



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

DISEÑO DE PROBETAS PARA EVALUAR LA DUCTILIDAD DE COBRE CON DISTINTA PUREZA

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

CARLOS ALBERTO QUINTANILLA MENARES

PROFESOR GUÍA:

MIGUEL IGNAT DELEANU

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:

ÁLVARO VALENCIA MUSALEM.

AQUILES SEPÚLVEDA OSSES.

SANTIAGO DE CHILE

JULIO 2012

RESUMEN

El mineral de Cobre, muy importante para nuestro país, es extraído por muchas de las empresas mineras en Chile, siendo Codelco la más importante. El principal producto son los cátodos de cobre, que presentan niveles de pureza superiores a 99,99%. Estos cátodos se venden a diversas plantas manufactureras extranjeras de alambón, las que posteriormente producen cables y alambres.

Para obtener el alambón, se aplica a los cátodos una serie de procesos de transformación, los que pueden alterar el contenido inicial de impurezas presentes. El principal problema que pueden generar estas impurezas es una disminución en las propiedades mecánicas del Cobre como, por ejemplo, reducir su ductilidad. Tales impurezas pueden presentarse disueltas, segregadas o en forma de precipitados, en una matriz dúctil de cobre.

El objetivo del presente trabajo es determinar una geometría de probeta de tracción sensible al efecto de fragilización asociado a la presencia de impurezas en el cobre. Para tal efecto, se diseñaron probetas que concuerdan con las normas internacionales. Después, tales probetas se modelaron mediante elementos finitos y se realizaron ensayos de tracción en probetas de diferente geometría, con distinta pureza de cobre, junto con el pertinente análisis fractográfico. Finalmente, se analizó el conjunto de los resultados y se determinó la mejor geometría de probeta para el objetivo fijado.

A partir de normas internacionales de ensayos de tracción para probetas con entalle, se diseñaron probetas entalladas con dos geometrías distintas, cilíndricas y planas, las que podían presentar 2 tipos de ángulos de entalle, 60 o 90 grados. Dichas probetas poseen un área central reducida que genera una zona de concentración de esfuerzos con una componente de tracción triaxial, donde deben activarse los mecanismos de fractura, los cuales son sensibles a la presencia de impurezas. Se realizaron 29 experiencias de tracción en probetas de diferentes cobres (cátodo, blíster, ánodo y cobre comercial 99,99%), para caracterizar experimentalmente las probetas diseñadas. Además, a las probetas ensayadas se les realizó análisis químico, por descarga luminiscente de espectrometría de masas (GDMS), análisis de gas instrumental (IGA), y también análisis fractográfico, en un microscopio electrónico de barrido equipado con espectroscopía por Rayos X (EDS). La etapa crítica del presente trabajo fue la correlación de los resultados obtenidos experimentalmente con lo obtenido con la modelación por elementos finitos, de una probeta cuya geometría optimice la sensibilidad del material a la deformación.

En cuanto a los resultados experimentales, la geometría más sensible a la presencia de impurezas resultó ser la cilíndrica; además, ángulos más agudos de entalle presentan una mayor sensibilidad a las impurezas. Este tipo de probetas también presentó el mayor grado de triaxialidad en la simulación por elementos finitos.

AGRADECIMIENTOS

Detrás de cada hombre, hay una gran mujer dicen. En mi caso, son 2 las mujeres las cuales se llevan mi mayor agradecimiento. Primero, mi madre, doña Alejandra Menares, la que sin duda se llevó el peso más grande todos estos años. Ese del aguante del mal humor, el del empuje cuando no había esperanza, el de ayudar a encontrar el camino cuando se había perdido y el de arreglar, cuando se había equivocado. Sin duda, esta memoria y carrera nunca se hubieran logrado si no hubieras estado ahí.

La otra mujer, doña Claudia Molina, le agradezco por haberme re encantando con la vida, por el apoyo y empuje cada vez que intenté tirar la toalla, por la compañía única que me hizo sentir todos estos años, y lo más importante, por haberme hecho sentir el amor puro que siento por ti. Sin tu compañía y alegrías todos estos años de universidad, el sentimiento sería otro en este momento final. Te amo.

Mi padre, que aunque no haya vivido todo este tiempo conmigo, siempre fue el guía en los momentos de duda. Siempre me apoyaste en todos mis proyectos, aunque no estuvieras de acuerdo y eso te lo agradezco mucho.

Al profesor Miguel Ignat, como profesor guía de esta memoria, por haberme acogido como su memorista en el difícil camino que es realizar una. Siempre me hizo sentir algo más que un memorista, como por ejemplo, cuando me contaba sus interminables historias cuando realizábamos los ensayos de tracción. Gracias por su paciencia. A los otros profesores miembros de la comisión, gracias por su apoyo a lo largo de la memoria.

A todos los compañeros de mecánica con los que tengo recuerdos en este período de mi vida. Momentos especiales fueron las tocatas siendo baterista de los Sex Pistons, los paseos mecánicos, y los momentos en la sala de clases, que fue donde más disfrute de su compañía.

ÍNDICE.

Contenido

RESUMEN.....	ii
AGRADECIMIENTOS	iii
ÍNDICE.	iv
INTRODUCCIÓN.	1
1.1. Motivación de la investigación.....	1
1.2. Objetivo General.	1
1.3. Objetivos específicos.....	2
ANTECEDENTES.....	2
Composición típica de cátodos y ánodos.	4
Antecedentes básicos de elasticidad y plasticidad (medios homogéneos e isotropos).....	6
Evaluación de la ductilidad mediante ensayos de tracción	10
Efectos de las impurezas y precipitados en las propiedades mecánicas de los metales.	15
Normas	16
Análisis químico.....	19
Ensayos utilizados actualmente por los productores de alambros [9].	26
MÉTODOS EXPERIMENTALES.	27
Selección y diseño de probetas.....	27
Método numérico: Simulación mediante elementos finitos de los ensayos de tracción.	30
Procesamiento de los resultados obtenidos en los ensayos de tracción.....	36
RESULTADOS.....	42
Simulación de la repartición de esfuerzos mediante elementos finitos.....	42
Ensayos de tracción sobre las probetas diseñadas.....	45
Análisis químico.....	52
Fractografías obtenidas por observaciones con microscopía de barrido (SEM).....	53
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN.	65
Simulación por elementos finitos.....	65
Ensayos de tracción, deformaciones y análisis químico.	66
Impurezas y límite de solubilidad.	73
CONCLUSIONES	75
BIBLIOGRAFÍA.....	76

ANEXOS.....	77
ANEXO A: Planos probetas diseñadas.	77
ANEXO B: Resultados Elementos finitos.....	83
ANEXO C: Curvas de tracción.	101
ANEXO D: Imágenes deformación probetas.....	116
ANEXO E: Análisis químicos.....	129
ANEXO F: Rutina MATLAB©.	153

INTRODUCCIÓN.

Siendo el Cobre el contribuyente más importante al Producto Interno Bruto del país, debería ser, uno de los materiales más estudiados en Chile debido a que las normas internacionales aplicadas en su comercialización son cada vez más exigentes. En forma premonitoria, a principios del 2000, se evocó con respecto a Codelco y el cobre chileno:

“Codelco es la mayor empresa productiva chilena y el principal productor cuprífero mundial. No obstante lo anterior, existen pocos estudios serios sobre los distintos problemas vinculados al cobre. Se dice que Chile es la capital minera del mundo; a nuestro juicio Chile también debiera ser el núcleo de los estudios sobre cobre....”[1]

El principal producto de cobre elaborado por las mineras es el cátodo. Uno de los mayores problemas que presenta después de fundirse y procesarse como alambrón, está relacionado a la contaminación por las impurezas provenientes de los procesos de transformación.

Por esta razón, es necesario profundizar el conocimiento de los efectos que pueden provocar las impurezas en el cobre y por lo tanto, se hace indispensable encontrar alguna forma simple de detectarlos, por ejemplo, a partir de un ensayo mecánico, que puede también certificar la calidad del cobre que se exporta.

1.1. Motivación de la investigación.

La principal motivación del presente trabajo es aportar una información teórica y experimental que permita demostrar los efectos que producen los distintos procesamientos realizados sobre el Cobre, con respecto a la ductilidad que este presenta antes y después de tales procesamientos.

1.2. Objetivo General.

Encontrar una geometría de probeta de tracción que sea sensible a la presencia de impurezas en una matriz dúctil de Cobre.

1.3. Objetivos específicos.

- Diseñar probetas, adaptando geometrías correspondientes a normas internacionales.
- Modelar, mediante elementos finitos, las probetas diseñadas sometidas a un ensayo de tracción.
- Con dichas probetas, realizar ensayos de tracción sobre las probetas diseñadas, utilizando cobres con distinta pureza.
- Comparar los resultados numéricos con aquellos obtenidos en las experiencias de tracción, con el fin de validar el diseño óptimo de probeta.
- Analizar las microestructuras de las probetas utilizadas, mediante microscopía óptica y electrónica.

ANTECEDENTES.

El Cobre, y sus productos derivados son apreciados en el mundo entero, para un sin número de aplicaciones, desde cables eléctricos, tanto de uso industrial como residencial, obtención de aleaciones de cobre, como el bronce, usado para aleaciones conductoras del calor, en baterías eléctricas y en la fabricación de llaves, tubos y uniones de gasfitería. El cobre también tiene un uso estructural, en tuberías de distintos tipos.

Las propiedades de este metal permiten usos tan variados, debido a su buena ductilidad, conductividad eléctrica y térmica, además de sus propiedades bactericidas. Sin embargo, estas propiedades pueden verse afectadas debido a la presencia de impurezas que pueden disminuir la conductividad, así como la ductilidad. El presente trabajo centrará la atención en el diseño de probetas, sensibles a la presencia de impurezas, las cuales disminuirían su ductilidad.

Los distintos tipos de cobre aquí analizados (ánodo, blíster, cátodo y cobre comercial 99,99%) se obtienen en etapas secuenciales desde la fundición hasta la refinación, proceso que se detalla a continuación [2]:

Previo a la fundición, al término del proceso de flotación, el cobre se encuentra en un concentrado de 20 a 30%, que pasa a convertidores que sacan el azufre y fierro de la mezcla fundida. El cobre blíster obtenido aquí, tiene una concentración de 98% de Cu, y pasa al horno de refinado a fuego. De dicho horno, se obtienen los ánodos de cobre de concentración 99,7% Cu, los cuales pasan a la planta de refinación electrolítica.

En el proceso de refinación electrolítica, los ánodos se sumergen en un electrolito junto a cátodos permanentes de acero inoxidable. Al aplicar una diferencia de potencial entre cátodos y ánodos, lentamente los átomos de Cu del ánodo van perdiendo un electrón. El ión Cu se separa del resto del ánodo y viaja por el electrolito hasta adherirse al cátodo, donde recupera el electrón perdido. El cobre catódico electro refinado tiene una pureza de 99,99%.

Existe una segunda forma de obtener cátodos, por electro obtención, que es del tipo hidrometalúrgica. En este proceso, la solución electrolítica, que proviene del proceso de lixiviación, contiene el cobre en forma de sulfato de cobre (CuSO_4), y es llevada a las celdas de electro obtención, que tienen dispuestas secuencialmente ánodos (+) y cátodos (-) en orden. El cobre de la solución de sulfato de cobre (Cu^{+2}) es atraído por la carga negativa del cátodo y migra hacia él, depositándose en la superficie del cátodo permanente de acero inoxidable, también logrando cátodos de 99,99% de pureza.

El cobre comercial alcanza una pureza superior al 99,9% y se puede obtener por diversos métodos. Es por ello que poseen una nomenclatura distinta dependiendo del proceso utilizado para su obtención. Hay 6 tipos de cobre comercial y se denominan, en primer lugar, con el símbolo del cobre y en segundo lugar, se refiere al proceso con el que se obtiene. Por ejemplo, Cu-ETP corresponde a un cobre electrolítico tenaz (*electrolytic tough pitch*) y se obtiene por refinación electrolítica.

Sin embargo, como ya lo habíamos señalado, a partir de la re-fusión de los cátodos y la colada continua, seguida de un laminado, el nivel de impurezas existentes en el cátodo de origen aumenta.

Después del proceso de transformación a alambión, el Cobre se ve contaminado con diversos elementos como el Hierro y el Oxígeno, los que posteriormente pueden generar precipitados. La presencia de estos precipitados puede alterar la ductilidad del metal y comprometer su calidad. Se produce entonces entre el cátodo y el alambión, un cambio en el contenido y concentración de impurezas, pudiendo en ciertas ocasiones, descalificar la calidad de los cátodos. A continuación se presenta una tabla donde se indica la cantidad de impurezas presentes en los cátodos de grado A, según la norma Codelco y según la norma internacional ASTM [3]:

Requisitos: Composición química (grado 1)					
Grupos de impurezas		Norma internacional: valor máximo* [ppm]	Norma: Σ grupo* [ppm]	Norma Codelco [ppm]	
1	Selenio (Se)	2	< 3	<0,01	<<0,1
	Teluro (Te)	2		<0,05	
	Bismuto (Bi)	1		<0,005	
2	Antimonio (Sb)	4	< 3	0,02	<<20
	Arsénico (As)	5		<0,005	
	Estaño (Sn)	5		1,8	
	Plomo (Pb)	10		<0,01	
3	Hierro (Fe)	10	< 3	2,4	<<20
	Níquel (Ni)	5		0,19	
4	Sulfuros (S)	15	< 3	3,4	<<20
	Plata (Ag)	25		0,22	
Total			< 65		<<<65
O		200		<10	

Tabla 1: Normas existentes para cátodo grado A. Fuente Codelco Chile y Norma ASTM B115 [2].

Como se aprecia en la tabla, la norma de Codelco es mucho más exigente que la Internacional.

En la tabla 1, ppm se entiende como la cantidad de unidades de la sustancia (agente, elemento, etc) que hay por cada millón de unidades del conjunto.

Composición típica de cátodos y ánodos.

El manual de composición química, pesos y medidas de cobres y subproductos de la subgerencia de operaciones comerciales de Codelco, entrega la composición promedio de los productos obtenidos en sus distintas divisiones. En la presente memoria se utilizaron cátodos y ánodos obtenidos de Codelco, mostrando sus composiciones habituales en las siguientes tablas [4]. Con respecto a las probetas que se utilizaron en las experiencias de tracción, sus composiciones precisas se incluyen en los resultados.

División Chuquicamata Cátodos electrobttenidos Marca: "CHUQUI-P" Calidad: Grado "A" Período: Enero / Diciembre 2010				
Elemento	Unidad	Promedio	Máximo	Mínimo
Ag	ppm	0,11	0,6	0,1
As	ppm	0,22	0,9	0,2
Bi	ppm	0,1	0,1	0,1
Cd	ppm	0,1	0,1	0,1
Fe	ppm	1,01	4,3	0,1
Ni	ppm	0,22	1,4	0,2
O ₂	ppm	47,1	444	11
Pb	ppm	0,3	2,9	0,1
S	ppm	6,34	9	2
Sb	ppm	0,23	0,9	0,2
Sn	ppm	0,5	1,8	0,5
Te	ppm	0,2	0,9	0,2
Zn	ppm	0,4	0,4	0,4

Tabla 2: Composición química de cátodos electrobttenidos división Chuquicamata.

División Salvador Ánodos Período: Enero / Diciembre 2010				
Elemento	Unidad	Promedio	Máximo	Mínimo
Cu	%	99,51	99,68	99,21
O	%	0,21	0,49	0,13
S	ppm	32,35	88	10
Al	ppm	1,01	2	1
As	%	0,17	0,32	0,07
Sb	ppm	438,12	1096	107
Fe	ppm	11,73	41	2
Ni	Ppm	106,67	266	17
Pb	Ppm	34,64	93	4
Bi	Ppm	5,9	25,88	0,51
Se	Ppm	169,26	269	26
Ca	Ppm	3,15	53	1
Ag	g/t	346,35	469	226
Au	g/t	9,04	17,59	5,2

Tabla 3: Composición química de ánodos división Salvador.

Antecedentes básicos de elasticidad y plasticidad (medios homogéneos e isótropos).

Recordemos algunos conceptos de la teoría de la elasticidad y plasticidad de los materiales, útiles en la discusión del comportamiento mecánico observado en las probetas diseñadas, sometidas a ensayos de tracción y en las simulaciones por elementos finitos.

Esfuerzos principales, hidrostáticos y desviatorios [5].

Con respecto a un sistema de referencia arbitrario x,y,z , el estado de esfuerzos es descrito mediante el tensor de esfuerzos:

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{bmatrix}$$

En la diagonal de la matriz se encuentran los esfuerzos normales, y los restantes son los esfuerzos de corte. El tensor de esfuerzos es simétrico debido a que los esfuerzos de corte cruzados deben ser iguales para garantizar equilibrio del elemento.

El estado de esfuerzos general puede describirse dentro de un sin número de sistemas cartesianos, entre los cuales será siempre posible de definir uno, para el cual se encuentren anulados los esfuerzos de corte. Los 3 esfuerzos normales describiendo el estado global se denominarán entonces: esfuerzos principales. Se determinan a partir de la diagonalización del tensor de esfuerzos. Los esfuerzos principales se notan como σ_1 , σ_2 y σ_3 , anulando los esfuerzos de corte. Los esfuerzos principales se determinan a partir de la resolución de la siguiente matriz:

$$\det \begin{bmatrix} \sigma - \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma - \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma - \sigma_z \end{bmatrix}$$

Los esfuerzos principales corresponderán a las raíces del polinomio característico. Finalmente, el estado de esfuerzos quedará descrito por:

$$\sigma_{principales} = \begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{bmatrix}$$

Sin embargo, el estado de esfuerzos principales se puede descomponer en una componente hidrostática y un componente de esfuerzos cortantes. Siendo p el promedio de los esfuerzos principales:

$$p = \frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)$$

Se puede escribir

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} p & 0 & 0 \\ 0 & p & 0 \\ 0 & 0 & p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} q & 0 & 0 \\ 0 & r & 0 \\ 0 & 0 & s \end{bmatrix}$$

Con $q = \frac{1}{3}(2\sigma_1 - \sigma_2 - \sigma_3)$, $r = \frac{1}{3}(2\sigma_2 - \sigma_1 - \sigma_3)$ y $s = \frac{1}{3}(2\sigma_3 - \sigma_1 - \sigma_2)$. El primer término del lado derecho es un esfuerzo hidrostático. Para el segundo término, se rota anulando el componente q , sin afectar los esfuerzos hidrostáticos. El ángulo de rotación está dado por:

$$\tan 2\theta = \frac{2}{r} \sqrt{\frac{-q}{s}}$$

Según la rotación, los esfuerzos se reescriben:

$$\begin{bmatrix} p & 0 & 0 \\ 0 & p & 0 \\ 0 & 0 & p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & 0 & \sqrt{-qs} \\ 0 & r & 0 \\ \sqrt{-qs} & 0 & -r \end{bmatrix}$$

En la matriz de la derecha, se observa que las 2 componentes de esfuerzo en la diagonal son de igual magnitud pero de distinto signo. Si se realiza entonces una nueva rotación en 45° , quedan exclusivamente las componentes de corte. Por lo tanto, el tensor de esfuerzos principales puede descomponerse en una componente hidrostática más la matriz de esfuerzo de corte puro, conocido como esfuerzo desviador:

$$\begin{bmatrix} p & 0 & 0 \\ 0 & p & 0 \\ 0 & 0 & p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & \sqrt{-\frac{qs}{2}} & \sqrt{-\frac{qs}{2}} \\ \sqrt{-\frac{qs}{2}} & 0 & -r \\ \sqrt{-\frac{qs}{2}} & -r & 0 \end{bmatrix}$$

Teoría de la elasticidad aplicada a los elementos finitos [6].

Los programas de elementos finitos resuelven distintos tipos de ecuaciones para realizar las simulaciones, dependiendo del problema que se quiera resolver.

En la presente memoria se ocupó el modo estructural estático del programa ANSYS, el cual usa la siguiente ecuación de equilibrio para la simulación:

$$[K]\{u\} = \{F^a\} + \{F^r\}$$

Donde:

- $[K]$ es la matriz de rigidez igual a $\sum_{m=1}^N [K_e]$, con $[K_e]$ los elementos de la matriz de rigidez y N el número de grados de libertad del sistema.
- $\{u\}$ es el vector de desplazamiento nodal.
- $\{F^r\}$ es el vector de fuerzas de reacción.
- $\{F^a\}$ es el vector de carga total, que se divide en:

$$\{F^a\} = \{F^{nd}\} + \{F^{ac}\} + \sum_{m=1}^N (\{F_e^{th}\} + \{F_e^{pr}\})$$

Con:

- $\{F^{nd}\}$ el vector de carga aplicada por nodo
- $\{F^{ac}\} = -[M]\{a_c\}$, el vector de carga por aceleración de nodos, con $[M]$ la matriz total de masa igual a $\sum_{m=1}^N [M_e]$, con $[M_e]$ la matriz elemental de masa y N el número de grados de libertad del sistema.
- $\{F_e^{th}\}$ el vector de carga térmica
- F_e^{pr} el vector de carga por fuerzas de presión.

Mecanismos de deformación plástica en cristales.

Los mecanismos más comunes de deformación plástica en cristales son por deslizamiento de dislocaciones, formación de maclas, y a altas temperaturas, difusión activando deslizamiento a la juntura de grano, o movimiento de defectos lineales o puntuales dentro de los granos. Todos estos mecanismos suelen ser activados por esfuerzos de corte críticos, mientras que las componentes hidrostáticas pueden inhibir o frenar la activación de estos mecanismos. Sin

embargo, las componentes hidrostáticas contribuyen a la generación de daño/cavidades dentro de un material con inclusiones o precipitados, ya que participan en la abertura de fisuras o descohesión a nivel de las interfaces matriz precipitado, y por lo tanto, provocan la ruptura del material, debido a la disminución de su ductilidad.

Para el cobre, por ejemplo, trabajos de distintos autores, experimentando ensayos de tracción de cobres con distintas partículas (cerámicas en general), muestran cómo va disminuyendo la ductilidad a medida que la fracción volumétrica de inclusiones va aumentando, como se muestra en la siguiente figura [7].

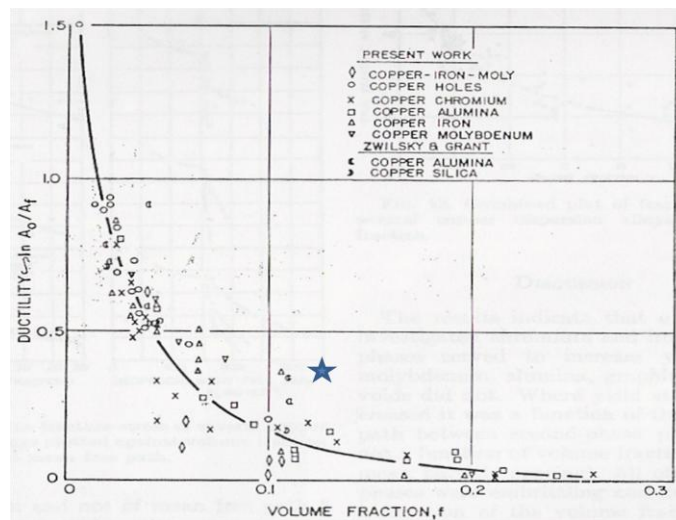


Figura 1: Disminución de la ductilidad del cobre respecto a la fracción volumétrica de partículas presentes en el cobre. En las abscisas se muestra la fracción volumétrica de partículas, mientras que en las ordenadas se reporta la ductilidad.

Más recientemente, para un cobre con solo 0,23% en volumen de partículas de alúmina, de tamaño medio de 20 nm, se demuestra que, pese a aumentar el límite de fluencia y el esfuerzo máximo a la tracción (UTS), la temperatura de recrystalización del material en estudio aumenta por sobre 2 veces la temperatura habitual de recrystalización de cobres de 99,99% de pureza y su alargamiento máximo en tracción disminuye [8].

En el caso de los alambrones, se ha visto que la ductilidad de estos es inversamente proporcional a los ppm de oxígeno que contienen, como se muestra en el gráfico siguiente [9].

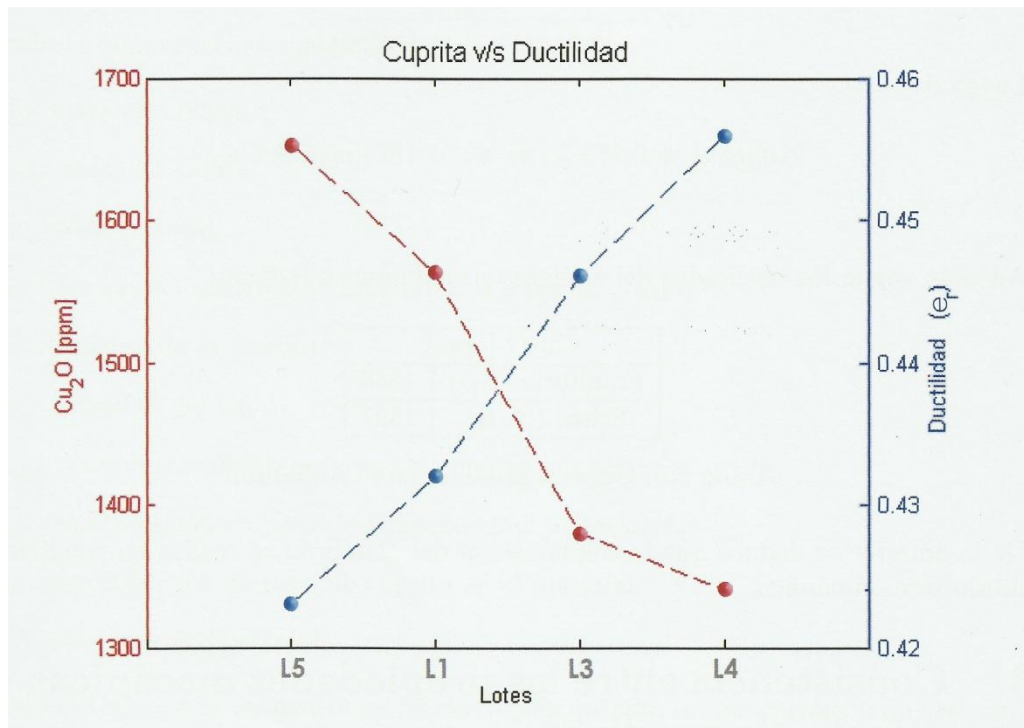


Figura 2: Disminución de la ductilidad, medida como la deformación a la ruptura [e_r] del alambroón, respecto a la cantidad de cuprita presente en ppm. Los L_i mostrados en la abscisa, son los diferentes lotes de alambroón usados en el estudio, a partir de los cuales se generaron los alambrones.

Evaluación de la ductilidad mediante ensayos de tracción

Para determinar la ductilidad de los metales, parámetro indispensable en la previsión de aplicaciones, se utiliza ampliamente el ensayo de tracción, normado internacionalmente. La norma ASTM E 8M – 04, define los parámetros para la realización de los ensayos de tracción, como lo son el modo de aplicación del esfuerzo de tracción a una probeta, su forma, la velocidad de deformación, la temperatura, etc., así como los parámetros intrínsecos que deben deducirse del ensayo que proveen información sobre la resistencia mecánica y la ductilidad de los materiales [10].

En la presente memoria se utilizará una máquina de tracción con un desplazamiento simétrico de las mordazas. A continuación se explicará la ley de endurecimiento exponencial para los materiales metálicos, al deformarse plásticamente, y se detallarán algunos estudios anteriores relacionados con los ensayos de tracción.

Ley de Hollomon o ley de endurecimiento exponencial [9].

La ley de Hollomon tiene su fundamento en la respuesta que presentan una gran cantidad de materiales metálicos al ser traccionados. Las curvas de esfuerzo v/s deformación que se obtienen, pueden representarse por una relación del tipo:

$$\sigma = k\varepsilon^n$$

n siendo el coeficiente de consolidación. Suponiendo que después de una deformación repartida en forma homogénea, el punto máximo de la curva esfuerzo v/s deformación ingenieril indicara el comienzo de una estricción, es decir una deformación localizada, conduciendo el material a su ruptura. En la curva, la condición de estricción se manifiesta cuando:

$$\frac{dS}{de} = 0$$

S es el esfuerzo ingenieril y e la deformación ingenieril. Como:

$$S = \frac{F}{A_0}$$

F es la fuerza aplicada durante el ensayo y A_0 , la sección inicial de la probeta. Aplicando la definición de esfuerzo real, se tiene:

$$\sigma = \frac{F}{A} \rightarrow F = \sigma A$$

Siendo σ el esfuerzo real y A la sección transversal instantánea durante el ensayo. Asumiendo que el volumen se conserva, se cumple que:

$$Al = A_0 l_0 \rightarrow \frac{A}{A_0} = \frac{l_0}{l}$$

L_0 es el largo útil inicial y l el largo útil instantáneo de la probeta durante el ensayo. Reemplazando esta última relación, en las ecuaciones para el esfuerzo, queda:

$$S = \frac{\sigma A}{A_0} = \frac{\sigma l_0}{l}$$

Y por definición de la deformación ingenieril

$$e = \frac{l - l_0}{l_0} \rightarrow l = el_0 + l_0$$

Reemplazando en la relación de S, se tiene:

$$S = \frac{\sigma}{e + 1}$$

Con estos valores, se reformula la relación correspondiente al máximo de la curva:

$$\frac{dS}{de} = \frac{d\sigma}{de} \left(\frac{1}{e + 1} \right) + \sigma \left(\frac{-1}{(e + 1)^2} \right) = 0$$

Como la deformación se define por:

$$\varepsilon = \ln(e + 1) \rightarrow \frac{d\varepsilon}{de} = \frac{1}{e + 1}$$

Se tiene

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{de} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \frac{1}{e + 1}$$

Reemplazando en la derivada del esfuerzo S con respecto a la deformación e

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \frac{1}{(e + 1)^2} - \sigma \frac{1}{(e + 1)^2} = 0$$

Lo que implica

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma$$

Aplicando esta condición a la ley de Hollomon, se obtiene:

$$kn\varepsilon^{n-1} = k\varepsilon^n$$

Deduciéndose que

$$n = \varepsilon$$

En el punto máximo de la curva ingenieril, dicho punto de deformación será denominado ϵ_u en la curva real

$$n = \epsilon_u$$

Estudios anteriores.

Se ha sugerido, en diversos trabajos, que las probetas entalladas pueden revelar la presencia de partículas de precipitados en la matriz de Cobre, por los efectos que éstos tendrían sobre la ductilidad del material. Este tipo de probeta es más sensible a la presencia de partículas y generación de cavidades en la matriz. Las siguientes figuras corresponden a resultados de ensayos mecánicos realizados en la memoria “Estudio de propiedades mecánicas de cátodos y alambrones de Cobre” [9], ejemplifican lo expuesto anteriormente, haciendo notar la diferencia entre las curvas de tracción para los mismos tipos de cobre, entre probetas con y sin entalle.

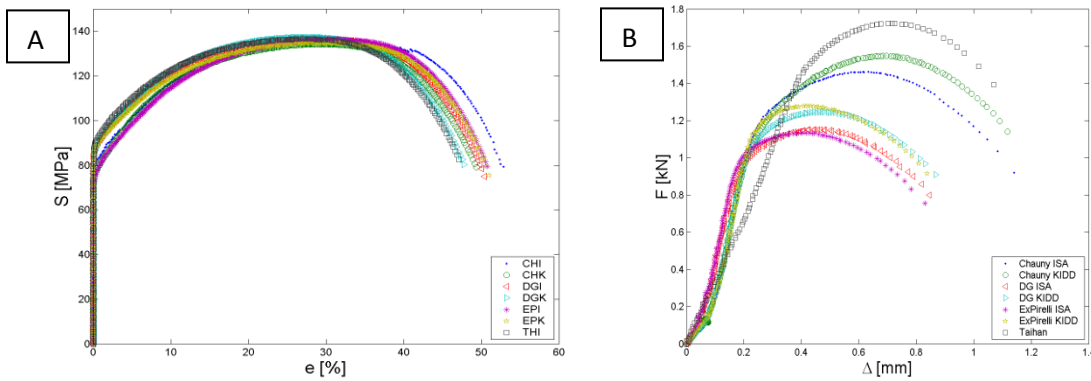


Figura 3: Resultados de ensayos mecánicos para probetas sin entalle (A) y con entalle (B). [9]

Para probetas cilíndricas con entalle, Zheng [11] propone un modelo que relaciona la deformación crítica de ruptura y la triaxialidad que se genera en las probetas cilíndricas entalladas, de la siguiente manera:

$$\epsilon_c = 2 \ln \left(\frac{D_0}{D_c} \right)$$

$$A = \epsilon_c e^{(v \frac{\sigma_m}{\sigma_{ys}})}$$

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_{ys}} = \frac{1}{3} + \ln \left(1 + \frac{D}{4R} \right)$$

Donde:

ϵ_c = deformación crítica de ruptura

D_0 = diámetro de la sección mínima al inicio (antes de la tracción)

D_c = diámetro de la sección mínima al inicio de la fractura

γ = constante característica del material; $\approx 1,5$ para aceros

$\sigma_m = 1/3 (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)$ (promedio de esfuerzos principales)

σ_{ys} = esfuerzo de fluencia en ensayo clásico

A = parámetro característico de ductilidad de un material

D, R = dimensiones de la probeta

Respecto a estas fórmulas, en la memoria “Estudio de propiedades mecánicas de cátodos y alambrones de Cobre” [9] se determinaron las constantes γ y A_{medio} para el Cobre y corresponden a 1,215 y 2,2102 respectivamente. Estas determinaciones se realizaron a partir de numerosos ensayos realizados en probetas de cátodos y alambrones.

Finalmente, para probetas planas con entalle, Xu y Schulson, en su estudio “*On the notch sensitivity of the ductile intermetallic Ni₃Al containing boron*” [12], exponen la relación entre el modo de fractura y el grado de triaxialidad en probetas planas. Como es descrito en sus discusiones, el espesor de una probeta plana está en directa relación con el grado de triaxialidad que ésta presenta. Además, para el material intermetalico que ellos estudiaron, el modo de fractura transgranular es característico para bajos grados de triaxialidad, mientras que una mezcla de modo de fractura transgranular e intergranular se desarrolla cuando que la triaxialidad excede un nivel crítico. La siguiente figura ilustra estos resultados.

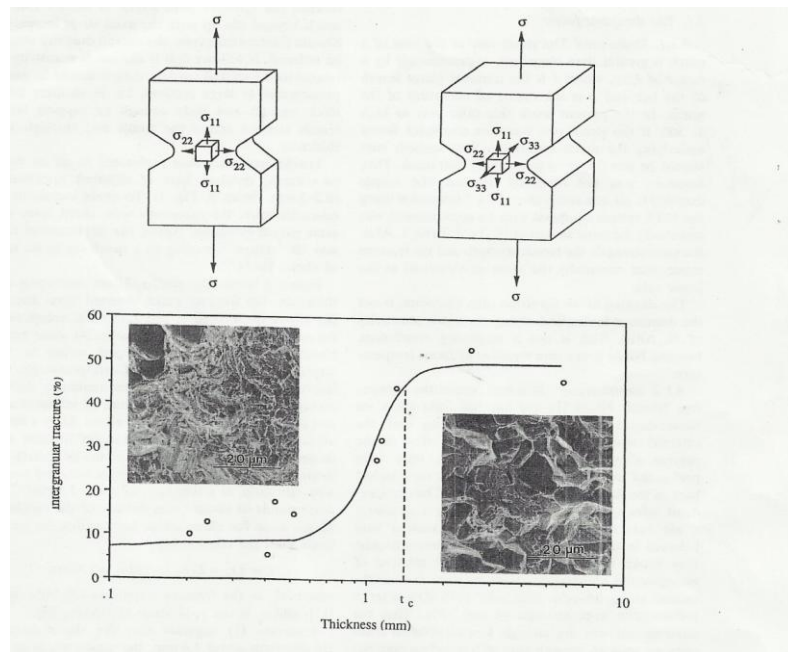


Figura 4: Cambio en el modo de fractura con el grado de triaxialidad. En la parte superior se observa que el aumento de espesor en probetas planas, eleva el grado de triaxialidad presente. El gráfico en la parte inferior muestra la evolución del modo de fractura: de transgranular a intergranular, con el grado de triaxialidad.

Efectos de las impurezas y precipitados en las propiedades mecánicas de los metales.

Varios han sido los autores que han presentado antecedentes respecto a los efectos de las impurezas y precipitados en las propiedades mecánicas de los metales. Dieter, en su libro Metalurgia Mecánica [13], presenta diversos ejemplos al respecto. En las estructuras metalúrgicas, en los procesos de conformación de un metal, se afirma que las características de una aleación se modifican si ocurre una precipitación o un cambio de fase inducidos por la deformación. Si se produce una reacción de precipitación mientras el metal se está conformando, aumenta el límite elástico y, lo que es más importante, disminuye la ductilidad y puede producirse el agrietamiento. Otro fenómeno es el endurecimiento por precipitación, la fractura se inicia entonces en la fase frágil precipitada. El efecto producido es la disminución de la resistencia a la tracción.

Finalmente, se muestra un gráfico donde se observa el efecto del contenido de bismuto en una matriz dúctil de cobre. Se aprecia que a medida que aumenta la cantidad de bismuto, el material se fragiliza, reduciendo de esta manera su ductilidad.

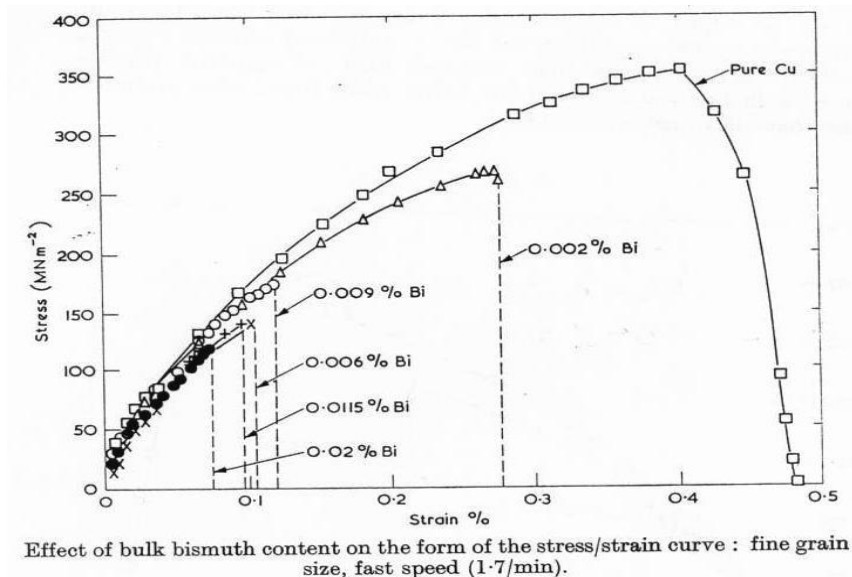


Gráfico 1: Curvas esfuerzo-deformación de un Cobre, variando la cantidad de Bismuto presente en este. Se observa la reducción en la ductilidad con el incremento en la concentración de bismuto.

Normas

Recordemos que mediante ensayos de tracción, se obtiene la información sobre la ductilidad y la resistencia de materiales sometidos a un esfuerzo uniaxial. Los resultados de los ensayos se pueden utilizar para comparar y distinguir las propiedades de materiales estudiados y contribuir a optimizarlos. También se pueden utilizar los resultados en un proceso de control de calidad para una producción industrial.

Recordemos también, que el objetivo de este trabajo es determinar una geometría de probeta de tracción que sea sensible a la presencia de impurezas en una matriz dúctil de Cobre. Consecuentemente en una primera etapa se analizaron las normas existentes que permiten caracterizar un material con respecto a su sensibilidad a los defectos, ductilidad y con miras a sus aplicaciones.

La norma ASTM E8M-04, mencionada brevemente al inicio del capítulo, describe la metodología que debe aplicarse a los ensayos de tracción de materiales metálicos.

- *ASTM E8M - 04: Standard Test Method for tension testing of metallic materials [Metric][10].*

Esta norma indica las principales condiciones que tienen que ser aplicadas en los ensayos de tracción en general, como velocidad de deformación, disposición de las máquinas, temperatura del ensayo, extensómetros asociados, etc. Por ejemplo, esta norma entrega para la presente investigación, una especificación de velocidad de ensayo debiéndose seguir las siguientes reglas:

- a) La velocidad debe ser aquella en que las fuerzas y deformaciones usadas en el ensayo puedan ser indicadas con exactitud.
- b) Cuando se realiza un ensayo para determinar propiedades elásticas límites, la tasa de esfuerzo aplicada debe estar entre 1,15 y 11,5 MPa/s.
- c) Cuando se determina sólo la resistencia a la tracción, o después del comportamiento elástico, la velocidad de deformación debe estar entre 0,05 y 0,5 min^{-1} .

En general, se utilizan en los ensayos de tracción probetas que presentan secciones circulares o rectangulares. Para el objetivo trazado, se busca una geometría de probeta de tracción que sea sensible a la presencia de impurezas en una matriz dúctil de Cobre. Después de consultar la sección 3 del compendio de las normas ASTM, referidas a los ensayos de tracción, se escogieron 2 tipos de probetas con entalle, de sección cilíndrica y rectangular, ambas dedicadas a determinar propiedades mecánicas y estudiar las variables de composición química en metales con impurezas o aleaciones, y determinar los efectos que pueden inducir tratamientos térmicos y otras variables que se ven afectadas por los procesos de fabricación. Además, permiten comparar la resistencia de materiales sometidos a esfuerzos bi y triaxiales, y determinar las condiciones críticas de ruptura.

- *Probeta de sección plana: ASTM E338 - 03: Standard Test Method of sharp-notch tension testing of high-strength sheet materials [14].*

Como se mencionó previamente, el entalle en las probetas de tracción, produce en su entorno una concentración de esfuerzos, que generan, según la geometría de la probeta campos de sollicitaciones triaxiales. Las normas sugieren su utilización en investigación y desarrollo de materiales: para estudiar los efectos de las variables relacionadas con la composición, procesamiento, tratamiento térmico y sensibilidad a los defectos. Esto último en relación al control de calidad del material, a partir de un muestreo. En la figura siguiente se ilustra esta probeta:

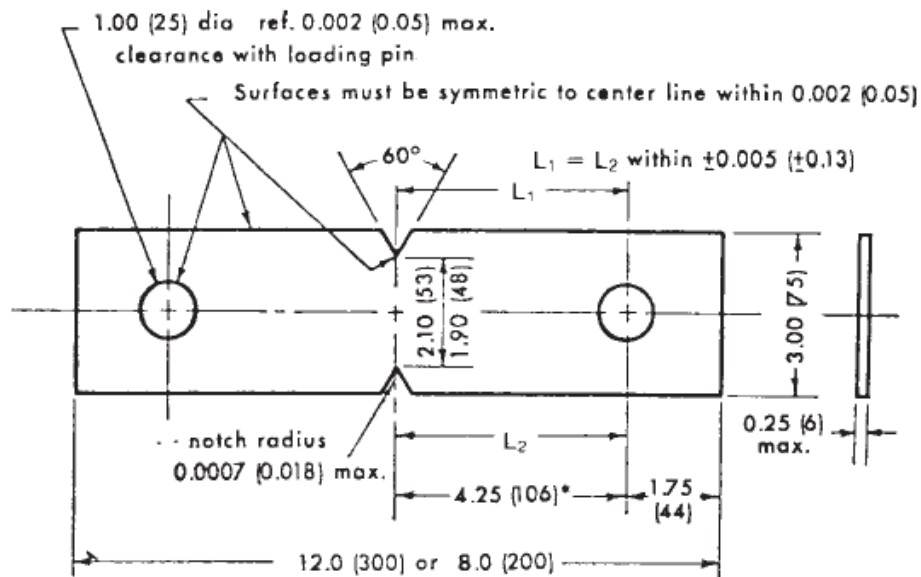


Figura 5: Probeta plana con entalle: norma ASTM E338. Las dimensiones se muestran en pulgadas y en paréntesis en milímetros.

Se usa esta probeta para materiales metálicos en planchas de espesor limitada. La norma se aplica comúnmente para control de materiales de alta resistencia mecánica. La resistencia mecánica se evalúa a través del cociente esfuerzo de fluencia/densidad mínimo aceptable = 0,1765 MPa/kg/m³.

Para probetas que son sometidos sólo a tracción, el esfuerzo promedio utilizado es:

$$\sigma_N = P/A_p$$

Donde $A_p = B(W - a)$, para probetas rectangulares con entalle, con:

P = fuerza, en N.

B = espesor del espécimen, en metros.

W = ancho del espécimen, en metros.

a = Tamaño de grieta (longitud de entalle o del entalle más la pregrieta), en metros.

Además, se define el parámetro de resistencia al entalle (*Sharp notch strength*), σ_s , como el esfuerzo nominal (en la sección nominal) máximo que una probeta plana con entalle es capaz de soportar. Se determina dividiendo la carga máxima por la sección transversal inicial en el entalle.

- *Probeta de sección circular: ASTM E602 - 03: Standard Test Method for sharp-notch tension testing with cylindrical specimens [15].*

Esta norma corresponde a probetas cilíndricas con entalle cuyas dimensiones son aquellas de una probeta estándar para ensayos de tracción. La norma puede aplicarse para casos similares a los presentados anteriormente. En la figura que sigue se muestra un esquema de este tipo de probeta:

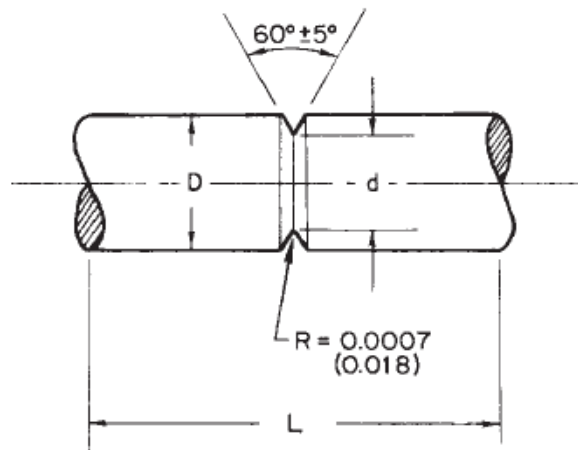


Figura 6: Probeta cilíndrica con entalle, norma ASTM. Las dimensiones se muestran en pulgadas y en paréntesis en milímetros.

Tamaño nominal	D	d	L mínimo
½ pulgada	0,5 ± 0,005	0,353 ± 0,005	1
1 1/16 pulgada	1,06 ± 0,005	0,750 ± 0,005	2,13

Tabla 4: Secciones de probeta estándar. Las dimensiones están en milímetros.

El tamaño de la probeta se fija a partir del cociente resistencia al entalle/esfuerzo de fluencia. La resistencia al entalle (*Sharp notch strength*), σ_s , se define como el esfuerzo nominal (en la sección nominal) máximo que una probeta cilíndrica con entalle es capaz de soportar. Se determina dividiendo la carga máxima por la sección transversal inicial en el entalle. Cuando este cociente excede el valor 1,3 se utiliza la probeta de tamaño nominal 11/16 de pulgada.

Para esta norma, y para probetas solamente sometidas a tracción, se utiliza la siguiente relación para obtener el esfuerzo promedio, σ_n :

$$\sigma_N = P/A_c$$

En esta relación:

$$A_c = (\pi d^2)/4.$$

d = diámetro de la sección entallada de un espécimen entallado circunferencialmente, en metros.

P = fuerza, en N.

Análisis químico.

Se presenta un breve resumen de las técnicas utilizadas, *Glow discharge mass spectrometry* (GDMS), *Instrumental gas analysis* (IGA) y *Energy dispersive X-ray spectroscopy* (EDS). Estas técnicas han permitido determinar las concentraciones de impurezas en los cobres estudiados.

Descarga luminiscente de Espectrometría de Masas (GDMS) [16]

Las muestras sólidas son expuestas a una fuente de bombardeo de iones de argón y se detectan los iones que escapan de la superficie a analizar. Es un método para el análisis elemental de trazas, debido a su sensibilidad de 0,005 ppm. Además, es posible medir y evaluar cuantitativamente la profundidad de análisis dependiente de la distribución de los elementos. Puede detectar elementos de toda la tabla periódica. Tiene poca efectividad analizando materiales volátiles y polímeros orgánicos.

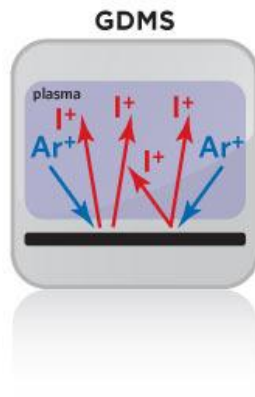


Figura 7: Esquema GDMS. Se bombardea la superficie con iones de argón, arrancando iones de la superficie a analizar.

Análisis de gas instrumental (IGA) [16]

Este método permite determinar elementos livianos (C, H, O, N y S) disueltos en el metal. Se utiliza un horno a alta temperatura para calentar rápidamente la muestra, vaporizándola, y de esa forma volatilizar ciertos elementos y detectarlos.

El carbón y el azufre se determinan basados en la combustión y la detección infrarroja. El método analítico se basa en la oxidación completa de una muestra sólida en un plasma de oxígeno (sobre los 200°C). La muestra se pone en un crisol de cerámica en un horno de inducción donde es calentado. La combustión de la muestra libera diversos gases, los cuales son medidos por detectores infrarrojos. El análisis de SO₂ determina el contenido de azufre, mientras que el análisis de CO y CO₂ determina el contenido de carbón.

El nitrógeno, oxígeno e hidrógeno se miden utilizando una fusión en gas inerte. Las muestras se ponen en un crisol de grafito. Después de purgar con un gas inerte (He o Ar), se aumenta la temperatura (sobre los 2500°C). Cualquier gas generado en el horno (CO, CO₂, N₂ y H₂) se libera con el flujo de gas inerte, el cual es dirigido a un detector apropiado: infrarrojo para el oxígeno medido como CO, o de conductividad térmica para nitrógeno e hidrógeno. La calibración del instrumento se realiza utilizando materiales de referencia conocidos. Tiene un límite de detección de 1 ppm.



Figura 8: Esquema IGA. La muestra es vaporizada en un horno, y los gases resultantes son medidos mediante sensores de conductividad térmica o infrarrojos.

Como ejemplo, se adjunta el análisis químico (GDMS + IGA) de un cátodo de cobre utilizado en la memoria. El complemento de análisis químicos realizados a todos los tipos de cobre se reporta en los anexos.

Customer: **INP GRENOBLE**
Date: 16-avr-2012

P.O.#
Job # F0CC3132

Customer ID: **Cu
A1**

Sample ID: F120413023 - CB

Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]
Li	< 0.001	Pd	-
Be	-	Ag	11
B	-	Cd	< 0.01
C	-	In	-
N	-	Sn	0.19
O	-	Sb	0.16
F	-	Te	0.21
Na	-	I	-
Mg	2.6	Cs	-
Al	0.06	Ba	-
Si	0.15	La	-
P	0.01	Ce	-
S	8.3	Pr	-
Cl	-	Nd	-
K	-	Sm	-
Ca	-	Eu	-
Sc	-	Gd	-
Ti	-	Tb	-
V	-	Dy	-
Cr	0.18	Ho	-
Mn	0.01	Er	-
Fe	0.54	Tm	-
Co	< 0.005	Yb	-
Ni	1.2	Lu	-
Cu	Matrix	Hf	-
Zn	0.05	Ta	-
Ga	-	W	-
Ge	-	Re	-
As	1.3	Os	-
Se	0.57	Ir	-
Br	-	Pt	-
Rb	-	Au	-
Sr	-	Hg	-
Y	-	Tl	-
Zr	-	Pb	0.40
Nb	-	Bi	0.27
Mo	-	Th	-
Ru	-	U	-
Rh	-		

Operator: Carine BAZILLE

H, C, N, O recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

Tabla 5: Resultados análisis químico GDMS cátodo.

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 19-avr-2012

Job # F0CC3132

Customer ID: **Cu**
A1

Sample ID: F12041328L - BA

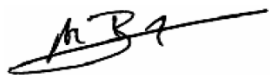
Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	3,5
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

C,S determined by Combustion-IR
N,H determined by IGF-TC
O determined by IGF-NDIR

ISO 9001: 2008 registered

Page 1 of 1

Reviewed by 

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

Tabla 6: Resultados análisis químico IGA cátodo.

Algunos análisis químicos complementarios se efectuaron por EDS, en superficies de ruptura de las probetas utilizadas en el estudio.

Espectroscopía por Rayos X (EDS) [16]

La espectroscopía por rayos x permite durante observaciones por microscopía electrónica de transmisión o barrido, detectar elementos localmente en forma cualitativa.

Cuando el análisis por EDS se combina con la microscopía electrónica, provee análisis elemental en áreas tan pequeñas como muestras de nanómetros de diámetro. El impacto del flujo de electrones en la muestra, produce una emisión de rayos X dependientes de los elementos presentes en la muestra. El EDS puede ser usado para determinar la composición elemental de puntos singulares y la distribución de elementos presentes en una determinada área de la muestra. Tiene un límite de detección de 0,1 a 1 % atómico.

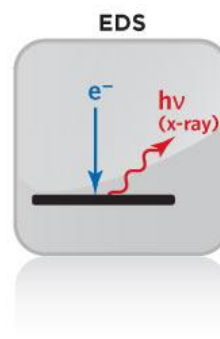


Figura 9: Esquema EDS. La muestra es impactada con un flujo de electrones, que produce emisiones de rayos X característicos de los elementos presentes en la muestra.

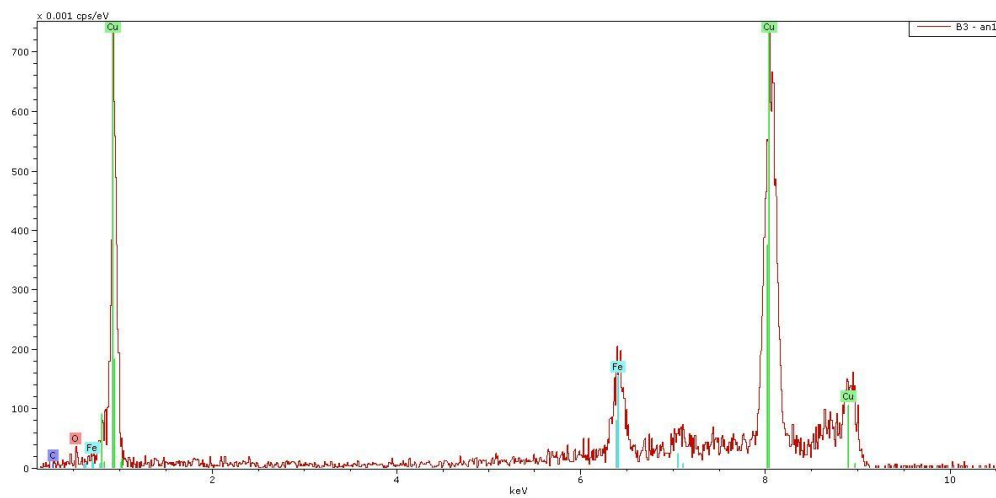
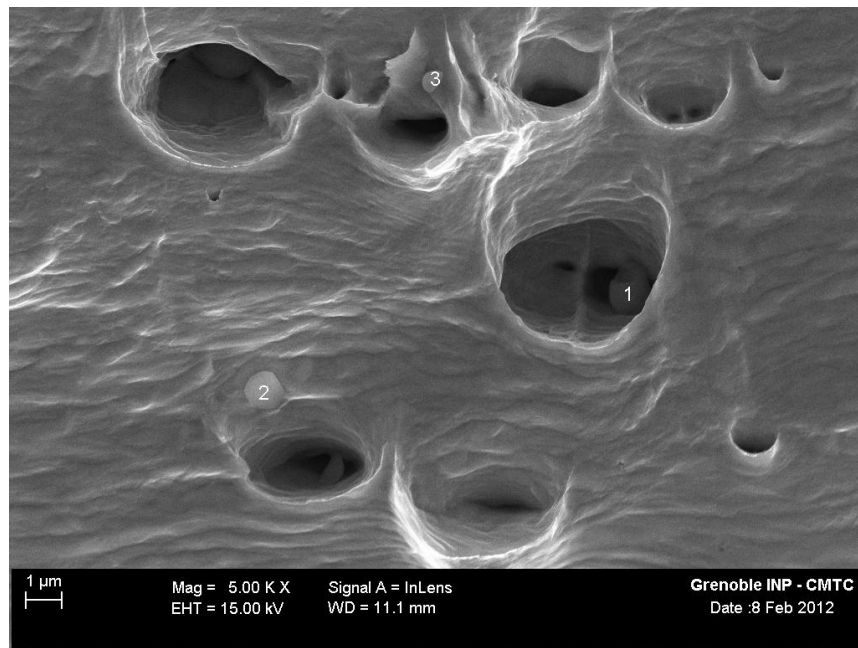


Figura 10: Resultado EDS. La micrografía superior muestra la superficie de ruptura de un cobre blíster observada por microscopía de barrido. El grafico inferior muestra el análisis por EDS del precipitado marcado por un número 1 en la micrografía de fractura. Se detectan elementos como Fe, O y C.

Ensayos utilizados actualmente por los productores de alambre [9].

Actualmente, los productores realizan distintos ensayos mecánicos sobre los alambres que obtienen, para certificar su calidad. Al respecto, el ensayo más utilizado es el de alargamiento rápido, donde se utiliza una probeta que sufre un alargamiento rápido al ser traccionada, hasta su ruptura. Para este ensayo, primero se obtiene una muestra de alambre de 8 mm de diámetro, la que es sometida a trefilación con la finalidad de reducir su diámetro a 6 mm. Luego, es sometida a un proceso de recocido en un baño de aceite a 260°C durante 8 minutos. Una vez transcurrido el tiempo, se instala en una máquina de tracción convencional, estirándola con una velocidad de estiramiento impuesta de 250 mm/minuto. Cabe señalar que al día de hoy, este ensayo aún no está considerado dentro de las normas ASTM de calificación de materiales metálicos. Sin embargo, es reconocido ampliamente en la comunidad europea.

Anterior a este ensayo, existe el ensayo de elongación del resorte. El que se aplica a un alambre trefilado de hasta 2 mm de diámetro y recocido a 700° C durante una hora. Luego, a temperatura ambiente, un metro de este material se enrolla en forma de resorte. Se le cuelga enseguida, una masa de 2 kg en su extremo y se observa al día siguiente la deformación permanente del resorte.

Estos ensayos mencionados se realizan exclusivamente, a partir de alambres fabricados, no existiendo actualmente ensayos mecánicos para cobre de cátodos, ni de ánodos, ni de blíster. Consecuentemente, los resultados obtenidos para los alambres no serían adecuados para calificar los cátodos, ya que como se indicó previamente, el proceso mismo de manufactura de los alambres genera impurezas, y por lo tanto incide en la ductilidad del Cobre, con respecto a la que presentaría el cátodo de Cobre recién formado.

MÉTODOS EXPERIMENTALES.

En esta sección de la memoria se van a exponer brevemente los distintos métodos experimentales desarrollados, incluyendo los métodos numéricos utilizados para la simulación de las probetas con entalle, sometidas a un alargamiento por tracción.

Selección y diseño de probetas.

A partir de las normas ASTM seleccionadas (descritas en los antecedentes), se diseñaron y fabricaron probetas para los ensayos de tracción. Con el fin de poder adaptarlas al dispositivo de tracción, las dimensiones de las probetas se redujeron, manteniendo, sin embargo, la proporcionalidad en relación a las normas escogidas. De esta forma, las probetas que se diseñaron para la simulación numérica, y fabricaron para los ensayos de tracción, fueron las siguientes:

Dimensiones de probetas cilíndricas con entalle, proporcionales a la norma ASTM 602:

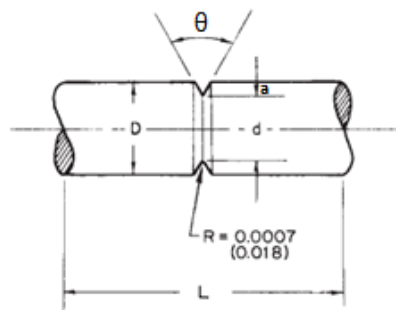


Figura 11: Esquema de probeta cilíndrica con entalle.

D (mm)	d (mm)	L (mm)	a (mm)	θ (°)	Área sección mínima inicial (m ²).
4	2,2	13	0,9	60	$3,8 \times 10^{-6}$
4	2,2	13	0,9	90	$3,8 \times 10^{-6}$

Tabla 7: dimensiones de probeta cilíndrica con entalle. Los planos se encuentran en los anexos.

Dimensiones de probeta plana con entalle, según norma ASTM E338

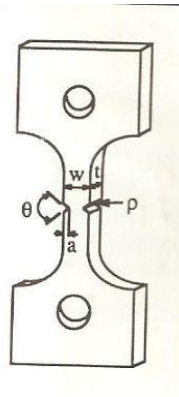


Figura 12: Esquema de probeta plana con entalle.

Dimensiones					
t (mm)	w (mm)	a (mm)	ρ (mm)	θ (°)	Área sección mínima inicial (m ²).
0,4	3	0,7	0,018	60	6.48×10^{-8}
0,4	3	0,7	0,018	90	6.48×10^{-8}
2,35	3	0,7	0,018	60	3.8×10^{-6}
2,35	3	0,7	0,018	90	3.8×10^{-6}

Tabla 8: dimensiones de probeta plana con entalle. Los planos se encuentran en anexos.

Como es indicado en las tablas 4 y 5, se utilizaron 2 ángulos distintos de entalle.

Adicionalmente, se utilizaron probetas planas ASTM E338 con entalle en 60° y 90°, de espesor $t = 2,35$ mm, pero conservando las otras medidas mostradas en la tabla 7, con el fin de estudiar el efecto del espesor en probetas planas.

En la siguiente tabla se muestran todas las probetas que se han diseñado y/o utilizado.

Material	Probeta
Cátodo	Cilíndrica ASTM 60°
	Cilíndrica ASTM 90°
	Plana ASTM 60°
	Plana ASTM 90°
	Plana ASTM 60° espesor 2, 35 mm
	Plana ASTM 90° espesor 2, 35 mm
	Cilíndrica sin entalle
Blíster	Cilíndrica ASTM 60°
	Plana ASTM 60°
	Plana ASTM 90°
Ánodo	Plana ASTM 90°
	Plana ASTM 60°
	Plana ASTM 60° espesor 2, 35 mm
	Plana ASTM 90° espesor 2, 35 mm
Comercial 99,99%	Cilíndrica ASTM 60°
	Cilíndrica ASTM 90°
	Plana ASTM 60°
	Plana ASTM 90°
	Plana ASTM 60° espesor 2, 35 mm
	Plana ASTM 90° espesor 2, 35 mm
	Plana sin entalle

Tabla 9: Tipos de probetas analizadas. Los planos de estas probetas se presentan en los anexos.

Una vez ensayadas las probetas indicadas en la tabla 9, fabricadas con distintos cobres y, por lo tanto, con distinta concentraciones de impureza, se está en condiciones de determinar cuál es la geometría de probeta que acentúa en mayor medida el efecto de los precipitados en la ductilidad del Cobre.

Método numérico: Simulación mediante elementos finitos de los ensayos de tracción.

Mediante elementos finitos, se busca reproducir los campos de deformación y de esfuerzo de una probeta sometida a un ensayo de tracción. El modelo inicial de las probetas se diseña utilizando *Solid Edge*. Las dimensiones de las probetas que se reproducen con *Solid Edge*, están incluidas en las tablas 7 y 8. Sin embargo, antes de cada ensayo, se controlan las dimensiones características de la probeta (zona con entalle) mediante el microscopio óptico con análisis de imagen (ver por ejemplo, figuras 13 y 14). El microscopio está integrado con el dispositivo para ensayos de tracción, permitiendo observar los ensayos *in situ*, es decir: realizar observaciones sucesivas de la probeta, a medida que esta se deforma.

A continuación se muestra una probeta cilíndrica con ángulo de entalle 60° , sus características geométricas se determinan con el dispositivo mencionado anteriormente.

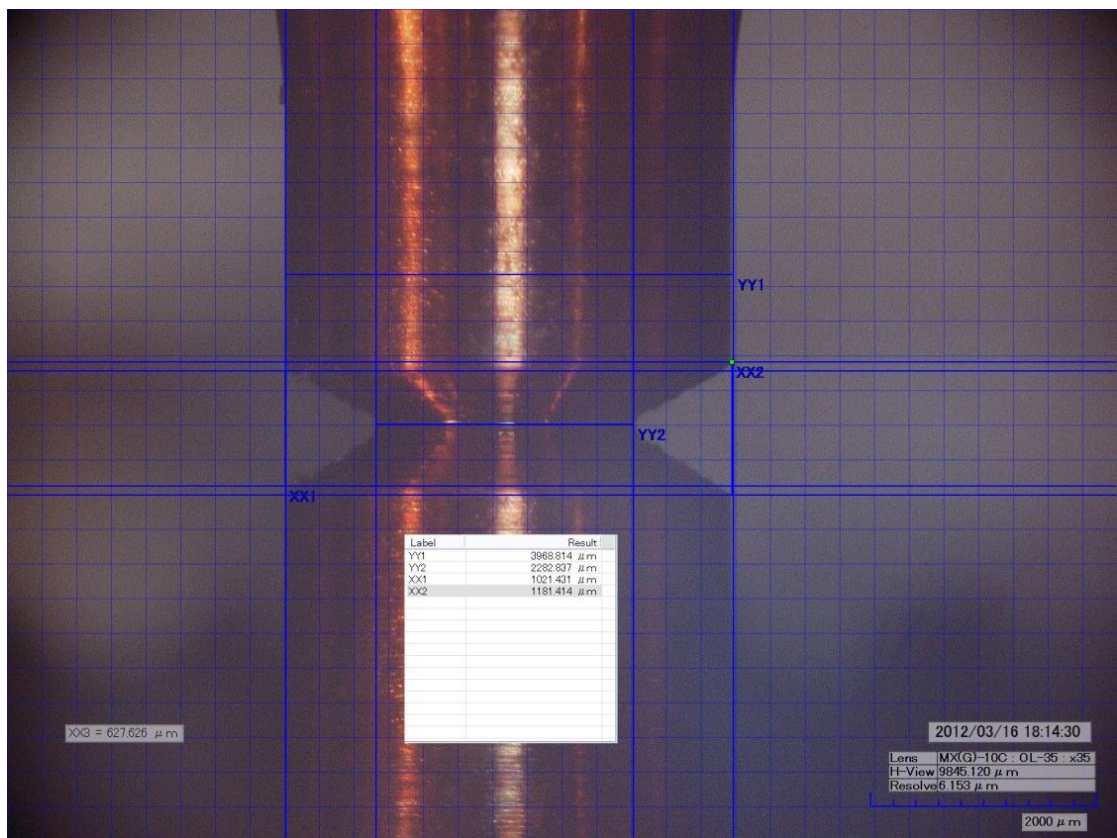


Figura 13: Probeta cilíndrica ASTM con entalle en 60° . En el recuadro se indican sus dimensiones características, que se obtuvieron por mediciones directas. Observación:
YY1: Es el diámetro de la probeta sin entalle (en micrómetros).
YY2: Es el diámetro efectivo de la probeta con entalle (en micrómetros).
XX1: Distancia entre punta de los entalles al lado izquierdo (en micrómetros).
XX2: Distancia entre punta de los entalles al lado derecho (en micrómetros).

El mismo procedimiento de control de dimensiones fue aplicado a las probetas planas con entalle.

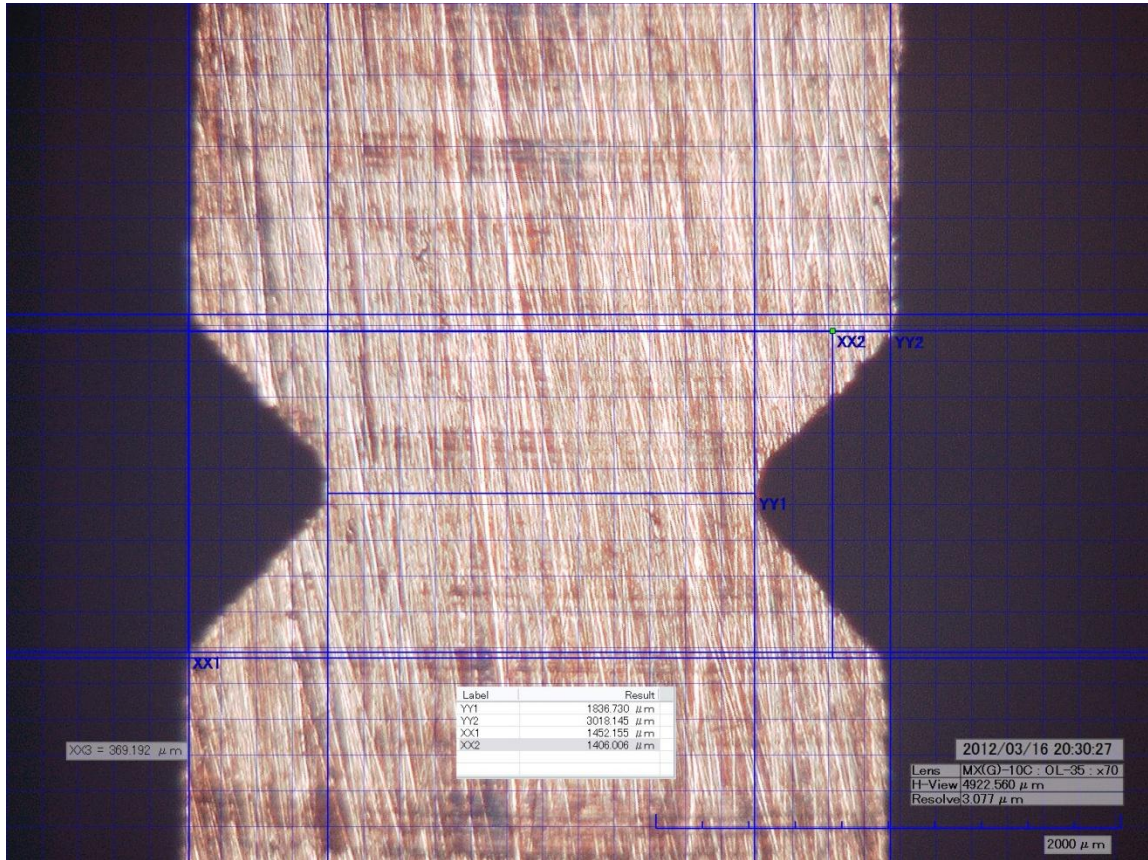
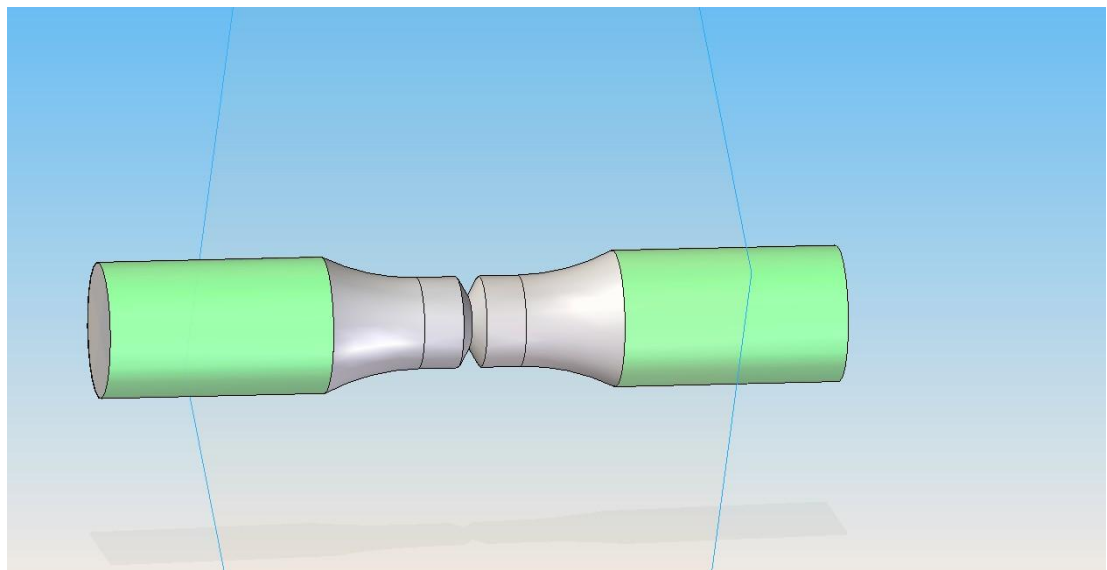
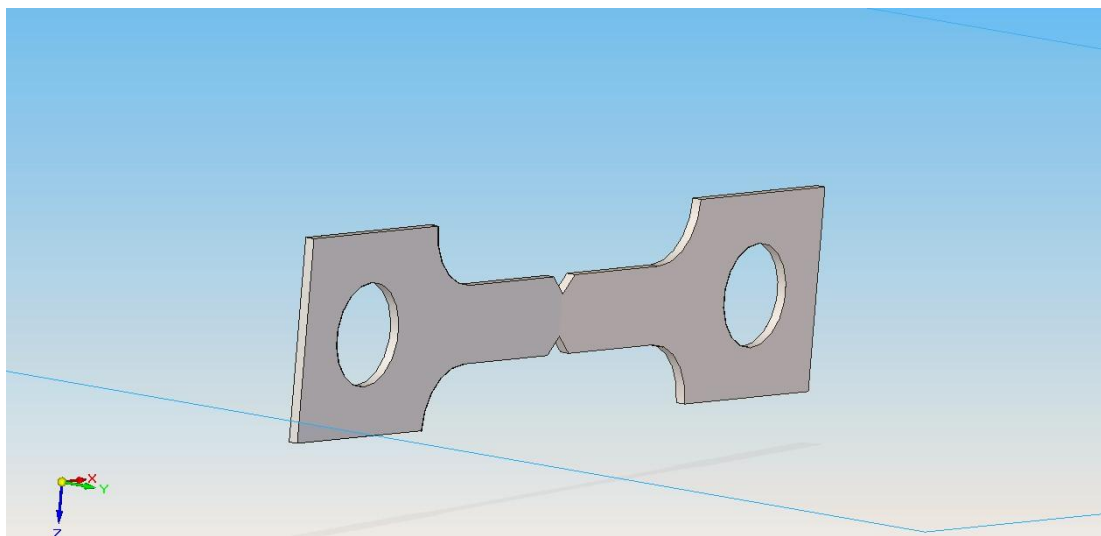


Figura 14: Probeta plana ASTM con entalle en 90°. En el recuadro se indican sus dimensiones características, que se obtuvieron por mediciones directas. Observación:
YY1: Es el ancho de la probeta sin entalle (en micrómetros).
YY2: Es el ancho efectivo de la probeta con entalle (en micrómetros).
XX1: Distancia entre punta de los entalles al lado izquierdo (en micrómetros).
XX2: Distancia entre punta de los entalles al lado derecho (en micrómetros).

A partir de las medidas obtenidas ópticamente, y con el programa *Solid Edge*, se construyen los modelos de las probetas que se utilizarán para la simulación por elementos finitos del ensayo de tracción mediante el programa ANSYS.



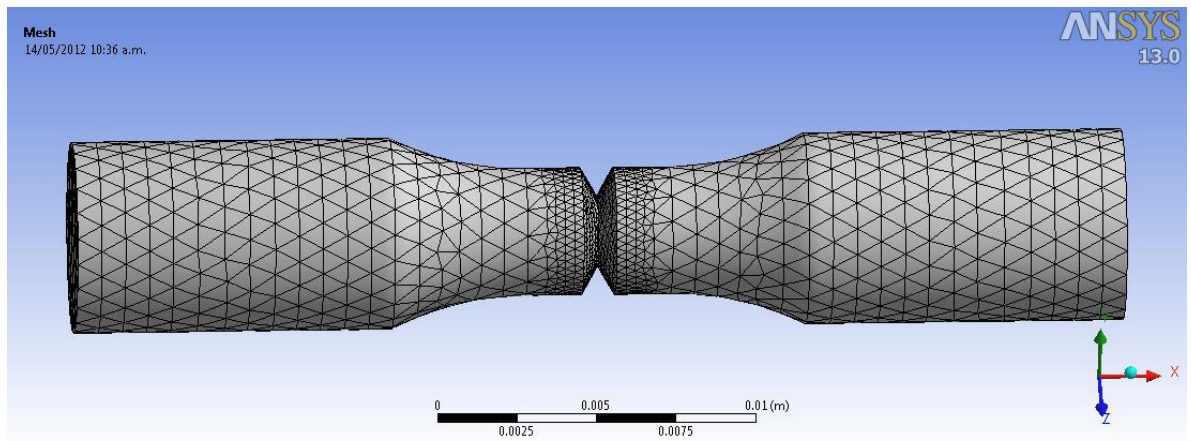
(a)



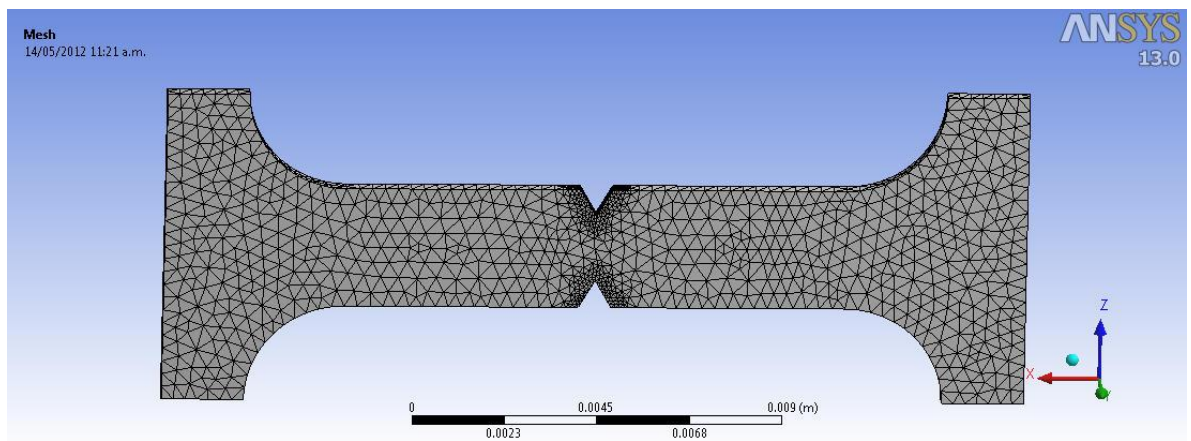
(b)

Figura 15: probetas diseñadas con Solid Edge que se utilizarán para la simulación por elementos finitos.(a) Probeta cilíndrica ASTM con entalle 60°;(b) probeta plana ASTM con entalle 90°.

Para ejecutar la simulación con el modo estructural estático de ANSYS, se procedió primero a realizar el mallado de las probetas. Como se procede habitualmente, la malla fue refinada sólo en la zona del entalle, zona en la cual se concentran los esfuerzos. En la siguiente figura (n° 16) se muestra el mallado realizado para los 2 tipos de probetas.



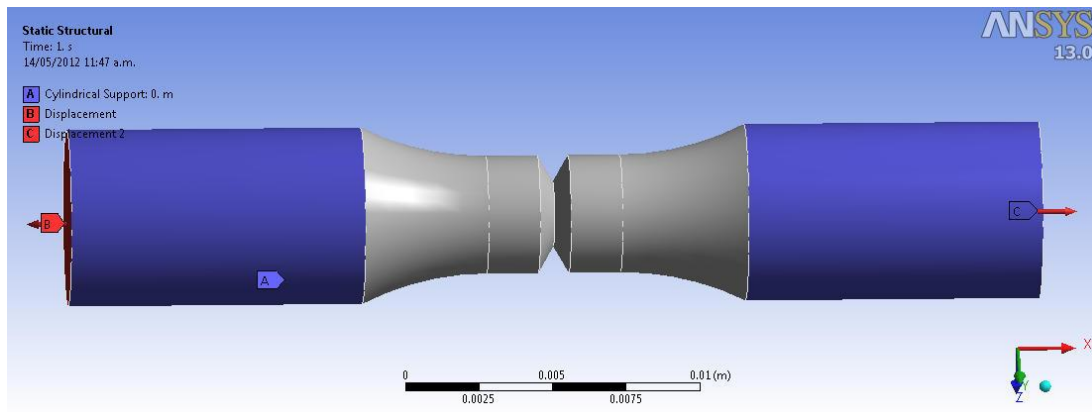
(a)



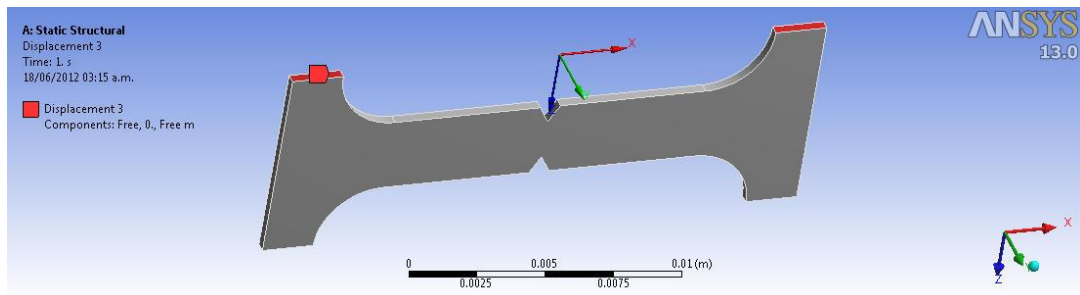
(b)

Figura 16: Representación de las mallas utilizadas para la simulación por elementos finitos.(a) Probeta cilíndrica ASTM con entalle 60°;(b) probeta plana ASTM con entalle 90°.

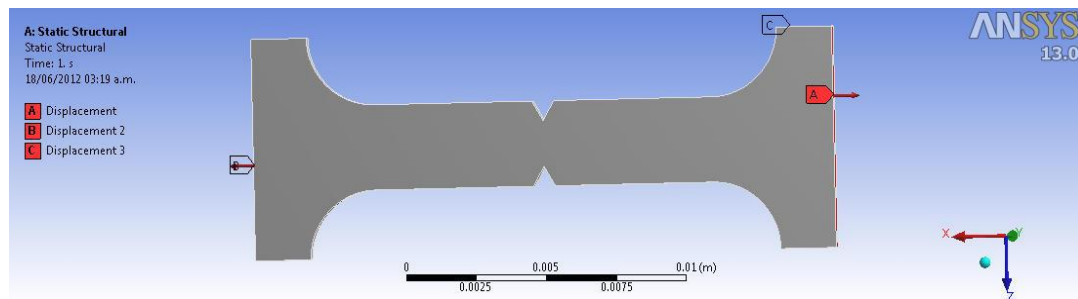
Para realizar la simulación, primero se aplica al modelo el material que se utilizará en la simulación. Este corresponde a un cobre, que viene incorporado con las opciones de ANSYS. Tiene una densidad de 8900 Kg/m^3 , modulo de Young de 119 GPa, coeficiente de Poisson de 0,34 y límite elástico de 280 MPa. Luego, se impone a cada tipo de probeta un desplazamiento, similar al observado durante el ensayo experimental. En el caso de las probetas cilíndricas se usó la condición de borde de soporte cilíndrico, de manera de mantener la dirección de tracción y el eje de la probeta colineales. En el caso de las probetas planas, se restringió el desplazamiento en la dirección perpendicular al eje de tracción (condición similar a una deformación plana). Las siguientes figuras muestran las condiciones de desplazamiento y de borde para cada tipo de probeta.



(a)



(b)



(c)

Figura 17: Representación de las condiciones de desplazamiento y borde para la simulación por elementos finitos (a) probeta cilíndrica ASTM con entalle 60° ; el eje de desplazamiento es longitudinal (ver flechas rojas) y se aplica en las caras externas; las zonas azules mantienen la dirección de tracción y el eje de la probeta colineales. (b) probeta plana ASTM con entalle 90° Las zonas rojas en la probeta indican las zonas donde se imponen las condiciones de borde. (c) probeta plana ASTM con entalle 90° Las flechas rojas en la probeta indican la dirección de los desplazamientos.

Para optimizar los elementos de la malla, se aumentó el número de elementos, manteniendo las condiciones de borde y desplazamiento antes impuestas en ambas probetas. La siguiente tabla muestra la cantidad de elementos usados para cada probeta.

Tipo de probeta	Número de elementos		
	Cilíndrica ASTM con ángulo de entalle 60°	17182	68634
Plana ASTM con ángulo de entalle 60°	10852	24344	42605

Tabla 10: Número de elementos usados en las simulaciones para optimizar los elementos de la malla.

La simulación permite determinar los campos de esfuerzo generados por el desplazamiento que se impuso. El desplazamiento impuesto para las probetas cilíndricas fue de 1 mm, y para las probetas planas de 1,4 mm. Los tipos de esfuerzos determinados son los siguientes.

- Los esfuerzos principales σ_1 , σ_2 y σ_3 .
- El esfuerzo equivalente o de Von Mises:

$$\sigma_e = \left[\frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2} \right]^{1/2}$$

- Esfuerzo hidrostático:

$$\sigma_h = \frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)$$

- Esfuerzo de corte máximo:

- $\sigma_c = \frac{1}{2}(\sigma_1 - \sigma_3)$

➤ Ensayos de tracción

Para realizar los ensayos de tracción se utiliza un dispositivo de sollicitación axial simétrica. Distintos tipos de mordazas permiten instalar probetas planas como cilíndricas. Las señales provenientes de los captadores de fuerza y desplazamiento se registran durante el ensayo a través de una tarjeta de adquisición de datos. Un programa de control impone los parámetros escogidos: velocidad de tracción constante, fuerza y desplazamiento límites. El programa de control del ensayo permite seguir en pantalla la curva de fuerza vs alargamiento y adquirir estas variables en el tiempo. Las velocidades de alargamiento impuestas en todos los ensayos fueron de 10 $\mu\text{m/s}$.

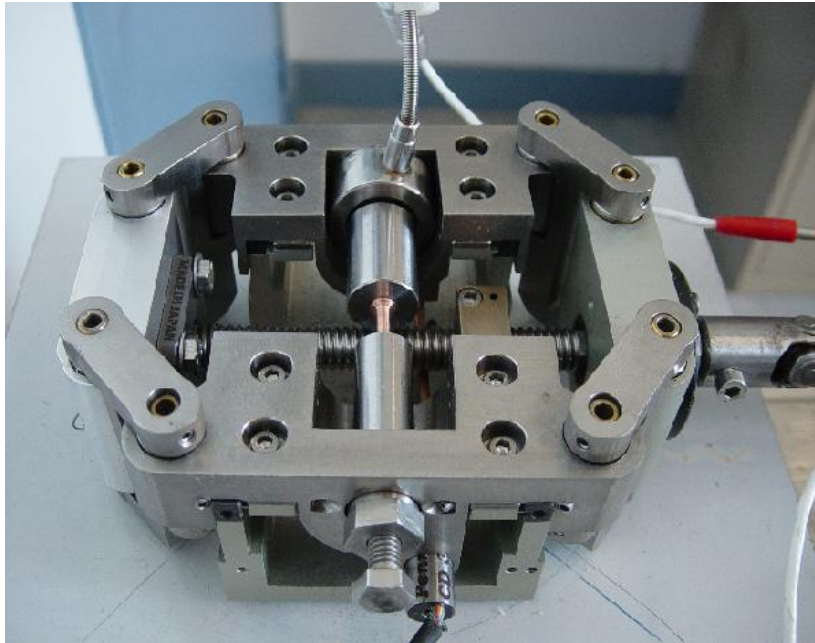


Figura 18: Dispositivo de sollicitación axial simétrica.

Procesamiento de los resultados obtenidos en los ensayos de tracción.

Considerando la geometría de la probeta, se determinan a partir de la evolución de los parámetros del ensayo (fuerza y desplazamiento) el esfuerzo y la deformación ingenieril según las siguientes fórmulas:

$$S = \frac{F}{A_0}$$
$$e = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0}$$

Donde S es el esfuerzo ingenieril, F es la fuerza obtenida, A_0 es el área de la sección inicial mínima del entalle, que varía según la probeta, l_0 es el largo útil inicial de la probeta y Δl es el desplazamiento instantáneo de la probeta, valor que entrega el ensayo y e es la deformación ingenieril. Luego, al graficar estos resultados se obtiene la curva de esfuerzo vs deformación ingenieril.

Para eliminar la rigidez de la máquina, se procede a recuperar gráficamente el módulo de Young del Cobre, $E = 119 \text{ GPa}$ (este valor se obtuvo a partir de un estudio realizado por R.P Reed y R. P. Mikesell [17]). Luego, en cada punto se considera el

esfuerzo medido (S) y se corrige la deformación experimental e_{exp} a deformación corregida e_{corr} . La siguiente relación resume el proceso de corrección de las curvas, con respecto a la rigidez del dispositivo:

Si $S = E * e$, entonces:

$$e_{corr} = e_{exp} - \frac{S}{\underbrace{E_{exp}}_{descarga}} + \frac{S}{\underbrace{E_{real}}_{carga}}$$

Finalmente, se obtiene la curva ingenieril corregida, con lo que se procede a calcular la curva real, de la siguiente forma:

$$\epsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln(e + 1)$$

$$\sigma = \frac{F}{A} = S (e + 1)$$

Donde ϵ es la deformación real, l es el largo instantáneo de la probeta, σ es el esfuerzo real y A es el área instantánea de la probeta. La figura 19 muestra un ejemplo, de una curva ingenieril corregida, más la curva real.

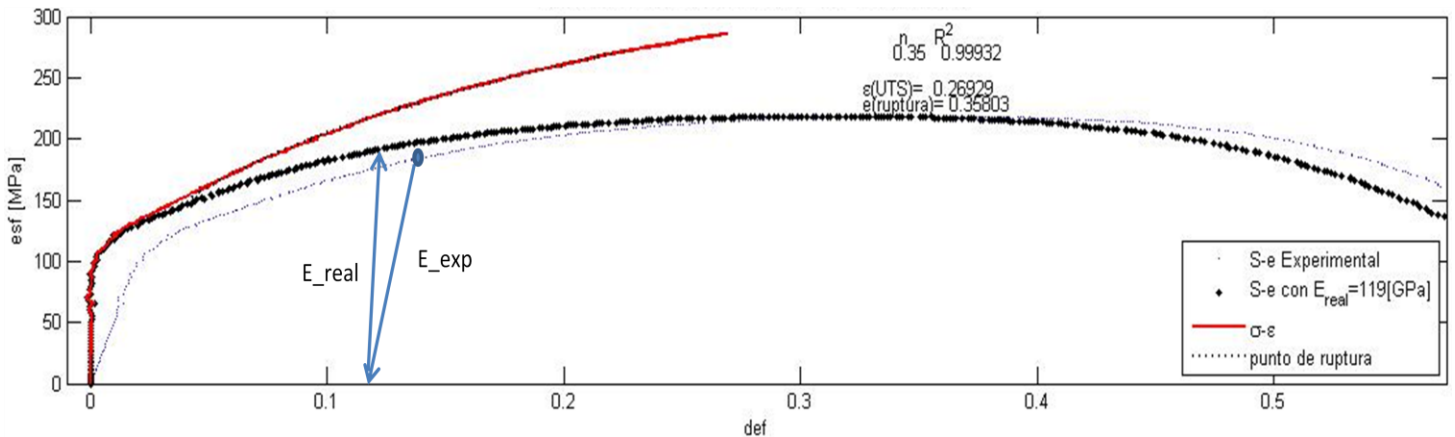


Figura 19: Ejemplo de curva ingenieril corregida (en negro), más la curva real asociada (en rojo). Se muestra como la rutina programada en Matlab© corrige el módulo.

Sobre estos valores se ajusta el modelo de Hollomon. Se calculan los parámetros pertinentes a este modelo. Además, el programa encuentra el punto de fluencia del material, con el criterio del 0,2%, y el punto de ruptura. Todo este procedimiento se realiza en una rutina programada en el programa MATLAB©, la que se agrega en anexos.

Evaluación de la ductilidad reducida para probetas con entalle

Considerando que la ruptura del material se inicia a partir de la estricción (deformación heterogénea y localización de daño), se deduce que la deformación real uniforme y homogénea es igual al factor de endurecimiento por la ley de Hollomon ($\epsilon_u = n$), explicado en antecedentes:

De esta forma la razón ϵ_u/n refleja el grado de homogeneidad de la deformación y permite comparar la respuesta de un material con respecto a otro. Cuanto más homogénea y uniformemente repartida sea la deformación irreversible de un material, más cercana a 1 será la razón ϵ_u/n . Se puede entonces asociar este término empírico a la ductilidad del material.

Tomando en cuenta que la deformación homogénea del material (por tracción uniaxial por ejemplo) se reduce por la presencia de un entalle, que consecuentemente va a acelerar su ruptura, se aplicó la relación deducida de la ley de Hollomon, para comparar la extensión de la deformación homogénea de un material con respecto a otro, antes de la ruptura.

Además de este parámetro, la forma de la curva esfuerzo-deformación permite deducir la extensión de la deformación inhomogénea. Según los mecanismos que activan el proceso de ruptura esta puede ser más o menos extendida. Su extensión está dada por la diferencia entre e_r (deformación a la ruptura) y ϵ_{uts} (deformación al esfuerzo máximo).

Determinación de la resistencia al entalle y otras propiedades mecánicas.

Como es señalado en los antecedentes, la resistencia al entalle permite evaluar para cada tipo de probeta y para cada tipo de cobre una resistencia a la ruptura, generada por el campo de esfuerzos en torno al entalle. Además de este valor, se determina el límite elástico y el esfuerzo de ruptura al final de cada probeta.

Determinación de la reducción del área central de las probetas y del alargamiento correspondiente a la abertura del entalle.

Con el microscopio óptico se toman las medidas relevantes para el estudio de la deformación de las probetas, antes de realizar el ensayo y en la última imagen tomada antes de la fractura, y se comparan las dimensiones antes y después del ensayo. En las imágenes a continuación se muestran ejemplos con respecto a las distancias medidas.

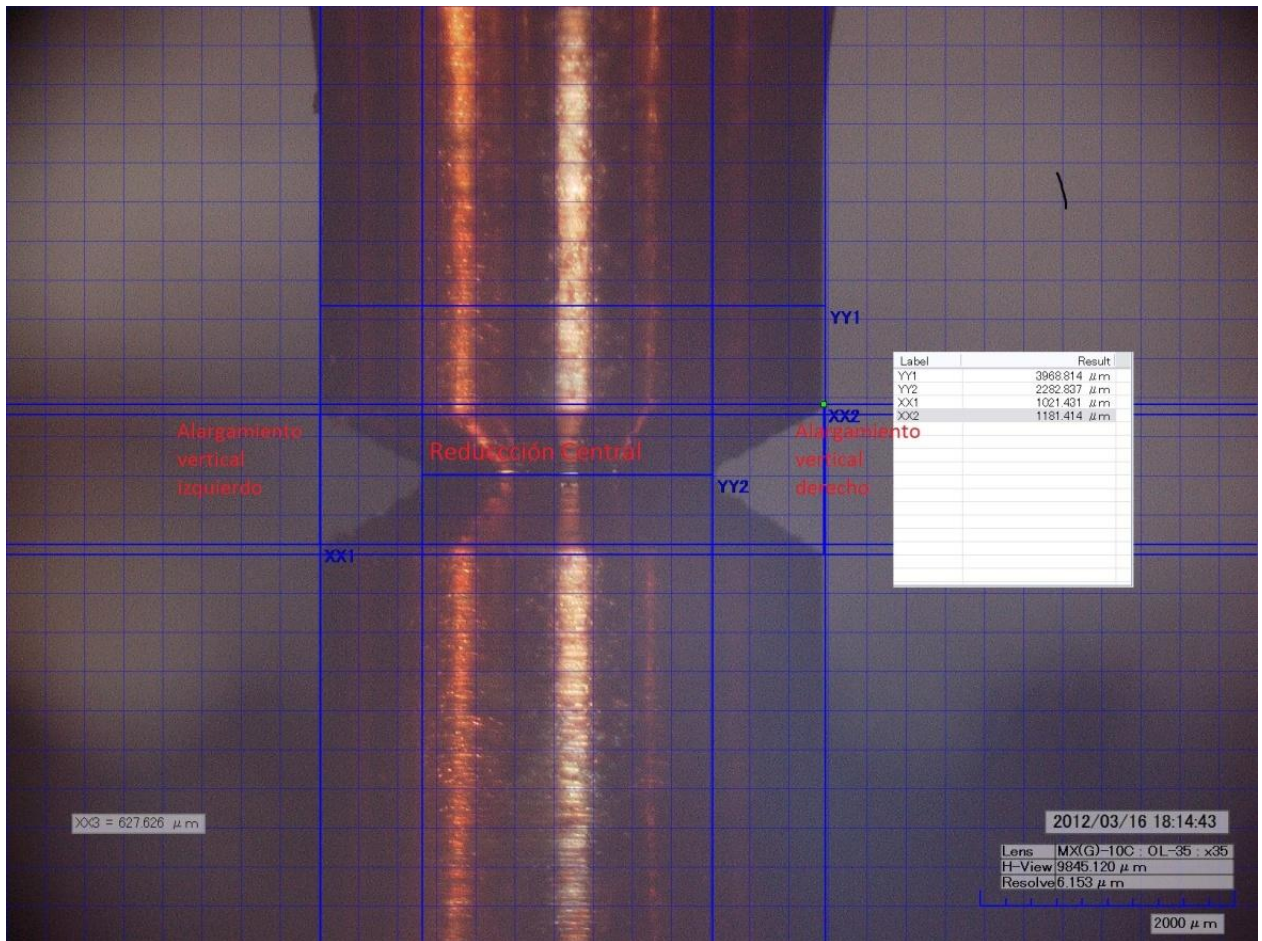


Figura 20: Dimensiones relevantes de una probeta cilíndrica con entalle. Se mide la reducción central del diámetro de la sección entallada (distancia YY2 en la imagen) y el alargamiento entre las puntas de los entalles (distancias XX1 y XX2 en la imagen).

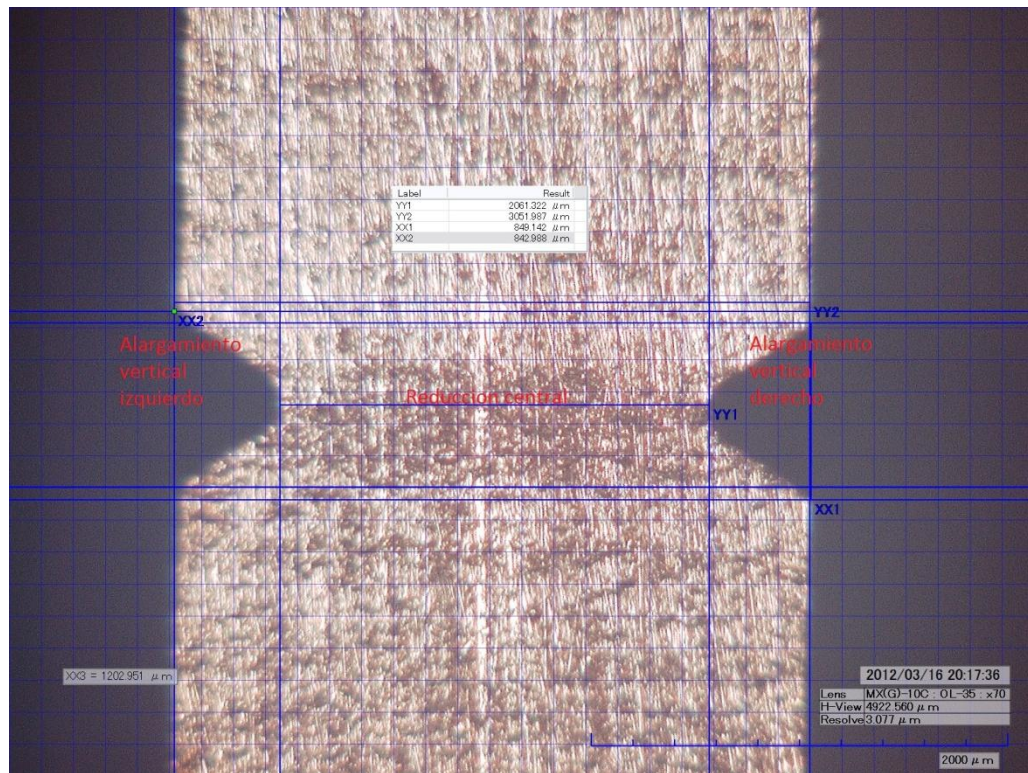


Figura 21: Dimensiones relevantes de probeta plana con entalle. Se mide la reducción central del ancho de la sección entallada (distancia YY1 en la imagen) y el alargamiento entre las puntas de los entalles (distancias XX2 y XX1 en la imagen).

A partir de las medidas efectuadas se calculan los siguientes parámetros:

Reducción central: Razón entre la diferencia del diámetro inicial del entalle y el diámetro antes de la ruptura, con respecto al diámetro inicial, en el caso de las probetas cilíndricas, y para las probetas planas se considera una razón similar, pero tomando en cuenta la distancia inicial entre la punta de los entalles y la distancia antes de la ruptura. Su ecuación es:

$$\frac{D_o - D_f}{D_o}$$

Con D_o , el diámetro inicial del entalle para probetas cilíndricas y la distancia inicial entre la punta de los entalles para probetas planas, y D_f la magnitud de estos antes de la ruptura.

Alargamiento vertical: Razón equivalente a la anterior, pero en relación a la apertura del entalle. Su ecuación es:

$$\frac{L_f - L_0}{L_0}$$

Con, L_0 , la distancia inicial de abertura entre los entalles y L_f la final.

Finalmente, se calculó el cociente entre la reducción central y el alargamiento vertical, para determinar en cuál de estas 2 zonas se concentra la deformación de las probetas.

Análisis químico y fractografía.

El análisis químico fue realizado por la empresa Evans Analytical Group, en Francia y para ello se utilizaron muestras de las probetas ya fracturadas durante los ensayos de tracción.

Las fractografías fueron realizadas en el Institut polytechnique de Grenoble (INPG), Francia.

RESULTADOS.

Simulación de la repartición de esfuerzos mediante elementos finitos.

A continuación se presentan los resultados de la modelación mediante elementos finitos. En la tabla 11, los valores mostrados corresponden a los máximos esfuerzos deducidos de las simulaciones, ubicados en la zona del entalle de las probetas. Para las probetas sin entalle, estos valores se encontraban en la zona útil de la probeta.

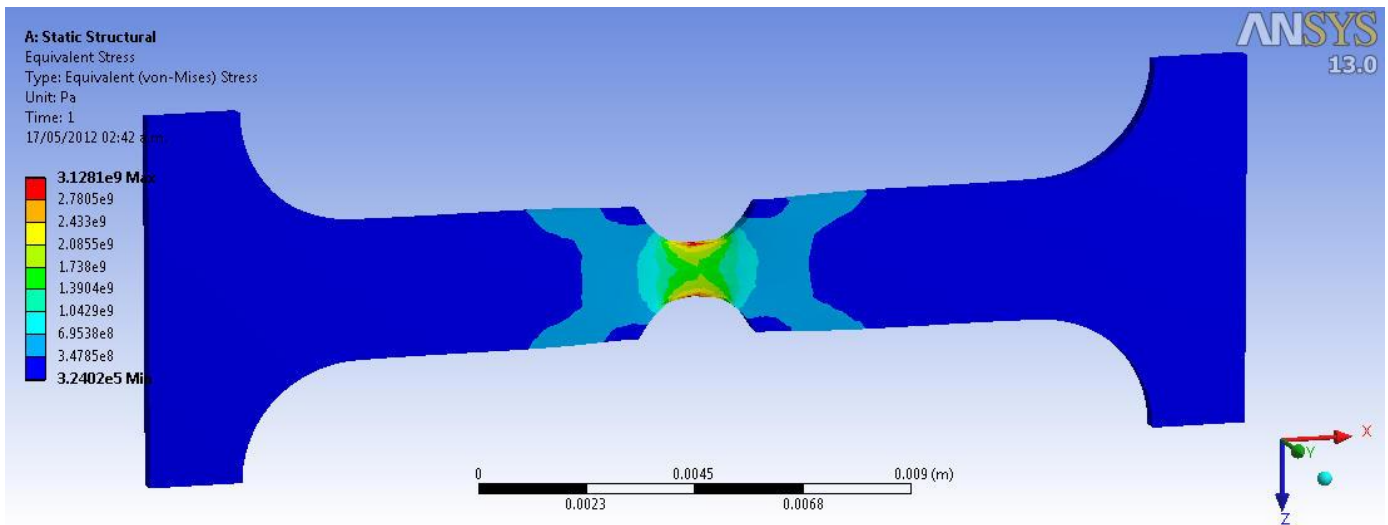


Figura 22: Simulación por elementos finitos del esfuerzo equivalente (Von Mises) en una probeta ASTM plana con entalle en 60° sometida a un ensayo de tracción.

Tipo probeta	Esfuerzo equivalente [Pa]	Esfuerzos principales			Esfuerzo hidrostático [Pa]	Esfuerzo de corte máximo [Pa]
		σ_1 [Pa]	σ_2 [Pa]	σ_3 [Pa]		
Plana ASTM ángulo entalle 60°	3.128x10 ⁹	3.7273x10 ⁹	1.2899x10 ⁹	4.2369x10 ⁸	1.6548x10 ⁹	1.7164x10 ⁹
Plana ASTM ángulo entalle 90°	2.5698x10 ⁹	2.9721x10 ⁹	7.6563x10 ⁸	3.5158x10 ⁸	1.342x10 ⁹	1.4018x10 ⁹
Plana ASTM ángulo entalle 60°, espesor 1.5 mm.	2.341x10 ⁹	2.718x10 ⁹	6.7998x10 ⁸	3.2392x10 ⁸	1.2098x10 ⁹	1.248x10 ⁹
Plana ASTM ángulo entalle 60°, espesor 2.35 mm.	2.0228x10 ⁹	2.2761x10 ⁹	5.3935x10 ⁸	3.6749x10 ⁸	1.0335x10 ⁹	1.0543x10 ⁹
Plana sin entalle	5.5814x10 ⁸	5.5896x10 ⁸	5.7336x10 ⁷	1.4218x10 ⁷	1.8916x10 ⁸	2.7949x10 ⁸
Cilíndrica ASTM ángulo entalle 60°	1.236x10 ⁹	2.6018x10 ⁹	1.8553x10 ⁹	1.3385x10 ⁹	1.904x10 ⁹	7.0334x10 ⁸
Cilíndrica ASTM ángulo entalle 90°	1.3252x10 ⁹	2.4271x10 ⁹	1.5078x10 ⁹	9.0806x10 ⁸	1.6143x10 ⁹	7.5951x10 ⁸
Cilíndricas sin entalle	1.2928x10 ⁹	1.318x10 ⁹	1.3105x10 ⁸	1.2543x10 ⁸	4.563x10 ⁸	6.5027x10 ⁸

Tabla 11: Resultados de la simulación por elementos finitos. Los resultados presentados corresponden para una malla con 10852 elementos para las probetas planas y 17182 elementos para las probetas cilíndricas.

También se realizó un estudio de la calidad de la malla utilizada, por lo que se simuló con 3 tipos de mallas distintas, variando el número de elementos. El número de elementos para cada malla se muestra en la tabla 10. Los resultados obtenidos se presentan en los siguientes gráficos.

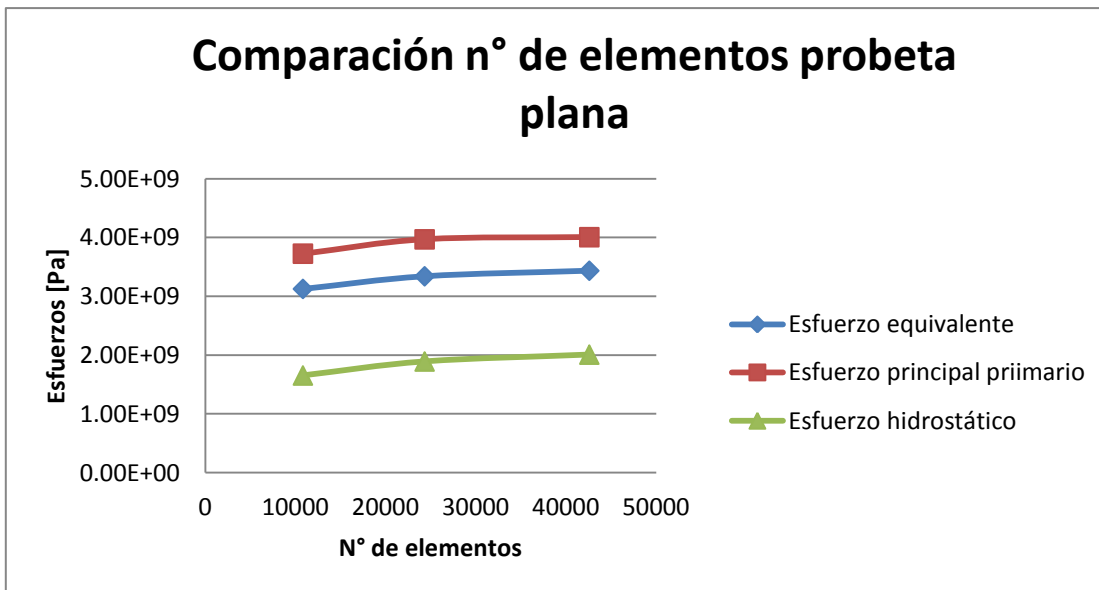


Gráfico 2: Resultados para 3 variables en estudio, esfuerzo equivalente, esfuerzo principal primario y esfuerzo hidrostático, al modificar el número de elementos en la simulación para la probeta ASTM plana con entalle en 60°.

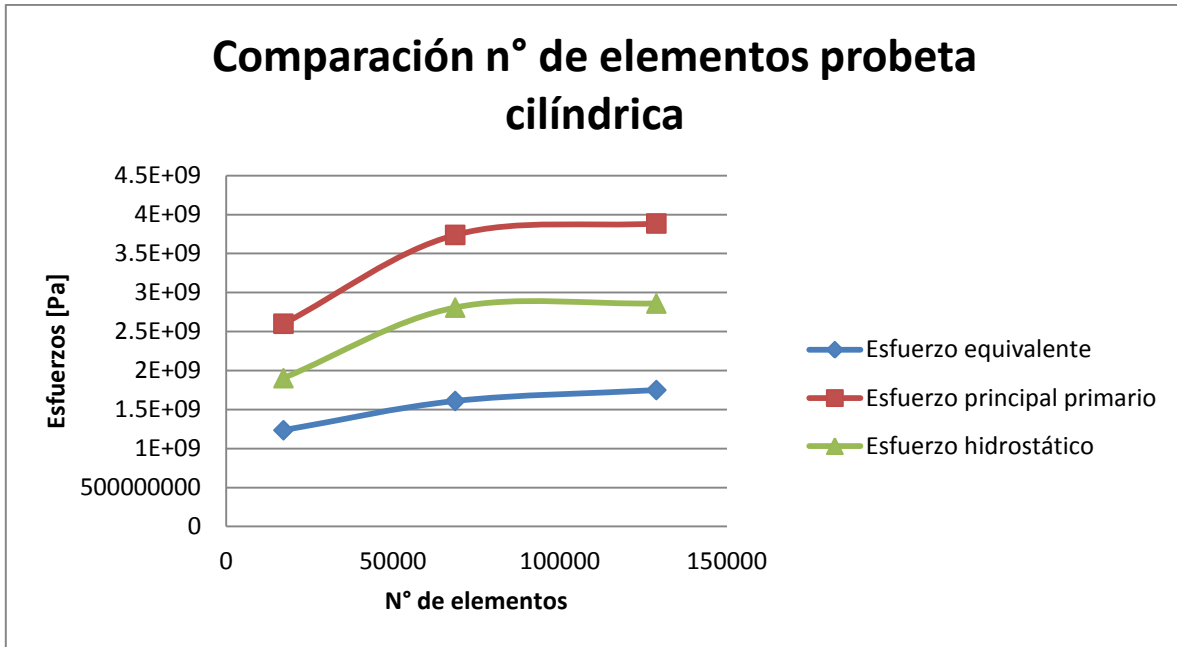


Gráfico 3: Resultados para 3 variables en estudio, esfuerzo equivalente, esfuerzo principal primario y esfuerzo hidrostático, al modificar el número de elementos en la simulación para la probeta ASTM cilíndrica con entalle en 60° .

Finalmente, se agrega una imagen con el resultado de esfuerzo equivalente para la simulación de una probeta ASTM cilíndrica con entalle en 60°. Para los resultados de todas las probetas, consultar el anexo.

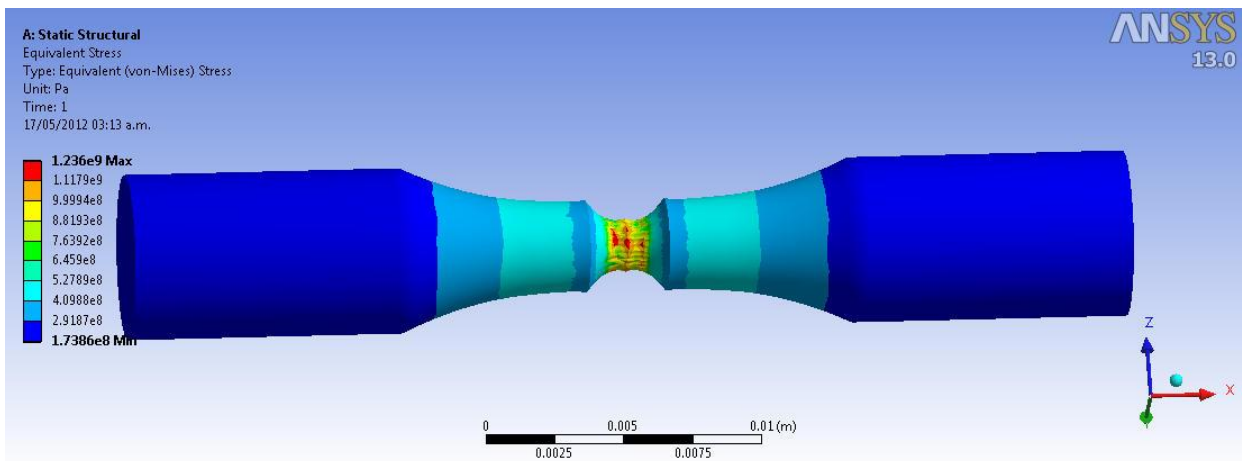


Figura 23: Resultado de la simulación por elementos finitos correspondiente a una probeta ASTM cilíndrica con entalle en 60°. Este resultado es del esfuerzo equivalente (Von Misses)

Ensayos de tracción sobre las probetas diseñadas.

Los resultados de los ensayos de tracción se presentarán en 2 tablas. La primera muestra las propiedades mecánicas determinadas. La segunda tabla muestra los valores obtenidos de los parámetros de ductilidad que se explicaron en los métodos experimentales. Las curvas de tracción de todas las probetas están disponibles en los anexos.

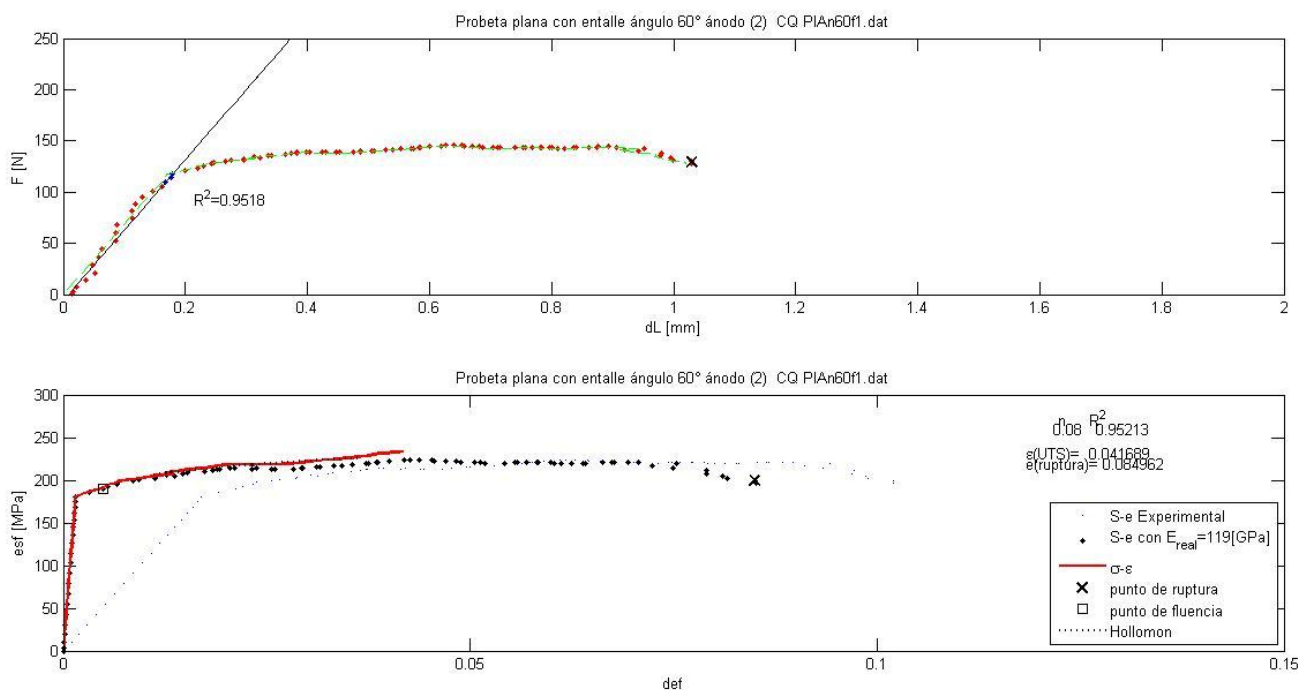


Figura 24: Curvas del ensayo de tracción para una probeta ASTM plana con entalle en 60° de ánodo. La curva superior corresponde a la curva Fuerza v/s desplazamiento obtenida del ensayo de tracción, y la inferior es una superposición de las curvas esfuerzo v/s deformación, obtenida experimentalmente y después del procesamiento de los datos. En rojo se muestra la curva esfuerzo-deformación real, mientras que los puntos negros corresponden a la curva esfuerzo-deformación ingenieril.

Material	Tipo probeta	Límite elástico [MPa]	Resistencia al entalle [MPa]	Esfuerzo de ruptura [MPa]
Cátodo	Cilíndrica ASTM 60°	544,4	547,4	546,5
	Cilíndrica ASTM 90°	523,8	534,5	532,1
	Plana ASTM 60° (1)	374,5	383,4	377,8
	Plana ASTM 60° (2)	190,2	263,8	256,6
	Plana ASTM 60° (3)	230	321,5	277,8
	Plana ASTM 90° (1)	336,3	352	346,6
	Plana ASTM 90° (2)	164,9	299,1	264,1
	Plana ASTM 90° (3)	215,9	284,1	268,3
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	109,1	316,2	312,7
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	205,1	292,3	288,3
	Cilíndrica sin entalle	100,8	-	131,86
Blíster	Cilíndrica ASTM 60°	579,3	582,1	582,1
	Plana ASTM 60° (1)	192	320,2	286,1
	Plana ASTM 60° (2)	283	316,8	283
	Plana ASTM 90° (1)	210,7	288,7	267,2
	Plana ASTM 90° (2)	204,3	282,9	265,9
Ánodo	Plana ASTM 60° (1)	169,7	207,5	163,5
	Plana ASTM 60° (2)	189,8	223,6	196,4
	Plana ASTM 90° (1)	171,7	209,8	195,7
	Plana ASTM 90° (2)	158,6	194,6	160,1
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	69,9	212,9	212,7
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	122,7	196,3	196,3
Comercial 99,99%	Cilíndrica ASTM 60°	508,2	518,3	517
	Cilíndrica ASTM 90°	508,4	526,1	515,1
	Plana ASTM 60°	229,9	403,7	386,8
	Plana ASTM 90°	349	366,3	355,5
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	416,6	427,8	362,7
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	400,3	405,4	346,5
	Plana sin entalle	303,8	-	214,4

Tabla 12: Propiedades mecánicas de las probetas traccionadas. El número entre paréntesis en la columna de las probetas corresponde al número de ensayo realizado de la probeta, en correlación con las curvas de tracción presentadas en anexos.

Material	Tipo probeta	ϵ_u	n	ϵ_u/n	e_r	$e_r - \epsilon_u$
Cátodo	Cilíndrica ASTM 60°	0,0097	0,02	0,485	0,0976	0,00005
	Cilíndrica ASTM 90°	0,013	0,04	0,325	0,0131	0,0001
	Plana ASTM 60° (1)	0,01	0,05	0,2	0,012	0,002
	Plana ASTM 60° (2)	0,085	0,12	0,7	0,1	0,015
	Plana ASTM 60° (3)	0,0565	0,12	0,47	0,108	0,0515
	Plana ASTM 90° (1)	0,01	0,07	0,14	0,013	0,003
	Plana ASTM 90° (2)	0,07	0,14	0,5	0,0947	0,0241
	Plana ASTM 90° (3)	0,066	0,11	0,6	0,078	0,012
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	0,1211	0,27	0,448	0,139	0,0179
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	0,109	0,22	0,49	0,124	0,015
	Cilíndrica sin entalle	0,27	0,35	0,77	0,58	0,31
Blíster	Cilíndrica ASTM 60°	0,0087	0,04	0,218	0,00875	0,00004
	Plana ASTM 60° (1)	0,0271	0,22	0,12	0,043	0,016
	Plana ASTM 60° (2)	0,014	0,21	0,067	0,04	0,026
	Plana ASTM 90° (1)	0,014	0,33	0,042	0,033	0,019
	Plana ASTM 90° (2)	0,028	0,12	0,23	0,0374	0,094
Ánodo	Plana ASTM 60° (1)	0,063	0,1	0,73	0,098	0,025
	Plana ASTM 60° (2)	0,0417	0,08	0,521	0,085	0,043
	Plana ASTM 90° (1)	0,0638	0,11	0,58	0,0736	0,01
	Plana ASTM 90° (2)	0,0613	0,09	0,68	0,071	0,01
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	0,0791	0,29	0,27	0,0823	0,0032
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	0,054	0,19	0,28	0,055	0,001
Comercial 99,99%	Cilíndrica ASTM 60°	0,0122	0,03	0,4	0,0122	0,00007
	Cilíndrica ASTM 90°	0,029	0,05	0,258	0,0195	0,0066
	Plana ASTM 60°	0,024	0,36	0,07	0,03	0,006
	Plana ASTM 90°	0,01	0,06	0,16	0,0155	0,0055
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	0,014	0,04	0,35	0,046	0,032
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	0,027	0,02	0,04	0,042	0,03
	Plana sin entalle	0,01	0,06	0,17	0,111	0,101

Tabla 13: Parámetros de ductilidad de las probetas traccionadas. El número entre paréntesis en la columna de las probetas corresponde al número de ensayo realizado de la probeta, en correlación con las curvas de tracción presentadas en anexos

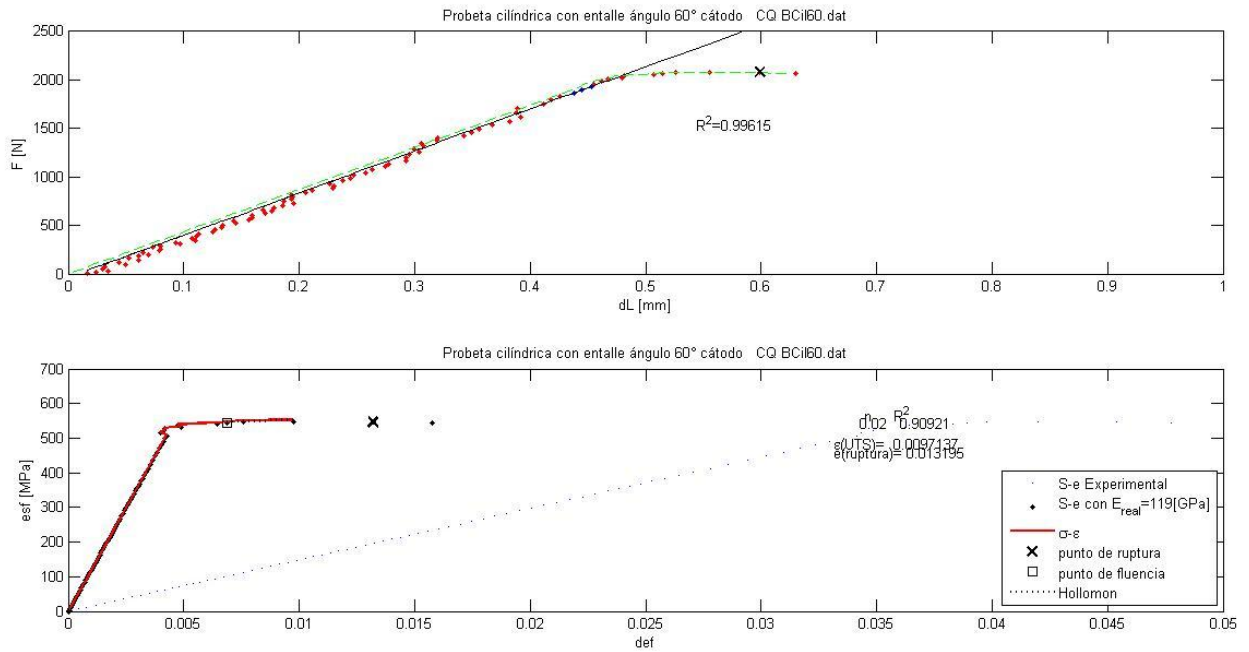


Figura 25: Curvas del ensayo de tracción para una probeta ASTM cilíndrica con entalle en 60° de cátodo. La curva superior corresponde a la curva Fuerza v/s desplazamiento obtenida del ensayo de tracción, y la inferior son las curvas esfuerzo v/s deformación, obtenida por el procesamiento de los datos. En rojo: la curva esfuerzo-deformación real, y los puntos negros corresponden a la curva esfuerzo-deformación ingeneril

Determinación de la reducción del área central de las probetas y del alargamiento vertical correspondiente a la abertura del entalle.

En los métodos experimentales se explican las variables determinadas, a partir de las medidas de distancias iniciales y finales (ruptura) correspondientes a la sección mínima de la probeta (a nivel del entalle) y a la distancia de abertura del ángulo del entalle. Los valores de estas medidas se encuentran en la tabla que sigue: Tabla 14.

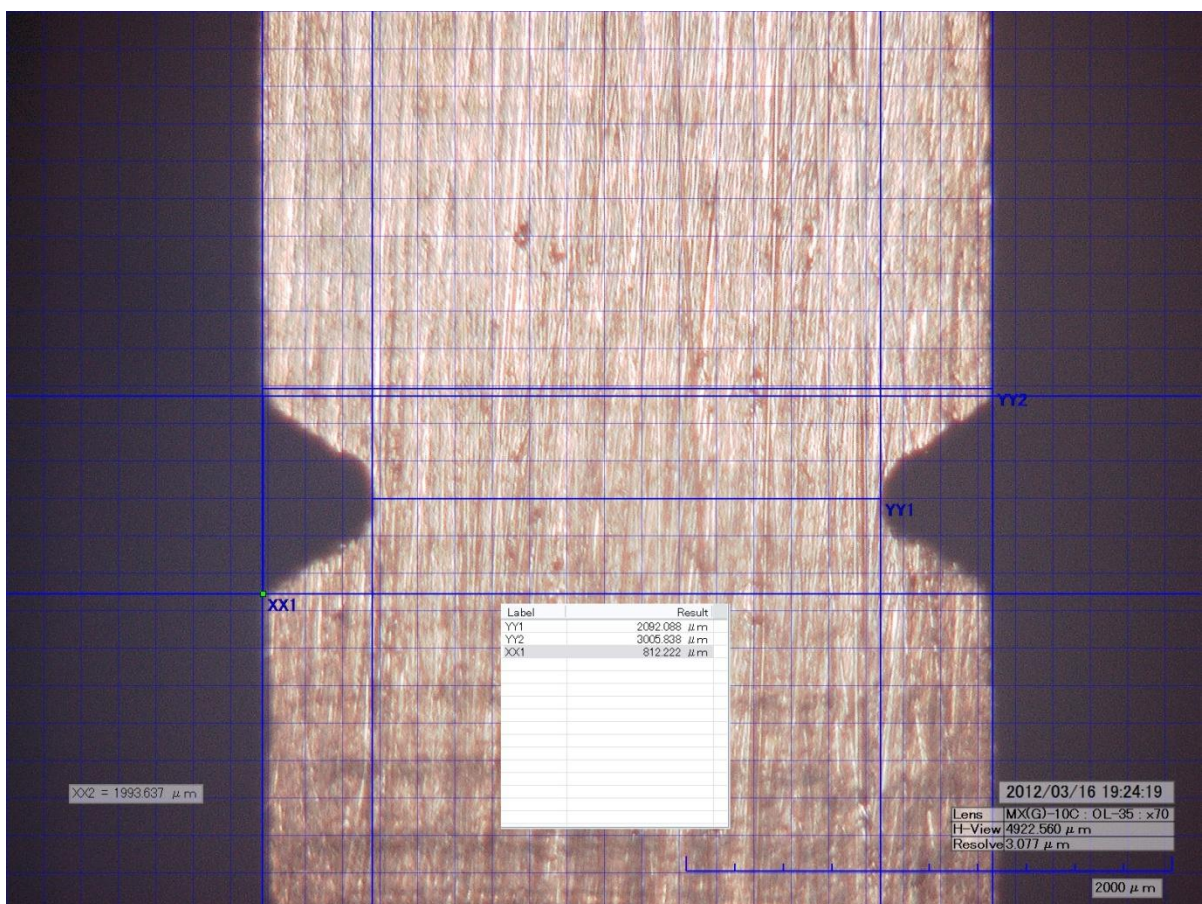


Figura 26: Medidas de la probeta ASTM plana con entalle en 60° de cobre comercial 99,99% en el momento previo al ensayo. Las medidas en la imagen son:

- YY2: Es el ancho de la probeta sin entalle (en micrómetros).
- YY1: Es el ancho efectivo de la probeta con entalle (en micrómetros).
- XX1: Distancia entre punta de los entalles.

Material	Tipo probeta	Reducción central	Alargamiento vertical promedio	Razón reducción central/alargamiento vertical promedio
Cátodo	Cilíndrica ASTM 60°	0,058	0,095	0,61
	Cilíndrica ASTM 90°	0,12	0,094	1,32
	Plana ASTM 60° (1)	0,03	0,17	0,18
	Plana ASTM 60° (2)	0,075	0,27	0,28
	Plana ASTM 90° (1)	0,02	0,1	0,19
	Plana ASTM 90° (2)	0,06	0,25	0,24
	Plana ASTM 90° (3)	0,07	0,22	0,3
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	0,05	0,7	0,07
Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	0,06	0,4	0,14	
Blíster	Cilíndrica ASTM 60°	0,1	0,15	0,97
	Plana ASTM 60° (1)	0,02	0,34	0,06
	Plana ASTM 60° (2)	0,003	0,23	0,014
	Plana ASTM 90° (1)	0,01	0,09	0,12
	Plana ASTM 90° (2)	0,004	0,2	0,022
Ánodo	Plana ASTM 60° (1)	0,017	0,28	0,06
	Plana ASTM 60° (2)	0,015	0,39	0,039
	Plana ASTM 90° (1)	0,019	0,19	0,096
	Plana ASTM 90° (2)	0,014	0,21	0,067
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	0,046	0,31	0,15
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	0,005	0,17	0,03
Comercial 99,99%	Cilíndrica ASTM 60°	0,1	0,12	0,9
	Cilíndrica ASTM 90°	0,15	0,11	1,34
	Plana ASTM 60°	0,04	0,26	0,17
	Plana ASTM 90°	0,05	0,14	0,37
	Plana ASTM 60° espesor 2,35 mm	0,15	0,62	0,24
	Plana ASTM 90° espesor 2,35 mm	0,13	0,33	0,4

Tabla 14: Valores obtenidos a partir de las observaciones de la evolución de parámetros geométricos de las probetas. En los métodos experimentales se detallan las variables señaladas en el encabezado de la tabla.

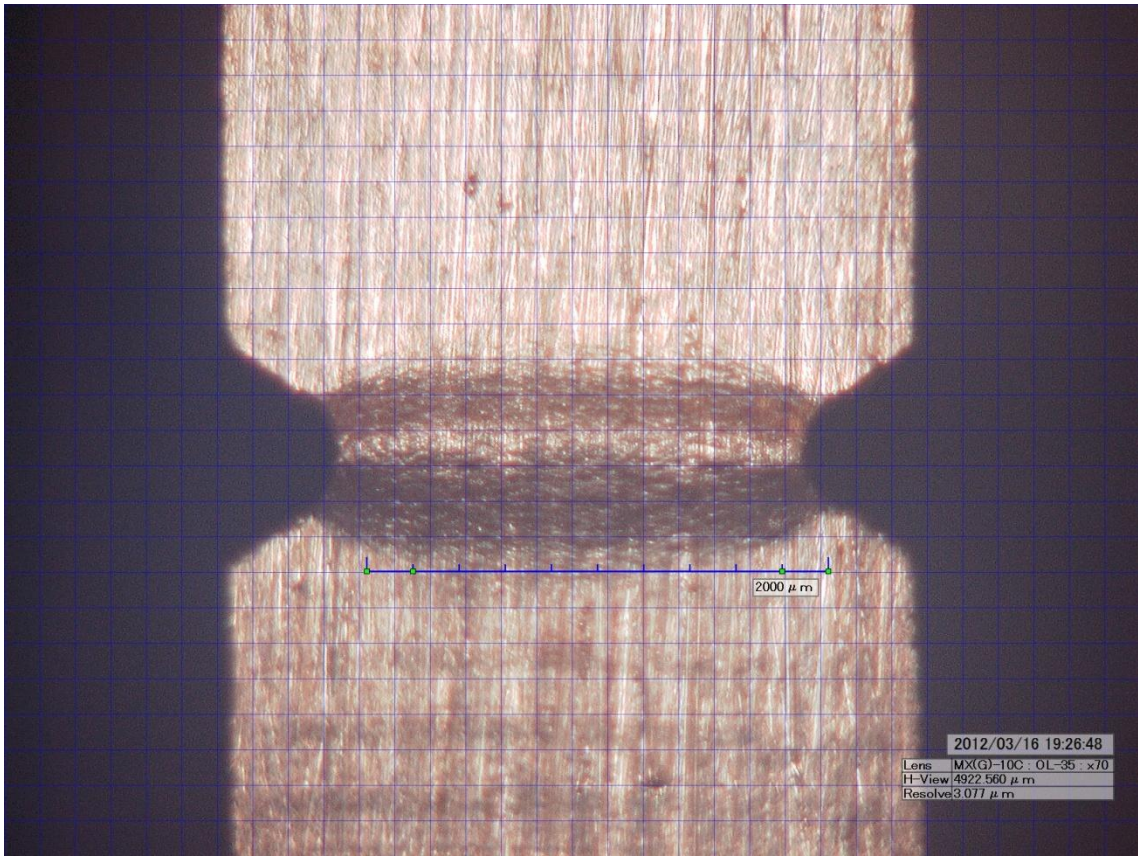


Figura 27: Macrografía de una probeta ASTM plana con entalle en 60° de cobre comercial 99,99% en el momento justo antes de la ruptura. Nótese la escala correspondiente durante la observación.

Análisis químico.

En la siguiente tabla se muestra los resultados del análisis químico realizados para los distintos cobres que se traccionaron. Estos valores se obtuvieron a partir de análisis por IGA en el caso del oxígeno y por GDMS para los otros elementos. Pueden compararse con aquellos exigidos por la norma ASTM. En el anexo se encuentran todos los resultados originales entregados por el laboratorio de Evans analytical group.

	Norma ASTM	Cát 90° plana (1)	Cát 90° plana (2)	Cát 60° plana	Cát cilínd 60°	Ánodo 90° plana (1)	Ánodo 90° plana (2)	Ánodo 90° plana (3)	Blíster 90° plana (1)	Blíster 60° plana	Blíster 90° plana (2)	Comercial 99,99% plana 60°	Comercial 99,99% cilínd 60°
O	200	3,1	3,5	4,3	3,5	2200	2500	2500	77	22	61	8,7	5,7
Fe	10	0,005	0,08	0,07	0,54	19	20	19	14	13	14	1,3	1,2
Ni	5	0,03	0,03	0,008	1,2	45	41	40	12	11	12	0,13	0,12
S	15	3,3	3,6	1,5	8,3	20	18	18	6,6	6,9	6,7	5,5	5,5
Pb	10	0,005	0,005	0,005	0,4	60	80	91	10	9,5	9,2	0,41	0,37
Sb	4	0,09	0,08	0,007	0,16	100	130	140	2,9	2,8	2,7	0,16	0,16
As	5	0,1	0,11	0,06	1,3	0,21	0,2	0,2	3,7	3,7	3,6	0,25	0,24
Te	2	0,05	0,05	0,05	0,21	28	34	36	0,52	0,48	0,44	0,05	0,05
Se	2	0,01	0,03	0,05	0,57	130	160	160	6,9	6,9	6,8	0,05	0,04
Bi	1	0,02	0,03	0,005	0,27	34	41	48	0,87	0,82	0,78	0,12	0,1
P	1	0,005	0,007	0,01	0,01	0,04	0,005	0,03	240	240	240	0,57	0,61
Ag	25	6,3	8	11	11	570	670	700	26	25	24	11	10

Tabla 15: Resultado análisis químico (todos los valores están en ppm).

Fractografías obtenidas por observaciones con microscopia de barrido (SEM).

A continuación se muestran las fractografías, obtenidas en un Microscopio Electrónico de Barrido, correspondientes a diferentes probetas traccionadas. Se seleccionaron probetas de los 4 elementos con el fin de poder estudiar la microestructura de cada tipo de cobre y, al mismo tiempo, el tipo de fractura que presentan.

Probeta plana ASTM, ángulo de entalle 60° de ánodo

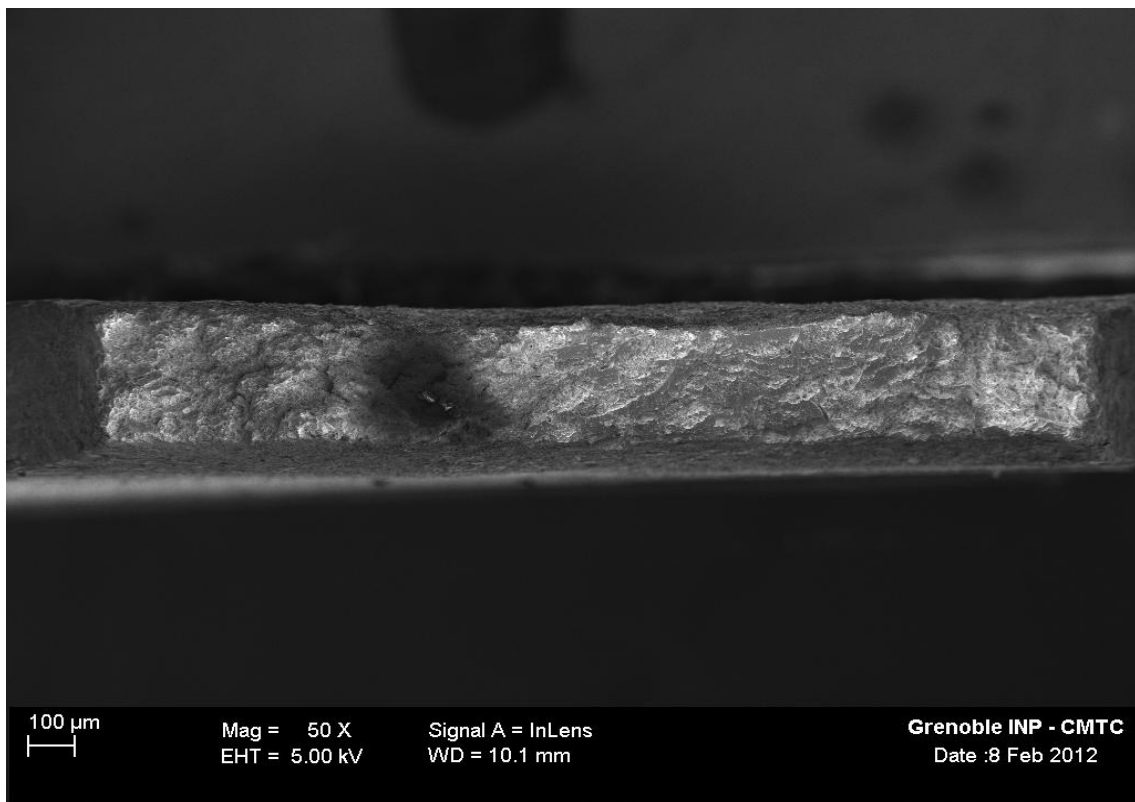


Figura 28: Fractografía de la probeta plana ASTM, con entalle en 60°, de ánodo. Se muestra la zona de fractura que se localiza en el entalle.

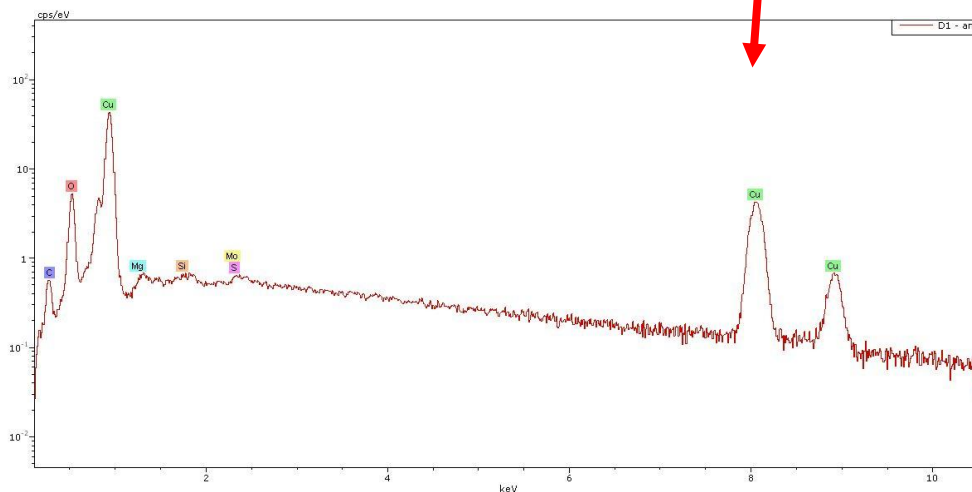
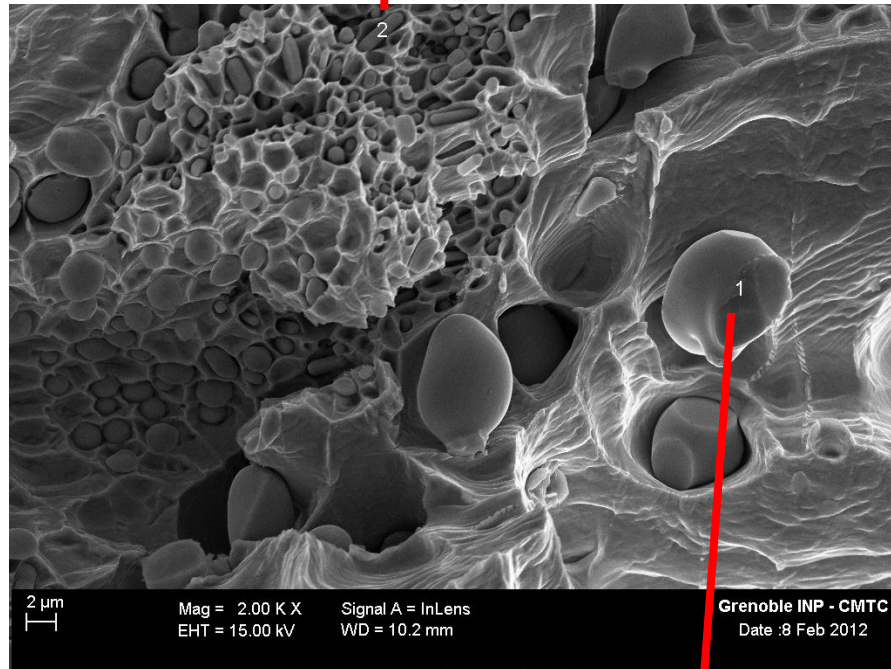
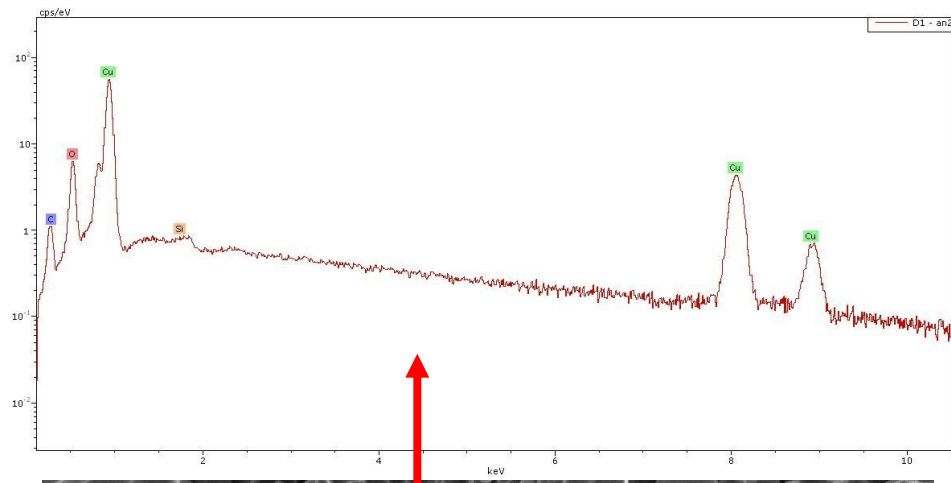


Figura 29: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 60°, de ánodo. En la micrografía SEM (x2000) de la zona de fractura se indican las zonas analizadas por EDS (1 y 2).

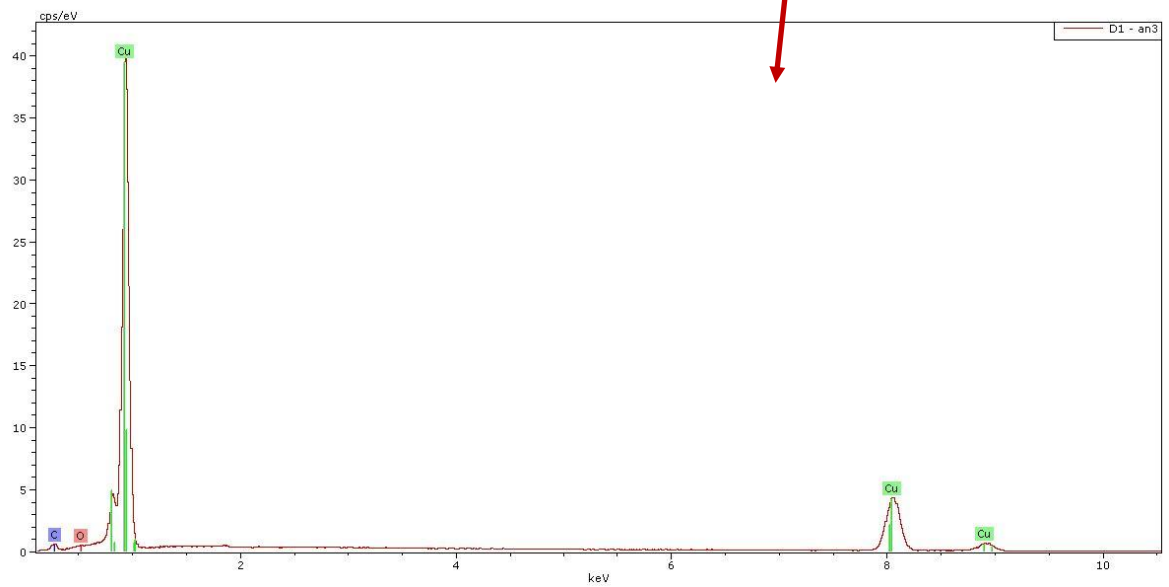
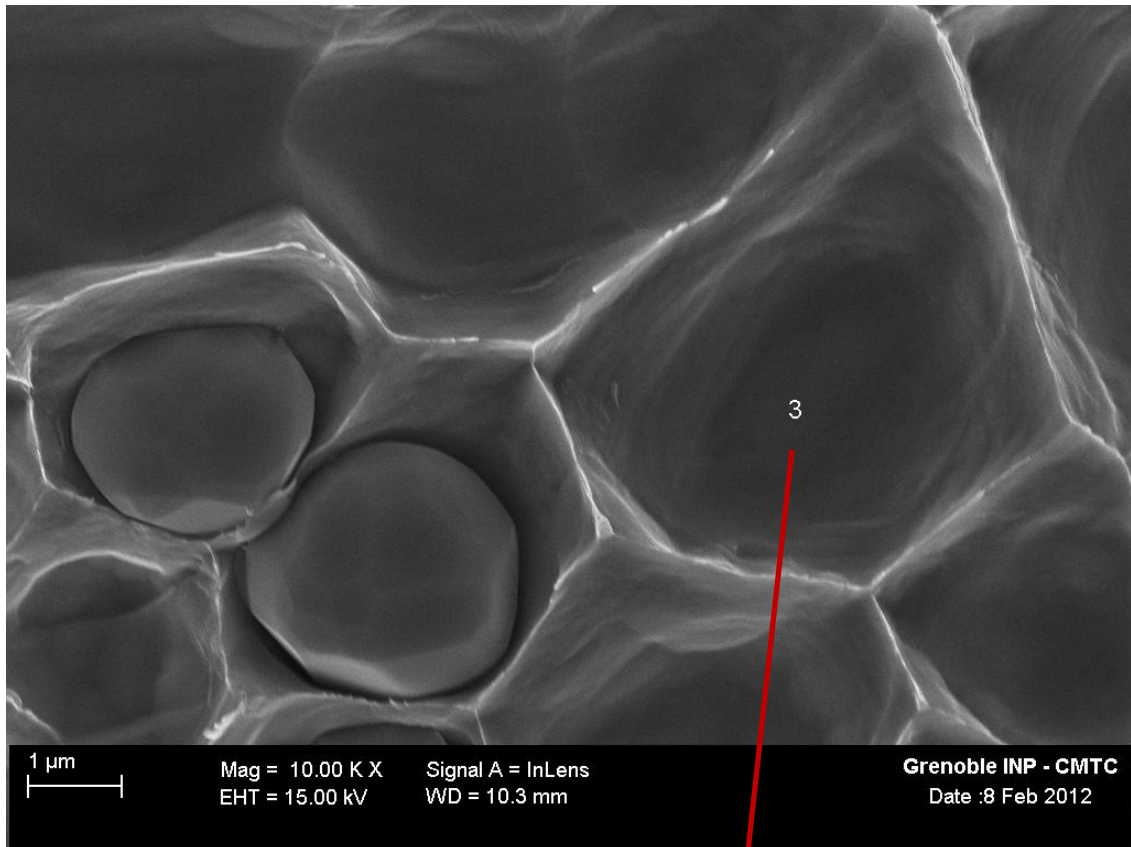


Figura 30: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 60°, de ánodo. En la micrografía de SEM (x10000) de la zona de fractura se indican las zonas analizadas por EDS (3).

Probeta plana ASTM, ángulo de entalle 90° de blíster

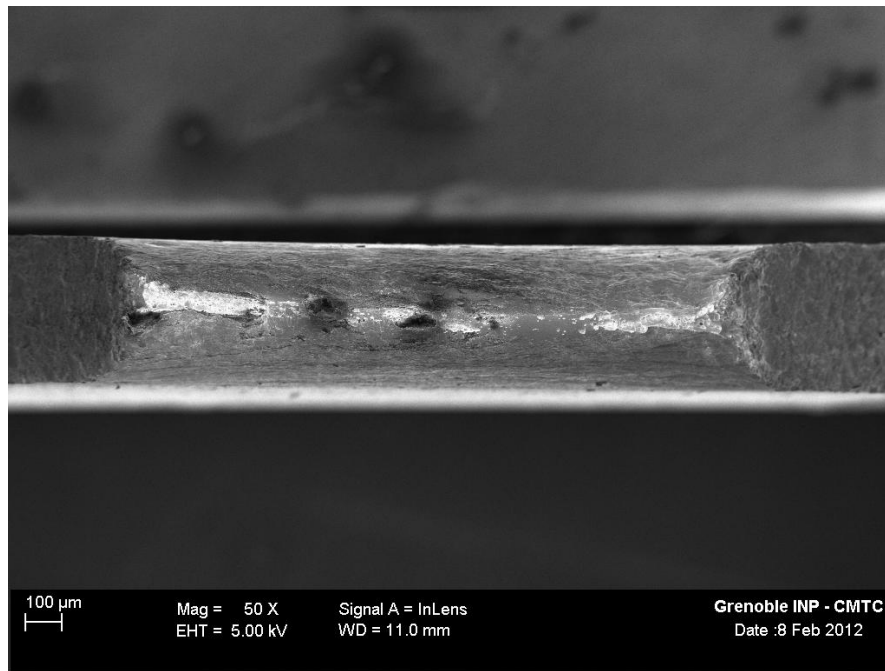


Figura 31: Fractografía de la probeta plana ASTM, con entalle en 90°, de blíster. Se muestra la zona de fractura que se localiza en el entalle.

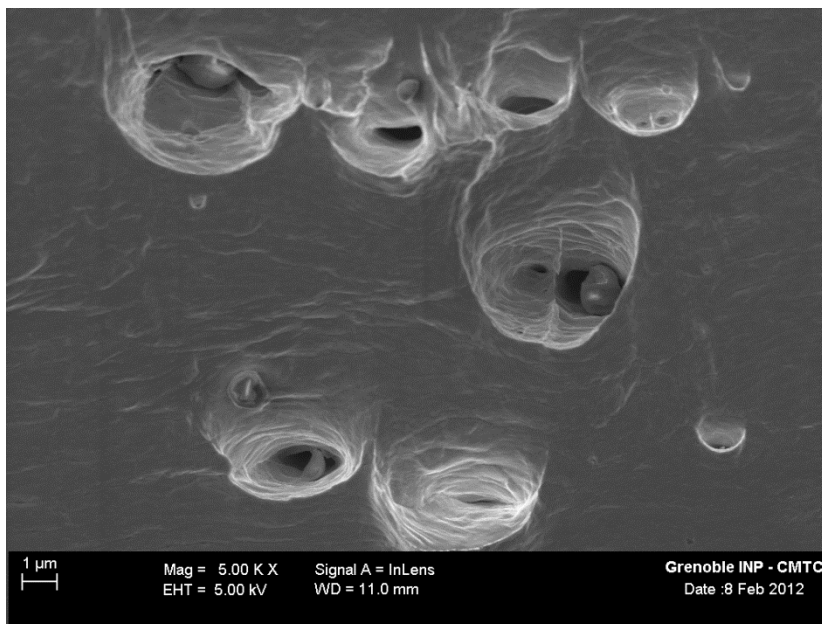


Figura 32: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 90°, de blíster. En la micrografía SEM (x5000) se muestra la zona de fractura.

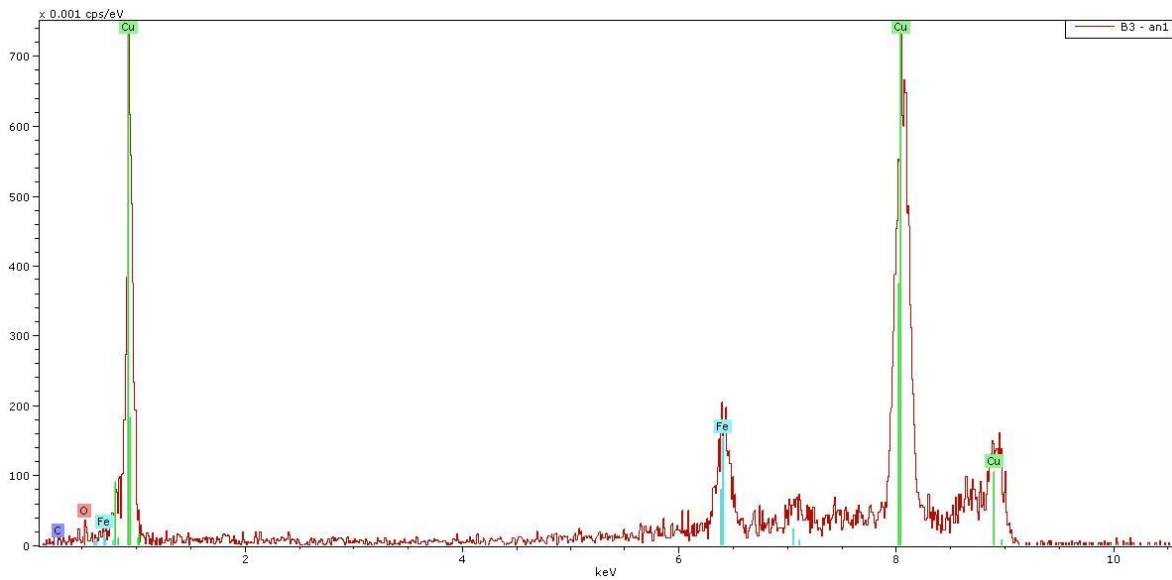
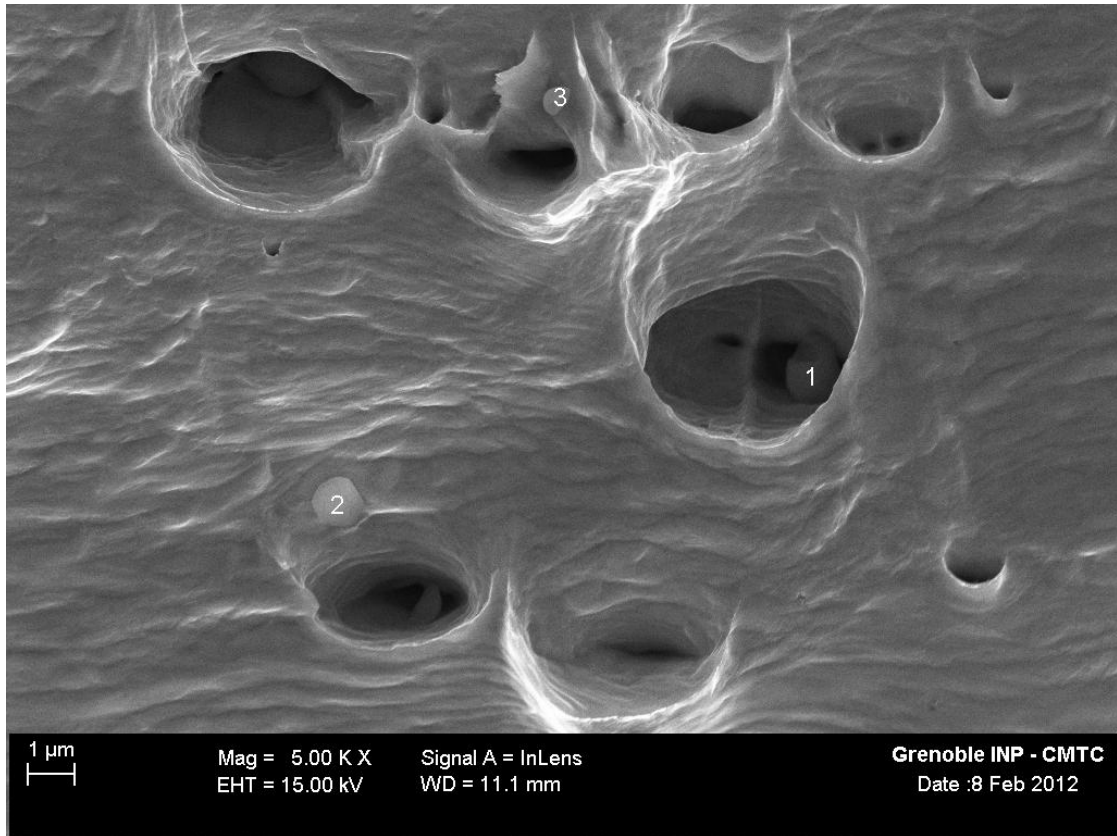


Figura 33: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 90°, de blíster. En la micrografía SEM (x5000) de la zona de fractura se indican las partículas 1, 2 y 3, respectivamente. El análisis por EDS de la partícula 1 se muestra bajo la fractografía.

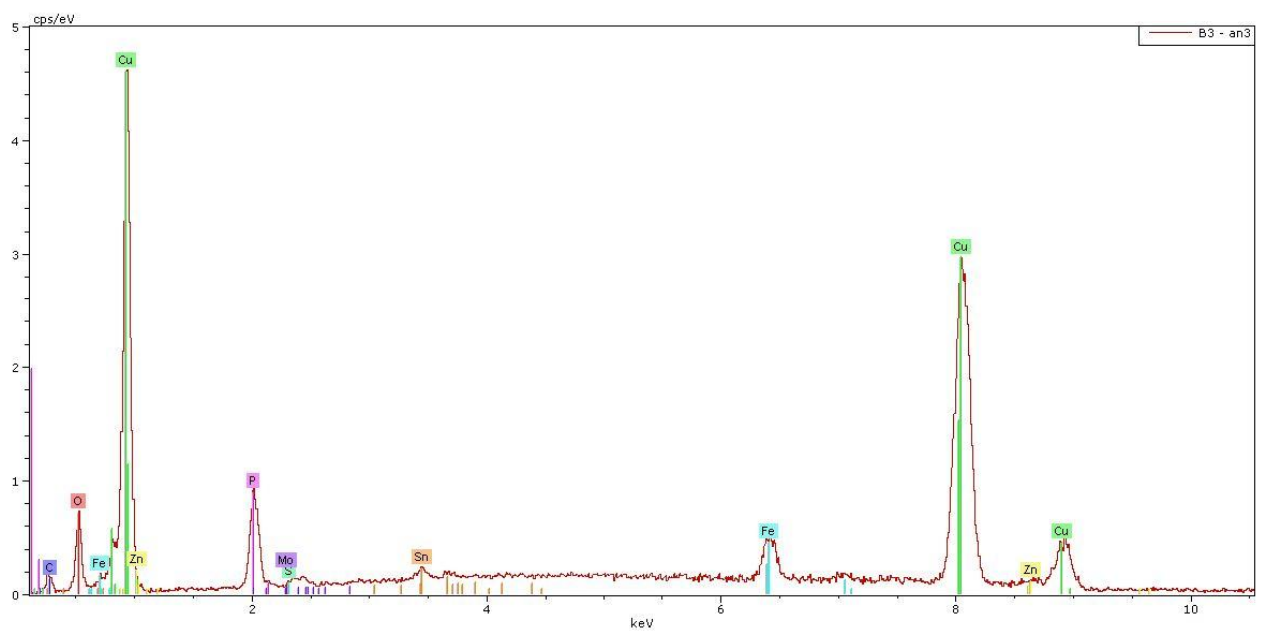
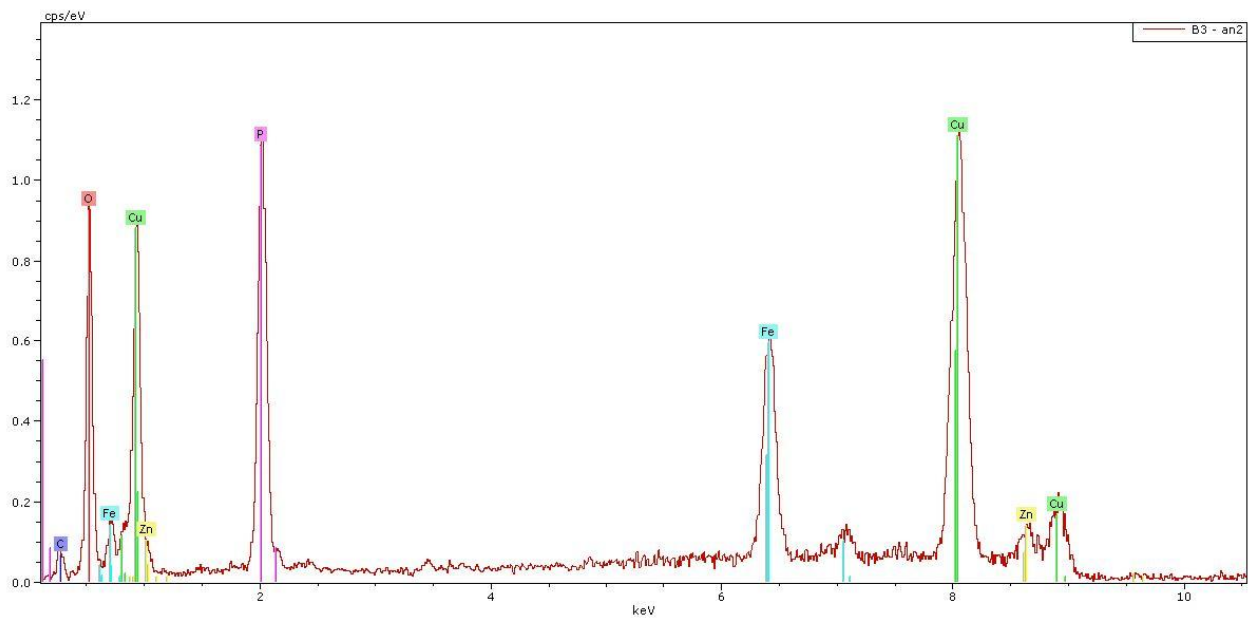


Figura 34: Análisis por EDS de las partículas 2 y 3, respectivamente (el EDS superior corresponde a la partícula 2 y el inferior a la partícula 3) correspondientes en la fractografía de la figura 33.

Probeta plana ASTM, ángulo de entalle 60° de cátodo

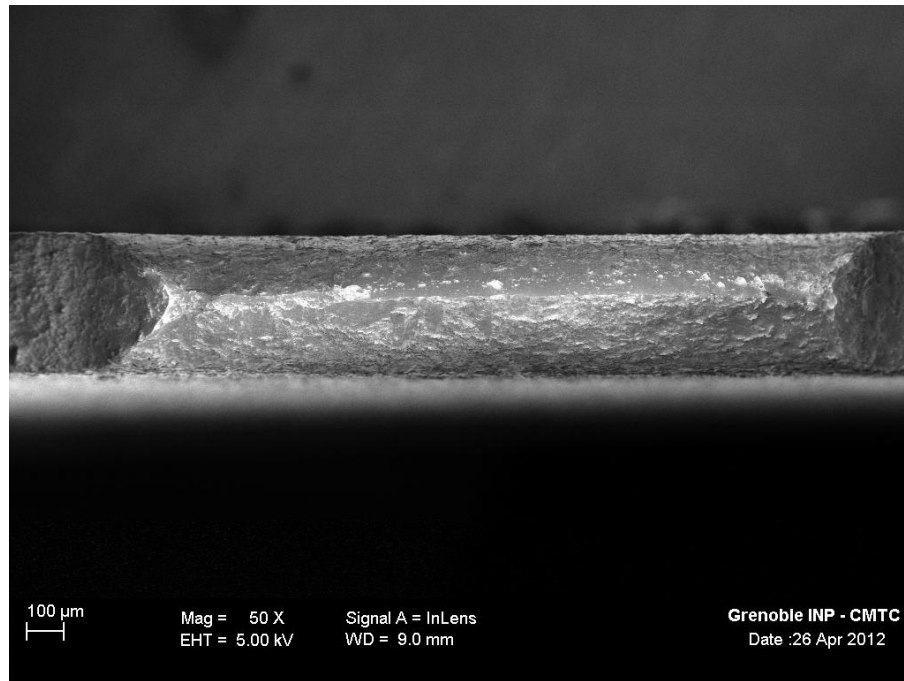


Figura 35: Fractografía de la probeta plana ASTM, con entalle en 60°, de cátodo. Se muestra la zona de fractura que se localiza en el entalle.

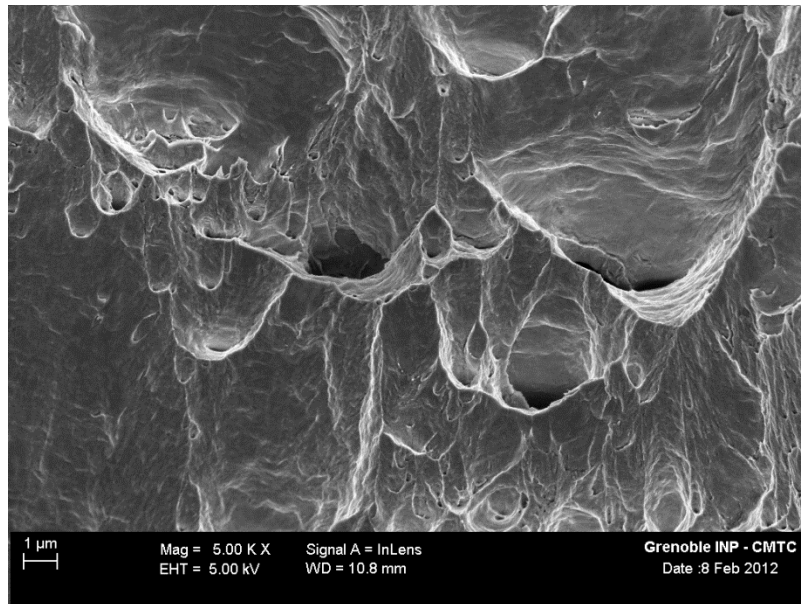


Figura 36: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 60°, de cátodo. En la imagen de SEM, se muestra un aumento de x500 de la zona de fractura.

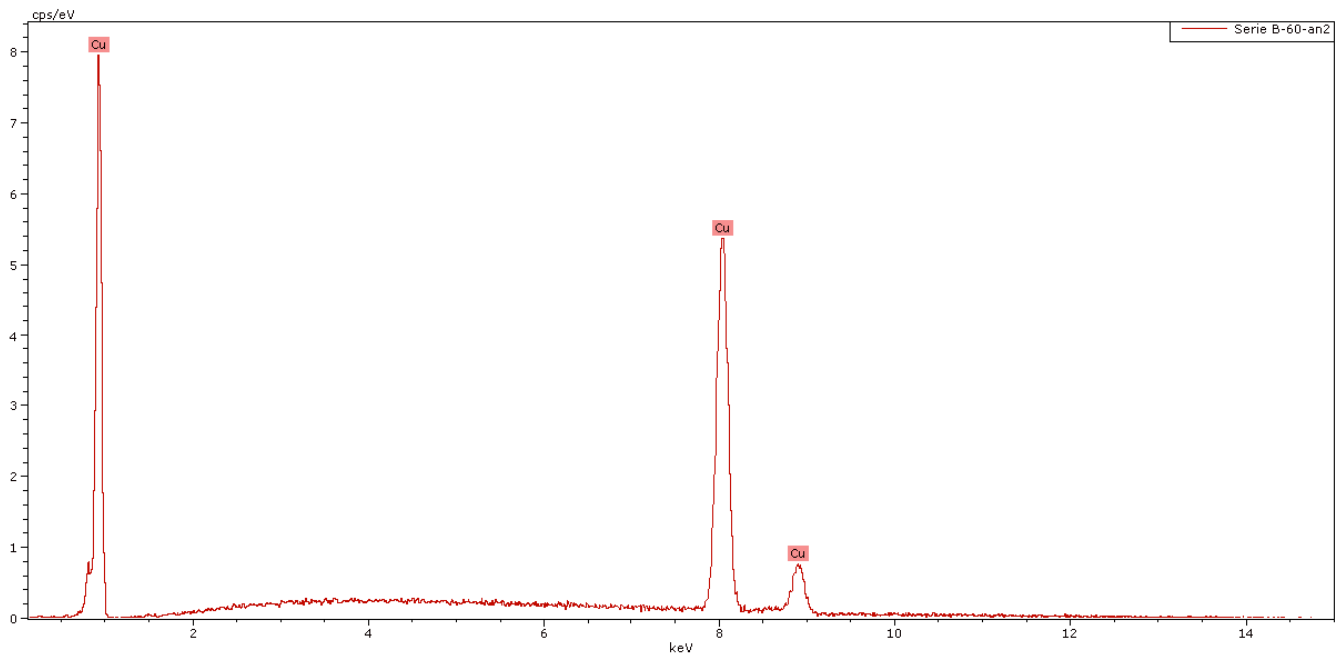
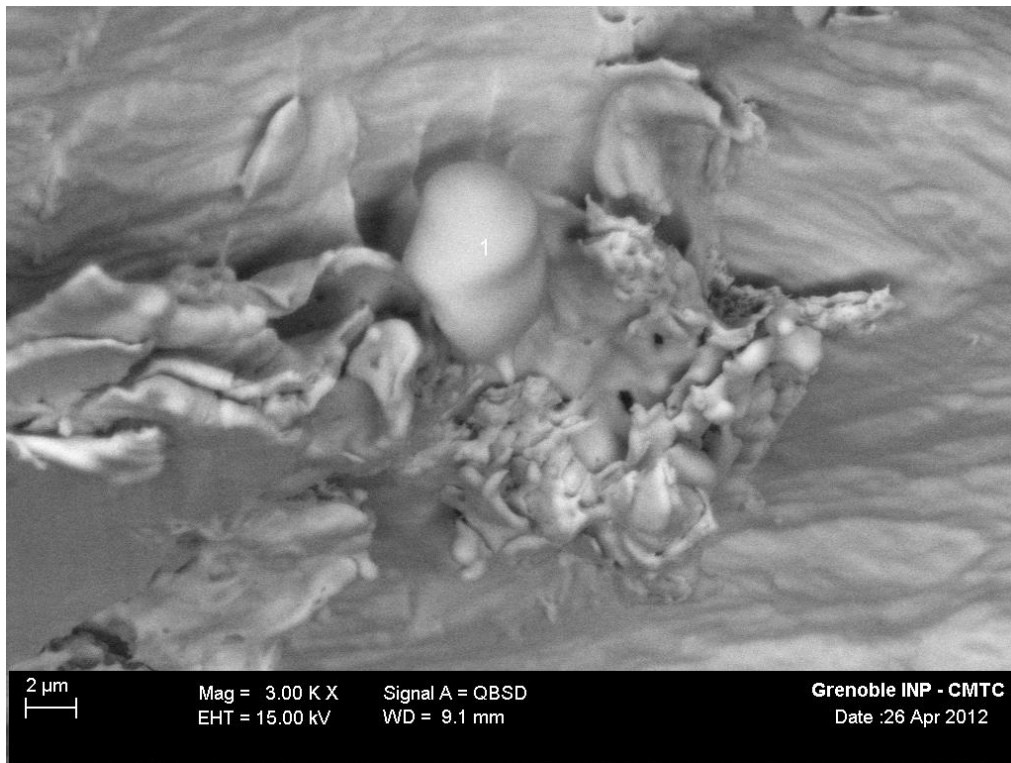


Figura 37: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 60°, de cátodo. En la imagen de SEM, se muestra un aumento de x3000 de la zona de fractura y además se presenta el análisis por EDS de la partícula indicada (1).

Probeta plana ASTM, ángulo de entalle 90° de cobre comercial 99,99%

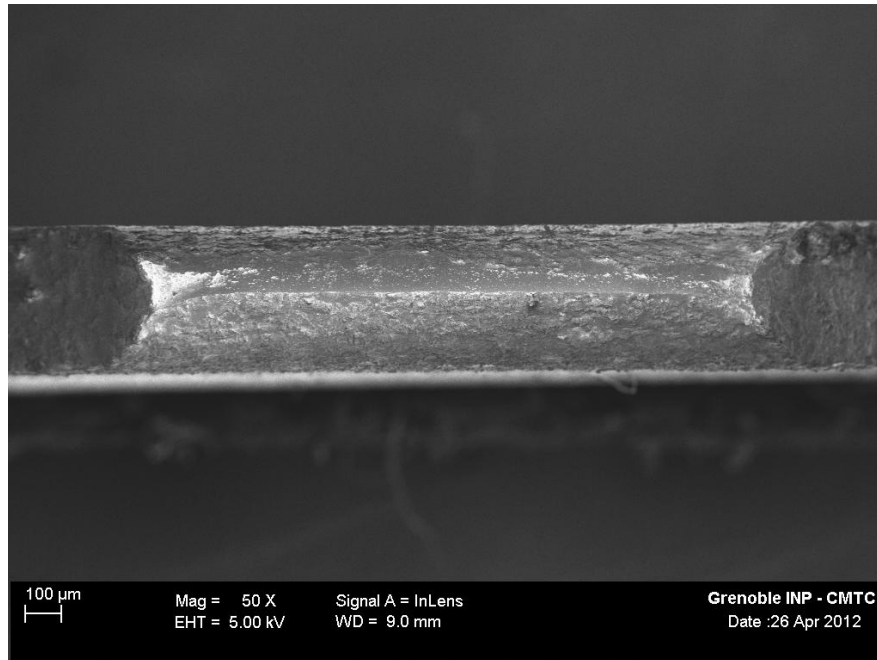


Figura 38: Fractografía de la probeta plana ASTM, con entalle en 90°, de cobre comercial 99,99%. Se muestra la zona de fractura que se localiza en el entalle.

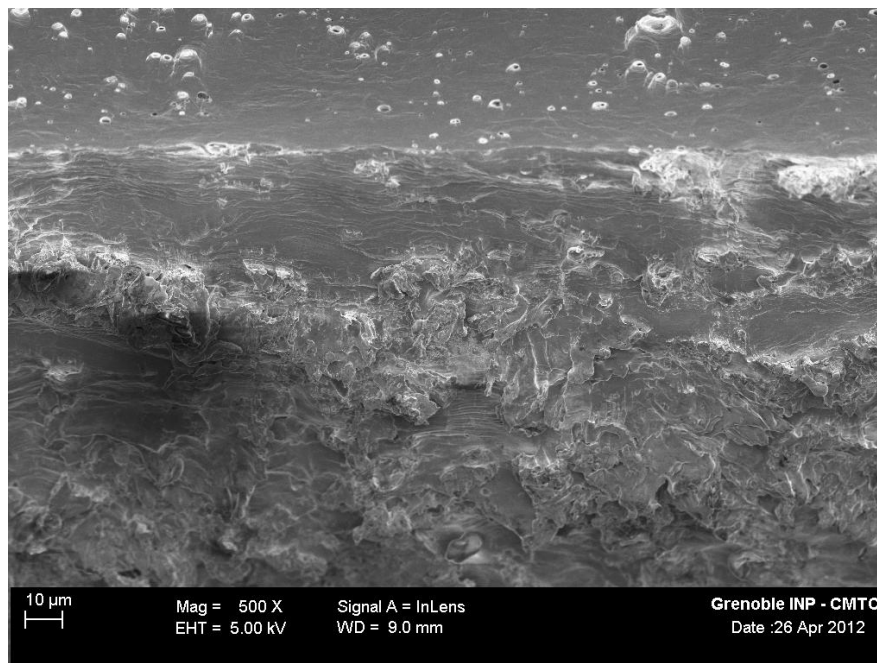


Figura 39: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 90°, de cobre comercial 99,99%. En la imagen de SEM, se muestra un aumento de x500 de la zona de fractura.

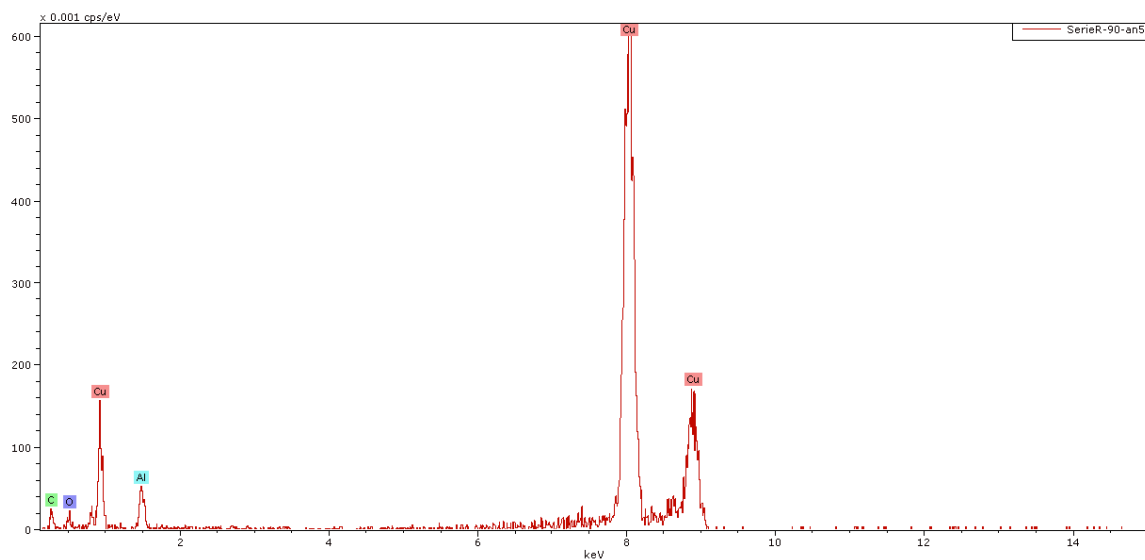
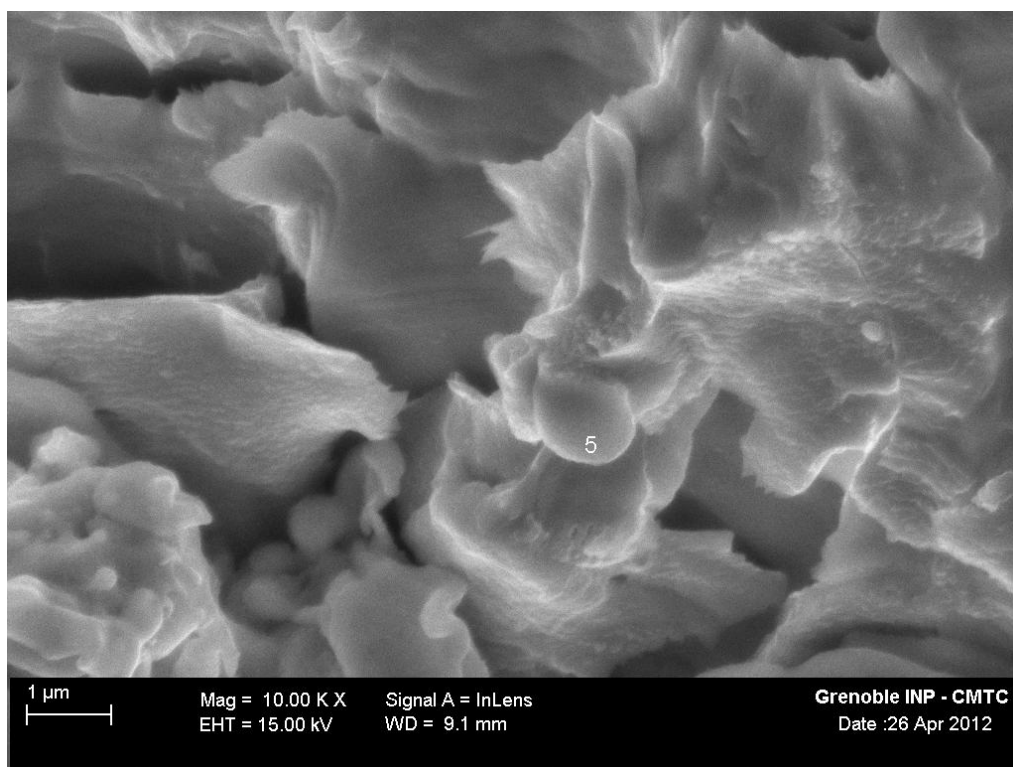


Figura 40: Fractografía de la probeta plana ASTM con entalle en 90°, de cobre comercial 99,99%. En la imagen de SEM, se muestra un aumento de x10000 de la zona de fractura y además se presenta el análisis por EDS de la partícula indicada (5).

Probeta cilíndrica ASTM, ángulo de entalle 90° de cátodo

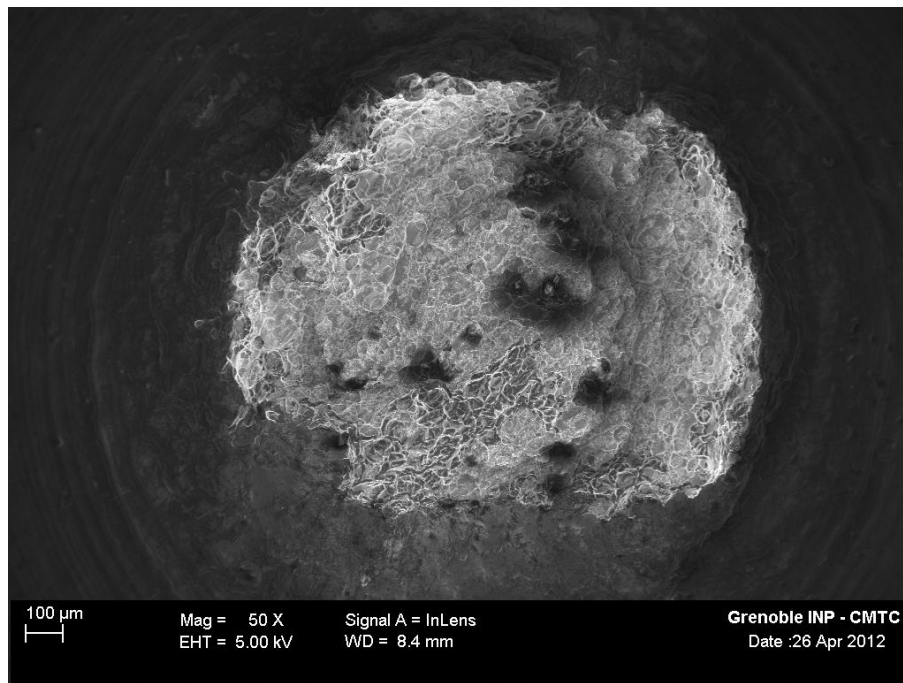


Figura 41: Fractografía de la probeta cilíndrica ASTM, con entalle en 90°, de cátodo. Se muestra la zona de fractura que se localiza en el entalle.

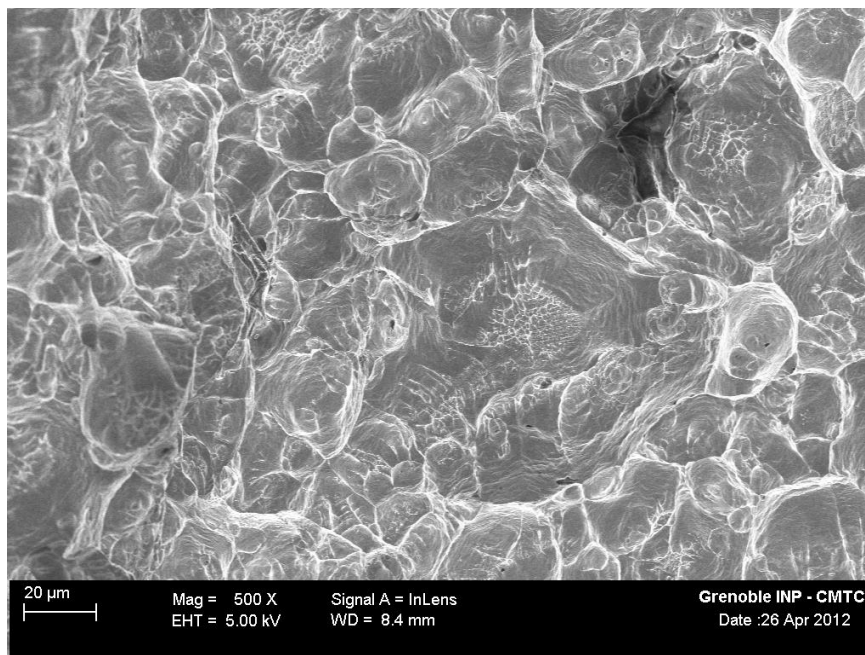


Figura 42: Fractografía de la probeta cilíndrica ASTM con entalle en 90°, de cátodo. En la imagen de SEM, se muestra un aumento de x500 de la zona de fractura.

Probeta cilíndrica ASTM, ángulo de entalle 90° de cobre comercial 99,99%

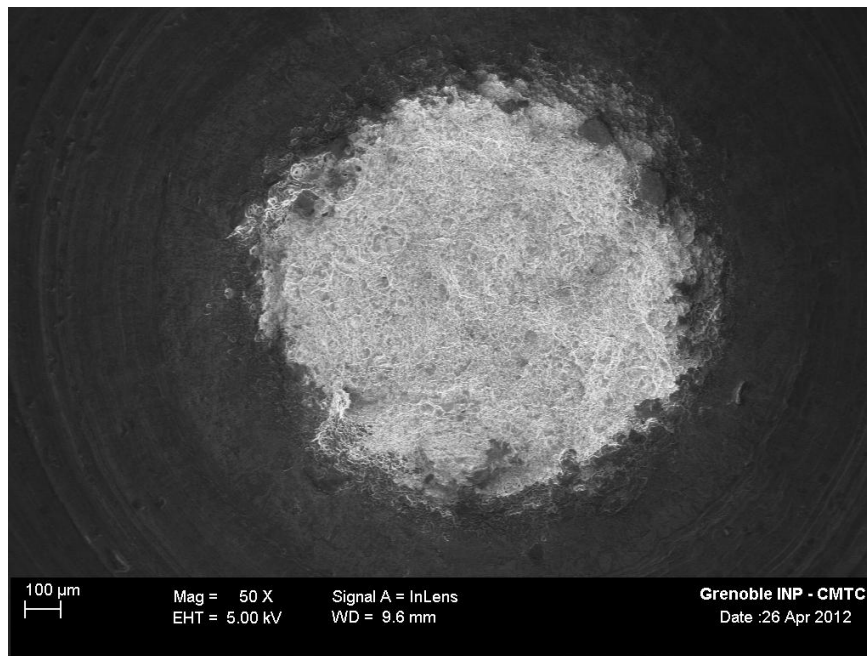


Figura 43: Fractografía de la probeta cilíndrica ASTM, con entalle en 90°, de cobre comercial 99,99%. Se muestra la zona de fractura que se localiza en el entalle.

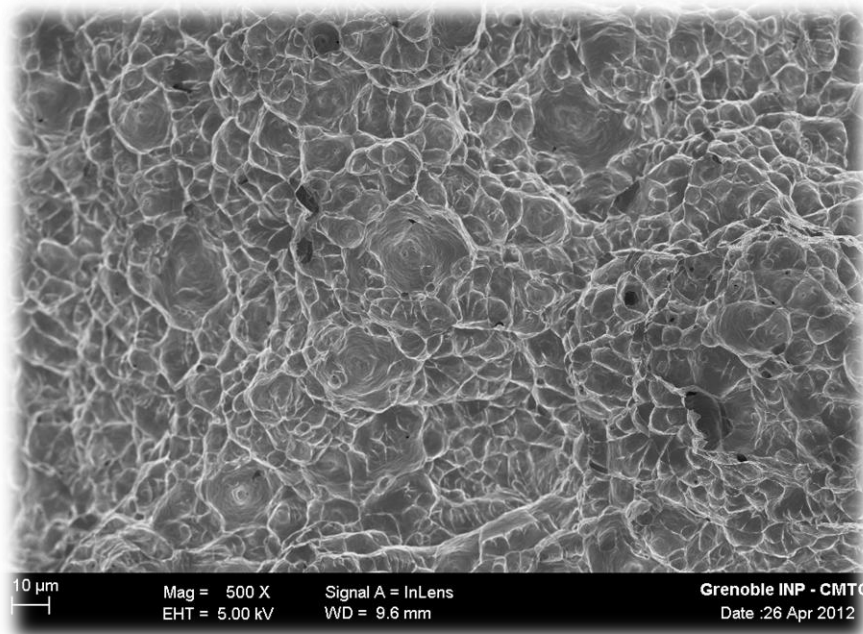


Figura 44: Fractografía de la probeta cilíndrica ASTM con entalle en 90°, de cobre comercial 99,99%. En la imagen de SEM, se muestra un aumento de x500 de la zona de fractura.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN.

Simulación por elementos finitos.

El principal objetivo de las modelizaciones por elementos finitos fue poder determinar el grado de triaxialidad que tenían las probetas con entalle sometidas al ensayo de tracción, y la componente hidrostática, a partir de la descomposición del tensor de esfuerzos principales. Esta última pudiendo activar mecanismos de daño irreversible, en desmedro de las componentes de corte (esfuerzos desviatorios), asociados a la plasticidad.

De los resultados presentados en la tabla 11, se nota que la cilíndrica ASTM con ángulo de entalle en 60° , presenta la razón más elevada entre la componente hidrostática y las componentes de corte, en consecuencia y según la simulación por elementos finitos, es la probeta con mayor sensibilidad a la generación de daño, en especial a partir de precipitados o inclusiones. En las probetas planas, el esfuerzo de corte máximo supera al hidrostático, con lo cual se puede predecir que el estado de esfuerzos estaría asociado a una plasticidad del material más extendida, previa a la generación de daño que conduce a la ruptura.

Ensayos de tracción, deformaciones y análisis químico.

Con respecto a las probetas planas ASTM, con ángulos de 60° y 90° , las curvas correspondientes muestran comportamientos característicos.

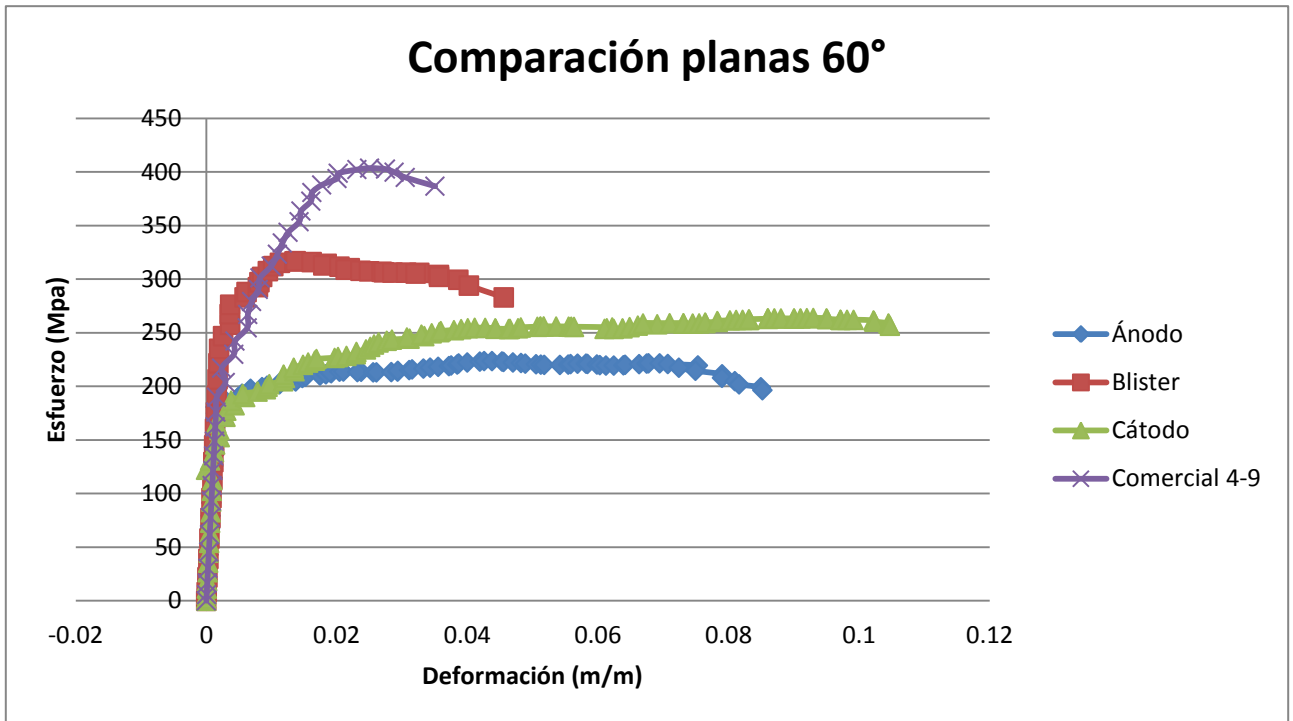


Gráfico 4: Curvas esfuerzo-deformación para distintos tipos de cobre de probetas plana ASTM con un ángulo de entalle 60° .

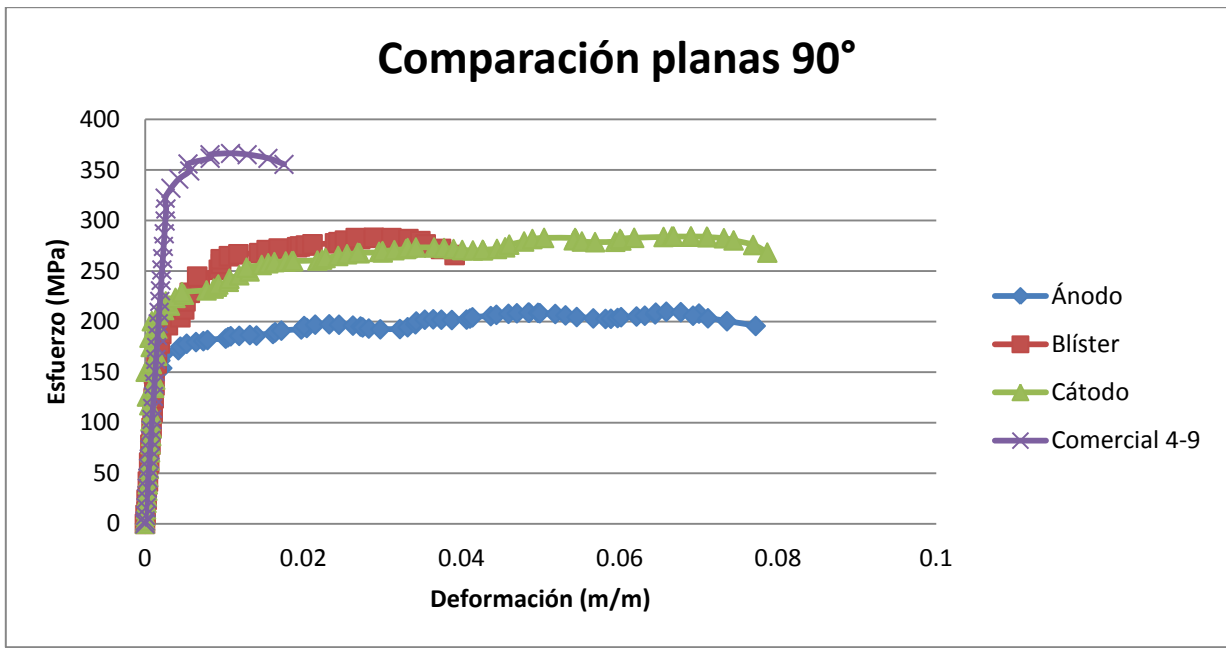


Gráfico 5: Curvas esfuerzo-deformación para distintos tipos de cobre de probetas plana ASTM con un ángulo de entalle en 90°.

De las curvas, se deduce que para las probetas con ángulo de entalle 60° y 90°, el material que mostró la mayor ductilidad, o más bien el mayor alargamiento a la ruptura, es el cátodo. Este resultado concuerda con el análisis químico, ya que este es el tipo de cobre que presenta la menor cantidad de impurezas. El ánodo presenta una ductilidad similar pese a la cantidad de impurezas que contiene este tipo de cobre. Con respecto al alargamiento a la ruptura, o a la deformación correspondiente al esfuerzo máximo, el ángulo de entalle de 60° es el más sensible al efecto inducido por la presencia de un entalle. Sin embargo, en el caso de estas probetas planas, el material que mostró el menor alargamiento a la ruptura, con el estado de esfuerzos, fue el cobre comercial, que presenta una alta pureza, comparable a la de un cátodo. Esta aparente contradicción con respecto a un material con impurezas, se debe a la micro estructura: granos pequeños, que producen un endurecimiento de tipo Hall Petch en el material, limitando su deformación plástica. Esta micro estructura regular de granos finos, se observa en la fractografía de la figura 44. No se observan precipitados, a diferencia de la microestructura del ánodo, que se muestra en la figura 29, que presenta una alta cantidad de precipitados. En este sentido, si alguna de estas probetas planas tuviese una alta sensibilidad a la presencia de impurezas, debería ser el ánodo o el blíster, materiales que deberían presentar menor ductilidad. Pero, en ambos casos la baja sensibilidad a la presencia de las impurezas, se debe tal como se muestra en los resultados de elementos finitos, al estado de esfuerzos en la zona del entalle, el cual se aproxima a un estado biaxial.

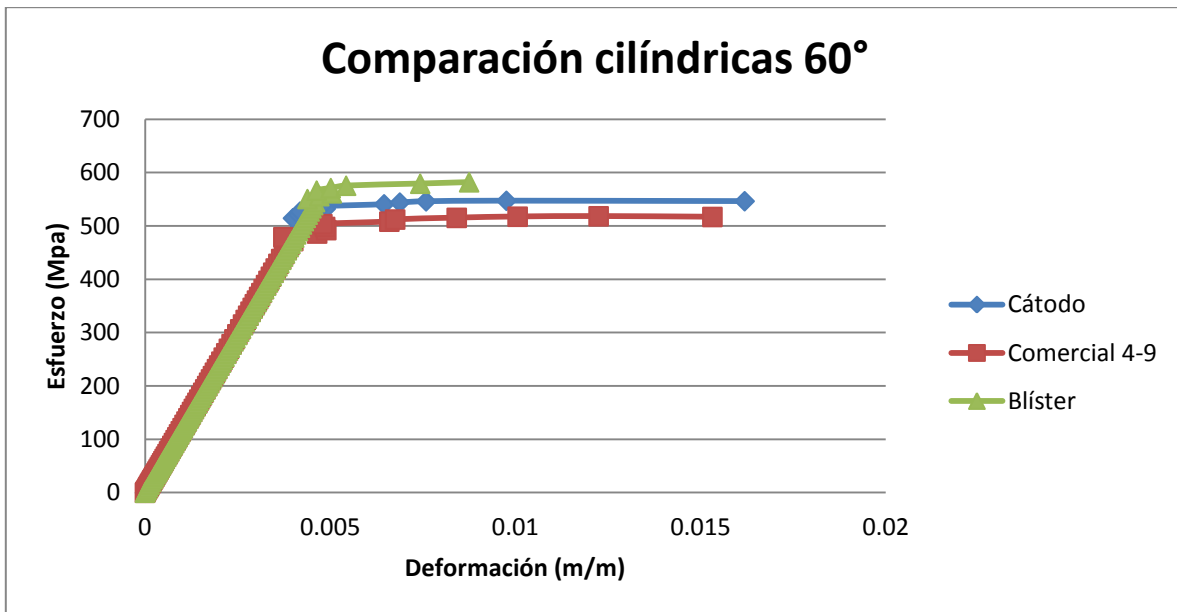


Gráfico 6: Curvas esfuerzo-deformación para distintos tipos de cobre de probetas cilíndricas ASTM con ángulo de entalle 60°.

En cambio, tal como lo muestra el gráfico 6, se confirman los resultados obtenidos por elementos finitos: la ductilidad se reduce, para las probetas cilíndricas. La probeta que presentan un mayor grado de triaxialidad, con el mayor valor de la componente hidrostática, y con el alargamiento a la ruptura más reducido, es la cilíndrica de 60°. El estado de esfuerzos generado, la convierte en la más sensible a la presencia de impurezas. Entre los tres tipos de cobre, el que presenta mayor cantidad de impurezas es el blíster, luego viene el comercial 99,99%, y el más puro es el cátodo, como se muestra en la tabla 15. Además, la micro estructura del blíster, presentada en la figura 32, muestra una mayor cantidad de precipitados que las del cobre comercial 99,99%, presentada en la figura 44, y que la del cátodo (figura 42). Efectivamente se demuestra que la probeta cilíndrica con entalle de 60° es sensible a los precipitados, ya que la ruptura sobreviene rápidamente, debido a la generación de cavidades a partir de las interfaces incoherentes entre precipitados y matriz. Finalmente, como medición de la sensibilidad a las impurezas, se observa en la tabla 15, de resultados de análisis químico, que la pureza del cátodo es muy similar a la del cobre comercial 99,99%, y como se ve en el gráfico, la ductilidad de estos materiales es casi igual, a diferencia del blíster, que, como tiene mayor cantidad de impurezas, se rompe para un alargamiento plástico reducido con respecto a los otros materiales nombrados precedentemente. Lamentablemente, el fabricante de las probetas nunca pudo manufacturar una probeta cilíndrica de ánodo, como para haber corroborado totalmente la sensibilidad de esta probeta

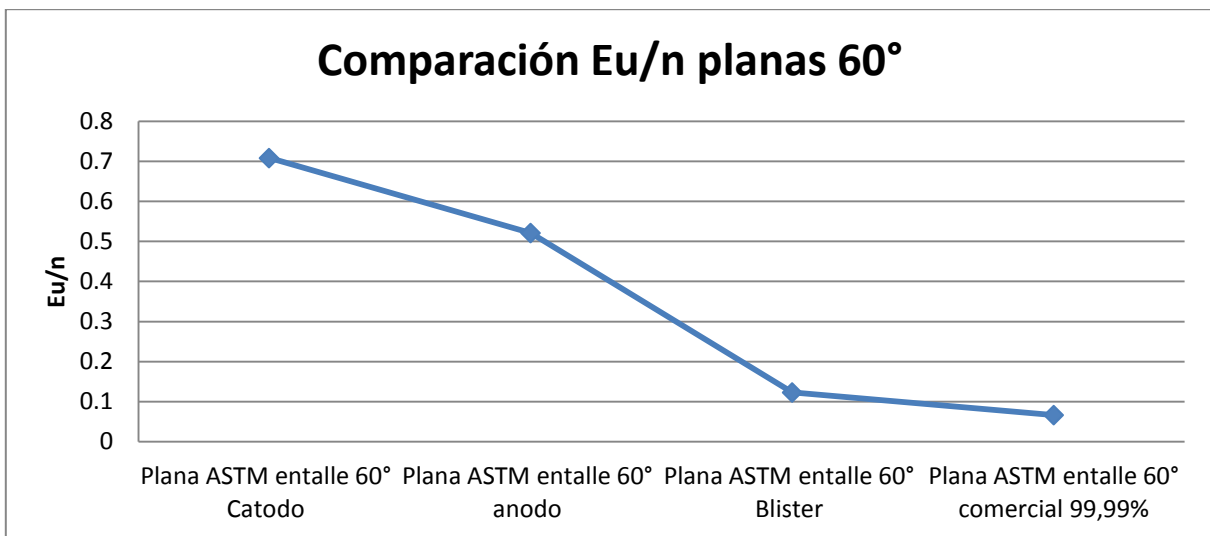


Gráfico 7: Evolución del parámetro ductilidad de la ley de Hollomon para probetas planas ASTM con ángulo entalle 60°.

En el gráfico 7, donde se muestra el parámetro ϵ_u/n de distintos tipos de cobres para las probetas planas entalladas en 60°, se puede asociar al comportamiento mostrado en el gráfico 4 con respecto a la deformación. Este hecho confirma que las probetas planas no son muy sensibles al efecto del entalle sobre el campo de esfuerzos, ya que el ánodo, cobre con mayor cantidad de impurezas, presenta un alto valor del parámetro de Hollomon, comparable con el cátodo. El gráfico 8, donde se comparan las probetas con ángulo de entalle en 90°, se nota una evolución similar para este parámetro de Hollomon, lo cual descarta a las probetas planas como sensibles a un efecto generado por las impurezas.

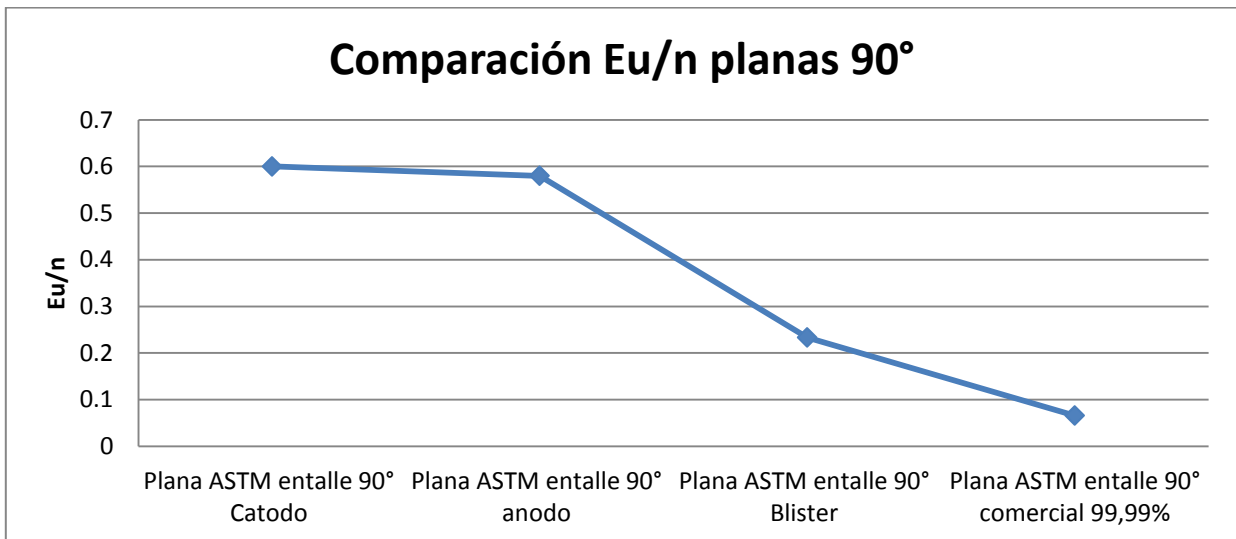


Gráfico 8: Evolución del parámetro ductilidad de la ley de Hollomon para probetas planas ASTM con ángulo entalle 90°.

El grado de triaxialidad y la componente hidrostática es mayor en las probetas cilíndricas que en las planas, lo que es avalado por los resultados de las propiedades mecánicas de las probetas, mostrado en la tabla 12. Como las probetas cilíndricas se fragilizan de mayor medida al contener impurezas (esto debido a su estado de esfuerzos), el límite elástico en todas las probetas cilíndricas alcanza a ser muy similar a la resistencia al entalle y al esfuerzo de ruptura. Esto indica que tienen un comportamiento plástico muy reducido. Resaltar que en las probetas cilíndricas, la resistencia al entalle es muy superior que en las planas.

Resaltando el efecto del entalle sobre las probetas, para el caso del cátodo, con probetas cilíndricas con entalle, cabe destacar es el endurecimiento debido a la triaxialidad generada en torno al entalle, elevando el límite elástico en 5 veces respecto a la probeta sin entalle. El otro efecto, es la fragilización y pérdida de ductilidad respecto a la probeta sin entalle, debida principalmente a dicho endurecimiento. Para las probetas planas, en el cobre comercial 99,99%, no se observa el mismo efecto que en las probetas cilíndricas, lo que confirma que el grado de triaxialidad de las probetas esta en relación directa con el comportamiento frágil generado por la presencia de impurezas.

En cuanto a los resultados de la deformación, presentados en la tabla 14, se observa que las probetas cilíndricas presentan una mayor reducción central, que alargamiento vertical. Una vez más, este comportamiento está relacionado al grado de triaxialidad, mayor que en las probetas planas. Por lo tanto, las probetas cilíndricas concentran en mayor medida los esfuerzos en la zona entallada. Un resultado interesante que se obtuvo, fue el valor del parámetro reducción central/alargamiento vertical promedio para las probetas cilíndricas con entalle en 90° . El valor de este parámetro era superior a 1, implicando que este tipo de probetas reducen el diámetro del entalle, más de lo que lo abren. El mismo comportamiento se observó en las simulaciones por elementos finitos. Las siguientes imágenes de resultados de las simulaciones para el campo de deformación de las probetas, lo demuestran.

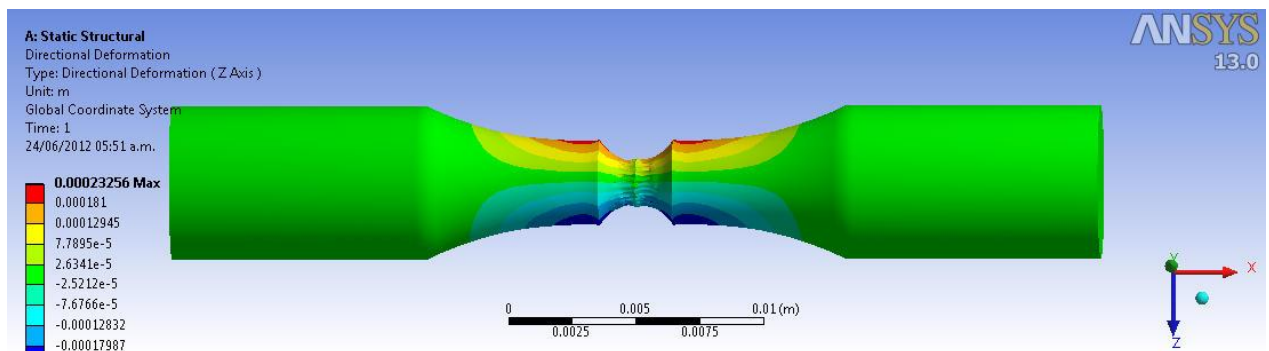


Figura 45: Resultados de la simulación por elementos finitos de la probeta cilíndrica ASTM con entalle en 60° , para el campo de deformación direccional en el eje Z, respecto del sistema de ejes mostrado en la figura.

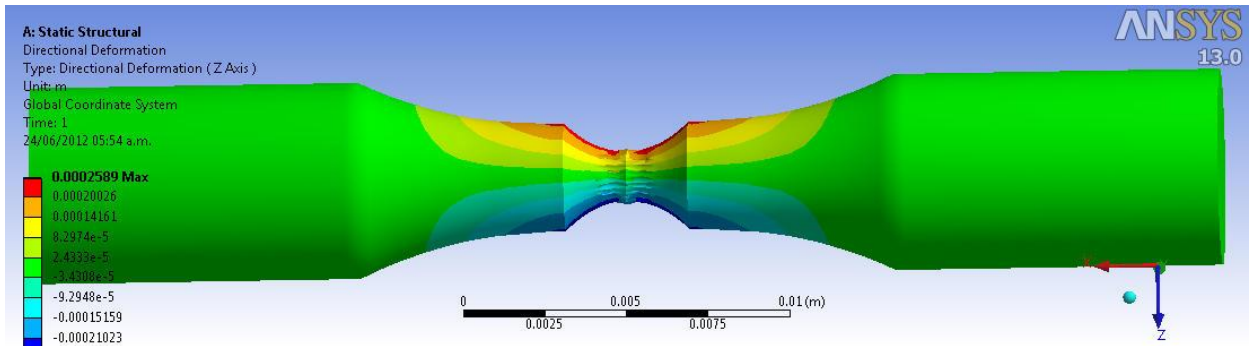


Figura 46: Resultados de la simulación por elementos finitos de la probeta cilíndrica ASTM con entalle en 90°, para el campo de deformación direccional en el eje Z, respecto del sistema de ejes mostrado en la figura.

En la tabla 12, de resultados de propiedades mecánicas de las probetas, se muestra que a medida que la componente hidrostática aumenta, aumenta el límite elástico. Por lo tanto las probetas tienden a activar la plasticidad en zonas de menor grado de triaxialidad, en las cuales los esfuerzos de corte alcanzan valores críticos de activación de un mecanismo de deformación irreversible. Por ejemplo, la zona de abertura del entalle, que se muestra en la figura 45. Para ver el efecto real obtenido en las probetas, ver en los anexos las figuras correspondientes.

Comparando las deformaciones obtenidas por las simulaciones por elementos finitos, con las observadas, para las probetas planas se alcanza una similitud en el comportamiento obtenido sólo en el caso de los cobres de alta pureza, como son el cátodo y el comercial 99,99%. En la siguiente figura se aprecia esta comparación:

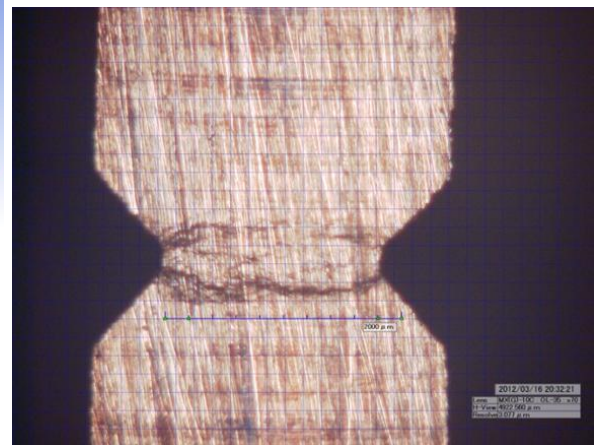
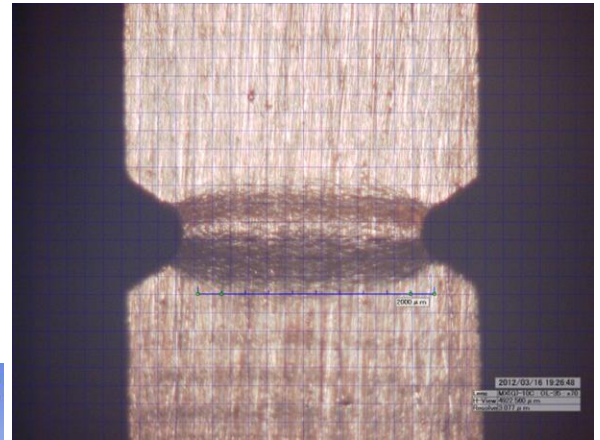
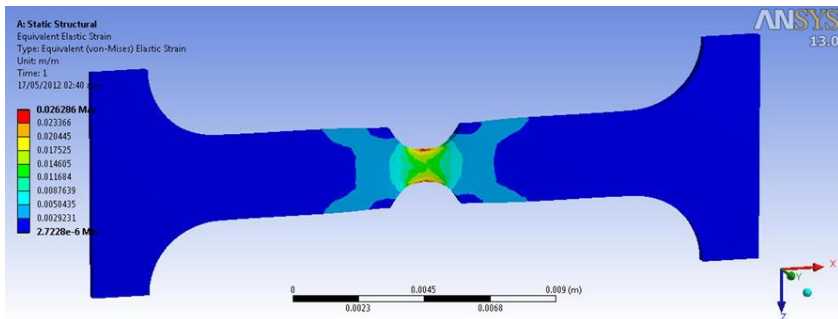


Figura 47: Comparación del campo de deformación obtenido por elementos finitos para una probeta ASTM plana con entalle en 60° (la imagen a la izquierda) con el observado por microscopio en la probeta plana ASTM con entalle en 60° de comercial 99,99% (imagen superior derecha) y para una la probeta plana ASTM con entalle en 60° de cátodo (imagen inferior derecha)

Como se ve en las imágenes, la deformación se concentra en el contorno del entalle, generando un campo de deformación en la zona central, alrededor del entalle, donde predominan esfuerzos de corte con respecto a las componentes hidrostáticas. Dicho campo se reproduce en lo observado en el microscopio al realizar el ensayo. La correlación entre simulaciones y observaciones fue obtenida solo para materiales con altos grados de pureza. Esto se debe a que en elementos finitos se simula con un material isótropo y homogéneo, sin impurezas. Consecuentemente con un mayor grado de pureza, el material debe mostrar un comportamiento más cercano al observado en las simulaciones por elementos finitos, que es justamente lo obtenido en particular para las probetas de material catódico.

Además, los cobres con mayores grados de pureza, presentan superficies más regulares, con poca presencia de precipitados, a diferencia de los cobres más impuros. El ánodo por ejemplo, que presenta una gran cantidad de precipitados, como se puede apreciar en la figura 29, donde el EDS realizado a los precipitados muestra la presencia de oxígeno, pudiéndose deducir entonces que hay Cuprita en proporciones volumétricas significativas.

Las fractografías de las probetas planas muestran en general fractura trasngranular, lo que concuerda con probetas de bajos grados de triaxialidad. En las probetas cilíndricas, se observa que existe un mayor grado de fractura intergranular, propio de tipos de fracturas frágiles y de estado de esfuerzos triaxiales generados en el entorno de los entalles.

Impurezas y límite de solubilidad.

Conociendo el límite de solubilidad de los elementos encontrados en el cobre, mediante el análisis químico realizado en las probetas traccionadas [9], se compara este límite con las concentraciones de impurezas que se detectaron. De esta manera, se pueden detectar aquellos elementos que superen en concentración el límite de solubilidad, capaces de formar precipitados sólidos dentro de la matriz de cobre. El siguiente gráfico muestra una comparación para diferentes probetas.

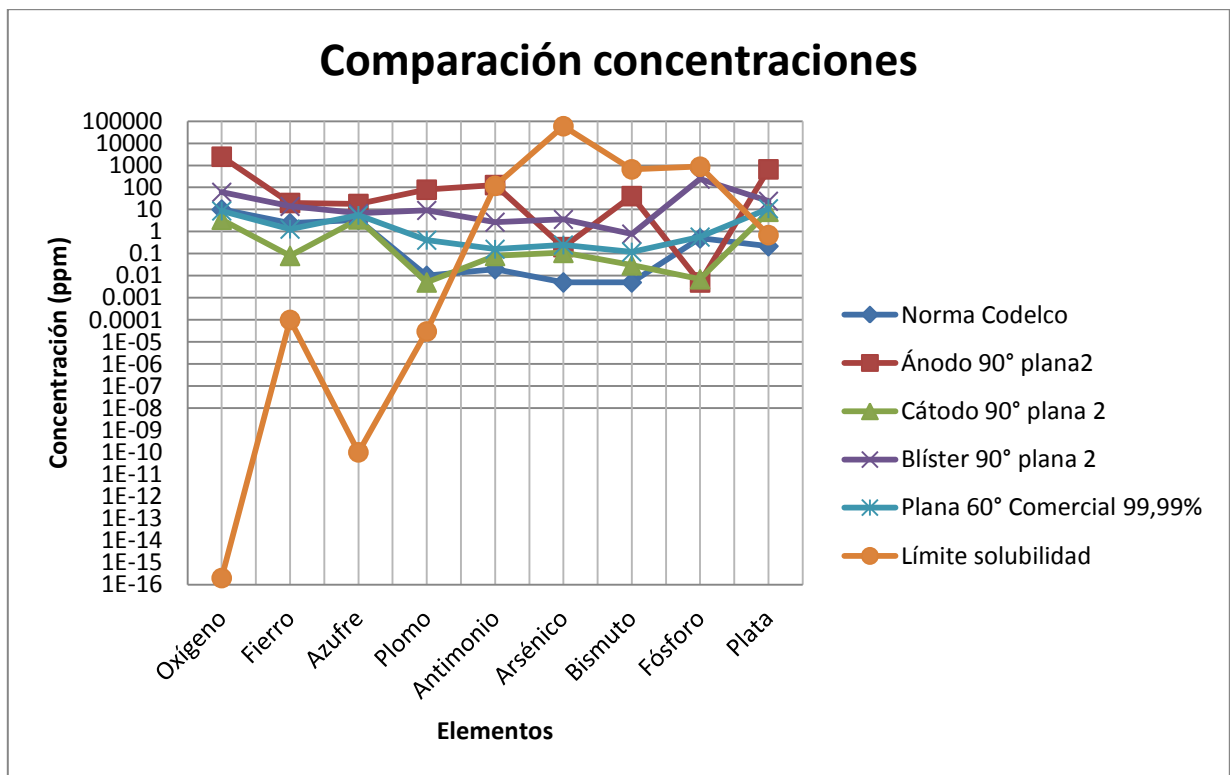


Gráfico 9: límites de solubilidad y concentraciones de impurezas para distintas probetas.

Como se observa del gráfico, el oxígeno tiene el menor valor de límite de solubilidad de todos los elementos, inferior a la concentración de oxígeno presente en todas las probetas. Esto indica que este elemento debería formar precipitados en la matriz de cobre de todas las probetas. Tal como se ve en los resultados de EDS de las probetas de materiales donde se encontraron precipitados, ánodo, blíster y comercial 99,99% (Figuras 29 y 30, 34 y 33, y 40 respectivamente) el elemento encontrado en todos los casos fue el oxígeno, en mayor y menor concentración según el tipo de cobre. Para el caso del cobre comercial 99,99%, que es un cobre de alta pureza se encontró sólo este elemento en los precipitados, la cuprita. En el caso del blíster y el ánodo, los precipitados conformaban una mezcla de elementos constituyentes, en la que se destaca el hierro, que tal como se ve en el gráfico 9, su límite de solubilidad está bajo la concentración encontrada para las diferentes probetas, por lo que debería formar precipitados. Las diferencias encontradas para las probetas con mayor grado de pureza, es que los precipitados contenían sólo oxígeno, formando cuprita, a diferencia de los precipitados con mayor grado de impurezas, que conforman precipitados de una mezcla de elementos.

CONCLUSIONES

Luego de haber realizado 29 experiencias de tracción y 8 simulaciones por elementos finitos, Se puede concluir en referencia a los siguientes puntos:

1.-Simulación de Probetas:

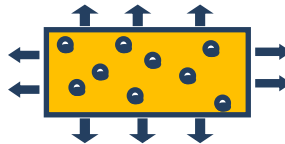
- Los ángulos de entalle más agudos aumentan los esfuerzos en el entorno del entalle.
- Para un nivel de deformación impuesto, las probetas cilíndricas presentan un grado de triaxialidad superior.

2.-Experiencias:

- Las experiencias de tracción con probetas idénticas a aquellas simuladas confirman los resultados obtenidos de la simulación por elementos finitos.
- De los Cobres investigados: el Cobre blíster, que presenta la mayor concentración de impurezas en forma de precipitados, muestra la menor ductilidad, con las probetas cilíndricas presentando un entalle de ángulo de 60°.

3.-Sensibilidad a la presencia de impurezas:

- Bajo la acción de componentes hidrostáticas de esfuerzo, se puede generar una fisuración interfacial, dando origen por coalescencia, a la ruptura del material, como lo muestra el esquema adjunto



Una forma de probeta única, sensible a la presencia de impurezas permitiría un análisis mecánico del efecto de las impurezas en cobres, desde ánodos a productos elaborados.

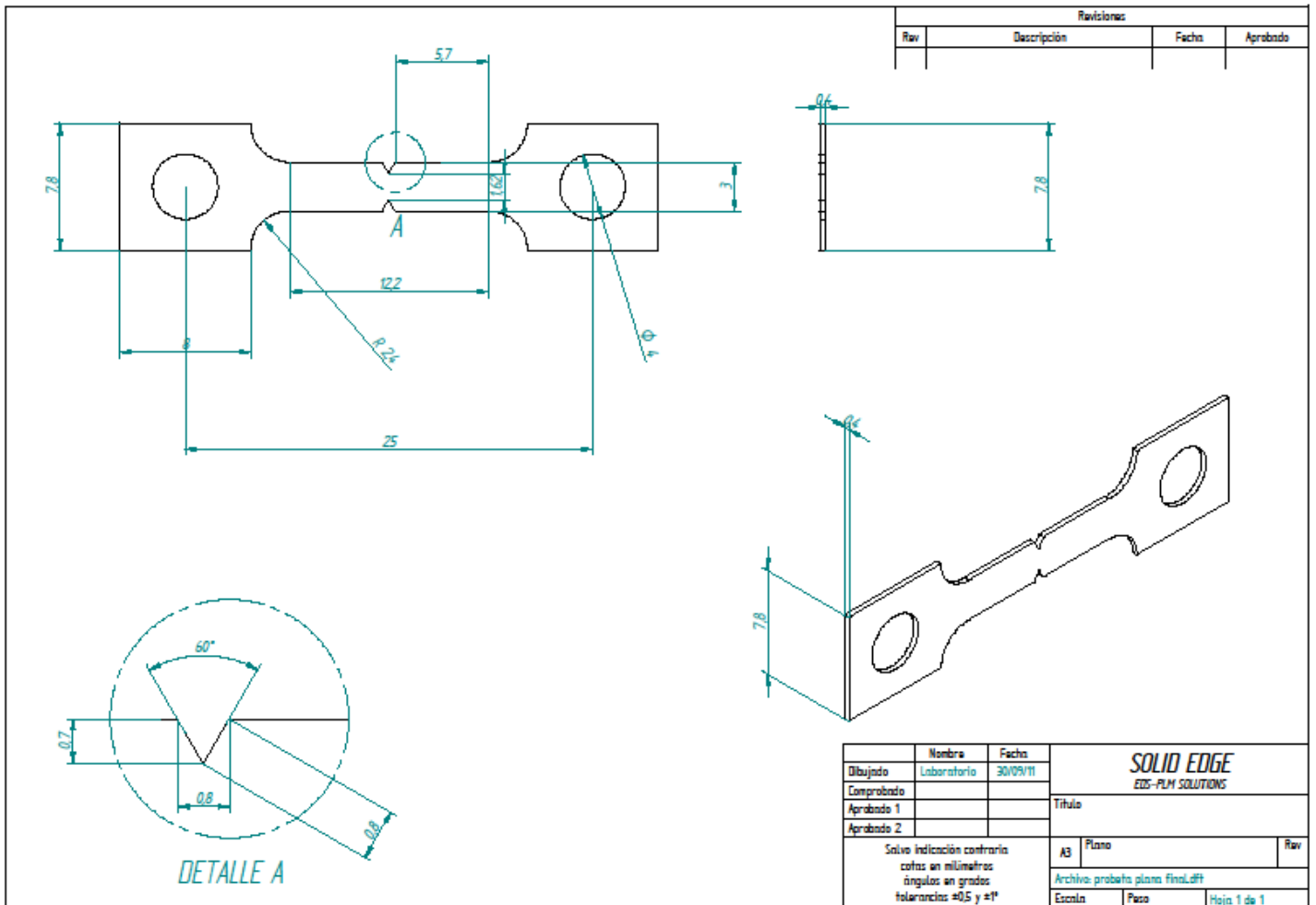
BIBLIOGRAFÍA

- [1] Meller P. Dilemas y Debates en torno al Cobre. Santiago de Chile. Dolmen ediciones, 2002.
- [2] Sitio web Codelco educa. www.codelcoeduca.cl
- [3] American society for testing and materials (ASTM). Standard Specification for Electrolytic Copper Cathode (ASTM B115 – 00)
- [4] Manual de composición química, pesos y medidas de cobres y subproductos. Subgerencia de operaciones comerciales de Codelco. 2010.
- [5] C.N Reid. Deformation geometry for materials scientists. Primera edición. International series on materials science and technology, v. 11. Oxford, Nueva York. Pergamon Press.1973
- [6] ANSYS workbench help. ANSYS 13.0
- [7] Jr. Smith A.A, Jr. Smart, J.S. and A.J. Phillips. Preparation and some properties of high purity copper. Metals Technology, American Institute of mining and metallurgic engineers, T.P. 1289:272-286, 1941.
- [8] Shen, K., Guo, M., Wang, M. Recrystallization characteristics of a fine grained copper alloy. Materials Chemistry and Physics, 120:709-714, 2010.
- [9] Gonzalez, R., Hidalgo, P. Estudio de propiedades mecánicas de cátodos y alambrones de cobre. Memoria Ingeniero Civil Mecánico, 2006.
- [10] American society for testing and materials (ASTM). Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric). (ASTM E 8M – 04).
- [11] Zheng, X. Empirical assessment of ductile fracture initiation in steel bars with notch and three-point bend specimen with edge crack. Theoretical and applied fracture mechanics, 18: 157-161, 1993.
- [12] Y. Xu, E. M. Schulson. On the notch sensitivity of the ductile intermetallic Ni₃Al containing boron. Acta Materialia, 4: 1601-1612, 1996.
- [13] G. E. Dieter. Metalurgia mecánica. Ediciones Aguilar. 1967.
- [14] American society for testing and materials (ASTM). Standard Test Method of Sharp-Notch Tension Testing of High-Strength Sheet Materials (ASTM E338 – 03).
- [15] American society for testing and materials (ASTM). Standard Test Method for Sharp-Notch Tension Testing with Cylindrical Specimens (ASTM E602 – 03).
- [16] Evans Analytical group website. www.eaglabs.com
- [17] R. P. Reed and R. P. Mikesell, Low Temperature Mechanical Properties of Copper and Selected Copper Alloys: A compilation from the literature: NBS monograph 101, (1967). U.S. Dept. of Commerce, Boulder, Colorado, U.S.A.

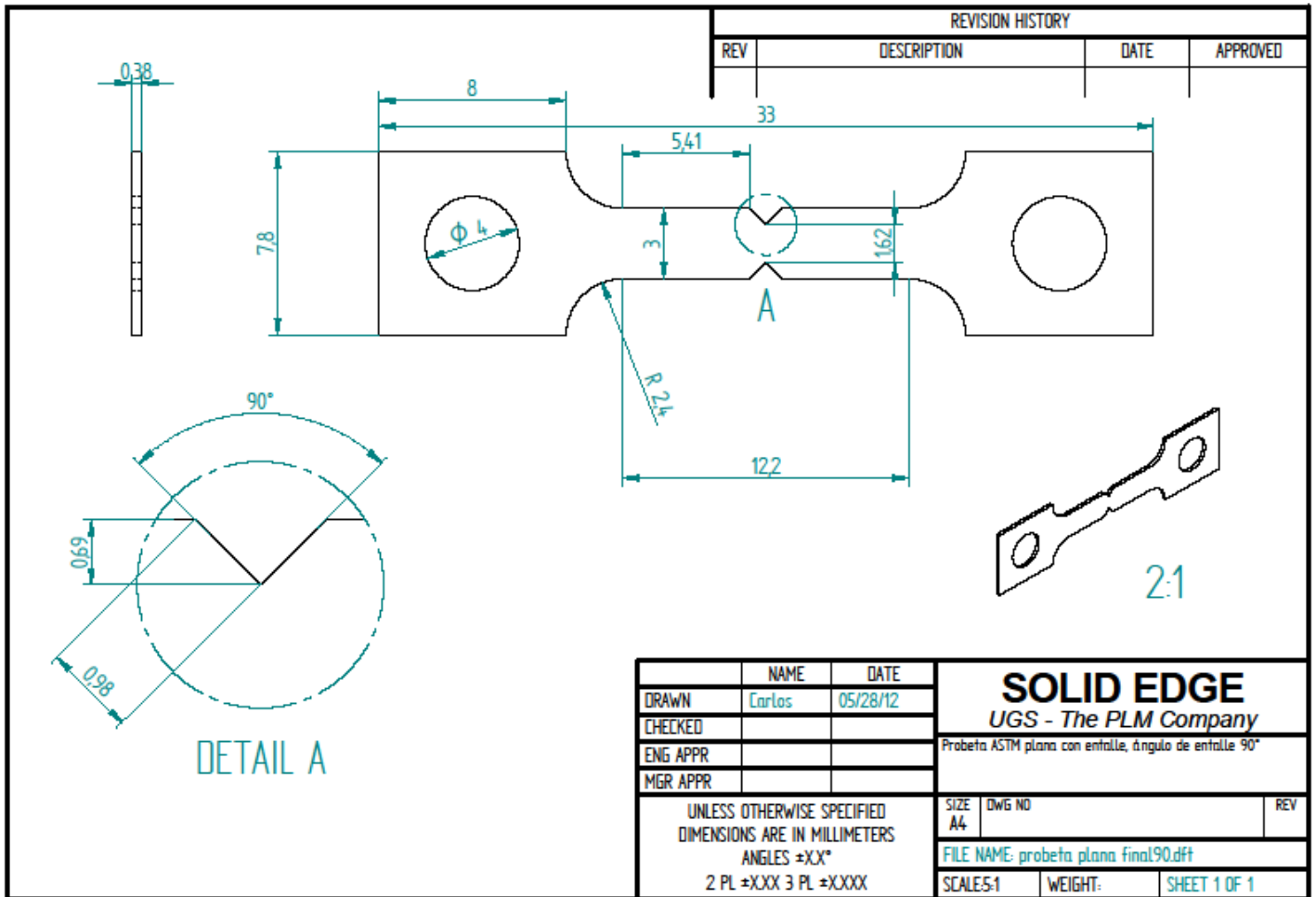
ANEXOS.

ANEXO A: Planos probetas diseñadas.

Probeta plana con entalle, ángulo de entalle 60°, tipo ASTM.



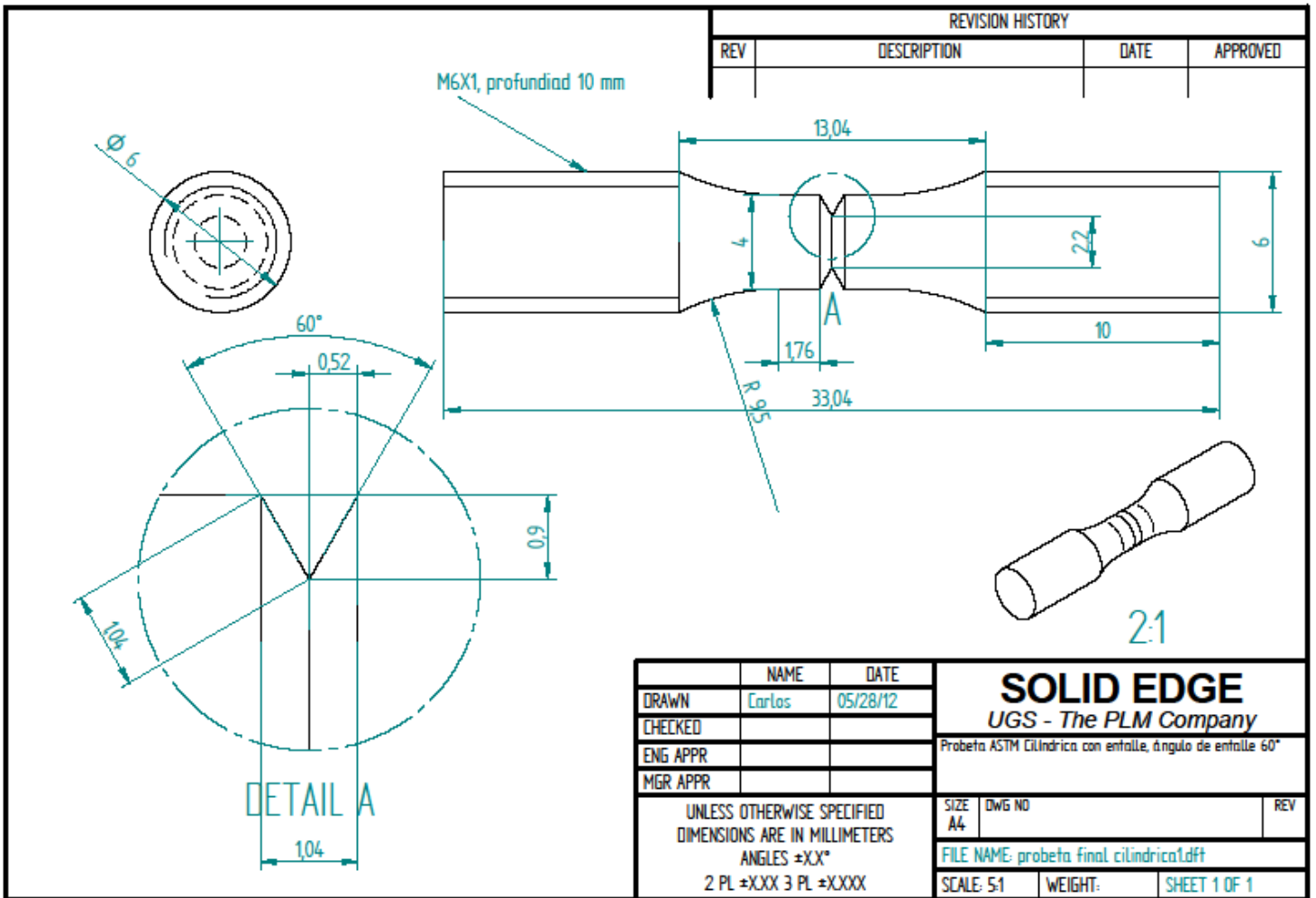
Probeta plana con entalle, ángulo de entalle 90°, tipo ASTM.



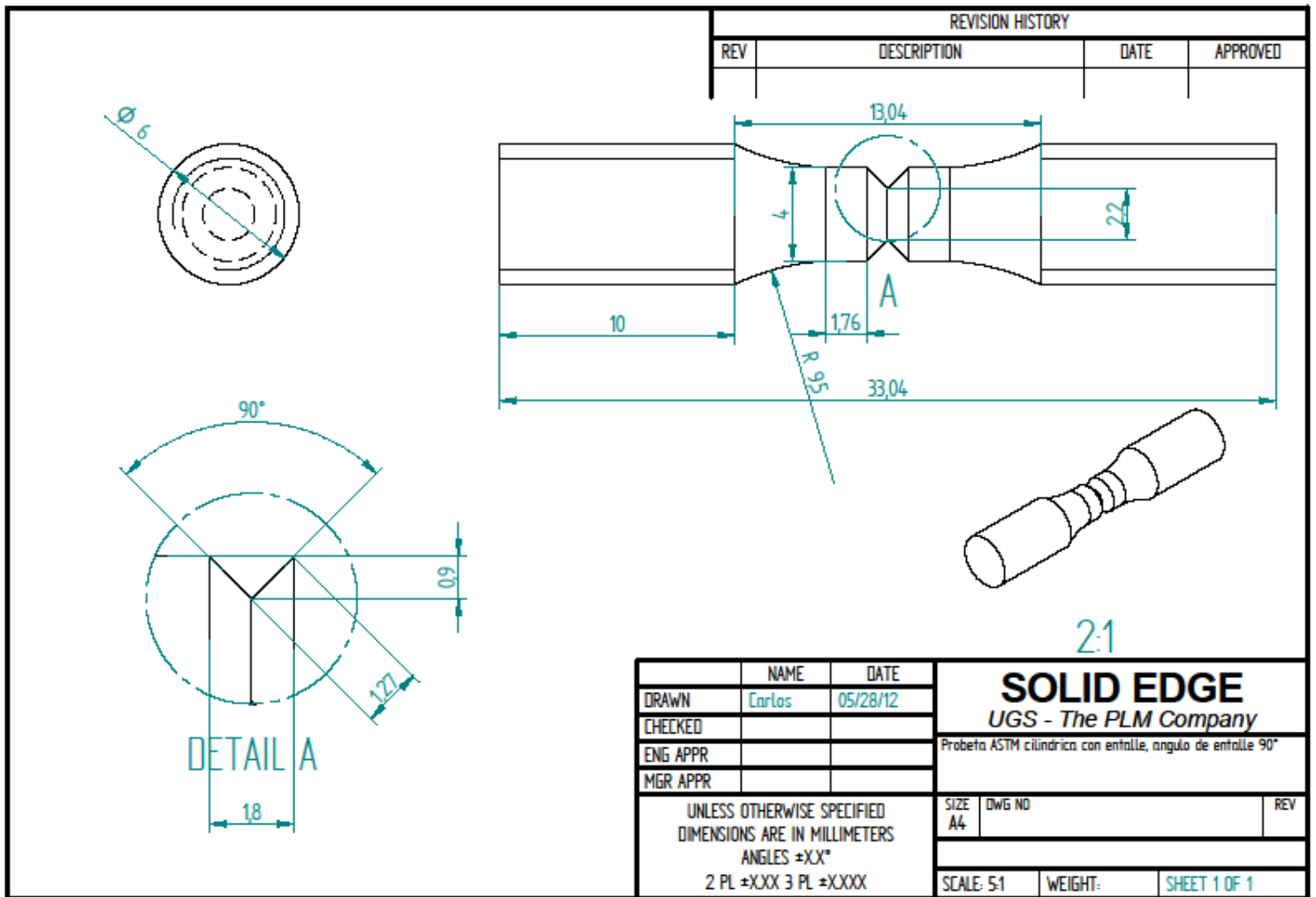
REVISION HISTORY			
REV	DESCRIPTION	DATE	APPROVED

	NAME	DATE	SOLID EDGE UGS - The PLM Company Probeta ASTM plana con entalle, ángulo de entalle 90°	
DRAWN	Carlos	05/28/12		
CHECKED				
ENG APPR				
MGR APPR			SIZE	DWG NO
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGLES ±XX° 2 PL ±XXX 3 PL ±XXXX			A4	
			SCALE: 1	WEIGHT:
			SHEET 1 OF 1	

Probeta cilíndrica con entalle, ángulo de entalle 60°, tipo ASTM.



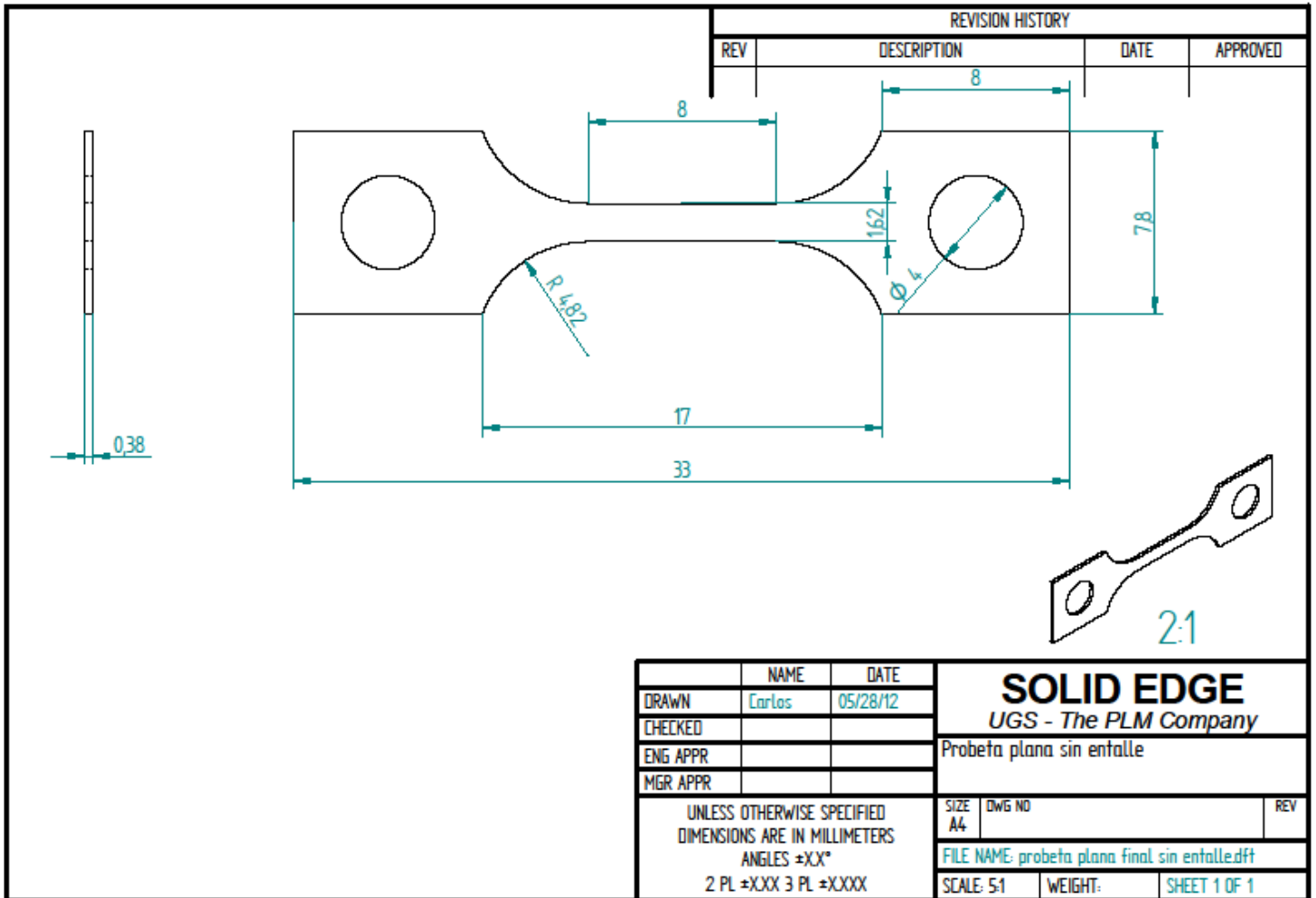
Probeta cilíndrica con entalle, ángulo de entalle 90°, tipo ASTM.



REVISION HISTORY			
REV	DESCRIPTION	DATE	APPROVED

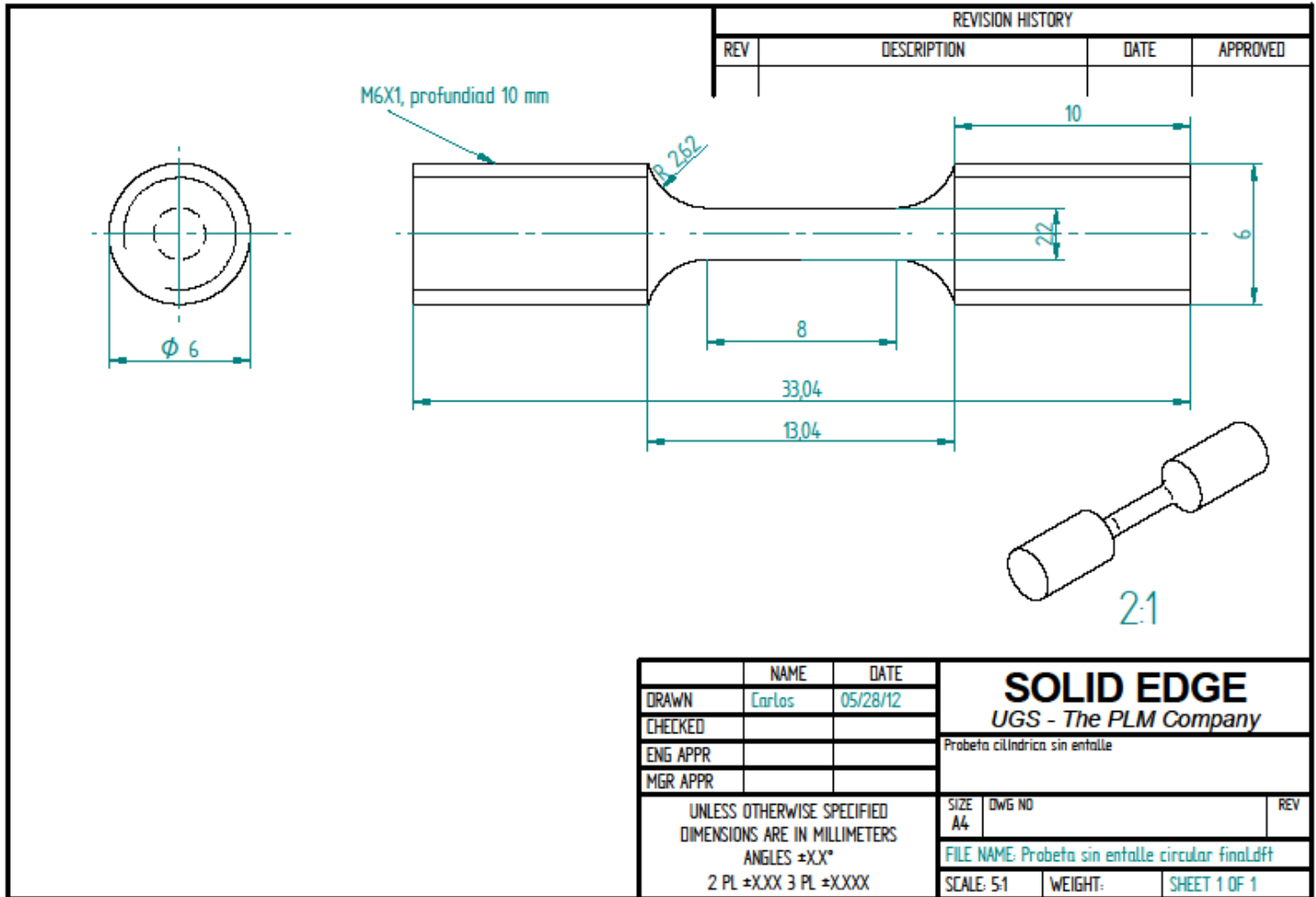
	NAME	DATE	SOLID EDGE UGS - The PLM Company Probeta ASTM cilíndrica con entalle, ángulo de entalle 90°	
DRAWN	Carlos	05/28/12		
CHECKED				
ENG APPR				
MGR APPR			SIZE	DWG NO
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGLES ±XX° 2 PL ±XXX 3 PL ±XXXX			A4	
SCALE: 5:1		WEIGHT:	SHEET 1 OF 1	

Probeta plana sin entalle



	NAME	DATE	SOLID EDGE UGS - The PLM Company Probeta plana sin entalle		
DRAWN	Carlos	05/28/12			
CHECKED					
ENG APPR					
MGR APPR			SIZE	DWG NO	REV
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS ANGLES ±XX° 2 PL ±XXX 3 PL ±XXXX			A4		
			FILE NAME: probeta plana final sin entalle.dft		
			SCALE: 5:1	WEIGHT:	SHEET 1 OF 1

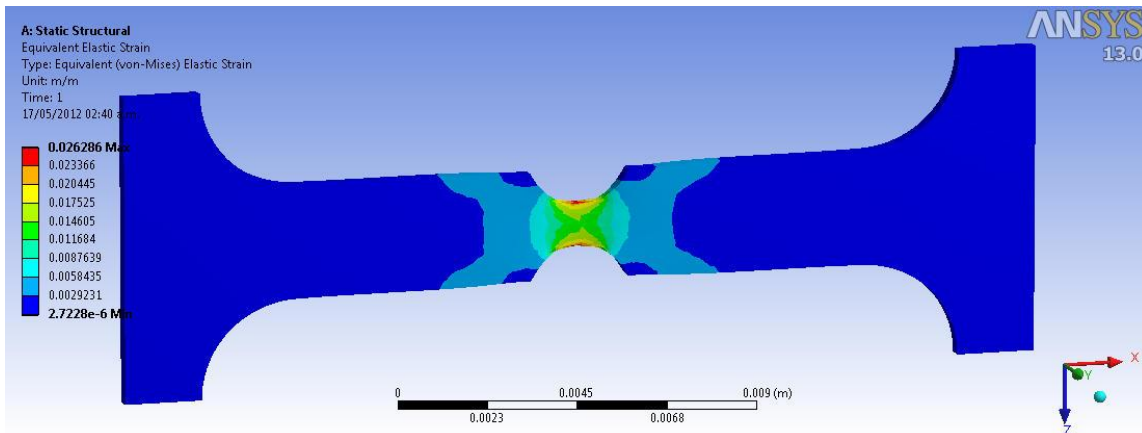
Probeta cilíndrica sin entalle



ANEXO B: Resultados Elementos finitos.

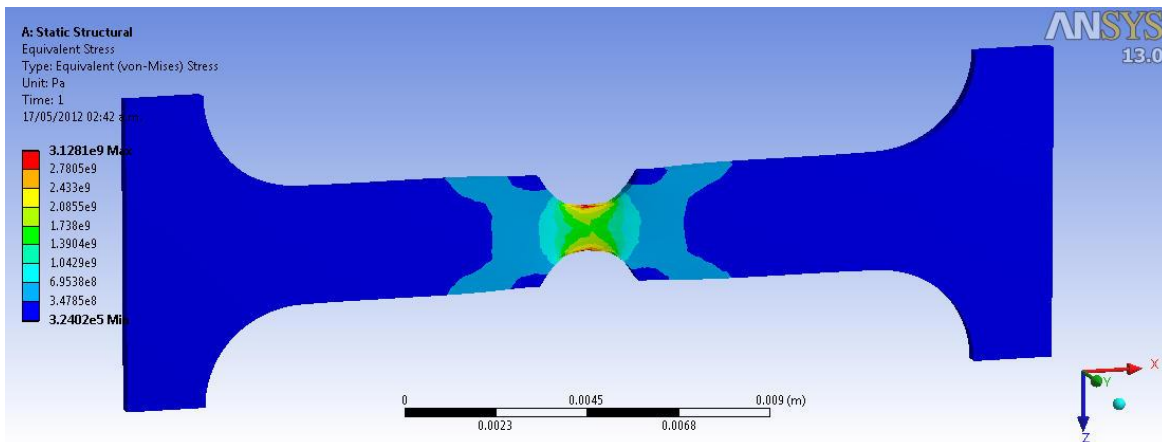
- Probeta ASTM Plana con entalle en 60°

- Campo de deformación



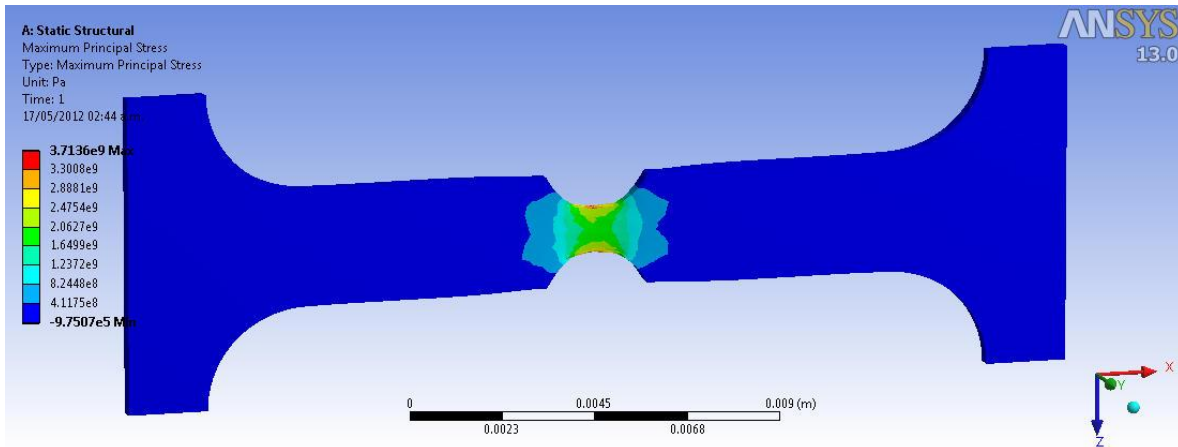
- Esfuerzos.

Esfuerzo equivalente:

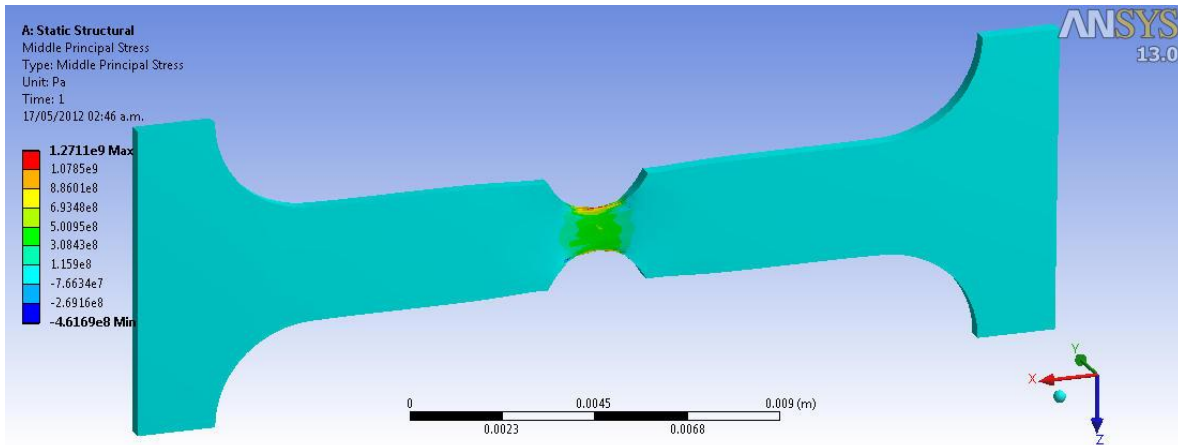


Esfuerzos principales:

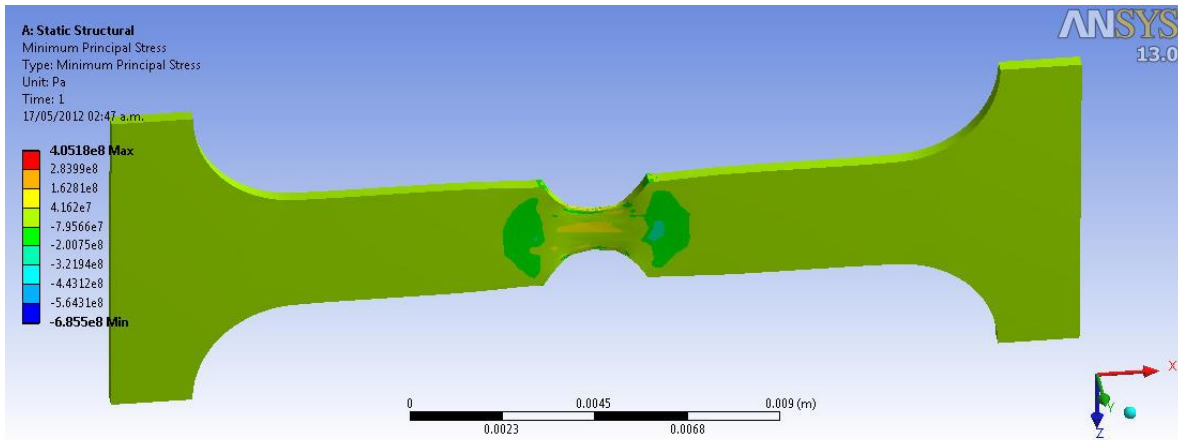
σ_1 :



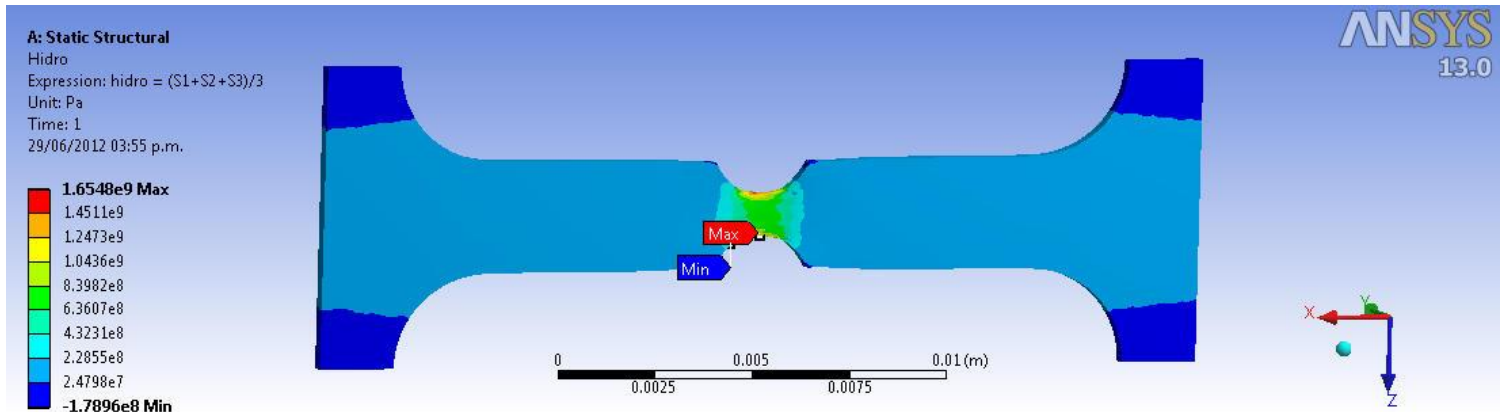
σ_2 :



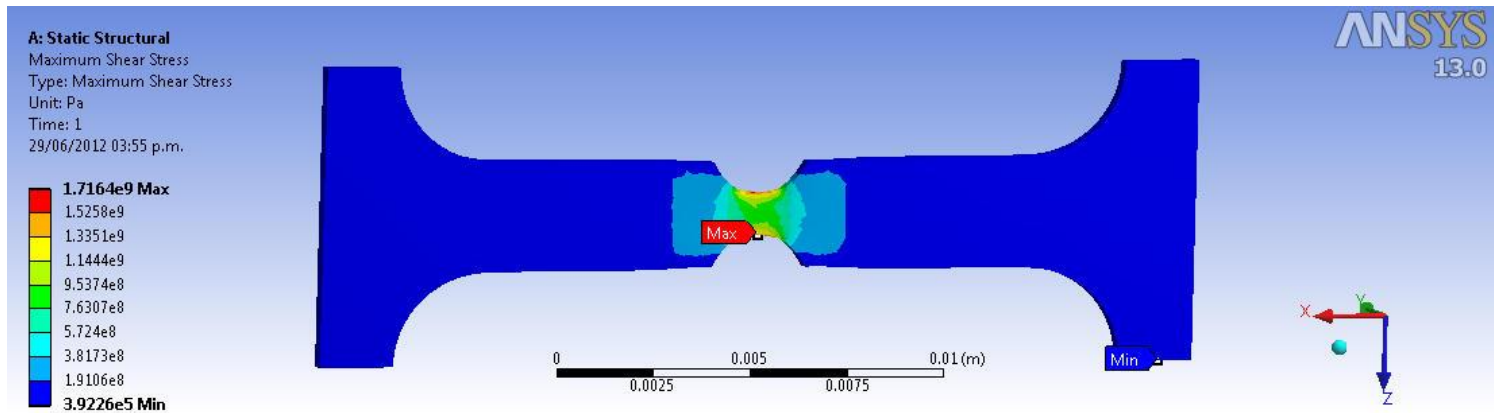
σ_3 :



Componente hidrostática

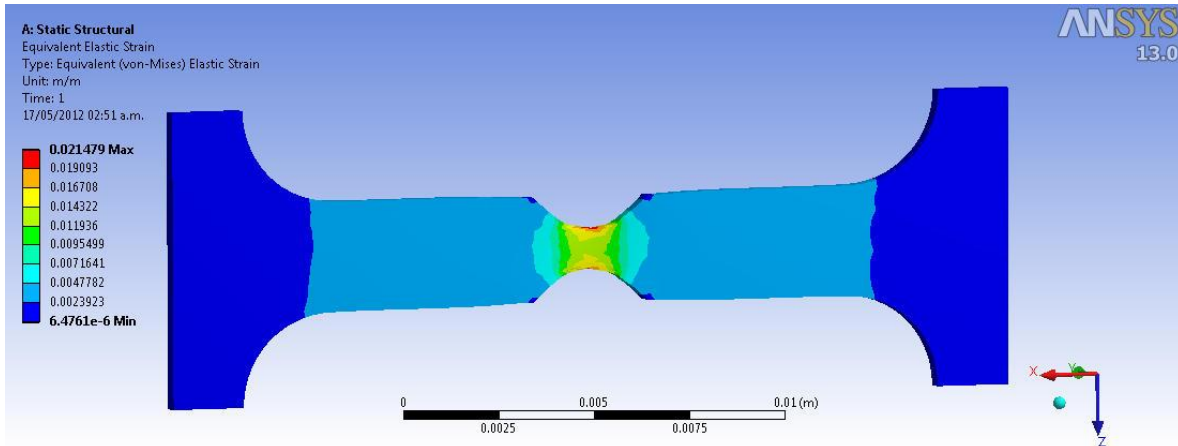


Esfuerzo de corte máximo



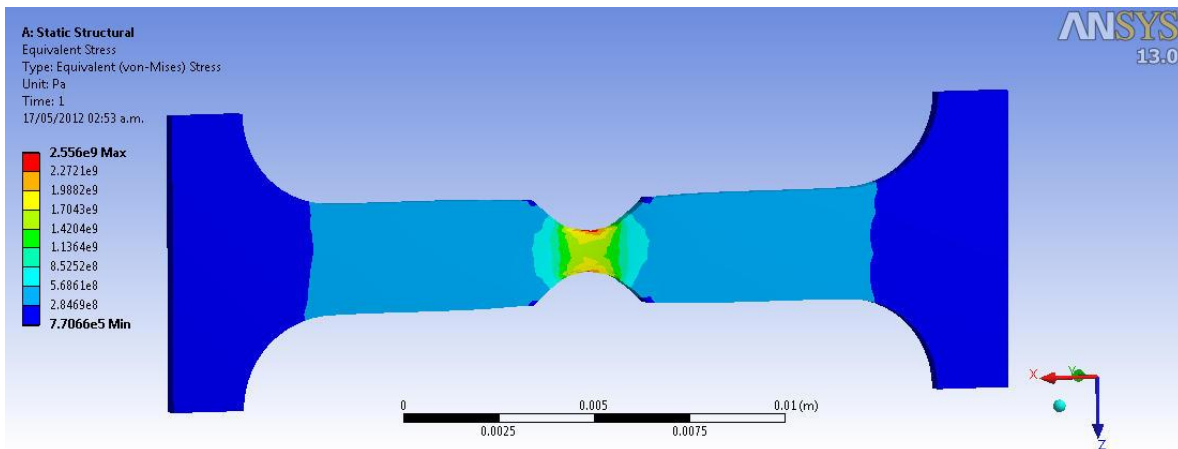
- Probeta ASTM Plana con entalle en 90°

- Campo de deformación



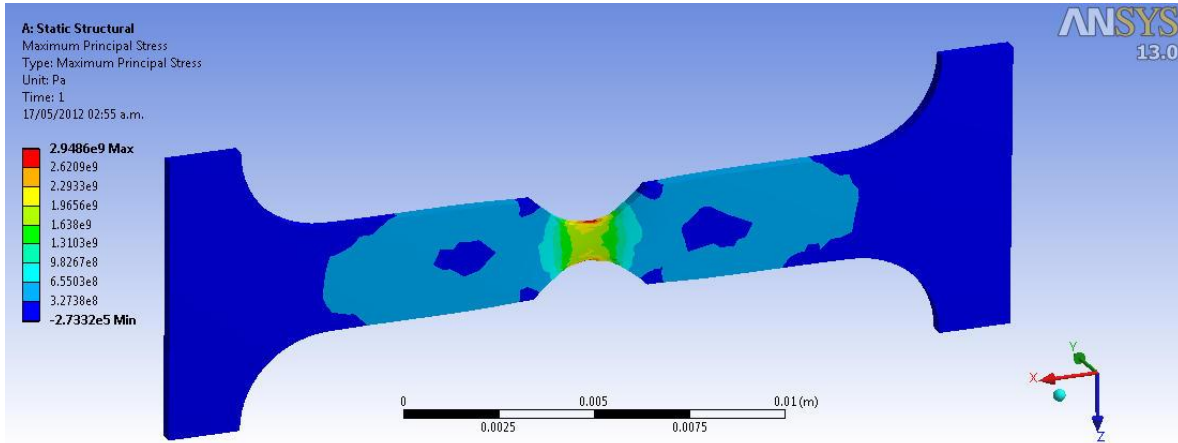
- Esfuerzos.

Esfuerzo equivalente:

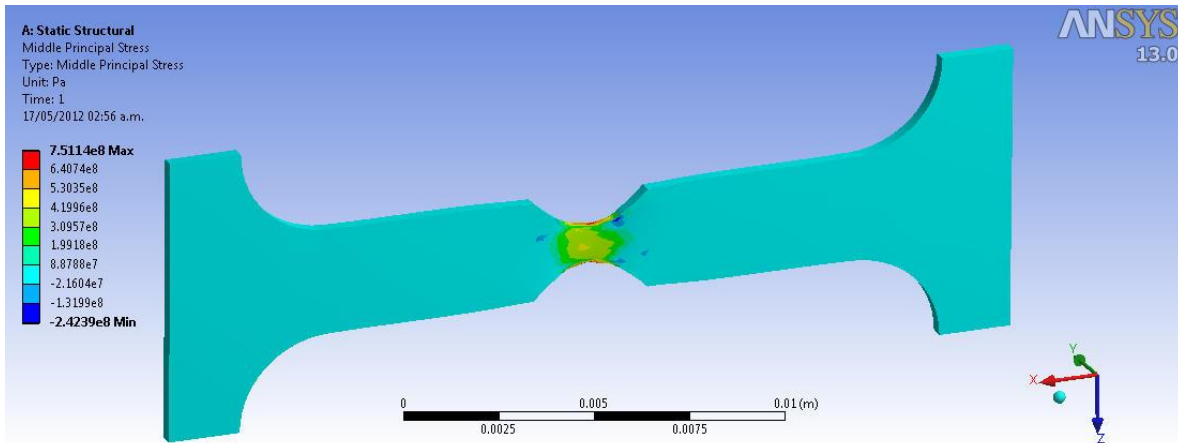


Esfuerzos principales:

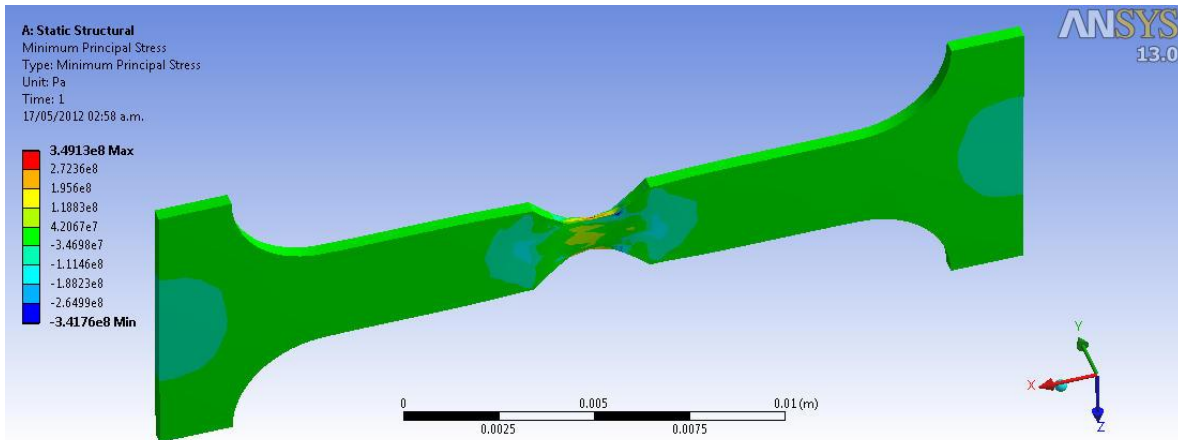
σ_1 :



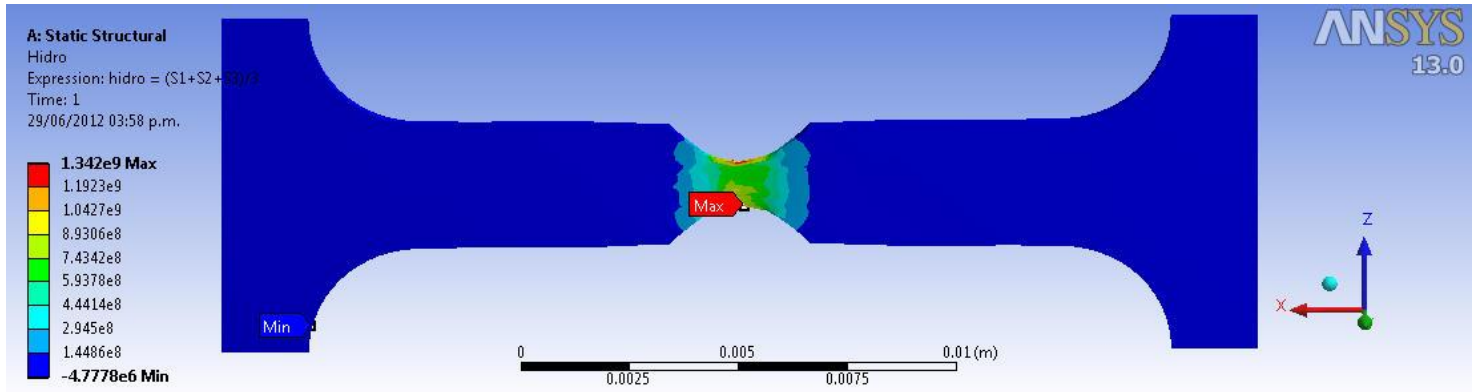
σ_2 :



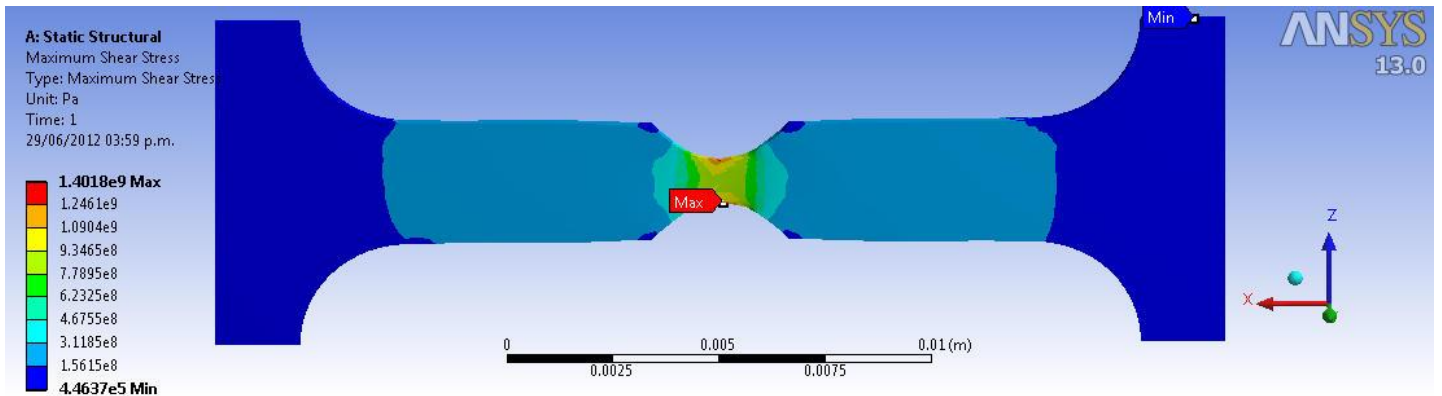
σ_3 :



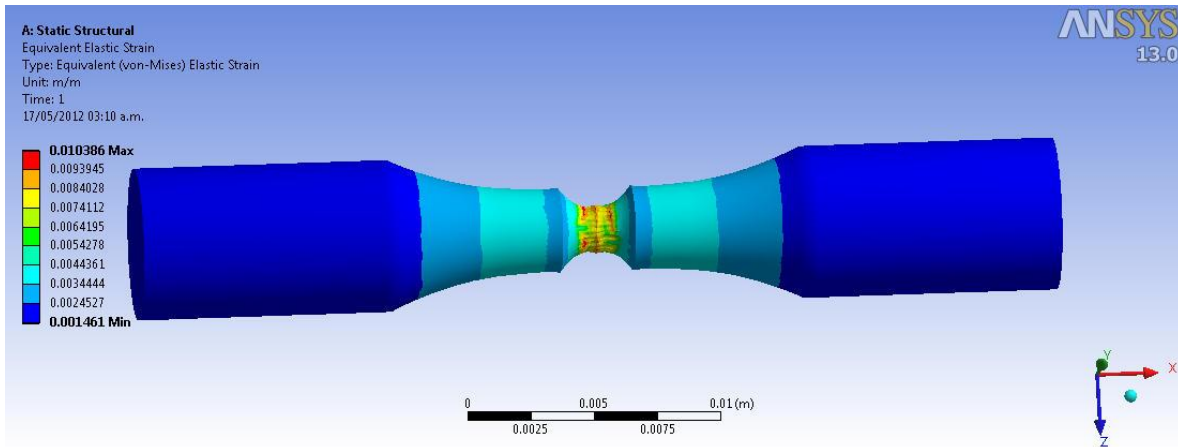
Componente hidrostática



Esfuerzo de corte máximo

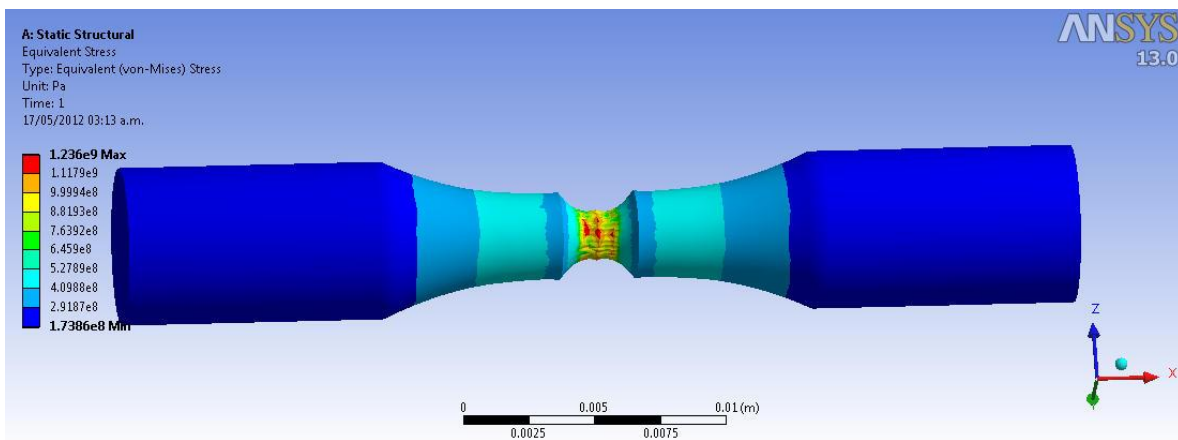


- Probeta ASTM Cilíndrica con entalle en 60°
- Campo de deformación



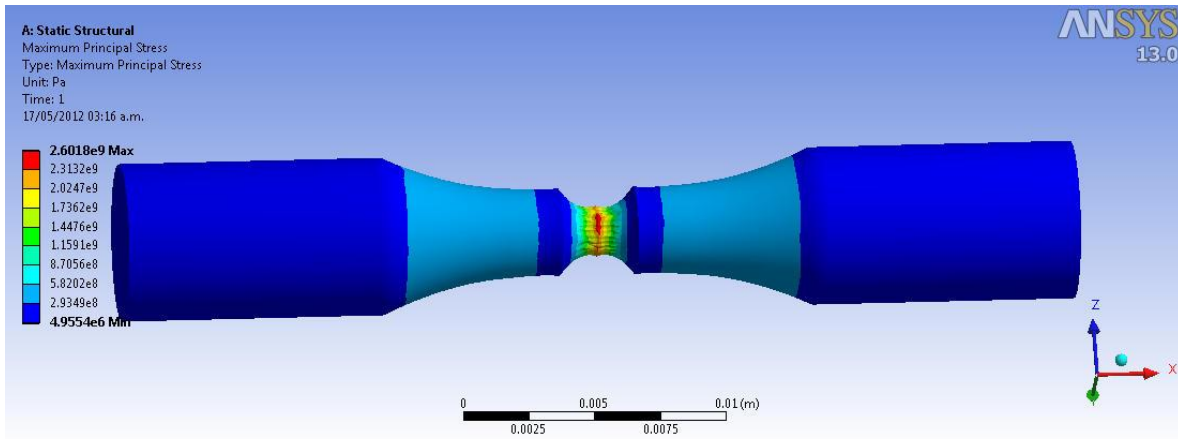
- Esfuerzos.

Esfuerzo equivalente.

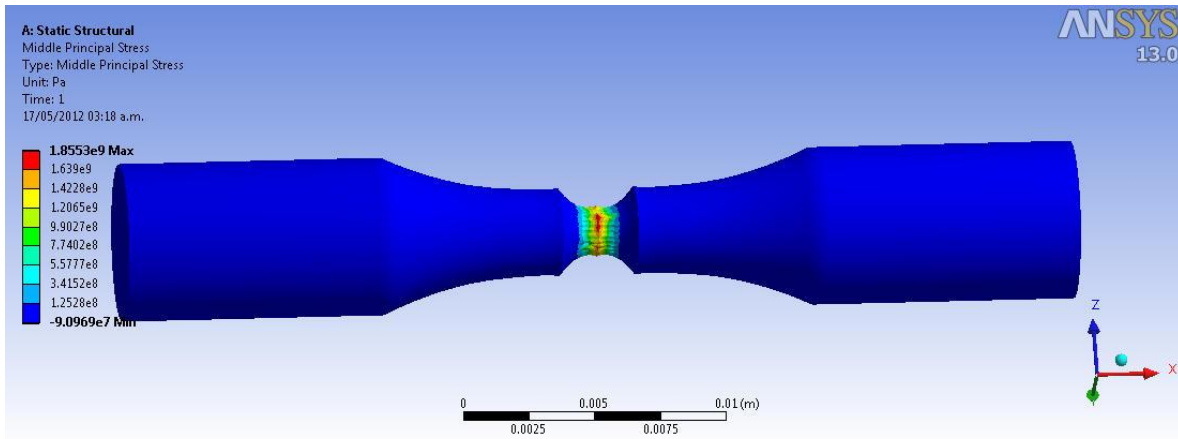


Esfuerzos principales:

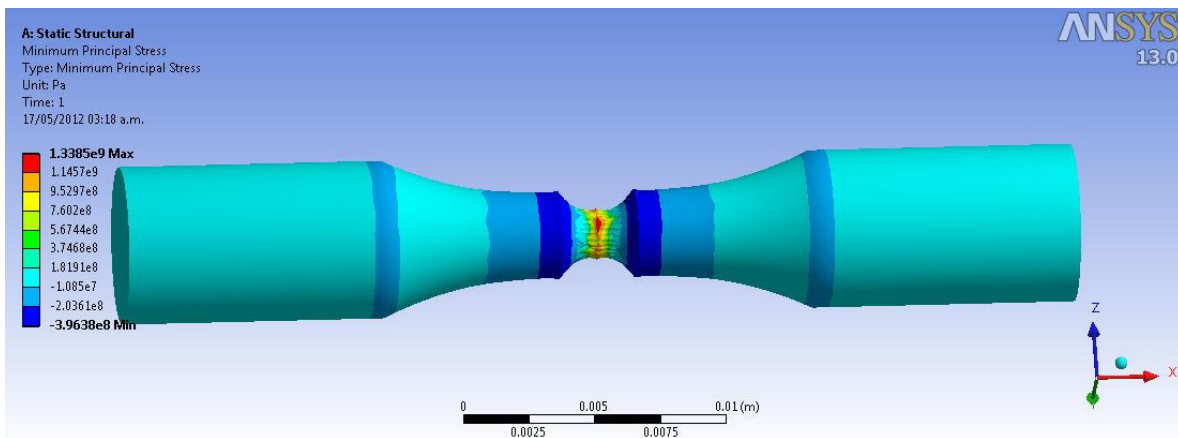
σ_1 :



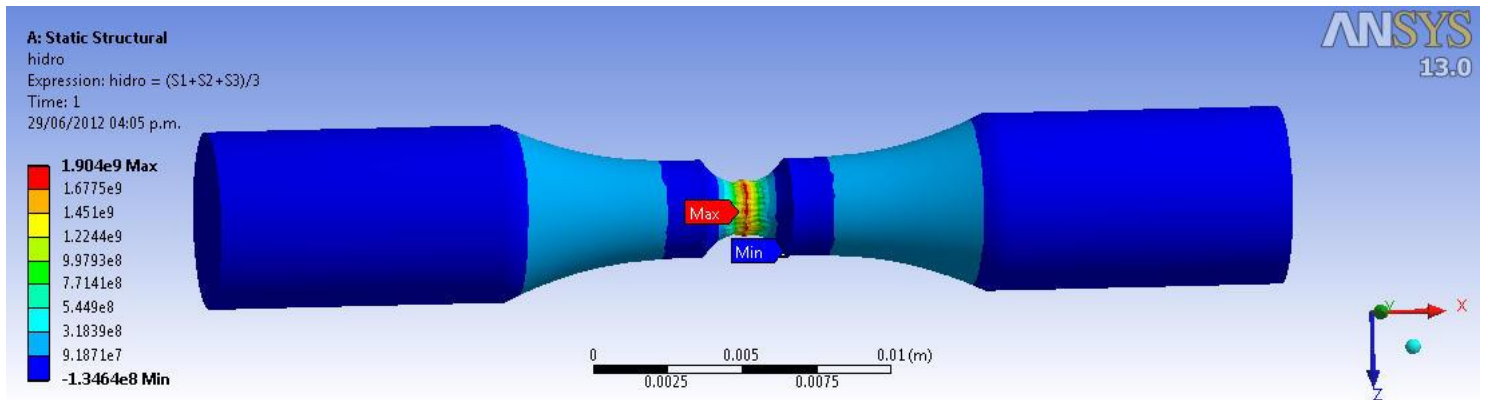
σ_2 :



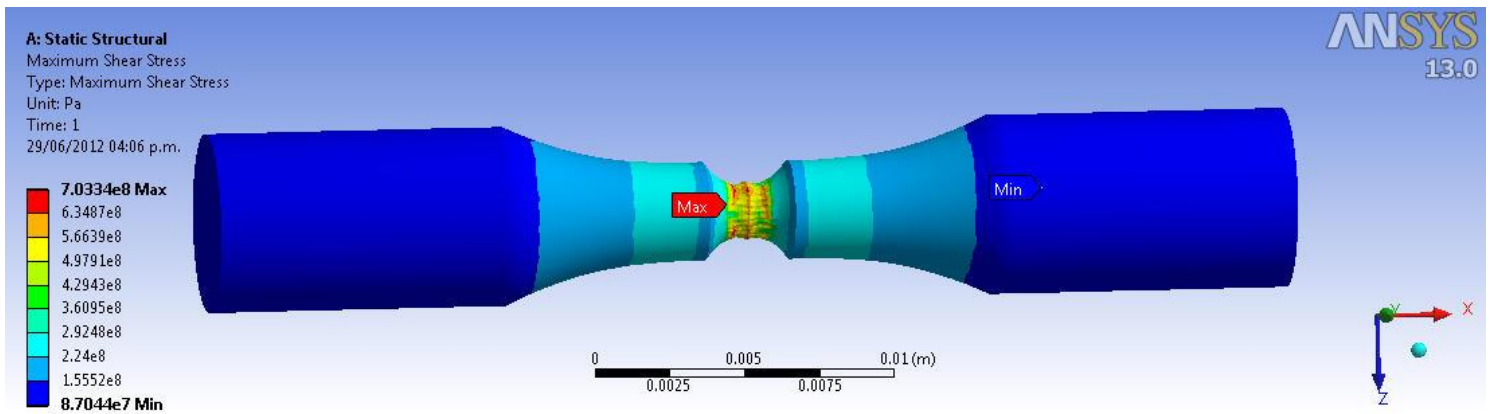
σ_3 :



Componente hidrostática

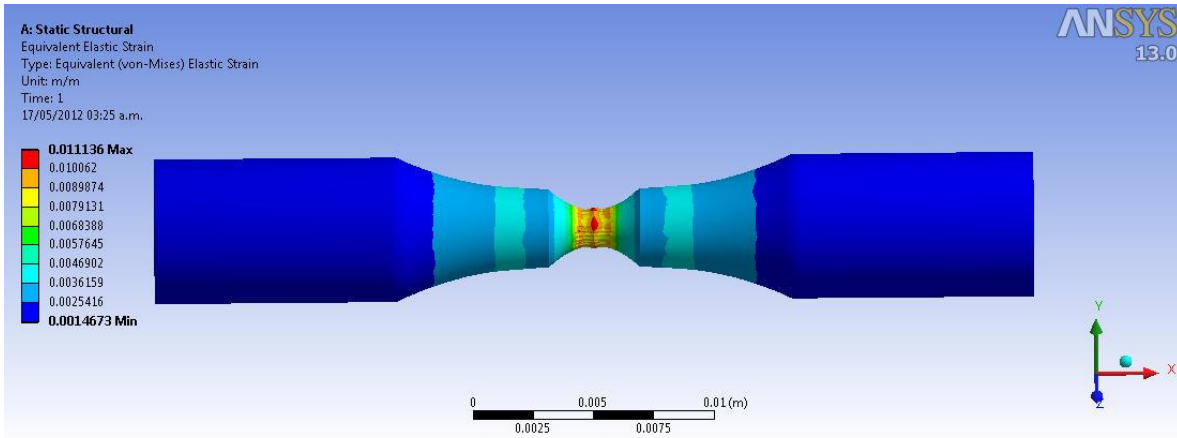


Esfuerzo de corte máximo



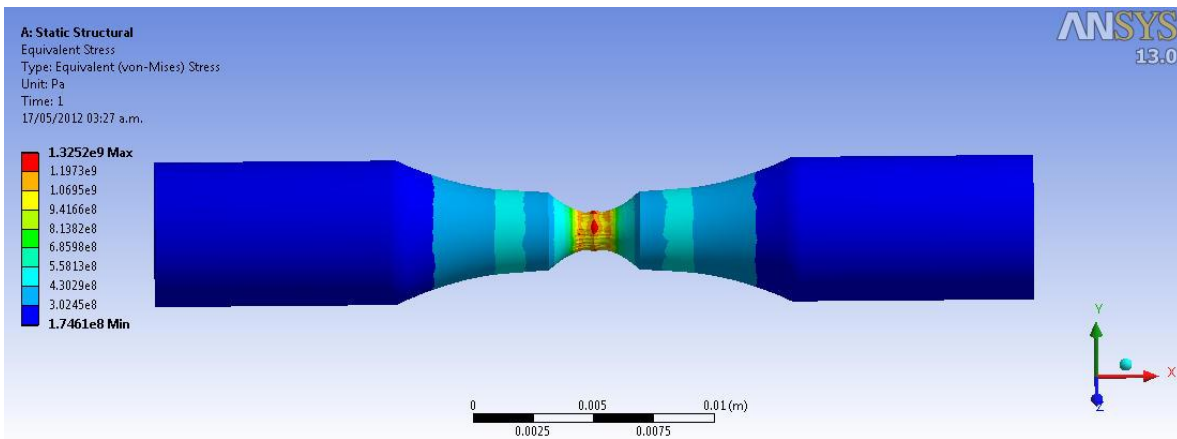
- Probeta ASTM Cilíndrica con entalle en 90°

- Campo de deformación:



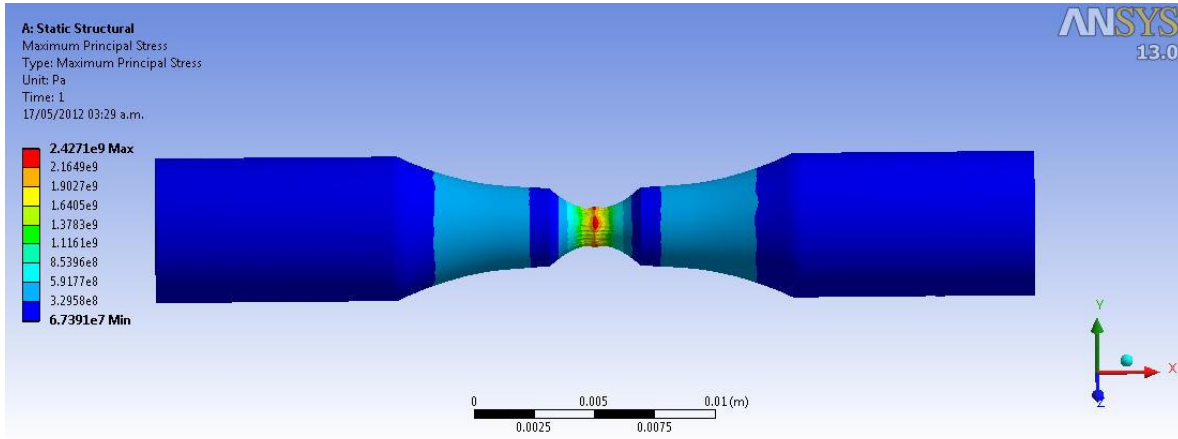
- Esfuerzos

Esfuerzo equivalente:

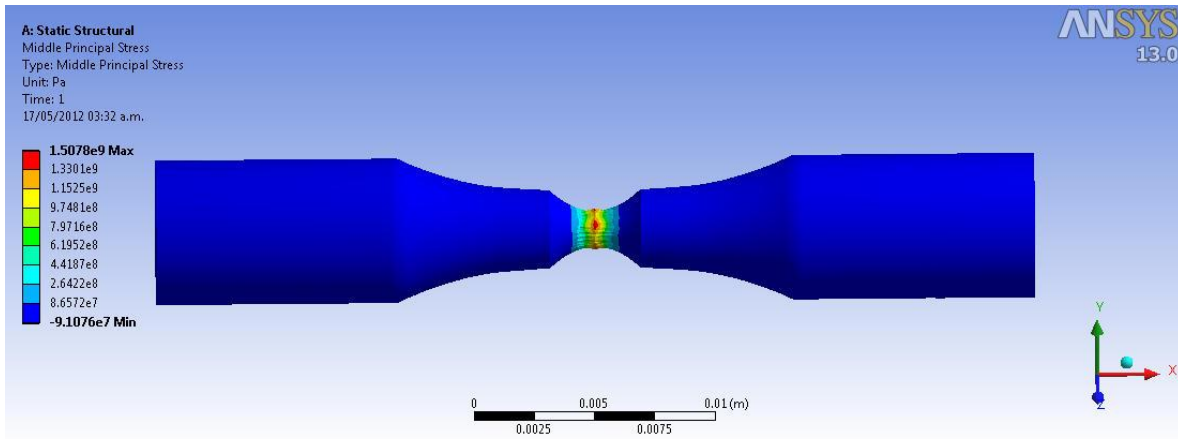


Esfuerzos principales:

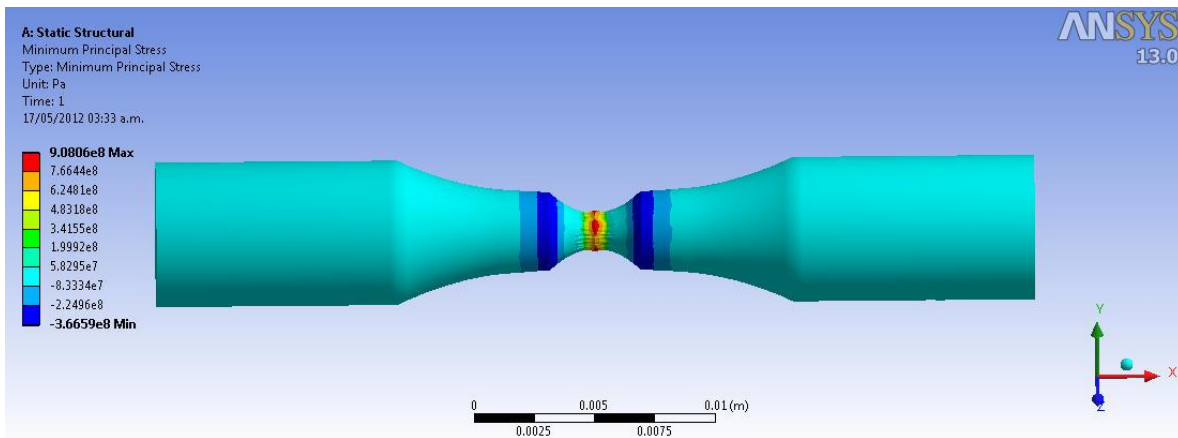
σ_1 :



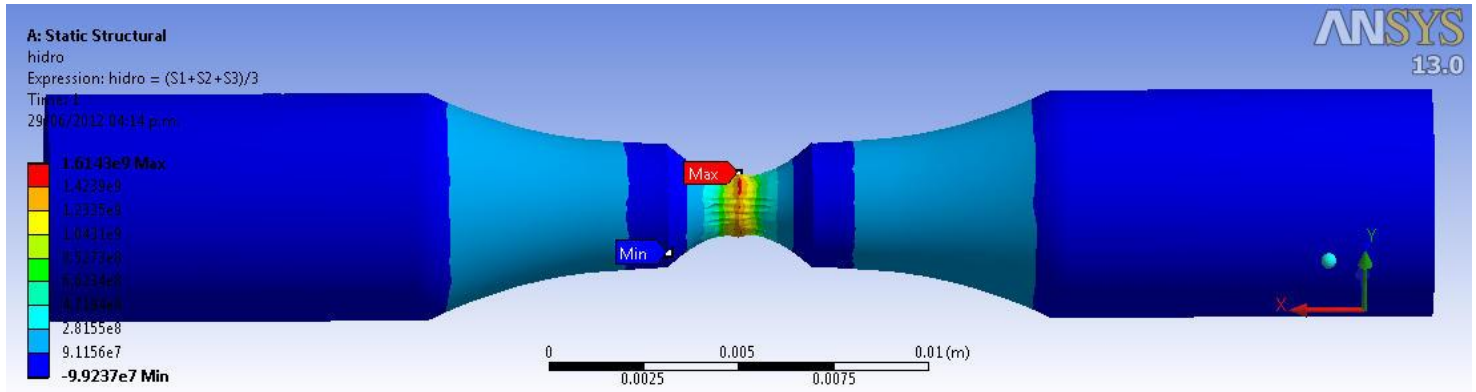
σ_2 :



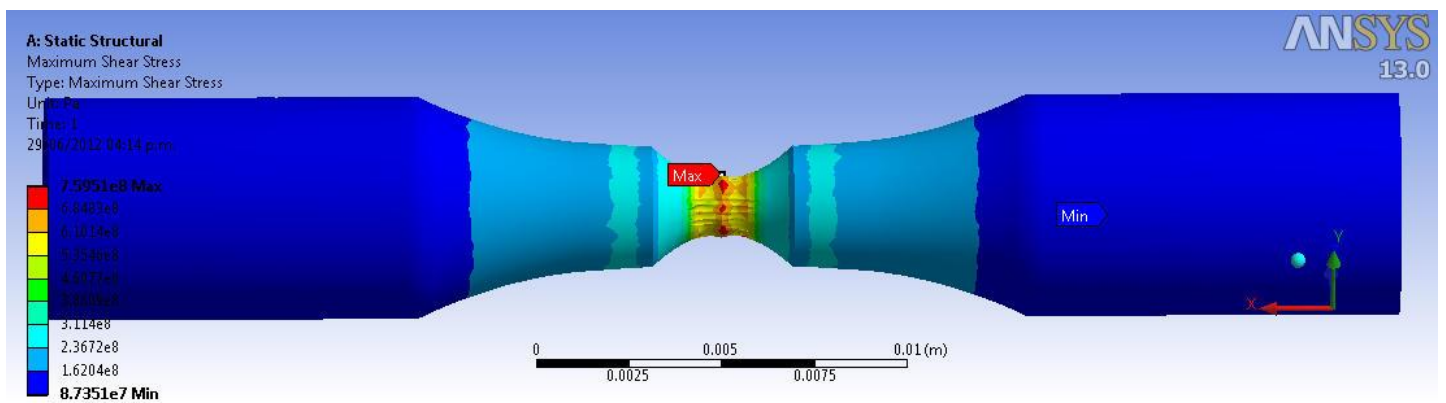
σ_3 :



Componente hidrostática

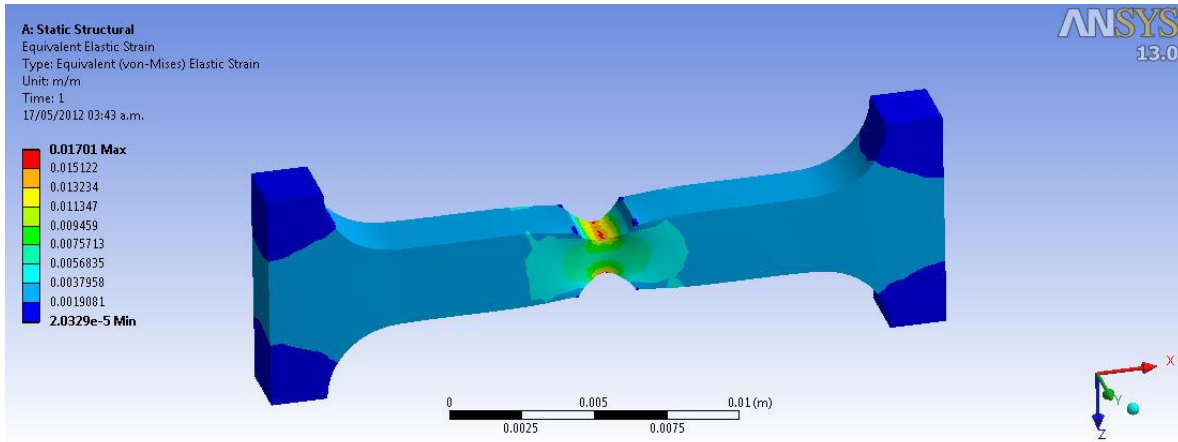


Esfuerzo de corte máximo



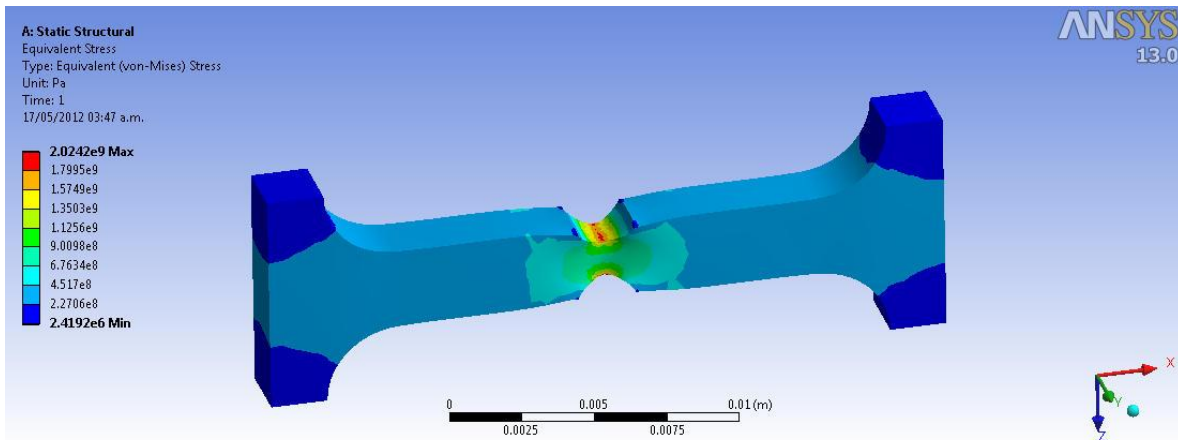
- Probeta ASTM Plana con entalle en 60° espesor 2,35 mm.

- Campo de deformación:



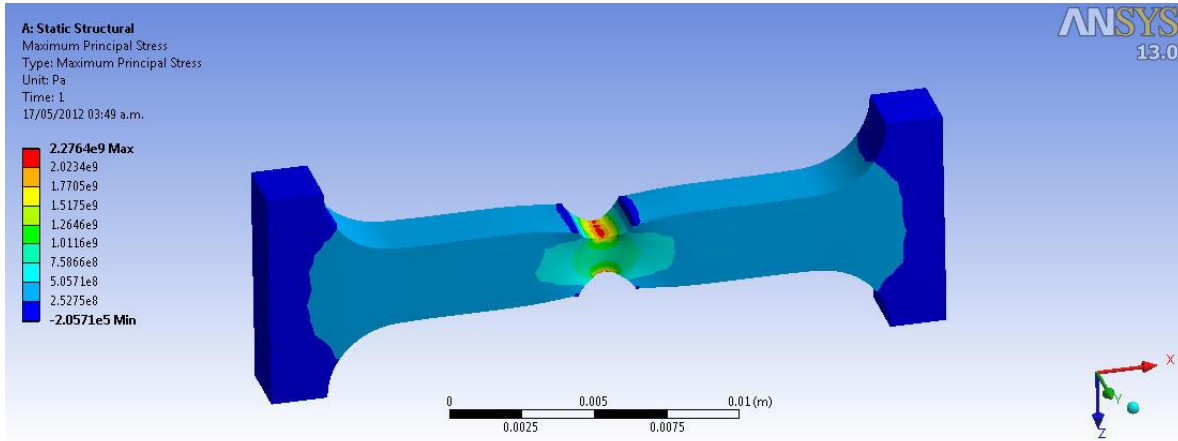
- Esfuerzos

Esfuerzo equivalente:

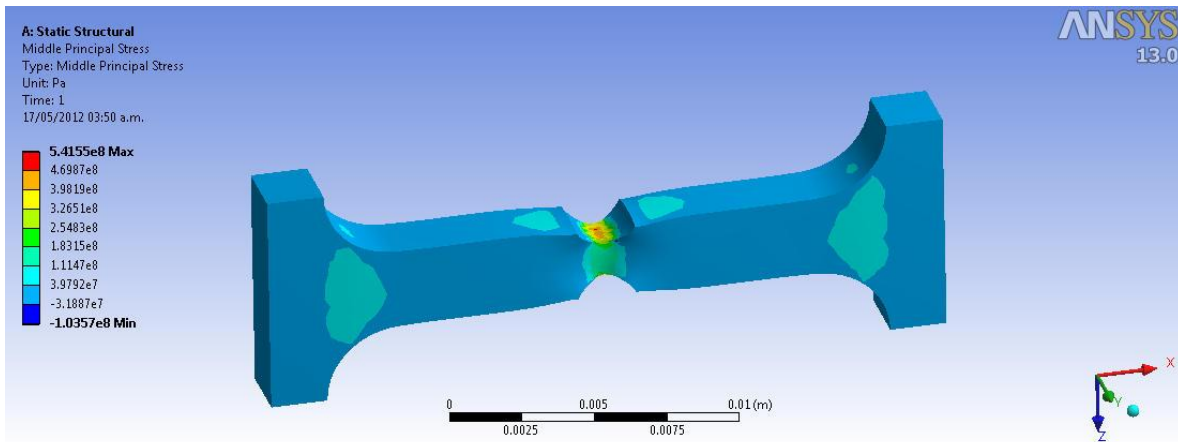


Esfuerzos principales:

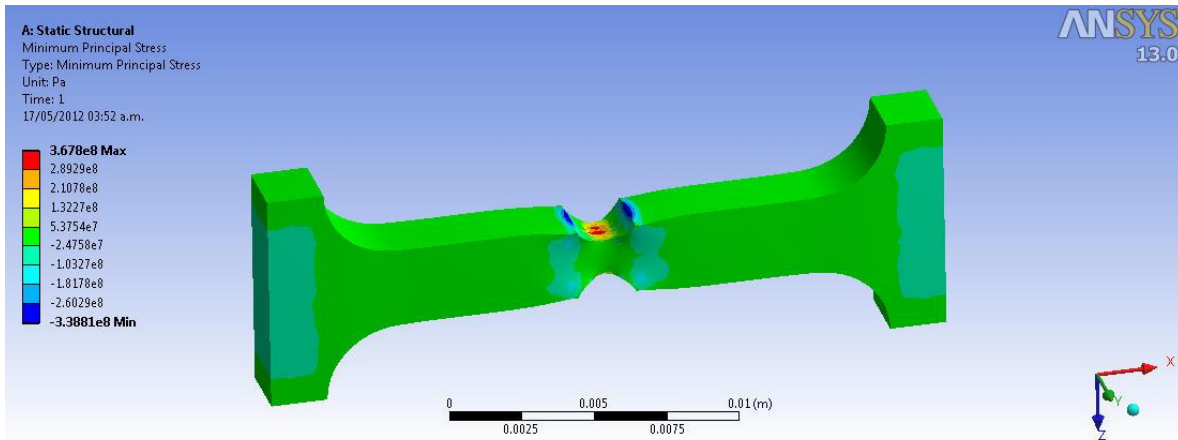
σ_1 :



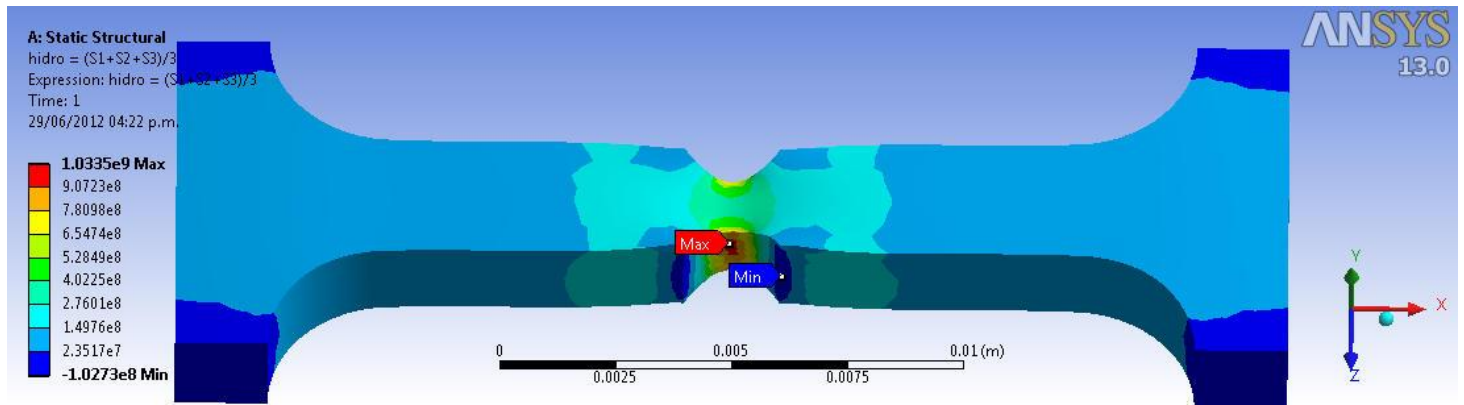
σ_2 :



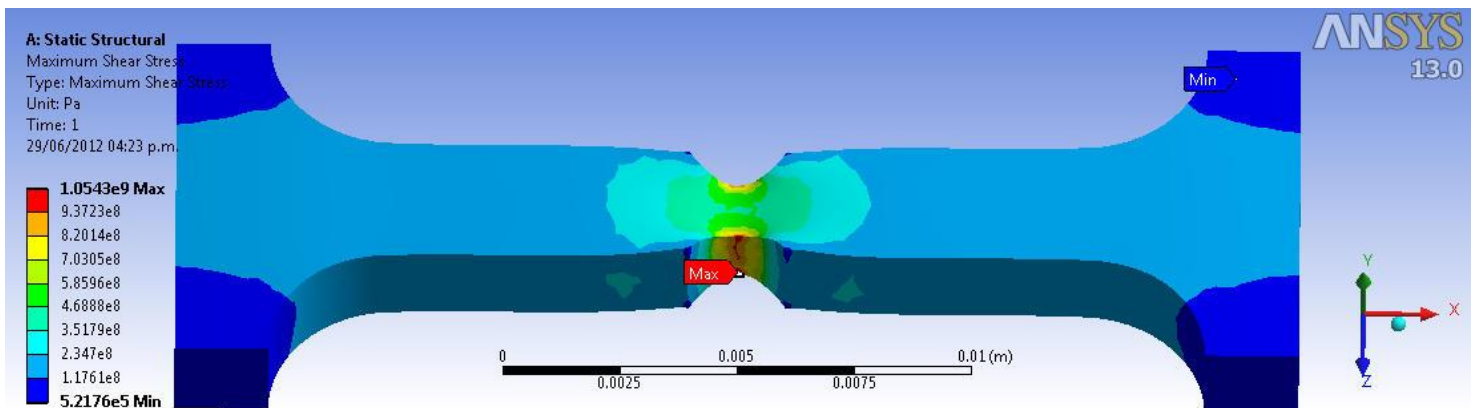
σ_3 :



Componente hidrostática

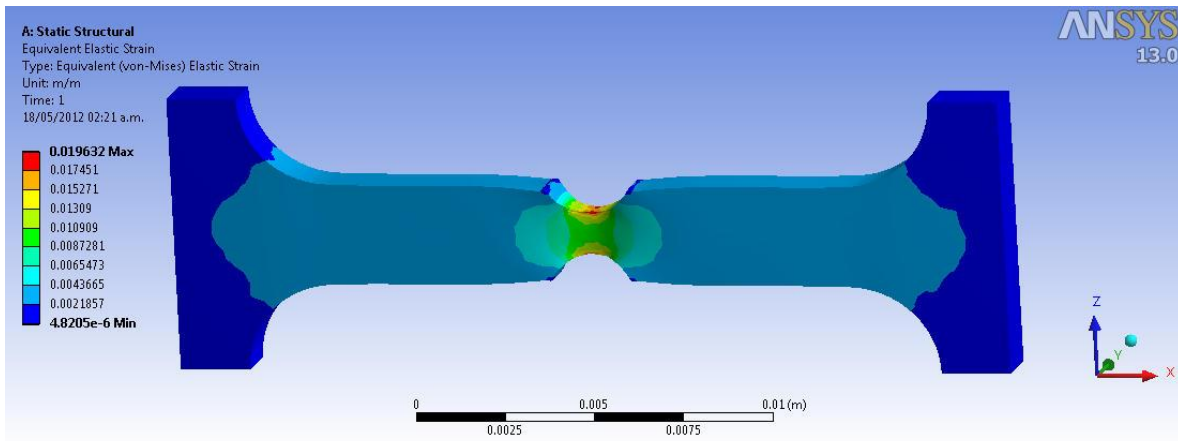


Esfuerzo de corte máximo



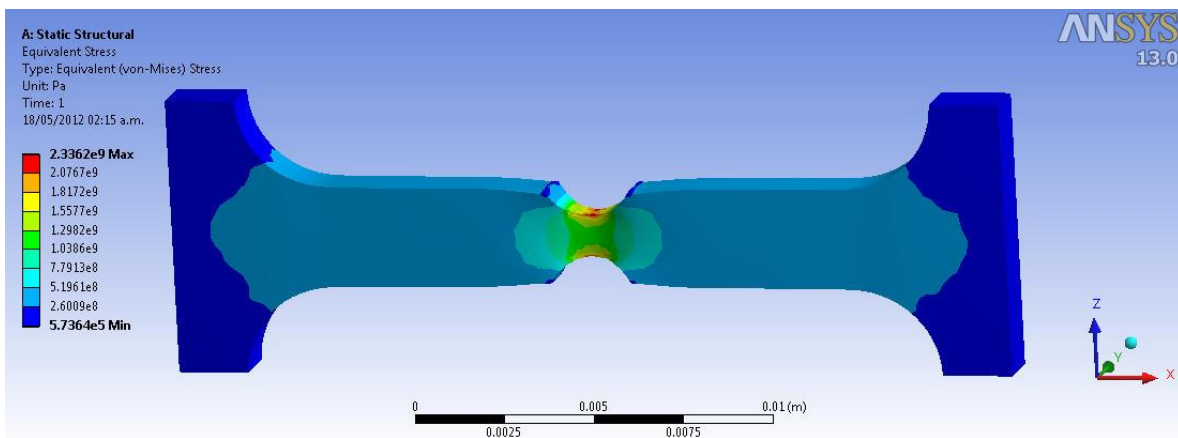
- Probeta ASTM Plana con entalle en 60° espesor 1,5 mm.

- Campo de deformación:



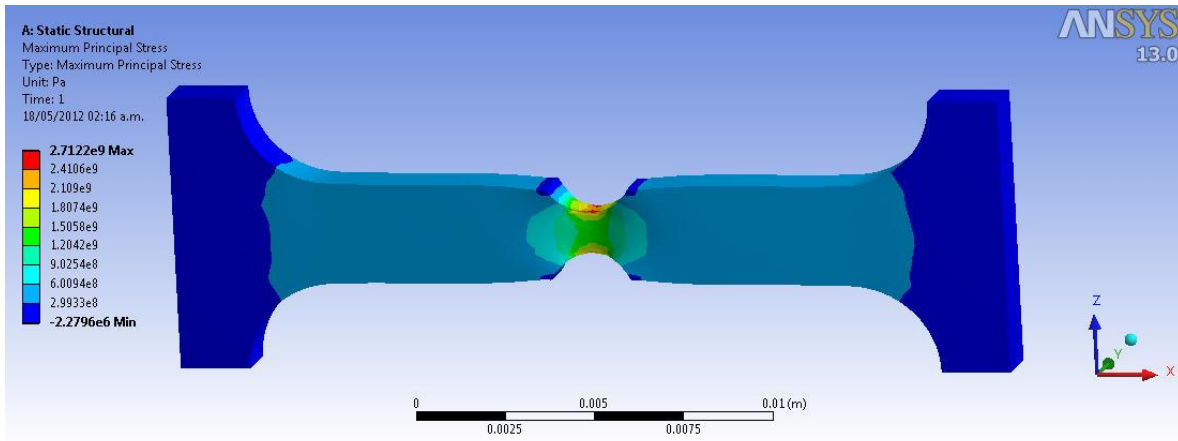
- Esfuerzos

Esfuerzo equivalente:

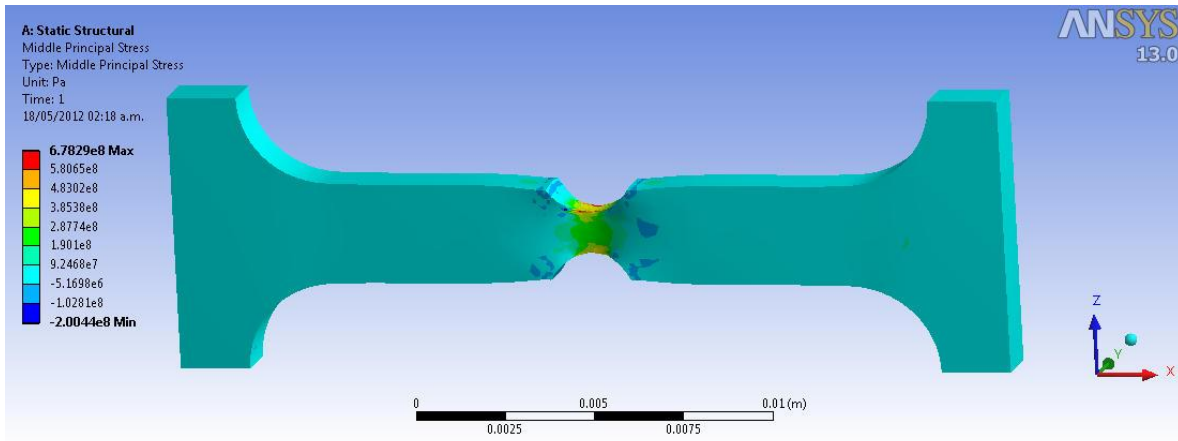


Esfuerzos principales:

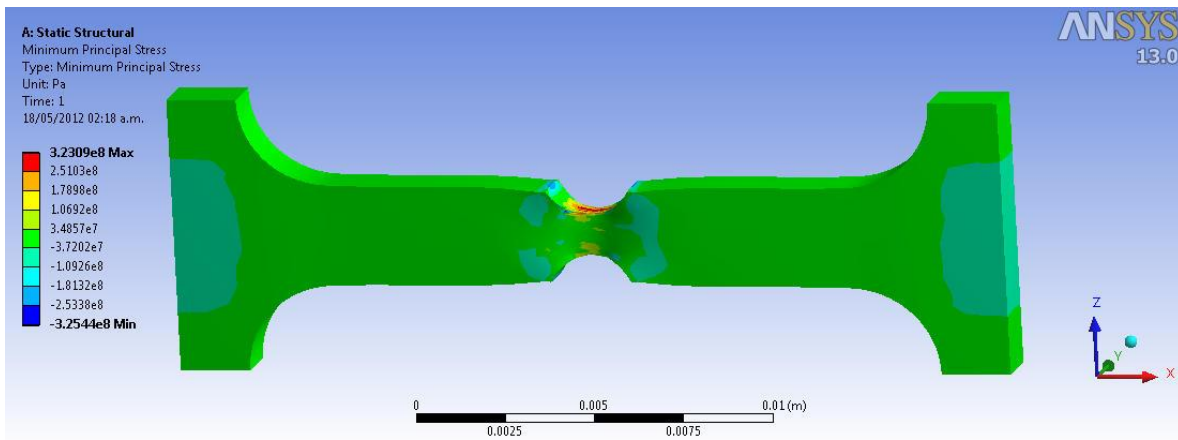
σ_1 :



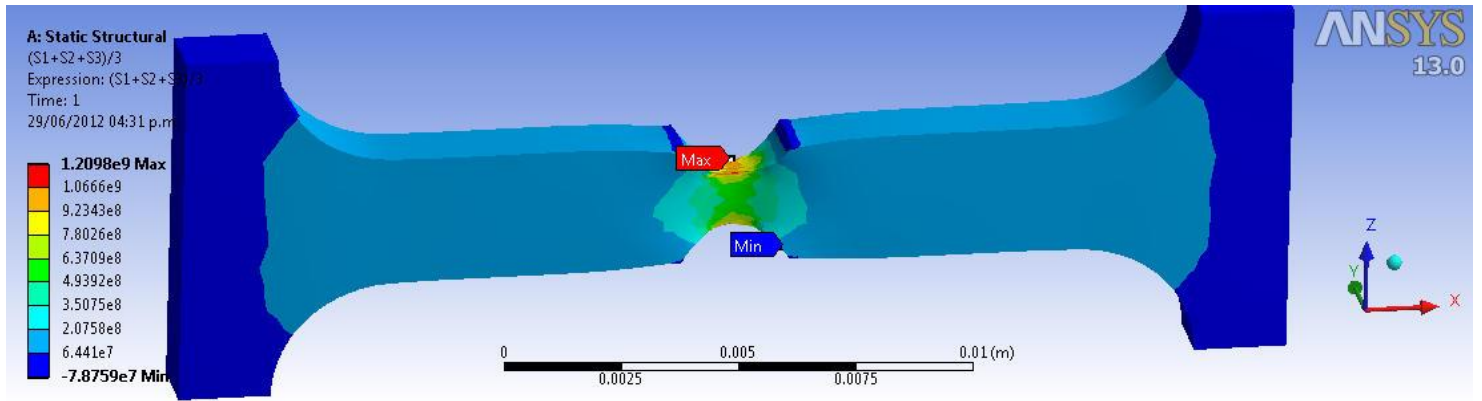
σ_2 :



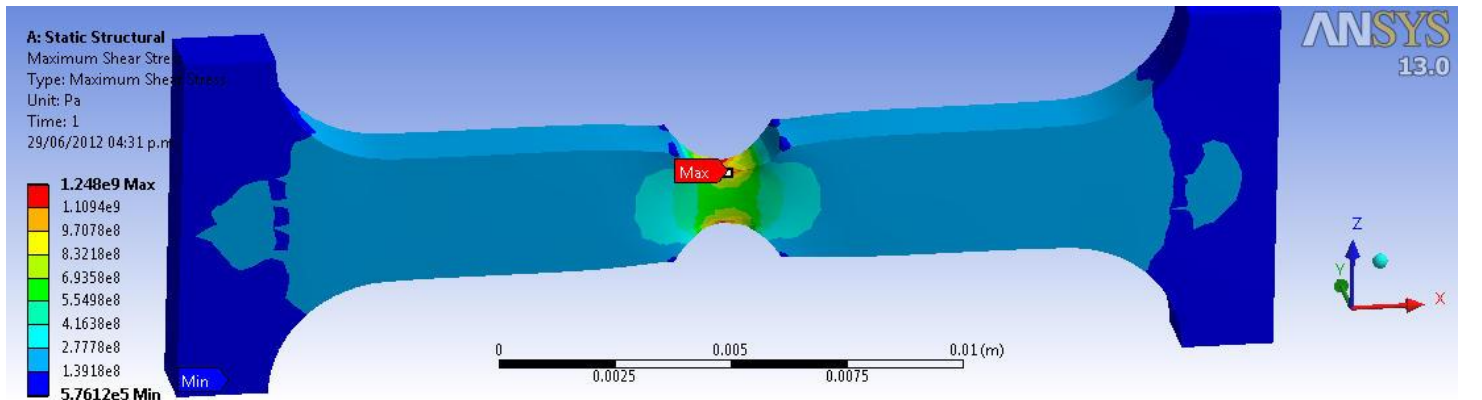
σ_3 :



Componente hidrostática

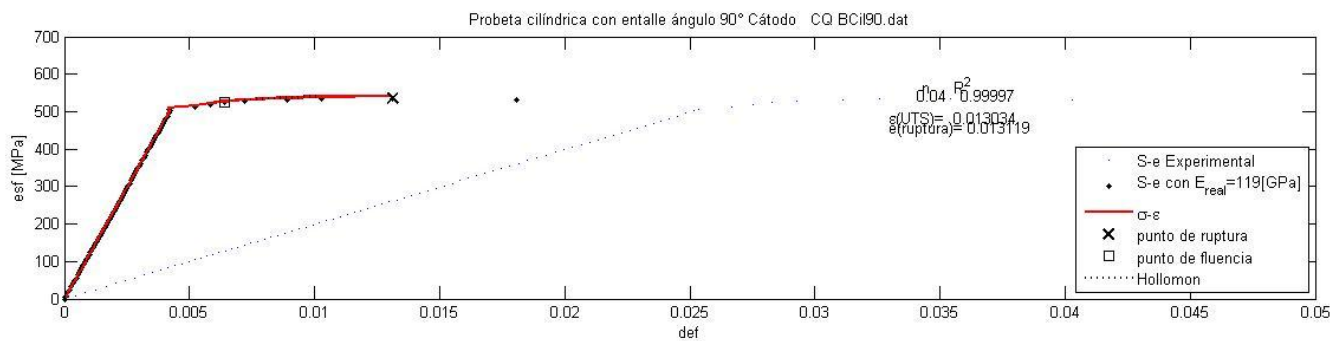
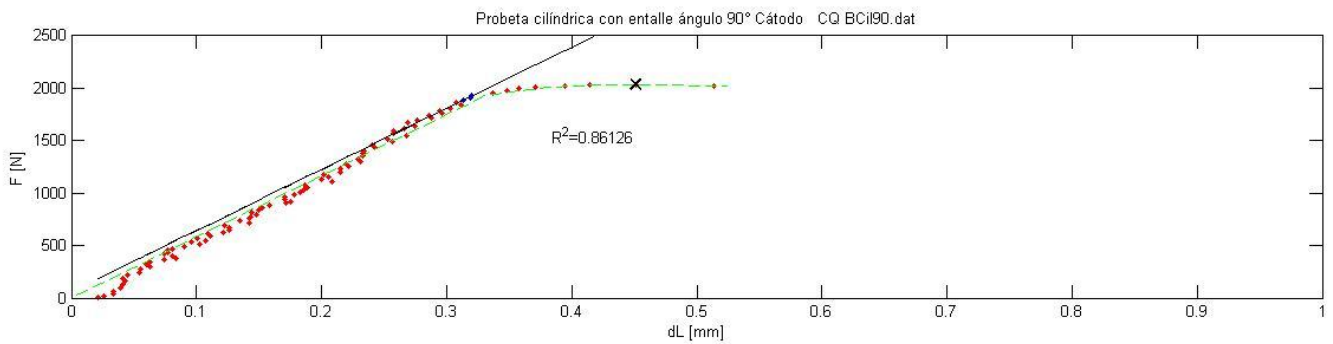
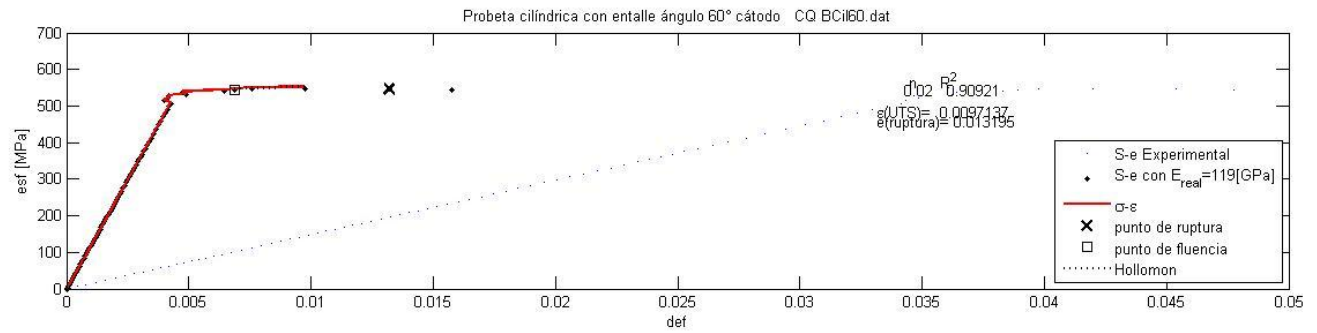
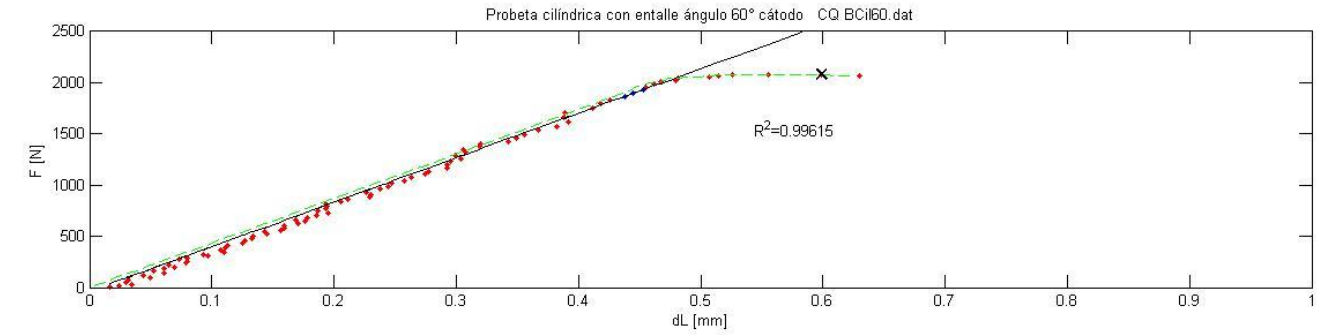


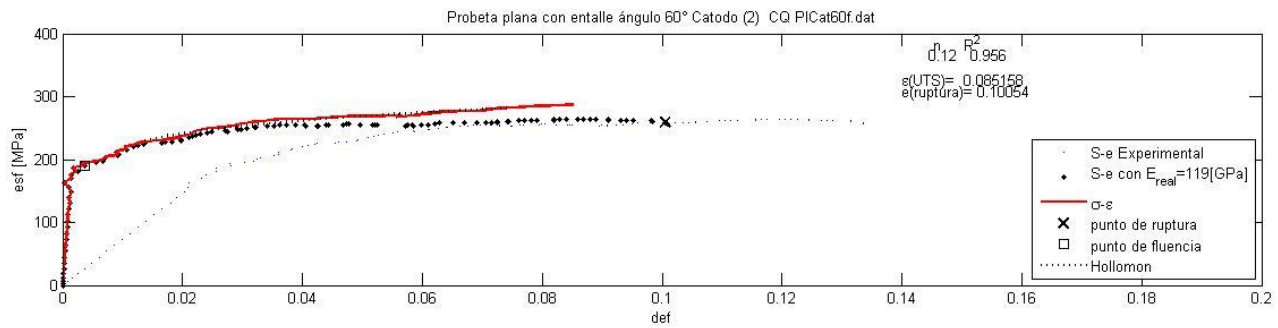
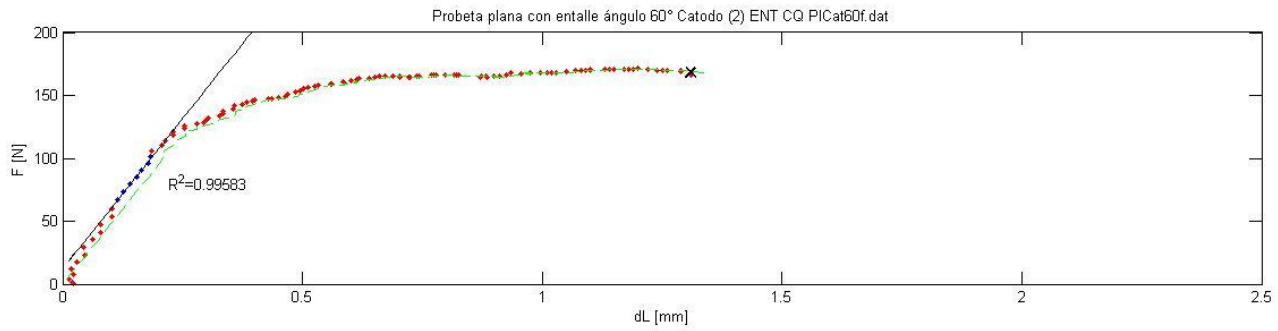
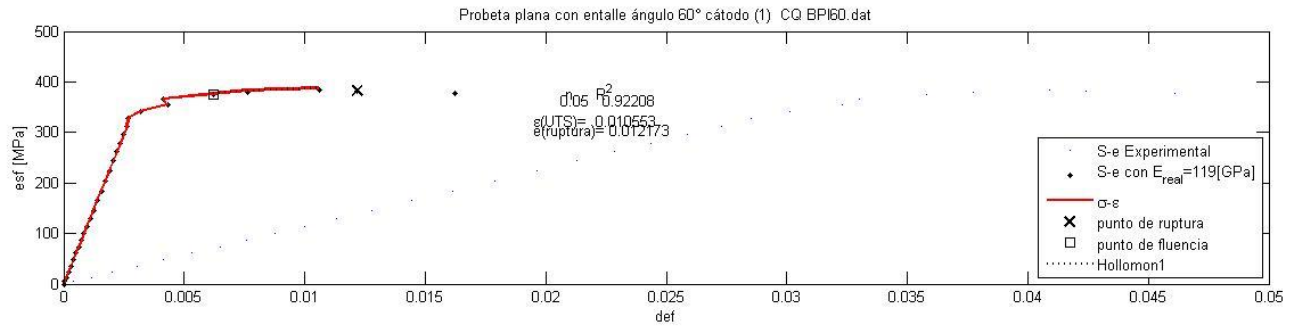
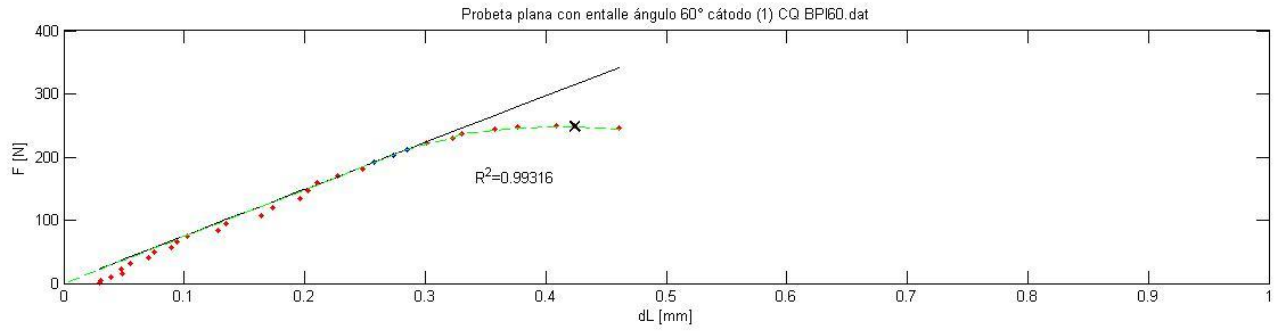
Esfuerzo de corte máximo

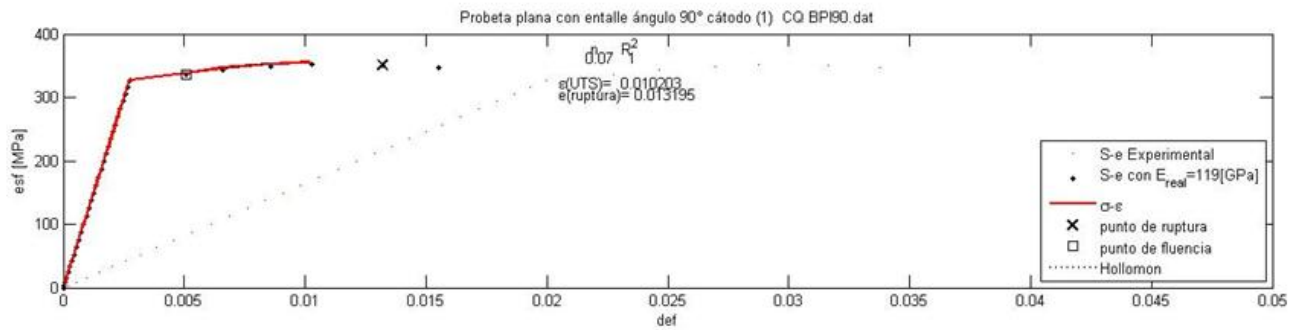
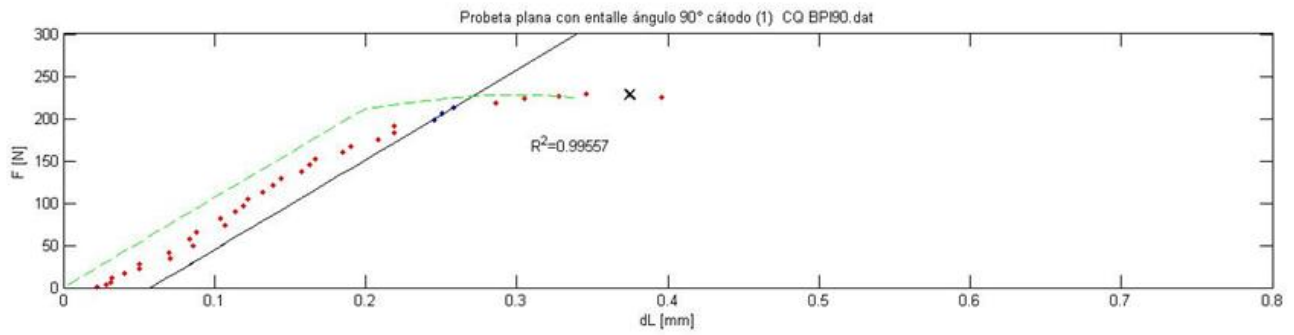
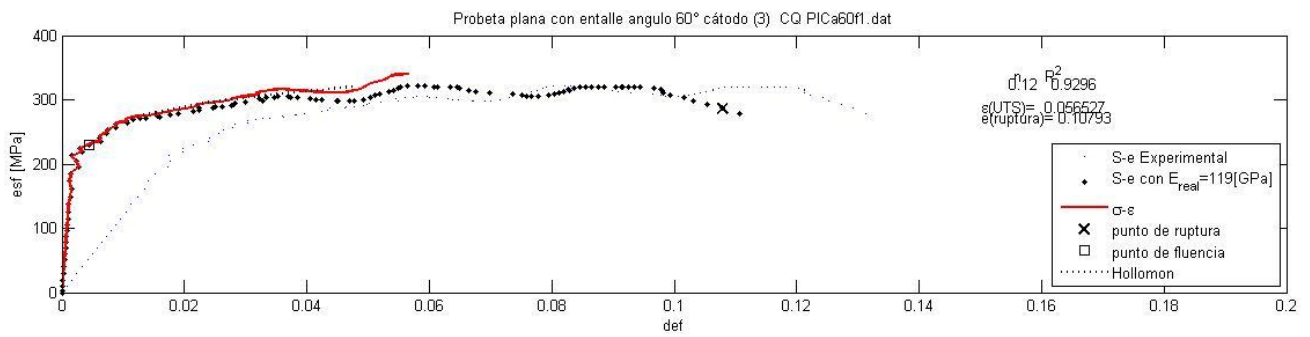
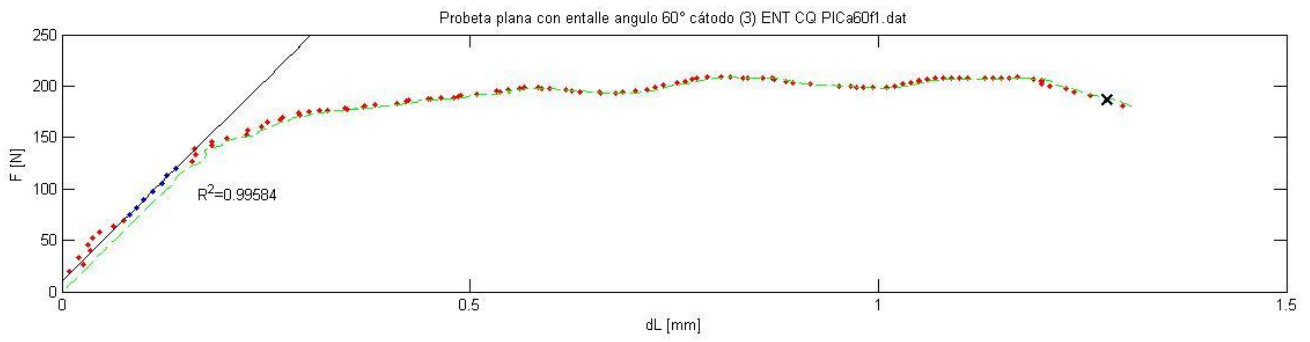


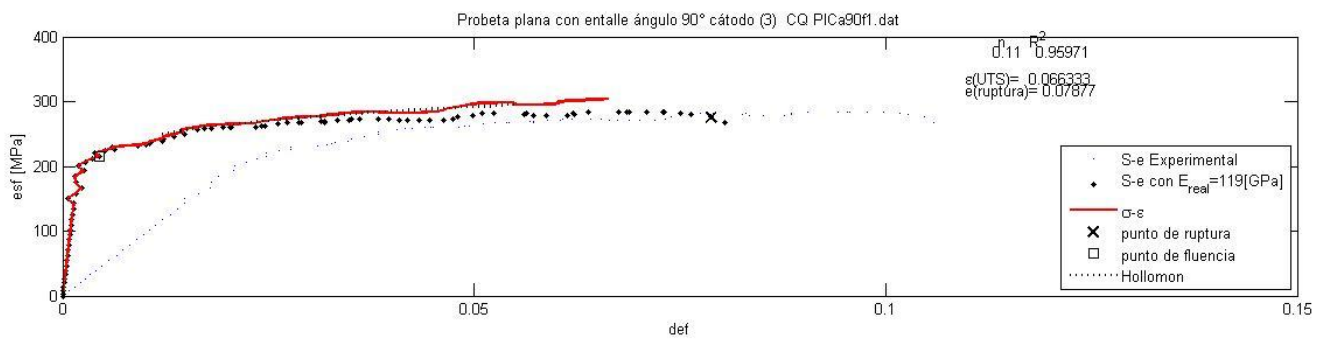
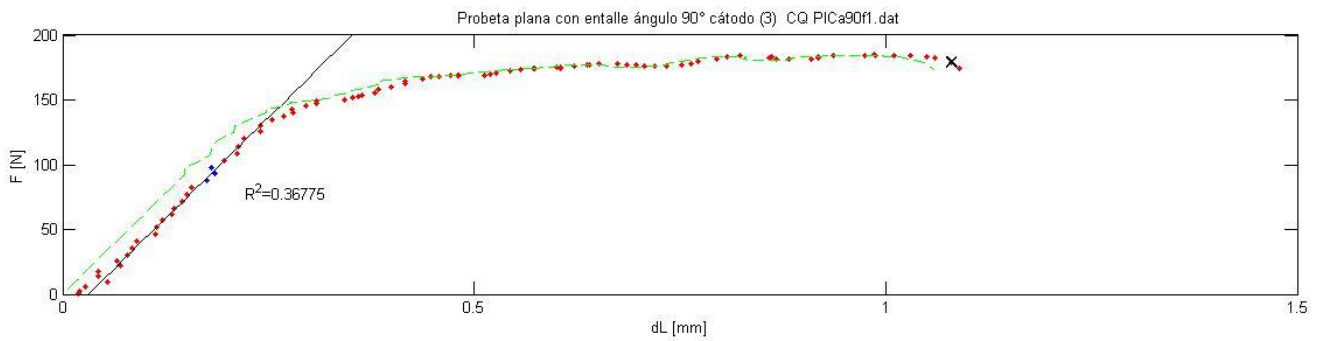
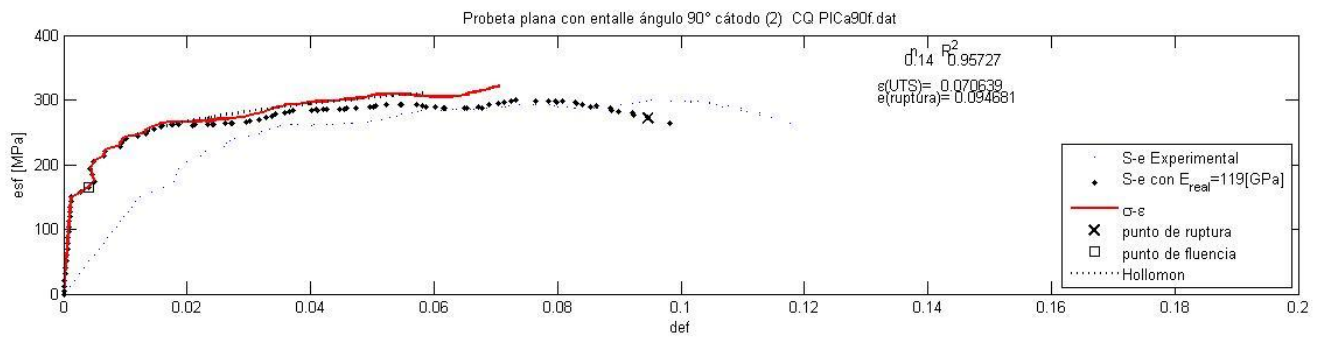
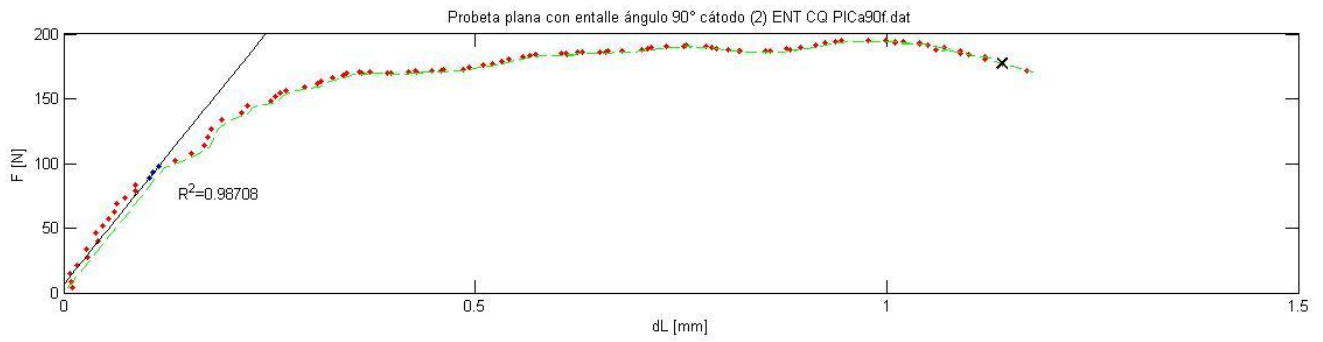
ANEXO C: Curvas de tracción.

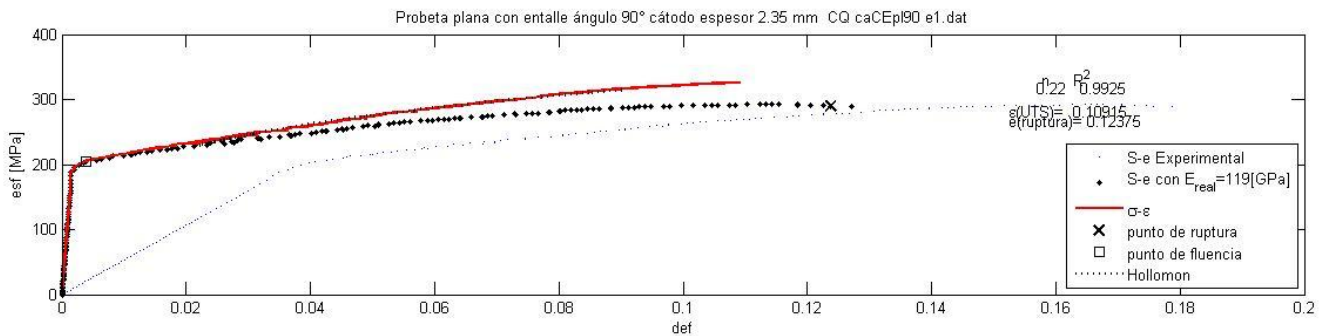
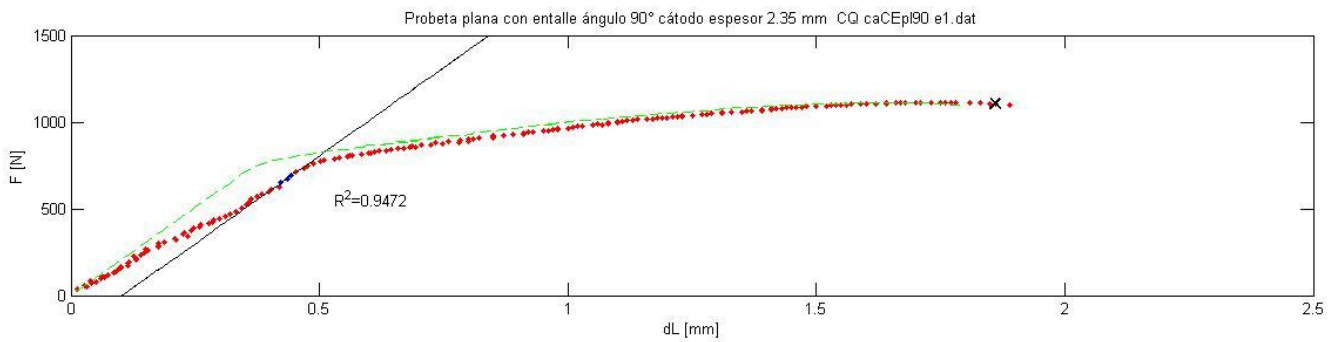
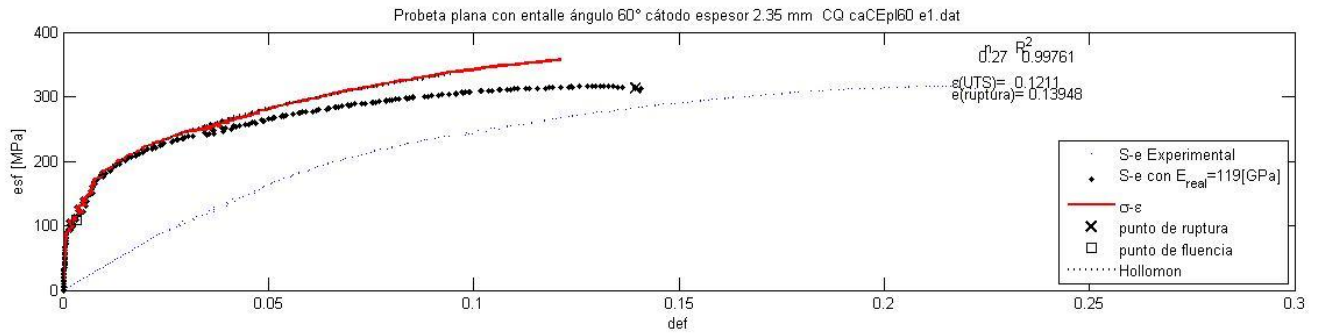
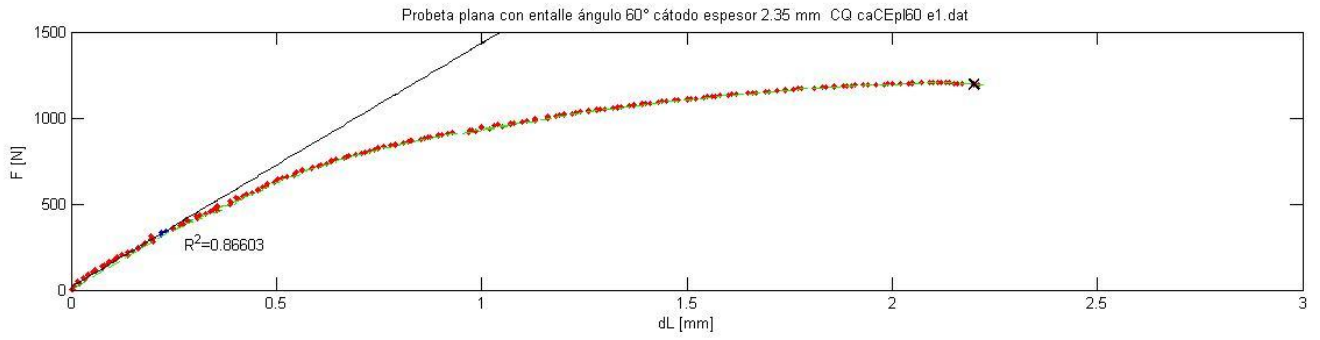
○ Material: Cátodo

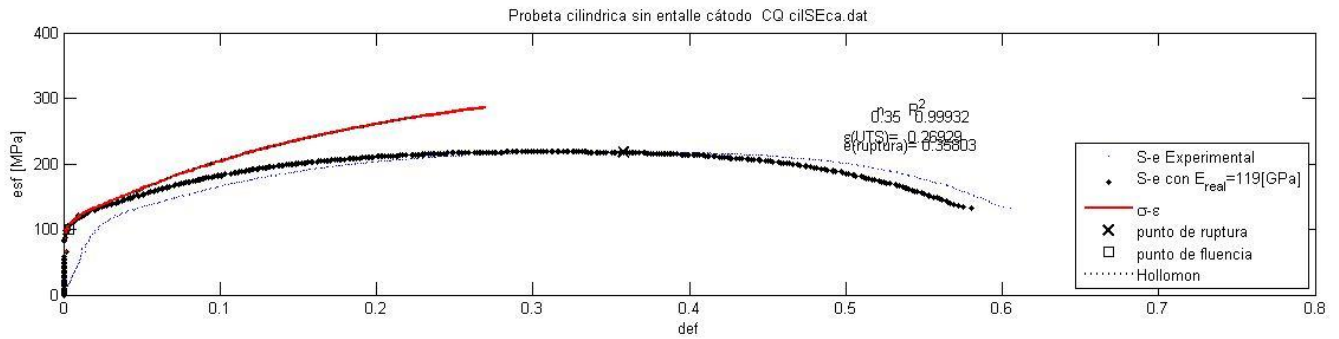
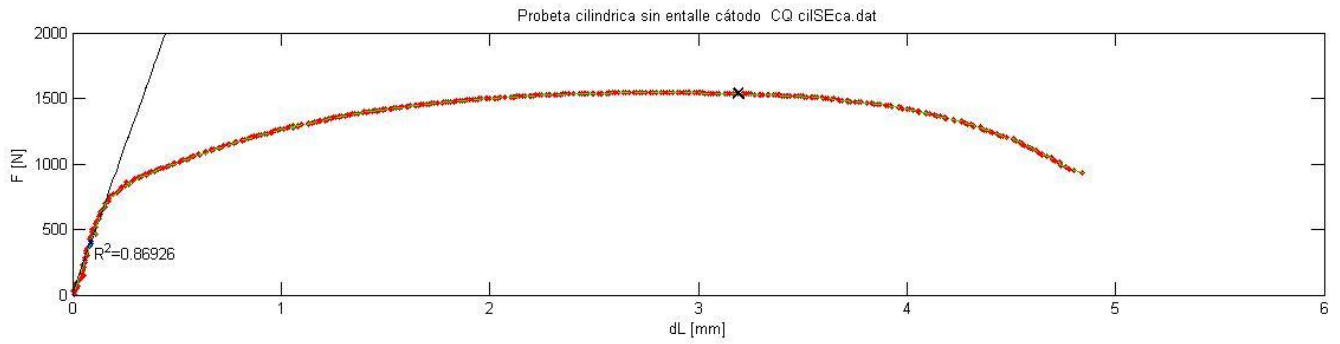




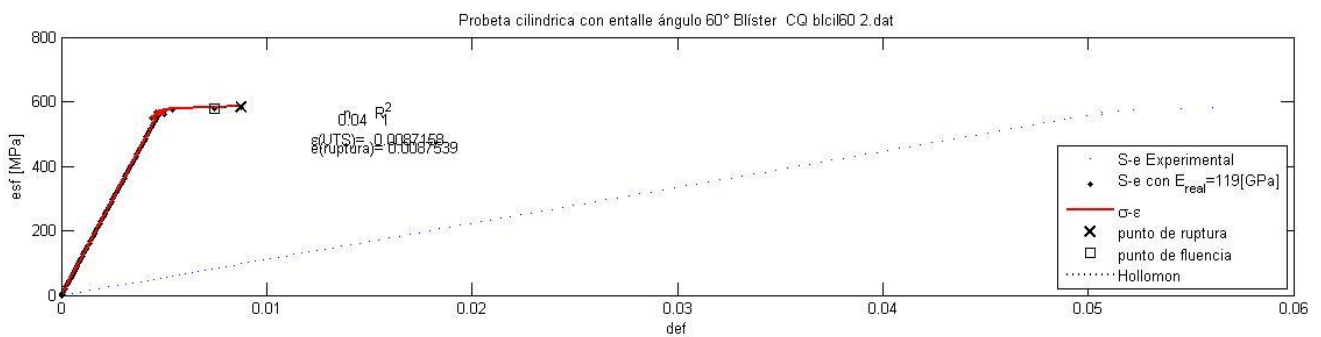
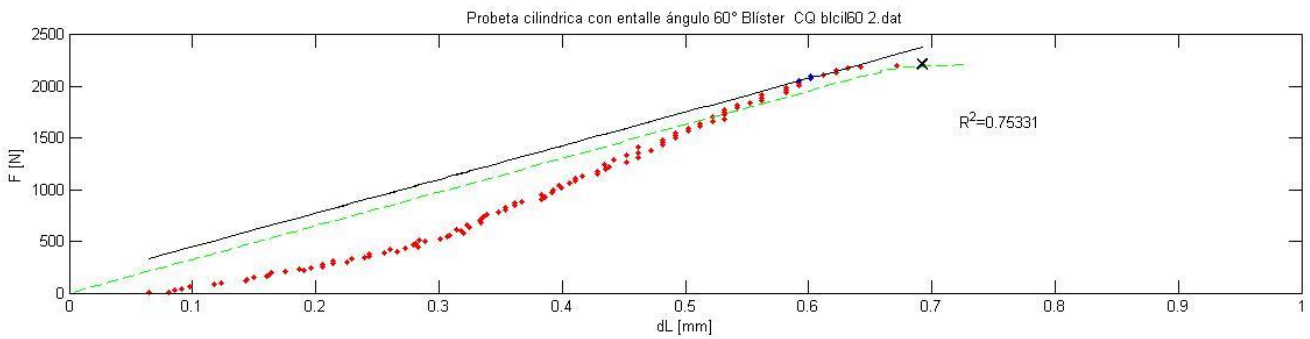


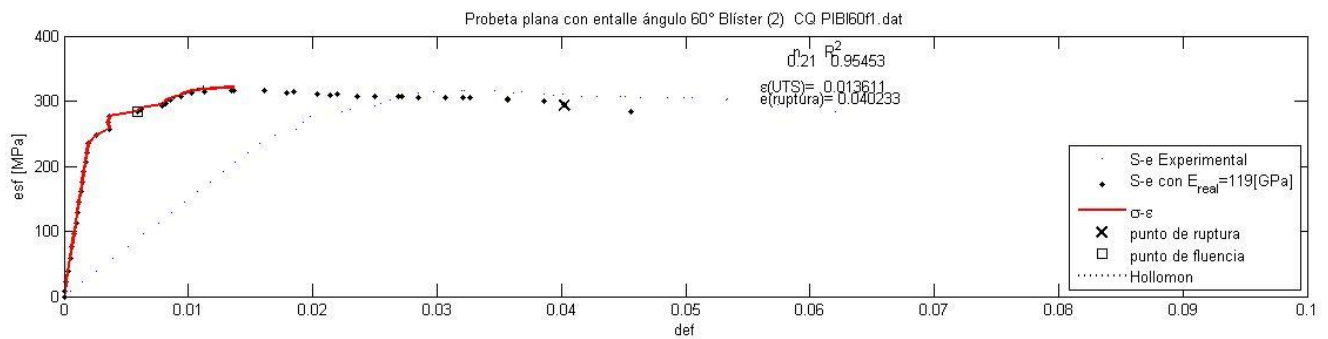
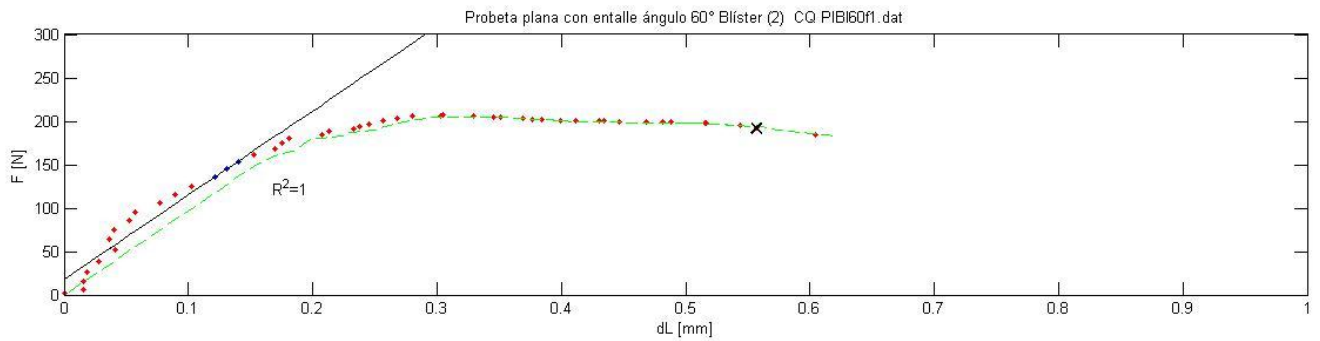
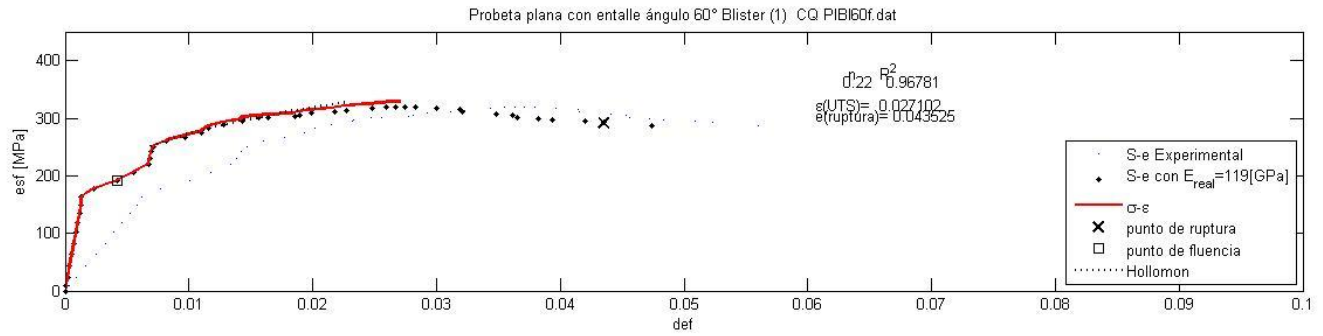
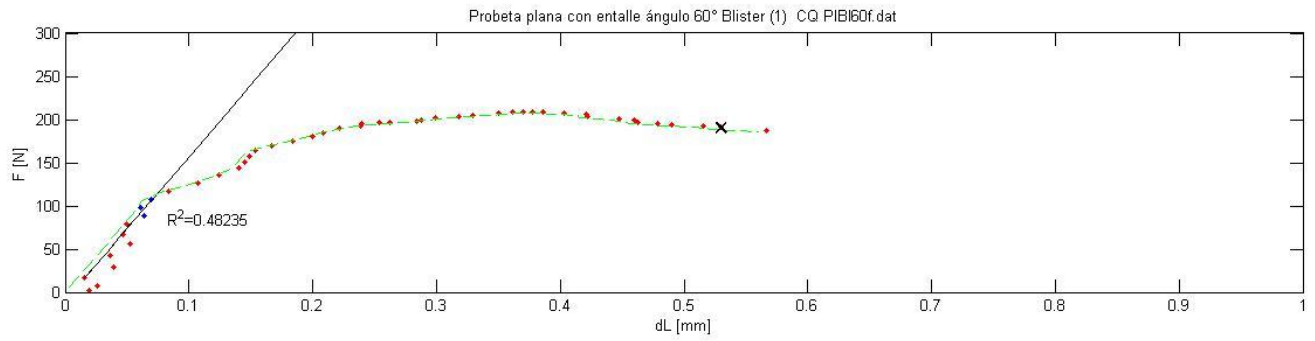


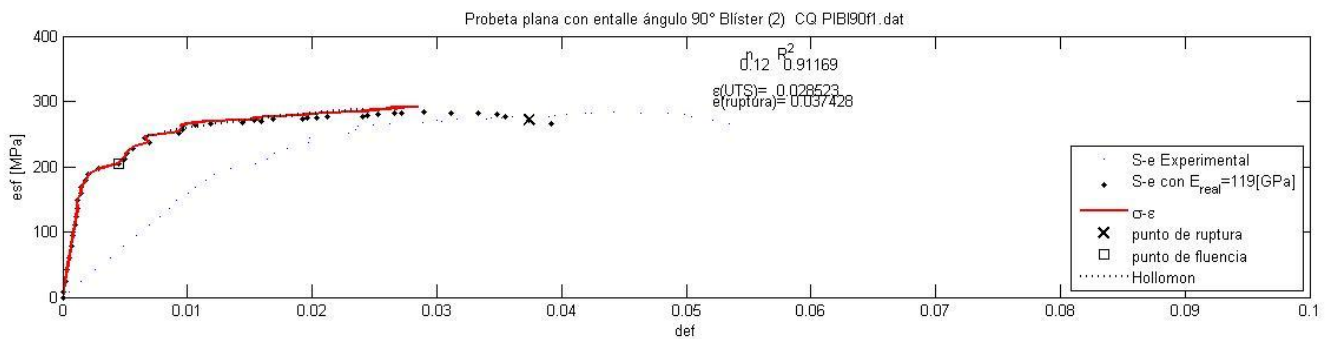
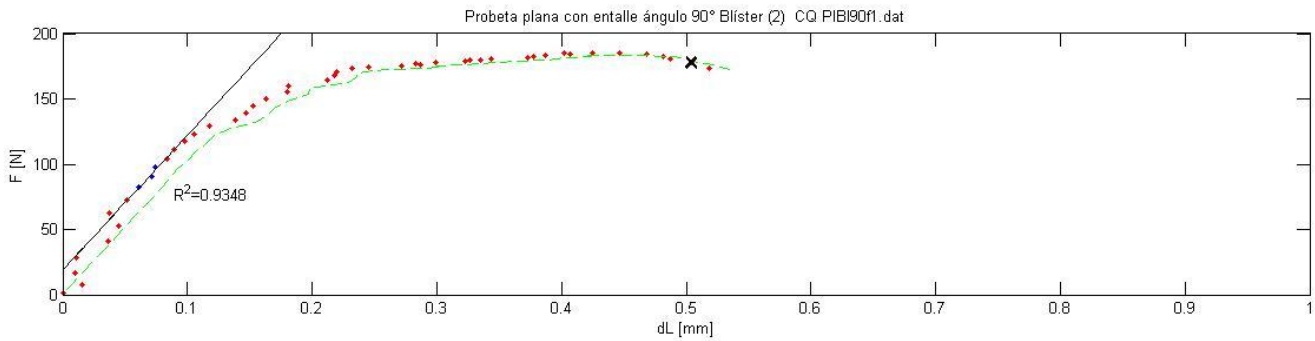
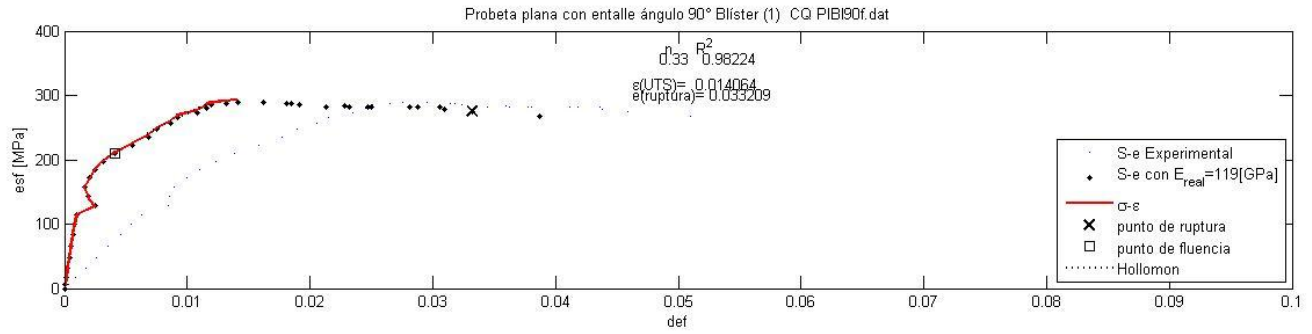
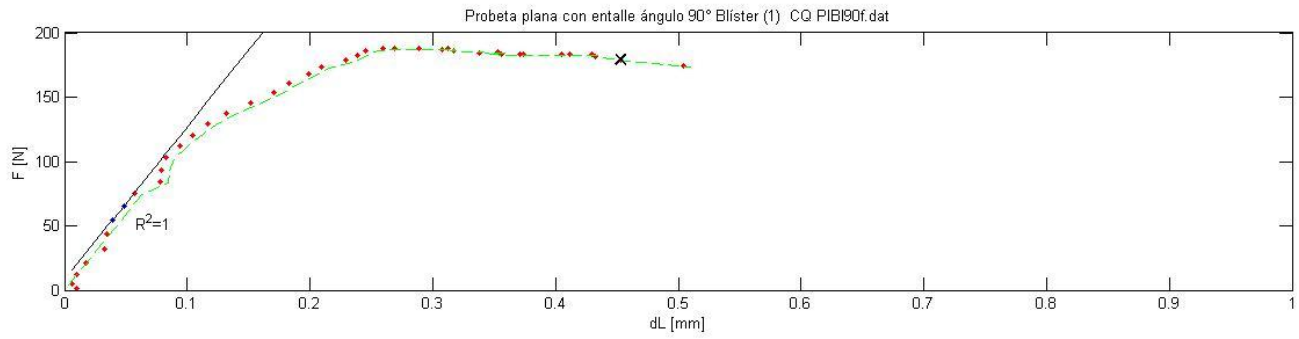




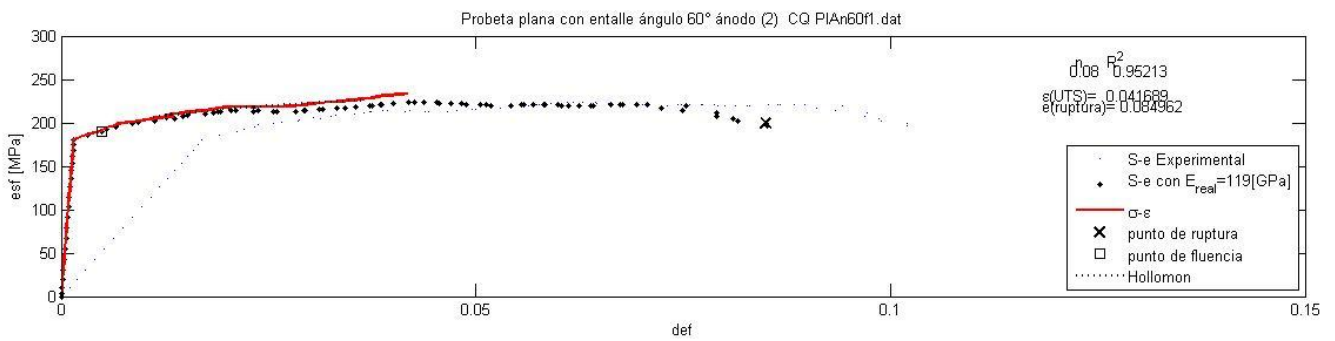
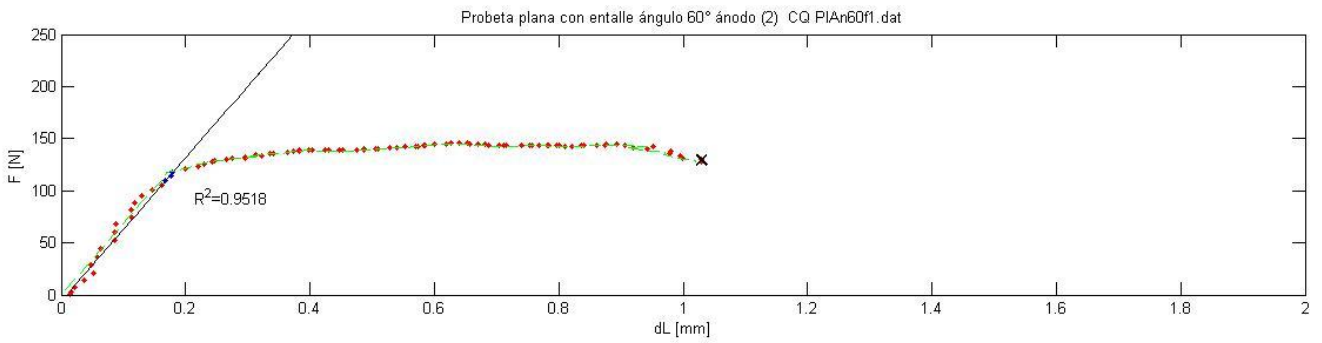
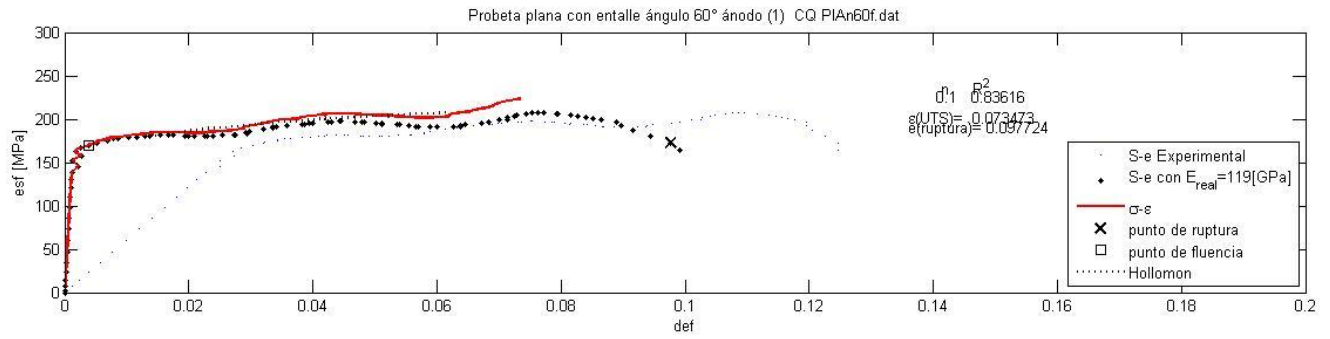
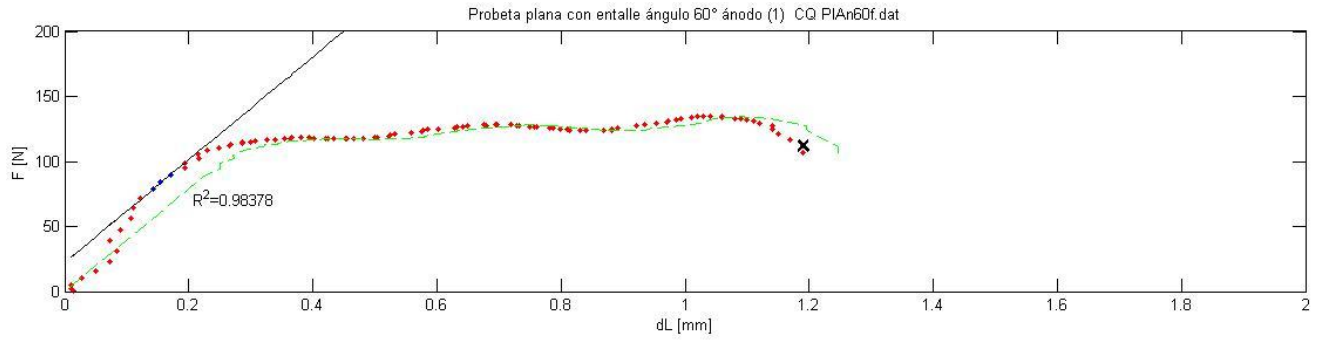
○ Material: Blíster

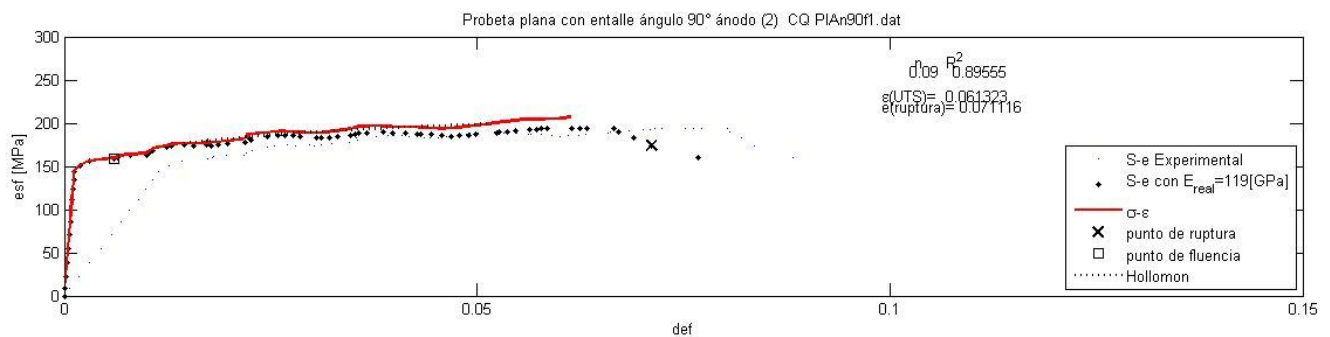
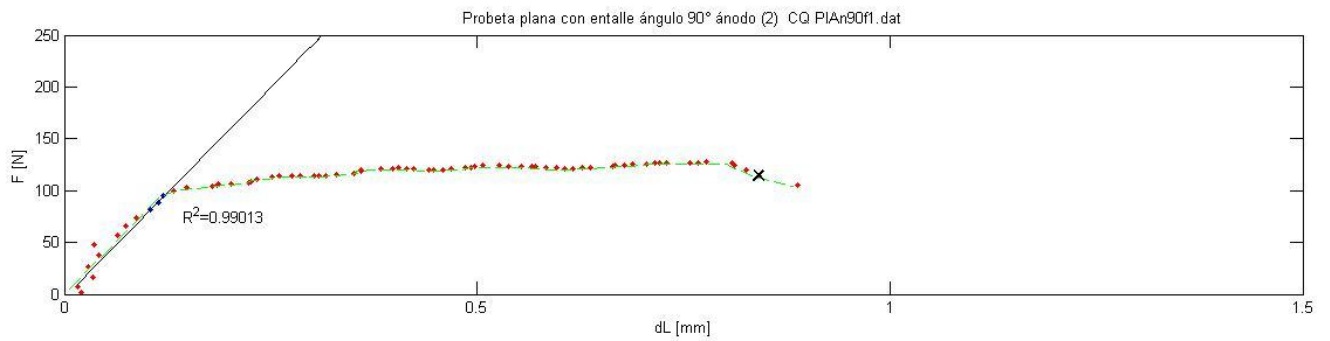
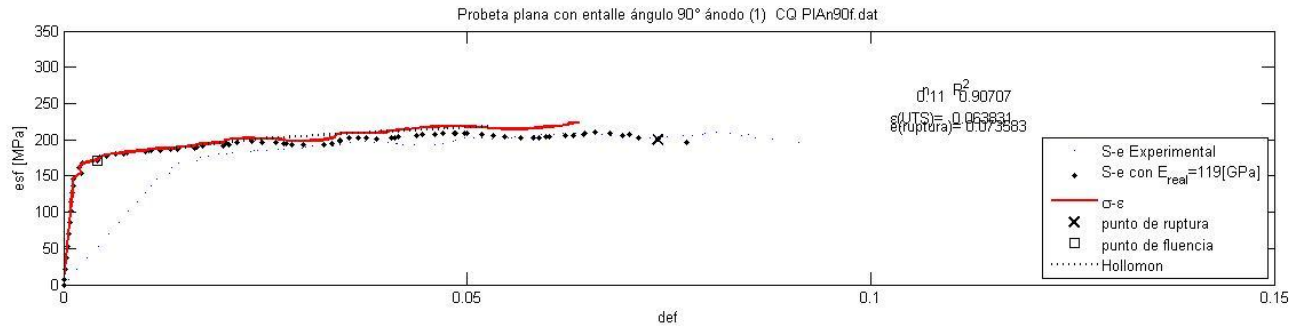
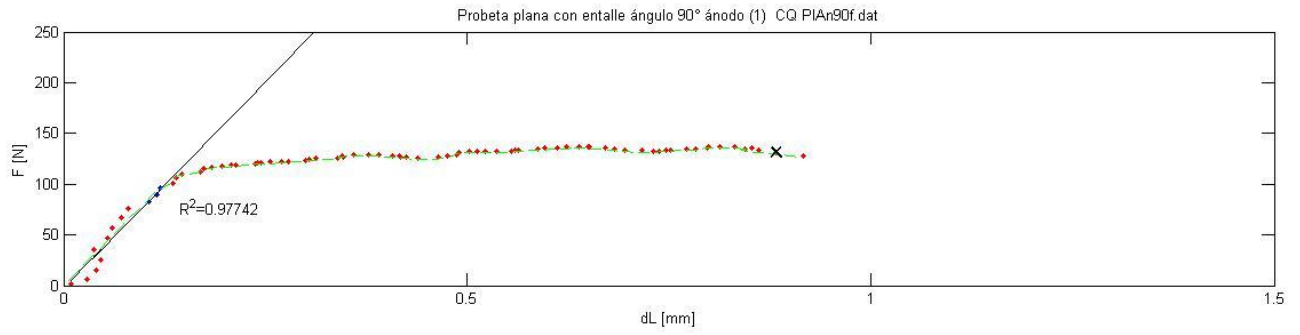


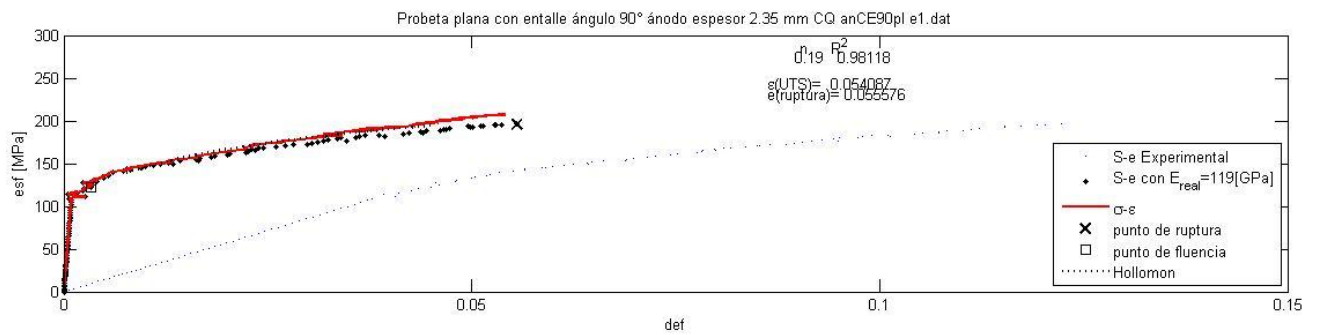
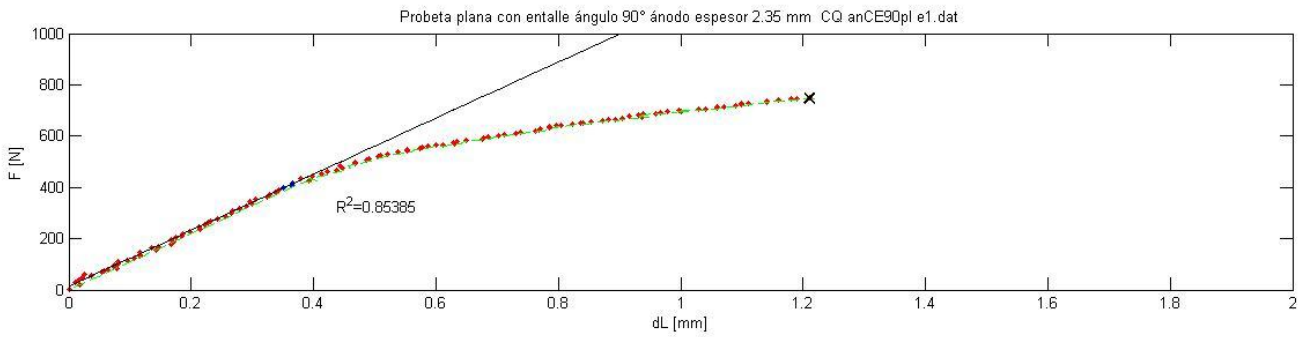
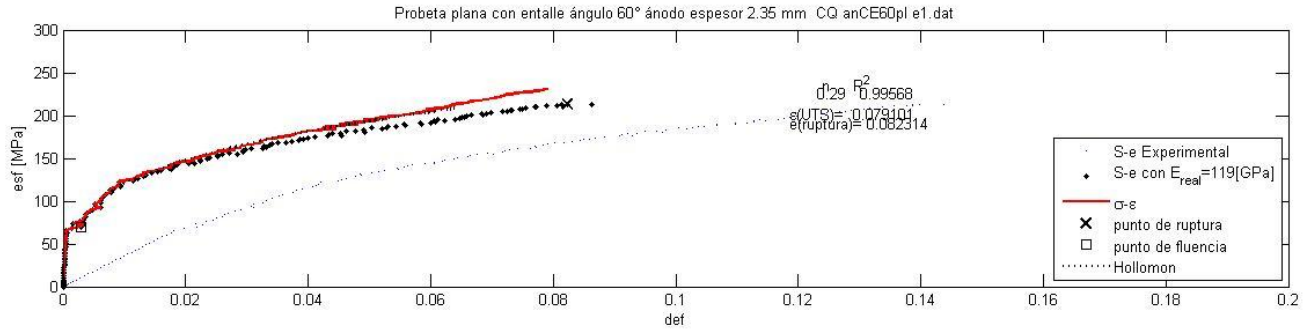
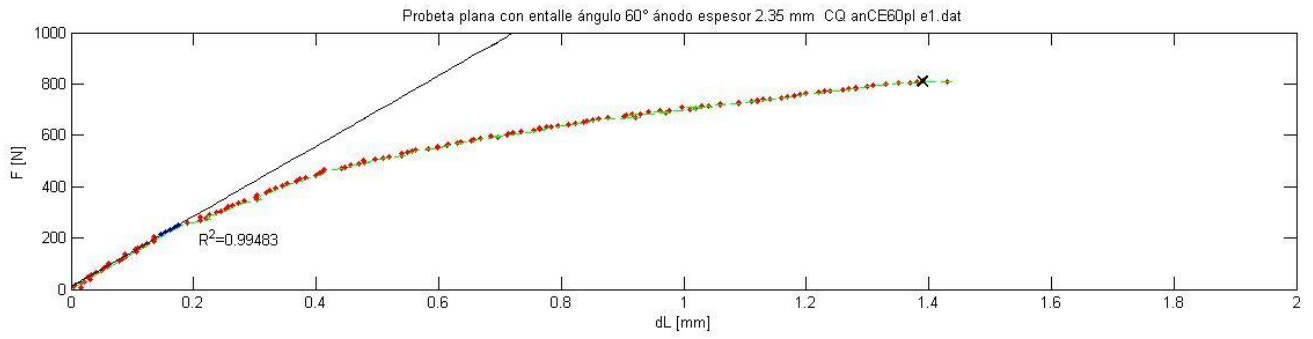




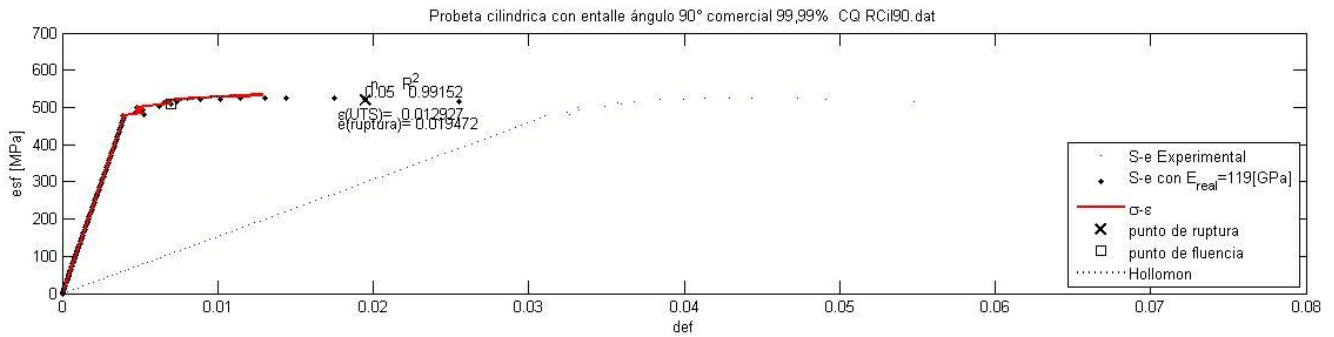
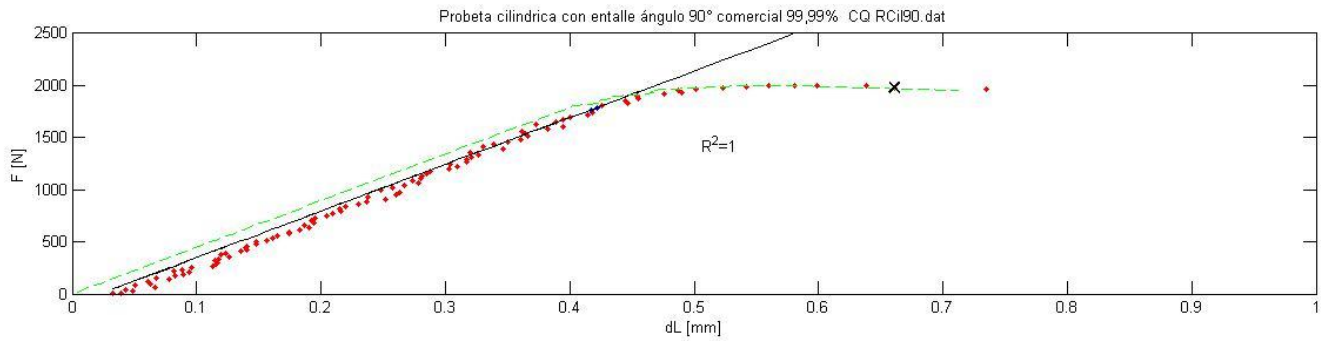
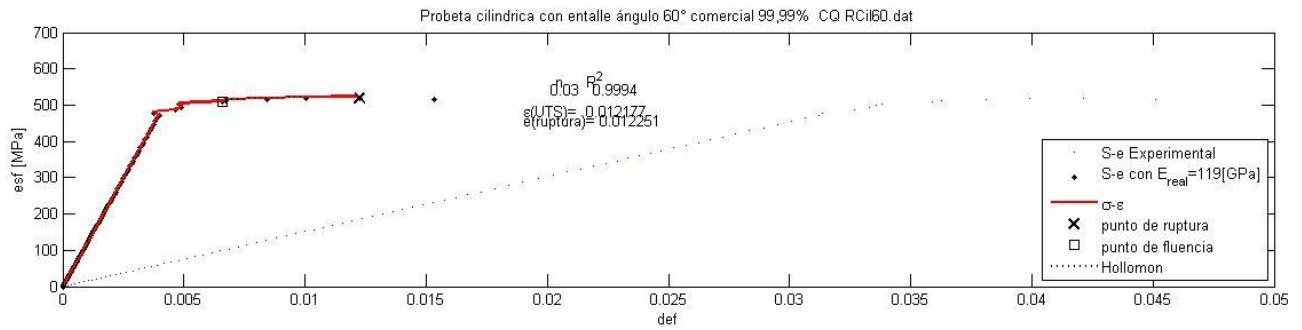
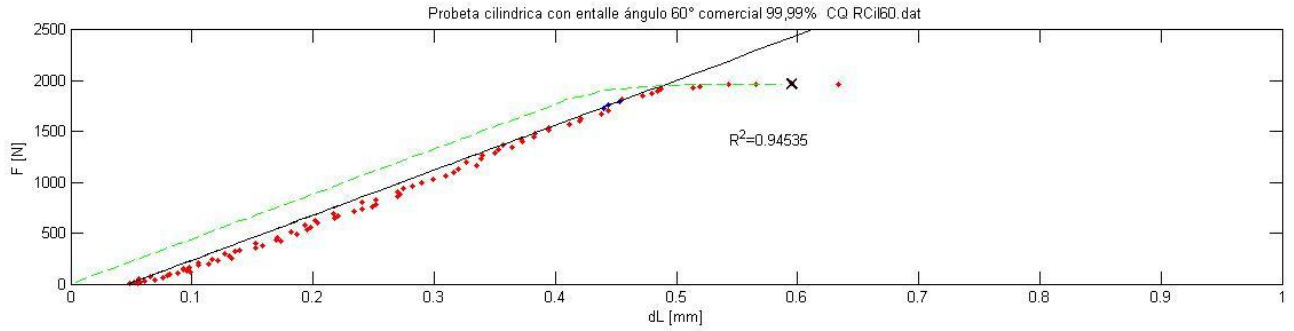
○ Material: Ánodo

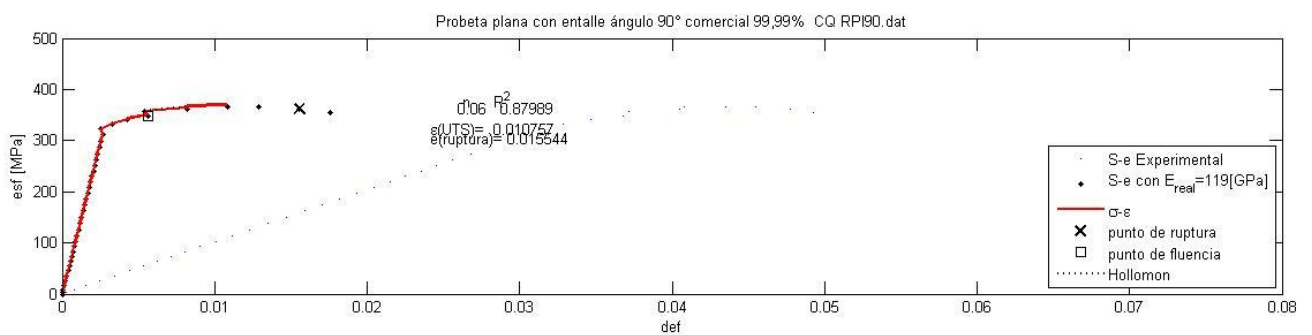
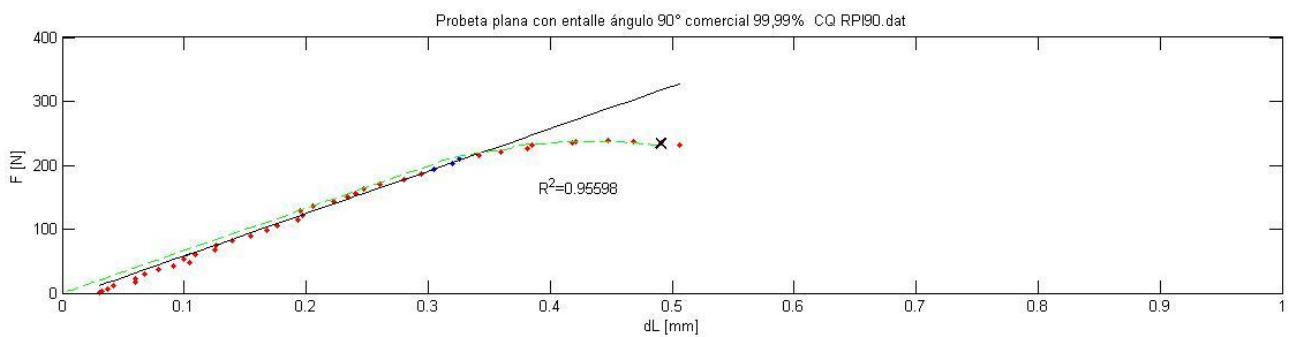
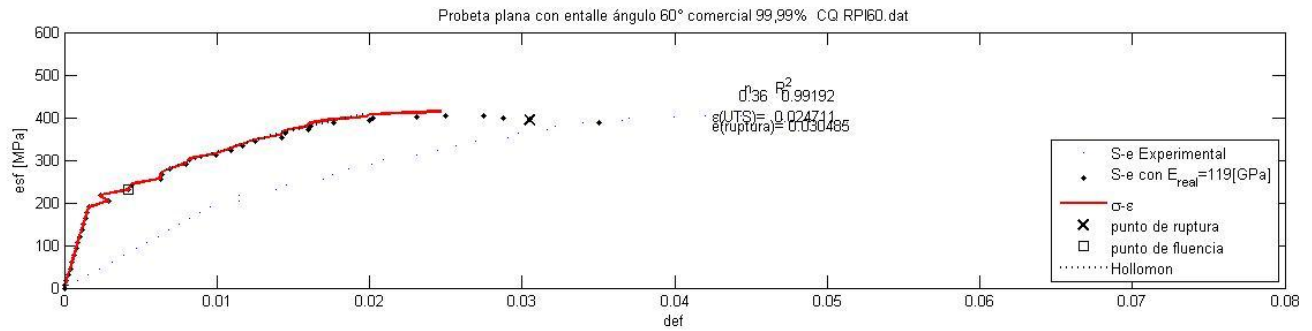
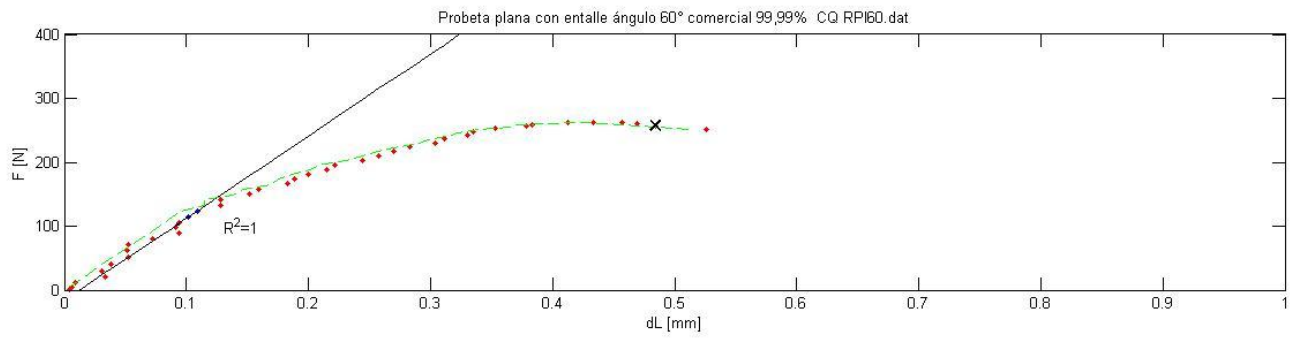


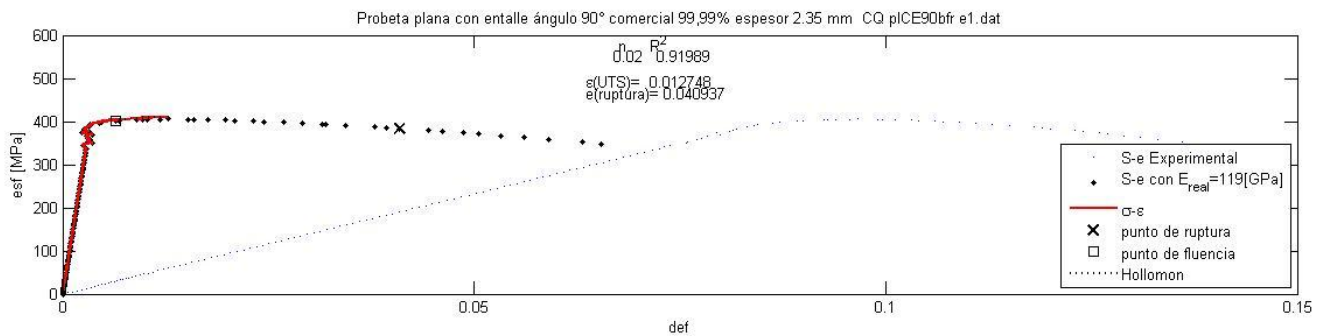
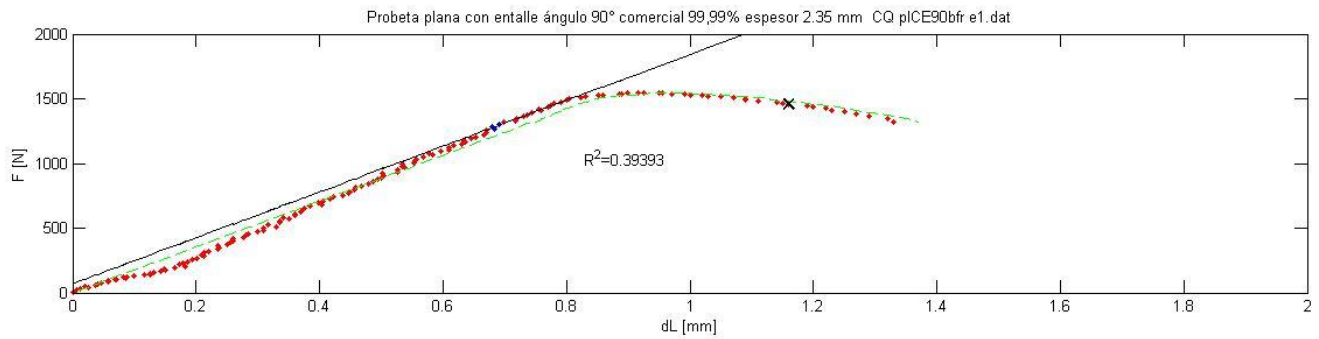
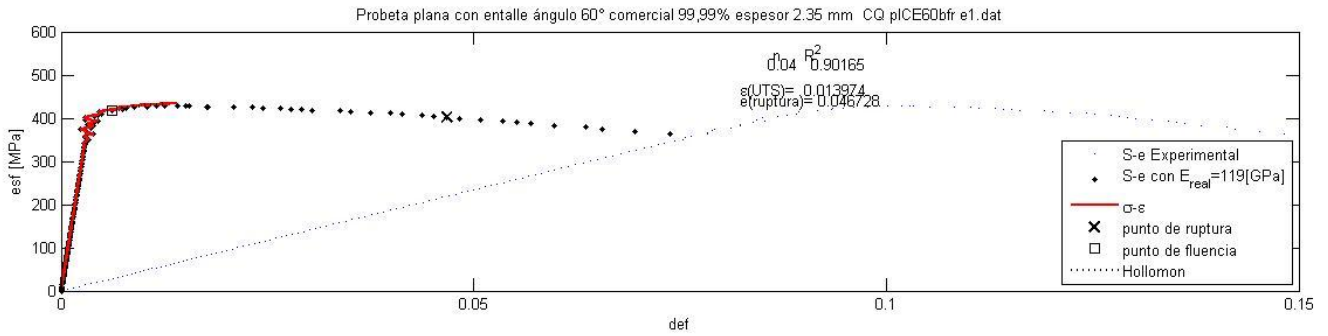
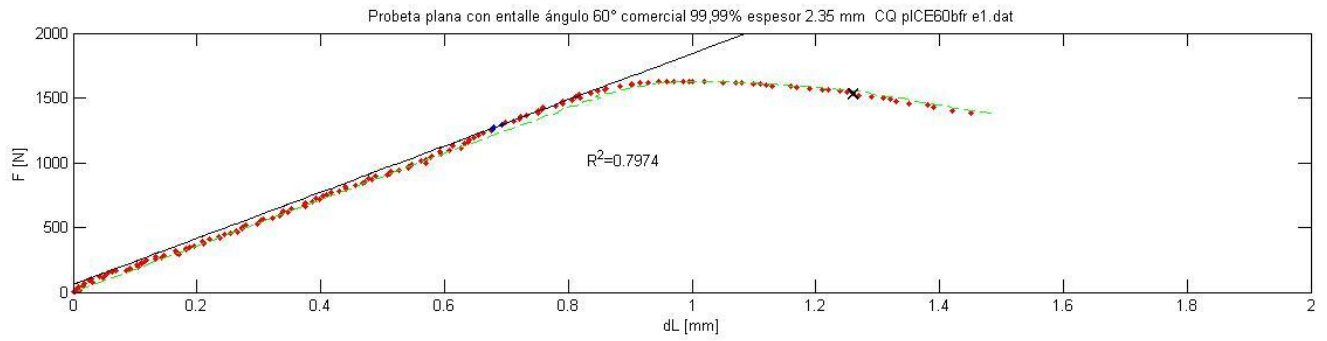


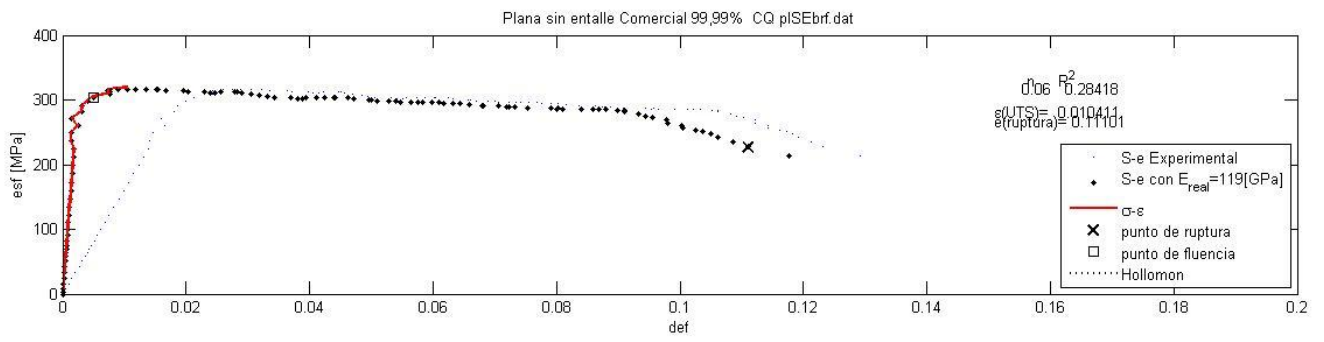
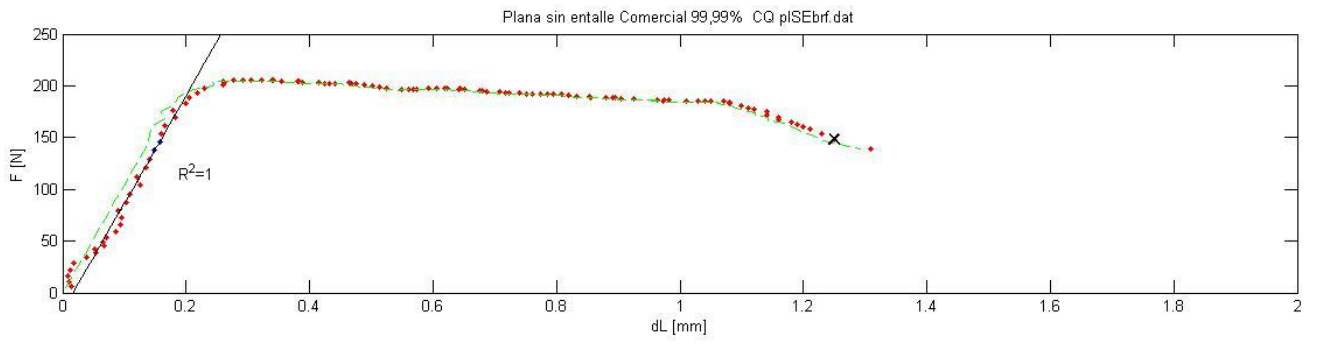


○ Material: Comercial 99,99%







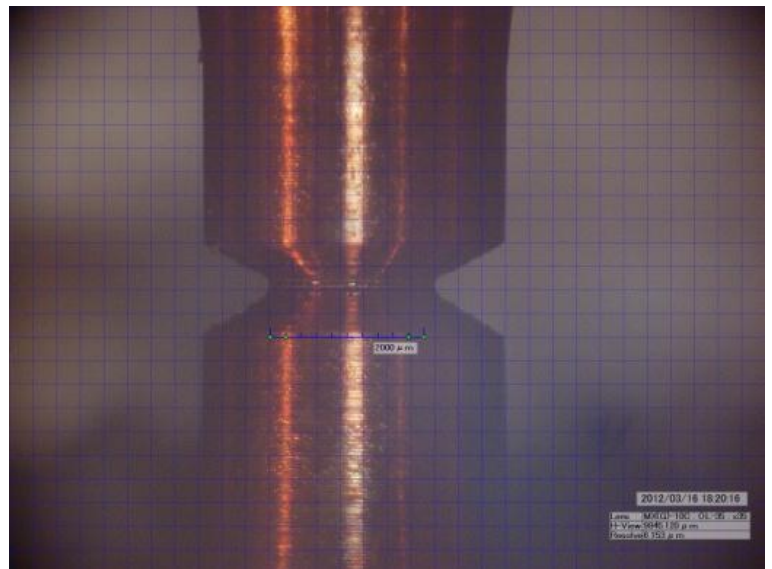
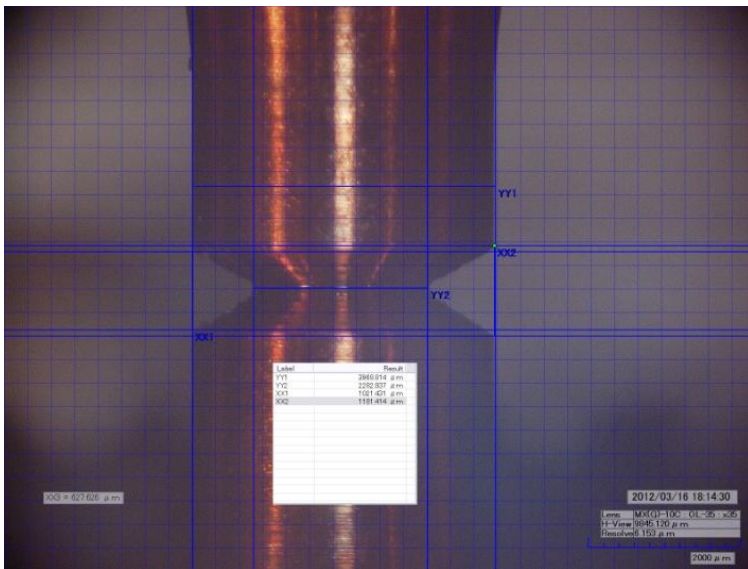


ANEXO D: Imágenes deformación probetas.

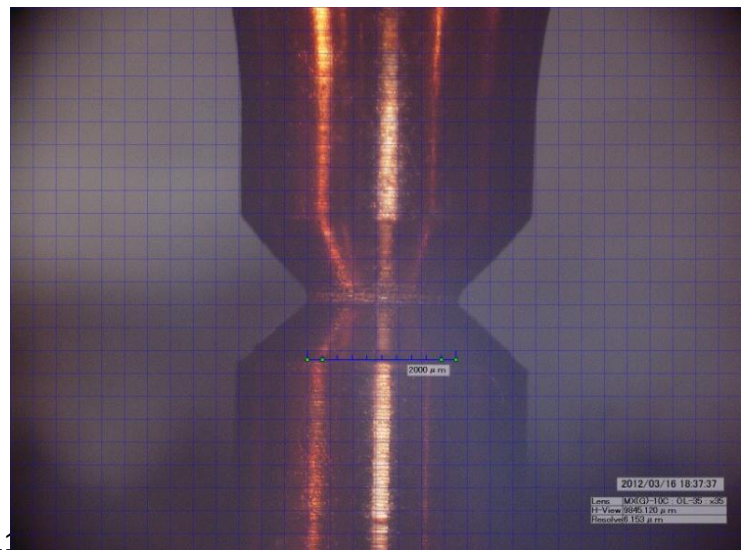
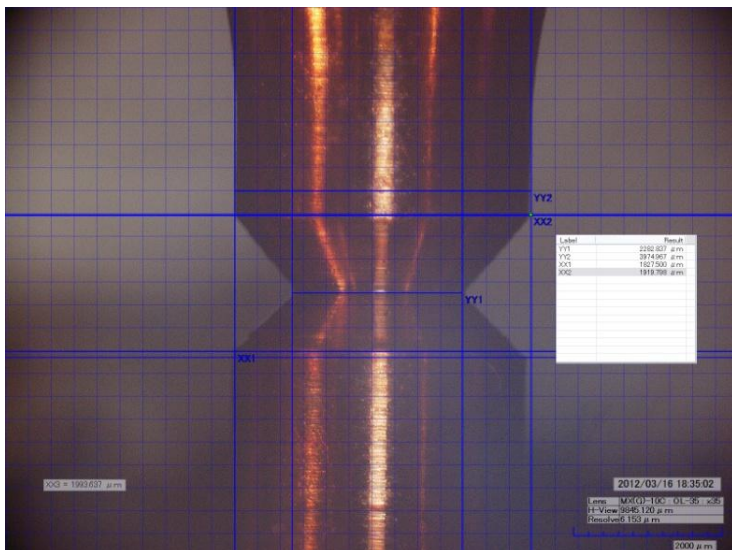
Para cada probeta, la imagen de la izquierda muestra las condiciones antes del ensayo, y la de la derecha, la última imagen tomada antes de la fractura

○ Material: Cátodo

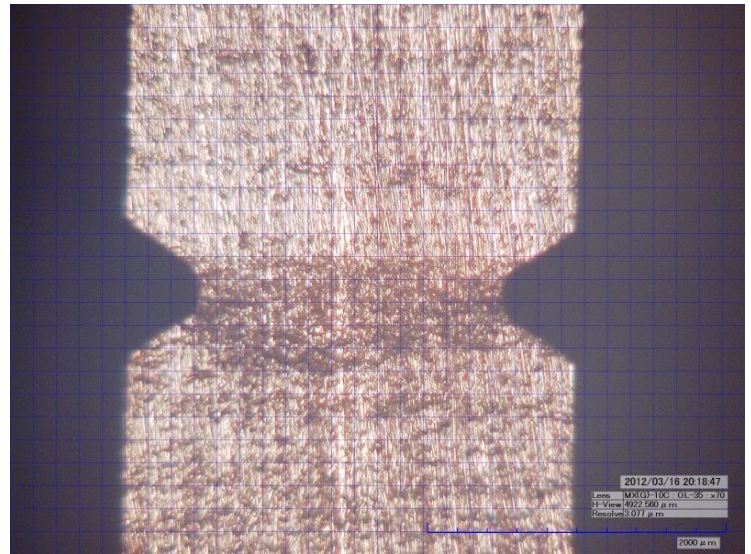
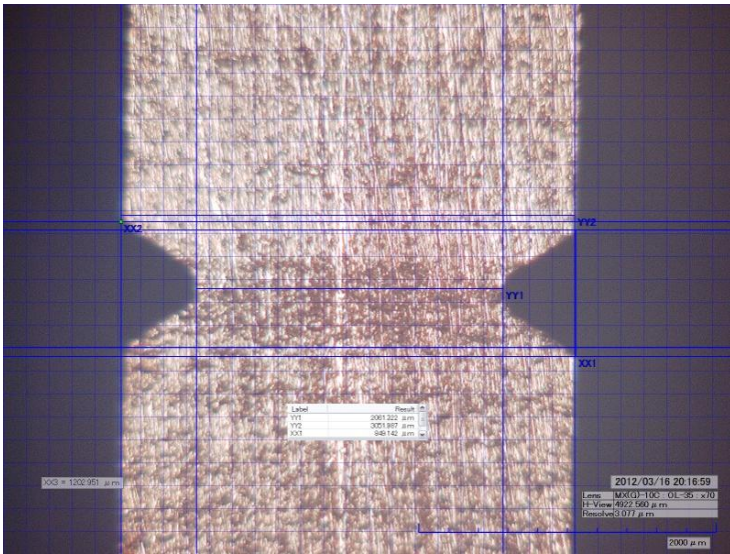
▪ Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 60°



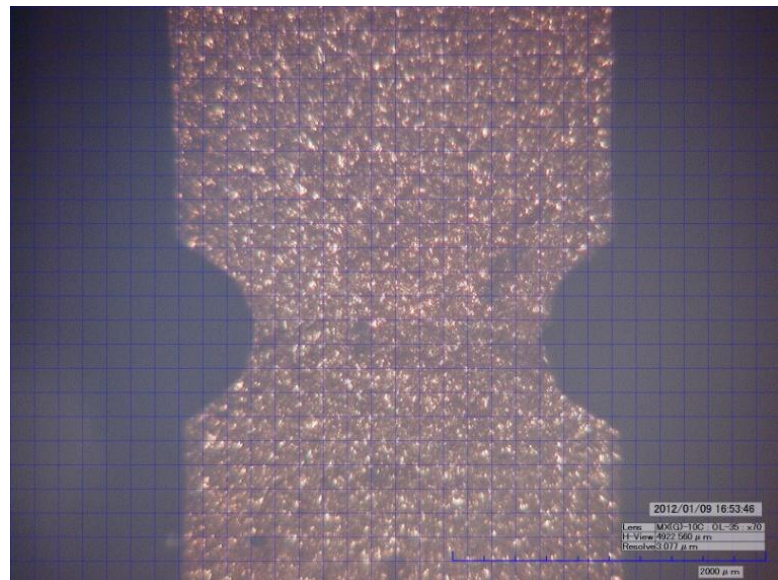
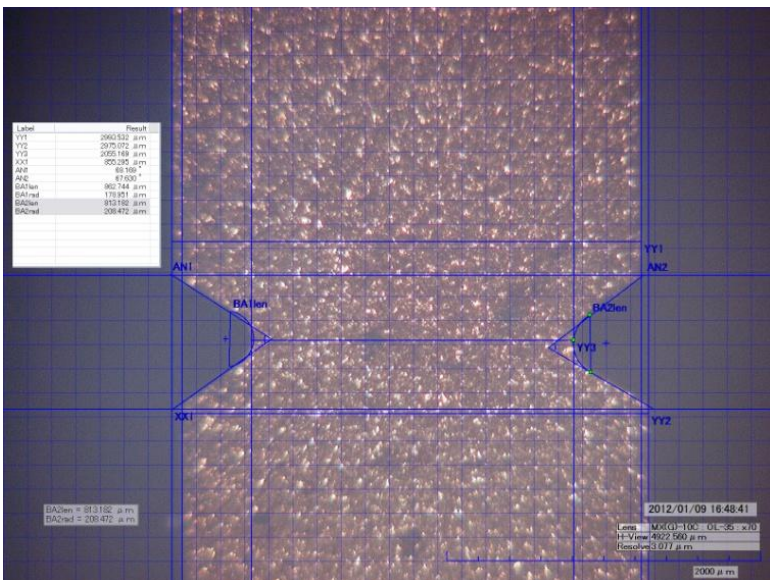
▪ Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 90°



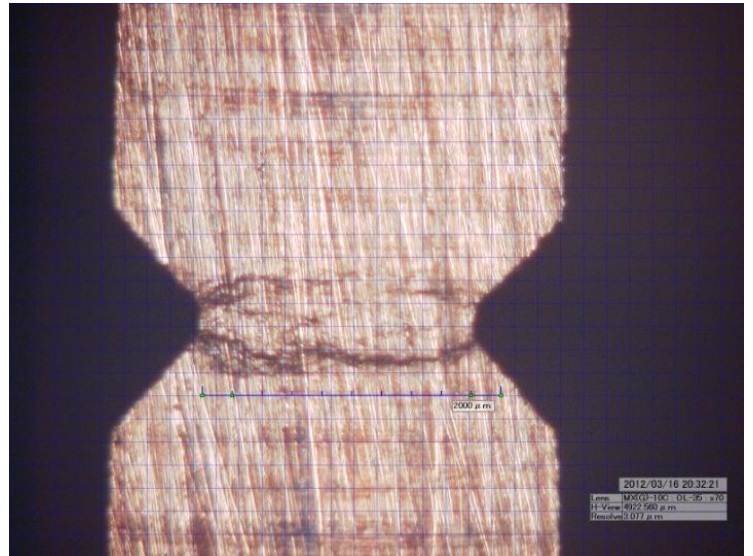
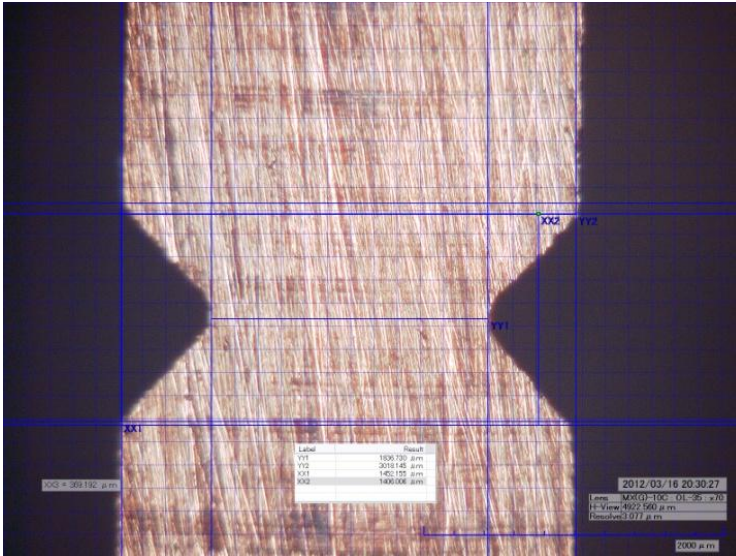
- Probeta: Plana ASTM con entalle 60° (Muestra 1)



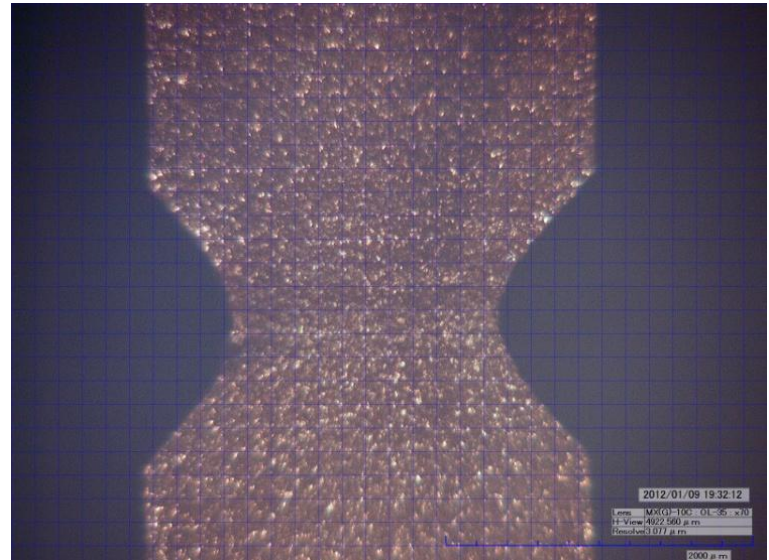
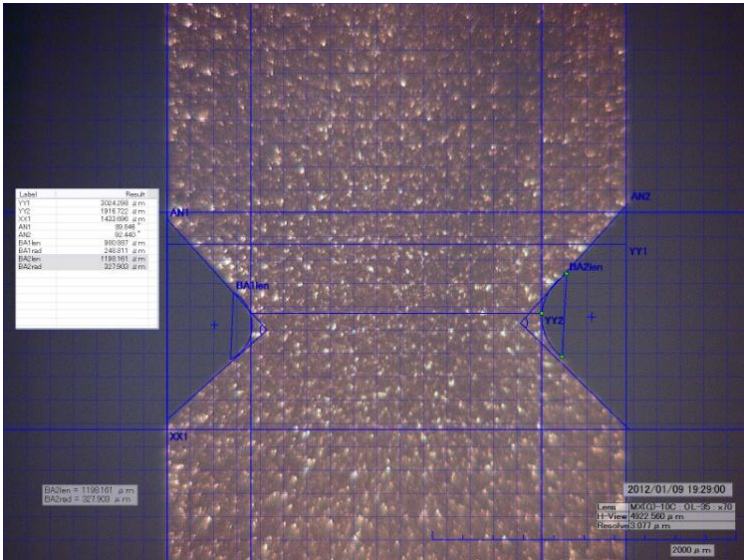
- Probeta: Plana ASTM con entalle 60° (Muestra 2)



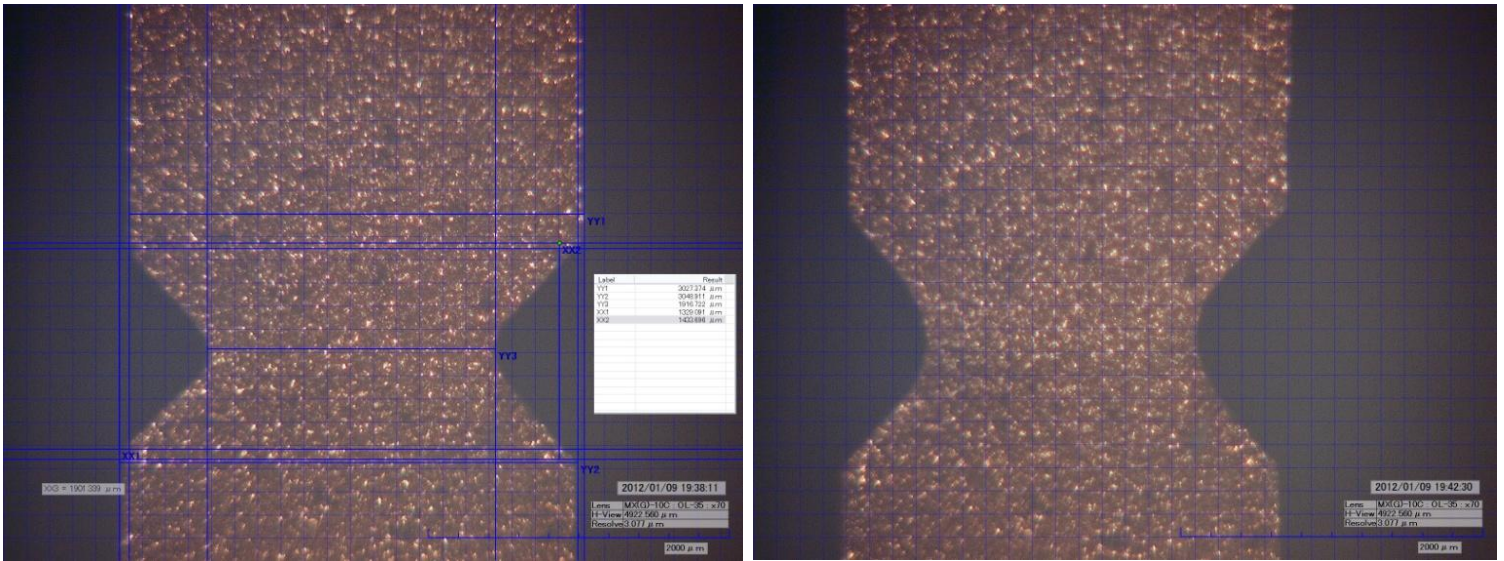
- Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 1)



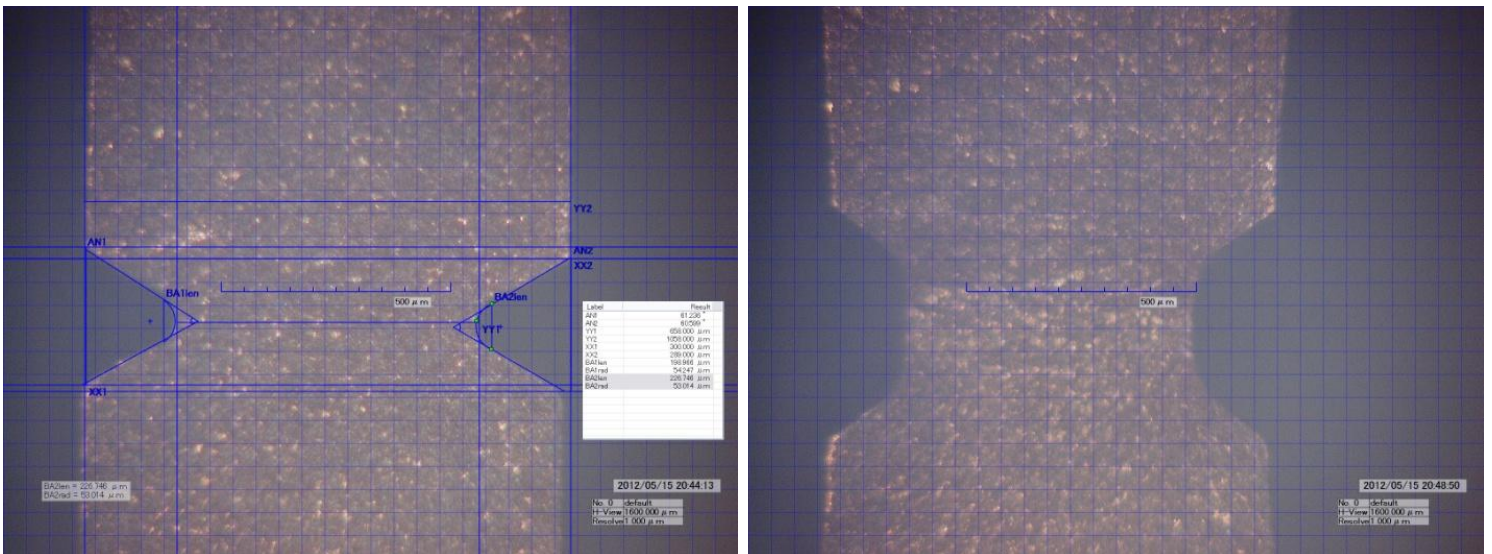
- Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 2)



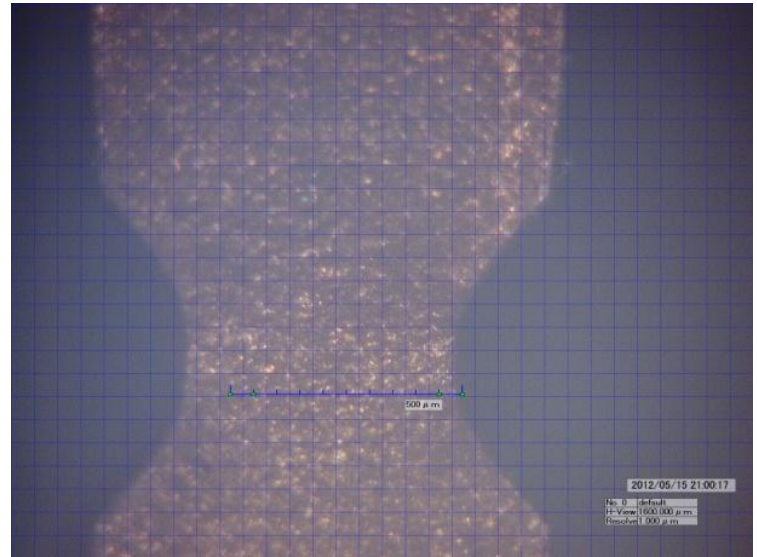
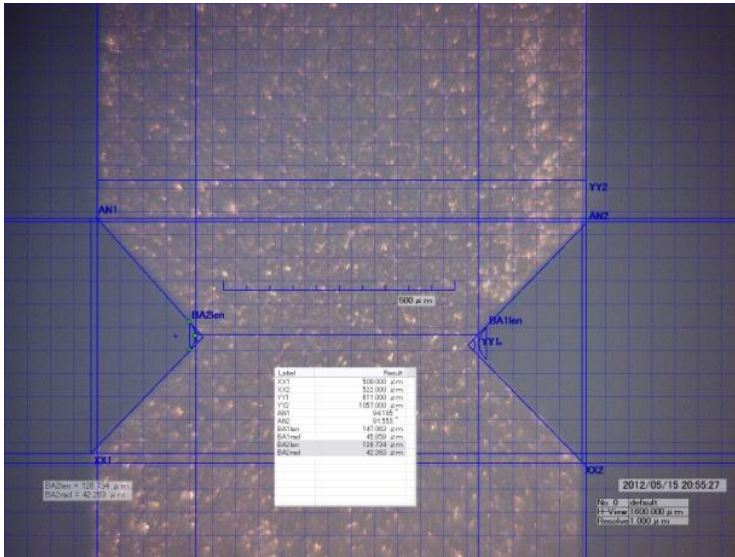
- Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 3)



- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°, espesor 2.35 mm.

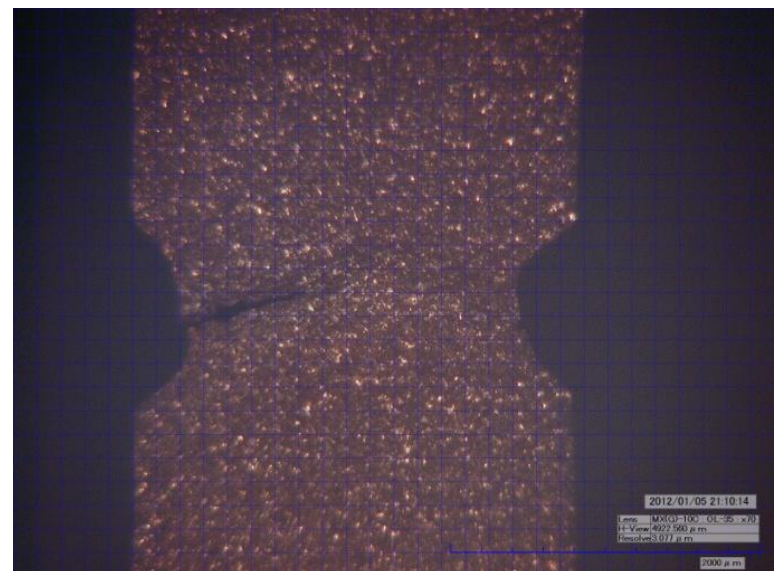
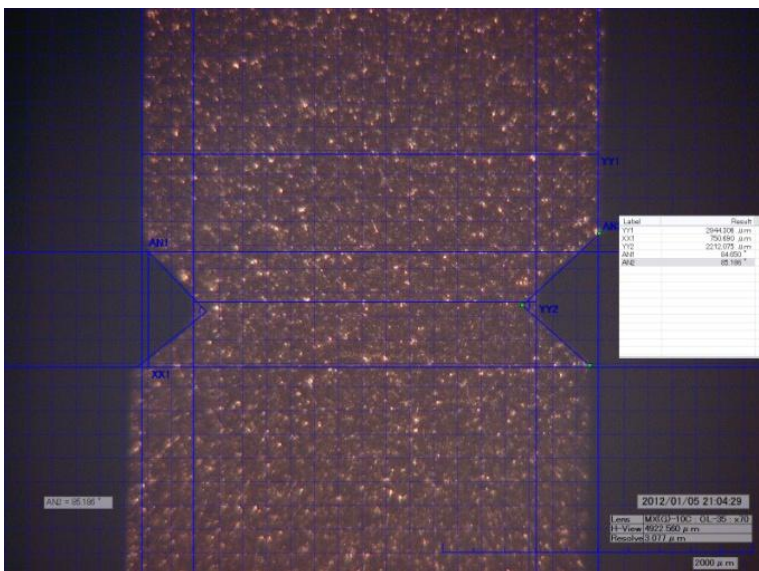


- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, espesor 2.35 mm.

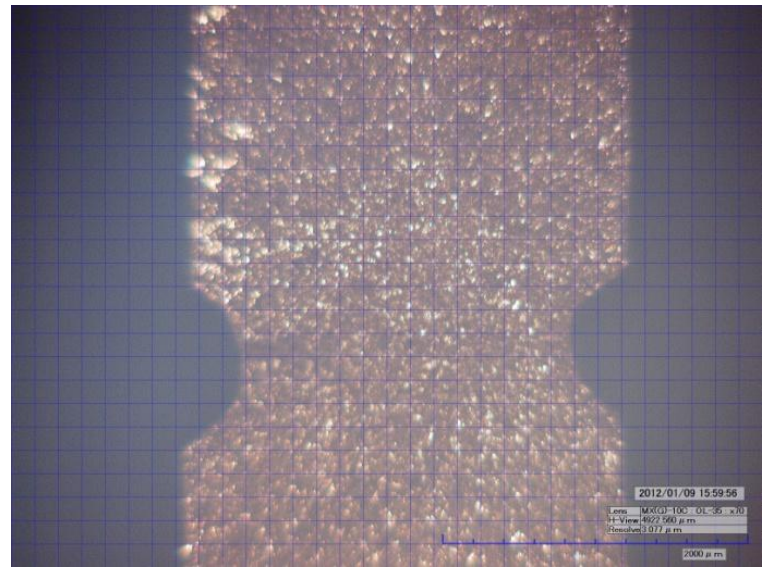
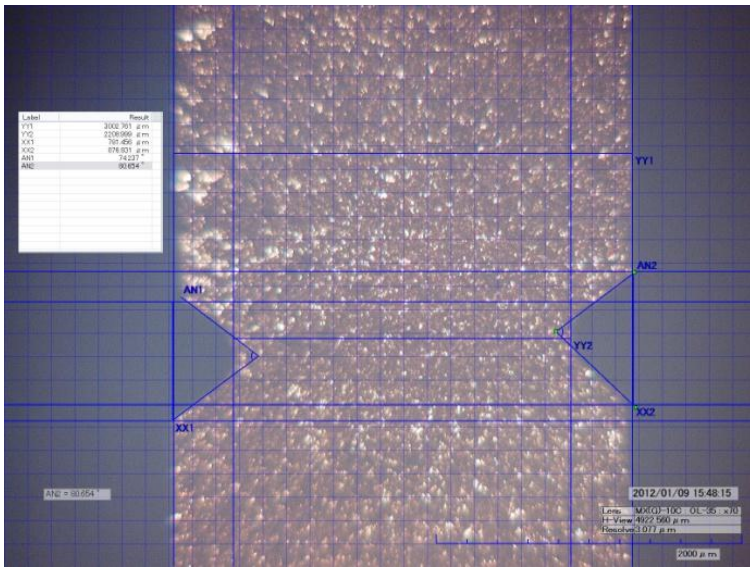


- Material: Ánodo.

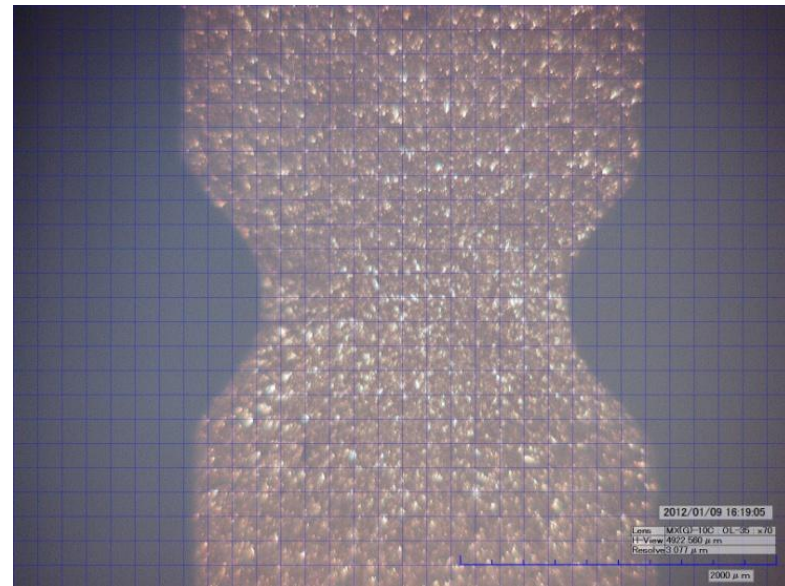
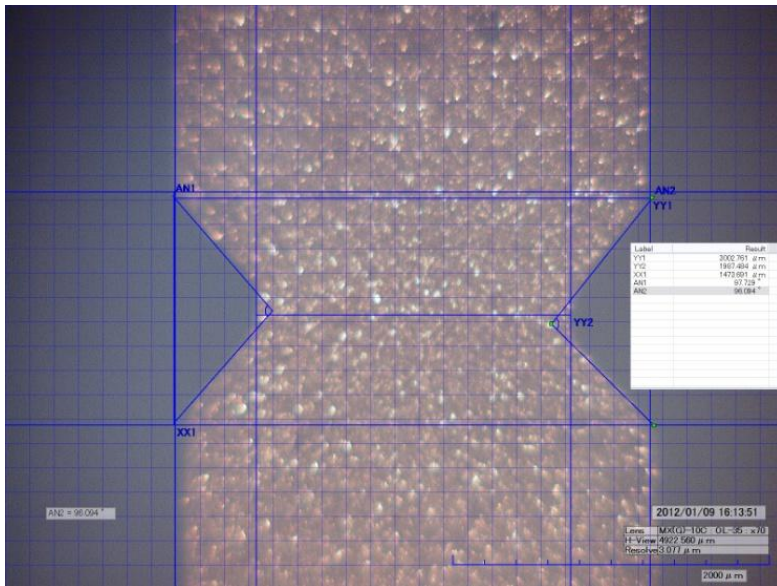
- Probeta: Plana ASTM con entalle 60° (Muestra 1)



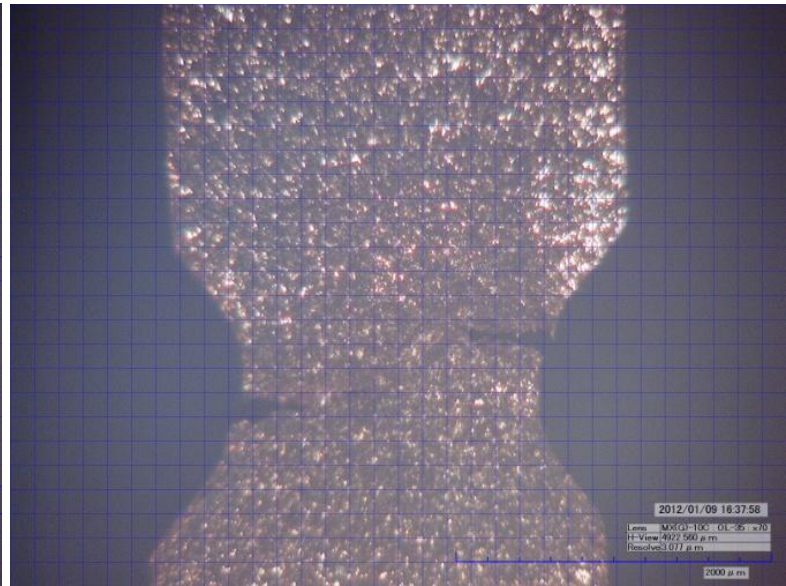
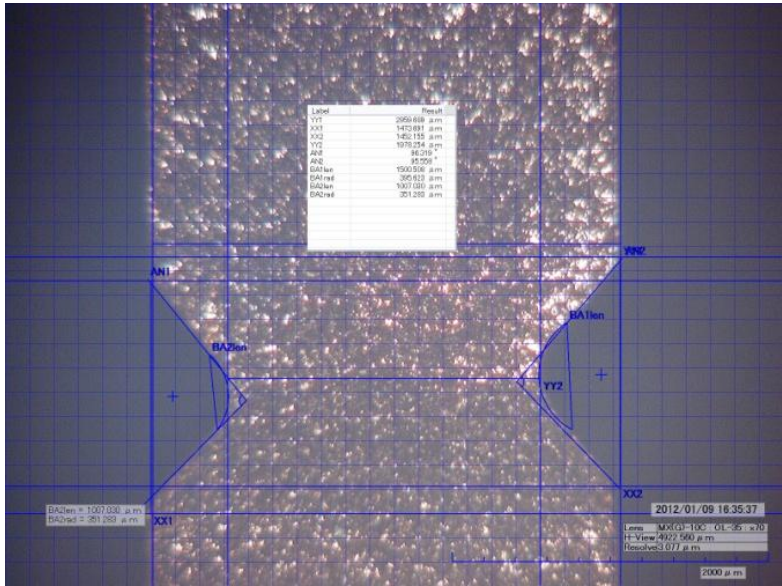
- Probeta: Plana ASTM con entalle 60° (Muestra 2)



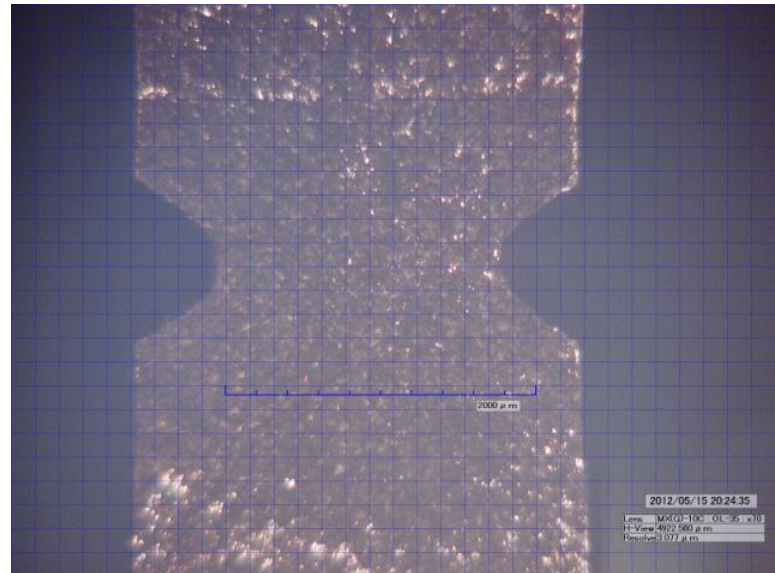
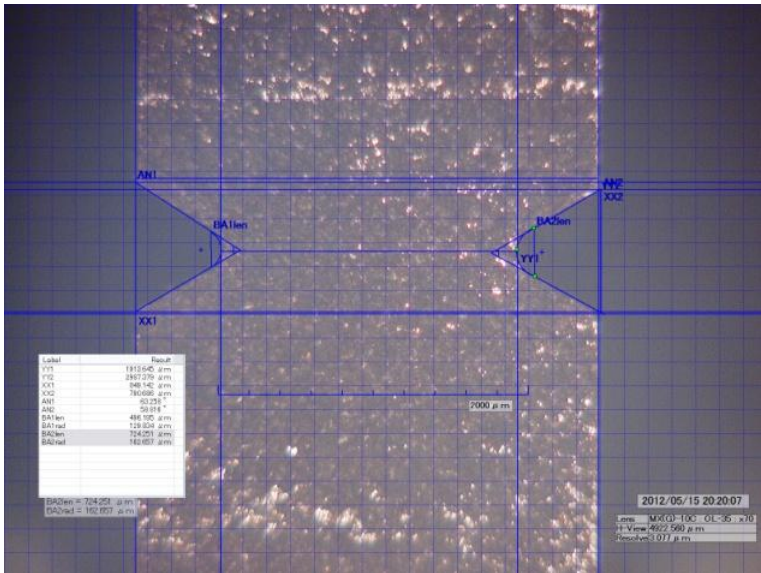
- Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 1)



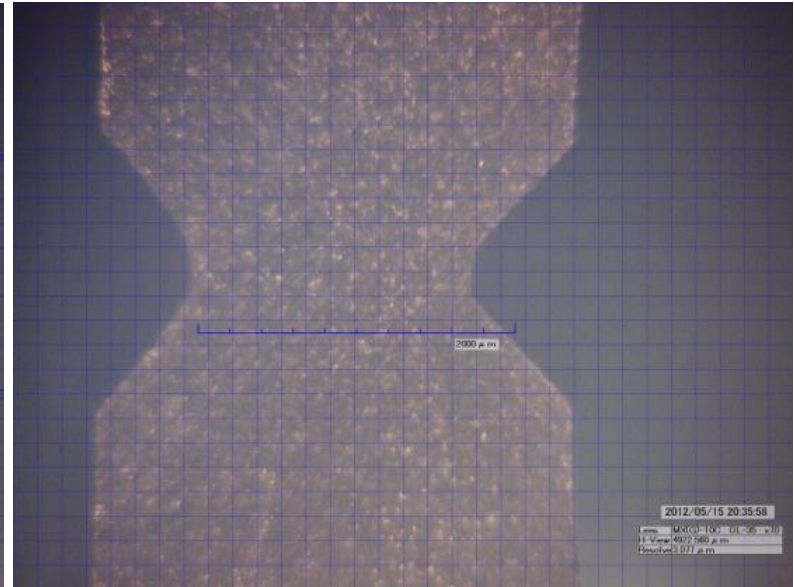
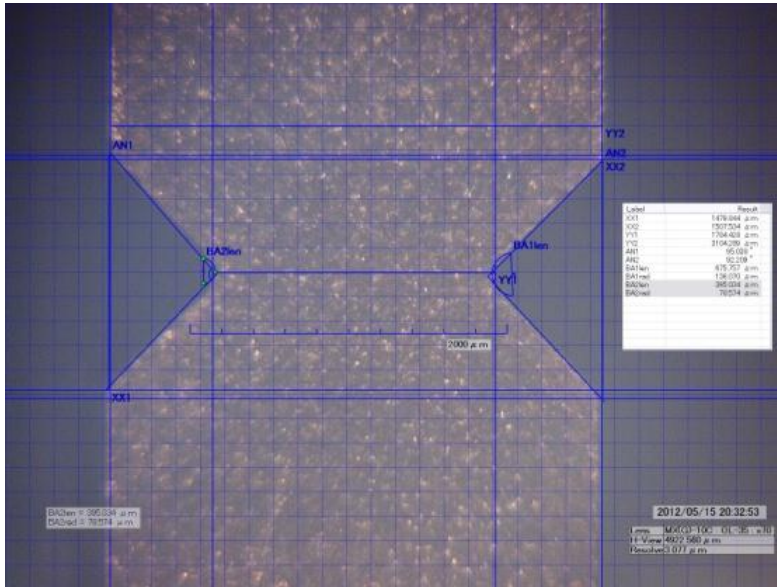
- Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 2)



- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°, espesor 2.35 mm.

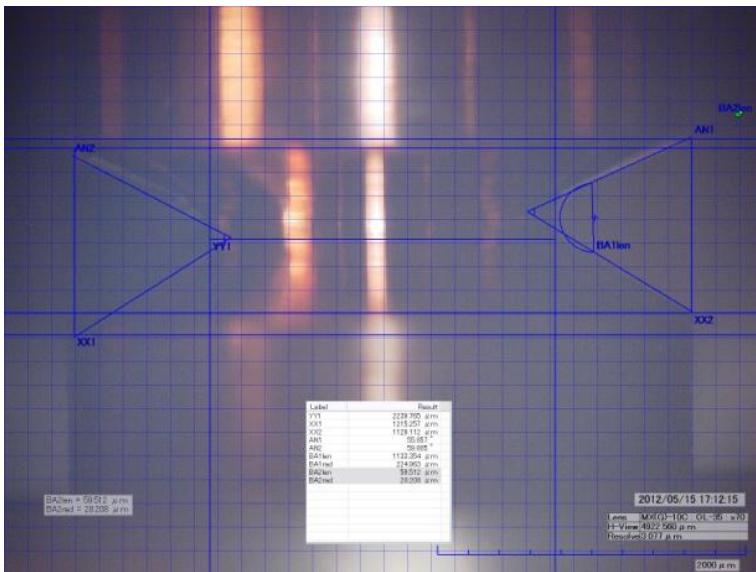


- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, espesor 2.35 mm.

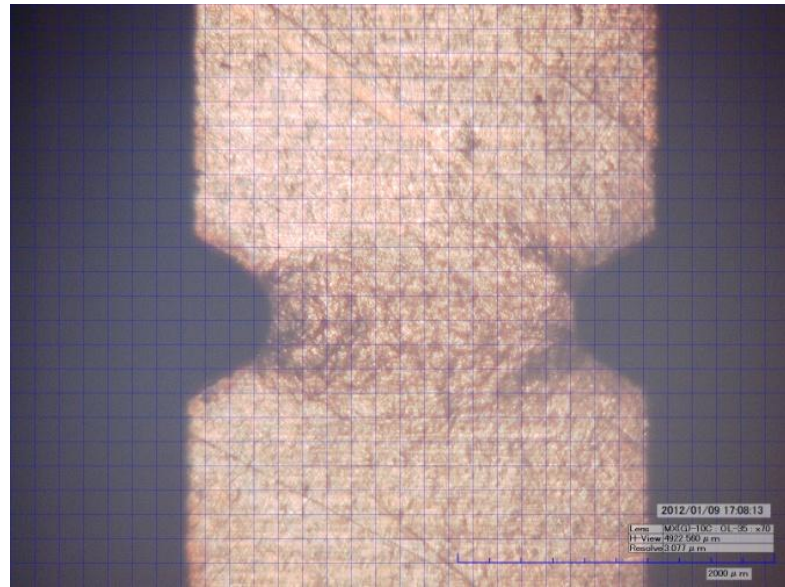
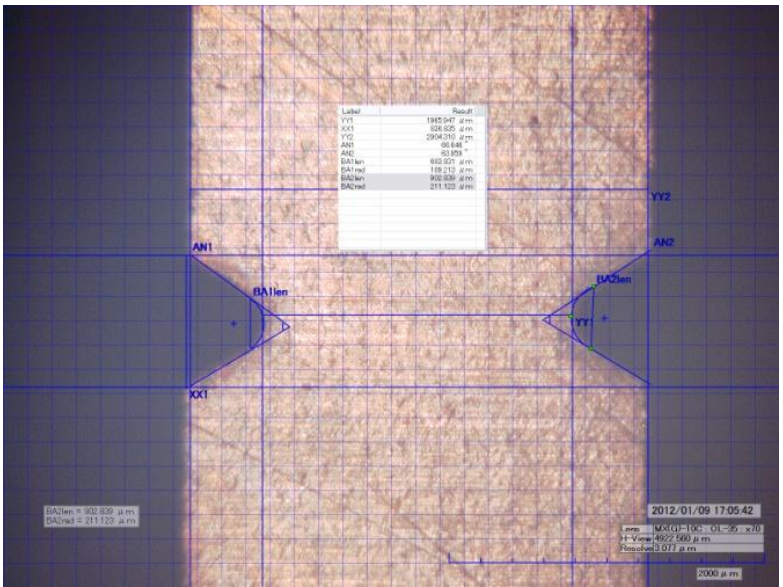


- Material: Blíster.

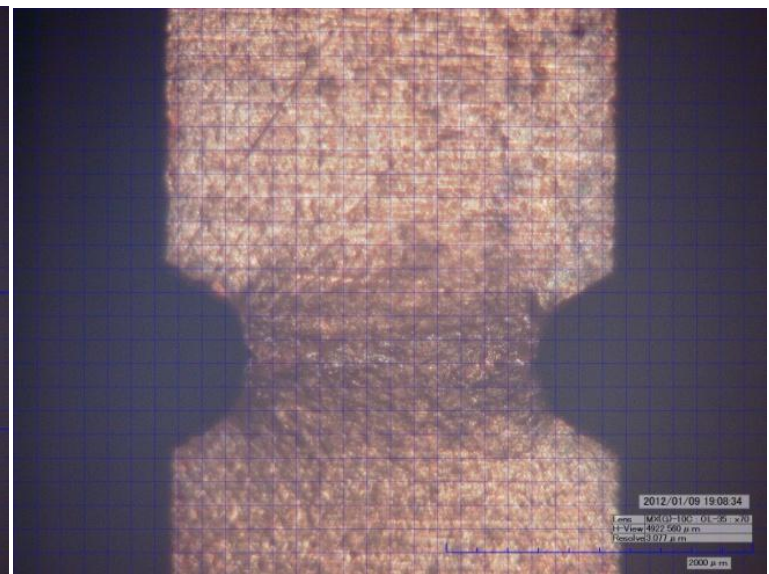
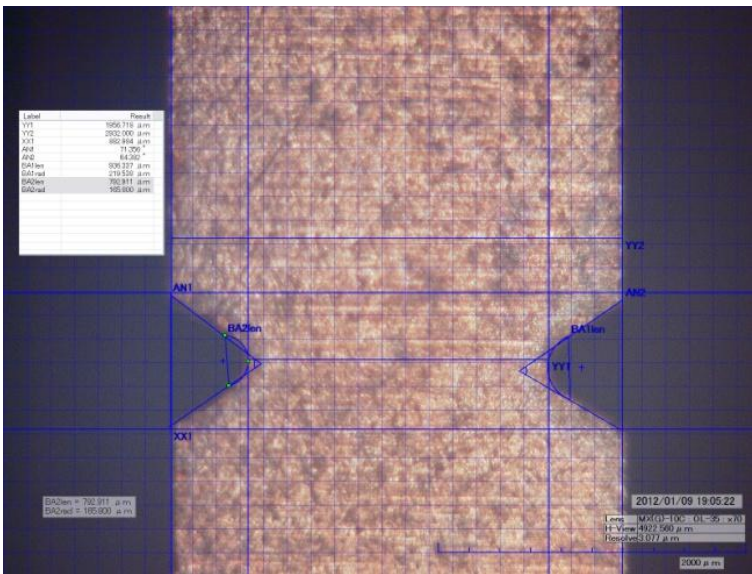
- Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 60°



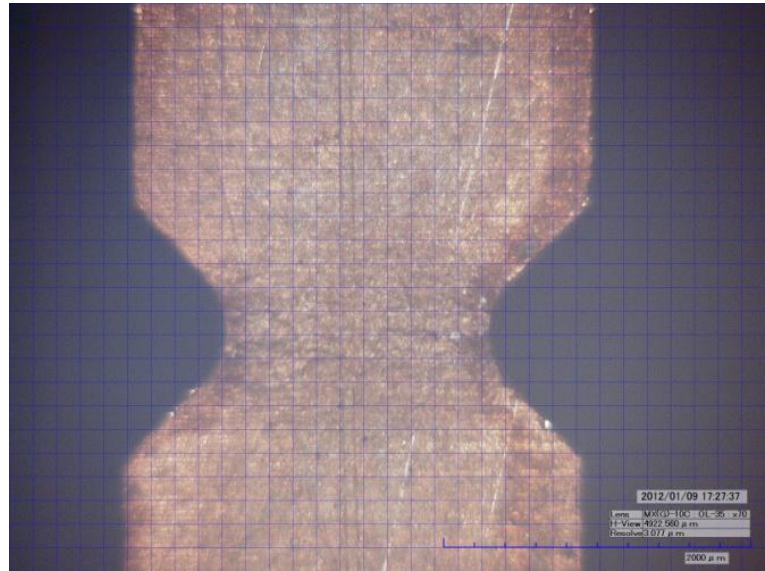
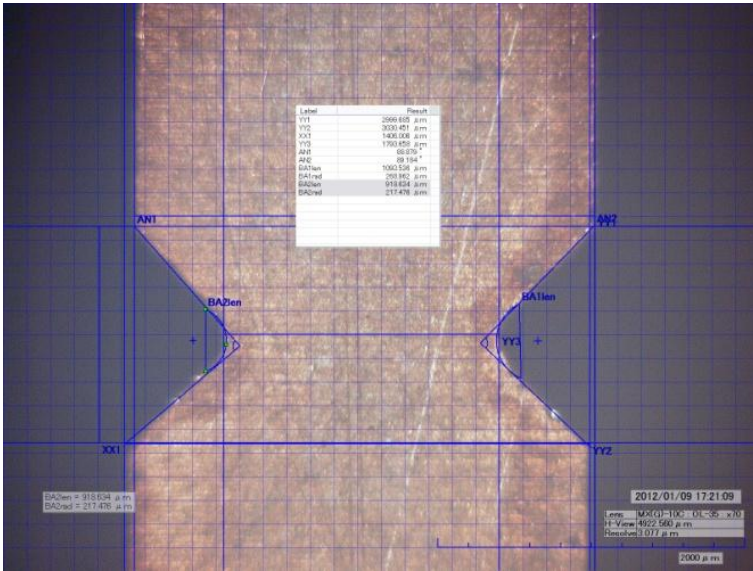
■ Probeta: Plana ASTM con entalle 60° (Muestra 1)



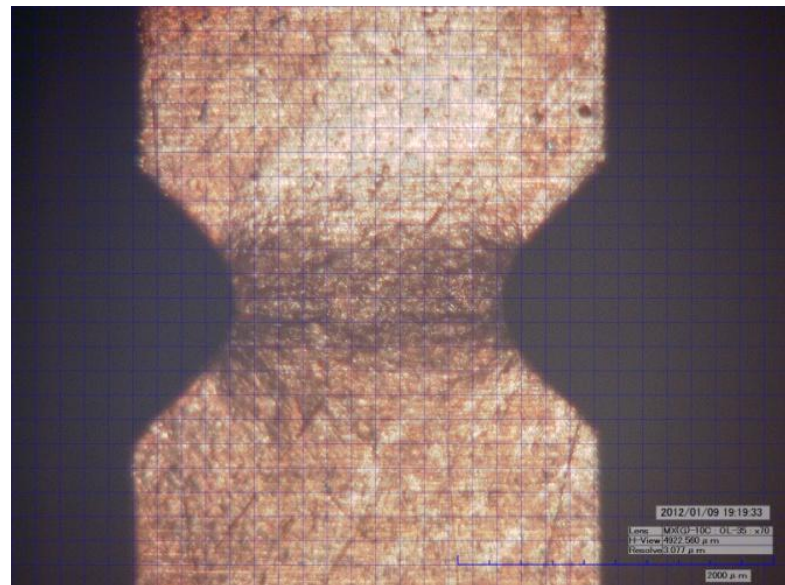
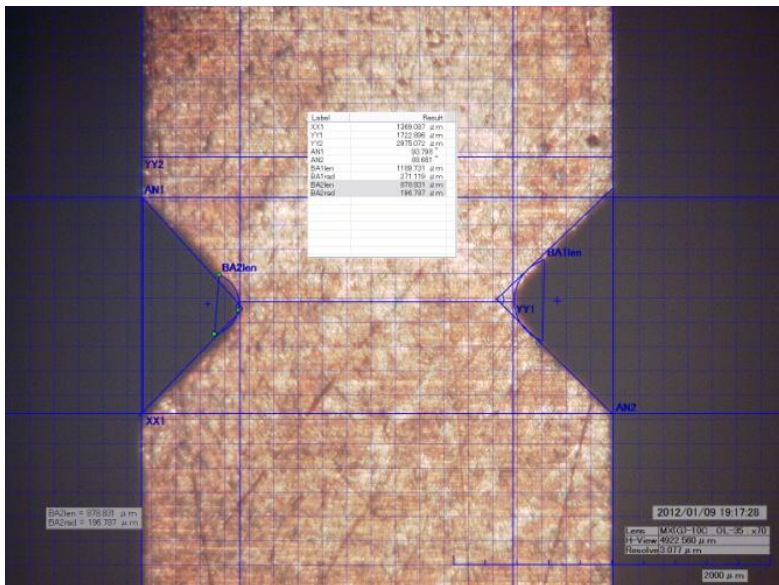
■ Probeta: Plana ASTM con entalle 60° (Muestra 2)



■ Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 1)

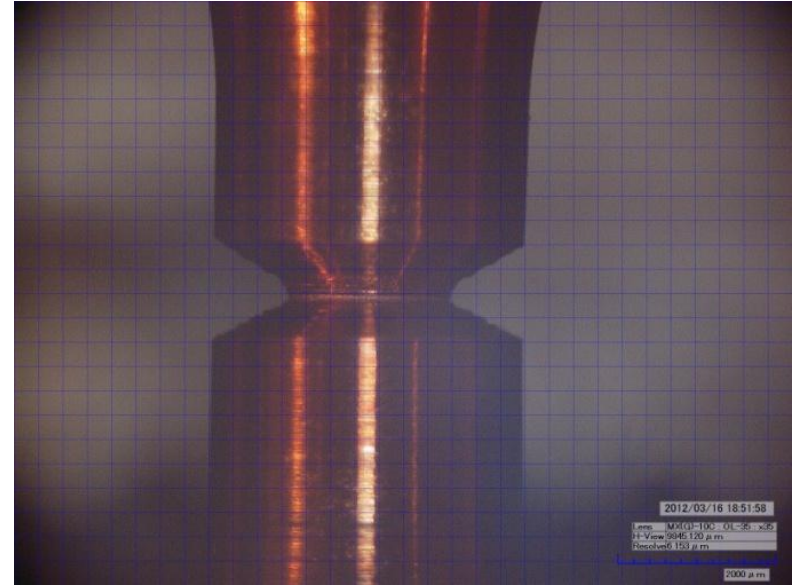
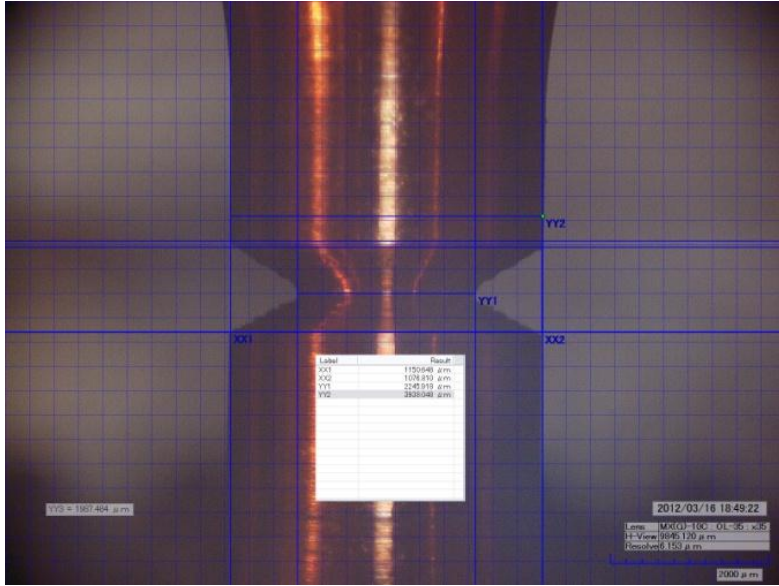


■ Probeta: Plana ASTM con entalle 90° (Muestra 2)

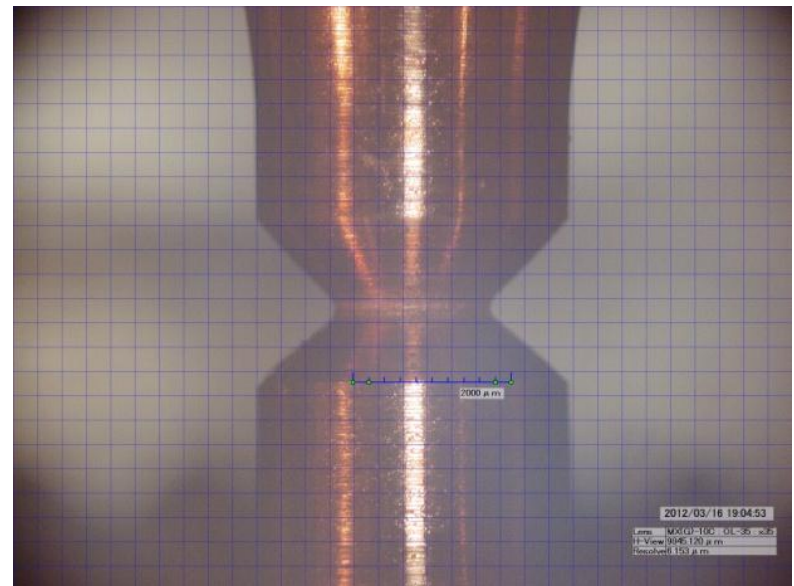
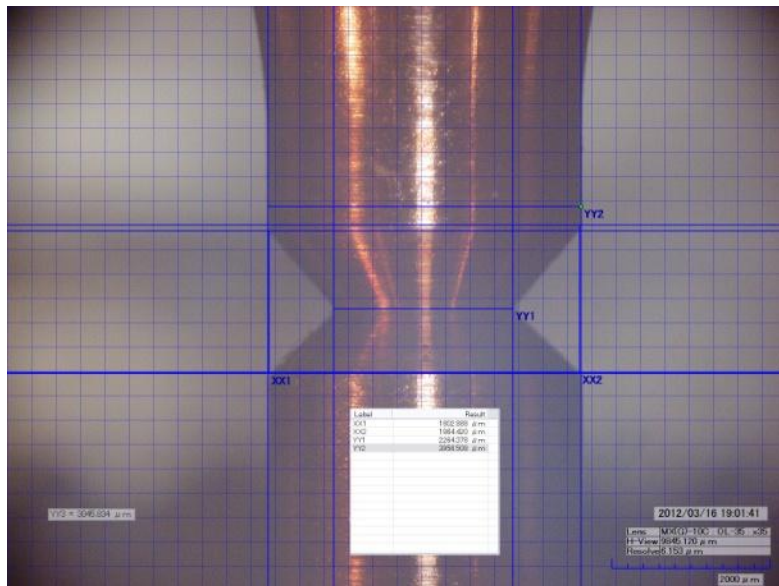


○ Material: Comercial 99,99%.

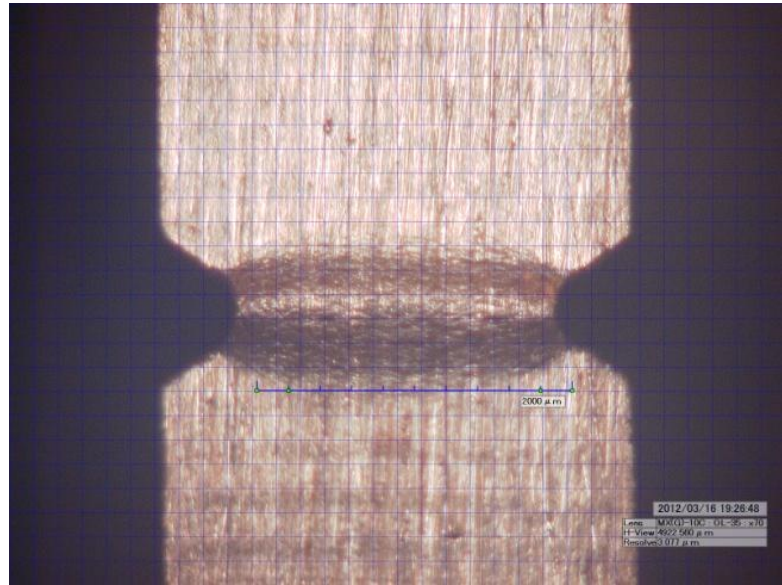
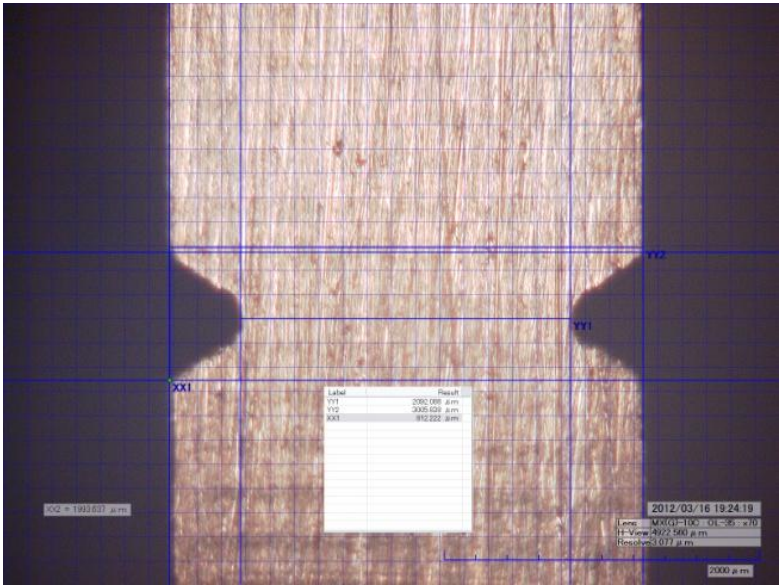
▪ Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 60°



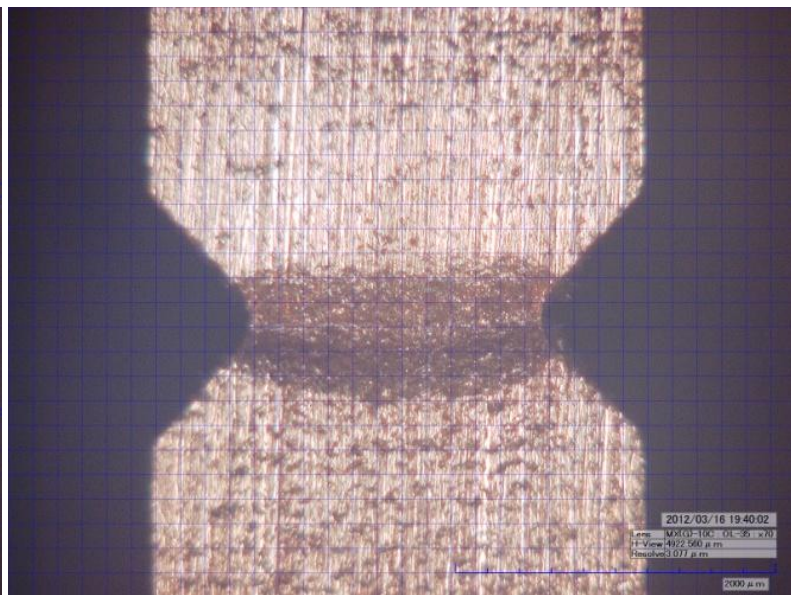
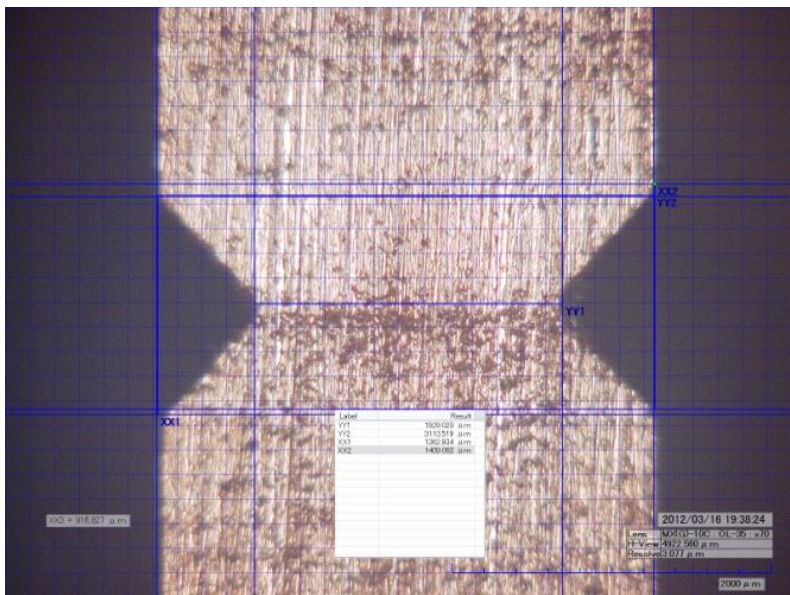
▪ Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 90°



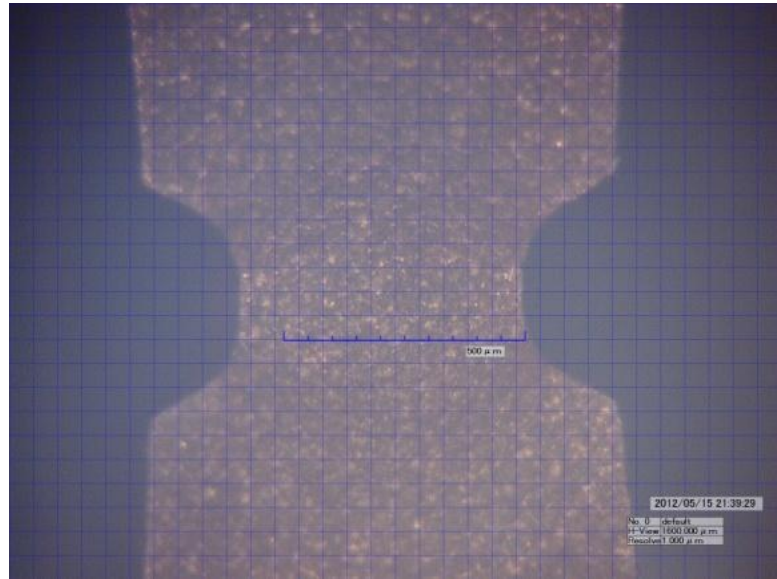
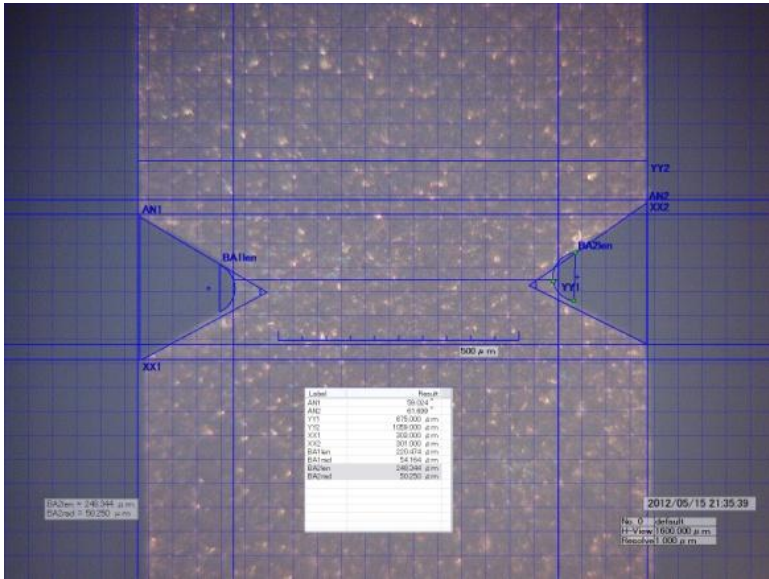
- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°



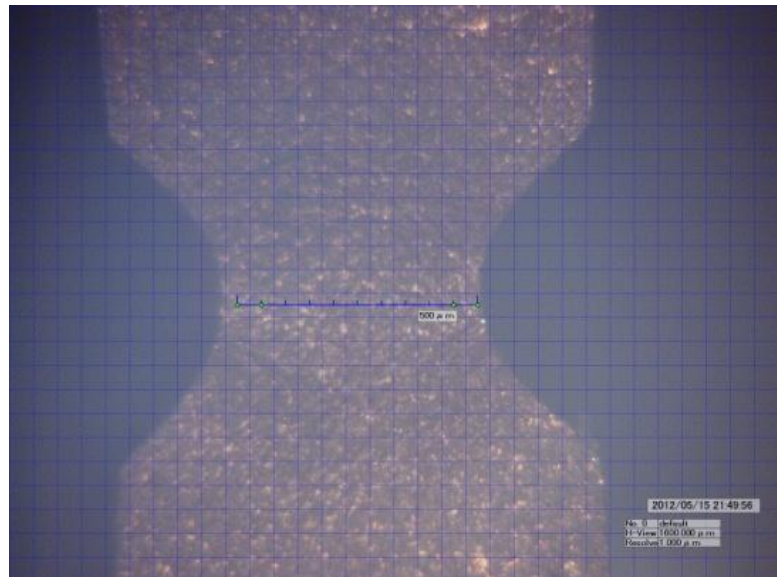
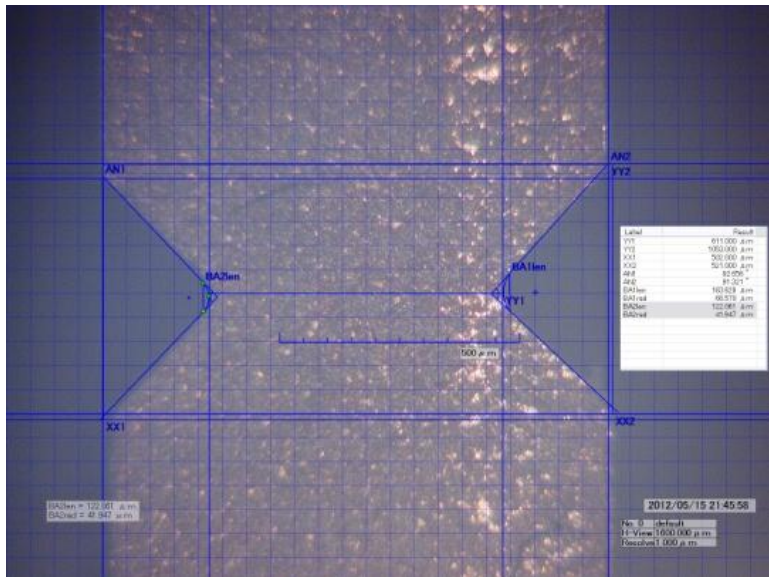
- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°



- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°, espesor 2.35 mm.



- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, espesor 2.35 mm.




ANEXO E: Análisis químicos.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, cátodo (1).

GDMS


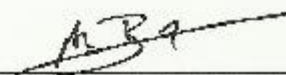
EAG		GDMS	EVANS ANALYTICAL GROUP SAS	Telephone [+33] 5 01 73 15 88
ANALYTICAL REPORT			S4, chemin de la Peyrette Tournefeuille, France 31170	Fax: [+33] 5 01 73 15 87
				Email info.fr@eaglebs.com
				www.eaglebs.com
Customer:	INP GRENOBLE	P.O.#		
Date:	20/02/2012	Job #	FOCC2710	
Customer ID:	Cu	Sample ID:	F120214011 - GM	
Echantillon 1				
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]	
Li	< 0.001	Pd	-	
Be	-	Ag	6.3	
B	-	Cd	< 0.01	
C	-	In	-	
N	-	Sn	< 0.01	
O	-	Sb	0.09	
F	-	Te	< 0.05	
Na	-	I	-	
Mg	< 0.005	Cs	-	
Al	0.02	Ba	-	
Si	0.14	La	-	
P	< 0.005	Ce	-	
S	3.3	Pr	-	
Cl	-	Nd	-	
K	-	Sm	-	
Ca	-	Eu	-	
Sc	-	Gd	-	
Ti	-	Tb	-	
V	-	Dy	-	
Cr	< 0.005	Ho	-	
Mn	< 0.005	Er	-	
Fe	< 0.005	Tm	-	
Co	< 0.005	Yb	-	
Ni	0.03	Lu	-	
Cu	Matrix	Hf	-	
Zn	< 0.01	Ta	-	
Ga	-	W	-	
Ge	-	Re	-	
As	0.10	Os	-	
Se	< 0.01	Ir	-	
Br	-	Pt	-	
Rb	-	Au	-	
Sr	-	Hg	-	
Y	-	Tl	-	
Zr	-	Pb	< 0.005	
Nb	-	Bi	0.02	
Mo	-	Th	-	
Ru	-	U	-	
Rh	-			

Operator: Cyril MICHELLON
H, C, N, O Semi quant Recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).


 Approved by


ISO 9001 : 2008 registered Page 1 of 1 Reviewed by

The measurement uncertainties are available upon request. This tests results in the exact units only to the test sample submitted in analysis.
 This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
 Les données de ce rapport ne doivent pas être diffusées sans l'approbation écrite de Evans Analytical Group SAS.
 La reproduction de ce document sans autorisation préalable est interdite. Toute réimpression doit être autorisée par Evans Analytical Group SAS.

	IGA ANALYTICAL REPORT	EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 94, chemin de la Peyrière Tournaillat, France 31170	Telephone (+33) 5 61 73 19 29 Fax: (+33) 5 61 73 19 67 Email info: info@eaglabs.com www.eaglabs.com
Customer: INP GRENOBLE	P.O.#		
Date: 20-févr-2012	Job #	F0CC2710	
Customer ID: Cu Echantillon 1	Sample ID:	F12C21422L - BA	
	Element	Concentration [ppm wt]	
	C	-	
	N	-	
	O	3.1	
	S	-	
	H	-	
<p>Operator: Boris ALBOUY Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).</p>			
<p>Q.S. règlementaire: Annexe 14 NF document: NF T0 O. document: SF 0106</p>			
ISO 9001:2008 registered		Page 1 of 1	Reviewed by 
<p>The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis. This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai. La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.</p>			


- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, cátodo (2).

GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 84, chemin de la Peyrette Tournaiville, France 31170		Telephone (+33) 5 61 73 15 89 Fax: (+33) 5 61 73 15 87 Email: info@evaglabs.com www.evaglabs.com	
Customer:	INP GRENOBLE	P.O.#		Job #	F0CC2710	Sample ID:	F120214012 - CM
Date:	20/02/2012						
Customer ID:	Cu						
	Echantillon 2						
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]				
Li	< 0.001	Pd	-				
Be	-	Ag	8.0				
B	-	Cd	< 0.01				
C	-	In	-				
N	-	Sn	< 0.01				
O	-	Sb	0.08				
F	-	Te	< 0.05				
Na	-	I	-				
Mg	< 0.005	Cs	-				
Al	0.03	Ba	-				
Si	0.08	La	-				
P	0.007	Ce	-				
S	3.6	Pr	-				
Cl	-	Nd	-				
K	-	Sm	-				
Ca	-	Eu	-				
Sc	-	Gd	-				
Ti	-	Tb	-				
V	-	Dy	-				
Cr	< 0.005	Ho	-				
Mn	< 0.005	Er	-				
Fe	0.08	Tm	-				
Co	< 0.005	Yb	-				
Ni	0.03	Lu	-				
Cu	Matrix	Hf	-				
Zn	0.20	Ta	-				
Ga	-	W	-				
Ge	-	Re	-				
As	0.11	Os	-				
Se	0.03	Ir	-				
Br	-	Pt	-				
Rb	-	Au	-				
Sr	-	Hg	-				
Y	-	Tl	-				
Zr	-	Pb	< 0.005				
Nb	-	Bi	0.03				
Mo	-	Th	-				
Ru	-	U	-				
Rh	-						

Operator: Cyril M. CHELLON
H, C, N, O Semi quant. Recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

Page 1 of 1

Reviewed by: 

ISO 9001:2004 registered
The measurement uncertainties are available upon request. The test results in this report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced or copied in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrière
Tournaulle, France 31170

Telephone [+33] 5 81 73 15 28
Fax: [+33] 5 81 73 15 67
Email: info.fr@eaglebs.com
www.eaglebs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 20-févr-2012

Job # F00C2710

Customer ID: Cu
Echantillon 2

Sample ID: F12C214231 - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	3.5
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY
Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

Document ID: 0010010001
3.4.2012 10:45:00
D:\chemin\001\214231


ISO 9001 : 2008 registered

Page 1 of 1 Reviewed by


The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in this report relate only to the test sample submitted for analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°, cátodo.

GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 54, chemin de la Peyrache Tournefeuille, France 31170		Telephone: (+33) 5 61 73 15 29 Fax: (+33) 5 61 73 15 07 Email: info.fr@eaglabs.com www.eaglabs.com	
Customer:	INP GRENOBLE			P.O.#			
Date:	20/02/2012			Job #	FOCC2710		
Customer ID:	Cu			Sample ID:	F120214015 - CM		
Echantillon 5							
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]				
Li	< 0.001	Pd	-				
Be	-	Ag	11				
B	-	Cd	< 0.01				
C	-	In	-				
N	-	Sn	< 0.01				
O	-	Sb	0.007				
F	-	Te	< 0.05				
Na	-	I	-				
Mg	< 0.005	Cs	-				
Al	0.06	Ba	-				
Si	0.90	La	-				
P	0.01	Ce	-				
S	1.5	Pr	-				
Cl	-	Nd	-				
K	-	Sm	-				
Ca	-	Eu	-				
Sc	-	Gd	-				
Ti	-	Tb	-				
V	-	Dy	-				
Cr	< 0.005	Ho	-				
Mn	< 0.005	Er	-				
Fe	0.07	Tm	-				
Co	< 0.005	Yb	-				
Ni	0.008	Lu	-				
Cu	Matrix	Hf	-				
Zn	0.13	Ta	-				
Ga	-	W	-				
Ge	-	Re	-				
As	0.06	Os	-				
Se	0.05	Ir	-				
Br	-	Pt	-				
Rb	-	Au	-				
Sr	-	Hg	-				
Y	-	Tl	-				
Zr	-	Pb	< 0.005				
Nb	-	Bi	< 0.005				
Mo	-	Th	-				
Ru	-	U	-				
Rh	-						

Operator: Cyril MICHELLON
H, C, N, O Semi quant. Recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

Reviewed by: 

180 9001 - 9008 révisé
The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne concernent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après autorisation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrière
Tournefeuille, France 31170

Telephone: (+33) 5 81 73 15 28
Fax: (+33) 5 81 73 15 67
Email: info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P O #

Date: 20-févr-2012

Job # F0CC2710

Customer ID: **Cu
Echantillon 5**

Sample ID: F12C214261 - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	4.3
S	-
H	-

Operator: Hous ALBOUY

Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

0.5 mg/ml each element
1.0 mg/ml each element
0.1 mg/ml each element

ISO 9001:2008 registered

Page 1 of 1 Forwarded by

The measurement uncertainties are available upon request. The results in this report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced except in full, without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

- Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 60°, cátodo.

GDMS

Customer: **INP GRENOBLE**
Date: 16-avr-2012

P.O.#
Job # F0CC3132

Customer ID: Cu
Al

Sample ID: F120413023 - CB


Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]
Li	< 0.001	Pd	-
Be	-	Ag	11
B	-	Cd	< 0.01
C	-	In	-
N	-	Sn	0.19
O	-	Sb	0.16
F	-	Te	0.21
Na	-	I	-
Mg	2.6	Cs	-
Al	0.06	Ba	-
Si	0.15	La	-
P	0.01	Ce	-
S	8.3	Pr	-
Cl	-	Nd	-
K	-	Sm	-
Ca	-	Eu	-
Sc	-	Gd	-
Ti	-	Tb	-
V	-	Dy	-
Cr	0.18	Ho	-
Mn	0.01	Er	-
Fe	0.54	Tm	-
Co	< 0.005	Yb	-
Ni	1.2	Lu	-
Cu	Matrix	Hf	-
Zn	0.05	Ta	-
Ga	-	W	-
Ge	-	Re	-
As	1.3	Os	-
Se	0.57	Ir	-
Br	-	Pt	-
Rb	-	Au	-
Sr	-	Hg	-
Y	-	Tl	-
Zr	-	Pb	0.40
Nb	-	Bi	0.27
Mo	-	Th	-
Ru	-	U	-
Rh	-		

Operator: Carine BAZILLE

H, C, N, O recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

ISO 9001 : 2008 registered

Page 1 of 1

Reviewed by 

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.

This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.

Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.

La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrette
Tournefeuille, France 31170

Telephone (+33) 5 61 73 15 29
Fax: (+33) 5 61 73 15 67
Email info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 19-avr-2012

Job # F0CC3132

Customer ID: Cu
A1

Sample ID: F12041328L - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	3.5
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

C,S determined by Combustion-IR
N,H determined by IGF-TC
O determined by IGF-NDIR

ISO 9001 : 2008 registered

Page 1 of 1

Reviewed by

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.


This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.

Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.

La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.


- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, ánodo (1).

GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 94, chemin de la Peyrette Tournafeuille, France 31770		Telephone: (+33) 5 61 73 15 29 Fax: (+33) 5 61 73 15 07 Email: info.fr@eaplabs.com www.eaplabs.com	
Customer:	INF GRENOBLE	P.O.#					
Date:	20/02/2012	Job #	F0CC2710				
Customer ID:	Cu Echantillon 4	Sample ID:	F120214014 - CM				
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]				
Li	< 0.001	Pd	-				
Be	-	Ag	570				
B	-	Cd	0.07				
C	-	In	-				
N	-	Sn	0.54				
O	-	Sb	100				
F	-	Te	28				
Na	-	I	-				
Mg	< 0.005	Cs	-				
Al	0.01	Ba	-				
Si	0.09	La	-				
P	0.04	Ce	-				
S	20	Pr	-				
Cl	-	Nd	-				
K	-	Sm	-				
Ca	-	Eu	-				
Sc	-	Gd	-				
Ti	-	Tb	-				
V	-	Dy	-				
Cr	< 0.005	Ho	-				
Mn	< 0.005	Er	-				
Fe	19	Tm	-				
Co	0.42	Yb	-				
Ni	45	Lu	-				
Cu	Matrix	Hf	-				
Zn	19	Ta	-				
Ga	-	W	-				
Ge	-	Re	-				
As	~ 0.21 wt%	Os	-				
Se	130	Ir	-				
Br	-	Pt	-				
Rb	-	Au	-				
Sr	-	Hg	-				
Y	-	Tl	-				
Zr	-	Pb	60				
Nb	-	Bi	34				
Mo	-	Th	-				
Ru	-	U	-				
Rh	-						

Operator: Cyril MICHELLON
H, C, N, O Semi quant. Recommended by Interstitial Gas Analysis ~ ICP-OES recommended (Internally equipped).

ISO 9001: 2008 registered
The measurement uncertainties are available upon request. The test results in this report relate only to the test sample submitted for analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

Page 1 of 1
Reviewed by: 



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP 949
94, chemin de la Pénissol
Tourmalet, France 31170

Telephone (+33) 5 61 73 15 29
Fax (+33) 5 61 73 15 67
Email info@evaglabs.com
www.evaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 20-févr-2012

Job # F0CC2710

Customer ID: **Cu**
Echantillon 4

Sample ID: F12021425L - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	2200
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

Moyenne de deux essais seulement, avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

ISO 9001:2008 Certificate
N° 14664-01-01-10
C. International - ILL

ISO 9001:2008 registered


Page 1 of 1

Reviewed by


The measurement uncertainties are available upon request. The data results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group S.A.S.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group S.A.S.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, ánodo (2).

GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 84, chemin de la Peyrière Tournefeuille, France 31170		Telephone: (+33) 5 61 73 15 29 Fax: (+33) 5 61 73 15 67 Email: info.fr@eaglabs.com www.eaglabs.com	
Customer:	INP GRENOBLE			P.O.#			
Date:	20/02/2012			Job #	F0CC2710		
Customer ID:	Cu			Sample ID:	F20214018 - CM		
Echantillon 6							
Element		Concentration [ppm wt]		Element		Concentration [ppm wt]	
Li		< 0.001		Pd		-	
Be		-		Ag		670	
B		-		Cd		0.09	
C		-		In		-	
N		-		Sn		0.84	
O		-		Sb		130	
F		-		Te		34	
Na		-		I		-	
Mg		< 0.005		Cs		-	
Al		0.01		Ba		-	
Si		0.03		La		-	
P		< 0.005		Ce		-	
S		18		Pr		-	
Cl		-		Nd		-	
K		-		Sm		-	
Ca		-		Eu		-	
Sc		-		Gd		-	
Ti		-		Tb		-	
V		-		Dy		-	
Cr		< 0.005		Ho		-	
Mn		< 0.005		Er		-	
Fe		20		Tm		-	
Co		0.38		Yb		-	
Ni		41		Lu		-	
Cu		Matrix		Hf		-	
Zn		22		Ta		-	
Ga		-		W		-	
Ge		-		Re		-	
As		~ 0.20 wt%		Os		-	
Se		160		Ir		-	
Br		-		Pt		-	
Rb		-		Au		-	
Sr		-		Hg		-	
Y		-		Tl		-	
Zr		-		Pb		80	
Nb		-		Bi		41	
Mo		-		Th		-	
Ru		-		U		-	
Rh		-					

Operator: Cyril MICHELLON
H, C, N, O Semi quant. Recommended by Interstitial Gas Analysis ~: ICP-OES recommended (Internally equipped).


 Approved by

ISO 9001:2008 registered Page 1 of 1 Reviewed by

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted for analysis.
 This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
 Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne concernent que pour l'échantillon soumis à essai.
 La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après approbation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
84, chemin de la Penelle
Tournanville, France 31170

Telephone (+33) 5 81 73 15 20
Fax: (+33) 5 81 73 15 67
Email info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**
Date: 20-févr-2012

P.O.#
Job # F00C2710

Customer ID: **Cu**
Echantillon 6

Sample ID: F120214271 - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	2500
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY
Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

03. Approved by Customer on 14
3.1. 2012 see by KIP 77
03. 2012 see by KIP 77


ISO 9001: 2008 registered

Page 1 of 1 Reviewed by

The measurement uncertainties are available upon request. The facts results in this report relate only to the test sample submitted to analysis.
The report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, ánodo (3).


GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT	EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 94, chemin de la Hayette Tournefeuille, France 31170	Telephone (33) 5 61 73 15 89 Fax: (33) 5 61 73 15 87 Email: info.fr@evans.com www.evans.com
Customer:	INP GRENOBLE	P.O.#		
Date:	20/02/2012	Job #	F0CC2710	
Customer ID:	Cu	Sample ID:	F120214018 - CM	
Echantillon 8				
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]	
Li	< 0.001	Pd	-	
Ba	-	Ag	700	
B	-	Cd	0.04	
C	-	In	-	
N	-	Sn	0.87	
O	-	Sb	140	
F	-	Te	36	
Na	-	I	-	
Mg	< 0.005	Cs	-	
Al	0.02	Ba	-	
Si	0.07	La	-	
P	0.03	Ce	-	
S	18	Pr	-	
Cl	-	Nd	-	
K	-	Sm	-	
Ca	-	Eu	-	
Sc	-	Gd	-	
Ti	-	Tb	-	
V	-	Dy	-	
Cr	< 0.005	Ho	-	
Mn	< 0.005	Er	-	
Fe	19	Tm	-	
Co	0.38	Yb	-	
Ni	40	Lu	-	
Cu	Matrix	Hf	-	
Zn	22	Ta	-	
Ga	-	W	-	
Ge	-	Re	-	
As	- 0.20 wt%	Os	-	
Se	150	Ir	-	
Br	-	Pt	-	
Rb	-	Au	-	
Sr	-	Hg	-	
Y	-	Tl	-	
Zr	-	Pb	91	
Nb	-	Bi	48	
Mo	-	Th	-	
Ru	-	U	-	
Rh	-			

Operator: Cyril MICHELLON
H, C, N O Semi quant. Recommended by Interstitial Gas Analysis ~ : ICP-OES recommended (Internally equipped).

ISO 9001:2005 registered

Page 1 of 1

Reviewed by 

The measurement uncertainties are available upon request. The data values in the report relate only to the test sample submitted for analysis.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
Le reproduction de ce document n'est autorisée qu'après autorisation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Poeyette
Tournafaille, France 31170

Tel: France (+33) 5 61 73 15 29
Fax: (+33) 5 61 73 15 67
Email: info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 20-févr-2012

Job # F0CC2710

Customer ID: Cu

Sample ID: F12021429L - DA

Echantillon 8

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	2500
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

Moyenne de deux essais effectués avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

CS determined by GFAAS
NH determined by GFTC
C determined by ICP-AES


ISO 9001:2008 registered

Page 1 of 1 Reviewed by

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.


- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, blíster (1).

GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 64, chemin de la Feyrette Tournefeuille, France 31170		Telephone: (+33) 5 61 73 15 29 Fax: (+33) 5 61 73 15 07 Email: info.fr@eaglabs.com www.eaglabs.com	
Customer:	INP GRENOBLE	P.O.#		Job #	F0CC2710	Sample ID:	F120214019 - CM
Date:	20/02/2012						
Customer ID:	Cu						
	Echantillon 9						
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]				
Li	< 0.001	Pd	-				
Be	-	Ag	26				
B	-	Cd	< 0.01				
C	-	In	-				
N	-	Sn	12				
O	-	Sb	2.9				
F	-	Te	0.52				
Na	-	I	-				
Mg	< 0.005	Cs	-				
Al	0.05	Ba	-				
Si	0.70	La	-				
P	240	Ce	-				
S	6.6	Pr	-				
Cl	-	Nd	-				
K	-	Sm	-				
Ca	-	Eu	-				
Sc	-	Gd	-				
Ti	-	Tb	-				
V	-	Dy	-				
Cr	< 0.005	Ho	-				
Mn	0.10	Er	-				
Fe	14	Tm	-				
Co	0.14	Yb	-				
Ni	12	Lu	-				
Cu	Matrix	Hf	-				
Zn	3.2	Ta	-				
Ga	-	W	-				
Ge	-	Re	-				
As	3.7	Os	-				
Se	6.9	Ir	-				
Br	-	Pt	-				
Rb	-	Au	-				
Sr	-	Hg	-				
Y	-	Tl	-				
Zr	-	Pb	10				
Nb	-	Bi	0.87				
Mo	-	Th	-				
Ru	-	U	-				
Rh	-						

Operator: Cyril MICHELLON
 II. C. N. O Semi quart. Recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

Page 1 of 1

Reviewed by: 

ISO 9001:2008 registered
 The measurements and results are available upon request. The fees shown in the report relate only to the test sample submitted for analysis.
 This report shall not be reproduced without the prior written approval of Evans Analytical Group SAS.
 Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à analyse.
 La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
57, chemin de la Peyrière
Tournefeuille, France 31170

Telephone: [+33] 5 61 73 15 28
Fax: [+33] 5 61 73 15 87
Email: info.fr@evaglabs.com
www.evaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 20-févr-2012

Job # F0CC2710

Customer ID: **Cu**
Echantillon 9

Sample ID: F12021430L - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	77
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

ISO 9001:2008 certified
N°1104646416, G+PC
C - certified by G+PC

ISO 9001 : 2008 registered


Page 1 of 1 Reviewed by

The measurement uncertainties are available upon request. The test results in this report relate only to the test sample submitted for analysis.
This report shall not be reproduced except in full, without written approval of Evans Analytical Group SAS.


Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°, blíster.

GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 64, chemin de la Peyrette Tournefeuille, France 31170		Telephone: (+33) 5 61 79 15 89 Fax: (+33) 5 61 79 15 67 Email: info.fr@eaglabs.com www.eaglabs.com	
Customer:	INP GRENOBLE			P.O.#			
Date:	20/02/2012			Job #	FOCC2710		
Customer ID:	Cu			Sample ID:	F120214013 - CM		
Echantillon 3							
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]				
Li	< 0.001	Pd	-				
Be	-	Ag	25				
B	-	Cd	0.03				
C	-	In	-				
N	-	Sn	11				
O	-	Sb	2.8				
F	-	Ta	0.48				
Na	-	I	-				
Mg	< 0.005	Cs	-				
Al	0.02	Ba	-				
Si	0.08	La	-				
P	240	Ce	-				
S	6.9	Pr	-				
Cl	-	Nd	-				
K	-	Sm	-				
Ca	-	Eu	-				
Sc	-	Gd	-				
Ti	-	Tb	-				
V	-	Dy	-				
Cr	0.01	Ho	-				
Mn	0.08	Er	-				
Fe	13	Tm	-				
Co	0.12	Yb	-				
Ni	11	Lu	-				
Cu	Matrix	Hf	-				
Zn	3.0	Ta	-				
Ga	-	W	-				
Ge	-	Re	-				
As	3.7	Os	-				
Se	6.9	Ir	-				
Br	-	Pt	-				
Rb	-	Au	-				
Sr	-	Hg	-				
Y	-	Tl	-				
Zr	-	Pb	9.5				
Nb	-	Bi	0.82				
Mo	-	Th	-				
Ru	-	U	-				
Rh	-						

Operator: Cyril MICHELLON
H. C. N. O Serni quart. Recommended by Interatitix Gas Analysis (Internally equipped).


 Revised by: _____

ISO 9001: 2008 registered
 The measurements uncertainties are available upon request. The test results in the report refers only to the test samples submitted for analysis.
 Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à analyse.
 La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.



IGA
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
84, chemin de la Peyrière
Tournefeuille, France 31170

Telephone (+33) 5 81 78 15 23
Fax: (+33) 5 81 78 15 87
Email: info@evaglabs.com
www.evaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 20-févr-2012

Job #

F0CC2710

Customer ID: Cu
Echantillon 3

Sample ID: F120214241 - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	22
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible);

CEI 17025 certification n°115
NF EN ISO 17025
C - 024 11 010 0-1026


ISO 9001:2008 registered

Page 1 of 1 Reviewed by


The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.
This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon analysé à ce jour.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'en cas d'acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 90°, blíster (2).


GDMS

		GDMS ANALYTICAL REPORT		EVANS ANALYTICAL GROUP SAS 01, chemin de la Payreste Tournefeuille, France 31170		Telephone [+33] 5 61 73 15 88 Fax: [+33] 5 61 73 15 07 Email info.fr@esplabs.com www.esplabs.com	
Customer:	INP GRENOBLE			P.O.#			
Date:	20/02/2012			Job #	F0CC2710		
Customer ID:	Cu			Sample ID:	F20214C20 - GM		
Echantillon 10							
Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]				
Li	< 0.001	Pd	-				
Ba	-	Ag	24				
B	-	Cd	< 0.01				
C	-	In	-				
N	-	Sn	11				
O	-	Sb	2.7				
F	-	Te	0.44				
Na	-	I	-				
Mg	< 0.005	Cs	-				
Al	0.02	Ba	-				
Si	0.02	La	-				
P	240	Ce	-				
S	6.7	Pr	-				
Cl	-	Nd	-				
K	-	Sm	-				
Ca	-	Eu	-				
Sc	-	Gd	-				
Ti	-	Tb	-				
V	-	Dy	-				
Cr	< 0.005	Ho	-				
Mn	0.10	Er	-				
Fe	14	Tm	-				
Co	0.14	Yb	-				
Ni	12	Lu	-				
Cu	Matrix	Hf	-				
Zn	3.2	Ta	-				
Ga	-	W	-				
Ge	-	Re	-				
As	3.6	Os	-				
Se	6.9	Ir	-				
Br	-	Pt	-				
Rb	-	Au	-				
Sr	-	Hg	-				
Y	-	Tl	-				
Zr	-	Pb	0.2				
Nb	-	Bi	0.7E				
Mo	-	Th	-				
Ru	-	U	-				
Rh	-						

Operator: Cyril MICHELLON
H, C, N, O Semi quant. Recommended by Interstitia Gas Analysis (Internally equipped).

Page 1 of 1  Reviewed by _____

ISO 9001:2008 registered
The measurement uncertainty is available upon request. The test results in this report relate only to the test sample submitted for analysis.
Tous les résultats ne sont reproduits qu'en l'absence d'avis contraire de Evans Analytical Group SAS.
Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.
La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

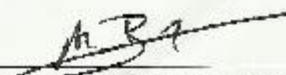
	IGA	EVANS ANALYTICAL GROUP SAS	Telephone [+33] 5 61 73 15 29
	ANALYTICAL REPORT	84, chemin de la Peyrolle Tourneville, France 31170	Fax: [+33] 5 61 73 15 67 Email: info.fr@eagleae.com www.eagleae.com

Customer:	INP GRENOBLE	P.O.#	
Date:	20-fevr-2012	Job #	F0CC2710
Customer ID:	Cu	Sample ID:	F12C21431L - BA
	Echantillon 10		

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	61
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY
Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

1. Evans Analytical Group SAS
 2. Evans Analytical Group SAS
 3. Evans Analytical Group SAS

ISO 9001:2008 registered Page 1 of 1 Reviewed by: 

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report shall only refer to the sample submitted to analysis.
 This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.
 Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à analyse.
 La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.

- Probeta: Plana ASTM con entalle 60°, comercial 99,99%.

GDMS



GDMS
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrette
Tournefeuille, France 31170

Telephone [+33] 5 61 73 15 29
Fax: [+33] 5 61 73 15 67
Email info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 16-avr-2012

Job #

F0CC3132

Customer ID: **Cu
A2**

Sample ID: F120413024 - CB

Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]
Li	< 0.001	Pd	-
Be	-	Ag	11
B	-	Cd	< 0.01
C	-	In	-
N	-	Sn	0.28
O	-	Sb	0.16
F	-	Te	< 0.05
Na	-	I	-
Mg	< 0.005	Cs	-
Al	0.01	Ba	-
Si	0.10	La	-
P	0.57	Ce	-
S	5.5	Pr	-
Cl	-	Nd	-
K	-	Sm	-
Ca	-	Eu	-
Sc	-	Gd	-
Ti	-	Tb	-
V	-	Dy	-
Cr	0.02	Ho	-
Mn	0.69	Er	-
Fe	1.3	Tm	-
Co	< 0.005	Yb	-
Ni	0.13	Lu	-
Cu	Matrix	Hf	-
Zn	0.08	Ta	-
Ga	-	W	-
Ge	-	Re	-
As	0.25	Os	-
Se	0.05	Ir	-
Br	-	Pt	-
Rb	-	Au	-
Sr	-	Hg	-
Y	-	Tl	-
Zr	-	Pb	0.41
Nb	-	Bi	0.12
Mo	-	Th	-
Ru	-	U	-
Rh	-		

Operator: Carine BAZILLE

H, C, N, O recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

ISO 9001 : 2008 registered

Page 1 of 1

Reviewed by _____

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.

This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.

Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.

La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.


Customer: INP GRENOBLE
P.O.#
Date: 19-avr-2012
Job # F0CC3132
**Customer ID: Cu
A2**
Sample ID: F12041329L - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	8.7
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

Moyenne de deux essais seulement avec une faible prise de masse (peu de matière disponible).

 C,S determined by Combustion-IR
 N,H determined by IGF-TC
 O determined by IGF-NDIR

- Probeta: Cilíndrica ASTM con entalle 60°, comercial 99,99%.

GDMS



GDMS
ANALYTICAL REPORT

EVANS ANALYTICAL GROUP SAS
94, chemin de la Peyrette
Tournefeuille, France 31170

Telephone (+33) 5 61 73 15 29
Fax: (+33) 5 61 73 15 67
Email info.fr@eaglabs.com
www.eaglabs.com

Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 16-avr-2012

Job #

F0CC3132

Customer ID: **Cu
A3**

Sample ID:

F120413025 - CB

Element	Concentration [ppm wt]	Element	Concentration [ppm wt]
Li	< 0.001	Pd	-
Be	-	Ag	10
B	-	Cd	< 0.01
C	-	In	-
N	-	Sn	0.24
O	-	Sb	0.16
F	-	Te	< 0.05
Na	-	I	-
Mg	0.03	Cs	-
Al	0.008	Ba	-
Si	0.09	La	-
P	0.61	Ce	-
S	5.5	Pr	-
Cl	-	Nd	-
K	-	Sm	-
Ca	-	Eu	-
Sc	-	Gd	-
Ti	-	Tb	-
V	-	Dy	-
Cr	0.03	Ho	-
Mn	0.69	Er	-
Fe	1.2	Tm	-
Co	< 0.005	Yb	-
Ni	0.12	Lu	-
Cu	Matrix	Hf	-
Zn	0.06	Ta	-
Ga	-	W	-
Ge	-	Re	-
As	0.24	Os	-
Se	0.04	Ir	-
Br	-	Pt	-
Rb	-	Au	-
Sr	-	Hg	-
Y	-	Tl	-
Zr	-	Pb	0.37
Nb	-	Bi	0.10
Mo	-	Th	-
Ru	-	U	-
Rh	-		

Operator: Carine BAZILLE

H, C, N, O recommended by Interstitial Gas Analysis (Internally equipped).

ISO 9001 : 2008 registered

Page 1 of 1

Reviewed by _____

The measurement uncertainties are available upon request. The tests results in the report relate only to the test sample submitted to analysis.

This report shall not be reproduced except in full without written approval of Evans Analytical Group SAS.

Les incertitudes de mesure sont disponibles sur demande. Les résultats présentés sur ce rapport ne valent que pour l'échantillon soumis à essai.

La reproduction de ce document n'est autorisée qu'après acceptation écrite de Evans Analytical Group SAS.


 Customer: **INP GRENOBLE**

P.O.#

Date: 19-avr-2012

Job # F0CC3132

 Customer ID: **Cu
A3**

Sample ID: F12041330L - BA

Element	Concentration [ppm wt]
C	-
N	-
O	5.7
S	-
H	-

Operator: Boris ALBOUY

 C,S determined by Combustion-IR
 N,H determined by IGF-TC
 O determined by IGF-NDIR

ANEXO F: Rutina MATLAB©.

El ejemplo a continuación, es una de las rutinas programadas en MATLAB para el procesamiento de las curvas de tracción, pertenece a una probeta ASTM plana con entalle en 60° de ánodo.

```
home;
ARCHIVO = 'CQ_PlAn60f.dat';
nom = 'Probeta plana con entalle ángulo 60° ánodo (1)';
ens = 'ENT';
fid = fopen(ARCHIVO);

datosx=0;
datosx = textscan(fid, '%f %f %f', 600, 'headerlines', 1);
fclose(fid);
datos1 = datosx{1,1};
datos2 = datosx{1,2};
datos3 = datosx{1,3};
datos = [datos1, datos2, datos3];
clear datos1 datos2 datos3 e_c S dL_lineal_fit F_lineal_fit

T = datos(:,1); F = datos(:,3); dL = datos(:,2);
efe=fft(F);
figure(3)
plot(abs(efe))

wc = 20;           %Frecuencia corte
wn = 300;         %Frecuencia Nyquist
[b1,a] = butter(2,wc/wn);
Hd = dfilt.df2t(b1,a);
F = filter(Hd,F);
figure(1); clf;
subplot(2,1,1);
plot(dL,F, '.r'); xlabel('dL [mm]'); ylabel('F [N]'); eje_Y = get(gca, 'YLim');

for i=1:length(ARCHIVO)
    if ARCHIVO(i)=='_'
        ARCHIVO(i)=' ';
    end
end

title([nom ' ' ARCHIVO]);
c=1;
dL=c*dL;

figure(1);
subplot(2,1,1);
plot(dL,F, '.r'); xlabel('dL [mm]'); ylabel('F [N]'); eje_Y = get(gca, 'YLim');
title([nom ' ' ARCHIVO]); hold on

if ens=='ENT'     ini=80;     else ini=600; end;

for i=1:length(dL)
    if F(i)>=ini
```

```

        ini=i; break;
    end;
end
l=1; kk=1; clear limites_lineales
for paso=[-1 1]
    for i=(ini+paso):paso:kk
        clear F_lineal dL_lineal;
        for ia=min(i,ini):max(i,ini)
            F_lineal(ia-min(i,ini)+1)=F(ia); dL_lineal(ia-
min(i,ini)+1)=dL(ia);
            end
            p = polyfit(dL_lineal,F_lineal,1); % p = aprox. lineal en F-dL
            F_p = p(1)*dL_lineal + p(2);
            R2 = sum((F_p - mean(F_lineal)).^2) / sum((F_lineal -
mean(F_lineal)).^2);
            if ens=='ENT'
                if paso==-1 if R2<=0.998 break; end
                elseif R2<=0.988 break;
                end
            else
                if R2<=0.988 break;end
            end
        end
    end
end

limites_lineales(1)=i;
l=2; kk=length(dL);
end
l1=limites_lineales; dd=3;
if length(dL_lineal)<=10 dd=1; end
if length(dL_lineal)<=3 dd=0; end

for ia=dd:1000
    limites_lineales(1)=l1(1)+ia; limites_lineales(2)=l1(2)-ia;
    clear F_lineal dL_lineal
    for i=limites_lineales(1):1:limites_lineales(2)
        F_lineal(i-limites_lineales(1)+1)= F(i);
        dL_lineal(i-limites_lineales(1)+1)=dL(i);
    end

    p = polyfit(dL_lineal,F_lineal,1);
    F_p = p(1)*dL_lineal + p(2);
    R2 = sum((F_p - mean(F_lineal)).^2) / sum((F_lineal - mean(F_lineal)).^2);
    if R2>=0.99 | length(dL_lineal)<=3 break; end
end

F_p = p(1)*dL + p(2);
plot(dL_lineal,F_lineal,'b. ');
plot(dL,F_p,'k-', 'LineWidth',1.0); set(gca,'YLim',eje_Y);axis([ 0 2 0
200]);
text(max(dL_lineal)*1.2,0.8*max(F_lineal),['R^2=' num2str(R2)])

X = dL; Y = F;
primero_lineal=limites_lineales(1);
ultimo_lineal=limites_lineales(2);
puntos_lineales = ultimo_lineal - primero_lineal + 1;
delta = round(0.2*puntos_lineales);

```

```

for (i=1:primero_lineal+delta) X(i)=(Y(i)-p(2))/p(1); end % pone inicio
LINEAL
Xmin=100000; Ymin=100000;
for i=1:20
    if (X(i)<Xmin) Xmin=X(i); end
    if (Y(i)<Ymin) Ymin=Y(i); end
end
X=X-Xmin; Y=Y-Ymin; %pone el inicio de la curva en el origen
plot(X,Y,'--g')

lo = 0.4; ho=1.62; Ao=lo*ho ; S=Y/Ao; lo=10; e=X/lo;
subplot(2,1,2); plot(e,S,'b.','MarkerSize',1);
xlabel('def');ylabel('esf [MPa]');
hold on; X=0; Y=0;

clear S_lineal e_lineal %calculo e falso
(experimental)
for (i=1:ultimo_lineal) S_lineal(i)=S(i); e_lineal(i)=e(i); end
p = polyfit(e_lineal,S_lineal,1);
E_falso=p(1); %en MPa
E_real= 119e3; % E en MPa

clear e_c
e_c = e - S/E_falso + S/E_real; %correccion pendiente a 119 GPa
plot(e_c,S,'.k');

%curva real
[UTS,uts]=max(S); %det UTS
clear epsilon sigma
for i=1:uts epsilon(i) = log(e_c(i)+1); sigma(i) = S(i)*(e_c(i)+1); end
plot(epsilon,sigma,'-r','LineWidth',2)
eje_Y=get(gca,'YLim'); eje_X=get(gca,'XLim'); eje_X(2)=eje_X(2)*1.5; hold on
%*****
rup = 50;
for i=uts:length(F)-1 %punto ruptura
    if abs(F(i+1)-F(i))>rup break; end
end
i_ruptura=i;
if uts==length(S) i_ruptura=uts; end
subplot(2,1,1);
plot(dL(i_ruptura),F(i_ruptura),'xk','MarkerSize',10,'LineWidth',2)
subplot(2,1,2);
plot(e_c(i_ruptura),S(i_ruptura),'xk','MarkerSize',10,'LineWidth',2)
if ens=='ENT' eje_X=[-0.01 1.6*e_c(i_ruptura)]; end

paralela_02_percent=E_real*(e_c-0.2/100);
set(gca,'YLim',eje_Y); set(gca,'XLim',eje_X); title([nom ' ' ARCHIVO]);
for i=ultimo_lineal:length(e_c) %determina esfuerzo fluencia
    if(paralela_02_percent(i) > S(i) ) break; end
end; i_fluencia=i;
plot(e_c(i_fluencia),S(i_fluencia),'sk');

clear X Y; ii=1; %ajuste Hollomon
descarte=round((uts-i_fluencia)/6)*1;
for i = i_fluencia + descarte + 0 : uts - descarte X(ii)=epsilon(i);
Y(ii)=sigma(i);
ii=ii+1; end

```



```

Y2=log(Y);X2=log(X); p=polyfit(X2,Y2,1);
k1=exp(p(2)); n1=p(1); Y2_H1 = log(k1) + n1*X2;
R_cuad_H1= (( Y2_H1 - mean(Y2) )*(Y2_H1 - mean(Y2) ))/((Y2 - mean(Y2))*( Y2 -
mean(Y2) ));

epsilon_H=X;
% sigma_H2 = sigma(i_fluencia) + k2*epsilon_H.^n2;
sigma_H1 = k1*epsilon_H.^n1;

x0 = get(gca, 'XLim'); x0=x0(2)*0.87;
y0 = get(gca, 'YLim'); y0=y0(2)*0.95;

plot(epsilon_H, sigma_H1, ':k', 'LineWidth', 2); axis([ 0 0.2 0 300]);
text(x0, y0*1.00, 'n R^2');
text(x0, y0*0.95, [' num2str(round(100*n1)/100) ' num2str(
R_cuad_H1)]);
text(x0, y0*0.85, ['\epsilon(UTS)= ' num2str(epsilon(uts))]);
text(x0, y0*0.80, ['e(ruptura)= ' num2str(e_c(i_ruptura))])
legend(['S-e Experimental', 'S-e con E_{real}=119[GPa]', '\sigma-
\epsilon', 'punto de ruptura', 'punto de fluencia', 'Hollomon', 'Location', 'SE'])

set(gcf, 'PaperUnits', 'inches'); papersize = get(gcf, 'PaperSize');
width = 0.8*papersize(1); height = 0.98*papersize(2);
left = (papersize(1) - width)/2; bottom = (papersize(2) - height)/2;
myfiguresize = [left, bottom, width, height];
% set(gcf, 'Paperposition', mifiguresize);

```