

AVALIAÇÃO DA PRESENÇA DE PICOS ANÔMALOS NO LIMITE DE ESCOAMENTO DE LIGAS INTERMETÁLICAS Fe₃Al EM TEMPERATURAS ELEVADAS¹

Antonio Augusto Couto²
Danieli Aparecida Pereira Reis³
Paulo Íris Ferreira⁴

Resumo

Ligas intermetálicas à base de Fe₃Al apresentam uma queda no limite de escoamento em temperaturas da ambiente até aproximadamente 400°C. Em seguida ocorre um pico no limite de escoamento em temperaturas ao redor de 600°C (anomalia no limite de escoamento). Os mecanismos que conduzem ao pico no limite de escoamento destas ligas não são ainda completamente compreendidos. Neste trabalho, foram executados ensaios de tração em corpo-de-prova das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B-(0-4,5)Cr (%at.), em temperaturas compreendidas entre a temperatura ambiente e 800 °C, empregando-se taxas nominais de deformação variando de $2,2 \times 10^{-5}$ a $8,8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. O limite de escoamento das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B-(0-4,5)Cr (%at.), quando submetidas a estes ensaios de tração apresenta um comportamento anômalo (valor de pico) em temperaturas ao redor de 600°C. A redução na temperatura do pico anômalo está associada a teores mais elevados de cromo nas ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B-(0-4,5)Cr (%at.) e é um argumento favorável ao modelo proposto para este fenômeno, fundamentado na dissociação das superdiscordâncias e o subsequente bloqueio da escalagem dessas discordâncias dissociadas, em temperaturas inferiores à temperatura de pico.

Palavras-chaves: Fe₃Al; Intermetálicos; Temperaturas elevadas; Picos anômalos.

EVALUATION OF ANOMALOUS PEAKS PRESENCE ON THE YIELD STRENGTH OF THE Fe₃Al INTERMETALLIC ALLOYS AT HIGH TEMPERATURE

Abstract

Fe₃Al based intermetallic alloys present a decreasing in the yield strength values at 400 °C and later a peak around 600°C. Above of this temperature, they present a significant decreasing in the yield strength (anomalous peak). The mechanisms that lead to the stress flow peak of these alloys don't be completely understood yet. In this work were carried out tensile tests in the samples of Fe-30Al-0.15Zr-0.2B-(0-4.5)Cr (at.%) alloys at temperatures between room temperature and 800 °C, using nominal rates of deformation ranging between 2.2×10^{-5} and $8.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. The yield strength of the Fe-30Al-0.15Zr-0.2B-(0-4.5)Cr (at.%) alloys submitted to the tensile tests present an anomalous behavior (peak value) in temperatures around 600 °C. The reduction in the temperature of the anomalous peak is associated to higher content of Cr in the Fe-30Al-0.15Zr-0.2B-(0-4.5)Cr (at.%) alloy. This argument is favorable to the proposed model of this phenomenon, based in the superdislocations dissociation and the climb block of these dislocations dissociated in temperatures below the peak temperature.

Key-words: Fe₃Al; Intermetallics; High temperatures; Anomalous peaks.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Professor Doutor da Escola de Engenharia da Universidade Presbiteriana Mackenzie e Pesquisador do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

³ Pesquisadora do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA/CTA – São José dos Campos – SP.

⁴ Professor Doutor e Pesquisador Aposentado do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

1 INTRODUÇÃO

Intermetálicos baseados em aluminetos apresentam muitas propriedades atraentes para aplicações em temperaturas elevadas, incluindo resistência à oxidação e à corrosão superiores, boa resistência mecânica em temperaturas elevadas e relativamente baixa densidade. Aluminetos de ferro têm se constituído em materiais de interesse desde os anos 30, quando sua excelente resistência à oxidação foi notada pela primeira vez. Dentre as várias ligas intermetálicas ordenadas do sistema Fe-Al, as ligas Fe₃Al (18,5% at.Al a 35% at.Al) têm sido mais recentemente investigadas. As ligas Fe₃Al (18,5% at.Al a 35% at.Al) podem formar três tipos de estruturas cristalinas: fase α , com estrutura desordenada cúbica de corpo centrado (c.c.c.); fase B2, com estrutura ordenada cúbica simples (c.s.) e fase D0₃ baseada numa estrutura cúbica de faces centradas (c.f.c.). Com a diminuição da temperatura, ocorre a transição $\alpha \rightarrow B2 \rightarrow D0_3$.^[1-3]

Estas ligas possuem baixo custo de matéria-prima, permitem a conservação de elementos estratégicos e apresentam menor densidade do que os aços inoxidáveis (com potencialmente uma melhor razão resistência mecânica-peso). Contudo, a limitada ductilidade a temperatura ambiente e a queda acentuada na resistência mecânica acima de 600°C têm sido os maiores obstáculos para a sua aceitação. Apesar das grandes vantagens oferecidas pelas ligas Fe₃Al com relação à sua elevada resistência à corrosão e baixo custo, o uso de aluminetos de ferro em aplicações estruturais tem sido limitado pela sua baixa ductilidade a temperatura ambiente (aproximadamente 1% - 2%) e sua pobre resistência mecânica acima de 600 °C. Verificou-se também nestas ligas que os valores de limite de escoamento apresentam uma queda até aproximadamente 400°C, e posteriormente um pico ao redor de 600°C, tendo acima desta temperatura uma queda acentuada (anomalia no limite de escoamento).

O entendimento da anomalia na tensão, próxima à temperatura de 600°C, tem interessado muitos pesquisadores^[4-7] desde a observação deste fenômeno em outros compostos intermetálicos, tais como o Ni₃Al. A anomalia na tensão, ocorre numa faixa de temperaturas, onde a tensão aumenta com a temperatura conduzindo a um pico, antes que a tensão caia novamente. Nas ligas Fe₃Al, o pico anômalo de limite de escoamento é encontrado em uma ampla faixa de composições, de aproximadamente 25% at. Al até 50% at. Al. Apesar das intensas pesquisas neste tópico, os mecanismos que conduzem ao pico de tensão de escoamento destas ligas não são ainda completamente compreendidos, existindo ainda consideráveis atividades de pesquisa a serem feitas. Em função do discutido anteriormente, o presente trabalho pretende dar uma contribuição ao entendimento da formação deste pico anômalo que ocorre nos aluminetos de ferro em temperaturas ao redor de 600°C.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B-XCr (%at.), com X variando de zero a 4,5%at. de cromo, foram preparadas por fusão em forno a indução ao ar a partir de matérias-primas de pureza comercial. A fusão foi iniciada colocando-se no forno o ferro extra-doce, o zircônio, o cromo e o Fe-B. Após a fusão destes metais, foi adicionado o alumínio, com uma atmosfera de argônio sendo mantida sobre a superfície do banho até o final da fusão. O vazamento foi feito em uma lingoteira de ferro fundido, previamente aquecida com um maçarico. Os lingotes então obtidos, com seção

quadrada de (100x100) cm² e massa de aproximadamente 5 kg, foram inicialmente homogeneizados a 1000 °C por 5 dias e subsequentemente forjados e laminados a 1000 °C até uma espessura de 1,5 mm aproximadamente. Amostras foram retiradas dos materiais laminados para a execução da análise química e para confecção de corpos-de-prova para os ensaios de tração. Na Tabela 1 são apresentados os resultados de análise da composição química das ligas fabricadas, obtidos por fluorescência de raios-x.

Tabela 1: Composição química das ligas investigadas à base de Fe-30 %at. Al em porcentagem atômica (%at.).

LIGA	Al	Cr	Zr	B (Nominal)	Fe	Mn	Cu
M-1	29,5	---	0,15	0,2	Balanço	0,32	0,13
M-2	30,5	1,6	0,14	0,2	Balanço	0,63	0,09
M-3	30,5	2,4	0,13	0,2	Balanço	0,66	0,11
M-4	30,5	4,5	0,13	0,2	Balanço	0,72	0,10

Os ensaios de tração nos corpos-de-prova das ligas à base de Fe-30 %at. Al foram executados numa máquina universal de ensaios mecânicos marca Instron, em temperaturas compreendidas entre a temperatura ambiente e 800°C, empregando-se taxas nominais de deformação variando de $2,2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a $8,8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Durante os ensaios, utilizou-se atmosfera de argônio para evitar a oxidação dos componentes da máquina de ensaios. A partir das curvas obtidas nos ensaios de tração foram determinados: o limite convencional de escoamento para 0,2% de deformação plástica (σ_E), o limite de resistência (σ_R) e o alongamento uniforme (ϵ_U). As superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados foram examinadas no mesmo microscópio eletrônico de varredura, marca Philips, modelo XL-30.

3 RESULTADOS

Na Figura 1, o limite de escoamento das ligas tratadas termicamente a 800°C/1h é apresentado em função da temperatura de ensaio, com taxa de deformação utilizada de $2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, para as quatro composições estudadas. Estão incluídos nesta figura os resultados obtidos por McKamey et al.,^[8,9] para a liga Fe-30%at.Al e dados do aço inoxidável tipo AISI 316. O limite de escoamento de todas as ligas Fe-Al da Figura 1 sofre um decréscimo nos seus valores até temperaturas na faixa de 250°C-400°C. A partir destas temperaturas, o limite de escoamento aumenta até temperaturas na faixa de 500°C-600°C (atingindo um valor de pico). Acima de 600°C ocorre uma queda brusca no limite de escoamento com o aumento da temperatura de ensaio. Os resultados de alongamento das ligas investigadas em função da temperatura de ensaio são apresentados na Figura 2. As ligas do presente trabalho começam a apresentar valores de ductilidade relativamente altos somente acima de 500°C.

O exame das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração mostrou aspectos semelhantes para as várias ligas ensaiadas numa mesma temperatura. Até temperaturas de ensaio de 500°C, as ligas apresentaram uma superfície de fratura completamente transgranular por clivagem, como observado na Figura 3. As superfícies de fratura típicas dos corpos-de-prova ensaiados a 600°C e 700°C são mostradas nas Figuras 4 e 5, respectivamente. Nota-se que o modo de fratura apresentado pelas ligas ensaiadas a 600°C foi misto de clivagem e coalescimento

de microcavidades. A 700°C e acima, os materiais já apresentam um modo de fratura totalmente por coalescimento de microcavidades.

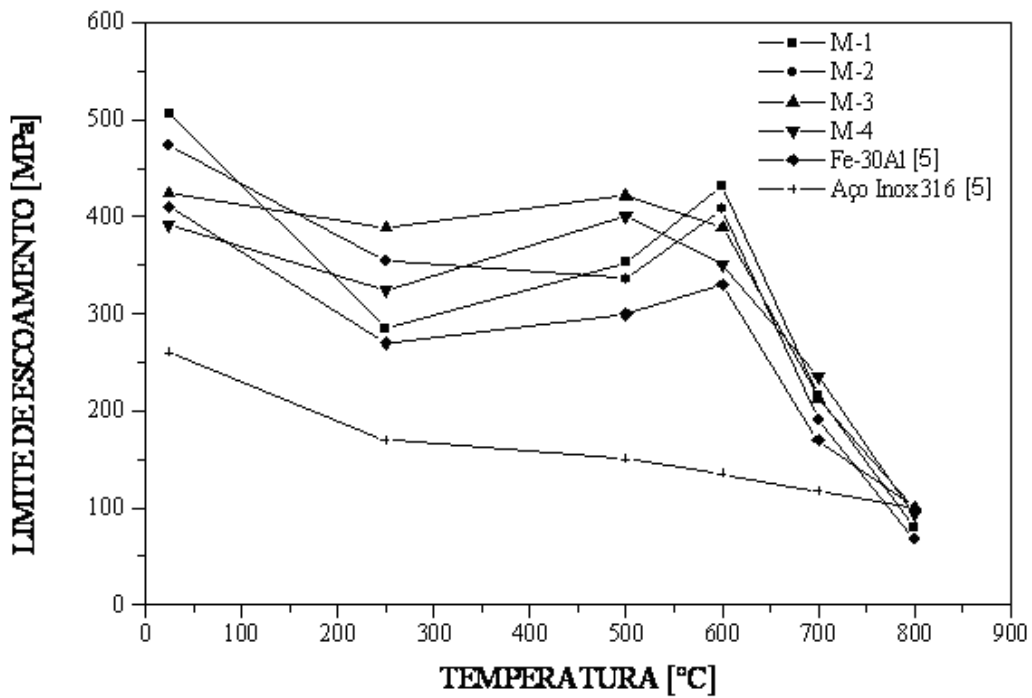


Figura 1: Limite de escoamento das ligas Fe_3Al em função da temperatura de ensaio de tração.

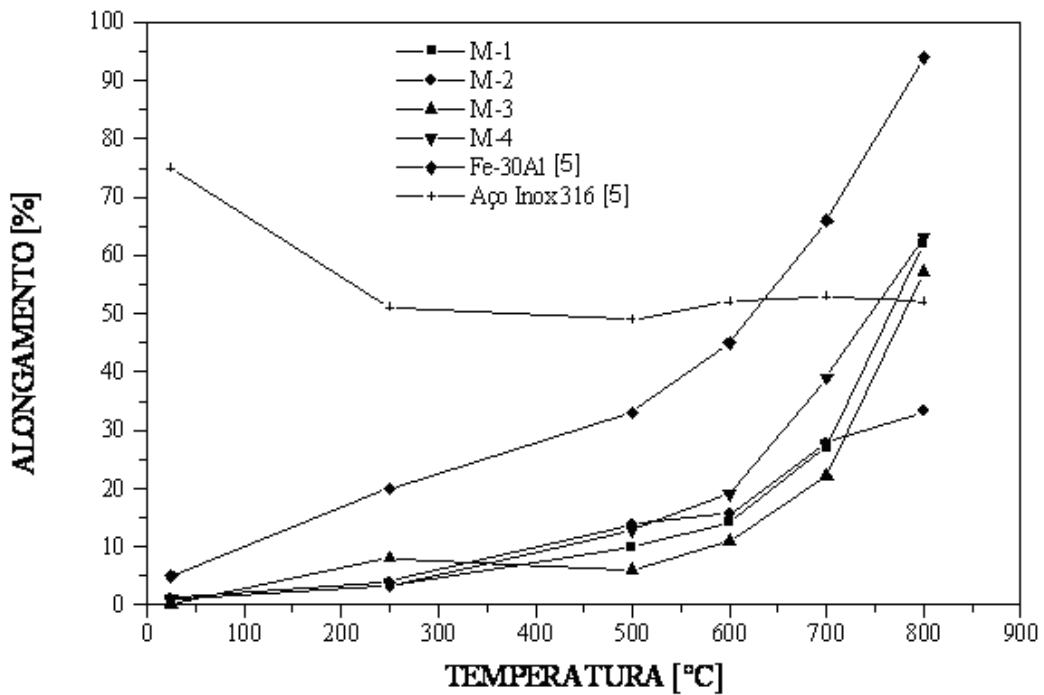


Figura 2: Alongamento das ligas Fe_3Al em função da temperatura de ensaio de tração.

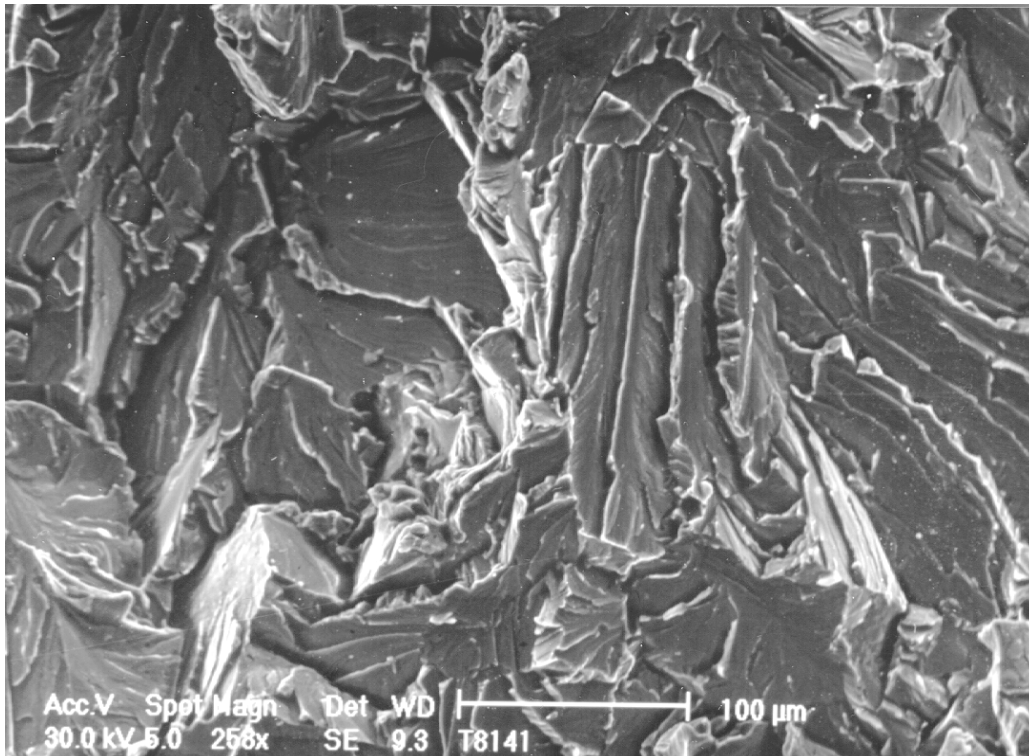


Figura 3: Micrografias típicas das superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados em tração a temperatura ambiente das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B(0-4,5)Cr (%at.).

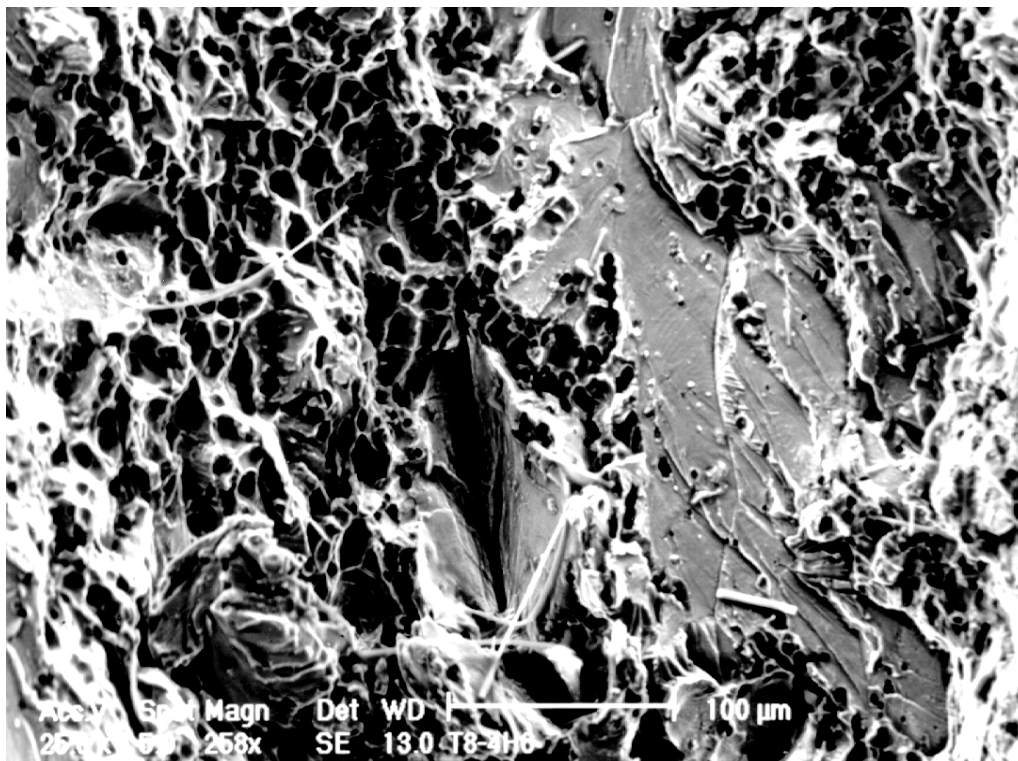


Figura 4: Micrografia típica das superfícies de fratura características de corpos-de-prova ensaiados a 600°C das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B(0-4,5)Cr (%at.).

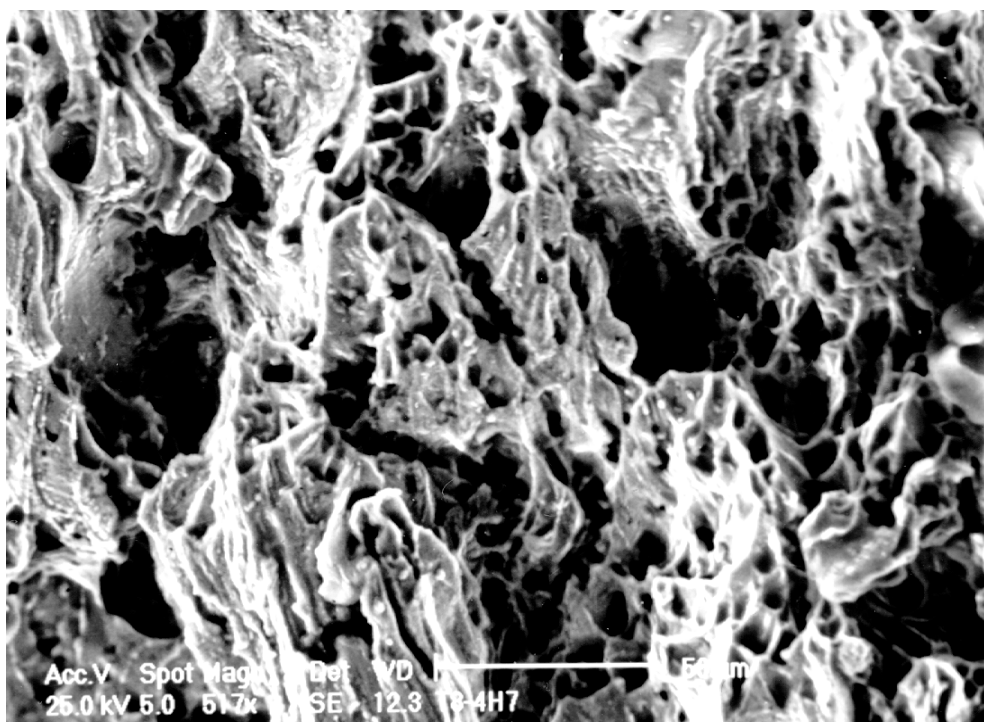


Figura 5: Micrografia típica das superfícies de fratura características de corpos-de-prova ensaiados a 700 °C das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B(0-4,5)Cr (%at.).

Os valores de σ_E determinados das curvas tensão-deformação nos ensaios de tração a 600°C, 700°C e 800°C, utilizando as taxas de deformação de $2,2 \times 10^{-5}$; $8,8 \times 10^{-5}$; $2,2 \times 10^{-3}$; $4,4 \times 10^{-3}$ e $8,8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, são apresentados na tabela 2. Apesar de não terem sido feitos ensaios de tração em algumas destas taxas de deformação em temperaturas entre a ambiente e 600°C, parece existir o mesmo efeito de pico anômalo que o observado em taxas de deformação de $2,2 \times 10^{-3}$. Portanto, a presença do pico anômalo parece independe da taxa de deformação utilizada nos ensaios de tração.

Tabela 2: Valores de limite de escoamento (σ_E) obtidos em ensaios de tração a 600°C, 700°C e 800°C de corpos-de-prova das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B(0-4,5)Cr (%at.).

Temp. de Ensaio [°C]	Liga	Velocidade de Ensaio			
		$8,8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	$2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$4,4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$8,8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
600	M1	184	426	416	539
	M2	156	384	385	488
	M3	138	434	467	507
	M4	173	350	446	482
700	M1	125	152	257	310
	M2	85	142	155	269
	M3	71	232	226	246
	M4	143	235	249	340
800	M1	34	70	78	82
	M2	28	65	64	95
	M3	33	94	85	97
	M4	39	94	107	152

4 DISCUSSÃO

Os resultados de ensaios de tração a quente das ligas Fe-30Al mostraram claramente que, de um modo geral, o limite de escoamento destes aluminetos de ferro é sempre maior do que o do aço inoxidável tipo AISI 316 até a temperatura de aproximadamente 760°C, ilustrando o alto potencial destes materiais. Nota-se também um comportamento similar entre as curvas de limite de escoamento em função da temperatura de ensaio de tração obtidas neste trabalho com as de McKamey.^[8,9]

Observou-se (Figura 1) um anomalia no comportamento do limite de escoamento das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B-(0-4,5)Cr (%at.), caracterizada pela presença de um pico nos valores de limite de escoamento que ocorre numa determinada faixa de temperaturas. Este pico anômalo nas ligas Fe₃Al é bem conhecido na literatura. Apesar das intensas pesquisas conduzidas neste tópico, os mecanismos responsáveis pela ocorrência deste pico de tensão não são bem compreendidos. Apesar da discussão ser complexa, alguns comentários serão feitos no que concerne a esta anomalia, procurando correlacioná-los com o desenvolvimento do presente trabalho.

As explicações iniciais^[1] para a ocorrência do pico anômalo nas ligas Fe₃Al ordenadas D0₃, relacionavam a perda desta ordem e a correspondente mudança

das superdiscordâncias quadruplas perfeitas $\frac{a_0}{4}\langle 111 \rangle$ para discordâncias duplas

imperfeitas $\frac{a_0}{4}\langle 111 \rangle$, enquanto alguma ordem D0₃ ainda permanece. Tais idéias

foram abandonadas após os estudos de Schroer, Mecking e Hartig,^[10] que mostraram que o mesmo pico poderia ainda ser observado, para ligas ordenadas D0₃, em temperaturas inferiores a temperatura de transição D0₃→B2 (aproximadamente 550°C). Subseqüentemente, três modelos principais foram propostos para explicar este pico no limite de escoamento: decomposição de

discordâncias $\frac{a_0}{4}\langle 111 \rangle$ para $\frac{a_0}{2}\langle 110 \rangle$ e $\frac{a_0}{2}\langle 100 \rangle$,^[11] bloqueio localizado da escalagem de discordâncias e endurecimento por lacunas.^[12] Todos os modelos

baseiam-se num mecanismo de imobilização das discordâncias $\frac{a_0}{4}\langle 111 \rangle$ em temperaturas abaixo da temperatura do pico. Segundo o modelo proposto por Morris e Gunther,^[13,14] o pico anômalo em temperaturas próximas à transição D0₃→B2

estaria relacionado à dissociação dos pares de discordâncias $\frac{a_0}{4}\langle 111 \rangle$ para

discordâncias unitárias $\frac{a_0}{4}\langle 111 \rangle$ e o subseqüente bloqueio da escalagem destas discordâncias dissociadas.

O pico nos valores de limite de escoamento observado em temperaturas de ensaio na faixa de 500°C a 600°C, obtido neste trabalho, ocorre também próximo à temperatura crítica de transição D0₃→B2. O valor de n=5, obtido em trabalho anterior,^[15] indicou que o mecanismo de deformação atuante em temperaturas elevadas (600°C-800°C) é a escalagem de discordâncias. Assim sendo, o

mecanismo de imobilização das discordâncias pode ser associado, numa primeira análise, ao bloqueio desta escalagem de discordâncias.

Outra análise que pode ser feita é com relação a posição em temperatura dos picos nas ligas com diferentes teores de cromo. Enquanto que as ligas com até 1,6 %at. de cromo têm picos de limite de escoamento melhor definidos e em temperaturas mais elevadas, próximas a 600°C, nas ligas com 2,45at. e 4,5%at. de cromo os valores de limite de escoamento já começam a diminuir ao redor de 500°C. Pode-se observar aqui o efeito do cromo em reduzir a temperatura do pico anômalo. Esta diminuição da temperatura do pico anômalo com o aumento do teor de cromo fornece mais um indício de que o mecanismo de endurecimento anômalo não parece estar relacionado à transição $D0_3 \rightarrow B2$. Isto pode ser notado pelo efeito do cromo em aumentar a temperatura de transição $D0_3 \rightarrow B2$ ^[13,14] e ao mesmo tempo, diminuir a temperatura do pico anômalo. O efeito da adição de cromo na temperatura do pico anômalo nas ligas Fe₃Al estaria relacionado, numa associação com o mecanismo proposto por Morris,^[12] à maior facilidade na dissociação das superdiscordâncias em temperaturas inferiores e a subsequente imobilização (bloqueio) destas discordâncias dissociadas.

A discussão feita até o momento na tentativa de definir o mecanismo responsável pelo aparecimento do pico anômalo nas ligas estudadas neste trabalho mostrou que o modelo proposto por Morris^[12] pode ser sugerido também neste trabalho. Porém, não foi possível analisar completamente todas as possibilidades de endurecimento anômalo observado, como por exemplo, o endurecimento por

lacunas e endurecimento pela decomposição de discordâncias $\frac{a_0}{4} \langle 111 \rangle$ para

$\frac{a_0}{2} \langle 110 \rangle$ e $\frac{a_0}{2} \langle 100 \rangle$. Sabe-se que as ligas Fe-Al apresentam inerentemente uma enorme concentração de lacunas em temperaturas elevadas e é uma alternativa a ser considerada. A consideração final, decorrente dos resultados obtidos neste trabalho e dos estudos existentes na literatura, parece ser que existem vários mecanismos controlando a deformação na faixa de temperaturas ao redor da temperatura do pico anômalo, podendo o endurecimento anômalo ser ocasionado por mais de um fenômeno.

5 CONCLUSÕES

As investigações realizadas neste trabalho permitiram concluir que o limite de escoamento das ligas Fe-30Al-0,15Zr-0,2B-(0-4,5)Cr (%at.), quando submetidas a ensaios de tração em temperaturas na faixa T. A. - 800°C, apresenta um comportamento anômalo (valor de pico) em temperaturas próximas à temperatura de transição $D0_3 \rightarrow B2$ (500°C-600°C). A adição de cromo em teores acima de 2%at, provoca diminuição da temperatura do pico anômalo, provavelmente pelo favorecimento da dissociação das superdiscordâncias em temperaturas mais baixas e o subsequente bloqueio da escalagem das discordâncias dissociadas.

REFERÊNCIAS

- 1 ALLEN, S.M. & CAHN, J.W. Coherent and Incoherent Equilibria in Iron-Rich Iron-Aluminum Alloys. *Acta Metall.*, v. 23, p. 1017-1026, 1975.
- 2 INDEN, G. & PEPPERHOFF, W., Z. *Metallkd.*, v. 81, p.770, 1990 apud CAHN, R.W. Historical Perspective on the Development of Aluminides in Proceedings from Materials Week, p.3-20, 1996.
- 3 ELSUKOV, E. P.; VORONINA, E. V.; SHURAVIN, A. S.; ZAGAINOV, A. V.; KOROLEV., A. V.; GODOVIKOV, S. K.; PECHINA, E. A. & ELSUKOVA, A.E. Structure of Fe_{100-x}Al_x alloys (25<x<35 at.%) annealed in a temperature range of 400-800°C and the effect of the ordering type on the magnetic properties. *The Phys. of Met. And Metallog.*, v. 102, n. 1, p. 55-60, 2006.
- 4 STOLOFF, N.S. & DAVIES, R.G. *Acta Metall.*, v. 12, p.473, 1964 apud McKAMEY, C.G.; DeVAN, J.H.; TORTORELLI, P.F. & SIKKA, V.K. A review of recent developments in Fe₃Al-based alloys. *J. Mater. Res.*, v.6, p.1779-1805, 1991.
- 5 DAVIES, R.G. *TMS-AIME*, v. 230, p.903, 1964 apud SASTRY, D. H. & SUNDAR, R. S. Effect of alloying Elements on High-Temperature Creep of Nickel and Iron Aluminides. *Proceedings from Materials Week '96*. p.123-144, 1996.
- 6 MORRIS, D. G. & GUNTHER, S. Influence of Strain Rate on Yield Stress Anomaly in an Alloy Based on Fe₃Al. *Mater. Sci. and Eng.* v. A211,p.23-32, 1996.
- 7 PHILLIPS, J.; EGGELER, G.; ISCHNER, B. & BATAWI, E. On the influence of Crystal Structure on Creep in a Fe₃Al-Based Alloy. *Scripta Materialia*, v. 36, n.6, p.693-698, 1997.
- 8 McKAMEY, C.G.; LIU, C.T.; CATHCART, J.V.; DAVID, S.A. & LEE, E.H. *ORNL*,TM-10125, 1986.
- 9 McKAMEY, C.G. & LIU, C.T. Development of Iron Aluminides. *ORNL/SGPM*, v.2, 1986.
- 10 SCHOER, W., MECKING, H. & HARTIG, C. in Proc. Int. Symp. On Intermetallic Compounds - Structure and Mechanical Properties - JIMIS-69, The Japan Institute of Metals, Sendai, 1991, p,567 apud MORRIS, D.G. Overview of iron-aluminide research in Europe: organization and examples. *Proceedings from Materials Week '96*. p.73-94, 1996.
- 11 YOSHIMI, K. & HANADA, S. in Structural Intermetallics, TMS, Warrendale, 1993, p.475 apud MORRIS, D.G. Overview of iron-aluminide research in Europe: organization and examples. *Proceedings from Materials Week '96*. p.73-94, 1996.
- 12 MORRIS, D. G. & GUNTHER, S. Room and high temperature mechanical behavior of a Fe₃Al-based alloy with α - α' microstructure. *Acta Mater.*, v. 45, p.811, 1997.
- 13 FORTNUM, R.T. & MIKKOLA, D.E. Effects of molibdenum, titanium and silicon additions on the D0₃→B2 transition temperature for alloys near Fe₃Al. *Mater. Sci. Eng.*, v.91, p.223-231, 1997.
- 14 KRAL, F.; SCHWANDER, P. & KOSTORZ, G. Superdislocations and antiphase boundary energies in deformed Fe₃Al single crystals with chromium. *Acta Mater.*, v.45, p.675-682, 1997.
- 15 COUTO, A.A.; Influência do teor de cromo e de tratamentos térmicos na microestrutura e no comportamento mecânico de ligas intermetálicas ordenadas à base de Fe₃Al. Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares / Universidade de São Paulo, 1998.