

**UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE CIENCIA DE LOS MATERIALES
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA**

ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN DE ALEACIÓN DE Cu- 2% wt. Co

**MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL EN MATERIALES E INGENIERO CIVIL MECÁNICO**

RODRIGO IGNACIO BÓRQUEZ DE LA ROSA

**PROFESOR GUÍA:
EDUARDO DONOSO CATALÁN**

**MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
AQUILES SEPÚLVEDA OSSES
GERARDO DÍAZ RODENAS**

**SANTIAGO DE CHILE
ENERO 2009**

RESUMEN DE LA MEMORIA
PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL EN MATERIALES E
INGENIERO CIVIL MECÁNICO
POR : RODRIGO BÓRQUEZ DE LA ROSA
FECHA : ENERO 2009
PROF. GUÍA : Sr. EDUARDO DONOSO C.

ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN DE ALEACIÓN Cu- 2% wt. Co

El cobre es un elemento metálico que, se caracteriza por ser uno de los mejores conductores eléctricos y térmicos. Sin embargo, sus propiedades mecánicas son más bien bajas comparado con otros metales.

El objetivo general del presente trabajo de título fue estudiar el proceso de precipitación en aleación de Cu - 2% Co (% peso) y su efecto sobre el endurecimiento de la matriz.

Para realizar este trabajo se utilizó una metodología que involucró la obtención de muestras y probetas, aplicación de tratamientos térmicos, análisis energético y cinético mediante el uso de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y aplicación de los modelos matemáticos Kissinger Modificado y Mehl-Johnson-Avrami (MJA), análisis de segregación de soluto a las dislocaciones y análisis de microdureza Vickers.

Las curvas calorimétricas de la aleación templada muestra, la presencia de dos efectos exotérmicos traslapados, en todas las velocidades de calentamiento lineal utilizadas, que pueden ser asociadas a la formación de precipitados en la matriz de cobre, ricos en Cobalto- α . Se puede afirmar que el sistema está gobernado por variables cinéticas más que termodinámicas.

La energía de activación es 164,7 y 195,6 [kJ/mol] para las etapas 1 y 2, respectivamente. El valor de la etapa 2 es bastante cercano al teórico, que es de 200,6 [kJ/mol], mientras que el de la etapa 1 es menor, lo que se puede atribuir a la presencia de vacancias introducidas por el temple.

Los resultados cinéticos indican que, en el caso de la etapa 1, se está en presencia de un fenómeno de precipitación por nucleación y crecimiento, en cuanto a la etapa 2, se tiene un proceso de crecimiento a partir de núcleos pre-existentes de tamaño no despreciable.

En cuanto a la deformación en frío, se llegó a la conclusión que al aumentar esta, se tiende a inhibir la etapa 2 de precipitación, debido a segregación de soluto en las dislocaciones en la etapa 1 donde cuando comienza la precipitación. Por lo tanto, la aleación endurece por dos procesos, formación de precipitados y segregación de estos átomos de cobalto a las dislocaciones, entorpeciendo su movimiento.

La microdureza Vickers para el material templado es superior a medida que aumenta la temperatura de envejecimiento, llegado a los 84, 1[HV], en cuanto a el material deformado en frío, se concluye que mientras aumenta la deformación, mayor es la dureza, llegándose a 141,5 [HV] para el caso de 50% de deformación en su espesor. Cabe mencionar que para ambos casos, material templado y sin deformar, la medida de dureza fue 65,8 [HV].

Se concluye que el material endurece por formación de precipitados y además que algunos de estos son segregados a las dislocaciones, lo que también aumenta las propiedades mecánicas.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a todas aquellas personas que hicieron posible la realización de este trabajo y que me apoyaron en la formación profesional.

En primer lugar agradezco a los profesores integrantes de la comisión por el tiempo prestado y disposición para responder consultas. Al Sr. Eduardo Donoso por el apoyo, orientación, conocimientos entregados y paciencia. Al Sr. Aquiles Sepúlveda por su gran ayuda. Al Sr. Gerardo Díaz por sus grandes consejos durante toda la carrera.

Debo agradecer a José Muñoz por la ayuda y cooperación prestada durante todo el trabajo experimental que se necesitó realizar durante este trabajo.

De corazón quiero agradecer a mi familia por el apoyo entregado durante estos largos años, en especial a mis padres y hermano por su constante buena onda y comprensión, además de agradecer la oportunidad que me brindaron para poder ser profesional.

Finalmente un gran beso y abrazo a todos aquellos que me acompañaron durante todo este tiempo, ya sea con una palabra, compañía, carrete y por sobretodo sincera amistad. A mis hermanos del colegio, de la Universidad y de la vida. A todas aquellas personas que fueron y/o que aún son parte fundamental de mi vida.

Muchas gracias por todo a todos.

Índice

1. INTRODUCCIÓN	3
2. OBJETIVOS	5
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	5
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
3. ANTECEDENTES TEÓRICOS.....	6
3.1 ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN	6
3.2 DIAGRAMA DE FASE DE LA ALEACIÓN CU-CO	7
3.3 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)	8
3.4 EVALUACIÓN ENERGÉTICA Y CINÉTICA	10
3.4.1 <i>Entalpía de Reacción</i>	10
3.4.2 <i>Evaluación cinética. Modelo Mehl-Johnson-Avrami (MJA)</i>	11
3.4.3 <i>Evaluación de la energía de activación. Modelo Kissinger y Kissinger modificado</i>	13
3.5 SEGREGACIÓN DE SOLUTO A LAS DISLOCACIONES	15
3.5.1 <i>Energías de enlace</i>	15
3.5.2 <i>Energías de segregación</i>	19
3.5.3 <i>Influencia de la distribución del carácter de las dislocaciones</i>	21
3.5.4 <i>Evaluación de densidad de dislocaciones</i>	24
3.6 MICRODUREZA VICKERS	26
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	28
4.1 OBTENCIÓN DE LA ALEACIÓN	28
4.2 OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS.....	30
4.3 ANÁLISIS CALORIMÉTRICO (DSC).....	31
4.4 MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS.....	32
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	34
5.1 ANÁLISIS ENERGÉTICO	34
5.1.1 <i>Curvas Calorimétricas</i>	34
5.1.2 <i>Energías de Activación</i>	38
5.2 ANÁLISIS CINÉTICO	41
5.3 ANÁLISIS DE MICRODUREZA	48

5.4 SEGREGACIÓN DE ÁTOMOS DE CO A LAS DISLOCACIONES	52
6. CONCLUSIONES	57
7. BIBLIOGRAFÍA	59
ANEXOS	61
ANEXO A: METODOLOGÍAS PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	61

1. Introducción

El Cobre es un metal de color rojizo y brillo metálico que, junto con la plata y el oro, se caracterizan por ser los mejores conductores de electricidad. Gracias a su alta conductividad eléctrica, ductilidad y maleabilidad, combinado con su relativo bajo costo, se ha convertido en el material más utilizado para fabricar cables eléctricos, y otros componentes eléctricos y electrónicos.

Dentro de sus principales propiedades, aparte de lo antes mencionado, se sabe que es, el mejor conductor de calor, amagnético y resistente a la corrosión frente a muchos medios, a temperatura ambiente.

La limitante fundamental de la utilización del cobre puro, es su baja resistencia mecánica. Por lo que, permanentemente se desarrollan estudios de diversas aleaciones de cobre que logren conservar las propiedades de conductividad térmica, eléctrica y resistencia a la corrosión electroquímica, pero mejorando las propiedades mecánicas.

Se tiene diversos procesos para endurecer el cobre. El más básico es la deformación en frío donde, debido a la reducción del tamaño de grano y al aumento de las dislocaciones, se obtiene un aumento en la resistencia mecánica del cobre sin cambiar su composición. La mayoría de los procesos de endurecimiento involucran tratamientos termomecánicos, para así lograr microestructuras con mejores propiedades.

En el presente informe, se presenta como tema de memoria el “*Endurecimiento por precipitación de aleación de Cu- 2% wt.Co*”. Justamente, buscando lo anteriormente mencionado.

Este tipo de aleación puede ser usada para aplicaciones, donde se requiera un alta conductividad térmica y eléctrica, además de elevada resistencia a la corrosión, junto a una resistencia mecánica mejorada. Por ejemplo, puede ser usado en trenes de alta velocidad y vehículos de nueva generación, grandes sistemas eléctricos y electrónicos.

Se sabe que en las aleaciones de Cu-Co con menos de 5% en peso de cobalto, se forman precipitados esféricos y coherentes con la matriz de cobre, por medio de envejecimiento [1].

También se ha encontrado que el radio medio de los precipitados de Co (en aleaciones que contengan entre 0,7 y 3,2% en peso de Co) aumenta con la raíz cúbica del tiempo de envejecimiento, mientras que tasa de crecimiento del precipitado aumenta con la concentración de Co en la aleación [1].

En estudios anteriores de aleaciones de Cu-Co se revisó microscópicamente la morfología, utilizando microscopía electrónica de transmisión. De esta forma se encontró que los precipitados de estructura FCC ricos en cobalto son completamente coherentes con la matriz en partículas de diámetro entre 50 – 60 [nm] [2].

También es conocido que la solución sólida rica en cobre tiene una estructura FCC y no magnética, mientras que la solución sólida rica en cobalto es magnética y puede ser tanto FCC como HCP, dependiendo de los tratamientos térmicos aplicados [3].

Con la misma técnica (TEM) se ha observado la coherencia de las partículas de precipitados ricos en cobalto [4]. Por otro lado, se ha analizado aleaciones Cu-Co que contienen desde 0.3 hasta 5 % Co en peso por difracción de rayos X [5].

Otro tipo de estudios han revelado que las aleaciones Cu-Co ricas en cobre son prometedoras para el estudio de la precipitación en fase sólida, ya que estas tienen una estructura de precipitado rico en Cobalto- α , caracterizado por la forma esférica de los precipitados, coherencia entre estos y la matriz, además de una moderada distorsión de la red de la matriz, debido a la pequeña diferencia entre sus parámetros de red [6].

En otras investigaciones se estudió la mutua influencia de la precipitación y la recristalización, investigándose aleaciones de Cu-Co supersaturadas y trabajadas en frío [7].

En el presente estudio, se analizó el proceso de precipitación en la aleación de Cu - 2% Co (en peso), mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC), además se realizó un estudio de la segregación de soluto en las dislocaciones y se midió microdureza Vickers.

2. Objetivos

2.1 Objetivo General

- Estudiar el proceso de precipitación en aleación de Cu - 2% Co (en peso) y su efecto sobre el endurecimiento de la matriz.

2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar la aleación mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC). Evaluar energética y cinéticamente la formación de precipitados.
- Analizar el efecto de la deformación en frío sobre el endurecimiento.
- Verificar el endurecimiento de la matriz, a través de análisis de microdureza.
- Estudiar el efecto del Cobalto sobre el fenómeno de precipitación en la aleación analizada.

3. Antecedentes Teóricos

3.1 Endurecimiento por Precipitación [8]

Este es el tratamiento térmico por el cual la dureza y resistencia de algunas aleaciones aumenta. Esto ocurre cuando dentro de una fase matriz sobresaturada, se forman partículas uniformemente dispersas y extremadamente pequeñas de otra fase. Estos últimos son denominados *precipitados* y su particularidad es que, se comportan como barrera que traba el movimiento de las dislocaciones, por lo que se logra el endurecimiento y aumento de resistencia.

El nivel de endurecimiento que presentará la aleación depende de la coherencia entre la estructura cristalina y la que presente el precipitado. Por otro lado, la coherencia de la segunda fase depende del tamaño que ésta presente, habiendo un radio crítico a partir del cual el precipitado deja de ser coherente (sobre-envejecimiento), aportando muy poco al endurecimiento del metal.

El referido tratamiento térmico consta de 3 etapas: Tratamiento por solución, templado y envejecimiento. Estos se pueden observar en el diagrama de fases genérico que se muestra en la figura 1.

1. *Tratamiento por Solución:* Se calienta la aleación a una temperatura por sobre la temperatura solvus, manteniéndose hasta que se produzca una solución sólida homogénea monofásica (α en la figura 1). Así disuelve el precipitado, reduciendo la segregación presente en la aleación original.

2. *Templado:* Tratamiento térmico que consiste en enfriar rápidamente la aleación, al finalizar el paso anterior. Al disminuir la temperatura tan rápido, los átomos no tienen tiempo de difundir a lugares de potencial nucleación y no se forma la segunda fase. Luego de este temple, sólo se tiene estructura alfa sobresaturada, al estado metaestable.

3. *Envejecimiento:* Última etapa, que consiste en calentar esta fase alfa sobresaturada a una temperatura inferior a la temperatura del solvus. A esta temperatura de envejecimiento los átomos son capaces de difundir a distancias cortas. Como esta fase sobresaturada no es estable, los átomos de soluto difunden hacia sitios de nucleación, donde se forma y crece un precipitado. Si se mantiene esta temperatura durante un tiempo suficiente, se produce el equilibrio entre las fases presentes.

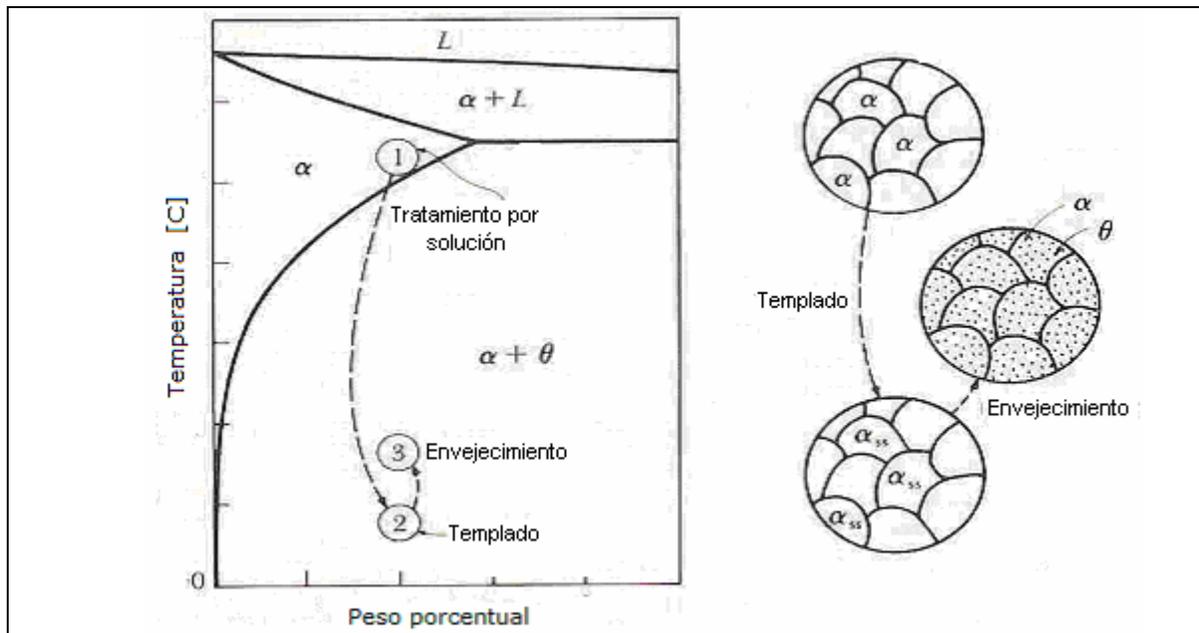


Figura 1: “Esquema del mecanismo de endurecimiento por precipitación”

3.2 Diagrama de fase de la aleación Cu-Co

En el diagrama de fases de la figura 4, se destaca la presencia de dos fases de soluciones sólidas, una rica en cobre (Cu) y la otra rica en cobalto (α_{Co}). Por otro lado, se observa la presencia de una temperatura de Curie (transformación magnética), donde existe variación de las propiedades magnéticas de la aleación. La máxima solubilidad de cobalto en cobre se presenta en el punto Cu- 5.1% Co (en peso) a una temperatura de 1383 K en tanto que para una concentración de Cu- 1% Co (en peso), lo hace a 773 K. Esta zona posee las características de la línea de solvus propicias para la generación de precipitados, ya que la línea depende fuertemente de la temperatura.

Se puede observar que para una aleación Cu- 4% Co está en solución sólida hasta una temperatura cercana a los 900°C, temperatura a la que se trabajó, con esto se puede ver que, con mayor razón la aleación Cu- 2% Co también se encuentra en solución sólida a dicha temperatura.

La zona que interesa a este estudio se puede observar hacia el lado derecho de la figura 4.

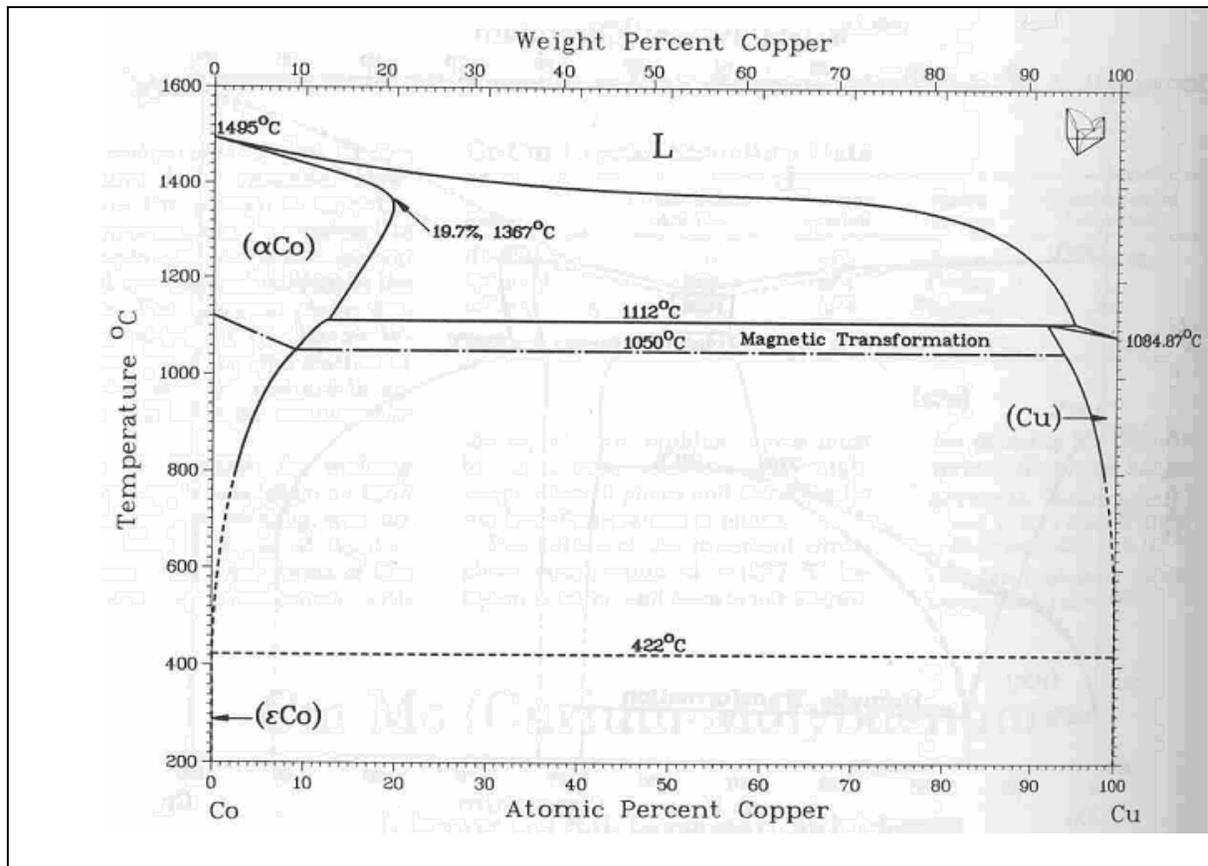


Figura 2: “Diagrama de fase Cu-Co” [9]

3.3 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) [7,8]

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) es un método de análisis que permite estudiar la cinética y la energía de los diferentes procesos de transformación de fases en los metales. Su medición instrumental tiene la ventaja de poseer alta sensibilidad, precisión y exactitud, permitiendo la identificación y control de pureza y estabilidad de las sustancias. El proceso permite medir la variación de potencial emitida por unidad de masa de la muestra analizada, comparada con una muestra de referencia, y luego expresada en términos de la capacidad calórica.

El funcionamiento del DSC se basa en la medición de la diferencia de temperatura de la muestra y la referencia empleada, asociada a las diversas reacciones que ocurren en ambas probetas. El material usado como referencia corresponde a cobre de alta pureza. Esta medición se realiza mediante el uso de dos termoplas.

El Departamento de Ciencia de los Materiales cuenta con un equipo DSC Q20, marca TA Instruments, ver figura 3. Este calorímetro posee una unidad donde se colocan las muestras, esta consta de un horno y un block de plata irradiador. Un disco de constacán (Cu-Ni) posee dos plataformas donde se montan tanto la muestra a analizar como la referencia. Éstas se

deben ubicar sobre un canastillo de Aluminio o Cobre, con tal de evitar el contacto directo entre ellas con el horno.



Figura 3: “Equipo DSC Q20, TA Instruments”

Un disco de cromel se conecta bajo cada plataforma y, de esta manera, las termocuplas de cromel-constatán miden la diferencia de temperatura. Además, un alambre de alumel se une a cada disco de cromel. En el lado de la muestra, la termocupla de cromel-alumel es usada para medir la temperatura de ésta. Por otra parte, la termocupla que está conectada al block de plata permite controlar proporcionalmente la temperatura de éste, utilizándose además para programar la velocidad de calentamiento del block.

Esta técnica entrega la potencia calorífica por unidad de masa, a partir de las cual se puede construir termogramas para distintas velocidades de calentamiento. De los termogramas se puede obtener directamente el calor de reacción de la aleación y de cada uno de los procesos involucrados (área bajo la curva), además de determinar las temperaturas en las cuales estos procesos comienzan y finalizan. Así, es muy útil para estudiar la energía y la cinética de las reacciones presentadas.

3.4 Evaluación energética y cinética [10]

3.4.1 Entalpía de Reacción

Las trazas calorimétricas entregadas por el equipo mediante análisis DSC pueden presentar variadas formas caracterizadas por la presencia de peaks, los que denotan la ocurrencia de reacciones asociadas a transformaciones de fase en el material. Estos peaks pueden ser exotérmicos ($\Delta H < 0$) o endotérmicos ($\Delta H > 0$), los que a su vez se asocian a la formación y disolución de precipitados respectivamente.

Para construir un termograma es necesario determinar la línea característica de cada una de las curvas o línea base, donde se asume que no existen transformaciones en la muestra analizada.

Para realizar la evaluación energética y cinética de los termogramas, es necesario obtener curvas de diferencial de calor específico ΔC_p ([J/(molK)]) en función de la temperatura T [K], a partir de las curvas de potencia por unidad de masa ([W/g]) versus temperatura entregada por el equipo. Para tales efectos es necesario realizar una transformación que permita obtener las unidades requeridas. Esta transformación se puede obtener mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{P}{m} \left[\frac{W}{g} \right] = \frac{P}{m} \cdot \frac{P_m}{\phi} \left[\frac{(J/s)(g/mol)}{g(K/s)} \right] = \Delta C_p \left[\frac{J}{mol K} \right] \quad (1)$$

donde:

P = potencia,

m = masa,

P_{mB} = peso molecular de la aleación,

ϕ = velocidad de calentamiento lineal del DSC.

De las curvas calorimétricas ΔC_p versus T se puede obtener directamente el calor de reacción ΔH de la aleación, para cada uno de los procesos involucrados, el cual corresponde al área comprendida entre el principio y el fin de cada peak, como se indica en la figura 4. Al identificar cada uno de los peaks de las reacciones se puede obtener la energía de activación y otros parámetros asociados a la cinética de las transformaciones presentadas.

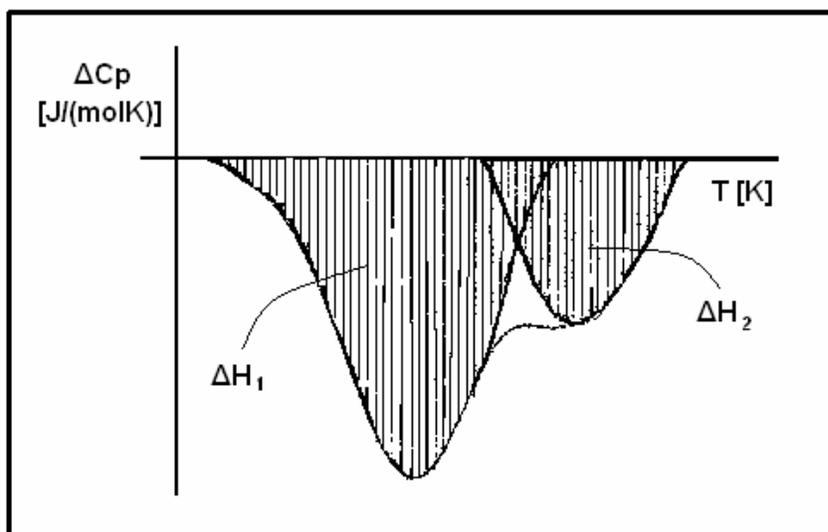


Figura 4: “Área comprendida entre inicio y fin de cada peak”

3.4.2 Evaluación cinética. Modelo Mehl-Johnson-Avrami (MJA)

Por medio del modelo cinético desarrollado por Mehl-Johnson-Avrami (MJA), puede obtenerse la fracción transformada de una reacción mediante las siguientes relaciones:

$$f(t) = 1 - \exp(-(kt)^n) \quad (2)$$

$$k(T) = k_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (3)$$

donde:

f = fracción instantánea transformada,

k = rapidez de reacción [s^{-1}],

n = índice de reacción, que da cuenta del orden de la reacción,

k_0 = constante [s^{-1}],

E_a = energía de activación,

T = temperatura del proceso,

R = constante universal de los gases ($R = 8,314$ [J/mol K]).

Si se combinan las ecuaciones presentadas anteriormente, es posible obtener una expresión dependiente del tiempo. Al derivar esta expresión con respecto al tiempo y reordenar los términos, se obtiene:

$$\frac{df}{1-f} = -n \left(k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \right)^n t^{n-1} dt \quad (4)$$

Al integrar esta ecuación entre el tiempo inicial ($t = 0$) y el tiempo requerido para completar la reacción ($t = t_f$), se obtiene:

$$f(t) = 1 - \exp\left\{-n \int_0^{t_f} \left(k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)\right)^n t^{n-1} dt\right\} \quad (5)$$

En una curva calorimétrica, la fracción transformada se puede expresar como el área comprendida entre la línea base y la curva hasta un cierto tiempo t , dividida por el área total bajo un solo peak:

$$f(t) = \frac{\int_{-\infty}^t \frac{dQ}{dt} dt}{\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{dQ}{dt} dt} \quad (6)$$

donde Q corresponde al Calor y dQ/dt al flujo calórico que se produce en el tiempo t .

En transformaciones donde ocurre superposición de fenómenos, se asume que el calor de absorción que es detectado por el instrumento corresponde a la suma del flujo calórico de cada transformación, entonces:

$$\frac{dQ}{dt} = \sum_{i=1}^n A_i \frac{dF_i}{dt} \quad (7)$$

donde:

A_i = área total bajo el peak del evento i ,

F_i = calor de la fracción total transformada del evento i .

Para poder utilizar el modelo de MJA en condiciones no isotermales, sin que exista dependencia del tiempo, es necesario introducir el concepto de tiempo reducido θ , el que se define como:

$$\theta = \frac{RT^2}{\phi E} \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (8)$$

donde ϕ es la velocidad de calentamiento para el caso no isotermal. De esta manera, la expresión para la fracción transformada y , corresponde a:

$$y = 1 - \exp\left(- (k_0 \theta)^n\right) \quad (9)$$

la cual, al ser desarrollada, equivale a:

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right) = n \ln(\theta) + n \ln(k_0) \quad (10)$$

expresión que corresponde a la ecuación de una recta en función de $\ln(\theta)$, donde n representa la pendiente y $n \ln(k_0)$ el coeficiente de posición, respectivamente.

El parámetro y es la fracción reaccionada, calculada según la siguiente razón:

$$y = \left(\frac{A_i}{A_T}\right) \quad (11)$$

Donde A_i es el área reaccionada hasta cierta temperatura y A_T es el área total reaccionada de la respectiva etapa.

3.4.3 Evaluación de la energía de activación. Modelo Kissinger y Kissinger modificado

Para determinar la energía de activación E_a de la reacción y el parámetro k_0 utilizado en la ecuación de MJA, se utiliza el modelo de Kissinger y Kissinger modificado por Mittemeijer.

Para determinar el valor de E_a es necesario obtener la temperatura para la cual la velocidad de reacción es máxima, es decir, donde $df/dt = 0$. También se debe considerar que la velocidad de

calentamiento $\phi = dT/dt$ es constante para cada uno de los termogramas y que además se cumple que:

$$\frac{df}{dt} = \frac{df}{dT} \frac{dT}{dt} \quad (12)$$

con lo cual se obtiene:

$$\frac{df}{dt} = n \left[k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \right]^n (1-f) [-\ln(1-f)]^{1-1/n} \quad (13)$$

Al derivar nuevamente la expresión anterior con respecto al tiempo, reemplazando df/dt , simplificando e igualando a cero, se obtiene:

$$\frac{E_a \phi}{RT_p^2} = nk_0 \left\{ [-\ln(1 - f_p)]^{n-1/n} - \frac{n-1}{n} [-\ln(1 - f_p)]^{1/n} \right\} \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (14)$$

donde:

T_p = temperatura del peak,

f_p = fracción transformada para dicha temperatura.

Si se considera que f_p no varía significativamente al utilizar velocidades de calentamiento, se puede tomar el logaritmo natural en ambos miembros de la ecuación, resultando:

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p^2}\right) = -\frac{E_a}{RT_p} + B \quad (15)$$

lo que se conoce como método de Kissinger.

Si a este modelo se le incluye la función cinética, se obtiene el método de Kissinger modificado, que corresponde a:

$$\ln\left(\frac{T_p^2}{\phi}\right) = \frac{E_a}{RT_p} + \ln\left(\frac{E_a}{Rk_0}\right) \quad (16)$$

Al graficar $\ln(T_p^2/\phi)$ versus $1/T_p$, se obtiene una recta de pendiente E_a/R cuyo coeficiente de posición o intersección con el eje de las ordenadas corresponde al valor $\ln(E_a/Rk_0)$, lo que permite determinar los valores de E_a y de k_0 .

3.5 Segregación de soluto a las dislocaciones [11-13]

3.5.1 Energías de enlace

En muchas aleaciones, las dislocaciones se disocian en parciales, debido a un bajo valor de energía asociada a defectos de apilamiento. Particularmente en aleaciones base cobre, las dislocaciones unitarias se disocian a una baja concentración de soluto. Por ejemplo, en cobre puro, para una dislocación disociada, que tiene una banda de defectos de apilamiento w_s y vector de burger b , el valor de w_s/b es igual a 5.

Dada las características cristalográficas de la estructura *fcc*, una o ambas dislocaciones parciales sufrirán un desajuste de primer orden con un átomo de soluto sustitucional. Así, a través de este desajuste, un átomo de soluto puede interactuar con dislocaciones de borde, helicoidales o mixtas.

Al considerar una dislocación total (no disociada), con su línea de dislocación l , la componente de borde de su vector de burger es b_e , normal a l . Si se tiene un átomo de soluto localizado en la vecindad de una dislocación, descrito por las coordenadas cilíndricas (r, θ) alrededor de la línea de dislocación, este interactúa con la dislocación con energías de interacción ΔH_a debido al desajuste y ΔH_m debido al módulo de interacción. Las expresiones para estas energías fueron dadas por Eshelby [14] y Saxl [15] donde se evalúan los términos:

$$e_a = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\partial(\ln a)}{\partial c}$$

$$e_G = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\partial(\ln G)}{\partial c}$$

$$e_K = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\partial(\ln K)}{\partial c}$$

De este modo e_a , e_G y e_K definen el cambio en el parámetro de red a , el cambio en el módulo de rigidez G y el cambio en el módulo de volumen (o tamaño) K , producidos por una variación en la fracción c de átomos de soluto, cuando ésta es infinitesimal.

Para una dislocación disociada (o extendida) en sus parciales b_1 (que avanza al frente) y b_2 (que es arrastrada), las distintas contribuciones a la energía de desajuste están dadas solamente por las componentes de borde de las dislocaciones parciales 1 ó 2 de una dislocación cualquiera. La energía asociada al desajuste producido por un átomo de soluto con la componente de borde de una dislocación de borde o de tornillo, disociada en sus vectores parciales puede expresarse como:

$$\Delta H_a = \frac{\sqrt{2} \cdot (1+\nu)}{2 \cdot (1-\nu)} \cdot Gb^3 \frac{b_e}{r} e_a \cdot \text{sen}(\theta) \quad (17)$$

donde ν es la razón de Poisson y el par (r, θ) son las coordenadas de posición del átomo de soluto. Hay que destacar que b_e es la componente de borde de una de las dislocaciones parciales en que se ha disociado el vector de burger total, que puede ser de borde o helicoidal (b_e^E o b_e^S , respectivamente, como es mostrado en las figuras 5 y 6), por otro lado ΔH_a será calculado para dislocaciones totales de borde y helicoidales (ΔH_a^E y ΔH_a^S , respectivamente).

Para calcular la energía de interacción asociada al módulo de rigidez o cizalle, ΔH_G , de un átomo de soluto con la componente helicoidal b_s de una dislocación de borde o helicoidal, se puede usar la siguiente expresión:

$$\Delta H_G = \frac{\sqrt{2}}{16\pi^2} \cdot Gb^3 \frac{b_s}{r} e_G \quad (18)$$

Por otro lado, se tiene que la energía asociada al módulo de volumen, ΔH_K es nula.

Para la interacción asociada al módulo de rigidez, con una componente de borde b_e de una dislocación de borde helicoidal, ΔH_G puede ser descrita como:

$$\Delta H_K = \frac{\sqrt{2}}{16\pi^2} \left(\frac{1}{1-\nu} \right) Gb^3 \left(\frac{b_e}{r} \right) e_G \left\{ 1 - \frac{2}{3} \text{sen}^2 \theta (1 + 2\nu - 2\nu^2) \right\} \quad (19)$$

La energía asociada al módulo de volumen puede expresarse como:

$$\Delta H_K = \frac{\sqrt{2}}{16\pi^2} \left(\frac{1}{1-\nu} \right)^2 Kb^3 \left(\frac{b_e}{r} \right) e_K \cdot \text{sen}^2 \theta \quad (20)$$

La suma total de los módulos, respecto de cada componente de borde y de tornillo, es:

$$\Delta H_m = \Delta H_G + \Delta H_K \quad (21)$$

Como se mostrará más adelante, este valor es despreciable comparado con la interacción de desajuste, por lo que será omitido en lo sucesivo.

Considerando el caso general de una dislocación, de vector de burger b que subtiende un ángulo \emptyset , el carácter de la dislocación, sobre su línea de dislocación l . Esta dislocación se disocia en dos dislocaciones parciales b_1 y b_2 , de acuerdo con la figura 7.

Los valores absolutos de las componentes de borde b_1 y b_2 proyectadas sobre una línea perpendicular a l , están dadas por:

$$b_{e1} = \frac{b}{2} \sec\left(\frac{\pi}{6}\right) \text{sen}\left(\phi + \frac{\pi}{6}\right) \quad (22)$$

$$b_{e2} = \frac{b}{2} \sec\left(\frac{\pi}{6}\right) \text{sen}\left(\phi - \frac{\pi}{6}\right) \quad (23)$$

De este modo, la máxima energía de desajuste está dada por la interacción de un átomo de soluto con coordenadas $(r, \theta) = (b, -\pi/2)$. Por lo tanto, la energía de desajuste de un átomo de soluto con la componente de borde de una dislocación b_1 (ecuación 17), queda expresada como:

$$\Delta H_{a1}(\phi) = -\frac{1}{\pi \cdot \sqrt{6}} \left(\frac{1+\nu}{1-\nu}\right) e_a \cdot Gb^3 \cdot \text{sen}\left(\phi + \frac{\pi}{6}\right) \quad (24)$$

Mientras que esta misma energía medida con respecto a la componente de borde de una dislocación b_2 , queda de la siguiente forma:

$$\Delta H_{a2}(\phi) = -\frac{1}{\pi \cdot \sqrt{6}} \left(\frac{1+\nu}{1-\nu}\right) e_a \cdot Gb^3 \cdot \text{sen}\left(\phi - \frac{\pi}{6}\right) \quad (25)$$

Puede notarse que las energías de enlace son diferentes para cada dislocación parcial, dependiendo del carácter de la dislocación (\emptyset). Por ejemplo, para $\emptyset = \pi/6$, de una dislocación no disociada, la componente de borde de la dislocación parcial b_2 se desprecia y $\Delta H_{a2}(\phi = \pi/6) = 0$. Así el efecto de anclaje contribuye al valor de ΔH_m , los cuales son predecibles para dislocaciones que se extienden de tal forma que solamente b_1 se ancla, mientras que b_2 se mantiene libre bajo condiciones de equilibrio a una distancia de b_1 . Así, las fuerzas repulsivas entre ellas se balancean con las fuerzas atractivas, una creciendo desde la energía definida por los defectos de apilamiento y la otra por el monto de la energía de equilibrio de segregación de Suzuki [16]

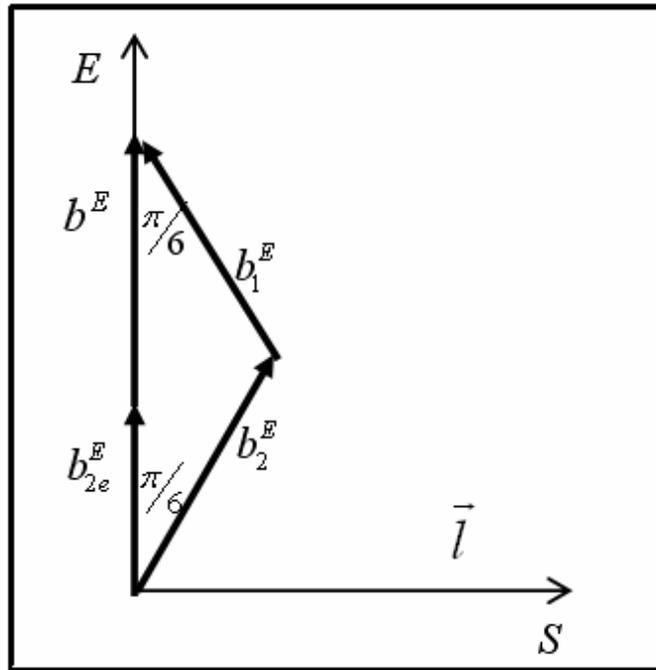


Figura 5: “Dislocación de borde extendida junto a sus componentes de borde”

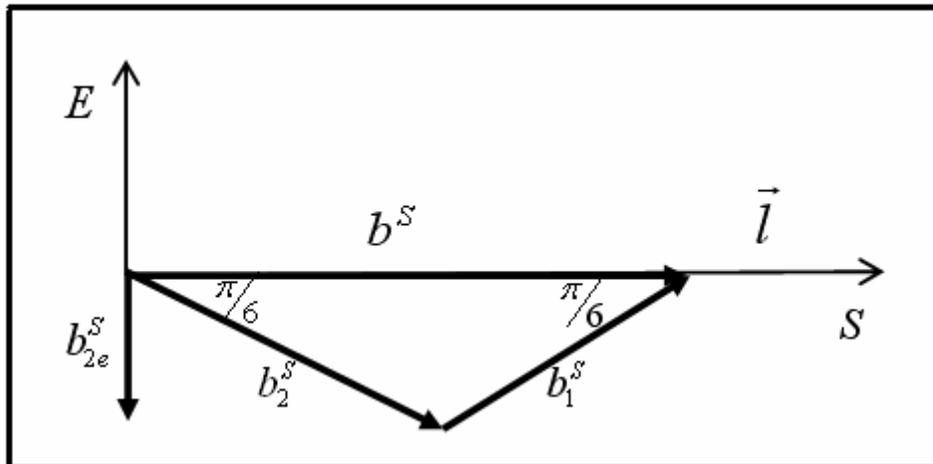


Figura 6: “Dislocación helicoidal extendida junto a sus componentes de borde”

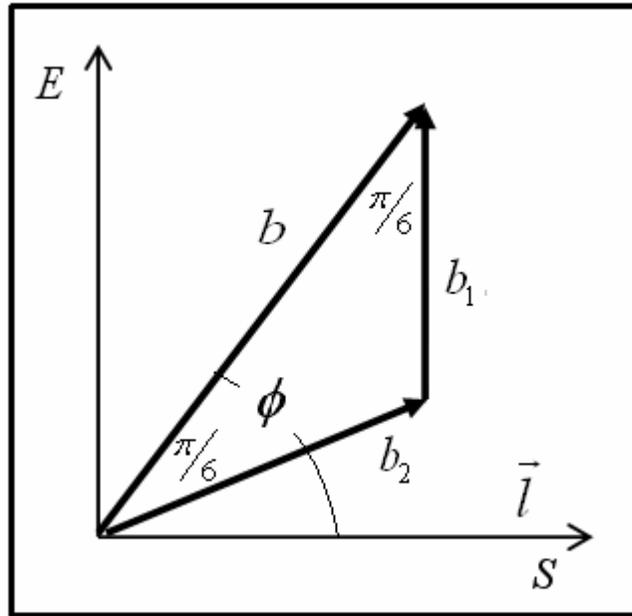


Figura 7: “Dislocación extendida con vector de burger b y carácter ϕ ”

3.5.2 Energías de segregación

Con el objeto de aproximarse a la energía involucrada durante el proceso de segregación, después de que el proceso haya acabado y una vez determinada la energía de enlace de un átomo de soluto con cada componente parcial de una dislocación, es necesario conocer, como segundo dato de entrada, la concentración de equilibrio de los átomos de soluto en las dislocaciones. Tal concentración puede ser calculada con el tratamiento clásico de Cottrell y Billby [17], gobernado estadísticamente por la teoría de Boltzmann usada para la situación donde se consideran las dislocaciones parciales. Tal concentración se calcula como sigue:

$$c_{d_1, d_2}(\phi) = c \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H_{a_1, a_2}(\phi)}{RT}\right) \quad (26)$$

donde los subíndices (d_1, a_2) y (d_2, a_2) se aplican a las dislocaciones disociadas b_1 y b_2 , respectivamente, c es la concentración de soluto en la aleación y T es la temperatura a la que concluye la reacción de ordenamiento. Esta aproximación es usada en trabajos anteriores [18, 19]. Sin embargo, se ha mencionado que una distribución de soluto más fiel al caso debería ser gobernado por la estadística de Fermi-Dirac [20], de modo de asegurar que la fracción de átomos de soluto nunca excederá la unidad. Si se puede asumir que los átomos de soluto no interactúan entre sí, la distribución de soluto resultante puede ser escrita como:

$$c_{d1,d2}(\phi) = \frac{c \cdot \exp\left(\frac{-\Delta H_{a1,a2}(\phi)}{RT}\right)}{1 + c \cdot \exp\left(\frac{-\Delta H_{a1,a2}(\phi)}{RT}\right)} \quad (27)$$

Por lo tanto se usará esta expresión, ya que se puede apreciar que se recupera la fórmula de Boltzmann, cuando $\Delta H_{a1,a2}/RT > 1$ y $c \ll 1$, en concentraciones muy diluidas.

Si la fracción de átomos de solutos segregados a las dislocaciones b_1 se designa por f_1 , entonces, el número de átomos de soluto segregados ahí, dividido por el total de sitios disponibles en la red, está dado por el producto $f_1 \cdot c_{d1}(\phi)$. Mientras que el número de sitios atómicos en esa dislocación dividido por el número total de sitios es $\pi\rho b^2$, siendo ρ la densidad de dislocaciones. Así, la concentración de átomos de soluto es $c_{d1} = f_1 \cdot c / \pi\rho b^2$.

Similarmente, para las dislocaciones parciales b_2 (también llamadas dislocaciones parciales arrastradas), c_{d2} puede ser escrita como: $c_{d2} = f_2 \cdot c / \pi\rho b^2$, donde f_2 es la fracción de átomos de soluto segregados a ella. De este modo, el calor $\Delta H_d(\phi)$ debido a procesos de segregación hacia las dos dislocaciones parciales, está dado por:

$$\Delta H_d(\phi) = f_1 \cdot \Delta H_{a1}(\phi) + f_2 \cdot \Delta H_{a2}(\phi) \quad (28)$$

Usando las ecuaciones (24), (25) y (27) en la ecuación (28) se obtiene que:

$$\Delta H_d(\phi) = \frac{\pi\rho b^2}{c} \cdot [\Delta H_{a1}(\phi) \cdot c_{d1}(\phi) + \Delta H_{a2}(\phi) \cdot c_{d2}(\phi)] \quad (29)$$

Cuando se computa la energía involucrada como una función del carácter de la dislocación, se ha asumido que todas las dislocaciones son del mismo carácter (\emptyset). Tal situación es generalmente irreal, esto solo a sido observado en los monocristales sujetos a flexión, donde la mayoría de las dislocaciones de borde son de carácter $\emptyset = \pi/2$ ó dislocaciones helicoidales con $\emptyset = 0$. No obstante, la ecuación (29) se puede expresar de modo tal que considere una distribución continua o discreta \emptyset . El valor de ΔH_d , que se obtenga, será una buena aproximación a la realidad.

3.5.3 Influencia de la distribución del carácter de las dislocaciones

Ya que los valores de $\Delta H_d(\phi)$ obtenidos con la expresión anterior representan una aproximación, al considerar que todas las dislocaciones son de las mismas características, se requerirán distribuciones posibles de ϕ para obtener un valor de ΔH_d más realistas. Tales distribuciones se plantean bajo la consideración de las variables internas del material que también dependen de variables mecánicas y estructurales, como el tamaño de grano, tipo de deformación plástica (por torsión, flexión, compresión). Los modelos más importantes están relacionados con la información experimental de la configuración de dislocaciones en cada caso. El modelo menos idealizado está realizado con una densidad de probabilidad p adscrita a ϕ . El propósito fundamental de las aproximaciones presentes, es soslayar la gran complejidad de hacer una estimación de los valores esperados de ΔH_d . Es útil recordar que muchos modelos estadísticos basados en trabajos sobre la evolución de las dislocaciones son capaces de describir temporalmente las propiedades mecánicas observables [21,22].

Por ejemplo, se puede asumir que todos los valores de ϕ son igualmente probables en una aleación fuertemente deformada; de este modo se tiene una distribución de caja mostrada en la figura 8a. Otra situación tiene lugar cuando hay estructuras preferentes debidas a contracciones cristalográficas y, por lo tanto, se presentan valores de ϕ discretos, como se muestra en la figura 8b.

Una situación más simple ocurre al considerar que la posibilidad de tener una distribución donde la mitad corresponde a dislocaciones de borde y la otra mitad a dislocaciones helicoidales, figura 8c. Esta distribución da para ΔH_d un promedio de la máxima energía de enlace $\Delta H_d(\phi = \pi/2)$, cuando se tienen exclusivamente dislocaciones de borde y la mínima energía de enlace $\Delta H_d(\phi = 0)$, cuando existen solamente dislocaciones helicoidales.

Matemáticamente, los casos descritos anteriormente y representados en las figuras 8a, 8b y 8c se explican con más detalle a continuación:

a) Si $f(\phi)$ es la función de densidad de probabilidad de ϕ , para la distribución de caja, figura 8a, se tiene:

$$\int_0^{\pi/2} f(\phi) \cdot d\phi = 1$$

donde: $f(\phi) = 2/\pi \quad \forall \phi$

Ahora si $\partial\rho = \rho \cdot f(\phi) \cdot \partial\phi$ es la densidad de dislocaciones, teniendo un carácter entre $\phi - \partial\phi/2$ y $\phi + \partial\phi/2$, la ecuación (29) pasa a ser la siguiente:

$$\Delta H_d = \frac{2\rho b^2}{c} \cdot \int_0^{\pi/2} [\Delta H_{a1}(\phi) \cdot c_{d1}(\phi) + \Delta H_{a2}(\phi) \cdot c_{d2}(\phi)] \cdot d\phi \quad (30)$$

La cual puede resolverse numéricamente.

b) Una distribución discreta de fracciones de densidad de dislocaciones como la de la figura 8b, puede ser escrita como:

$$f(\phi) = \left[\sum p_i(\phi_i) \right] \left[\sum \delta(\phi - \phi_j) \right]$$

donde $p_i(\phi)$ es la fracción de densidad de dislocaciones, con carácter ϕ_i y $\delta(\phi - \phi_i)$ es la función de Delta de Dirac. El producto $p_i(\phi) \delta(\phi - \phi_i)$ existe solamente si $i = j$, de otro modo, si $i \neq j$ entonces $p_i(\phi) \delta(\phi - \phi_i) = 0$. Por otro lado $\sum p_i = 1$. Por esto, el calor registrado después del proceso de segregación llega a una de equilibrio T , dado por:

$$\Delta H_d = \frac{\rho b^2}{c} \cdot \int_0^{\pi/2} [\Delta H_{a1}(\phi) \cdot c_{d1}(\phi) + \Delta H_{a2}(\phi) \cdot c_{d2}(\phi)] \left[\sum p_i(\phi_i) \right] \left[\sum \delta(\phi - \phi_j) \right] \cdot d\phi \quad (31)$$

donde la solución de la ecuación (31) es:

$$\Delta H_d = \frac{\pi \rho b^2}{c} \cdot \sum p_i(\phi) \cdot [\Delta H_{a1}(\phi) \cdot c_{d1}(\phi) + \Delta H_{a2}(\phi) \cdot c_{d2}(\phi)] \quad (32)$$

que describe la energía de interacción debida al desajuste cuando se tiene una distribución aleatoria de dislocaciones con carácter \emptyset de valores discretos.

c) Un caso particular de la distribución discreta mencionada, es la distribución discreta extrema bimodal mostrada en la figura 8c, donde la mitad de las dislocaciones es de borde y la mitad es helicoidal. En este caso, $p_1(0) = 1/2$ y $p_2(\pi/2) = 1/2$; aplicando la ecuación (32), se obtiene:

$$\Delta H_d = \frac{\pi \rho b^2}{c} \left[\frac{1}{2} \left([\Delta H_{a1}(0) \cdot c_{d1}(0) + \Delta H_{a2}(0) \cdot c_{d2}(0)] + [\Delta H_{a1}(\pi/2) \cdot c_{d1}(\pi/2) + \Delta H_{a2}(\pi/2) \cdot c_{d2}(\pi/2)] \right) \right] \quad (33)$$

De las ecuaciones (24) y (25), $\Delta H_{a1}(0) = \Delta H_{a2}(0)$, $c_{d1}(0) = c_{d2}(0)$, también como $\Delta H_{a1}(\pi/2) = \Delta H_{a2}(\pi/2)$, $c_{d1}(\pi/2) = c_{d2}(\pi/2)$ y aplicando la ecuación (33) se obtiene:

$$\Delta H_d = \frac{\pi \rho b^2}{c} \cdot [\Delta H_{ae} \cdot c_{de} + \Delta H_{as} \cdot c_{ds}] \quad (34)$$

Luego haciendo:

$$\Delta H_{a1}(0) = \Delta H_{a2}(0) = \Delta H_{as}$$

$$\Delta H_{a1}(\pi/2) = \Delta H_{a2}(\pi/2) = \Delta H_{ae}$$

$$c_{d1}(0) = c_{d2}(0) = c_{ds}$$

$$c_{d1}(\pi/2) = c_{d2}(\pi/2) = c_{de}$$

se obtiene como resultado la energía de interacción debida al desajuste debido a una distribución bimodal. Los subíndices *e* y *s* se refieren al tipo de dislocación, de borde (edge) y helicoidal (screw), respectivamente.

De este modo, de acuerdo a la posible densidad de probabilidad en función de \emptyset , podremos calcular distintos valores de ΔH_d y hacer la comparación de su valor con el valor relacionado al proceso de segregación observado, por ejemplo, analizando las trazas del DSC. En conclusión a esta subsección es necesario recalcar que existen muchas distribuciones fraccionales de \emptyset que pueden ser empleadas como modelación posible para experimentos específicos.

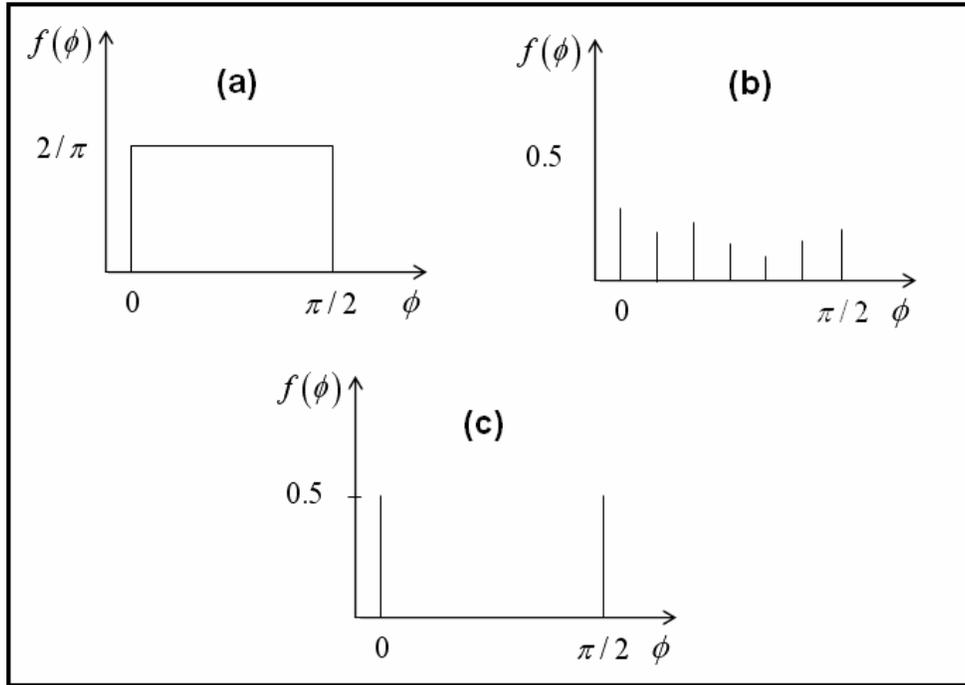


Figura 8: “Función de densidad de probabilidad de ϕ . (a) caja; (b) discreta y (c) discreta extrema bimodal”

3.5.4 Evaluación de densidad de dislocaciones

Cuando se estima ΔH_d se necesita, además los valores de la densidad de dislocaciones (ρ). Tales valores pueden ser determinados de los cálculos de energía de reacción ΔH_r , debido a la recristalización en los experimentos realizados en el DSC. La densidad de recristalización se calcula como:

$$\rho = \frac{|\Delta H_r| \cdot \rho_s}{E_L} \quad (35)$$

donde ρ_s es la densidad media del material, ΔH_r es la energía asociada al peak de recristalización y E_L es la energía de una dislocación por unidad de largo. Esta última se obtiene de la expresión:

$$E_L = \frac{Gb^2}{4\pi A} \ln\left(\frac{r}{r_0}\right) + \frac{Gb^2}{10} \quad (36)$$

donde: $A = 1$ para una dislocación helicoidal.

$A = 1 - \mu$ para una dislocación de borde.

Pero se considera como un promedio $A = 0,85$.

$$r \approx b$$

$$r_0 \approx L_d$$

Siendo L_d , la distancia media entre dislocaciones, se obtiene de la expresión relativa a la densidad de dislocaciones:

$$L_d = \frac{m}{\rho^{1/2}} \quad (37)$$

donde m es un número que depende de la distribución real de dislocaciones. En un arreglo regular tridimensional, m es de orden 3; cuando el arreglo regular tiene un alto orden, m equivale a 5. Para este caso se considera un arreglo regular de un orden mediano, entonces $m=4$.

De la ecuaciones (35), (36) y (37) se puede obtener la ecuación que permite calcular los valores de ρ .

$$\frac{|\Delta H_r| \cdot \rho_s}{\rho} = \frac{Gb^2}{4\pi A} \ln\left(\frac{m}{b\rho^{1/2}}\right) + \frac{Gb^2}{10} \quad (38)$$

3.6 Microdureza Vickers [23]

Existe una correlación entre la dureza y la resistencia mecánica de los materiales, por lo que es de gran interés determinar la dureza de cada metal.

La dureza es una propiedad mecánica de los materiales consistente en la dificultad que existe para rayar o crear marcas en la superficie (deformación plástica localizada), mediante micropenetración de una punta. Los distintos indentadores o puntas, se relacionan con las escalas de dureza existentes, por ejemplo, Brinell, Rockwell (A, B, C, D, E, F, G), Vickers y Knoop. El indentador Vickers consiste en una pirámide de diamante con sus diagonales de igual longitud, como se muestra en la figura 9.

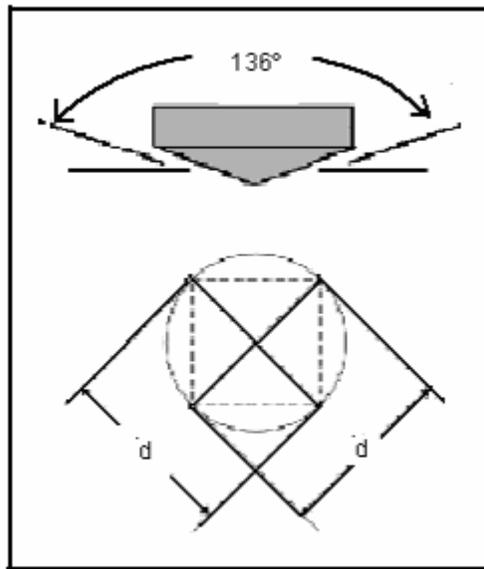


Figura 9: “Indentador y huella del ensayo microdureza Vickers”

En este trabajo de título, los ensayos de microdureza se llevarán a cabo en un Microdurómetro Struers, modelo Duramin-1 con indentador Vickers, perteneciente al laboratorio docente del Departamento de Ciencia de los Materiales de la Universidad de Chile.

En un ensayo de Dureza Vickers, el procedimiento consiste en ubicar una probeta sobre la plataforma y ajustar el lente del microdurómetro, hasta que la superficie sea observada nítidamente. Posteriormente, se aplica una carga de 1.961 [N] durante un tiempo de 10 [s]. El indentador posee una punta de diamante, la cual deja una huella sobre la muestra, con forma de rombo. Al medir las diagonales de la huella, se obtiene la lectura de microdureza Vickers, que es calculada automáticamente por el microdurómetro a través de la siguiente fórmula:

$$HV = k \cdot \frac{F}{d^2} \quad (39)$$

Donde:

k : Constante que depende de la máquina (para este caso $k=0.1891$)

F : Carga aplicada (para este caso $F=1.961$ [N])

d : Longitud promedio de las diagonales de indentación.

4. Procedimiento Experimental

4.1 Obtención de la aleación

Los materiales utilizados para preparar la aleación fueron: cobre puro (99,9% Cu) y cobalto de alta pureza, de modo de poder obtener 0,5 [kg] de la aleación a estudiar. Las cantidades utilizadas se muestran en la tabla 1.

Tabla 1: “Cantidades requeridas de elementos para la aleación Cu-2% wt. Co”

	Cu	Co	Aleación
% peso	98	2	100
masa [gr]	490	10	500

Una vez obtenidos los materiales con sus masas respectivas se procedió a fundir la aleación en un horno en ambiente de argón, en la Comisión Chilena de Energía Nuclear (CCHEN).

El lingote obtenido se sometió a un tratamiento térmico de homogenización, de modo de romper la segregación química, para esto, fue introducido en un horno a una temperatura de 1173 K durante 24 h, dejándolo enfriar en el horno, para favorecer la difusión.

Mediante el método de absorción atómica, utilizando un equipo Variant 775, se encontró que la aleación contiene los porcentajes reales en peso que se observan en la tabla 2.

Tabla 2: “Composición real de la aleación”

	Cu	Co	Aleación
% peso real	98,13	1,87	100

Posteriormente, el lingote fue laminado en frío con recocidos intermedios, en un horno tubular (ver figura 10) a temperaturas de 1173 K durante 1 h, hasta obtener un espesor de 3 [mm], en la figura 11 se muestra la máquina laminadora. Con estos recocidos fue posible ablandar el material endurecido por el proceso de trabajo en frío, logrando la liberación de tensiones y la recristalización de la aleación, entregando ductilidad al material para continuar con el proceso de laminación.



Figura 10: “Horno tubular Lindberg para tratamientos térmicos”



Figura 11: “Máquina laminadora utilizada para el trabajo en frío”

Por otro lado, se laminó de la misma forma descrita anteriormente otro trozo de aleación, donde se llegó hasta un espesor de 4 [mm]. Luego del último recocido, la aleación fue templada en agua después de estar 1 h en el horno a 1173 K.

Finalmente el material fue deformando en frío desde los 4 [mm] hasta 3.6, 2.8 y 2 [mm] de espesor, correspondiente a 10, 30 y 50% de reducción respectivamente. Es decir, el material a

estudiar se encuentra en 4 estados: templado, deformado en 10 %, deformado en 30 % y deformado en 50 %.

4.2 Obtención de las muestras

Las probetas que se utilizaron para los ensayos calorimétricos y mediciones de microdureza, fueron discos de 6 [mm] de diámetro y altura 3 [mm], para las que fueron analizadas energética y cinéticamente, es decir, las muestras no deformadas.

Posteriormente a la laminación, se procedió a cortar discos con una máquina de corte por electroerosión (figura 12). El principio de funcionamiento esta máquina consiste en la aplicación de un voltaje intermitente a la herramienta de corte (cilindro de bronce con diámetro interno de 6 [mm]). El proceso se lleva a cabo en un medio dieléctrico (kerosene), lo cual hace que se acumule el voltaje en la herramienta de corte hasta que la resistencia del kerosene caiga y produzca una descarga eléctrica entre la herramienta de corte y el material. Esto produce la erosión del material en la zona cercana a la herramienta, permitiendo formar la probeta. Se utiliza este procedimiento, ya que no se introducen tensiones al cortar, lo que permite no afectar las propiedades del material.



Figura 12: “Máquina de corte por electroerosión, utilizada para el corte de probetas”

Luego de obtener los discos, estos fueron calentados en el horno tubular a 1173 K durante 1 h, para luego ser templados en agua a temperatura ambiente. Con esto se elevó la temperatura, llegando a la zona de solución sólida, para que luego, el enfriamiento rápido evitara la difusión, generando así una solución sólida sobresaturada de soluto (estructura metaestable). Este tratamiento fue el punto de partida para la realización de los ensayos calorimétricos y mediciones de microdureza.

Para el caso de las muestras deformadas en frío (análisis energético y de segregación de soluto) fueron discos de 6 [mm] de diámetro y altura de 3.6, 2.8 y 2 [mm], que se fueron cortando a medida que se hizo cada reducción (no involucraron tratamiento térmico).

4.3 Análisis Calorimétrico (DSC)

Para realizar los ensayos calorimétricos se utilizaron los discos antes mencionados, ya que tienen las características para ser montados en la unidad porta muestra del equipo DSC. Se debió cuidar que los discos se encontraran libres de óxidos (formados por los tratamientos térmicos) en las superficies de contacto, para esto las muestras fueron pulidas con lijas de diferente granulometría. El pulido se realizó en agua para evitar el calentamiento de las muestras. Luego del pulido, los discos fueron pesados con una balanza de precisión, ya que esta medida es necesaria para obtener la potencia calorífica por unidad de masa.

Las curvas calorimétricas fueron obtenidas con el equipo DSC modelo Q20, TA Instruments, mostrado en la Figura 13.



Figura 13: “Equipo DSC Q20, TA Instruments”

Para el caso de las muestras no deformadas, los ensayos calorimétricos fueron realizados a 4 velocidades de calentamiento lineal $\dot{\Delta}T$: 0,083; 0,167; 0,333; y 0,667 [K/s].

Para el caso de las muestras deformadas, las curvas se obtuvieron para una misma velocidad de calentamiento, 0.167 [K/s].

Durante los ensayos se hizo pasar Nitrógeno por el calorímetro (40 [ml/min]) para minimizar la oxidación de las muestras [10]. La metodología detallada de la utilización del equipo puede encontrarse en el Anexo A.

Las trazas calorimétricas entregan información acerca de los procesos de formación y disolución de precipitados en la aleación, a través de los peaks presentados. Para analizarlas

fue necesario corregir la línea base de las reacciones hacia la horizontal en cada una de las curvas, manteniendo constantes los valores de la temperatura.

Para formalizar los resultados y fabricar el termograma, se realizó un cambio de escala en el eje de las ordenadas, de potencia calórica por unidad de masa ([W/g]) a calor específico ([J/mol K]) mediante la relación (1).

4.4 Medidas de microdureza Vickers

De acuerdo con las curvas calorimétricas obtenidas, fue posible determinar las temperaturas relevantes a las cuales realizar los tratamientos de envejecimiento en el material.

Los peaks observados en las curvas indican la presencia de formación de precipitados, lo que permitió fijar un programa de tratamientos de envejecimiento para 3 temperaturas asociadas a esos peaks. Los tratamientos de envejecimiento se establecieron a 796, 873 y 973 K, cada uno por un tiempo de 60 minutos. Además de medirse la microdureza para estos tratamientos térmicos se le midió a la aleación templada a 1173 K después de 60 minutos.

Por otro lado, se le hizo medición de microdureza a las muestras deformadas a 10, 30 y 50 % de espesor, sin realizar tratamientos térmicos.

Los ensayos de microdureza se realizaron con un microdurómetro Struers modelo Duramin-1 con indentador Vickers, ver figura 14. Cada indentación se hizo con una carga de 0.981 [N] por 10 segundos. Se indentó dos discos para cada tratamiento térmico, en 3 puntos cada uno, obteniéndose 6 medidas por tratamiento.

Para realizar estas medidas, fue necesario eliminar el óxido de las probetas mediante un pulido en agua, con lijas de diferentes granulometrías. Este pulido se realizó por ambas caras de los discos, con ángulos de 90° para eliminar el rayado y dejar una superficie apta para observar las indentaciones, favoreciendo la medición de la dureza. La metodología utilizada en la operación del microdurómetro se presenta en el Anexo A.



Figura 14: “Microdurómetro Struers, modelo Duramin-1”

5. Análisis de Resultados y Discusión

5.1 Análisis Energético

5.1.1 Curvas Calorimétricas

Las curvas calorimétricas para las velocidades de calentamiento lineal: 0.083; 0.167; 0.333 y 0.667 [K/s], desde temperatura ambiente hasta 923 K, se muestran en la figura 15. Las curvas para el material deformado a 10, 30 y 50 % del espesor se hicieron a una velocidad de calentamiento constante de 0.167 [K/s] y se muestran en la figura 16. Cada una de estas curvas tuvo que ser normalizada llevando la línea base a la horizontal, para poder ser analizadas posteriormente.

Luego se tuvo que transformar la potencia a calor específico a través de la ecuación (1). Para esto se debe conocer el peso molecular de la aleación, que se calcula con los datos presentados en la tabla 2, donde se utilizó datos reales obtenidos a través de un análisis químico. Este peso molecular se muestra a continuación en la tabla 3.

Tabla 3: “Peso molecular de la aleación”

	Cu	Co	Aleación
Peso molecular [gr/mol]	63,54	58,93	63,454

Con este calor específico de la reacción (ΔC_p) versus la temperatura, se pueden graficar las cuatro curvas en una misma figura (figura 15) y así analizar las diferencias que se presentan en ellas para cada velocidad de calentamiento lineal. Del mismo modo se graficaron las 3 curvas deformadas a una misma velocidad en otro gráfico (figura 16).

Las curvas calorimétricas muestran en el rango de temperaturas barridas dos efectos exotérmicos sucesivos y traslapados, denominados etapa 1 y etapa 2 (como se muestra en la figura 15). Estas etapas pueden ser asociadas a formación de precipitados ricos en Cobalto- α . Se puede apreciar que los peak de cada etapa se desplazan a temperaturas más altas a medida que la velocidad de calentamiento aumenta. Esta característica refleja que las etapas están dominadas por factores cinéticos mas bien, que por factores termodinámicos [24].

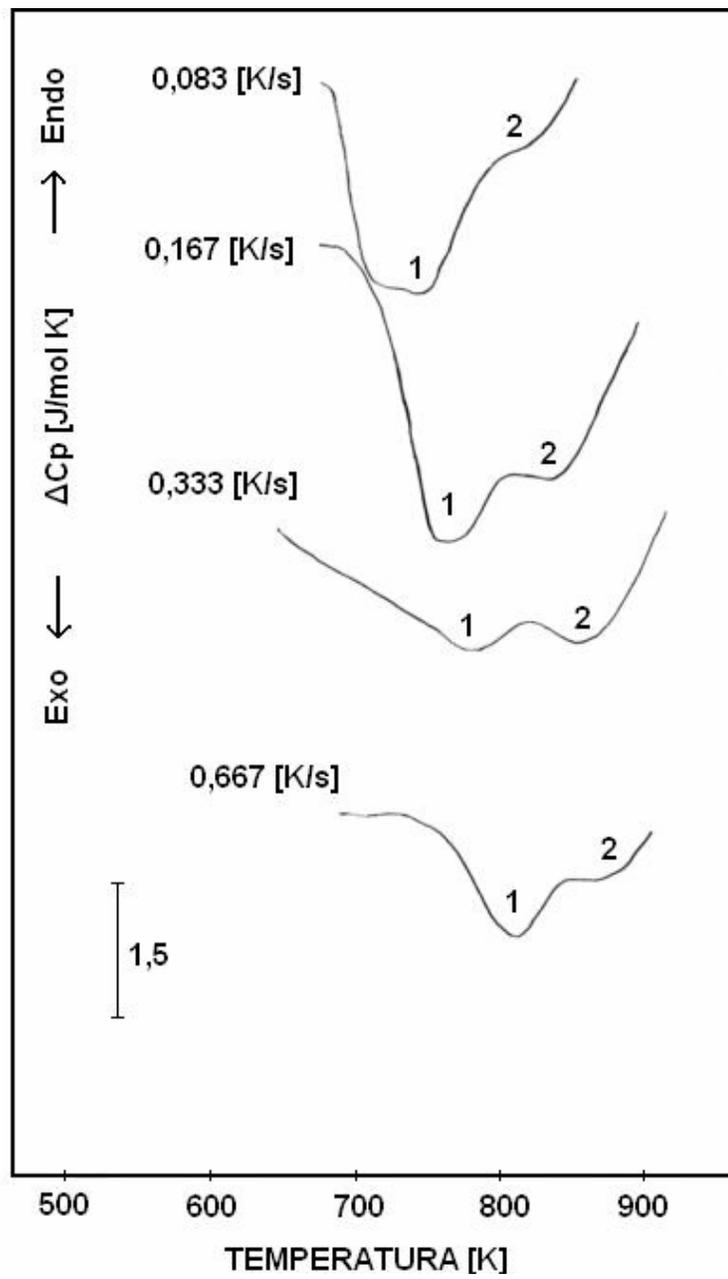


Figura 15: “Curvas calorimétricas para distintas velocidades de calentamiento”

Por otra parte, la figura 16 muestra las curvas calorimétricas, a una velocidad de calentamiento lineal de 0.167 [K/s], para el material deformado en frío a diferentes porcentajes de deformación (10, 30 y 50%). En esta figura se pueden observar 2 reacciones exotérmicas (etapa a y etapa b) para las deformaciones menores, en tanto para la deformación de 50%, sólo se observa un peak exotérmico (etapa a).

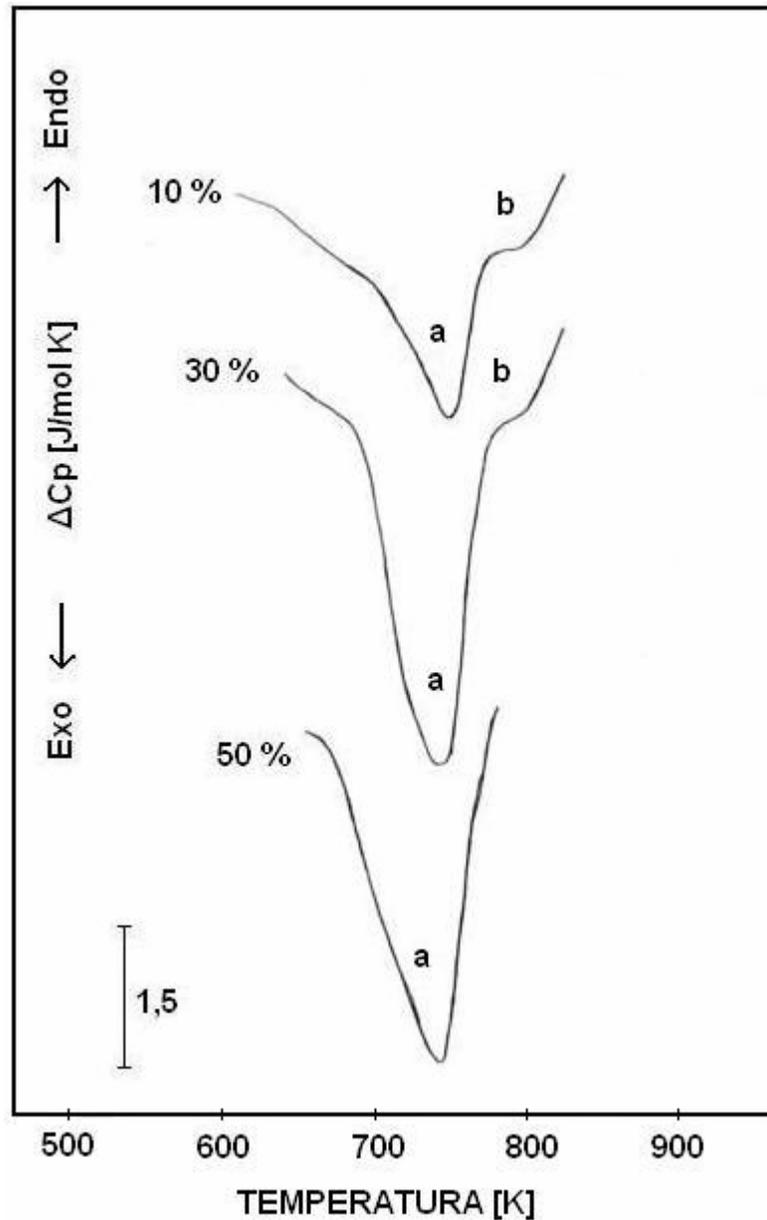


Figura 16: “Curvas calorimétricas a velocidad 0.167 [K/s] para distintas deformaciones”

Las áreas bajo la curva ΔC_p [J/mol K] versus T [K] corresponden a las entalpías de reacción (ΔH) asociadas a cada etapa. Para lograr calcular dicha área se utilizó un método simple, donde se midió áreas conocidas (rectángulos y triángulos) de diferentes tamaños de manera de ajustarse perfectamente a la curva, luego con una regla de proporcionalidad directa (la regla

de tres) se logró evaluar el área encerrada bajo la curva, en las unidades correspondientes a la entalpía [J/mol].

Los valores de los calores de reacción se muestran en las tablas 4, 5, 6 y 7, donde también se pueden observar los valores de las temperaturas de inicio (T_I), peak (T_P) y final (T_F) de cada reacción.

Tabla 4: “Valores energéticas para la etapa 1”

Velocidad [K/s]	Etapa 1			ΔH_1 [J/mol]
	T_I [K]	T_P [K]	T_F [K]	
0,083	666,3	764,0	823,8	163,14
0,167	696,1	769,9	862,3	229,52
0,333	699,8	782,3	849,6	110,55
0,667	730,3	813,8	866,5	86,73

Tabla 5: “Valores energéticas para la etapa 2”

Velocidad [K/s]	Etapa 2			ΔH_2 [J/mol]
	T_I [K]	T_P [K]	T_F [K]	
0,083	782,4	818,8	859,3	29,62
0,167	759,9	845,9	929,9	175,92
0,333	800,4	864,3	911,5	73,60
0,667	835,9	876,1	913,8	31,88

Tabla 6: “Valores energéticas para la etapa a, material deformado en frío a $\dot{\epsilon} = 0.167$ [K/s]”

Deformación [%]	Etapa a			ΔH_1 [J/mol]
	T_I [K]	T_P [K]	T_F [K]	
10	680,67	772,00	825,00	152,66
30	675,67	768,00	821,33	280,22
50	679,33	767,00	799,67	236,22

Tabla 7: “Valores energéticas para la etapa b, material deformado en frío a $\dot{\epsilon} = 0.167$ [K/s]”

Deformación [%]	Etapa b			ΔH_2 [J/mol]
	T_I [K]	T_P [K]	T_F [K]	
10	780,00	820,33	856,33	25,46
30	778,00	821,67	842,33	18,04

Se puede apreciar claramente como el calor de reacción de la etapa b, baja considerablemente a medida que aumenta la deformación de la aleación, esto será discutido más adelante.

5.1.2 Energías de Activación

Para el material templado (sin deformar) se realizan los cálculos de la energía de activación (E_a) y de la constante pre-exponencial (k_0), se realizaron mediante la expresión del modelo de Kissinger modificado, mostrado anteriormente como la ecuación (16).

Utilizando los datos de las temperaturas de peak (T_p), mostrados en las tablas 4 y 5, se calculó $\ln((T_p)^2/\phi)$ y $(1/T_p)$, parámetros que están relacionadas con las diferentes velocidades de calentamiento. En la tabla 8 se muestran los resultados obtenidos mediante el modelo de Kissinger modificado.

Tabla 8: “Kissinger modificado para ambas etapas”

ϕ [K/s]	Etapa 1			Etapa 2		
	T_p [K]	$\ln(T_p^2/\phi)$	$1000(1/T_p)$	T_p [K]	$\ln(T_p^2/\phi)$	$1000(1/T_p)$
0,083	754,0	15,740	1,326	818,8	15,905	1,221
0,167	769,9	15,082	1,299	845,9	15,271	1,182
0,333	782,3	14,424	1,278	864,3	14,623	1,157
0,667	813,8	13,808	1,229	876,1	13,956	1,141

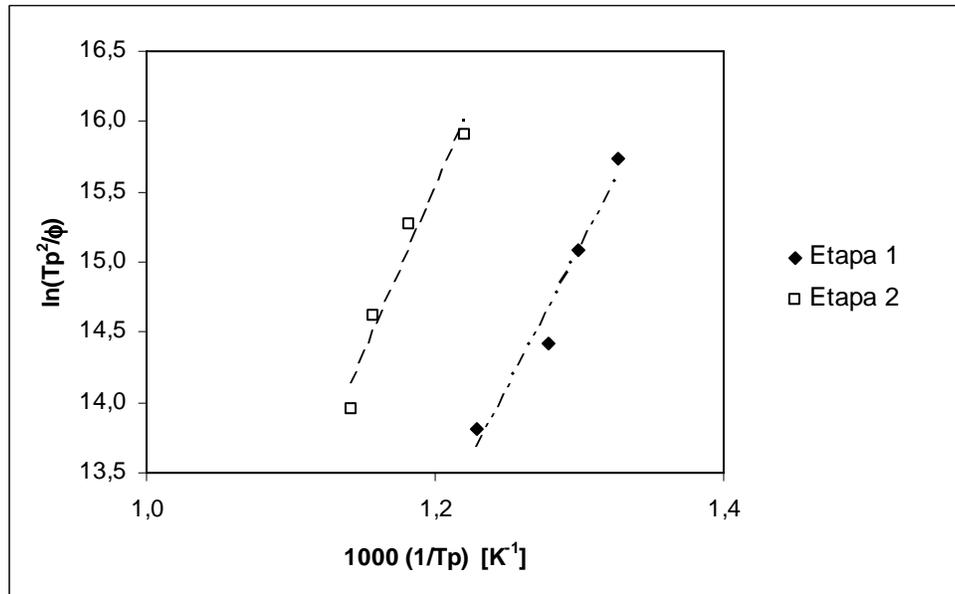


Figura 17: “Curvas obtenidas mediante el modelo Kissinger modificado”

La figura 17 muestra el gráfico obtenido con los datos de la tabla 8, donde se representa $\ln((T_p)^2/\phi)$ en función del recíproco de la temperatura del peak ($1/T_p$).

Al ajustar los puntos de la curva, se puede encontrar la tendencia de estos. La pendiente de la recta ajustada entrega E/R para cada etapa y el coeficiente de posición es $\ln(E/Rk_0)$, con lo que se obtiene k_0 .

Los resultados del ajuste, mediante una línea de tendencia, se muestran en la tabla 9.

Tabla 9: “Ajuste de los valores entregados por Kissinger modificado, mediante línea de tendencia”

	Etapa 1	Etapa 2
E/R	19,803	23,529
$\ln(E/Rk_0)$	-10,645	-12,719
R^2	0,9574	0,9572

La tabla 9 muestra que en ambos casos hay un buen coeficiente de correlación, lo que indica que los puntos se adecuan al modelo entregado por la recta, obteniéndose una linealidad en los datos.

Como se había mencionado anteriormente, con los datos mostrados en la tabla 9 se pueden obtener los valores de las energías de activación y los parámetros k_0 para ambas etapas, lo que se puede observar en la tabla 10.

Tabla 10: “Energías de activación y parámetro k_0 ”

	Etapa 1	Etapa 2
E_a [kJ/mol]	164,7	195,6
k_0 [s ⁻¹]	$8,3 \times 10^8$	$7,86 \times 10^9$

Por otra parte, es posible calcular las *energías de activación* para la difusión de cobalto en una matriz de cobre, mediante la siguiente correlación de Brown y Ashby [25]

$$\frac{E}{R \cdot T_M} = 17,77 \quad (40)$$

Donde T_M corresponde a la temperatura de fusión para la composición específica de la aleación, la cual se puede determinar como la media entre la línea del sólido y la del líquido. Utilizando la relación (40) se estimó, en forma teórica, la energía de activación del Co en el Cu, lo cual se puede observar, a continuación, en la tabla 11.

Tabla 11: “Energía de activación mediante relación de Brown y Ashby”

Sistema	T_M [K]	E [kJ/mol]
Co → Cu	1358	200,6

Se puede apreciar que la energía de activación de la etapa 2 calculada con el modelo de Kissinger modificado (195,6 [kJ/mol]), es bastante cercana a la teórica, mientras que la de la etapa 1 (164,7 [kJ/mol]) es un poco menor, esto último puede ser atribuido a la presencia de vacancias introducidas por el temple [25].

Por otro lado, el calor molar de precipitación de Co en Cu, se puede estimar mediante la *isócara de Van't Hoff* [26], mostrada en la siguiente relación:

$$\ln\left(\frac{c_1}{c_2}\right) = \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right) \cdot \frac{\Delta H_P^{Co}}{R} \quad (41)$$

Donde $c_1=0,01$ y $c_2=0,002$ corresponden a concentraciones arbitrarias de precipitados, cuyas temperaturas de solubilidad ocurren a $T_1=1010$ [K] y $T_2=854,7$ [K], respectivamente. Con esto se pudo obtener el calor de reacción por mol de precipitado, H_P , el cual es:

$$\Delta H_P^{Co} = 74,38 \text{ [kJ/mol]}$$

Luego se procedió a calcular el calor de precipitación de Co (calor de reacción por mol de aleación), ΔH_C , mediante la siguiente relación [26]:

$$\Delta H_C^{Co} = \Delta H_P^{Co} \cdot [C_{Co} - C_M(T_{el})] \quad (42)$$

Donde C_{Co} es la concentración de cobalto en la aleación (en átomos) y $C_M(T_{el})$ es concentración de cobalto en la matriz a la temperatura final de cada etapa (T_{el}) cuando la velocidad de calentamiento, \emptyset , tiende a cero. Esta concentración C_M , se obtiene mediante la curva de solubilidad de Servi and Turnbull [27].

Ocupando la ecuación (42) se obtuvieron calores de precipitación 162,9 y 156,9 [J/mol] para las etapas 1 y 2 respectivamente.

Se puede observar que el valor promedio de calor experimental de la etapa 1 (147,5 [J/mol]) es cercano al teórico, mientras que el valor promedio del calor experimental de la etapa 2 (77,8 [J/mol]) es muy inferior al calculado por la ecuación (42).

De lo anterior se puede inferir que la etapa 1 corresponde a formación de precipitados de cobalto a partir de una solución sólida. Aunque la literatura muestra que la etapa 1 corresponde a fluctuaciones composicionales y que la etapa 2 correspondería a la formación de la fase de equilibrio α [16]. Por lo que se podría asumir que en la etapa 2 puede ocurrir precipitación en una pequeña cantidad, a partir de los núcleos formados en la etapa 1.

5.2 Análisis Cinético

El análisis cinético se realizó para el material templado, mediante el modelo de Mehl Johnson Avrami, ecuación (10), donde la variable independiente es $\ln(\theta)$, por lo tanto el índice de reacción n es la pendiente de la recta y el coeficiente de posición $\ln(k_0)$, mediante un trabajo algebraico entrega k_0 .

Los valores de la fracción reaccionada “y” fueron calculados empíricamente, haciendo una razón entre el área bajo la curva (según las curvas DSC) hasta una cierta temperatura, y el área total de cada etapa, como se ve en la relación (11). Para evitar datos erróneos, se toman fracciones reaccionadas entre el 20% y el 80%, en este rango se tomaron cinco medidas, es decir, cinco razones de área a cinco diferentes temperaturas.

Se realizó el mismo procedimiento para las dos etapas y para cada una de las cuatro velocidades de calentamiento lineal.

Análisis cinético de MJA para $\dot{\theta}=0,083$ [K/s]

Los valores de las variables $\ln(\theta)$ y $\ln[-\ln(1-y)]$, para cada fracción reaccionada (y) a su respectiva temperatura ($T[K]$), se muestran en la tabla 12.

Tabla 12: “Análisis cinético de MJA para velocidad de calentamiento 0,083 [K/s]”

Etapa 1				Etapa 2			
T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$	T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$
726,5	0,259	-21,487	-1,205	809,8	0,298	-23,241	-1,039
740,6	0,420	-20,932	-0,607	816,5	0,444	-22,986	-0,533
759,9	0,554	-20,198	-0,214	823,8	0,599	-22,711	-0,090
766,6	0,641	-19,953	0,024	830,9	0,739	-22,453	0,295
773,3	0,721	-19,712	0,244	840,2	0,903	-22,115	0,847

Se observa, en la figura 18, el gráfico de los datos de la tabla 12, de forma $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(\theta)$, obteniéndose una curva a la cual se le realiza una regresión lineal, para determinar los valores de los parámetros n y k_0 .

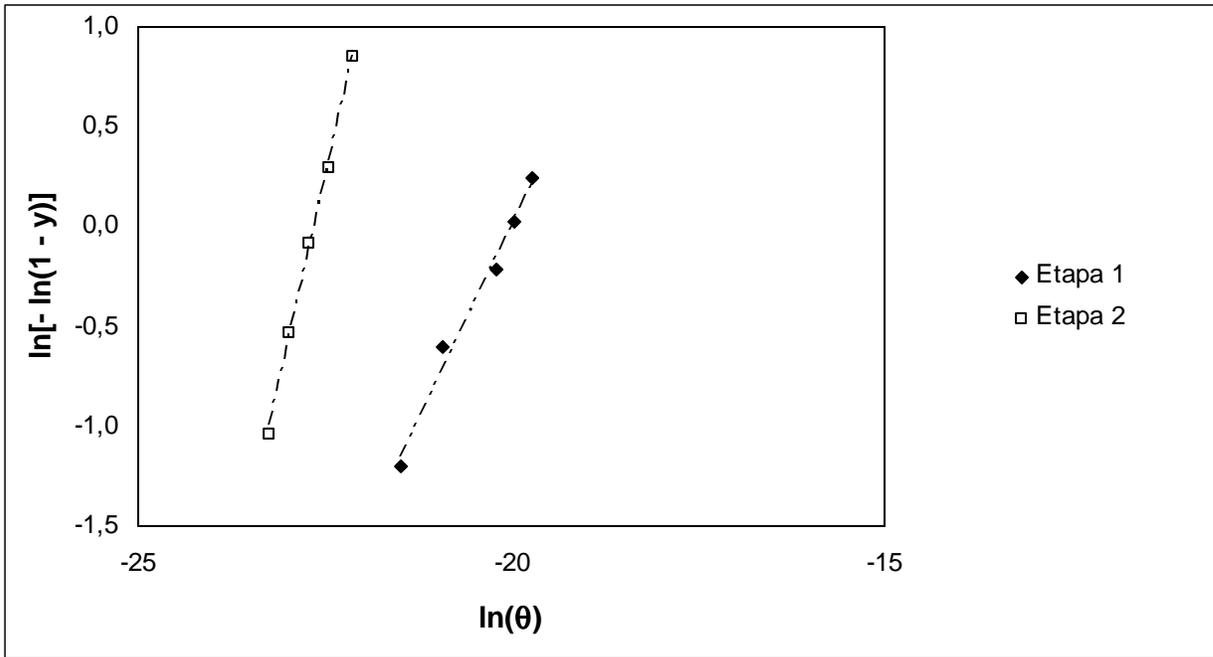


Figura 18: “Ajuste de la curva de MJA para $\varnothing=0.083$ [K/s]”

De la figura 18 se obtienen los siguientes resultados para los parámetros n y k_0 , mostrados en la tabla 13.

Tabla 13: “Parámetros n y k_0 según MJA para velocidad de calentamiento 0,083 [K/s]”

Etapa	MJA		
	n	k_0 [s ⁻¹]	R^2
Etapa 1	0,77	$4,86 \times 10^8$	0,9846
Etapa 2	1,65	$6,79 \times 10^9$	0,9976

Análisis cinético de MJA para $\emptyset=0,167$ [K/s]

Los valores de las variables $\ln(\theta)$ y $\ln[-\ln(1-y)]$, para cada fracción reaccionada (y) a su respectiva temperatura ($T[K]$), se muestran en la tabla 14.

Tabla 14: “Análisis cinético de MJA para velocidad de calentamiento 0,167 [K/s]”

Etapa 1				Etapa 2			
T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$	T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$
752,9	0,278	-21,157	-1,122	831,2	0,276	-23,138	-1,130
759,9	0,365	-20,895	-0,789	837,9	0,348	-22,896	-0,849
779,0	0,592	-20,208	-0,109	843,9	0,425	-22,681	-0,592
782,4	0,635	-20,090	0,008	858,9	0,582	-22,157	-0,137
795,7	0,784	-19,631	0,427	865,6	0,657	-21,930	0,068

Se observa, en la figura 19, el gráfico de los datos de la tabla 14, de forma $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(\theta)$, obteniéndose una curva a la cual se le realiza una regresión lineal, para determinar los valores de los parámetros n y k_0

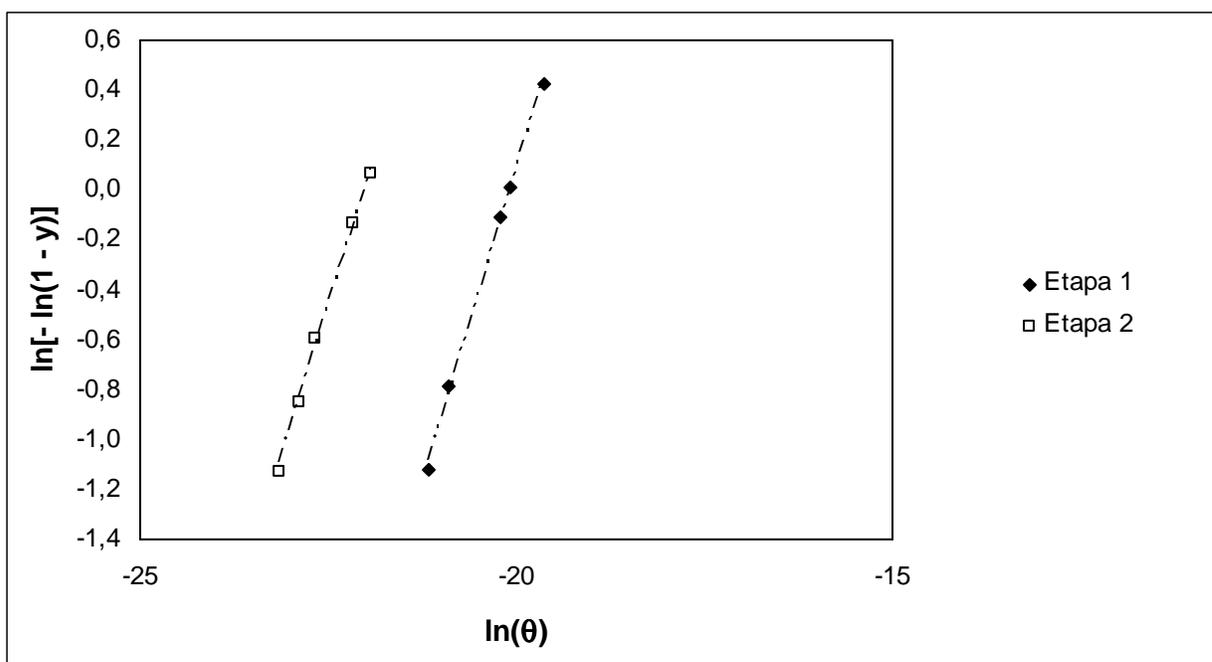


Figura 19: “Ajuste de la curva de MJA para $\emptyset=0,167$ [K/s]”

De la figura 19 se obtienen los siguientes resultados para los parámetros n y k_0 , mostrados en la tabla 15.

Tabla 15: “Parámetros n y k_0 según MJA para velocidad de calentamiento 0,167 [K/s]”

Etapa	MJA		
	n	k_0 [s ⁻¹]	R^2
Etapa 1	1,00	$6,15 \times 10^8$	0,9976
Etapa 2	0,98	$3,66 \times 10^9$	0,9950

Análisis cinético de MJA para $\Phi=0,333$ [K/s]

Los valores de las variables $\ln(\theta)$ y $\ln[-\ln(1-y)]$, para cada fracción reaccionada (y) a su respectiva temperatura ($T[K]$), se muestran en la tabla 16.

Tabla 16: “Análisis cinético de MJA para velocidad de calentamiento 0,333 [K/s]”

Etapa 1				Etapa 2			
T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$	T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$
756,9	0,285	-21,699	-1,092	842,6	0,272	-23,421	-1,147
767,0	0,393	-21,330	-0,695	852,6	0,416	-23,068	-0,620
780,3	0,549	-20,853	-0,228	859,6	0,522	-22,827	-0,304
787,7	0,627	-20,597	-0,014	866,3	0,632	-22,600	0,000
801,4	0,773	-20,132	0,394	874,7	0,734	-22,320	0,281

Se observa, en la figura 20, el gráfico de los datos de la tabla 16, de forma $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(\theta)$, obteniéndose una curva a la cual se le realiza una regresión lineal, para determinar los valores de los parámetros n y k_0 .

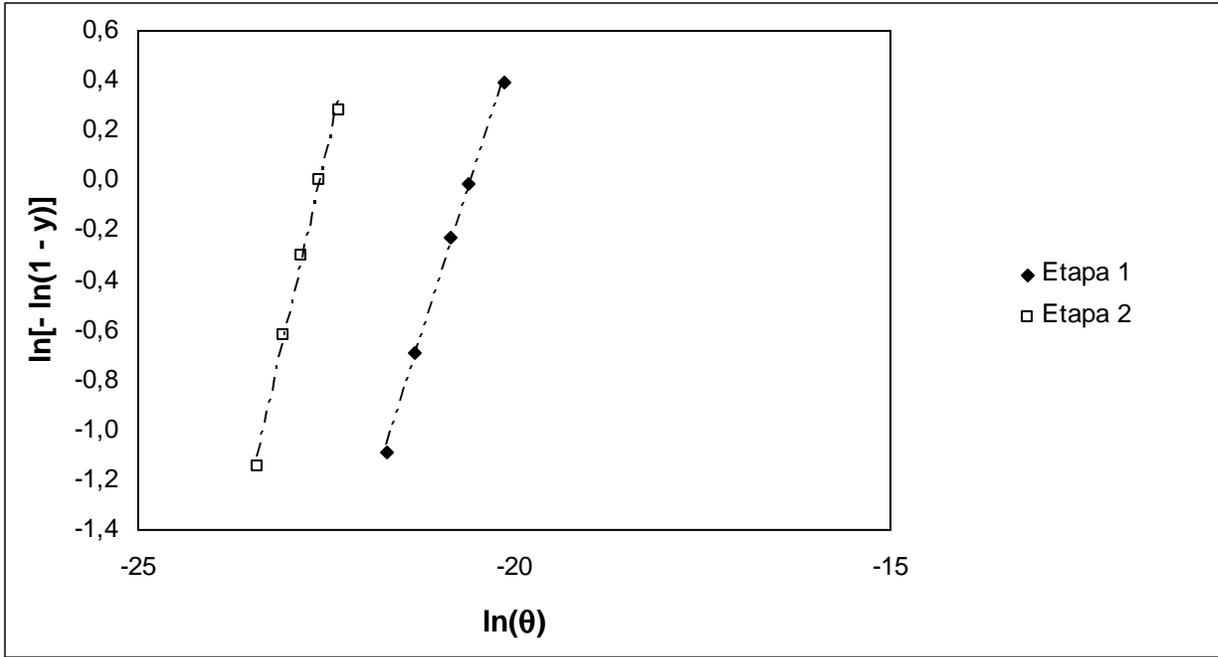


Figura 20: “Ajuste de la curva de MJA para $\dot{\Theta}=0,333$ [K/s]”

De la figura 20 se obtienen los siguientes resultados para los parámetros n y k_0 , mostrados en la tabla 17.

Tabla 17: “Parámetros n y k_0 según MJA para velocidad de calentamiento 0,333 [K/s]”

Etapa	MJA		
	n	k_0 [s^{-1}]	R^2
Etapa 1	0,95	$8,63 \times 10^8$	0,9977
Etapa 2	1,31	$6,36 \times 10^9$	0,9946

Análisis cinético de MJA para $\dot{\Theta}=0,667$ [K/s]

Los valores de las variables $\ln(\theta)$ y $\ln[-\ln(1-y)]$, para cada fracción reaccionada (y) a su respectiva temperatura (T [K]), se muestran en la tabla 18.

Tabla 18: “Análisis cinético de MJA para velocidad de calentamiento 0,667 [K/s]”

Etapa 1				Etapa 2			
T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$	T [K]	y	$\ln(\theta)$	$\ln[-\ln(1-y)]$
793,9	0,269	-21,081	-1,160	863,3	0,256	-23,394	-1,218
803,2	0,399	-20,767	-0,675	872,7	0,440	-23,081	-0,545
806,3	0,446	-20,664	-0,527	879,5	0,573	-22,855	-0,161
816,6	0,594	-20,330	-0,104	887,0	0,697	-22,613	0,177
822,8	0,687	-20,131	0,150	893,3	0,804	-22,414	0,488

Se observa, en la figura 21, el gráfico de los datos de la tabla 18, de forma $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(\theta)$, obteniéndose una curva a la cual se le realiza una regresión lineal, para determinar los valores de los parámetros n y k_0 .

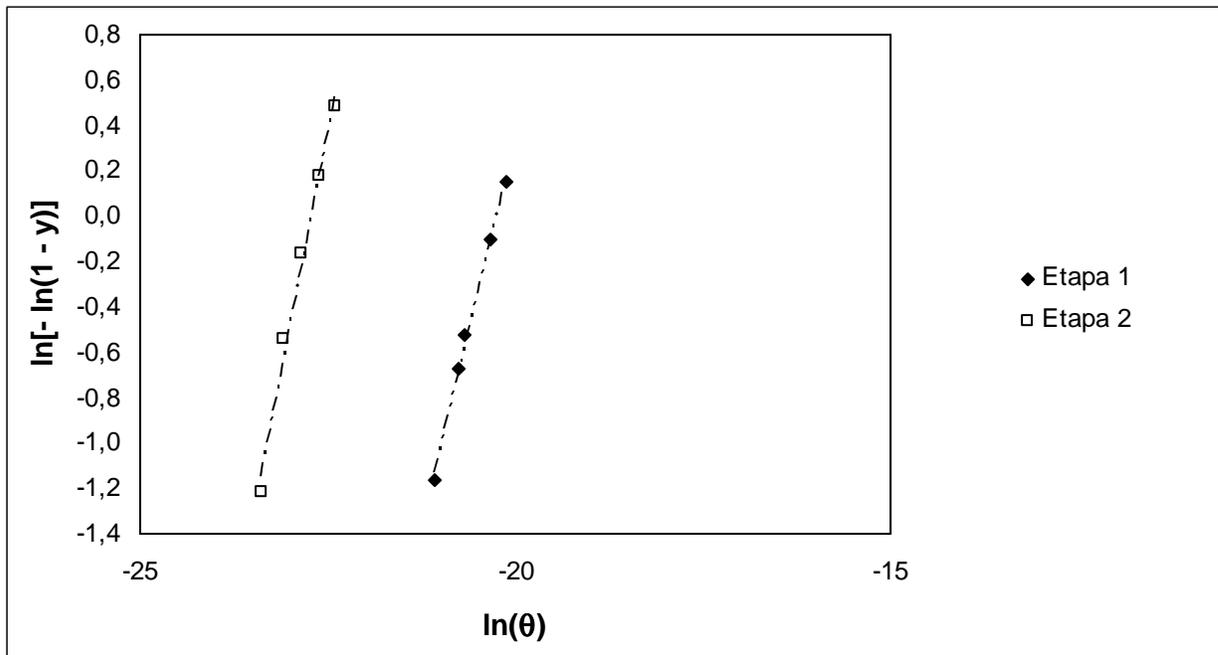


Figura 21: “Ajuste de la curva de MJA para $\dot{\Theta}=0,667$ [K/s]”

De la figura 21 se obtienen los siguientes resultados para los parámetros n y k_0 , mostrados en la tabla 19.

Tabla 19: “Parámetros n y k_0 según MJA para velocidad de calentamiento 0,667 [K/s]”

Etapa	MJA		
	n	k_0 [s^{-1}]	R^2
Etapa 1	1,37	$6,26 \times 10^8$	0,9970
Etapa 2	1,71	$7,40 \times 10^9$	0,9913

En las tablas 20 y 21 se muestran los resúmenes de los parámetros n y k_0 para la etapa 1 y 2, respectivamente.

Tabla 20: “Resumen de los parámetros n y k_0 según MJA para la etapa 1”

Velocidad [K/s]	MJA	
	n	k_0 [s^{-1}]
0,083	0,77	$4,86 \times 10^8$
0,167	1,00	$6,15 \times 10^8$
0,333	0,95	$8,63 \times 10^8$
0,667	1,37	$6,26 \times 10^8$
Promedio	1,02	$6,48 \times 10^8$

Tabla 21: “Resumen de los parámetros n y k_0 según MJA para la etapa 2”

Velocidad [K/s]	MJA	
	n	k_0 [s^{-1}]
0,083	1,65	$6,79 \times 10^9$
0,167	0,98	$3,66 \times 10^9$
0,333	1,31	$6,36 \times 10^9$
0,667	1,71	$7,40 \times 10^9$
Promedio	1,41	$6,05 \times 10^9$

Se puede observar una coincidencia de los parámetros k_0 con los calculados con el modelo de Kissinger modificado, lo que establece que no existirían errores en los análisis llevados a cabo para cada uno de los métodos.

Según los parámetros n obtenidos, se puede decir que, en el caso de la etapa 1, un valor cercano a 1 está asociado a un proceso de precipitación por nucleación y crecimiento. En tanto el valor de n de la etapa 2, cercano a 1,5 indica un proceso de crecimiento a partir de núcleos pre-existentes de tamaño no despreciables [28], lo cual estaría de acuerdo con las curvas calorimétricas, en el sentido que hay solo dos peaks exotérmicos y entre ellos no se observa un peak endotérmico, que correspondería a la disolución de los precipitados formados en la etapa 1.

5.3 Análisis de microdureza

Las mediciones de microdureza fueron realizadas para siete condiciones diferentes: un templado y templado con posterior envejecimiento a tres diferentes temperaturas, además de tres deformaciones en frío a 10, 30 y 50% de su espesor.

Para hacer el templado, las probetas fueron calentadas a 1173 K, en el horno Lindberg (figura 10), durante 60 minutos, para luego ser templadas en agua a temperatura ambiente.

Luego se realizó 3 procesos de envejecimiento: 796 K, 873 K y 973 K, cada uno durante 60 minutos y siendo templados en agua a temperatura ambiente.

A continuación se presentan las tablas con las mediciones de microdureza para cada tratamiento térmico, (con las longitudes de las respectivas diagonales que deja cada huella del indentador Vickers en la probeta):

En la tabla 22, 23, 24 y 25 se muestran las medidas de microdureza, para el material templado a 1173 K, templado y envejecido a 796 K, templado y envejecido a 873 K y templado y envejecido a 973 K, respectivamente.

Templado a 1173 K

Tabla 22: “Medidas de microdureza para templado”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	72,63	76,28	66,8
2	75,77	75,70	64,6
3	76,37	75,64	64,1
4	74,6	75,37	65,9
5	73,56	75,22	67,0
6	75,54	74,04	66,2
Promedio			65,8

Envejecimiento a 796 K

Tabla 23: “Medidas de microdureza para envejecimiento a 796 K”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	70,91	71,51	73,1
2	70,68	71,06	73,8
3	70,42	70,93	74,2
4	69,54	70,01	76,1
5	70,04	70,21	75,4
6	69,63	70,99	75,0
Promedio			74,6

Envejecimiento a 873 K

Tabla 24: “Medidas de microdureza para envejecimiento a 873 K”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	70,07	67,07	78,8
2	68,60	65,84	82,0
3	67,62	69,15	79,2
4	68,12	65,77	82,7
5	69,21	64,67	82,7
6	67,19	68,75	80,2
Promedio			80,9

Envejecimiento a 973 K

Tabla 25: “Medidas de microdureza para envejecimiento a 973 K”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	63,64	68,07	85,4
2	66,00	64,99	86,4
3	66,17	70,23	79,7
4	64,04	67,70	85,4
5	67,25	65,27	84,4
6	66,88	66,48	83,3
Promedio			84,1

A continuación en la figura 22, se presenta un gráfico donde se hace una comparación de las microdurezas según la temperatura de envejecimiento, asociada a la curva calorimétrica. Se presenta también una medida en la línea base, que es la del templado, ya que no hay ningún evento a temperatura menor a 700 K.

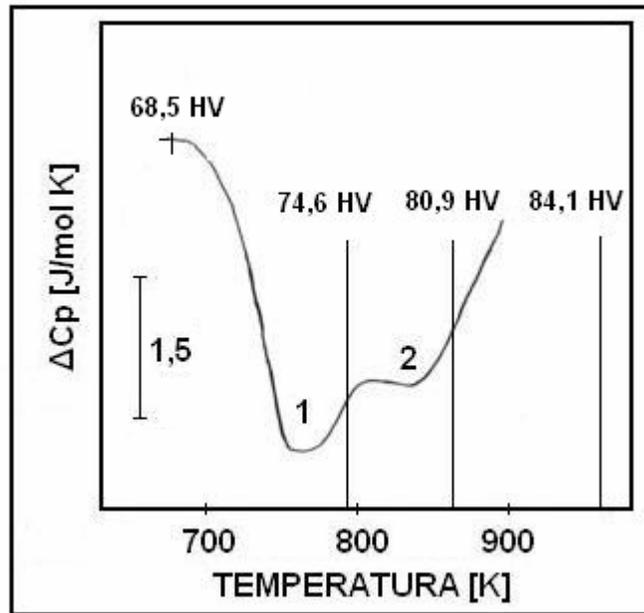


Figura 22: “Microdureza alcanzada para cada envejecimiento asociado a la curva calorimétrica”

Ahora en las tablas 26, 27 y 28 se presentan las mediciones de las microdurezas obtenidas para las aleaciones deformadas en frío en 10, 30 y 50 % (de su espesor), respectivamente.

Deformación 10%

Tabla 26: “Medidas de microdureza para aleación deformada un 10%”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	55,97	57,71	115
2	57,94	56,51	113
3	56,93	56,08	116
4	56,22	57,80	114
5	58,31	55,09	115
6	55,06	56,41	119
Promedio			115,3

Deformación 30%

Tabla 27: “Medidas de microdureza para aleación deformada un 30%”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	53,89	55,30	124
2	54,68	53,45	127
3	54,17	53,04	129
4	54,88	52,65	128
5	52,55	55,85	126
6	53,96	54,97	125
Promedio			126,5

Deformación 50%

Tabla 28: “Medidas de microdureza para aleación deformada un 50%”

Medida	L1 [μm]	L2 [μm]	Dureza [HV]
1	51,34	52,67	137
2	49,37	53,40	140
3	50,52	51,44	143
4	48,79	52,45	145
5	50,83	51,76	141
6	50,52	51,48	143
Promedio			141,5

A continuación en la figura 23, se presenta un gráfico donde se hace una comparación de las microdurezas según el porcentaje de deformación en frío.

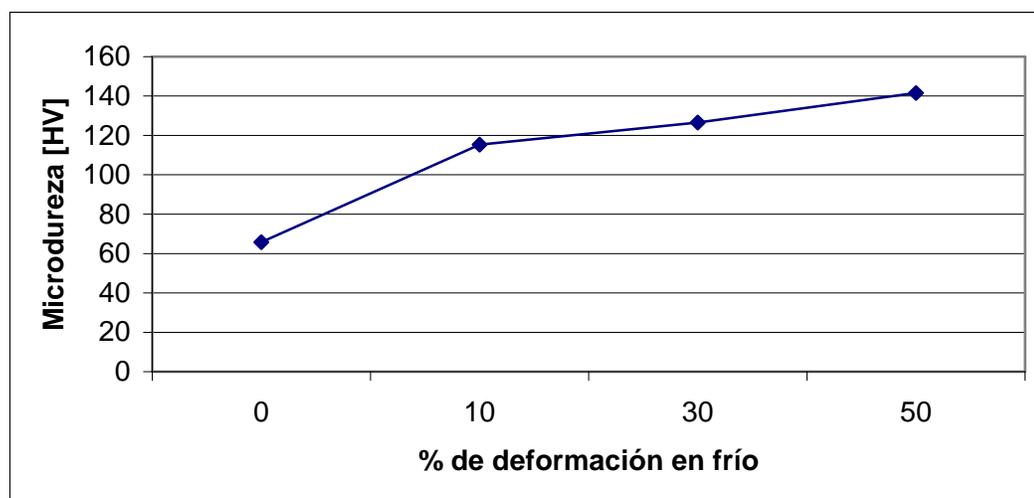


Figura 23: “Gráfico de comparación de microdurezas Vickers según deformación en frío”

Al comparar las microdurezas con las curvas calorimétricas, se puede apreciar que al finalizar la etapa 1 se endurece la aleación (74,6 [HV]), lo que es esperable, ya que esta corresponde a formación de precipitado, luego de la etapa 2, donde se vuelve a formar precipitado, se incrementa la dureza (80,9 [HV]), para luego llegar hasta los 80,9 [HV] en el envejecimiento a 973 K, que no se alcanza a comparar con la curva calorimétrica, pero se denota un mayor aumento de esta propiedad mecánica. Por lo tanto se puede corroborar un aumento de la dureza de la aleación debido a la formación de precipitado por los tratamientos térmicos.

Por parte de la aleación deformada en frío, se puede apreciar claramente que se alcanza una mayor dureza (141,5 [HV]) al hacer la mayor deformación (50%), seguido por las deformaciones a 30 y 10 %, respectivamente. Esto es debido al aumento de las dislocaciones al aumentar la deformación, lo que conlleva a un entorpecimiento en su movimiento, por lo que se logra un aumento en la propiedad mecánica estudiada.

En general se aprecia que la dureza es proporcional a las temperaturas de envejecimiento y al porcentaje de deformación en frío. Resultando mucho más contribuyente al incremento de esta propiedad, la deformación plástica.

5.4 Segregación de átomos de Co a las dislocaciones

Para poder aplicar el modelo de segregación de soluto a las dislocaciones, es necesario evaluar la energía asociada al peak de recristalización ΔH_r . Lo cual es posible hacer mediante la ecuación (38), explicándose a continuación como se obtuvo los datos necesarios a incluir en ella.

El valor de G , se obtuvo mediante el mismo parámetro de cada elemento en forma proporcional al peso de cada uno en la aleación, teniéndose que $G_{Cu} = 48.3$ [GPa] y el $G_{Co} = 826$ [GPa] [29], se tiene que el módulo de rigidez de la aleación es $G = 62.84$ [GPa].

El vector de burger b se obtiene a partir del parámetro de red de la aleación mediante la relación $a = 2^{1/2} \cdot b / 2$, sabiendo que el parámetro de red es $a = 0,35946061$ [nm], se tiene que $b = 5.11 \times 10^{-10}$ [m]. El parámetro de red también fue obtenido en forma proporcional a los parámetros de los elementos aleantes, siendo el $a_{Co} = 0.25071$ [nm] y el $a_{Cu} = 0.361533$ [nm] [29].

La densidad del material también fue obtenida en forma proporcional, tomando en cuenta que $\rho_{Cu} = 8960$ [kg/m³] y $\rho_{Co} = 8900$ [kg/m³], se obtiene para la aleación un $\rho_s = 8958.9$ [kg/m³].

Por otro, lado como se dijo en la sección 3.5.4 se ocuparon los valores de $m = 4$ y $A = 0.85$

Ahora hay que estimar una densidad de dislocaciones (ρ), para aleaciones altamente deformadas, este valor se estimó arbitrariamente, según lo observado como resultados en la literatura, por lo que se ocupó a priori 3 valores para comparar el comportamiento de los calores y su dependencia en función de la densidad de dislocaciones.

Los valores de las densidades de dislocaciones (ρ) y los calores de peak de recristalización ΔH_r , se presentan en la tabla 29.

Tabla 29: “Densidades de dislocaciones y energías asociadas al peak de recristalización”

Densidad (ρ) [m^{-2}]	ΔH_r [J/mol]
2×10^{15}	213,76
3×10^{15}	310,21
6×10^{15}	584,77

Se aprecia, claramente, que la energía asociada al peak de recristalización aumenta conforme se incrementa la densidad de dislocaciones, por lo tanto se puede decir que se hace mayor a medida que aumenta la deformación del material.

A continuación se ocupará una densidad de dislocaciones $\rho = 2 \times 10^{15} [m^{-2}]$.

Ya teniendo la densidad de las dislocaciones ρ , lo siguiente es evaluar las energías de interacción de un átomo de cobalto con una dislocación debido al desajuste, ΔH_a , la energía asociada al módulo de rigidez, ΔH_G y la debida al módulo de volumen ΔH_K , usando como datos los valores de e_a , e_G y e_K .

Para evaluar e_G y e_K se utilizarán los valores de E y G obtenidos de forma proporcional según el porcentaje de peso de cada elemento de la aleación. El valor de K se obtuvo a partir de la correlación $K = (EG/3)/(3G - E)$ [30].

Tabla 30: “Valores E , G , K para diferentes concentraciones de Co”

% de Co	E [Gpa]	G [Gpa]	K [Gpa]
0,35	130,08	51,02	96,27
1,87	131,32	62,84	48,08
2,60	131,91	68,52	40,91
7,00	135,48	102,74	26,86
11,00	138,73	133,85	23,55
15,00	141,98	164,96	22,12

Con la tabla 30 se generan gráficos para los parámetros G y K , los que se muestran en las figuras 24 y 25, respectivamente.

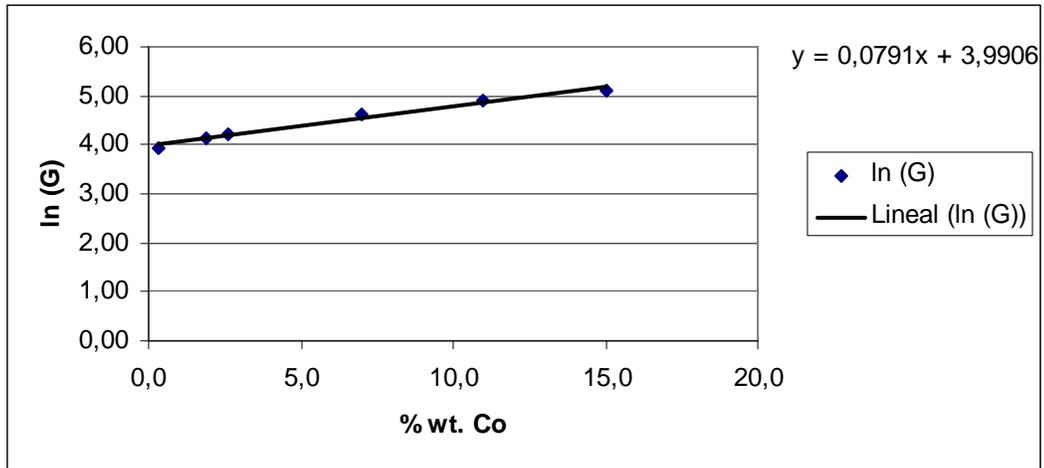


Figura 24: “Gráfico % wt. Co versus ln (G)”

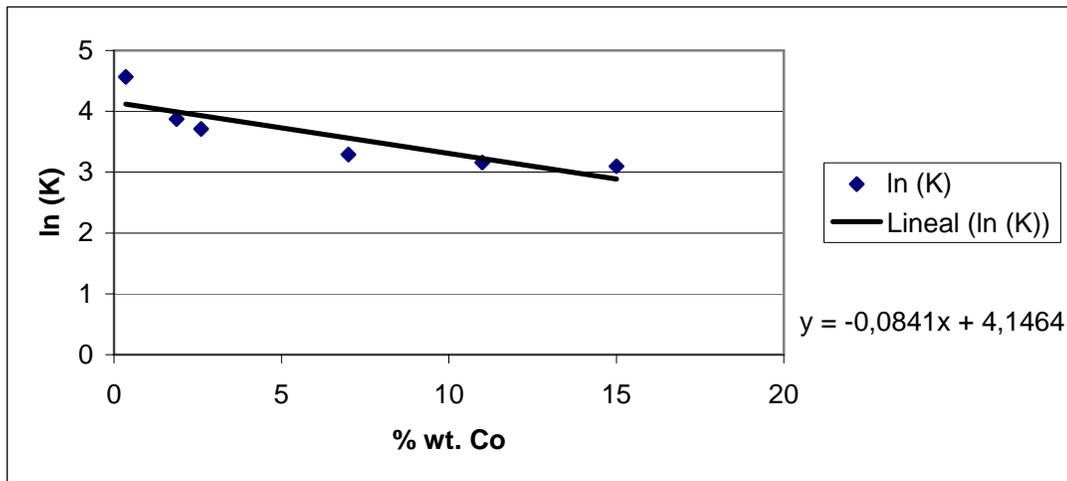


Figura 25: “Gráfico % wt. Co versus ln (K)”

Para avaliar los valores de e_a se ocupan los valores de parámetros de red para diferentes concentraciones como se ve en la tabla 31.

Tabla 31: “Valores a para diferentes concentraciones de Co”

% de Co	a [nm]
0,10	0,36142218
0,50	0,36097889
1,00	0,36042477
1,50	0,35987066
1,87	0,35946061
2,00	0,35931654

En la figura 26 se muestra el gráfico realizado con los datos de la tabla 31, donde se presenta el porcentaje en peso de Co versus el logaritmo natural del parámetro de red.

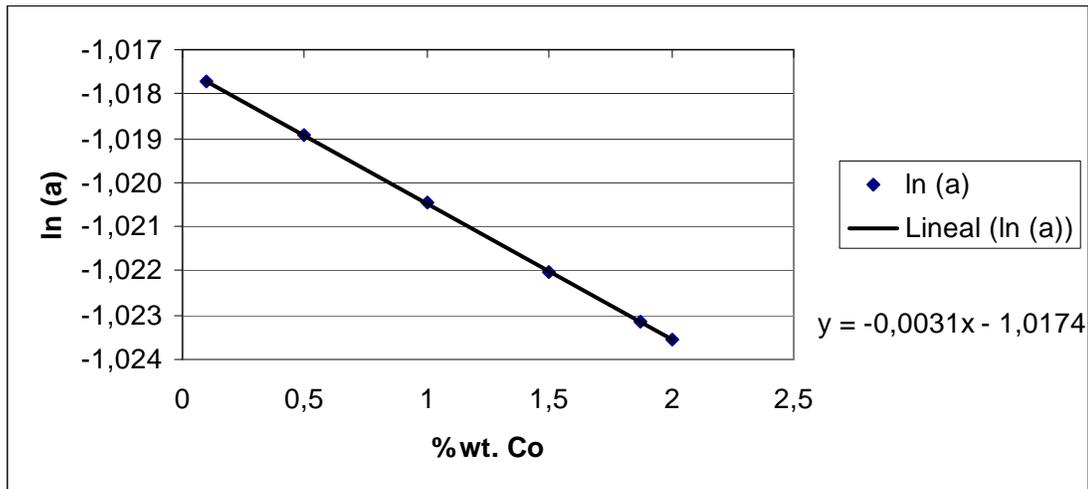


Figura 26: “Gráfico % wt. Co versus ln (a)”

Agregando una línea de tendencia para cada gráfica se puede lograr sacar la pendiente de cada recta, que da como representación los valores de e_a , e_G y e_K requeridos, los cuales son:

$$e_a = -0.0031$$

$$e_G = 0.0791$$

$$e_K = -0.0841$$

Con los resultados anteriores y considerando $r = b = 5.11 \times 10^{-10}$ [m], $\rho = 2 \times 10^{15}$ [m^{-2}] [11-13], además de $\theta = -\pi/2$. Se ocupó la ecuación (17) tomando en cuenta que $b_e = 3^{1/2} \cdot b/6$ para la componente parcial correspondiente a una dislocación disociada helicoidal y $b_e = 0.5 \cdot b$ para la componente parcial de borde correspondiente a una dislocación disociada de borde.

Con lo que se obtienen los valores siguientes:

$$\Delta H_{ae} = 1,87 \times 10^{-20} \text{ [J / atomo]}$$

$$\Delta H_{as} = 1,08 \times 10^{-20} \text{ [J / atomo]}$$

De la ecuación (29) resulta que la energía ΔH_d asociada a la segregación de átomos de cobalto hacia las dislocaciones parciales es:

$$\Delta H_d = 7,4 \text{ [J / mol]}$$

A continuación se presenta un resumen de las energías de reacción tanto experimentales como teóricas, asociadas a los diversos procesos ocurridos.

Tabla 32: “Calores de reacción experimentales para cada etapa, según deformación y $\dot{\varnothing} = 0,167$ [K/s]”

Deformación [%]	ΔH_1 [J/mol]	ΔH_2 [J/mol]
0	229,52	175,92
10	152,66	25,46
30	280,22	18,04
50	236,22	-

Energía asociada al peak de recristalización: $\Delta H_r = 213,76$ [J / mol]

Energía asociada a la segregación de soluto a las dislocaciones: $\Delta H_d = 7,4$ [J / mol]

Al compararse la energía asociada a la segregación de átomos de cobalto a las dislocaciones para la aleación deformada, con la diferencia de la energía de reacción de la etapa 1 del material deformado, por ejemplo, a un 50 % de su espesor (en este caso) con el calor liberado en la etapa 1 del material templado, resultan valores comparables. Claro que esto es tomando en cuenta que es solo una aproximación, ya que no se tiene la densidad de dislocaciones exactas para cada deformación.

Con esto se puede concluir que la etapa 1 es una combinación de formación de precipitado con segregación de soluto en las dislocaciones, este último proceso va inhibiendo la formación de precipitados en la etapa 2, más aún al aumentar la deformación, lo que se puede apreciar, claramente, al disminuir el calor de reacción de la etapa 2 cuando se aumentó de la deformación.

Como al aumentar la deformación, se incrementa el número de dislocaciones, esto implica que aumente la energía asociada a la segregación de soluto, por lo tanto entre mayor sea la deformación, la aleación tiende a endurecer formándose sólo la etapa 1 en la que se generan precipitados y varios de estos son segregados a las dislocaciones, lo que hace que se inhiba una formación de la etapa 2.

6. Conclusiones

Las principales conclusiones de este trabajo son:

La aleación estudiada, Cu- 2% wt. Co presentó en el termograma del material templado, dos eventos exotérmicos traslapados (etapa 1 y etapa 2), en las cuatro velocidades de calentamiento lineal utilizadas, asociados a la formación de precipitados ricos en Cobalto- α .

No se observó correlación alguna entre los calores de reacción y las velocidades de calentamiento lineal, y por otro lado, los peaks de los eventos exotérmicos se desplazan a temperaturas superiores a medida que la velocidad de calentamiento crece. Por lo tanto, el sistema se encuentra gobernado por variables cinéticas más que termodinámicas.

La energía de activación fue obtenida mediante el modelo de Kissinger Modificado. Con esto se encontró que, es de 164,7 y 195,6 [kJ/mol] para las etapas 1 y 2, respectivamente. Se pudo apreciar que la energía de activación de la etapa 2 es bastante cercana a la teórica, que es 200,6 [kJ/mol], calculada mediante la relación de Brown y Ashby, mientras que la de la etapa 1 es un poco menor, esto puede ser atribuido a la presencia de vacancias introducidas por el temple.

La aplicación del modelo Kissinger Modificado implica que cualquier error o resultados no válidos en la energía de activación, influye directamente en el valor del parámetro preexponencial k_0 . Por lo que cabe mencionar que, los resultados para este parámetro según este modelo fueron $8,3 \times 10^8$ y $7,86 \times 10^8$ [s^{-1}] para las etapas 1 y 2, respectivamente. Estos valores concuerdan en magnitud con los calculados con el modelo MJA, que dio como resultado $6,48 \times 10^8$ y $6,05 \times 10^8$ [s^{-1}] para las etapas 1 y 2, respectivamente. Lo que indica que no hay error en los análisis llevados a cabo por cada uno de los modelos.

El análisis cinético no isotermal para los valores de n , permite concluir que: en el caso de la etapa 1 ($n = 1,02$), se está en presencia de un fenómeno de precipitación por nucleación y crecimiento, en cuanto a la etapa 2 ($n = 1,41$), se tiene un proceso de crecimiento a partir de núcleos pre-existentes de tamaño no despreciable. Esto se puede validar con las curvas calorimétricas, las cuales no presentan un peak endotérmico entre las etapas.

En cuanto a la deformación en frío, se llegó a la conclusión que al aumentar esta, se tiende a inhibir la etapa 2 de precipitación, debido a segregación de soluto en las dislocaciones en la etapa 1 donde cuando comienza la precipitación. Por lo tanto, la aleación endurece por dos procesos, formación de precipitados y segregación de estos átomos de cobalto a las dislocaciones, entorpeciendo su movimiento.

Después, se corroboró el endurecimiento por precipitación con el ensayo de microdureza Vickers, ya que al ensayar las probetas a las que se le realizó tratamientos isócronos de envejecimiento, se encontraron mayores valores de dureza que para la aleación templada (65,8 [HV]). Los resultados muestran una mejora en las propiedades mecánicas de la aleación. Se reportó una máxima dureza de 84,1 [HV] aplicando un tratamiento de envejecimiento de 973

K durante 1 h. Además se comprobó que al aumentar la temperatura de envejecimiento, se incrementa la dureza de la aleación.

Los resultados de microdureza Vickers, para el material deformado en frío, también muestran una mejora en las propiedades mecánicas, incluso mayores que para los tratamientos de envejecimiento. Ya que se reportó una dureza de 141,5 [HV], para el material con un 50 % de deformación en su espesor, teniéndose en cuenta que el material sin deformación tenía una dureza de 65,8 [HV]. Se comprobó que ha medida que aumenta el porcentaje de deformación, se incrementa la dureza del material.

Se concluye que la aleación endurece por formación de precipitados, a partir, de los átomos de cobalto y además que algunos de estos son segregados a las dislocaciones, lo que también aumenta las propiedades mecánicas de la matriz de cobre.

7. Bibliografía

- [1] D. Watanabe, C. Watanabe and R. Monzen. “Coarsening Behavior of Co Precipitates in Cu-Co Alloys”, Metallurgical and Materials Transactions, Volume 39 A, Abril 2008, págs. 725-732.
- [2] Servi and Tannen, “*Direct observations of size, distribution and morphology of precipitates in copper-cobalt alloys*”, Acta Metallurgica, 1966, págs. 231 - 234.
- [3] S. K. Gupta and M. G. Gartley. “XRD and VSM Analysis of Nanostructured Cu-Co Alloys”, JCPDS-International Centre for Diffraction Data 1999, págs. 688-697.
- [4] V. A. Phillips and J. D. Livingston, “*Direct Observation of coherency strains in a copper-cobalt alloy*”, Philosophical Magazine, vol. 7, 1962, págs. 969 – 980.
- [5] S. K. Gupta and M. G. Gartley, “*XRD and VSM analysis of nanostructured Cu-Co alloys*”.
- [6] Werner Wagner, “*Early stages of precipitation in diluite Cu-Co alloys*, Z. Metallkde, Bd 80, 1989, págs. 873 – 882.
- [7] I. S. Servi and D. Turnbull, “*Thermodynamics and kinetics of precipitation in the copper-cobalt system*”, Acta Metallurgica, vol. 14, Febrero 1966, págs. 161 – 169.
- [8] W.D. Callister, “*Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*”. Editorial Reverté, S.A. 1995. Barcelona, España.
- [9] <http://www.physik.uni-augsburg.de/stud/pittsburgh/eng/pittsburgher/josh/cuco%20phase%20diagram.jpg>
- [10] Iván Elgueta P., “*Influencia de la adición de Cr en el endurecimiento por precipitación en aleaciones de Cu-Ti*”, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil en Materiales, 2008.
- [11] A. Varschavsky and E. Donoso, “*Modelling solute segregation to partial dislocations for DSC evaluations*”, Journal of thermal analysis, vol. 48, 1997. págs. 1229-1248.
- [12] E. Donoso, “*Influencia de la deformación en frío sobre el proceso de precipitación en una aleación de Cu- 4% at. Ti*”, Rev. Metal. Madrid, 44, 2008, in press.
- [13] Carlos Umaña C., “*Reacciones de ordenamiento y segregación a las dislocaciones en Cu- 30% Zn y Cu- 19% Al*”, Memoria para optar al título de Ingeniero Civil Mecánico, 1996.
- [14] J. D. Eshelby, In Physics of Metals, Defects, P. B. Hirsch, ed., University of Cambridge Press, vol. 2, 1975, p.1.
- [15] I. Saxl, Czech J. Phys., 148 (1964), p. 381.
- [16] A. Varschavsky, Scr. Metall., 9 (1975), p. 391.
- [17] A. H. Cottrell and B. A. Bilby, Proc. Phys. Soc., Lond. A62 (1949), p. 49.
- [18] A. Varschavsky Mater. Sci. Eng., 89 (1987), 118.

- [19] A. Varschavsky, J. Mater. Sci., 26 (1991) 3603.
- [20] J. P. Hirth y J. Lothe, “*Theory of Dislocations*”, 2nd ed., Krieger, Melbourne, F. L., 1991, p. 506 y 512.
- [21] L. Shi and D. O. Northwood, J. Mater. Sci., 28 (1983), p. 5963.
- [22] R. Bagley, D. I. G. Jones y A. D. Freed, Metall. Trans., 26A (1995), p. 829.
- [23] María Isabel Henríquez, “*Estudio microcalorimétrico de aleaciones Cu-Co-Ti*”, memoria para optar al título de Ingeniero Civil en Materiales.
- [24] E. Donoso, M. L. Cerón, G. Díaz, A. Varschavsky, “*Análisis microestructural en una aleación de Cu- 3% at. Ti, mediante calorimetría diferencial de barrido*”.
- [25] A. M. Brown y M. F. Ashby, “*Correlations for diffusion Constants*”. Acta Metallurgica 28 (1980)
- [26] A. Varschavsky and E. Donoso, “*Energetic and kinetic evaluations in a quasi-binary Cu- 1% at. Co₂Si alloy*”. Materials letters 57, 2003, pags. 1266 – 1271.
- [27] I. S. Servi y D. Turnbull, “*Thermodynamics and kinetics of precipitation in the copper-cobalt system*”. Acta metallurgica, vol. 14, febrero 1966, pag. 161.
- [28] E. Donoso, G. Díaz, A. Varschavsky, “*Evaluaciones calorimétricas no isotermiales del proceso de precipitación en una aleación de Cu- 2% wt. Co*”. SAM/CONAMET 2005 – MEMAT 2005, Mar del Plata, Octubre 2005.
- [29] “*Metals handbook, 9th ed., vol. 2, Properties and selection: Non ferrous alloy and pure metals*”, 1979, American Society for Metals.
- [30] Hopkin et al., Z. Metallkd, 61 (1975), 535.
- [31] J. M. Popplewell y J. Crane, Metall. Trans., 2 (1971), pags. 3411-3420.

ANEXOS

ANEXO A: Metodologías Procedimiento Experimental

A 1. Metodología Operacional Equipo DSC Q20

Uno de los equipos DSC con los que cuenta el Departamento de Ciencia de los Materiales corresponde a un TA Instruments, modelo Q20. Este equipo utiliza una atmósfera controlada de Nitrógeno en su funcionamiento y cuenta con un sistema de enfriamiento automático (cooler) que le permite llegar a temperaturas máximas de 500 C, lo que es una temperatura alta si se considera que este equipo está principalmente orientado al trabajo con polímeros. Sin embargo, si se le saca este dispositivo pueden alcanzarse temperaturas cercanas a los 700 C, favoreciendo el análisis de elementos metálicos.

Si se desea llegar a temperaturas inferiores a 580 C se recomienda utilizar canastillos porta muestra de Aluminio. Si se desea llegar a temperaturas cercanas a los 700 C se recomienda utilizar canastillos de Cobre o de algún otro material conductor que resista esta temperatura sin fundirse.

A 1.1 Guía para utilizar el equipo DSC

- Encender el equipo (interruptor ubicado en la parte posterior) y el computador.
- Esperar un tiempo aproximado de media hora para que se inicialice el equipo.
- Abrir la unidad porta muestras y colocar los canastillos con las probetas en su interior sobre los dispositivos de la unidad porta muestra. La muestra patrón o referencia se ubica en el dispositivo superior izquierdo de la unidad. La muestra a analizar se ubica en la posición inferior derecha. Cabe mencionar que las muestras deben estar pulidas, sin presencia de óxidos en sus caras, tal que se maximice el área de contacto entre la muestra y el canastillo, para favorecer la conducción del calor. El canastillo no debe presentar deformación plástica, para que éste no influya en los resultados obtenidos. La manipulación de las muestras y canastillos se debe realizar con pinzas.
- Abrir la válvula de paso del gas.
- Abrir el programa TA Instruments Explorer.
- Ingresar el nombre de la muestra.
- Ingresar el elemento del canastillo a utilizar (Pan).
- Ingresar el peso de la muestra a analizar. Este parámetro permite obtener como resultado la potencia por unidad de masa, facilitando en análisis posterior de las curvas. Si bien el programa no pide ingresar el peso de la referencia, se recomienda utilizar una referencia o patrón de peso similar a la muestra.
- Guardar los datos.
- Ir a procedimiento en el programa e ingresar la temperatura máxima del ensayo y la velocidad de calentamiento. El flujo de Nitrógeno se establece en 40 [ml/min].
- Fijarse que no esté funcionando el cooler (extremo derecho de las herramientas).
- Presionar aplicar (comienza el ensayo).

- Una vez terminado el ensayo se debe esperar que se enfríen las muestras para poder sacarlas (la temperatura debe estar en 40 C para abrir la unidad porta muestras). Una vez retiradas las muestras se corta el paso del gas y se apaga el equipo.

Es probable que el equipo no llegue a temperaturas superiores a 620 C y se pare, es decir, que el ensayo termine a esta temperatura. Esto se debe a que el equipo cuenta con un dispositivo automático de control que detiene el equipo cuando la temperatura del flange llega a 395 C. Para alcanzar temperaturas más altas, cercanas a los 680 C (como las alcanzadas en este trabajo de memoria), se recomienda utilizar velocidades de calentamiento mayores a 10 [C/min].

A 2. Metodología Operacional Microdurómetro Struers Duramin-1

Uno de los microdurómetros con los que cuenta el Departamento de Ciencia de los Materiales corresponde a un Struers Duramin-1. Este equipo permite medir dureza Vickers (HV) en una gran variedad de materiales, independientemente del espesor de la probeta (permite medir dureza en materiales muy delgados).

A 2.1 Guía para utilizar el Microdurómetro

- Encender el equipo (interruptor ubicado en parte posterior del equipo).
- Aparece un menú donde se debe fijar el aumento del lente (generalmente 40x) y la carga a utilizar.
- Ubicar la probeta en el porta muestra y enfocarla (utilizar tornillo lateral).
- Cambiar el revolver desde el lente al indentador.
- Presionar start (comienza el ensayo).
- Esperar que termine el ensayo (vuelve a aparecer un menú).
- Cambiar el revolver a lente.
- Ubicar el cero inicial. Se debe ubicar la línea horizontal del lente sobre la horizontal de la indentación. Luego se deben hacer coincidir los segmentos verticales de medición con la vertical de la indentación. Todas deben llegar a ser una sola línea. Los segmentos verticales se regulan con los tornillos superiores ubicados en el dispositivo óptico. Finalmente se debe presionar el cero inicial.
- Establecer largo de L_1 (diagonal horizontal de la indentación). Se realiza ubicando los segmentos verticales de medición en los extremos de la diagonal a medir. Una vez establecido el largo se debe presionar el botón seteador (botón negro ubicado en el dispositivo óptico).
- Girar dispositivo óptico para establecer el largo de L_2 (diagonal vertical de la indentación). Se realiza de igual manera que con L_1 . Una vez establecido el largo se debe presionar el botón seteador.
- El equipo entrega el valor de la dureza Vickers (HV). Anotar el valor de L_1 , L_2 y la dureza.
- Presionar el botón para reestablecer el sistema y realizar una nueva medición.
- Apagar el equipo (interruptor).