el comportamiento en fluencia a elevada temperatura de cualquier material reforzado.

2. RESULTADOS

Klotz *et al.* (17) estudiaron una aleación ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) de base Ni₃Al, que contenía 5 % at. de Cr, producida pulvimetalúrgicamente mediante aleado mecánico de polvos prealeados y posterior recocido por zonas para producir una estructura de grano grueso. La composición de los polvos (expresada en % at.) era 76 de Ni, 19 de Al, 5 de Cr y 0,1 de B, y 2 % en vol. de Y₂O₃. Durante el aleado mecánico, se produjo cierta oxidación del aluminio de la matriz, lo que dio como resultado un total de óxidos de itrio y aluminio de 3,4 % en vol.

Estos autores (17) realizaron ensayos de compresión a velocidad de deformación constante a 1.273, 1.373 y 1.473 K, con el eje de tensión orientado paralelamente a la dirección de extrusión. La longitud del grano era de unos 340-450 μm y el GAR (*Grain Aspect Ratio*) de unos 7,6 a 8,2. El material presentaba una textura de fibra <110>. Los dispersoides tenían un diámetro medio, d , de 41 nm. Se deduce, por lo tanto, un valor del espaciado medio entre dispersoides, λ , de 130 nm.

Las observaciones MET (microscopía electrónica de transmisión) dieron evidencia de interacciones entre superdislocaciones y dispersoides. Se observaron superparciales interaccionando con los dispersoides, con una distancia entre superparciales de 14 nm.

Los datos de fluencia de Klotz *et al.* (17) se han representado de nuevo en la figura 1. Para determinar el exponente de la tensión aparente y la energía de activación aparente para la fluencia se utilizaron las siguientes expresiones:

$$n_{ap} = \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} \right|_T \quad [1]$$

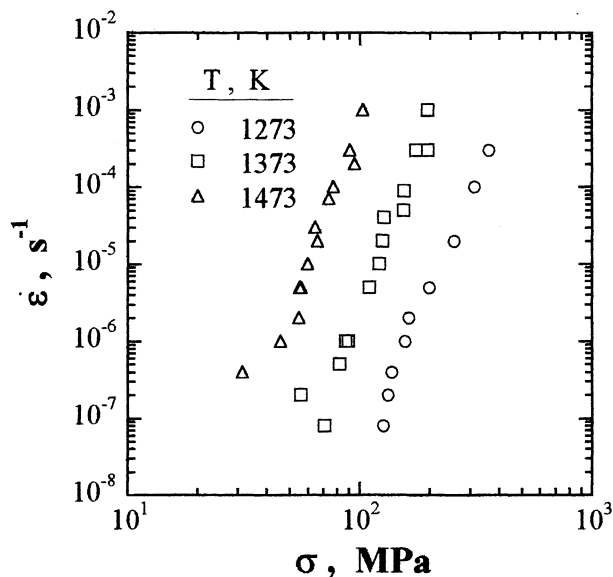


FIG. 1.— Datos experimentales de fluencia de la aleación de base Ni₃Al reforzada por dispersión de óxidos, según Klotz *et al.* (17).

FIG. 1.— *Experimental creep data of the oxide dispersion strengthened Ni₃Al material from Klotz et al. (17).*

$$Q_{ap} = n_{ap} \cdot R \left[\frac{\Delta \ln \left(\frac{\sigma}{E} \right)}{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_e \quad [2]$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación, σ es la tensión, R es la constante de los gases y E es el módulo de Young (17).

Nuestros valores recalculados de n_{ap} son 7,16 a 1.273 K, 7,39 a 1.373 K y 7,01 a 1.473 K, siendo la media de $n_{ap} = 7,2$, y $Q_{ap} = 650$ kJ/mol, aproximadamente. Estos valores son similares, aunque ligeramente inferiores, a los determinados por Klotz *et al.* De cualquier manera, estos valores son más altos que los de la matriz de Ni₃Al sin reforzar, que generalmente presentan exponentes de la tensión entre 3 y 4, y energías de activación entre 320 y 380 kJ/mol (18-21). De hecho, la aleación reforzada por dispersión muestra valores de n_{ap} y Q_{ap} que duplican aproximadamente los correspondientes a la matriz sin reforzar.

3. DISCUSIÓN

El comportamiento en fluencia de la aleación ODS Ni₃Al ha sido analizado por Klotz *et al.* (17) utilizando los modelos de Arzt *et al.* (12 y 13) para dislocaciones normales y para superdislocaciones.

El mecanismo que defienden es de fluencia por movimiento de superdislocaciones controlado por la interacción de éstas con los dispersoides.

En la figura 2 se muestran los datos experimentales junto con las predicciones de Klotz *et al.* (17), según el modelo de interacción para superdislocaciones. Los datos que han utilizado para realizar las predicciones son: vector de Burgers, $b = 0,253$ nm; distancia entre superparciales = 14 nm; distancia entre dispersoides, $\lambda = 130$ nm; parámetro de relajación $k = 0,92$; y densidad de dislocaciones, $\rho = 10^{13} \text{ m}^{-2}$.

Aunque el ajuste es bueno para la temperatura más elevada, 1.473 K, no lo es para las dos temperaturas más bajas. Klotz *et al.* atribuyen este desajuste a otros mecanismos de refuerzo, como, por ejemplo, por solución sólida, que podría ser importante a bajas temperaturas (17).

Es nuestro parecer, sin embargo, que el material deforma por los mismos mecanismos de fluencia en todo el intervalo de tensión y temperatura, o que, al menos, no hay una discontinuidad importante de mecanismos, dada la linealidad y el paralelismo de los datos. Por ello, debiera bastar una única ecuación de fluencia para describir todo el intervalo de temperaturas estudiado. Recientemente, se ha derivado una nueva ecuación de fluencia que funciona bien para materiales de aluminio reforzados por dispersión y que creemos válida también para otro tipo de materiales, incluidos los ordenados (14-16). Esta ecuación es la siguiente:

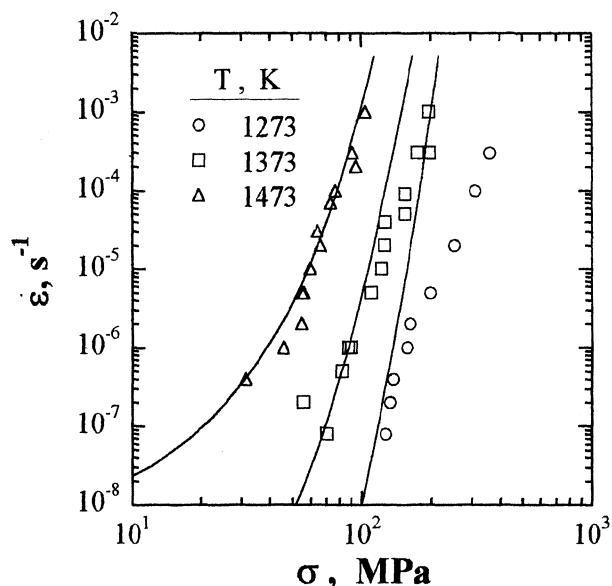


FIG. 2.— Datos experimentales y predicciones de Klotz *et al.* (17), según el modelo de Arzt y Göhring (13).

FIG. 2.— Experimental creep data together with predictions from Klotz *et al.* (17) following Arzt and Göhring model (13).

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^{\tilde{n}+h} \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \left(\frac{\tilde{n}+h}{h} \right) \right) \quad [3]$$

o, equivalentemente,

$$\dot{\epsilon} = \left[A' \left(\frac{\sigma}{E} \right)^h \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \right) \right] \left[B' \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^{\tilde{n}} \exp \left(- \frac{Q_R}{RT} \left(\frac{\tilde{n}}{h} \right) \right) \right]$$

donde A , A' y B' son constantes, \tilde{n} es el exponente de la tensión relacionado con la interacción dislocación-dispersoide y h es el verdadero exponente de la tensión de la matriz sin reforzar.

La relación entre estos parámetros es la siguiente:

$$n_{ap} = h + \tilde{n} \quad [4]$$

$$y \quad Q_{ap} = Q_R (1 + \tilde{n}/h) \quad [5]$$

Si no hay interacción entre dislocaciones y dispersoides, $\tilde{n} = 0$ y $n_{ap} = h$ y $Q_{ap} = Q_R$. Si la interacción es importante, se obtienen simultáneamente altos valores del exponente de la tensión y de la energía de activación aparentes.

Los valores de h y \tilde{n} pueden calcularse por un método de ajuste, pero es más interesante calcularlos por consideraciones físicas o fenomenológicas. El comportamiento en fluencia de la matriz está caracterizado por h , la pendiente de la línea de esqueleto. La línea de esqueleto es la formada por los datos de fluencia a la misma velocidad de deformación a diferentes temperaturas en una representación doblemente logarítmica de velocidad de deformación compensada por el coeficiente de difusión en función de la tensión compensada por el módulo. Conociendo n_{ap} y h , se obtiene \tilde{n} directamente sustrayendo h a n_{ap} .

La figura 3 muestra dos líneas de esqueleto elegidas arbitrariamente para el material ODS Ni₃Al en la representación apropiada de velocidad de deformación compensada por el coeficiente de difusión a través de la red (22), D_R , en función de la tensión compensada por el módulo (17). Las velocidades de deformación de referencia elegidas son $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Podría elegirse cualquier otra velocidad de referencia. En la figura están también representadas las pendientes de las dos líneas de esqueleto, que son prácticamente paralelas, con un valor $h = 3,5$ para la velocidad de $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y $h = 3,9$ para la velocidad de $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. El ligeramente menor valor de $h = 3,5$ se puede deber a una pequeña desviación de los datos de mayor tensión a la temperatura más baja hacia valores de n_{ap} menores. Tomamos, por ello, como valor más representativo, el de la pendiente de la línea de esqueleto de la velocidad de deformación más baja, $h = 3,9$.

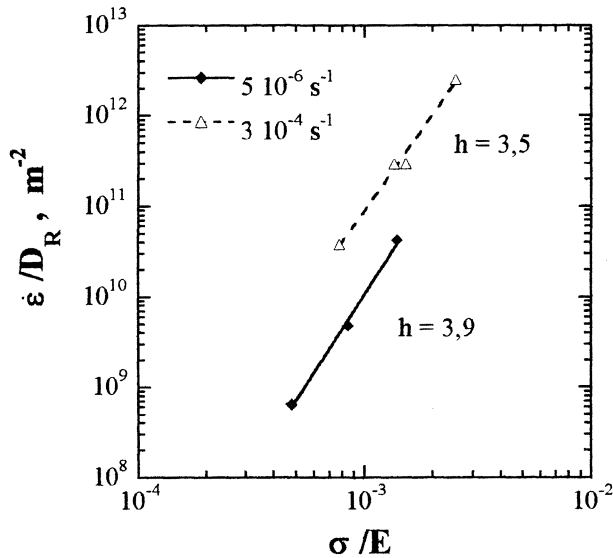


FIG. 3.— Dos líneas de esqueleto arbitrarias para el material ODS Ni₃Al mostrando sus pendientes h .

FIG. 3.— Two arbitrary skeleton lines for the ODS Ni₃Al material showing their h slopes.

El valor de \tilde{n} es, según la ec. [4], $\tilde{n} = 7,2 - 3,9 = 3,3$. Este valor también implica una energía de activación aparente, según la ec. [5], $Q_{ap} = Q_R (1 + \tilde{n}/h) = 345 \times 1,846 = 637$ kJ/mol. Este valor de la energía de activación aparente, predicho a través de \tilde{n} , confirma la relación íntima entre el exponente de la tensión y la energía de activación, no sólo para materiales de aluminio reforzados por dispersión (14-16), sino también para materiales ordenados reforzados. Creemos que la simplicidad, generalidad y utilidad de los conceptos presentados les hacen muy apropiados para analizar el comportamiento en fluencia de materiales reforzados y el modelo \tilde{n} aventaja en capacidad predictiva a los demás modelos de fluencia cuando se trata de explicar “anormalmente” elevados exponentes de la tensión y energías de activación aparentes en ausencia de una verdadera tensión umbral.

Para dar predicciones numéricas, se debe determinar la constante A en la ec. [3]. Por ahora, esta constante del material debe obtenerse de los datos experimentales de fluencia. Para el presente material, ODS Ni₃Al, $A = 1,75 \cdot 10^{41} \text{ s}^{-1}$. La figura 4 muestra los datos experimentales de Klotz *et al.* (17) (símbolos), junto con las predicciones de la ec. [3] (líneas). Hay un buen acuerdo entre los datos y las predicciones, mucho mejor que el presentado por Klotz *et al.* siguiendo a Arzt *et al.*

Además, el modelo \tilde{n} puede utilizarse para profundizar en el análisis de los mecanismos de deformación subyacentes, cosa que no es posible con los modelos de Arzt *et al.* (12 y 13). Como ya se ha mencionado, se obtuvo un exponente de la tensión

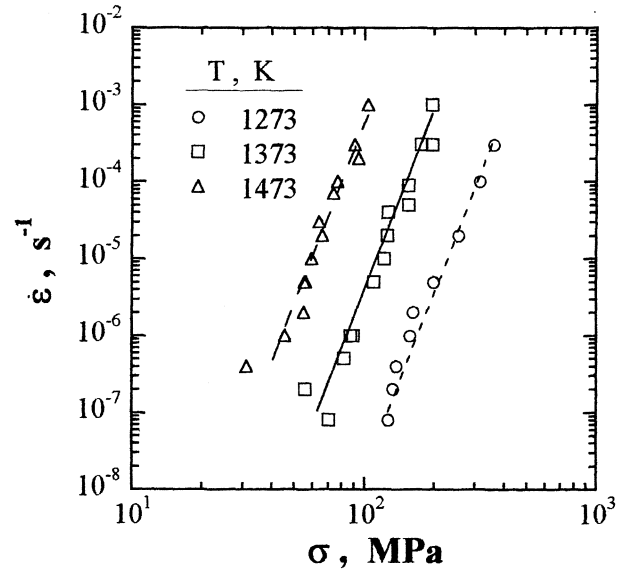


FIG. 4.— Datos experimentales de fluencia del material ODS Ni₃Al (símbolos) junto con las predicciones (líneas) del modelo \tilde{n} según la ec. [3].

FIG. 4.— Experimental creep data of the ODS Ni₃Al material (symbols) together with predictions (lines) from the \tilde{n} model given by eq. [3].

de la matriz de Ni₃Al de 3,9. Este valor, junto con el de la energía de activación correspondiente a la difusión a través de la red, es consistente con la operación de un mecanismo de fluencia por movimiento de dislocaciones controlado por la difusión a través de la red (20 y 21). No es de extrañar la operación de este mecanismo, ya que el intervalo de temperaturas estudiado es muy elevado (de $0,77$ a $0,89 T_f$, temperatura de fusión del material), controlando la deformación la subida de dislocaciones en lugar del deslizamiento, al menos para las temperaturas más elevadas. Aparentemente, a la temperatura más baja, hay una combinación de mecanismos de subida y deslizamiento que se manifiesta en una ligera disminución del valor de h a velocidades de deformación elevadas, pero la desviación de las predicciones de la subida no es muy significativa en el intervalo estudiado.

Para terminar, merece la pena subrayar que el concepto de línea de esqueleto permite la fácil identificación del verdadero mecanismo de deformación subyacente de la matriz que queda enmascarado por la interacción entre dislocaciones y dispersoides.

4. CONCLUSIONES

Se ha presentado un modelo alternativo al estudio del comportamiento en fluencia de materiales ordenados reforzados por dispersión. Este, el modelo \tilde{n} , fue probado para materiales de aluminio

reforzados por dispersión y ahora se ha vuelto a probar con un material ordenado reforzado por dispersión de base Ni₃Al mostrando una gran capacidad predictiva. El modelo $\dot{\epsilon}$ sirve, por tanto, para analizar el comportamiento en fluencia de cualquier material reforzado, ordenado o no.

El modelo $\dot{\epsilon}$ separa las contribuciones al comportamiento en fluencia debidas a la matriz y a los dispersoides. La contribución de los dispersoides es simplemente la de elevar el exponente de la tensión en un valor $\dot{\epsilon}$ respecto al valor correspondiente a la matriz. Como consecuencia, el valor aparente de la energía de activación se eleva respecto del correspondiente a la autodifusión en la matriz.

Este modelo sirve para analizar y determinar el verdadero mecanismo de deformación subyacente y caracterizar numéricamente la interacción entre las dislocaciones y los dispersoides. La utilidad del modelo está confirmada por sus precisas predicciones.

Agradecimiento

Los autores agradecen a la CICYT la financiación de esta investigación a través del Proyecto PETRI 95-0091-OP-02-02.

REFERENCIAS

- (1) NICHOLSON, R.B., THOMAS, G. y NUTTING, J. *Acta Metall.* 8, 1960: 172.
- (2) SCHRÖDER, J.H. y ARZT, E. *Scripta Metall.* 19, 1985: 1129.
- (3) HERRICK, R.S., WEERTMAN, J.R., PETKOVIC-LUTON, R. y LUTON, M.J. *Scripta Metall.* 22, 1988: 1.879.
- (4) NAKASHIMA, H.N., FUKUSHIMA, H. y YOSHINAGA, H. *Mater. Trans. JIM* 31, 1990: 276.
- (5) MISHRA, R.S., PARADKAR, A.G. y RAO, K.N. *Acta Metall. Mater.* 41, 1993: 2243.
- (6) MITRA, S. y MCNELLEY, T.R. *Metall. Trans. A* 24A, 1993: 2.589.
- (7) CARREÑO, F., GONZALEZ-DONCEL, G. y RUANO, O.A. *Mater. Sci. Eng. A* 164, 1993: 216.
- (8) DUBOIS, C. y MORRIS, M.A. *Scripta Metall. Mater.* 30, 1994: 827.
- (9) BEHR, R., MAYER, J. y ARZT, E. *Scripta Mater.* 36, 1997: 341.
- (10) ARZT, E. y WILKINSON, D.S. *Acta Metall.* 34, 1986: 1893.
- (11) ARZT, E. y RÖSLER, J. *Acta Metall.* 36, 1988: 1053.
- (12) RÖSLER, J. y ARZT, E. *Acta Metall.* 38, 1990: 671.
- (13) ARZT, E. y GÖHRING, E. *Scripta Metall. Mater.* 28, 1993: 843.
- (14) CARREÑO, F. y RUANO, O.A. *Rev. Metall. Madrid* 33, 1997: 324.
- (15) CARREÑO, F. y RUANO, O.A. *Acta Mater.* 46, 1998: 159.
- (16) CARREÑO, F. Tesis Doctoral, Universidad del País Vasco, Bilbao, 1994.
- (17) KLOTZ, U.E., MASON, R.P., GÖHRING, E. y ARZT, E. *Mater. Sci. Eng. A* 231, 1997: 198.
- (18) POPE, D.P. y EZZ, S.S. *Int. Met. Rev.* 29, 1984: 136.
- (19) STOLOFF, N.S. *Int. Mater. Rev.* 34, 1989: 153.
- (20) HEMKER, K.J. y NIX, W.D. *Metall. Trans. A* 24A, 1993: 335.
- (21) WOLFENSTINE, J., KIM, H.K. y EARTHMAN, J.C. *Mater. Sci. Eng. A* 192/193, 1994: 811.
- (22) HOSHINO, K., ROTHMAN, S.J. y AVERBACK, R.S. *Acta Metall.* 36, 1988: 1271.