

ESPECTROSCOPIA MECÂNICA A ALTA TEMPERATURA EM LIGA INTERMETÁLICA ORDENADA Ni₃(Al, Ta)

A. Mourisco^(a), N. Baluc^(a), J. Bonneville^(a), R. Schaller^(a) e S. Koshimizu^(b)

^(a)Escola Politécnica Federal de Lausanne - Suíça
IGA/Departamento de Física
CH-1015 - Lausanne

^(b)Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Comissão Nacional de Energia Nuclear
C.P. 11049 - CEP 05422-970 - Pinheiros
Sao Paulo - SP - Brasil

RESUMO

Medidas de perdas mecânicas foram efetuadas em amostras policristalinas e monocristalinas da liga Ni₃(Al,1%Ta). As medidas foram feitas num pêndulo de torção nos estados bruto de fusão e em amostras pré-deformadas a 300K ou a 1300K e revelaram a presença de dois principais fenômenos: (a) a presença de um pico de atrito interno bem definido a uma temperatura de aproximadamente 950K para uma frequência de 1Hz. Este pico de relaxação apresenta uma energia de ativação da ordem de 3 eV e sua amplitude é fortemente dependente de orientação e condições de pré-deformação. (b) Um fundo de atrito interno, acima de 1100K que depende da amplitude de excitação, das condições de pré-deformação e da orientação cristalográfica. Ambos os fenômenos parecem estar ligados a presença de defeitos pontiformes, ao modo complexo de dissociação das superdiscordâncias e a mudança do mecanismo de discordâncias que ocorre na temperatura do pico de limite elástico (aproximadamente 800K) em relação a mudança do sistema de escorregamento.

Palavras-chaves: atrito interno, intermetálico, estrutura ordenada.

INTRODUÇÃO

As propriedades mecânicas dos compostos intermetálicos com estrutura ordenada L1₂ (exemplo Ni₃Al) tem sido objeto de extensivos estudos experimentais e teóricos nas últimas três décadas. O foco dessa atenção tem sido o aumento anômalo da tensão de escoamento com o aumento da temperatura sob condição de taxa de deformação contante[1]. Em adição ao comportamento anômalo do limite elástico, a intensidade da tensão crítica de cisalhamento em monocristais de Ni₃Al depende da orientação e do sinal da tensão

ABSTRACT

Mechanical loss measurements were performed on polycrystalline and single crystalline samples of a Ni₃(Al,1%Ta) alloy. Measurements were conducted in a torsion pendulum, on as-cast samples and predeformed samples either at 300 K or at 1300 K, and revealed the occurrence of two main phenomena: (a) The presence of a well-defined internal friction peak at a temperature of about 950 K for a frequency of 1 Hz. This relaxation peak has an activation energy of about 3 eV and its amplitude is strongly dependent on sample orientation and predeformation conditions. (b) An internal friction background, at high temperatures (above 1100 K) dependent on strain amplitude, predeformation conditions and crystal orientation. Both phenomena appear closely related to the presence of point defects, to the complex dissociation mode of superdislocations and to the change in dislocation mechanisms occurring at the peak temperature in flow stress (about 800 K) in relationship with a change in active slip systems.

Key words: internal friction, intermetallic, ordered structure

aplicada (tração ou compressão) e desta forma não obedece a lei de Schmid para escorregamento octaédrico[2,3]. O comportamento mecânico dos compostos Ni₃Al também depende do desvio da composição estequiométrica[4] e da presença de elementos químicos terciários[5].

Este trabalho tem como objetivo buscar novas informações sobre os mecanismos que controlam a propagação de discordâncias em ligas Ni₃Al. A principal técnica experimental usada é a espectroscopia mecânica que se baseia nas medidas de perdas mecânicas, ou em outras palavras, medidas de atrito interno.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material usado neste estudo é o Ni3Al de composição nominal Ni75Al24Ta1 fornecido pelo professor D.P.Pope da Universidade da Pensilvania (USA) na forma de policristais e monocristais.

Amostras paralelepipedais foram cortadas por eletroerosão segundo as seguintes orientações: eixo <001>, tendo como faces laterais as direções <110>; eixo <110> com as faces laterais <001> e <110> e eixo <111> com as faces laterais <110> e <112>.

Os espectros de atrito interno foram obtidos em função da temperatura utilizando-se um pêndulo de torção com oscilações livres, que opera na faixa de 0,6 a 5 Hz. As medidas foram efetuadas entre 300 e 1300K com taxas de aquecimento/resfriamento de 2K/min. e amplitudes de deformação entre 1×10^{-5} e 5×10^{-4} . Os valores de entalpia de ativação foram determinados utilizando-se um pêndulo de torção com oscilações forçadas. Neste caso a amplitude de deformação é da ordem de 1×10^{-4} e as frequências impostas entre 10^{-4} e 10 Hz.

As medidas de atrito interno foram feitas em amostras no estado bruto de fusão e em amostras que foram pré-deformadas em torção dentro do pêndulo de torção a temperatura de 300K ou 1300K. A intensidade das pre-deformações é da ordem de 2.5%.

RESULTADOS

- Efeito do Contorno de Grão

A figura 1 mostra espectros de atrito interno que foram obtidos em função da temperatura a altas amplitudes de excitação (5×10^{-4}) para amostras policristalina e monocristalina na orientação <111>, ambas no estado bruto de fusão. Um pico de atrito interno bem definido é observado nas duas amostras a uma temperatura aproximada de 950K para uma frequência de 1Hz. Pode-se também observar na fig.1 que a amplitude do fundo de atrito interno a temperatura ambiente e a temperaturas intermediárias (abaixo de 800K) é da ordem de 1.5×10^{-3} e quase independente da temperatura. Por outro lado, a altas temperaturas (acima de 1050K) e para ambos os tipos de amostras esse fundo de atrito interno aumenta exponencialmente em função da temperatura.

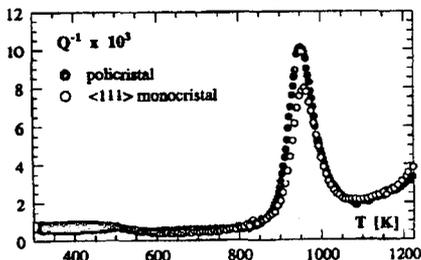


Figura 1.- Espectro de atrito interno para amostras policristalinas e monocristalinas <111> no estado bruto de fusão; frequência 1Hz e amplitude de excitação 5×10^{-4} .

- Efeito da orientação

Os espectros de atrito interno em função da temperatura para três diferentes orientações cristalográficas são apresentados na fig.2. Tais medidas foram feitas em amostras no estado bruto de fusão para amplitudes de excitação de 5×10^{-4} e frequências de 1Hz. Pode-se observar que os três espectros exibem um pico de atrito interno a temperatura que é aproximadamente de 950K. Verifica-se claramente que a amplitude do pico é fortemente dependente da orientação e tem um valor máximo para amostras orientadas ao longo do eixo <111>; esta amplitude é menor para a orientação <110> e ainda menor para <001>.

A temperatura ambiente e intermediárias o fundo de atrito interno é pequeno e não exibe nenhuma dependência significativa da orientação da amostra ou da temperatura. No entanto, a altas temperaturas o atrito interno mostra um aumento exponencial com o aumento de temperatura e exibe uma clara dependência da orientação uma vez que é maior para <001> e <110> do que para a amostras <111>.

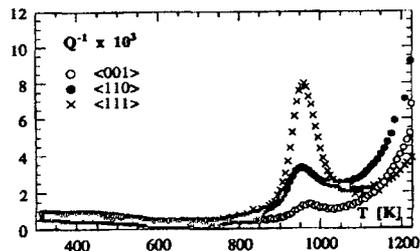


Figura 2.- Espectro de atrito interno para amostras monocristalinas de orientação <001>, <110> e <111> no estado bruto de fusão; frequência 1Hz e amplitude de excitação de 5×10^{-4} .

- Efeito da Amplitude de excitação

O efeito da amplitude de excitação no atrito interno é ilustrado na figura 3. Nesta figura são apresentados espectros de atrito interno em função da temperatura que foram obtidos para amostras de orientação <110>, no estado bruto de fusão, pela aplicação de pequenas e grandes amplitudes de excitação da ordem 1×10^{-5} e 5×10^{-4} respectivamente. Como nas medidas anteriores a frequência utilizada foi de aproximadamente 1Hz. Ambos os espectros da figura 3 tem uma forma similar, contudo o atrito interno é maior para amplitude de excitação maior. No entanto, após a subtração do fundo associado a ambas as medidas pode-se ver que os picos apresentam a mesma magnitude. Estes resultados demonstram a ausência de dependência da magnitude do pico em relação a amplitude de excitação, enquanto que o fundo de atrito interno a alta temperatura aumenta significativamente com o aumento de amplitude de excitação.

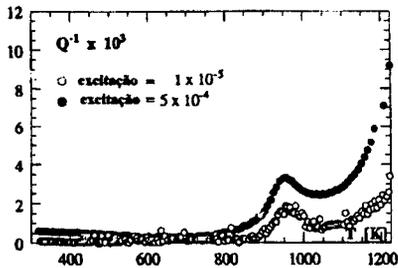


Figura 3.- Espectro de atrito interno para amostras monocristalinas <110> no estado bruto de fusão, usando amplitude de excitação de 5×10^{-4} e 1×10^{-5} ; frequência 1 Hz.

- Efeito da Pré-deformação

A figura 4 mostra os espectros de atrito interno obtidos em função da temperatura para amostras policristalinas nos estados bruto de fusão, pré-deformada em torção a temperatura ambiente e pré-deformada em torção a alta temperatura (1300K). As medidas foram realizadas à frequência de 1 Hz e amplitude de deformação de 5×10^{-4} . Observa-se que a pré-deformação a 1300K induz a uma ligeira diminuição da amplitude do pico e do fundo de atrito interno a altas temperaturas, enquanto que uma pré-deformação a temperatura ambiente leva a um forte aumento do fundo de atrito interno a altas temperaturas (acima de 1100K) juntamente com uma modificação do lado direito do pico de atrito interno.

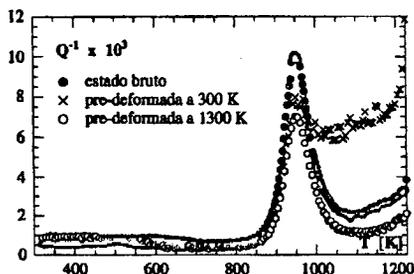


Figura 4.- Espectro de atrito interno para amostras policristalinas nos estados bruto de fusão, pré-deformada a 300K e pré-deformada a 1300K; frequência 1 Hz e amplitude de excitação 5×10^{-4} .

-Parâmetros de ativação

Os resultados experimentais para a deformação dos parâmetros da ativação foram obtidos utilizando um pêndulo de torção com oscilações forçadas no intervalo de frequência de 1×10^{-4} a 10 Hz. Os resultados experimentais foram publicados no trabalho anterior [6].

A energia de ativação dos picos de atrito interno foram determinadas como sendo (2.97 ± 0.10) eV e (3.00 ± 0.05) eV para as amostras policristalinas e monocristalinas de orientação <001> respectivamente. Os dois picos se mostraram alargados de um fator 2 em relação a um pico de Debye e o tempo de relaxação encontrado é da ordem de 10^{-15} s. A energia de ativação aparente associada ao fundo de atrito interno a altas

temperaturas apresentam valores de (1.00 ± 0.17) eV e o respectivo volume de ativação determinado por aproximações foi da ordem de $(60 \pm 10)b^3$ (medido na faixa de 1200 a 1300K) para as amostras policristalinas e monocristalinas, onde $b = 0.254$ nm é o comprimento de um vetor de Burgers de uma discordância superparcial ($b = \pm a/2 \langle 110 \rangle$).

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

O pico de atrito interno que foi evidenciado neste trabalho para policristais (fig.1) não poderia ter sido induzido por contornos de grãos uma vez que esse pico se mostra ainda presente em monocristais, mesmo em reduzidas amplitudes como no caso de monocristais de orientação <001>. Observações feitas em microscópio eletrônico de transmissão [7] mostram que as amostras monocristalinas são totalmente livres de contornos e de subcontornos de grãos no estado bruto de fusão bem como após deformações (20% em compressão) a altas temperaturas.

As energias de ativação encontradas para os picos das amostras policristalinas e monocristalinas, bem como as características dos mesmos, sugerem que estes picos são do mesmo tipo e podem ser interpretados como relaxações de defeitos puntiformes, muito provavelmente do tipo Zener [8]. Esta hipótese é reforçada pela forte dependência da altura do pico em relação a orientação das amostras (fig.2) e pela ausência da dependência da intensidade do pico em relação a amplitude de excitação. (fig.3). O intenso pico de relaxação observado para policristais (fig.1) pode ser devido a reorientação de dipolos elásticos, enquanto que para os monocristais uma orientação inapropriada (<001> por exemplo) pode resultar na impossibilidade de reorientação desses dipolos o que explicaria uma drástica diminuição da amplitude do pico. A presença de tântalo nas amostras poderia levar, por exemplo, à formação de dipolos elásticos do tipo Ta-Ta. No entanto a similaridade ao pico de atrito interno detectado por Chakib e Gadaud [9,10] a uma temperatura de 875 K para frequência de 0.1 Hz medida em liga binária policristalina Ni3Al, leva a descartar esta possibilidade. Ressalta-se que os referidos autores encontraram um segundo pico de relaxação com uma menor amplitude a uma temperatura aproximada de 1050K, novamente para uma frequência de 0.1 Hz sendo que a presença deste pico foi atribuída a difusão de Ni. Este segundo pico de atrito interno não foi observado no presente estudo.

Uma vez que várias pré-deformações em torção induzem a uma significativa diminuição na amplitude dos picos de relaxação (fig.4), isso nos leva a crer que uma parte da população de defeitos puntiformes, p.e., pares de Zener no caso da relaxação de Zener, interage com as discordâncias criadas na pré-deformação e deixaria de participar do processo de relaxação responsável pelo pico. Por outro lado, estas mesmas discordâncias são responsáveis pelo fundo de atrito interno a altas temperaturas, cuja magnitude é bastante sensível a pré-deformações.

Além disso a grande diferença entre os fundos de atrito interno a altas temperaturas, para pré-deformações

a 300 K e a 1300 K, indicam que as configurações de discordâncias criadas pelas mesmas, são muito diferentes.

Quando se compara os espectros de atrito interno com o comportamento anômalo do limite elástico das ligas Ni₃(Al,Ta) verifica-se que o início do pico de relaxação aparece a uma temperatura de 800K para uma frequência de 1 Hz, o que é próximo do pico de anomalia de limite elástico. Análises das linhas de escorregamento e observações via MET de estruturas deformadas [7] tem mostrado que o pico de anomalia de limite elástico coincide com a mudança de sistema de escorregamento. Enquanto que o principal sistema de escorregamento abaixo da temperatura do pico de anomalia do limite elástico é o sistema octaédrico primário $\pm a[101](111)$, o sistema de escorregamento ativo acima desse pico de anomalia é o primário cúbico $\pm a[110](001)$. Os respectivos modos de dissociação das superdiscordâncias ($b=\pm a\langle 110 \rangle$) são também diferentes [7]. Abaixo do pico de limite elástico as superdiscordâncias em cunha estão dissociadas nos planos (111), numa configuração móbil, em quatro parciais de Shockley ($b=\pm a/6\langle 112 \rangle$) ao redor de um contorno de anti-fase (APB) e duas falhas de empilhamento complexas, enquanto que as superdiscordâncias em hélice apresentam uma configuração sésil e dissociadas em travas de Kear-Wiltsdorf [11]. Acima do pico de limite elástico uma situação oposta é observada: as discordâncias em cunha estão dissociadas por escalagem em uma configuração sésil como super travas de Lomer e as hélices estão dissociadas nos planos (001) em duas superparciais ($b=\pm a/2 [110]$) contornando um APB. Estas mudanças na taxa de controle do sistema de escorregamento podem explicar a dependência da orientação do fundo de atrito interno que é observado a altas temperaturas.

Para concluir enfatiza-se aqui que um APB é um defeito químico planar que é produzido em estruturas ordenadas pela passagem de discordâncias imperfeitas e que portanto podem favorecer a formação de dipolos elásticos. Os picos de atrito interno observados nesse estudo estão certamente relacionados com a presença de defeitos puntiformes e são influenciados pela presença de discordâncias induzidas por deformação.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Fundo Nacional Suíço para Pesquisa Científica pelo apoio financeiro (contratos n. 21-36967.93 e 21-40433.94)

REFERÊNCIAS

- [1]Thornton P.H., Davies R.G., Johnston T.L., *Metall. Trans.* 1 (1970) 207-218.
- [2]Takeuchi S., Kuramoto E., *Acta Metall.* 21 (1973) 415-425.
- [3]Pope D.P., Ezz S.S., *Int. Met. Rev.* 29 (1984) 136-167.
- [4]Spätig P., PhD. Dissertation No. 1407 (1995) Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.
- [5]Heredia F., Pope D.P., *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 81 (1987) 213-218.
- [6]Mourisco, A., Baluc, N., Bonneville, S., *Schaller, R., Proc. of the 4th European Conference on Advanced Materials and Processes - EUROMAT 95, (25-28 Sept. 95; Italy), pp. 109-114.*
- [7]Baluc N., PhD. Dissertation No. 886 (1990) Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.
- [8]Zener C., *Phys. Rev.* 71 (1947) 34- 38.
- [9]Chakib K., PhD. Dissertation (1993) Université de Poitiers.
- [10]Gadaud P., Chakib K., *Mater. Sci. Forum* 119-121 (1993) 397-400.
- [11]Kear B.H., Wiltsdorf H.G.F., *Trans. Metall. Soc. AIME* 224 (1962) 382-386.